

放射光 X 線を用いたアルミニウム単結晶の 変形・再結晶中のその場観察

In-situ Observation during Deformation and Recrystallization of
Aluminum Single Crystal using Synchrotron Radiation

量研機構(QST)	城 鮎美	Ayumi SHIRO	Member
原子力機構(JAEA)	菖蒲 敬久	Takahisa SHOBU	Member
徳島大学	岡田 達也	Tatsuya OKADA	Non-member

Abstract

Deformation and recrystallization mechanisms are worthy of a note as the controls in properties of metallic materials. In this study, deformation and recrystallization of aluminum single crystal were in-situ observed using synchrotron X-rays, and the recrystallization behavior was obtained. The specimen was deformed with plastic strain of 8 %, and was heated at 753 K. after 6 minutes from heating, the diffraction from subgrains were appeared in the diffraction pattern of the initial crystal. The subgrains coexisted with the initial crystal only for 30 seconds, and then the diffraction spots of the initial crystal disappeared due to recrystallization. Finally, the diffraction spots of the subgrain remained.

Keywords: Single Crystal, Aluminum, In-Situ Observation, Deformation, Recrystallization

1. はじめに

変形、再結晶の研究は古くから盛んに行われてきたが、本研究は、その中でも粒界をもたない、単純な系であるアルミニウム単結晶を利用した研究に着目した。再結晶とは、変形により加工硬化した材料をある温度以上に加熱すると、新しい結晶方位を持った、転位密度が非常に低い再結晶粒が発生・成長する現象を指す。これまでの研究では表面すべり帯の観察による活動すべり系の特定や、TEM を用いた内部転位組織観察、SEM/ECP 法による変形組織と再結晶粒の方位関係の評価などが行われてきた [1] [2]。それら定性的な評価が進む一方、金属単結晶における応力・ひずみといった定量的な評価は、測定の難しさなどから研究が進んでいなかった。

近年、我々は高エネルギー放射光 X 線を利用し、アルミニウム単結晶粒内の応力・ひずみ分布測定を行い、弾塑性変形、および、再結晶後の内部ひずみ分布と結晶性との相関を明らかにした [3] [4]。高エネルギー放射光 X 線は、指向性の高さ、透過力の強さなどから、金属材料の内

部の観察に適している。本研究では高エネルギー放射光 X 線と二次元検出器を組み合わせ、変形・再結晶中のアルミニウム単結晶内部のひずみ、および、結晶方位のその場観察を行った。

2. 実験

2.1 測定試料

測定試料は縦型電気移動炉を用いたブリッジマン法によって育成した純度 99.999 mass% (5N) アルミニウム単結晶であり、引張方位は $\langle 111 \rangle$ である。試験片はモールドから取り出した後、300°C で 1 時間焼鈍を行い、王水によってエッチングを施した。試料形状を図 1 に示す。

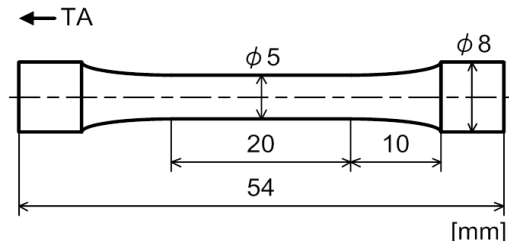


Fig.1 Schematic illustration of Al single crystal specimen.

2.2 測定条件

実験は大型放射光施設 SPring-8 に設置された、原子力機構専用ビームライン BL22XU 実験ハッチ 3 で行った。X

線のエネルギーは 30 keV である。光軸上にインライン高温引張負荷装置を設置し、下流側に 2 次元検出器 Pilatus300K をセットした。光学系の概略図を図 2 に示す。カメラ長は引張試験時:約 190 mm、再結晶時:約 170 mm、測定時間は 10 Hz、高温引張負荷装置の揺動範囲は $\pm 15^\circ$ であり、1%/1 sec で揺動を行った。

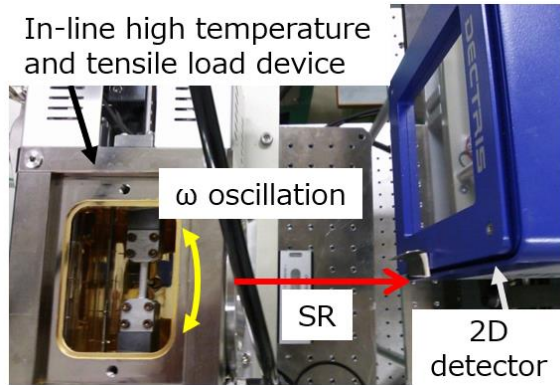


Fig.2 Schematic diagram of the optical system.

3. 測定結果および考察

3.1 引張その場測定

インライン高温引張負荷装置により、ひずみ速度 $3.0 \times 10^{-4}/s$ で荷重 60 MPa まで変形し、8%の塑性変形を与えた時の応力-ひずみ線図を図 3 に示す。制御開始より 7.8 分で目標応力に到達した。純アルミニウム A1050-O は 0.2 %耐力が 30 MPa であることから、本研究においても 30 MPa に相当する、機械的ひずみが 2.97%に達した地点より、塑性変形が始まったと考えられる。

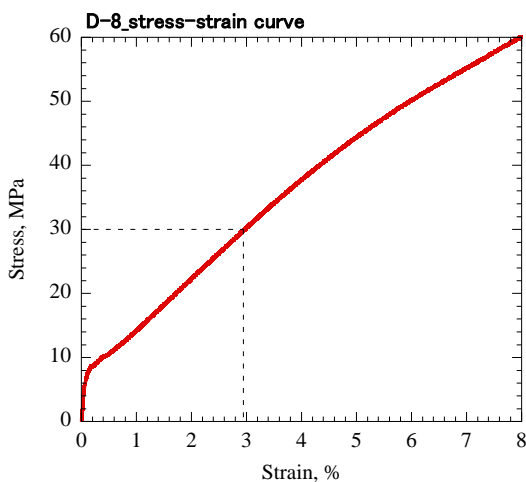


Fig. 3 Stress-strain curve of Al single crystal.

図 4 に測定した 2 次元データを積算した結果を示す。今回は Al311 から Al440 までの角度範囲を測定した。図

4 中の Al 400 の回折スポットを X 方向に切り出し、1 次元化したデータを図 5 に示す。図 5 より、回折スポットが大きく 3 つに分かれていることがわかる。同じ試験片を 4 軸回折計+0 次元検出器の組み合わせで精密測定をした結果、1 結晶粒内が 3 つの領域(亜結晶)に分かれていたことから、図 5 の回折スポットの割れはそれぞれ亜結晶に該当していると考えられる。独立していたスポットの割れは時間の経過、つまり、引張が進行するにつれてブロード化していき、最終的には非常にブロードなスポットへ変化していく。3 つのスポットについてひずみ、半価幅を解析した結果、引張変形時の現象は 3 つの段階に分類することができた。

- 段階① : 0-2%・・・ピークシフト。
- 段階② : 2-5%・・・ピーク強度の減少。
- 段階③ : 5-8%・・・ピークプロファイル形状のブロード化。

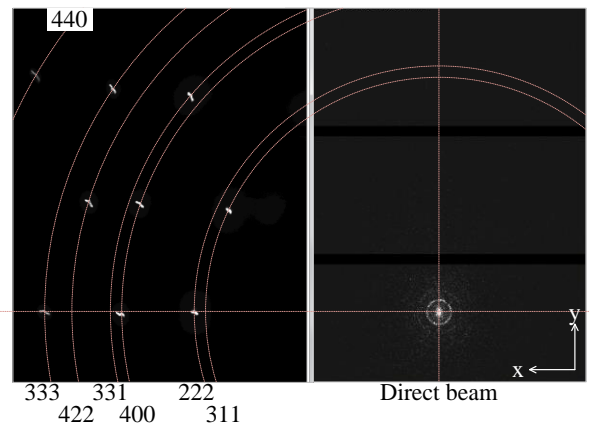


Fig.4 X-ray diffraction pattern of Al single crystal.

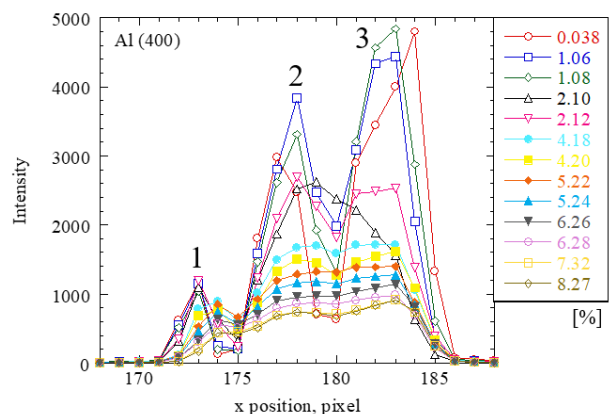


Fig.5 Line profile of Al 400 diffraction spot.

これらの現象より、各段階では以下のような事象が起きていると考えられる。

- 段階①：弾性から塑性変形への移行。
- 段階②：すべり系の働きがメインで起こり、移動・集積した転位がセル壁を形成。
- 段階③：すべり系ではなく、転位の集積がメインで起こり、段階②で形成されたセル壁にさらに転位が蓄積。

また、観察した Al400、および、Al422 の回折スポットから算出した変形負荷中の格子ひずみの変化を図6に示す。Al 422 も Al 400 と同様に回折スポットが3つに分かれていたが、そのうちの1つを解析した結果を図6に示している。測定の結果、8%塑性変形中の弾性ひずみは最大で約 3000×10^{-6} であった。これまでの研究において、8%塑性変形後、除荷した試験片では、残留ひずみ、残留応力の分布がランダムであり、残留ひずみの値が 100×10^{-6} 程度と極めて小さいという結果が得られている [3]。これらの結果より、負荷中の弾性ひずみの値は除荷時の残留ひずみに比べて一桁大きいことが明らかになった。また、亜結晶ごとにひずみの状態が異なっており、Al 400 の亜結晶 1、2 は引張ひずみであるのに対し、亜結晶 3 は圧縮ひずみ状態から引張ひずみに移行していた。以上の結果より、異方性がなく、粒界を持たないアルミニウム単結晶であっても、引張変形下においては亜結晶ごとに弾性ひずみの状態が異なることが明らかになった。

3.2 再結晶その場測定

8%塑性変形した試験片を、図7に示す条件で焼鈍を行

い、再結晶させた。図8に加熱開始から保持過程でその場測定を行った結果を示す。

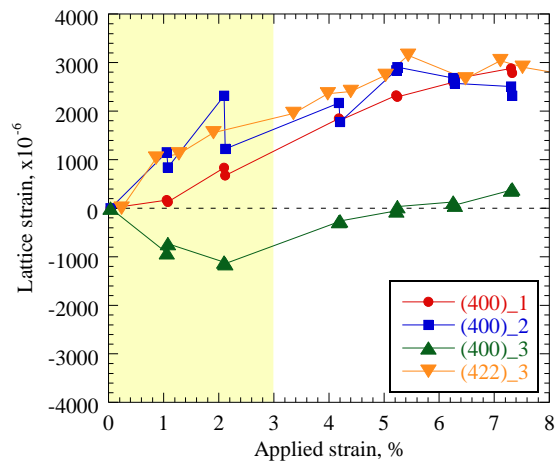


Fig.6 Relationship between applied strain and lattice strain.

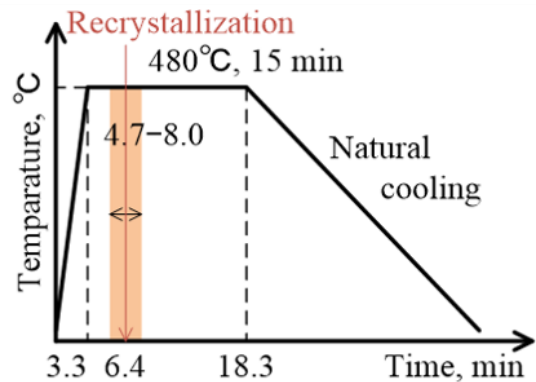


Fig.7 Annealing conditions.

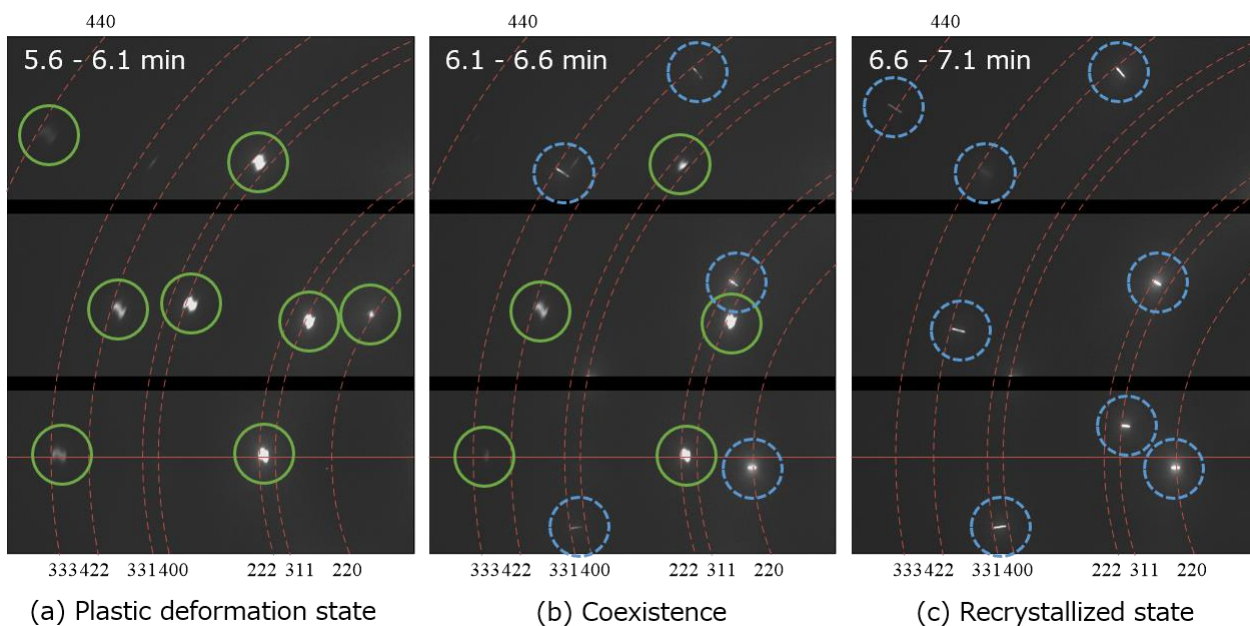


Fig.8 X-ray diffraction pattern of three states.

- 加熱当初～6.1 分後：図 8 (a)に示すように塑性変形状態である。全体的に回折スポットが丸く、大きい。
- 6.1～6.6 分後：加熱を始めてから 6.4 分後に母材と異なる位置にスポットが発生した。図 8 (b)では、丸実線が母材、丸点線が再結晶粒からの回折スポットを示している。再結晶粒からの回折スポットは、塑性変形した母材に比べて小さく、細い。この結果からも、母材と再結晶粒は結晶性が明らかに異なっていることがわかる。母材と再結晶の共存状態は約0.5分程度であった。
- 6.6～7.1 秒後：図 8 (c)に示すように、(a)の初期状態と明らかに異なった結晶方位を示しており、完全に再結晶した状態となった。

図 8 (b)においては、同じタイミングで両スポットが観察されていることから、再結晶現象は母材がゆっくり結晶方位を変えていくのではなく、母材中で再結晶粒が新しく発生し、30 秒以下の速さで母材を侵食していくことが明らかになった。

4. 結論

本研究では変形・再結晶中のアルミニウム単結晶内部のひずみ、および、結晶方位のその場観察を行った。得られた結果は以下のとおりである。

- (1) 8 %塑性変形中のその場測定の結果、変形段階が3つに分類できた。また、2次元検出器を利用した測定でも、亜結晶が確認できた。

- (2) アルミニウム単結晶は、引張変形下では亜結晶ごとにひずみの状態が異なっていた。
- (3) 8 %塑性変形した試験片を 480°Cで加熱すると、加熱開始から 6.4 分後に再結晶粒が発生する。母材と再結晶粒は約 0.5 分間共存状態にある。

参考文献

- [1] 田上稔、榎原恵蔵、岡田達也、猪子富久治、“<112>アルミニウム単結晶の多重すべりと再結晶の関係”、日本金属学会誌、65、2001、pp. 517-523.
- [2] 田上稔、榎原恵蔵、岡田達也、猪子富久治、“液体窒素温度および室温で引張変形した<111>アルミニウム単結晶の変形組織と再結晶”、日本金属学会誌、65、2001、pp. 672-679.
- [3] Ayumi Shiro, Tatsuya Okada and Takahisa Shobu, “Internal Residual Stress Measurements of Tensile-Deformed Aluminum Single Crystals using Synchrotron Radiation”, Journal of Solid Mechanics and Materials Engineering, Vol. 7, No. 1, 2013, pp. 79-91.
- [4] Ayumi Shiro, Tatsuya Okada and Takahisa Shobu, “Tensile deformation and recrystallization of aluminum single crystals with sub-grained structures studied by synchrotron X-ray radiation”, Mechanical Engineering Journal, Vol. 7, No. 2, 2020, DOI: 10.1299/mej.19-00634.