

科学研究費助成事業（科学研究費補助金）研究成果報告書

平成24年6月1日現在

機関番号：12608

研究種目：若手研究（B）

研究期間：2010～2011

課題番号：22760556

研究課題名（和文） 高純度アルミニウムの巨大ひずみ加工に伴う超微細粒組織形成に及ぼす微量元素の影響

研究課題名（英文） Effect of solute elements on microstructural evolution of high purity aluminium during severe plastic deformation

研究代表者

宮嶋 陽司 (Yoji Miyajima)

東京工業大学・大学院総合理工学研究科・助教

研究者番号：80506254

研究成果の概要（和文）：本研究の目的は、巨大ひずみ加工により得られる超微細粒金属組織形成過程に対して、出発材中の微量元素が及ぼす影響を詳細に理解することである。高純度二元系Al合金を作製した後、巨大ひずみ加工を用いて超微細粒金属を作製した。得られた試料に、組織観察と高精度電気抵抗率測定、引張試験を行い、高純度二元系Al合金の巨大ひずみ加工による超微細粒金属組織形成過程の格子欠陥の情報を得る事ができた。

研究成果の概要（英文）：The purpose of this study is to reveal the effect of solute elements on microstructural evolution of high purity aluminium during severe plastic deformation. Firstly, high purity binary aluminium alloy was prepared, and then ultra-fine grained high purity binary aluminium alloy was fabricated using severe plastic deformation. Microstructural observations, high resolution electrical resistivity measurements, tensile tests were performed, which provides the information of lattice defects during severe plastic deformation.

交付決定額

（金額単位：円）

	直接経費	間接経費	合計
2010年度	2,600,000	780,000	3,380,000
2011年度	700,000	210,000	910,000
年度			
年度			
年度			
総計	3,300,000	990,000	4,290,000

研究分野：工学

科研費の分科・細目：材料工学・材料加工・処理

キーワード：超微細粒・組織形成・アルミニウム

1. 研究開始当初の背景

超微細粒金属組織の形成が出発材として用いられる工業用汎用合金材料の純度に影

響されることは知られているが、具体的な添加元素の種類・濃度がどう影響を与えるかに

ついでに系統的な研究はなされていなかった。また、超微細粒金属は、結晶粒径が粗大な従来から用いられてきた多結晶金属と比較して高強度であることや、特異な力学特性を示すこと等が知られていた。

これらの特徴は、結晶粒径が小さいこと、つまり、大量に導入された粒界の影響だと考えられていたものの、その原因は明らかになっていない状況であった。また、超微細粒金属の塑性変形は、粗大粒金属と同様に、一次元格子欠陥である転位を介して起こるとされていた。しかし、その転位密度の測定は、ほとんど為されていないのが現状であった。

2. 研究の目的

本研究の目的は、巨大ひずみ加工により得られる粒径0.1 μm 程度の超微細粒金属組織形成過程に及ぼす出発材中の微量元素の影響を、詳細に理解することである。

具体的には、種々の測定や組織観察を行うことによって、転位や粒界といった格子欠陥の密度を出来るだけ正確に定量してやり、力学特性と結びつけるというものである。ここで、複数の測定や組織観察手法を行う理由であるが、どの手法にも、モデルの仮定を置かねばならないこと、測定時に全ての格子欠陥の観察が不可能である事、試料作製中に一部の格子欠陥が消滅する恐れがある等の問題が存在する為である。ただし、複数の手法で格子欠陥の定量を行い、すべての結果が同様であるなら、それらの定量結果はほぼ確かであるということが言える。

この様にして、未だ完全に明らかにされていない、超微細粒金属組織形成中の格子欠陥密度の変化を明らかにする事が目的である。

3. 研究の方法

本研究では、母材の高純度アルミニウム(6N-Al)に1種類の高純度添加元素を加え

る事により、他の微量元素の混入を極力減らした高純度二元系Al固溶体合金を出発材として用いる。微量元素として、Alに対して原子半径が大きいMgと小さいSiを選択する。出発材作製後、巨大ひずみ加工としてARB法を適用し、得られた加工材の微細組織・転位組織を通常の測定に加えて、STEM・電気抵抗測定を用い詳細に観測する。

4. 研究成果

得られたARB各サイクル材は、FE-SEM/EBSDとTEM/STEMを用いた組織観察と共に、高精度電気抵抗率測定に加えて、一軸引張試験を用いて力学特性の測定も行った。

高精度電気抵抗率測定を超微細粒金属に適用するにあたり、工業用純アルミニウムの超微細粒材を作製し、電気抵抗率の変化が主に粒界密度の変化に起因するという事を明らかにした。この値は、FE-SEM/EBSDとTEM/STEM観察を用いて導出した粒界密度と転位密度の定量結果とよく一致した。また、転位密度はARBサイクル数によらずに一定($1 \times 10^{14} \text{m}^{-2}$)となることを見出した。この発見の以前では、強加工において転位密度は加工に伴い上昇し続けることが知られていたため、それよりも大きな塑性ひずみを与える巨大ひずみ加工の場合は、加工の進展に伴い転位密度は上昇し続け、転位密度の上限である 10^{16}m^{-2} 程度になるのではないかと考えられていた。しかし、実際の超微細粒金属中の転位密度の値は、その上限である 10^{16}m^{-2} よりも数桁小さい値であることが分かった。この転位密度の一定値への収束は、巨大ひずみ加工によって導入される転位と、動的回復によって消滅する転位、粒界へと変化する転位がバランスすることによって決まると理解される。これらの結果は、Philosophical magazineとMaterials Science and Engineering Aにて発表済みである。

これら、実際に巨大ひずみ加工を用いて作

製された超微細粒の組織観察と物性測定として有効な種々の手法より、高純度二元系Al合金の巨大ひずみ加工による超微細粒金属組織形成過程において、格子欠陥量の変化に関する情報を得る事ができた。その結果、AlにMgとSiを合金元素として固溶させた場合の、組織形成過程に対する合金元素の影響を明らかにすることが出来た。それに加えて、STEM/EDSやSTEM/EELSを用いた粒界付近の測定結果より、超微細粒金属中では、Mgは粒界に偏析しにくいのに対してSiは粒界に偏析している可能性が示唆された。この結果は、微量元素の違いによって微細粒組織形成過程が同一でないことを示している。

今現在でも、巨大ひずみ加工を用いて超微細粒組織金属を作製する場合は、市販されている汎用合金を利用しているのが現状である。その為、これらの結果は現在使用されている工業用汎用合金とは全く異なる、超微細粒形成を前提としたアルミニウム合金の作製、実用化へ向けた基礎的データとして利用することができる。

5. 主な発表論文等

(研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線)

[雑誌論文] (計2件)

① Y. Miyajima, M. Mitsuahara, S. Hata, H. Nakashima, N. Tsuji、Quantification of internal dislocation density using scanning transmission electron microscopy in ultrafine grained pure aluminium fabricated by severe plastic deformation、Materials Science and Engineering A、査読有り、528巻、2010、776-779

② Y. Miyajima, S. Komatsu, M. Mitsuahara, S. Hata, H. Nakashima, N. Tsuji、Change in electrical resistivity of commercial

purity aluminium severely plastic deformed、Philosophical Magazine、査読有り、34巻、2010、4475-4488

[学会発表] (計3件)

① 宮嶋陽司、超微細粒金属中の格子欠陥の定量と集合組織の評価、2011年度日本金属学会秋季講演大会、2011. 11. 7-9、沖縄コンベンションセンター

② 宮嶋陽司、樫岡 大輔、辻伸泰、工業用純アルミニウムの超強圧延集合組織、2010年度日本金属学会秋季講演大会、2010. 9. 25-27、北海道大学

③ 高木健、宮嶋陽司、辻伸泰、寺田大将、足立大樹、松原英一郎、沼倉宏、ARB加工された超微細粒Al中の転位密度変化の測定、日本金属学会

[図書] (計0件)

[産業財産権]

○出願状況 (計0件)

名称：
発明者：
権利者：
種類：
番号：
出願年月日：
国内外の別：

○取得状況 (計0件)

名称：
発明者：
権利者：
種類：
番号：
取得年月日：
国内外の別：

[その他]

ホームページ等
無し

6. 研究組織

(1) 研究代表者

宮嶋 陽司 (Yoji Miyajima)

東京工業大学・大学院総合理工学研究科・
助教
研究者番号：80506254

(2) 研究分担者
()

研究者番号：

(3) 連携研究者
波多 聡 (Satoshi Hata)
九州大学・大学院総合理工学研究院・准
教授
研究者番号：60264107