

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 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。

そこで本研究では、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ので、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。本課題の範囲では、純銅を対象として集合組織の発達挙動を評価した。動的再結晶では応力ひずみ曲線において硬化と軟化の振動を示すため、その過程と集合組織の発達の関係を純銅に対して調査することを、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)の焼き鈍し材を用いた。平行部の直径が 8mm、長さが 26mm の丸棒引張試験片を用いた。高温引張を行いながら、中性子回折測定を実施した。温度は 300、400、500、600°C の 4 条件とし、公称ひずみ速度が 1.0×10^{-4} となる一定ストローク速度で引張加工を行なった。赤外炉加熱により速度 1°C/min で昇温し、設定温度到達から 10 分間保持後に引張加工を開始した。集合組織の測定は TOF 型中性子回折法によって実施した。解析は MAUD を用いた Rietveld-Texture-Analysis を実施した。

3. Results

動的再結晶は、簡易的には応力ひずみ曲線の応力の振動で確認できる。300°C および 400°C の引張では、一山の応力の振動が確認された後に破断した。500°C および 600°C の引張では 3 山の応力の振動が確認された後に破断した。ここでは代表として 500°C での引張中の集合組織の変化を示す(図 1)。引張加工付与前と比べて、15% 引張では $\langle 100 \rangle$ //引張方向の極密度が 2.6 に上昇する一方で、30% 引張では $\langle 100 \rangle$ //引張方向の極密度は 2.2 に減少している。14% 引張と 19% 引張はそれぞれ応力ひずみ曲線の応力振動の一つ目の山部と谷部に相当し、加工による方位集積と再結晶による方位回転に対応すると考えられる。一方で、 $\langle 111 \rangle$ //引張方向の極密度は、14% 引張で引張前より若干高まり、その後の 19% 引張

では 14%引張との変化は無い。<111>//引張方向の方位の集積については、加工による増加と再結晶による減少が均衡していると考えられる。極点図の範囲では再結晶による特定の結晶方位の増加は判別できないが、今後 ODF 解析によって結晶方位の変化を定量的に分析したい。

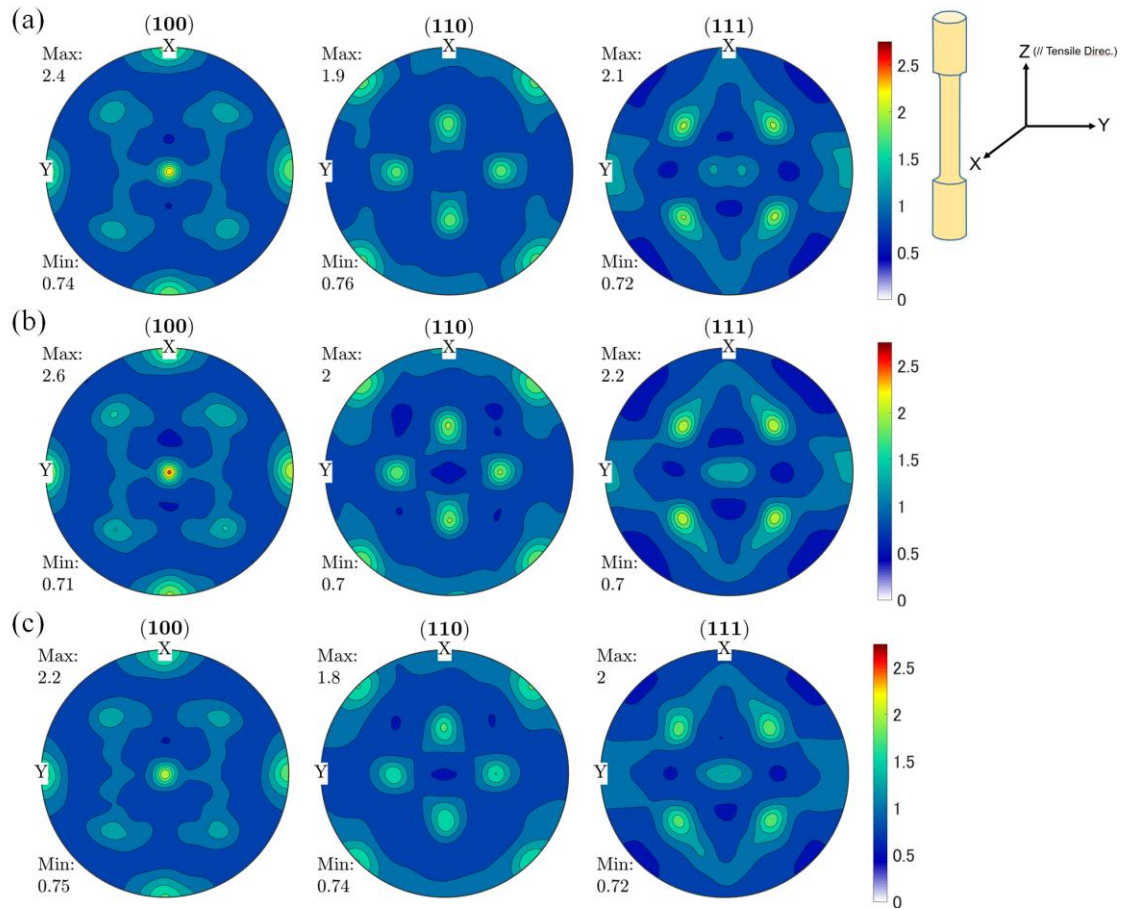


図 1. 純銅の熱間引張中の極点図の変化:(a)500°C到達後保持中、(b)500°C14%引張、(c)500°C19%引張。

4. Conclusion

中性子回折を用い、高温引張中の集合組織の変化をその場観察した。高温引張に伴う<100>および<111>//引張方向の集積度の増減が見られ、純銅の動的再結晶に対応する集合組織の変化を評価することができた。急峻な集合組織の変化ではないが、中性子による代表性の高い測定でその場観察を実施したことで、集合組織の変化を高感度に捉えられた。今後は、再結晶による結晶方位変化の詳細な分析を進めたい。また、銅合金でも同様の評価を進め、合金成分の影響を明らかにしていきたい。

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.