

中性子回折による銅合金の動的再結晶のその場観察

三菱マテリアル株式会社 中央研究所 長岡佑磨 伊東正登

1. Introduction

省資源・省エネルギーのために、自動車用部材などで金属材料の小型化や薄肉化が進められている。このため、銅合金やアルミニウム合金などの非鉄金属産業においても、より高い強度や成形性が求められるようになってきている。特性向上において集合組織制御は有効な手段の一つであるが、冷間加工プロセスでの組織制御だけで従来の製品と差異を出し改善を進めることは難しい。このため、組織が大きく変化する熱間加工プロセスでの組織制御が重要となる。

熱間加工中の再結晶に関して、国内では、福富らのニッケルに関する報告[1]や金澤らによる Al 合金に関する報告[2]があり、詳細な分析がなされている。そこでの実験方法は、基本的には高温試験後に急冷する組織凍結による評価となっている。国際論文では、Zhang らのレビュー[3]で動的再結晶の実験的研究に関して議論されており、動的再結晶についてのその場観察の有用性が指摘されているが、まだ広く一般的には行なわれていないことも読み取れる。このように、動的再結晶による集合組織変化の評価は、従来は破壊試験となっており連続的な評価は困難であった。また、高温での荷重負荷中の現象であるのに、従来の観察は、荷重を除荷し冷却した後に実施するのが通常であった。

本研究では、J-PARC の中性子回折を用いて、銅合金の動的再結晶による集合組織の発達挙動を、その場観察で評価することを目的とした。J-PARC の中性子回折では、高温で実際に荷重が負荷されている最中の集合組織を連続的に測定できるため、精緻に動的再結晶の挙動を評価することができると考えられる。前報では純銅を用いて 200~600°C の温度範囲の高温引張試験に対して中性子回折を実施した。熱間加工ではひずみ速度の違いにより、同一温度においても得られる応力-ひずみ曲線や形成される組織が変化することが知られている。そこで、本課題の範囲では、前報と異なるひずみ速度において材料応答がどのように変化するかを評価した。さらに、純銅では動的再結晶が起こるため、ひずみ速度の違いによる動的再結晶の挙動の変化についても調査することを、本課題内の目的とした。

2. Experiment

ビームラインは BL20/iMateria を利用した。試料は、純銅(純度 99.96%以上)の焼き鈍し材を平行部の直径が 8mm、長さが 26mm に加工した丸棒引張試験片を用いた。温度は RT、300、400、500、600°C の 5 条件とし、公称ひずみ速度が $1.0 \times 10^{-3}/s$ となる一定ストローク速度で高温引張加工を行ないながら、中性子回折測定を実施した。試験片平行部下部に熱電対を取り付け、変形中の試験片の温度を測定して温度制御をした。昇温条件は赤外炉加熱により速度 $1^{\circ}C/sec$ とし、設定温度到達から 10 分間保持後に引張加工を開始した。

3. Results

図 1(a)に試験後の引張試験機 (b)に試験後の試験片を示す。破断位置は試験片の中央から多少ずれているが、平行部内に収まっている。実際に真ひずみ 0.3~0.5 ほどの伸びがあり、平行部が均一変形した後に破断したと考えられる。図 2(a)に本試験の公称ひずみ速度 $1.0 \times 10^{-3}/s$ 、温度 200~600°C の真応力-真ひずみ関係、(b)に前報の公称ひずみ速度 $1.0 \times 10^{-4}/s$ の真応力-真ひずみ関係を示す。今回の試験は前報と比較して、同じ温度における応力値が大きくなっており、また、硬化と軟化の間隔が全体的に大きくなっている。硬化と軟化は動的再結晶と対応しており、ひずみ速度が速いほど動的再結晶に必要なひずみは大きくなっている。

4. Conclusion

中性子回折を用い、公称ひずみ速度 $1.0 \times 10^{-3}/s$ 、温度 $200 \sim 600^\circ C$ の高温引張中の集合組織の変化をその場観察した。前回実施した公称ひずみ速度 $1.0 \times 10^{-4}/s$ の応力-ひずみ曲線との比較により、ひずみ速度の違いによる、動的再結晶における応力の振動の間隔の変化を確認できた。今後は、MAUD による試験中の詳細な組織変化の分析を進め、高温変形中のひずみ速度が集合組織形成に与える影響を明らかにしていきたい。

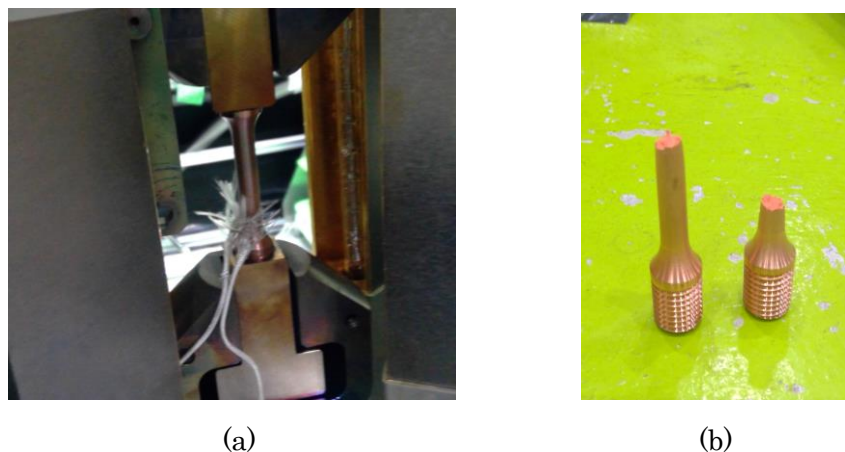


図 1. (a) 破断後の試験片が取り付けられた状態の試験機 (b) 破断後の試験片

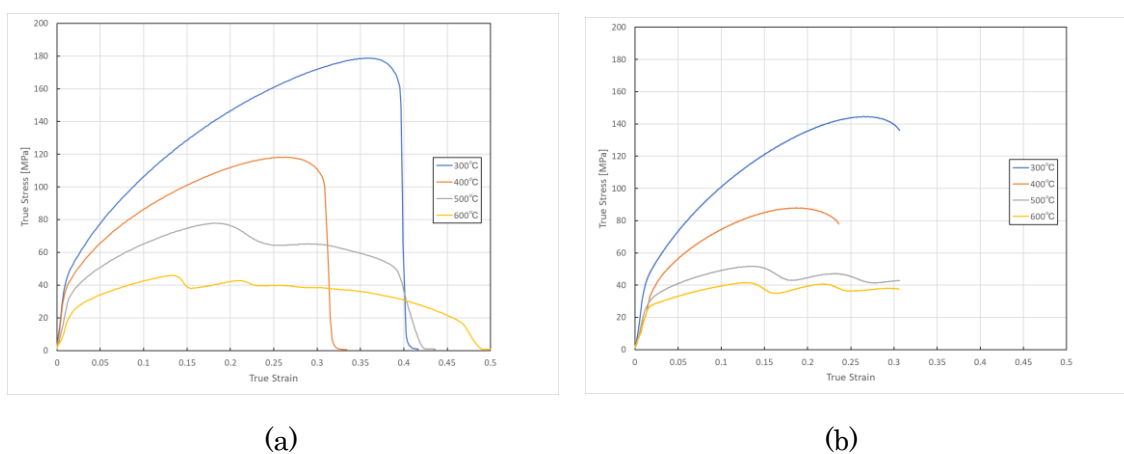


図 2. 温度範囲 $200 \sim 600^\circ C$ における純銅の真応力-真ひずみ曲線
(a) 公称ひずみ速度 $1.0 \times 10^{-3}/s$ 、(b) 公称ひずみ速度 $1.0 \times 10^{-4}/s$

参考文献

- [1] “純ニッケルにおける動的再結晶下での集合組織形成”, 福富洋志, 長谷川誠, 山本光宏, 日本金属学会誌, 65-2 (2001) 71-77.
- [2] “超塑性 Al-Mg-Mn 合金における連続動的再結晶の初期過程”, 金澤孝昭, 増田紘士, 戸部裕史, 笈幸次, 佐藤英一, 軽金属, 67-4 (2017) 95-100.
- [3] “A critical assessment of experimental investigation of dynamic recrystallization of metallic materials”, H.K.Zhang, H.Xiao, X.W.Fang, Q.Zhang, R.E.Logé, K.Huang, Materials & Design, 193 (2020) 108873.