

巨大ひずみ加工により作製された
超微細粒 Al 合金からの時効析出辻 伸 泰¹⁾ 寺 田 大 将²⁾
中 川 恵 友^{1)*} 金 谷 輝 人^{2)*}

1. は じ め に

近年、対数相当ひずみ4~5以上の極めて大きな塑性ひずみを材料に与える巨大ひずみ加工プロセスなどにより、平均結晶粒径数百 nm の超微細粒組織や平均粒径数十 nm のナノ結晶組織を有するバルク金属材料(バルクナノメタル)を作製することが可能となっている⁽¹⁾。従来用いられてきたバルク金属・合金材料の平均粒径が最小でも10 μm 程度であったのに対し、バルクナノメタルにおいては結晶粒微細化強化によって単純な化学組成でも優れた力学特性を獲得することが可能であり、リサイクル性にすぐれ環境にも調和する新世代の構造材料としての期待が大きい。一方、結晶粒超微細化によって粒界の密度が飛躍的に増加したバルクナノメタルは、従来金属・合金とは大きく異なる相変態・析出挙動を示すと考えられるが、それらに関する知見はまだほとんどない。本稿では、通常は時効析出を利用して機械的性質の向上を計ることの多いAl合金において、マトリクスを超微細粒化した場合の時効析出挙動を調べた筆者らの研究成果を紹介する⁽²⁾⁻⁽⁴⁾。

2. 超微細粒組織を有する種々の Al 合金の時効挙動

種々のAl合金をまず溶体化・水冷して、過飽和固溶体とした後に、ARB(accumulative roll bonding)法⁽¹⁾⁽⁵⁾による巨大ひずみ加工を室温で施し、マトリクスを超微細粒化した。得られた試料の時効熱処理を行い、析出挙動を調査した。典型的な時効析出型合金として知られるAl-2 mass%Cu合金の溶体化材(粗大粒径)の場合、通常は時効により、図1(a)に示すような板状の整合析出物(GPゾーンや θ' 、 θ 相など)が粒内に析出し、図2に示す典型的な時効硬化曲線を示す。ところが、溶体化後ARBによりマトリクスを平均粒厚さ約100 nmの伸長超微細粒組織とした後に時効を行うと、同じ温度で熱処理を行なっても、試料の硬さは単調に減少す

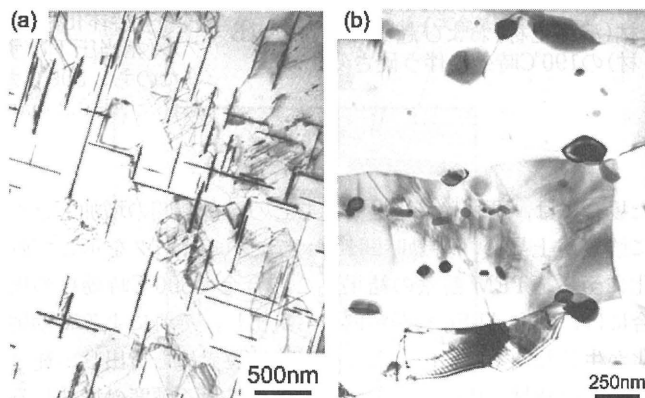


図1 時効熱処理を行ったAl-2 mass%Cu合金のTEM組織。(a)通常粒径材(溶体化材)。溶体化、水冷後、190℃で108 ks時効。(b)超微細粒材。溶体化、水冷後、室温で6サイクル(相当圧下ひずみ4.8)のARBを行ったのち、190℃で108 ks時効。

る(図2)。これは、図1(b)に示すように、高密度に導入された粒界上に析出物が優先的に析出して、粒内の整合析出物としては現れないこと、また回復と粒成長によりマトリクス組織が粗大化することによる。粒界析出物は塊状の形態を示し、準安定相を経由せずに安定相が析出していることが明らかとなっている。また、高速拡散経路である粒界が高密度に導入された超微細粒材における時効析出速度は、従来粒径材よりも3桁以上促進される⁽²⁾。すなわちこのことは、マトリクス組織をナノ化した場合には、従来の合金設計やプロセス指針が通用しないことを示している。

一方、図1、図2に示したような時効挙動と析出形態は、合金系にも大きく依存するようである。図3には、Al-0.2 mass%Sc合金をやはり溶体化後ARB加工し、450℃または300℃で時効した場合の硬さ変化を示す⁽³⁾。450℃時効の場合には、図2に示したAl-Cu合金の場合と同様に、試料の硬さは単調に減少する。これは主に、マトリクス組織の粗大化によるものである。一方、低温である300℃で時効を行っ

* 京都大学大学院工学研究科材料工学専攻；1)教授 2)助教(〒606-8501 京都市左京区吉田本町)

** 岡山理科大学工学部機械システム工学科；1)准教授 2)教授

Precipitation Behaviors from Ultrafine Grained Al Alloys Fabricated by Severe Plastic Deformation; Nobuhiro Tsuji*, Daisuke Terada*, Keiyu Nakagawa**, Teruto Kanadani** (*Dept. Materials Science and Engineering, Graduate School of Engineering, Kyoto University, Kyoto. **Dept. Mechanical Systems Engineering, Okayama University of Science, Okayama)

Keywords: severe plastic deformation, Al alloys, ultrafine grains, precipitation

2010年2月28日受理

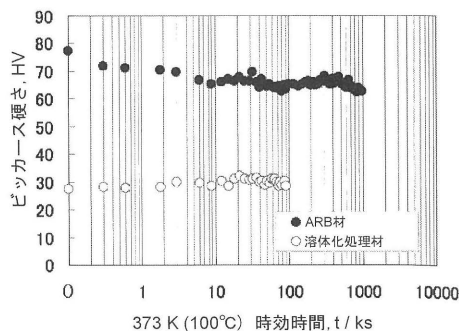
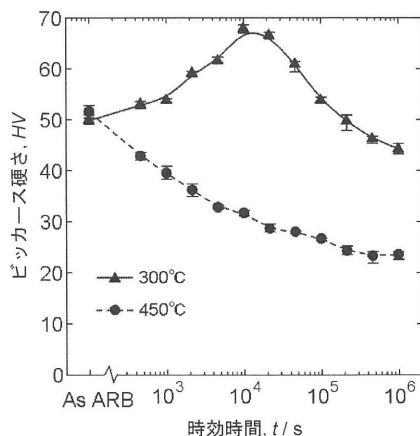
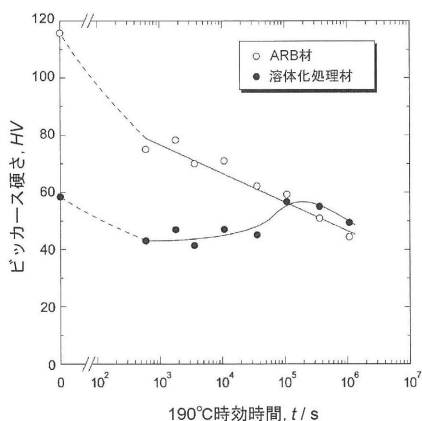


図2 Al-2 mass%Cu 合金の通常粒径材(溶体化材)および超微細粒材(ARB材)の190℃時効に伴う硬さ変化.

図3 溶体化, 水冷後, 室温で10サイクル(相当圧下ひずみ8.0)のARBを行ったのち, 300℃または450℃で時効を施した Al-0.2 mass% Sc 合金の硬さ変化.

た場合には、硬さは減少せず、むしろ時効時間の増加とともに強度が上昇し、時効時間 10^4 sあたりでピークを示して軟化に至る。TEM 観察の結果、この合金の 300°C 時効材の場合には、整合 Al_3Sc 相が粒内にも析出し、それによる時効硬化が生じたのである。ただし析出物は粒界にも析出し、従って粗大粒径材と比較すると、時効硬化による硬度の増加しろは小さい⁽³⁾。Al-1.0 mass% Si 合金の場合にも、溶体化、ARB 加工した試料を 100°C で時効熱処理すると、図 4 に示すように、巨大ひずみ加工・結晶粒超微細化による高い硬度が時効初期には減少するが、400 ks あたりの高時間側に時効硬化のピークが現れる。この場合にも、図 5 の TEM 組織に示すように、粒界だけでなく粒内にも Si が析出していることが確認された。なおこの合金の通常粒径材(溶体化材)の場合には、 100°C という低温では、図 4 に示す時間範囲では時効硬化は生じない。また、長時間時効後も両者の硬さには大きな差がある。さらに図 5 では、析出物により回復と粒界移動が抑制され、長時間時効後も伸長超微細粒組織が維持されている⁽⁴⁾。

3. おわりに

マトリクスが超微細粒化・ナノ組織化した Al 合金の時効析出挙動は、従来粒径材とは全く異なる様相を示す。従って、ナノ組織を使う場合には、それに適した合金設計と熱処理・プロセス設計が必要となる。マトリクスのナノ組織化と析出現象を組み合わせることで、ナノ組織を安定にしたり、機械的性質を最適化することも可能であると考えられる。実際、Cu 合金の場合には、超微細粒組織の粒内に微細析出物を分散させることにより、高い強度を維持したまま延性を向上させることが可能であるという実験結果がある⁽⁶⁾。また「粒界だらけ」の組織であるナノ組織母相からの相変態・析出現象は、従来の金属学的常識に必ずしも従わず、学問的にも大変興味深い。従来のバルクナノメタルの研究は純金属系材料に偏っており、種々の合金元素の影響に関する実験・理論両面における系統的な基礎研究が必要である。

文献

- (1) Edited by Michael J. Zehnbauer and Yuntian T. Zhu: Bulk Nanostructured Materials, Wiley-VCH, Weinheim (2009).
- (2) N. Tsuji, *et al.*: Sci. Tech. Adv. Mater., **5**(2004), 173-180.
- (3) D. Terada, *et al.*: Proc. of the 30th Risø Int. Symp. on Mater. Sci., Nanostructured Metals-Fundamentals to applications, Risø National Laboratory-DTU, Roskilde, Denmark (2009), 351-358.
- (4) 松村暢久: 修士学位論文, 岡山理科大学(2009).
- (5) N. Tsuji, *et al.*: Advanced Engineering Materials, **5**(2003), 338-344.
- (6) N. Takata, *et al.*: Scripta Mater., **60**(2009), 590-593.



★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★

1994年 3月 京都大学大学院工学研究科博士後期課程
修了

1994年 4月 大阪大学工学部助手

2000年 4月 大阪大学大学院工学研究科助教授

2009年 3月ー 現職

専門分野：構造用金属材料，材料組織学，材料強度学
◎鉄鋼・非鉄材料におけるミクロ・ナノ組織形成原理
の解明と，組織と力学特性の相関に関する基礎的研
究に一貫して従事。特に，超微細粒組織やナノ結晶
粒組織を有するバルクナノメタルに関する研究を世
界的に展開している。