#### 研究成果報告書 科学研究費助成事業

今和 4 年 6 月 7 日現在

機関番号: 13301

研究種目: 基盤研究(C)(一般)

研究期間: 2019~2021

課題番号: 19K05056

研究課題名(和文)微量の遷移元素添加による高比強度高比導電率AI合金の開発

研究課題名(英文) Developement of Alminum alloy having high specific strength and high electric conductivity by adding small amount of transition elements

#### 研究代表者

宮嶋 陽司 (Miyajima, Yoji)

金沢大学・機械工学系・准教授

研究者番号:80506254

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):近年の輸送用機器の電気化に伴って,高導電率と高強度を両立し,更に軽量なワイヤー・ケーブル用金属材料が必要とされている.そのような目的には,比重の小さいアルミニウムがよく用いられる.従来,金属材料の高強度化は多量の合金元素を添加する合金化を通じて実現されてきた.しかし,多量の合金元素を添加する場合は,添加元素が自由電子を散乱する.そのため,合金化によって高導電率を実現すること は難しかった. 本研究では,通常用いられない遷移金属元素をアルミニウムに微量添加したモデル合金を準備した.この合金に

巨大ひずみ加工を施すことで、高強度化と高導電率化が可能であることを示した。

研究成果の学術的意義や社会的意義 輸送用機器に使われるモーター等には、導電性金属材料がワイヤーとして使用されます、それらの軽量化のため には、高導電率化と高強度化を通じた断面積減少が必要となります、本研究によって示された、微量の遷移金属 の添加による、新規アルミニウム合金が実用化される場合、重量軽減による燃費の向上を通じて化石燃料の使用 量間はが中田できます。そのため、SDCを社会の実用に資することが可能となります 量削減が実現できます.そのため、SDGs社会の実現に資することが可能となります.

研究成果の概要(英文):Dut to the recent electrification of transportation equipments, there is a need for a metal material for wires and cables having both high conductivity, high strength, and light weight. Aluminum having low specific gravity is often used for such purposes. Conventionally, high strength of metallic materials has been achieved through alloying by adding large amounts of alloying elements. However, when large amounts of alloying elements are added, free electrons are scattered by the added elements. Therefore, it has been difficult to achieve high electrical conductivity by alloying.

In this study, model aluminium alloys having a small amount of transition metal elements were prepared in this study. We have shown that high strength and high conductivity can be achieved by applying spevere plastic deformation by this alloy.

研究分野: 金属材料定量学

キーワード: アルミニウム 合金 巨大ひずみ加工 導電率 格子欠陥 高強度化

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。

## 1.研究開始当初の背景

近年の電子化・電気化の進展により,自動車や航空機といった輸送用機器での導電性材料の使用量は急増している.例えば,世界最大の旅客機エアバス A380 の電線総延長は 500km を超え,ハイブリッド車1台あたりの導電性金属の総重量は 30kg にもおよぶ.輸送機器の化石燃料の消費量を削減する為に燃費向上が強く要求されており,その導電性金属の総重量削減は急務である.

一般に,金属の高強度化は,大量の合金元素を添加する合金化を用いている.その場合は,強度と導電率は二

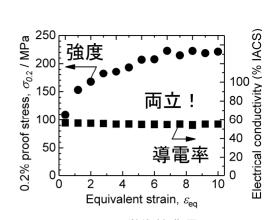


図 1 学術的背景

律背反する特性である.しかし,研究代表者は巨大ひずみ加工の一種の Accumulative roll bonding (ARB)を用い,通常は数十 μm 程度である粗大粒純アルミニウム(Al)の結晶粒径を数 μm 未満に超微細化した.その結果,図1に示すように,導電率の低下を防ぎつつ強度を2倍以上に増加出来る事を見出した[1].これは.一般に導電性材料として用いられている比重8.5の銅(Cu)を比重2.7 の超微細粒 Al に置き換えることで,導電性金属材料の総重量を大幅に削減可能である事を意味する.

材料の総重量削減が重要な用途には,強度を密度で除した比強度が強度に代わって用いられる.本研究では,導電率を密度で除した比導電率も新たに導入して,より定量的な指標に基づく 導電性金属の開発を遂行する.純 Cu,粗大粒純 Al,超微細粒純 Al に対して,比強度と比導電 率を用いて比較したのが表 1 となる.しかし,大量の格子欠陥を導入された超微細粒純 Al は,通常粒径材よりも大幅に低い温度( $120\,C^\circ$ 程度)で結晶粒成長を起こし強度が大幅に低下してしまう.その為,使用温度が  $200\,C^\circ$ に達する事もある導電性材料への超微細粒純 Al の幅広い適用 は難しく,その用途が限られていた.

			•			
	比重	UTS	比強度	導電率	導電率	比導電率
	[g/cm <sup>3</sup> ]	[MPa]	[kN·m/kg]	[%IACS]	$[M\Omega^{-1}m^{-1}]$	$[k\Omega^{-1}\cdot m^2/kg]$
純 Cu	8.9	200 (C1020)	22	105	63	7
粗大粒純 Al	2.7	70 (A1050)	26	64	38	14
超微細粒純 Al	2.7	150 ~ 250	56 ~ 93	64	38	14

表 1 各種導電性材料の諸物性(力学・電気特性)

研究代表者は、周期律表で AI と隣り合っており、かつ実用合金に多く用いられているケイ素 (Si)とマグネシウム(Mg)の間には、AI の結晶粒微細化に対して及ぼす影響に違いが無いが、最大 固溶限が高い為に導電性を悪化させる事を明らかにした [ 宮嶋 , 科研費若手研究(B) ] . また、リサイクル時にどうしても AI に混入する鉄(Fe)が、結晶粒微細化に寄与することに加え、最大固溶限が低い為に導電率を悪化させない事を発見した[宮嶋 , アルミニウム研究助成] . これらの研究成果より、Fe と同様に最大固溶限が低い遷移元素 (ニッケル(Ni)等)を合金元素として用いた AI 合金は、結晶粒微細化によって高比強度高比導電率を実現できる可能性が高い、さらに、遷移元素添加超微細粒 AI 合金を導電性材料として使用する際に問題となる、高温時の結晶粒成長を解決する必要がある。これは、超微細粒金属の微細結晶粒中に微細な粒子を析出させ、Zenerのピン留め力によって粒界移動を阻害する事で結晶粒成長の抑制により解決可能と考える、実際に、比較的高価ではあるものの、拡散係数が Si や Mg よりも比較的低いスカンジウム(Sc)を添

加した AI 合金超微細粒等での成功例がごく小数ではあるが報告されている [2]. ところが,工業的に AI へ添加されている Si や Mg といった合金元素の拡散係数は比較的大きい為,結晶粒内に均一に析出せずに粒界析出してしまい,有効なピン止め力が得られない. しかし,本研究で着目した遷移元素の AI 中での拡散係数は,比較的低い上に過飽和度も高く,結晶粒内での均一析出が期待され,超微細粒 AI 合金の欠点であった熱的安定性の向上も実現できる.

#### 2.研究の目的

超微細粒材料の研究は,粗大粒での使用が前提の実用合金か高純度金属を用いて調査されてきた.不純物を極力減らした高純度2元系合金を用い,結晶粒超微細化に対して個々の合金元素の影響を丁寧に調べた研究例は研究代表者だけが行ってきており,学術的に独自性・創造性が高い.本研究の結果は導電性材料開発の新規設計指針の確立にも繋がり,従来行われて来た導電性金属材料開発を一変させる可能性が高い.しかも,結晶粒超微細化は実用工業プロセスで利用されている線引加工でも実現可能であり,本研究で得られる知見・合金設計指針は極めて高い応用性を有するのも特徴である.

また,日本金属学会に所属し,強度が必要とされる構造用金属材料の電気特性を測定している研究室は,日本で一桁しか存在しない.また,0.01nΩm オーダーの測定精度を誇る研究代表者の電気特性測定系は,日本のみならず世界を見渡してもでもトップレベルである.本研究では,遷移元素を合金元素として用いた AI 合金の,結晶粒微細化に伴う組織形成過程と力学的および電気的性質を明らかにすることを目的とする.

#### 3.研究の方法

本研究では、モデル材として Al-Fe 合金と Al-Ni を用いた.この合金に対して ARB 法と呼ばれる冷間圧延と同等の巨大ひずみ加工を最大で 8 サイクル(c)施した.ARB 適用前の焼鈍材と各ARB 材に対して、材料微細組織および物性の相当ひずみの増加に伴う変化を調査した.具体的には、力学試験として引張試験、ビッカース試験を、電気特性として室温(293K)および液体窒素温度(77K)における電気抵抗率測定を四端子法を用いて測定子た.また、材料微細組織の観察として、FE-SEM/EBSD 測定、FE-SEM を用いた反射電子像の取得を行った.ARB に伴う格子欠陥(転位密度)の変化は、XRD スペクトルに対してピークプロファイル解析を行うことで導出した.

#### 4. 研究成果

高純度 2 元系合金の ARB 材に対する SEM および EBSD を用いて行った組織観察の結果,従来報告されている純 AI の巨大ひずみ加工に伴う材料組織の変化と近い組織発達過程を示すことが判明した 具体的には力学特性の変化は純 AI と同様に 相当ひずみの増加に従って強度が徐々に増加していくことが分かった.また,電気 特性は純 AI 様に,組織変化に対応して単純に増加していくことが判明した.力学特性および電気特性の変化は,材料組織因子である転位密度や粒径によって説明 できることが明らかになった.

Al-Fe 合金と Al-Ni 合金の ARB に伴う力学特性の変化は,ほぼ同等であった.ARB 1c において急激に強度が上昇し,3-4 サイクル以降で強度の上昇はほぼ飽和していた.飽和領域においては,ARB 加工前の焼鈍材と比較して,強度が約3倍程度となっていた.具体的な材料組織変化を定量的に見ていくと,以下のような変化をしていた.XRD を用いて導出した転位密度の値は,ARB 1c において,約 $10^{14}$  ( $m^{-2}$ )まで上昇し,その後はほぼ同等の値となっており飽和しているこ

とが判明した.FE-SEM/EBSD 測定を用いて測定した結晶粒の厚さおよび結晶粒の形状を直方体と近似して導出した粒界密度も評価した.結晶粒の厚さはサイクル数の増加に伴って減少していった.これは,ARB 法が圧延を利用している手法であるために,圧延方向に伸長するとともに板厚方向に圧縮されるという,幾何学的な変形をするためです.ただ,幾何学的に予測される以上の粒界が導入されており,これは,Grain subdivision と呼ばれる結晶粒微細化を引き起こす現象が関与している[3].Grain subdivision とは,塑性変形に伴って転位が導入されるため最初に転位密度が上昇し,その後は転位密度が一定以上になった場合は転位セル等の転位組織を形成する.更に塑性変形が進展すると,転位セル壁の両側に方位差が生じて小角粒界が形成される.その後,方位差が増して行って大角粒界が最終的に形成される.

Al-Fe 合金[4]においても, Al-Ni 合金においても, 強度の変化は結晶粒の厚さおよび転位密度の変化において理解することが出来た.また,合金元素の濃度が増加するほど, 飽和領域における結晶粒の厚さが薄くなって, それに対応して強度が上昇していた.

電気抵抗率の増加に関しては転位密度があまり影響しておらず,主に粒界密度の上昇が ARB2c から ARB4c における値の急激な増加に対応していた.しかしながら,電気抵抗率の増加 は数十%であり,ARB によって数倍に上昇する強度と比べると僅かであった.これは,強度・導電性のバランスに優れた軽量アルミニウム合金を開発する上で,本研究で用いたような遷移金属元素を少量添加するという方針が正しいことを示している.

Al-Fe 合金に関しては , 焼鈍に伴う力学特性 , 電気特性に加えて組織観察を行った . その結果 , 固溶限以上の合金元素を含む試料においては , 析出が確認された . 析出に伴って電気抵抗率は減少し , これは , 固溶原子濃度の減少に対応していた . Fe 濃度の異なるすべての Al-Fe 合金において , 焼鈍に伴ってビッカース硬さが増加した後に減少することが確認された . これは , 固溶原子濃度の減少と析出減少のバランスによって起こっていることが判明した . 材料組織観察結果からは , 純 Al や Al-Fe 合金に似た組織発達過程を示す事がわかった . 合金元素の種類よりも , その合金元素の組成が重要であることが判明した .

最近, Zhang らは, スパッタを用いた Al-Ni 固溶体合金が極めて高い強度を示すことを明らかにした[5]. ARB のような巨大ひずみ加工を施すと析出物が強制固溶されることはよく知られており, 本研究で扱っているような 1%以下の遷移金属濃度より高濃度の遷移金属を合金添加として添加することは,より優れた強度・導電性のバランスに優れた合金開発に有効である可能性が高い.本研究結果より, 遷移元素を合金元素として用いた Al 合金の, 結晶粒微細化に伴う組織形成過程と力学的および電気的性質が明らかになった.これは,線引加工を含む巨大ひずみ加工を前提とする Al 合金設計が有効であることを示唆している.

## < 引用文献 >

- [1] Y. Miyajima et al., Phil. Mag., 90 (2010) 4775-4488.
- [2] E. Borhani et al., Mater. Trans., 53 (2011) 72-80.
- [3] N. Hansen, Metall. Mater. Trans. A 32 (2001) 29172935.
- [4] Y. Miyajima et al., Mater. Trans., **61** (2020) 305-310.
- [5] Y. F. Zhang et al., Nanoscale, 10 (2018), 22025.

# 5 . 主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計1件(うち査読付論文 1件/うち国際共著 0件/うちオープンアクセス 1件)

「粧碗調文」 計「什(つら直流で調文 「什)つら国際共者 「「什)つられーノファクセス 「什)	
1 . 著者名 Miyajima Yoji、Fukuda Kojiro、Adachi Hiroki、Fujii Toshiyuki、Kato Masaharu	4.巻 61
2.論文標題 Change in Mechanical and Electrical Properties of Accumulative Roll Bonding Processed High-Purity Aluminum, Al?0.02 mass%Fe and Al?0.2 mass%Fe Alloys	5 . 発行年 2020年
3.雑誌名 MATERIALS TRANSACTIONS	6.最初と最後の頁 305~310
掲載論文のDOI(デジタルオブジェクト識別子) 10.2320/matertrans.L-M2019864	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスとしている(また、その予定である)	国際共著

〔学会発表〕 計0件

〔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) (機関番号)		10100000000000000000000000000000000000		
		(ローマ字氏名) (研究者番号)	( 144 BB 77 C) \	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
---------	---------