多軸鍛造を施したAl–Al₃Ti複相材料のAl₃Ti粒子分布に及ぼす鍛造温度の影響

佐藤 尚*・手島 史貴**・渡辺 義見*

Journal of The Japan Institute of Light Metals, Vol. 68, No. 1 (2018), 2–8
© 2018 The Japan Institute of Light Metals

Effects of forging temperature on Al₃Ti particle distribution in Al–Al₃Ti multi-phase materials deformed by multi-directional forging

Hisashi SATO*, Fumitaka TESHIMA** and Yoshimi WATANABE*

The effects of forging temperature on the distribution of Al₃Ti platelet particles in Al–Al₃Ti multi-phase materials deformed by multi-directional forging (MDF) are investigated. The Al–Al₃Ti multi-phase materials consist of large Al₃Ti platelet particles and α -Al matrix. The MDF is performed at either room temperature (RT) or 573 K, and the Al₃Ti platelet particles are refined at both temperatures. The refined particles in the specimen subjected to MDF at 573 K are larger than those in the specimen subjected to MDF at RT. This size difference can be explained by dynamic recrystallization of the α -Al matrix during MDF. Furthermore, the change in the spatial distribution of the refined Al₃Ti particles in the forged specimens is evaluated using Morishita's index. Based on the results, it is found that the spatial distribution of the particles changes depending on the plastic flow of the α -Al matrix during MDF. In addition, the change in spatial distribution of the particles is greater when MDF is carried out at RT than at 573 K. Therefore, it is concluded that the size and spatial distributions of the Al₃Ti platelet particles in the Al–Al₃Ti multi-phase materials deformed by the MDF depend on the forging temperature.

(Received May 1, 2017 Accepted September 8, 2017)

Keywords: composite; severe plastic deformation; multi directional forging (MDF); particle distribution; Morishita's index

1. 緒 言

第2相粒子を有する金属基複相材料に巨大ひずみ加工を施すと、母相の結晶粒微細化や母相の大きな塑性流動に起因した第2相粒子の破壊が生じる^{1)~14)}。特に、複相材料中の第2相粒子分布は材料強度に大きく寄与するため、複相材料への巨大ひずみ加工に伴う母相の変形挙動と第2相粒子の分散状況の変化（以降、分散挙動と呼ぶ）を関連づけることは重要である。

これまで、巨大ひずみ加工に関する研究は、主に第2相粒子を持たない金属材料の結晶粒微細化挙動についてなされてきた^{15)~19)}。これらの研究から、特にfcc構造を持つ金属材料への巨大ひずみ加工に伴う結晶粒微細化はgrain subdivision機構によって生じることが明らかになっている^{17), 19)}。一方、複相材料への巨大ひずみ加工に関する研究では、加工に伴う第2相粒子の空間分布の変化について多く報告がなされている^{1)~5), 7), 10)}。Sabirovらは、A6061アルミニウム合金母相中に粒状のSiC（直径0.3~1 μ m）が分散した6061-10 vol%SiC複相材料に高圧ねじり加工（High Pressure Torsion:

HPT）を施し、HPTに伴うSiC粒子の空間分布の変化について調べた⁵⁾。この複相材料は、SiC粒子が密集してクラスターを形成しながら母相中に分散した組織を有する。その結果、HPT後の複相材料におけるSiC粒子は、クラスターを形成せずに母相に均一分散することを明らかにしている。一方、Köhlerらは、直径0.2~2 μ mの粒状Al₂O₃粒子が分散したAl–Al₂O₃複相材料に押出加工を施すと、母相中のAl₂O₃粒子の空間分布が均一になることを報告している¹⁴⁾。このように、粒状の第2相粒子を持つ複相材料への巨大ひずみ加工は、加工方法にかかわらず第2相粒子の空間分布を均一化することが知られている。一方、Watanabeらは、長軸長さが200 μ m以上である板状Al₃Ti粒子が α -Al母相中に分散したAl–Al₃Ti複相材料にRoute AあるいはRoute B_cの加工経路にて4パスの繰返し押出加工（Equal-Channel Angular Pressing: ECAP）を施し、ECAPに伴う板状Al₃Ti粒子分布の変化について調べた⁷⁾。その際、複相材料中の板状Al₃Ti粒子はECAPによって微細化し、かつ板状Al₃Ti粒子の空間分布が加工経路に依存することを見いだしている。さらに、Satoらは、ECAPを施したAl–Al₃Ti複相材料の板状Al₃Ti粒子分布をシリアルセ

*名古屋工業大学（〒466-8555 愛知県名古屋市昭和区御器所町） Department of Physical Science and Engineering, Graduate School of Engineering, Nagoya Institute of Technology (Gokiso-cho, Showa-ku, Nagoya-shi, Aichi 466-8555) E-mail: sato.hisashi@nitech.ac.jp

**名古屋工業大学大学院生（名古屋市）〔現在：トヨタ自動車株式会社〕 Graduate Student, Department of Engineering Physics, Electronics and Mechanics, Graduate School of Engineering, Nagoya Institute of Technology (Nagoya-shi, Aichi) 〔Present: Toyota Motor Corporation〕

クショニングにて3次元可視化することで、その複相材料中の板状 Al_3Ti 粒子の空間分布が母相の塑性流動に依存することを報告している¹⁰⁾。

このように、巨大ひずみ加工を施した板状粒子を持つ複相材料の粒子寸法やその空間分布は、粒状粒子を有する複相材料と異なり、その加工方法に依存した母相の塑性流動によって決定することがわかっている^{7), 10)}。一方、このような板状粒子の寸法や空間分布は加工中の温度にも依存するであろう。これは、母相に動的回復や動的再結晶が生じるような高温環境下で加工を施した場合、母相の硬さが低下し、剪断変形に伴う板状粒子の破壊が生じにくくなるためである^{20)~23)}。しかし、巨大ひずみ加工における加工温度が板状粒子を持つ複相材料の粒子分布に及ぼす影響については報告されていない。

本研究では、 $\text{Al}-\text{Al}_3\text{Ti}$ 複相材料に対して室温 (Room Temperature: RT) および573 Kにて多軸鍛造 (Multi-Directional Forging: MDF) を施し、鍛造温度が板状 Al_3Ti 粒子の破壊および分散挙動に及ぼす影響について調べた。また、本研究では、破壊した板状 Al_3Ti 粒子の集中度を森下指数 I_d にて定量的に評価し^{24)~26)}、MDFに伴う板状 Al_3Ti 粒子の空間分布の変化も調査した。その結果、巨大ひずみ加工を施した $\text{Al}-\text{Al}_3\text{Ti}$ 複相材料の Al_3Ti 粒子分布は母相の塑性流動および鍛造温度に依存することを本研究の新たな知見として明らかにしている。

さらに、本研究で用いる $\text{Al}-\text{Al}_3\text{Ti}$ 複相材料は、 Al_3Ti 粒子がアルミニウム凝固の異質核として作用することから、アルミニウム鑄造材の結晶粒微細化剤として知られている²⁷⁾。詳細は後で述べるが、 $\text{Al}-\text{Al}_3\text{Ti}$ 複相材料へのMDFによって、 Al_3Ti 粒子が微細化し、かつ形状も粒状に変化する。そのため、 $\text{Al}-\text{Al}_3\text{Ti}$ 複相材料へのMDFは、アルミニウム凝固の異質核となる Al_3Ti 粒子の数密度を増加させると同時にアルミニウムとの界面マッチングを改善させることにつながるため、アルミニウム鑄造材に対する $\text{Al}-\text{Al}_3\text{Ti}$ 複相材料の結晶粒微細化能を向上させることが期待できる。そこで、本研究では、 $\text{Al}-\text{Al}_3\text{Ti}$ 複相材料へのMDFの工業的利用として、アルミニウム鑄造材の結晶粒微細化剤への適用可能性についても検討した。

2. 実験方法

本研究では、供試材として $\text{Al}-5\text{mass}\%\text{Ti}$ 合金インゴットを用いた。このインゴットをAr雰囲気中で溶解温度1073 Kにて鑄造し、直径48 mmおよび高さ80 mmの円柱状鑄造材を得た。その後、この鑄造材から、機械加工および研磨にて $20.0\text{ mm} \times 28.0\text{ mm} \times 39.0\text{ mm}$ (寸法比: 1.00:1.40:1.95) の形状を持つMDF試料を作製した。なお、本研究では、組織観察方向を明確に示すためにFig. 1に示す試料座標系を設定した。

作製したMDF試料に対し、RTおよび573 KにてMDFを行った。MDFにおける1パス目、2パス目および3パス目の鍛造方向は、それぞれFig. 1に示すZ方向、X方向およびY方向である。また、MDFにおけるひずみ速度は $6.7 \times 10^{-3} \text{ 1/s}$ とし、1パスあたりに導入する対数ひずみ量を0.67とした。なお、本研究におけるMDFは、鍛造治具と試料の間にh-BN潤滑材を塗布し、かつ試料形状を拘束するための金型を用い

Fig. 1 Schematic illustration of the MDF specimen and specimen coordinate system.

Fig. 2 True stress-cumulative strain curves of $\text{Al}-\text{Al}_3\text{Ti}$ multi-phase material subjected to MDF at RT or 573 K.

ずに行った。

MDFを施した試料の最終鍛造方向と垂直になる面に対し、走査型電子顕微鏡 (Scanning Electron Microscope: SEM) および電子線後方散乱回折法 (Electron Backscattering Diffraction: EBSD) にて組織観察を行った。このとき、本研究では、試料中心部の Al_3Ti 粒子分布に着目して微細組織を観察している。さらに、本研究ではMDFを施した試料における $\alpha\text{-Al}$ 母相のビッカース硬さを測定した。なお、測定条件は、荷重を0.098 Nおよび荷重印加時間を15 sとした。

3. 実験結果および考察

3.1 MDFに伴う応力-累積ひずみ曲線および $\alpha\text{-Al}$ 母相の硬さ変化

Fig. 2は、RTおよび573 KにてMDFを行った試料の典型的な応力-累積ひずみ曲線である。RTでのMDFでは、すべての鍛造パスにおいて加工硬化が生じていた。一方、573 KにおけるMDFでは、RTでのMDFに比べて流動応力が小さく、かつ加工硬化率も小さい。また、573 KのMDFで得られた応力-累積ひずみ曲線は、すべての鍛造パスにおいて定常状態変形を示していた。この鍛造温度である573 Kは、 $\alpha\text{-Al}$ 母相に動的回復や動的再結晶が生じることが推測される $0.5T_m$ (T_m : 融点, $T_m=938\text{ K}$ ²⁸⁾) である469 Kを超えている。さらに、中尾らは、MDFにおける応力-累積ひずみ曲線の形状に定常状態変形がみられた場合、変形中に動的回復が生じていることを報告している²²⁾。それゆえ、573 KでMDFを施した試料では鍛造中に $\alpha\text{-Al}$ 母相で動的回復や動的再結晶が生じていると考えられる。

そこで、本研究では、すべての試料に対して $\alpha\text{-Al}$ 母相のビッカース硬さを調べた。Fig. 3は、累積ひずみの変化に伴う $\alpha\text{-Al}$ 母相のビッカース硬さ変化を示している。RTにてMDFを施した試料では、累積ひずみの増加に伴って $\alpha\text{-Al}$ 母

Fig. 3 Vickers hardness of α -Al matrix in the Al- Al_3Ti multi-phase materials subjected to MDF at RT or 573 K as a function of cumulative strain.

Fig. 4 Backscatter electron compositional (BEC) image showing the microstructure of the Al- Al_3Ti multi-phase material before MDF.

相の硬さが増加した。一方、573 KでMDFを行った試料における α -Al母相の硬さは、累積ひずみの増加にかかわらず、大きな変化が生じていない。また、次節にて結果を示すが、573 KにてMDFを施した試料の α -Al母相には、動的再結晶にて生成した微細粒が観察された。それゆえ、573 KでのMDFでは、鍛造中に動的再結晶が α -Al母相にて生じているため、RTでのMDFに比べて流動応力や加工硬化が小さいといえる。

3.2 MDFを施した複相材料の微細組織に及ぼす鍛造温度の影響

MDF前のAl- Al_3Ti 複相材料の微細組織をFig. 4に示す。Fig. 4において白色の細長い粒子は Al_3Ti 粒子である。遠心 castingによる粒子配向²⁹⁾やシリアルセクションニングによる3次元可視化¹¹⁾により、この細長い粒子の形状が板状であることがわかっている。このように、MDF前のAl- Al_3Ti 複相材料には、長軸長さが200 μm 以上の板状 Al_3Ti 粒子が分散していた。また、これらの Al_3Ti 粒子の長手方向はランダムに向いている。Fig. 5(a)および(b)は、それぞれRTおよび573 KにてMDFを施した試料の微細組織を示している。板状 Al_3Ti 粒子は、鍛造温度にかかわらずMDFに伴って破壊し、微細化していた。また、破壊した板状 Al_3Ti 粒子は、粒子長手方向が特定の方向に揃うなど配向分布を形成していない。過去の研究において、Al- Al_3Ti 複相材料にRoute Aの加工経路でECAP⁷⁾あるいは圧下率53%の圧延加工¹²⁾を施すと、板状 Al_3Ti 粒子の破壊と同時に粒子長手方向が加工方向に配向することが報告されている。しかし、本研究のMDFの場合

Fig. 5 BEC images showing the microstructures of the Al- Al_3Ti multi-phase materials subjected to MDF at (a) RT or (b) 573 K. The upper, middle, and lower images in (a) and (b) depict specimens subjected to 1, 2, and 3 passes of MDF, respectively.

Fig. 6 High-magnification BEC images showing the microstructures of the Al- Al_3Ti multi-phase materials subjected to MDF at (a) RT or (b) 573 K. The upper, middle, and lower images in (a) and (b) depict specimens subjected to 1, 2, and 3 passes of MDF, respectively.

合は、1パスあたりの鍛造で導入される対数ひずみ量が0.67と小さいことや3方向から鍛造を加えていることから、板状 Al_3Ti 粒子に配向分布が生じにくいといえる。

さらに、これらのMDF後の試料に対する高倍率組織写真をFig. 6に示す。 Al_3Ti 粒子の形状は、鍛造温度にかかわらず、

Fig. 7 IPF, phase, and KAM maps of the Al–Al₃Ti multi-phase materials subjected to 3 passes of MDF at (a) RT or (b) 573 K.

MDFに伴って板状から粒状に変化していた。また、Al₃Ti粒子は、鍛造パスの増加に伴ってより微細化している。RTおよび573 Kにて鍛造を施した試料を比較すると、573 Kで鍛造した試料中のAl₃Ti粒子の方が大きい。次に示す**Fig. 7**で説明するが、これは、573 Kでの鍛造中に α -Al母相で動的再結晶が発生し、Al₃Ti粒子周りの α -Al母相における転位密度が低下することに起因する。

Fig. 7(a) および **(b)** は、それぞれRTおよび573 KでMDFを3パス施したAl–Al₃Ti複相材料の逆極点図マップ (Inverse Pole Figure: IPF)、Phaseマップおよび α -Al母相中のKernel Average Misorientation (KAM) マップである。IPFマップからわかるように、573 Kで鍛造を施した試料の α -Al母相には微細で等軸状の再結晶粒が形成していた。また、この試料の α -Al母相におけるKAMは、RTでの鍛造材に比べて低い。KAMは幾何学的に必要な転位 (Geometrically Necessary Dislocation: GND) の密度に対応することが知られている³⁰⁾。そのため、573 KでMDFを施した試料の α -Al母相では、RTで鍛造をした試料に比べてGND密度が低いことから、鍛造中に動的再結晶が生じていることがいえる。これらのEBSDの結果からも、573 KでのMDFでは、鍛造中に生じる α -Al母相での動的再結晶にてAl₃Ti粒子周りの α -Al母相における転位密度が低下し、Al₃Ti粒子の破壊が生じにくくなることがわかる。

3.3 MDFを施した複相材料のAl₃Ti粒子寸法に及ぼす鍛造温度の影響

RTおよび573 KにてMDFを施したAl–Al₃Ti複相材料におけるAl₃Ti粒子寸法の分布を示すヒストグラムを**Fig. 8**に示

Fig. 8 Particle diameter distributions of Al₃Ti particles in the specimens (a) before MDF and after (b) 1, (c) 2, and (d) 3 passes of MDF at RT or 573 K.

Fig. 9 Variation of the Al₃Ti particle diameters in the Al–Al₃Ti multi-phase materials subjected to MDF at RT or 573 K as a function of cumulative strain.

す。なお、このAl₃Ti粒子寸法は、断面形状を円と仮定して粒子面積から算出した直径である。さらに、これらのヒストグラムから算出したAl₃Ti粒子の平均粒子直径と累積ひずみの関係を**Fig. 9**に示す。Fig. 8およびFig. 9から、Al₃Ti粒子は、鍛造温度にかかわらず累積ひずみが大きくなるにつれて微細化していた。また、Fig. 8からAl₃Ti粒子分布の幅は、累積ひずみが増加するにつれて狭くなっている。よって、板状粒子を持つ複相材料への巨大ひずみ加工は、板状粒子を微細化すると同時に、粒子寸法を均一にする効果を持つことがい

える。

さらに、RTおよび573KでMDFを施した試料の Al_3Ti 粒子直径を比較すると、573Kにて鍛造した試料の Al_3Ti 粒子は、RTで鍛造した試料に比べて大きく、かつ粒子分布の幅も広い。これは、鍛造温度が高くなるほどMDFによる Al_3Ti 粒子の破壊が生じにくくなることを意味する。

過去の研究において、柔らかい母相中に硬質粒子が分散した複合材料の場合、母相に生じる塑性変形によって、硬質粒子に割れあるいは母相と粒子界面に剥離が生じることが報告されている³¹⁾。また、母相と硬質粒子との結合性が良好である場合は、母相の塑性変形で硬質粒子に作用する応力状態が3軸応力状態になるため、硬質粒子に割れが発生しやすい。本研究で用いたAl- Al_3Ti 複相材料中の α -Al母相と Al_3Ti 粒子は、両者の間で結晶の整合性が比較的優れているため³²⁾、良好な結合性を持つと考えられる。そのため、本研究で用いたAl- Al_3Ti 複相材料は、母相の塑性変形によって Al_3Ti 粒子の破壊が生じるといえる。ここで、Al- Al_3Ti 複相材料への鍛造で板状 Al_3Ti 粒子を破壊するために必要な条件を考えると、板状 Al_3Ti 粒子の破壊に必要な条件は「母相の塑性流動に起因した Al_3Ti 粒子の剪断変形」および「 Al_3Ti 粒子を破壊するために必要な母相の硬さ」であると考えられる。鍛造に伴う α -Al母相の塑性流動は、鍛造温度が高いほど活発に生じる。しかし、573KでのMDFでは、 α -Al母相に動的再結晶が生じており、 α -Al母相の剪断変形によって Al_3Ti 粒子周りの α -Al母相に堆積した転位が回復して転位密度が低下していると考えられる。その結果、573KでMDFを施した複相材料では、RTでのMDFに比べて Al_3Ti 粒子の破壊が生じにくく、 Al_3Ti 粒子の寸法が大きくなるといえる。

3.4 MDFを施した複相材料の Al_3Ti 粒子の空間分布に及ぼす鍛造温度の影響

過去の研究において、巨大ひずみ加工を施したAl- Al_3Ti 複相材料における Al_3Ti 粒子の空間分布は、加工にて生じる α -Al母相の塑性流動に依存することが報告されている¹⁰⁾。そこで、本研究では、MDFによって破壊した Al_3Ti 粒子の空間分布を粒子の集中度の観点から評価した。

森下は、数理生態学において、観察領域に存在する点（粒子）の集中度を定量的に示す手法として I_δ を提案している²⁴⁾。この手法は、観察領域を等面積の小さな区画に分けて評価する区画法の一つであり、曲げ疲労が生じた炭素鋼における亀裂の空間分布²⁵⁾や粒子分散強化複合材料における粒子の空間分布²⁶⁾の評価などに用いられている。観察領域を区画数 q だけ分割した場合、 I_δ は次式にて得ることができる。

$$I_\delta = q \cdot \delta \quad (1)$$

$$\delta = \frac{\sum_{i=1}^q n_i(n_i - 1)}{N(N - 1)} \quad (2)$$

$$N = \sum_{i=1}^q n_i \quad (3)$$

ここで、 n_i は i 番目の区画における粒子数および N は全粒子数である。一般的に、この I_δ による粒子の空間分布は、 q の変化に伴う I_δ の変化パターンに基づいて評価されている。Fig. 10は、 I_δ と q の関係を示す典型的な曲線、およびそれに対応した粒子分布の模式図を示す。粒子の空間分布がポアソ

Fig. 10 Schematic illustration showing typical curves of I_δ as a function of q . The illustrations on the right depict the particle distributions for each I_δ - q curve.

Fig. 11 I_δ - q curves of Al- Al_3Ti multi-phase materials subjected to MDF at (a) RT or (b) 573 K.

ン分布（ランダム分布）である場合は、 q が増加しても $I_\delta=1$ となる。一方、粒子が同程度の粒子間距離を持つ規則分布であるとき、 I_δ は q の増加にかかわらず1よりも小さい。さらに、粒子が集団（凝集）を形成している集中分布となっているときの I_δ は、1より大きい値となる。よって、MDFを施した試料に対し、 I_δ と q の関係を示すパターンを調査することで、MDFに伴う Al_3Ti 粒子の空間分布の変化を評価することができる。

RTおよび573KにてMDFを施したAl- Al_3Ti 複相材料における I_δ と q の関係を、それぞれFig. 11(a)および(b)に示す。なお、本研究では、 Al_3Ti 粒子の重心位置を粒子の位置とし、各区画内の粒子数を測定することで I_δ を算出した。また、Fig. 11の結果に基づいた板状 Al_3Ti 粒子の破壊過程をFig. 12の模式図に示す。Fig. 11より、MDFを1パスだけ施すと、 I_δ は鍛造温度にかかわらず増加した。1パスの鍛造で Al_3Ti 粒子が破壊し、 Al_3Ti 粒子の集団が形成したためである（Fig. 12(a)）。また、MDFを2パス施すと I_δ は低下した。これは、

Fig. 12 Schematic illustrations showing the fragmentation process of Al_3Ti particles in the $\text{Al}-\text{Al}_3\text{Ti}$ multi-phase material during MDF: (a) before MDF, (b) after 1 pass, (c) after 2 passes, (d) after 3 passes.

2パス目の鍛造を1パス目と異なる方向から施しているため、Fig. 12(b) に示すように破壊した Al_3Ti 粒子がより広い領域に分散したことに起因する。さらに、MDFを3パス施した場合、 I_0 は最も大きくなった。つまり、破壊した Al_3Ti 粒子は、3パス目のMDFにて最も顕著に集団を形成することがいえる。MDFでは、3パス目で試料形状が元に戻るような塑性流動が母相に生じる。そのため、MDFにて破壊した Al_3Ti 粒子は、3パス目でMDF前の位置に戻り、 Al_3Ti 粒子の形状を示唆するように集団を形成するのであろう (Fig. 12(c))。このMDFに伴う Al_3Ti 粒子の空間分布の変化は、鍛造温度にかかわらず生じていた。よって、MDFに伴う $\text{Al}-\text{Al}_3\text{Ti}$ 複相材料の空間分布は母相の塑性流動に依存していることが明らかである。

Fig. 11(a) および (b) を比較すると、RTにてMDFを施した複相材料は、573 Kにて鍛造した複相材料に比べて Al_3Ti 粒子の空間分布の変化が大きい。そこで、鍛造温度の変化に伴う Al_3Ti 粒子空間分布の違いに関する理由について検討する。MDFによって板状 Al_3Ti 粒子が微細化した場合、微細化された個々の Al_3Ti 粒子は、孤立した Al_3Ti 粒子として $\alpha\text{-Al}$ 母相中に分散する。また、これらの微細化された Al_3Ti 粒子は、 $\alpha\text{-Al}$ 母相の塑性流動に従って個々に移動することができる。そのため、一つの板状 Al_3Ti 粒子がMDFによってより微細になるほど、微細化された Al_3Ti 粒子は $\alpha\text{-Al}$ 母相の塑性流動に従ってより広い領域に分散すると考えられる。前で述べたように、RTでMDFを施した $\text{Al}-\text{Al}_3\text{Ti}$ 複相材料中の Al_3Ti 粒子の寸法は、573 Kで鍛造した試料中の Al_3Ti 粒子に比べて小さい。そのため、RTでMDFを施した方が、微細化された Al_3Ti 粒子をより広い領域に分散できると考えられる。その結果、MDFに伴う Al_3Ti 粒子の空間分布の変化は、RTでの鍛造の方が大きくなるであろう。よって、巨大ひずみ加工を施した板状粒子を持つ複相材料中における粒子空間分布は、加工温度に依存することがいえる。

3.5 MDFを施した $\text{Al}-\text{Al}_3\text{Ti}$ 複相材料の工業的応用

本研究では、鍛造温度にかかわらずMDFに伴って $\text{Al}-\text{Al}_3\text{Ti}$ 複相材料の Al_3Ti 粒子が板状から粒状に変化することを見いだした。ところで、 $\text{Al}-\text{Al}_3\text{Ti}$ 複相材料はアルミニウム鑄造における結晶粒微細化剤²⁷⁾でもあり、同微細化剤中の Al_3Ti 粒子が凝固の異質核として働くものと考えている³²⁾。ここで、 Al_3Ti は結晶の対称性が悪い D_{022} 構造であり、アルミニウムと比較した場合、 Al_3Ti は a 軸方向では5%縮んでいるのに対し、 c 軸方向には6%伸びた結晶構造となっている。したがって、 Al_3Ti と Al との界面マッチングは結晶面ごとに異なるため、 Al_3Ti 異質核粒子の結晶粒微細化能は結晶面ごとに異なり^{12), 33)}、形状により結晶粒微細化能が変化すると考えられる^{33), 34)}。本実験でも示したように、結晶粒微細化剤中の Al_3Ti 粒子は板状であり、その板面は $(001)_{\text{Al}_3\text{Ti}}$ であるが³⁵⁾、この面はアルミニウムとの格子マッチングのよくない面である。したがって、MDFによって Al_3Ti 板状粒子を破壊することは、単に異質核の数密度を増加させるのみならず、より格子マッチングのよい面を創出することになる。このように、MDFを結晶粒微細化剤に施せば、結晶粒微細化能向上につながると考えられる。

4. 結 言

板状 Al_3Ti 粒子を有する $\text{Al}-\text{Al}_3\text{Ti}$ 複相材料に対して室温 (RT) および573 Kにて多軸鍛造 (MDF) を施し、鍛造に伴う Al_3Ti 粒子の寸法および空間分布の変化について調べた。主な結果は以下の通りである。

(1) RTおよび573 KにてMDFを施した $\text{Al}-\text{Al}_3\text{Ti}$ 複相材料の粒子寸法は累積ひずみの増加に伴って小さくなる。また、573 KでMDFを施した $\text{Al}-\text{Al}_3\text{Ti}$ 複相材料の Al_3Ti 粒子直径は、RTでMDFを施した複相材料に比べて大きかった。この複相材料中の Al_3Ti 粒子は $\alpha\text{-Al}$ 母相の剪断変形によって破壊する。しかし、573 KでのMDFでは、MDF中に生じる $\alpha\text{-Al}$ 母相での動的回復や動的再結晶によって、 Al_3Ti 粒子周りの $\alpha\text{-Al}$ 母相に堆積した転位が回復し、転位密度が低下する。その結果、573 KでのMDFでは、RTでのMDFに比べて Al_3Ti 粒子の破壊が生じにくくなる。

(2) MDFに伴う Al_3Ti 粒子の空間分布変化を森下指数 I_0 にて評価した結果、 Al_3Ti 粒子の空間分布は $\alpha\text{-Al}$ 母相の塑性流動に従うように変化した。すなわち、巨大ひずみ加工を施した板状粒子を有する複相材料の粒子空間分布は母相の塑性流動に依存する。

(3) RTでMDFを施した $\text{Al}-\text{Al}_3\text{Ti}$ 複相材料における Al_3Ti 粒子の空間分布変化は、573 KでMDFを施した複相材料に比べて大きい。MDFにて微細化された Al_3Ti 粒子は、 $\alpha\text{-Al}$ 母相の塑性流動にて $\alpha\text{-Al}$ 母相中を自由に移動することができる。よって、RTでのMDFでは、573 KでのMDFに比べて Al_3Ti 粒子がより微細になるため、微細化された Al_3Ti 粒子がより広い領域に分散すると考えられる。つまり、巨大ひずみ加工を施した板状粒子を持つ複相材料中の粒子空間分布は加工温度にも依存することがいえる。

(4) MDFに伴って $\text{Al}-\text{Al}_3\text{Ti}$ 複相材料の Al_3Ti 粒子が破壊し、かつ板状から粒状に変化する。したがって、 $\text{Al}-\text{Al}_3\text{Ti}$ 複相材料をアルミニウム鑄造における結晶粒微細化剤としてとらえれば、MDFを施すことにより異質核の数密度増加と格

子マッチングのよい面を創出することの同時達成の可能性が考えられる。このように、MDFは結晶粒微細化剤の性能向上にもつながる技術と考えられる。

謝 辞

本研究は、公益財団法人軽金属奨学会の「研究補助金」、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）の平成28年度「中堅・中小企業への橋渡し研究開発促進事業」、およびの国立研究開発法人科学技術振興機構（JST）の産学共創基礎基盤研究プログラム「革新的構造用金属材料創製を目指したヘテロ構造制御に基づく新指導原理の構築」の支援を受けた。ここに謝意を表する。

参 考 文 献

- 1) R. Z. Valiev, R. K. Islamgaliev, N. F. Kuzmina: *Scr. Mater.*, **40** (1999), 117–122, doi: 10.1016/S1359-6462(98)00398-4.
- 2) Y. Li and T. G. Langdon: *J. Mater. Sci.*, **35** (2000), 1201–1204, doi: 10.1023/A:1004740504619.
- 3) C. Xu, M. Furukawa, Z. Horita and T. G. Langdon: *Acta Mater.*, **51** (2003), 6139–6149, doi: 10.1016/S1359-6454(03)00433-6.
- 4) Z. Zhang, Y. Watanabe, I. S. Kim, X. Liu and X. Bian: *Metall. Mater. Trans., A*, **36A** (2005), 837–844, doi: 10.1007/s11661-005-0197-x.
- 5) I. Sabirov, O. Kolednik and R. Pippan: *Metall. Mater. Trans., A*, **36A** (2005), 2861–2870, doi: 10.1007/s11661-005-0281-2.
- 6) Z. Zhang, S. Hosoda, I. S. Kim and Y. Watanabe: *Mater. Sci. Eng. A*, **425** (2006), 55–63, doi: 10.1016/j.msea.2006.03.018.
- 7) Y. Watanabe, P. D. Sequeira, O. Sitdikov, H. Sato, Z. Zhang and I. S. Kim: *Mater. Sci. Forum*, **561–565** (2007), 251–254.
- 8) H. Sato, T. Murase, T. Fujii, S. Onaka, Y. Watanabe and M. Kato: *Acta Mater.*, **56** (2008), 4549–4558, doi: 10.1016/j.actamat.2008.05.012.
- 9) 中山栄浩, 宮崎徹也: *軽金属*, **61** (2011), 729–735, doi: 10.2464/jilm.61.729.
- 10) H. Sato, T. Hishikawa, Y. Makino, T. Kunimine and Y. Watanabe: *Proc. ICAA13*, (2012), 1575–1580.
- 11) H. Sato, Y. Noda and Y. Watanabe: *Mater. Trans.*, **54** (2013), 1274–1280, doi: 10.2320/matertrans.ME201306.
- 12) H. Sato, K. Ota, M. Furukawa, M. Azuma, Y. Watanabe, Z. Zhang and K. Tsuzaki: *Mater. Trans.*, **54** (2013), 1554–1561, doi: 10.2320/matertrans.MH201322.
- 13) R. Z. Valiev, A. P. Zhilyaev and T. G. Langdon: *Bulk Nanostructured Materials: Fundamentals and Applications*, John Wiley & Sons, (2014), 239–288.
- 14) L. Köhler, K. Hockauf and T. Lampke: *Metals*, **5** (2015), 790–801, doi: 10.3390/met5020790.
- 15) R. Z. Valiev, N. A. Krasinikov and N. K. Tsenev: *Mater. Sci. Eng. A*, **137** (1991), 35–40, doi: 10.1016/0921-5093(91)90316-F.
- 16) M. Nemoto, Z. Horita, M. Furukawa and T. G. Langdon: *Met. Mater.*, **4** (1998), 1181–1190, doi: 10.1007/BF03025992.
- 17) N. Hansen and R. F. Mehl: *Metall. Mater. Trans., A*, **32A** (2001), 2917–2935, doi: 10.1007/s11661-001-0167-x.
- 18) 堀田善治: *軽金属*, **60** (2010), 134–141, doi: 10.2464/jilm.60.134.
- 19) 辻 伸泰: *軽金属*, **62** (2012), 392–397, doi: 10.2464/jilm.62.392.
- 20) R. Kaibyshev, O. Sitdikov, A. Goloborodko and T. Sakai: *Mater. Sci. Eng. A*, **344** (2003), 348–356, doi: 10.1016/S0921-5093(02)00440-9.
- 21) O. Sitdikov, T. Sakai, A. Goloborodko, H. Miura and R. Kaibyshev: *Mater. Trans.*, **45** (2004), 2232–2238, doi: 10.2320/matertrans.45.2232.
- 22) 中尾佳史, 三浦博己, 酒井 拓, 和田正彦: *日本金属学会誌*, **70** (2006), 434–439, doi: 10.2320/jinstmet.70.434.
- 23) 酒井 拓, 三浦博己: *まてりあ*, **48** (2009), 491–498, doi: 10.2320/materia.48.491.
- 24) 森下正明: *生理生態*, **7** (1957), 134–144.
- 25) 石原外美, 塩沢和章, 宮尾嘉寿, 神島裕児: *日本機械学会論文集 (A編)*, **56** (1990), 494–500, doi: 10.1299/kikaia.56.494.
- 26) 住田雅夫: *繊維学会誌*, **51** (1995), 345–348, doi: 10.2115/fiber.51.8.P345.
- 27) 茂木徹一, 大野篤美: *軽金属*, **31** (1981), 415–421, doi: 10.2464/jilm.31.415.
- 28) T. B. Massalski, H. Okamoto, P. R. Subramanian and L. Kacprzak: *Binary Alloy Phase Diagrams 2nd Ed.*, ASM International, **1** (1996), 225–227.
- 29) Y. Watanabe, H. Eryu and K. Matsuura: *Acta Mater.*, **49** (2001), 775–783, doi: 10.1016/S1359-6454(00)00384-0.
- 30) J. F. Nye: *Acta Metall.*, **1** (1953), 153–162, doi: 10.1016/0001-6160(53)90054-6.
- 31) 東郷敬一郎: *材料強度解析学—基礎から複合材料の強度解析まで—*, 内田老鶴圃, (2004), 217–263.
- 32) 渡辺義見, 佐藤 尚: *軽金属*, **64** (2014), 157–163, doi: 10.2464/jilm.64.157.
- 33) Y. Watanabe, T. Hamada and H. Sato: *Jpn J. Appl. Phys.*, **55** (2016), 01AG01 (10 pages), doi: 10.7567/JJAP.55.01AG01.
- 34) 渡辺義見, 平子孝明, 知場三周, 佐藤 尚: *軽金属*, **67** (2017), 208–213, doi: 10.2464/jilm.67.208.
- 35) Y. Watanabe, P. D. Sequeira, H. Sato, T. Inamura and H. Hosoda: *Jpn J. Appl. Phys.*, **55**(2016), 01AG03 (7 pages), doi: 10.7567/JJAP.55.01AG03.