

超微細結晶粒アルミニウムにおける特異現象
「焼鈍による硬化、変形による軟化現象」の変形機構の究明
–*In-situ* X線回折法を用いた引張変形中および応力緩和中の転位密度測定–
**Deformation Mechanism of a Peculiar Phenomenon: “Hardening by
Annealing and Softening by Deformation” in Ultrafine-grained Aluminum
–Evaluation of Dislocation Density during Tensile Deformation and Stress
Relaxation by *In-situ* X-ray Diffraction Technique–**

國峯 崇裕^a, 高 斯^b
Takahiro Kunimine^a, Si Gao^b

^a金沢大学, ^b京都大学
^aKanazawa University, ^bKyoto University

超微細結晶粒アルミニウムで観察された特異現象である「焼鈍による硬化、変形による軟化」の理解の深化を目指し、超微細粒まま材や超微細粒焼鈍材の引張変形中の転位密度の変化を *In-situ* 測定により明らかにする。また応力緩和試験で変形の活性化体積を求めながら、同時に転位密度の変化を *In-situ* 測定することで、塑性変形機構を考察する際に指標となる活性化体積と転位密度の同時測定を試みた。ARB 7C 材に比較して、ARB 7C 材に 100°C で 30 分間焼鈍を施した試験片の方が初期転位密度は低かったが、最大転位密度は高くなった。

キーワード： アルミニウム、超微細結晶粒、転位密度、焼鈍、引張試験、応力緩和試験

背景と研究目的：

超微細結晶粒アルミニウムでは、従来の粗大な結晶粒を有したアルミニウムとは異なる種々の特異な現象が実験的に確認されている。例えば、粗大粒アルミニウムでは焼鈍により軟化し、変形により硬化するが、超微細結晶粒アルミニウムではこれとはまったく逆の現象、すなわち焼鈍により硬化し、変形により軟化することが確認されている[1]。またこの現象は、巨大ひずみ加工が進行すればさらに顕著に現れることが確認されている[2]。この特異現象は、超微細結晶粒アルミニウムの変形機構が、粗大結晶粒材のそれと異なることを示唆する一つの実験事実である。この特異現象に関して、超微細結晶粒アルミニウムでは、比較的低い温度で焼鈍すると、結晶粒内の塑性変形の担い手である可動転位密度が低下し、変形しにくくなるために焼鈍による硬化が起こり、また焼鈍後のその後の圧延により、結晶粒内の可動転位密度が増加するために変形により軟化すると考えられている。

本課題では、上記の特異現象の理解の深化を目指し、超微細粒まま材や超微細粒焼鈍材の引張変形中の転位密度の変化を *In-situ* 測定により明らかにする。また応力緩和試験で変形の活性化体積を求めながら、同時に転位密度の変化を *In-situ* 測定することで、塑性変形機構を考察する際に指標となる活性化体積と転位密度の同時測定を試み、特異現象「焼鈍による硬化、変形による軟化」のより定量的な理解を得ることを達成目標とする。

実験：

供試材として Al(A1100)の板材を用いた。この板材に対して、巨大ひずみ加工の一種である繰り返し重ね接合圧延 (Accumulative Roll Bonding: ARB) を 7 サイクル (7C) 施して超微細結晶粒 Al を作製した。この ARB 7C 材 (超微細結晶粒材)、およびこれらの ARB 7C 材に 100°C から 300°C の種々の温度で焼鈍を施し様々な結晶粒径を有した焼鈍材、加えて ARB 7C 材に 100°C で焼鈍後に 10%圧延を施した圧延材を準備し、SPring-8 の BL46XU において、*In-situ* X 線回折法により引張試験、および応力緩和試験を行った。これらの実験は、供試材の引張変形中、および応力緩和中の転位密度の測定を目的としており、1 次元検出器 MYTHEN を用いた *In-situ* X 線回折法によ

り引張試験、および応力緩和試験を BL46XU のゴニオメータ上に設置した引張試験機を使用して実験を行った。今回使用した X 線のエネルギーは 30 keV とした。実験に使用した引張試験片のゲージ長を 10 mm、ゲージ幅を 5 mm、ゲージ厚さ 1 mm とし、試験片の平行部の中央部分に X 線があたるように位置調整し、透過方向から 22.5° 上方に次元検出器 MYTHEN を 6 台連結したものを設置した。このとき、引張試験片と MYTHEN 間の距離は 733.96 mm であった。引張試験は室温にて、ひずみ速度 $\dot{\epsilon} = 8.3 \times 10^{-4}$ で引張試験片が破断するまで行った。応力緩和試験は室温にて、ひずみ速度 $\dot{\epsilon} = 8.3 \times 10^{-4}$ で引張変形させた後、目標とする応力値においてクロスヘッドを停止させ 60 秒間応力を緩和させた。その後、再度ひずみ速度 $\dot{\epsilon} = 8.3 \times 10^{-4}$ で引張変形させた後に次に目標とする応力値においてクロスヘッドを停止させ応力緩和を行うプロセスを引張試験片が破断するまで繰り返した。

結果および考察：

すべての引張試験中、および応力緩和試験中において、X 線回折プロファイルを得ることができた。観察された (111)、(200)、(220)、(311)、(222) 面の回折ピーク角度と半値幅を測定し、半値幅から Williamson-Hall 法を用いて転位密度を求めた[3]。図 1 (a) に ARB 7C 材の応力-ひずみ曲線と転位密度の変化を示す。また図 1 (b) に ARB 7C 材に 100°C で 30 分間焼鈍を施した試験片の応力-ひずみ曲線と転位密度の変化を示す。どちらの試験片においても、転位密度は変形の進行に伴い増加し、破断により転位密度が急激に低下する現象が観察された。ARB 7C 材に比較して、ARB 7C 材に 100°C で 30 分間焼鈍を施した試験片の方が初期転位密度は低かったが、最大転位密度は高くなった。現在、その他の熱処理条件の試験片の結果や、応力緩和試験の結果から得られる活性化体積の変化を解析中であり、これらの結果と合わせて特異現象「焼鈍による硬化、変形による軟化」のより定量的な考察を進めて行く。

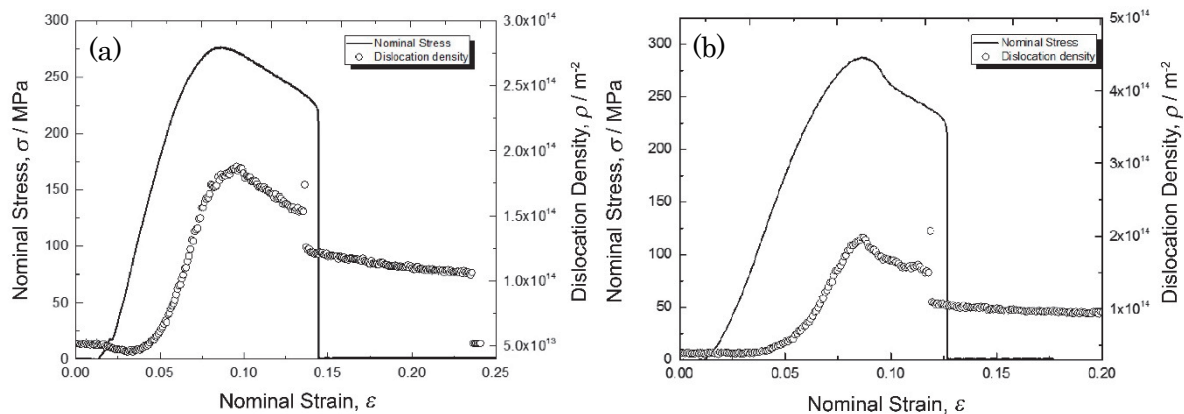


図 1. (a) ARB 7C 材、および (b) ARB 7C 材に 100°C、30 min の焼鈍を施した引張試験片の応力ひずみ曲線と転位密度の変化

今後の課題：

アルミニウム以外の材料においても「焼鈍による硬化、変形による軟化」現象の報告があるため、これらの材料においても同様に実験を行い、今回の結果と照らし合わせて考察を行う必要があるだろう。

参考文献：

- [1] X. Huang et al., *Science*, **312**, 249 (2006).
- [2] D. Terada et al., *J. Mater. Sci.*, **43**, 7331 (2008).
- [3] 足立大樹 他、*軽金属*, **64** (10), 463 (2014).