

5. アルミニウム合金の高強度化と溶質配置との関係

茨城大学 倉本繁

5. 1 はじめに

茨城大学グループでは、高強度アルミニウム合金試料の作製、機械的特性評価、強化機構解析および全体の総括を担当しており、ここではまず冷間圧延によって高強度化したアルミニウム合金の機械的特性の評価結果を合金系ごとに述べる。そして各合金系の結果をまとめて溶質が高強度化に及ぼす影響を考察する。

5. 2 試料および実験方法

本研究においては、軽金属学会高強度アルミニウム合金研究部会の共通試料（以下、「部会試料」とよぶ）を用いた検討を主に実施したが、部会試料の入手前には、他の試料も用いている。Table 5-1 に、本研究で使用した試料の一覧を示す。本研究においては、冷間圧延材の強度特性を調査するため、圧延率 90%（相当ひずみに換算すると 2.7）を標準的な条件とした。圧延材の比較材としてピーク時効状態の試料（T6 処理材）も作製した。Fig. 5-1 に試料の熱処理および冷間圧延の工程について示す。溶体化処理として、所定の温度にて 1 時間保持し、水焼き入れを行った。溶体化処理の温度は合金組成により異なるため、各試料の結果を述べる際に個別に条件を示す。参考のため、7075 合金の冷間圧延材の外観の例を Fig. 5-2 に示す。側面に割れが発生しているが、この部分を除去することにより、機械的特性の評価が可能である。多くの合金組成において同様の強圧延が可能であるが、合金組成によっては割れが著しく発生し、延性が劣化する場合もあった。そこで、合金組成によっては 90%以外の圧延率の試料も作製した。これについても、各試料の結果を述べる際に示す。

Table 5-1 本研究で使用したアルミニウム合金試料

	合金組成 (mass%)	備考
7000 系	Al-8.2Zn-2Mg-2Cu-0.23Cr	高 Zn 市販 7075 相当
	Al-4.5Zn-2Mg-2.5Cu-0.15Cr	部会試料 7A
	Al-5.5Zn-2Mg-2.5Cu-0.15Cr	部会試料 7B
	Al-8Zn-2Mg-2.5Cu-0.15Cr	部会試料 7C
2000 系	Al-5.8Cu-0.23Mn	市販 2219
	Al-4.4Cu-1.6Mg-0.6Mn	市販 2024
	Al-3.9Cu-1.5Mg-0.15Cr	部会試料 2A
	Al-4.4Cu-2.9Mg-0.15Cr	部会試料 2B
	Al-5.3Cu-2.8Mg-0.15Cr	部会試料 2C
6000 系	Al-1.6Mg-0.9Si	バランス組成
	Al-1.6Mg-0.9Si -1Cu	バランス組成、Cu 添加
	Al-1.2Mg-1.43Si	過剰 Si 組成
	Al-1.2Mg-1.43Si -1Cu	過剰 Si 組成、Cu 添加
	Al-0.6Mg-1Si-0.5Cu-0.15Cr	部会試料 6A
	Al-0.6Mg-1Si-1Cu-0.15Cr	部会試料 6B
	Al-0.6Mg-1Si-0.5Cu-0.15Cr-0.7Fe	部会試料 6C

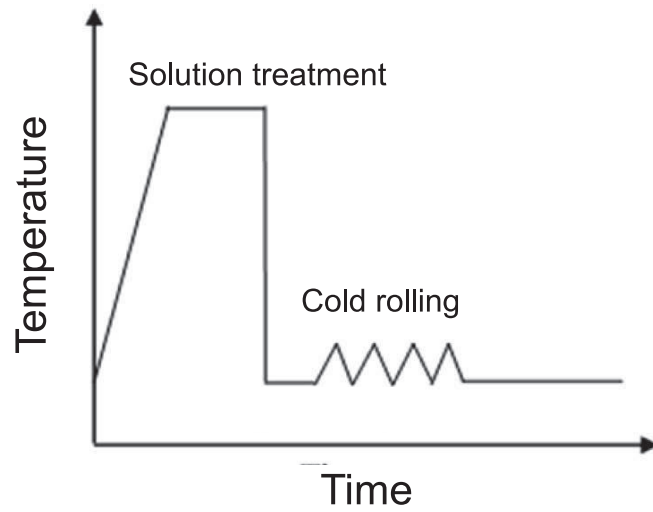


Fig. 5-1 本研究で実施する試料の熱処理および冷間圧延の工程

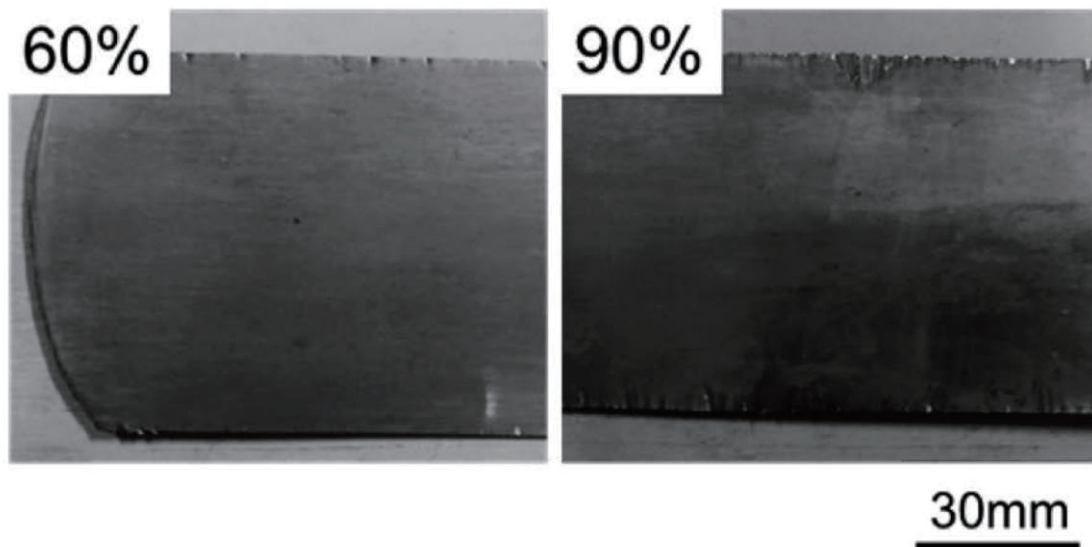


Fig. 5-2 7075 合金の冷間圧延材の外観の例 [1]

冷間圧延した板材から圧延方向と平行な方向に平行部長さ 12 mm, 幅4.5 mm, 厚さ 0.7 mm の引張試験片を作製した。試験片の平行部を耐水研磨紙で #400 → #800 まで湿式研磨の後、10% NaOH 水溶液によるアルカリ洗浄を行い、10% HNO₃ 水溶液によるデスマット処理を施した。引張試験は乾燥窒素ガス雰囲気中において、ひずみ速度は、主に $1.67 \times 10^{-6} \text{s}^{-1}$ で行った。合金系によってはこれ

以外のひずみ速度での試験も行った。冷間圧延を行ってから引張試験を行うまでの間、試験片加工などの時間を除き、試料の自然時効による組織変化を極力抑制することを目的として 0°C 以下にて冷凍保存した。引張試験により引張強さおよび破断伸びを評価した。破断伸びは、読み取り顕微鏡を用いて試験前後の評点距離を 3 回ずつ測定して求めた。その後、走査型電子顕微鏡(SEM)を用いて破面観察を行った。破面観察には走査型電子顕微鏡(SEM)を用いた。この他に、光学顕微鏡による組織観察、ビッカース硬さの測定も実施した。

5. 3 7000 系 (Al-Zn-Mg-Cu 系) 合金冷間圧延材

まず、部会試料以外の合金 (Al-8.2Zn-2Mg-2Cu-0.23Cr) の結果について述べる。この合金においては、90%の圧延を施すと割れが顕著に発生するため、圧延率の最大値を 80%とした。溶体化処理の標準条件は、480°C、1h 保持後、水焼き入れである。引張試験により得られた機械的特性に及ぼす冷間圧延率の影響を Fig. 5-3 に示す。圧延率の上昇とともに、強度は上昇し、伸びは低下する。このような傾向は、従来の報告[1]と同様のものである。圧延率 65%で引張強さが極大となっており、80%では若干低下しているが、これは 80%圧延材では延性低下に伴い、最高荷重点に到達する前に破断が生じるためである。Fig. 5-4 に冷間圧延材の引張特性に及ぼす冷間圧延前の溶体化処理温度の影響を示す。溶体化処理温度が上昇すると、強度は上昇し、伸びは低下する。これも従来の報告と同様の傾向となっている。溶体化処理温度が高いほど、圧延時の溶質固溶量が増加し、これが圧延後の強度に影響を及ぼすものと考えられる。溶体化処理温度の上昇に伴う延性低下は、圧延中に発達する集合組織やせん断帯により生じた可能性がある。これについては、部会試料の結果を示す際に詳しく述べる。

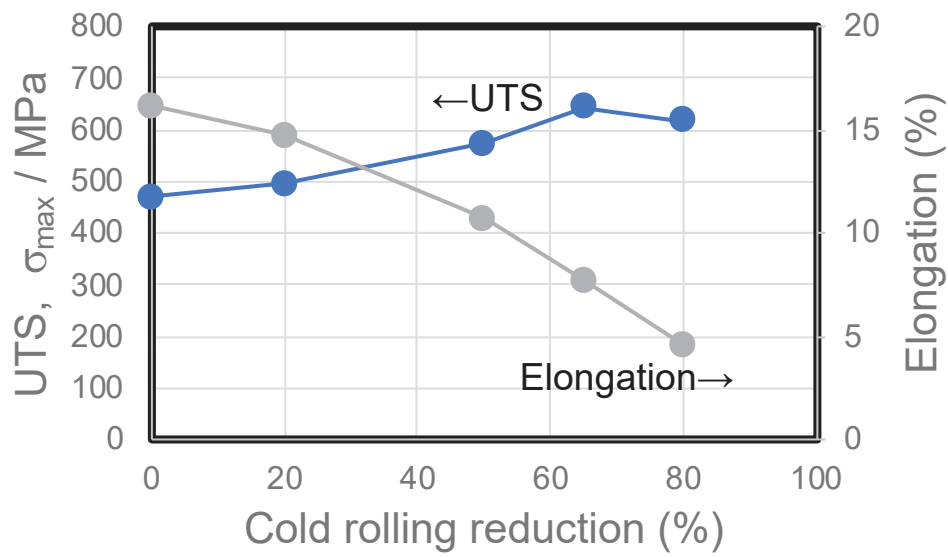


Fig. 5-3 Al-8.2Zn-2Mg-2Cu-0.23Cr 合金の引張強さと破断伸びに及ぼす冷間圧延率の影響 [1,2]

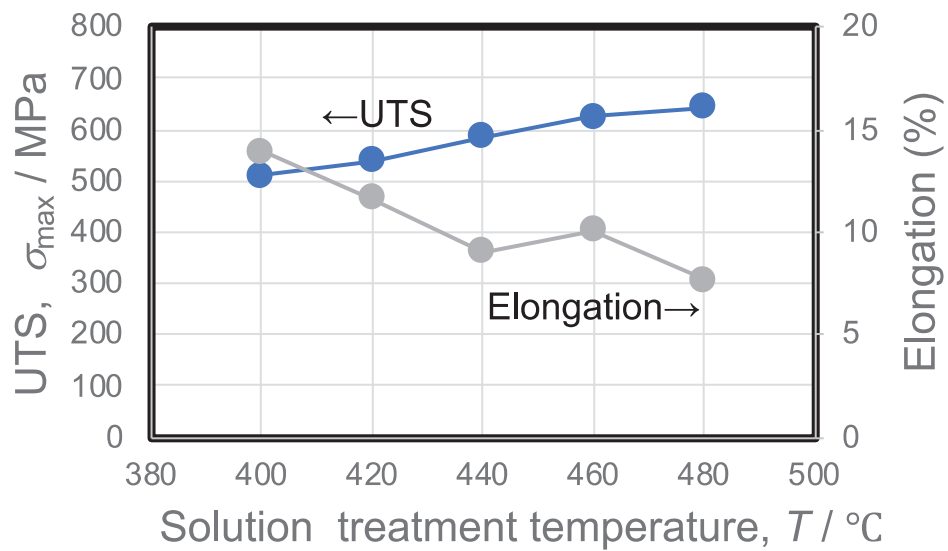


Fig. 5-4 Al-8.2Zn-2Mg-2Cu-0.23Cr 合金の引張強さと破断伸びに及ぼす溶体化処理温度の影響 [2]

次に、部会試料（7A, 7B, 7C）の結果について述べる。これらの試料の合金組成は、Zn 添加量を、それぞれ 4.5、5.5、8%と系統的に変化させ、それ以外の元素の添加量は変化させていない。まず、480℃溶体化処理後に 90%冷間圧延した試料の硬さ測定の結果を Fig. 5-5 に示す。Zn 添加量の増加に伴い、硬さは上昇する。これは、Fig. 5-4 において溶質濃度の上昇に伴い、強度が上昇することと同様の傾向である。

これらの試料の引張試験の結果を Fig. 5-6 に示す。7A (4.5%Zn)、7B (5.5%Zn) に関しては延性を保ちつつ、650MPa 以上の引張強さを示している。一方、7C (8%Zn) は延性をほとんど示さず、硬さは他の試料より高かったものの、引張強さは他の試料と同等の値となった。7A、7B については、更なる強圧延を実施し、98%圧延材の引張試験も実施した。その結果を Fig. 5-7 に示す。90%圧延材に比べて延性は低下するが、引張強さは 700MPa 以上まで上昇する。

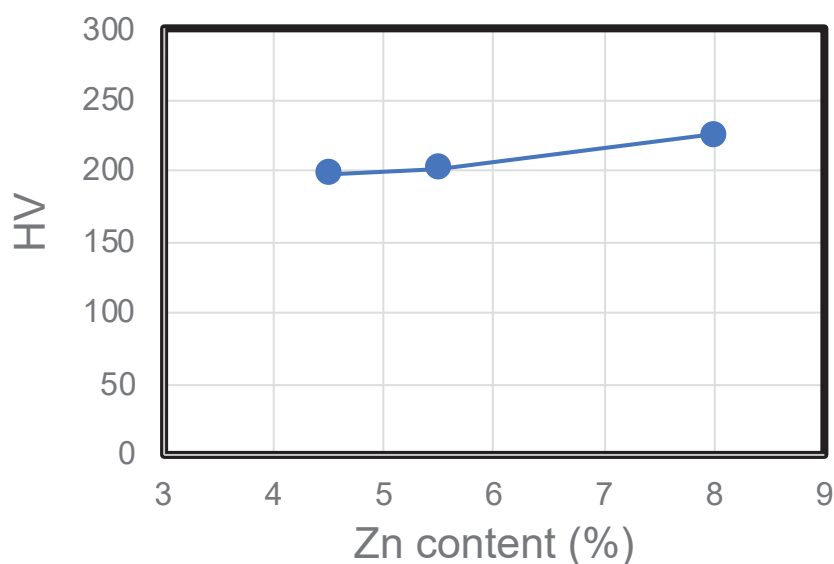


Fig. 5-5 7000 系部会試料 90%冷間圧延材の硬さ測定結果

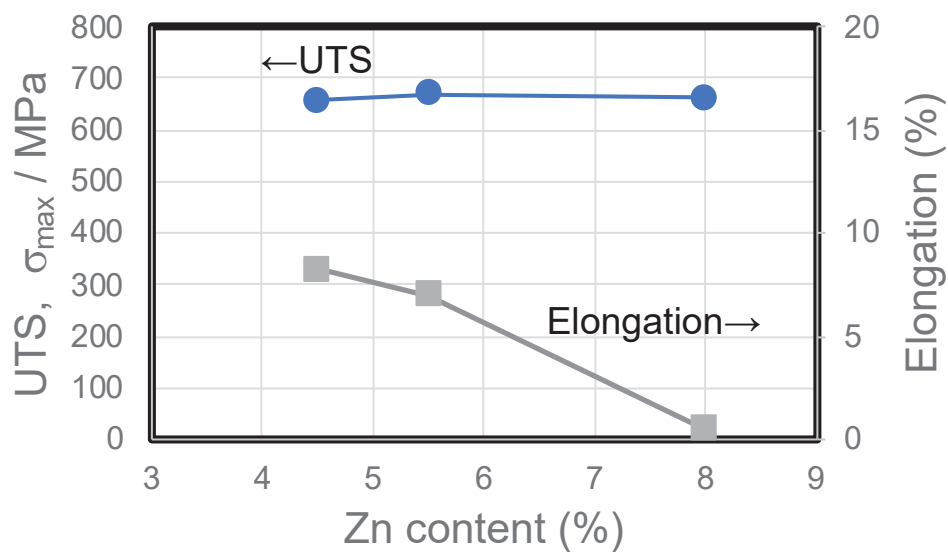


Fig. 5-6 7000 系部会試料 90%冷間圧延材の引張特性

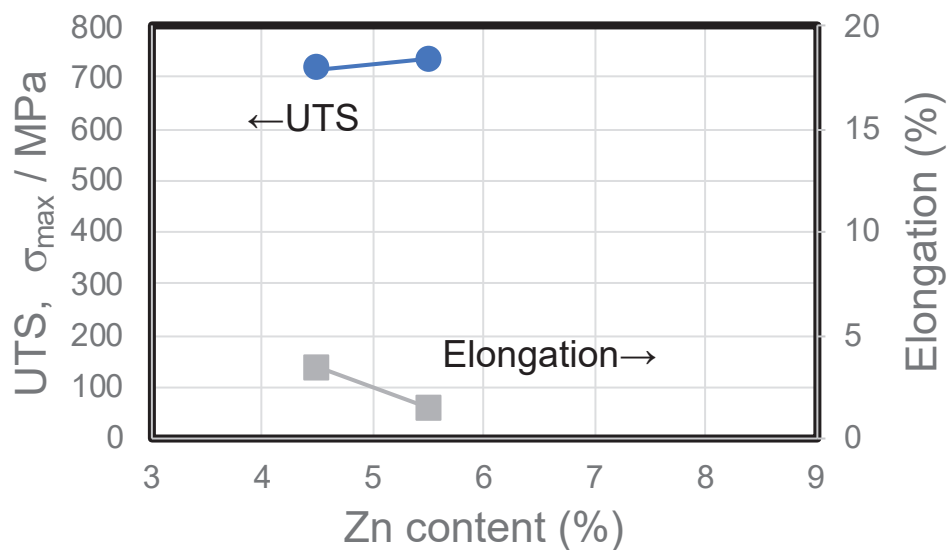


Fig. 5-7 7000 系部会試料 98%冷間圧延材の引張特性

Fig. 5-4 の結果と同様に、冷間圧延前の溶体化処理を変化させた場合の検討も実施した。ここでは試料として 7C (8%Zn) の 65%圧延材を使用している。硬さ試験の結果と、引張試験の結果をそれぞれ Fig. 5-8、Fig. 5-9 に示す。強度に関し

では、Fig. 5-4 の結果と同様に、溶体化処理温度が高いほど上昇する傾向が認められる。図中に示す通り、この合金の T6 処理材（溶体化処理温度：480 °C）の引張強さは 570MPa であり、圧延材の場合には最も溶体化処理温度の低い 420°C でもこの強度を超えていることが分かる。一方、延性に関しても溶体化処理温度が高いほど向上する傾向が見られ、これは Fig. 5-4 の結果と異なる傾向である。これらの試料の組成に関して見てみると、Zn、Cu、Cr 量が異なっている。また、製造プロセスも異なっており、これらの違いが関係している可能性はある。しかし、本研究の範囲では、その原因を明らかにすることはできなかった。

これらの溶体化処理温度を変化させた圧延材の光学顕微鏡による組織観察結果を Fig. 5-10 に示す。圧延材においては、試料によってはせん断帯が発達している部位も認められる。延性に関しては、これらのせん断帯の発生状況や圧延により形成された集合組織が影響を及ぼすものと考えられる。本研究の範囲では、これらの因子の影響については検討できなかったため、今後の課題となる。

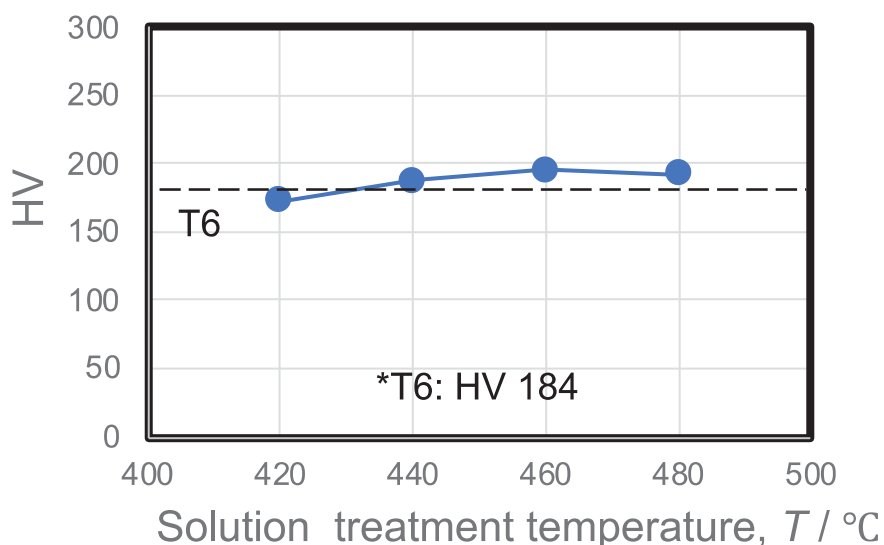


Fig. 5-8 部会試料 7C (8%Zn) 材の硬さに及ぼす溶体化処理温度の影響

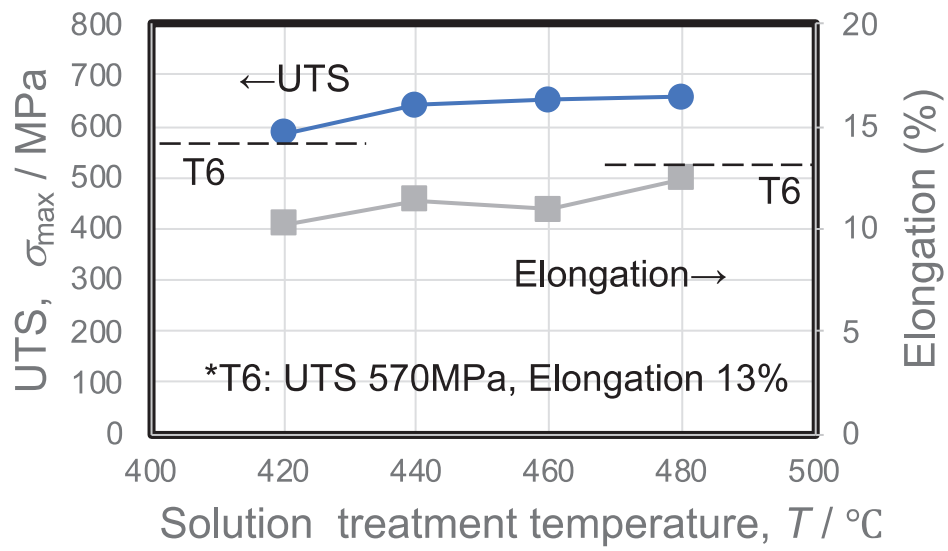


Fig. 5-9 部会試料 7C (8%Zn) 材の引張特性に及ぼす溶体化処理温度の影響

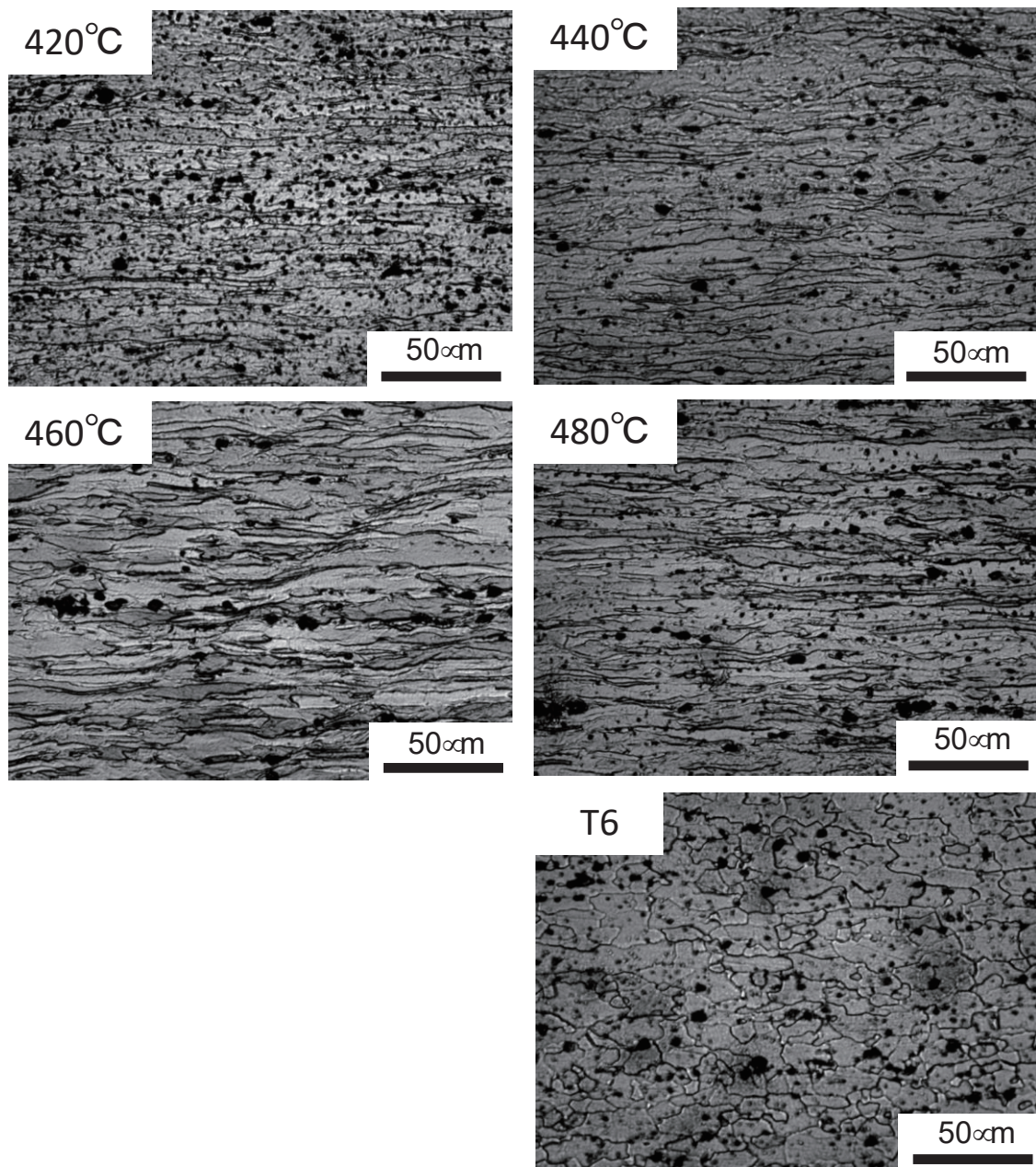


Fig. 5-10 部会試料 7C (8%Zn) 材を各温度で溶体化処理し 90%冷間圧延後の光学顕微鏡組織 (T6 材の組織も比較のため示した)

7000系部会試料の7A (4.5%Zn) に関しては、圧延後の時効処理の影響についても検討した。これは、圧延後の時効処理が、機械的特性の向上をもたらす例が報告されているからである。90%冷間圧延後に、120°Cまたは80°Cで時効処理した試料の引張特性を Fig. 5-11 および Fig. 5-12 に示す。120°C時効は強度を低下させるが、80°C時効は若干強度を上昇させる。しかし、80°C時効した場合でも引張強さは700MPaを超えることはなく、Fig. 5-7 の更なる冷間圧延に比べて、強度上昇に及ぼす影響は小さい。

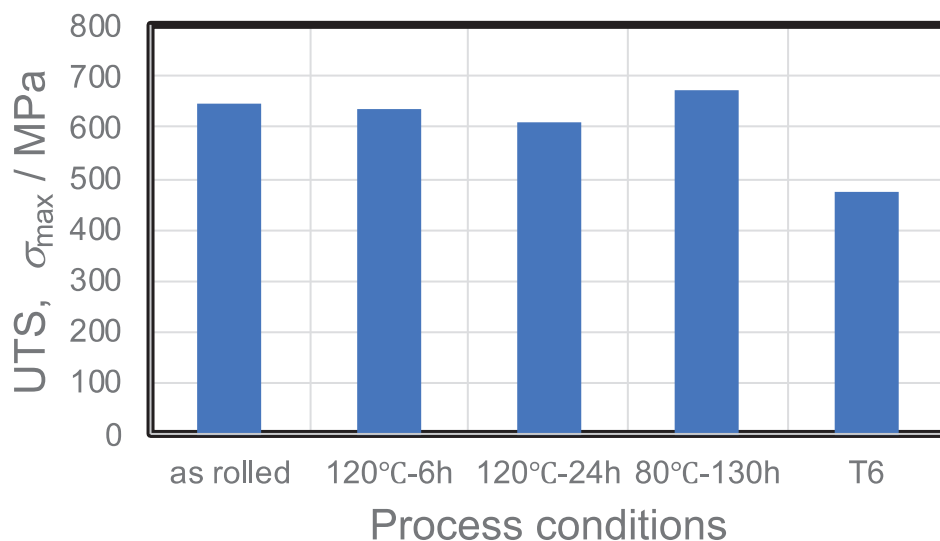


Fig. 5-11 部会試料 7A (4.5%Zn) 材の 90%冷間圧延→時効処理後の引張強さ

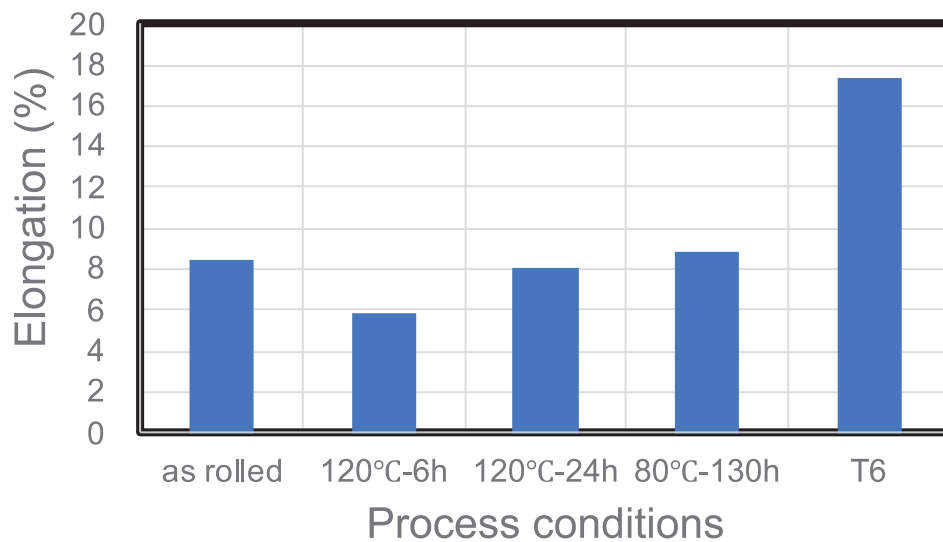


Fig. 5-12 部会試料 7A (4.5%Zn) 材の 90%冷間圧延→時効処理後の破断伸び

5. 4 2000 系 (Al- Cu (-Mg) 系) 合金冷間圧延材

まず、部会試料以外の市販 2219 合金 (Al-5.8Cu-0.23Mn) の結果について述べる。Fig. 5-13 および Fig. 5-14 は 90%冷間圧延材の引張特性に及ぼす溶体化処理温度の影響を示す。引張試験は初期ひずみ速度 $1.67 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ または $1.67 \times 10^{-6} \text{ s}^{-1}$ で実施した。溶体化処理温度が上昇すると、強度は上昇し、伸びは低下する。この傾向は、Fig. 5-4 の 7000 系合金の結果と類似している。引張試験のひずみ速度は強度に大きな影響及ぼさないが、延性には大きく影響する。低ひずみ速度ほど延性が上昇することもわかる。

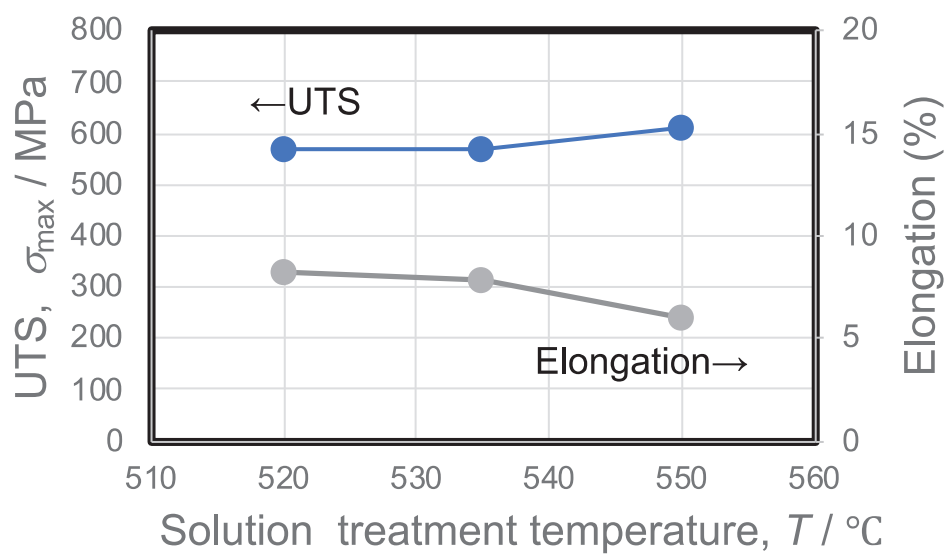


Fig. 5-13 Al-5.8Cu-0.23Mn 合金の初期ひずみ速度 $1.67 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ における引張特性に及ぼす溶体化処理温度の影響 [4]

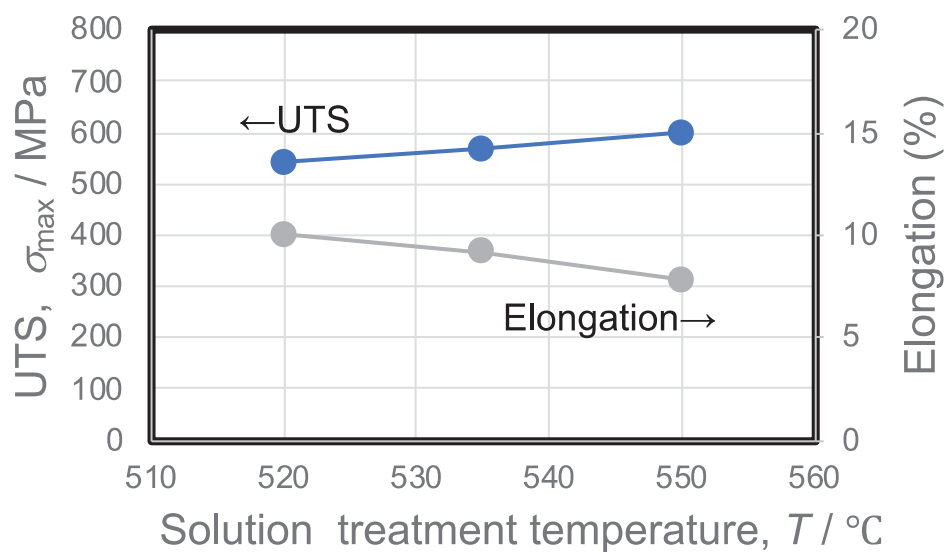


Fig. 5-14 Al-5.8Cu-0.23Mn 合金の初期ひずみ速度 $1.67 \times 10^{-6} \text{ s}^{-1}$ における引張特性に及ぼす溶体化処理温度の影響 [4]

次に、部会試料（2A, 2B, 2C）の結果について述べる。これらの試料の合金組成は、Cu と Mg の添加量を変化させ、それ以外の元素の添加量は変化させていない。まず、505℃での溶体化処理後、90%冷間圧延した試料の光学顕微鏡による組織観察の結果を Fig. 5-15 に示す。合金元素添加量の増加に伴い、固溶できない溶質が第2相を形成している様子が分かる。これら試料の硬さ試験の結果を Fig. 5-16 に示す。図中には部会試料と同じ Al-Cu-Mg 系の市販 2024 合金の結果も示す。この図から、部会試料においては、合金組成を変化させても硬さの値がほとんど変化しないことがわかる。また、市販合金である 2024 合金は若干硬さが高い。

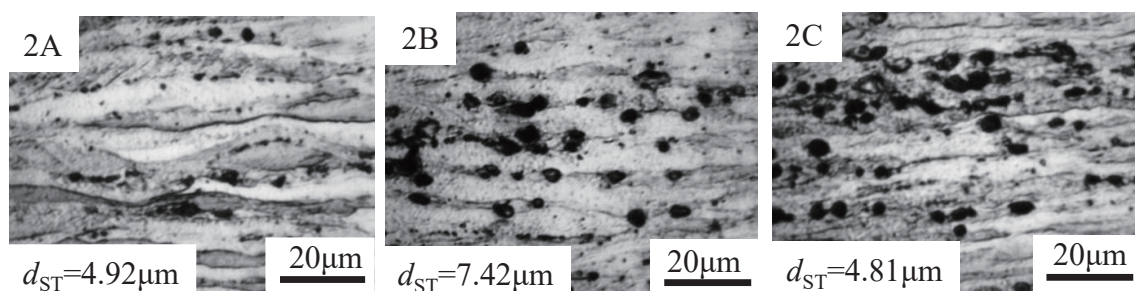


Fig. 5-15 2000 系部会試料の 90%冷間圧延後の組織観察結果

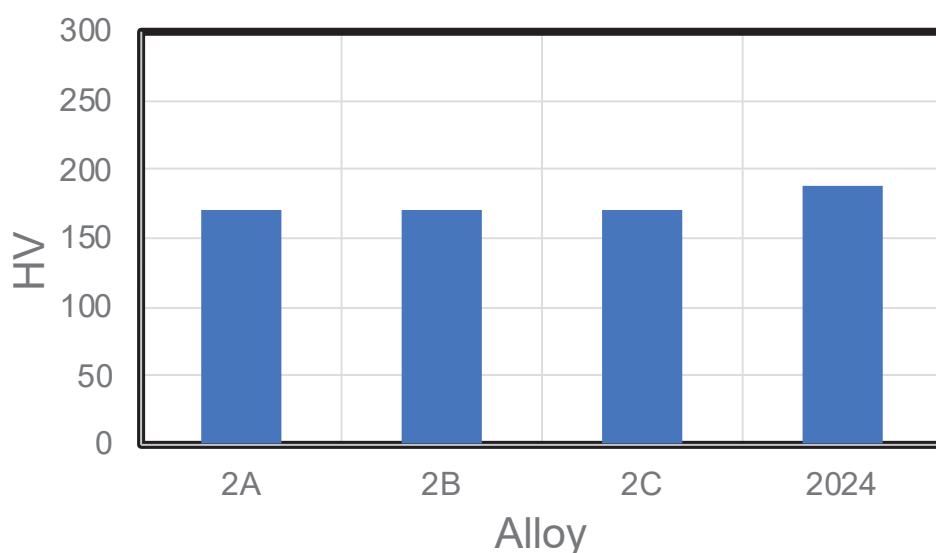


Fig. 5-16 2000 系部会試料および市販 2024 合金の硬さ

これらの試料の引張試験の結果を Fig. 5-17 および Fig. 5-18 に示す。それぞれ、初期ひずみ速度 $1.67 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ および $1.67 \times 10^{-6} \text{ s}^{-1}$ の結果である。硬さ測定の結果と同様に、部会試料においては、合金組成を変化させても引張強さはほとんど変化せず、市販 2024 合金は部会試料よりも高い引張強さを有している。これは、Fig. 5-15 の組織観察結果において合金組成が高い試料では第 2 相の体積率が高いことと対応していると思われる。すなわち、Cu と Mg の組成が高くても溶体化処理によって固溶する溶質濃度は一定であり、固溶できなかった溶質が第 2 相を形成しているものと考えられる。一方、2024 合金の Cu、Mg 量は 2A、2B のその中間程度となっているが、これらの部会試料よりも高い強度を示す。これについては、主溶質元素以外の添加元素 (Mn, Zr, Ti, V 等) が影響を及ぼしている可能性が高い。

Fig. 5-17、5-18 において、ひずみ速度は強度には影響を及ぼさないが、延性には影響を及ぼしていることが分かる。ひずみ速度が小さい場合に延性が向上する傾向があり、これは 2219 合金の Fig. 5-13、5-14 の結果と同様である。

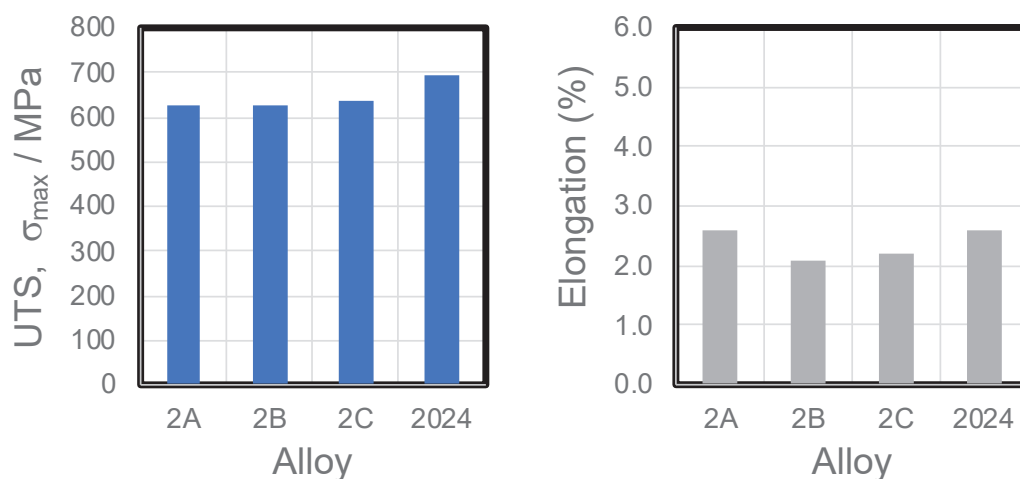


Fig. 5-17 2000 系部会試料および市販 2024 合金の引張特性

(ひずみ速度 : $1.67 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$)

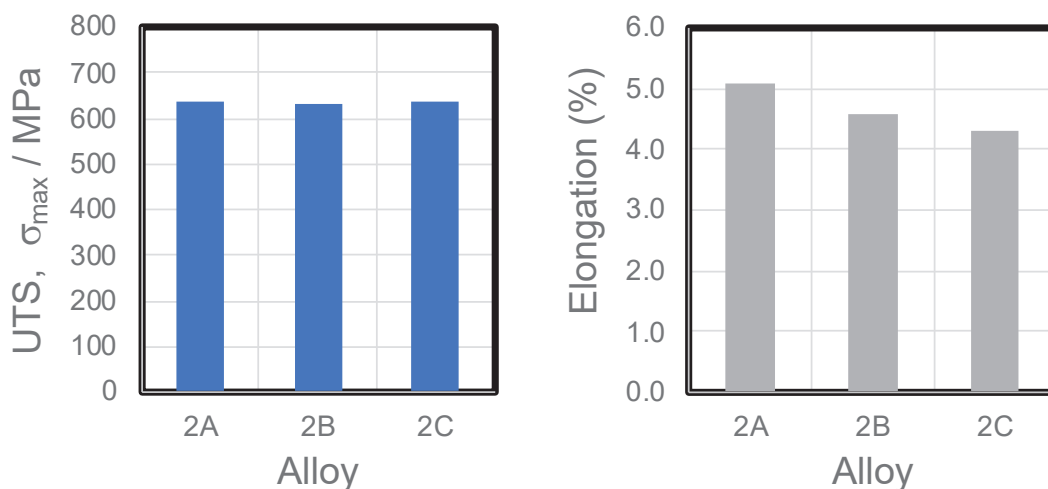


Fig. 5-18 2000 系部会試料の引張特性 (ひずみ速度 : $1.67 \times 10^{-6} \text{ s}^{-1}$)

溶体化処理温度の影響について、部会試料 2B を対象とした検討結果を Fig. 5-19、5-20 に示す。それぞれ、初期ひずみ速度 $1.67 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ および $1.67 \times 10^{-6} \text{ s}^{-1}$ の結果である。この試料については、標準条件の 505°C での溶体化処理により、全ての溶質を固溶させることができないが、溶体化処理温度を低下させることにより溶質固溶量をさらに低下させた場合の特性を評価した。図から分かるように、溶体化処理温度の低下は引張強さを低下させ、この傾向はひずみ速度によらないことが明らかである。また、溶体化処理温度の低下は、延性も低下させる。これについては、第 2 相の体積率が上昇したためと考えられる。延性の低下量は、元々 505°C 溶体化処理材の延性が高かった、ひずみ速度の小さい場合に顕著である。第 2 相の体積率が高くなることによる延性低下には、延性破壊プロセスにおける、ボイドの生成、成長、合体が早期に生じたためと考えられ、これにはひずみ速度が大きく影響しないものと思われる。これと関係し、破面観察を詳細に行なったところ、第 2 相の体積率の高い試料においては、ディンプルの底に第 2 相が観察されることが多いことを確認している。破面観察結果の一例を Fig. 5-21 に示す。2B、2C においては、延性破面に観察されるディンプルの底に、第 2 相が多く観察される。

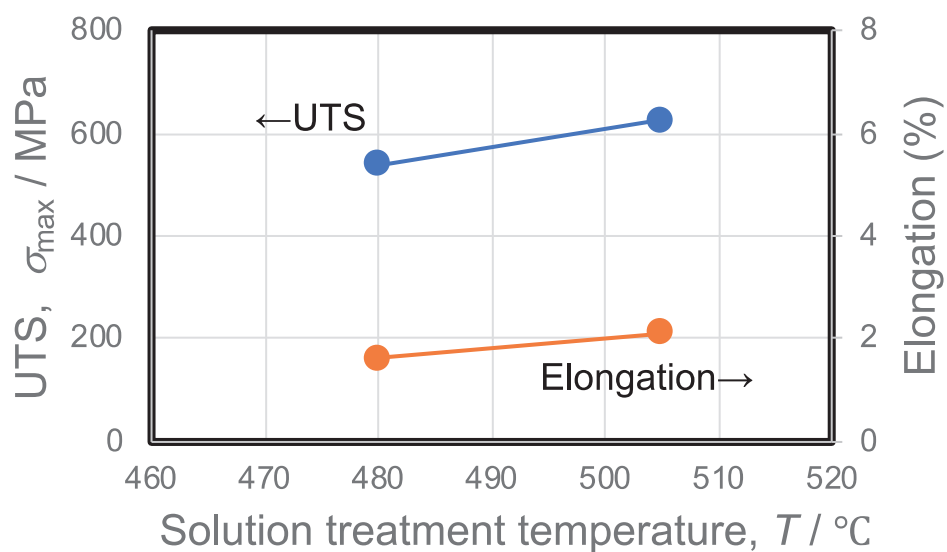


Fig. 5-19 部会試料 2B の引張特性に及ぼす溶体化処理温度の影響
(ひずみ速度 : $1.67 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$)

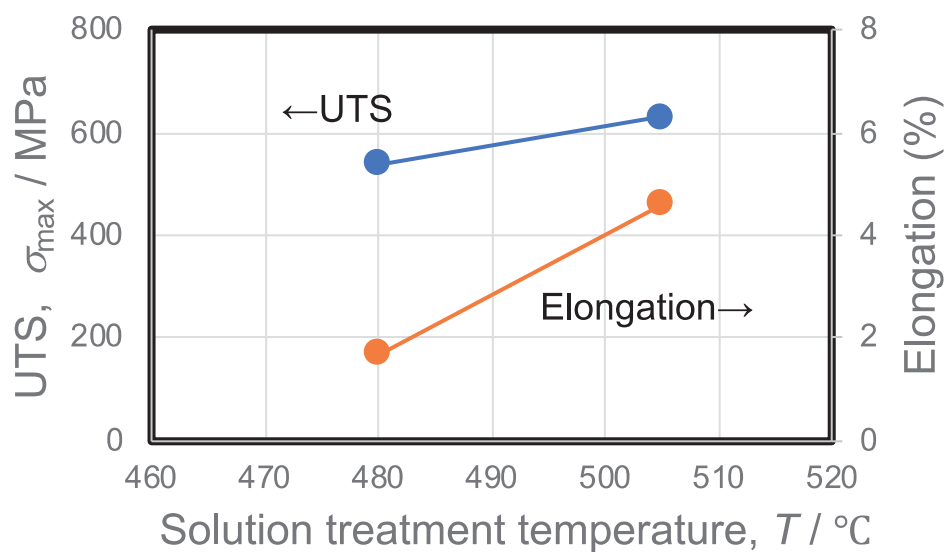


Fig. 5-20 部会試料 2B の引張特性に及ぼす溶体化処理温度の影響
(ひずみ速度 : $1.67 \times 10^{-6} \text{ s}^{-1}$)

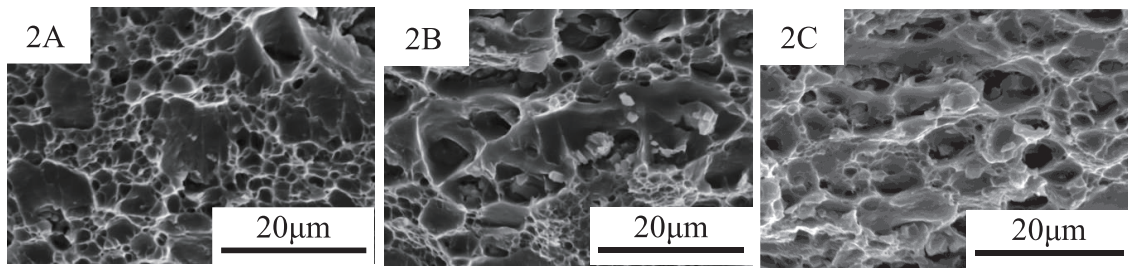


Fig. 5-21 2000 系部会試料の引張試験後の破面観察結果

(ひずみ速度 : $1.67 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$)

5. 5 6000 系 (Al-Mg-Si 系) 合金冷間圧延材

まず、部会試料以外の合金 (Al-1.6Mg-0.9Si(-1Cu), Al-1.2Mg-1.43Si(-1Cu)) の結果について述べる。Fig. 5-22、5-23 は 540°C での溶体化処理後、90%冷間圧延した試料の初期ひずみ速度 $1.67 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ における引張特性である。引張強さを Fig. 5-22 に、伸びを Fig. 5-23 にそれぞれ示す。また、これらの図には、T6 材の結果も合わせて示す。Fig. 5-22 から、冷間圧延材と T6 材の強度には大きな違いが認められない。過剰 Si、Cu 添加の試料のみ、冷間圧延材の方が高い強度を示した。Fig. 5-23 から延性に関しては過剰 Si、Cu 無添加の試料以外では、冷間圧延材より T6 材が高い値を示している。

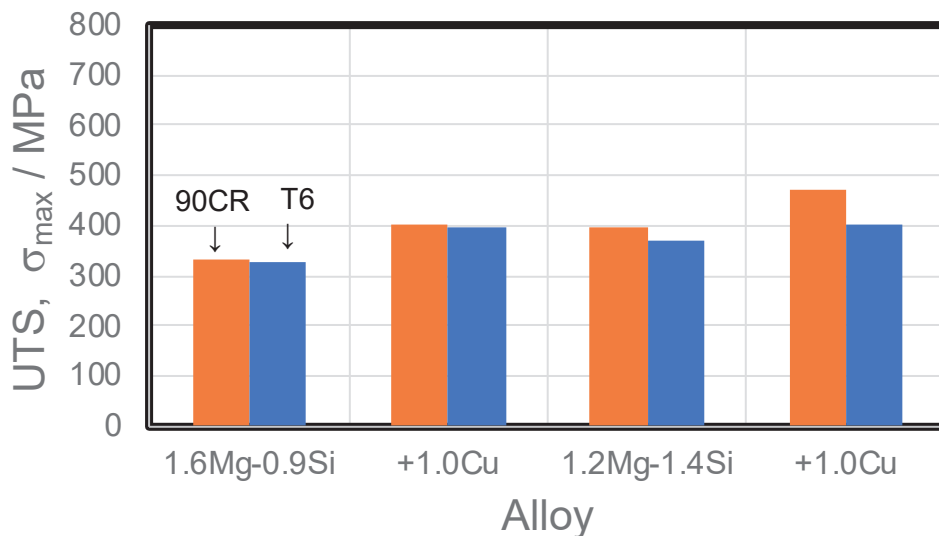


Fig. 5-22 Al-1.2Mg-1.43Si(-1Cu), Al-1.6Mg-0.9Si(-1Cu)の引張強さ

(ひずみ速度 : $1.67 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$)

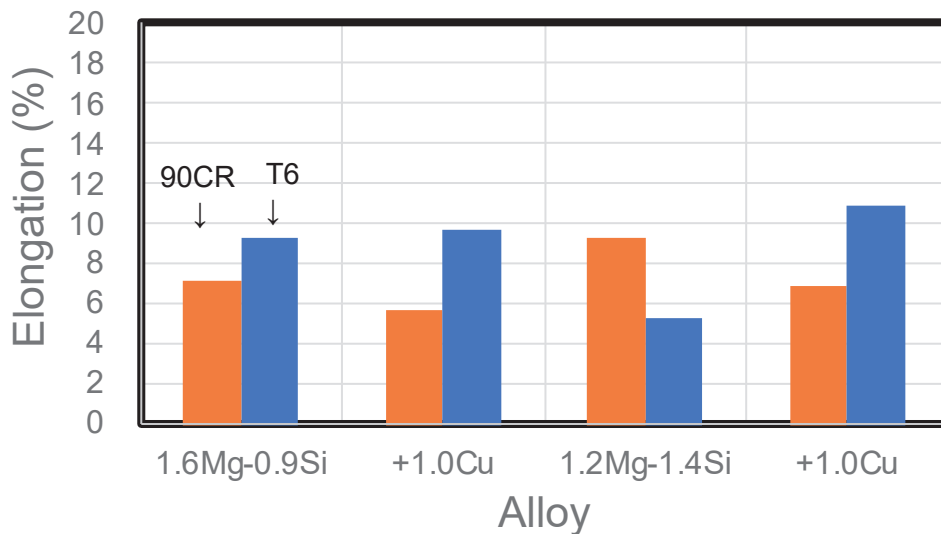


Fig. 5-23 Al-1.2Mg-1.43Si(-1Cu), Al-1.6Mg-0.9Si(-1Cu)の破断伸び

(ひずみ速度： $1.67 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$)

次に部会試料（6A、6B、6C）の結果について述べる。溶体化処理温度、冷間圧延率は、前述の試料同様、それぞれ 540°C 、90%である。Fig. 5-24 に光学顕微鏡による組織観察の結果を示す。結晶粒は圧延方向に伸張した形状となっている。Fe 量の多い 6C においては、Fe を含む晶出相の体積率が高いことが分かる。Fig. 5-25 には冷間圧延材および T6 材の硬さ測定の結果を示す。冷間圧延材、T6 材それぞれの中で比較すると、いずれの処理においても、Cu 添加量の多い 6B がわずかながら最も高い硬さを有し、6A よりも Fe 添加量が多い一方で Cu 添加量が同一の 6C は、6A と同等の硬さを有している。なお、冷間圧延材と T6 材の強度は大きく変わらない。

これらの試料のひずみ速度 $1.67 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ における引張試験の結果を、Fig. 5-26、5-27 に示す。引張強さの結果は、硬さの結果と同等の傾向となっている。延性に関しては、いずれの処理においても、 $6A > 6B > 6C$ の順になっている。また処理条件の違いについては、冷間圧延材に比べて T6 材が著しく優れている。これは、今回採用した T6 材の熱処理条件が $175^\circ\text{C}6\text{h}$ であり、若干亜時効条件よりであったことが関係していると考えられる。90%冷間圧延材に関しては、ひずみ速

度 $1.67 \times 10^{-6} \text{ s}^{-1}$ における引張試験も実施した。引張強さ、破断伸びに及ぼすひずみ速度の影響を Fig. 5-28 および Fig.5-29 にそれぞれ示す。ひずみ速度は引張強さにほとんど影響を及ぼさないが、破断伸びに関してはひずみ速度が小さいほど大きくなる傾向となった。この 90%冷間圧延材の延性のひずみ速度依存性は、2000 系部会試料で見られた傾向 (Fig. 5-17, 5-18) と一致する。

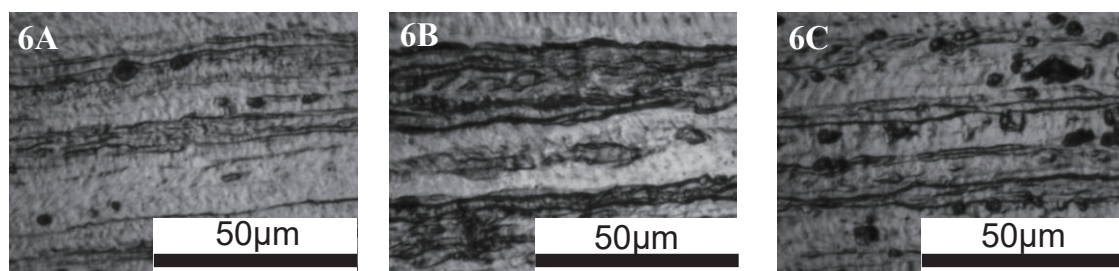


Fig. 5-24 6000 系部会試料の 90%冷間圧延後の組織観察結果

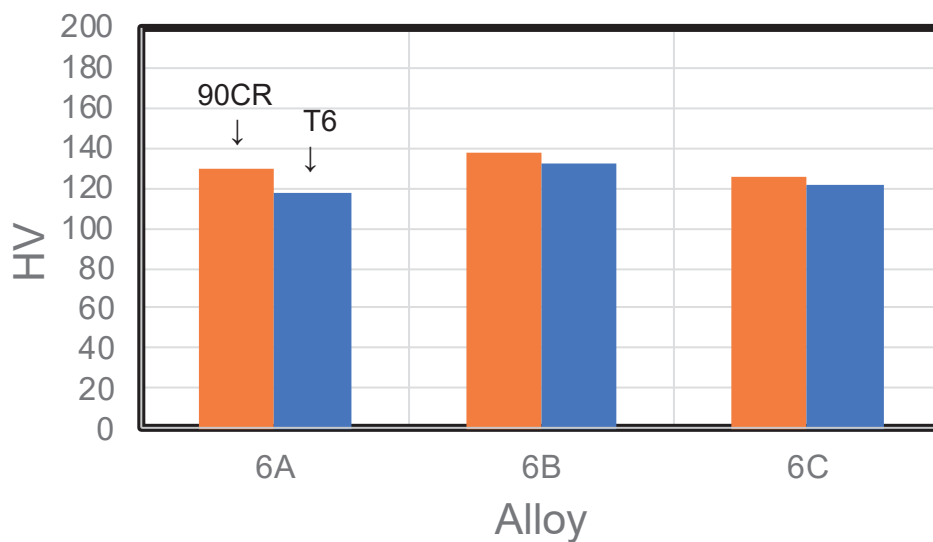


Fig. 5-25 6000 系部会試料の硬さ

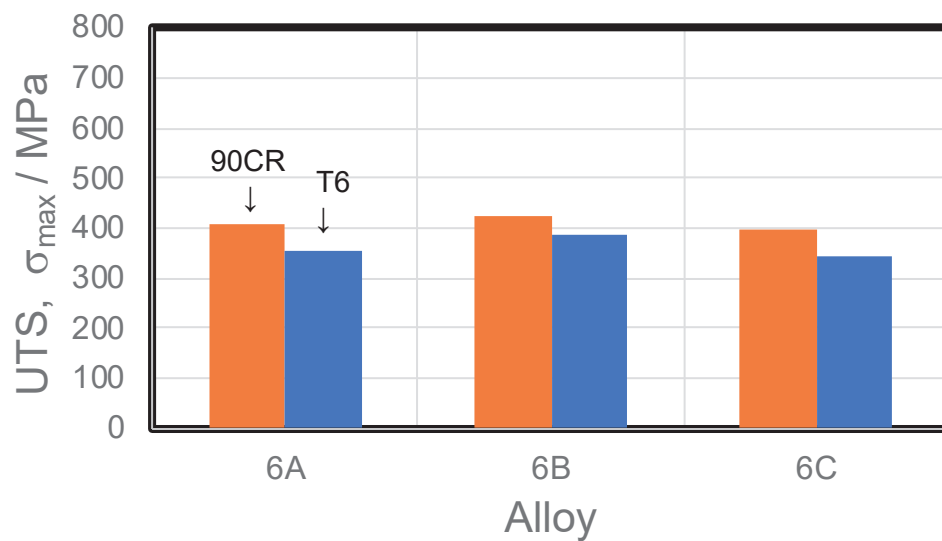


Fig. 5-26 6000 系部会試料の引張強さ (ひずみ速度 : $1.67 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$)

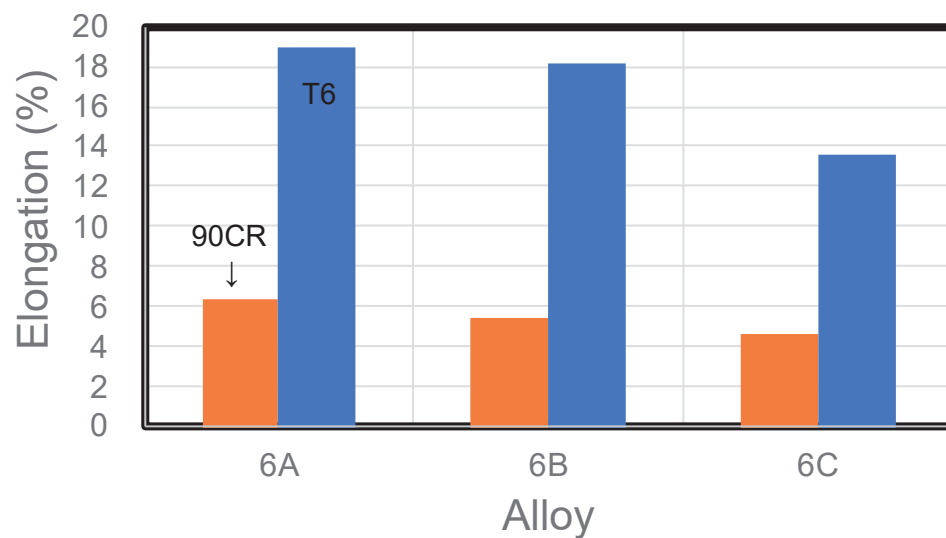


Fig. 5-27 6000 系部会試料の破断伸び (ひずみ速度 : $1.67 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$)

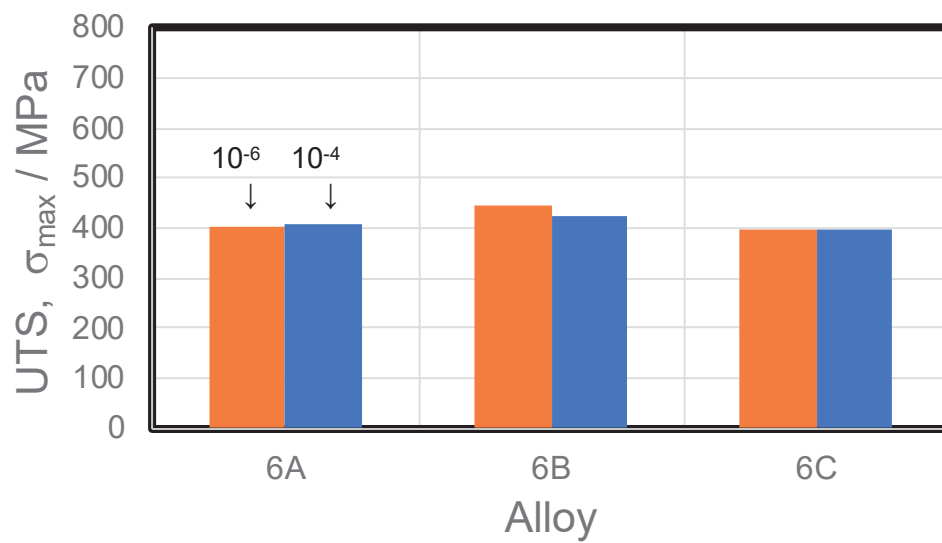


Fig. 5-28 6000 系部会試料 90%冷間圧延材の引張強さに及ぼすひずみ速度の影響

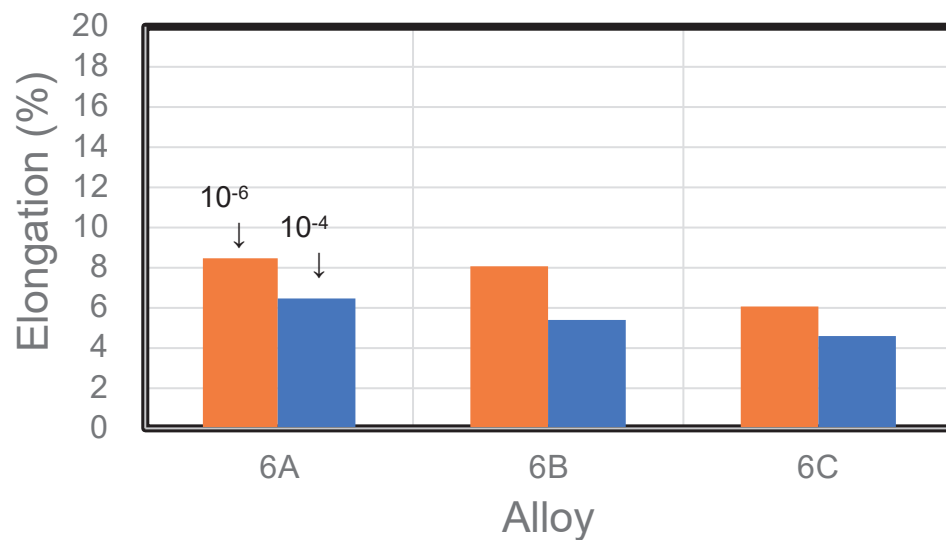


Fig. 5-29 6000 系部会試料 90%冷間圧延材の破断伸びに及ぼすひずみ速度の影響

5. 6 考察

本研究で用いた部会試料について、一般的に主溶質と考えられている合金元素（以下、主合金元素とよぶ）の添加量と機械的特性との相関を Fig. 5-28～5-30 に示す。ここでは、各合金において、Zn、Mg、Cu、Si の添加量（mol%）の合計を全主溶質元素量として用いている。硬さ、引張強さ、伸びに関する相関を、それぞれ Fig. 5-30、Fig. 5-31、Fig. 5-32 に示す。

Fig. 5-30 から、硬さは主溶質元素量と良い相関を示すことがわかる。ここでの主溶質元素量は、合金組成から求めた全添加量であり、溶体化処理後に固溶している主溶質元素量ではない。2000 系部会試料のうち、2B、2C のデータが高主溶質元素量側にプロットされているが、Fig. 5-15～5-18 の結果より実際に固溶している主溶質元素量は 2A と同等であると思われる。また、部会試料の結晶粒微細化添加元素として Cr が 0.15wt% 添加されており、均質化処理時に Mg と一緒に分散相を形成するために、固溶している Mg の量は、添加量よりも小さくなる。また 6000 系部会試料においては、Si の一部は Fe 量が多い場合（6C）晶出相として存在するため、固溶している Si の量は、添加量よりも小さくなる。以上の通り、この図の横軸に厳密性はないものの、部会試料の地金純度や製造プロセスは条件を揃えて製造していることもあり、概ね主溶質元素量が硬さとほぼ比例しているとして良い。同様の傾向が Fig. 5-31 の引張強さにも見られる。7C のプロットが 7A、7B のプロットと引張強さが同等となっているが、これは 7C がほとんど塑性変形せずに破断したためである。

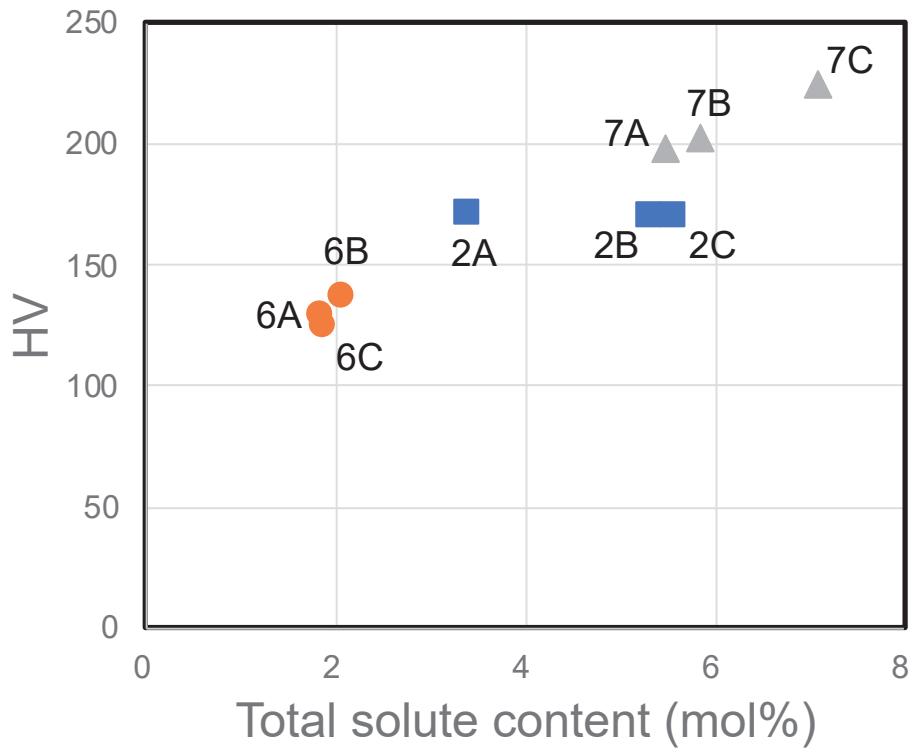


Fig. 5-30 部会試料 90%圧延材の硬さと主溶質元素量との関係

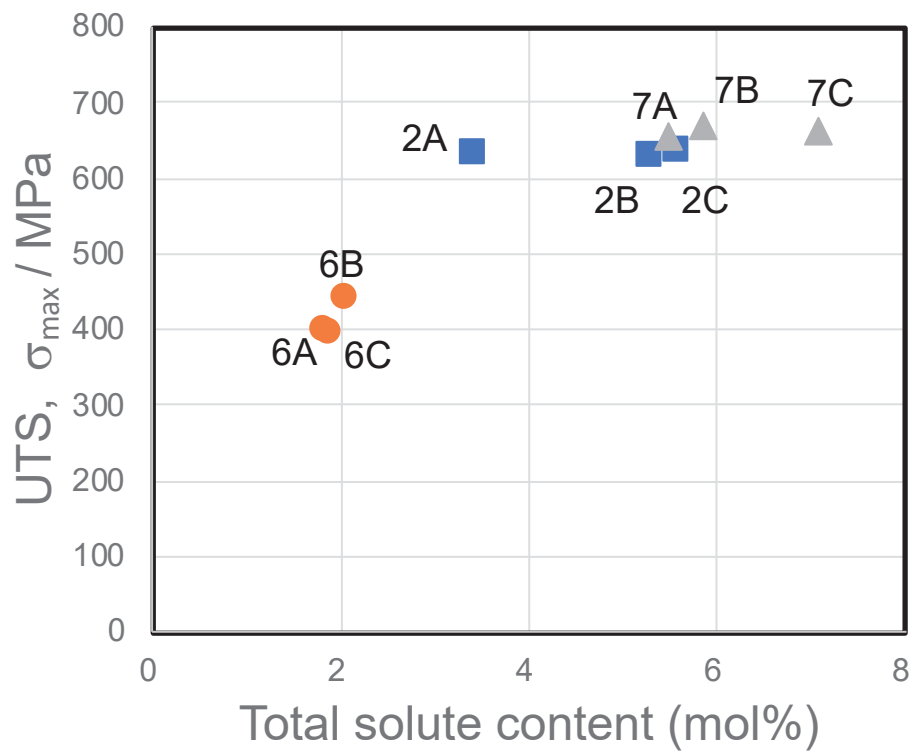


Fig. 5-31 部会試料 90%圧延材の引張強さと主溶質元素量との関係

以上の通り、強度と主溶質元素量には良い相関が見られるが、延性に関しては異なる傾向が見られる。Fig. 5-32 を見ると、6000 系、7000 系に比べて、2000 系の延性が低いことがわかる。延性に関しては、本研究の範囲で明らかにすることはできなかったが、今後、冷間圧延材の延性に及ぼす集合組織やせん断帯の影響について検討することが課題となる。

Fig. 5-30,31 の結果と、2000 系合金および 7000 系合金を用いて溶体化処理温度の影響を検討した結果を考え合わせれば、冷間圧延時の主溶質元素量が強度に大きく影響することは明らかである。その上で、さらなる高強度化を目指す目的で、冷間圧延後に時効処理を行うことも検討した。Fig. 5-11,12 に示されている通り、部会試料 7A (4.5%Zn) においては、80°Cでの時効処理を施すことにより、延性を低下させずに、引張強さを 648MPa から 672MPa まで 24MPa の強度上昇を実現することができた。一方、この試料にさらに冷間圧延を加え、圧延率を 98%まで高めると (Fig. 5-7)、引張強さは 716MPa まで上昇し、58MPa の強度上昇を実現することができた。すなわち、高強度化を目指すのであれば、主溶質元素量ができるだけ高い合金において、できるだけ高い導入ひずみ量の冷間加工を施すことが重要であると思われる。合金組成、冷間加工率の条件によっては、顕著な延性低下を招くこともあるため、これらの条件を用途に合わせて選択することが重要となる。

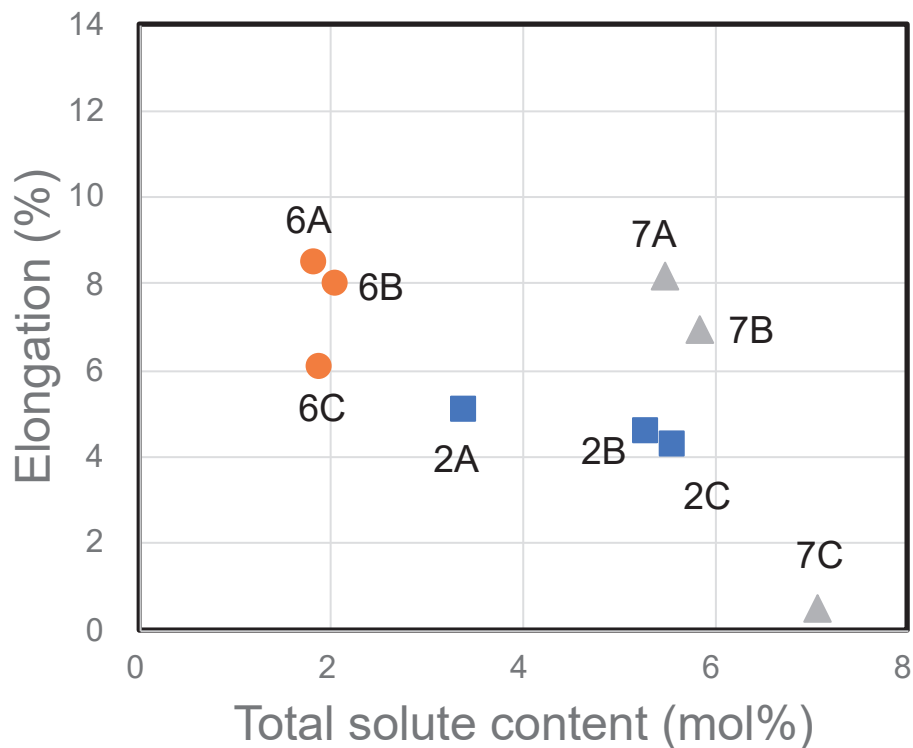


Fig. 5-32 部会試料 90%圧延材の破断伸びと主溶質元素量との関係

5. 7 まとめ

一般社団法人軽金属学会の「高強度アルミニウム合金研究部会」の共通試料（部会試料）を中心とした2000系、6000系、7000系アルミニウム合金冷間圧延材試料を用いて、引張特性に及ぼす加工および熱処理プロセスの影響について調査し、合金系ごとに報告した。

一般的な傾向として、冷間圧延率の上昇とともに、強度は上昇して、延性は低下した。合金元素の添加量が増加するほど、冷間圧延材の強度は高くなる傾向にあるが、これは冷間圧延時の主溶質元素量に依存する傾向が認められた。これは、合金組成を変化させた試料間の比較、およびある特定組成を有する合金において溶体化処理温度を変形させた試料の比較から、実験的に確認することができた。使用した3つの合金系の部会試料の全てについて、硬さと引張強さの主溶質元素量依存性を評価したところ、合金系によらず、強度はほぼ主溶質元素量の増

加とともに上昇する傾向を示した。一方、延性については主溶質元素量との明瞭な相関を示さず、6000系、7000系に比べて、2000系合金において延性が低下する結果となった。

これまで、さまざまな市販合金を用いた個別検討は行われてきたが、今回は使用地金、製造プロセス、結晶粒微細化添加元素の種類と量などの条件を一定に揃えて作製した部会試料を用いて検討を行なったことにより、対象とした2000系、6000系、7000系に共通する傾向を見出すことができた。これら茨城大学グループの成果を北海道大学研究グループや東京工業大学研究グループで検討しているナノスケールでの構造・組織解析の成果と統合的に研究することで、超強力アルミニウム合金を実現するための新たな合金開発やプロセスの開発の指針に結び付けことが期待される。

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、北海道大学研究グループ、東京工業大学研究グループと共同して行ったものである。この支援に対して軽金属奨学会および関係各位に感謝する。また、この統合的先端研究への支援だけに限らず、軽金属奨学会からはこれまでに継続的に支援をいただいております、ここに深甚なる謝意を表す。

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」で進めている研究協力の中で準備した共通試料(部会試料)を使用した。試料をご提供いただいた各社の委員と関係者に感謝する。また、本学研究グループの構成教員と学生の皆様のご協力に感謝する。

参考文献

- [1] 中島祐樹, 倉本 繁, 小林純也, 伊藤吾朗, 大石敬一郎, 青井一郎, 清水吉広:
軽金属, 68(2018), 621–626.
- [2] M. Moshtaghi, M. Safyari, S. Kuramoto, T. Hojo: International Journal of Hydrogen
Energy, 46(2021), 8285-8299.
- [3] M. Safyari, M. Moshtaghi, S. Kuramoto: Journal of Alloys and Compounds,
855(2021), 157300.
- [4] M. Safyari, M. Moshtaghi, S. Kuramoto: Materials Science and Engineering A,
A799(2021), 139850.

6. 総括

本統合的先端研究においては、合金組成やプロセスを系統的に変化させた試料を用い、「加工誘起による溶質再配置」による粒内クラスターの形成や粒界偏析について定量的解析を実施し、超強力化に必要な組織とそれを作り込むために必要なプロセス条件を明確にすることを目的として、3つの研究グループによる共同研究を実施した。

試料に関しては、一般社団法人軽金属学会の高強度アルニウム合金研究部会の共通試料（部会試料）を用いた。部会試料は、2000系、6000系、7000系についてそれぞれ3種類の合金であり、使用地金、製造プロセス、結晶粒微細化添加元素の種類と量等の条件を統一し、合金組成の影響のみを検討することが可能となっている。これらの試料を用いて、各グループが研究期間内に得た成果を以下にまとめる。

北海道大学グループは、X線小角散乱(SAXS)および中性子線小角散乱(SANS)を用いて、部会試料圧延材中のナノスケール組織の解析を実施した。SAXS測定用の装置の近傍に、熱処理用の電気炉と冷間加工用の圧延機を設置して、熱処理直後または冷間圧延直後のSAXS測定を可能にしている。またSAXS試料室の加熱装置導入により、室温から120℃の温度範囲で保持を行なった状態で、その場SAXS測定も可能としている。2000系合金、7000系合金について、溶体化処理材と冷間圧延材とのSAXS測定結果を比較することにより、両方の条件でナノスケールのクラスターが形成されること、クラスターの形成は冷間圧延により著しく促進されることを定量的に明らかにした。また測定時の保持温度を上昇させることにより、より大きな粒子が生じること、時効処理の進行に伴い、溶体化処理材と冷間圧延材のクラスターの体積率は、ほぼ同等となるか、合金組成によっては溶体化処理材を時効した方が高くなることも明らかにした。ナノスケールのクラスターは、粒内に存在して粒内の転位の運動を抑制することにより強度上昇に寄与するものと考えられ、より大きな粒子は粒界上に析出して、粒界の性状を変化させることにより、変形強度に影響を与えている可能性が考え

られる。

東京工業大学グループは、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部会試料のナノスケール組織を詳細に検討し、各合金の組織形成過程に及ぼす強加工の影響について検討を行った。溶体化処理材と90%冷間圧延材の熱分析の結果を比較することにより、冷間圧延材のクラスター形成に対応するピークが消滅することを明らかにした。これは、冷間加工材においては、加工中または加工後のごく短時間の室温保持により、クラスターが形成することを示唆しており、北海道大学グループの結果と一致する。また、6000系合金に関しては、北海道大学グループのSAXS、SANSではMg、Siの散乱挙動がAlのそれと近いために、測定が困難であるが、東京工業大学の熱分析の結果から、2000系、7000系試料と同様のクラスター形成が生じていることが示唆された。また、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も認められた。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。

茨城大学グループは今回の3グループでの研究で使用する高強度アルミニウム合金試料の作製、機械的特性評価、強化機構解析および全体の総括を担当した。各合金系に共通する一般的な傾向として、冷間圧延率の上昇とともに、強度は上昇して、延性は低下した。また合金元素の添加量が増加するほど、冷間圧延材の強度は高くなる傾向にある。これについては、合金組成を変化させた試料間の比較、およびある特定組成を有する合金において溶体化処理温度を変形させた試料の比較から、冷間圧延時の溶質量に依存することを実験的に確認することができた。なお、冷間圧延材の強度は、2000系、7000系合金においては、従来のT6処理を施した場合よりも高強度となったが、6000系合金においてはT6材と同等となった。使用した3つの合金系の部会試料の全てについて、90%冷間圧延材の硬さと引張強さの溶質量依存性を評価したところ、合金系によらず、強度はほぼ溶質量の増加とともに上昇する傾向を示した。一方、延性については溶質量との

明瞭な相関を示さず、6000系、7000系に比べて、2000系合金において延性が低下する結果となった。

3つのグループの結果から、冷間圧延によりナノスケールでの溶質の再配置が生じて、これが冷間圧延による強度上昇の一因となっていることが示唆される。また、2000系、7000系においてはよりサイズの大きな粒子の存在も認められ、これらは粒界に存在して強度特性に影響を及ぼすことも示唆された。そしてこれらの冷間圧延に伴う溶質の再配置が、溶質濃度と強度との関係に関与しているものと考えられた。これまで、冷間加工による溶質の再配置に関する情報は断片的なものであったが、本研究によって、このような現象が熱処理型アルミニウム合金で普遍的に生じることが明らかとなり、これを制御することによって、冷間圧延材の機械的特性を向上させる可能性が示されたと考える。

一方、本研究の期間内に明らかにすることができなかった課題がいくつかある。強度に関しては、溶質濃度との相関が明確になったものの、延性に関しては相関が不明確であった。これについては、延性を低下させる要因として集合組織やせん断帯の発達と考えられるため、それらの影響を今後明確にする必要がある。また、冷間圧延後の時効の影響については、ナノスケールでの溶質配置の変化に関しては、定量的な情報が得られたものの、それと対応する機械的特性の評価を十分に実施することができなかった。7000系合金に関しては、冷間圧延後の時効処理は強度上昇の効果があまり小さくなく、これが組織解析の結果とよく一致していた。さらに多くの合金組成やプロセス条件において機械的特性と溶質の配置との関係を詳細に検討することにより、今後機械的特性向上のためのプロセス条件を最適化することが可能となると考える。

新型コロナウイルス感染症の影響もあり、必ずしも当初予定した計画に沿った研究を実施することはできなかったが、本研究により、冷間加工による溶質再配置を利用して超高強度アルミニウム合金を開発するために有益な指針が得られたものと思う。

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実施されたものである。この支援に対して軽金属奨学会および関係各位に深甚なる謝意を表す。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」の共通試料を使用した。試料をご提供いただいた各社の委員と関係者に感謝する。また、本報告書をまとめるにあたって、多くの方々のご協力をいただいた。ご協力いただいた全ての方々に深く感謝する。

2021年10月

茨城大学 工学部 機械システム工学科

倉本 繁

北海道大学 大学院工学研究院 応用量子科学部門

大沼正人

東京工業大学 物質理工学院 材料系

小林郁夫