

令和 3 年 6 月 4 日現在

機関番号：12701

研究種目：若手研究

研究期間：2019～2020

課題番号：19K15324

研究課題名（和文）巨大ひずみ加工で鉄を有効活用した高強度・高導電性アルミニウム合金の開発

研究課題名（英文）Fabrication of high strength and high electrical conductivity Al alloy through supersaturation of Fe by High-Pressure Torsion

研究代表者

増田 高大（Masuda, Takahiro）

横浜国立大学・大学院工学研究院・日本学術振興会特別研究員

研究者番号：60838639

交付決定額（研究期間全体）：（直接経費） 3,200,000円

研究成果の概要（和文）：本研究では、直径100mmに大型化したリング状Al-2%Fe合金に高圧ねじり（HPT）加工を施し、均一ひずみ導入を試みた。わずか1回転で鉄を1wt%過飽和固溶でき、温度473 Kで時効することで引張強度は最大で730 MPaとなった。4探針法による電気抵抗率測定結果を併せると、0.25回転材で、高導電性を維持しつつ強度向上を達成できた。加えて従来の連続加工法（CHPT法）をもとに、ワイヤー状試料を2本同時に加工できるよう改良を施した。改良は金型に挿入口・取出口を設け、ワイヤー上試料が円対称となるように設置することで実施した。これにより、相当ひずみ25の巨大ひずみが導入可能となった。

研究成果の学術的意義や社会的意義

これまで巨大ひずみ加工領域の大面積化には装置容量の限界という問題があった。本研究により、2本のワイヤー試料に連続的なひずみ導入のための加工原理を構築した。かつAl-Fe系合金にて鉄の過飽和固溶・析出を利用した特性向上を達成し、超微細粒を有する電線材料の開発可能性を示した。さらに、各ワイヤーの加工直径を調整することで、同時加工数を増大できる可能性を示し、巨大ひずみ加工法の一般化に繋がる結果を得られた。

研究成果の概要（英文）：In this study, the process of high-pressure torsion (HPT) is applied for grain refinement of an Al-2% Fe alloy in a ring shape with a diameter of 100 mm, and thus we can obtain the homogeneous strain distribution. After only 1 turn, the Fe solubility in the Al matrix was increased to 1wt%. The ultimate tensile strength was increased up to 730 MPa after aging at 473 K. Considering the electrical conductivity, 0.25 turns is effective to attain the balance between strength and electrical conductivity. CHPT was further developed in this study, so that two wires were processed simultaneously. Guiding holes were made at both the inlet and outlet sides of the grooves on the upper anvils so that no interference of the two wires occurs. An equivalent strain of 25 was introduced through this CHPT process.

研究分野：材料組織制御

キーワード：巨大ひずみ加工 過飽和固溶体 結晶粒微細化

## 様式 C - 19、F - 19 - 1、Z - 19 (共通)

### 1. 研究開始当初の背景

アルミニウムは代表的な軽量構造材料として広く利用されているが、一方では導電率が高く、電線材料への応用が注目されている。純アルミニウムの導電率は単位体積あたりでは純銅の65%であるものの、単位重量あたりでは2倍ほど優れる。さらに、合金元素を添加して有効利用することで高比強度が達成できる。しかし、導電率を保持したままの高強度化は困難で、金属材料の強化機構の中でも析出強化のみが唯一導電率の低下を最小限に抑えることができる手法である。ところで、日本ではリサイクルによるアルミニウムの再利用が活発である。現代社会では多くの構造物に鉄が混在するため、リサイクルに伴う鉄の混入は避けられない状況にある。鉄の固溶限は僅か 0.052wt.% で、鉄が多量に含まれる場合、 $\text{Al}_3\text{Fe}$  のような脆くて粗大な晶出物を形成しやすく、破壊の起点となるため通常は有害元素として取り除く必要がある。しかし、もし含有の鉄を有益元素として利用できれば、リサイクルの簡略化のみでなく環境・エネルギーに対する問題解決に貢献できることになる。

そこで、晶出物を微細に分断し含有鉄を過飽和に強制固溶できる手法として巨大ひずみ加工法がある。特に、高圧ねじり (HPT) 加工は高圧を付与したまま大量ひずみが導入でき、高強度材の結晶粒微細化も可能である。

### 2. 研究の目的

Al-2wt%Fe 合金に巨大ひずみ加工技術を利用して鉄を過飽和状態にし、続く時効処理により析出粒子を微細分散させ、高強度化を図る。また、高導電率を保持しつつの高強度化に効果的な組織制御法を構築する。さらに、長尺線材への巨大ひずみ導入法についても考案し、実用材料へ繋がる研究についても目的とした。

### 3. 研究の方法

本研究では、外径 100mm のリング状およびワイヤー状 Al-Fe 2 元系合金に高圧ねじり加工 (High-Pressure Torsion: HPT) 法を用いて高圧下で巨大ひずみを導入し、鉄を過飽和に固溶させる。合金組成は加工中の金属間化合物の強制固溶を促進するため、微細な共晶組織が形成される 2wt.% Fe とする。その後、硬さ測定、室温引張試験、X 線回折分析、透過型電子顕微鏡 (TEM) 観察を行った。またリング状試料では、試料内 90° の範囲にて 4 探針法により電気抵抗率を測定した。

### 4. 研究成果

図 1 は付与圧力 2 GPa および 3 GPa で 0.25, 0.5, 1 回転加工後の室温引張試験結果である。本研究では HPT 加工直径を 100 mm としたことで、わずか 1 回転で相当ひずみ 300 の巨大ひずみを導入可能な状況にある。これにより 0.25 回転でも引張強度は未加工材の 120 MPa から 320 MPa に上昇した。さらに、0.5 回転後は 500 MPa、1 回転後は伸びを 10% 程度維持したまま 600 MPa へ向上した。そこで、温度 200 で時効処理を行ったところ、15 分後に引張強度は 730 MPa に上昇した。X 線回折により母相の格子定数変化から鉄の固溶量を見積もったところ、回転数とともに増加し 3 GPa で 1 回転加工することで最大で 1 wt% を過飽和固溶できることが分かった。さらに 200 で時効後は固溶量の減少とともに過飽和固溶体から  $\text{Al}_6\text{Fe}$  相の析出が確認された。図 2 は最大固溶量を達成した付与圧力: 3 GPa・回転数: 1 の条件における透過型電子顕微鏡観察結果である。母相の結晶粒は、0.25 回転で 330 nm に超微細化でき、1 回転後に 170 nm となった。初期金属間化合物に着目すると、0.25 回転後では部分的に集合したままの領域が多く見られたが、1 回転後は均一に微細分散され、10 nm 程度のナノ粒子が結晶粒内部に存在する領域が確

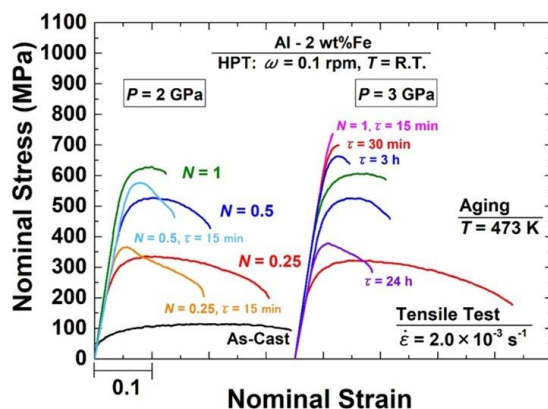


図 1 HPT 加工および 200 時効材の室温引張試験結果

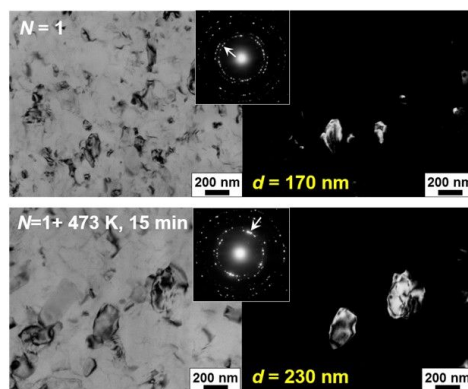


図 2 圧力 3 GPa で 1 回転 HPT 加工後および時効後の明視野像 (左) 暗視野像 (右) 制限視野回折図形 (中央)

認できた。ところで、ひずみ導入により強度は向上する一方で、電気抵抗は格子欠陥導入や鉄の固溶に伴い増加する。4 探針法による電気抵抗率測定によれば、本合金は鑄造材で 57.6 IACS% を示し、HPT 加工 0.25, 0.5, 1 回転後は それぞれ 52.7, 42.8, 33.4 IACS% となった。時効により導電率は改善し、1 回転材+24 時間時効後は 50.4 IACS% となり、引張強度は比較的高強度を維持し 370 MPa (図 1) となった。一方で、強度・導電率の両立で考えると 0.25 回転材が優れた特性を示し、時効後は引張強度の上昇とともに導電率は 53.3 IACS% へ改善された。すなわち、HPT 加工による鉄の強制固溶と時効による固溶量の低下・析出物の形成を併用することで、高強度・高導電性アルミニウム合金の開発を推進できることが示された。

このように、HPT 加工直径を 100 mm とすることで、わずか 1 回転以下の加工で鉄を有効利用できることが明らかとなり、実用的にも有利な結果が得られた。そこで本研究では、これまでに開発された HPT 加工法の連続加工技術 (CHPT 法) をさらに発展させ、試料の長尺化を図った。図 3 に新規連続加工技術の模式図を示す。なお、改良はワイヤー状試料が金型と干渉せず、かつ高圧力が試料に均一に付与されるよう工夫しつつ進めた。したがって新たに金型自体に試料挿入口・取出口を設けることで、試料直径 3 mm のワイヤー状試料を加工直径 : 100 mm の条件で 2 本同時に加工できるようにした。これにより 0.25 回転加工を施すことで、結晶粒を 400 nm に超微細化できた。さらに図 4 に示すように加工長さ 40 mm 以上で引張強度の改善が見られた。硬度測定結果によれば、中心部は初期材の 61 Hv から 77 Hv へ上昇した。この硬度値から導入ひずみ量を見積もると、試料断面中心部では 25 の相当ひずみが導入できた。さらに、各ワイヤーの加工直径を調整することで、同時加工数を増大できる手法についても示し (図 5)、今後の巨大ひずみ加工法の一般化が期待される。

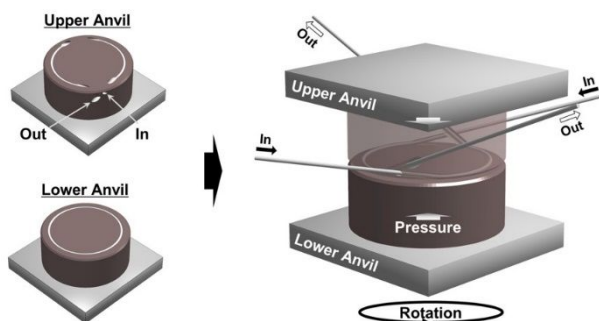


図 3 新規連続加工 (CHPT) 法の模式図

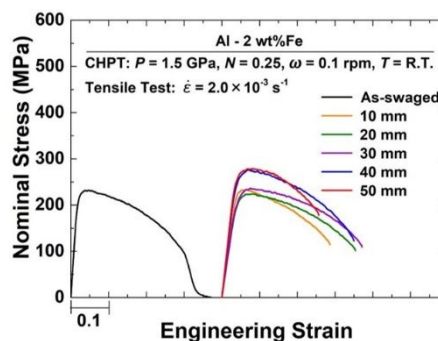


図 4 スウェージ加工材および 10, 20, 30, 40, 50 mm CHPT 加工材の室温引張試験結果。

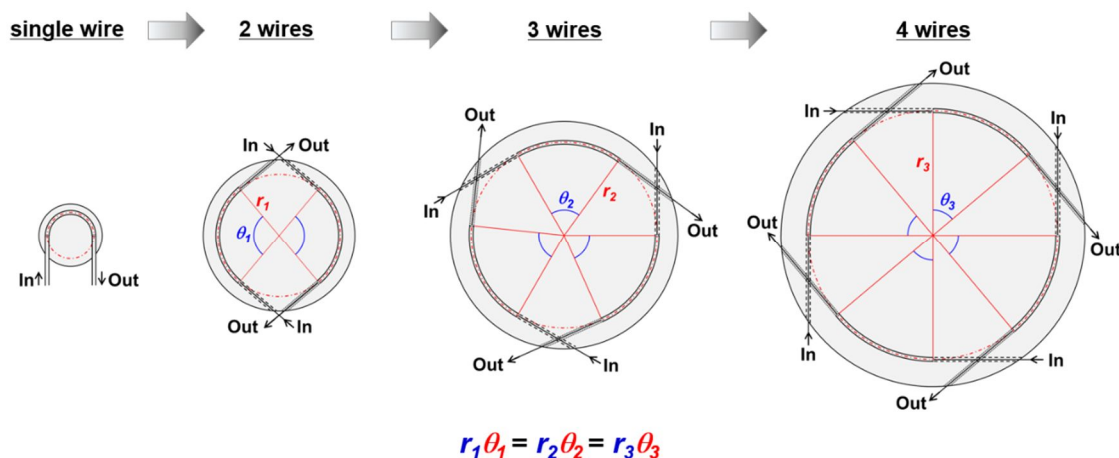


図 5 連続加工 (CHPT) 法における同時加工数と加工直径の関係性

## 5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計4件（うち査読付論文 4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 Masuda Takahiro, Horita Zenji	4. 巻 60
2. 論文標題 Grain Refinement of AZ31 and AZ61 Mg Alloys through Room Temperature Processing by UP-Scaled High-Pressure Torsion	5. 発行年 2019年
3. 雑誌名 MATERIALS TRANSACTIONS	6. 最初と最後の頁 1104 ~ 1110
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.2320/matertrans.M2018308	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 Horita Zenji, Tang Yongpeng, Masuda Takahiro, Takizawa Yoichi	4. 巻 61
2. 論文標題 Severe Plastic Deformation under High Pressure: Upsizing Sample Dimensions	5. 発行年 2020年
3. 雑誌名 MATERIALS TRANSACTIONS	6. 最初と最後の頁 1177 ~ 1190
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.2320/matertrans.MT-M2020074	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 Tang Yongpeng, Komatsu Takuya, Masuda Takahiro, Arita Makoto, Takizawa Yoichi, Yumoto Manabu, Otagiri Yoshiharu, Horita Zenji	4. 巻 14
2. 論文標題 Mechanical properties and electrical conductivity of ultrafine-grained aluminum consolidated by high-pressure sliding	5. 発行年 2020年
3. 雑誌名 Materialia	6. 最初と最後の頁 100916 ~ 100916
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1016/j.mtla.2020.100916	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 Masuda Takahiro, Hirose Shoichi, Horita Zenji	4. 巻 56
2. 論文標題 Continuous high-pressure torsion of pure Al and Al-2wt% Fe alloy using multi-wires	5. 発行年 2021年
3. 雑誌名 Journal of Materials Science	6. 最初と最後の頁 8679 ~ 8688
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1007/s10853-020-05484-8	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5件（うち招待講演 0件 / うち国際学会 2件）

1. 発表者名 増田高大、廣澤渉一、堀田善治
2. 発表標題 HPT(High-Pressure Torsion)で巨大ひずみ加工したAl-2%Fe合金の強度・導電性の評価
3. 学会等名 第137回軽金属学会
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 Takahiro Masuda, Zenji Horita
2. 発表標題 Fabrication of supersaturated Al-2wt%Fe alloy through grain refinement by upsized High-Pressure Torsion
3. 学会等名 14th International Aluminium Conference (INALCO2019) (国際学会)
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 増田高大、廣澤渉一、美藤正樹、堀田善治、新名亨、入船徹男、肥後祐司、丹下慶範、大石泰生
2. 発表標題 時効硬化型アルミニウム合金の固溶量と析出挙動に及ぼす高圧力の影響とその場解析
3. 学会等名 第138回軽金属学会
4. 発表年 2020年

1. 発表者名 T. Masuda, S. Hirose, Z. Horita, T. Shinmei, T. Irifune, Y. Higo, Y. Tange, Y. Ohishi
2. 発表標題 Impact of high-pressure thermal process on solid solubility and precipitation in age-hardenable aluminium alloys
3. 学会等名 ICAA17 (国際学会)
4. 発表年 2020年

〔図書〕 計0件

〔出願〕 計1件

産業財産権の名称 金属組織変化計測方法及び金属組織変化計測装置	発明者 増田高大、美藤正樹、堀田善治	権利者 国立大学法人九州工業大学
産業財産権の種類、番号 特許、特願2020-052833	出願年 2020年	国内・外国の別 国内

〔取得〕 計0件

〔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
---------	---------