

機関番号：11301

研究種目：研究活動スタート支援

研究期間：2009～2010

課題番号：21860010

研究課題名（和文）バルクナノ結晶粒材料の引張変形挙動に及ぼす粒界方位差、粒径分布、  
転位密度の影響研究課題名（英文）Effect of boundary misorientation, grain size distribution  
and dislocation density on tensile behavior of nanostructured metals

研究代表者

紙川 尚也 (KAMIKAWA NAOYA)

東北大学・金属材料研究所・助教

研究者番号：30530894

研究成果の概要（和文）：超強加工とその後の焼鈍によって作製された超微細粒アルミニウムの引張変形挙動に及ぼす粒界方位差の影響を調べた。同程度の平均粒径を有する試料で比較した場合、大部分が大角粒界から成る超微細粒材料は、小角粒界から成るサブグレイン材料に比べて非常に高い強度を示し、結晶粒界の方位差が大きいほど、より強化に寄与することが明らかになった。超微細粒材料の降伏現象が、粒界の方位差分布によって大きく異なることが示唆された。

研究成果の概要（英文）：The effect of boundary misorientation on tensile behavior of nanostructured aluminium produced by ultrahigh strain deformation and annealing has been investigated. The strength of ultrafine grained samples mainly surrounded by high-angle boundaries is much higher than that of subgrained samples mainly composed of low-angle boundaries, indicating that high-angle boundaries are more effective for strengthening than low-angle boundaries. It has also been suggested that yielding mechanisms in nanostructured metals is different depending on the boundary misorientation distribution in the samples.

交付決定額

(金額単位：円)

	直接経費	間接経費	合計
2009年度	1,000,000	300,000	1,300,000
2010年度	500,000	150,000	650,000
年度			
年度			
年度			
総計	1,500,000	450,000	1,950,000

研究分野：金属材料学、材料強度学、塑性加工学

科研費の分科・細目：材料加工・処理

キーワード：超微細粒材料、超強加工、力学特性、強化機構

## 1. 研究開始当初の背景

超強加工により作製された、平均結晶粒径が  $1\mu\text{m}$  以下の超微細粒組織を有する金属材料(バルクナノメタル)は、通常の粗大結晶粒材料とは異なる種々の特異な力学特性を示すことが明らかになりつつある。例えば、超強加工により作製された超微細粒材料は、粗大結晶粒材料の2～4倍の非常に高い強度

を示すことが報告されている。また、超微細粒組織を有する純アルミニウムや極低炭素IF鋼の引張試験において、粗大粒径材料では観察されることのない降伏点降下現象が発現することも報告されている。さらに、超微細粒材料に対して、低温での焼鈍を施すと、強度が増加し、弱加工を加えると強度が減少するという、従来の挙動とは全く逆の挙動を

示すことも明らかになっている。超微細粒材料と通常の高結晶金属材料との相違点は、組織中に転位、小角粒界、大角粒界といった格子欠陥が高密度に蓄積されているか否かであり、これに起因して、超微細粒材料の諸特性が、通常材料のそれとは大きく異なっていると考えられる。バルクナノメタルに秘められた未開の金属学的現象を明らかにし、その原理原則を理解していこうという学問的好奇心が、近年盛んに行われているバルクナノメタル研究の学術的観点からのモチベーションとなっている。

## 2. 研究の目的

金属組織中の結晶粒界は、その塑性変形時において、変形の担い手となる転位の障害物として作用するだけでなく、転位の発生源あるいは消滅源としての役割も持ち合わせている。超微細粒材料の組織中には高密度の結晶粒界が存在していることから、転位と粒界との相互作用はより顕著になり、その力学特性に大きく影響を及ぼすと考えられる。本研究では、超微細粒材料の変形機構を解明することを目的として、特に、超微細粒材料の引張変形挙動に及ぼす粒界方位差の影響に着目して実験を行った。

## 3. 研究の方法

平均結晶粒径は 160  $\mu\text{m}$  の完全再結晶組織を有する純度 99.99% のアルミニウムを用いた。板厚 10 mm の試料を出発材として用いた。

出発材に対して、室温において圧下率 50% および 90% までの圧延を施した。その後、90% 圧延材を用いて、圧下率 50% の繰り返し重ね接合圧延 (accumulative roll-bonding; ARB) を最大 7 サイクルまで行った。このように、圧延と ARB を組み合わせることによって、相当ひずみが 0.8~8.3 までの種々のひずみ量までの加工を施された試料を作製した。これは、後に示すように、ひずみ量を変化させることによって、試料中に導入される大角粒界の割合を制御するためである。

以上の方法により、種々のひずみ量まで加工を施された試料に対して、低温で長時間の焼鈍を施した後に高温での焼鈍を施すという二段階焼鈍を施し、組織の粒径を制御した。低温長時間の焼鈍を施すことにより、主に粒内の転位密度を減少させ、その後の高温保持中の不連続再結晶の発現を抑制し、均一な粒径分布を有する試料を作製することを目的としている。

得られた試料に対して、後方散乱電子線回折法 (electron backscatter diffraction; EBSD) および透過電子顕微鏡 (transmission electron microscope; TEM) により組織観察を行い、結晶粒界、粒界方位差等の組織パラメータを測定した。また、室温での引張試験

を行い、機械的性質を評価した。

## 4. 研究成果

### (1) 組織観察

図 1 に種々のひずみ量まで加工を施した試料の TEM 組織写真を示している。ここで、50% 圧延材を CR50% 材、90% 圧延材を CR90% 材、90% 圧延後に 5 サイクルの ARB を施した試料を CR90%+5cARB 材と表記している。50% 圧延材では、低ひずみ加工材において見られる典型的な転位セル組織を示している。転位セルを構成する境界は転位のタングルからなる不明瞭な境界であり、セル内には転位が多数存在している。90% 圧延材では、以前として不均一な転位セル組織を示しているが、50% 圧延材と比べて、転位セルサイズが減少しているとともに、粒内の転位密度が増加している。その後、5 サイクル以上の ARB を施すと、試料内部に均一に、圧延方向に伸長した超微細粒組織が形成されていた。EBSD 測定により、

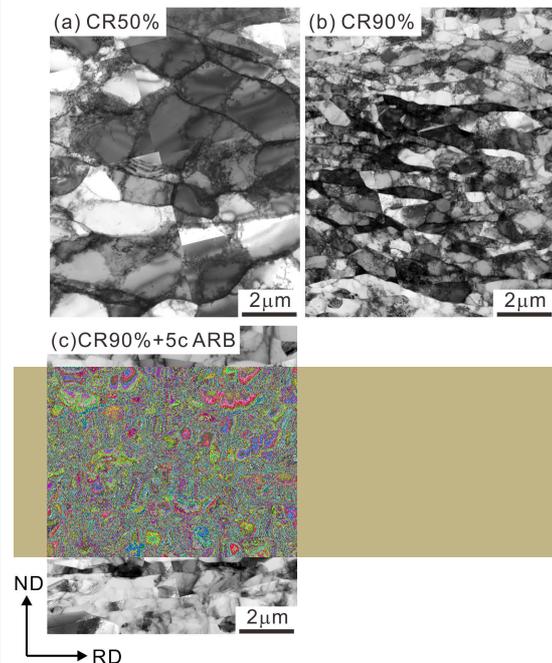


図 1 加工まま材の TEM 組織写真.

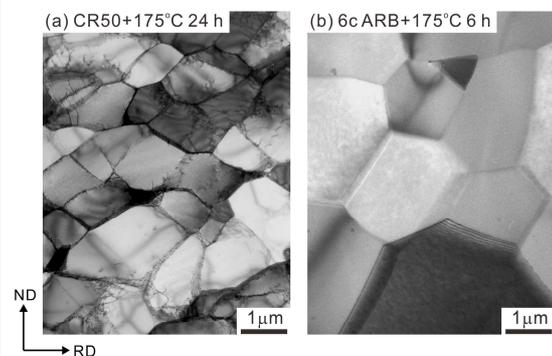


図 2 焼鈍材の TEM 組織写真.

転位セル間、あるいは超微細粒間の方位差を調べたところ、50%圧延材、90%圧延材に形成された転位セル境界の大部分が方位差  $15^\circ$  未満の小角粒界であったのに対して、CR50%+5cARB 材には方位差  $15^\circ$  以上の大角粒界が多数形成されていることが確認された。

大部分が小角粒界から成る CR50%材と、多数の大角粒界が形成された 6cARB 材に対して、焼鈍を施して、転位を消滅させると同時に、組織のサイズを変化させることを試みた。図 2 (a) に CR50%・焼鈍材の TEM 組織を示す。175°C で 24h の焼鈍により回復が進み、加工ままでは不明瞭であった転位セル境界が明瞭なサブグレイン境界へと変化しており、セル内の転位密度も大きく低下していることが確認され、いわゆるサブグレイン組織が形成されていた。さらなる高温での焼鈍に伴い、サブグレインサイズは大きく変化することはなく、約  $1\mu\text{m}$  程度の値を示した。

ARB 材に対して焼鈍を施した場合、低温から高温の焼鈍にかけて、粒内の転位密度が低下していくとともに、超微細粒組織が徐々に成長していく様子が観察された。175°C で 6 h の焼鈍により、粒内に転位をほとんど含まない等軸結晶粒組織が形成されていた (図 2

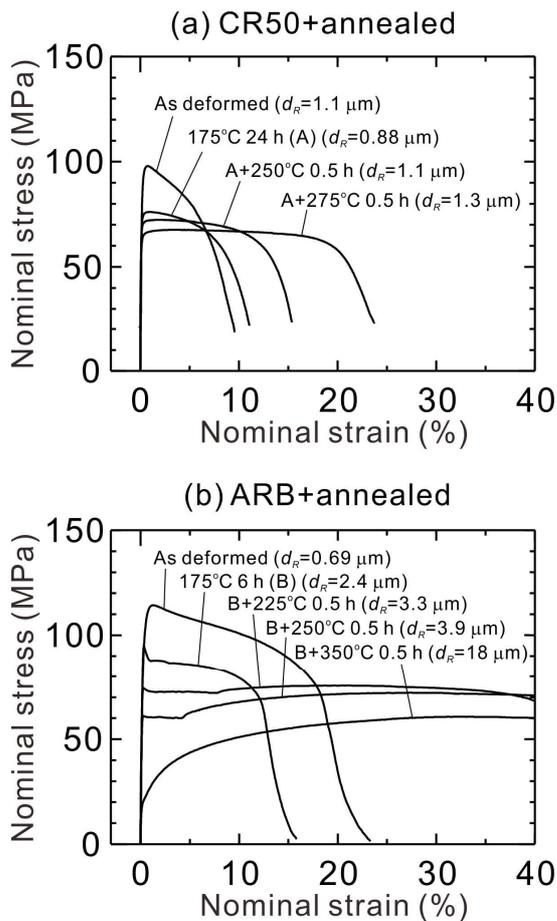


図 3 焼鈍材の応力ひずみ曲線。

(b))。焼鈍温度を種々変化させることにより、広い粒径範囲の試料を作製することができた。

### (2) 引張試験

CR50%・焼鈍材に対して室温引張試験を行い、応力ひずみ曲線を調べた (図 3 (a))。加工まま材は、引張強さが約 100 MPa であるが、175°C 24h 焼鈍によって強度が大きく低下している。転位セルサイズとサブグレインサイズはほとんど違いがないことから、これは主に、転位の回復による転位強化量の減少によるものであると考えられる。さらなる焼鈍を施すと、わずかにサブグレインサイズが増加していくにつれて、強度が徐々に低下していくとともに延性が回復していく様子が確認できる。このとき、いずれの試料においても、降伏挙動は通常の連続降伏を示している。

一方、大部分が大角粒界から成る超微細粒材料の焼鈍に伴う応力ひずみ曲線の変化 (図 3 (b)) を見てみると、低温の焼鈍において、明瞭な降伏点降下現象が発現していると同時に、延性が低下している。さらに焼鈍温度を上昇させると、リュウダース変形を伴う降伏点降下現象が発現し、その後、加工硬化を示して延性が大きく改善する。粒径が  $10\mu\text{m}$  程度以上になると、通常のアリミニウムにおいて見られる連続降伏現象を示している。

以上のように、平均粒径が  $1\mu\text{m}$  程度の超微細粒領域では、材料の降伏現象の機構が粒界の方位差分布に依存して大きく変化することが明らかとなった。

### (3) Hall-Petch 曲線

以上で得られた結晶粒材料およびサブグレイン材料の強度と粒径の関係を議論するために、試料の降伏応力を粒径の  $(-1/2)$  乗に対してプロットした (図 4)。このとき、焼鈍を十分に施し、粒内に転位がほとんど存在しない試料についてのみプロットをしているので、加工まま材において存在していた粒内

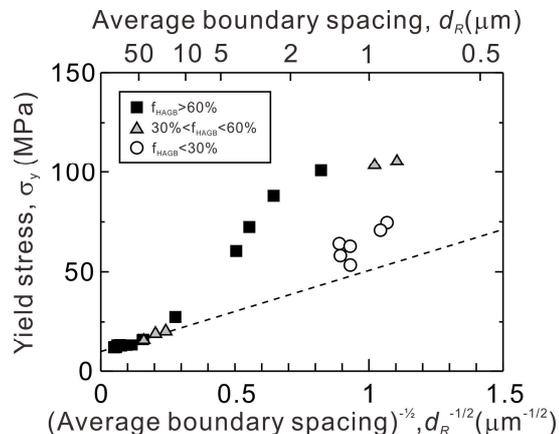


図 4 焼鈍材の Hall-Petch 曲線。

転位の影響は無視できるものとして考えられる。ここで、試料内部に存在する大角粒界の割合が、60%以上、30%以上 60%未満、30%未満の3種類に分類して、記号を変えてプロットしている。

平均粒径が10  $\mu\text{m}$  以上の粗大粒径材料では、大角粒界の割合に依存せず、同一のHall-Petch 曲線で説明できる。一方、粒径が10  $\mu\text{m}$  以下になれば、粗大粒材料のHall-Petch 曲線から予想される強度に比べて高い値を示している。大角粒界の割合が高い試料では、Hall-Petch 曲線の傾きが非常に大きくなっている。これらのプロット点は、図3 (b)に示した応力ひずみ曲線において、明瞭な降伏点降下現象を示した試料のプロット点であることから、ここに見られる大きなHall-Petch 曲線の傾きは、降伏点降下現象の発現と大きく関連していると考えられる。一方、同一粒径で比較した場合、大角粒界の割合が高いほど、より高い強度を示していることから、粒界の方位差が大きいほど、より強化に寄与することが明らかとなった。

本研究において、超微細粒材料の力学特性は、試料内部に形成された粒界方位差に依存して大きくなることが明らかになったが、その機構は不明な点が多い。今後、継続研究を行っていき、超微細粒材料の変形機構を解明していく必要がある。

#### 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0件)

[学会発表] (計2件)

- ① 紙川尚也、廣地泰介、古原忠、2011年日本金属学会春期(第148回)大会、2011年3月25-27日、東京都市大学。
- ② 廣地泰介、近藤由佳、紙川尚也、古原忠、2010年日本金属学会秋期大会 ポスターセッション、2010年9月25-27日、北海道大学。

[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

#### 6. 研究組織

##### (1) 研究代表者

紙川 尚也 (KAMIKAWA NAOYA)  
東北大学・金属材料研究所・助教  
研究者番号：30530894

##### (2) 研究分担者

( )

研究者番号：

##### (3) 連携研究者

( )

研究者番号：