

## 軽量・高強度の多層接合複合材料の変形特性理解のための引張変形中の その場組織評価の実現

### In-situ Analysis of Evolution of Deformation Microstructures in Multilayered Precipitation Hardening Al Alloys Examined by Scanning Micro Beam SAXS

奥田 浩司<sup>a</sup>, 伊藤 樹人<sup>a</sup>, 宇野木 諒<sup>b</sup>, 田中 友己<sup>b</sup>, 松本 克史<sup>b</sup>  
Hiroshi Okuda<sup>a</sup>, Mikito Ito<sup>a</sup>, Ryo Unoki<sup>b</sup>, Yuki Tanaka<sup>b</sup>, Katsushi Matsumoto<sup>b</sup>,

<sup>a</sup> 京都大学大学院工学研究科, <sup>b</sup>(株)神戸製鋼所  
<sup>a</sup>Kyoto University, <sup>b</sup>Kobe Steel, Ltd.

組成傾斜を伴う多層アルミニウム合金積層板の特性を評価するための有効な手法として前課題までの測定で進めてきた、蛍光-小角同時測定法を利用し、その複層材料としての組織-強度特性の評価をおこなうための第一歩として時効硬化性モデル単層/複層試料に対して単純引張条件下での組織評価を試みた。BL40XUの小角散乱計測セットアップで試料位置に1軸の引張装置を設置し、室温での引張試験中の小角散乱強度、蛍光強度ならびに荷重を同時計測し、実用合金多層試料に適用するための基礎データの取得・検討をおこなった。

**キーワード：** アルミニウム積層構造材、マイクロビーム走査小角散乱法、変形下その場測定

#### 背景と研究目的：

本申請では2017A期までの実験により、組成分布と小角散乱強度分布、透過率分布を同時に測定することにより、2-3元系の組成傾斜材料における組織分布を定量的に解析する方法を開発し[1-4]、さらに実用元素添加による多元多層材料の熱処理効果の検討へ拡張し[5]、引張変形中のその場測定へと発展させた[6]。本手法は多元多層積層材料内部に組成傾斜をもつ複雑な多層析出強化材料の組織分布を定量化する有力な手法であることが示されてきている。本申請ではこの手法を熱処理試料の変形特性の理解に結びつけるため、変形中の試料に対して上記の評価手法で多層材料の組織分布が変形過程に与える影響を検証することを目的とした。結晶性材料における変形中の小角散乱強度は析出物などによる散乱強度に重畳して欠陥や多重散乱に起因する寄生散乱が観察される場合があり、実用上、あるいは材料設計上興味がある高強度材料の詳細な測定を開始する前にこれらの効果や散乱強度のレベル、変形に対する計測の安定性などの基礎データを取得する必要がある。本課題では走査小角散乱測定手法の検討の多元合金への拡張時に使用したAl-Mg/Al-Zn/Al-MgおよびAl/AlZn/Alモデル材料を対象としてIn-situ引張り/SWAXS測定用試料を作成した。本課題では引張り試験中の試料の変形状態をモニターしながらSWAXS測定を行い、変形試料に対する測定の技術的な課題の洗い出しと検討を進めることを目的とした。

これにより実用合金に近い合金系や組成の多層材料の組織分布と変形破壊特性の関係を評価する手法の開拓のための基盤を作ることを目指した。

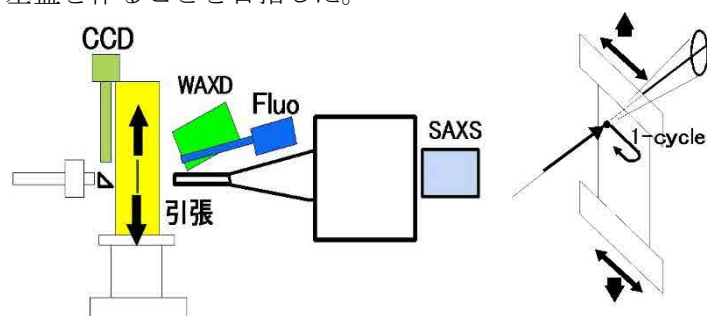


図1. 本課題で使用したその場引張小角高角蛍光同時測定システムの概要図と試料上の引張試験中のX線走査の模式図。

## 実験：

実験はBL40XUの第一ハッチでのピンホールによるマイクロビームを利用した走査小角(SAXS)高角(WAXD)同時散乱実験をおこなった。図1に本測定の概要と試料上のX線スキャンの状況を模式的に示す。基本変形速度として公称ひずみ速度で5%/hrでの引張りひずみを与えながら、試料断面方向に入射したマイクロビームにより小角散乱、高角回折、蛍光強度の同時測定をおこなった。走査は試料の内部を1次元スキャンして元の位置に戻る単位動作を1サイクルとして破断まで走査を繰り返した。ビームは約15 keVの準単色光を用い、SAXS、WAXD測定にはPilatusを用いた。その場引張荷重付加は500Nまで対応可能なロードセルを搭載した単軸引張荷重負荷装置を作成して用い、熱処理後の試料の変形は室温でおこなった。

## 結果および考察：

図2は多層試料の荷重変位曲線の例である。多層材料の特徴として、硬質層が亀裂進展あるいは破断しても靱い軟質層が残るために低応力状態での変形がしばらく続く点が挙げられる。(a)、(b)はそれぞれAlZn系、AlZnMg系の多層試料であるが、いずれの場合も単層の力学試験用部材での試験と比べて短時間で破断しており、期待した均一塑性変形領域での析出組織分布の違いによる影響を評価するには十分な伸びが得られる条件が厳しいことがわかった。Al/Zn系の3層材料では明確な降伏が見られるひずみに達する前に合金層の破断が起きているため、加工硬化領域における組織分布、特にGPゾーンの量的変化や空間配置の変化を観察することは困難であることがわかる。一方、亀裂の進行により合金層部分が破断しても、伸びのある固溶強化領域と純Al層がある程度の応力を負担し続けることで破断に至らない。一方亜時効条件のAlMgZn3層試料では明確な降伏、塑性変形領域が観察され、ほぼ5%程度の伸びまで変形が進んだことを示唆している。このような塑性変形中の析出組織は、比較的単純なAlAg系では高温(時効温度)での熱処理の場合には切断されたGPゾーンが自己修復しながら塑性変形を継続することがわかっているが[7]、室温変形の場合には切断された析出物のその後の組織変化への寄与にはいくつかの効果が考えられているものの、まだ定量的に解明されたとは言いがたい状況にある。

図3はこのような荷重ひずみ曲線を示した3層試料の走査小角散乱プロファイルの例を図2(b)のAlMg/AlZn/AlMg3層から構成される試料について測定した結果を示している。最下段に示すものが破断までの全スキャンでの小角散乱強度分布を示したものである。上の2図はそのうち第2サイクルと第3サイクルに相当する部分について試料の両端の間の散乱強度分布を抜き出して示している。ここで各図の縦軸は散乱ベクトル、横軸はスキャン番号であり、1サイクルあたり20 $\mu\text{m}$ ごとに約100点について小角散乱強度の2次元測定をおこなっているため、その周期で小角散乱強度が変化している。一周期が図2のx方向の1サイクルに相当する。その場測定ではそれぞれの位置でのサイクル変化に伴う強度変化を追うことが目的であり、X線のスキャンは亀裂発生位置(確率的)から1mm程度は上下方向に離れた位置である。亀裂発生位置では転位の集積などによる寄生散乱により、析出組織の定量変化が単純スキャンの条件では困難なこと、材料設計の観点から析出組織評価上重要な点は均一変形条件で組織分布がどのように変形挙動に影響するか

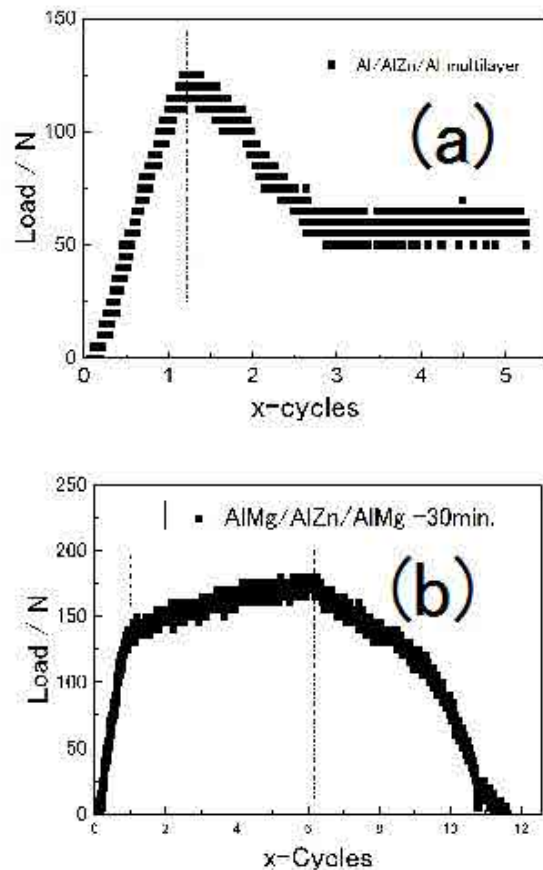


図2. その場測定中の試料に対する荷重/変位曲線の例。(a)はAl/AlZn/Al、(b)はAlMg/AlZn/AlMgの3層材に対するもの。

と言う点が重要であることから、図 2 (b)における均一塑性変形領域、すなわち 6 サイクル以前での組織変化が主要な解析対象となる。Guinier 半径のような散乱強度の微分量で評価するものについては、 $q$  領域が正しく測定されていれば問題はない。現状では均一変形伸び領域が期待していたほど大きくないため、変形の組織分布依存性を検討するという観点からはより大きな塑性伸びが得られる条件など、熱処理最適化を図る必要があるものの、散乱測定上の問題はないため、現在比較を進めているところである。一方、定量的な解析では同じ位置でのサイクルごとの散乱強度の変化の定量比較が重要である。切断機構による析出分布の変化でも析出量の変化はそれほど大きくない。その系統的な議論には散乱強度の高精度の規格化が必要となる [7]ため、現在透過率の高精度化のための改良を進めている。一方、図 3 に示す散乱強度分布の範囲では接合界面領域での剪断変形、ひずみの蓄積を示唆するようなストリーク成分の成長は見られなかった。中央領域での機械的強度が高い今回の歪時効条件では変形に伴う組織分布変化を詳細に検討するには、強度規格化の長時間安定性を図ることが必要となる。

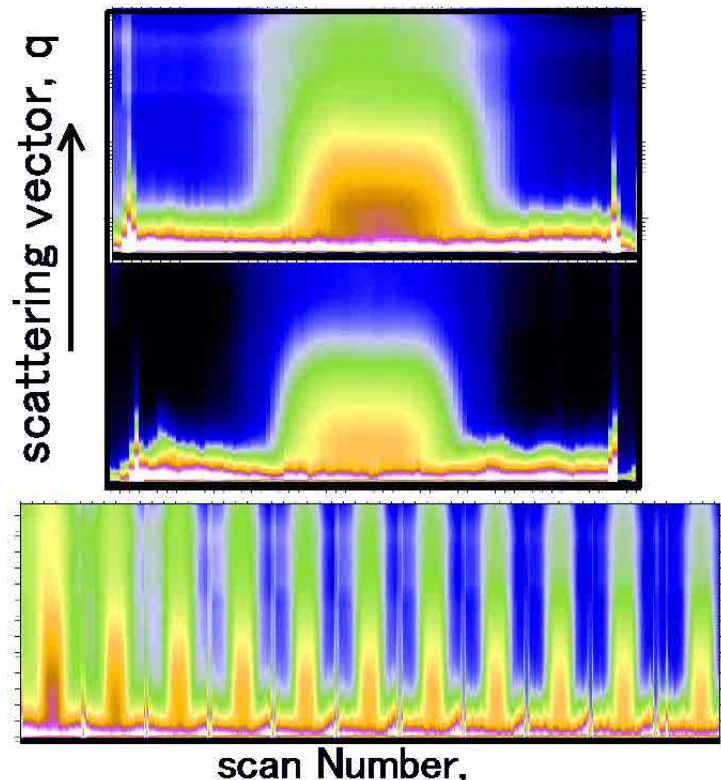


図 3. AlMg/AlZn/AlMg 3 層モデル歪時効熱処理試料に対するその場引張り試験中の小角散乱強度変化の全体図。縦軸  $q$ 、横軸スキャン番号である。下図は破断までの全スキャン。上 2 図はそのうち初期(上)と後期(中)の 1 サイクル分を抜き出したもの。

#### まとめと今後の課題：

組成傾斜を持つ多層アルミニウム材料中のナノ組織分布を定量化するための走査 SWAXS 法を発展させ、その組織分布設計と力学特性の関係を調べるための In-situ 測定手法に発展させることを目的として、BL40XU の走査マイクロビーム SWAXS 測定システムに引張荷重負荷装置をマウントし、モデル 3 層材に対する引張り試験中の小角散乱分布のその場測定を試みた。システムとしては引張変形中のマクロな試料形状変化を観察しながら破断に至るまでの過程でマイクロビーム SWAXS 測定をおこなうことに成功した。しかし今回の試行により、1) 引張荷重負荷中のビーム安定性が前回より改善したもの、まだ加工中の変化を議論する再現性には改良の余地があること、2) 変形局所化に対応できるビーム位置、スキャン範囲制御、さらにスキャン頻度の最適化のためには短時間測定と X 線位置での組織の可視光もモニター精度の改善が必須になる。これらの点については現在改良を進めている。結晶粒回転などの効果を同時に検出する上で、現在ネックになっている検出器大面積化、具体的には BL40XU への Pilatus1M クラスの導入と、高角領域全周をカバーできる高角検出器の整備を強く希望する。

この成果は、国立研究開発法人新エネルギー・産業技術総合開発機構 (N E D O) の委託業務の結果得られたものである。

#### 参考文献：

[1] 松本克史 他、平成 26 年度 SPring-8 産業新分野支援課題・一般課題(産業分野)実施報告書

- (2014B), 2014B1597.
- [2] 松本克史 他、平成 27 年度 SPring-8 産業新分野支援課題・一般課題(産業分野)実施報告書(2015A), 2015A1684.
- [3] 松本克史 他、平成 27 年度 SPring-8 産業新分野支援課題・一般課題(産業分野)実施報告書(2015B), 2015B1597.
- [4] 松本克史 他、平成 28 年度 SPring-8 産業新分野支援課題・一般課題(産業分野)実施報告書(2016B), 2016B1580.
- [5] 松本克史 他、平成 29 年度 SPring-8 産業新分野支援課題・一般課題(産業分野)実施報告書(2017A), 2017A1597.
- [6] 松本克史 他、平成 29 年度 SPring-8 産業新分野支援課題・一般課題(産業分野)実施報告書(2017B), 2017B1611.
- [7] H.Okuda et al., Scr. Mater. 46,795(2002)