

**科学研究費助成事業 研究成果報告書**

平成 28 年 5 月 30 日現在

機関番号：13903

研究種目：基盤研究(C) (一般)

研究期間：2013～2015

課題番号：25420753

研究課題名(和文)階層的 material 評価法を利用した巨大ひずみ加工複相材料の組織・強度変化の究明

研究課題名(英文) Evaluations of microstructure and mechanical property in severe plastic deformed multi-phase materials by hierarchical microstructural analysis

研究代表者

佐藤 尚 (SATO, Hisashi)

名古屋工業大学・工学(系)研究科(研究院)・准教授

研究者番号：50402649

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 4,000,000円

研究成果の概要(和文)：粗大な板状粒子あるいは球状粒子を有する複相材料への巨大ひずみ加工によって生じる硬質粒子破壊挙動について調査した。複相材料への巨大ひずみ加工に伴う硬質粒子分布の変化は、球状粒子を有する複相材料で小さく、板状粒子を持つ複相材料で顕著に生じる。さらに、巨大ひずみ加工を施した複相材料における板状硬質粒子の空間分布は、母相の材料流動によって決定する。従って、巨大ひずみ加工を施した複相材料の硬質粒子分布や機械的性質は、母相の材料流動を考慮すれば制御可能である。

研究成果の概要(英文)：Fragmentation behavior of secondary particles by severe plastic deformation (SPD) for multi-phase materials containing platelet particles or spherical particles is investigated. The fragmentation and the distribution change of secondary particles are induced only in the multi-phase materials with platelet particles. Moreover, the distribution of the platelet particles in the multi-phase composite is determined by material flow of matrix induced by SPD. Hence, particle distribution and mechanical property of the SPDed multi-phase materials can be controlled by considering the material flow of the matrix.

研究分野：材料組織学

キーワード：構造・機能材料 巨大ひずみ加工 複合材料 シリアルセクションング EBSD 異方性

## 1. 研究開始当初の背景

(1) 金属母相中に硬質粒子を有する複相材料に巨大ひずみ加工を施すと、母相の結晶粒が微細化すると同時に、硬質粒子も破壊して微細化する。このような微細化された硬質粒子は、さらなる巨大ひずみ加工によって母相中に固溶し、過飽和固溶体を形成することも報告されている。

(2) 粗大な板状  $Al_3Ti$  粒子を有する Al- $Al_3Ti$  複相材料に繰返押出し加工(ECAP)を施すと、加工回数の増加に伴って  $Al_3Ti$  粒子が破壊する。同時に、ECAP の加工経路に依存して  $Al_3Ti$  粒子の空間分布も変化する。その結果、Route A にて加工を施した Al- $Al_3Ti$  複相材料の  $Al_3Ti$  粒子分布は異方性がある分布となり、Route B<sub>c</sub> にて ECAP 加工を施した複相材料の  $Al_3Ti$  粒子分布は異方性が小さい。そのため、巨大ひずみ加工を施した複相材料の板状粒子分布は、加工に伴う材料流動に依存して決定することを考えられるが、その板状粒子分布の決定要因には不明な点が多い。さらに、巨大ひずみ加工に伴う複相材料の板状粒子の破壊メカニズムも明らかでない。

(3) 複相材料への巨大ひずみ加工に伴う材料流動は3次元的に生じる。それゆえ、巨大ひずみ加工を受けた複相材料の板状粒子分布も3次元的に評価する必要がある。その評価を行うためには、光学顕微鏡観察と研磨を組み合わせたシリアルセクション法が有効である。また、巨大ひずみ加工に伴う複相材料の板状粒子の破壊メカニズムを理解するうえでは、結晶学的評価のような微視的な視点から硬質粒子の空間分布といった巨視的な視点まで階層的に評価を行うことが重要である。

(4) さらに、巨大ひずみ加工に伴って硬質粒子の寸法や空間分布が変化ため、複相材料の機械的性質も巨大ひずみ加工に伴い変化することが考えられる。そのため、複相材料への巨大ひずみ加工に伴う硬質粒子分布の変化を理解すると同時に、機械的性質の変化も理解することは重要である。

## 2. 研究の目的

本研究では、巨視的な視点から微視的な視点まで階層的に材料評価を行うことで、複相材料への巨大ひずみ加工に伴う組織変化および機械的性質変化を体系的に究明することを目的としている。複相材料として、Al 母相中に  $Al_3Ti$  粒子が分散した Al- $Al_3Ti$  複相材料を用いる。この複相材料に ECAP あるいは多軸鍛造(MDF)加工を施すことで、巨大ひずみ加工に伴う「材料流動と  $Al_3Ti$  粒子の空間分布との関係」および「 $Al_3Ti$  粒子形状とその破壊挙動との関係」に着目をする。さらに、 $Al_3Ti$  粒子の破壊挙動を結晶学の視点から議論すると同時に、Al- $Al_3Ti$  複相材料への巨大ひず

み加工に伴う組織変化について、微視的な視点から巨視的な視点まで階層的に評価する。

さらに、これらの知見に基づき、巨大ひずみを伴った実用加工技術である摩擦攪拌接プロセス(FSP)にて生じる Al- $Al_3Ti$  複相材料の  $Al_3Ti$  粒子破壊挙動についても調べる。

## 3. 研究の方法

(1)  $\alpha$ -Al 母相中に約 11vol% の板状  $Al_3Ti$  粒子を有する Al- $Al_3Ti$  複相材料に対して、Route A および Route B<sub>c</sub> の加工経路にて 4 パスの ECAP 加工を施した。その後、各加工経路での ECAP 加工に伴う  $Al_3Ti$  粒子の空間分布の変化を調査するため、ECAP 加工を施した試料に対してシリアルセクション法にて  $Al_3Ti$  粒子の 3 次元構築像を作成した。さらに、ECAP 加工を施した試料に対して、電子線後方散乱回折法(EBSD)にて  $\alpha$ -Al 母相および  $Al_3Ti$  粒子の結晶方位分布を調査した。この測定結果より、ECAP 加工に伴う材料流動と  $Al_3Ti$  粒子の破壊挙動との関係について検討した。

(2) ECAP 加工を施した Al- $Al_3Ti$  複相材料に対して、破壊後の  $Al_3Ti$  粒子の結晶方位を EBSD にて解析した。その後、EBSD と同一視野にある  $Al_3Ti$  粒子の 3 次元構築像をシリアルセクション法にて作成した。EBSD による  $Al_3Ti$  粒子の結晶方位解析結果およびシリアルセクション法による  $Al_3Ti$  粒子の 3 次元構築像を用いて、ECAP 加工にて破壊した  $Al_3Ti$  粒子の破壊面の板面結晶方位を決定した。そして、巨大ひずみ加工に伴う  $Al_3Ti$  粒子破壊の優先破壊面について明らかにし、 $Al_3Ti$  粒子の破壊メカニズムを検討した。

(3) 板状  $Al_3Ti$  粒子を有する Al-11vol%  $Al_3Ti$  複相材料および球状  $Al_3Ti$  粒子を有する  $Al_3Ti$  複相材料に対して、室温にて多軸鍛造(MDF)加工を施した。MDF 加工を施した Al- $Al_3Ti$  複相材料における  $Al_3Ti$  粒子に対し、シリアルセクション法にて 3 次元構築像を作成した。得られた結果より、複相材料の硬質粒子形状が巨大ひずみ加工に伴う硬質粒子破壊挙動に及ぼす影響を検討した。また、Al- $Al_3Ti$  複相材料への MDF 加工に伴うヤング率の変化についても調べた。

(4) 板状  $Al_3Ti$  粒子を有する Al-11vol%  $Al_3Ti$  複相材料に対して、FSP を施した。ツールは、SKH51 製であり、直径 4mm、長さ 1mm のプローブおよび直径 15mm のショルダーを有している。このツールを用いて、プローブ先端から 1.3mm までツールを試料に挿入し、FSP 試験を行った。FSP 試験は、ツール回転速度が 240rpm であり、ツール移動速度が 50mm/min であった。

その後、加工部における  $Al_3Ti$  粒子分布をシリアルセクション法および EBSD にて 3 次元的に評価し、 $Al_3Ti$  粒子の空間分布の形成

要因について検討した。

#### 4. 研究成果

(1) 図1は、ECAP加工の模式図を示している。本研究では、ECAP加工後の試料に対し、x方向から組織観察を行った。図2は、Route AおよびRoute B<sub>c</sub>にて4パスのECAP加工を施した試料におけるAl<sub>3</sub>Ti粒子の(001)<sub>Al<sub>3</sub>Ti</sub>極点図である。板状Al<sub>3</sub>Ti粒子の板面法線方向は(001)<sub>Al<sub>3</sub>Ti</sub>であることが知られている<sup>1,2)</sup>。そのため、図2に示す極点図からRoute B<sub>c</sub>加工材ではAl<sub>3</sub>Ti粒子に配向分布がなく、一方、Route A加工材のAl<sub>3</sub>Ti粒子はその板面法線方向が加工軸と垂直になるように配向分布していることがいえる。

図3は、未加工材、Route AおよびRoute B<sub>c</sub>にて4パス加工を施した試料におけるAl<sub>3</sub>Ti粒子の3次元構築像である。未加工材における板状Al<sub>3</sub>Ti粒子はランダムに分散していた。また、Route AにてECAP加工を施した試料のAl<sub>3</sub>Ti粒子は加工軸に沿って比較的均一に分布している。一方、Route B<sub>c</sub>にて加工を施した試料では、加工によって微細化されたAl<sub>3</sub>Ti粒子が集合体を形成していた。そこで、未加工材のAl<sub>3</sub>Ti粒子1個およびRoute B<sub>c</sub>にて

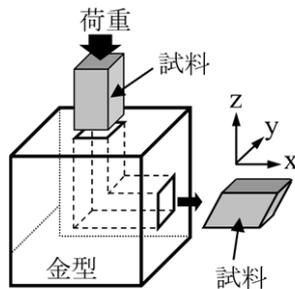


図1 ECAP加工の模式図および組織観察の試料座標系。

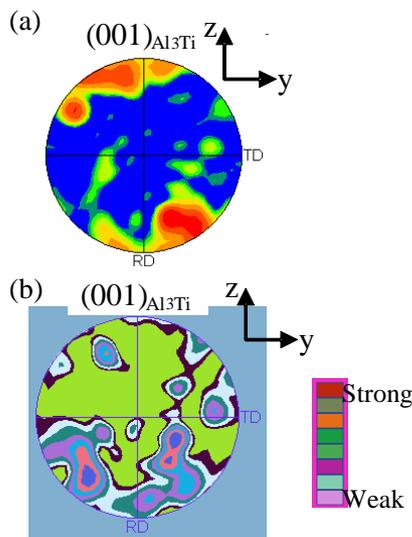


図2 (a)Route A および(b)Route B<sub>c</sub>にて4パスのECAP加工を施した試料の(001)<sub>Al<sub>3</sub>Ti</sub>極点図。

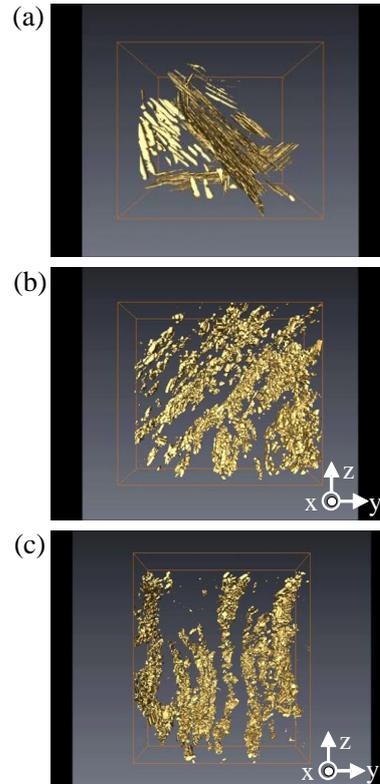


図3 Al-Al<sub>3</sub>Ti 複相材料中のAl<sub>3</sub>Ti粒子の3次元構築像: (a)未加工材, (b)Route A 4パス, (c)Route B<sub>c</sub> 4パス。

て形成したAl<sub>3</sub>Ti粒子の集合体を一つ抽出し、それらのAl<sub>3</sub>Ti粒子の体積を3次元構築像から測定した。その結果、未加工材中のAl<sub>3</sub>Ti粒子1個のAl<sub>3</sub>Ti粒子およびRoute B<sub>c</sub>にて形成した集合体のAl<sub>3</sub>Ti粒子体積は、それぞれ $5.7 \times 10^{-13} \text{ m}^3$ および $6.1 \times 10^{-13} \text{ m}^3$ であった。よって、Route B<sub>c</sub>にて形成したAl<sub>3</sub>Ti粒子集合体の体積は、未加工材における1個のAl<sub>3</sub>Ti粒子体積とほぼ一致していた。すなわち、Al<sub>3</sub>Ti粒子集合体は、加工前の元のAl<sub>3</sub>Ti粒子形状を示唆している。Route B<sub>c</sub>でのECAP加工は、4方向からのせん断変形が試料に加えられるため、等軸状の結晶粒が4パス目で元の形状に戻るような材料流動が生じる<sup>3)</sup>。一方で、Route Aは、加工回数の増加に伴い、等軸状の結晶粒が加工軸に沿って扁平状に変化する材料流動となる<sup>3)</sup>。したがって、Route B<sub>c</sub>にて形成したAl<sub>3</sub>Ti粒子の集合体は、4パスのECAP加工でAl<sub>3</sub>Ti粒子が元の位置に戻ることで生じることがいえる。以上より、巨大ひずみ加工を施した複相材料における硬質粒子の空間分布は、加工に伴う母相のせん断変形挙動によって決定することが分かった。

(2) Al<sub>3</sub>Tiの変形は(112)[221]のOrdered Twinningによって進行することが報告されている<sup>4)</sup>。また、Al-Al<sub>3</sub>Ti傾斜機能材料に摩擦摩耗を施した場合、Al<sub>3</sub>Tiに双晶変形が生じることを見出ししている<sup>2)</sup>。そこで、本研究では、EBSD

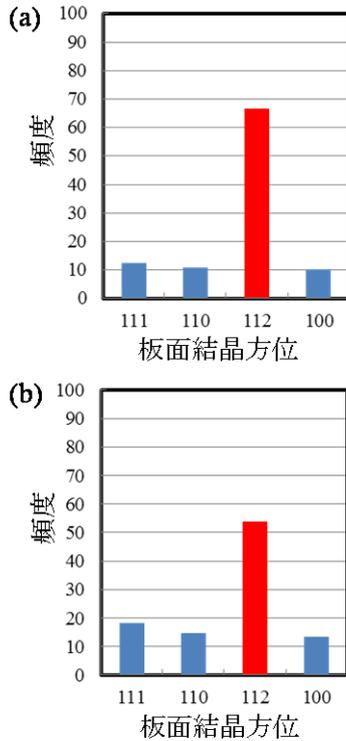


図4 ECAP加工を施した試料中の $\text{Al}_3\text{Ti}$ 粒子破壊面における板面結晶方位の出現頻度: (a)Route A, 4パス, (b) Route B, 4パス.

にて $\text{Al}_3\text{Ti}$ 粒子の板面結晶方位を測定し、かつ観察した $\text{Al}_3\text{Ti}$ 粒子の3次元構築像を用いて、観察面と破壊面のなす角度を測定することで、 $\text{Al}_3\text{Ti}$ 粒子の破壊面の板面結晶方位を測定した。

図4(a)および(b)は、それぞれRoute AおよびRoute Bにて加工を施した試料中の $\text{Al}_3\text{Ti}$ 粒子破壊面における板面結晶方位の出現頻度を示したグラフである。このグラフより、 $\text{Al}_3\text{Ti}$ 粒子破壊面の板面結晶方位は、加工経路に関わらず $\{112\}_{\text{Al}_3\text{Ti}}$ が最も多いことが分かる。すなわち、ECAP加工に伴う $\text{Al}_3\text{Ti}$ 粒子の破壊は、双晶変形が発生した後、 $\{112\}_{\text{Al}_3\text{Ti}}$ にて優先的に生じることが明らかとなった。

(3) 申請当初は、粒状粒子を持つ複相材料として $\text{Al-Al}_3\text{Ni}$ 複相材料への巨大ひずみ加工を予定していた。しかし、変形中に大きな加工硬化を示し、ECAP加工およびMDF加工が困難であった。そのため、本研究では、Al粉末およびガスアトマイズにて作製した球状 $\text{Al}_3\text{Ti}$ 粒子を混合し、放電プラズマ焼結法にて焼結することでAl母相中に球状 $\text{Al}_3\text{Ti}$ 粒子が分散した $\text{Al-Al}_3\text{Ti}$ 複相材料を作製した。

そこで、板状 $\text{Al}_3\text{Ti}$ 粒子を有する $\text{Al-Al}_3\text{Ti}$ 複相材料および球状 $\text{Al}_3\text{Ti}$ 粒子を有する $\text{Al-Al}_3\text{Ti}$ 複相材料に対してMDF加工を施し、複相材料への巨大ひずみ加工に伴う硬質粒子破壊挙動に及ぼす粒子形状の影響について調べた。図5は、2パスのMDF加工を施し

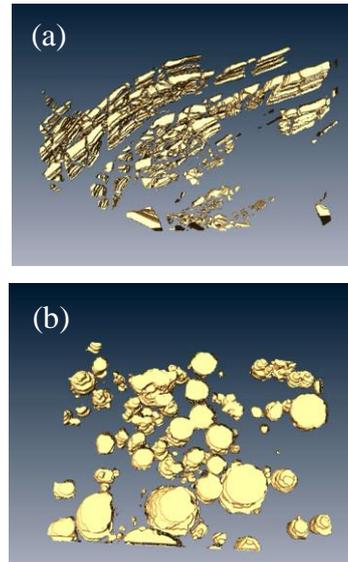


図5 MDF加工を2パス施した $\text{Al-Al}_3\text{Ti}$ 複相材料における $\text{Al}_3\text{Ti}$ 粒子の3次元構築像: (a)板状 $\text{Al}_3\text{Ti}$ 粒子を持つ試料, (b)球状 $\text{Al}_3\text{Ti}$ 粒子を持つ試料.

た $\text{Al-Al}_3\text{Ti}$ 複相材料における $\text{Al}_3\text{Ti}$ 粒子の3次元構築像である。板状 $\text{Al}_3\text{Ti}$ 粒子を有する複相材料中の $\text{Al}_3\text{Ti}$ 粒子は、加工に伴い破壊していた。一方、球状 $\text{Al}_3\text{Ti}$ 粒子を持つ複相材料中の $\text{Al}_3\text{Ti}$ 粒子はMDF加工にも関わらず破壊していない。 $\text{Al}_3\text{Ti}$ 粒子は、巨大ひずみ加工で生じるせん断変形によって破壊するが、球状 $\text{Al}_3\text{Ti}$ 粒子の場合は、せん断変形に伴う応力集中が発生しにくいいため、MDF加工にも関わらず $\text{Al}_3\text{Ti}$ 粒子の破壊が生じていないといえる。それゆえ、複相材料内部の硬質粒子の形状は、複相材料への巨大ひずみ加工に伴う硬質粒子の空間分布に影響を及ぼすことが明らかである。

さらに、MDF加工に伴うヤング率の変化についても調査した。その結果、板状 $\text{Al}_3\text{Ti}$ 粒子を持つ複相材料では、MDF加工に伴いヤング率が向上した。一方、球状 $\text{Al}_3\text{Ti}$ 粒子を持つ複相材料は、MDF加工を施してもヤング率の変化が生じなかった。このヤング率変化の違いは、粒子形状に依存した $\text{Al}_3\text{Ti}$ 粒子破壊挙動の違いに起因するものと考えられる。

(4) FSPを施した $\text{Al-11vol}\%\text{Al}_3\text{Ti}$ 複相材料におけるFSP攪拌部近傍の組織を観察した。図6は、FSP攪拌部近傍における $\text{Al}_3\text{Ti}$ 粒子の3次元構築像である。巨大ひずみ加工が生じる

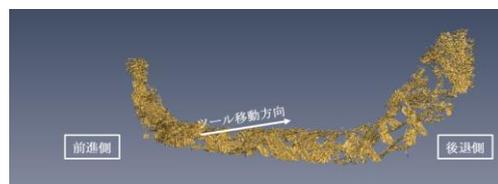


図6 FSP加工を施した $\text{Al-Al}_3\text{Ti}$ 複相材料における攪拌部近傍の $\text{Al}_3\text{Ti}$ 粒子を3次元可視化した3次元構築像.

実用加工法によっても、材料流動に依存した $\text{Al}_3\text{Ti}$  粒子の配向分布が生じることが明らかとなった。

#### 参考文献

- 1) K. Yamashita, C. Watanabe, S. Kumai, M. Kato, A. Sato and Y. Watanabe: Mater. Trans., **41**(2000), 1322-1328.
- 2) H. Sato, Y. Noda and Y. Watanabe: Mater. Trans., **54** (2013), 1274-1280.
- 3) 堀田善治, 古川聡, T. G. Langdon, 根本實: までりあ, **37** (1998), 767-774.
- 4) 山口正治, 中村藤伸, 白井泰治: 軽金属, **38** (1988), 228-237.

#### 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 6 件)

- ① Hisashi Sato, Ryo Tsuzuki, Yuya Kaneko, Yoshimi Watanabe, Nanocrystallized layer formed by sliding wear under high stress for pure Cu, Japanese Journal of Applied Physics, 査読有, Vol. 55, (2016), pp. 01AE08 (7 pages). DOI: 10.7567/JJAP.55.01AE08
- ② Hisashi Sato, Ai Namba, Mayumi Okada, Yoshimi Watanabe, Temperature dependence of reverse transformation induced by shot-peening for SUS304 austenitic stainless steel, Materials Today: Proceedings, 査読有, Vol. 2S, (2015), pp. S707-S710. DOI: 10.1016/j.matpr.2015.07.380
- ② Hisashi Sato, Yuya Kaneko, Yoshimi Watanabe, Effects of wear conditions on formation of wear-induced layer in Fe alloys, Proceedings Book The 4<sup>th</sup> International Symposium on Steel Science (ISSS-2014), 査読有, (2015), pp. 151-154. <http://www.steelscience.org/>
- ④ 佐藤尚, 巨大ひずみ加工を施した Al-Ti 複相材料における  $\text{Al}_3\text{Ti}$  粒子分布の 3 次元解析, 高機能鋳造アルミニウム用微細化剤の創製に向けて(概要), 査読なし, (2014), pp. 21-29.
- ⑤ Hisashi Sato, Yoshito Miyamoto, Yoshimi Watanabe, Yasuaki Naito, Tetsuro Nose, Fragmentation behavior of  $\text{Al}_3\text{Ti}$  particles in Al- $\text{Al}_3\text{Ti}$  composite deformed by friction stir processing, Proceedings of 1<sup>st</sup> International Joint Symposium on Joining and Welding, 査読有, (2013), pp. 453-457. <http://www.sciencedirect.com/science/book/9781782421634>

[学会発表] (計 20 件)

- ① Hisashi Sato, Jynya Maeda, Motoko Yamada, Yoshimi Watanabe, Effects of particle size on fabrication of Al-TiO<sub>2</sub> functionally graded

materials by centrifugal mixed-powder method, International Conference on Processing & Manufacturing of Advanced Materials, Processing, Fabrication, Properties, Application (Thermec 2016), 2016 年 5 月 29 日~2016 年 6 月 4 日, Messe Congress Graz, Austria.

- ② 佐藤尚, 金子祐也, 渡辺義見, Cu 合金への摩耗変質層形成挙動における加工硬化率の影響, 日本金属学会第 158 回春期講演大会, 2016 年 3 月 23 日~2016 年 3 月 25 日, 東京理科大学.
- ③ 中西諒, 佐藤尚, 渡辺義見, 内藤恭章, 野瀬哲郎, 純 Al への摩擦攪拌プロセスにて形成する集合組織, 日本機械学会 機械材料・材料加工部門 第 23 回機械材料・材料加工技術講演会(M&P2015), 2015 年 11 月 13 日~2015 年 11 月 15 日, 広島大学東広島キャンパス.
- ④ Hisashi Sato, Kousuke Fujimoto, Tomoyuki Tanaka and Yoshimi Watanabe, 3-dimensional microstructural observation of butterfly-type martensite in Fe-Ni-Cr-C alloy by serial sectioning method, International Conference on Solid-Solid Phase Transformation in Inorganic Materials 2015 (PTM2015), 2015 年 6 月 28 日~2015 年 7 月 3 日, Westin Whistler Resort & Spa, Canada.
- ⑤ 手島史貴, 佐藤尚, 渡辺義見, Al- $\text{Al}_3\text{Ti}$  複相材料への多軸鍛造に伴う硬質粒子破壊挙動, 日本金属学会第 156 回春期講演大会, 2015 年 3 月 18 日~2015 年 3 月 20 日, 東京大学.
- ⑥ 佐藤尚, 強加工を施した複相材料の硬質粒子分布と摩擦摩耗特性, 日本金属学会・鉄鋼協会 中国四国支部 第 121 回金属物性研究会「材料組織の三次元構造と力学的特性の結合」, 2014 年 12 月 25 日, 島根大学.
- ⑦ 森昭博, 北川真理子, 佐藤尚, 渡辺義見, Al- $\text{Al}_3\text{Ti}$  複相材料への異周速圧延に伴う  $\text{Al}_3\text{Ti}$  分散挙動, 軽金属学会第 127 回秋期大会, 東京工業大学.
- ⑧ 佐藤尚, 巨大ひずみ加工を施した Al-Ti 複相材料における  $\text{Al}_3\text{Ti}$  粒子分布の 3 次元解析, 公益財団法人軽金属奨学会 第 21 回課題研究成果発表会「高機能鋳造アルミニウム用微細化剤の創製に向けて」, 2014 年 6 月 12 日, スイスホテル南海大阪.
- ⑨ Hisashi Sato, Yoshito Miyamoto, Yoshimi Watanabe, Yasuaki Naito and Tetsuro Nose, Fragmentation behavior of  $\text{Al}_3\text{Ti}$  particles in Al- $\text{Al}_3\text{Ti}$  composite deformed by friction stir welding, The 1<sup>st</sup> International Joint Symposium on Joining and Welding (IJS-JW 2013), 2013 年 11 月 6 日~2013 年 11 月 8 日, ホテル阪急エキスポパーク.
- ⑩ 宮本義士, 佐藤尚, 渡辺義見, 内藤恭章, 野瀬哲郎, 摩擦攪拌プロセスによる Al- $\text{Al}_3\text{Ti}$  合金の組織変化, 日本金属学会第

153 回秋期講演大会, 2013 年 9 月 17 日～  
2013 年 9 月 19 日, 金沢大学.

- ⑪ 佐藤尚, 菱川貴久, 渡邊義見, ECAP 加工を施した Al-Al<sub>3</sub>Ti 複相材料における Al<sub>3</sub>Ti 粒子破壊挙動の 3 次元組織解析, 日本機械学会 2013 年年次大会, 2013 年 9 月 8 日～2013 年 9 月 11 日, 岡山大学.

〔図書〕 (計 0 件)

〔産業財産権〕

○出願状況 (計 0 件)

○取得状況 (計 0 件)

〔その他〕

ホームページ等

<http://watanabe-sato.web.nitech.ac.jp/>

## 6. 研究組織

### (1) 研究代表者

佐藤 尚 (HISASHI SATO)  
名古屋工業大学・大学院工学研究科・  
准教授  
研究者番号 : 50402649

### (2) 研究分担者

渡邊 義見 (YOSHIMI WATANABE)  
名古屋工業大学・大学院工学研究科・教授  
研究者番号 : 50231014

### (3) 連携研究者