

令和 3 年 6 月 21 日現在

機関番号：52501

研究種目：若手研究

研究期間：2019～2020

課題番号：19K15309

研究課題名（和文）粒界偏析元素による巨大ひずみ加工組織の熱的安定化機構の解明

研究課題名（英文）Thermal stabilization via grain boundary solute segregation of alloys processed severe plastic deformation

研究代表者

青葉 知弥（Aoba, Tomoya）

木更津工業高等専門学校・機械工学科・助教

研究者番号：50757143

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）：金属・合金の高強度化の有効な手法の一つとして、巨大ひずみ加工を用いた結晶粒の超微細化による母相強化が挙げられる。しかし、巨大ひずみ加工材の多くは耐熱性が低く、容易に軟化してしまう。本研究では、巨大ひずみ加工材の一種である多軸鍛造法を施したアルミニウム合金の熱的安定性を調査し、これらの基礎データを提供した。

研究成果の学術的意義や社会的意義

本研究では、アルミニウム合金の多軸鍛造材による高強度化に関わる要素が示され、それらが高温下において起きる課題が再確認された。また、巨大ひずみ加工を施した高強度化材に対する熱的安定性に関する基礎データを提供した。これらのデータは巨大ひずみ加工により形成した超微細粒材の実用化に向けた一つの知見となる。

研究成果の概要（英文）：Severe plastic deformation techniques are effective for producing ultrafine-grained structure and improving the mechanical properties of metals and alloys. However, ultrafine-grained materials have low heat resistance and easily soften at high temperature. In this study, we investigated the thermal stability of aluminum alloys processed by multi directional forging.

研究分野：組織制御

キーワード：巨大ひずみ加工 アルミニウム合金 多軸鍛造 格子欠陥 熱的安定性 結晶粒界

科研費による研究は、研究者の自覚と責任において実施するものです。そのため、研究の実施や研究成果の公表等については、国の要請等に基づくものではなく、その研究成果に関する見解や責任は、研究者個人に帰属します。

様式 C - 19、F - 19 - 1、Z - 19 (共通)

1. 研究開始当初の背景

各種構造部材の軽量化のために、金属材料の高強度化が望まれる。これまでに、金属・合金の高強度化の有効な手法の一つとして、巨大ひずみ加工を用いた結晶粒の超微細化による母相強化が試みられている。アルミニウム合金では、繰返し重ね接合圧延、繰返しせん断変形加工、高圧ねじり加工、高圧すべり加工、など様々な巨大ひずみ加工法によって実際に結晶粒超微細化とそれに伴う高強度化がなされている。一部の研究においては、高圧ねじり加工を施すことにより 1GPa 級の高強度化が報告されている。しかしながら、こうした巨大ひずみ加工で得られた試料では、加熱することにより比較的低い温度で巨大ひずみ加工による強化が弱まってしまうという課題がある。

2. 研究の目的

巨大ひずみ加工により形成した超微細材をより高温で安定化させるためには、粒界移動を妨げ結晶粒粗大化を抑制する必要がある。巨大ひずみ加工により、金属材料内部には過剰空隙および転位下部組織が形成される。これらは、溶質元素の拡散速度を高め、各溶質元素との結合力の差で粒界偏析のし易さを決定する。すなわち、巨大ひずみ加工により、結晶粒微細化のみならず、合金元素の固溶・偏析状態を制御することが可能と云える。しかし、これらの関係は、様々な要因が関係するため容易ではない。この原因は、巨大ひずみ加工で生成される、欠陥因子が多岐にわたり、かつ観察が困難なためである。高性能合金開発には、これら因子の系統的な調査による、定量的な理解が必要である。粒界偏析が超微細粒材の熱的安定性と強度に及ぼす影響を調査し、多軸鍛造法による欠陥因子の制御手法について検討することを目的とした。

3. 研究の方法

(株)UACJ よりご提供頂いた Al-Mg-Sc 合金熱間圧延板を用いて実験を行った。合金組成を表 1 に示す。長さ 170 mm、幅 200 mm、厚さ 60mm の鋳塊に、813 K で 14.4 ks の均質化処理を施した。均質化処理後の試料の各面を 5 mm 研削した後、熱間圧延を厚さ約 20 mm まで 788 K にて、行った。この熱間圧延板から、直方体試料を切り出し、溶体化処理を行った後に多軸鍛造加工を行った。多軸鍛造加工は、直方体試料の各板面の法線方向である 3 軸から、順々に圧縮を繰返し加える加工法である。直方体の寸法比と、圧縮のひずみ量を適切な値にすることで、圧縮前後で試験片の寸法比が変化することなく加工を行う事が可能である。この手法により結晶粒の微細化と金属材料の高強度化を図った。なお、試験片のバルジングを防ぐため、鍛造面に鉱油系のグリースを塗布した。

表 1 実験試料の合金組成 (mass%)

Si	Fe	Mg	Sc	Ga	V	Al
0.041	0.136	2.93	0.210	0.210	0.015	Bal.

多軸鍛造の加工条件を変化させ、結晶粒の微細化度の異なる試料を作製した。これらの試料の結晶方位解析には、走査型電子顕微鏡に付属する電子線後方散乱回折装置を用いた。溶質元素の粒界偏析量の調査には、走査型透過電子顕微鏡のエネルギー分散型 X 線分光法を用いた。また、詳細な観察のため高角散乱環状暗視野走査透過顕微鏡法により粒界の Z コントラスト像を得た。機械的性質の調査は引張試験と硬さ試験にて実施した。引張試験は、ゲージ部 $2 \times 4 \times 0.7 \text{ mm}^3$ の型付き引張試験片を最終鍛造軸に対して垂直向きで切出し、インストロン型万能試験機を用いて行った。硬さ試験は、試料の最終鍛造方向に平行な縦断面に対し行った。

4. 研究成果

(1) 多軸鍛造材の作製と焼きなまし時の挙動

組成による加工条件と機械的性質の変化を見るため、実用合金も加えて実験を行った。加工熱処理条件を変化させた場合の、機械的性質について調査した。繰り返し加工の一工程毎の加工度と累積ひずみ量を制御して多軸鍛造を施したところ、加工度を増大するにつれ、引張強度は増大し、それに伴い伸びは減少した。今回の実験の範囲では溶質元素の添加の有無で、多軸鍛造による機械的性質の変化にほぼ影響はなかった。また、多軸鍛造後の熱的安定性の評価と時効硬化を目的とし、多軸鍛造材に対し時効温度を変化させた条件で熱処理を行い、ピッカース硬さの時間変化を測定した。図1に、Al-Mg-Scの多軸鍛造材に423K、523K、623Kで焼鈍した際の硬さ変化を示す。多軸鍛造直後のAl-Mg-Scの硬度は120H_vであり、この硬度で規格化した。Al-Mg-Sc合金は、いずれの焼鈍温度においても、Al-Mg合金に比べて、軟化量は小さかった。これは、Sc添加が転位の上昇運動による回復を抑制し、熱的安定性を向上させた結果といえる。また、623Kでは、Al-Mg-Sc合金の焼鈍開始直後は軟化傾向を示し、1ks経過後に硬化し始め、7ksにピークに達した後、緩やかに軟化した。10⁷ksで軟化率0.6となり、硬さ変化は収束する傾向にあった。時効温度を変化した場合、回復の進行速度に影響するため、軟化速度は変化するものの、いずれの条件においても多軸鍛造材のピッカース硬さより軟化した。溶質元素の添加により、熱処理による軟化は強く抑制されたこれは、Al-Mg-ScのAl₃Sc相の析出によると考えられる。また、Al-Mg-Scでは、正味の硬さは全ての条件で減少したが、特定の熱処理温度ではAl₃Scの析出による硬化が硬さ-時間曲線に現れた。

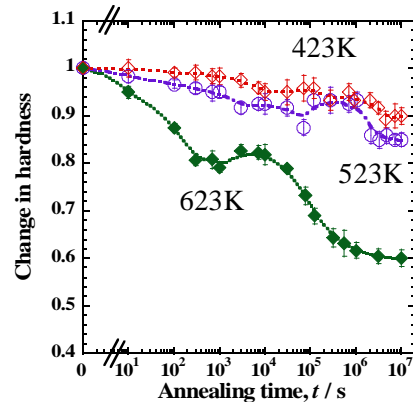


図1 焼きなまし温度とピッカース硬さの関係

(2) TEMによる組織観察と組成分析

図2にAl-Mg-Sc合金多軸鍛造材のSTEM像とEDSによる組成の線分析の結果を示している。多軸鍛造材のSTEM像では、鍛造軸の垂直方向に結晶粒が伸長しており、粒内には転位下部組織が発達した加工組織であることが分かる。画像からは、析出物の存在は確認されず、EDS線分析結果からもMgやScの偏りは見られない。加工度の違いによる粒界偏析度の違いは認められなかった。焼鈍材のSTEM像では平均結晶粒径0.7μmの等軸微細粒組織となった。EDSの線分析結果から、粒界に明瞭な偏析は見られないが、粒内ではAl₃Scの不均一な析出が確認できた。観察箇所によっては粒界にも60nm程度のAl₃Scが析出しており、これによる粒界移動の抑制が生じているものと推察される。

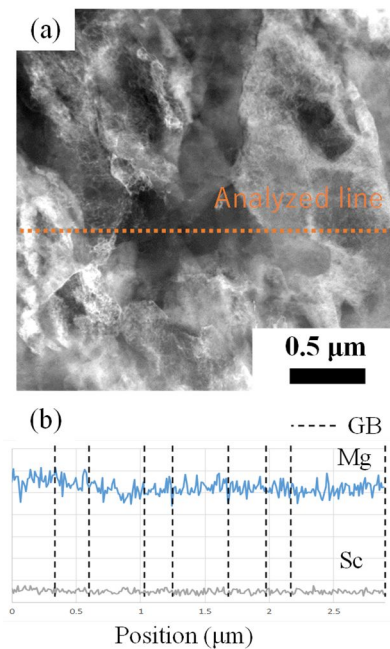


図2 多軸鍛造材のSTEM像とEDSマッピング

(3) まとめと今後の展望

本研究の知見からアルミニウム合金の多軸鍛造材による高強度化に関わる要素が示され、それらが高温下において起きる課題が明らかとなった。この巨大ひずみ加工による高強度化と熱的により安定な金属組織の両立には更に詳細な検討を進める必要がある。

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計6件（うち査読付論文 6件/うち国際共著 0件/うちオープンアクセス 0件）

1. 著者名 Yamazaki Shunsuke, Sawa Syutarō, Watanabe Chihiro, Monzen Ryoichi, Aoba Tomoya, Miura Hiromi	4. 巻 84
2. 論文標題 Temperature-Dependent Deformation Behavior of Al-Mg-Sc Alloys Fabricated by Multi-Directional Forging at Room Temperature	5. 発行年 2020年
3. 雑誌名 Journal of the Japan Institute of Metals and Materials	6. 最初と最後の頁 208~215
掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） 10.2320/jinstmet.J2020003	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 -
1. 著者名 小林 正和, 青葉 知弥, 三浦 博己	4. 巻 58
2. 論文標題 放射光トモグラフィによる銅合金の延性ポイド観察	5. 発行年 2019年
3. 雑誌名 銅と銅合金：銅及び銅合金技術研究会誌 = Copper and copper alloy : journal of Japan Research Institute for Advanced Copper-Base Materials and Technologies	6. 最初と最後の頁 97-102
掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） なし	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 -
1. 著者名 三浦 博己, 傍島 亮平, 金山 弥旦, 青葉 知弥, 小林 正和	4. 巻 58
2. 論文標題 銅合金強圧延板の曲げ加工性に及ぼす表面ブラッシング影響部深さの影響	5. 発行年 2019年
3. 雑誌名 銅と銅合金：銅及び銅合金技術研究会誌 = Copper and copper alloy : journal of Japan Research Institute for Advanced Copper-Base Materials and Technologies	6. 最初と最後の頁 28-34
掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） なし	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 -
1. 著者名 M. Kobayashi, T. Goto, T. Aoba, H. Miura	4. 巻 154
2. 論文標題 Three-dimensional structure of high-performance heat insulator produced with micro and nano particle alumina	5. 発行年 2019年
3. 雑誌名 Material Characterization	6. 最初と最後の頁 424-436
掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） 10.1016/j.matchar.2019.06.023	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 -

1. 著者名 池田光志, 榎原恵蔵, 青葉知弥, 小林正和, 三浦博己	4. 巻 69
2. 論文標題 降温多軸鍛造したAZ31Fマグネシウム合金の焼きなましにおける微視組織および機械的性質の変化	5. 発行年 2019年
3. 雑誌名 軽金属	6. 最初と最後の頁 228 234
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.2464/jilm.69.228	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 -

1. 著者名 古田将吾, 小林正和, 青山俊三, 上坂直人, 谷口皓平, 青葉知弥, 三浦博己	4. 巻 91
2. 論文標題 ADC12合金ダイカストの熱処理におけるX線残留応力変化と微細組織不均一性の関係	5. 発行年 2019年
3. 雑誌名 日本鑄造工学会誌	6. 最初と最後の頁 335-342
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) なし	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4件 (うち招待講演 1件 / うち国際学会 1件)

1. 発表者名 H. Suematsu, K. Kawai, T. Aoba, T. M. D. Do, T. Nakayama
2. 発表標題 MOPAC Simulation of Organic Molecules Intercalated in Sr ₂ Ca ₁ Cu ₂ O _y Superconductor
3. 学会等名 2nd Indo Japan Bilateral Symposium on Futuristic Materials and Manufacturing for Next Generation Electric Vehicles and High Speed Railway (招待講演) (国際学会)
4. 発表年 2020年

1. 発表者名 青葉知弥, 小林正和, 三浦博己, 渡邊千尋
2. 発表標題 多軸鍛造を施したAl-Mg-Sc合金の機械的性質と時効特性
3. 学会等名 軽金属学会第137回秋季大会
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 小林 正和, 谷口 皓平, 古田 将吾, 豊田 充潤, 青葉 知弥, 三浦 博己
2. 発表標題 Al-5%Mg-2%Si 鑄造合金の時効熱処理による力学特性の変化
3. 学会等名 軽金属学会第136回春期大会
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 古田 将吾, 小林 正和, 青葉 知弥, 三浦 博己
2. 発表標題 Al-10%Si 鑄造合金の引張における微細共晶Si粒子の損傷
3. 学会等名 軽金属学会第136回春期大会
4. 発表年 2019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