

京都大学[院] 浅利 正倫  
 京都大学 工正 加藤 博之  
 金沢大学 工正 兼子  
 金沢大学 工正 北川 和夫

京都大学[院] 学 ○二宮 慶史  
 京都大学 工正 橋本 敏  
 金沢大学 工正 A.Vinogradov  
 Ufa航空工科大学 R.Valiev

### 1. 緒言

結晶粒を微細化することによって材料強度および韌性の改善が期待される。そこで近年、平均結晶粒径がおよそ200nm以下である超微細結晶粒、Ultrafine-Grain(UFG)材料が注目され、これまでの研究において高強度かつ高韌性などの良好な機械的性質、さらにはUFG材料特有の内部構造まで明らかになっている<sup>(1)</sup>。しかし、将来的に実用材として応用するためにはその疲労特性、疲労機構についての解明が必要であるものの、今までに行われた研究は数少ない<sup>(2,3)</sup>。そこで、UFG銅について、定塑性ひずみ振幅下における繰り返し応力-ひずみ応答の解析および組織観察を行ない、また、S-N曲線を求めて、その疲労特性、疲労機構を調査し、多結晶銅と比較した。

### 2. 実験方法

強塑性加工(SPD法)<sup>(4)</sup>によって作製されたUFG銅を放電加工機により断面が $2 \times 2\text{mm}^2$ でゲージ長さ4mmの平滑試験片を成形した。多結晶銅については冷間圧延された純銅を800°Cで24時間焼鈍した焼鈍材と熱処理を施さない未焼鈍材の2種類を用意し同形状の平滑試験片を成形した。

試験は、室温、大気中で、電気油圧サーボ式疲労試験機を用いて、塑性ひずみ振幅 $\varepsilon_{pl} = 4 \times 10^{-3}$ の塑性ひずみ一定の繰り返し引張圧縮変形および応力振幅 $\sigma = 70 \sim 180\text{ MPa}$ の範囲で応力振幅一定の繰り返し引張圧縮変形を行なった。また、透過型電子顕微鏡(TEM)を用いて、試験開始時および終了時における組織観察を行なった。ただしTEM観察は定塑性ひずみ振幅 $\varepsilon_{pl} = 2 \times 10^{-3}$ におけるものである。

### 3. 実験結果および考察

UFG銅および焼鈍後の多結晶銅の引張り圧縮変形におけるヒステリシスループをFig.1に示す。図に示すようにUFG銅のループ形状は、焼鈍後の多結晶に比べてレンズ状に尖っている。また、そのピーク応力は、繰り返し数の増加とともに低下した。すなわち、本研究で用いたUFG銅は、顕著な軟化を示した。

UFG銅および多結晶銅の繰り返し軟化硬化曲線をFig.2(a)に示す。UFG銅のピーク応力の最大値は、焼鈍多結晶の飽和応力の約3倍、また、未焼鈍多結

晶銅のピーク応力の最大値の約2.3倍と非常に高い値を示した。また、バウシンガエネルギー変数 $\beta_E$ を用いてヒステリシスループの形状を評価した。Figure 2(b)にUFG銅および多結晶銅における $\beta_E$ と累積塑性ひずみの関係を示す。UFG銅における $\beta_E$ は約0.7~1.0と、多結晶銅の約0.3に比べて非常に高い値を示した。

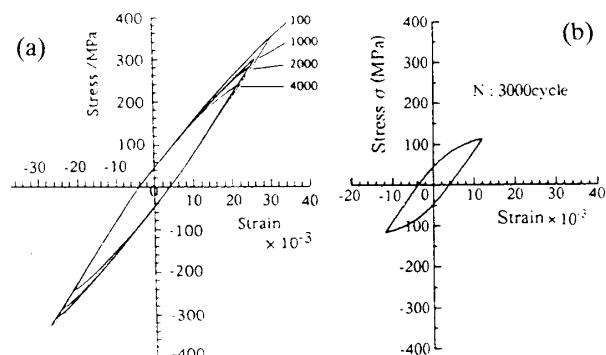


Fig.1. Hysteresis loop during constant plastic strain amplitude test in an UFG copper (a) and in an annealed polycrystal (b).

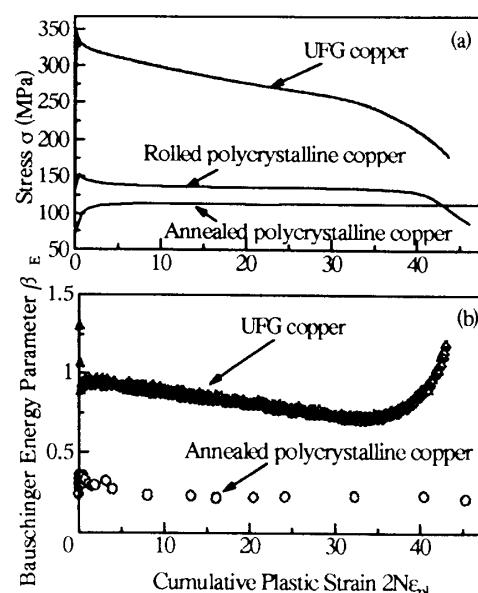


Fig.2. Cyclic hardening and softening curves (a) and Bauschinger energy parameter (b) vs plastic strain in UFG and polycrystalline copper.

また、UFG銅においては、ピーク応力が最大値に達した後、軟化し続けた。これまでに行なわれたUFG銅に関する研究のうち、Vinogradovら<sup>(3)</sup>のUFG銅は、塑性ひずみ一定の疲労試験において、破断まで軟化しないことが報告されている。UFG銅が軟化を示すか否かの違いは、作製時に試料に与えられるひずみ量の違いに原因があると考えられる。すなわち、SPD法における諸条件の違いにより、粒径や転位密度、あるいは結晶構造や粒界の状態が異なるからであろう。

疲労変形前、変形後のTEM写真をFigs.3, 4に示す。SPD法によって導入された大量の転位がFig.3において黒く見える部分に集中して粒界を形成している。平均結晶粒径は250nmであった。変形後の試料では、Fig.3に示すように結晶粒径が大きくなっている、平均結晶粒径は740nmであった。

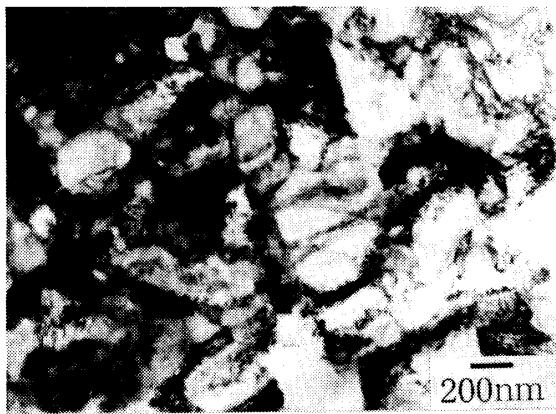


Fig.3. TEM micrograph of the present Ultra-fine grained copper taken before fatigue test.

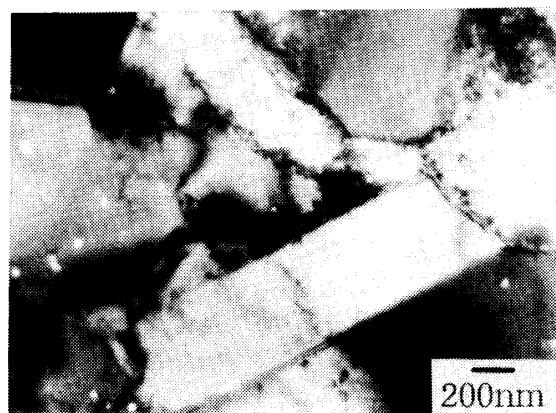


Fig.4. TEM micrograph taken after fatigue test at a constant plastic strain amplitude of  $2 \times 10^{-3}$ .

定荷重疲労試験により得られた、UFG銅およびLukasとKunz<sup>(5)</sup>による多結晶銅のS-N曲線をFig.5に示す。UFG銅の疲労寿命は応力振幅が大きい場合には多結晶銅よりも長く、応力振幅が小さくな

るほど両者の疲労寿命の違いは小さくなつた。S-N曲線の傾きが0となるサイクル数、 $10^7$ サイクルにおける時間強度を疲労限度とみなすと、およそ82MPaであった。これは多結晶銅の疲労限度の約75MPaとほぼ同じ値であった。

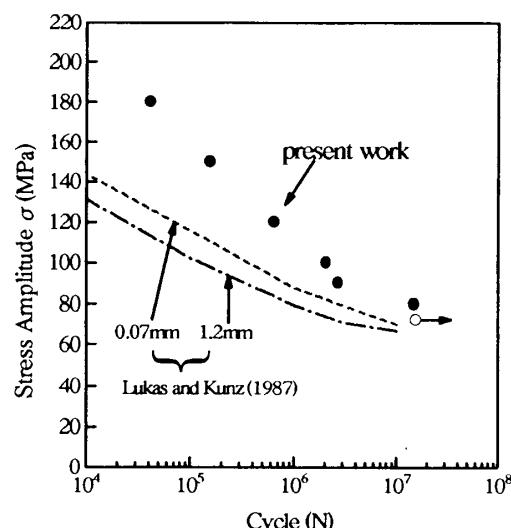


Fig.5. Stress vs. number of cycles to failure in UFG coppers. The data for polycrystalline copper was taken from the results by Lukas and Kunz.

#### 4. 結言

1. 本実験で用いたUFG銅は繰り返し引張り圧縮変形によって軟化を示した。繰り返し初期のピーク応力は多結晶銅の飽和応力に比べて非常に高い値を示した。
2. TEMによる組織観察によって、繰り返し変形における動的回復により粒径の拡大が確認できた。
3. UFG銅におけるヒステリシスループ形状は細長いレンズ状であり、バウシンガエネルギ変数 $\beta_E$ は、多結晶銅に比べて非常に高い値を示した。
4. S-N曲線から、UFG銅の疲労寿命は多結晶銅に比べて非常に長く、より高応力振幅領域での差は大きい。

#### 参考文献

- (1) R.Z.Valiev, A.V.Korznikov and R.R.Mulyukov, Mater. Sci. Eng., **A168**(1993),141.
- (2) S.R.Agnew and J.R.Weertman, private communication.
- (3) A.Vinogradov, Y.Kaneko, K.Kitagawa, S.Hashimoto, V.Stolyarov and R.Valiev, Scripta Mater., **36**(1997), 1345.
- (4) Y.Iwahashi, Z.Horita, M.Nemoto and T.G.Langdon, Acta mater., **45**(1997),4337.
- (5) P.Lukas, L.Kunz, Mater.Sci. & Eng., **85**(1987),67.