

熱処理型アルミニウム合金の粒界近傍の
合金元素の存在状態と粒界性格が
力学特性に与える影響

北海道大学 大学院工学研究院 材料科学部門

准教授 池田賢一

目次

I. 研究の概要.....	3
1. はじめに	4
2. Al-Mg-Si 合金多結晶を用いた粒界近傍の局所力学挙動の評価.....	5
2.1 研究背景と目的	5
2.2 実験方法.....	6
2.3 結果および考察	7
2.3.1 180°C時効材および 250°C時効材における粒界近傍の硬さ	7
2.3.2 180°C時効材および 250°C時効材の微細組織	7
2.3.3 粒界近傍の局所力学挙動	9
2.3.4 時効析出挙動に及ぼす粒界性格の影響.....	11
2.3.5 350°C過時効材を用いた局所力学挙動に及ぼす組織因子の影響.....	12
2.4 まとめ	13
3. Al-Mg-Si 合金のクリープ変形挙動に及ぼす時効生成物の影響.....	15
3.1 研究背景と目的	15
3.2 実験方法.....	15
3.3 結果および考察	16
3.4 まとめ	18
4. アルミニウム合金単結晶および双結晶作製手法の確立	19
4.1 研究目的.....	19
4.2 実験方法.....	19
4.3 結果と今後の展開	20
5. 参考文献	23
II. 研究成果	25
III. 総括と今後の展望	27
IV. 謝辞	29

I．研究の概要

1. はじめに

アルミニウム合金は、合金元素の種類や量によって、熱処理型合金と非熱処理型合金に分類される。この中で、熱処理型合金は、溶体化処理後の時効処理により生成する時効生成物による強化が可能な合金であり、Al-Cu合金、Al-Mg-Si合金、Al-Zn-Mg-Cu合金等が該当する。この中でAl-Mg-Si合金では、溶質原子の集合体であるクラスタが50～100℃程度の低温時効でアルミニウム母相内に形成されることが明らかになっており、時効処理温度や保持時間の違いによりG.P.ゾーン、準安定相 β'' 、 β' 、安定相 β が生成し、その析出強化量に影響を及ぼす強化因子として働くことになる。

構造材料にとって重要な力学特性として、硬さや耐力、伸び等が挙げられるが、時効生成物の種類や分布状態がこれらの特性に影響を及ぼすと考えられるため、結晶粒内の組織観察によりその関係が説明されてきた。ところで、実用構造材料の多くは多結晶材料であり、結晶粒間の界面である結晶粒界（以下、粒界と示す）を多数含む組織を有している。Al-Zn-Mg-Cu合金では、粒界上の析出物が無析出帯（Precipitate Free Zone: PFZ）を伴うことで合金のマクロな力学特性に影響を及ぼすことが知られており、力学特性を理解する上で、粒界の影響を無視することはできない。また、粒界を挟む両結晶の相対方位差によって示される粒界性格によって、PFZの幅が異なることも報告されていることから、粒界性格を制御した試料を用いた系統的な力学特性評価は、材料開発を行う上で基礎的かつ重要な知見となる。粒界性格を制御した試料を作製するためには、アルミニウム合金の単結晶および双結晶の作製手法を確立する必要がある。純アルミニウムの単結晶や双結晶の研究は多く行われているが、アルミニウム合金、特に熱処理型合金の研究例は少ないのが現状である。その理由として合金元素の濃度の制御が難しい点にあると考えられる。熱処理型合金の単結晶および双結晶の作製手法を確立することができれば、粒界近傍の力学特性だけでなく、粒界移動など再結晶の素過程となる現象の解明にも繋がることになる。

そこで本研究では、熱処理型アルミニウム合金の単結晶および双結晶作製手法の確立を目指しながら、多結晶試料を用いた熱処理型合金の力学特性に及ぼす時効生成物の影響ならびに粒界性格の影響について明らかにすることを目的とした。本報告では、以下の各項目に分けて得られた結果等について報告する。

- (1) Al-Mg-Si合金多結晶を用いた粒界近傍の局所力学挙動の評価
- (2) Al-Mg-Si合金のクリープ変形挙動に及ぼす時効生成物の影響
- (3) アルミニウム合金単結晶および双結晶作製手法の確立

2. Al-Mg-Si 合金多結晶を用いた粒界近傍の局所力学挙動の評価

2.1 研究背景と目的

構造材料の開発において、強度-延性バランスの向上が求められる。材料強度は粒内強度を高めることによって向上するが、粒界に応力が集中するため、破壊の起点となり延性低下を引き起こすことが課題である。それゆえ、強度と延性の両立にとって粒界の影響は無視できない。軽量構造材料としての用途が拡大している熱処理型アルミニウム合金に分類される Al-Mg-Si 合金において、塑性変形に対する粒界の影響を調査した報告が行われてきた[1]-[8]。また、人工時効を施したアルミニウム合金の粒界近傍には PFZ と、PFZ に隣接して不均一に粗大な析出物が分散する領域が形成されるということが報告されている[9-10]。PFZ は析出強化の影響が小さい領域であることから合金の力学特性に直接影響を及ぼすと考えられ、強度や延性、耐食性などの材料特性と PFZ を関連付けた研究が行われてきた[10-13]。

また、アルミニウム合金において析出強化以外の有用な強化法の一つとして結晶粒微細化強化がある。しかし、巨大ひずみ加工等を施して結晶粒径がサブミクロンレベルに微細化されると、合金内の結晶粒界の体積率の増加に伴い粒界析出と粒内析出が競合することや、超微細結晶粒における析出挙動が、粗大粒とは異なり析出強化能が減少することが報告された。したがって、析出強化能を損なわずに結晶粒微細化強化を付与するためには、粒界近傍の析出挙動を理解する必要がある、特に Al-Zn-Mg-Cu 合金等で研究がなされてきた[9, 14-20]。例えば Cai らは、Al-Zn-Mg-Cu 合金において PFZ 幅を粒界性格で系統的に分類した結果、粒界を挟む両結晶の対応度が良い粒界の PFZ 幅は、対応度が悪い粒界の PFZ 幅と比べて狭いことを報告している[20]。

粒界工学の分野では、多結晶体中の粒界において、良い特性を有する粒界を高密度に導入することが材料全体の特性を向上させることが多くの金属材料で報告されている。しかし、熱処理型アルミニウム合金においては、時効温度や時効時間を変化させた際の粒界近傍における力学挙動を系統的に研究した例は少なく、得られた結果を粒界性格で分類した報告はなされていない。

そこで本研究では、Al-Mg-Si 合金の圧延材を用いて、再結晶ならびに溶体化処理と時効処理を施した試料について、反射電子 (Back Scattered Electron: BSE) 像観察と電子線後方散乱回折 (Electron Back Scatter Diffraction: EBSD) 法で粒界性格分布を取得し、粒界を判別した。その後、粒界性格が異なる粒界についてナノインデンテーション試験と透過電子顕微鏡 (Transmission Electron Microscope: TEM) 観察を行い、局所力学挙動と時効析出挙動に及ぼす粒界の影響を調査し、その結果を粒界性格の観点から考察した。

2.2 実験方法

Al-0.62 mass%Mg-0.34 mass%Si 合金の冷間圧延材(板厚 1 mm)を、550°C-1 h の溶体化処理を施した後、氷水中に焼入れし、過飽和固溶体(SSSS)を作製した。この過飽和固溶体試料に対しオイルバスを用いて 180°C、250°C および 350°C の人工時効処理をそれぞれ施した。180°C と 250°C においては、亜時効材(180U, 250U)とピーク時効材(180P, 250P)において、同じ粒界性格を有する粒界に着目した。350°C においては、粒界析出物の影響を考慮するために過時効材(350O)を作製した。180U と 250U を作製した後、速やかに機械研磨およびバフ研磨を行い、最終仕上げとして電解研磨を行った。

各亜時効材の表面の結晶方位分布を EBSD 解析により取得した。得られた多結晶試料内の粒界性格分布も各結晶のオイラー角情報から求めた。本研究では、粒界性格を共通回転軸と回転角の関係から決定した。回転角が 15° 以上の粒界を大角粒界(High-angle grain boundary: HAGB)、2° ~15° 未満の粒界を小角粒界(Low-angle grain boundary: LAGB)と定義した。なお、対応格子(Coincidence Site Lattice: CSL)理論により求められる特殊な共通回転軸と回転角の関係を有する対応粒界も抽出し、本研究では対応度を示す Σ 値が 3 と 5 の粒界(CSL3, CSL5)を選択した。 Σ 値は粒界における両結晶の対応度の表す指標であり、その値が小さいほど対応度が良いとされている。

取得した粒界性格分布と BSE 像より圧痕位置からの相対距離を確認し、粒界を横切るようにナノインデンテーション試験を実施した。使用した装置は、Bruker 社製 TI950 Tribo indenter である。本研究では最大押し込み荷重を 500 μ N、測定点間隔を 1~3 μ m、負荷速度を 50 μ N/s、保持時間を 10 s に設定した。試験終了後、インデント位置を BSE 像で確認し、各圧痕と粒界の距離を粒界からの垂直距離で算出した。180U と 250U へのナノインデンテーション試験後、それぞれの試料に対し同じ温度による時効を追加してピーク時効材(180P, 250P)を作製し、亜時効時に試験した粒界と同じ粒界に対してナノインデンテーション試験を行った。350O についても同様に粒界性格分布を評価した後、最大押し込み荷重を 300 μ N もしくは 500 μ N、測定点間隔を 2 μ m、負荷速度を 50 μ N/s、保持時間を 10 s に設定し、ナノインデンテーション試験を行った。各時効材で粒界近傍のナノ硬さの分布を評価し時効による影響を検討した。350O については、高温かつ過時効の条件であることから、粒界近傍に PFZ が形成されることが予想される。圧入時に形成される塑性変形領域内に含まれる粒界等の構成要素の変化を調査するために、350O については、ナノ硬さ分布だけでなく、荷重 P を押し込み深さ h で除した(P/h) と h の関係を評価した。

各時効処理材をそれぞれ作製し、厚さが 0.20 mm 以下になるまで粗研磨したのち、直径 3 mm のディスク状に打ち抜いた。その後厚さが 0.10 mm 以下になるまで研磨したのち、ツイング電解研磨を施して TEM 観察用の試料を作製した。TEM 観察により、時効析出物の分布状態を評価し、エネルギー分散型 X 線(Energy dispersive X-ray spectroscopy: EDS)分析を併用し、粒内と粒界近傍の組成分析も実施した。

2.3 結果および考察

2.3.1 180℃時効材および 250℃時効材における粒界近傍の硬さ

180℃ 時効処理における粒界近傍のナノ硬さ分布を図 2.1 に示す。着目した粒界は、図中に示すように HAGB, LAGB, CSL3, および CSL5 である。図中の(a), (c), (e), および(g)が 180U であり, (b), (d), (f), および(h)が 180P である。180U では, 粒界性格によらず, 粒界近傍の硬さは粒内に比べて高かった。一方, 180P では, 粒界近傍の硬さは粒内に比べて低かった。また, 粒界近傍のナノ硬さが変化する領域である粒界影響部の幅は粒界性格によって差があり, HAGB は LAGB や CSL3, CSL5 と比べてその範囲は広いことが明らかになった。

250℃時効処理における粒界近傍のナノ硬さ分布を図 2.2 に示す。図中の(a), (c), (e), および(g)が 250U であり, (b), (d), (f), および(h)が 250P である。これらの結果から, 250U と 250P のいずれも粒界近傍での硬さの減少が確認された。また, 粒界影響部の幅は 180℃時効処理材と同様の傾向であった。

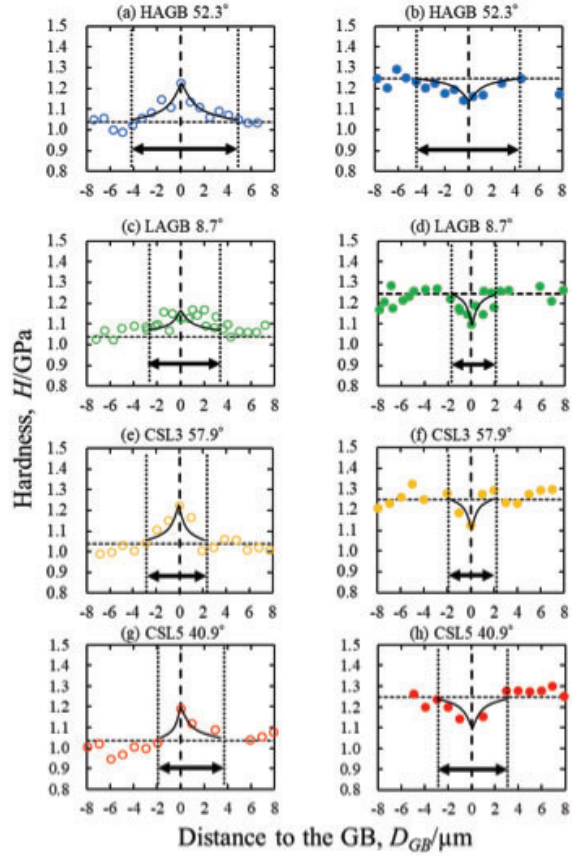


図 2.1 180℃時効材における粒界近傍のナノ硬さ分布 (a, c, e, g) 180U, (b, d, f, h) 180P

2.3.2 180℃時効材および 250℃時効材の微細組織

前節の結果より, 粒界影響部において, 粒内と比べてナノ硬さに変化が生じていることが明らかになった。この要因を調べるために, 粒内(粒界から数マイクロメートル離れた位置)と粒界近傍(粒界から 1 μm 以内)で組織観察を行った。180U の粒内および粒界近傍の TEM 明視野像を図 2.3 に示す。電子線入射方位は粒内および粒界の片側の結晶の<100>である。なお, 図中白抜きの矢印は粒内の析出物, 赤い矢印は粒界上の析出物(GBP), 黒い矢印は粒界(GB)を示している。図 2.3(a)と(b)に示すように, 観察領域全体に<100>に沿った針状のコントラストと点状のコントラストが確認できることから, β''の析出が生じていることが示唆される。また, 図 2.3(c)と(d)より, 粒界近傍においてもβ''の析出が確認できるが, 粒界からの距離によって析出物の分布状態が異なることが明らかになった。粒界近傍では, 別視野での観察も含めて確認した結果, 50 nm～100 nm 程度の PFZ と GBP が観察され, GBP は粒内と同様にβ''であることが示唆される。また, PFZ

の外側には粒内の析出物と比べてサイズが大きく、疎に分布している領域を確認することができた。粒界から粒内にわたって広範囲の観察を行った結果、粒界からの距離が $1\ \mu\text{m} \sim 3\ \mu\text{m}$ 程度の領域において β'' の数密度が上昇することが明らかになった。180P の粒内および粒界近傍の TEM 明視野像を図 2.4 に示す。図 2.4(a)は粒界に近い領域での粒内の組織を示しており、(b)は十分離れた位置での粒内の組織である。(b)においては、180Uと同様に $\langle 100 \rangle$ 方向に沿った針状および点状のコントラストが観察されることから、 β'' の析出が示唆されるが、粒界に近い領域では、後述する 250U の粒内で観察される大きさと同様の析出物が確認されたことから、 β' の析出が示唆された。また、(c)と(d)より、粒界上には GBP が確認されたが、180U とは異なり、多面体形状の析出物が確認された。EDS 分析の結果、GBP は安定相 β の可能性が高いことが明らかになった。これらの結果から、180U と 180P では、粒界近傍で析出物の成長が促進していることがわかった。

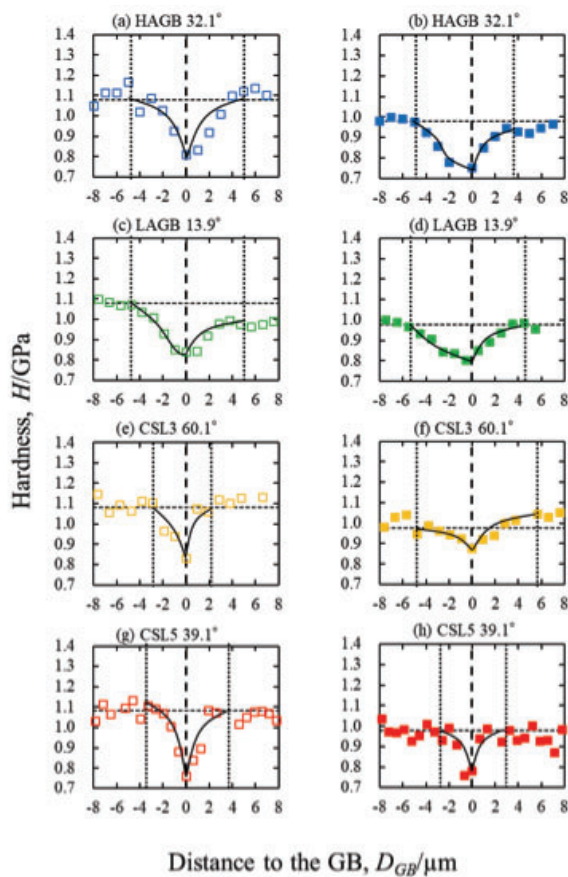


図 2.2 250°C时效材における粒界近傍のナノ硬度分布 (a, c, e, g) 250U, (b, d, f, h) 250P

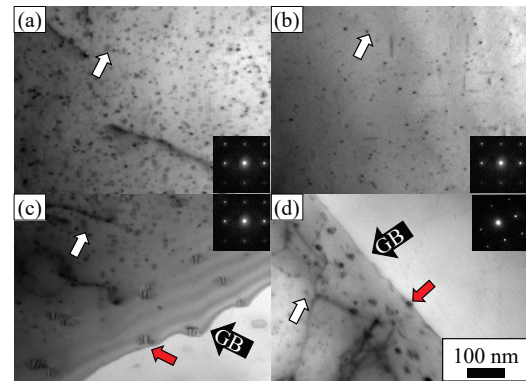


図 2.3 180°C等時効材 (180U) における粒内および粒界近傍の TEM 明視野像 (a, b) 粒内, (c, d) 粒界近傍

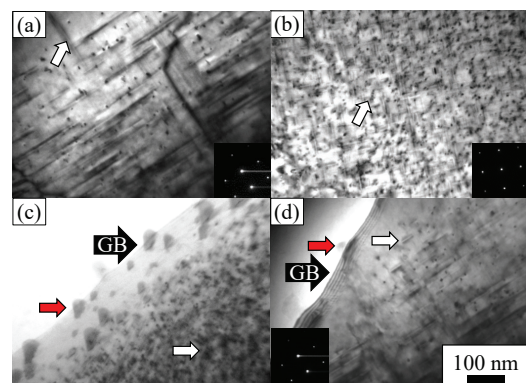


図 2.4 180°Cピーク時効材 (180P) における粒内および粒界近傍の TEM 明視野像 (a, b) 粒内, (c, d) 粒界近傍

250U と 250P の粒内および粒界近傍の TEM 明視野像を図 2.5 と図 2.6 にそれぞれ示す。電子線入射方位は、250U では粒内および粒界の片側の結晶の $\langle 100 \rangle$ であり、250P では $\langle 110 \rangle$ である。(a)と(b)は粒内の組織であるが、(a)の方が(b)よりも粒界に近い領域である。これらより、250°C 時効材の粒内では、180°C 時効材の析出物と比べて長い棒状コントラストが観察されたことから β' であることが示唆される。粒界上では楕円状のコントラストが確認された。180°C 時効材と同様に 250°C 時効材においても PFZ の存在を確認した。各図(a)に示すように、粒内の析出物においても粒界に近い領域の方が、析出物サイズが大きいくことが明らかになった。以上の結果より、250°C 時効材においても 180°C 時効材と同様に、粒界近傍において析出物の成長が促進していることが明らかになった。

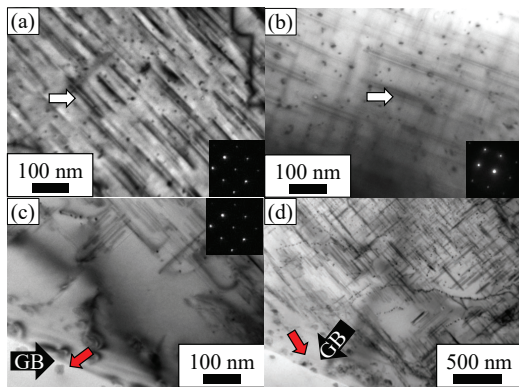


図 2.5 250°C 亜時効材 (250U) における粒内および粒界近傍の TEM 明視野像 (a, b) 粒内, (c, d) 粒界近傍

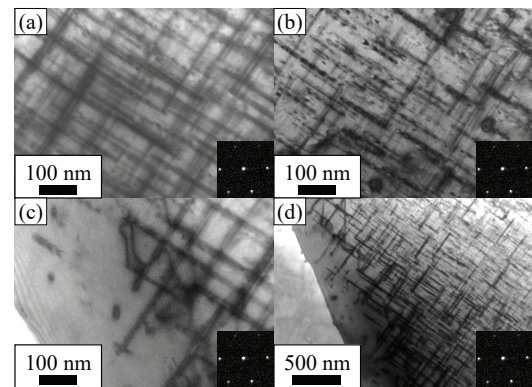


図 2.6 250°C ピーク時効材 (250P) における粒内および粒界近傍の TEM 明視野像 (a, b) 粒内, (c, d) 粒界近傍

2.3.3 粒界近傍の局所力学挙動

図 2.3 と図 2.4 では、PFZ の内部や隣接する領域で粒内の析出物よりも大きな析出物が観察された。この析出挙動は、Ma らや Ogura らが Al-Zn-Mg 系で報告している『Precipitate Sparse Zone: PSZ』や『遷移領域』と一致していると考えられる[9-10]。Ogura らは時効熱処理過程において、母相に過飽和に固溶する Zn, Mg 濃度(過飽和度)は粒界に近いほど減少し、かつ時効時間を増加させることで PFZ 内の平均 Zn, Mg 濃度も減少すると報告した。また、Miyazaki らは「組成傾斜時効法」を用いて組成に対する微細組織の変化を系統的に調査した[21-23]。例えば Ni-Al 合金において Ni-15 at%Al 合金と純 Ni とをアーク溶解を利用して接合した際、母相内の溶質濃度が異相界面に近づくにつれて減少し、界面から遠い高濃度領域における析出物 Ni_3Al と比べて、界面付近の低濃度領域では大きくまばらに析出物 Ni_3Al が分布すると報告した。これは母相と析出物の界面での平衡組成と析出物のサイズの間に依存性があり、低濃度側の析出は Gibbs-Thomson 方程式[24]に従うからであると考察している。また、PFZ の形成メカニズムは、析出に要する焼き入れ過剰空孔が結晶粒界に拡散し、粒界上で消滅するため粒界近傍で枯渇すること

よる空孔枯渇説と、溶質元素が粒界に拡散して粒界析出物を形成するため枯渇する溶質枯渇説が提案されている。Ogura らは Al-Zn-Mg 系合金において、亜時効時に形成される幅広の (>200 nm) PFZ は空孔枯渇によるものであることを、3DAP 法を用いて粒界近傍のアトムマップを取得することで説明した[17]。これより、粒界近傍における空孔濃度が低い程、析出物の数密度は小さくなると考えられる。さらに、180U の粒界近傍の広範囲の TEM 観察より、幅がともに 100 nm 程度である PFZ や PSZ に加えて、約 2 μm の範囲で析出物の数密度が高い『成長促進領域』が形成されることがわかった。これらの現象が生じることを踏まえると、本研究の結果より示唆される PSZ は以下の過程で形成されと考えられる。

- ① 焼き入れ時に導入された過剰空孔と溶質原子の複合体が粒界へ拡散し、粒界上に溶質原子が偏析し、粒界析出物を形成する。
- ② 粒界析出物の形成と、粒界上での空孔消滅に起因して粒界近傍の溶質濃度、空孔濃度がそれぞれ減少し、濃度勾配が形成される。
- ③ 時効初期においては、空孔濃度の減少により、粒内と比べて析出物の核生成がしづらくなる。加えて過飽和度が粒内と比べて低いため、Gibbs-Thomson 方程式に従い、大きな析出物が核生成し、疎に分布して、PSZ が形成される。

180U においては、粒内の強化相である β'' が十分には形成されないため、微細な Mg-Si クラスタや GP Zone が分散する。『成長促進領域』では、これらの多くが β'' へと成長することで、粒内と比べて β'' の数密度が増加したと考えられる。粒界から 200 nm 程度に位置する PSZ 上では、溶質濃度が低いことから、サイズの大きな β'' が析出したと考えられる。以上の結果より、180U では粒界近傍の硬さが粒内に比べて相対的に高い値を示したと考えられる。

180P においては、粒内ではクラスタや GP Zone が成長して β'' となり析出強化量が上昇する一方、『成長促進領域』と PSZ 上では核生成ではなく β'' から β' へと析出物が成長することにより数密度が低下し、析出強化量が相対的に低下することで、粒界近傍において硬さの減少がみられたと考えられる。

250°C 時効材においては、時効温度の上昇により過飽和度が減少するため、粒内には β'' と比べてサイズが大きい β' が疎に分散することで析出強化量が減少した。加えて 180°C 時効材と同様に溶質濃度と空孔濃度の低下より、サイズの大きな析出物が疎に分布して PSZ が形成した。さらに、『成長促進領域』では 180U とは異なり、強化相である β'' ではなく β' が、粒内の β' よりも成長してサイズが大きく、疎に分布していたことから、亜時効材であっても、粒界近傍では粒内と比べて低い硬さを示したと考えられる。

本研究結果を踏まえて、180U と 180P、250U および 250P の粒界近傍のナノ硬さと析出組織の関係についてモデル化を試みた。圧子を圧入した際の塑性域は、圧痕直径の 1.5 倍、圧入深さの 10~13 倍程度の大きさで半球状に形成される[25, 26]。ナノ硬さは、圧入時に導入される転位と、圧入時に形成される塑性変形領域の中に含まれる析出物などの因子との相互作用によって、決定づけられると考えられる。以上を考慮し、180°C時効材および 250°C時効材における粒界近

傍のナノ硬さモデルを図 2.7 に示す。(a)に示すように 180U では、粒界に近づくにつれて塑性変形領域内に『成長促進領域』上に高密度に分散した強化相 β'' が多く含まれるようになることから、硬さが増加する。粒界の極近傍では析出強化量の少ない PSZ と PFZ が塑性変形領域内に含まれることになり、硬さの増加が緩やかになると考えられる。一方、(b)に示すように『成長促進領域』において、180P では β'' が、250U と 250P では β' の成長に伴い数密度が低下し、塑性変形領域内に占める析出物の割合が減ることで、硬さの減少に至ったと考えられる。

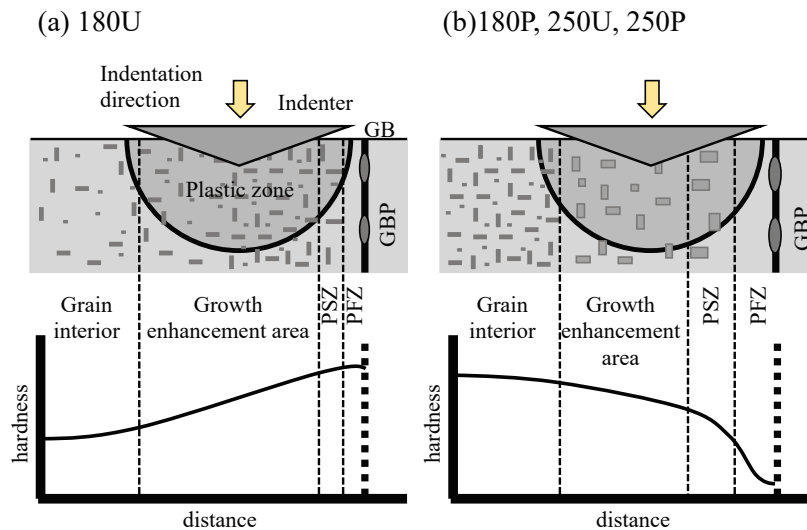


図 2.7 各時効材における粒界近傍の析出組織とナノ硬さの関係

2.3.4 時効析出挙動に及ぼす粒界性格の影響

各時効条件において粒界近傍のナノ硬さ分布は、粒界性格によってその粒界影響部の幅に違いが確認された。LAGB は HAGB と比べて粒界拡散が生じにくいことが予想される。また、回転角では HAGB に分類されるものの、CSL は粒界を挟んだ両結晶の原子のマッチングがよいため、ランダム粒界よりも溶質原子が拡散しづらい。さらに、粒界性格によって粒界近傍の原子密度の違いが焼入れ時の溶質原子の偏析量に影響を及ぼすことが考えられる。すなわち、粒界エネルギーの大きなランダム粒界では粒界偏析が起こりやすく、LAGB や CSL 等では起こりづらくなる [27, 28]。そのため、粒界近傍の溶質や空孔濃度勾配がランダム粒界近傍では大きくなり、LAGB や CSL では小さく形成される。したがって、時効処理中に粒界拡散で粒界析出物が形成し、粒界近傍の溶質原子が粒界へと拡散することで形成された粒界析出物が成長する際、ランダム粒界近傍ではより拡散しやすいため、時効が進むにつれ、より大きな勾配が形成され、PFZ, PSZ, および『成長促進領域』が広く形成されることになる。図 2.1 と図 2.2 より、LAGB, CSL3, CSL5 近傍の硬さ変化が認められる範囲が HAGB と比べて小さかった。これは、焼入れ時の粒界偏析量が少ないことと、粒界拡散が生じにくいことから析出物の体積率が小さくなり、それに起因して溶質

や空孔の濃度勾配の変化領域が狭くなったため、『成長促進領域』や PSZ, PFZ 幅が狭まり、『成長促進領域』内の析出物が影響を及ぼし始める領域が狭まったからであると考えられる。

2.3.5 350℃過時効材を用いた局所力学挙動に及ぼす組織因子の影響

前節までにおいて、粒界近傍の析出挙動とナノ硬さの関係を系統的に調査し、そのモデルを提案した。しかし、粒内と比べて硬さの低下が予想される PFZ や PSZ 上の硬さの情報や粒界そのものがナノ硬さに及ぼす影響を確かめることができなかった。これは、PFZ や PSZ の幅が狭く、本研究の測定条件では情報を得ることが困難であったことによる。そこで、各組織構成因子が局所力学挙動に及ぼす影響を明らかにするために、数マイクロメートルの PFZ を導入した試料を作製し、圧入時に形成される塑性変形領域内に含まれる析出物の割合を減少させた。作製した試料を用いて圧入時の塑性変形領域中に含まれる粒界等の組織構成因子の変化を調査するために、荷重 P を押し込み深さ h で除した (P/h) と h の関係を評価した。これまでの Fe 基合金の研究において、荷重-変位(押し込み深さ)曲線から両者の関係をプロットすると、その傾きは圧入により塑性変形に影響を及ぼす因子によって変化することが報告されている[29-31]。そこで本研究では、Al-Mg-Si 系合金において、同様の検討を行うこととした。

350℃過時効試料の TEM 観察, BSE 観察および EDS 分析の結果、粒界上の析出物(GBP)や数マイクロメートルの PFZ が確認された。粒内には棒状の β 相が存在しており、GBP は Si 単相や Al-Fe 系化合物が存在していることがわかった。このような組織を有する試料に対して、粒界性格分布を EBSD により評価し、HAGB, LAGB, CSL3, および CSL5 を選択してナノ硬さ分布を取得した。図 2.8 は、350O 材の粒界近傍のナノ硬さ分布である。粒界によって硬さの分布が異なることが明らかになった。BSE 観

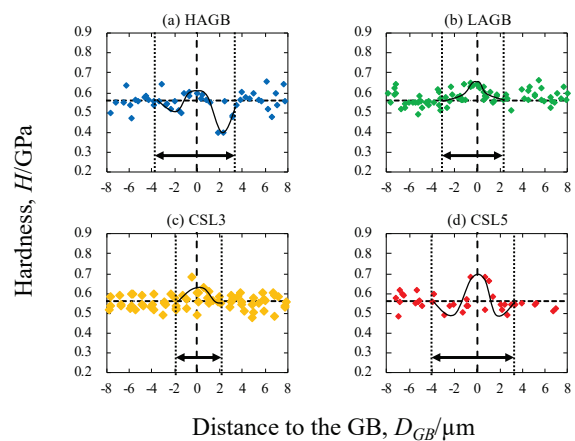


図 2.8 350℃過時効材における各粒界近傍のナノ硬さ分布

察により、圧痕と粒界近傍の圧入位置の関係を確認したところ、PFZ に圧入されている測定点に傾向が確認された。各粒界からの距離を PFZ 幅で規格化した距離とナノ硬さの関係を評価したところ、PFZ 内の硬さは以下の 3 つの領域に分類できることがわかった。(I) 粒内と比べて硬さが減少する領域、(II) 粒界に近づくにつれて硬さが増加する領域、(III) 粒界に近づくにつれて方が減少する領域の 3 つである。組織観察やこれまでの検討の結果、これらの要因は(I) 析出物が少ない PFZ の影響、(II) 粒界による転位のパイルアップの影響、(III) 隣接粒へのひずみの伝播の影響と考えている。(II)においては、粒界性格によってその影響が異なることが予想される。そこで、350O 材に存在する CSL5 において、 (P/h) と h の関係を 2 箇所の測定点で比較した。

図 2.9 は、ナノインデンテーション試験後の 350O 材に存在する CSL5 の粒界近傍の BSE 像および各圧痕の (P/h) と h の関係を示している。(a)は粒界から圧痕中心までの距離が $1.34\ \mu\text{m}$ 、(b)は $0.63\ \mu\text{m}$ である。(a)では、傾きの変化は確認できなかったが、(b)では、押し込み深さ $91\ \text{nm}$ において、傾きの増加が確認された。圧入による塑性変形領域は押し込み深さにより拡大する。したがって、(b)においては、押し込むことによって変形抵抗が増加することを示している。PFZ 内での変形抵抗増加を考えると、塑性変形領域内に粒界の影響が追加されたことによると考えることができる。

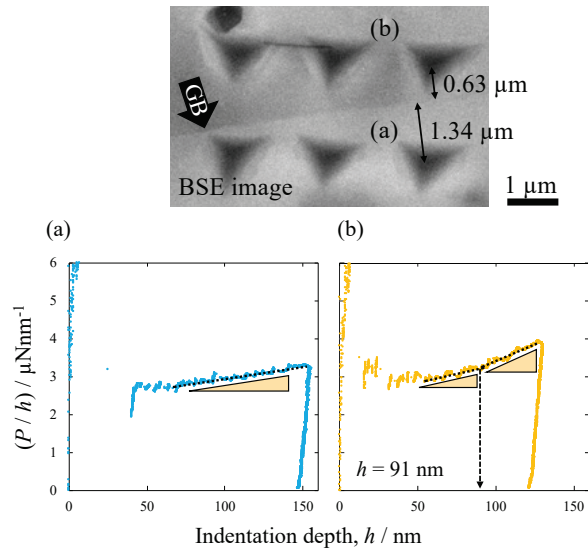


図 2.9 350℃過時効材の CSL5 における P/h と h の関係

350O 材の LAGB においても同様の解析を行った結果、粒界近傍において傾きの変化が確認された。その傾きは、CSL5 よりも小さいことがわかり、350O 材では LAGB よりも CSL5 の方が塑性変形に対する抵抗が大きいことが明らかになった。しかし、本研究では、多結晶試料を用いており、粒界面は試料表面に垂直に位置していると仮定している。粒界面の影響や時効析出物の影響など更なる評価のためにも双結晶試料を用いた試験に挑戦する必要がある。

2.4 まとめ

本研究では、Al-Mg-Si 合金多結晶材にナノインデンテーション試験と微細組織観察を行い、粒界性格が異なる粒界に着目し、時効析出挙動と局所力学挙動に及ぼす粒界の影響を調査し、得られた結果を粒界性格の観点から分類した。その結果、粒界性格は時効析出挙動へ影響し、力学特性に変化をもたらすことが示された。得られた結果を以下にまとめる。

- (1) 180℃亜時効材では、成長促進領域において変形において高い抵抗力を有する β'' が、粒内と比べて高密度に分散することで粒界近傍の硬さを増加させることがわかった。また、180℃ピーク時効材および 250℃時効材では、成長促進領域に粒内と比べて大きな析出物である β' が比較的疎に分布することで析出強化量が減少したため、粒界近傍で硬さが減少することが明らかになった。
- (2) 粒界性格によって粒界近傍の時効析出挙動は変化し、ナノ硬さが変化する領域に影響を及ぼすことが明らかになった。小角粒界や対応粒界では、大角(ランダム)粒界よりも変化する領域が狭くなることがわかった。

- (3) ナノインデンテーション試験で得られる荷重-押し込み深さ曲線から, (P/h) と h の関係の評価することで, 圧入時に形成される塑性変形領域内の変形抵抗について検討することが可能である。本研究では, 粒界性格によって (P/h) と h の関係で得られる傾きが異なることを示すことができた。粒界性格ならびに粒界面を制御した試料を用いた評価により, より系統的な議論を進めることが可能であるといえる。

3. Al-Mg-Si 合金のクリープ変形挙動に及ぼす時効生成物の影響

3.1 研究背景と目的

熱処理型アルミニウム合金の時効析出過程は、時効温度に保持することによって析出物が生成、成長する時間依存型の現象である。また、力学試験の中で、クリープ試験は一定荷重もしくは一定応力を負荷した状態でその時間依存型の変形挙動を評価する手法である。クリープ変形は、高温クリープは定常変形であり、最小クリープ速度が全体の挙動を代表するという前提に基づく議論であり、純金属や単相合金においてはほぼ成立するが、クリープ変形中に組織変化が起こる材料、例えば析出物により強化された材料においては、組織に定常状態はないため、この前提は成り立たない。例として、まだ安定相の形成に至っていない時効段階の熱処理型アルミニウム合金に対してクリープ試験を行う場合を考える。この場合、変形の進行とともに時効析出も進行し、変形中に溶質原子による強化または弱化、析出物の変化によるしきい応力の変化、変形中の転位密度増加による強化または弱化が複合的にクリープ速度に影響を及ぼし、組織変化を考慮しない場合の理論から予測されるものとは異なるクリープ変形挙動を示すことが予想される。そこでクリープ変形挙動に、時効析出過程に対応するような変化がみられるなら、その変化を考察することで、時効生成物がクリープ変形挙動に及ぼす影響についての新たな知見が得られる可能性や、時効析出による材料の連続的な強度変化過程を一度のクリープ試験から動的に捉えられる可能性が考えられる。

そこで本研究では、時効析出挙動とクリープ変形の共に時間依存型現象を組み合わせることによって新たな知見を得ることができないかと考え、熱処理型アルミニウム合金である Al-Mg-Si 合金を用いたクリープ変形挙動に及ぼす時効生成物の影響を明らかにすることを目的とした。

3.2 実験方法

本研究では、試料を比較的低い温度の Al-Mg-Si 合金の時効処理温度に保持した状態でクリープ試験を行う必要があるため、試料の加熱にオイルバスを利用したクリープ試験機を自作した。図 3.1 は作製した試験機を示す。オイルバスはマントルヒーターによって加熱することで、本研究の試験温度である 180℃以下を安定に保つことができるようになった。また、極低ひずみ速度での変形中の変位を測定するために、レーザー変位計を用いた。種々の予備試験を行い、適切な条件を設定することで、試験温度の±0.2℃の範囲に収まる温度安定性および高精度な変位測定から、 10^{-8} s^{-1} 以下のひずみ速度での変形挙動を評価可能となった。

本研究では Al-0.59 mass%Mg-0.29 mass%Si 合金を用いた。550℃-0.5 h の溶体化処理を施した試料を過飽和固溶体(SSSS)と示す。また、あらかじめ 180℃での時効処理を施し、初期組織を変化させた試料を作製した。これにより、クリープ試験中に析出物の分布状態等が変化することが変形挙動に及ぼす影響を捉えることが可能かどうかを調査した。時効処理として、180℃-2 h 実施した試料を亜時効(UA)材、180℃-25.5 h 実施した試料をピーク時効(PA)材と示す。

クリープ試験は、SSSS 材においては温度 180℃、負荷応力 100 MPa で実施した。時効処理 (UA, PA) 材においては、温度 180℃、負荷応力 80, 100, および 120 MPa とした。

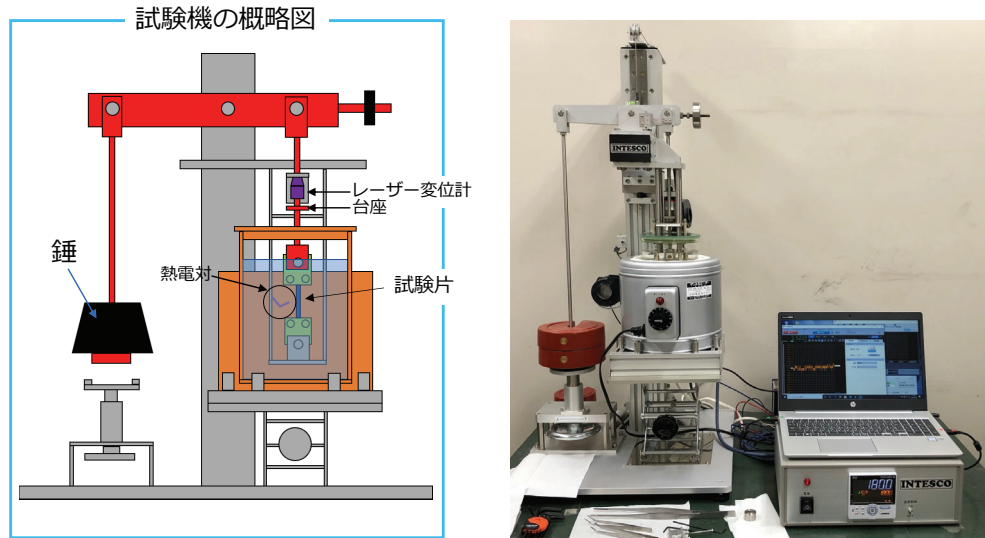


図 3.1 クリープ試験機

3.3 結果および考察

図 3.2 に SSSS 材のクリープ試験結果として、ひずみ速度-時間曲線を 180℃で時効した試料の室温引張試験より得られた 0.2%耐力の時効時間依存性をあわせて示す。0.2%耐力の変化より、約 50 h で低下が見られ、ピーク時効から過時効段階へ遷移していることが示唆される。クリープ試験結果からは、同様の時間帯において、ひずみ速度が上昇していることがわかった。ひずみ速度の上昇は変形抵抗の低下を意味しており、時効析出物の粗大化が生じていることが考えられる。しかし、クリープ試験では、変形で導入される転位がどのように影響しているのかなど、詳細については更なる検討が必要である。

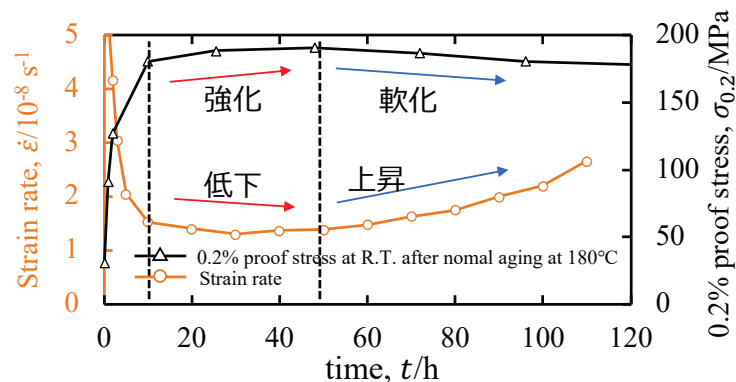


図 3.2 SSSS 材の 180℃-100MPa でのクリープ試験によるひずみ速度-時間曲線と 180℃で種々の時間時効処理を施した試料の室温引張試験による 0.2%耐力の時効温度依存性

UA 材と PA 材の 180°Cにおけるクリープ試験結果としてひずみ-時間曲線を図 3.3 に示す。負荷応力 80 MPa の場合, UA 材と PA 材の変形挙動にわずかな違いがあることが示唆された。100 MPa と 120 MPa では, 丸で囲んでいるように破断挙動が応力によって異なることが示唆された。これらのひずみ速度-時間曲線をそれぞれ図 3.4 と図 3.5 に示す。瞬間塑性ひずみは 100 MPa と 120 MPa とともに UA 材の方が大きいことがわかる。また, 破断時間は 100 MPa では PA 材の方が短い, 120 MPa では UA 材の方が短いという結果が得られた。瞬間塑性ひずみは初期の硬さに依存すると考えられるため, UA 材の方が加工硬化しやすく妥当な結果であると言える。100 MPa のクリープ試験では, 試験時間の経過とともに UA 材は時効析出物の数密度および体積分率が上昇することが考えられるため, 変形抵抗が上昇し, 破断時間が PA 材よりも長時間側になったと考えられる。一方, PA 材は時効が進み, 析出物のオストワルド成長による粗大化, 数密度の低下が生じるため, 変形抵抗の低下から破断時間が UA 材よりも短時間になったと考えられる。120 MPa のクリープ試験では, 破断時間は同等か UA 材の方がわずかに短い結果が得られた。これは, 負荷応力が UA 材の 0.2%耐力よりも高いことが予想される。図 3.2 は室温での 0.2%耐力を示しているが, 2 h 時効では 120 MPa 程度であることから, 180°Cの 0.2%耐力はさらに低下することが予想される。したがって, 高応力状態での変形となり, UA 材の時効析出物の成長の前に破断に至ったことが原因であると考えられる。

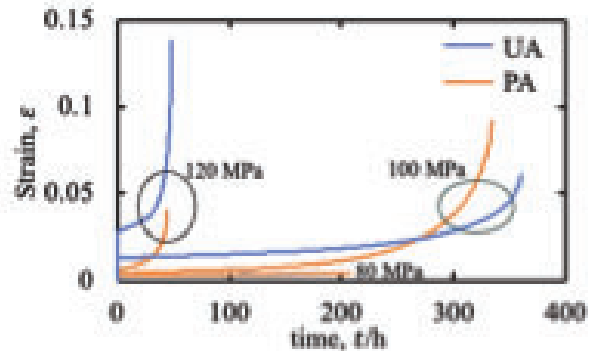


図 3.3 180°C時効材のクリープ曲線

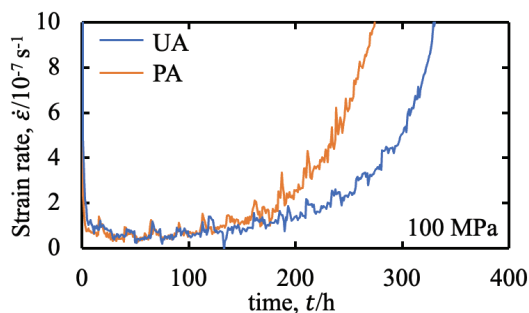


図 3.4 180°C-100MPa における
ひずみ速度-時間曲線

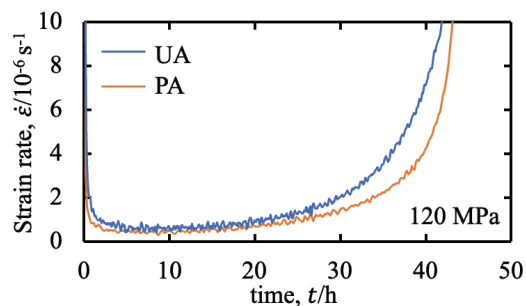


図 3.5 180°C-120MPa における
ひずみ速度-時間曲線

3.4 まとめ

本研究では、Al-Mg-Si 合金の時効温度におけるクリープ変形挙動に及ぼす析出生成物の影響を明らかにするために、時効温度を安定に保持でき、高精度なひずみ測定を可能にしたクリープ試験機を作製した。SSSS 材や予備時効材の時効温度におけるクリープ試験を実施し、クリープ曲線から時効析出物の生成もしくは成長挙動を動的に捉えることに挑戦したが、現時点では、明確な結果は得られなかった。引き続き、組織評価も行いながら検討していく必要がある。

本手法は高精度に時効析出物が及ぼす力学挙動の評価に用いることが可能である。熱処理型アルミニウム合金単結晶を作製することができれば、時効析出物が力学特性に及ぼす影響を、本装置を用いて評価が可能であると考えている。

4. アルミニウム合金単結晶および双結晶作製手法の確立

4.1 研究目的

本課題研究では、熱処理型アルミニウム合金の粒界近傍の力学特性に及ぼす時効生成物の影響や粒界性格の影響を解明することを目的として種々の検討を進めてきた。2 の報告では、Al-Mg-Si 合金多結晶中に存在する粒界に着目し、時効析出に伴う粒界近傍の局所力学挙動に及ぼす粒界性格の影響を評価した。粒界性格によって局所力学挙動の違いについて明らかにすることができたが、多結晶を評価していることから、粒界性格について重要なパラメータの一つである粒界面の影響を考慮できていないという課題が残されている。また、3 の報告では、自作の装置を用いて時効析出とクリープ変形というともに時間依存型の現象を組み合わせる時効析出物の生成、成長等を力学特性の変化によって捉えることを試みた。現時点ではその目的を達成できていないが、本手法を用いると、単結晶試料の時効析出挙動や時効生成物が力学特性に及ぼす影響について詳細に明らかにできる可能性を示すことができた。

以上のように、熱処理型アルミニウム合金の時効析出挙動に及ぼす粒界性格の影響や、時効生成物の力学特性に及ぼす結晶方位の影響を系統的に明らかにするためには、単結晶ならびに粒界性格を制御した双結晶試料の作製が必要であることが示唆された。そこで本研究では、導入装置であるブリッジマン法による単結晶育成装置を用いて、純アルミニウムならびに熱処理型アルミニウム合金の単結晶および双結晶試料の作製手法を確立することを目的とした。

4.2 実験方法

図 4.1 に導入した垂直ブリッジマン装置の外観ならびに加熱時に使用する電気炉を示す。本装置は 2 ゾーン式の構成となっており、温度勾配を与えることによって最適な単結晶育成条件を得ることができる。これまで、上下電気炉の温度およびルツボ引下速度を検討した結果、電気炉(上) 910℃、電気炉(下) 710℃、ルツボ引下速度 5 mm/h の条件を選択し、高純度アルミニウムを素材とした直径約 20 mm の単結晶育成を実施した。また、同条件を利用して図 4.2 に示した双結晶モールドを用いた双結晶育成も実施した。さらに、熱処理型アルミニウム合金として 6061 アルミニウム合金を選択し、高純度アルミニウムと同条件での単結晶育成も実施した。

育成した試料の組織評価のため、光学顕微鏡によるエッチング組織の観察ならびに結晶方位確認のため X 線背面反射ラウエ法を用いた。

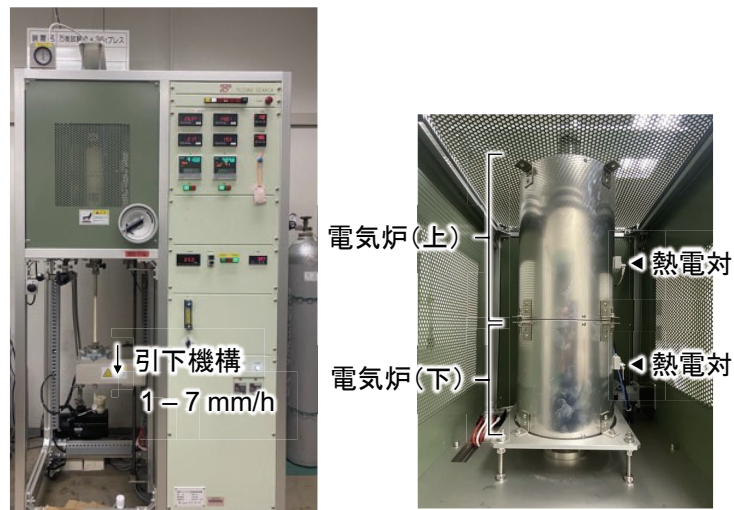


図 4.1 垂直ブリッジマン装置



図 4.2 双結晶育成用グラファイトモールド

4.3 結果と今後の展開

図 4.3 に育成した高純度アルミニウムの外観と先端側ならびに中心部断面の背面反射ラウエ法による回折パターンを示す。この結果より、高純度アルミニウムにおける単結晶育成に成功していると判断した。また、単結晶棒 2 本を種結晶として用いた双結晶試料についても育成を実施した。その結果、育成には成功したが、目的とする粒界性格を有する粒界が得られていない可能性があり、育成速度や温度勾配については更なる検討が必要であることがわかった。

図 4.4 に 6061 アルミニウム合金の育成後のエッチング写真を示す。高純度アルミニウムと同条件で育成を実施したが、全面単結晶は得られなかった。最終凝固部の光学顕微鏡像を図 4.5 に示す。(a)は育成後の組織であり、最終凝固部であることもあり、多くの金属間化合物が晶出していることが明らかになった。これまでの研究[32, 33]と比較すると、 Mg_2Si や Al-Fe-Si 系化合物等であることが示唆された。この試料を 550°C -24 h の均質化処理を施したところ、(b)に示すように金属間化合物の割合が減ることが確認できた。さらに、この試料の中心部から試料を採取して、 550°C -1 h の溶体化処理後に 250°C のオイルバスで時効処理を施した結果、図 4.5 に示すように

時効硬化することが確認できた。したがって、本装置で Al-Mg-Si 系合金の単結晶作製において、時効生成物構成元素である Mg や Si が残存していることが間接的に示された。詳細な元素分析等を実施する必要があるが、育成に用いる合金の組成を調整し、不純物元素を極力少なくした合金を準備することが重要であるという結論に至った。

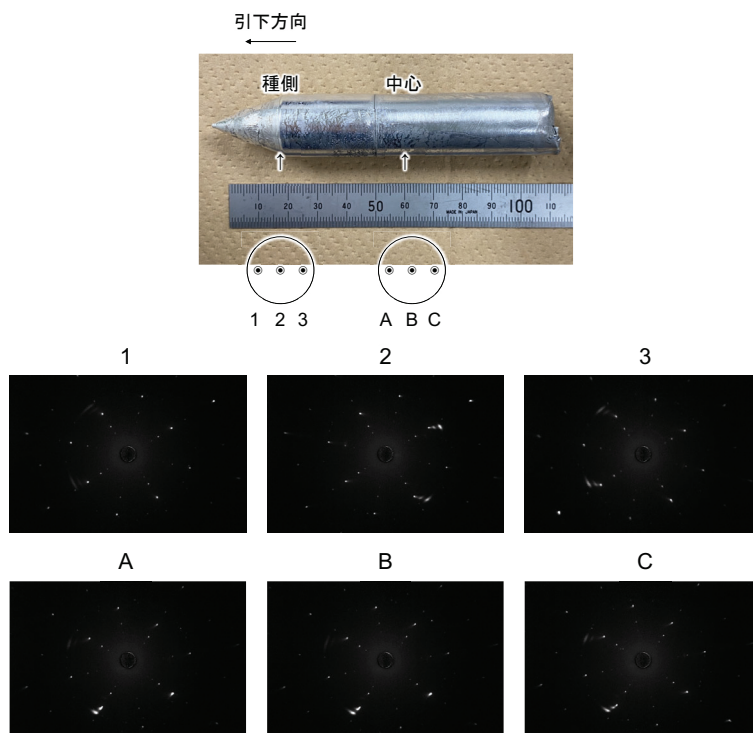


図 4.3 高純度アルミニウム育成試料と各点における X 線背面反射ラウエ法による回折パターン



図 4.4 6061 アルミニウム合金の育成後のエッチング写真

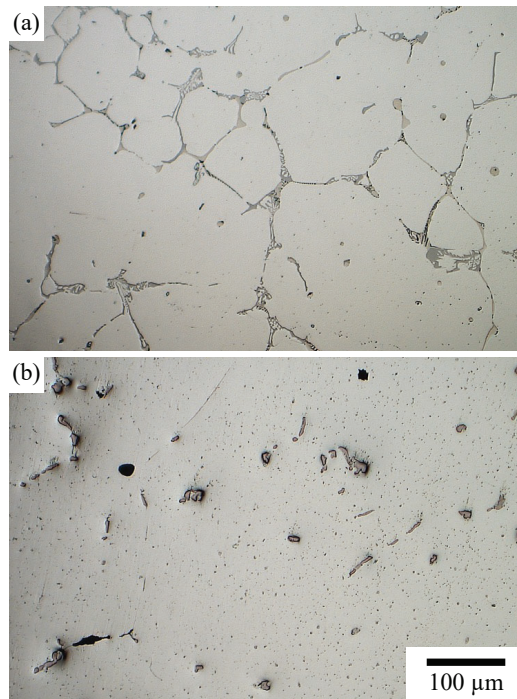


図 4.5 6061 アルミニウム合金の育成後試料の光学顕微鏡像(a)育成直後, (b)均質化処理後

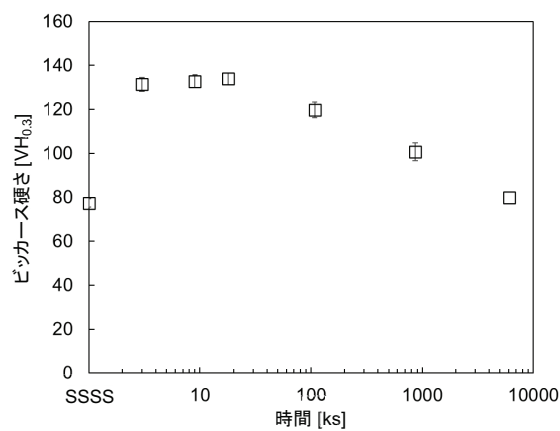


図 4.6 垂直ブリッジマン法で作製した 6061 アルミニウム合金の 250°Cにおける時効硬化挙動

本研究では, 導入した垂直ブリッジマン装置を用いて高純度アルミニウムおよび 6061 アルミニウム合金の単結晶作製を目指し, 育成条件の検討を実施した。最適条件の探索にはさらに時間を要する可能性があるが, 母合金の準備等を進めることができれば, Al-Mg-Si 合金単結晶および双結晶試料を作製することができると考えられる。得られた単結晶および双結晶試料を用いることで, 2 ならびに 3 で報告した手法を用いて, 熱処理型アルミニウム合金の力学特性に及ぼす時効生成物, 結晶方位, 粒界性格の影響について基礎的な知見が得られると考えている。

5. 参考文献

- [1] 馬場義雄, 吉田英雄: 軽金属, **31** (1981) 195-205.
- [2] 川畑武: 軽金属, **33** (1983) 38-54.
- [3] 上谷保裕, 石動正和, 松田健二, 多々静夫, 池野進: 軽金属, **42** (1992) 578-584.
- [4] 池野進, 上乗正信, 石動正和, 松田健二, 多々静夫, 上谷保裕: 材料, **42** (1993) 949-954.
- [5] 松田健二, 木戸耕介, 川畑常眞, 上谷保裕, 池野進: 軽金属, **53** (2003) 528-533.
- [6] 松田健二, 名徳康晴, 木戸耕介, 上谷保裕, 池野進: 軽金属, **53** (2003) 2-7.
- [7] 松田健二, 築山淳次, 上谷保裕, 池野進: 軽金属, **58** (2008) 388-394.
- [8] Sekhar AP, Mandai AB and Das D: J. Mater. Res. Technol. **9** (2020) 1005-1024.
- [9] P. P. Ma, C. H. Liu, Q. Y. Chen, Q. Wang, L. H. Zhan, J. J. Li: J. Mater. Sci. Technol. **46** (2020) 107-113.
- [10] T. Ogura, S. Hirosawa and T. Sato: Sci. Technol. Adv. Mater. **5** (2004) 491-496.
- [11] 小椋智, 廣澤渉一, 里達雄: 軽金属, **56** (2006) 644-650.
- [12] L.L. Liu, Q. L. Pan, X. D. Wang and S. W. Xiong: J. Alloy Compd. **735** (2018) 261-276.
- [13] L.H. Lin, Z. Y. Liu, W. J. Liu, Y. R. Zhou and T. T. Huang: J. Mater. Sci. Technol. **34** (2018) 534-540.
- [14] 堀田善治, 廣澤渉一, 松田健二, 寺田大将: 軽金属, **62** (2012) 398-405.
- [15] Y. H. Zhao, X. Z. Liao, Z. Jin, R. Z. Valiev and Y. T. Zhu: Acta Mater. **52** (2004) 4589-4599.
- [16] T. Hu, K. Ma, T. D. Topping, J. M. Schoenung and E. J. Lavernia: Acta Mater. **61** (2013) 2163-2178.
- [17] T. Ogura, S. Hirosawa, A. Cerezo and T. Sato: Acta Mater. **58** (2010) 5714-5723.
- [18] H. Zhao, F. D. Geuser, A. K. da Silva, A. Szczepaniak, B. Gault, D. Ponge and D. Raabe: Acta Mater. **156** (2018) 318-329.
- [19] K. Matsuda, T. Yasumoto, A. Bendo, T. Tsuchiya, S. W. Lee, K. Nishimura, N. Nunomura, C. Marioara, A. Levik, R. Holmestad, H. Toda, M. Yamaguchi, K. Ikeda, T. Homma and S. Ikeno: Mater. Trans. **60** (2019) 1688-1696.
- [20] B. Cai, B. L. Adams and T. W. Nelson: Acta Mater. **55** (2007) 1543-1553.
- [21] 小林野望, 墨武司, 小山敏幸, 宮崎亨: 日本金属学会誌, **60** (1996) 22-28.
- [22] T. Miyazaki, T. Koyama and S. Kobayashi: Metall. Mater. Trans. A **27** (1996) 945-949.
- [23] T. Miyazaki, T. Koyama and S. Kobayashi: Metall. Mater. Trans. A **30** (1999) 2783-2789.
- [24] J.W. Martin and R.D. Doherty: *Stability of Microstructure in Metallic System*, (Cambridge University Press, Cambridge, 1976) p. 163.
- [25] K. L. Johnson: Contact Mechanics, Cambridge University Press, Cambridge, UK (1985).
- [26] 糸数真哉, 村上敬宜: 日本機械学会論文集 (A 編), **59** (1993) 2560-2568.
- [27] T. Watanabe, S. Kitamura and S. Karashima: Acta Metall. **28** (1980) 455-463.
- [28] H.Y. Bi, H. Kokawa, Z.J. Wang, M. Shimada and Y.S. Sato: Scr. Mater. **49** (2003) 219-223.
- [29] S. Tsurekawa, Y. Chihara, K. Tashima, S. Ii and P. Lejček: J. Mater. Sci. **49** (2014) 4698-4704.
- [30] K. Sekido, T. Ohmura, T. Sawaguchi, M. Koyama, H.W. Park and K. Tsuzaki: Scr. Mater. **65** (2011) 942-945.

- [31] 中野克哉, 竹田健悟, 井誠一郎, 大村孝仁: 日本金属学会誌, **85** (2021) 40-48.
- [32] 大堀紘一: 軽金属, **38** (1988) 748-763.
- [33] Y. L. Liu, S. B. Kang, H. W. Kim: Mater. Lett. **41** (1999) 267-272.

II. 研究成果

【論文】

1. Takuya Hashimoto, Ken-ichi Ikeda, Seiji Miura: Mater. Trans., **64** (2023), 1959-1968.
<https://doi.org/10.2320/matertrans.mt-m2022217>
2. 池田賢一, 山瀬和葉, 三浦誠司, 井本浩史, 佐藤馨: 軽金属, **75** (2025), 130-136.
<https://doi.org/10.2464/jilm.75.130>

【学会発表】

1. 大谷友飛, 池田賢一, 三浦誠司, 富田高嗣, 岡田裕二, 古川雄一: 2023 年度日本鉄鋼協会・日本金属学会両北海道支部合同サマーセッション, 室蘭工業大学, 2023. 7.
2. 谷藤晶, 池田賢一, 三浦誠司, 高田健: 日本金属学会 2023 年度高温材料の変形と破壊研究会, 仙台, 2023. 9.
3. 谷藤晶, 池田賢一, 三浦誠司, 高田健: 軽金属学会北海道支部 2023 年支部講演大会, 苫小牧工業高等専門学校, 2023. 10.
4. 大谷友飛, 池田賢一, 三浦誠司, 富田高嗣, 岡田裕二, 古川雄一: 軽金属学会第 145 回秋期大会, 東京都立大学, 2023. 11.
5. 谷藤晶, 池田賢一, 三浦誠司, 高田健: 軽金属学会第 145 回秋期大会, 東京都立大学, 2023. 11.
6. 【招待講演】Ken-ichi Ikeda, Takuya Hashimoto, Seiji Miura: 7th International Indentation Workshop (IIW7), University of Hyderabad, India, 2023. 12.
7. 池田賢一, 石川知樹, 山瀬和葉, 三浦誠司: 軽金属学会第 146 回春期大会, 名古屋大学, 2024. 5.
8. 大谷友飛, 池田賢一, 三浦誠司, 富田高嗣, 岡田裕二, 古川雄一: 軽金属学会第 146 回春期大会, 名古屋大学, 2024. 5.
9. Ken-ichi IKEDA, Kazuha YAMASE, Seiichiro II, Seiji MIURA: The 19th International Conference on Aluminum Alloys (ICAA19), Georgia Institute of Technology, Atlanta, Georgia, USA, 2024. 6.
10. 池田賢一, 谷藤晶, 三浦誠司, 高田健: 軽金属学会第 147 回秋期大会, 群馬大学, 2024. 11.
11. 大谷友飛, 池田賢一, 三浦誠司, 富田高嗣, 古川雄一: 軽金属学会第 147 回秋期大会, 群馬大学, 2024. 11.
12. 【基調講演】池田賢一, 橋本拓也, 三浦誠司: 日本金属学会 2025 年春期(第 176 回)講演大会, 東京都立大学, 2025. 3.
13. 榎野駿介, 池田賢一, 滝沢聡, 三浦誠司, 成田麻未, 吉田英雄: 軽金属学会第 148 回春期大会, 北九州国際会議場, 2025. 5.

Ⅲ．総括と今後の展望

本研究は、熱処理型アルミニウム合金の強化機構を考える上で重要な時効析出現象に注目した。これまでの研究であり着目されていなかった粒界近傍での時効析出挙動と力学特性に及ぼす粒界性格の影響を系統的に明らかにすることを目的として研究を進めてきた。Al-Mg-Si 合金多結晶材を研究対象として、粒界近傍の局所力学挙動の評価、およびクリープ変形と時効析出現象というともに時間依存型の現象の相関について検討を進めた。また、垂直ブリッジマン法による単結晶および双結晶試料の作製手法の確立を目指し、条件設定等を検討した。以下に得られた結果を簡潔にまとめる。

Al-Mg-Si 合金多結晶材にナノインデンテーション試験と微細組織観察を行い、粒界性格が異なる粒界に着目し、時効析出挙動と局所力学挙動に及ぼす粒界の影響を調査し、得られた結果を粒界性格の観点から分類した。その結果、粒界性格は時効析出挙動へ影響することが明らかになった。特に、粒界を挟む両結晶の対応度(原子マッチング)によって粒界近傍のナノ硬さが変化する領域が異なることが明らかになり、成長促進領域が粒界近傍の強度を担っていることが示唆された。

Al-Mg-Si 合金の時効温度におけるクリープ変形挙動に及ぼす析出生成物の影響を明らかにするために、時効温度を安定に保持でき、高精度なひずみ測定を可能にしたクリープ試験機を作製した。SSSS 材や予備時効材の時効温度におけるクリープ試験を実施し、クリープ曲線から時効析出物の生成もしくは成長挙動を動的に捉えることに挑戦したが、現時点では、明確な結果は得られなかった。しかし、単結晶を用いることで、時効析出現象とその力学特性の結晶方位依存性について本手法を用いて明らかにすることができると考えている。

垂直ブリッジマン装置を用いて高純度アルミニウムおよび 6061 アルミニウム合金の単結晶作製を目指し、育成条件の検討を実施した。最適条件の探索にはさらに時間を要するが、合金組成や引下速度等、検討すべき因子を抽出することができた。

以上のように、多結晶材を用いた研究については、成果を得ることができたが、当初目的としていた単結晶および双結晶を用いた評価を十分には実施することができなかった。引き続き、検討を進めることで、熱処理型アルミニウム合金における時効析出現象が及ぼす力学特性の結晶方位依存性や粒界性格の依存性について系統的かつ基礎的な知見が得られると考えている。

IV. 謝辭

本研究課題は、2022 年度に採択された公益財団法人軽金属奨学会課題研究の助成により実施されました。多大なるご支援に心より感謝申し上げます。

本研究で使用した Al-Mg-Si 合金冷間圧延材、高純度アルミニウム押出材、および 6061 アルミニウム合金押出材は、株式会社 UACJ ならびに日本軽金属株式会社よりご提供いただきました。

本研究の遂行にあたり、北海道大学大学院工学研究院の三浦誠司教授、滝沢聡助教、大同大学工学部の高田健教授には多くのご助言をいただきました。また、本研究成果は、所属研究室大学院生の橋本拓也氏(現:DOWA メタルテック株式会社)、谷藤晶氏(現:石福金属興業株式会社)および白紙悠之氏とともに行った実験ならびに議論により得られたものです。

微細組織観察等で使用させていただいた TEM, FE-SEM, EBSD, EDS 等の使用にあたり、文部科学省マテリアル先端リサーチ事業課題(課題番号 JPMXP1222HK0035, JPMXP1223HK0062, JPMXP1224HK0056)として北海道大学の支援を受けて実施されました。また、X 線背面反射ラウエ装置の使用においては、北海道大学理学部の柳澤達也教授にご協力いただきました。

ここに特記して、関係各位に感謝申し上げます。

最後に、公益財団法人軽金属奨学会の今後の益々のご発展を祈念いたします。