

超微細粒アルミニウムにおける引張変形中の
転位密度変化に及ぼすひずみ速度の影響
Effect of Strain Rate on the Change of Dislocation Density during Tensile
Deformation in Ultra-Fine Grained Aluminum

足立 大樹^a, 見鳥 友樹^a, 岩田 晃一^a
Hiroki Adachi^a, Yuki Mitori^a, Koichi Iwata^a

^a兵庫県立大学
^aUniversity of Hyogo

アルミニウム合金の力学的特性は通常、変形ひずみ速度依存性をほとんど示さないが、結晶粒径が 300 nm の超微細粒材では大きなひずみ速度依存性を示す。この原因を明らかにするため、引張変形中の In-situ XRD 測定を行ったところ、粗大粒材ではほとんど変化がなかったのに対し、超微細粒材では、二けたのひずみ速度変化によって変形中の転位密度が 22%増加することが明らかとなった。

キーワード： 超微細粒、Al、In-situ XRD、ひずみ速度、転位密度

背景と研究目的：

近年、機器の稼働速度範囲が広がる傾向にあり、各部材には静荷重、動荷重、衝撃荷重など、様々な種類の荷重がかかるようになった。そのため、それらの荷重下において機器の安全性や信頼性を高めるためには、材料の変形ひずみ速度に応じた強度を知ることが重要である。アルミニウム合金は降伏応力のひずみ速度依存性は低いことは古くから知られており[1]、例えば純度 99.5 %の A1050 合金ではひずみ速度を $10^2 \sim 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ まで変化させても降伏応力の変化はせいぜい 10 MPa 程度であるため、アルミニウム製部材の設計において、これまで変形ひずみ速度依存性についてはほとんど考慮していなかった。

しかしながら、超微細結晶粒を有するアルミニウム合金はひずみ速度に対して大きく強度や伸びが変化し、大きなひずみ速度依存性を有することが知られている。超微細粒材は従来粒径材と比較して非常に高い強度を示し[2]、合金元素添加を必ずしも必要としないことから、省資源の関係からも高強度を必要とする部材への適用が積極的に検討されているが、この大きなひずみ速度依存性は低減させることが好ましい。しかしながらこれまで、超微細粒材が大きなひずみ速度依存性を有する理由は明らかとなっていない。一方、これまで申請者らは SPring-8 放射光を用いた In-situ XRD 測定を用いた実験によって、超微細粒材料における引張変形中の転位密度変化が調べており、結晶粒径や添加元素が転位密度変化に及ぼす影響についても明らかとなっている[3]。本研究では、超微細粒を有するアルミニウム合金が大きなひずみ速度依存性を示す原因を明らかにするため、ひずみ速度を変えた引張変形を進行させながら In-situ XRD 測定を行い、塑性変形を担う転位の増殖挙動を調べた。

実験：

A1200 アルミニウム合金 (Al-0.85Si-0.05Fe, (mass%)) を鋳造後、圧下率 97% の冷間圧延し、さらに強ひずみ加工の一種である重ね接合圧延 (ARB) を 3 pass 行い、厚さ 1 mm の板材を得た。これを以下、ARB 材と呼ぶ。ARB 加工の 1 pass は圧下率 50% の冷間接合圧延である。ARB 材に 448 K, 1.8 ks 焼鈍を行い、さらに 623 K, 7.2 ks の焼鈍を行い、焼鈍材を得た。電子後方散乱 (EBSD) 法により結晶粒径を測定したところ、ARB 材は 300 nm、焼鈍材は 20 μm であった。これらの板材から放電加工機で平行部サイズ幅 5 mm、長さ 20 mm の試験片を切り出した。BL19B2 の HUBER 回折ステージ上に設置した小型引張り試験機に設置した。透過方向から 21° 上方に 6 連装 MYTHEN 検出器を配置し、(111) (200) (220) (311) (222) (331) (420) (422) (333) 回折ピーク位置と形半値幅の変化を観察した。初期ひずみ速度 3.35×10^{-4} , 3.35×10^{-5} , $3.125 \times 10^{-6} \text{ s}^{-1}$ で引張りながら In-situ XRD 測

定を行った。さらに、焼鈍材では引張試験機を設置した HUBER 回折ステージを Z 方向（引張方向）に幅 2 mm の揺動しながら In-situ XRD 測定を行った。入射 X 線エネルギーは 25 keV であり、入射 X 線形状は幅 5 mm×縦 0.3 mm であった。試料と検出器間のカメラ長は 726 mm であり、MYTHEN 検出器前に 4 mm のスリットを設置し、時間分解能は 2 s とした。

結果および考察：

Fig.1 に初期ひずみ速度を変化させた時の ARB 材と焼鈍材の応力ひずみ曲線を示す。焼鈍材の応力ひずみ曲線は初期ひずみ速度を二けた変化させてもほとんど応力ひずみ曲線形状に変化はなかったが、ARB 材では初期ひずみ速度が速くなると応力が高く、結晶粒径が小さい材料ほど機械的性質のひずみ速度依存性が大きいことが確認された。

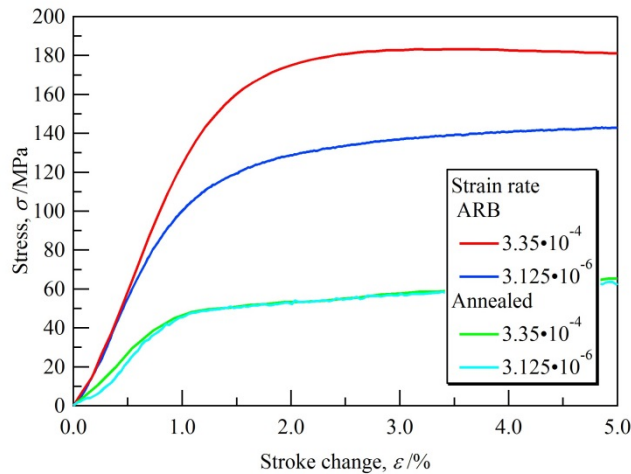


Fig.1 焼鈍材と ARB 材における、初期ひずみ速度の変化に伴う応力ひずみ曲線の変化

Fig.2 に焼鈍材を初期ひずみ速度 $3.125 \times 10^{-6} \text{ s}^{-1}$ で引張った時の応力ひずみ曲線と転位密度の変化を示す。まず弾性変形領域では転位密度はほぼ一定であったが、4 MPa を超えると転位密度が急激に増殖し始めた。このことから転位増殖応力 σ_I は 4 MPa と求められる。転位が急激に増殖し、 ρ_{II} に達すると転位密度の増加が急に緩やかになった。この ρ_{II} は塑性変形に必要な転位密度であると考えられており [3]、 $\rho_{II} = 1.1 \times 10^{14} \text{ m}^{-2}$ と求められた。また、この時の応力 $\sigma_{II} = 45 \text{ MPa}$ は動的な降伏応力であるとみなせる。初期ひずみ速度 $3.35 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ の時は、 $\sigma_I = 7 \text{ MPa}$ 、 $\sigma_{II} = 32 \text{ MPa}$ 、 $\rho_{II} = 0.9 \times 10^{14} \text{ m}^{-2}$ であり初期ひずみ速度 $3.125 \times 10^{-6} \text{ s}^{-1}$ の時とほぼ同程度であり、応力ひずみ曲線と同様、初期ひずみ速度による変化は非常に小さかった。

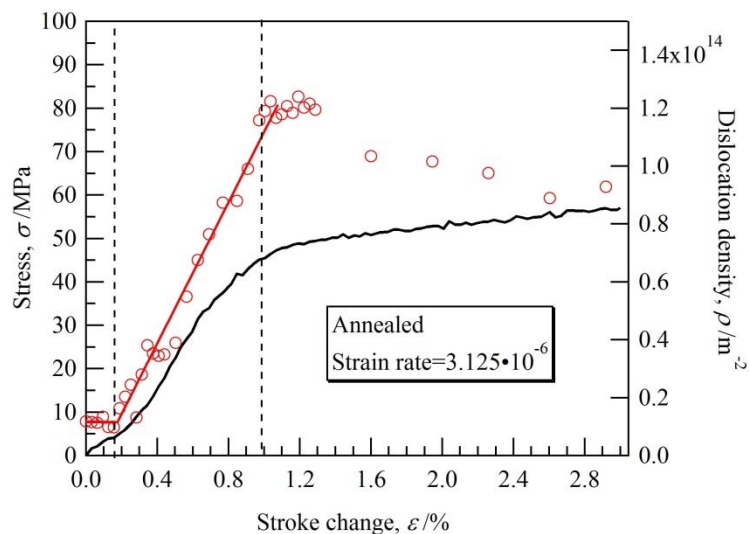


Fig.2 焼鈍材における応力のひずみ曲線と転位密度変化（初期ひずみ速度 $3.125 \times 10^{-6} \text{ s}^{-1}$ ）
Fig.3 に ARB 材を初期ひずみ速度 $3.125 \times 10^{-6} \text{ s}^{-1}$ で引張った時の応力ひずみ曲線と転位密度の変

化を示す。焼鈍材と同様、弾性変形領域では転位密度はほぼ一定であり、 $\sigma_I=67\text{MPa}$ を超えると転位密度が急激に増加した。 $\rho_{II}=5.9\times 10^{14}\text{ m}^{-2}$ になると転位密度の増加が緩やかになった。この時の応力は $\sigma_{II}=125\text{MPa}$ であり、焼鈍材と比較して非常に大きかった。Fig.4 に ARB 材を初期ひずみ速度 $3.35\times 10^{-6}\text{ s}^{-1}$ で引張った時の応力ひずみ曲線と転位密度の変化を示す。 $\sigma_I=129\text{MPa}$ であり、転位増殖応力はひずみ速度の増加によって大きく増加した。また、塑性変形に必要な転位密度は $\rho_{II}=7.2\times 10^{14}\text{ m}^{-2}$ 、その時の応力は $\sigma_{II}=182\text{MPa}$ であり、塑性変形時の転位密度は 2 割強増加した。

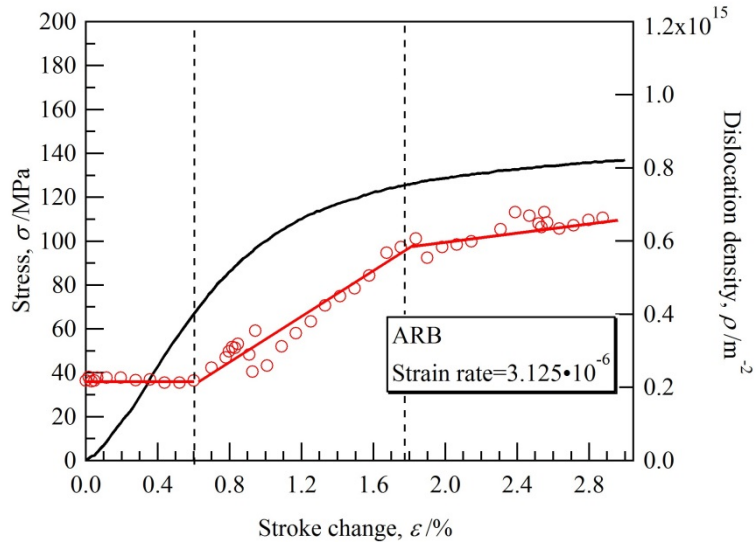


Fig.3 ARB 材における応力のひずみ曲線と転位密度変化（初期ひずみ速度 $3.125\times 10^{-6}\text{ s}^{-1}$ ）

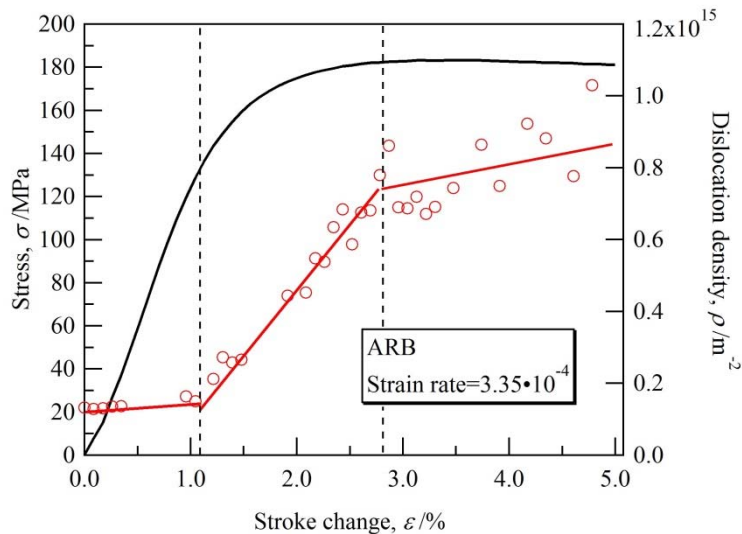


Fig.4 ARB 材における応力のひずみ曲線と転位密度変化（初期ひずみ速度 $3.35\times 10^{-6}\text{ s}^{-1}$ ）

ARB 材においてひずみ速度の変化に伴い塑性変形時の転位密度が変化した原因の一つとして、ひずみ速度が遅くなるほど、回復による転位消滅量が増加することが挙げられる。しかしながら、結晶粒径が粗大な焼鈍材においてはひずみ速度が変化しても転位密度変化挙動はほとんど変わらないため、結晶粒内における転位の対消滅による回復速度の違いが原因ではないと予想される。よって、結晶粒界が転位のシンクとなると考えられ、結晶粒径が小さく粒界面積が大きい ARB 材では転位の消滅速度が大きく、ひずみ速度依存性が高くなったこと予想される。

今後の課題：

微細な結晶粒材では結晶粒界における転位の消滅速度が大きくなるため、力学的特性のひずみ速度依存性が大きくなることが予想された。しかしながら、これまで、結晶粒径による回復速度の変化についての詳細な報告はないため測定が必要である。

参考文献：

- [1] 向井敏司, 軽金属, **43**, 252 (1993).
- [2] X. Huang, *Mater.Sci. Eng.,A* **484-484**, 102 (2008).
- [3] H. Adachi, *Trans. Mater.*, **56**, 671 (2015).