

ACDC 法による純アルミニウム(炭素鋼)の結晶粒超微細化

東北大学 金属材料研究所

助教 紙川尚也

(平成 21 年度 奨励研究助成 AF-2009030)

キーワード: 超強加工, 結晶粒超微細化, 力学特性

1. 研究の目的と背景

平均結晶粒径 $1\mu\text{m}$ 以下の超微細結晶粒組織を有する金属材料は、高強度、高靱性、高疲労特性といった種々の優れた力学特性を示すことから、次世代の構造用金属材料として実用化されることが期待されている [1-4]。結晶粒超微細化は、合金元素の添加を必要とせず、単純な組成で金属の高強度化・高靱性化が可能なることから、低コストでリサイクル性に優れた環境に優しい組織制御法として、近年注目されている組織・特性制御法である。特に、構造用バルク金属材料の結晶粒超微細化を考えた場合、超強加工が有効である。超強加工とは、通常の通常の塑性加工法では到達できない極めて大きな塑性ひずみを付与することにより金属材料の結晶粒超微細化を実現できる加工プロセスである。バルク金属材料への適用が可能な超強加工法として、high pressure torsion (HPT)法、equal channel angular extrusion (ECAE)法、accumulative roll-bonding (ARB)法などが考案されている(図1) [5]。このうち、HPT [6]、ECAE [7]は、現在最もよく用いられている超強加工法であるが、いずれもバッチプロセスであるため超微細材料の連続製造には適していないことや、加工装置が特殊であることからその大型化が難しく比較的小さな試験片にしか適用できないという欠点がある。一方で、ARB [8]は、圧延を基本プロセスとする超加工法であることから、超微細材料の連続製造が可能であり、実用上特に重要な加工法である。しかしながら、ARB 加工を行うためには、1パス大圧下の圧延が可能な大型の圧延機が必要になり、実験室規模では容易に実施することはできないという欠点がある。

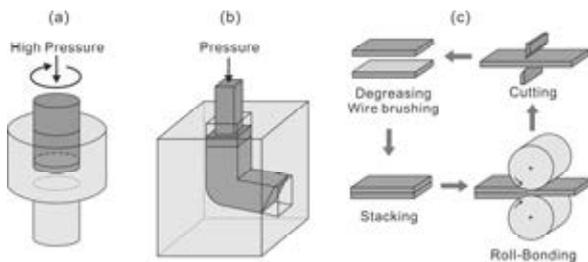


図1 種々の超強加工プロセス。(a) HPT, (b) ECAE, (c) ARB.

ある。

そこで本研究では、ARB 法の原理を下に、繰り返しチャンネルダイ圧縮接合(accumulative channel-die compression-bonding; ACDC)という加工法を新たに考案した。ACDC プロセスの有用性を検討することを目的として、その純アルミニウムへの適用を試みた。

2. 繰り返しチャンネルダイ圧縮接合 (accumulative channel-die compression-bonding; ACDC)

本研究で新たに考案した ACDC 法の原理図を図2に示す。ARB 法は図1(c)に示したように、板材の圧延を繰り返すことにより試料に大ひずみの加工を導入するプロセスであるが、ACDC 法では、チャンネルダイを用いて、幅広がりや抑制した平面ひずみ圧縮加工を繰り返し施す手法である。平面ひずみ圧縮加工は、通常の圧延加工を模擬できる塑性加工法としてよく用いられる手法であるが、これを繰り返し行うことで通常の方法では到達し得ない大ひずみ加工を実現することができる。ARB 法と ACDC 法は、原理的には同様の手法であるが、前者は大型圧延機を使用する必要があるのに対して、後者は通常のプレス機にチャンネルダイを取り付けることによって加工ができるため、実験室規模でも比較的容易に試料作製が可能である。

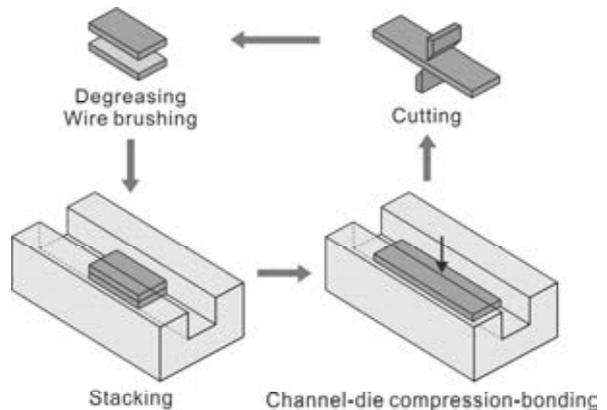


図2 ACDC プロセスの原理図.

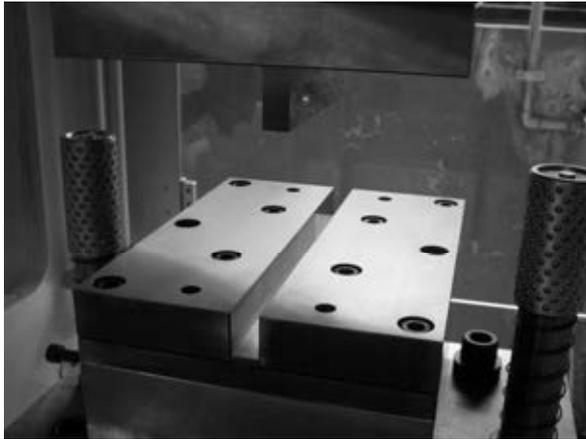


図3 ACDC用チャンネルダイの概観写真。

る。本研究では、アサイ製 EFP300H 油圧プレス機にチャンネルダイを装着して、ACDC 加工を行った。図3はその概観写真である。

3. 実験方法

本研究では、ACDC 法適用の最初の試みとして、純アルミニウムを用いて実験を行った。結晶粒径数百 μm の完全再結晶組織を有する純度 99.99%の高純度アルミニウムを出発材として用いた。出発材を板厚 20 mm、板幅 15 mm、長さ 70 mm のスラブ状試験片に切り出した。ダイス表面に潤滑油を塗布した状態で試料をダイス溝に挿入し、圧下率 50%の平面ひずみ圧縮加工を室温で施した。50%圧縮加工後、10 mm 厚になった試験片を長手方向に切断し、接合表面に対して脱脂・ワイヤブラッシングの表面処理を施して、2枚の試験片を積層した。積層した板材に対して、再び圧下率 50%のチャンネルダイ圧縮接合を行った。このとき、プレス速度を 1.0 mm s^{-1} で一定とした。平均ひずみ速度は $8.0 \times 10^{-2}\text{ s}^{-1}$ である。切断、表面処理、積層、圧縮接合のプロセスを1サイクルのACDC加工と称し、これを最大10サイクルまで繰り返した。1サイクルACDC後に導入される相当ひずみは0.8であるため、10サイクルACDC後には相当ひずみ8.0の大加工が実現される。得られた試料に対して、後方散乱電子線回折(electron backscatter diffraction; EBSD)測定、透過電子顕微鏡(transmission electron microscope; TEM)を用いて組織観察を行った。また試料の機械的性質を室温引張試験により評価した。平行部12 mm、標点間距離10 mm、平行部幅5 mm、板厚1 mmの板状試験片を用いて、クロスヘッド一定速度 0.5 mm min^{-1} (初期ひずみ速度 $8.3 \times 10^{-4}\text{ s}^{-1}$)で試験を行った。引張試験中の伸びは、クリップ式伸び計を用いて測定した。

比較のため、通常の圧延加工を施した試料も作製し、その組織と機械的性質を調べた。ACDC の出発材として用いた高

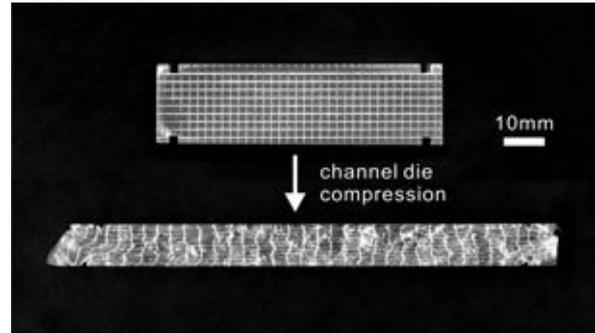


図4 ACDC加工後のメタルフロー。

純度アルミニウムと同一の試料を用いて、圧下率30%~97%の種々の加工を施した。97%圧延後に導入される相当ひずみは4.0である。冷間圧延材の出発材の板厚を30 mmとしたため、97%圧延後に得られる試料の板厚は0.9 mmであった。得られた試料に対して、EBSD測定、TEM組織観察、室温引張試験を行い、ACDCの結果と比較した。

4. 実験結果

4.1 格子線法によるメタルフロー観察

ACDCによって導入される変形あるいはひずみ量が、試料中で均一であるかどうかを確認するため、格子線法により変形前後でのメタルフローの変化を観察した。板厚20 mm、板幅15 mm、長さ70 mmの出発材を板幅方向に二等分して、切断面を研磨し鏡面に仕上げた後、研磨面に対して3 mm間隔の格子状けがき線を入れた。その後、試料を二等分した片方の試験片と針金で固定し、圧下率50%のチャンネルダイ圧縮変形を施して、加工後のメタルフローを観察した。図4に、加工前後の格子線模様の写真を示している。いずれの領域においても、加工前に正方形であった格子模様が、圧縮変形後には板厚方向に1/2倍、長手方向に2倍に変化している様子が観察できる。すなわち、理想的な圧延変形である平面ひずみ圧縮に近い変形が、試料内部の広い範囲で均一に導入されていると考えられる。本研究では、2サイクル以降のACDC加工においても同様の平面ひずみ圧縮変形が均一に導入されていくものと仮定する。

4.2 機械的性質

種々のひずみ量までACDC加工を施した試料に対して、室温引張試験を行った。図5に公称応力・公称ひずみ曲線を示している。また応力ひずみ曲線より、0.2%耐力($\sigma_{0.2}$)、引張強さ(σ_{UTS})、均一伸び($\epsilon_{uniform}$)、全伸び(ϵ_{total})を求めて、ひずみ量の増加に伴う変化をプロットした(図6)。このとき、比較材として作製した圧延材の結果も同時にプロットしている。サイクル数が増加するにつれて、0.2%耐力、引張強さともに増加してい

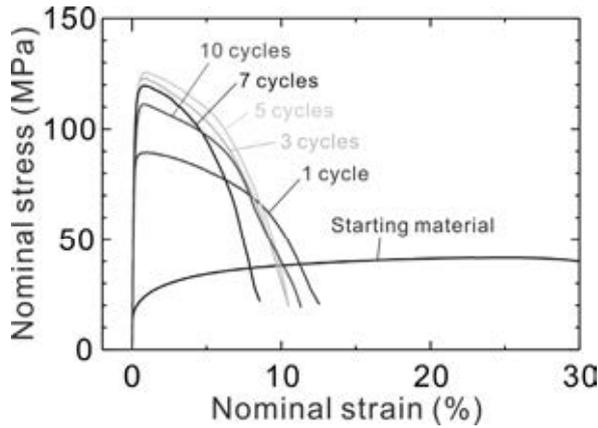


図5 ACDC 材の公称応力・公称ひずみ曲線

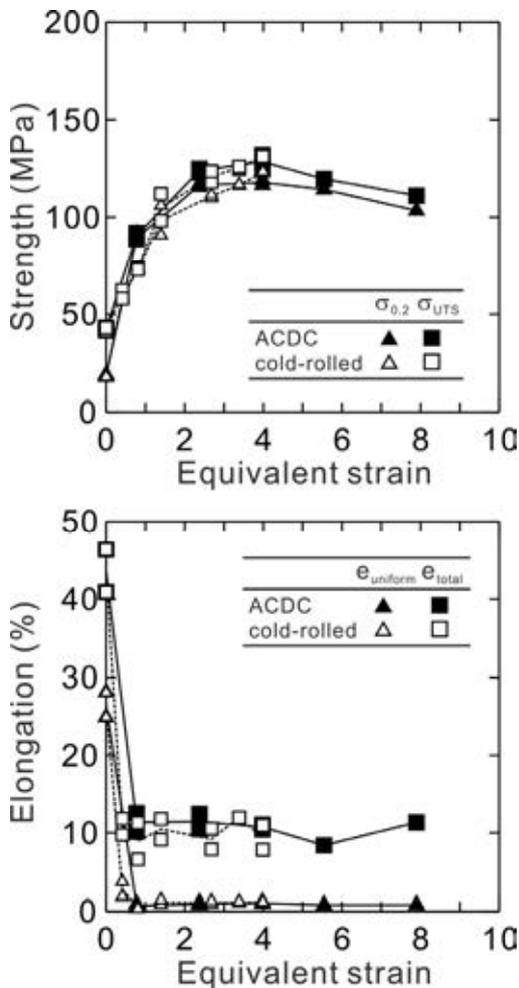


図6 ACDC 材の強度・延性

くが、5 サイクル ACDC 材で最大値を示し、その後緩やかに減少していく傾向が見られる。10 サイクル ACDC 材の引張強さは約 110 MPa であり、出発材に比べて 3 倍程度まで高強度化している。一方、均一伸びは、1 サイクル ACDC 後急激に減少して 1% 程度の低い値を示しており、その後、ひずみを増

加させても大きな変化は見られない。それに対して、ACDC 材の局部伸びは比較的大きく、1 サイクル ACDC 以降、いずれも、10% 程度の全伸びを示している。

冷間圧延材の引張試験より得られたデータと ACDC 材の結果を比較したところ、少なくとも圧下率 97% までの領域では、強度・延性ともに、両者は非常に良い一致を示している。このことは、ACDC 法により、通常の圧延と同様の変形が実現できていることを意味している。

4.3 組織観察

ACDC 加工した試料の組織を TEM および EBSD 測定により観察した。十分大きなひずみ量の加工を施した試料として、10 サイクル ACDC 材の組織観察を行った。組織観察は、ACDC 試験片の板厚中央付近から切り出して行った。図 7 に TEM 写真を示している。図中の CD は試験片の圧縮方向、LD は長手方向である。試料の長手方向に伸長した、比較的等軸的な超微細粒組織が形成されている。これらの超微細粒の平均粒径は約 700 nm であり、ACDC による超強加工によって結晶粒超微細化が達成されている。ここに見られる組織は、ARB により超強加工を施された純アルミニウムにおいて見られる組織と酷似している [9]。図 8 は、10 サイクル ACDC 材の EBSD 測定より得られた粒界の方位差マップである。図中の緑線は方位差 15° 以上の大角粒界を示しており、赤線は方位差 15° 未満の小角粒界を示している。方位差 2° 未満の粒界については、EBSD

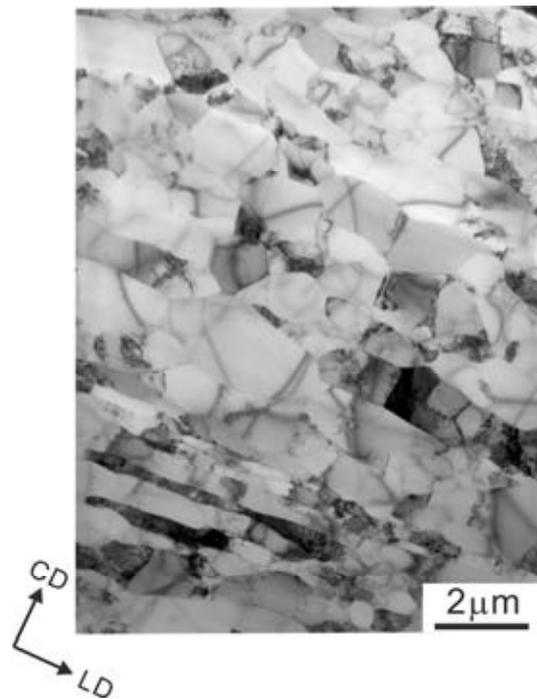


図7 10 サイクル ACDC 材の TEM 組織

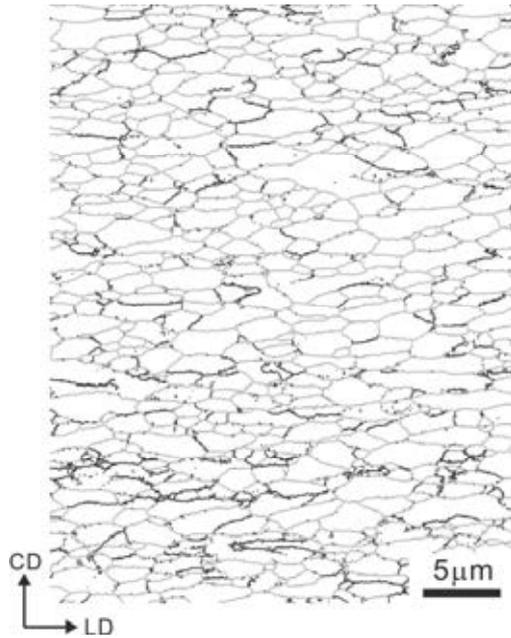


図8 10 サイクルACDC 材のEBSD・粒界マップ。

測定では正確に検出することができないため、解析から除外している。図8に示すように、試料中に形成されている粒界の多くが方位差 15° 以上の大角粒界であり、ACDCによる超強加工によって大角粒界から成る超微細結晶粒組織が形成されていることが確認された。

5. 結論

構造用金属材料の結晶粒超微細化を実現する新たな超強加工法として、繰り返しチャンネルダイ圧縮接合(accumulative channel-die compression-bonding; ACDC)プロセスを考案し、高純度アルミニウムへの適用を試みた。10 サイクルACDCにより、大部分が大角粒界で囲

まれた超微細粒組織が試料内部に形成されていることを確認した。また、試料の強度は、出発材の3倍程度まで向上していた。本研究により、ACDC法は、圧延変形を模擬できる超強加工法として利用できることが示された。今後、アルミニウム合金や鉄鋼材料にも適用し、ACDCの基礎的研究に関する実験的知見を蓄積していく予定である。

謝辞

本研究は、天田金属加工機械技術振興財団による平成21年度奨励研究助成(AF-2009030)を受けて遂行されたものである。ここに感謝の意を表す。また、ACDC加工を行うにあたり、アサイ製EFP300H油圧プレス機を使用させて下さった東北大学金属材料研究所 千葉晶彦教授、松本洋明助教に深く感謝する。

参考文献

- [1] Meyers MA, Mishra A, Benson DJ (2006) Prog in Mater Sci 51:427
- [2] Tsuji N, Ito Y, Saito Y, Minamino Y (2002) Scripta Mater 47:893
- [3] Wang Y, Chen M, Zhou F, Ma E (2002) Nature 419:912
- [4] Kimura Y, Inoue T, Yin F, Tsuzaki K (2008) Science 320:1057
- [5] 紙川尚也 (2010) まてりあ 6: 280
- [6] Bridgeman PW (1952) Studies in Large Plastic Flow and Fracture, McGraw-Hill, New York
- [7] Segal VM (1995) Mater Sci Eng A197:157
- [8] Saito Y, Ustunomiya H, Tsuji N, Sakai T (1999) Acta Mater 47: 579
- [9] Kamikawa N, Huang X, Tsuji N, Hansen N (2009) Acta Mater 57:4198