

# くり返しせん断変形加工した極低炭素鋼の特性

小豆島 明\*・青木 孝史朗\*・井上 毅\*<sup>2</sup>

Properties of Ultra Low Carbon Steel Produced by Repetitive Shear Deformation of Side Extrusion

Akira AZUSHIMA, Koshiro AOKI and Takeshi INOUE

**Synopsis :** Ultrafine grained microstructure was produced by repetitive deformation using the side-extrusion method from ultra low carbon steel with an initial grain size of about 150  $\mu\text{m}$ . The repetitive deformations were imposed at a low extrusion speed of 2 mm/min at room temperature. The side-extrusions with lateral pressure were repeated up to 10 passes without rotation. The sample was uniformly deformed by the side-extrusion, and the equivalent strain was 1.15 after a single pass of the side-extrusion. The ultimate tensile strength increased from 200 MPa with an increasing number of side extrusion passes. After 10 passes of side-extrusion, an ultrafine grained steel with a tensile strength of over 1000 MPa and a grain size of 0.5  $\mu\text{m}$   $\times$  0.2  $\mu\text{m}$  was developed.

**Key words:** steel; side extrusion; ultrafine grain; shear deformation; ECAE.

## 1. 緒言

近年、資源とエネルギーの有効利用が切実な問題としてとり上げられてきている。材料分野におけるこの課題に対する解決手段として、材料の高強度化によるエネルギー損失の低減が有効な手段として考えられている。自動車や航空機などの用途で使用されている構造用材料の分野においても高強度化による軽量化のための製造プロセスが確立される必要がある。

このような高強度金属材料を創製するための加工プロセスとして強ひずみ加工が注目されて、くり返しせん断変形加工 (ECAPまたはECAE)<sup>1-5)</sup>、くり返し重ね圧延(ARB)<sup>6)</sup>、メカニカルミリング<sup>7)</sup>などの手法が開発されている。そのなかで、くり返しせん断変形加工は初期のピレット断面が加工によって変化しないこと、押し出し荷重が比較的小さいことならびに材料全体にわたって均一な変形が可能であることなどの利点をもっており、最近最も注目されている加工プロセスの一つである。

ECAEプロセスは、Segalら<sup>1)</sup>により集合組織制御法として開発され、後にValiev<sup>2)</sup>らにより金属の超微細化プロセスとして有効であることが示された。その後、堀田らによるアルミニウムおよびアルミニウム合金を対象とした一連の研究<sup>3-5,8,9)</sup>により、それらの材料の結晶粒の超微細化現象およびECAE後の材料の機械的特性について詳細に報告され、多くの知見が得られている。

一方、鋼および鋼合金を対象としてECAEプロセスの適用例は少なく、Segal<sup>10)</sup>のArmco鉄を対象として8回までECAEを行った際の引張り強さと全伸びの結果およびShin

ら<sup>11,12)</sup>による0.15%C鋼のECAEを行った際の引張り強さと全伸び結果などが報告されているだけであり、アルミニウムおよびアルミニウム合金のように詳細な結果が得られていない。そこで、筆者らは、鋼のような高強度材料やAl-Mg系合金のような冷間での難加工性材料を冷間でECAEプロセスが可能で、側圧負荷による高静水圧下での側方押し出し加工によるせん断変形をくり返し材料に与えることができる装置を開発した<sup>13)</sup>。

本研究は、その新たに開発したせん断変形加工用装置を用いて、極低炭素鋼を対象として10回までくり返しせん断変形加工を試みたものである。そして、各くり返しせん断変形加工後の材料の引張り試験による、引張り強さと伸びの測定、金属顕微鏡およびTEMによる超微細組織の観察、電子線後方散乱回折(EBSP)による結晶粒界の方位の測定ならびにX線回折による集合組織の測定を行った。

## 2. 実験方法

供試材は、熱延あがりの板厚20 mmの極低炭素鋼であり、Table 1にその化学組成を示す。くり返しせん断変形加工のために、断面積10 mm  $\times$  10 mm、長さ30 mmの寸法の試験片に機械加工した。Fig. 1にくり返しせん断変形加工法の概略を示す。この加工法は、断面積が10 mm  $\times$  10 mmの正

Table 1. Chemical composition of ultra low carbon steel.

C	Si	Mn	P	S	Al	Ti	Fe
0.0015	0.009	0.09	0.005	0.004	0.004	0.0027	bal.

(wt%)

平成13年3月8日受付 平成13年8月27日受理 (Received on Mar. 8, 2001; Accepted on Aug. 27, 2001)

\* 横浜国立大学工学研究院 (Faculty of Engineering, Yokohama National University, 79-5 Tokiwadai Hodogaya-ku Yokohama 240-8501)

\* 2 (株) ニコン大井製作所 (Ohi Plant, Nikon Co.)

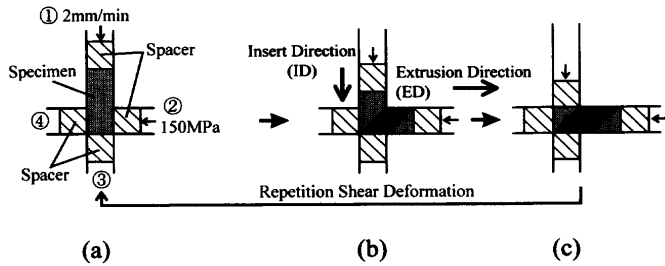


Fig. 1. Schematic representation of repetitive shear deformation process.

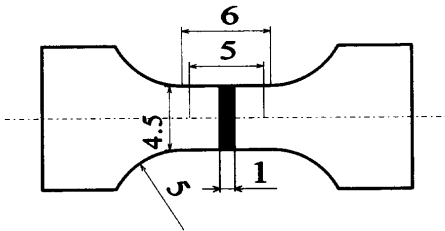


Fig. 2. Schematic representation of tensile test specimen.

方形で等しく、角度が $90^\circ$ で交わる溝を通して材料を側方に押出す加工プロセスである。このプロセスにより材料はせん断ひずみを受けるが、そのバルク形状はほとんど変化しないため、くり返して加工が可能である。また、一定の側圧 $150\text{ MPa}$ を負荷することにより溝コーナー外部にデッドゾーンを生じることなく、材料内部に一樣なせん断変形領域が得られるほか、静水圧が高くなり材料の割れ発生を防ぐことができる。1回のせん断変形加工により材料中に付与される相当ひずみは幾何学的に求められており、本実験の場合は $1.15$ となる。

くり返しせん断変形加工実験は、加工前に試験片、十字溝付金型の溝内面ならびに4個のスペーサーおよびパンチの表面にテフロン潤滑剤を噴霧して付着させ、試験片をFig. 1(a)のようにスペーサーとともに金型内の①軸の溝にセットする。つづいて、金型上部に蓋工具を置き、門形フレームの横梁とその蓋工具との間に油圧ジャッキを挿入して $150\text{ kN}$ 以上の荷重を加えた。③軸と④軸のパンチを固定し、①軸のパンチを $2\text{ mm/min}$ の一定の速度で材料を②軸方向に押出した。そのとき、②軸のパンチにより一定の側圧 $150\text{ MPa}$ が材料にかかるように制御した。試験片が(c)の位置になったとき、①軸のパンチの移動を停止し、1回のせん断変形加工を終了した。せん断変形加工された試験片は、加工前の試験片寸法と同じであるので、バリなどを調整後、同じくテフロン潤滑剤を表面に付着させ(a)のようにセットし、くり返してせん断変形加工を行った。この際、試験片は回転させないで同じ方向に挿入するルートA<sup>3)</sup>と呼ばれるプロセスで加工を行った。本実験では、室温で最大10回までくり返して加工を行った。

引張り試験用試験片は、Fig. 1の試験片上面と平行に約 $1\text{ mm}$ の厚さで切り出し、Fig. 2に示す試験片形状である幅

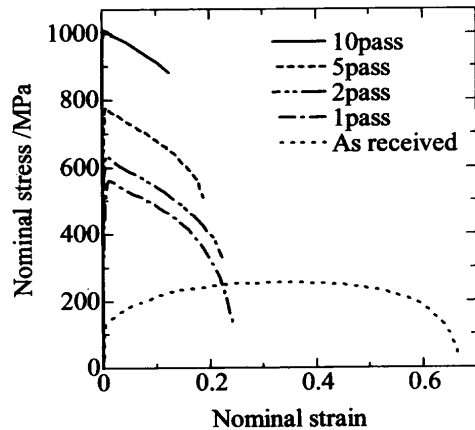


Fig. 3. Nominal stress-strain curve of ultra low carbon steel.

( $W$ )  $4.5\text{ mm}$ 、標点距離( $L$ )  $5\text{ mm}$ 、平行部長さ( $P$ )  $6\text{ mm}$ および曲率半径( $R$ )  $5\text{ mm}$ になるよう機械加工した。引張試験は、加工前と1, 2, 5および10回のくり返しせん断変形加工を行った試験片から、Fig. 2に示す引張試験片を作製し、クロスヘッド速度 $0.5\text{ mm/min}$  (初期ひずみ速度 $1.4 \times 10^{-3}\text{ s}^{-1}$ )を一定とし、室温で行った。

金属顕微鏡およびTEMによる組織観察は、Fig. 1の試験片の上面と平行になるよう切り出した試験片を用いて行った。組織観察は、加工前と1, 3, 5および10回のくり返しせん断変形加工後の試験片を用いた。また、10回のくり返しせん断変形後の試験片に対し、EBSPによる方位解析を行った。その方位解析は、組織観察と同じ方法で切り出した試験片を用い、FEG-SEMにより加速電圧を $25\text{ kV}$ とし、ビームを約 $10\text{ nm}$ に絞り、1ステップ $0.05\text{ }\mu\text{m}$ で $3\text{ }\mu\text{m} \times 9\text{ }\mu\text{m}$ の範囲内でOIMシステムを用いて行った。

集合組織の測定は、Fig. 1の変形された試験片において明瞭にせん断変形部が確認される面と平行に切り出した試験片を用い、Schulz反射法により $\{110\}$ 不完全極点図を作製することにより行った。測定には、加工前と1, 3, 5および10回のくり返しせん断変形加工後の試験片を用いた。使用したX線は $40\text{ kV}$ 、 $30\text{ mA}$ で発生させ、バナジウムフィルタを通した $\text{Cr-K}\alpha$ 線であり、 $110$  ( $2\theta=68.8^\circ$ )回析線を用いた。

### 3. 実験結果および考察

Fig. 3に極低炭素鋼の加工前と1, 2, 5および10回のくり返しせん断変形加工後の公称応力と公称ひずみの関係を示す。加工前の試験片の応力-ひずみ曲線は、典型的な加工硬化特性を示している。一方、くり返しせん断変形加工を受けた試験片においては、ひずみとともに応力は急激に増加し、非常に低いひずみでその最大値をとり、その後はひずみの増加とともに減少している。これらのせん断変形加工を受けた材料は一樣伸びが無く、局部伸びのみであるこ

とを示している。また、くり返し加工回数の増加とともに引張り強さが増加している。

Fig. 4に引張り強さとくり返し加工回数との関係を示す。加工前の引張り強さと比較して、1回のせん断変形加工後の引張り強さが約2.5倍と急激に増加している。1回以降、引張り強さはくり返し加工回数とともにほぼ直線的に増加している。

次に、Fig. 3およびFig. 4の公称応力-ひずみ関係および引張り強さとくり返し加工回数の関係を理解するため、組織観察を行った。Fig. 5は加工前ならびに1, 3, 5および10回のくり返しせん断変形加工後の金属顕微鏡写真を示す。くり返し加工前の極低炭素鋼の平均結晶粒径は $150\ \mu\text{m}$ である。加工回数を増加するに伴い、せん断変形加工により流れた組織の領域が形成されていく様子が観察される。Fig. 5(b)の1回のせん断変形加工を受けた組織には、結晶

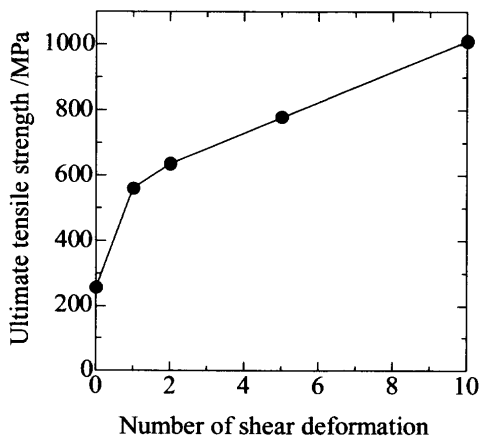


Fig. 4. Relationship between ultimate tensile strength and number of shear deformation.

粒がせん断変形加工を受け、その形状が長細く変形している明るく見える領域と、黒く流れた組織の領域の2つが観察される。3回のせん断変形加工後の金属顕微鏡写真 (Fig. 5(c)) からは、ほとんどの領域が黒く流れた組織でおおわれ、明るく見える長く伸びた結晶粒がわずかに観察される。5回および10回のせん断変形加工後 (Fig. 5(d), (e)) では全域が黒く流れた組織の領域でおおわれ、くり返し加工回数が増加することによりその流れた組織が細かくなっている様子が観察できる。

次に、1, 3, 5および10回のくり返しせん断変形加工後の材料のマイクロ構造を調べるために観察したTEM組織写真と回析パターンをFig. 6に示す。回析パターンは直径 $1.35\ \mu\text{m}$ の制限視野領域から撮影されている。1回および3回の加工後のTEM組織写真は、Fig. 5の金属顕微鏡写真の黒く流れた組織の領域から撮影された。1回のせん断変形加工後のTEM組織写真 (Fig. 6(a)) から、短径 $0.2\sim 0.5\ \mu\text{m}$ 、長径 $3\sim 5\ \mu\text{m}$ 程度の白く見える小さなミクロンサイズの領域が数個観察される。このときの直径 $1.35\ \mu\text{m}$ の制限視野領域からの回析パターンは、数個の方位差の異なる結晶からの回析パターンを示している。その制限視野領域の大きさを考えると、TEM組織写真において観察された小さなミクロンサイズの領域の一つ、一つが方位の異なる結晶のように考えることができる。

3回および5回のくり返しせん断変形加工後のTEM組織写真 (Fig. 6(b), (c)) から、この小さなミクロンサイズの領域が増加していき、またそのサイズが1回のせん断変形後とほぼ同等であることが観察される。くり返し加工回数が増加すると、その小さな領域のサイズがさらに小さくなり、特に長径の長さが著しく減少している。10回のくり返し

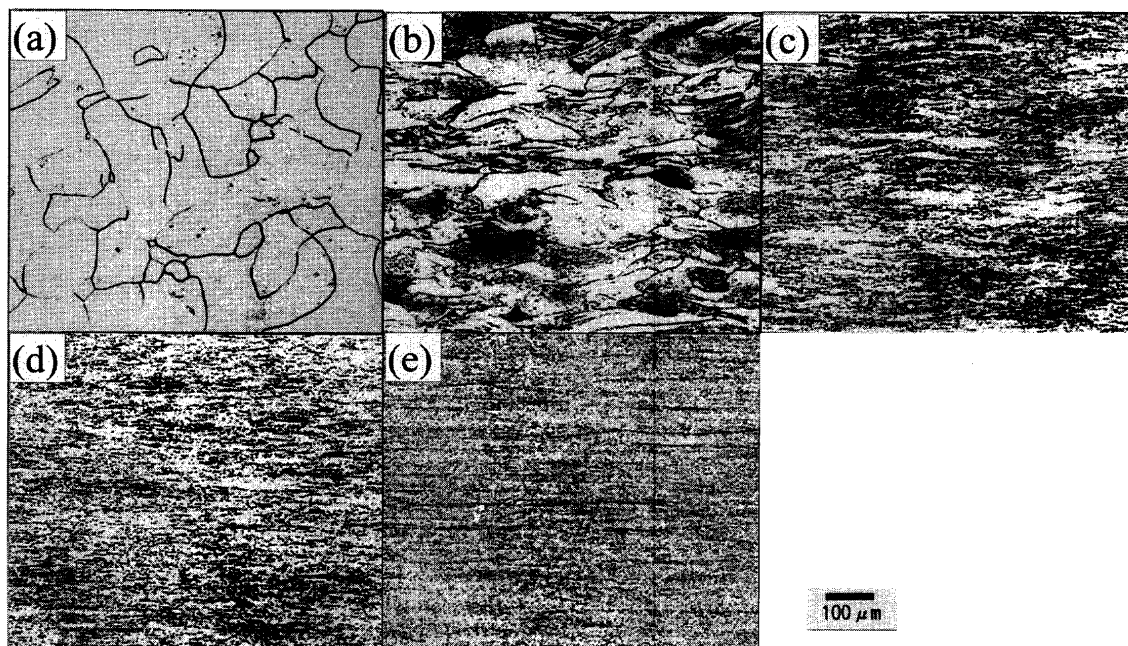


Fig. 5. Optical micrograph of ultra low carbon steel (a) as received, (b) 1 pass, (c) 3 pass, (d) 5 pass, (e) 10 pass shear deformed.

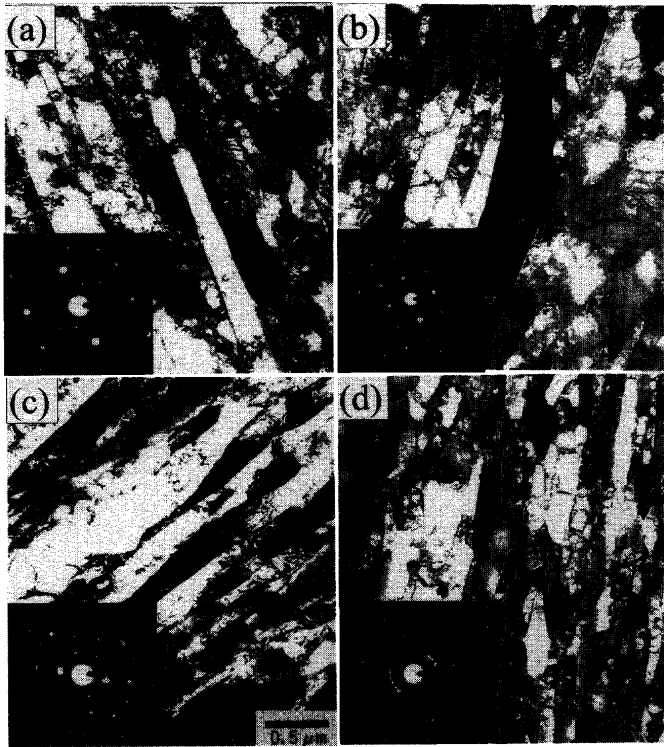


Fig. 6. TEM micrograph and SAD pattern of ultra low carbon steel as (a) 1 pass, (b) 3 pass, (C) 5 pass, (d) 10 pass shear deformed.

せん断変形加工によって、長径0.5 μm程度、短径0.2 μm程度の超微細な領域が形成された。

回析パターンの結果からは、くり返し加工回数が増えるほど制限視野領域に存在する方位差の異なる小さな領域の数が増加していることが観察され、その微細化が5回以上の加工時において進行していることがわかる。

さらに、10回のくり返しせん断変形加工後の小さな領域の方位差を定量的に理解するため、EBSPを用いて3 μm×9 μmの領域内を1ステップ0.05 μmで走査し、隣接する測定点との方位差を測定した。その結果をFig. 7に示す。これは標準のOIMプログラムにより測定結果を解析し、縦軸を面積率、横軸を方位差でプロットしたものである。面積率は方位差を5度間隔で整理し、各方位差を有する測定点の占める面積が、測定面全体に占める割合を面積率として表示してある。この方位差の分布状況から、ほとんどの小さな領域は15度以上の方位差を有する超微細結晶粒構造になっていることがわかる。

次にFig. 3およびFig. 4で示した10回のくり返しせん断変形加工後の材料の引張り強さが1000 MPaの高強度になった原因を考察する。Fig. 8に高木が示した極低碳素鋼の応力 $\sigma_{0.2}$ と結晶粒径 $d^{0.5}$ の関係を示す<sup>14)</sup>。図中に本研究において得られた10回のくり返しせん断変形加工後の実験結果を黒丸でプロットした。この際、粒径はミクロンサイズ領域の長径と短径を平均した値を用いた。それらの黒丸は図中のHall-Petchの関係を示す線上にほぼプロットさ

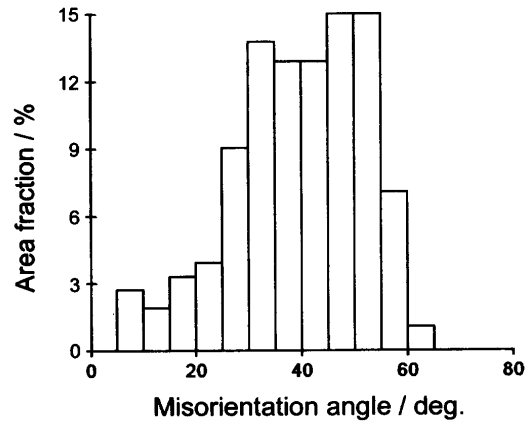


Fig. 7. Frequently misorientation angle diagram of ultra low carbon steel after 10 pass shear deformation by EBSP analysis.

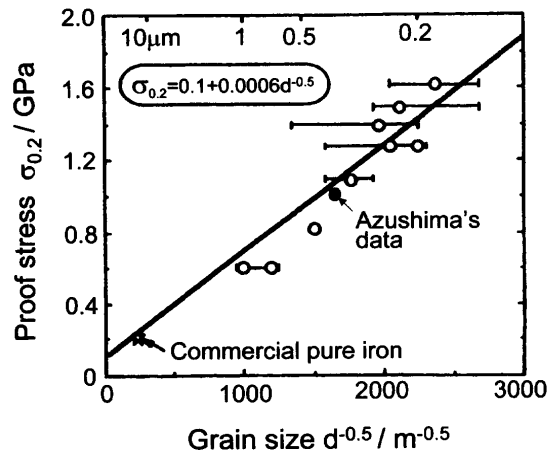


Fig. 8. Relationship between proof stress and grain size<sup>14)</sup>.

れるので、くり返しせん断変形加工によって得られた極低碳素鋼の強度上昇の原因が結晶粒の微細化によるものと考えることができる。

一方、くり返し数の増加とともに変形組織が形成される状態を理解するために(110)面の集合組織の測定を行った。加工前ならびに1, 2, 3, 5および10回のくり返しせん断変形加工後の{110}正極点図をFig. 9に示す。測定面はFig. 1の変形された試験片において明瞭にせん断変形部が確認される面である。正極点図の向きは材料の挿入方向がID、加工後押出される方向をEDと表示した。加工前の正極点図から、加工前にはほとんど集合組織を形成していないことがわかる。1回のせん断変形加工後の正極点図から、面法線を軸として押出し方向に対して約15~20度傾いたような状態で{110}極の集積が存在し、せん断変形により集合組織が形成されている。くり返し加工回数が2, 3, 5および10回と増加しても、極の集積している位置にはほとんど変化が見られなかった。極の集積している位置は、(110)[1̄10] ((せん断変形部が確認される面) [押出し方向]と表記)における{110}極を、紙面垂直方向を軸として15度回転させた位置であり、10回のくり返しせん断変形加

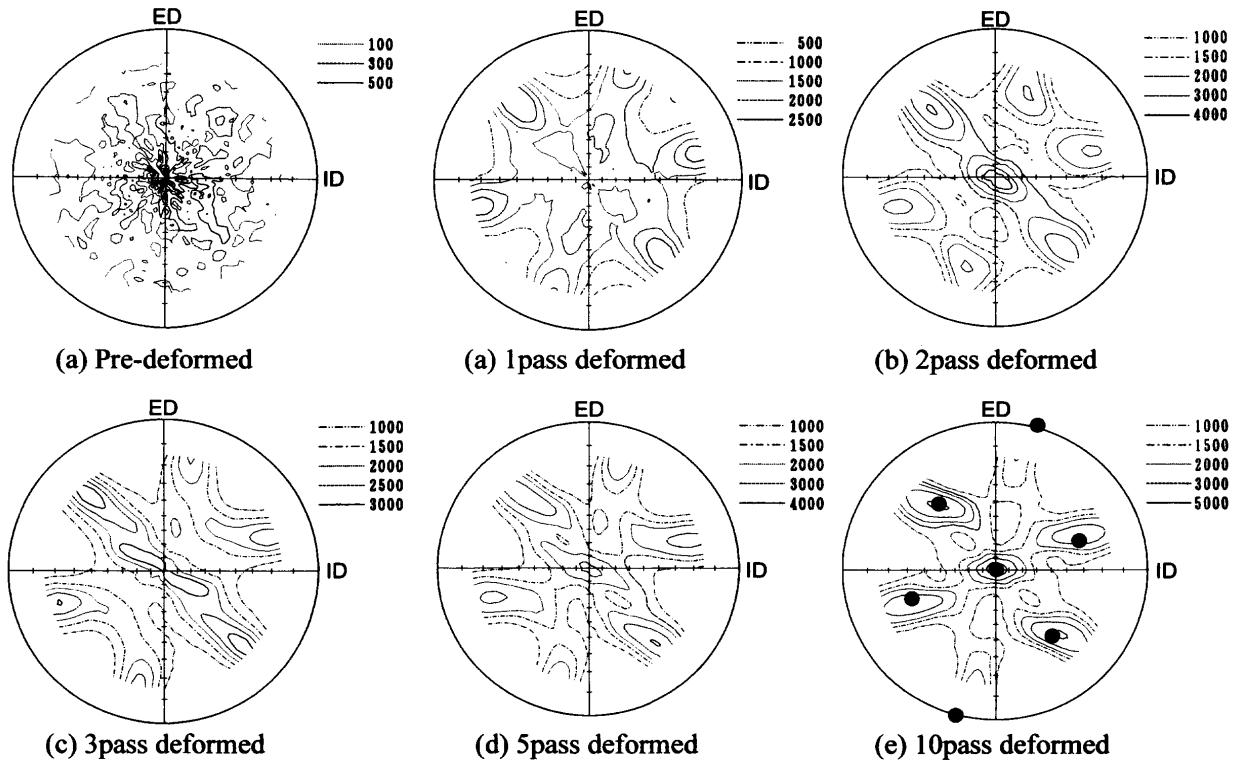


Fig. 9.  $\{110\}$  pole figures of ultra low carbon steel as shear deformed.

工後の正極点図(Fig. 9(e))上に、この位置を黒丸でプロットした。集積度については、くり返し加工回数により若干変動するが、2回目のくり返しせん断変形加工以降では、大きな変化は見られないことがわかった。

#### 4. 結論

極低炭素鋼を用いて、側方圧力負荷のくり返しせん断変形加工を最大10回まで行い、各くり返しせん断変形加工後の材料の引張り強さと伸びの測定、超微細組織の観察、結晶粒方位および集合組織の測定を行い、次の結果を得た。

(1) くり返しせん断変形加工回数の増加とともに引張り強さは増加し、10回のくり返し加工後1000MPaを超える引張り強さを得た。

(2) せん断変形加工により小さなミクロンサイズの領域が生成し、くり返し加工回数とともに、その領域は増加し、そのミクロンサイズ1つの大きさは5回まではほぼ同じで5回を越えると減少した。10回のくり返しせん断変形加工後のミクロンサイズは長径0.5  $\mu\text{m}$ 程度、短径0.2  $\mu\text{m}$ 程度となった。

(3) せん断変形加工により集合組織が生成し、くり返し加工回数が2, 3, 5および10回と増加しても、極の集積している位置にはほとんど変化が見られなかった。

おわりに、本研究を遂行するにあたり、ご協力いただいたNKKに深く感謝の意を表すとともに本研究は日本学術振興会未来開拓学術研究推進事業のプロジェクトにより得られた成果であることを明記する。

#### 文 献

- 1) V.M.Segal, V.I.Reznikov, A.E.Droybyshevskiy and V.I.Kopylov: *Russ. Metall.-Metally*, **1** (1981), 99.
- 2) R.Z.Valiev, A.V.Korzniakov and R.R.Mulyukov: *Mater. Sci. Eng.*, **A168** (1993), 141.
- 3) Y.Iwahashi, Z.Horita, M.Nemoto and T.G.Langdon: *Acta Mater.*, **46** (1998), 3317.
- 4) Y.Iwahashi, Z.Horita, M.Nemoto and T.G.Langdon: *Metall. Mater. Trans. A*, **29A** (1998), 2503.
- 5) K.Nakashima, Z.Horita, M.Nemoto and T.G.Langdon: *Acta Mater.*, **46** (1998), 1589.
- 6) Y.Saito, H.Utsunomiya, N.Tsuji and T.Sakai: *Acta Mater.*, **47** (1999), 579.
- 7) Y.Kimura and S.Takaki: *Mater. Trans., JIM*, **36** (1995), 289.
- 8) P.B.Berbon, M.Furukawa, Z.Horita, M.Nemoto and T.G.Langdon: *Metall. Mater. Trans.*, **30A** (1999), 1989.
- 9) Z.Horita, T.Fujinami, M.Nemoto and T.G.Langdon: *Metall. Mater. Trans.*, **31A** (2000), 691.
- 10) V.M.Segal: *Mater. Sci. Eng.*, **A197** (1995), 157.
- 11) D.H.Shin, W.J.Kim and W.Y.Choo: *Scr. Mater.*, **41** (1999), 259.
- 12) D.H.Shin, B.C.Kim, Y.S.Kim and K.T.Park: *Acta Mater.*, **48** (2000), 2247.
- 13) A.Azushima, K.Aoki, Y.Kataoka and T.Inoue: *CAMP-ISIJ*, **12** (1999), 347.
- 14) S.Takaki and S.Nakamura: *CAMP-ISIJ*, **12** (1999), 361.