

工業用純アルミニウム合金における引張変形中の転位密度 in-situ 測定と、 焼鈍条件が転位密度増殖挙動に及ぼす影響

In-situ Measurement of Dislocation Density during Tensile Deformation for Commercially Pure Al Alloys and Its Change by the Annealing Condition

足立 大樹^a, 中西 英貴^b, 長谷川 啓史^b, 浅野 峰生^b
Hiroki Adachi^a, Hidetaka Nakanishi^b, Akifumi Hasegawa^b, Mineo Asano^b

^a兵庫県立大学, ^b(株)UACJ
^aUniversity of Hyogo, ^bUACJ Corporation

工業用純アルミニウム合金の一つである 1200 合金の圧延まま材の延性を向上させるため、短時間焼鈍を施すと、降伏点降下現象が生じることにより局所変形が生じ、延性が低下する。この原因を調べるため、引張変形中の in-situ XRD 実験を行い、転位密度変化を測定することによって、降伏点降下現象の発現と延性低下の理由を調べた。その結果、焼鈍による初期転位密度の低下と、粒径が微細なことによる転位の平均移動速度低下が原因であることが明らかとなった。

キーワード： Commercially pure Al、In-situ XRD measurement、Dislocation density、
MYTHEN one-dimensional detector

背景と研究目的：

1200 合金は純度約 99%の純アルミニウム合金の一つであり、熱伝導性がよく、放熱性が良いことからエアコンのフィンや自動車のヒートインシュレータなどに広く用いられている。これらは圧延により薄板にした後、プレス加工により部品形状に成形されているが、現在、軽量化や低コスト化を目的とした 1200 合金の高強度化による薄肉化が求められている。圧延まま材(H18 調質材)の強度は高いが、塑性伸びが低く、プレス成形が困難であるため、一般に焼鈍(H2n 処理)を行い、強度と塑性伸びの両立を図っている。しかしながら、523 K 前後の焼鈍を行った(再結晶させずに回復のみさせた)H26 調質材では、図 1 に示すように圧延まま材よりも塑性伸びが低下し、アルミニウムにおいて通常は見られない降伏点降下現象が観察される[1]。一般的な材料では、焼鈍により回復や再結晶が進行し、強度が低下する代わりに塑性伸びが増加することが知られているが、今回の現象は従来の現象と全く反対である。この逆転現象は過去にいくつか報告がみられる Hardening by Annealing 現象[2][3]と同一のものであると考えられ、結晶粒径が数 μm 以下の微細な材料においてのみ発現することが知られているが、原因は未だ明らかとなっていない。また、1200 合金においてもこの逆転現象は純度が 99.9%(3 N)材になると緩和し、99.99%(4 N)材では全く見られなくなる。今回の実験では、この逆転現象の理由を調べるため、焼鈍条件と純度の異なる純アルミニウム合金において in-situ XRD 実験を行い、引張り変形中の転位密度変化を調べた。

実験：

表 1 に供試材 1200 合金の化学成分を示す。1200 合金を铸造した後、823 K、6 h の均質化処理を行った後、熱間圧延、冷間圧延を施し、0.4 mm 厚さの板材を得た(as-rolled)。この圧延材に 523 K で焼鈍を 50 min 施した(50 min)。さらに、50 min 焼鈍材に圧下率 5%の調質圧延を施した試料(temper rolled)も用意した。また、3 N 材についても同条件の試料を用意した。これらの板材から平行部長さ 20 mm、幅 5 mm、厚さ 0.4 mm の引張試験片を作製した。

In-situ XRD 実験は BL19B2 にて 25 keV の入射光を用いて行った。ビームサイズは幅 3 mm、高さ 0.15 mm とした。上下方向が引張方向となるよう、ゴニオメータ上に小型引張試験機を配置した。引張り試験片板面の法線方向から X 線を入射し、透過配置に水平方向から 22 度上方、カメラ長 724 cm の位置に次元検出器 MYTHEN を配置し、その前に幅 3 mm のスリットを配置した。引張りの初期ひずみ速度は $3.3 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$ であり、時間分解能は 2 s である。得られた各回折ピークの半値幅を測定し、Williamson-Hall プロットから局所ひずみ量を求め、転位密度を算出した[4]。

各試料の結晶粒組織は EBSD により測定した。1200 合金と 3 N 合金の圧延まま材はそれぞれ平均粒径 0.8 μm 、2.7 μm の転位セル/サブグレイン組織であり、50 min 焼鈍材はそれぞれ平均粒径 1.3 μm 、4.4 μm のサブグレイン組織であり、純度が高いほど粒径が大きくなることが分かった。また、質圧延材は 50 min 焼鈍材とほとんど粒径の変化はなかった。

表 1. 1200 合金の化学組成(mass%)

Si	Fe	Cu	Mn	Mn	Mg	Cr	Zn	Ti	Al
0.06	0.85	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	0.02	Bal.

結果および考察：

図 1 に in-situ XRD 実験中に得られた公称応力—公称ひずみ曲線を示す。これまでの報告通り、1200 合金では 50 min 焼鈍材の塑性伸びは圧延まま材よりも大きく低下し、降伏点降下現象が見られた[1]。調質圧延材の変形応力は 50 min 焼鈍材と大きな変化はなかったが、降伏点降下現象が見られず、また、塑性伸びも大きく増加した。一方、3 N 材では圧延まま材よりも 50 min 焼鈍材の方が、塑性伸びがわずかに大きく、降伏点降下現象も見られなかった。

図 2 に 1200 合金圧延材における公称ひずみ量の変化による XRD 回折パターンの変化を示す。(111), (200), (220), (311), (222), (400), (333), (420), (422), (511) or (333)回折ピークが観察され、これらの内、(400), (511), (333)回折強度が小さかったため、その他の回折ピークの半値幅から転位密度を求めた。(111)回折ピークは公称ひずみ量が 0 から 3%に増加すると、ピークが低角側にシフトした。これは、弾性ひずみの増加により面間隔が増加したためである。公称ひずみ量が 3 から 5%に増加すると、ピークはほとんどシフトせず、半値幅が徐々に増加した。これは弾性変形領域から塑性変形領域に移行し、転位密度の増加により半値幅が増加したことを示す[5]。

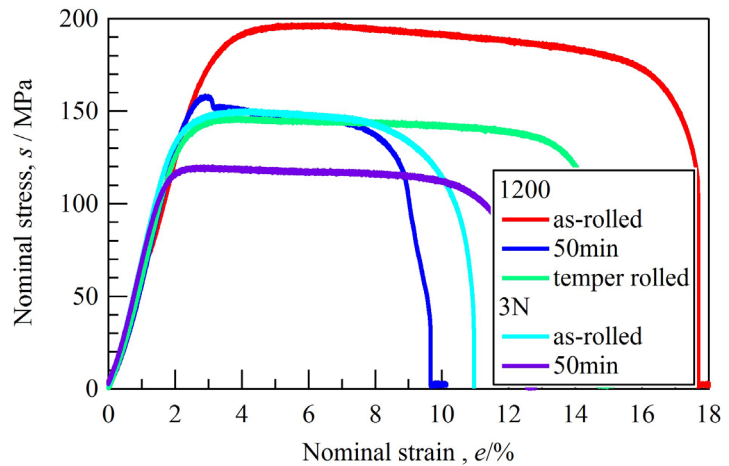


図 1. 1200 合金と 3 N 材における焼鈍と調質圧延による公称応力—公称ひずみ曲線の変化

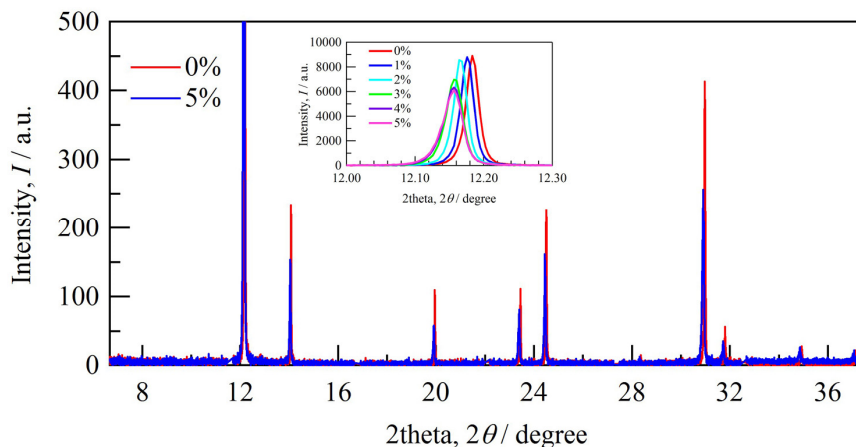


図 2. 1200 合金圧延材における公称ひずみ量の変化による XRD 回折パターンの変化と(111)回折ピーク形状の変化

図 3 に in-situ XRD 実験により得られた 1200 合金における引張り変形中の転位密度変化を示す。初期転位密度は圧延まま材、調質圧延材では $2 \times 10^{14} \text{m}^{-2}$ であり、50 min 焼鈍材では回復により

$4.5 \times 10^{13} \text{m}^{-2}$ と低くなっていた。引張り初期は弾性変形域であるため、転位密度がほとんど増加せず、ひずみ量 1.5%付近でマイクロ降伏し、転位密度が増加しはじめた。転位の増殖速度は圧延まま材と調質圧延材では同程度であったが、50 min 焼鈍材ではそれらよりも高くなった。これは 3 N 材でも同様の傾向であった。一方、マクロ降伏後の転位密度はほぼ飽和したが、これは局所変形領域に X 線が当たっていなかったことも一因であると予想される。飽和した転位密度は圧延まま材が最も高く、焼鈍により低下した。調質圧延材ではマクロ降伏時の転位密度が焼鈍材とほとんど変わらなかったことから、密度初期転位密度の影響は小さく、結晶粒径によって決定されると言える。

従来、降伏点降下現象が生じる理由として、鉄鋼材料においてはコトレル雰囲気からの固着転位の離脱で生じるような可動転位密度の急激な増加が原因であると考えられてきた。しかしながら、今回の in-situ XRD 実験から、降伏点降下現象が生じる前から転位の増殖が顕著に生じていることから、可動転位密度の急激な増加が降伏点降下現象の直接的な原因ではないことを示唆される。降伏点降下現象を説明する理論として他に Johnston-Gilman の式が挙げられる。この式によると、可動転位密度の急激な増加がなくとも降伏点降下現象を説明出来る。さらに、この式からは、初期転位密度が低い場合、降伏点降下現象が生じやすくなる傾向にあり[6]、50 min 焼鈍材では降伏点降下現象が生じ、ほぼ同じ粒径で初期転位密度の高い調質圧延材で降伏点降下現象が生じない理由が説明出来る。但し、この式では結晶粒径による効果が全く考慮されていないため、初期転位密度が低い時は結晶粒径に関わらず、降伏点降下現象が生じなければならない。しかしながら、通常、アルミニウムでは降伏点降下現象は生じず、粒径を数 μm 以下まで微細粒化して初めて生じる。これが、Johnston-Gilman の式をもって降伏点降下現象発現を解釈することの大きな問題点であった。よって、このままでは今回のように高純度化に伴う粒径の増加により、降伏点降下現象が生じなくなることの説明が出来ない。

In-situ XRD 実験の結果として、マクロ降伏時の転位密度が粒径減少により増加することが挙げられる。マクロ降伏が生じるためには、全ての結晶粒内において転位が十分な速度で移動できるようになることが必要である。微細粒材では 転位移動の抵抗となる粒界密度が増えることにより、転位の平均移動速度が粗大粒材と比べて減少するため、ひずみ速度一定で変形するために必要な転位量が増えると考えられる。つまり、結晶粒径が減少すると、転位の平均移動速度が減少すると考えられ、Johnston-Gilman の式から、転位の平均移動速度が減少すると降伏点降下現象が顕著に現れる傾向にある[6]。これが、粗大粒材では降伏点降下現象が現れにくく、微細粒材では現れやすい理由であろうと考えられる。

以上のことから、初期転位密度が低く、粒径が小さい程、降伏点降下現象が現れやすい理由を in-situ XRD 実験により得られた転位密度変化から説明出来た。また、降伏点降下は塑性不安定性の発現に繋がり、局所変形が生じる原因となるので、初期転位密度の低い微細粒材では塑性伸びが低下すると考えられる。

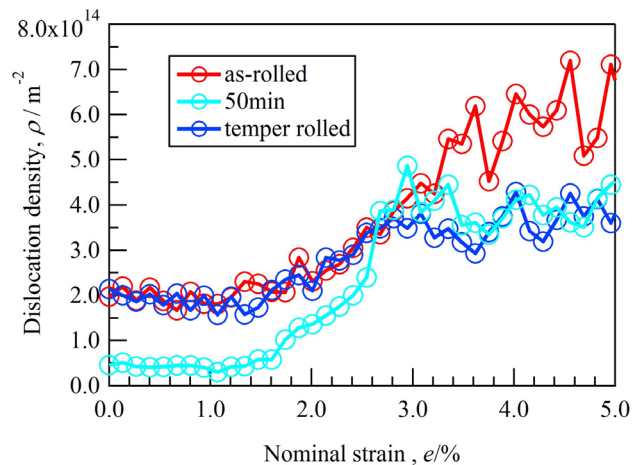


図 3. 1200 合金の圧延まま材、50 min 焼鈍材、圧延調質材における引張変形中の転位密度変化

参考文献：

- [1] 浅野峰生、中村拓郎、吉田英雄、軽金属、**64**, 279 (2014).
- [2] X. Huang, N. Hansen, N. Tsuji, *Science*, **312**, 249 (2006).
- [3] N. Kamikawa et al., *Acta Mater.*, **57**, 4198 (2009).
- [4] G. K. Williamson, R. E. Smallman, *Philo. Mag.*, **8**, 34 (1956).
- [5] 足立大樹ら、軽金属、**64**, 463 (2014).
- [6] W.G. Johnston, J. J. Gilman, *J. Appl. Phys.*, **30**, 129 (1958).