

Fe-Al 系金属間化合物の大ひずみ領域での変形挙動に関する研究

大阪府立産業技術総合研究所 金属材料科

主任研究員 平田 智丈

(平成 26 年度奨励研究助成 AF-2014034)

キーワード：金属間化合物，テーラードブランク，結晶方位解析

1. 背景

材料の高強度化は近年の趨勢であるが、これらの材料は延性、靱性に乏しくなると考えられ、塑性加工がより困難になる。鉄鋼材料においても、焼入れによりマルテンサイト変態すると、硬くなる一方で、延性は著しく乏しくなるというのが一般的な常識である。しかしながら、Nambuらは、変形能が乏しいマルテンサイト鋼を、高延性鋼で挟んで複層板を作製して変形させることで、マルテンサイト鋼を 50%以上塑性変形させることに成功した¹⁾。この現象は、これまで限定的な検討に留まっていたマルテンサイト組織の変形挙動に関して、飛躍的な成果を得るきっかけになったことに留まらず、脆性材料として取り扱われていた材料であっても、本質的には優れた塑性変形能を発揮できる可能性を秘めていることを意味し、高強度材料の延性向上を目指すにあたり非常に興味深い成果である。

金属間化合物 (Intermetallic Compound, 以下 IMC) は、軽量で高温強度や耐酸化性に優れ、非常に魅力的な材料である。一方、IMC の塑性変形能に関しては、基礎となる結晶構造が、fcc, bcc あるいは hcp といった通常の金属あるいは合金の構造であれば、その構造の結晶塑性が反映されると期待できるが、実際は大半の IMC が非常に脆く、安全重視の構造部材においては、その適用は限定的である。

しかしながら、単体では脆性を示す IMC であるが、延性に優れた異なる金属を、薄い IMC 層を介して接合した状態にあるテーラードブランク (Tailor-welded Blank, 以下 TWB) においては、二軸変形下の大変形も可能であることがわかった²⁾。即ち、IMC であっても、本質的には大変形できる可能性が示唆されることに加え、これまで検討不十分であった大ひずみ領域での IMC の変形挙動を詳細に解析できれば、IMC の欠点である延性不足を著しく改善できる新たな知見の獲得も期待できる。そこで本研究では、伸びや強靱さといった金属材料の普遍的な性質を確保しながら、軽量で熱に強い IMC を開発するために、大ひずみ領域での IMC の変形挙動の詳細な解析を通して、結晶学的観点から塑性変形能に優れた IMC の設計指針を構築することを目指した。

2. 実験方法

本研究では、基礎となる結晶構造が比較的高い対称性を有し、塑性変形が期待できる Fe-Al 系 IMC に注目した。ただし、通常の IMC 単体は、大変形させることが困難であるため、鉄とアルミニウムの TWB を用いて研究を行った。

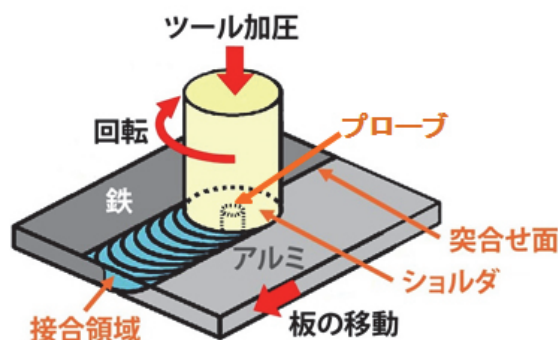


図1 FSW 模式図。

2.1 TWB の作製

摩擦攪拌接合 (Friction Stir Welding, 以下 FSW) は、図1のように回転させたツールを材料中に挿入し、そのときに発生する摩擦熱により材料を軟化させ且つ攪拌しながら接合する技術である。FSW は、材料を熔融しない固相接合法の一つであるので、熔融溶接では困難な組合せの材料も接合可能である。本研究では、鉄とアルミニウムの板材を FSW により突合せ接合し、 $1\mu\text{m}$ 以下の厚さに制御した Fe-Al 系 IMC 層を接合界面に有する TWB を作製した。板材の材質は、A1100-0 と SS400 で、いずれも長さ 300mm×幅 85mm×厚さ 3mm の帯板を突合せ、長さ方向に接合した。FSW に使用したツールは、ショルダ径 12mm、プローブ長 2.9mm で、プローブには M4 のねじ加工を施している。接合条件は、ツール回転数 1400rpm、接合速度 100mm/min とした。また、接合時のツールの中心位置は、鉄とアルミニウムの突合せ面直上ではなく、アルミニウム側にややシフトさせ、プローブが鉄側に約 0.2mm 接触する位置に挿入した。

2.2 TWB の評価

TWB は、厚さ 2mm になるように板の表裏 0.5mm ずつを切削し、図2のように接合方向と引張方向を一致させ、且つ接合界面が幅方向の中央に位置するように引張試験片を作製して、引張試験を実施した。引張試験前後の TWB は、FE-SEM (JEOL 製 JSM-6301F)、TEM (JEOL 製 JEM-2000FX) 及び EBSD (TSL 製 OIM-7) を用いて接合界面の詳細な観察および解析を実施した。EBSD 解析に際しては、TWB の場合、機械研磨や電解研磨では良好な試料を準備できないため、断面試料作製装置 (JEOL 製 IB-09010CP) を使用して、イオンビームにより断面を加工した。

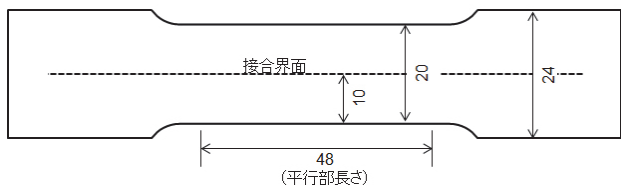


図2 引張試験片形状.

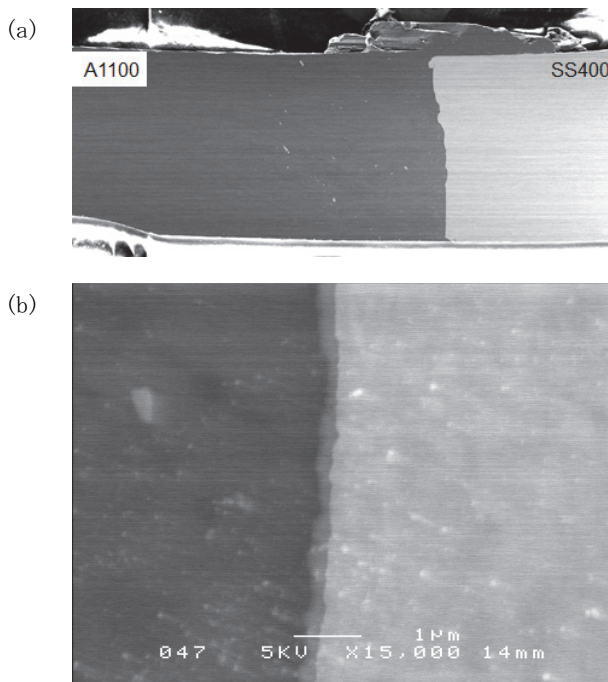


図3 TWBの断面写真, (a)マクロ組織, (b)接合界面マイクロ組織.

3. 実験結果

3.1 TWBの接合界面形態

図3に, TWBの接合部断面マクロ組織と接合界面の一部を拡大したマイクロ組織を示す. 観察面は, 接合方向に対して垂直断面である. 接合部近傍には, 空洞欠陥は認められず, 良好な接合状態であった. 接合界面には, サブミクロンオーダーのIMC層が認められた.

3.2 引張試験後の接合界面形態

3.2.1 接合界面のSEM観察

図4に, 引張試験後の試験片の外観を示す. IMC層が接合界面に存在するにも関わらず, 20%以上の破断伸びが得られた. 次に, 引張試験したサンプルの接合界面を観察した. 観察方向は, 板表面に平行な断面で, 板の中心付近まで研磨して, 接合界面を観察した. 観察部位は2箇所, 図4に示すように破断部に近い領域Aと大きく離れた領域Bを観察した. 図5に, 領域Aの接合界面のマイクロ組織を示す. IMC層は, 母材の変形に追従できず, き裂が発生していたが, それらのき裂は母材には伝播していなかった. また, IMC層と母材の界面には, 接合方向に平行なき裂は

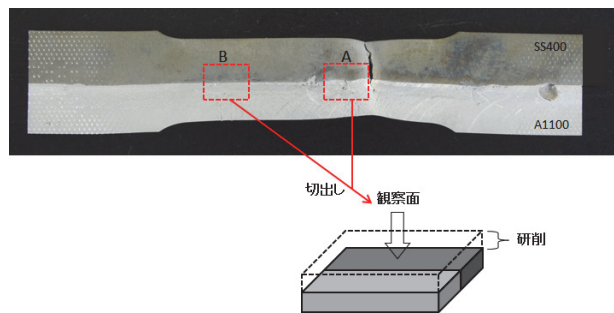


図4 引張試験後の試験片外観と観察部位.

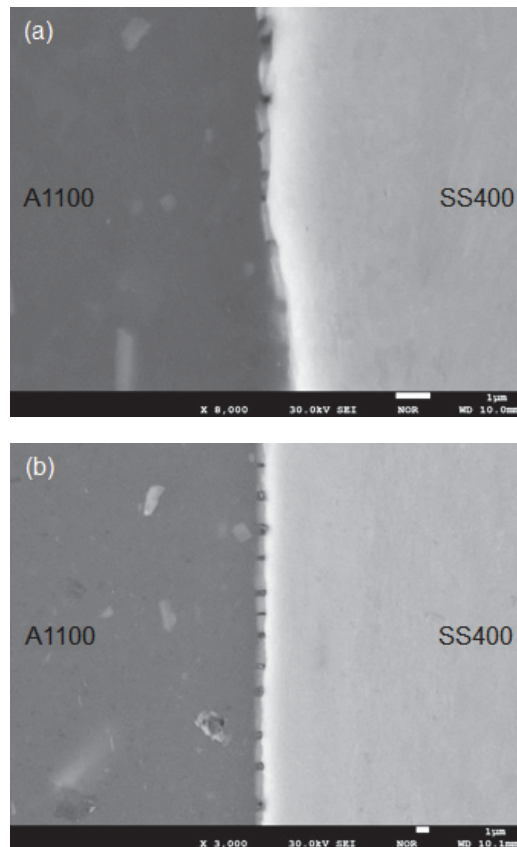


図5 引張試験後の領域Aの接合界面マイクロ組織, 破断部より(a)0.6mm離れた位置, (b)6.8mm離れた位置.

認められなかった. 図6に, 領域Bの接合界面のマイクロ組織を示す. 領域Aと同様に, IMC層にはき裂が多く認められたが, 領域Aと比べると, き裂発生により生じる隙間は狭かった. これは, 破断部から離れるほどひずみ量が小さくなることに起因した結果と考えられる.

3.2.2 接合界面の結晶方位解析

SEM観察により, IMC層は母材よりも早期に破断していることがわかったが, 一方で母材とIMC層が連続した状態で変形が継続している部位があることも明らかになった. そこで, IMCが全く変形することなく破断しているのか否かを調べるために, 接合界面とその近傍についてEBSDに

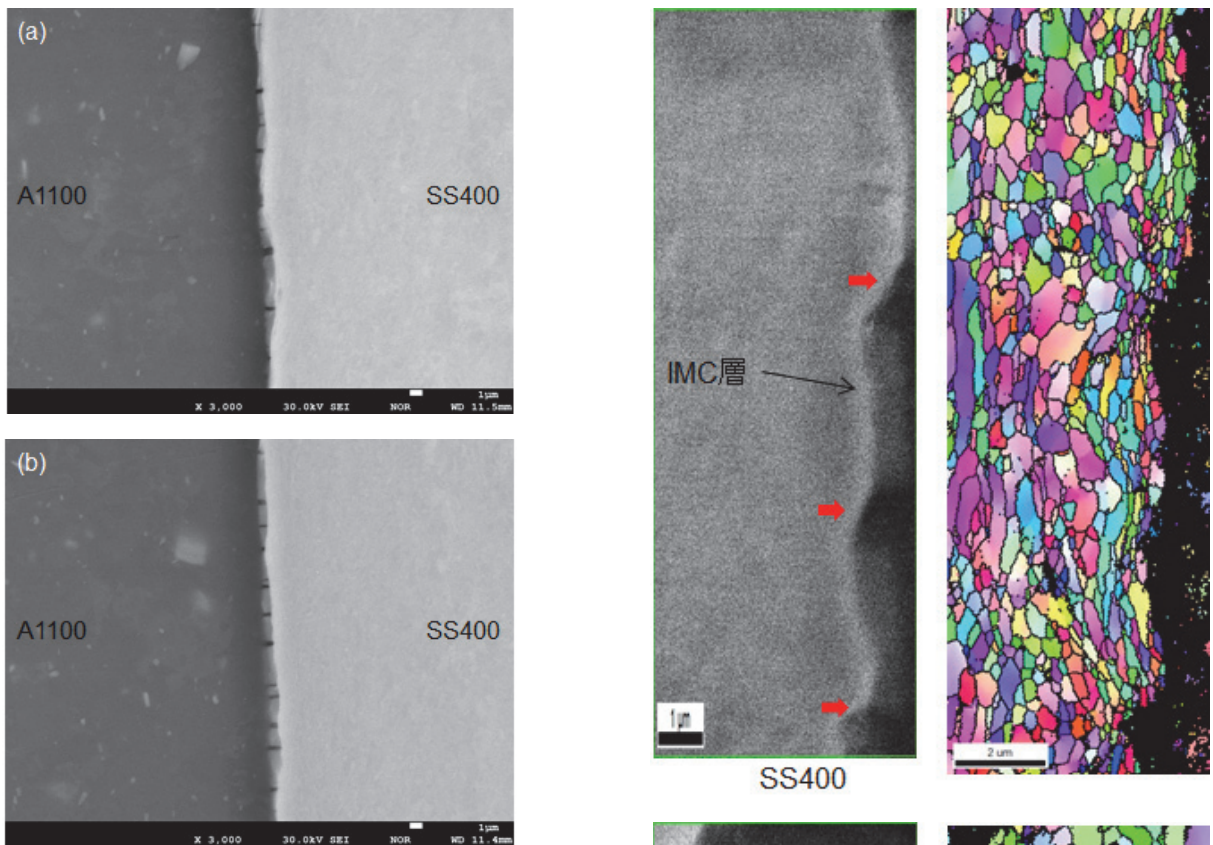


図6 引張試験後の領域Bの接合界面マイクロ組織，破断部より (a)25mm 離れた位置， (b) 28mm 離れた位置。

よる結晶方位解析を行った。解析部位は領域Aである。図7にEBSDによる結晶方位マップ (IPFマップ)，図8に同視野のKernel Average Misorientation (KAM) マップを示す。KAM値とは、結晶粒内において、ある位置 (ピクセル) の周囲との方位差を表し、ひずみ量に対応する値である。IPFマップにおいては、接合界面近傍の母材は結晶粒が著しく微細化されていた。一方、IMC層では鮮明な菊池パターンが得られず、解析不可能であった。母材のIMC層により近い部位では、引張方向にやや伸長した結晶粒が認められた。その特徴は、IMC層と連続不連続な部位に係わらず確認され、特にSS400側で顕著であった。一方、KAM値に注目すると、き裂発生により生じた隙間部でやや値が大きい部位もあるが、顕著な傾向は認められなかった。以上の結果より、IMC層は母材と比べて早期に破断しているが、ある程度の変形は期待できることが示唆される。IMC層を直接的に方位解析できれば、詳細に考察できるが、前述のようにIMC層はEBSDによる方位解析が不可能であった。その要因を調査するために、IMC層をTEM観察したところ、図9のようにIMC層は数十nmの非常に微細な結晶粒で構成されていることがわかった。EBSDでは、菊池パターンの発生領域に起因して、この大きさの結晶粒の方位解析は困難であるため、より詳細な解析を進めるためには、TEMによる観察が必要と考えられる。

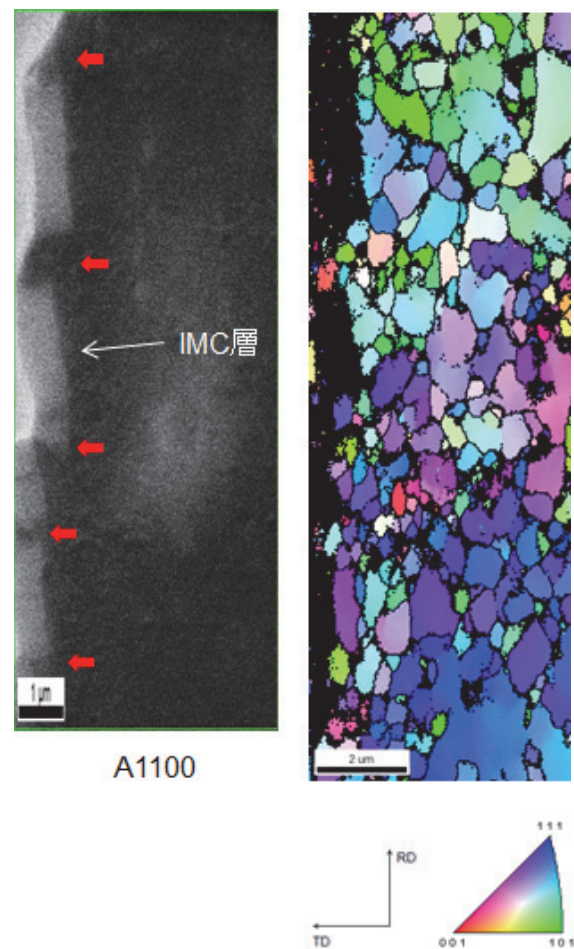
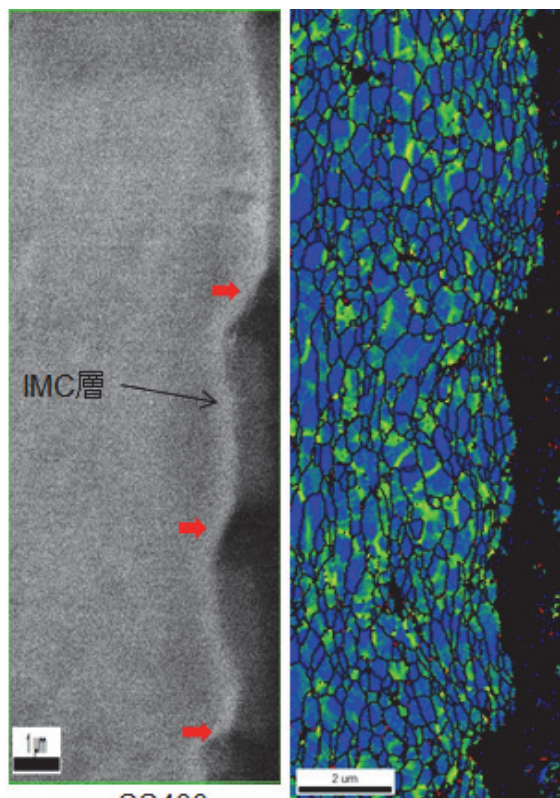
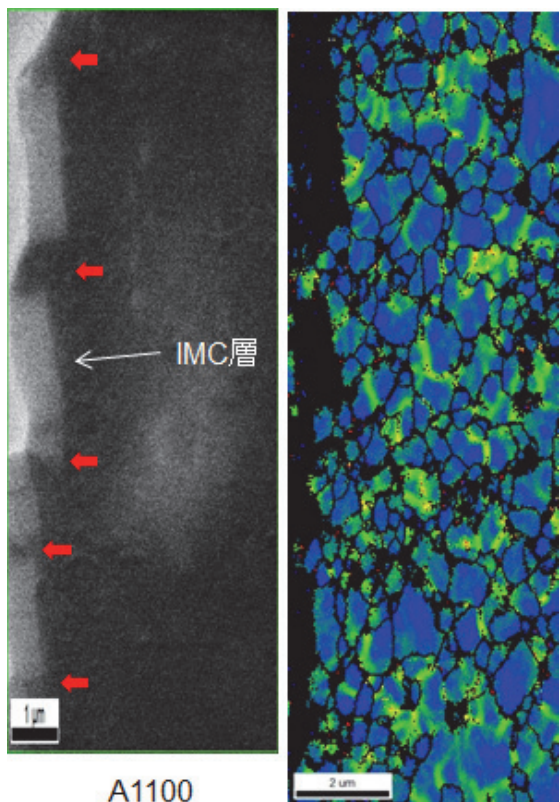


図7 接合界面付近の IPF マップ，太矢印はき裂発生により生じた隙間部分。



SS400



A1100

小  大

図8 接合界面付近のKAMマップ, 太矢印はき裂発生により生じた隙間部分.

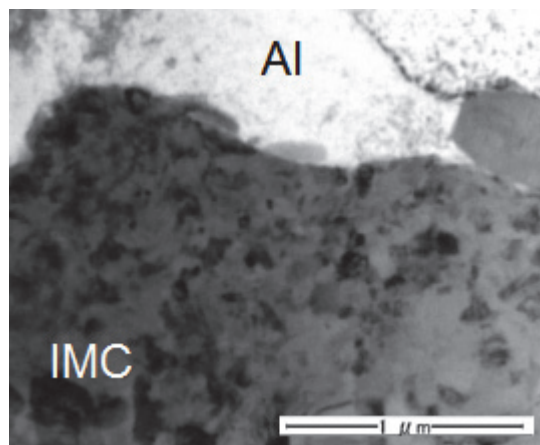


図9 IMC層のTEM写真.

4. 結論

本研究では, Fe-Al 系 IMC の塑性変形能について検討するために, SS400 と A1100-O の FSW を行い, 接合界面に薄い IMC 相を形成させた TWB を作製した. 接合方向に平行な方向の引張試験を実施した後, 接合界面の観察および結晶方位解析による局所的なひずみ量の評価を行った. 接合方向に引張変形させると, 接合界面の IMC 層が SS400 および A1100 の変形に追従できず, IMC 層中に多数の微小き裂が発生していたが, き裂は母材には伝播していなかった. このことから, SS400 と A1100 のテーラードブランクを二軸変形できるのは, 界面の IMC 層が大変形するのではなく, 発生したき裂が母材に伝播することなく変形が進むことが要因と考えられる. 一方, 引張変形により生じる SS400 および A1100 のひずみは, き裂近傍のみに集中しておらず, き裂のない部位 (IMC の存在部位) にも発生していることから, IMC 層がある程度塑性変形している可能性も示唆された. しかしながら, IMC 層は想定していたよりも非常に微細で, 数十 nm の結晶粒からなる組織であったため, EBSD による解析は不可能で, 微小ひずみ解析法として最近注目されている HR (High Resolution) -EBSD 法も試みることができなかった. IMC 層の解析には, TEM による更なる詳細な解析が必要であると考えられ, IMC の大ひずみ変形挙動の解明に向けての今後の課題が明らかになった.

謝 辞

本研究は公益財団法人天田財団からの奨励研究助成 (AF-2014034) によって実施されました. ここに深く感謝の意を表します.

参考文献

- 1) S. Nambu, M. Michiuchi, Y. Ishimoto, K. Asakura, J. Inoue and T. Koseki, *Scr. Mater.* 60 (2009) p. 221.
- 2) T. Tanaka, T. Hirata, N. Shinomiya and N. Shirakawa, *J. Mater. Proc. Tech.*, 226 (2015) p. 115.