

マルチパス高圧スライド加工 (MP-HPS) による Al–3Mg–0.2Sc (mass%) 合金棒材の大径化と結晶粒超微細化

唐 永鵬^{1*}・瀧沢 陽一²・湯本 学²・小田切 吉治²・堀田 善治^{3,4}Journal of The Japan Institute of Light Metals, Vol. 70, No. 2 (2020), 63–65
© 2020 The Japan Institute of Light Metals

Achieving grain refinement of upsized Al–3Mg–0.2Sc (mass%) round rods using multi-pass high-pressure sliding (MP-HPS)

Yongpeng TANG^{1*}, Yoichi TAKIZAWA², Manabu YUMOTO², Yoshiharu OTAGIRI² and Zenji HORITA^{3,4}

In this study, the multi-pass high-pressure sliding (MP-HPS) process was applied for grain refinement of Al–3Mg–0.2Sc (mass%) rods with an upsized dimension of 16 mm in diameter. To achieve a homogeneous microstructure throughout the cross-section, the rod sample was rotated with 60° around the longitudinal axis (MP-HPS-R) for three times. A microstructure with an average grain size of 280 nm was developed around the center of the cross-section through the MP-HPS-R process. Superplasticity with total elongations of more than 400% was achieved in the 9 mm diameter range on the cross-section of the MP-HPS-R-processed rod.

(Received September 16, 2019 Accepted November 13, 2019)

Keywords: severe plastic deformation; high-pressure sliding; grain refinement; aluminum alloy

1. 緒 言

金属材料の機械的特性を向上させる方法として、大量ひずみを導入して結晶粒をサブミクロンレベルまで微細化させる巨大ひずみ加工が近年注目されている^{1)~5)}。しかし、実用性を考えた場合、試料サイズをいかに大きくできるかが課題となっている。最近開発された巨大ひずみ加工法である高圧スライド加工 (HPS: High-Pressure Sliding) 法は、短冊状の板材に適用でき^{6)~9)}、しかも試料の組織を均一に微細化することができる。また、逐送技術と組み合わせたIF-HPS (Incremental Feeding HPS) 法によれば、巨大ひずみ加工領域が大面積化でき、長尺で幅広板材が作製できることを報告している^{10), 11)}。HPS加工は棒材にも適用できるが、断面にわたった組織の均一化と試料サイズの大型化が求められる。前者の課題に対しては、棒状試料の長軸まわりに60°ずつ回転しながらHPS加工を施すMP-HPS-R (Multi-Pass HPS with Rotation) 法を開発し、組織の均一な微細化が達成できることを示している。後者の試料サイズに関しては、これまで直径10 mmまでサイズアップし直径6 mmにわたって均一化できることを示した^{12), 13)}。また、強ひずみ加工法を応用してAl–Mg–Sc合金の結晶粒を超微細化し、これによって発現する超塑性現象を報告した^{14)~17)}。本研究では、さらに試

料サイズを直径を16 mmまで大きくし均一な微細粒領域の拡大を狙った。微細結晶粒の形成状況については、透過電子顕微鏡による組織観察とともに硬度測定や引張試験を行い、特に微細結晶粒でみられる超塑性の発現状況で確認した。

2. 実験方法

試料には直径16 mm、長さ40 mmのAl–3Mg–0.2Sc (mass%)合金の丸棒材を用い、873 Kで1時間溶体化処理を行い水中に急冷した。付与圧力 $P=1$ GPaのもと、加工温度は室温 ($T=R.T.$) とし、スライド量を $X=15$ mm、スライド速度は $V=1$ mm/sとした。組織の均一化を図るために、Fig. 1のように1回目の加工は厚さ中央部で、2回目、3回目の加工では試料を長軸周りに60°ずつ回転させ合計3回加工を行った。なお、前回同様ポケット状の金型を用いたことから、試料形状を保

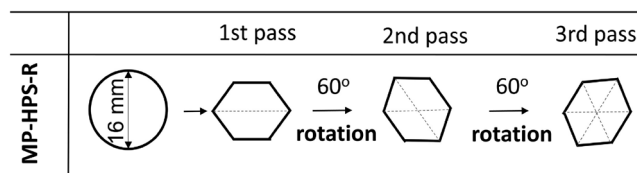


Fig. 1 Processing approaches for three passes: with 60° rotation around longitudinal axis.

¹九州大学カーボンニュートラル・エネルギー国際研究所 (〒819-0395 福岡県福岡市西区元岡744) WPI, International Institute for Carbon-Neutral Energy Research (WPI I2CNER), Kyushu University (744 Motoooka, Fukuoka-shi, Fukuoka 819-0395)

²長野鍛工株式会社 (長野市) Technology Department, Nagano Forging Co., Ltd. (Nagano-shi, Nagano)

³九州工業大学大学院 工学研究院基礎科学研究系 (北九州市) Graduate School of Engineering, Kyushu Institute of Technology (Kitakyushu-shi, Fukuoka)

⁴佐賀大学シンクロトロン光応用研究センター (佐賀市) Synchrotron Light Application Center, Saga University (Saga-shi, Saga)

* 責任著者 E-mail: tang.yongpeng.373@m.kyushu-u.ac.jp

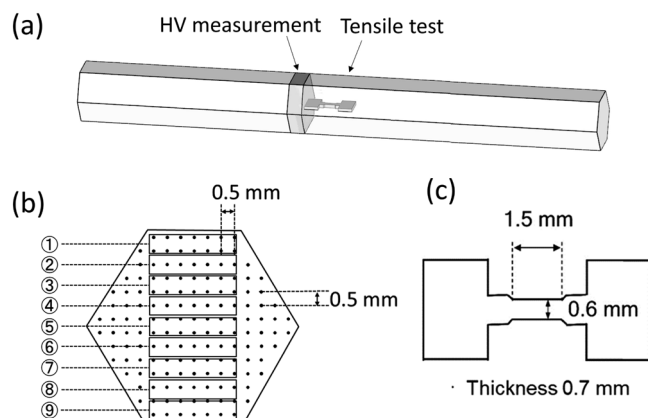


Fig. 2 Schematic illustrations of (a) sampling location for Vickers microhardness measurement and tensile testing, (b) positions for Vickers microhardness and cross sectional region at gauge part of tensile specimen, (c) dimensions of tensile specimen.

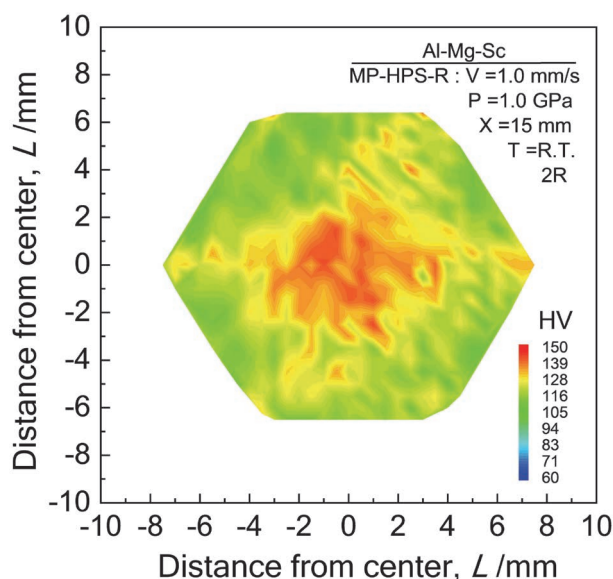


Fig. 3 Hardness variation throughout cross section at center of rod sample after MP-HPS-R processing with sliding distance of 15 mm.

存するためにそれぞれの回の加工は往復2パス (2R) のスライド加工からなっている⁹⁾。

MP-HPS-R加工後の試料に対し硬度試験, 透過型電子顕微鏡 (TEM) 観察, 引張試験を行った。各測定は Fig. 2(a) に示すように試料長軸方向中央部で行った。硬度試験試料はスライド方向中心部より放電加工機で切り出した後, 2400 番までのエメリー紙で研磨し, 鏡面に仕上げた後, ミットヨ製微小硬さ試験機 (Mitutoyo HM-102) を用い, 試験力 4.903 N, 負荷時間 15 秒で厚さ方向と幅方向に Fig. 2(b) に示すように 0.5 mm 間隔で行った。引張試験は, Fig. 2(c) に示すようなゲージ長 1.5 mm, ゲージ幅 0.6 mm, 厚さ 0.7 mm の試験片を用いて, $T=573\text{ K}$ のもと初期ひずみ速度 $3 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ の条件で行った。また, TEM 観察用試料作製は, 電解液として 10% 過塩素酸-20% グリセリン-70% メタノールを用い, 負荷電圧 15 V, 253 K のもとでツイングジェット電解研磨により行った。TEM 観察には, 日立 H-8100 を加速電圧 200 kV で用いた。

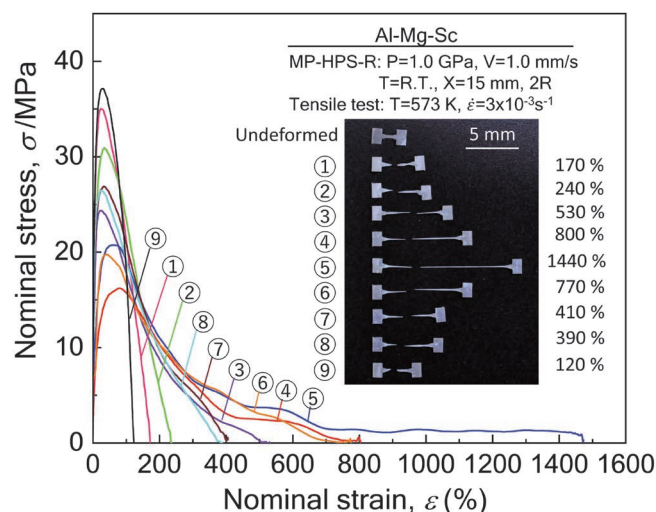


Fig. 4 Results of tensile testing after MP-HPS-R processing with initial strain rate of $3 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ at 573 K: nominal stress-nominal strain curves for sliding distance of 15 mm and appearance of tensile specimens after deformation to failure including undeformed specimen.

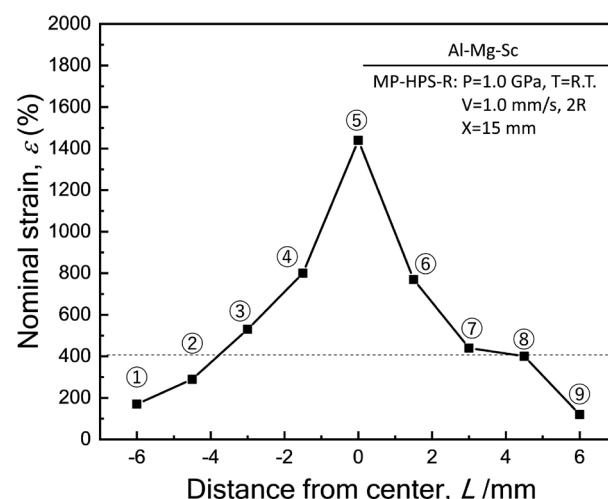


Fig. 5 Total elongation plotted against distance from center in cross section of rod. Tensile tests performed at $3 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ at 573 K.

3. 実験結果および考察

Fig. 3 は Fig. 1 の要領で MP-HPS 加工を 3 回 (往復で合計 6 パス) 行った試料の断面硬度分布図である。断面中心部で 140 HV, 上下部で 110 HV となる。溶体化材の硬度は 60 HV であることから, 硬度は 2 倍ほど増加しており, 試料長軸周りに 60° ごと 3 回回転させことでひずみは試料断面全体にわたってほぼ均一に導入されている。

Fig. 4 には 573 K で初期ひずみ速度 $3 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ として引張試験した際の応力-ひずみ曲線と変形前後の試験片を示す。3 回の MP-HPS-R 加工を施すことにより, 試験片 ③~⑧ では, ほぼ 400% かそれ以上の伸びが達成でき超塑性の発現が確認される。さらに, 最大 1440% の破断伸びが試験片 ⑤ で得られている。引張変形した試験片はゲージ部全長にわたって均一に変形し, 超塑性変形後に見られる典型的な試料形状となっている。一方, 試料断面の上下部から切り出した試験片

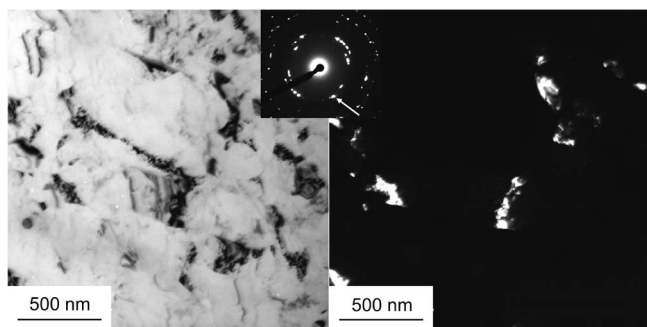


Fig. 6 TEM bright-field images (left) and dark-field images (right) with selected-area electron diffraction patterns (center) after MP-HPS-R processing for sliding distance of 15 mm.

①, ②, ⑨ではそれぞれは170%, 240%, 120%と超塑性伸びには至っていない。したがって、試験片③~⑧では結晶粒超微細化が進行し、試験片①, ②, ⑨では結晶粒超微細化は不十分であることが知られる。**Fig. 5**は破断伸びと試料断面上での試験片切り出し位置との関係である。試料断面中央部から離れるにつれて破断伸びが減少する。本研究で400%の超塑性現象が発現したラインを点線で示した。試料断面中央部から直径9mmの領域に超塑性変形が得られる。これは、試料断面中央部ほどパスごとに導入されるひずみ領域が重なったり接近したりして、ひずみ蓄積領域が増えることに由来する。本実験で採用した60°ごとの回転では直径9mmとなったが、パス間の角度間隔を小さくすることで超塑性出現領域はさらに外側まで広がることが期待される。実際に、45°ずつ回転した最近の実験結果によれば、この予想が実現されることを確認している。詳細は別報にて報告する予定である。今回のMP-HPS-R加工で得られた超塑性変形領域はこれまでMP-HPS-R加工で達成できた試料断面積の2倍を超える大きさになった。

試料断面中心部のTEM組織観察結果を**Fig. 6**に示す。左側が明視野像、右側が暗視野像となっている。暗視野像は中央に示す制限視野回折 (SAED) パターン中の矢印で示した回折波を利用して結像したものである。3回のMP-HPS-R加工で得られる結晶粒はほぼ等軸粒で、断面中心部では平均結晶粒径は280nmまで微細化されている。また図中のSAEDパターンはリング状を呈していることから、高角粒界の組織が形成されている。

4. 結 言

MP-HPS-R法を利用して、直径16mmまで大径化したAl-3Mg-0.2Sc (mass%) 合金棒材の結晶粒微細化を図った。試料断面中心部では、結晶粒径が280nmに超微細化でき、硬度は140HVまで上昇した。また、試料断面では中央部から直径約9mmの領域で均質な超塑性が発現した。

謝 辞

本研究は、国立研究開発法人新エネルギー・産業技術総合開発機構 (NEDO) の「戦略的基盤技術高度化支援事業」のもとで実施されたものである。また研究の一部は、一般社団法人日本アルミニウム協会研究助成金、および文部科学省科学研究費基盤研究 (A) (19H00830) の支援を受けて行われたものである。本研究を遂行するにあたって、巨大ひずみマテリアル国際研究センター (IRC-GSAM) のHPS装置と関連設備を使用した。ここに記して謝意を表する。

参 考 文 献

- 1) R. Z. Valiev, R. K. Islamgaliev and I. V. Alexandrov: *Prog. Mater. Sci.*, **45** (2000), 103–189.
- 2) R. Z. Valiev, Y. Estrin, Z. Horita, T. G. Langdon, M. J. Zehetbauer and Y. T. Zhu: *JOM*, **58** (2006), 33–39.
- 3) I. Sabirov, M. Y. Murashkin and R. Z. Valiev: *Mater. Sci. Eng. A*, **560** (2013), 1–24.
- 4) Y. Estrin and A. Vinogradov: *Acta Mater.*, **61** (2013), 782–817.
- 5) T. G. Langdon: *Acta Mater.*, **61** (2013), 7035–7059.
- 6) T. Fujioka and Z. Horita: *Mater. Trans.*, **50** (2009), 930–933.
- 7) 田添聖誠, 堀田善治: *軽金属*, **62** (2012), 454–458.
- 8) Y. Takizawa, T. Masuda, K. Fujimitsu, T. Kajita, K. Watanabe, M. Yumoto, Y. Otagiri and Z. Horita: *Metall. Mater. Trans., A Phys. Metall. Mater. Sci.*, **47** (2016), 4669–4681.
- 9) 増田 高大, 藤光利 茂, 瀧沢 陽一, 堀田 善治: *軽金属*, **65** (2015), 319–325.
- 10) 瀧沢 陽一, 渡部 恭平, 梶田 貴裕, 澄川 考生, 増田 高大, 湯本 学, 小田切 吉治, 堀田 善治: *日本金属学会誌*, **82** (2018), 25–31.
- 11) Y. Takizawa, K. Sumikawa, K. Watanabe, T. Masuda, M. Yumoto, Y. Kanai, Y. Otagiri and Z. Horita: *Metall. Mater. Trans., A Phys. Metall. Mater. Sci.*, **49** (2018), 1830–1840.
- 12) T. Masuda, K. Fujimitsu, Y. Takizawa and Z. Horita: *Lett. Mater.*, **5** (2015), 258–263.
- 13) Y. Tang, K. Sumikawa, Y. Takizawa, M. Yumoto, Y. Otagiri and Z. Horita: *Mater. Sci. Eng. A*, **748** (2019), 108–118.
- 14) R. R. Sawtell and C. L. Jensen: *Metal. Trans., A*, **21** (1990), 421–430.
- 15) H. Akamatsu, T. Fujinami, Z. Horita and T. G. Langdon: *Scr. Mater.*, **44** (2001), 759–764.
- 16) S. Komura, Z. Horita, M. Furukawa, M. Nemoto and T. G. Langdon: *Metall. Trans. A*, **32** (2001), 707–716.
- 17) F. Musin, R. Kaibyshev, Y. Motohashi and G. Itoh: *Scr. Mater.*, **20** (2014), 511–516.