

令和3年度 軽金属論文賞 受賞論文

試験機揺動による粗大粒アルミニウムにおける
引張変形中の転位密度変化 In-situ XRD 測定*足立 大樹**, 溝脇 大史***, 平田 雅裕****
岡井 大祐**, 中西 英貴*****Measurement of Dislocation Density Change during Tensile Deformation
in Coarse-Grained Aluminum by In-Situ XRD Technique
with Tester Oscillation*Hiroki Adachi**, Hiroshi Mizowaki***, Masahiro Hirata****
Daisuke Okai** and Hidetaka Nakanishi*****

By conducting In-situ XRD measurement during tensile deformation while oscillating the tensile tester, it was possible to measure the change in dislocation density of a pure aluminum alloy having coarse grains with the grain size of 20 μm . In the coarse-grained material, the dislocation density during tensile deformation changed through four regions, as in the case of the fine-grained material. Since the dislocation multiplication start stress was very low at 22 MPa, the elastic deformation region was very short. Thereafter, the dislocations multiplied rapidly, but when the stress and dislocation density reached 33 MPa and $1.57 \times 10^{14} \text{m}^{-2}$, respectively, the dislocation multiplication rate was greatly reduced. This is considered to be due to the low dislocation density required to progress the deformation by plastic deformation in coarse-grained aluminum.

Keywords: Dislocation density, Grain size, Synchrotron radiation, In-situ XRD

1. 背景

結晶粒径が数 μm 以下の微細粒材は、従来工業的に使用されていた粒径 10 μm 以上の粗大粒径材とは大きく異なる種々の機械的性質を示すことが報告されている。例えば、粒径が数 μm 以下の純アルミニウム微細粒材では、粗大粒径材が示す Hall-Petch 曲線よりも非常に高い 0.2% 耐力を示す。これは Extra-Hardening 現象¹⁾ と呼ばれている。また、アルミニウム合金は通常、連続

降伏を示すが、粒径が数 μm 以下の領域では降伏点降下現象が発現し¹⁾、粗大粒径材とは逆に、微細粒材は冷間加工により 0.2% 耐力が低下し、焼鈍により 0.2% 耐力が増加する。これは Hardening by Annealing and softening by deformation 現象と呼ばれている²⁾。

著者らはこれまで粒径 50 nm の純ニッケル超微細粒材や粒径 200 nm ~ 数 μm の純アルミニウム微細粒材において、SPring-8 放射光を用いた In-situ X 線回折 (XRD) 測定により引張変形中の転位密度変化を調べて

* 本稿は軽金属, 70 (2020) 274-280 に掲載。

This paper has been published in Journal of The Japan Institute of Light Metals, 70 (2020), 274-280.

** 兵庫県立大学 工学研究科

Graduate School of Engineering, University of Hyogo

*** キョクシア株式会社

KIOXIA Corporation

**** 兵庫県立大学 工学研究科 大学院生

Graduate Student, Graduate School of Engineering, University of Hyogo

***** 株式会社 UACJ R&D センター 第二開発部

Development Department II, Research & Development Division, UACJ Corporation

きた^{3)~7)}。その結果、引張変形中の転位密度変化は変形メカニズムに応じて四つの領域に分けられることが明らかになった。領域Ⅰは弾性変形領域であり、転位密度はほとんど増加しない。領域Ⅱに入ると転位が急激に増殖しはじめ、塑性変形が開始されるが、転位密度が十分大きくないため弾性変形も共に生じる領域である。塑性変形のみで変形が進行することができる転位密度 ρ_{II} に達すると急に転位の増加が緩やかとなり、塑性変形領域である領域Ⅲに入る。領域Ⅳでは破断に伴う応力除荷により、転位密度が急激に減少する。つまり、除荷後の試料において測定された転位密度は変形中の転位密度よりも低く、変形中と除荷後の転位組織は異なっていることが示唆され、微細粒材の機械的性質を議論するためにはIn-situ測定が重要である。

一方、工業的に使用する構造用アルミニウム合金のほとんどは粒径が10 μm 以上の粗大粒材料であるため、粗大粒材の変形中における転位密度増殖挙動を明らかにすることは工業的に重要であり、さらに、アルミニウム微細粒材の機械的性質の特異性を理解する上でも非常に重要である。しかしながら、これまで放射光を用いた粗大粒材におけるIn-situ XRD測定による転位密度変化は調べられていなかった。

XRD測定により転位密度を導出するためには、Williamson-Hall法が良く用いられ、この手法では複数の回折ピークの回折角度と半値幅を測定することが必要である^{8),9)}。よって、In-situ測定により転位密度の時間変化を測定するためには、広い回折角度を同時に、高い角度分解能で、かつ、高い時間分解能で測定することができる実験系を構築する必要がある。著者らはこれまで、高輝度放射光を用いることが出来るSPring-8において、DECTRIS製一次元検出器MYTHENを直列に6台連結した6連装MYTHENを検出器として用いることにより実現してきた。ただし、この実験系では一次元検出器は回折図形の一部を切り取り、回折プロファイルを得ることになる。微細粒材のように試料のX線散乱体積内に結晶粒数が多い場合、回折図形は連続なデバイリング状になるため、その一部を切り取っても滑らかな回折プロファイルが得られる。しかし、粗大粒材のようにX線散乱体積内に結晶粒数が少ない場合、回折図形は不連続なスポット状となるため、その一部を切り取った場合には滑らかな回折プロファイルが得られない。放射光はX線管球から発せられるX線と比べて非常に指向性が強く拡がりが少ないため、X線管球を用いた時よりも回折条件は厳密となることからそもそも回折が生じづらく、さらに、放射光はビーム径を大きくすることが難しいことから照射体積を増やすこ

Table 1 Chemical composition of the sample (mass%).

Si	Fe	Ti	Cu, Mg, Mn, Cr, Zn	Al
0.05	0.86	0.02	<0.01	99.04

Table 2 Sample name and annealing conditions.

Sample name	Annealing condition
CR	Cold-rolled
CRA523	CR + 448 K, 0.5 h + 523 K, 0.5 h
CRA573	CR + 448 K, 0.5 h + 623 K, 0.5 h
CRA673	CR + 673 K, 0.5 h
CRA723	CR + 723 K, 0.5 h
CRA773	CR + 773 K, 0.5 h
CRA773L	CR + 773 K, 3 h
ARB	CR + ARB 6 cycles
ARB373	ARB + 373 K, 0.5 h
ARB423	ARB + 423 K, 0.5 h
ARB448	ARB + 448 K, 0.5 h
ARB498	ARB373 + 498 K, 0.5 h
ARB523	ARB373 + 523 K, 0.5 h
ARB573	ARB373 + 573 K, 0.5 h
ARB623	ARB373 + 623 K, 0.5 h

とが困難であるため、粗大粒材では回折条件を満たす結晶粒数が極端に少なくなり、デバイリング状とならず、スポット状の回折になりやすい傾向にある。

通常のX線回折実験では試験片を揺動することによって実質的な散乱体積を広げ、回折条件を満たす結晶粒数を増やすが、今回は引張試験中のIn-situ XRD測定中であるため引張試験機ごと引張試験片を揺動することによって解決を試みた。そして、連続したデバイリング状に近い回折が得られる揺動条件を探索し、アルミニウム合金粗大粒径材においても引張変形中の転位密度変化測定を実現することを目的とした。

2. 実験方法

Table 1に1200合金供試材の組成を示す。量産設備において1200合金を铸造後、550 $^{\circ}\text{C}$ で6 h均質化処理を行い、板厚30 mmから2 mmまで550~200 $^{\circ}\text{C}$ で熱間圧延後、冷間圧延により板厚1 mmの板材とした。この圧延板材から供試材を採取して各種熱処理を施し、結晶粒径を粗大化させた。熱処理条件を**Table 2**に示す。また、圧延板材を、強ひずみ加工法の一つである繰返し重ね圧延 (ARB) 法を6サイクル行い、結晶粒を微細化させた。ARB法は1サイクル圧下率50%の接合圧延を繰り返すものであり、理論上は無限にひずみを導入できる巨大ひずみ加工法の一つである¹⁾。このARB材に**Table 2**に示す熱処理を施し、結晶粒径を制御した。なお、以後の試料名称は**Table 2**による。これらの試料に対し、日本電子製走査電子顕微鏡JSM-6500Fに

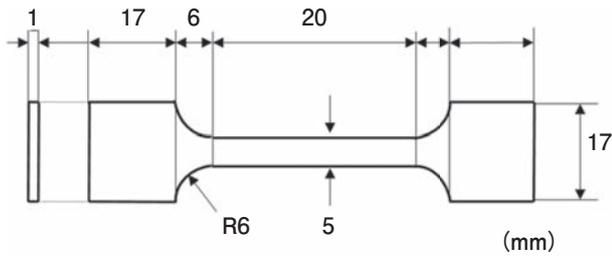


Fig. 1 Dimensions of tensile test pieces.

搭載したTSL社製OIMを用いて電子線後方回折(EBSD)法により結晶粒径を測定した。放電加工機を用いて、圧延方向が引張方向と平行になるように引張試験片を切り出した。平行部長さ20 mm、幅5 mm、厚さ1 mmであり、Fig. 1に詳細な引張試験片形状を示す。

In-situ XRD測定実験では少しでも回折条件を満たす結晶粒数を増やすため、指向性が強いアンジュレータ光ではなく、偏向電磁石光を用いられるBL19B2にて行った。用いた入射X線のエネルギーは25 keV、ビームサイズは縦0.15 mm、幅3 mmである。ゴニオメータ上に設置した小型引張試験機に厚さ1 mmの1200合金試験片を取り付けた。粗大粒材におけるIn-situ XRD測定を行うための適切な揺動条件を調べるため、Fig. 2に示すように透過方向から13°上方に705.32 mm離れた位置にDECTRIS製二次元検出器PILATUS-300Kを設置し、(111)、(200)回折ピークを観察した。試料から検出器までの距離は、格子定数が既知であるNIST製CeO₂標準試料からの回折位置から求めた。引張軸方向(Z方向)に揺動する時間は1 cycleを10 sと一定とし、揺動距離を0, 1, 2, 3, 4 mmと変化させることによるデバイリングの変化を測定した。

転位密度を算出するために行うIn-situ XRD測定時には、Fig. 3に示すように検出器として6連装MYTHENを用い、透過方向から21°上方、カメラ長704.66 mmに設置した。カメラ長は、NIST製CeO₂標準試料を用いて求めた。ゴニオメータ上に設置した小型引張試験に取り付けた試験片に初期ひずみ速度は $3.3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ で引張変形を施しながら、Z方向に揺動速度1 mm/sで幅2 mmの揺動を行いつつ時間分解能2 sで測定を行った。得られた(111)、(200)、(220)、(311)、(222)、(331)面からの回折ピークプロファイルから回折ピーク角度と半値幅を求め、Williamson-Hall法を用いて転位密度を算出した^{4), 8), 9)}。

3. 実験結果および考察

ARB材とCR773L材のEBSD測定結果をそれぞれ

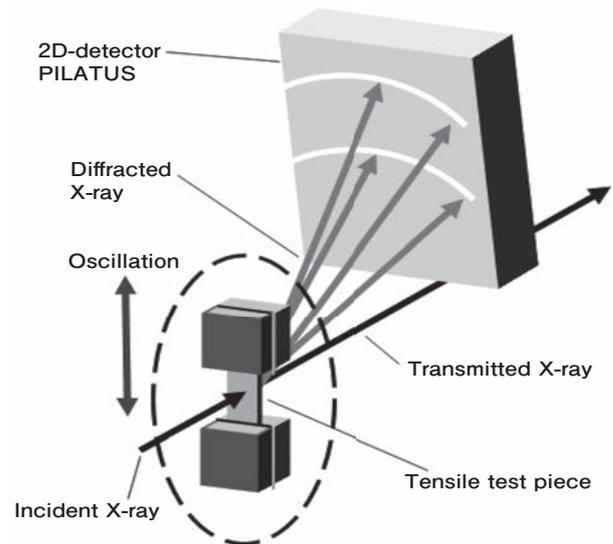


Fig. 2 Schematic diagram of XRD measurements.

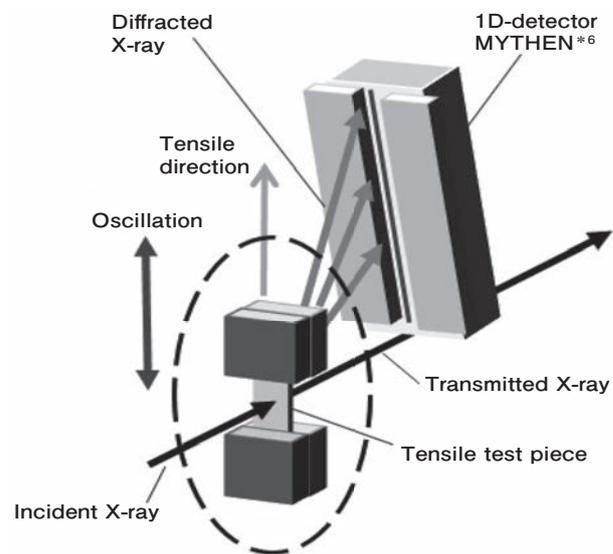


Fig. 3 Schematic diagram of In-situ XRD measurements during tensile test with oscillation.

Figs 4, 5に示す。RD-ND面におけるND方向の大角粒界密度を平均結晶粒径 d と定義すると、 $d=505 \text{ nm}$ であった。焼鈍温度と時間の増加に伴い粒径は連続的に増加し、ARB623材では $d=3.54 \mu\text{m}$ まで粗大化した。焼鈍により得られた粒径をTable 3に示す。以上から、粒径500 nm~20 μm までの幅広い粒径を有する1200合金が得られた。

Fig. 6 (a)に粒径が最も結晶粒が粗大であったCR773L材における、揺動を行っていない時の二次元検出器によるXRD測定結果を示す。なお、露光時間は5 sである。紙面右から左方向が引張方向と並行方向であり、内側の回折が(111)面からの回折、外側が(200)面からの回折である。CR773L材のような粗大粒材においてはスポット状の回折が観察された。一方、Fig. 6 (b)に示すように結晶粒が最も微細であったARB材で

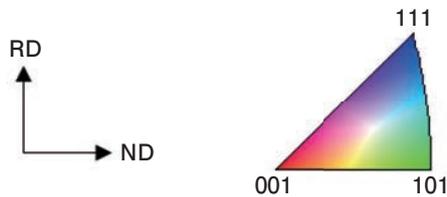
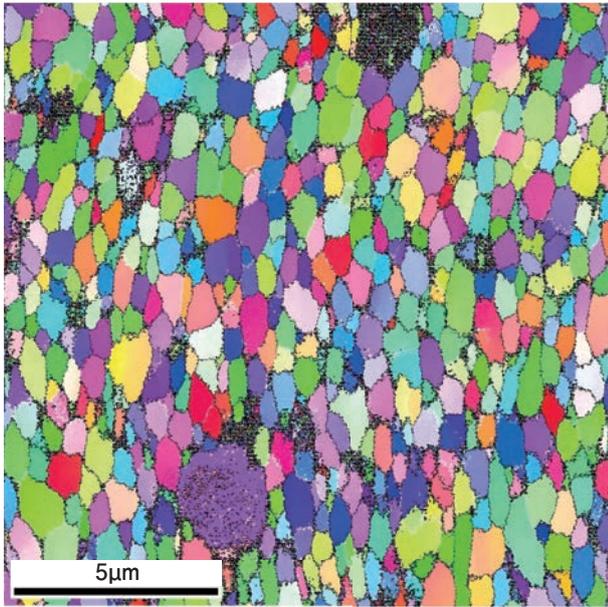


Fig. 4 TD inverse pole figure map of ND-RD plane obtained by EBSD measurement of ARB specimen.

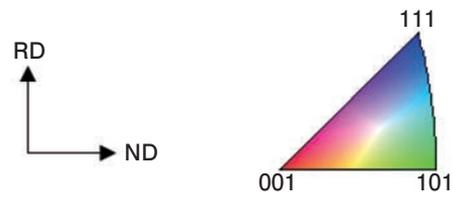
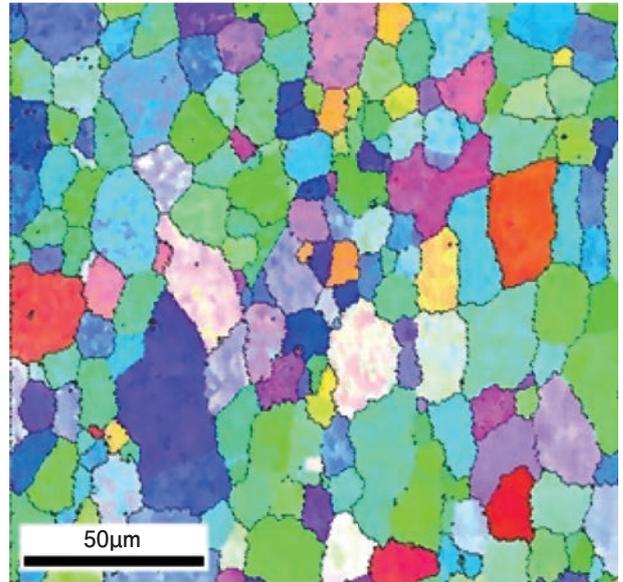


Fig. 5 TD inverse pole figure map of ND-RD plane obtained by EBSD measurement of CR773L specimen.

は揺動を行っていない場合であっても回折はリング状であった。なお、Fig. 6の中下段と上段に紙面並行方向に二つの帯状の回折が検出できていない領域が存在するが、これは検出器の繋ぎ目である。PILATUS-300Kは三つの検出器を連結したものであるため二つの帯状の連結部が存在する。

次にFig. 6中A点(方位角60°)からB点(方位角100°)への(111)面回折強度の方位角変化をFig. 7に示す。微細粒を有するARB材では方位角70°から100°付近ではほぼ一定の強度が観察された。なお、方位角90°が引張方向と並行な方向である。方位角が70°よりも小さくなるにつれて回折強度が減少するが、これはビーム形状が幅3mm、厚さ0.15mmと扁平であるため方位角90°から離れるにしたがって強度が低下することや、集合組織の影響などであると考えられる。

一方、CR773L材では回折がスポット状であったため、方位角によって強度のばらつきが大きかった。このことから、Fig. 3のように方位角90°の位置に一次元検出器を設置した時、微細粒材では揺動なしであってもなめらかな回折プロファイルが得られるが、粗大粒材の場合は回折強度がほとんど得られない場合があると予想される。

Table 3 Average grain diameter of annealed samples.

Annealing condition	Sample name	Average grain diameter (μm)
As-ARBed	ARB	0.505
373 K 0.5 h	ARB373	0.566
423 K 0.5 h	ARB423	0.635
448 K 0.5 h	ARB448	0.711
373 K 0.5 h + 498 K 0.5 h	ARB498	0.977
373 K 0.5 h + 523 K 0.5 h	ARB523	1.26
373 K 0.5 h + 573 K 0.5 h	ARB573	3.02
373 K 0.5 h + 623 K 0.5 h	ARB623	3.54
448 K 0.5 h + 523 K 0.5 h	CR523	1.83
448 K 0.5 h + 623 K 0.5 h	CR623	10.1
673 K 0.5 h	CR673	10.1
723 K 0.5 h	CR723	17.5
773 K 0.5 h	CR773	15.6
773 K 3.0 h	CR773L	20.2

CR773L材における揺動幅による回折図形の変化をFig. 8に示す。露光時間が一定であっても揺動幅の増加により回折がスポット状からリング状に近づくことが分かった。また、(111)面回折強度の方位角方向変化に及ぼす揺動幅の影響をFig. 9に示す。CR773L材であっても揺動幅の増加より回折強度の方位角変化が平滑化し、Fig. 7に示す微細粒を有するARB材の強度分布に近づいた。結晶粒を一辺の長さが20 μmの立方体形

状と仮定した時、ビーム径が $0.15\text{ mm} \times 3\text{ mm}$ 、試験片の厚さが 1 mm であることから、照射体積内には約 5.6×10^4 個の粒が入る。これを 1 mm 揺動させると、照射体積内に存在する粒の数は約 4.3×10^5 個まで増加し、それ

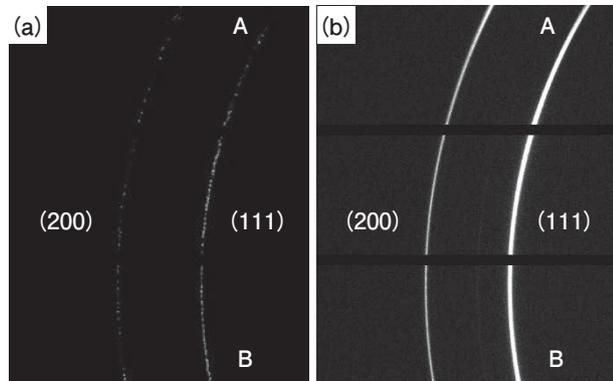


Fig. 6 (111) and (200) diffractions of (a) CR773L and (b) ARB sample measured by two-dimensional detector.

に伴い回折条件を満たす結晶粒数は8倍に増加すると予想される。揺動幅を 2 mm 、 3 mm 、 4 mm に増加すると、それぞれおよそ約 8.1×10^5 個、約 1.18×10^6 個、約 1.56×10^6 個に粒数が増加することから回折条件を満た

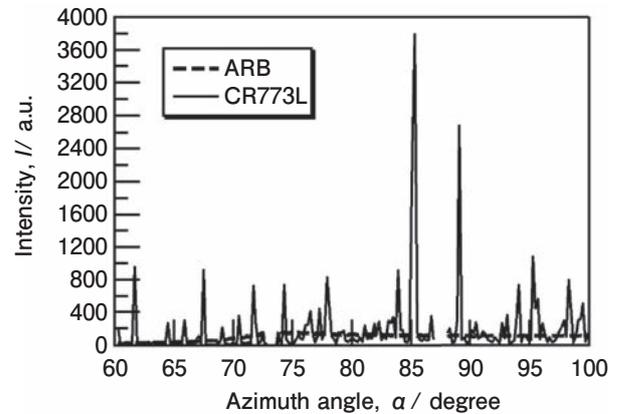


Fig. 7 Change in (111) diffraction intensity along the azimuth direction in ARB and CR773L samples.

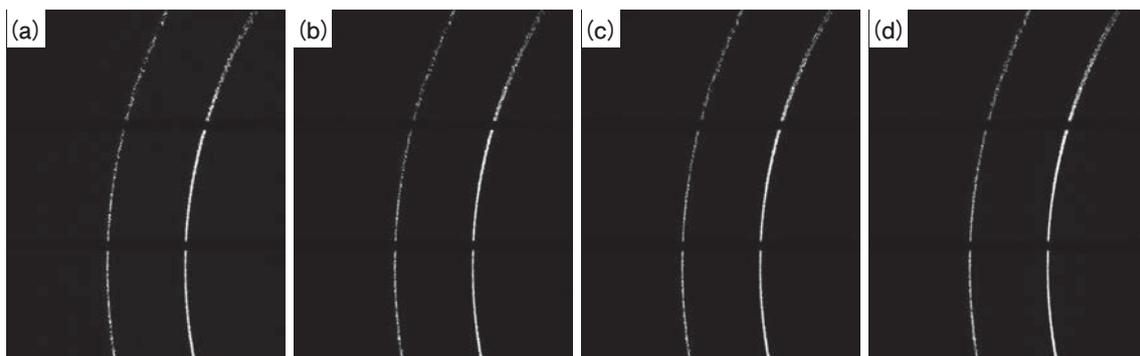


Fig. 8 Change in Debye rings with change in oscillation width in CR773L. (a) 1 mm , (b) 2 mm , (c) 3 mm , (d) 4 mm .

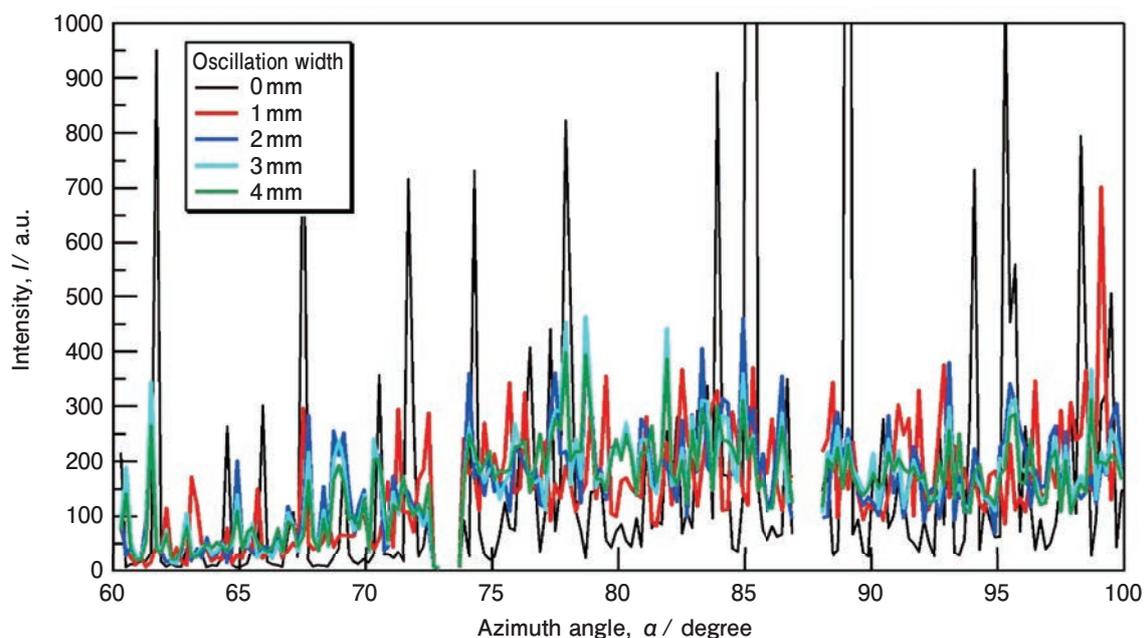


Fig. 9 Change in (111) diffraction intensity along the azimuth direction in ARB and CR773L samples and its changes due to the oscillation width.

す結晶粒の数も大きく増加し、回折強度が平滑化すると考えられる。2 mm以上の揺動による回折強度変化は小さかったことから、一次元検出器を用いた引張試験中の転位密度変化を求めるためのIn-situ XRD測定では、2 mm幅の揺動を行いながら引張試験を行った。また、時間分解能2sとするため、揺動速度は1 mm/sとした。

Fig. 10にARB材における引張変形中の公称応力と転位密度のストロークによる変化を示す。微細粒であるARB材において、過去の報告と同様、転位密度は変形の進行に伴い領域Ⅰ～Ⅳの四つの領域を経て変化した。領域Ⅰでは転位密度は増加せず、応力はストロークの増加に伴い直線状に増加したことから弾性変形領域であると考えられる。応力が σ_I を超え、領域Ⅱに入ると急激に転位密度が増加したことから、転位源が活性化することにより転位が増殖し、転位すべりによる塑性変形が開始したと考えられる。しかしながら、領域Ⅰにおける応力-ストロークの直線関係から応力の増加がやや緩やかになるものの、応力は大きく増加していることから弾性変形も依然として生じており、弾性変形と塑性変形がともに生じている領域であると言える。領域Ⅰと領域Ⅱの境界における応力 σ_I は102 MPaであり、転位増殖が開始する応力であることから降伏応力とみなすことができる。0.2%耐力は162 MPaであり、 σ_I よりも60 MPaも高く、微細粒材では0.2%耐力を転位増殖開始応力として扱うことは適切ではないと言える。領域Ⅱにおいて転位密度が大きく増加し、転位密度 $\rho_{II}=9.1 \times 10^{14} \text{m}^{-2}$ に達すると転位密度の変化が急に緩やかになり、領域Ⅲに移行した。また、 ρ_{II} に達した時の応力を σ_{II} とすると、 $\sigma_{II}=190 \text{MPa}$ であり、0.2%耐力は σ_I よりもむしろ σ_{II} に近かった。 ρ_{II} と σ_{II} の意味については後ほど議論する。領域Ⅲにおける転位密度の変化は非常に緩やかであった。ARB加工により作製した粒径260 nmの純Niでは領域Ⅲにおいて緩やかに転位密度は増加したことから⁴⁾、この領域においても転位増殖は生じているが、NiとAlでは融点が異なることから動的回復速度は純アルミニウムの方がかなり速く、動的回復と転位増殖がつりあったため、領域Ⅲでは転位密度は増加しなかったと考えられる。最後の領域Ⅳでは、破断に伴う除荷によって転位密度が急激に減少した。これは、転位が対消滅した、もしくは、微細粒材では粒界密度が非常に高いため、粒界をシンクとして消滅したためではないかと考えられる。除荷によって大きく転位密度が減少するという事は、除荷後に電子顕微鏡等で観察した転位密度や転位組織は、微細粒材においては変形中の転位密度とは大きく異なる

ことを示唆しており、このことがこれまで微細粒材の特異な機械的性質の正確な理解を妨げていた大きな要因の一つであると考えられる。

Fig. 11 (a)(b)にCR773L材における引張変形中の公称応力と転位密度変化を示す。揺動を行うことによって、粒径20 μm の粗大粒材においても変形中の転位密度In-situ測定が可能となり、微細粒材であるARB材と同様に、粗大粒材においても転位密度は四つの領域を経て変化することが明らかとなった。しかしながら、転位増殖開始応力は $\sigma_I=22 \text{MPa}$ と非常に低く、領域Ⅰは

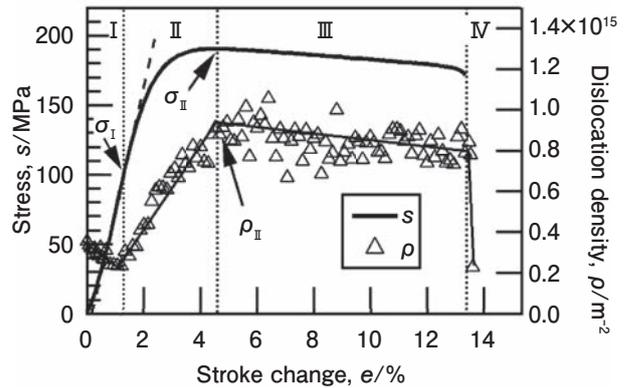


Fig. 10 Change in stress and dislocation density by stroke change in ARB sample.

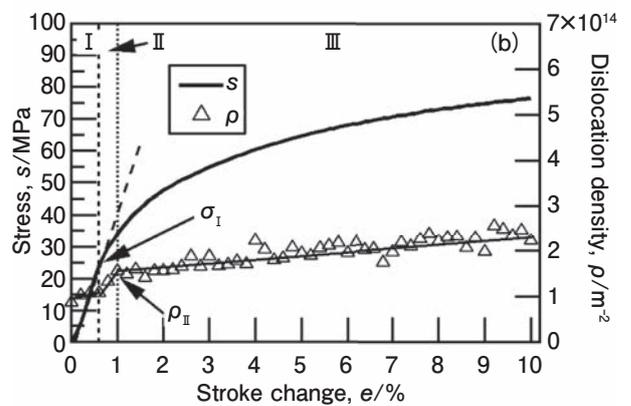
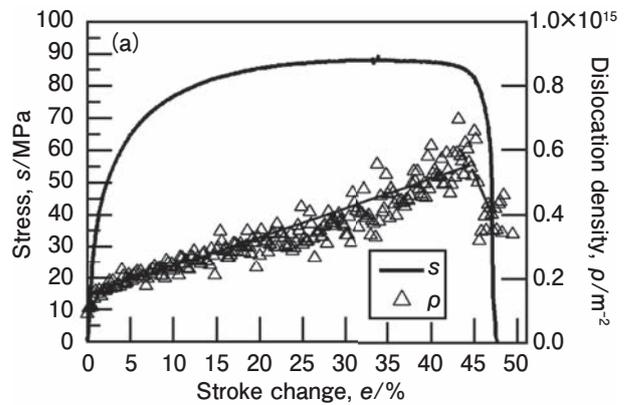


Fig. 11 (a) Change in stress and dislocation density by stroke change in CR773L sample, (b) Enlarged view in the low stroke area of Fig. 11(a).

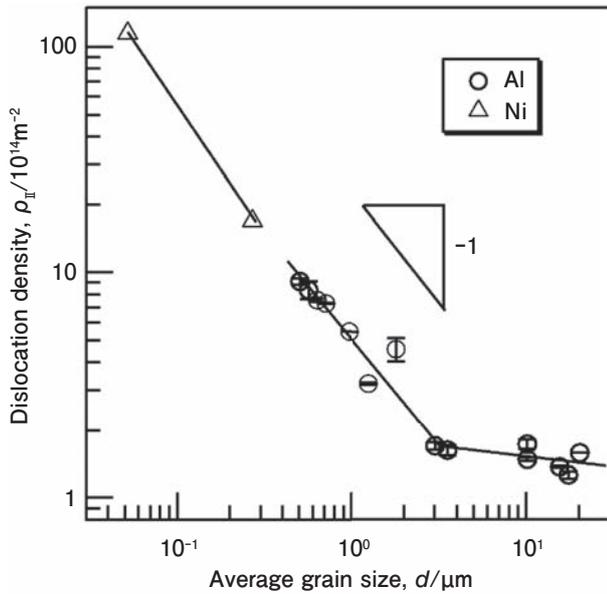


Fig. 12 Change in ρ_{II} with grain size.

非常に短かった。結晶粒径が大きいと結晶粒内において活動できるFrank-Read源の最大長さが長くなり、転位源が活性化するための応力はFrank-Read源の長さに反比例するため¹⁰⁾、粗大粒材では転位増殖に要する最低応力が低いためであると考えられる。

また、転位が急激に増殖する領域Ⅱも領域Ⅰと同様に非常に短かった。領域ⅡからⅢに移行する時の転位密度と応力はそれぞれ $\rho_{II}=1.57 \times 10^{14} \text{m}^{-2}$ 、 $\sigma_{II}=33 \text{MPa}$ であり、 ρ_{II} はARB材におけるそれよりも一桁程度小さく、ARB材とは異なり、CR773L材においては σ_{II} と σ_{I} には大きな差がなく、ARB材よりも非常に小さかった。このため、従来、領域Ⅱの存在をあまり考慮されていなかったと考えられる。0.2%耐力は34 MPaであり、ほぼ σ_{II} と同じであり、微細粒材ほど σ_{I} との大きな差はないため、粗大粒材では0.2%耐力を転位増殖開始応力として扱っても大きな問題は生じないと考えられる。

領域Ⅲでは転位密度がストロークの増加に伴い単調に増加し、破断直前には初期転位密度の4倍程度の $6 \times 10^{14} \text{m}^{-2}$ に達した。領域Ⅳでは破断に伴う除荷によって転位密度は減少したが、減少量は領域Ⅲにおいて増加した転位量の半分程度であった。減少量としては少なくはないが、ARB材などの微細粒材と比較して小さいため、粗大粒材においては除荷後の試料の転位組織は変形中との差は大きくないと考えられる。

Fig. 12に1200合金における ρ_{II} の結晶粒径変化を示す。併せてナノ結晶Niにおける ρ_{II} の結晶粒径依存性も示す¹³⁾。この ρ_{II} は $d > 3 \mu\text{m}$ では 10^{14}m^{-2} 程度でほぼ一定であるが、 $d < 3 \mu\text{m}$ では粒径の-1乗に比例して増加した。これは粒径が転位の平均自由行程長さ x に

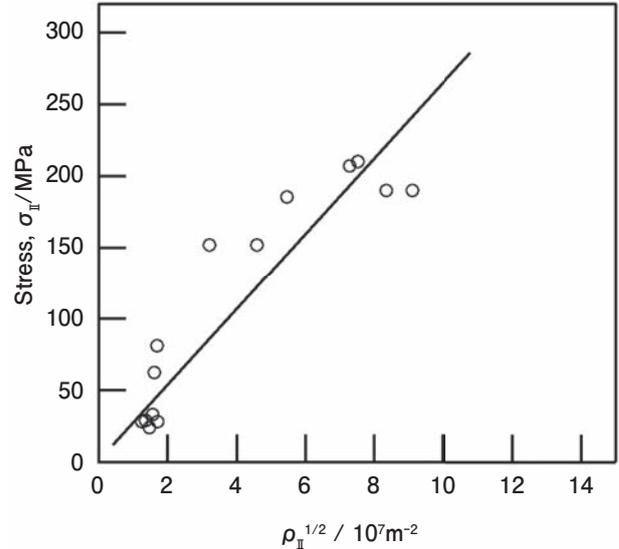


Fig. 13 Relationship between σ_{II} and ρ_{II} in 1200 alloy with various grain size.

及ぼす影響を考えると理解することが出来る。塑性変形によって生じるせん断ひずみ γ は

$$\gamma = \rho b x \quad (1)$$

で表される¹¹⁾。ここで ρ は転位密度、 b はバーガースベクトル、 x は転位の平均自由行程である。転位の平均自由行程長さはせいぜい粒径程度までであるため、粒径が小さくなるほど減少すると考えられる¹²⁾。そのため、 x が粒径 d に比例すると仮定すると、同じ塑性せん断ひずみを生み出すためには転位密度は粒径の-1乗に比例して増加する必要がある。そして、ある一定速度で塑性変形が進行するために必要な転位密度 ρ_{II} は粒径が微細になるほど粒径の-1乗に比例して増加したと考えられる。よって、転位が増殖しはじめてから、塑性変形のために必要な転位密度 ρ_{II} に達するまでは転位は急速に増殖する必要があり、足りない変形量は弾性変形で補われるために応力は領域Ⅰほどではないものの大きく増加する。これが領域Ⅱである。そして ρ_{II} に達すると以後はほぼ塑性変形のみで変形が進行できるため、転位の増殖は緩やかとなり、それに伴い応力増加も緩やかになる領域Ⅲに移行すると考えられる。以上のことから、 ρ_{II} を示す時の応力 σ_{II} も転位増殖開始応力 σ_{I} とは意味が異なる降伏応力としてとらえることができる。また、粗大粒領域において ρ_{II} は結晶粒径の-1乗に比例して増加せず、粒径の増加によりわずかに減少する。転位の自由行程長さが粒径の大きさに比例して無限に大きくなるわけではなく、粗大粒材では大きく変化しないためであると考えられる。

Fig. 13に ρ_{II} と σ_{II} の関係を示す。 σ_{II} は ρ_{II} の1/2乗に概ね比例し、Bailey-Hirschの関係に従っており、塑性

変形によって変形が進行する領域では、転位の流動応力は他の転位密度によって決定されている、つまり、運動する転位の抵抗となるものは他の転位であることを示している。

4. まとめ

放射光施設SPring-8において、引張試験機ごと揺動しながらIn-situ XRD測定をすることによって、粒径20 μm の粗大粒材料においても引張変形中の転位密度変化を測定することが可能となった。その結果、転位密度は微細粒材料と同様に、四つの領域を経て変化することが明らかとなり、三つのパラメータ σ_I 、 σ_{II} 、 ρ_{II} を得ることが出来た。 σ_I は転位が増殖を開始する応力、 ρ_{II} は塑性変形のみで変形が進行するために必要な転位密度、 σ_{II} はその転位密度に達した時の応力であり、 σ_I と σ_{II} はそれぞれ物理的意味が異なる降伏応力とみなせる。

微細粒材料は、従来工業的に用いられてきた粗大粒材料よりも微細粒材料は塑性変形に必要な転位密度 ρ_{II} が非常に大きい材料であると言える。そのため、その転位密度が ρ_{II} に達するまで急激に増加する領域IIは広い。一方、粗大粒材では ρ_{II} が小さいため領域IIは狭く、弾性変形領域（領域I）からすぐに塑性変形領域（領域III）に移行するため、領域IIを考慮する必要が小さかったが、微細粒材では領域IIを考慮して、その機械的性質を理解する必要があると考えられる。

謝 辞

本研究の一部は（公社）軽金属奨学会統合的先端研究“超微細粒アルミニウムが示す特異な力学特性の発現機構の統一的解明”の助成により行われました。また、放射光測定はSPring-8 BL19B2にて一般課題（産業利用分野）2014B1580, 2017A1817, 2018B1588にて行われました。

参考文献

- 1) N. Kamikawa, X. Huang, N. Tsuji, N. Hansen: Acta Mater., **57** (2009), 4198-4208.
- 2) X. Huang, N. Hansen, N. Tsuji: Science, **312** (2006), 249-251.
- 3) H. Adachi, Y. Miyajima, M. Sato, N. Tsuji: Mater. Trans., **56** (2015), 671-678.
- 4) H. Adachi, Y. Karamatsu, S. Nakayama, T. Miyazawa, M. Sato, T. Yamasaki: Mater. Trans., **57** (2016), 1447-1453.
- 5) Y. Miyajima, S. Okubo, T. Miyazawa, H. Adachi, T. Fujii: Philos. Mag. Lett., **96** (2016), 294-304.
- 6) S. Nakayama, H. Adachi, T. Nabeshima, T. Miyazawa, T. Yamasaki: Sci. Adv. Mater., **8** (2016), 2082-2088.
- 7) 高増宣仁, 宮澤知孝, 宮嶋陽司, 足立大樹, 尾中晋: 日本金属学会誌, **83** (2019), 157-165.
- 8) G. K. Williamson, R. E. Smallman: Philos. Mag., **8** (1956), 34-45.
- 9) G. K. Williamson, R. E. Smallman: Acta Crystallogr., **7** (1954), 574-581.
- 10) T. Ohashi, M. Kawamukai and H. Zbib: Int. J. Plasticity, **23** (2007), 897-914.
- 11) W. G. Johnston, J. J. Gilman: J. Appl. Phys., **30** (1959), 129-144.
- 12) 足立大樹, 寺田大将, 辻伸泰: 軽金属, **69** (2019), 555-561.



足立 大樹 (Hiroki Adachi)
兵庫県立大学 工学研究科



平田 雅裕 (Masahiro Hirata)
兵庫県立大学 工学研究科 大学院生



岡井 大祐 (Daisuke Okai)
兵庫県立大学 工学研究科



中西 英貴 (Hidetaka Nakanishi)
(株)UACJ R&D センター 第二開発部