

令和 6 年 6 月 10 日現在

機関番号：12608

研究種目：基盤研究(C) (一般)

研究期間：2020～2023

課題番号：20K05164

研究課題名(和文) 配列析出相を含むアルミニウム合金マイクロピラーの力学特性と転位動力学

研究課題名(英文) Strengthening by stress oriented precipitates in Aluminium alloy micro pillar and dislocation dynamics simulation

研究代表者

村石 信二 (MURAISHI, Shinji)

東京工業大学・物質理工学院・准教授

研究者番号：70345156

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)：析出強化型アルミニウム合金を応力時効することで析出バリエーションの配列効果を明らかとするとともに、析出相の配置によって析出強化に力学的な異方性が生じることを微小力学試験により見出した。Eshelby介在物法によりミスフィット析出物の内部応力を解析することで、転位と析出バリエーションの幾何学的配置が相互作用力に影響を及ぼし力学的な異方性が発現すること、また母相が塑性変形を担う場合の析出物の内部応力を示した。離散化転位動力学法により内部応力場中の転位運動を解析し、局所的な内部応力の分布によって転位運動の素過程が大きく影響された結果、転位が析出物乗り越える際の外力と塑性ひずみの関係を明らかとした。

研究成果の学術的意義や社会的意義

軽量で比強度に優れた析出強化型アルミニウム合金は、輸送機器の燃費向上に不可欠な社会基盤材料である。より優れた材料強度を得るためには、主たる強化機構である微細な析出分散物による析出強化の材料設計の原理原則を明らかとする必要がある。ミスフィット析出物を特定の結晶面に配列制御した材料では、材料強度に力学的な異方性が生じることを実験的に明らかとし、析出形状と方位による析出強化量の違いを理論的に示した。

研究成果の概要(英文)：By applying stress aging method, stress orienting effect of precipitates and its mechanical properties of age-hardenable aluminum alloys were clarified.

By analyzing the internal stress of misfit precipitates using the Eshelby inclusion method, it was shown that the geometric arrangement of precipitation variants affects the interaction force on the dislocation motion, resulting in the emergence of mechanical anisotropy. The internal stress caused by precipitates was also investigated in case of that the plastic deformation is dominant in matrix phase. By analyzing dislocation motion in an internal stress field using the discrete dislocation dynamics method, it was found that the elementary process of dislocation motion was greatly affected by the distribution of local internal stress, and as a result, the relationship between the external force and plastic strain when a dislocation overcomes a precipitate was clarified.

研究分野：金属工学，力学特性，転位論

キーワード：アルミニウム合金 マイクロメカニクス 時効析出 応力時効 転位動力学

1. 研究開始当初の背景

析出強化型アルミニウム合金は、微細高密な析出組織制御により軽量・高強度化が図られており、合金添加元素の探索による改良型合金の開発とともに、結晶粒微細化や転位強化の加工・熱処理の技術開発が盛んである。

微細析出物に特徴的な格子ひずみ(変態ひずみ、格子ミスマッチ)は、材料中に内部応力を発生することで転位運動を阻害し、析出強化型合金の主たる強化機構となっている。しかしながら、析出強化における転位と析出物の相互作用には数多くの未解決問題が残されており、どのような形状・方位の析出物が析出強化に有効であるかは未だに明らかでない。

一般的な理解では、析出強化機構は二種類に分類され、転位が析出物をせん断する場合には格子ひずみが析出強化量に影響し(ミスフィット強化)、転位が析出物を迂回する場合には、析出物間隔がせん断強度を支配する(オロワン強化)。ここに析出物の幾何学形状についての議論はなく、球状、針状、板状、いずれの析出物が材料強度を向上させるかの材料設計の知見が不足しているといえる。

申請者らの先行研究により、板状析出物と転位のせん断の幾何学が析出強化量に大きく影響することが実験的に明らかであるが、内部応力場中の転位運動という観点での転位動力学的な考察は不十分であった。その他、球状、針状といったシンプルで特徴的な形状を有する析出物と転位の幾何学的な相互作用についての明確な回答は得られておらず、本研究課題の核心をなす学術的「問い」である。

2. 研究の目的

本研究の目的は、析出強化型アルミニウム合金、特に Al-Cu 合金と Al-Mg-Si 合金中の板状ならびに針状析出物と転位の幾何学的な相互作用を微小力学試験と数値解析の両面で解析し、析出強化量に与える析出物の幾何学形状の影響を明らかとすることである。

この目的達成のため、応力時効により析出物を特定方向に配列析出制御することで、力学試験による析出強化の異方性を実験調査するとともに、転位動力学シミュレータの開発により析出バリエーションの幾何学が転位運動の素過程に及ぼす影響の数値解析を行う。

3. 研究の方法

○応力時効による配列析出制御と変形異方性

Al-Cu 合金、Al-Mg-Si 合金を供試材とした。Al-Cu 合金では{001}面に板状の GP ゾーン、”、Al-Mg-Si 合金では<001>方向に針状の GP ゾーン、”の析出物が生成し、いずれも典型的な析出強化型アルミニウム合金である。特定の結晶面だけに析出相を優先的に配列させることを目的として、塩浴中で溶体化処理後に速やかに所定の温度と時間でオイルバス中での応力時効を施した。Al-Cu 合金中の”ならびに Al-Mg-Si 合金中の”の TEM 観察を行い、応力軸と析出バリエーションの為す角と数密度の関係から、析出物の応力配列効果を評価した。

圧縮応力時効したサンプルは、応力時効の荷重軸に対して垂直ならびに平行となる面に硬さ試験を施し、応力配列効果による析出強化量の異方性を評価した。また SEM - EBSD により結晶方位を調査することで、{001}、{011}、{111}面についてナノインデンテーション硬さの評価を行った。

内部応力場中の転位運動のシミュレーション

マイクロメカニクスのグリーン関数法により、 $\{001\}$ 板状、 $\langle 001 \rangle$ 棒状析出物、それぞれの3種類のバリエーションと転位のバーガスベクトルの幾何学的相互作用を調査した。すべり面上で両端がピン止めされた直線状の刃状転位、ならびに転位の前方に位置する析出物を離散数値モデル化することで、転位と析出物の内部応力場を計算した。シミュレーションの力学条件は、一定ひずみ速度の条件とし、全ひずみと塑性ひずみの関係から外力を算出した。外力と内部応力から転位線にかかる力を求めることで転位の運動速度を算出し、微小時間毎の転位の移動量とした。

4. 研究成果

○アルミニウム合金中の配列析出と変形異方性

過去に Al-Cu 合金単結晶に応力時効を施し、特定の $\{001\}$ 面上で GP ゾーンの生成が促進又は阻害される応力配列効果を明らかとしている。また、このような配列析出した GP ゾーンはせん断方向によって析出強化量に差が生じることを先行研究で報告した。多結晶合金に応用した場合には、結晶粒の方位によって、外力と GP ゾーンとの角度関係が異なるため、配列効果とそれに起因した変形異方性にも結晶粒毎に差が生じることが予想される。そこで Al-Cu 多結晶合金に応力時効を施し TEM 観察した結果、応力軸に垂直な GP ゾーンの数密度が高い応力配列効果が観察された。また、自由時効+応力時効材では配列度が低く、これは時効初期の外力が GP ゾーンの核生成に作用した為である。応力時効材では応力軸と水平面で硬さが高く、自由+応力時効材では、応力を負荷した時間は同じであるが、変形異方性は観察されなかった。

応力時効では負荷応力によって少なからず塑性ひずみが発生ため、塑性変形が生じる条件下では、応力配列効果による変形異方性に加えて、塑性変形に起因した異方性が生じることが予想される。そこで、自由時効材に予ひずみを加えることで、塑性ひずみに起因する変形異方性の調査も併せて行った。この結果、自由時効材に予ひずみを加えることで、垂直面で硬さが高くなる変形異方性が確認された。これは GP ゾーンの配列析出とは逆向きの異方性であることから、応力時効材で観察された変形異方性は真に GP ゾーンの配列析出によるもので、塑性変形が生じるような高応力下での応力時効は、配列析出と塑性変形のそれぞれの異方性が重複することで異方性が減じると結論した。

Al-Mg-Si 合金についての応力時効と β'' 相の配列効果の研究はこれまでに例がない。 β'' 相は針状の析出物であり、長手方向側面の格子ミスフィットが正となることが報告されている。外力との相互作用エネルギーの観点では、圧縮の応力時効では応力軸と β'' 相の長手方向が 90 度の角度関係となる場合に β'' 相の析出は阻害される。種々の負荷応力で 1 時間の応力時効を施すことで、 β'' 相の配列効果、ならびに応力軸と垂直(面)および平行(//面)の硬さの変形異方性を調査した。170 MPa の応力時効 1 時間では、負荷応力の違いによって顕著な硬さの変形異方性は確認されなかった。また、TEM 画像においても自由時効材と応力時効材で析出組織に大きな違いはなかった。負荷応力 80 MPa で 1~5 時間の応力時効を行った際には、時効時間の増加に伴い 面で硬さが減少する変形異方性が顕著となった。TEM 観察による β'' 相の $\langle 100 \rangle$ バリエーションの配列度は、応力時効の時間の増加に伴い、応力軸と平行な β'' 相で増加し、また成長の促進効果も確認されている。しかしながら $\{001\}$ GP ゾーンの配列効果と比べると、析出バリエーション間の析出密度に明らかな配列度の差は観察されなかった。そこで、100 MPa での予備時効処理により β'' 相の前駆段階と思われる溶質クラスターの生成を促すことで、 β'' 相の配列効果と硬さの変形異方性を調査した。予備時効

(100 ×2 時間)+応力時効(150 ,50MPa)を施した場合、ピーク硬さが自由時効に比べて明らかに低い値を示した。以上の結果から、Al-Mg-Si 合金の β 相は正のミスフィットであることを考慮すると、圧縮の外力によって析出が阻害されるバリエーションが存在し、 β 相の配列効果は Al-Cu 合金の θ (負のミスフィット) に比べて顕著に観察されなかったと考えられる。また応力時効の降伏応力の観点でも、Al-Mg-Si 合金は Al-Cu 合金に比べて降伏応力が低いために、低応力の応力時効ではバリエーション間に析出密度の差が生じにくいと考えられる。

Al-Cu 合金と Al-Mg-Si 合金では、 $\{001\}$ 板状、 $\langle 001 \rangle$ 棒状析出物の違いはあるが、応力時効による配列効果と変形異方性は、いずれの場合も応力軸と垂直な(\perp 面)で硬さが減少し、平行な(\parallel 面)で硬さが増加する変形異方性を明らかとした。

マイクロメカニクスの Eshelby 介在物理論によれば、応力時効による配列析出は、外力のポテンシャルエネルギー変化に与える外力とミスフィットひずみの相互作用エネルギー変化の影響であり、そのような配列析出相による力学的異方性は、外力のポテンシャルエネルギー変化に及ぼす転位とミスフィット析出物の相互作用エネルギーの影響である。つまり、相互作用エネルギーを下げるような幾何学的配置で析出バリエーションが優先析出した場合、個々の析出物の幾何学形状やミスフィットひずみの違いはあっても、巨視的平均したミスフィットひずみの符号は同じである。従って、応力時効と同一の方向から力学試験を施した場合(\perp 面)、母相中の平均的な内部応力は外力と同符号となることで塑性変形が容易となり、析出強化量が減少すると説明される。

また Eshelby 介在物理論により、ミスフィットひずみ(母相と析出物の格子ミスマッチ)と塑性ひずみのミスマッチ(母相に塑性変形が生じ析出物がせん断されない)に起因した内部応力を解析した結果、格子ミスマッチは析出物バリエーションの配置によって符号が異なる内部応力場をもたらすのに対して、塑性ひずみのミスマッチは、塑性ひずみに比例して内部応力が増加し、格子ミスマッチの析出強化の異方性は薄れることを明らかとした。

○内部応力場中を運動する転位の転位動力学シミュレーション

析出強化型アルミニウム合金では、板状や針状のミスフィット析出物が析出強化に寄与している。それらミスフィット析出物は、格子ミスフィットにより内部応力場を形成することで、転位運動に引力と斥力の相互作用力をもたらす。マイクロメカニクス理論のグリーン関数法によって析出物と転位に由来する内部応力を計算し、析出物の内部応力場中の転位運動をシミュレートした。

代表例として $\langle 001 \rangle$ 針状析出物の結果を述べる。すべり面(111)面上の析出物の内部応力は、3種類の $\langle 001 \rangle$ バリエーションのうち [100]と[010]バリエーションでは、符号が異なるが絶対値の等しい内部応力が符号が反転して分布する。これは同符号の転位に対しては正負に反転した相互作用力を与える。一方、[001]バリエーションは、正負の符号の内部応力が析出物の周囲に均等に分布する。 $\langle 001 \rangle$ 針状析出物の幾何学に影響された析出強化をより明確にするために、 $\langle 001 \rangle$ バリエーションを転位が乗り越える為に必要な外力を塑性ひずみで整理すると、[100]と [010]のバリエーションでは、正負の強い相互作用力が転位に働くことで、転位運動に必要な外力の最大値にも大きな差を生じる。一方で、[001]のバリエーションでは前述の二つのバリエーションの平均的な値となる。また析出強化の最大値以外にも、析出物の外側に分布する正負の応力場のひろがりに影響されて、応力ひずみ線図上の傾きの違いとして捉えるこ

とができるなど明らかとした。

ここで、方位の異なるバリエーションは同一の析出物であり、このような各バリエーションでの析出物乗り越える為に必要な外力の違いは、すべり面上に座標変換した際の格子ミスフィットの値や符号がバリエーションの方位によって異なることに起因する。材料中の内部応力は物質全体にわたって平均すれば必ずゼロとなる事実を併せて考慮すると、析出物の外側での転位運動に差が生じたことは間違いない。

また析出物がない状況で転位運動をシミュレートした結果と比較すると、いずれの<001>バリエーションも、析出物を含まない刃状転位のオロワン応力以上の値となることから、引力と斥力の相互作用力が働くとしても、析出物が新たなピン止め点として転位に作用することで析出強化量が増加することが明らかとなった。

{001}、{111}板状析出相についても同様な転位力学シミュレーションした結果、析出バリエーションの方位によって内部応力に違いが生じ、転位運動と析出強化量に影響を与えることが明らかとなった。塑性ひずみの増加に対する外力の変化は、転位と析出バリエーションの幾何学的な特徴を反映したものであり、転位の移動方向が内部応力の局所分布に強く影響された結果である。

以上の結果を簡便に議論する上で、外力と内部応力を区別した転位の相互作用力を考えてみる。ここで外力と内部応力による相互作用力のベクトルを、それぞれ F^{ext} および F^{int} とする。転位線の接線方向は析出物の周囲に反時計回りとする。外力の符号を+として話をすすめると、転位線の接線方向が反転すると外力の相互作用力 F^{ext} のベクトルの向きも反転する。バリエーションの方位の幾何学的な相違は内部応力の+ -の符号が反転したものと扱う。内部応力との相互作用力のベクトル F^{int} の向きが転位の移動方向前方に位置する内部応力の符号に影響されるとすると、+の内部応力が前方に位置した場合には外力の+符号と一致するため、 F^{ext} と F^{int} の向きが一致し、転位運動を助ける引力型の相互作用が作用する。また逆に-の内部応力の符号が移動方向前方に位置する場合には転位の移動を妨げる斥力型の相互作用が作用する。

つまり、転位の移動方向前方の内部応力の符号に影響されて析出強化量に差が生じる。同じ析出物であっても、析出バリエーションの方位によってすべり面上の内部応力には明確に違いがあり、転位の移動方向によってすべり運動の容易さが異なることがわかる。一般的な析出組織は、析出バリエーションが母相に等価に分布している為、析出強化量の強いバリエーションと弱いバリエーションが混在してすべり面上に存在することとなり、転位のピン止め点や障害物としての役割にもバリエーションによって明確な差が生じる筈である。

以上に述べたように、本研究ではアルミニウム合金中のミスフィット析出物を優先配列した析出組織制御により、ミスフィット析出物が析出強化に及ぼす幾何学的効果を実験と数値解析の両面から明らかとした。配列析出物のミスフィットひずみの方向性によって析出強化による材料強度が大きく左右されるという実験事実は、析出強化におけるミスフィット析出物の重要性とともに、材料強度に及ぼす析出形状と結晶方位についての重要な知見を得た。

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計6件（うち査読付論文 6件/うち国際共著 0件/うちオープンアクセス 4件）

1. 著者名 Jianbin Liu, Shinji Muraishi	4. 巻 160
2. 論文標題 Orientation dependent hardening of {111} plate precipitate by parametric dislocation dynamics	5. 発行年 2021年
3. 雑誌名 Mechanics of Materials	6. 最初と最後の頁 103968
掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） 10.1016/j.mechmat.2021.103968.	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -
1. 著者名 Shinji Muraishi	4. 巻 14
2. 論文標題 Internal Stress and Dislocation Interaction of Plate-Shaped Misfitting Precipitates in Aluminum Alloys	5. 発行年 2021年
3. 雑誌名 Materials	6. 最初と最後の頁 5811
掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） 10.3390/ma14195811	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 -
1. 著者名 Haiwei Zheng, Jianbin Liu, Shinji Muraishi	4. 巻 14
2. 論文標題 Dislocation Topological Evolution and Energy Analysis in Misfit Hardening of Spherical Precipitate by the Parametric Dislocation Dynamics Simulation	5. 発行年 2021年
3. 雑誌名 Materials	6. 最初と最後の頁 6368
掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） 10.3390/ma14216368	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 -
1. 著者名 Sung-JinPark, ShinjiMuraishi	4. 巻 157
2. 論文標題 Micromechanical analysis of residual stress around coarse precipitates under cold rolling conditions	5. 発行年 2021年
3. 雑誌名 Mechanics of Materials	6. 最初と最後の頁 103841
掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） 10.1016/j.mechmat.2021.103841	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

1. 著者名 Jianbin Liu, Shinji Muraishi	4. 巻 15
2. 論文標題 Orientation Dependent Hardening by Rod-Shaped Misfitting Precipitates in Aluminium Alloys	5. 発行年 2022年
3. 雑誌名 Materials	6. 最初と最後の頁 1380
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.3390/ma15041380	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 -

1. 著者名 Sung-JinPark, ShinjiMuraishi	4. 巻 14
2. 論文標題 Influence of Residual Stress around Constituent Particles on Recrystallization and Grain Growth in Al-Mn-Based Alloy during Annealing	5. 発行年 2021年
3. 雑誌名 Materials	6. 最初と最後の頁 1701
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.3390/ma14071701	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6件 (うち招待講演 0件 / うち国際学会 3件)

1. 発表者名 Shinji Muraishi, Jianbin Liu
2. 発表標題 Dislocation dynamics simulation of precipitation hardening by <001> rod-shaped precipitates in aluminum alloys,
3. 学会等名 ICAA18 (国際学会)
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 Haiwe Zheng, Shinji Muraishi
2. 発表標題 Interaction between dislocation and {001} oblate misfit precipitate through parametric dislocation dynamics (PDD) simulation,
3. 学会等名 ICAA18 (国際学会)
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 Shinji Muraishi
2. 発表標題 Dislocation Dynamics Simulation of Strengthening by Fine Misfit Precipitates in Age-Hardenable Aluminum Alloys
3. 学会等名 IUMRS-ICA2021 (国際学会)
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 Liu Jianbin, 村石 信二
2. 発表標題 {111}板状析出物と転位の相互作用の転位動力学シミュレーション
3. 学会等名 日本金属学会 2021秋期第169回講演大会
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 服部一希、村石信二
2. 発表標題 Al-Mg-Si合金における " 相の析出に及ぼす応力時効の効果と力学特性の評価
3. 学会等名 日本金属学会 2022春期第170回講演大会
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 吉村綾、村石信二、熊井真次
2. 発表標題 微小力学試験によるAl-Zn-Mg合金の変形挙動の結晶方位依存性
3. 学会等名 軽金属学会第140回春期講演大会
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
---------	---------