

令和 5 年 5 月 10 日現在

機関番号：24506

研究種目：基盤研究(C) (一般)

研究期間：2020～2022

課題番号：20K05063

研究課題名(和文) 高時間分解能In-situ XRD測定系構築による高温変形中の微細組織変化の解明

研究課題名(英文) Evaluation of microstructural changes during high-temperature deformation by constructing a high-temporal resolution in-situ XRD measurement system

研究代表者

足立 大樹 (Adachi, Hiroki)

兵庫県立大学・工学研究科・教授

研究者番号：00335192

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)：SPring-8放射光を用い、高温変形中の微細組織変化を高時間分解能($dt=1s$)で測定するための測定系開発を行った。その測定系を用いることにより、Al合金において、変形中の転位密度変化を測定し、機械的性質と良く対応することを明らかにした。また、転位増殖速度や動的回復速度についても算出し、変形温度や合金添加によってどのように変化するかを調べ、加工硬化挙動との対応を明らかにした。

研究成果の学術的意義や社会的意義

高温では材料内の微細組織は時々刻々と変化し、それに対応して機械的性質も変化する。高温変形についてより深く理解し、新たな耐熱材料の開発につなげるためには、高温変形後の組織を観察するのではなく、高温変形中の組織をIn-situ測定することが重要である。本研究結果によって、高温変形中のAl合金における微細組織変化挙動と機械的性質の対応がとれるようになったことから、各種Al合金において調査を進めることによって、耐熱性向上への指針が構築されると期待される。

研究成果の概要(英文)：A measurement system was developed at SPring-8 to measure microstructural changes during high-temperature deformation with high time resolution ($dt=1s$). By using the measurement system, we measured the change of dislocation density during deformation in Al alloys and clarified that the change of dislocation density corresponds well with the change of mechanical properties. We also evaluated the dislocation propagation rate and dynamic recovery rate, clarified the correspondence between the deformation temperature, alloying and the work hardening behavior.

研究分野：材料組織学

キーワード：アルミニウム合金 高温変形 転位密度 動的回復

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

自動車エンジンにおける高効率化に伴う燃費の向上のため、エンジン内部温度は上昇傾向にある。自動車エンジン部材として現在、アルミニウム合金が使用されているが、200 を超えると強度が大幅に低下するため、アルミニウム合金の耐熱性向上が必要である。しかしながら、アルミニウム合金の耐熱性向上のための指導原理は十分に明らかになっておらず、その一因として、高温変形中の微細組織を直接観察することが困難であったことが挙げられる。高温変形後に室温まで冷却した後に観察した組織は冷却中に復旧した組織である可能性もあり、高温変形中の組織と同一である補償がないことから、高温変形中の組織をその場観察することが望ましい。

2. 研究の目的

高温変形中の微細組織は時々刻々と変化し、それに対応して機械的性質が変化すると考えられることから、高温変形中の組織をその場 (In-situ) 測定することが重要である。本研究では SPring-8 放射光を用いて高温変形中において In-situ XRD 測定を高時間分解能で行うことができる測定系を開発することで、微細組織と機械的性質の正確な対応を調査し、アルミニウム合金の耐熱性向上のためにはどのようにすれば良いかを考察することを目的とした。

3. 研究の方法

高温変形中の微細組織変化を高時間分解能で In-situ XRD 測定するためには、高輝度の X 線と検出範囲の大きい次元検出器、ゴニオメータ上に設置できる小型の引張試験機と試験片を加熱する装置が必要である。また、加熱は入射 X 線と回折 X 線の経路を確保した上で行わねばならない。よって、輝度の高いアンジュレータ光を使用することができる SPring-8 BL46XU において、次元検出器 MYTHEN を 6 台直列につないだ検出器を実験に使用した。また、試験片の加熱は図 1 に示すように、試験片周りに X 線経路を確保した筒を配置し、筒の中を加熱したガス (空気 or 窒素) を流すことによって加熱を行った。この測定系を用いることによって、室温から 673K までの温度における高温変形中の In-situ XRD 測定を高時間分解能 ($t=1$ s) で実施することが可能となった。今回の研究において用いた試料は 2N-Al と Al-2.5Mg 合金であり、測定は室温から 573K までの温度範囲で行った。

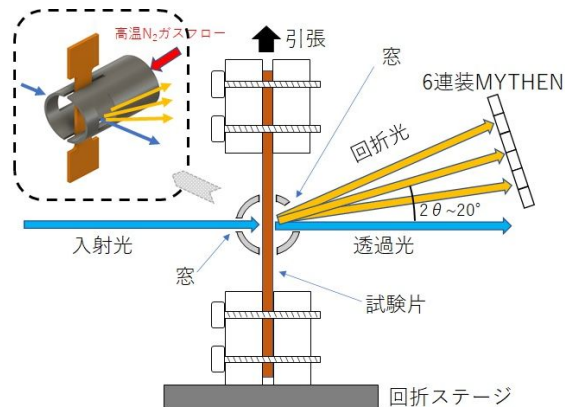


図 1 ガスフロー加熱器を用いた高温変形中の In-situ XRD 測定系

4. 研究成果

図 2 に 573K にて行った Al-2.5Mg 合金の引張変形中の応力ひずみ曲線 (青線) と転位密度変化 (赤丸) を合わせて示す。弾性変形領域において転位密度はほとんど変化せず、応力が 170MPa (σ_I) を超えると転位源が活性化し、転位密度の大きな増加が観察された。その後、220MPa (σ_{II}) を超えると転位密度増加が緩やかになり、塑性変形のみで変形が移行した。均一な塑性変形領域における転位密度増加と加工硬化挙動は良く対応しており、Bailey-Hirsch の式が成り立ったことから転位すべりが主な変形機構であり、高温変形において重要な役割をすると報告されている粒界すべりは大きな影響を与えていないと考えられる。

また、変形温度によって塑性変形中の転位密度増加量は変化しており、変形温度の低下に伴い、転位密度増加量は増加した。それに伴い、加工硬化量も増加しており、転位密度変化挙動と良く対応した。

一方、2N-Al では、室温変形では塑性変形中に応力はほとんど変化しなかったが、高温変形では塑性変形の進行により応力が徐々に低下した。また、その低下量は温度が高いほど低下した。In-situ XRD 測定によって求めた転位密度は応力の変化挙動と良く対応しており、高温では塑性変形中に低下していることが明らかになった。これは動的回復が顕著であるためであると考えられる。

In-situ XRD 測定によって得られた転位密度変化から、Kocks & Mecking 法を用いることによって、転位源からの転位増殖速度と動的回復速度を評価した。2N-Al、Al-2.5Mg のいずれにおいても変形温度が上昇すると、転位増殖速度と動的回復速度の両者が増加することが明らかとなったが、動的回復速度の増加の方が顕著であるため、変形温度の上昇により、塑性変形中の転位密度の減少量が増加 (2N-Al) / 転位密度の増加量が減少 (Al-2.5Mg) すると考えられる。

2N-Al と Al-2.5Mg を比較すると、転位増殖速度と動的回復速度の両者ともに Al-2.5Mg 合金の方が低いことが明らかとなった。これは、固溶している Mg 原子が転位の移動を阻害するため、転位源からの転位の張り出しも、交差すべりなどによる動的回復も阻害するためであろうと考えられる。

以上より、室温から 673K までの温度における高温変形中の In-situ XRD 測定が可能となり、転位密度をはじめとする微細組織変化の長時間分解能での測定を可能とした。これを用いることによって、固溶原子の種類や量、結晶粒径、などの組織因子が転位増殖速度、動的回復速度にどのような影響を与えるかを定量化することが出来、高温強度向上への指針が策定されることが期待される。

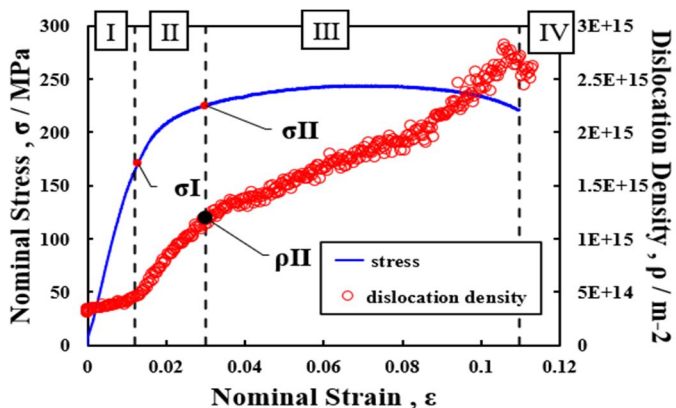


図 2 Al-2.5Mg 合金の 573K における高温引張変形中の応力ひずみ曲線と転位密度の変化

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計0件

〔学会発表〕 計2件（うち招待講演 2件 / うち国際学会 0件）

1. 発表者名 足立大樹
2. 発表標題 SPring-8放射光による軽金属材料の組織観察と機械的性質の解析
3. 学会等名 日本鉄鋼協会・日本金属学会関西支部材料セミナー（招待講演）
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 足立大樹
2. 発表標題 放射光In-situ XRD測定を用いた金属材料の変形挙動解析
3. 学会等名 第77回SPring-8先端利用ワークショップ（招待講演）
4. 発表年 2022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
---------	---------