

令和 4 年 6 月 15 日現在

機関番号：34310

研究種目：基盤研究(C) (一般)

研究期間：2019～2021

課題番号：19K04079

研究課題名(和文)半凝固二相アルミニウム合金の結晶粒超微細化による圧縮加工性向上

研究課題名(英文)Enhanced compressibility of ultrafine-grained semi-solid two-phase aluminum alloys

研究代表者

田中 達也(Tanaka, Tatsuya)

同志社大学・理工学部・教授

研究者番号：70434678

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 3,300,000円

研究成果の概要(和文)：粒界誘起塑性が支配的な超微細結晶材料やナノ結晶材料は、変形に伴う組織変化と加工硬化能が小さく本質的に圧縮加工性に対する高いポテンシャルを有すると考えられる。本研究では強ひずみ加工法として知られているECAP法を採用して、超微細結晶材に対して圧縮応力のもとで表面積が増大できる変形能に着目し、結晶粒微細化の影響を明らかにする。当初計画では硬質相と軟質相の二相から構成される半凝固Al-Si合金をターゲット材料としていたが、共晶Si相の微細分散化が十分できなかったために、純銅に切り替えた。単相金属である純銅に対しても可能性が確認できた。

研究成果の学術的意義や社会的意義

構造材料の高強度化は構造物の軽量化を可能とするため、省資源かつ省エネルギーに対して重要な課題である。強ひずみ加工法は大型の構造用金属材料に対して結晶粒径をサブミクロンまで微細化することが可能であり、かつ合金元素を必要としないために将来的には重要な強化手法となりえる。一方で、本手法においても強度化に伴い破断伸びの低下し、二次加工性の低下も課題であった。しかし、超微細材料がもつ局部延性はくびれが発生しにくい、圧縮応力状態では従来材にそん色ない加工性を示しことが実証された。加工性方法をうまく選択すれば高い二次加工性を得られることが示されて、構造用材料への適用できる可能性が他かなくなった。

研究成果の概要(英文)：Ultrafine grained materials or nanocrystalline materials should have high formability under high compressive stress state because they have low strain hardening capability due to their unique deformation mechanism involving grain boundary sliding. Target materials was changed from semi-solid Al-Si alloys to copper of commercial purity because it was difficult to fragment the second Si phase by ECAP for Al-Si alloys, which is essential to obtain high formability. However, it was found that even pure copper have high potential to exhibit high compressive formability.

研究分野：材料工学

キーワード：超微細結晶材料 加工性 強ひずみ加工

## 様式 C - 19、F - 19 - 1、Z - 19 (共通)

### 1. 研究開始当初の背景

構造用材料の強度と靱性の向上には結晶粒微細化が有効である。結晶粒微細化の方法として、巨大ひずみ付与法である強ひずみ加工 (SPD) 法が注目されているが、結晶粒径が  $1\mu\text{m}$  以下の超微細粒 (UFG) になると引張延性が著しく低下して、二次加工性の改善が課題と認識されている。これは、引張試験では加工硬化能の低下によって塑性不安定現象であるくびれが早期に発生して、破断伸びが低下するためである。しかし、くびれ後の局部延性は高く、粗粒材より高い場合もあることが報告されている。つまり、材料の変形能そのものが失われたわけではなく、この局部延性能をうまく活用すれば、十分な二次加工性を得ることが期待できる。そこで本研究では超微細結晶材料が本質的に持つであろう圧縮加工性に注目した。圧縮応力下での加工性は変形組織の進展による加工硬化がなくても、定常組織を保持することにより発現する。

### 2. 研究の目的

粒界誘起塑性が支配的な UFG 材料やナノ結晶材料は、変形に伴う組織変化と加工硬化能が小さく本質的に圧縮加工性に対する高いポテンシャルを有すると考えられる。本研究では強ひずみ加工法として知られている ECAP 法を採用して、UFG 材に対して圧縮応力のもとで表面積が増大できる変形能に着目し、結晶粒微細化の影響を明らかにする。当初計画では硬質相と軟質相の二相から構成される半凝固 Al-Si 合金をターゲット材料としていたが、共晶 Si 相の微細分散化が十分できなかったために、純銅に切り替えた。単相金属である純銅に対しても可能性が確認できた。

### 3. 研究の方法

素材として Al-Si 合金から純銅に変更し、結晶粒微細化強化の方法として ECAP 法を使用した。ECAP は室温で 8 パスまで行った。その後、硬さ試験、引張試験および圧縮試験により、変形挙動および加工性を評価した。圧縮速度は引張試験と同じ初期ひずみ速度  $1.0 \times 10^{-3} \text{s}^{-1}$  とした。圧縮方向は ECAP 後の RD 面に相当する面に垂直な方向とする。ECAP 試験後と圧縮試験後の微細組織を光学顕微鏡および走査型電子顕微鏡 (JSM7000F) 付属の電子線後方散乱 (EBSD) 法を使用して観察した。なお、各試験片の観察面は TD 面とした。

### 4. 研究成果

ECAP 加工後の硬さ試験では、焼鈍し状態から 1 パス後にかけて著しく硬化したが、2 パス以降は硬さの増加は小さい。組織観察の結果、ECAP 加工によるパス数の増加につれて、結晶粒の進展と転位組織の発達が見られた。8 パス後では結晶粒が等軸化して微細化されていた。平均結晶粒径を測定したところ、焼鈍し材の平均結晶粒径は  $32.45\mu\text{m}$  であるのに対し、8 パス材では  $0.22\mu\text{m}$  であった。

引張試験を行った結果、ECAP 加工を施した材料はパス数の増加に伴い降伏応力は増加し、破断伸びが急激に減少していることが明らかになった。背景でも述べたように、UFG 材は早期に加工硬化が飽和してしてくびれが発生したことによる。結晶粒が微細化され、転位の活動と蓄積が抑制されたために加工硬化性が低下したことにより早期にくびれが発生したためである。圧縮試験では、焼鈍し材は降伏後すぐに加工硬化挙動を示している。1 パス材から 8 パス材では、降伏後一定の応力で変化したのち、急激な加工硬化挙動を示している。この加工硬化

はアンビルと試験片間の摩擦により、幅方向の変形が拘束されてことによるみかけの応力上昇で、材料の組織発展に起因する加工硬化によるものではない。加工硬化挙動にはパス数によって違いが生じた。UFG 材は降伏後、As 材よりも緩やかな荷重の上昇の後、急激に荷重が上昇した。

焼鈍し材や ECAP1~4 パス材では、圧縮前後で組織を比較すると、結晶粒が圧縮方向に微細化されている。一方、8 パス材においては、圧縮試験後の結晶粒は圧縮方向にわずかに展伸しているが、結晶粒径と等軸性にほとんど変化が見られなかった。UFG 材料は結晶粒の回転を伴った粒界すべりが支配的であり、回転による結晶方位の変化は考えられても、結晶粒径の変化は起こりにくい。また、転位密度の変化も極めて小さなものであると考えられる。これにより、8 パス材では、圧縮試験による組織進展が少ないと考えられる。さらに UFG 組織の進展が小さいために加工硬化が起こりにくく、圧縮変形による加工性が向上したと考えられる。

圧縮ひずみ速度の増加とともに変形応力が高くなる傾向にあり、圧縮試験にひずみ速度依存性がみられた。そこでひずみ速度感受性指数を測定した結果、平均値は 0.067 となった。超塑性発現の 1 つの指標として、ひずみ速度感受性指数が 0.3 以上であるといわれている。この結果から純銅 8 パス材の圧縮挙動は超塑性挙動ではなく、純粋に超微細粒材料が圧縮変形における展性に優れていることが明らかとなった。

展性の変形能を評価する方法として、円筒試験を採用した。円筒試験では、材料が圧縮部中央から水平方向に流動するため、圧縮試験のような摩擦の影響が少ない。そのため、材料の割れが発生するまでの圧縮変形が期待でき、変形能の評価が期待できる。試験片の初期厚さを 4mm とし、圧縮速度は通常の圧縮試験と同じ 0.5mm/min とした。その結果それぞれの試験片において割れを確認することが出来た。圧縮試験後の外観写真を図 1、割れが発生した際の限界圧縮率を図 2 に示す。ECAP 加工を行った材料はより優れた圧縮率を示した。圧縮変形では空隙の形成と成長を抑制することができ、焼鈍し材と UFG 材ではその影響度が異なるために、圧縮率に差が生じたと考えられる。As 材は加工硬化性が高いために圧縮変形の進行とともに硬化し破断に至る。一方、UFG 材では組織発展がなく加工硬化性が低いため、くびれが生じない圧縮応力下では早期の破断を抑制する要因となり、高い圧縮率を示したと考えられる。

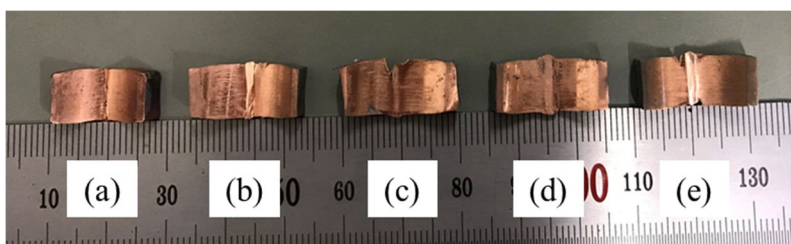


図 1 . 圧縮試験後の試験片外観写真(a)焼鈍し材, (b) 1 パス, (c)2 パス, (3)4 パス, (4) 8 パス材

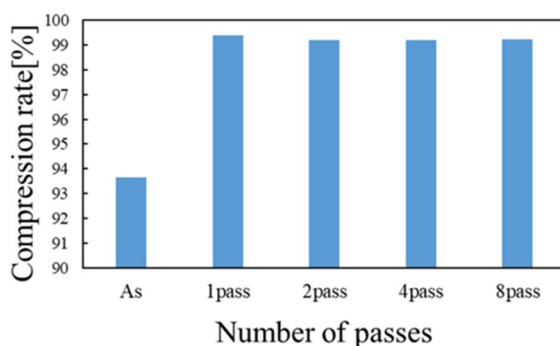


図 2 . UFG 銅の限界圧縮率と ECAP パス数の関係

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計2件（うち査読付論文 2件/うち国際共著 1件/うちオープンアクセス 1件）

1. 著者名 M. Asano, M. Yuasa, H. Miyamoto, T. Tanaka, C. Erdogan, T. Yalcinkaya	4. 巻 10
2. 論文標題 Potential of High Compressive Ductility of Ultrafine Grained Copper Fabricated by Severe Plastic Deformation	5. 発行年 2020年
3. 雑誌名 Metals	6. 最初と最後の頁 1503
掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） 10.3390/met10111503	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスとしている（また、その予定である）	国際共著 該当する

1. 著者名 Keiko Natori, Hiroshi Utsunomiya and Tatsuya Tanaka	4. 巻 297
2. 論文標題 Forming of thin-walled cylindrical cup by impact backward extrusion of Al-Si alloys processed by semi-solid cast and ECAP	5. 発行年 2021年
3. 雑誌名 Journal of Materials Processing Technology	6. 最初と最後の頁 117277
掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） 10.1016/j.jmatprotec.2021.117277	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

〔学会発表〕 計2件（うち招待講演 0件/うち国際学会 0件）

1. 発表者名 角田健太郎、掘米優斗、萩原真人、原田英人、中西龍馬、田中達也、羽賀俊雄、西田進一
2. 発表標題 半凝固鍛造によるアルミニウム合金A7075のネジ成形
3. 学会等名 日本軽金属学会 第137回講演大会
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 川和瑞貴、西田進一、古田周士、笹田昌弘、田中達也、羽賀俊雄
2. 発表標題 マグネシウム合金AZX912の半凝固鍛造
3. 学会等名 日本塑性加工学会
4. 発表年 2021年

〔図書〕 計0件

〔産業財産権〕

〔その他〕

-

6. 研究組織

	氏名 (ローマ字氏名) (研究者番号)	所属研究機関・部局・職 (機関番号)	備考
--	---------------------------	-----------------------	----

7. 科研費を使用して開催した国際研究集会

〔国際研究集会〕 計0件

8. 本研究に関連して実施した国際共同研究の実施状況

共同研究相手国	相手方研究機関
---------	---------