

超微細結晶粒化した先進防振材料の開発とその防振メカニズム

大阪大学・工・知能・機能創成工学専攻 南埜宜俊、小泉雄一郎、辻 伸泰

概要

強加工法によりNiとAl合金板材を超微細結晶粒組織化し、ナノ組織制御による超微細結晶粒組織型高強度防振材料の開発とその防振メカニズムの解明を行った。

純NiとJIS1100Al合金にARB法により相当圧下ひずみ(E_d) 4.8までの強加工で施し、それらの組織をナノレベル140nmと極めて微細な超微細結晶粒化を行った。これら超微細結晶粒化された材料の機械的特性は、高降伏応力を示し、それらの引張強度は従来材の2倍程度に強度を示した。また、これらの強加工材の防振特性は、加工が加わるにつれて内部摩擦は増加し、従来の内部摩擦に比べ防振特性が約3倍程度向上した。このような高強度化と高防振特性のメカニズムは、それぞれ、強加工処理による多量の欠陥の導入と超微細結晶粒組織化によるHall-Petchの法則に従って高強度化したこと、及び、多量に導入された転位が振動応力により往復運動し高防振特性を示す内部摩擦を生じたことによる。

1. 目的

最終製品の家庭電気製品や自動車、さらには、航空宇宙高速輸送機器には静寂性が要求されており機能先進材料として防振材料が益々重要視されている^{1,2)}。また、その多くは板材形状であり構造材として部品の強度も担っている。しかし、一般的に、防振特性を向上させると構造材としての強度を犠牲にすることになる。例えば、純度をあげることは転位の動きを容易にし防振特性を向上させるが、強度を低下させる。それ故、高強度で高防振特性を示す材料は、先進機能を示す構造材として有用で開発が望まれている。

超微細結晶粒板材を多量にまた容易に生産できる方法ARB(Accumulative Roll-Bonding)法³⁾が提案されている。この方法は、板材に強歪加工を施し、多量の欠陥を材料内に導入することができるものである。材料にこの強歪加工法を施すなら、微細結晶粒組織として優れた材料強度をもつ良好な構造材料として、また、超微細結晶による広大な粒界面及び多量の導入された転位等の欠陥により優れた防振特性を示す材料、即ち、上記の一般則を打破できる軽量防振材料を創製することが可能となると期待される。

本研究の目的は、航空宇宙高速輸送機器等に用いられるNi基超合金とAlジュラルミン合金の基礎金属として、NiとJIS1100Al合金に対してARB法を適用して超微細結晶粒であり高欠陥密度を持つ板材を作製し、その防振メカニズムを明らかにするとともに、その防振特性と機械的特性の向上をはかる。

2. 研究方法

2-1 試料

本研究では、純ニッケル(以下純Niと表記)とJIS1100合金-H材工業用純アルミニウム(1100合金)の2種類を用いた。純ニッケル、1100合金は、板厚1.0mmの冷延焼鈍板を受け入れた。これらの試料の化学組成をTable1に示す。

Table 1. Chemical composition of metal sheets (mass%)

	C	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	S	Zn	Ti
Ni	0.01	0.04	0.13	0.03	0.24		0.001		
1100Al		0.11	0.56	0.12	0.01	0.02		0.01	0.03

2-2 繰り返し重ね接合圧延 (ARB) と機械的特性測定

ロール直径が310mm、ロール周速が17.5m/min(相当ひずみ速度 $19s^{-1}$)の2段圧延機を用いて、繰り返し重ね接合圧延(Accumulative roll bonding:ARB)法により相当圧下ひずみ(E_d)を最大4.8までの強加工を試料に加えた。

すべての強加工材に対して、引張試験をおこなった。試験片はJIS5号引張試験片の1/5の大きさ(平行部長さ10mm、平行部幅5mm)とし、強加工材の中央部から、荷重軸が圧延方向と平行になるようにワイヤ放電加工機により切り出した。引張試験は、インストロン型材料引張試験機によりクロスヘッドスピード0.5mm/min(初期ひずみ速度 $8.3 \times 10^{-4}s^{-1}$)の条件で行った。得られた荷重-時間曲線から公称応力-公称ひずみ曲線を得た。本研究では、試験結果から得られる見かけの弾性率が未知のためこれを無視し、試験前と破断後の標点間距離の差より全伸びを算出した。すべての試験は室温、大気中で行った。

2-3 内部摩擦測定

内部摩擦が大きい場合においても正確に減衰波形を得ることができる“ねじり振動法”を用いた⁴⁾。用いた装置は、試験片に引っ張りや圧縮応力がかからないように逆さ釣り振り子構造となっている。試験片の一方を固定し他方に電磁石とトーションバーによりねじり応力を加えて試験片にねじり振動を与え、そのねじり歪はトーションバーの端に取り付けられた渦電流式変位検出器でねじり角として測定される。ねじり振動法の場合、試料を強制振動させた時の応力に対するひずみの位相の遅れ角 Φ とすると、内部摩擦(Q^{-1})は、式(1)の関係式より求められる。

$$Q^{-1} = \tan \Phi \quad \Phi = 2\pi(\Delta t / P) \quad (1)$$

内部摩擦のひずみ振幅依存性を測定は自由振動法を用いた。試料に与えるひずみ振幅は、 $= 5.6 \times 10^{-5}$ の弾性変形域から $= 1.8 \times 10^{-2}$ という塑性変形域まで変化させた。

内部摩擦測定用試料は、加工材の圧延方向が試料の長手方向に平行になるよう板厚1mm×板幅5mm×長さ60mmのサイズの小板をワイヤ放電加工機により切り出した。試料が測定中に動かないよう試料の両端をねじり止めした後、室温・無風状態を保って測定を行った。ねじり振動法による測定では、試料を2本づつ測定し、その平均点を実験値とした。

2-4 組織観察

強加工材の縦断面(TD面:圧延方向に垂直で圧延面に平行)に対して透過型電子顕微鏡(TEM)による組織観察を行った。試料を、圧延面と観察面が平行になるようにワイヤ放電加工機ならびにダイヤモンドカッターで切り出し、エメリー紙#1000番から#1200番を用い、80 μ mの厚さまで乾式研磨を施した。その後、ツイングジェット電解研磨で薄膜を作製した。

電解研磨溶液として、純 Ni に対しては、30%過塩素酸+酢酸 (300ml・HClO₄ + 700ml・CH₃COOH) 溶液を用い、4N-Al、1100 合金ならびに 5052 合金に対しては、30%ナイトール(300ml・HNO₃ + 700ml・C₂H₅OH) 溶液を用いた。さらに電解研磨条件として、純 Ni に対しては、電圧 50V、液温 284K とし、1100 合金に対しては、電圧 20V、液温 256K として電解研磨を行った。TEM 観察は、加速電圧 200 kV で行った。制限視野回折図形は、直径 1.6 μm の視野制限絞りを挿入した。

加工材並びに熱処理材について TEM 像を元に結晶粒径を測定した。本実験では、TD 面 TEM 組織に対して板厚方向に直線を引き、結晶粒の平均切片長さ測定し、その値を板厚方向の平均結晶粒厚さ d_t とした。

3. 結果

3-1 内部摩擦

Fig.1 に、出発材 ($E_d=0$ と表記) の結果と共に、強加工を施した純 Ni 材における内部摩擦のひずみ振幅 (ϵ) への依存性を示す。全ての加工材は、 $E_d=0$ 材より高い内部摩擦を示しており、 1.0×10^{-3} 以下の ϵ ではそれらの内部摩擦は Q^{-1} が大きくなるにつれ僅かではあるが増大している。一方、 Q^{-1} が 1.0×10^{-3} 以上の場合、 $E_d=1.6 \sim 4.0$ 材の内部摩擦は、 Q^{-1} が増加するに従って内部摩擦は大きく増加している。特に $E_d=2.4$ 材は、 $\epsilon=9.7 \times 10^{-3}$ において、内部摩擦が $Q^{-1}=11.4 \times 10^{-3}$ という最も高い値を示した。しかし、 E_d の大きい $E_d=4.8$ 材の内部摩擦は大きな増加を示さず、 E_d の小さい $E_d=0.8$ 材や $E_d=1.6$ 材と同様に Q^{-1} が増加するに従って僅かに増加したに過ぎなかった。これらのことより、内部摩擦が極大値を示す E_d 値が存在することがわかる。

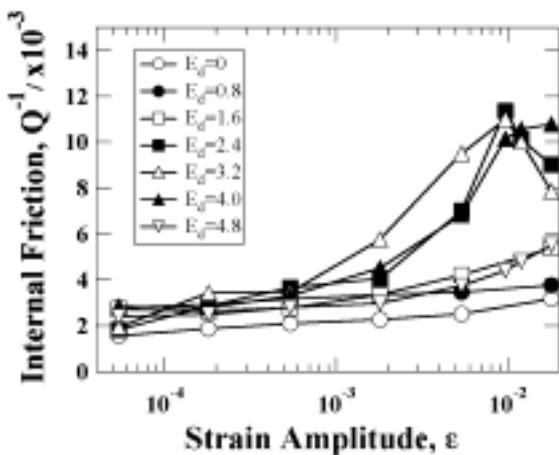


Fig.1 Strain amplitude dependence of the internal friction of severely deformed Ni.

内部摩擦が最も高い値を示した $E_d=2.4$ 材を 473K、673K、873K 及び 1023K で 3.6Ks の間に熱処理した後の内部摩擦の依存性を Fig.2 に示す。いずれの熱処理材でも、ひずみ振幅が $\epsilon=1.8 \times 10^{-3}$ 以上の高い振幅側で内部摩擦が上昇する傾向を示した。熱処理温度の低い 473K での焼鈍では、内部摩擦

は大きく下がり、 $\epsilon=1.8 \times 10^{-2}$ の時、内部摩擦が最大の $Q^{-1}=4.2 \times 10^{-3}$ を示したに過ぎなかった。一方、673K、873K と熱処理温度が高くなると、内部摩擦が上昇し、873K での熱処理で、強加工ままの $E_d=2.4$ 材に近い内部摩擦を示した。さらに高温の 1023K での熱処理により、再び内部摩擦は減少し、873K 熱処理材と同程度の値を示した。

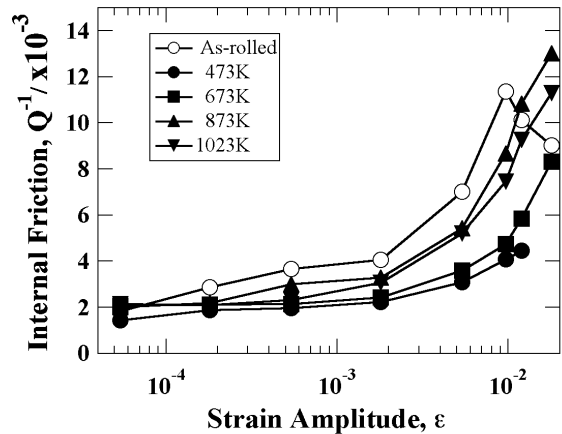


Fig.2 Strain amplitude dependence of internal friction of the severely deformed Ni by $E_d=2.4$ and then annealed at various temperatures for 3.6ks.

Fig.3 に 1100 合金強加工材の内部摩擦の E_d 依存性を示す。全ての E_d で $E_d=0$ 材が最も低い内部摩擦を示し、 E_d が増加するに従って内部摩擦は増加する傾向を示した。 $E_d=4.0$ 材において、 $\epsilon=1.8 \times 10^{-2}$ で内部摩擦が $Q^{-1}=6.6 \times 10^{-3}$ と最も高い値を示した。さらに、全ての強加工材に共通して $\epsilon=1.0 \times 10^{-3}$ 以下では、 Q^{-1} が増加するに従って内部摩擦は増加するが、それ以降の高 ϵ 側で内部摩擦はほぼ一定値を示した。

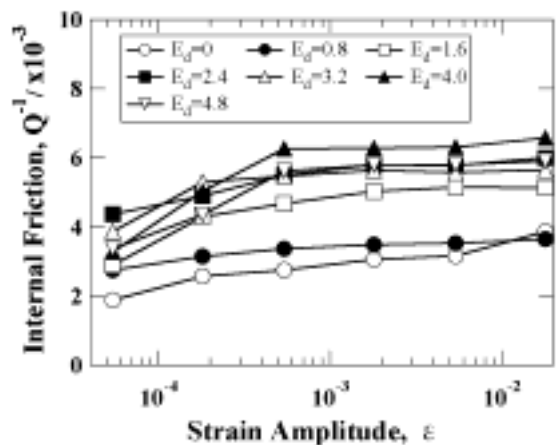


Fig.3 Strain amplitude dependence of the internal friction of the severely deformed 1100Al.

3-2 機械的特性

Fig.4 に純 Ni の出発材ならびに強加工材の公称応力 - 公称ひずみ曲線を示す。出発材は、引張強度約 385MPa、破断伸び

は約 34% という値を示した。加工材は、 E_d の増加に伴い強度は増加し、破断伸びは減少している。 $E_d = 4.0$ 材で 820MPa を示し、引張強度 870MPa という非常に高い値を示したが、僅かに塑性変形を示すのみで破断に至っている。 E_d の増加に伴う強度、伸びの変化については、 $E_d = 0.8$ 材で、すでに、引張強度と 0.2% 耐力がほぼ同じ値をとるようになり、 E_d が増加しても同じ傾向を示した。 $E_d = 0.8$ 材で全伸びは約 7%、均一伸びは 1% 以下を示したに過ぎなかった。また E_d 値が増加するに従って全伸びは減少する傾向を示した。

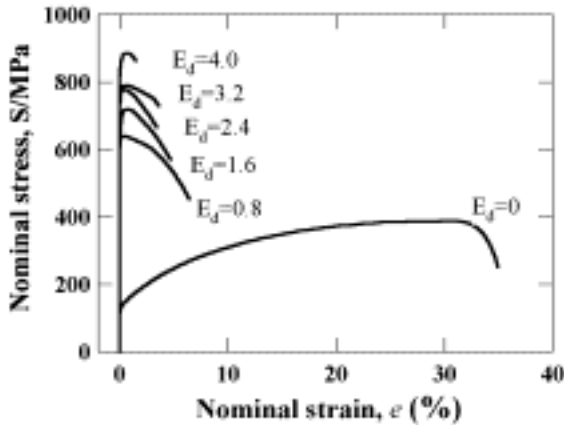


Fig. 4 Nominal stress-strain curves of severely deformed Ni.

Fig. 5 に 1100 合金の出発材ならびに 1~5 サイクル ARB 材の公称応力 - 公称ひずみ曲線を示す。 $E_d = 0$ 材は引張強度 127MPa、破断伸び約 21% であった。強加工材は、 E_d 値が増加するにつれ、引張強度は増加し、 $E_d = 4.0$ 材で約 260MPa に達しが、破断伸びはいずれも約 10% と変化は見られなかった。

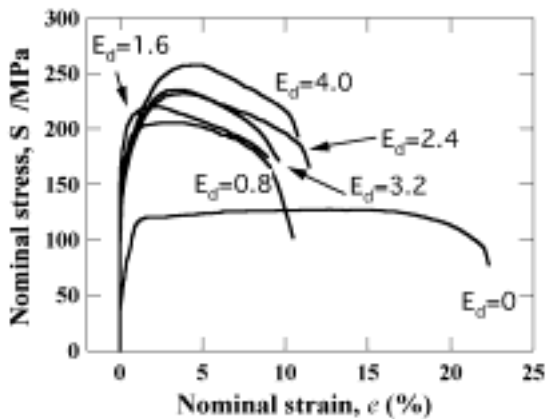


Fig. 5 Nominal stress-strain curves of severely deformed 1100Al.

3-3 材料組織

Fig. 6 に純 Ni 強加工材の TD 面からの TEM 観察した組織を示す。 $E_d = 0.8$ 材は、典型的な転位セル組織が観察され、多くの転位セルはチェッカーフラック状をしていた。また一部に圧延方向に対して 45° の角度にせん断帯が観察できた。さらに観察された多くのバウンダリーは不明瞭であった。組織

全体の板厚方向の平均転位セル厚さ d_l は $0.41 \mu\text{m}$ あり、せん断帯の中の転位セルは、 d_l より遥かに小さかった。転位セル内部の暗視野像では、多量の短いセグメントの転位がランダムに存在して、それが互いに絡み合っているのが見える。また不明瞭なバウンダリーで囲まれた等軸形の転位セル組織が観察され、強い弾性場を思わせるコントラストが確認された。さらにその暗視野像でもセル内に多くの転位が確認された。

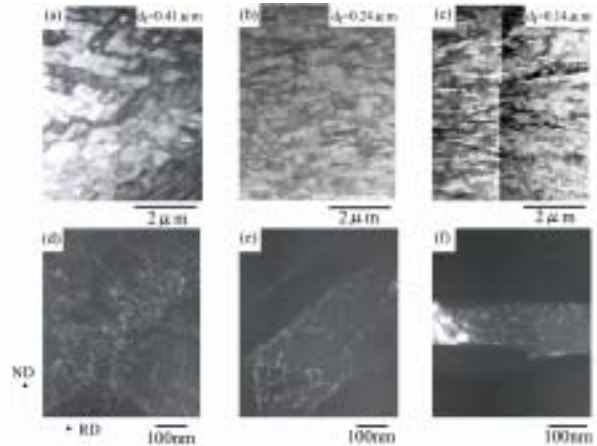


Fig. 6 TEM micrographs showing bright field images and corresponding dark field images of dislocations in grain of the Ni severely deformed. (a)(d) $E_d = 0.8$, (b)(e) $E_d = 2.4$ and (c)(f) $E_d = 4.8$. (observed from TD and d_l : the mean grain thickness)

$E_d = 2.4$ 材は、圧延方向に伸長した不定形の転位セルが、ほぼ全面に観察されたが、圧延方向に対して約 30° の角度にせん断帯も観察された。さらに多くバウンダリーは波打っているが、 $E_d = 0.8$ 材に比べてバウンダリーは明瞭であった。また、転位セル内には竹の節状の様相が見られた。 d_l は、 $0.24 \mu\text{m}$ となったが、 $E_d = 0.8$ 材と同様、せん断帯中には、 d_l より小さい転位セルが確認され、 d_l にばらつきが見られた。転位セル内部の暗視野像では、 $E_d = 0.8$ 材で見られたような短く切られたセグメントを持つ転位ではなく、長く大きく折れ曲がっている転位が観察された。

$E_d = 4.8$ 材は、全面に圧延方向に平行に伸長したラメラ状の転位セル組織が観察された。所々でラメラ状の転位セルが圧延方向に波打っている組織も確認された。しかし、 $E_d = 2.4$ 材に比べてさらに多くのバウンダリーが明瞭でかつ直線的であった。 d_l にはほとんどばらつきはなく、 $0.14 \mu\text{m}$ という非常に小さい値を示した。転位が多く存在している転位セルや、内部に転位が殆ど見当たらない転位セルが同時に混在しているのが観察された。暗視野像からは、内部に転位が多く見られた転位セルが確認され、 $10 \sim 20 \text{nm}$ と短いセグメントを持った転位が圧延面法線方向に、約 10nm 間隔で多数並んでいる様子が確認できた。

Fig. 7 に純 Ni の $E_d = 2.4$ 材を 473K、673K そして 873K で 3.6Ks 熱処理を施した試料の TEM 組織を示す。473K での熱処理材は、TEM 像の視野が小さいため、明視野からは見られないが、全面転位セル組織である。転位セル内の転位はすべて短いセグメントで構成されており、不純物にピン止めされている様子

や転位同士が複雑に絡み合っている様子が観察された。673Kで熱処理した組織は、圧延方向に伸長した転位セルと、一部板厚方向に成長した転位セルが混在する組織であった。成長した転位セルは、 $E_d = 0$ 材に比べて数百 nm 板厚方向に張り出した程度であった。組織の d_f は $0.35 \mu\text{m}$ と ARB まま材に比べて大きな変化は見られなかった。しかし転位セル内の転位は、大きく曲がりくねった状態で存在しているのが分かる。また、バウンダリーが 473K 熱処理材に比べて明瞭になっている。一方、873K での熱処理材では、もはや転位セル組織は観察されず、通常の回復再結晶が起こった組織を得た。 d_f は $7.2 \mu\text{m}$ となったが、その中には d_f が $10 \mu\text{m}$ を超える結晶粒も存在した。また所々に焼鈍双晶が観察された。結晶粒内に転位が多く観察されたが、その多くは、TEM 試料作成時に入った転位であり、従来の再結晶組織では、転位は見られないはずである。またバウンダリーは明瞭で直線的であった。

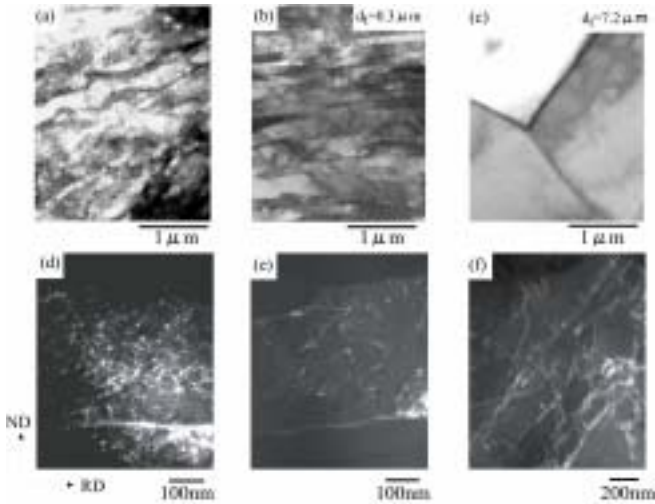


Fig.7 TEM micrographs showing (a)(b)(c) bright field images and (d)(e)(f) corresponding dark field images of dislocations in grain of the Ni severely deformed by $E_d=2.4$ and subsequently annealed at 473K, 673K and 873K for 3.6ks. (Observed from TD)

Fig.8 に 1100 合金の $E_d = 0.8$ 材の TEM 組織を示す。(a) の明視野像に示すように、組織は転位セルもしくは不定形なサブグレインで構成された組織を示し、それらの転位セルまたはサブグレインの d_f は $0.48 \mu\text{m}$ であった。また電子線回折図形は、単一のネットパターンを示すため、それらの転位セル間の方位差は小さいことが分かる。(b)の転位セル内部の転位組織の暗視野像から不純物にピン止めされている転位の様子が観察されている。Fig.9 に 1100 合金の $E_d = 4.0$ 材の TEM 組織を示す。組織は圧延方向に伸長しこれらの伸長粒の d_f は $0.25 \mu\text{m}$ と非常に微細化され、 $E_d = 0.8$ 材のものより約 1/2 程度小さくなった。電子線回折から、互いにそれほ

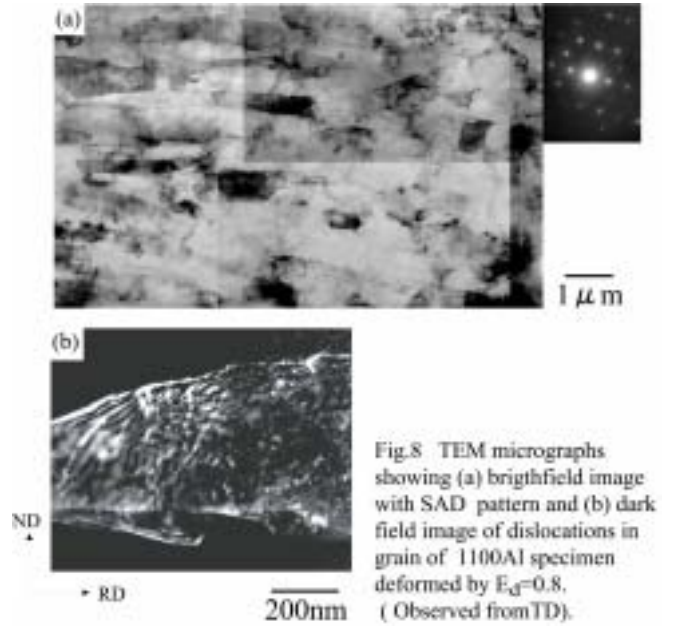


Fig.8 TEM micrographs showing (a) brightfield image with SAD pattern and (b) dark field image of dislocations in grain of 1100Al specimen deformed by $E_d=0.8$. (Observed from TD)

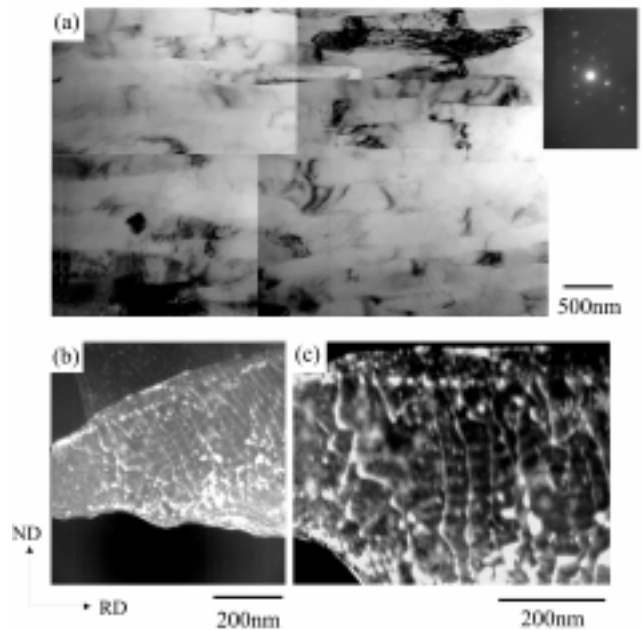


Fig.9 TEM micrographs showing (a) bright image field with SAD pattern and (b)(c) dark field images of dislocations in grain of the 1100Al deformed by $E_d=4.0$. (Observed from TD)

ど大きな方位差を持たない転位セル組織であることがわかる。しかし Tsuji^{3,5)}らの過去の詳細な研究から、相当圧下ひずみ $E_d = 4.0$ まで強加工を施した 1100 合金は、超微細粒組織が試料のほぼ全面に形成している。よって本研究結果も、一部に転位セル、サブグレインもあるが、ほぼ試料全面に超微細粒が形成していると考えてよい。(b)の暗視野像に示すように、圧延方向に対して垂直方向に約 30nm から 40nm 間隔で転位が波打った状態で存在し、また、それらの転位はバウンダリーからバウンダリーまで横断している。さらに(b)の TEM 組織を拡大した(c)より、不純物によるピン止め間隔が約 20nm

から 30nm で、転位が細かく波打っている様子がわかる。

4. 考察

D.A.Hughes⁶⁾らは高純度ニッケル(99.99%Ni)を圧延して得られた組織を報告している。Hughes らによると、 $E_d=1.4$ 圧延材では、圧延方向にやや平行のラメラ組織に MDs(microbands)や DDWs(dence dislocation walls)が多く存在していると述べている。また転位セル間の方位は、 10° 以下が多く、方位差はまだ小さい。本研究の $E_d=0.8$ 材で見られた転位セル組織で観察された不明瞭なバウンダリー(非平衡粒界とも言われる)は、DDWs や CBs(Cell boundaries)であるといえる。この DDWs は高密度の転位の集合であり、かつ、セル内の転位も密に絡み合っていた。転位が活発に動くことができず、内部摩擦は、ひずみ振幅によらず低い値を示したものと考えられる。

更に加工度の高い本研究の $E_d=2.4$ 材では、 d_t にばらつきが見られたものの、1 サイクル ARB 材に比べて微細化された組織を得た。さらに、転位セルの一部は、明瞭なバウンダリーに囲まれた転位セルに変化したと考えられる。また、転位セル内の転位は、 $E_d=0.8$ 材では、短いセグメントを持った転位が絡み合っていたが、 $E_d=2.4$ 材では、長いセグメントを持った転位が大きく折れ曲がって存在しており、個々の転位はより動き易くなったと考えられる。特にひずみ振幅が $=1.0 \times 10^{-3}$ 付近で内部摩擦が急上昇を始めたのは、それらの転位が大きく動き出し、掃引面積が急増加したためであると考えられる。

本実験で得た $E_d=4.8$ 材では、圧延方向に対してほぼ平行に、かつ直線的でシャープなバウンダリーによって囲まれた組織が得られ、超微細結晶粒が形成されている。Hughes らによる $E_d=4.5$ 材の圧延材では、転位セル組織が圧延方向により平行に近くなり、DDWs や MBs が転位によって細かく分割されたセルブロックとなっている。彼らによると、さらに加工率が上がるに伴い不明瞭なバウンダリーが消えていき直線的かつ明瞭なバウンダリーが多く見られ、さらにバウンダリーに存在する転位の体積率は減少してくると述べている。また互いの転位セル間の方位差は大きく、high angle boundary によって囲まれていると述べていることから、超微細結晶粒が形成されていると示していることと、本研究結果は矛盾しない。転位密度に関しては、Hughes らが粗く見積もっており、例えば、加工率 10%と 98%の冷間圧延材を比較すると、総転位密度は、強加工で 10 倍程度上昇するが、1つの粒内(セル内)の転位の数も5分の1以下になる。本実験の $E_d=4.8$ 材材も同様に転位密度は高いが、転位が平均的に分布しているのではなく、転位が大量に存在するセルと殆ど観察されないセルに分かれて分布していた。また転位が大量に存在しているセル内では、互いの転位や不純物などが転位をピン止めしている様子も確認できた。この様に $E_d=4.8$ 材では、セル内のピン止め点が多く、 d_t が $0.14 \mu\text{m}$ と小さいことで、ピン止め間隔が極端に短くなり、転位は、ひずみ振

幅が $=5.4 \times 10^{-3}$ という大きい振幅でも殆どピン止め解消が起こらないと考えられる。よって結晶粒が超微細となった 6 サイクル ARB 材は、転位密度も高く、ピン止め間隔が極端に短いことにより、内部摩擦は高い値を示さなかった。

Fig.2 と 7 に示すように、熱処理により組織の変化と共に内部摩擦が大きく変化した。TEM 像から、473K での熱処理により、 d_t 並びに転位密度は $E_d=2.4$ 材と比べて殆ど変化しないが、 $E_d=2.4$ 材の長いセグメントを持つ転位の形態とは違う、細かく折れ曲がった転位と、デブリが観察された。ことことから、転位のドラッキングが起こり、それらが転位の強いピン止め効果をもたらしていることを示している。つまり、低温での熱処理により、転位の引力により、マトリクス中の不純物が転位付近に集まりやすくなり、その不純物が転位の張り出し運動が妨げ、内部摩擦は大きく減少したと考えられる。しかし、ひずみ振幅をさらに増大させることで、僅かに内部摩擦は上昇する兆候が見られたことから、さらに大きいひずみ振幅を与えた場合、内部摩擦は上昇する可能性はある。

一方、熱処理温度が上昇するに従って、473K の熱処理の内部摩擦よりは高い内部摩擦を示した。673K での熱処理により、 d_t は $0.30 \mu\text{m}$ と ARB まま材に比べてほとんど変化が見られなかった。しかし回復により転位の量は減少していると思われる。ところが、673K での熱処理では、不純物の分散がおこったり、転位のピン止め点が減少したことにより、個々の転位が動きやすくなったと考えられる。従って 473K の熱処理材に比べて、転位が動きやすく、内部摩擦が上昇したと考えられる。さらに 873K での熱処理により、通常の回復再結晶が起こり、バウンダリーはシャープになり、明瞭な結晶粒界となった。結晶粒内部には $1 \mu\text{m}$ に迫る非常に長いセグメントを持った転位が多く存在していたが、これは、実験結果でも述べたように、試料作製時に入った転位であり、この転位が内部摩擦測定に影響したとは考えにくい。しかし、不純物の量は 473K の熱処理に比べて激減していると考えられることから、わずかに残された転位のピン止め点がさらに減少することが予想される。従って、転位密度は激減しているが、わずかに残された長いセグメントを持つ転位が、高いひずみ振幅を与えることで粒内で自由に大きく動きしたことにより、転位の掃引面積が増加し、高い内部摩擦を得たと考えられる。さらに高温の 1023K での熱処理では、Vickers 硬度が大きく低下したことから分かるように、粒内並びにバウンダリーに蓄積されていた大部分の転位が消えたと考えられる。それ故、可動転位の減少により逆に内部摩擦は減少したと考えられる。

1100 合金は、 $E_d=2.4$ 材では d_t が $0.48 \mu\text{m}$ のセル組織から、 $E_d=4.0$ 材では d_t が $0.25 \mu\text{m}$ で大部分が大きな方位差を持つ超微細組織が得られた。この結晶粒微細化により引張強度は増加した。また TEM 像から、 $E_d=4.0$ 材の超微細粒中の転位密度は、 $E_d=0.8$ 材の転位セルもしくはサブグレイン中の転位密度に比べて高くなっており、転位と不純物との相互作用がより活発になり、 E_d の増加に伴い内部摩擦は上昇した

と考えられる。Fig.3 に示す内部摩擦の結果から、特に高 E_d 材において、ひずみ振幅 $=1.8 \sim 5.4 \times 10^{-4}$ 辺りで、転位の全ての不純物からのピン止め解消が起きていることが、明確に現れている。さらに $E_d = 2.4 \sim 4.8$ 材で、 $= 5.4 \times 10^{-4}$ より高ひずみ振幅側で、内部摩擦が一定値を示したのは、TEM 像からも観察できるように、転位がセル内の不純物からのピン止めから完全に離脱し、ピン止めがバウンダリーの強い固着点のみとなったからであると考えられる。この状態では、いくら大きなひずみ振幅を与えても転位の可動面積が最大値に達したため、内部摩擦の変化が見られなくなったと考えられる。

さらに、 E_d が増加するに伴い、一定値となった内部摩擦が高い値を示した。これは、ARB によって転位セル内（粒内）に蓄積された転位密度が上昇しているからであり、可動転位の増加によるものである。一方、ひずみ振幅が $= 5.4 \times 10^{-4}$ 以下では、内部摩擦の振幅依存性が見られることから、セル内の転位と不純物との相互作用である GL モデル⁷⁾に従うと考えられる。

5. まとめ

相当圧下ひずみ (E_d) 4.8 までの強加工を施した純 Ni と JIS1100Al 合金はナノレベル 140nm と極めて微細な超微細結晶粒組織をもち、従来材に比べ高強度及び高防振特性を示した。

それらの機械的特性は、引張強度は従来材の 2 倍程度に強度を持ち、Ni と Al 合金の高強度材が得られた。これらは、強加工処理による多量の欠陥の導入と超微細結晶粒組織化による Hall-Petch の法則に従って高強度化したことによることが明らかになった。

これらの強加工材の防振特性は、相当圧下ひずみ $E_d = 2.2$ 材は、粒内に長いセグメントを有する転位が多く存在し内部摩擦が $Q^{-1} = 11.4 \times 10^{-3}$ という最も高い値を示した。強加工により、転位セル内の転位密度が増加するが、その転位の形態が大きく変化することにより、内部摩擦が大きく変化することが明らかになった。1100 合金は、セル内（結晶粒内）の転位の運動が多量の不純物によるピン止めされることで、転位ループの長さが小さく、内部摩擦は低い値を示した。しかし、 $E_d = 0.8$ 材に比べて $E_d = 4.0$ 材は、転位密度の増加により、内部摩擦の上昇が見られた。これらの防振特性は、従来の内部摩擦に比べ、加工が加わるにつれて内部摩擦は増加し、約 3 倍程度向上した。このような高防振特性のメカニズムは、多量に導入された転位が振動応力により往復運動し高防振特性を示す内部摩擦を生じたことによる。さらにセル内部の転位密度並びに転位のセグメント長さを決定するセル厚さ、並びに不純物が内部摩擦に大きく寄与することが明らかとなった。

本研究の経費の一部は、文部科学省の 21 世紀 COE プログラム「構造・機能先進材料デザイン研究拠点の形成」により援助を受け、本研究を遂行することができましたことを深く謝意を表す。内部摩擦測定では、京都工芸繊維大学大学院工学研究科の太田健一助教授に協力頂きましたことを御礼申し上げます。

6. 文献

- (1) G.F.Weissmann and W.Babington, Proceeding.ASTM, **58** (1958), 863
- (2) 田中 良平, 極限に挑む金属材料, 工業調査会, (1979), 282
- (3) N.Tsuji, Y.Saito, Y.Ito, H.Utunomia, and T.Sakai, Ultrafine Grained Materials, TMS(2000),207
- (4) 太田 健一, G.Pezzotti, 最新内部摩擦測定, 金属, **68**, (1998), 997.
- (5) Y.Saito, N.Tsuji, H.Utsunomiya, T.Sakai and R.G.Hong, Ultra-fine grained bulk aluminum produced by accumulative roll-bonding (ARB) process, Scripta Materialia, **39**, (1998), 1221.
- (6) D.A.Hughes and N.Hansen, Microstructure and strength of Ni at large strain, Acta Metallurgica, **48**, (2000), 2985.
- (7) A.Granato and K.Lücke, Theory of mechanical damping due to dislocations, Journal of Applied Physics, **27**, (1956), 583.

