

令和 6 年 5 月 29 日現在

機関番号：12701

研究種目：基盤研究(B)（一般）

研究期間：2021～2023

課題番号：21H01649

研究課題名（和文）TEM内その場引張試験と転位動力学法によるアルミニウム合金のナノ析出強化機構の解明

研究課題名（英文）Elucidation of strengthening mechanisms in nano-precipitated aluminum alloys by in-situ TEM observation and dislocation dynamics

研究代表者

廣澤 渉一（Hirosawa, Shoichi）

横浜国立大学・大学院工学研究院・教授

研究者番号：20345359

交付決定額（研究期間全体）：（直接経費） 13,900,000円

研究成果の概要（和文）：アルミニウム合金の強度を担う析出物と変形時に導入される転位との相互作用を、透過型電子顕微鏡内その場引張試験で実験的に観察し、分子動力学シミュレーションで得られた転位のすべり挙動と比較した。その結果、変形初期にせん断されて小片となった析出物が、後続転位によって回転することで転位のすべり運動の大きな抵抗となることや、板状(111)GPゾーンが他のバリエーションのGPゾーンよりも大きな強化量を示すことなどが、本研究によって初めて明らかになった。

研究成果の学術的意義や社会的意義

学術的意義としては、従来は溶質原子が集合しているだけでも認識されていたナノ析出強化の概念が変わり、溶質原子の不均一性を積極的に利用する新たな学術領域を創造できたことが挙げられる。また社会的意義としては、構造用金属材料において特に重要な力学特性に及ぼすナノ析出組織の有用性を明確にでき、高強度化と省資源化の両立が望まれる材料開発において、少量添加で大きな硬化が見込まれる合金の開発につながる成果が得られた点が挙げられる。

研究成果の概要（英文）：In this study, in-situ tensile-testing transmission electron microscopy observation was performed on aluminum alloys for correlating nano-scale precipitates with sliding behavior of dislocations, and compared with computational outcomes from a molecular-dynamics simulation. New findings obtained include that small pieces of precipitates sheared by mobile dislocations rotate and then act as obstacles to further dislocation sliding, and that disc-like (111) GP zones exhibit the largest strengthening effect among other types of GP zones with different habit planes (variants).

研究分野：金属組織学、計算材料学

キーワード：TEM内その場引張試験 分子動力学法 刃状転位 析出強化 せん断変形 転位の張出し GPゾーン 強化機構

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 (共通)

### 1. 研究開始当初の背景

各種輸送機器の軽量化に寄与するアルミニウム合金の相分解挙動および強度への寄与については古くから研究がなされているが、近年の著しい解析技術ならびに計算手法の発達によって、いよいよその複雑な機構が明らかになるのではないかと期待が高まっている。研究代表者も、例えば Al-Mg-Cu-(Ag)合金を時効処理した際に生じる初期急速硬化の原因を、3次元アトムプローブ(3DAP)分析で検出した時効初期のナノクラスタや析出物によって説明し<sup>1)</sup>、強度向上を図る合金設計指針ならびに熱処理方案として提案してきた<sup>2)</sup>。しかしながら、透過型電子顕微鏡(TEM)でも観察が困難なナノクラスタや析出物を検出できるようになった一方、依然として『これらナノ析出組織がどうして?どのように?合金の強化に寄与するのか』、すなわちナノスケールでの強化機構(ナノ析出強化機構)は必ずしも分かっておらず、研究代表者も短絡的に「Mg/Cu/Agクラスタの形成=硬化」などとしてきた。

### 2. 研究の目的

そのため本研究では、アルミニウム合金中に形成するナノクラスタや各種析出物による強化の起源という学術的な問いに対して、(1)TEM内その場引張試験および(2)分子動力学(Molecular dynamics: MD)法を用いたシミュレーションによって、『ナノクラスタや析出物の定量化→可動転位との相互作用の実験的・計算科学的評価→実測の硬化量との比較・検証』を行い、その機構を原子レベルで明らかにすることを目的とした。このような試みは、析出組織が十分に発達した時効中期～後期では、Gerold-Herberkornの式やOrowanの式としてすでに教科書にも記載がなされているが、固溶強化と析出強化の中間的な色合いをもつ時効初期のナノクラスタや析出物の強化機構については、依然として不明のままとなっている。

### 3. 研究の方法

本研究では、析出物と転位との相互作用を(1)TEM内その場引張試験で実験的に観察、解析し、(2)MDシミュレーションを用いて得られた原子レベルでの転位のすべり挙動と比較した。以下に、それぞれの手法の詳細を示す。

#### (1)TEM内その場引張試験

試料には、市販の工業用純アルミニウム板材(A1050P)およびAl-0.60mass%Mg-0.94mass%Si合金板材(6M9S)を用いた。A1050Pについては、833Kのソルトバスで72ks保持した後に、一方6M9Sについては、833Kのソルトバスで1.2ks、443Kのオイルバスで72ks保持した後に、放電加工機と卓上ドリルを用いて図1に示したTEM内引張試験用微小試験片を作製した。その後、Tenupol 5電解研磨装置を用いて試験片平行部に小孔を開け、Gatan 652試料ホルダーに装着後(図1)、Gatan 902アクチュエータを取り付けた。TEM観察は、JEM2100を用いて加速電圧200kV、観察倍率12000倍で行い、アクチュエータを介して試料ステージの片側の試料固定部を $\sim 1\mu\text{m/s}^{-1}$ で断続的に変位させることで引張試験を行った。引張変形中の微視的組織の様子は、TEMに取り付けられたCCDカメラを用いて30fpsで録画した。

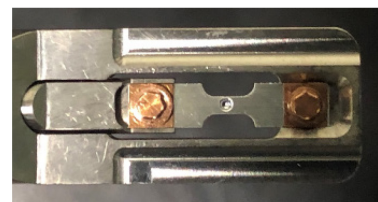
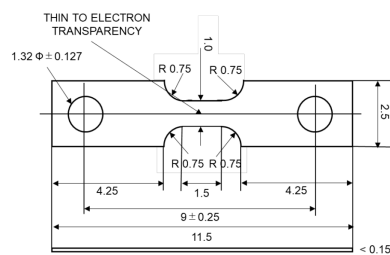


図1 作製したTEM内その場引張試験用微小試験片

#### (2)MDシミュレーション

原子モデル作成ソフトウェアAtomskを用いて、正の刃状転位を導入した面心立方(fcc)構造を有する純Alモデルを構築し、すべり面上に析出物の中心が配置されるよう、様々なバリエーションの板状{100}、{111}GPゾーンを導入した(図2)。その際、転位線方向の $[\bar{1}\bar{1}2]$ 方向およびすべり方向の $[1\bar{1}0]$ 方向に周期的境界条件を適用し、すべり面法線方向の $[111]$ 方向に対しては、底面を固定しながら上面を $[1\bar{1}0]$ 方向にわずかに動かし、一定時間保持して応力緩和させることを繰り返してせん断変形を再現した。なお、原子間ポテンシャルはNIST(National Institute of Standards and Technology)のデータベースから入手し、分子動力学ソフトウェアLAMMPSによりMD計算を行った。また、モデル可視化ソフトウェアOVITOを用いて転位の挙動を動的に描写し、せん断応力-せん断ひずみ曲線から強化量を算出した。その際、せん断変形により転位は $[1\bar{1}0]$ 方向にすべり運動するため、すべり面上で $[1\bar{1}0]$ 方向に働く応力を出力、GPゾーンと転位との相互作用を解析した。

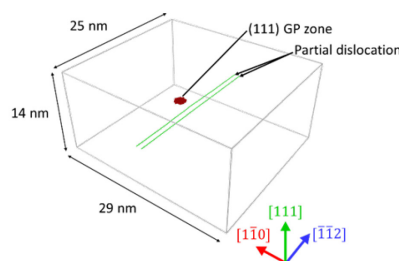


図2 構築したMDモデルの例。板状(111)GPゾーンと刃状転位(部分転位に拡張している)の相互作用を動的にシミュレーションできる

#### 4. 研究成果

##### (1) TEM 内その場引張試験

A1050P および 6M9S の TEM 内その場引張試験を行い、アルミニウム母相中の転位のすべり挙動を動的に観察することで、転位のすべり運動に及ぼす析出物の影響を考察した。まず変形初期においては、A1050P よりも 6M9S の方が転位のすべり運動が局在化し、その後変形領域が徐々に拡大した (図 3)。そのため、この段階では  $\beta''$  相が転位によってせん断されることで、大きな析出強化が発現することが示唆された。一方、変形領域が拡大する変形中期や後期では、6M9S でも堆積転位数が顕著に増加するものの、2次すべり系の活動は確認されず、転位の堆積に対する不動転位の影響は小さいことが分かった。そのため、せん断によって小片になった  $\beta''$  相が後続転位によって回転し、それ以上せん断されなくなると、転位のすべり運動の強い抵抗となることが実験的に示唆された (図 4)。

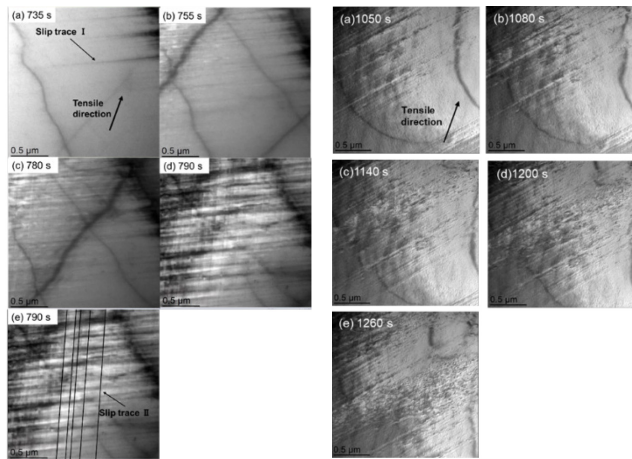


図 3 観察されたスリプトレースの例。A1050P(左)よりも 6M9S(右)の方がすべり運動が局在化しており、2次すべり系の活動も観察されなかった

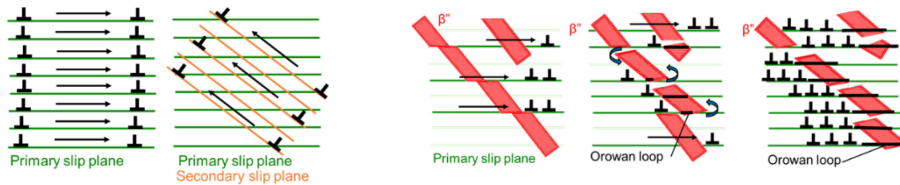


図 4 変形に伴う転位のすべり挙動の変化。A1050P(左)および 6M9S(右)

##### (2) MD シミュレーション

様々なバリエーションをもつ Al-Cu 合金中の板状  $\{100\}$ ,  $\{111\}$  GP ゾーンを含む MD モデルを構築し (図 5)、転位のすべり方向にせん断変形を与えることで、GP ゾーンと刃状転位との相互作用を可視化 (図 6)、強化量を定量評価 (図 7) した。得られた応力-ひずみ曲線より、 $(111)$  GP ゾーンによる強化量が最大、次いで  $(100)$ ,  $(010)$  GP ゾーン、そして  $(001)$ ,  $(\bar{1}11)$ ,  $(1\bar{1}1)$ ,  $(11\bar{1})$  GP ゾーンの寄与が最も小さいことが示された。これはバリエーションごとに GP ゾーン自身や周囲の応力場が異なるためであり、実験結果と良い一致を示すものであった。

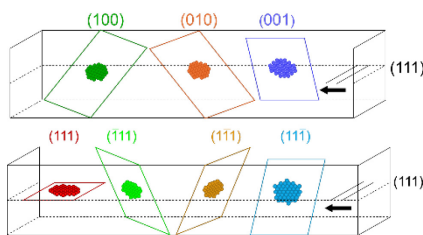


図 5 構築した板状  $\{100\}$ ,  $\{111\}$  GP ゾーンを含む MD モデル

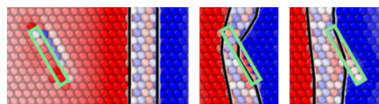
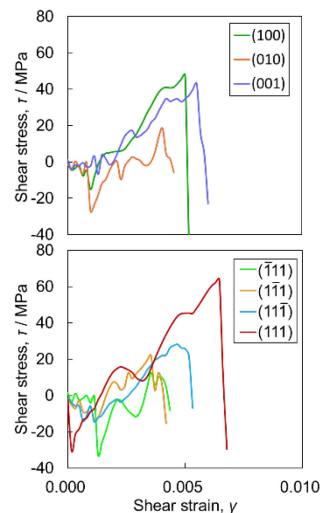


図 6  $(100)$  GP ゾーン周囲の応力場 赤色は引力、青色は斥力



図 7 MD シミュレーションで得られた応力-ひずみ曲線



##### <引用文献>

- 1) 廣澤渉一, 大村知也, 里達雄, 鈴木義和: Al-3mass%Mg-1mass%Cu 合金の時効硬化およびナノ析出組織に及ぼす Ag 添加の影響. 軽金属, 56 (2006), 673.
- 2) Y.Tang, W.Goto, S.Hirosawa, Z.Horita, S.Lee, K.Matsuda and D.Terada: Concurrent strengthening of ultrafine-grained age-hardenable Al-Mg alloy by means of high-pressure torsion and spinodal decomposition, Acta Materialia, 131(2017), 57.
- 3) 廣澤渉一, 唐永鵬, 堀田善治, 松田健二, 李昇原, 寺田大将: アルミニウム合金の超微細粒強化と時効析出強化を並立させる 3 つの方策, まてりあ, 55(2016), 45.

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計0件

〔学会発表〕 計5件（うち招待講演 0件 / うち国際学会 0件）

1. 発表者名 中島啓人, 大瀧光弘, 廣澤渉一
2. 発表標題 Al-CuおよびAl-Mg合金におけるナノクラスタや析出物による強化発現機構の解明
3. 学会等名 軽金属学会第146回春期大会
4. 発表年 2024年

1. 発表者名 中村健太, 廣澤渉一, 大瀧光弘
2. 発表標題 溶質原子クラスタによるアルミニウムの強化メカニズムの分子動力学法解析
3. 学会等名 軽金属学会第143回秋期大会
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 井上大輝, 廣澤渉一, 宍戸久郎, 松本克史
2. 発表標題 アルミニウム合金のTEM内その場引張試験中に観察される運動転位のすべり系の評価
3. 学会等名 軽金属学会関東支部 第7回若手研究者講演発表会
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 井上大輝, 廣澤渉一, 宍戸久郎, 松本克史
2. 発表標題 アルミニウム合金のTEM内その場引張試験中に観察される運動転位のすべり系の評価
3. 学会等名 軽金属学会第142回春期大会
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 中村健太, 廣澤渉一
2. 発表標題 アルミニウム母相内に形成する溶質原子ナノクラスタによる強化機構の分子動力学法解析
3. 学会等名 軽金属学会第141回秋期大会
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
---------	---------