

4. 90%冷間圧延材時効組織の電子顕微鏡観察

東京工業大学 小林郁夫

4.1. はじめに

Al-Cu-Mg合金, Al-Mg-Si合金, Al-Zn-Mg合金は熱処理型アルミニウム合金として知られ, 時効熱処理によって時効硬化現象を示す. 通常, 熱処理型アルミニウム合金の時効熱処理は溶体化焼入れで得た過飽和固溶体を100~200 °C程度の温度で恒温時効することで, 準安定相の析出やそれに先立つGPゾーンなどの形成, 合金系によってはそれらに先立つ溶質原子クラスターの形成などによって, 硬さや強さの増加を得るものである. その時効析出過程は合金系によって異なるが, いずれも母相に整合に析出する析出物などがもたらす母相の格子ひずみが強さの源となっている.

本研究では, 溶体化焼入れ後ただちに圧下率90%の冷間圧延を行い, 過飽和固溶体に加工組織を導入したうえで時効熱処理を行っている. 一般に時効熱処理前に強加工を施すことによって, 加工組織, とくに大量の転位が導入された組織となり, 転位の存在によって時効析出過程が加速することが知られている. 転位芯を経路として溶質原子の拡散が早く進むことや, 転位が析出物の核生成サイトとして働くことなどがその理由と考えられている.

さらに, 添加元素の種類や時効熱処理条件によっては, 強加工によって単に時効析出過程が加速するだけではなく, 通常の時効析出過程で現れる析出物が見られなかったり, 通常とは異なる析出物が認められたりするなど, 溶体化焼入れ材の時効熱処理とは異なる析出過程を示すことがある. こうした時効析出過程の変化を詳細に検証するためには, 透過型電子顕微鏡観察を中心とする多角的な評価が不可欠である.

本研究では高分解能透過型電子顕微鏡 (HR-TEM) 観察や高角環状暗視野走査

型透過電子顕微鏡 (HAADF-STEM) 観察に加え, 硬さ測定, 熱分析, 導電率測定などの手法によって, 90%の冷間圧延を行った熱処理型アルミニウム合金の時効析出過程を詳細に検討し, 各合金の時効析出過程に及ぼす強加工の影響について明らかにすることを目的としている。

4.2. 供試材と実験方法

本研究に使用した試料の一覧をTable 4-1に示す。Al-Cu-Mg合金, Al-Mg-Si合金, Al-Zn-Mg合金ともに3研究グループ共通の試料, いわゆる「部会試料」(2A, 2B, 2C, 6A, 6B, 6C, 4.5Zn, 5.5Zn, 8.0Zn)を使用した。一部の実験には独自に用意した試料を用いている。部会試料の冷間圧延率は90%とし, 溶体化後ただちに, 茨城大学研究グループが一括して行った。圧延後の自然時効の影響を排除する目的で, 試料移送中ならびに本研究グループに到着後は冷凍庫で保管した。独自に用意した試料の圧延は本研究グループで行った。

時効熱処理はオイルバスを用い, 溶体化処理を行う場合にはソルトバス ($\text{KNO}_3 : \text{NaNO}_3 = 1 : 1$) を用いた。

時効後の試料について, 硬さ測定, 導電率測定, 示差走査熱量測定 (DSC), 走査型電子顕微鏡 (SEM) 観察, 透過型電子顕微鏡 (TEM) 観察を行った。導電率測定はGE製うず電流式導電率計Auto Sigma 3000を用い室温下で測定した。DSCはリガク製示差走査熱量計Thermo plus EVOIIシリーズDSC8230を用いた。標準試料には純度99.99%の純アルミニウムを用いた。SEM観察は日本電子製走査型電子顕微鏡JSM-7200Fを用い, TEM観察には日本電子製透過型電子顕微鏡JEM-2100F, JEM-2010F, JEM-ARM200Fを用いた。

Table 4-1 Chemical compositions of alloys used in this project. †: Common samples used by every research group.
(wt%)

	Zn	Mg	Cu	Si	Fe	Cr	Ti	Mn	Al	Reduction
2A†	0.01	1.46	3.86	0.05	0.18	0.15	0.02	0.00	Bal	90%
2B†	0.01	2.92	4.38	0.06	0.19	0.15	0.02	0.01	Bal	90%
2C†	0.01	2.79	5.28	0.06	0.22	0.15	0.02	0.01	Bal	90%
Al-1Cu-3Mg		3.04	1.01	0.01	0.01				Bal	3~50%
6A†	<0.01	0.59	0.51	0.98	0.11	0.14	0.01	<0.01	Bal	90%
6B†	<0.02	0.60	0.99	0.99	0.10	0.13	0.01	<0.02	Bal	90%
6C†	<0.03	0.61	0.52	0.99	0.71	0.15	0.01	<0.03	Bal	90%
4.5Zn†	4.50	2.03	2.50	0.08	0.16	0.16	0.01		Bal	90%
5.5Zn†	5.51	1.99	2.40	0.08	0.16	0.16	0.01		Bal	90%
8.0Zn†	8.00	1.98	2.50	0.08	0.16	0.16	0.01		Bal	90%
Al-5.5Zn-2.5Mg-1.5Cu	5.34	2.68	1.54	0.20	0.25	0.19	0.02	<0.01	Bal	30~90%

4.3. Al-Cu-Mg合金

Al-Cu-Mg合金の溶体化条件は合金組成によって異なり，2A材では495 °C，3.6 ks，2B材と2C材では480 °C，3.6 ksとした．

Al-Cu-Mg合金溶体化材（A.Q.）とそれに90 %冷間圧延を施した90 %冷間圧延材（A.R.）に190 °Cの時効熱処理を行ったものをそれぞれT6材，T8材と呼ぶ．

2A材を時効したときの硬さと導電率を Fig. 4-1およびFig. 4-2に示す．溶体化後の硬さおよそ80 HVから，T6材の硬さは時効初期に100 HVくらいまで上昇し，時効時間3.6 ksあたりまでプラトー状態を示す．7.2 ks時効付近で115 HVに硬さが上昇し，そこで2度目のプラトー状態を示した後，およそ170 ksでピーク時効を示し，それ以降で低下している．2度にわたる硬さの上昇の停滞の原因については，その間の導電率の変化がないため今のところ明らかではなく，引き続き検討を勧めている．T8材は加工時に転位の導入による硬化が起こり，時効に伴い硬さが緩やかに上昇し，0.6 ks付近でピーク硬さとなった．T8材の導電率はT6材よりも早期に上昇している．Fig. 4-2でA.R.材にクラスタ形成のピークがみられないことから，T8材では加工中のクラスタ形成が示唆される．加工に伴ってS'相析出のピークが低温側に移動し，析出が促進されている．これらは転位が析出物の核生成サイトや溶質原子の拡散経路として働いていることを示唆している．

組成の異なるAl-Cu-Mg合金（2A材，2B材，2C材）T6材の時効曲線をFig.4-3に，導電率の変化をFig.4-4に示す．CuとMgの増加によって溶体化材の硬さに違いが認められるが，時効によってその差は広がっているように見える．2B材ほど顕著ではないが，2A材にも2C材にも二つのプラトー領域がみられる．1A材だけ初期の時効硬化とピーク時効に至る時効時間（43.2 ks）が顕著に早いですが，Fig.4-4に示した導電率の変化でも，早くから導電率の低下がみられるが，溶体化温度の

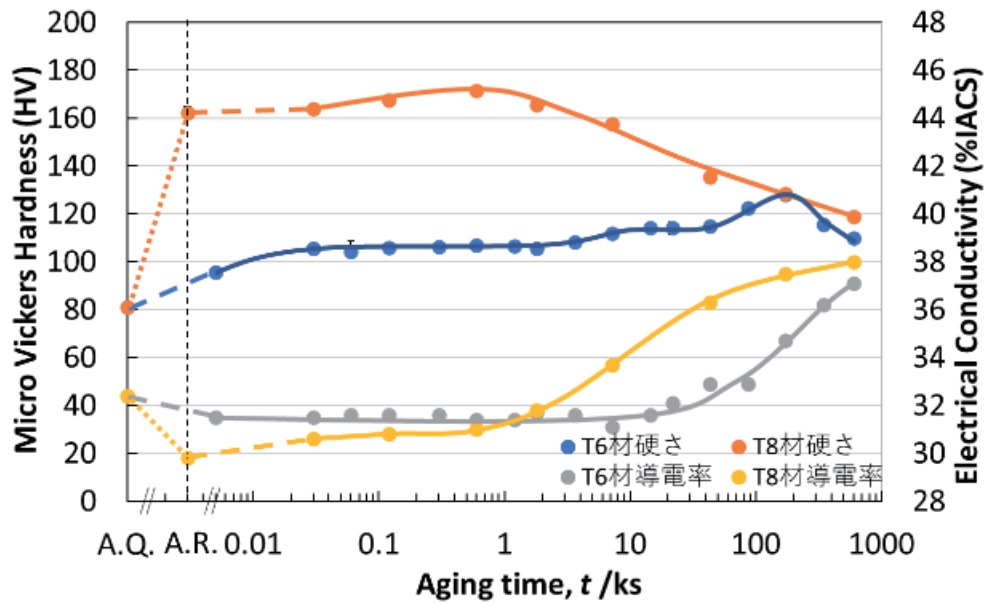


Fig. 4-1 Aging curves and electric conductivity of Al-Cu-Mg alloy (2A) after solution treatment (T6) and after 90% cold rolling (T8)

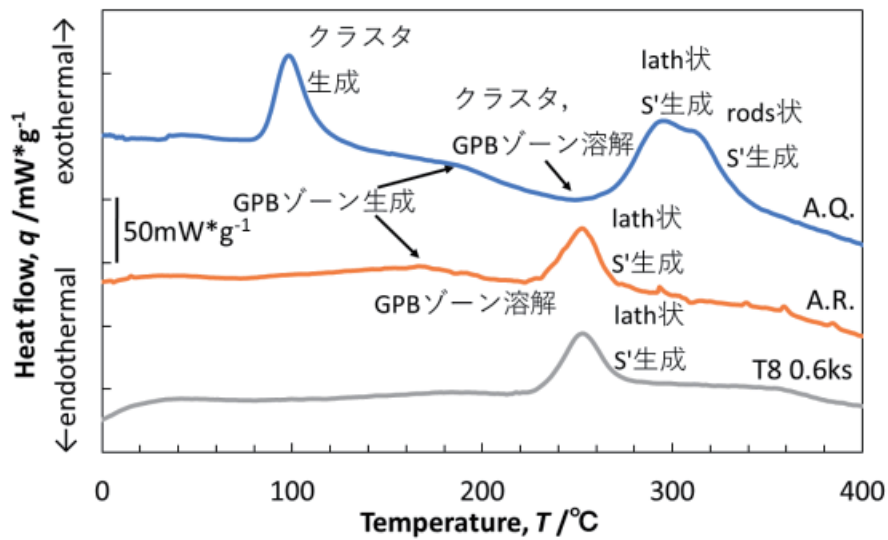


Fig. 4-2 DSC curves of Al-Cu-Mg alloy (2A) after solution treatment (A.Q.), after 90% cold rolling (A.R.) and after 0.6 ks aging of cold-rolled alloy (T8)

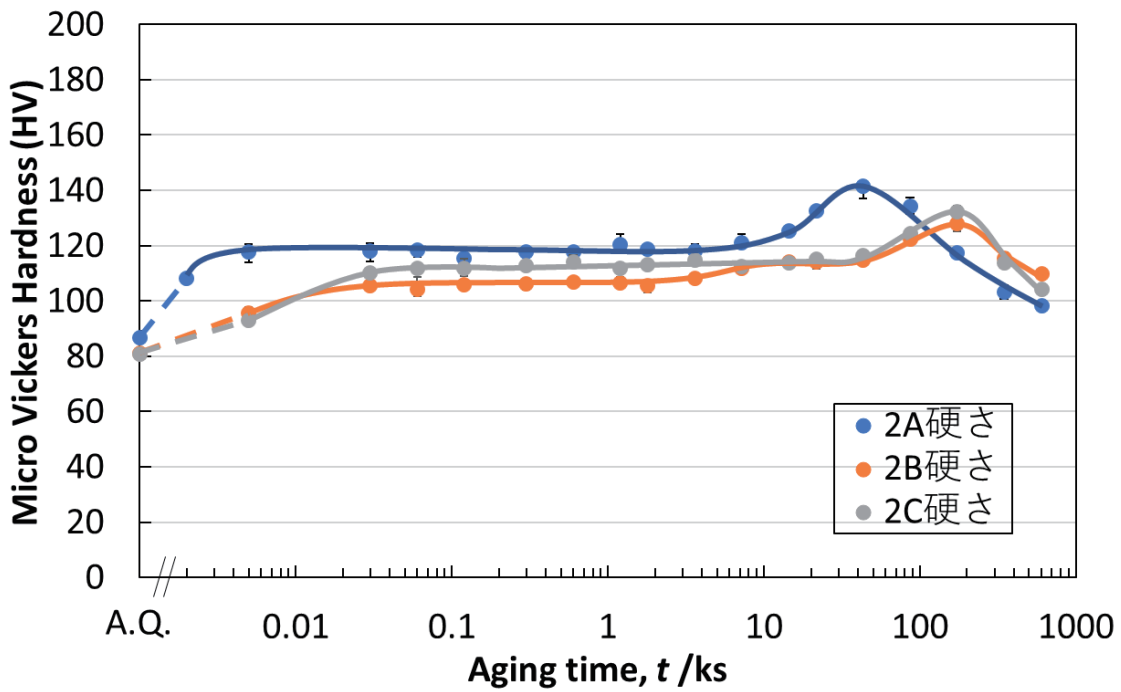


Fig. 4-1 Aging curves of Al-Cu-Mg alloys (2A, 2B and 2C) after solution treatment (T6).

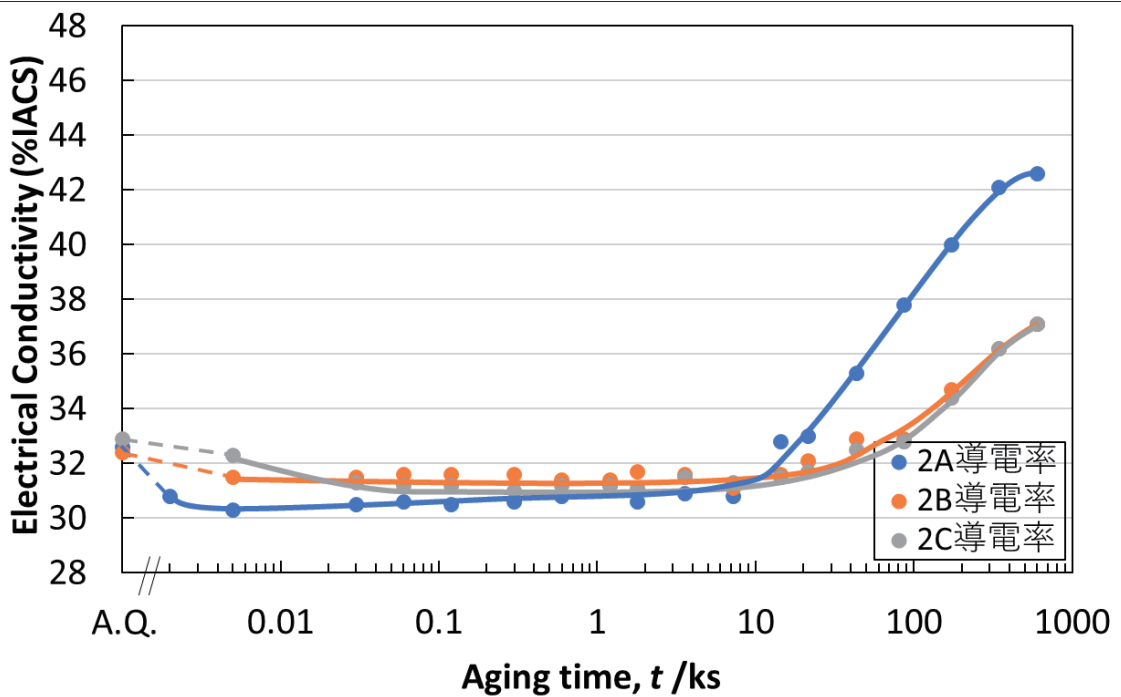


Fig. 4-4 electric conductivity of Al-Cu-Mg alloys (2A, 2B and 2C) during aging after solution treatment (T6).

違いに起因していることが考えられる。

A2材溶体化材を172.8 ks時効した試料と90%冷間圧延材を21.6 ks時効した試料中の析出物のHE-TEM観察像をFig. 5に示す。前者には直径およそ5 nmのラス状のS'相の横断面が観察された。後者には長さ8~10 nmの析出物が認められ、これもS'相と考えているが、詳細な調査による確認が必要である。

Al-1Cu-3Mg合金の時効析出過程に対する冷間加工の影響を詳細に調査する目的で、520 °Cで1 hの溶体化後、7%の冷間圧延を行った試料を用いて、170 °Cの時効を行った。時効後の析出組織のHAADF-STEM観察を行った。

溶体化材と7%圧延材の時効曲線をFig.4-6に示す。圧延材の硬さは常に溶体化材のそれを上回っている。溶体化材で初期の急速硬化の後にプラトー領域が赤われるのはこの合金の特徴である⁽¹⁾。ピーク硬さは1000 ks付近で現れる。圧延材でも初期の効果の後にプラトーが認められ、溶体化材のそれよりも高い硬さを示す。ピーク硬さは100 ks付近で認められる。

Fig. 4-7に同じ合金のDSC測定の結果を示す。溶体化材では100 °C (376 K) 付近にクラスター形成のピークが認められるが、圧延材では見られない。300 °C (568 K) 付近のピークはS相析出のピークである。圧延材の方でシフトしている。

Fig.4-8は圧延材を20 min時効した試料中のGPBゾーンをHAADF-STEM観察したものである。従来から報告のあるGPB¹, GPB²といったいわゆるGPBⁿゾーンに加え、GPBXゾーンと呼ぶ新たなタイプのGPBゾーンが転位線上に認められた。このGPBXゾーンはAl母相よりも高い原子密度を持ち、Al母相上の<041>方向に規則的に配列していた。

同じ20 min時効材中の転位線上に核生成したGPBXゾーンとふたつのタイプの

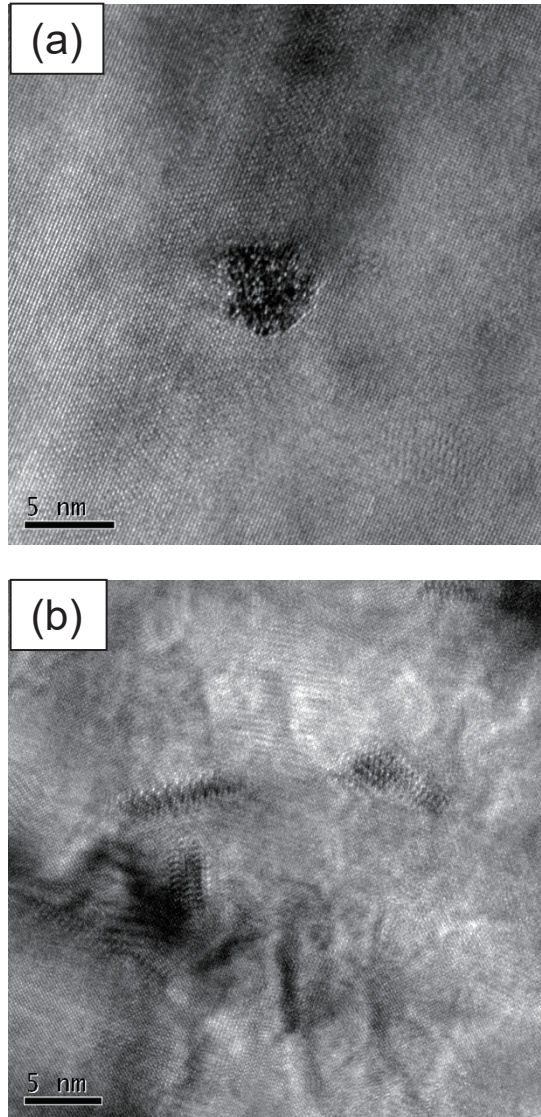


Fig. 4-5 TEM observation of Al-Cu-Mg alloy (2A) aged for 172.8 ks at 190 C after solution treatment (a) and aged for 21.6 ks after 90% cold rolling (b).

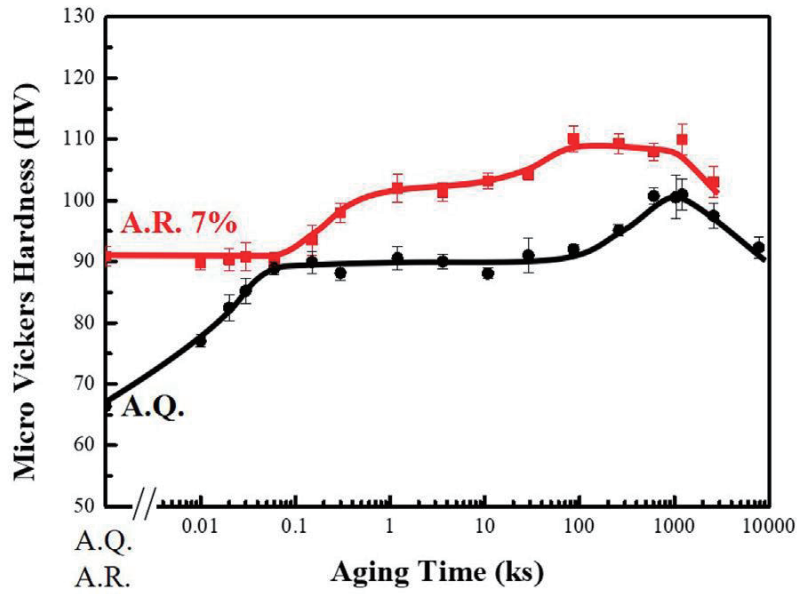


Fig. 4-6 Aging curves at 170 °C for the as quenched (A.Q.) and as rolled (A.R.) Al-1Cu-3Mg samples.

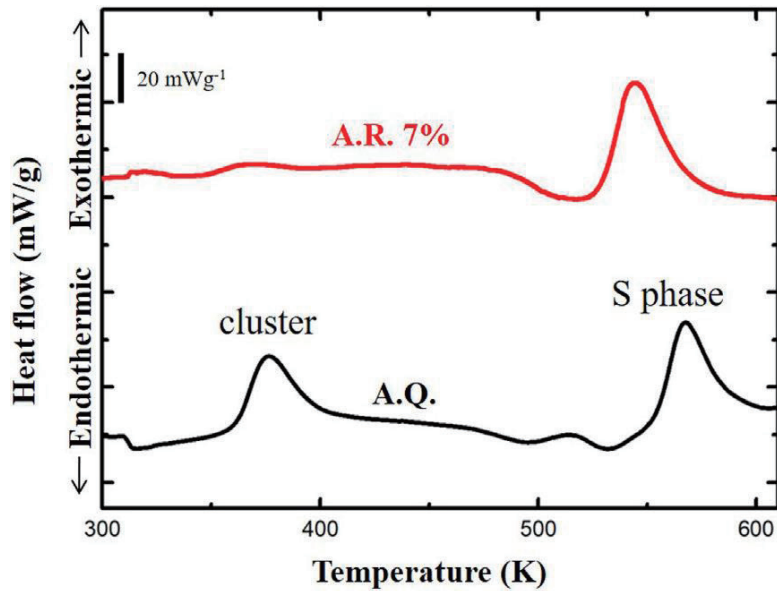


Fig. 4-7 DSC curves of A.Q. and A.R. samples

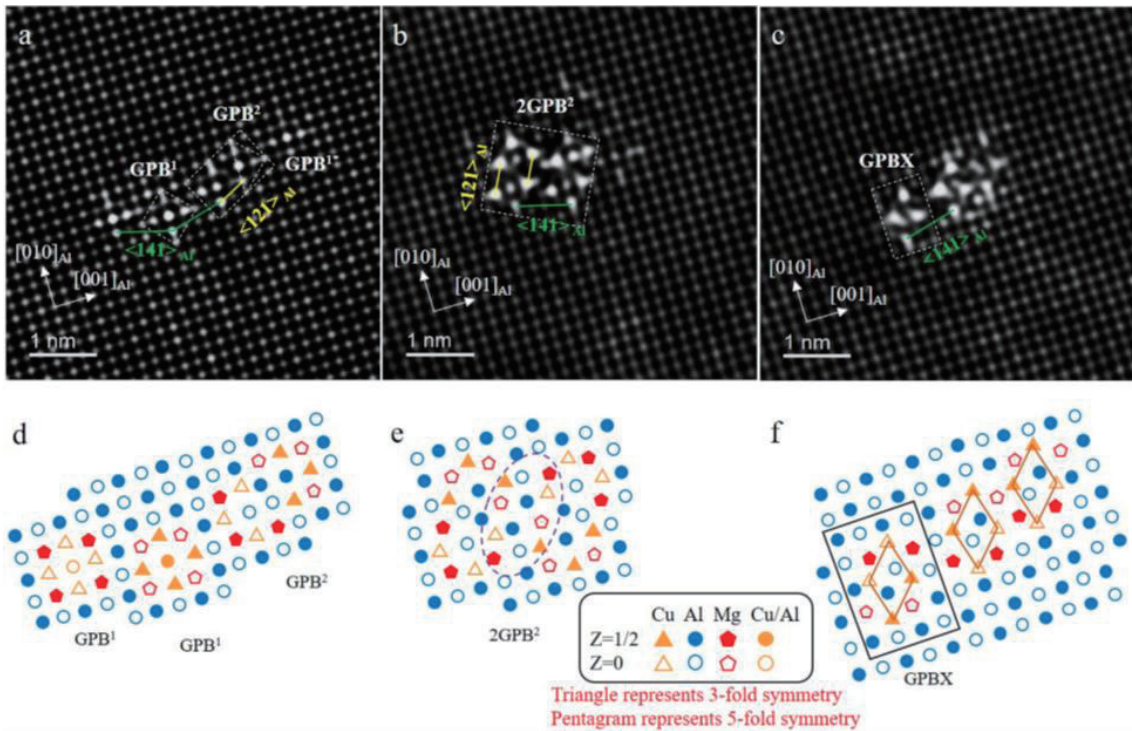


Fig. 4-8 HAADF-STEM images of the A.R. sample aged at 443K for 20 min (a-c) and the corresponding atomic structures of GPB zones (d-f). (a)(d) GPB1 and GPB2 zones, (b)(e) 2GPB2 zone, (c)(f) GPBX zones.

S相が共存している様子を観察したものをFig. 4-9に示す。以前から斜方晶系として報告のあるS-I型と、単斜晶系のS-II型のふたつが認められている。これらのタイプのS相は、Al母相に対して固有の方位関係を持っている。

また、Al-1Cu-3Mg合金の時効析出過程は、GPBⁿゾーンはS-I型のS相に変態し、GPBXゾーンがS-II型のS相に変態することが見いだされた。これらふたつのS相は共存し、互いに近接して核生成する。S-I型のS相はラス状の形態を有するのに対し、S-II型のS相は転位線に沿って成長し、やがてラス状、さらにはロッド状析出物に粗大化する。

Al-1Cu-3Mg合金の時効析出過程に対する冷間加工の影響の詳細については、本稿の後に掲載する以下の3報の論文別刷りを参照されたい。

- (1) XL Chen, CD Marioara, SJ Andersen, J Friis, A Lervik, R Holmestad, E Kobayashi, Precipitation processes and structural evolutions of various GPB zones and two types of S phases in a high purity cold-worked Al-Cu-Mg alloy with low Cu/Mg ratio, *Materials & Design*, Vol.199, 109425, 2021.
- (2) XL Chen, CD Marioara, SJ Andersen, J Friis, A Lervik, R Holmestad, E Kobayashi, Data on atomic structures of precipitates in an Al-Mg-Cu alloy studied by high resolution transmission electron microscopy and first-principles calculations, *Data in Brief*, Vol.34, 106748, 2021.
- (3) XL Chen, DH Kim, M O, CD Marioara, SJ Andersen, A Lervik, R Holmestad, E Kobayashi, Effect of pre-deformation on age-hardening behaviors in an Al-Mg-Cu alloy, *Materials Science & Engineering A*, Vol.820, 141557, 2021.

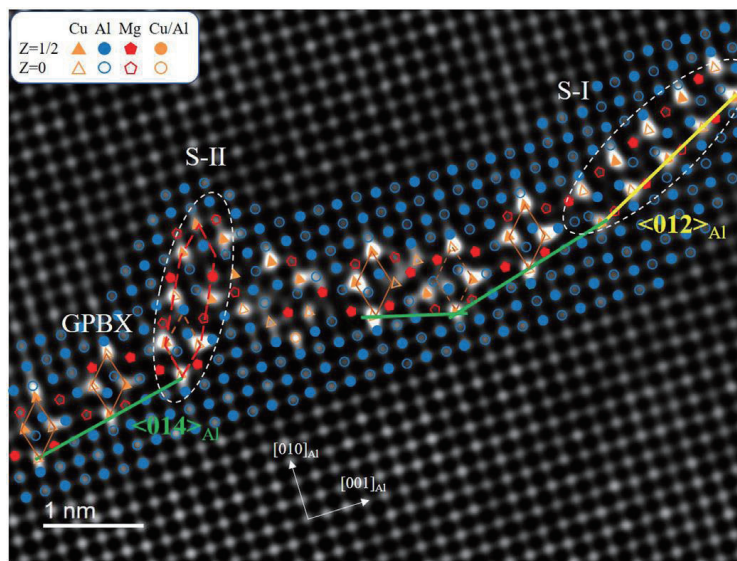


Fig. 4-9 HAADF-STEM image in $[100]_{Al}$ orientation, with atomic overlay of precipitates along dislocation line in the A.R. samples aged for 20 min at 443 K revealing periodic nucleation of GPBX zones along $\langle 114 \rangle_{Al}$ and two types of S phases.

4.4. Al-Mg-Si合金

Al-0.6Mg-1Si-0.5Cu合金 (6A材) の溶体化材 (T6) と90%冷間圧延材 (90% cold-rolled) の時効曲線と導電性をFig. 4-10に示す. 溶体化材の硬さのピークは86.4 ksで、硬さはおよそ130 HVを示した. 90%の冷間圧延により、硬さが大幅に増大し、またピーク硬さは1.8 ksであった.

溶体化材では0.3 ksまでは硬さが増大し、導電率がほとんど変化していないことから、クラスタの形成と僅かな析出が起きていると考えられ、0.3 ksから86.4 ksまでは硬さと導電率が増大していることから析出が起きていることがわかる. 86.4 ks以降が過時効であるが、その間も導電率が増大していることから、溶質が過飽和な状態で母相中に残っていることがわかる.

一方、90%冷間圧延材では加工硬化による高い硬さから時効曲線が始まり、1.8 ksまでは硬さが僅かに増大していることから析出強化が起きていることがわかる. その間、導電率も増大していることから、析出が起きていること、また同時に転位の回復が起きていることが考えられる.

溶体化材 (A.Q.) と90%冷間圧延材 (A.R.)、ならびにそれぞれを1.8 ksあるいは86.4 ks時効したもの (T6 1.8 ks, T6 86.4 ksおよび90% cold-rolled 1.8 ks) のDSC測定した結果をFig. 4-11に示す. 1.8 ks時効した溶体化材には230 °C付近に β'' (L)の溶解ピークが存在することから1.8 ks時効で β'' の析出が始まっていることがわかる. また、86.4 ks時効した溶体化材の方が β'' (L)の溶解ピークが大きいことから析出量が多いことがわかる. 90%冷間圧延材では、180 °C付近にわずかにクラスタの溶解ピークが現れることから圧延中にわずかにクラスタが形成されていると考えられる. また、溶体化材で認められた β' (Q') の析出ピークが現れなくなった. 90%冷間圧延材とそれを1.8 ks時効したものを比較すると、時効材の方で β'' (L) の析出ピークが小さくなっていることから1.8 ksの時効中に β'' (L)の析

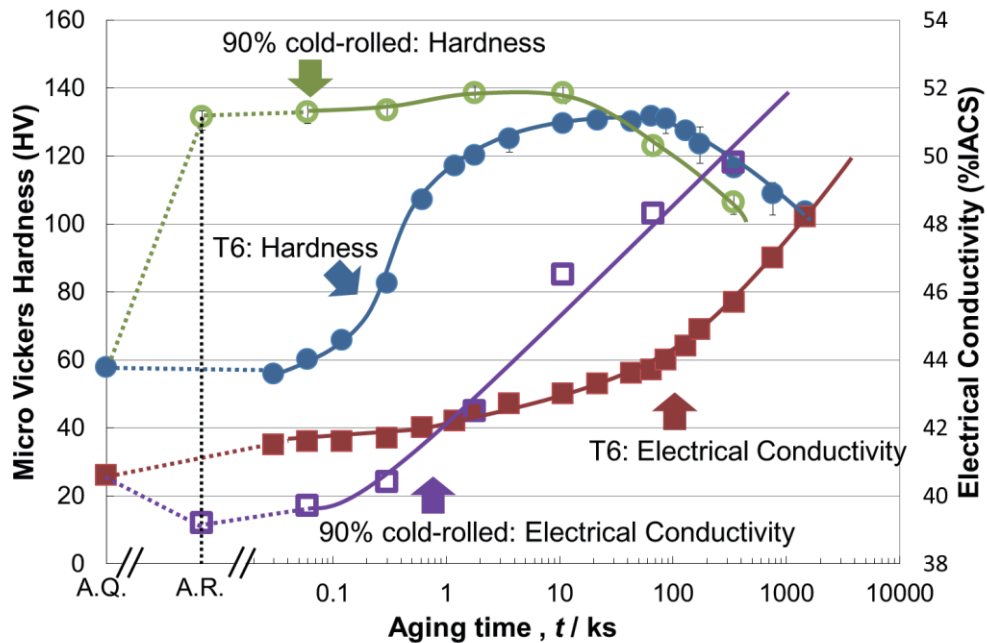


Fig. 4-10 Aging curves and electric conductivity of Al-0.6Mg-1Si-0.5Cu alloy (6A) after solid solution treatment and after 90% cold rolling.

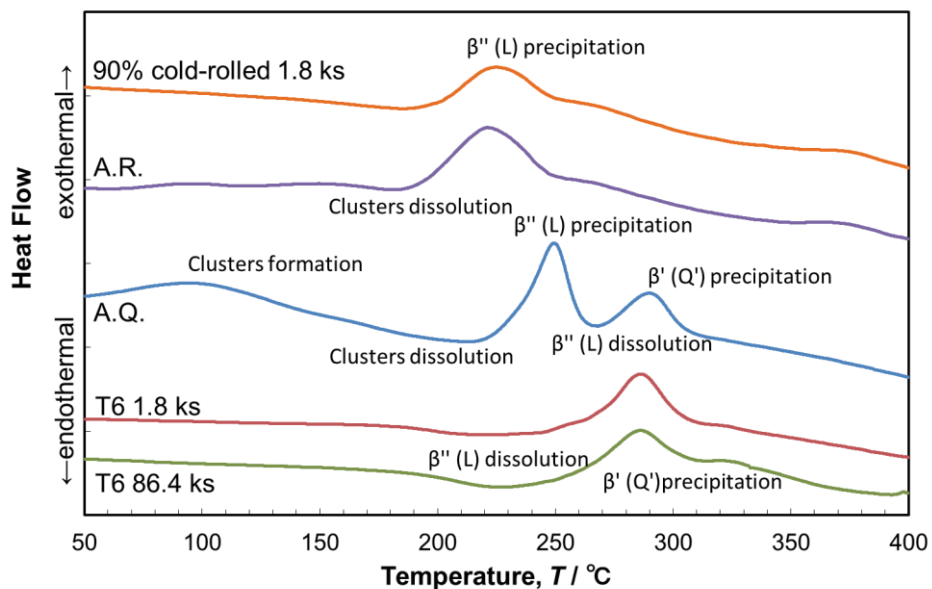


Fig. 4-11 DSC curves of Al-0.6Mg-1Si-0.5Cu alloy (6A) as homogenized, as rolled and as aged.

出が起きていると考えらる。また、90%冷間圧延材はT6材と比べて β'' (L)析出ピークが低温側に移動していることから、強加工によって析出挙動が促進されていると考えられる。

溶体化材時効組織のTEM明視野観察の結果をFig. 4-12に示す。 β'' はAl母相の $\langle 100 \rangle$ 方向に針状に析出することが知られている。(a)の1.8 ks時効材の方が析出物の密度は大きいですが断面積が小さく、画像解析ソフトで評価した析出物の平均断面積は、1.8 ks時効材で 5.3 nm^2 、86.4 ksピーク時効材で 10.3 nm^2 あった。

溶体化材1.8 ks時効材に見られた析出物の高分解能TEM観察の結果をFig. 4-13に示す。(a)の赤枠部を拡大したものを(b)に示す。 β'' の結晶構造 ($a=1.516 \text{ nm}$, $b=0.405 \text{ nm}$, $c=0.674 \text{ nm}$, $\beta=105.3^\circ$) と一致する輝点を確認でき、クラスタの形成だけでなく、 β'' の析出が始まっていることがわかる。この結果はDSC測定の結果とも一致する。

90%冷間圧延材を1.8 ks時効したときの組織と析出物の高分解能観察の結果をFig. 4-14に示す。転位線上に析出物が連なって析出している様子が認められ、高分解能観察から、析出物の長さはおおよそ10 nmであることがわかる。

Fig. 4-12(a)に示した溶体化材1.8 ks時効組織とFig. 4-14(a)に示した90%冷間圧延材1.8 ks時効組織を比較すると、析出物の数密度は溶体化材の方が大きく、長さは90%冷間圧延材の方が長いことがわかる。

以上を総括すると、溶体化材の時効析出挙動は、0.3 ksまではクラスタの形成並びに β'' (L)の析出、1.2 ks~86.4 ksで β'' (L)の析出、それ以降で β'' (L)の粗大化と β'' (Q')への遷移という過程をとり、一方90%冷間圧延材では、1.8 ksまで β'' (L)析出による強化が回復による軟化を上回り、それ以降では回復による軟化の方が上回り、さらに回復による軟化と過時効による軟化がかさねて起こるものと考えられる。

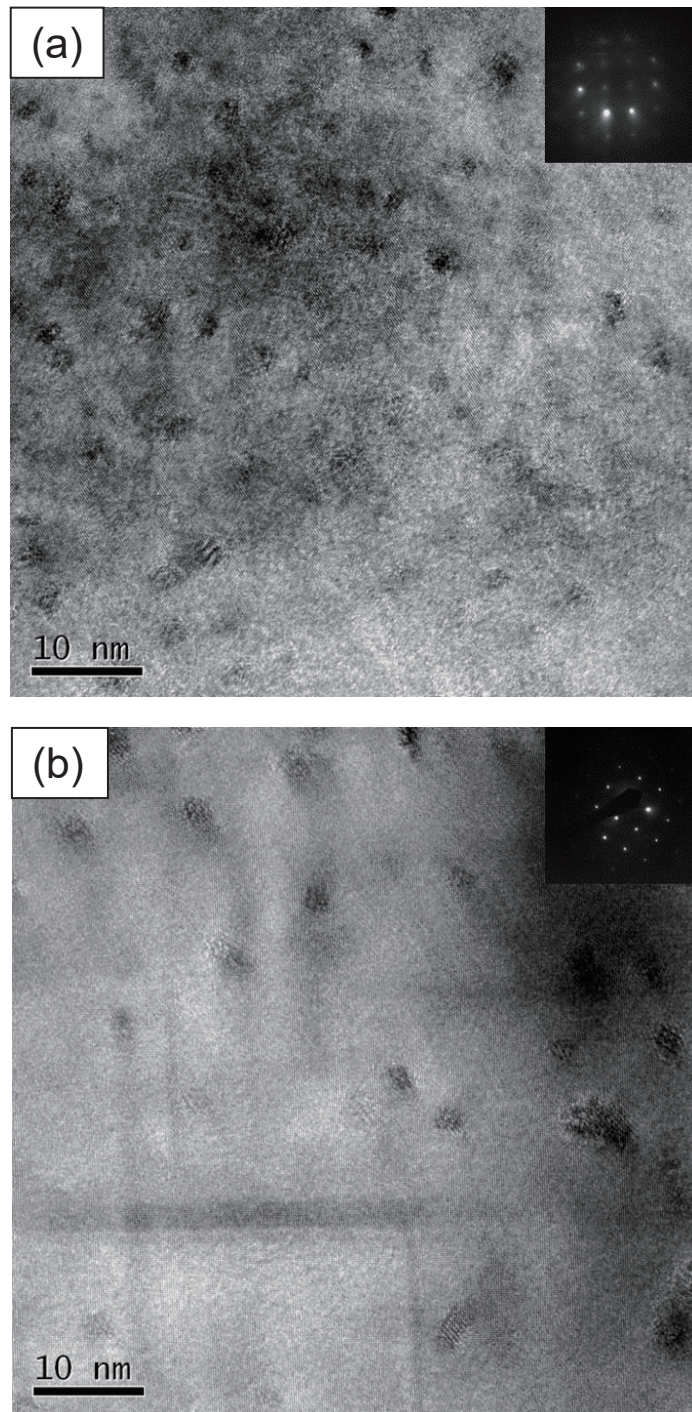


Fig. 4-12 TEM observation of Al-0.6Mg-1Si-0.5Cu alloy (6A) aged for 1.8 ks (a) and 86.4 ks (b) after solid solution treatment showing β'' precipitation.

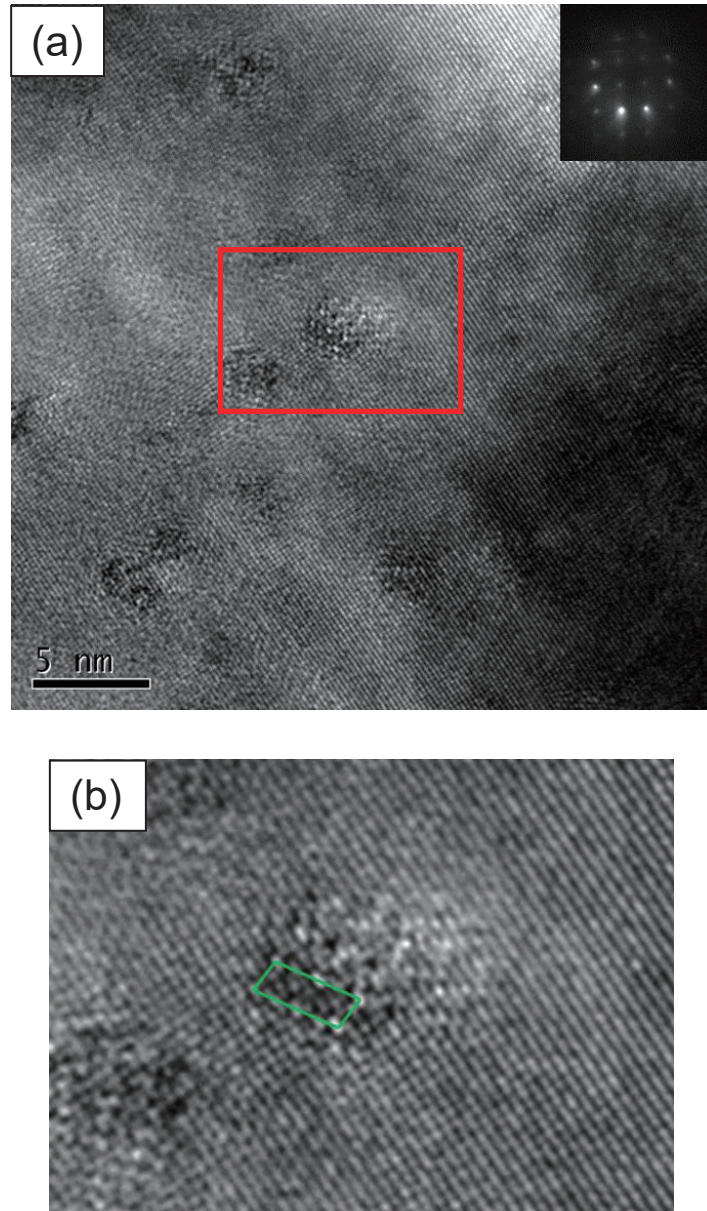


Fig. 4-13 HR-TEM observation of Al-0.6Mg-1Si-0.5Cu alloy (6A) aged for 1.8 ks after solid solution treatment (a), and closed up of the red framed part showing β'' precipitates (b).

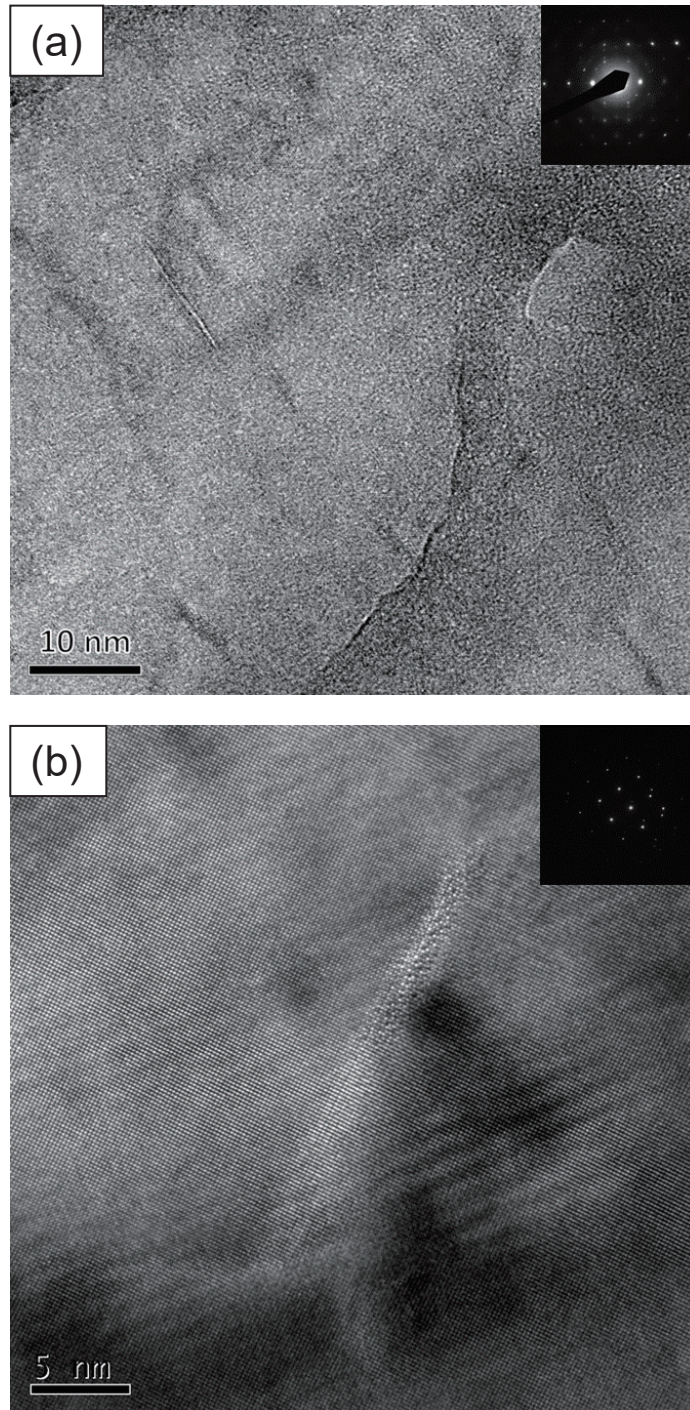


Fig. 4-14 TEM observation of Al-0.6Mg-1Si-0.5Cu alloy (6A) aged for 1.8 ks (a) after 90% cold rolling (a) and closed up observation of β'' precipitates (b)

90%冷間圧延が時効性出挙動に及ぼす影響としては、(1) 圧延中にクラスタが形成すること、(2) β' (Q')に遷移しないこと、(3)析出挙動が加速されることとが見いだされた。析出挙動の加速は、加工によって導入された転位などの欠陥が核生成サイトとして働き析出が促進されることと、欠陥を経路とする固溶原子の拡散が活発になることなどでもたらされたものと考えられる。

4.5. Al-Zn-Mg合金

5.5%のZnを添加したAl-Zn-Mg合金（5.5Zn）溶体化材と90%冷間圧延材の組織をFig.4-15に示す。溶体化材の組織は等軸組織を呈しており、平均結晶粒径はおよそ22 μm であった。90%冷間圧延材は加工方向に伸長した結晶粒が認められ、短軸方向の平均粒径およそ2 μm であった。結晶粒内にも大量の転位を含んでいるため、ひとつの結晶粒内で方位が変化していることがわかる。

Zn添加量を4.5, 5.5, 8.0と変化させたAl-Zn-Mg合金溶体化材と90%冷間圧延材の時効曲線をFig.4-16に示す。溶体化材の硬さはZn添加量が増えるにつれて80~100 HVに増加しており、時効の進行に伴ってその差は拡大している。ピーク時効に達する時間には変化はなく、いずれの合金でも264 hであった。90%冷間圧延材では加工硬化によって、硬さはおよそ200~220 HVとであった。時効の進行に伴って、回復による軟化と時効硬化が同時に起こった結果、いったん低下した後、14 hをピークとして緩やかな硬化を示す。その間、合金組成による軟化量と硬化量の加減の結果に大きな違いはなかった。ピーク時間の短縮は加工組織の影響で、加工による転位の導入や加工によって微細化された結晶粒界などが析出物の核生成サイトとして働いたことが示唆される。

Fig.4-17に5.5Zn合金溶体化材と90%冷間圧延材のDSC測定の結果を示す。溶体化材で見られたGPゾーン形成のピークが90%冷間圧延材では見られない。

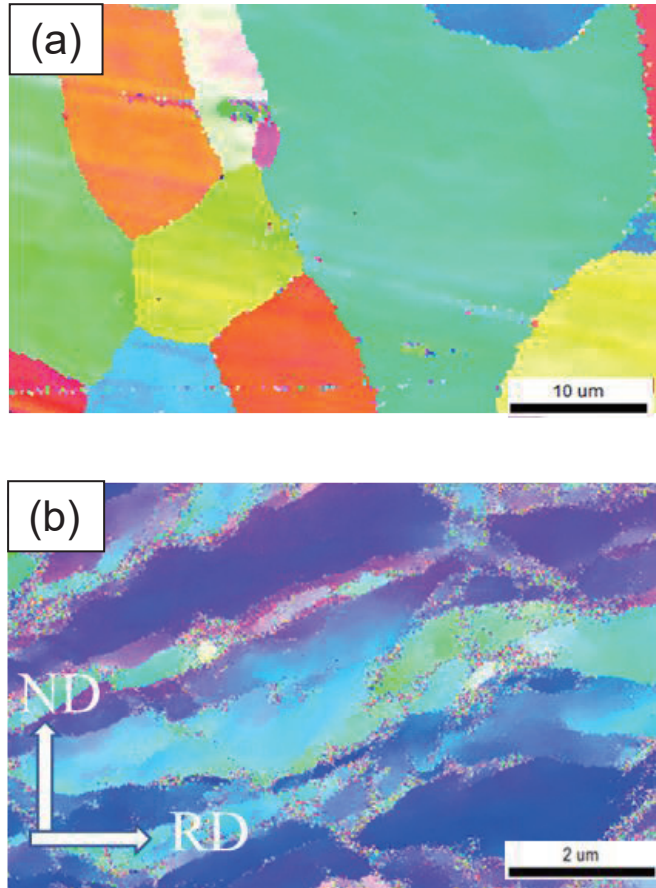


Fig. 4-15 SEM micrographs of Al-Zn-Mg alloy (5.5Zn) as homogenized (a) and as rolled (b).

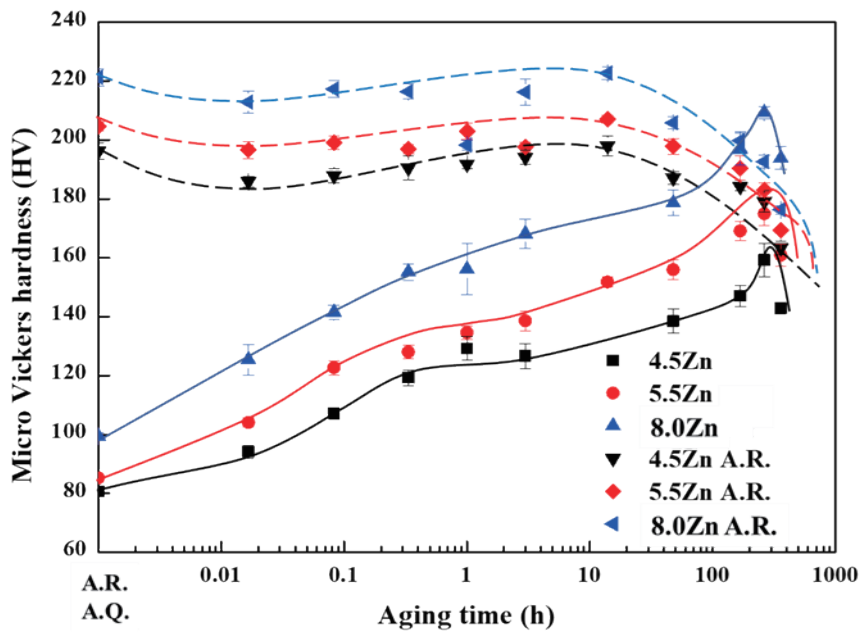


Fig. 4-16 Aging curves of Al-Zn-Mg alloys as homogenized and as rolled.

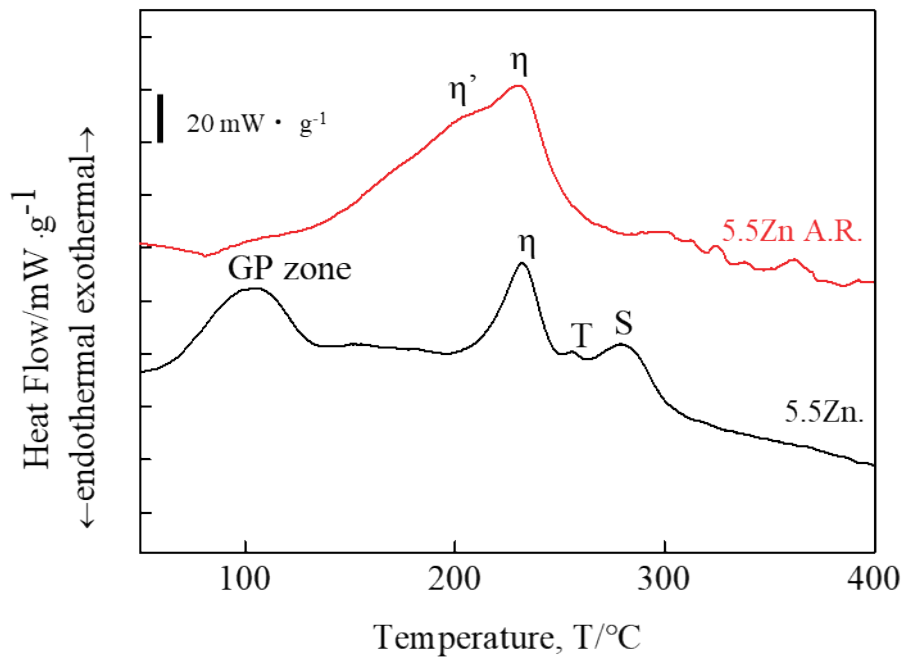


Fig. 4-17 DSC curves of Al-Zn-Mg alloy (5.5Zn) as homogenized and as rolled.

一方90%冷間圧延材では η' 相の析出ピークが認められる。このピークは隣接する η 相のピークと重なっているため、ガウス関数分離法でピーク分離をしてピーク温度を確認したところ、227°Cであった。溶体化材の η 相のピークは232°Cであったことから、強加工によって η 相析出が若干促進されたものと考えられる。

Fig.4-18は4.5Zn合金、5.5Zn合金、8.0Zn合金の溶体化まま材と90%冷間圧延材のピーク時効組織を、母相の $\langle 110 \rangle$ から観察した電顕組織である。前者には $\{111\}$ 面上に板状に析出している様子が観察される。Fig.4-19は参考文献からの引用で、7150合金の $\{111\}$ 面上に析出する析出物を $\langle 110 \rangle$ 方向から観察したときの明視野像とそれを模式的に示したものである。異なる $\{111\}$ 面上に析出した η' 相が特定の角度を保って観察されることを示している。一方後者では強加工によって導入された転位が多く、この倍率の視野で析出物を観察することは難しい。

Fig.4-18と同じ4.5Zn合金、5.5Zn合金、8.0Zn合金の溶体化まま材と90%冷間圧延材のピーク時効組織を中の析出物を高分解能観察したものをFig.4-20に示す。いずれの試料でも η' 相は $\{111\}_{Al}$ 面上に成長しているのが認められる。 η' 相の直径は10~15nmで、溶体化材、90%冷間圧延材、合金組成による違いは見られなかった。

Fig.4-21 は圧延率を変化させたAl-5.5Zn-2.5Mg-1.5Cu-0.2Cr合金の時効曲線で、時効温度は120°C、80°Cとした。80°Cで時効材の方が低温であるため拡散が遅く、ピーク硬さに到達するまでの時間は長くなったが、すべての試料において80°Cで時効したときの方が硬さが大きくなった。また80°Cで時効したとき、120°Cで見られた時効初期の軟化挙動が小さく、適切な加工条件と時効温度を設定することで、加工硬化と時効による時効析出硬化の影響を並立することが可能であると考えられる。

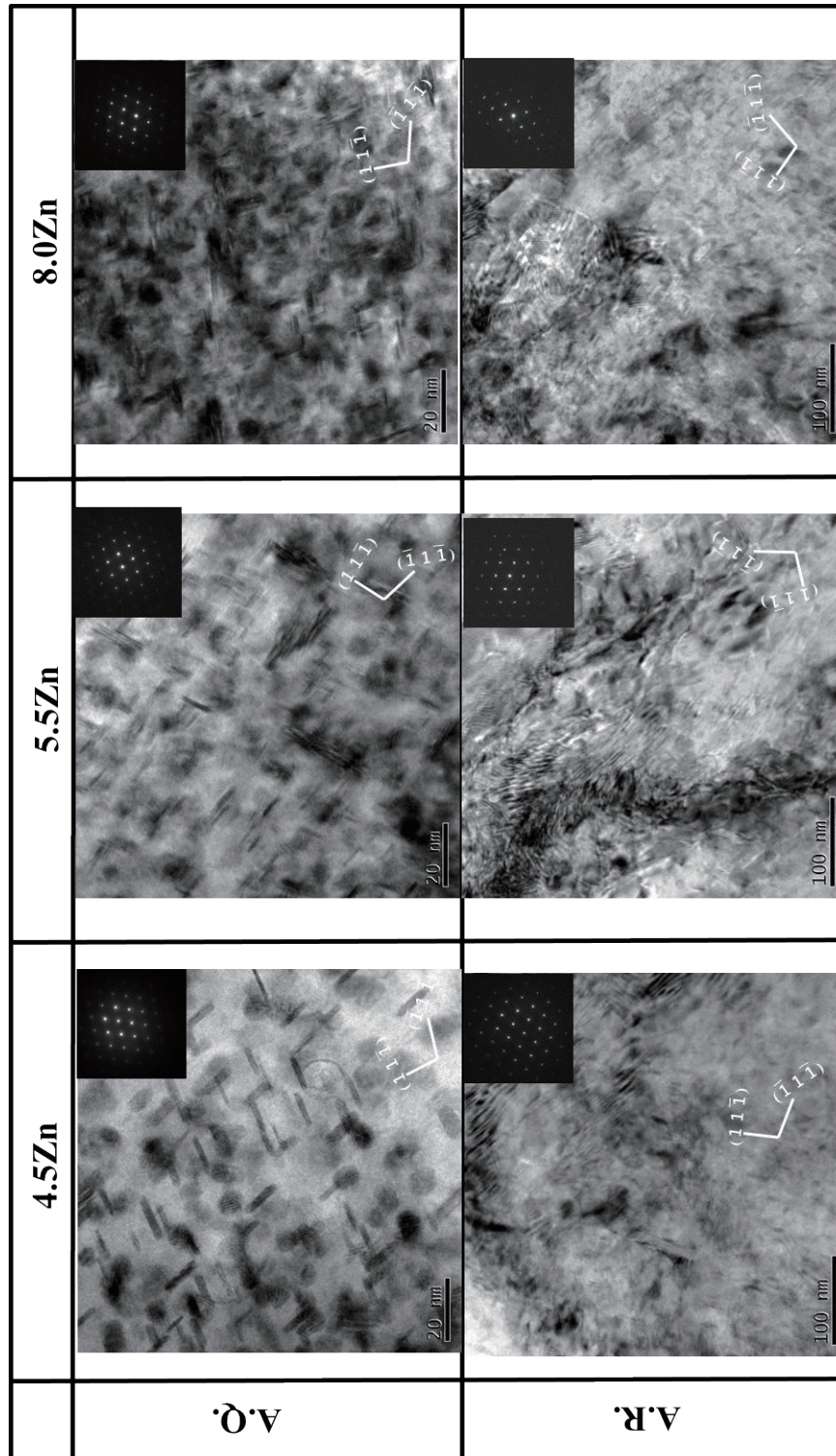


Fig. 4-18 TEM observation of Al-Zn-Mg alloy (5.5Zn) at peak aging condition after solid solution treatment and after rolled.

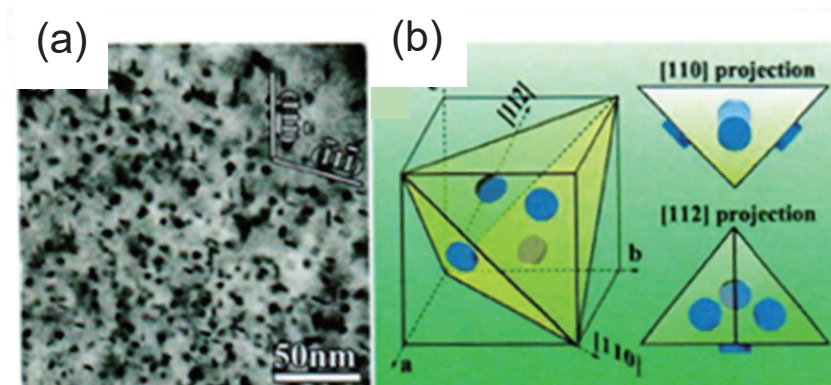


Fig. 4-19 (a) a bright-field images of the precipitates in 7150 alloy viewed along a $\langle 110 \rangle_{\text{Al}}$ directions. (b) a schematic three-dimensional drawing illustrating that all the disc-like precipitates shown in (a) lie on the $\{111\}_{\text{Al}}$ planes in the Al-matrix, and some appear edge-on and the others appear about of round-shape in the $[110]_{\text{Al}}$ projection. Taken from a reference (J.Z. Liu , J.H. Chen ,D.W.Yuan ,C.L. Wu J. Zhu and Z.Y. Cheng Mater Charact, 99, 277–28, 2015).

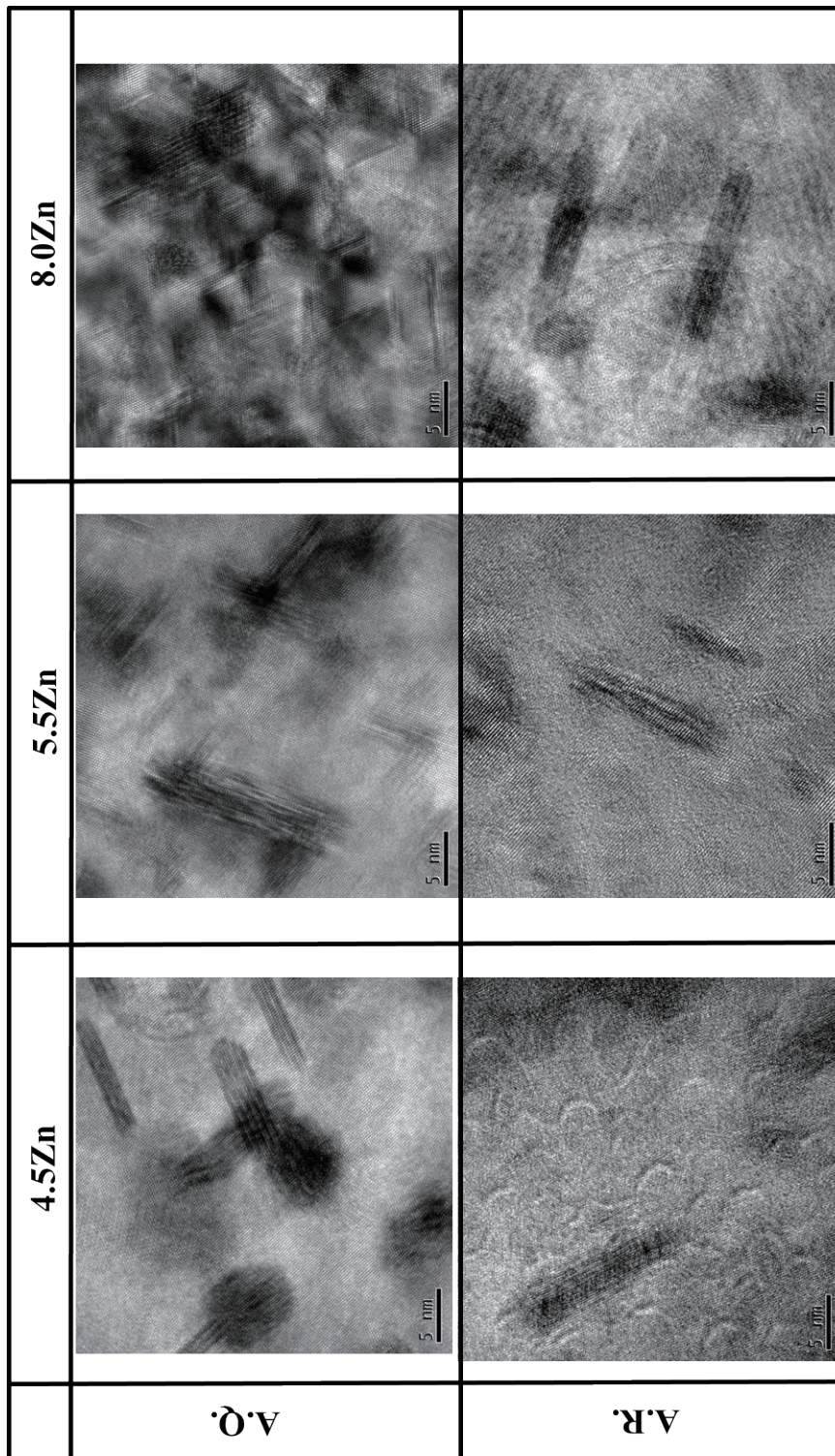


Fig. 4-20 HR-TEM observation of precipitates in Al-Zn-Mg alloy (5.5Zn) at peak

aging condition.

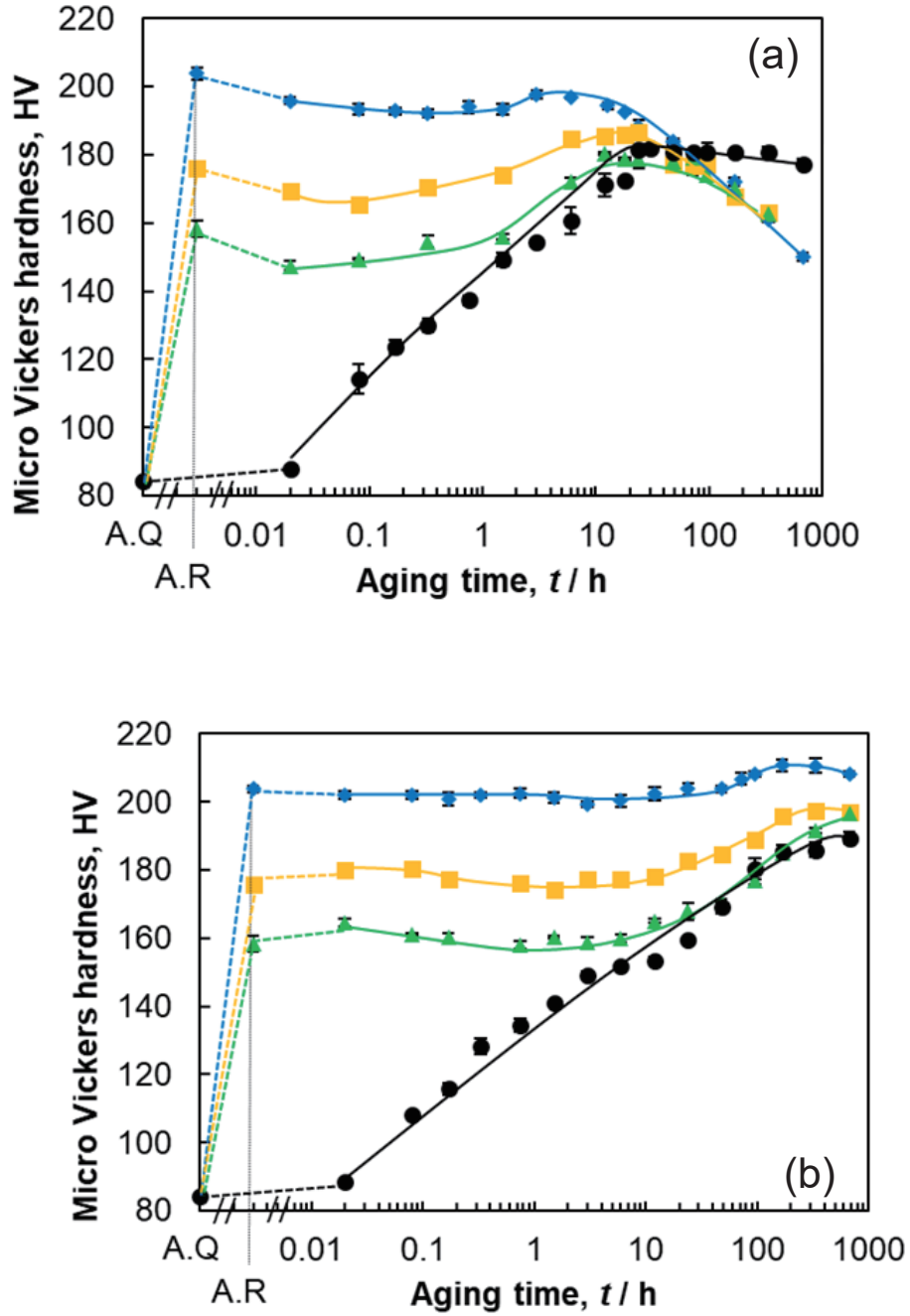


Fig. 4-21 Aging curves of Al-5.5Zn-2.5Mg-1.5Cu alloy after cold rolling at various reduction rate (0%, 30%, 60%, and 90%)aged at 120 °C (a) and 80 °C (b).

60%圧延材120 °Cピーク時効材中の析出物をHAADF-STEM観察した結果をFig. 4-22～Fig. 4-25に示す。Type 1からType 4の4種類の η' 析出物が観察され、Type 1とType 2はこれまでに報告のあるものであるが、Type 3とType 4に関しては過去に報告がなく、これらの析出物はそれぞれ異なるAl母相との方位関係を持つことが認められた。

Fig. 4-22に示すType 1の析出物の特徴は、菱面体晶（Rユニット）と直方晶（Oユニット）を組み合わせた形であることで、このRユニットとOユニットは異なる母相との方位関係があり、それぞれ後に示すType 2, Type 4と同じ方位関係である。

Fig. 4-23に示すType 2の析出物は、RユニットとRをC軸中心に180度回転させた R^{-1} ユニットを組み合わせたジグザグ構造を呈している。

今回、新たに観察されたType 3の析出物をFig. 4-24に示す。板状もしくはディスク状であったType 1とType 2とは異なり、新しく観察されたType 3は棒状、もしくは球状の析出物であると考えられる。Type 2のジグザグ方向を90度回転させたような構造をとっている。Al母相との方位関係は $(110)_{\eta'}/(1-10)_{Al}$, $[100]_{\eta'}/[11-2]_{Al}$, $[120]_{\eta'}/[111]_{Al}$ であった。

Fig. 4-25に示すType 4の析出物はType 1のOユニットを二つ組み合わせた構造をとり、Al母相との方位関係は $(001)_{\eta'}/(1-10)_{Al}$, $[210]_{\eta'}/[11-2]_{Al}$, $[010]_{\eta'}/[111]_{Al}$ であった。

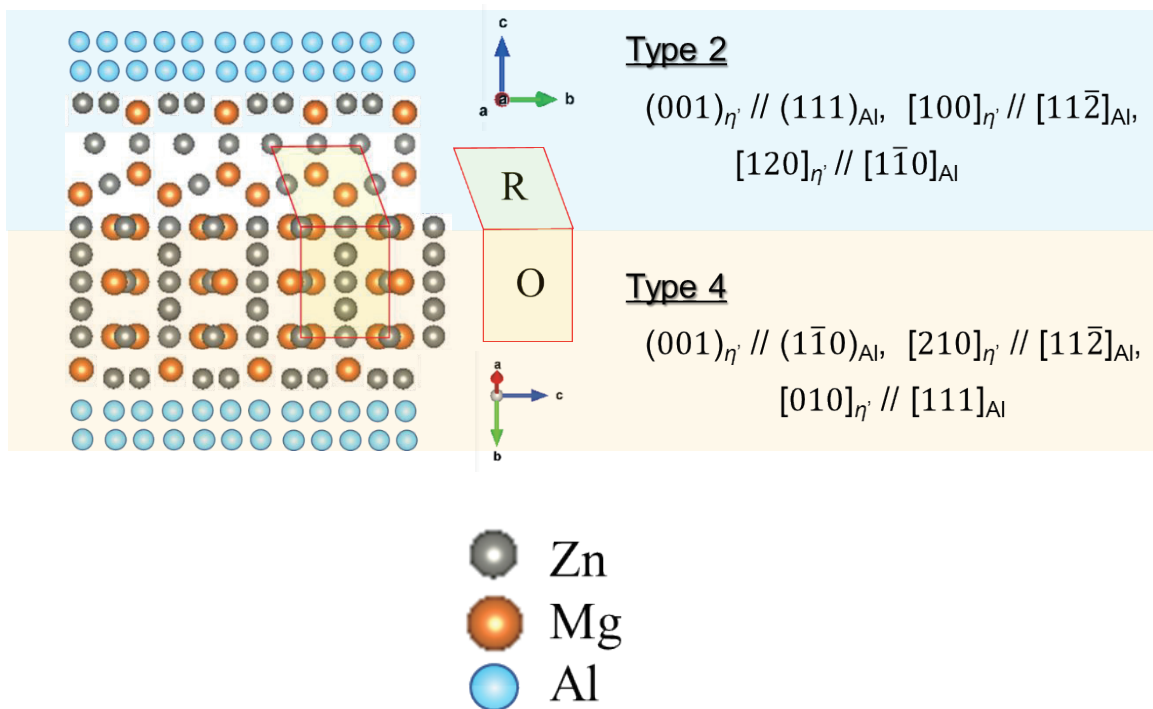
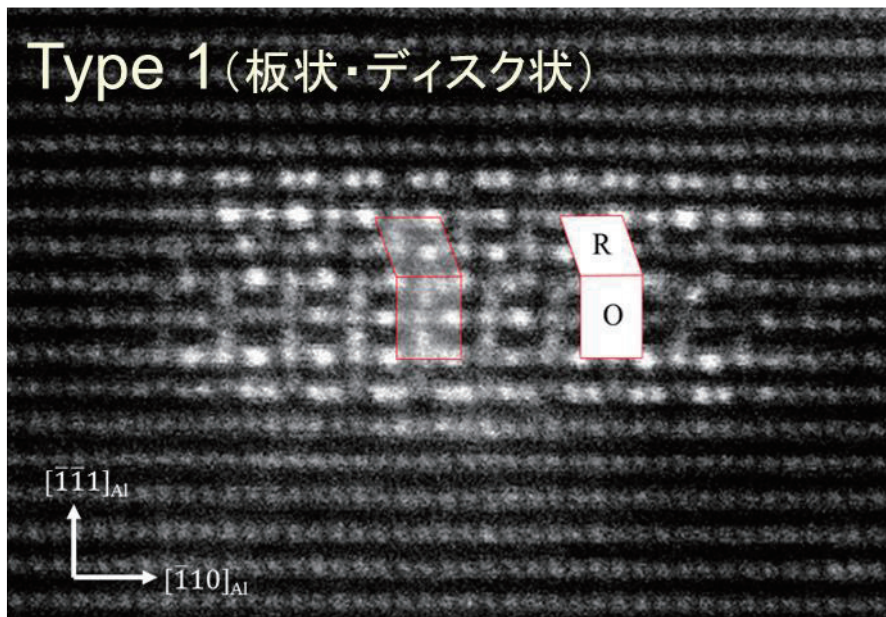


Fig. 4-22 HAADF-STEM observation of Type 1 η' precipitate in Al-5.5Zn-2.5Mg-1.5Cu alloy peak aged at 120 °C for after 60% cold rolling and its crystal structure.

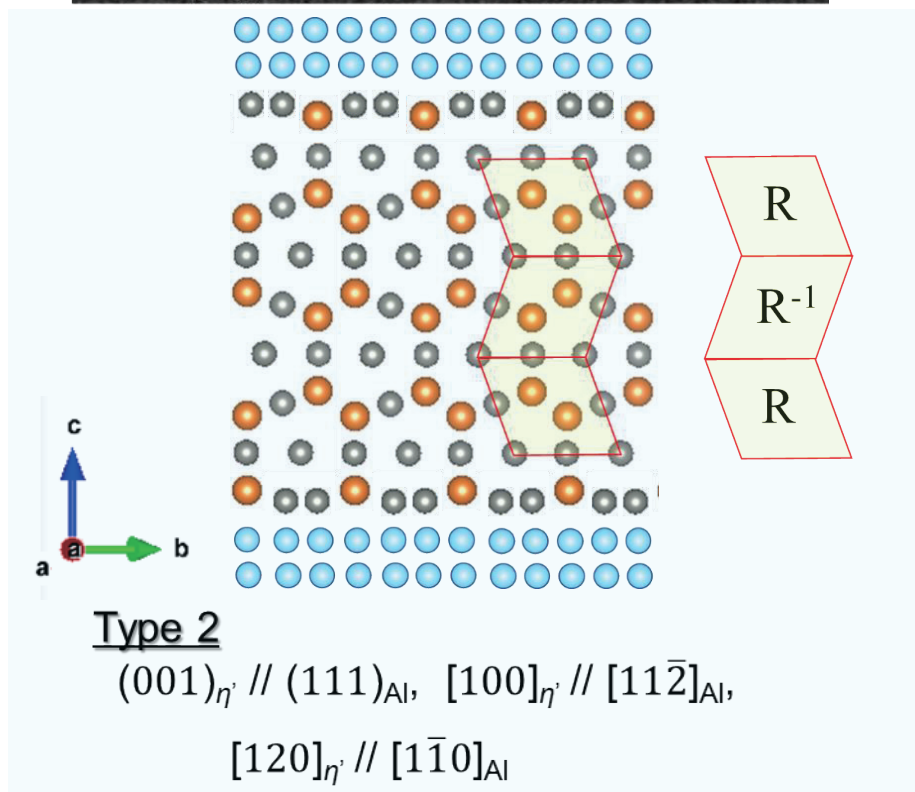
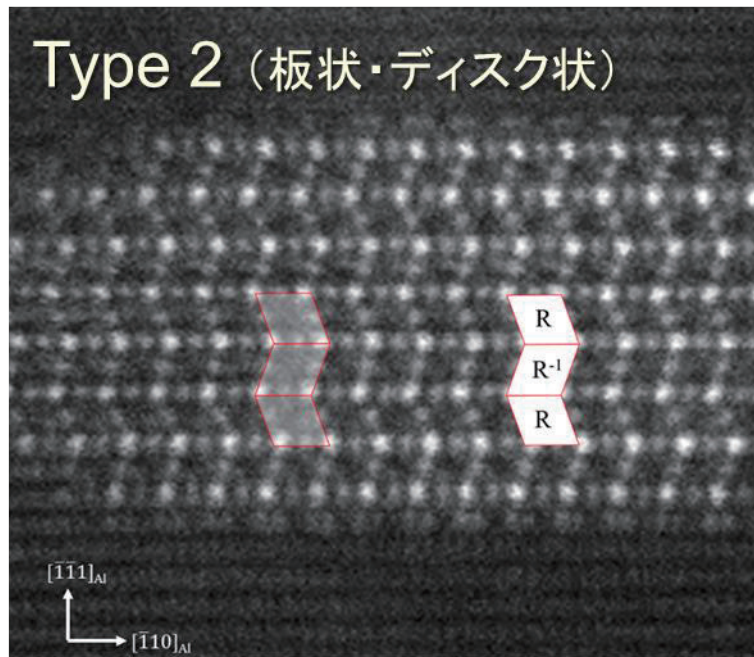


Fig. 4-23 HAADF-STEM observation of Type 2 η' precipitate in Al-5.5Zn-2.5Mg-1.5Cu alloy peak aged at 120 °C for after 60% cold rolling and its crystal structure.

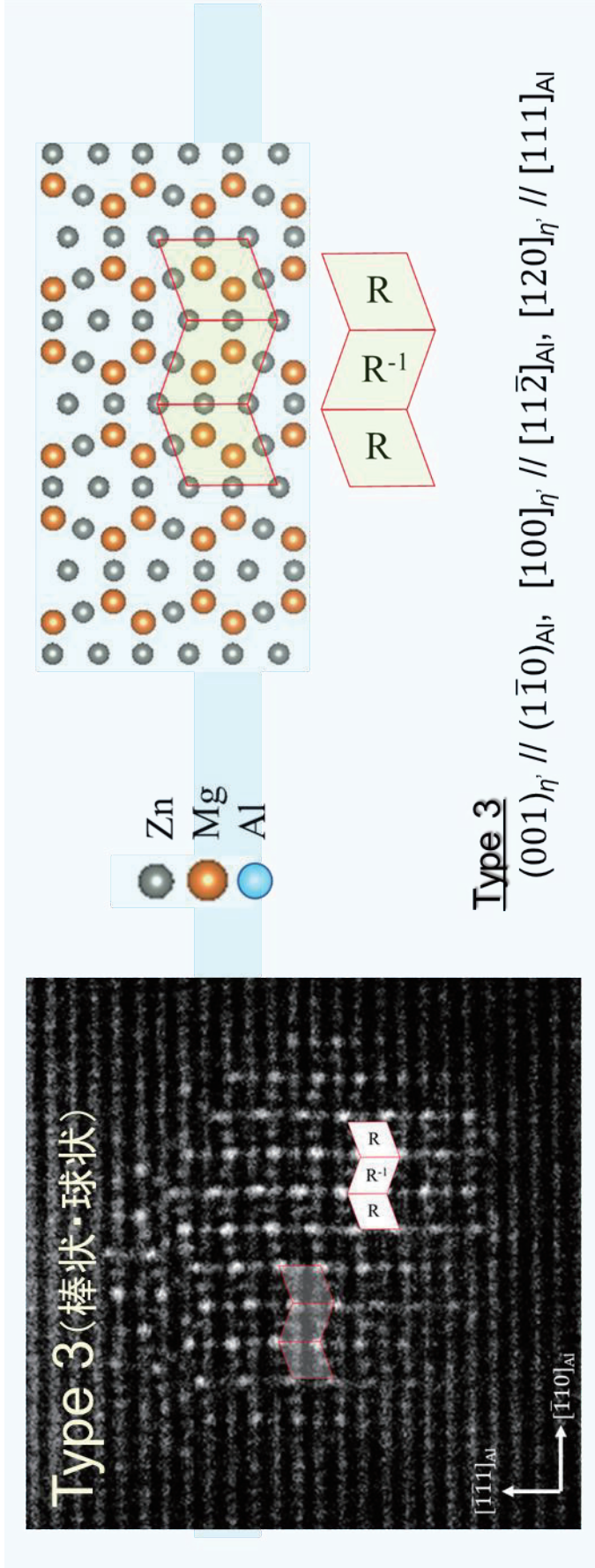


Fig. 4-24 HAADF-STEM observation of newly found Type 3 η' precipitate in Al-5.5Zn-2.5Mg-1.5Cu alloy peak aged at 120 °C for after 60% cold rolling and its crystal structure.

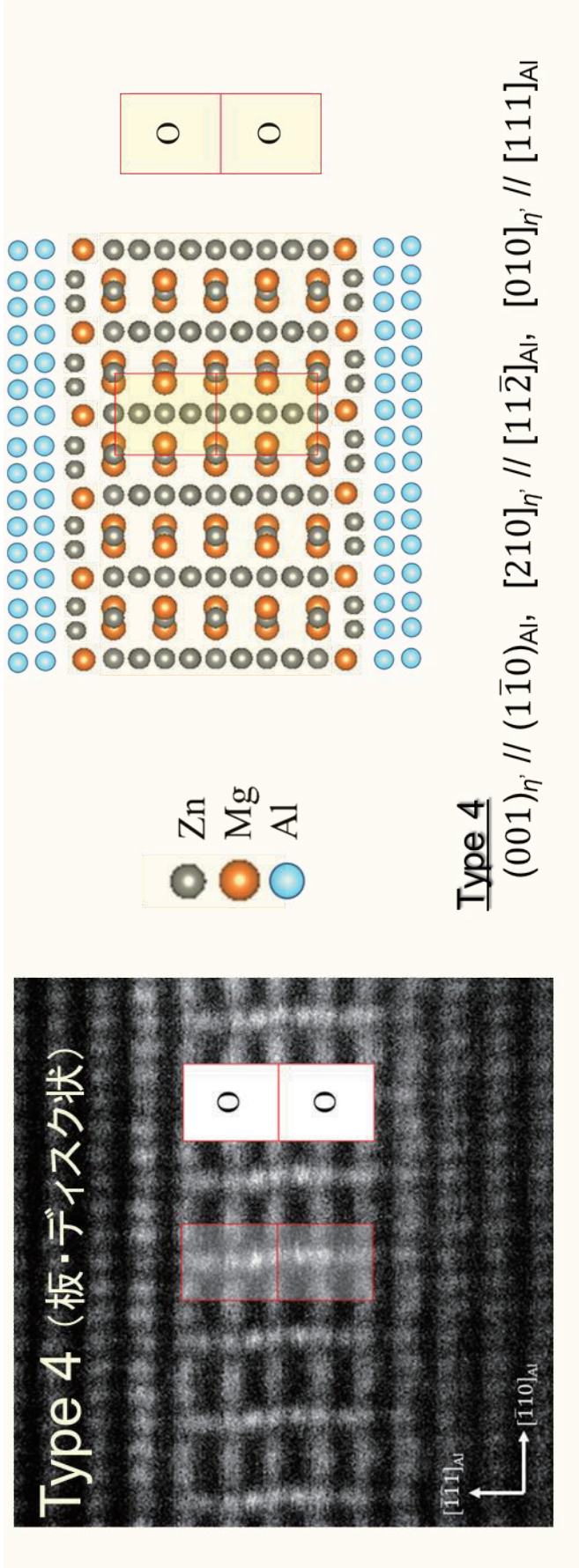


Fig. 4-25 HAADF-STEM observation of newly found Type 4 η' precipitate in Al-5.5Zn-2.5Mg-1.5Cu alloy peak aged at 120 °C for after 60% cold rolling and its crystal structure.

4.6. おわりに

一般社団法人軽金属学会の研究部会「高強度アルミニウム合金研究部会」で準備した共通試料，いわゆる「部会試料」を中心としたAl-Cu-Mg合金，Al-Mg-Si合金，Al-Zn-Mg合金を加工後時効熱処理に供した試料を用いて，硬さ測定，導電率測定，DSC測定，HR-TEM観察，HAADF-STEM観察などを行い，時効析出過程に及ぼす加工の影響について調査し，合金系ごとに報告した。

加工材を時効することで，一般に，加工によって導入された転位などの欠陥の影響で時効析出過程が促進されることを認められた。また一部の合金では，転位の導入に伴って，これまでに報告されていないタイプのGPBゾーンや析出物などの存在を確認した。

こうした成果を北海道大学研究グループや茨城大学研究グループで検討している小角散乱光によるナノ構造解析や力学特性評価の成果などと統合的に研究することで，加工と時効析出の相互作用や相乗効果などの知見として，新たな合金開発やプロセスの開発に結び付け，環境と社会の発展に資することが期待される。

謝辞

本研究成果は公益財団法人軽金属奨学会の2019年度統合的先端研究事業として，茨城大学研究グループ，北海道大学研究グループと共同して行ったものである。その大きな支援に対して，軽金属奨学会の関係各位に心からの謝意を表す。また，この統合的先端研究にいたるまでの長きにわたって，軽金属奨学会から受けた研究補助金事業で進めてきた研究成果が，そのベースにあることも忘れることはできない。

本研究には一般社団法人軽金属学会の研究部会「高強度アルミニウム合金研

究部会」(倉本繁部会長)で進めている研究協力の中で準備した共通試料、いわゆる「部会試料」を使用している。試料をご提供いただいた各社の関係者、試料の強加工を行い供給してくれた茨城大学研究グループの学生諸君に対し、改めて謝意を表したい。また、試料の一部は軽金属奨学会の研究試料の提供事業でご提供いただいたものを使用した。

本研究の一部にはNorwegian University of Science and TechnologyのRandi Holmestad教授、SINTEFのCalin D Marioara博士など、ノルウェー王国の友人から多大なる協力をいただいた。HAADF-STEM観察は彼らの協力なくしては成しえなかった。

なによりもこの研究成果は、本学研究グループを構成した研究室スタッフと学生諸君の不断の努力の賜物であることに論を俟たない。助教のO Minho先生、大学院生のChen Xuanliang君、Rhee Yujin君、喜連川直人君、学部生の富田友稀君の協力を表す。とくに2019年度の第4四半期から2020年度末にかけて研究期間の6割以上に及ぶ長期間にわたって、新型コロナウイルス感染症の感染拡大で社会活動のほとんどが機能停止する中、本学の規定を順守して健康と安全に配慮しつつ研究を遂行し、成果をもたらしてくれたことに深く感謝している。

著者	論文表題	投稿雑誌名	卷	号	頁	年
Xuanliang Chen, Calin D. Marioara, Sigmund J.Andersen, Jesper Friis, Adrian Lervik, Randi Holmestad, Equo Kobayashi	Precipitation processes and structural evolutions of various GPB zones and two types of S phases in a cold-rolled Al-Mg-Cu alloy	Materials and Design	199		109425	2021
Xuanliang Chen, Calin D. Marioara, Sigmund J.Andersen, Jesper Friis, Adrian Lervik, Randi Holmestad, Equo Kobayashi	Data on atomic structures of precipitates in an Al-Mg-Cu alloy studied by high resolution transmission electron microscopy and first-principles calculations	Data in Brief	34		106748	2021
Xuanliang Chen, Daehan Kim, Minho O, Calin D. Marioara, Sigmund J.Andersen, Adrian Lervik, Randi Holmestad, Equo Kobayashi	Effect of pre-deformation on age-hardening behaviors in an Al-Mg-Cu alloy	Materials Science & Engineering A	820		141557	2021