

京都大学	博士 (工学)	氏名	Ehsan Borhani
論文題目	Microstructure and Mechanical Property of Heavily Deformed Al-Sc Alloy Having Different Starting Microstructures (異なる初期組織を有する Al-Sc 合金の巨大ひずみ加工に伴う組織と機械的性質の変化)		
(論文内容の要旨)			
<p>本論文は、種々の初期組織を有する Al-0.2wt%Sc 合金を ARB (accumulative roll bonding) プロセスにより巨大ひずみ加工し、またそれらを焼鈍した場合の材料組織・集合組織・機械的性質の変化を系統的に調査した実験研究の成果をとりまとめたものであり、6 章からなっている。</p> <p>第 1 章は序論であり、本研究の背景・目的を示した上で、本研究で用いる Al-Sc 合金および巨大ひずみ加工と ARB プロセスの詳細について述べている。近年、相当ひずみ 4 ～ 5 以上の非常に大きな塑性ひずみをバルク金属材料に加えることにより、平均粒径 1 μ m 以下の超微細粒組織が得られることが明らかとなり、世界的に活発な研究が行われている。しかし、これまでの巨大ひずみ加工／超微細粒材料研究は、純金属や希薄合金などの単相材料に対して行われてきた場合がほとんどであり、微細第二相を含む合金系などを巨大ひずみ加工した場合の組織と機械的性質の変化については明らかとなっていない。本研究では、対象合金の溶体化材 (単相 (過飽和固溶体) 組織) のほか、析出物のサイズの異なる二種類の時効材 (微細な析出物の分散組織) を出発材として用い、巨大ひずみ加工に伴う超微細粒組織の形成と機械的性質に及ぼす出発組織の影響を明らかにしようとしている。Al-Sc 合金は、アルミニウムマトリクス中にナノメートルサイズの微細な Al₃Sc が析出する合金系であり、マトリクスと整合な Al₃Sc の析出によってアルミニウム合金の強度が増すだけでなく、Al₃Sc が熱的に安定であるため、マトリクスの微細粒組織の維持 (高温での安定化) にも有効な系であることが知られている。本系を題材に上記研究を行うことにより、巨大ひずみ加工により得られる超微細粒組織の安定化の可否が明らかになることが期待される。本研究では、巨大ひずみ加工の手段として ARB プロセスを用いている。ARB プロセスは、板圧延を基本とし、圧延板の切断、表面処理、積層、接合圧延を繰り返すことによって、原理的には無限の塑性ひずみを材料に与えることのできる巨大ひずみ加工プロセスである。ARB プロセスを用いることにより、本研究では十分な大きさのバルク超微細粒板材を得、系統的な組織観察および力学特性の解明を可能としている。</p> <p>第 2 章では、まず 3 種類の初期材の組織を詳細に示している。溶体化材は、溶体化処理後室温に急冷した材料であり、Sc は全てマトリクスに固溶した過飽和固溶体となっている。溶体化材に対して、300°C、または 400°C の異なる温度での時効熱処理を行うことによって、異なる寸法・形態の Al₃Sc 粒子が析出・分散した試料を得ることに成功している。300°C 時効材では、マトリクス中に粒子径 3.62 nm の微細な Al₃Sc 粒子が均一に析出している。一方 400°C 時効材においては、カリフラワー形状のやや粗大な Al₃Sc 粒子 (平均粒子径 50 nm) が析出している。これら 3 種類の初期組織を有する試料に対し、ARB による巨大ひずみを加えた場合の組織形成過程を詳細に調べている。本研究により、析出物を含む時効材においてはマトリクス超微細粒組織の形成が加速されることが明らかとなった。特に、より微細な析出物を含む 300°C 時効材の方が、マトリクスの結晶粒微細化をより加速することが明らかとなった。これは、析出物による転位のすべり距離の低下と転位蓄積の促進、また剪断帯の導入に見られるような不均一変形の促進によるものと考察している。また、大変興味深いことに、巨大ひずみ加工に伴って Al₃Sc 相が強制固溶されることを見出している。10 サイクルの巨大ひずみ加工を施した後の材料組織は、初期組織によりあまり大きく変わるものではなかった。</p> <p>第 3 章では、3 種類の異なる初期組織を有する Al-0.2Sc 合金に ARB による巨大ひずみ加工を加えた場合の機械的性質の変化を明らかにしている。機械的性質の変化の様相は初期組織によって異なっており、微細なナノ Al₃Sc 析出物を有する 300°C 時効材の強度は、相当ひずみ 0.8 の加工によって</p>			

京都大学	博士 (工学)	氏名	Ehsan Borhani
<p>増加した後、ひずみの増加とともに単調に減少するという興味深い結果が得られた。この挙動は、従来報告されている ARB などのプロセスによって巨大ひずみ加工されたアルミニウム合金における機械的性質の変化とも大きく異なっている。結晶粒微細化強化、転位強化、析出強化というそれぞれの機構による強化分を、第 2 章で得た定量的な組織パラメータ、すなわちそれぞれ、EBSD 測定により得られたマトリクス粒径、X 線回折結果の Williamson-Hall 法解析により得られたマトリクス中の転位密度、X 線回折と TEM 観察により得られた Al_3Sc 析出物の体積率と粒子径を用いて計算し、強度の加算則を仮定して全強度を見積もった結果、実験により得られた材料強度との非常によい一致を得た。特に、$300^{\circ}C$ 時効材の特徴ある強度 (硬さ) 変化挙動には、転位強化と析出強化が大きな役割をしていると考えられた。</p> <p>第 4 章では、ARB により巨大ひずみ加工した試料の焼鈍に伴う組織変化を明らかにしている。Al_3Sc 相の存在はマトリクスの結晶粒粗大化を大きく抑制し、いずれの試料においても $400^{\circ}C$ まで粒径 $1 \mu m$ 以下の超微細粒組織が維持されることを示している。これは、以前に報告されている純アルミニウムなどの ARB 材の焼鈍挙動と比べると、著しいマトリクスの微細粒組織の安定化であり、Al-Sc 系合金が、巨大ひずみ加工により作製される超微細粒アルミニウム合金 (バルクナノアルミニウム) の組織安定化に対して極めて有効な系であることが実証された。3 種類の初期組織の材料において概ね似通った焼鈍挙動 (軟化挙動、回復・再結晶・粒成長挙動) が認められたのは、溶体化材においても焼鈍中に微細な Al_3Sc が析出したためであった。また、いずれの試料においても $300^{\circ}C$ 焼鈍によって、加工のままよりも硬さが増加することが見出され、ARB 加工中に強制固溶した Al_3Sc 相が再析出したものと考えられ、第 2 章で示唆された巨大ひずみ加工に伴う Al_3Sc 相の強制固溶が確かめられた。3 種類の初期材のうち、$400^{\circ}C$ 時効材がもっとも高温まで微細粒組織を維持したが、これは粗大な析出物を含むこの試料において、ARB 中の強制固溶が他の試料よりも顕著に発現し、一旦固溶した Sc が焼鈍中に微細に再析出するためと考えられた。</p> <p>第 5 章では Al-0.2Sc 合金の ARB による巨大ひずみ加工、及びその後の焼鈍に伴う集合組織変化を調べ、ARB 材において形成される集合組織の各方位成分の発達具合が初期方位により異なること、$400^{\circ}C$ 時効材にのみ、高温焼鈍後に Cube 再結晶集合組織が発達することを見出している。すなわち、溶体化材においては ARB の進行とともに Copper 方位 ($\{112\}\langle 111\rangle$) が単調に増加するのに対し、析出物を含む時効材においては、5 サイクル ARB までは Copper 方位は増加するが、その後は減少傾向を示した。また、ARB による超強圧延を施すことによって、通常の圧延では観察されない Taylor 方位 ($\{4, 4, 11\}\langle 11, 11, 8\rangle$) が発達することが確かめられた。再結晶完了後の Cube ($(001)[100]$) 集合組織が $400^{\circ}C$ 時効材のみに形成されるのは、第 4 章で示した強制固溶・再析出現象の違いと関連するものと考えられる。</p> <p>第 6 章は結論であり、本論文で得られた成果を総括している。</p>			

(論文審査の結果の要旨)

本論文は、種々の初期組織を有する Al-0.2wt%Sc 合金を ARB (accumulative roll bonding) プロセスにより巨大ひずみ加工し、またそれらを焼鈍した場合の材料組織・集合組織・機械的性質の変化を系統的に調査した実験研究の成果をとりまとめたものであり、得られた主な成果は次のとおりである。

1. Al-Sc 合金の巨大ひずみ加工 (ARB) に伴う結晶粒超微細化は、初期組織の影響を強く受けることを見いだした。すなわち、初期組織に Al_3Sc 析出物を含む場合には、特に巨大ひずみ加工プロセス初期のマトリクスの結晶粒超微細化と方位差の増加を加速する。これは、析出物の存在によって転位の蓄積が助長され、また剪断帯の発生に代表される不均一変形も助長されるためと考えられる。こうした結果は、巨大ひずみ加工に伴う超微細粒組織の形成過程を加速するための初期組織制御の可能性を示しており、基礎的にも、またアルミニウム合金への将来の応用を考えた場合にも重要な知見である。

2. Al_3Sc 相を含む時効材を ARB により巨大ひずみ加工した場合、 Al_3Sc の一部がマトリクス中に強制固溶するという興味深い結果を見いだした。これは、TEM 観察による Al_3Sc 析出物のサイズの減少と、X線回折による Al_3Sc 相の回折強度の低下により示され、ARB 後の焼鈍時の Al_3Sc の再析出によっても裏付けられている。本来高温まで安定な第二相である Al_3Sc が、いわゆるメカニカルアロイング効果によって強制固溶することは大変興味深く、巨大ひずみ加工による材料の非平衡化という新しい課題に対して寄与することの大きい成果である。

3. Al-0.2%Sc 合金の ARB 材を焼鈍しても、400°C 付近まで粒径 $1 \mu m$ 以下の超微細粒組織が維持されることが明らかとなった。純アルミニウム (99%純度) の ARB 加工材を焼鈍した場合には、225°C 焼鈍により平均粒径が $1 \mu m$ を越えることと比べると、これは非常に強い微細粒組織の熱的安定化である。すなわち、巨大ひずみ加工により熱的に安定な超微細粒マトリクス組織を得るために、Al-Sc 系が極めて有効であることを示した点において、特筆すべき結果とすることができる。

4. 以上の成果に加え、初期組織の異なる Al-Sc 合金の巨大ひずみ加工とその後の焼鈍に伴う組織と集合組織の変化を、系統かつ詳細に明らかにした。これは、バルクナノメタル (特にアルミニウム合金) の組織形成過程を考える上で基礎となる、重要な研究成果である。

これらの成果は、初期組織の異なるアルミニウム合金、特に微細析出物を含む試料を巨大ひずみ加工し、さらに焼鈍を施した場合の組織・集合組織形成と、機械的性質を明らかにする上で学術上寄与するところが大きい。よって、本論文は博士 (工学) の学位論文として価値あるものと認める。また、平成 23 年 12 月 22 日、論文内容とそれに関連した事項について試問を行って、申請者が博士後期課程学位取得基準を満たしていることを確認し、合格と認めた。