

転載不可

アルミニウムにおける 置換型固溶元素が引張変形中の 転位密度変化に及ぼす影響



兵庫県立大学 材料・放射光工学専攻

○足立大樹

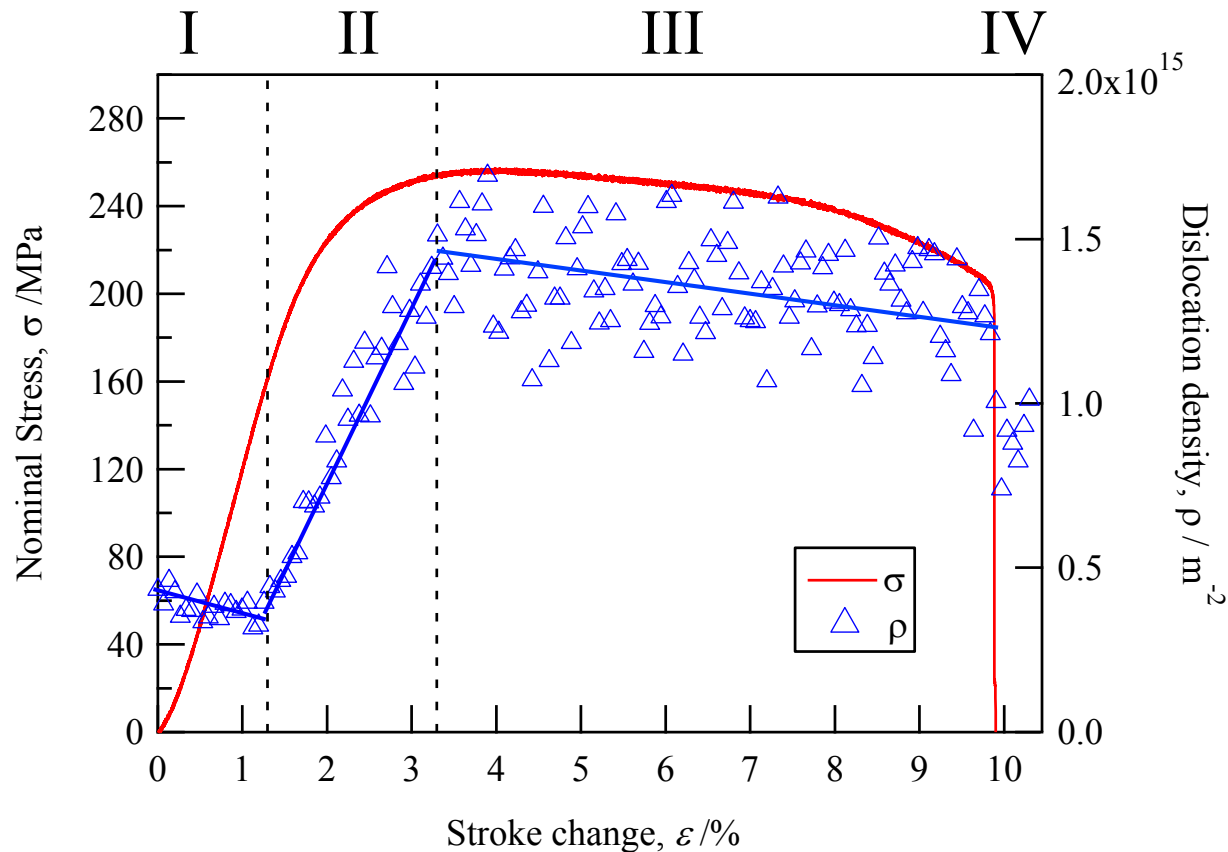
背景

放射光を用いたIn-situ XRD測定により、
変形中の転位密度変化を高時間分解能で測定可能と
なっており、
結晶粒径による転位増殖挙動の変化について明らか
にしてきた*

* H. Adachi et al., Mater. Trans., Vol.56(2015), 671-678.
H. Adachi et al., Mater. Trans., Vol.57(2016), 1447-1453.



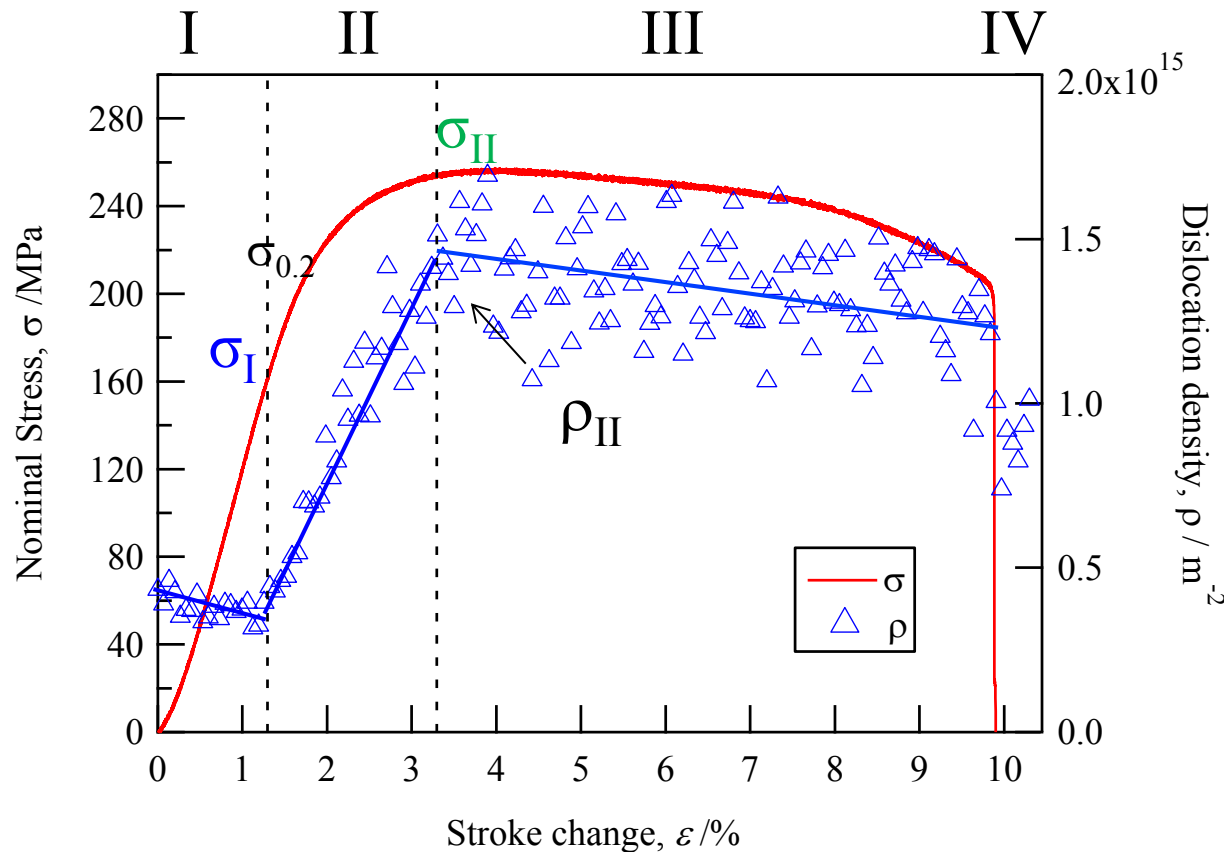
微細粒純Alにおける転位密度変化($d=260\text{nm}$)



- stage I : ほぼ弾性変形 領域
- stage II : 弾性+塑性変形 領域
- stage III: ほぼ塑性変形 領域
- stage IV: 破断に伴う除荷による転位密度減少



微細粒純Alにおける転位密度変化($d=260\text{nm}$)

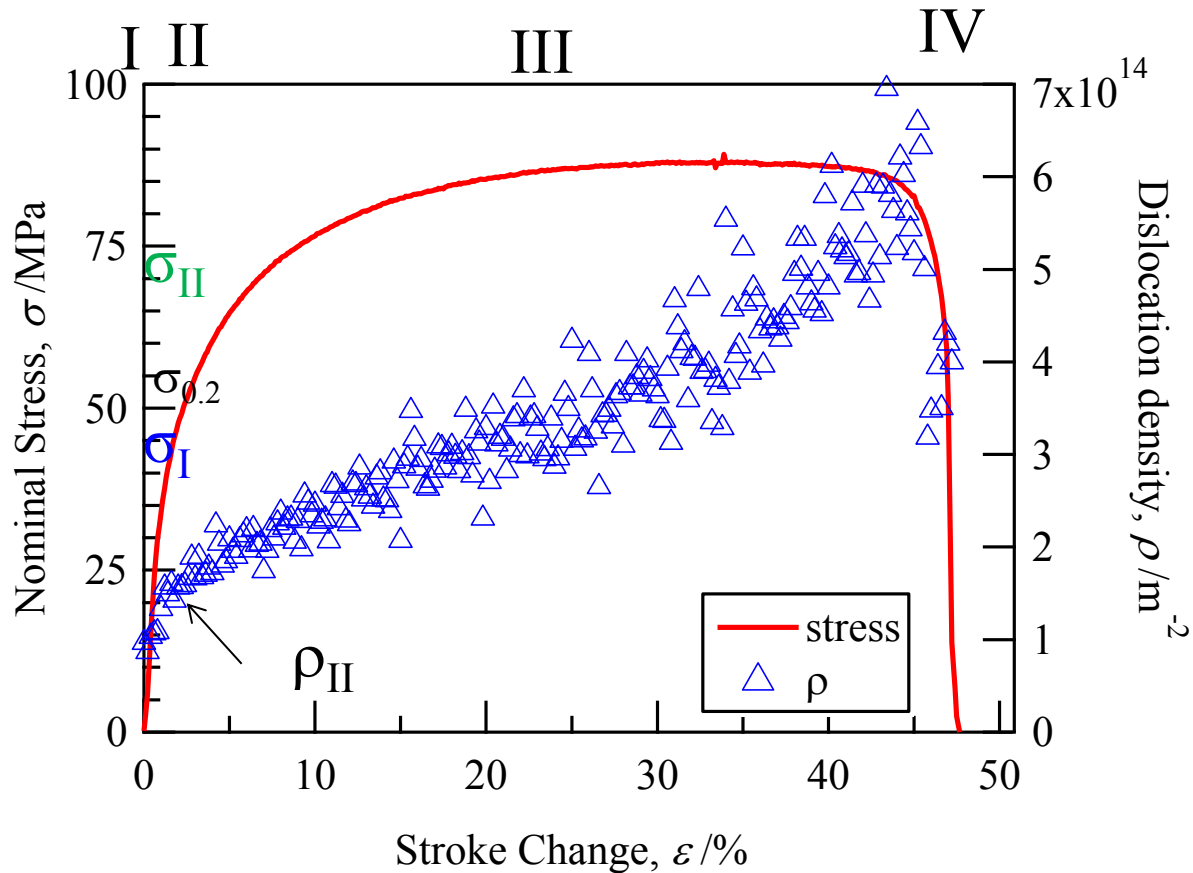


二種類の降伏応力が存在し、 $\sigma_{0.2}$ と大きく値が異なる

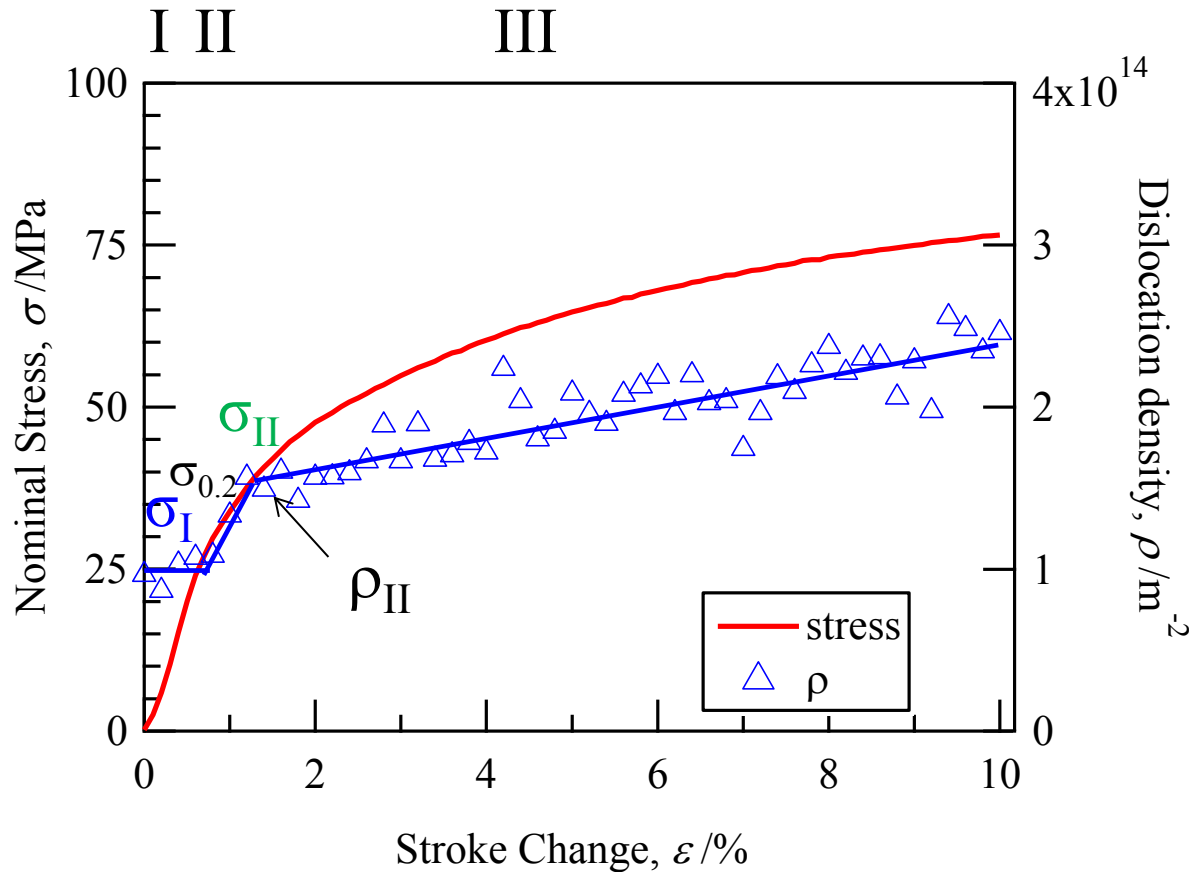
1. σ_I : 転位が増殖しはじめ、塑性変形が開始される応力
2. σ_{II} : 塑性変形のみで変形が進行するために必要な転位量 ρ_{II} まで増加した応力



粗大粒純Alにおける転位密度変化($d=25\mu\text{m}$)



粗大粒純Alにおける転位密度変化($d=25\mu\text{m}$)

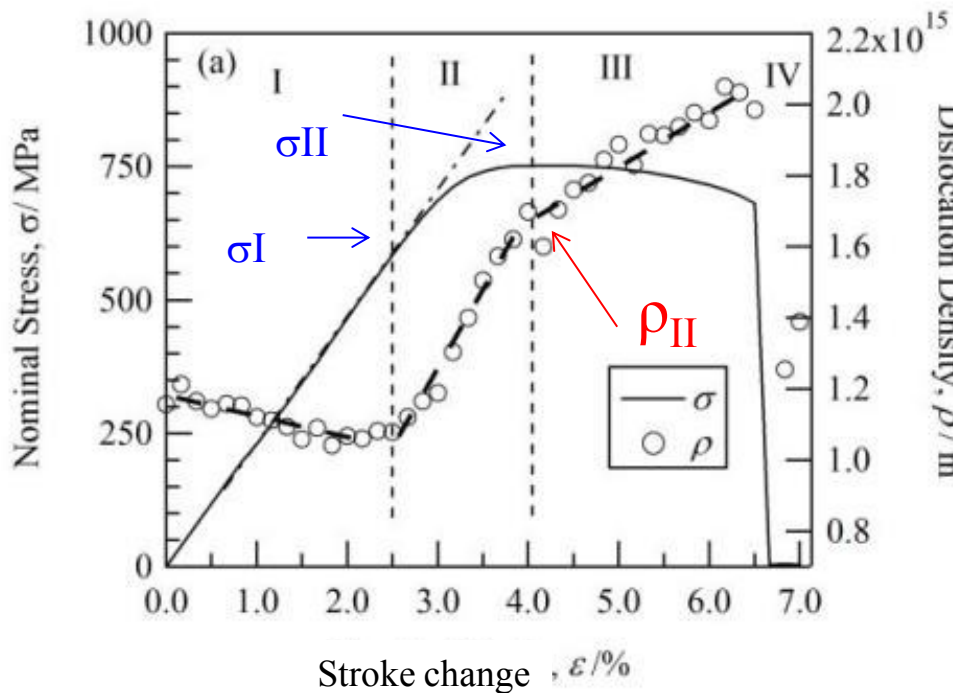


粗大粒材では ρ_{II} が低く、領域I, IIが短い
→そのため、 $\sigma_{0.2}$ と σ_I と σ_{II} はほぼ同じ値を示し、
これまでこれらを区別する必要性が小さかった。

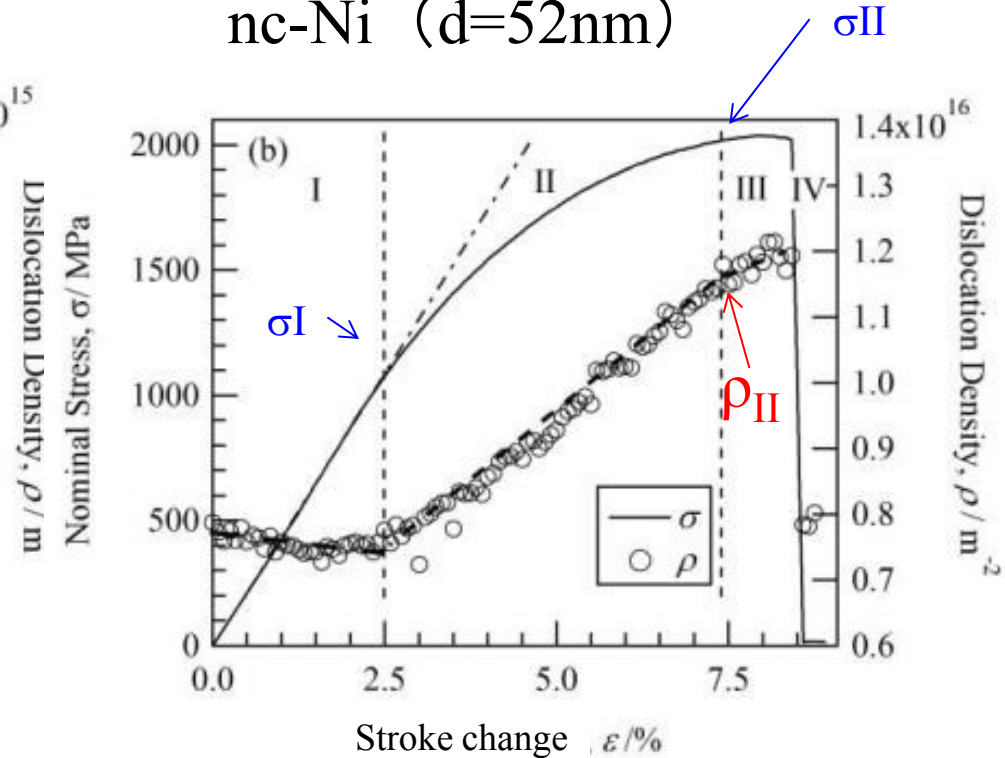


微細粒Niにおける転位密度変化

ARB-Ni (d=270nm)



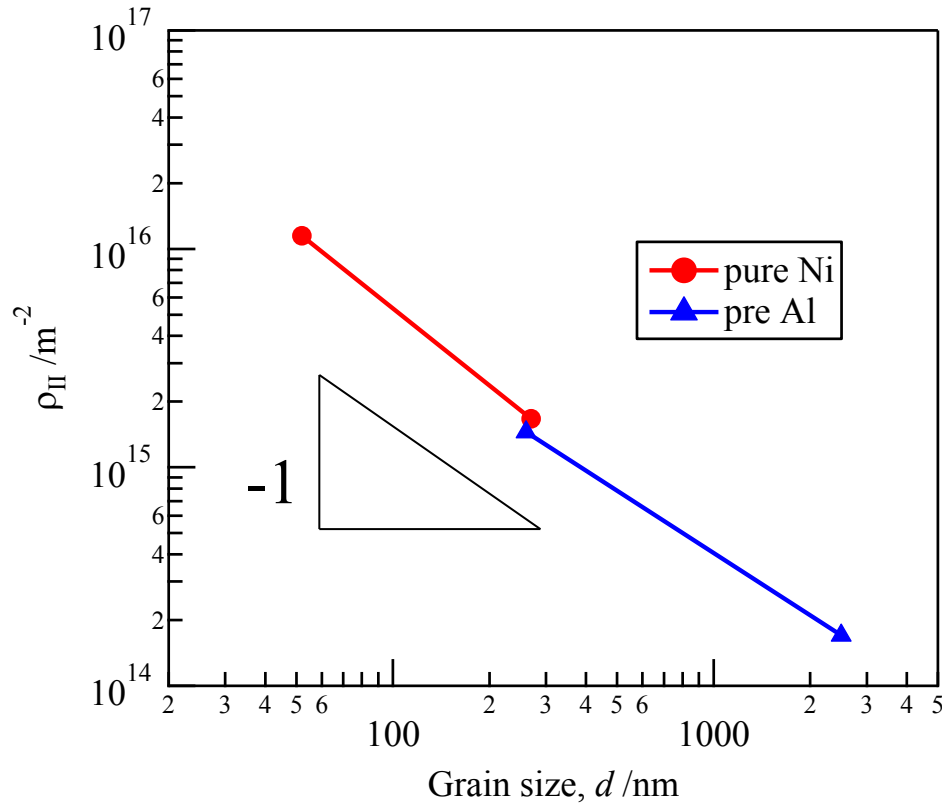
nc-Ni (d=52nm)



Niにおいても ρ_{II} が明瞭に観察され、In-situ XRDにより σ_I , σ_{II} が求められる。

↓
特に微細粒材では σ_I , $\sigma_{0.2}$, σ_{II} が大きく異なるため、 $\sigma_{0.2}$ を降伏応力として扱うことは困難であり、機械的性質のより良い理解にはこれらを区別して整理する必要がある。

ρ_{II} の意味



➡ $\rho \propto 1/d$

微細粒材では、塑性変形に必要な転位密度 ρ_{II} は増加



ρ_{II} の意味

塑性変形によるせん断変形量と
転位密度の関係

$$\gamma = \rho b x$$

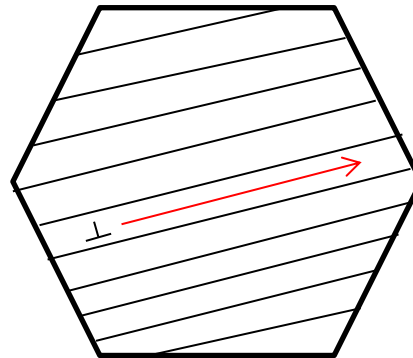
γ : せん断ひずみ

ρ : 転位密度

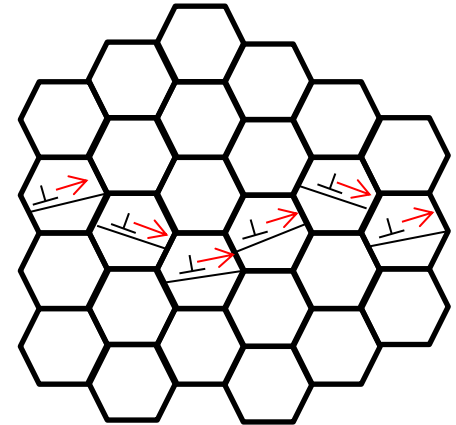
x : 平均移動距離

b : バーガースベクトル

粗大粒材



微細粒材



d の減少によって x は減少する

微細粒材では、塑性変形に必要な転位密度 ρ_{II} は
大きくなる

$$x \propto d, \gamma, b = \text{constant} \Rightarrow \rho \propto 1/d$$

結晶粒微細化が転位密度変化に及ぼす影響

純Al, Niでは

- ・ 引張変形の進行に従い、転位密度は四段階を経て変化する。
- ・ In-situ XRD測定から σ_I , σ_{II} , ρ_{II} を求めることが出来る。

σ_I : 転位源が活性化し、転位密度の急激な増加が開始され
塑性変形量が増加しはじめる応力

ρ_{II} : 塑性変形のみで変形が進行するために必要な転位密度

σ_{II} : ほぼ塑性変形のみで変形が進行しはじめる応力

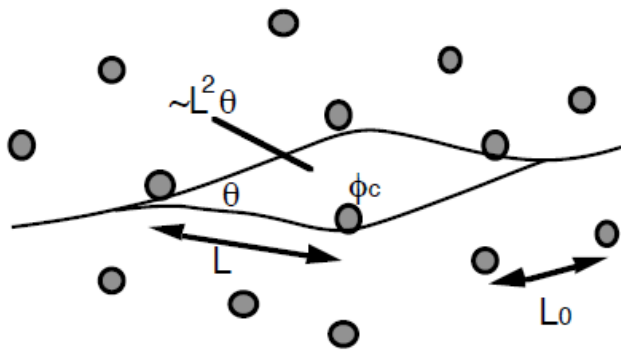
- ・ ρ_{II} は粒径に反比例
→粗大粒材では塑性変形に最低限必要な転位密度が
低く、微細粒材では高い
→ σ_I , $\sigma_{0.2}$, σ_{II} は微細粒材では大きく異なる



今回の研究目的

これまで**純金属**において引張変形中の転位密度変化を調べ、結晶粒微細化による転位密度変化に及ぼす影響を明らかにしたが、**合金化**が転位密度変化に及ぼす影響については未だ明らかでない。

Alに**置換型固溶原子**であるMg, Si, Zn, Feを添加し、引張変形中の転位密度変化がどのように変化するかを調べる。



Fleisherの式 $\Delta\sigma \propto \varepsilon^{3/2} \cdot C^{1/2}$

ε : 置換型固溶原子周りの局所ひずみ
C : 固溶元素量

また、固溶強化について降伏応力 σ_I , σ_{II} , 転位密度 ρ_{II} の観点から検討する



実験方法

- 5N-Alと99.5%Zn, Mg, Si, Fe地金を使用し、
Al-0.2~5at.%X (x=Zn, Mg, Si, Fe)合金を鋳造
- 550°C, 24h均質化処理後、水冷
- 35mmtから1.0mmtまで冷間圧延（圧下率=97.1%）

- 組織観察：FE-SEM/EBSD
- XRD測定による格子定数測定 ⇒ 固溶量



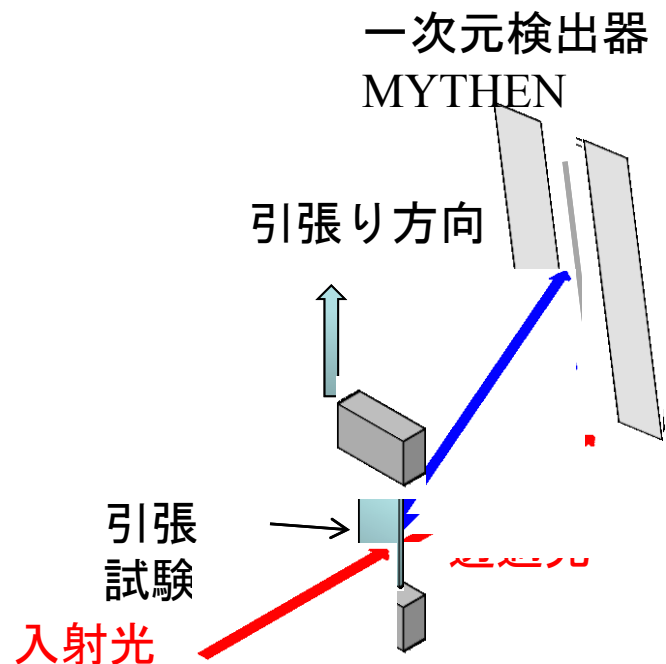
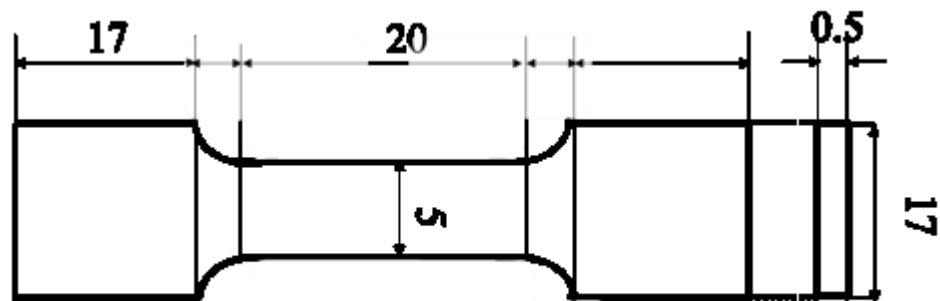
In-situ XRD測定

SPring-8 BL19B2 (25keV, $\lambda=0.491 \text{ \AA}$)

測定回折ピーク (111), (200), (220), (311), (222), (331), (420), (422), (333)

時間分解能 : 2s

初期ひずみ速度 : $3.3 \times 10^{-4}/\text{s}$



実験の模式図



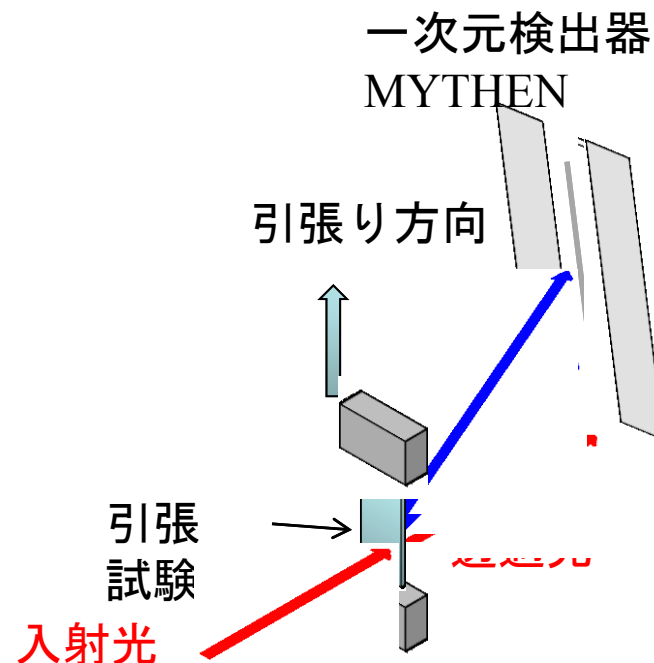
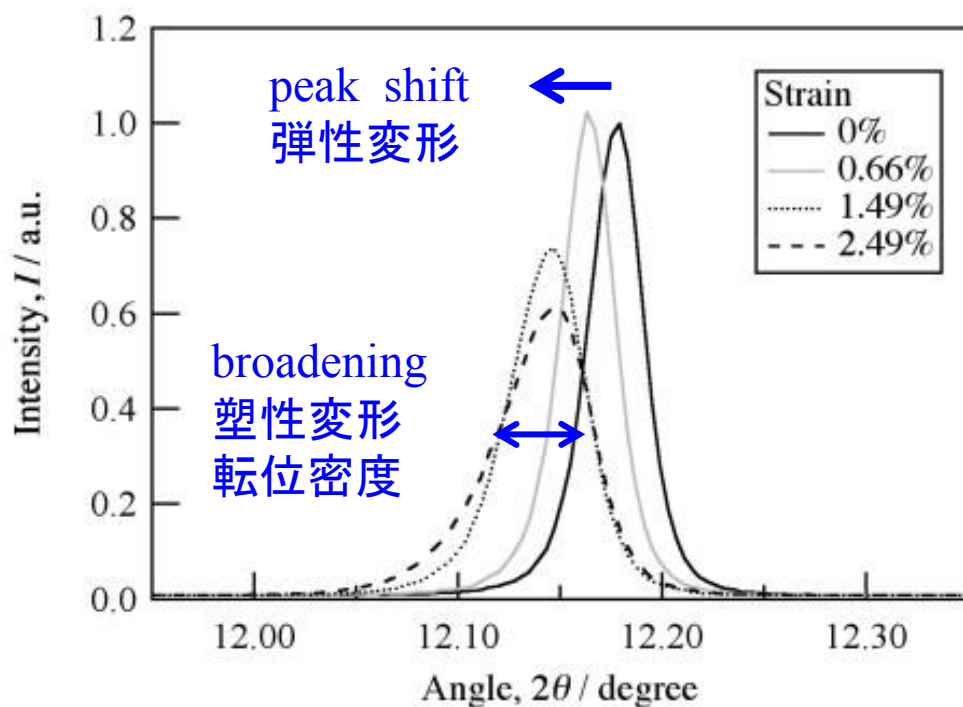
In-situ XRD測定

SPring-8 BL19B2 (25keV, $\lambda=0.491 \text{ \AA}$)

測定回折ピーク (111), (200), (220), (311), (222), (331), (420), (422), (333)

時間分解能 : 2s

初期ひずみ速度 : $3.3 \times 10^{-4}/s$



実験の模式図



転位密度算出法

Williamson-Hall法

$$\frac{\Delta 2\theta \cos\theta}{\lambda} = 2\varepsilon \frac{\sin\theta}{\lambda} + \frac{0.9}{d}$$

ε : 結晶子内の不均一ひずみ

d : 結晶子径

b : バーガスベクトル

$\Delta 2\theta$: 半値幅

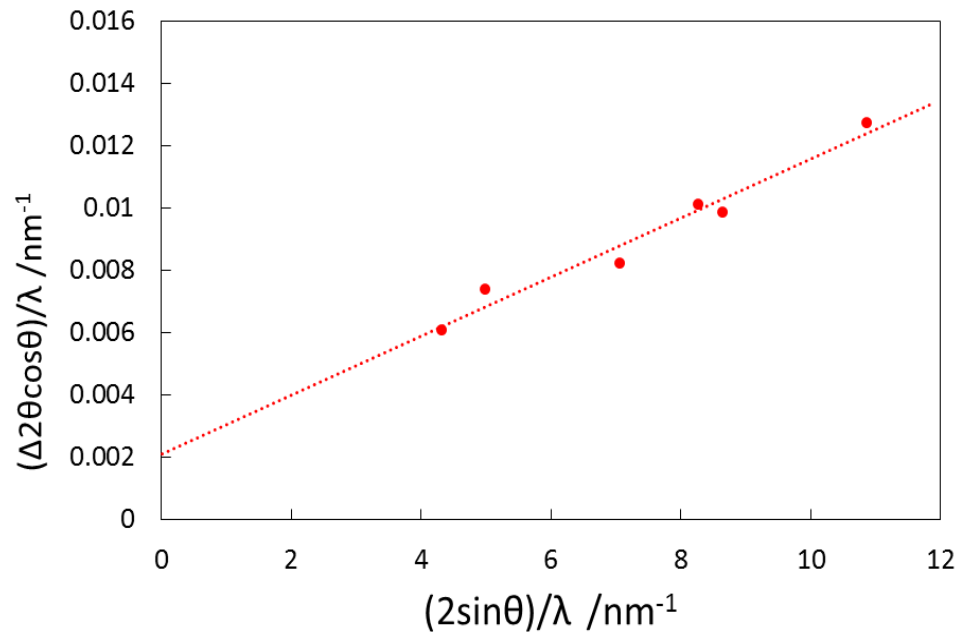
λ : X線の波長



傾き ε が
転位密度に対応

転位密度

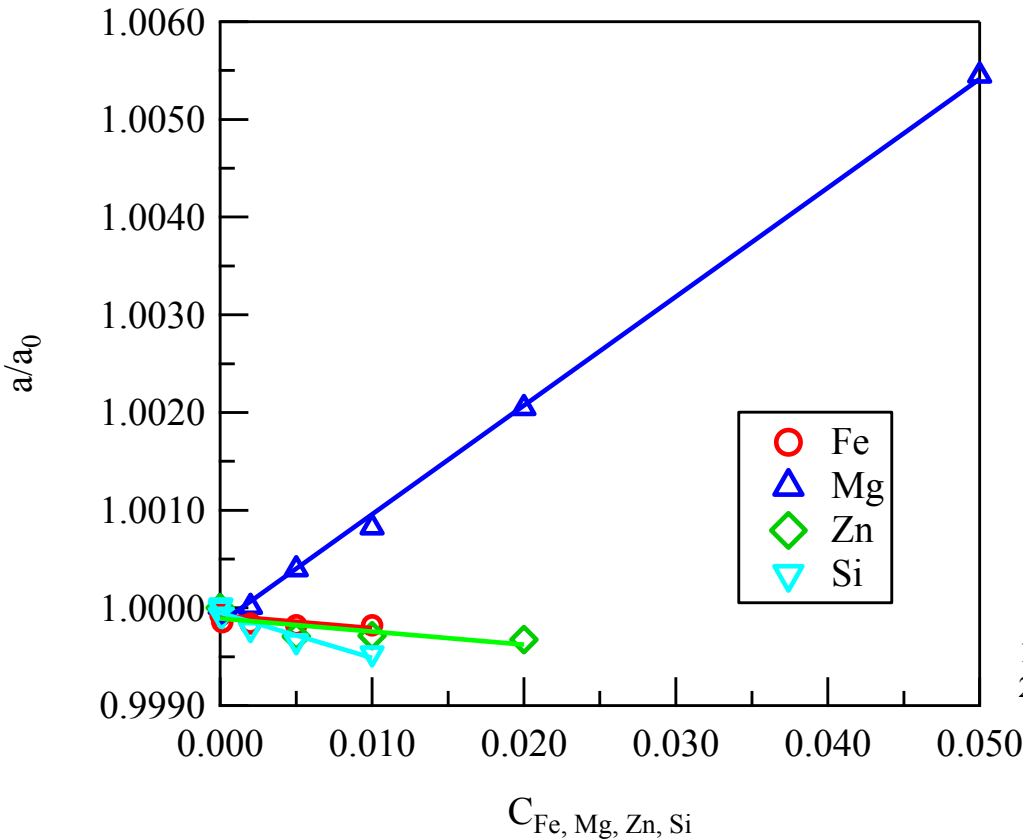
$$\rho = 16.1 \times \left(\frac{\varepsilon}{b}\right)^2$$



2N-Al圧延材のWilliamson-Hall plot



固溶量



左図の傾き : $d(a/a_0)/dC$

	本研究	報告値
Fe	-0.0131	-0.296 ¹⁾
Mg	0.1114	0.1042 ²⁾
Zn	-0.0134	-0.0192 ²⁾
Si	-0.0462	-0.0432 ²⁾

1) T. Uesugi and K. Higashi, Comp. Mater. Sci., 67 (2013), 1-10.

2) H. J. Axon and W. Hume-Rothery, Proc. Roy. Soc., A193 (1948), 1-24.

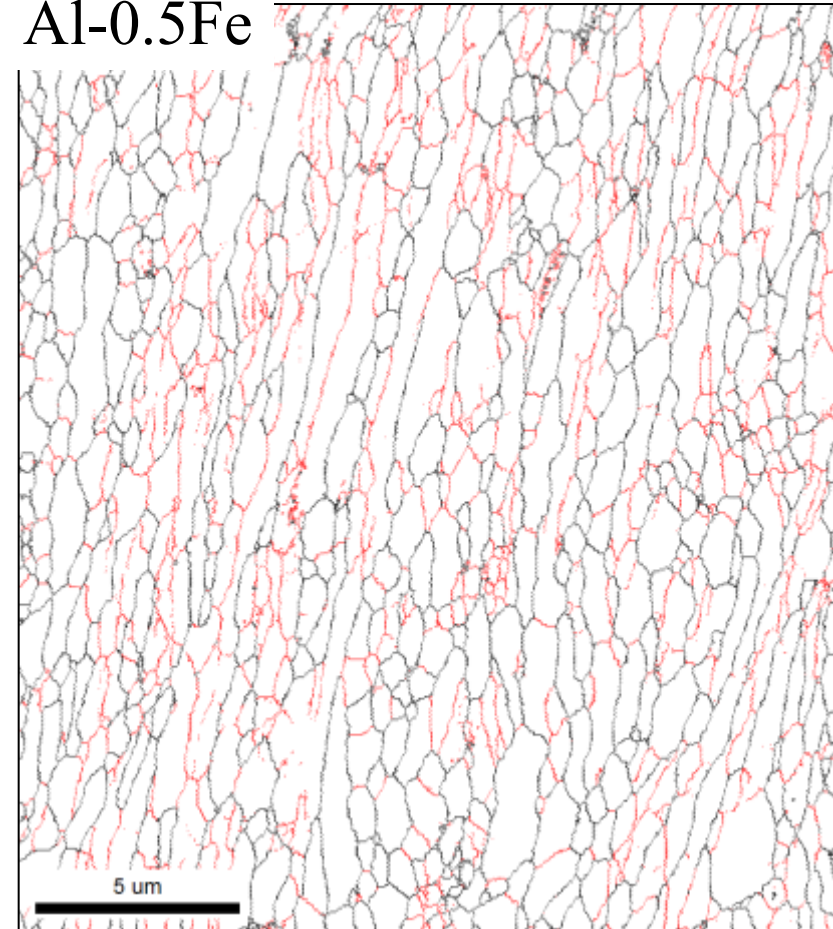
添加量による格子定数の変化

- Fe以外は下記の範囲内で概ね報告値と一致し、
Mg \leq 5at%, Zn \leq 2at%, Si \leq 1at%まで固溶
- Feはほとんど固溶せず (Fe固溶限 < 0.02at.%)

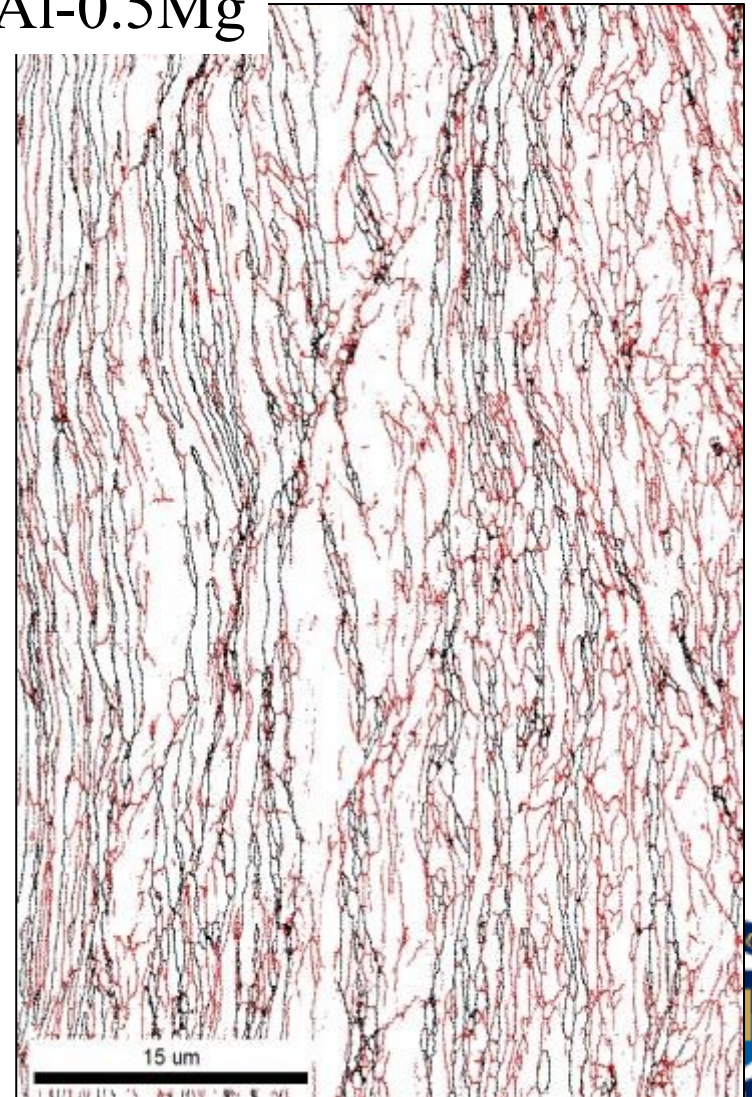


結晶粒組織

Al-0.5Fe



Al-0.5Mg



RD
↑
ND
→

- HAGBs, $\theta > 15^\circ$
- LAGBs, $2 < \theta < 15^\circ$

結晶粒組織

添加元素と量による結晶粒径 d_{HAGBs} , d_{LAGBs} の変化

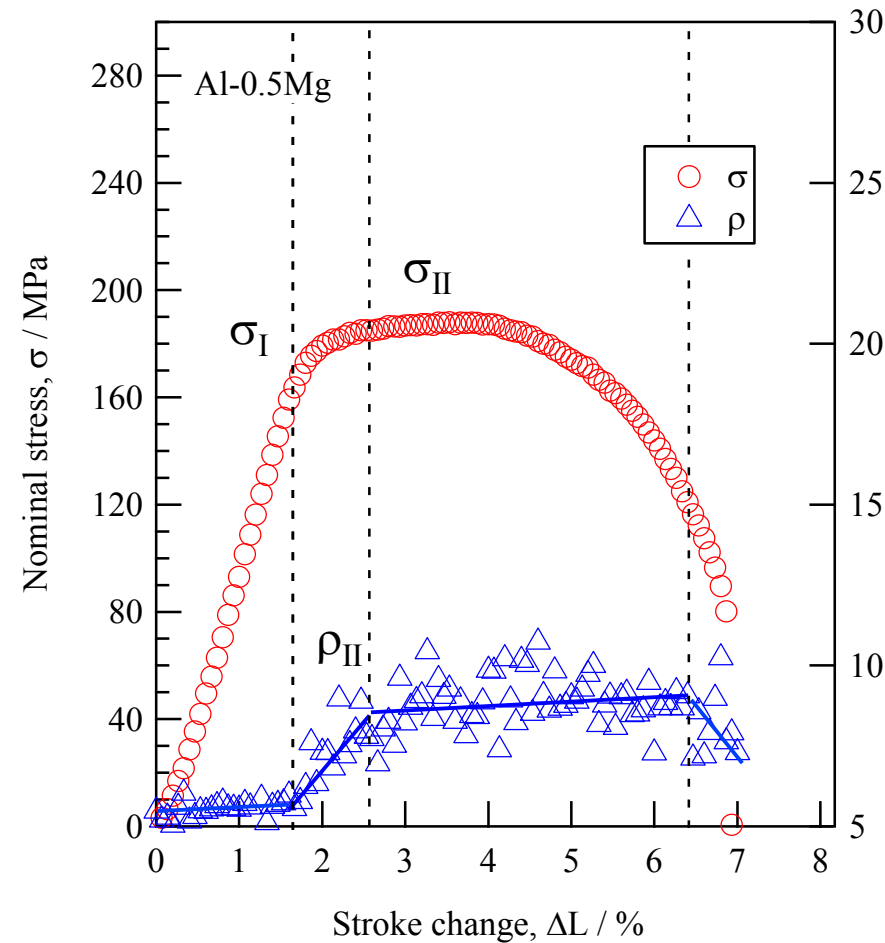
添加元素	粒界定義	添加量at%				
		0.2	0.5	1	2	5
Fe	HAGBsのみ	0.987	0.845	0.601		
	HAGBs+LAGBs	0.620	0.504	0.513		
Mg	HAGBsのみ		1.66	3.28	3.17	2.77
	HAGBs+LAGBs		0.66	0.66	0.62	0.67
Si	HAGBsのみ	4.09	2.11	2.57		
	HAGBs+LAGBs	0.61	0.53	0.58		
Zn	HAGBsのみ		4.63	3.26	2.32	
	HAGBs+LAGBs		0.80	0.84	0.64	

- Mg, Si, Zn添加材は添加量に関わらず d_{HAGBs} は数 μm
- Fe添加材は d_{HAGBs} は1 μm 弱

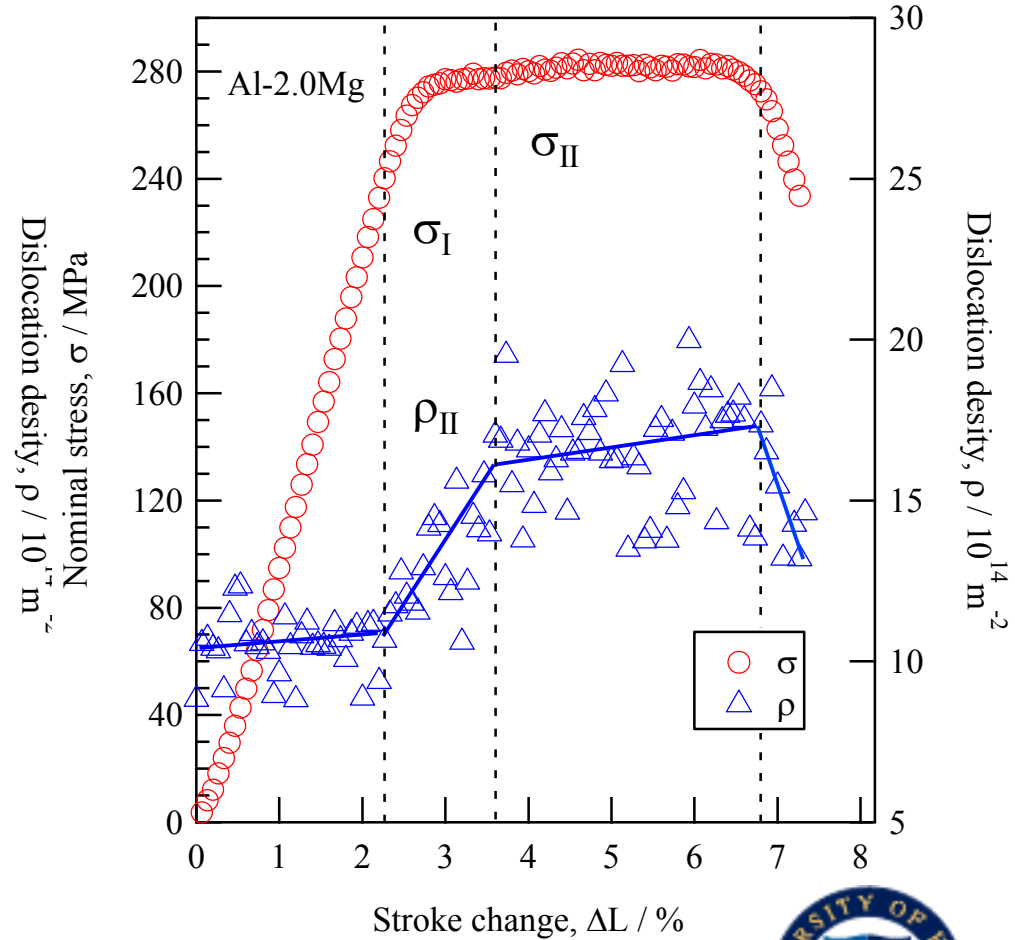
→Mg, Si, Zn添加材では粒径の影響は小さい



引張変形中の転位密度変化



Al-0.5Mg

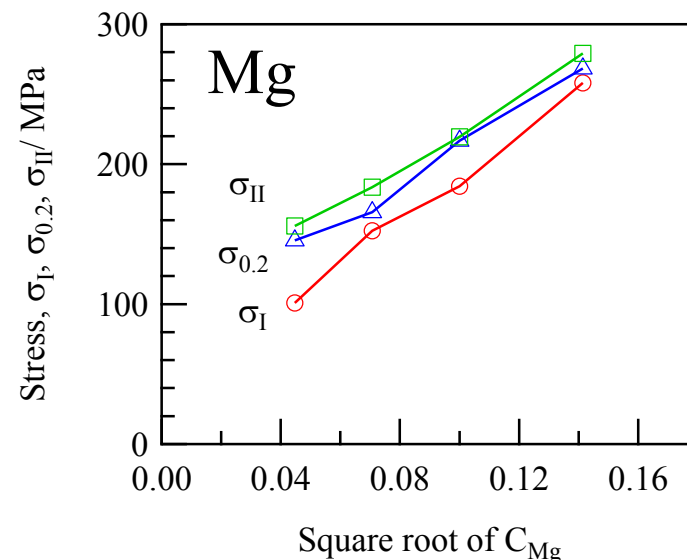
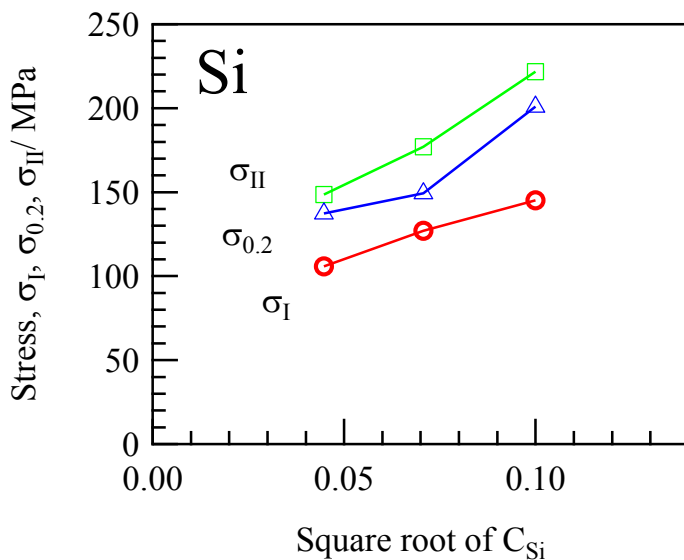
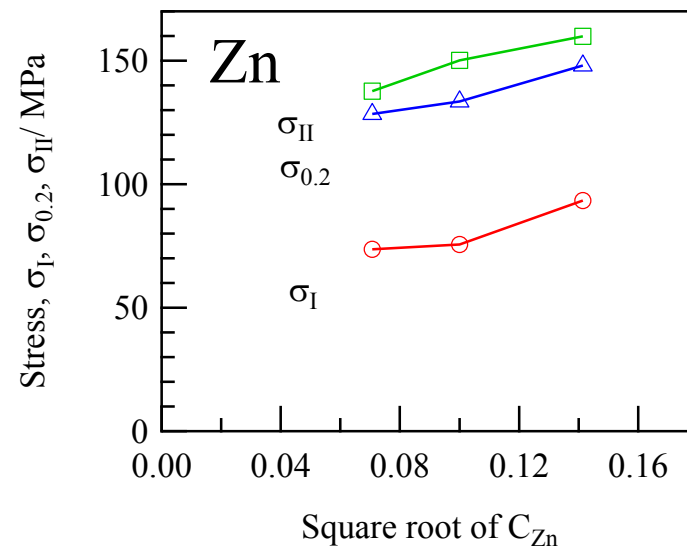
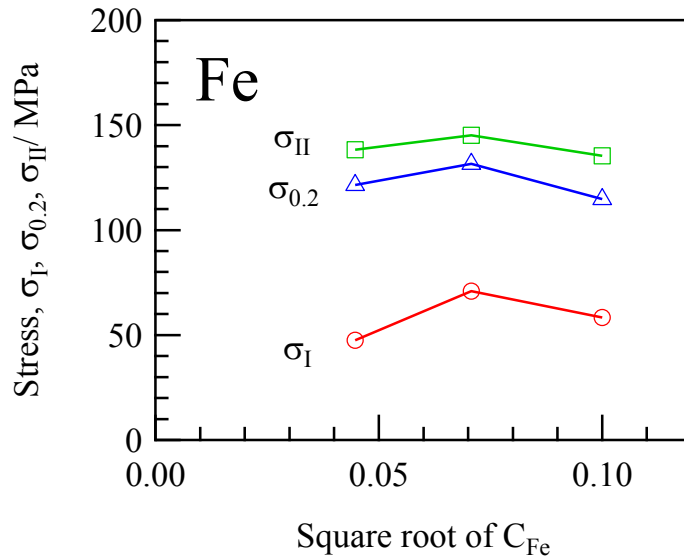


Al-2.0Mg



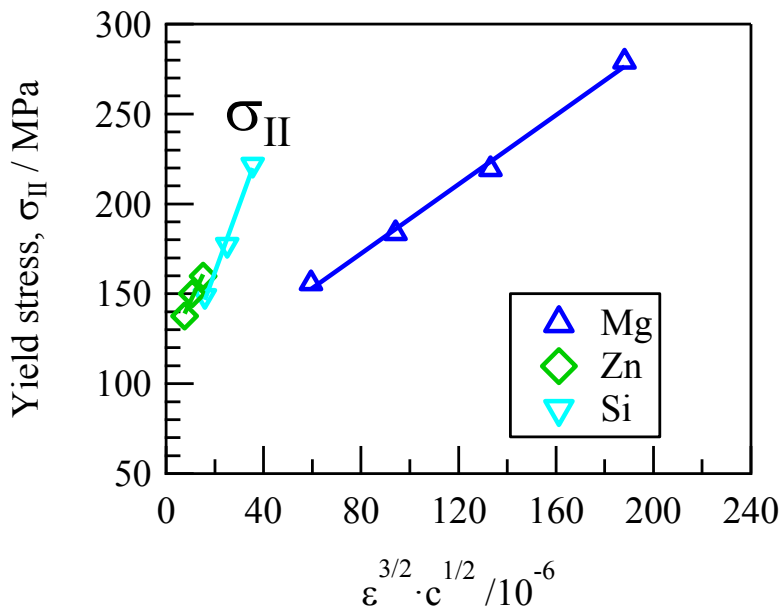
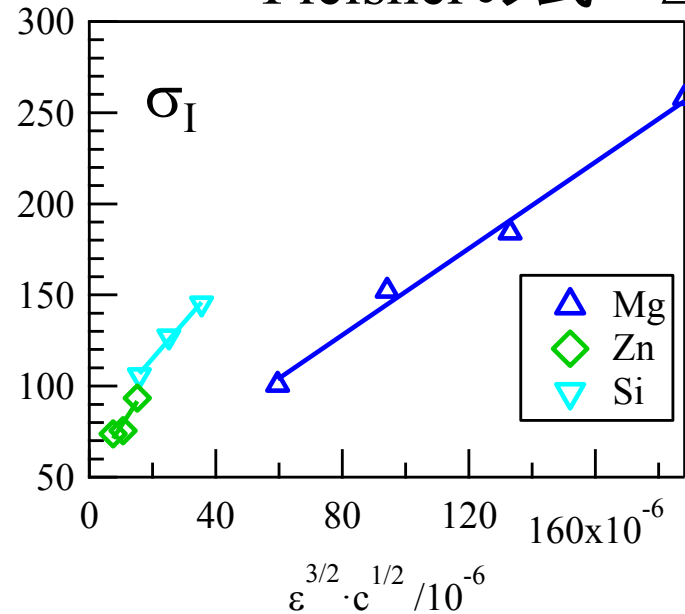
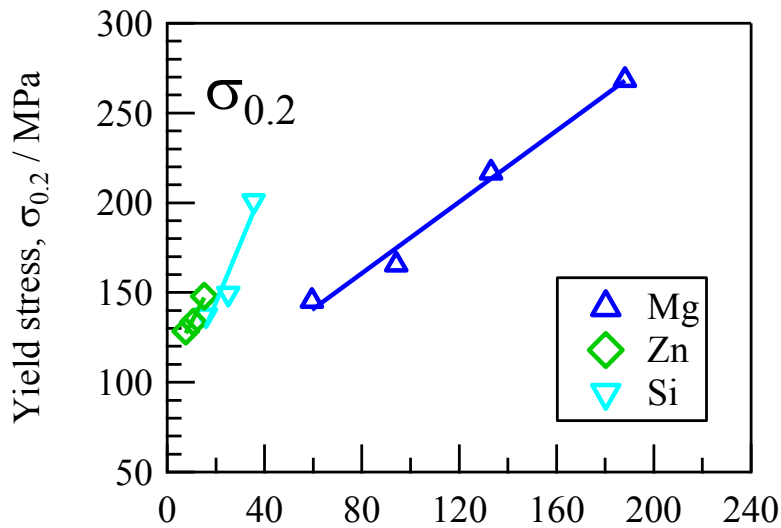
降伏強度と添加原子濃度の関係

Fleisherの式 $\Delta\sigma \propto \varepsilon^{3/2} \cdot C^{1/2}$



降伏強度と固溶原子濃度の関係

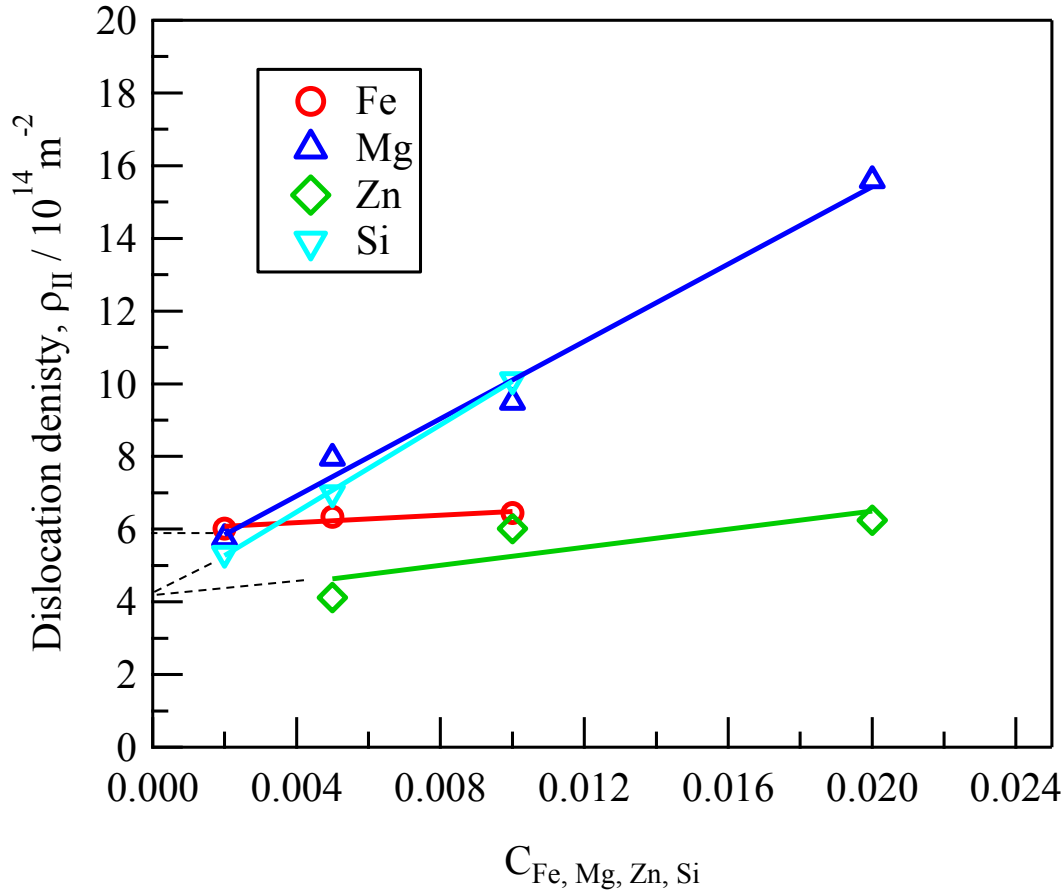
Fleisherの式 $\Delta\sigma \propto \varepsilon^{3/2} \cdot C^{1/2}$



- $\sigma_{0.2}$, σ_I , σ_{II} は初期転位密度などによらず概ね $\varepsilon^{3/2} \cdot C^{1/2}$ に比例する
- $\sigma_{0.2}$, σ_{II} VS $\varepsilon^{3/2} \cdot C^{1/2}$ に比べ、 σ_I VS $\varepsilon^{3/2} \cdot C^{1/2}$ の傾きは固溶原子による違いが小さい
 $\Rightarrow \sigma_I$ は Fleisherの式に比較的従う



固溶原子濃度と ρ_{II} の関係



- ρ_{II} は固溶原子濃度に比例
 $\rho_{II} \propto C$

ρ_{II} vs C の傾き k

$$k_{\text{Mg}} \sim k_{\text{Si}} > k_{\text{Zn}}$$

固溶原子周りのひずみ ε

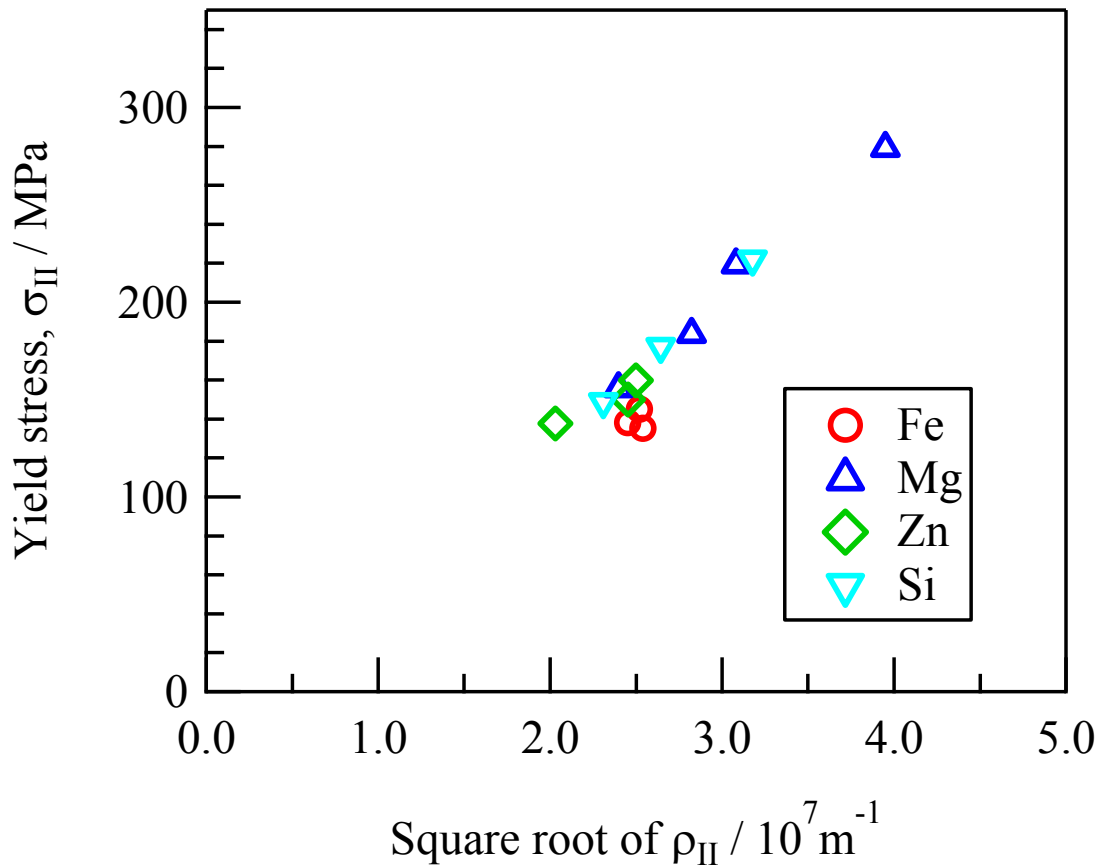
$$\varepsilon_{\text{Mg}} = +0.0121$$

$$\varepsilon_{\text{Si}} = -0.00501$$

$$\varepsilon_{\text{Zn}} = -0.00225$$



降伏強度と ρ_{II} の関係



- ρ_{II} は固溶原子濃度に比例
 $\rho_{II} \propto C$

- 降伏強度 σ_{II} は溶質の種類
粒徑によらず
転位密度 ρ_{II} の1/2乗に比例

$$\sigma_{II} \propto \rho_{II}^{1/2}$$

Bailey-Hirschの式



$$\sigma_{II} \propto C^{1/2}$$

希薄合金では、固溶原子よりも強い障害である
転位の密度が σ_{II} を決定している



まとめ

置換型固溶原子が引張変形中の転位密度変化に及ぼす影響を SPring-8を用いたIn-situ XRD測定によって調べた。

- 純金属の場合と同様に σ_{II} , $\sigma_{0.2}$, σ_I を求めることが出来た。
- σ_I は固溶原子によらず $\varepsilon^{3/2} \cdot C^{1/2}$ に比例し、
転位増殖応力はFleischerの式に良く従うことが明らかとなった。
- ρ_{II} は溶質元素濃度に比例した。 $\rho_{II} \propto C$
- 降伏強度 σ_{II} は固溶原子の種類や粒径によらず
転位密度 ρ_{II} の1/2乗に比例した。 $\sigma_{II} \propto \rho_{II}^{1/2}$
これはBailey-Hirschの式と同じ形式であることから、
 σ_{II} を決定しているものは主に転位密度であることが
明らかとなった。

