430

ECAP 法により作製した超微細結晶 Al の変形機構

同志社大学 〇宮本博之、同志社大学[院] 大田健作、御牧拓郎

Deformation mechanism of ultra-fine grain Al processed by ECAP Hiroyuki MIYAMOTO, Kensaku Ota and Takuro MIMAKI

1緒 言

近年サブミクロンオーダーの粒度の超微細結晶(Ultra Fine Grain:UFG)材は、高い強度を示し、さらに他の方法 で強化された材料と比べて強化後も大きい延性を保つ ことなどから注目され、研究が進められている¹⁾⁻⁵⁾. こ の特徴的な性質は,非平衡粒界での粒界拡散が活性化さ れるために起こると考えられる. 高い延性はネッキング の抑制を表すひずみ速度感受性(SRS)と関係があると考 えられる. 超微細結晶材の SRS はこれまでにもいくつか 報告されている³⁾⁻⁵⁾. Wei らは, UFG 材料の SRS につ いて粗粒(CG)材と比較すると、fcc は増加したが、bcc は 減少したと報告した³⁾. May らは, UFG 材は温度の上昇 に伴い SRS が上昇し, 粗粒(CG)材と比較するとその差が 大きくなったと報告している4).変形メカニズムを調べ る上で温度の依存性を調べることは重要だが、200℃付 近になると UFG 材は粒成長をして結晶粒が粗大化する と考えられる.液体窒素中のような極低温の変形の場合, 粒界拡散が抑制されるので、常温とは異なった結果が得 られると考えられるが、ほとんど報告されていない.

以上より,本研究では ECAP 法により超微細結晶粒ア ルミニウムを作製し,室温(293K)と液体窒素中(77K)で幅 広いひずみ速度(1.6×10³-3.2 s⁻¹)の引張試験を行う.そ して常温,極低温の違いに注目し,UFG 材の塑性変形に おける律速機構を調べる.

2 実験方法

2.1 試験片

本研究の供試材には、工業用純アルミニウム(A1050) を用いた.UFG 材は、断面の等しい直角に折れ曲がった 穴を有するダイスを用いて、供試材に ECAP 法を施し作 製する.ECAP 法によるアルミニウム合金の加工では、8 パスで UFG 組織になることがわかっているので、本研 究でも8パスを施し、UFG 組織を作製した.

UFG 組織を有する材料と,供試材の未処理のものを旋 盤により I 型試験片を作製する.未処理材には, I 型試 験片作製後, 573K, 30 分焼鈍を行い,これを粗粒材(CG 材)とした.

2.2 引張試験

静的,準静的引張試験は,島津製作所製 AUTO GRAPHAG -100KN1を用いて,平均ひずみ速度は1.6× 10⁻¹~3.2 s⁻¹で行った.試験温度は常温(297K)と低温(液 体窒素中:77K)で行った.

2.3 組織観察

試験後の試験片を約φ3mm×1mm に放電加工機にて 切り出し, 湿式研磨紙で厚さおよそ0.1mm まで薄くした. その後, 電解研磨にて薄膜を作製して, 透過型電子顕微 鏡(TEM)にて観察した. 観察する方向はすべて TD 方向 から行った.

3 結果及び考察

各条件の引張試験より得た真応カーひずみ線図を Fig.1 に示す.結晶粒径が小さいほど強度が大きいとい われるように、UFG 材は CG 材と比べ大きい流動応力を 示した.常温の(a),(b)を見ると、UFG 材はひずみ速度に よる流動応力の依存性が見られるが、CG 材を見るとそ れがほとんど見られなかった.UFG 組織になることでひ ずみ速度の感受性が増加するということは、Wei ら³⁾ や May ら⁴⁾ の銅の結果と一致していた.





また、CG材では加工硬化域が見られるが、UFG材では それがほとんど見られなかった. Valiev らは、転位が結 晶粒界で吸収、消滅すし、そのために転位密度と流動応 力が一定になる報告している¹⁾.

一方, (c), (d)を見ると, ひずみ速度の増加と伴い流動 応力の増加しているのが見られる. 転位の消滅は拡散律 速過程であるので, 低温になることで転位の消滅が起こ りにくくなる. そのために, 転位の堆積が起こり, 加工 硬化域が見られた.

引張強さのひずみ速度感受性については、CG材に関し て常温では向井ら^{7).8)}に報告されたとおりほぼ0であ ったが、液体窒素中になると傾きが大きくなった.しか し、UFG材は常温、液体窒素中共にひずみ速度依存性が 見られた.SRS、すなわちm値(= $\partial \sigma / \partial \epsilon$)はUFGの常 温で0.028、低温で0.014であった.UFG材の室温の値 は、Hayes らの報告した値⁵⁾とほぼ同じだった.温度に より値に違いがあることより、UFG材のSRSは温度に よる依存性があることがわかる.

活性化体積を求めるために行ったひずみ速度急変実 験(1.6×10³-1.6×10²)の結果を Fig.2 に示す.これより, CG 材の常温ではほとんどひずみ速度依存性が見られた が,低温では変形の進行に伴い明確に応力差が生じてい た.一方,UFG 材では常温,低温共にひずみ速度の変化 による応力差が明確に見られ,常温でより大きかった.



Fig.2 Nominal Stress-Strain curves of strain-rate jump tests at 1.6x10⁻³ and 1.6x10⁻² for UFG and CG aluminum in homologous temperature (293K) and in liquid nitrogen (77K)

引張速度急変実験より得た応力を用いて、活性化体積を Eq.1 より求めた⁹.

$$v^* = kT \frac{\ln(\dot{\gamma}_2/\dot{\gamma}_1)}{(\tau_2 - \tau_1)}$$
(1)

この式で, k:ボルツマン定数, T:温度, γ:ひずみ 速度, r:せん断応力である. せん断応力は引張応 力をテイラー因子 M(Alは fcc 金属なので 3.06) で割った値を採用した。. 各々の活性化体積は常温, 極低温共に変形が進むにしたがって小さくなって おり,最終的な値は CG 材の常温で約 1000 b³,低 温で約 100 b³, UFG 材の常温で約 140 b³, 低温で 約70b³となった(Fig.3). CG 材, UFG 材共に低温 で常温より小さい値を示したことより、低温で転 位密度が大きくなったことがわかる.転位密度が 増加したことにより,変形中に結晶粒内で転位同 士の切り合いが多くなる.転位同士が切り合いを することで,転位は熱活性化運動をするのでひず み速度の依存性が表れる. そのために、CG 材では 低温になることで転位密度が増加したためにひず み速度依存性が生じたといえる.一方,UFG 材で

は低温で活性化体積が低下したにもかかわらず, 常温でよりひずみ速度の依存性が見られた.これ は,UFG 材は粒界拡散が活性化されることが原因 で起こったと考えられる.





参考文献

- 1) Valiev RZ, Islamgaliev K, Alexandrov A. Prog.Mater.Sci 2000;45: 103
- Zhu YT, Liao XZ. nature materials 2004; 351
- 3) Wei Q, Cheng S, Ramesh KT, E.Ma. Mater.Sci.Eng. 2004;A381: 71
- May J, Hoppel HW, Goken M. Mater. Sci. Forum 2006; 503-504:781
- 5) Hayes RW, Witkin D, Zhou F, Lavernia EJ. Acta Mater 2004:52:4259
- 6) Iwahashi Y, Horita Z, Nemoto M, Langdon TG, Acta Mater 1997; 45 :4733
- Mukai T, Kawazoe M, Higashi K. Mater. Sci. Eng 1998;A247: 270
- 8) Mukai T, Kawazoe M, Higashi K. Nanostruct. Mater 1998; 10:755
- 9) 加藤雅治,入門転位論,100-110,123-124