

Al-Mg 合金における引張変形中 In-situ XRD/DIC 測定を用いたセレーシヨソ解析

Serration Analysis in Al-Mg Alloys by In-situ XRD/DIC Simultaneous Measurements

足立 大樹^a, 北野 竜也^a, 平田 雅裕^a, 一谷 幸司^b
Hiroki Adachi^a, Tatsuya Kitano^a, Masahiro Hirata^a, Koji Ichitani^b

^a 兵庫県立大学, ^b(株)UACJ
^a University of Hyogo, ^b UACJ Corp.

Al-Mg 合金において引張変形中に Portevin-Le Chatelier (PLC) バンドの形成に伴い生じるセレーシヨソの発生機構を調べるため、引張変形中においてデジタル画像相関 (DIC) 法を用いて PLC バンドの観察をしながら In-situ XRD 測定を行った。X 線照射領域において転位密度の急激な増加が観察されたと同時に PLC バンドが形成されていることが明らかとなり、セレーシヨソは、転位密度の急激な増加に伴う局所的な塑性変形量の増加に伴い、弾性変形量が減少したことによって生じることが明らかとなった。

キーワード： Al-Mg 合金、セレーシヨソ、転位密度、In-situ XRD 測定、画像相関法

背景と研究目的：

Al-Mg 合金は飲料缶のエンソ材などをはじめとして広く使用されているが、引張変形を行うとリューダース変形や、Portevin-Le Chatelier (PLC) バンドの形成と消失に伴うセレーシヨソが発生することが知られている。セレーシヨソは応力ひずみ曲線上において応力が不連続に上下する現象であり、これが発生すると、製品表面形状が悪化する。これらの局所変形を抑制するため、これまでセレーシヨソ形状と材料微細組織や変形条件の関係について数多くの研究がなされてきた[1, 2]。

セレーシヨソ発生原因として、Mg 原子に固着されていた転位が応力上昇により離脱し、可動転位となることによって応力低下が生じるという説が有力となっている。しかし、このようなミクロな素過程と、マクロ領域の変形挙動である PLC バンドの形成の相関、また、発生原因が転位の Mg 原子による固着と離脱によるのか、など未だ確定されていない。これは、PLC バンドの発生と消滅が 1 秒程度であることから、PLC バンド内部の微細組織変化を“その場 (In-situ)”観察する技術がこれまでになかったことにある。

PLC バンド内部の微細組織変化を引張変形しながら In-situ 測定するためには、少なくとも時間分解 0.2 秒以下の超高時間分解能での測定が必要である。筆者らはこれまで、高輝度 SPring-8 放射光と一元検出器を併用することによって高時間分解能での X 線回折測定を行い、X 線プロファイル解析により、照射領域における格子ひずみや転位密度の変化を測定してきた[3,4]。今回は、デジタル画像相関 (DIC) 法を用いることによって、試験片表面における局所ひずみ量の変化を捉え、引張変形中における PLC バンド発生と消滅を可視化し、Al-Mg 合金においてリューダースバンドや PLC バンドが照射箇所に発生した際における微細組織の変化を測定することを試みた

実験：

厚さ 1 mm の Al-2.5Mg 合金板材から、平行部長さ 20 mm、幅 5 mm の引張試験片を切り出し、BL46XU ゴニオメータ上に設置した小型引張試験機に取り付けた。引張方向は Z 軸方向であり、試験片表面に垂直に X 線を入射した。X 線エネルギーは 30keV、ビーム径は幅 2 mm、縦 0.05 mm である。透過方向から 18.5 度上方、カメラ長 720 mm に DECTRIS 製 6 連装 MYTHEN 一次元検出器を設置し、(111), (200), (220), (311), (222), (331)回折プロファイルを時間分解能 0.2 秒で測定した。初期ひずみ速度は $3.3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ である。また、試料表面における局所ひずみ量の変化を捉えるため、透過方向から水平方向 15°、カメラ長の位置に DIC 用カメラを設置した。

結果および考察：

図 1 に引張変化開始時における XRD プロファイル結果を示す。露光時間 0.2 秒であっても十分な回折強度が得られ、解析に問題ないことが確認できた。

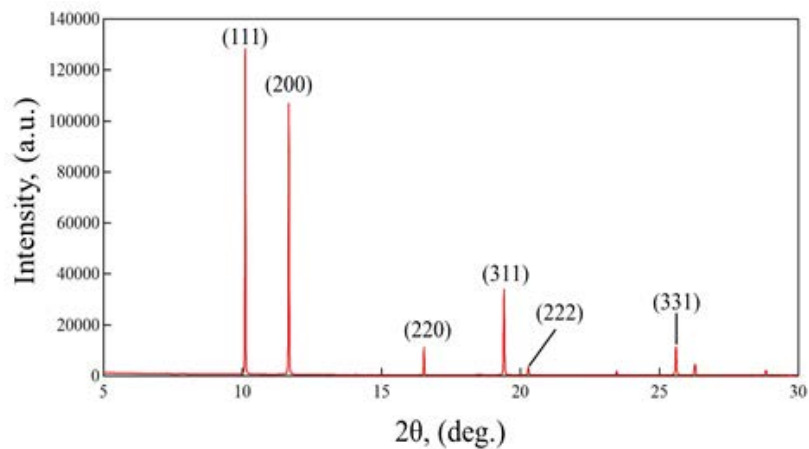


図 1. 引張変形開始時における、Al-2.5Mg 合金の XRD プロファイル (露光時間 0.2 s)

図 2 に In-situ XRD/DIC 測定中における荷重-時間曲線を示す。引張初期はセレーシヨンの応力振動幅が約 15 N と狭く、セレーシオン間隔は約 0.4 s であったが、250 s 以降の中期から後期にかけては荷重振動幅が約 30 N 程度まで増加し、セレーシオン間隔も 1.2 s 程度まで増加した。

図 3 に X 線照射領域においてセレーシオンが発生、消滅した時間周辺における荷重、転位密度、(111)面格子ひずみ量の変化を示す。なお、転位密度は(111), (200), (220), (311), (222), (331)回折プロファイルの半値幅と角度から Williamson-Hall 法を用いて算出した [3, 4]。格子ひずみは弾性変形量を示しており、荷重変化と非常に良い対応を示した。つまり、セレーシオンによる応力振動は弾性変形量の変化によって生じたと考えられる。

DIC 測定の結果から、X 線照射領域において、 $t = 333$ s 付近で PLC バンドが形成され、 $t = 333.5$ s 付近で消滅したことが確認された。このことから、荷重が徐々に増加したことにより PLC バンドが発生し、PLC バンドの消滅に伴い荷重が急激に減少したことが分かる。また、この区間において、転位密度が急激な上昇と同時に荷重や弾性変形量が急激に減少していることがあきらかとなった。これは転位の増殖によって PLC バンド内において塑性変形量が上昇したため弾性変形量が減少し、荷重が低下したと考えられる。

以上の実験結果から、Al-Mg 合金における PLC バンドの発生は局所領域における転位密度の急激な増加を伴うものであることが分かり、これまでに支持されてきた、転位の Mg 原子による固着と離脱がセレーシヨンの原因であるという説では、転位密度の急激な増加は説明できないことが明らかとなった。

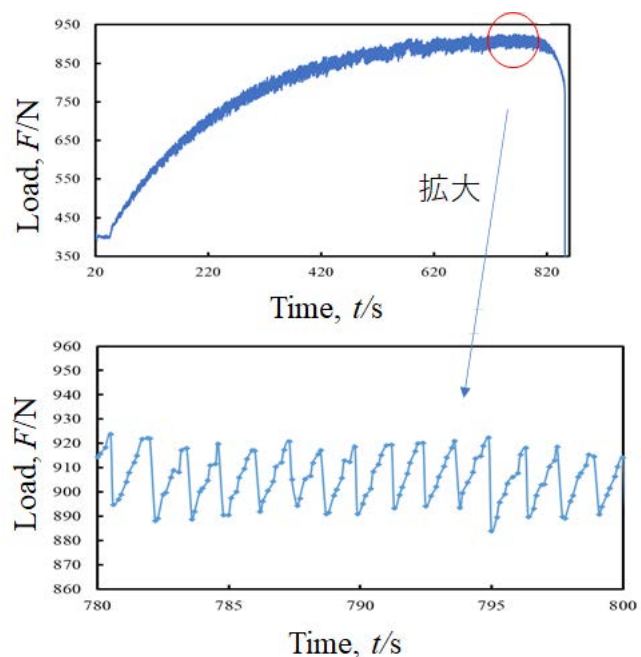


図 2. 引張変形中における荷重-時間曲線と、セレーシオン形状

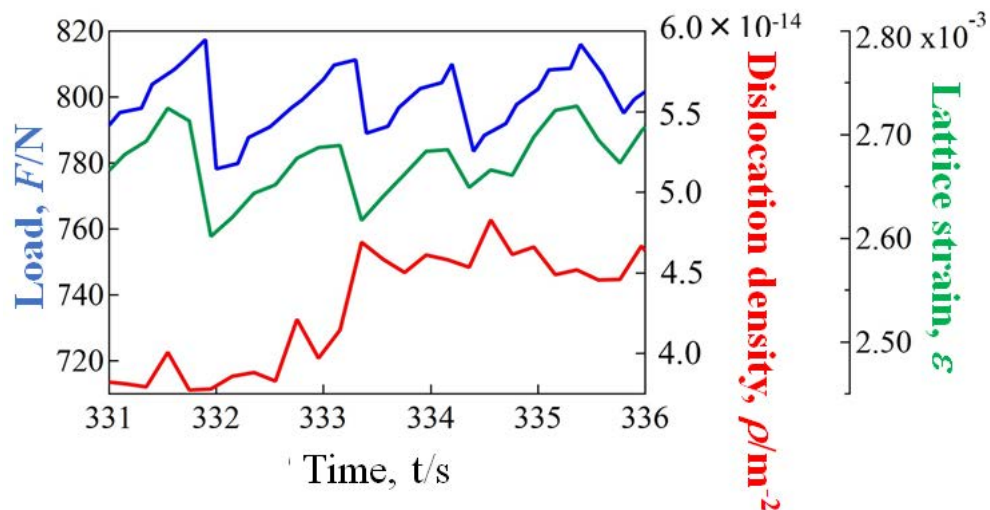


図 3. PLC バンド発生 (t=333 s) 消滅 (t=333.5) 時における荷重、転位密度、格子ひずみ変化

参考文献：

- [1] 松浦圭助, 日本金属学会誌、**31**, 1042 (1967).
- [2] 池野進, 日本金属学会誌、**47**, 231 (1983).
- [3] H. Adachi, *Mater. Trans.* **56**, 67 (2015).
- [4] H. Adachi, *Mater. Trans.* **62**, 62 (2021).