

強ひずみ加工による純鉄の特徴ある破壊挙動

高橋明宏¹・南金山裕弘¹・山元直行・豊廣利信・四元裕史・高木夏樹・戸高義一²・東利樹²

Fracture Characteristics of a Pure Iron Fabricated by Severe Plastic Deformation

Akihiro TAKAHASHI¹, Yasuhiro NAKIYAMA¹, Naoyuki YAMAMOTO
Toshinobu TOYOHIRO, Hirofumi YOTSUMOTO, Natsuki TAKAGI
Yoshikazu TODAKA² and Toshiki HIGASHI²

(Accepted October 1, 2012)

Abstract The severe plastic deformation (SPD) was applied to a pure-iron (Fe-11ppm C) using high pressure torsion (HPT) straining at a rotation-speed of 0.2 rpm under a compression pressure of a 2 GPa. The Charpy impact properties and fracture characteristics of the HPTed specimen were investigated and compared to those of the conventional 90% cold-rolled specimen. The observed Vickers hardness in the submicrocrystalline Fe after 5 turns was around HV3.5 GPa. In order to clear toughness characterization, such as ductile-to-brittle transition temperature (DBTT) behavior, Charpy type impact tests were carried out at several temperature of range from 83 K (-190°C) to 293 K (20°C) using miniature size U-notch specimen that machined with a constant hardness region. The inverse temperature dependence of ductile-to-brittle transition behavior shows from results of the Charpy type impact tests.

Keywords [High pressure torsion, Pure iron, Charpy impact test, DBTT, Fracture characteristics]

1 序論

強ひずみ加工による結晶粒微細化は、構造用材料の諸特性、特に強度や靱性を向上させるための有効な方法として知られている¹⁾。その中でも、形状不変加工である ECAP(Equal Channel Angular Pressing)法、ARB(Accumulative Roll-Bonding)法および HPT(High Pressure Torsion: 高圧ねじり)法²⁾が盛んに研究され、様々な金属、合金に適用し詳細な検討が行われている。HPT法は、数ある強ひずみ加工法の中でも最も微細なマイクロ組織を作り出すことが知られており³⁾、近年は高温・高圧・腐食環境下などの特殊雰囲気での使用を目的として、主として

靱性改善の要求が高い。本研究は豊橋技術科学大学の「高専連携教育研究プロジェクト」で実施された共同研究であり、平成 22・23 年度に HPT 処理を施した純鉄の延性脆性遷移特性に関するものである。さらに平成 24 年度は、同大学で新設された「発展的研究プロジェクト支援」に採択され、高専連携教育研究プロジェクトの研究を継続している。(第一著者は平成 24 年度から教員交流制度により都城高専から鹿児島高専に派遣されており、本研究の主な内容は昨年度まで都城高専で実施され、一部鹿児島高専で行われたものである)。

ところで、延性脆性遷移温度(DBTT)を求めするために、JIS ではシャルピー衝撃試験装置を用いた方

1 鹿児島工業高等専門学校

2 豊橋技術科学大学

法⁴⁾が推奨されているが、これまでの HPT 法のサンプルは直径 10mm で厚さ 2mm の薄い円板状であり、JIS 法で定められている試験片となりえない。しかしながら平成 23 年度に直径 30mm で厚さ 1mm のものが作製可能となり、JIS に準拠しないものの、一度に多くの試験片が採取できる見込みとなった。そこで独自の小型衝撃試験装置の試作を思い立ち、シャルピー衝撃試験で行われる標準負荷速度の 20% である 1m/s の速度で精度良く応答波形が取得可能な試験装置を開発した。それと並行して HPT 材のミクロ組織観察、硬度プロファイルの測定を行い、衝撃試験可能なミニチュアサイズの試験片が採取できることを確認した。本研究では、小型衝撃試験装置⁵⁾および HPT 材の特徴ある DBTT 挙動⁶⁾について報告する。

2 小型衝撃試験装置の開発

2.1 小型衝撃試験装置の負荷および計測機構

衝撃的な力学実験に様々な様式の負荷機構⁷⁾が知られているが、本研究では試作期間とシンプルながらも装置剛性が高い落錘型衝撃負荷機構を採用した。Fig.1 に構想段階における小型衝撃試験装置の組み立て図を示す。落錘はステンレス製とし、付加エネルギーの加減は上部の皿部に重錘を載せ替えることで調整でき、かつこの皿はストッパーの役割も兼ねている。また試験中に発生する応力波に対し、外部ノイズの影響を受けにくくするために細長い丸棒状とした。外部からは機械的な振動が混入することがあり、それを抑えるために試験装置ステージに三点のピン型インシュレーターを備え付けた。落錘の先端部には試験片を打撃するハンマーを設けた。自由落下するハンマーの先端部と試験片との間の距離 h をもって負荷速度 V_0 が設定される。

$$V_0 = \sqrt{2gh} \quad (1)$$

ここで g は重力加速度である。

JIS 法において、試験片の衝撃吸収エネルギー(以下、吸収エネルギー)は、ハンマーの持つ位置エネルギーの差分から計算する方法⁴⁾を推奨している。原理的にこの吸収エネルギーは衝撃負荷下の荷重-変位曲線で囲まれる面積の積分値と同等である。そこでハンマーを試験片に向けて垂直自由落下させ、荷重と変位の両値の同調を保って計測させ、線図を描かせて吸収エネルギーを求めた。Fig.2 は試作した小型衝撃試験装置の正面からの写真である。

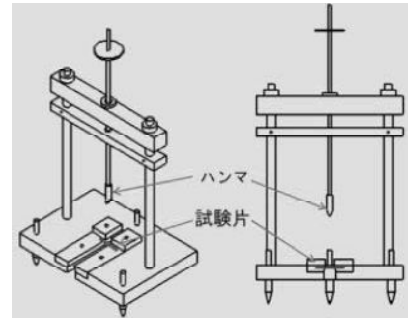


Fig.1 Schematic illustration of the Charpy type impact testing machine

同図に示すように、ハンマーにはひずみゲージ(東京測器研究所製 FLK-1-11)を対面に 2 枚貼付し、2 ゲージ法によってハンマーからのひずみ出力を計測できるようにした。ひずみゲージの貼付位置は、慣性モーメントが低くモーメント荷重が発生しやすい方向に貼付し、2 ゲージ法により曲げ作用をキャンセルさせ、純粋にハンマーの軸方向ひずみの計測を実現している。ひずみゲージからのひずみ出力は準静的負荷による荷重校正試験からの校正値を取得し、出力されたひずみ値を荷重値に変換できるようにした。またハンマー部から変位測定用の治具

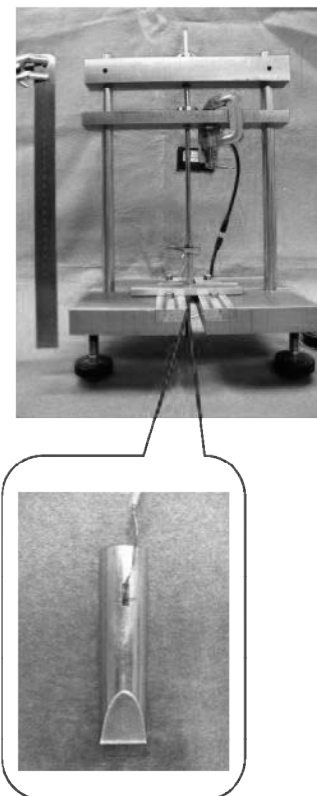


Fig.2 Appearance of small impact testing machine and striker where strain gauges were attached on both sides

を設置し、レーザー変位計(KEYENCE 製 IL-030)を用いることで応答性を考慮した試験片の曲げ変位を測定した。Fig.3 は小型衝撃試験装置の計測器からデータ整理までのシステムを示す。

本研究では HPT 法によって加工された純鉄の DBTT の挙動調査を行うため、室温から極低温までの試験環境が必要である。そこで小型衝撃試験装置

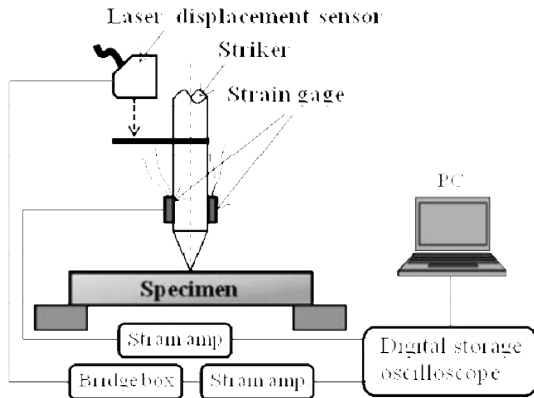


Fig.3 Block diagram of the Charpy type impact test system

に Fig.4 に示す発泡スチロール製の自作の低温槽を取り付け、その中に各種冷媒を流し込み、直接試験片に当てることで所定の温度まで下げることにした。ただし、試験片が大変微小であるため、直接試験片の温度を測定するのではなく、化学組成が同一のダミーサンプルを準備して温度計の先端に接触させたものを試験片の近傍に配置し、同時に冷媒に当たるようにした。

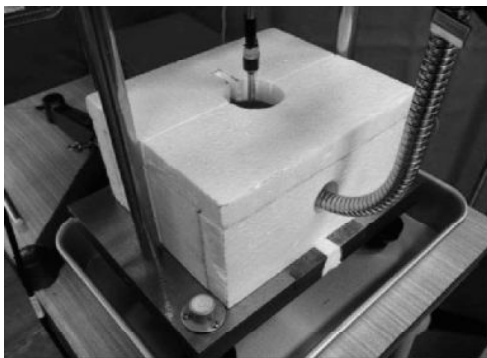


Fig.4 A constant temperature furnace of expanded polystyrene for impact testing at cryogenic temperature

2. 2 公称ひずみ速度の検討

前節までの負荷および計測機構を検討したところで、次に JIS で推奨されているシャルピー衝撃試験装置の負荷速度に関する検討を行う。JIS では標

準負荷速度を 5m/s としている。本研究の小型衝撃試験装置は、試験片と落錘ハンマー先端部との距離は最大 100mm である。距離 $h=50\text{mm}$ とした場合、式(1)から負荷速度は約 1.0m/s となる。Frost と Ashby⁸⁾はひずみ速度 1.0[1/s]以上で変形応力が熱活性化過程に大きく影響しはじめる領域とし、1.0[1/s]が準静的と衝撃試験のしきい値としている。

引張試験結果と本研究のような三点曲げ試験のひずみ速度を比較する上で、当然ではあるが同一の負荷速度が必ずしも同一のひずみ速度を与えない。そこで、三点曲げ試験での負荷速度を引張時の公称ひずみ速度として換算してみる。三点曲げ試験片のひずみ速度算出式として、以下に示すような式が提案されている。

$$\dot{\varepsilon} = \frac{6K_e W}{24.4(W-a)^2} \frac{d\delta}{dt} \quad (2)$$

$$\dot{\varepsilon} = \frac{6W}{S^2} \frac{d\delta}{dt} \quad (3)$$

$$\dot{\varepsilon} = \frac{6WQ}{S^2} \frac{d\delta}{dt} \quad (4)$$

ここでドット $\dot{\varepsilon}$ は三点曲げ試験片のひずみ速度、 W は試験片幅、 S はスパン間隔、 K_e は弾性応力集中係数(試験片の形状と寸法は後述するが、本研究の場合、 K_e は 4.28 を採用した)、 δ は変位、 Q は塑性応力集中係数(本研究の場合、 Q は 1.94 を採用した)である。Server によって提案された式(2)⁹⁾は、線形弾性変形解析によって導出され、Williams によって提案された式(3)¹⁰⁾は、シャルピー衝撃試験に規定されている切欠き部を無視した、いわゆる無溝梁としてひずみ速度を計算する式となっている。そこで本研究では、Sandstrom らによって提案された式(4)¹¹⁾を用いて公称ひずみ速度を計算した。これは式(2)に塑性応力集中係数を考慮したものになっている。なお、 $d\delta/dt$ は、最大荷重点以降で最初に荷重がゼロになるときの変位(破断変位と定義する) Δ_f をそのときの時刻(破断時間) t_f で除した値を用いた。検討した結果、 $W=1\text{mm}$ 、 $S=15\text{mm}$ とし、予備実験を行った結果、室温から -190°C の間で 2.9 から 34[1/s]と算出できた。いずれの公称ひずみ速度も 1.0[1/s]以上であり、本研究は Frost と Ashby⁸⁾が提唱する衝撃的負荷の試験を行っていると思なして

よい。

3 実験方法

3.1 材料

試料は純鉄(Fe-11ppm C)を使用した。Table1 に本研究で使用した純鉄の化学組成を示す。なお、この試料は新日本製鐵株式会社から提供を受けたものである。

Table1 Composition of a pure-Fe used (in ppm)

C	Si	Mn	P	S	Al	N	O
11	<30	<30	<20	<3	300	8	14

3.2 高圧ねじり法

Fig.5 は、高圧ねじり装置の概略を示したものである。まず上下のアンビル間に直径 30mm の純鉄のサンプルをセットし、次にその上下に高圧力を負荷させる。負荷圧力は 2GPa とした。その後下部のアンビルが所定の回転数で回旋することでねじりひずみを導入させる。回転数は 0.2rpm とした。以上のような加工法を高圧ねじり法と称する。なお、ひずみ導入時のサンプル温度上昇が懸念されたため、熱電対を用いて温度を測定したところ、数°C 程度の上昇に留まっていたことを確認した。

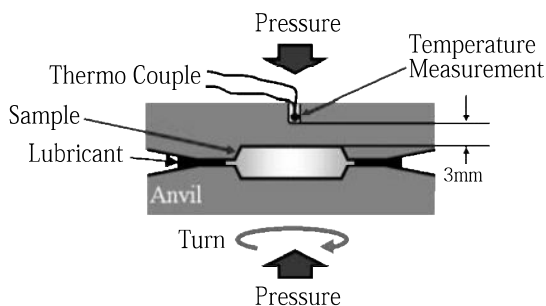


Fig.5 Schematic illustration of a set-up for HPT-straining

3.3 硬度プロファイルと試験片採取位置

高圧ねじり法を施したサンプルの硬度プロファイル进行调查するために硬さ試験を行った。ビッカース硬度計を用いて圧痕を測定し、測定条件は圧子荷重を 4.9N、保持時間を 15 秒として行った。Fig.6 はサンプル中心からの距離とビッカース硬さの関係を示したグラフである。この結果より、回旋数 N=1、N=5 共に半径 3mm から 14mm の領域で、硬度がおおむね 3.5GPa で一定となっていることがわ

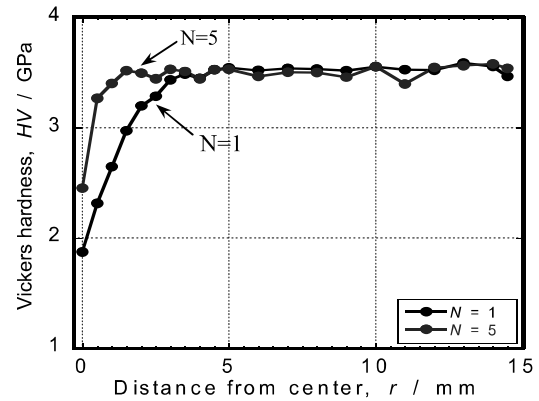


Fig.6 Radial distribution of Vickers hardness (HV) in the Pure-Fe disks processed HPT for varying turns at 2GPa

かった。逆にそれ以外の領域では硬度変化が認められた。硬度プロファイルの結果から、中心から 3mm の範囲と、円周外殻から 1mm 内側に入った部分を除いて硬度が一定であった。そのため、衝撃試験による DBTT 評価用試験片は、Fig.7 に示す範囲からワイヤカット加工機を用いて採取した。Fig.8 は切欠きを導入した衝撃三点曲げ試験片の形状および寸法である。試験片の表面は順次 4000 番までの耐水ペーパーを用いて軽く研磨し、ワイヤカット加工層を除去した。なお、HPT サンプルの半径方向とき裂進展方向が一致するように切欠きを導入した。

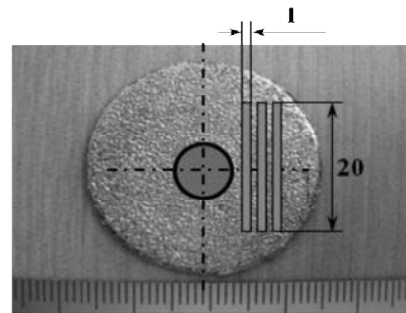


Fig.7 Schematic illustration of the location for Charpy type impact specimen cut from HPTed disk

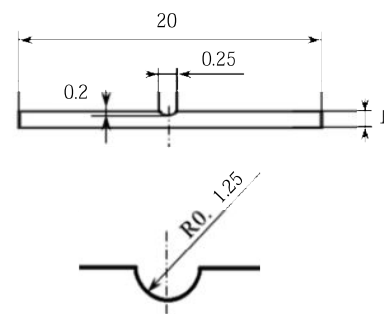


Fig.8 Configuration of the specimen for Charpy impact test

3. 4 極低温での衝撃試験方法

極低温での衝撃試験に用いた冷媒は、エタノール、イソペンタン、ドライアイスおよび液体窒素である。温度計は白金(Pt)測温抵抗体であり、 $1/10^{\circ}\text{C}$ の精度で測定した。試験温度は 293 K (20°C)、273 K (0°C)、173 K (-100°C)、148 K (-125°C)、123 K (-150°C)、98 K (-175°C)、および 83 K (-190°C)で行った。予備実験より、 0°C から -75°C の間は吸収エネルギーの変化が少なく、また試験片の本数が限られていることから -75°C の試験は割愛した。

衝撃三点曲げ試験はまず、冷媒を低温槽内に流し込み、ダミーの試験片に取り付けた温度計が所定の温度を示してから約 2~3 秒程経過してハンマーを落下させて行った。ハンマーを落下させる高さは、2.2 節で述べたように、衝撃によってハンマーに生じる振動波重畳の抑制と公称ひずみ速度の予備実験から、高さ 50mm から落下させるようにした。ところで全吸収エネルギー E_t は、荷重を縦軸におき、その時の変位を横軸とした荷重-変位線図の面積に相当する。また式(5)に示すように、全吸収エネルギー E_t は、最大荷重 P_{max} までのき裂発生エネルギー E_i と P_{max} 以降のき裂伝播エネルギー E_p の和で求められる。

$$E_t = E_i + E_p \quad (5)$$

本研究では全吸収エネルギー E_t を DBTT 調査用のためのデータとした。なお、HPT 試験片に対する比較材として、同組成のサンプルを 90%単発圧延した試験片も準備し、衝撃三点曲げ試験により DBTT 挙動を調査した。試験片はき裂進展方向が圧延(RD)方向と直交する方向になるように採取した。

強ひずみ加工した各サンプルの相当ひずみ¹²⁾は、HPT サンプルが 6.0 であり、圧延材は 2.3 であった。以後、HPT サンプルを HPT 材、圧延材を CR 材と略す。本研究の HPT サンプルの衝撃三点曲げ試験に先立って、S45C 鋼材の焼鈍材(198HV)の DBTT 調査を行ったところ、JIS に参考値として掲載している遷移温度と一致したため、本研究で製作した試験機および試験方法は JIS に準じて行われていると考えている。

4 実験結果および考察

4. 1 衝撃荷重-変位曲線

Fig.9 は比較材である CR 材の 20°C 、 -150°C および -190°C における衝撃荷重-変位線図である。ど

の試験温度においてもハンマーが試験片に接触し荷重入力が始動してから最大荷重がおおよそ 60N を示した。しかし最大荷重を示した後、曲げ変形の進行とともに荷重が低下したが、低下する荷重の傾き、すなわちリバウンドコンプライアンスに対して試験温度によって違いが認められた。 20°C から -100°C までのリバウンドコンプライアンスは緩やかで、温度による違いもあまり見られなかった。しかしながら -125°C 以下になると勾配が高くなり、 -190°C では線図が三角形のようになった。また、試験温度の低下とともに荷重-変位線図で囲まれた部分の面積は小さくなり、吸収エネルギーが低下していることがわかる。

Fig.9 は HPT 材の 20°C 、 -150°C および -190°C における衝撃荷重-変位線図である。HPT 材もハンマーが接触してからすぐに最大荷重を示した。 20°C および -190°C の HPT 材では、最大荷重を示した直後に急に荷重が減少しており、線図は鋭い二等辺三角形のような形になった。CR 材とは異なり、室温で低い吸収エネルギーを示し、脆性的な様相が現れた。ほとんど塑性域が生成されずに破断していることも予想される。一方、HPT 材を -100°C で試験を行うと、その他の試験温度に比べ顕著に吸収エネルギーが高まっていた。荷重-変位線図からは、

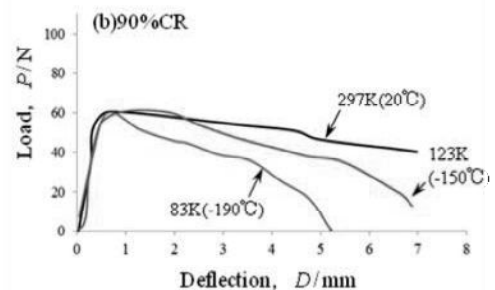


Fig.9 Typical impact load-deflection curves of the 90%CR specimen at various testing temperatures

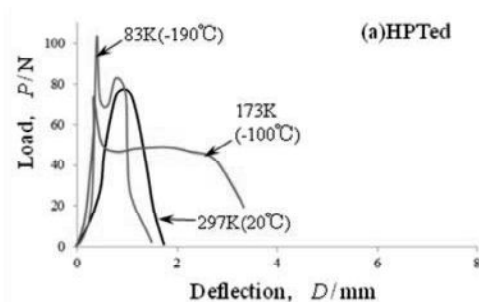


Fig.10 Typical impact load-deflection curves of the HPTed specimen at various testing temperatures

特にき裂伝播エネルギー E_p が増大していることが示唆された。

4. 2 延性脆性遷移曲線 (DBTT)

Fig.11 および Fig.12 は、それぞれ CR 材と HPT 材の延性脆性遷移曲線を示したものである。CR 材は、20°C から -100°C までの吸収エネルギーに変化が見られず、-125°C 以下になると吸収エネルギーが緩やかに減少した。Fig.11 には、JIS に準拠した DBTT の求め方も併記している。吸収エネルギーの上限棚と下限棚の間の 1/2 を示す温度を DBTT とするものであり、本研究では -145°C になった。なお、最も低温にできる冷媒が液体窒素 (-196°C) であったため、且つ自作の低温槽であったことから、試験温度の下限が -190°C であった。よってここでは吸収エネルギーの下限棚を -190°C の値として DBTT を求めたことを断っておく。Fig.11 に示すように、吸収エネルギーの上限棚は 390 [10³J]、下限棚は 160 [10³J] であり、275 [10³J] を示す温度の -145°C 以下が DBTT となる。一般的な純鉄の DBTT は -120°C となっており、おそらく HPT 加工による結晶粒微細

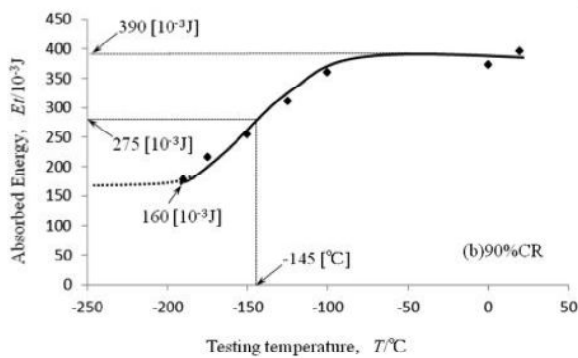


Fig.11 DBTT curve for the 90% CR specimen

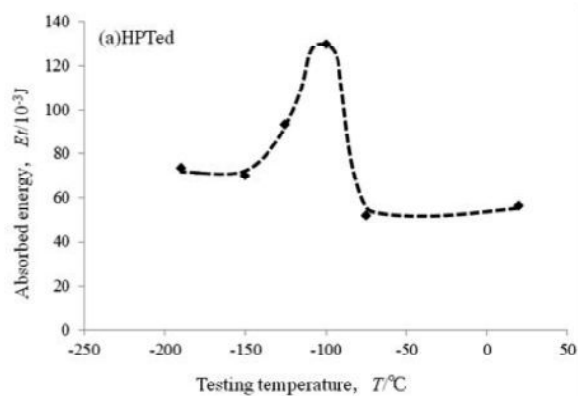


Fig.12 Changes of the impact absorbed energy for HPTed specimen

化の影響によって、DBTT が変化したと考えられる。

一方、HPT 材では 20°C から -100°C の間のように、試験温度が低下するにつれて吸収エネルギーが増加するという結果が得られた。これは既存の純鉄とは異なり、これまでにない靱性の逆温度依存性が確認されたといえる。そのため、HPT 材に関して JIS に準拠した DBTT を採用することができなかつた。木村¹³⁾は低合金鋼に強ひずみ加工を組み合わせた加工熱処理によって結晶粒を著しく微細化させたサンプルに対して、本研究のような靱性の逆温度依存性を報告している。本研究では試験温度の各プロットに対して、3本の試験片の平均値を示している。今後、各プロットのところで衝撃試験の追加実験を行い、多角的なアプローチにより靱性の逆温度依存メカニズムを解明したい。

4. 3 試験後の破壊様相

Fig.13 は、前記の CR 材と HPT 材の延性脆性遷移曲線に示されている点の中で破断形態に違いが認められたものに対して、試験片の破壊後の様子を模式図にしたものである。CR 材は試験片切欠き部の開口変位にそれほど大きな変化がなく、おおよそ同等であった。しかしながら、試験温度が低くなるにつれて、き裂伝播長さが増大していた。曲げ変形に対してき裂の進行が高まれば、抵抗エネルギーが低下していることを意味するため、したがって試験温度が低くなれば初期変位の早い段階でき裂が発生し、塑性域が拡大することなく破壊したと予想される^{14),15)}。このような状況から、試験温度が低温であれば CR 材は脆化しているといえる。

一方、前述したように -100°C 以外の HPT 材はほとんど塑性変形せずに破壊した。試験後の模式図で示すように、き裂が途中で一旦止まり、二つに分離するような破壊には至っていなかった。逆に、室温

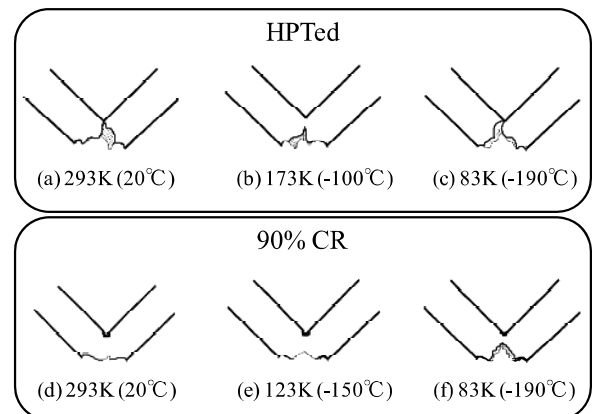


Fig.13 Fracture morphologies of the HPTed and 90%CR specimens at various testing temperatures

あるいは -190°C ではき裂が大きく伝播し、脆性的な破壊挙動を示した。試験片切欠き部の開口変位も発達しており、破断が完了していた試験片もあった。

以上のように、Fig.11 および Fig.12 の各試験温度における吸収エネルギーの変化と、Fig.13 の試験後の破壊形態の観察結果には一定の対応が見られた。

5 結論

純鉄 (Fe-11 ppmC) に対して高圧ねじり法 (HPT 法) を施したサンプルの衝撃三点曲げ試験を行い、CR 材(90%圧延材)を準備し、同様な試験を行った。本研究で得られた知見を以下に示す。

- (1)純鉄の硬度は HPT 法を施すことで、劇的に向上した。
- (2)JIS に準拠した方法で CR 材の DBTT を求めたところ、 -145°C であった。
- (3)HPT 材の延性脆性遷移挙動は、靱性の逆温度依存性を示した。そのため JIS に準拠した方法で DBTT を求めることはできなかった。
- (4)HPT 材の衝撃三点曲げ試験後の破壊形態観察から、靱性の逆温度依存性を示唆する結果が得られた。

謝辞

豊橋技術科学大学から、平成 22・23 年度高専連携教育研究プロジェクトならびに、平成 24 年度発展的研究プロジェクト支援の採択をいただきました。関係の皆様には深甚なる感謝の意を表します。

参考文献

- 1)田村今男：鉄鋼材料強度学，日刊工業新聞社，1970
- 2)Y. Todaka, N. Nagai, Y. Takubo, M. Yoshii, M. Kumagai and M. Umemoto: Tensile and Fatigue Properties of Sub-microcrystalline ultra-low Carbon Steel Produced by HPT-staining, *Inter. J. of Mat. Res.*, Vol.100, pp.775-779, 2009
- 3)村上陽太郎：超微細結晶粒組織製造のための高塑性変形法の現状，NMC ニュース，第 8 号，pp. 7, 2005
- 4)JIS ハンドブック：JIS Z2242, pp.294-300, 2008
- 5)R. Arishima, T. Uchimura, T. Higashi, A. Takahashi, N. Yamamoto, T. Toyohiro and Y. Todaka: Mechanical Properties on Pure Fe Fabricated by Severe Plastic Deformation, *Proceedings of the 6th International Symposium on Advanced Science and Technology in Experimental Mechanics*, pp.175, 2011
- 6)A. Takahashi, T. Uchimura, T. Higashi, N. Yamamoto, T. Toshinobu and Y. Todaka: Ductile to Brittle Transition Temperature Behavior of Pure Fe Produced by HPT Method, *Proceedings of the 1st Japan-Thailand Friendship International Workshop on Science Technology & Technical Education, Hand-making Education, Engineering Education, Environmental Education 2012*, Vol.1, pp.31-34, 2012
- 7)日本機械学会編：衝撃破壊工学，技報堂出版，pp. 171-196, 1999
- 8)H. J. Frost and M. F. Ashby: *Deformation Mechanism Maps*, Pergamon Press, Oxford, 1982
- 9)W. L. Server: General Yielding of Charpy V-Notch and Pre-cracked Charpy Specimens, *J. of Eng. Mat. And Tech.*, Vol.100, pp. 183-188, 1978
- 10)J. G. Williams and J. M. Hodgkinson: Crack Blunting Mechanisms in Impact Tests on Polymers, *Proc. R. Soc. Lond*, A375, pp. 231-248, 1981
- 11)R. Sandstrom and Y. Bergstrom: Relationship Between Charpy V Transition Temperature in Mild Steel and Various Material Parameters, *Mat. Sci.*, Vol. 18, pp. 177-186, 1984
- 12)尾中晋：Hencky ひずみによる巨大ひずみ加工量の評価，*日本金属学会誌*，Vol.74, pp.165-170, 2010
- 13)長井寿編：超鉄鋼 強度 2 倍×寿命 2 倍の実力と可能性，日刊工業新聞社，2006
- 14)小林俊郎：材料強靱学—材料の強度と靱性—，アグネ技術センター，2000
- 15)石川信隆，大野友則，藤掛一典，別府万寿博：基礎からの衝撃工学，森北出版，2008