

《様式B》

研究テーマ	「スケールアップした超高比強度アルミニウム合金の開発」		
研究責任者	所属機関名	国立大学法人豊橋技術科学大学	
	官職又は役職	助教	
	氏名	青葉 知弥	メールアドレス aoba@me.tut.ac.jp
共同研究者	所属機関名		
	官職又は役職		
	氏名		

(平成 28 年度募集) 第 29 回 助成研究 完了報告書

上記様式記載後

1. 実施内容および成果ならびに今後予想される効果の概要 (1, 000 字程度)
※産業技術として実用化の可能性や特許出願 (予定も含む) の有無についてもご記載ください。

Al 合金は、高比強度材料であるため輸送機器分野での需要が高い。近年では、巨大ひずみ加工法による結晶粒超微細化による母相強化が試みられており、高圧ねじり加工(HPT)等の各手法により高強度化が達成されているが、HPT で得られた試料では、厚さ 1mm に満たない硬貨サイズに限定される、原理的に不均一組織が出来やすく均一伸びが数%しかない、という問題があり実用は困難である。申請者らの研究グループが開発した多軸鍛造法(MDF)は、三軸方向からの均等鍛造により、実用サイズの均一超微細粒組織を有する材料が作製可能である。本申請では、Al 合金の MDF 時の組織と機械的性質の変化を調査することで実用サイズの高比強度アルミニウム合金の開発を目指した。母相として Al-Mg-Si 合金、Al-Mg-Zn 合金ならびに Al-Mg-Sc 合金の三種を選定し、これらの合金に多軸鍛造法 (MDF) を施し、その機械的性質と組織の変化を調査した。さらに、これらの合金は析出硬化型のアルミニウム合金のため、熱処理による更なる強度付与の可能性について検討した。Al-Mg-Si 合金 (6000 系 Al 合金) に多軸鍛造を施した結果、高密度のせん断帯導入により初期結晶粒が分断・微細化され、累積ひずみ 16 にて平均(重)結晶粒径 220 nm の超微細粒組織を得た。累積ひずみの増加に従い引張強度は増大し、 $\Sigma\Delta\epsilon = 16$ において 300 MPa となった。MDF 後に 393 K でピーク時効を行った結果、MDF 直後と比較して引張強度は 31 MPa、塑性伸びは 8.1 %それぞれ上昇した。Al-Mg-Zn 合金 (7000 系 Al 合金) に MDF 材とその後の人工時効を施した場合、降伏応力 532

MPa、全伸び 10.3%のバランスの良い機械的特性を示した。Al-Mg-Sc 合金（5000 系 Al 合金）に累積ひずみ 12.0 まで MDF を行うことで、平均結晶粒径と降伏応力はそれぞれ 0.78 μm と 410MPa となり、溶体化処理直後の 183 μm と 103MPa と比較して、顕著な結晶粒微細化と強度上昇が見られた。Sc を添加した Al-Mg-Sc 合金と添加無しの Al-Mg 合金にそれぞれ多軸鍛造を施した。同一の累積ひずみ条件で比較すると Al-Mg-Sc 合金の方が、より緻密かつ微細なせん断帯が観察された。この多軸鍛造により高強度化した各合金の熱処理による時効硬化特性を改善するために、時効硬化能を最も強く発現する条件を探索することで、更なる高強度化を達成できる可能性がある。さらに、最も優れた機械的性質を示した条件にて、より大きなバルク材での多軸鍛造を試みることで、実用サイズの高強度アルミニウム合金の開発に展開し得る。

2. 実施内容および成果の説明 (A 4 で、5 ページ以内)

1. 研究目的

Al 合金は、高比強度材料であるため輸送機器分野での需要が高い。近年では、巨大ひずみ加工法による結晶粒超微細化による母相強化が試みられており、高圧ねじり加工(HPT)等の各手法により高強度化が達成されているが、HPT で得られた試料では、厚さ 1mm に満たない硬貨サイズに限定される、原理的に不均一組織が出来やすく均一伸びが数%しかない、という問題があり実用は困難である。申請者らの研究グループが開発した多軸鍛造法(MDF)は、三軸方向からの均等鍛造により、実用サイズの均一超微細粒組織を有する材料が作製可能である。本申請では、Al 合金の MDF 時の組織と機械的性質の変化を調査することで実用サイズの高比強度アルミニウム合金の開発を目指した。Al-Mg-Si 合金、Al-Mg-Zn 合金ならびに Al-Mg-Sc 合金の三種の合金に対し、多軸鍛造法 (MDF) を施し、その機械的性質と組織の変化を調査した。さらに、これらの合金は析出硬化型のアルミニウム合金のため、熱処理による更なる強度付与の可能性について検討した。それらの結果を以下に示す。

2. 研究の成果

6000 系 Al 合金に、パス間ひずみ $\Delta\varepsilon = 0.4$ 、ひずみ速度 $3.0 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ の冷間多軸鍛造を累積ひずみ $\Sigma\Delta\varepsilon = 16$ まで行い、その後 373 K~448 K において人工時効処理を施して、微細組織観察と機械的特性試験を系統的に行った。6000 系 Al 合金に MDF を施すことにより、高密度のせん断帯導入により初期結晶粒が分断・微細化され、 $\Sigma\Delta\varepsilon = 16$ にて平均(亜)結晶粒径 220 nm の超微細粒組織を得た。累積ひずみの増加に従い降伏応力ならびに最大引張強度は増大し、 $\Sigma\Delta\varepsilon = 16$ においてそれぞれ 280 MPa と 300 MPa を達成した。また、MDF によって鍛造 3 面に $\{110\}$ が集積する特異な集合組織が発達した。MDF 材 ($\Sigma\Delta\varepsilon = 6$) に人工時効処理を施した結果、時効温度 423 K と 448 K では硬さは上昇せず一定時間後に軟化したが、時効温度を 393 K まで低下させることで時効硬化が発現し、結晶粒超微細化材に更なる強度付与を行うことができた。MDF 後の 393 K ピーク時効材は、MDF 直後と比較して引張強度は 31 MPa、塑性伸びは 8.1 %それぞれ上昇した。結晶粒を微細化した MDF 材の時効組織には、転位下部組織や(亜)粒界に沿った不均一な析出が確認され、それに伴い針状析出物の減少など一般的な時効材とは異なる析出状況が観察された。超微細粒 MDF 材の時効硬化能の低下は、転位下部組

織の回復と成長および転位や(亜)粒界に沿って偏在する微細な球状析出物の不均一な形成に伴う粒内の針状微細析出物の減少によると考えられる。

Al-Zn-Mg 系合金である 7075 合金と 7N01 合金に多軸鍛造法による巨大ひずみ加工を施した。これらの試料に対し、それぞれ人工時効処理と自然時効処理を施し、機械的特性試験と組織観察を行った。以下に得られた知見を記す。MDF 加工により、7N01 合金と 7075 合金の引張強度はそれぞれ 442 MPa (最大累積ひずみ $\Sigma\Delta\epsilon=2.4$)、575 MPa ($\Sigma\Delta\epsilon=1.2$) に到達した。7N01-MDF 材と、それに自然時効を施した試料はほぼ同等な機械的特性を示した。7N01-MDF 材に自然時効を施した場合、時効後に残存する転位下部組織の存在が η' 相の形成を抑制することが明らかとなった。7075-MDF 材に人工時効を施した場合、降伏応力 532 MPa、全伸び 10.3%の最もバランスの良い機械的特性を示した。この条件では、溶体化処理材の時効時よりも粗大かつ不均一な η' 相が形成されていることが明らかとなった。大気中の疲労試験を行った結果、自然時効処理の 7N01 合金では、MDF を施した試料の疲労強度が、MDF していない試料に比べて若干劣るが、人工時効処理の 7075 合金では、時効硬化と回復のトレードオフによって疲労強度に変化はなかった。7075-MDF-393K 材の疲労特性は、大気中と 3.5%NaCl 水溶液中で大きな差があったが、7N01-MDF-298K 材ではその差が小さい。両合金とも大気中と 3.5%NaCl 水溶液中で疲労き裂進展速度に大きな違いはなかった。両合金とも破断面には多くの MDF によって割れた金属間化合物が観察され、大気中と 3.5%NaCl 水溶液中で破面様相は異なっていた。また、巨大ひずみ加工材に時効処理を施す場合、一般的な時効温度よりも低い温度での時効が高い時効硬化能の発現に有効であるとされている。そのため、7075-MDF 材に自然時効を施し、その後の組織と機械的性質を調査した。その結果、時効後に残存する転位下部組織の存在が η' 相の形成を抑制し、人工時効よりも時効硬化量が減少し、ピーク時効での強度は人工時効とほぼ同等であるという結果であった。

Sc を添加した Al-Mg-Sc 合金と添加無しの Al-Mg 合金にそれぞれ多軸鍛造を施した。同一の累積ひずみ条件で比較すると Al-Mg-Sc 合金の方が、より緻密かつ微細なせん断帯が観察された。この 1-3 μm のせん断帯は新粒の形成サイトとなっており、低累積ひずみ $\Sigma\Delta\epsilon=1.2$ においてせん断帯内部で数百 nm 程度の微細な結晶粒が形成されていた。そのため、Sc 添加した合金は添加無し材に比べ、結晶粒の微細化速度が上昇しており、高累積ひずみ $\Sigma\Delta\epsilon=6.0$ ではいずれも結晶粒は等軸微細化していたが、それぞれ平均結晶

粒径 0.91 μm と 1.5 μm と差が生じた。それに伴って、引張強度ならびにビッカース硬度も、Sc 添加なしに比べて多軸鍛造の低累積ひずみ域で顕著に上昇した。Al-Mg-Sc 合金において累積ひずみ $\Sigma\Delta\epsilon=12.0$ まで多軸鍛造を行うことで、平均結晶粒径と引張試験で得られた降伏応力はそれぞれ 0.78 μm と 410MPa となり、溶体化処理直後の 183 μm と 103MPa と比較して、顕著に結晶粒微細化と強度上昇が見られた。今年度の 5 月の軽金属学会および 6 月の ICAA2018 にて、この結果を報告する予定である。

本研究課題の遂行により得られた成果を下記に示す。

【研究論文】

1. T. Aoba, M. Kobayashi, H. Miura, “Microstructure evolution and enhancement of mechanical properties by multi-directional forging and aging of 6000 series aluminum alloy”, Mater. Trans., 59 (2018) 373.
2. T. Aoba, M. Kobayashi, H. Miura, “Effects of aging on mechanical properties and microstructure of multi-directionally forged 7075 aluminum alloy”, Mater. Sci. Eng. A, 700 (2017) 220.
3. 青葉知弥、小林正和、三浦博己, “6000 系アルミニウム合金の冷間多軸鍛造と時効による微細組織変化と機械的特性向上”, 軽金属, 67 (2017) 277.

【学会発表】

1. 青葉知弥、小林正和、三浦博己、多軸鍛造 Al-Mg 合金の組織と機械的性質、軽金属学会 2018 年 5 月、発表予定
2. T. Aoba, M. Kobayashi, H. Miura, Microstructural evolution and change in mechanical properties of multi-directionally forged Al alloy、ICAA2018, 2018.6 発表予定
3. 青葉知弥、小林正和、三浦博己、多軸鍛造を施した Al-Mg-Zn 合金の機械的性質、軽金属学会 2017 年 11 月
4. 小林正和、上野宗太郎、青葉知弥、三浦博己、冷間多軸鍛造を施した Al-Zn-Mg 系合金の強度と環境疲労特性、金属学会 2017 年 9 月
5. 渡邊千尋、門前亮一、青葉知弥、三浦博己、超微細粒 Al-Mg-Sc 合金の変形挙動のひずみ速度・温度依存性、金属学会 2017 年 9 月

6. T. Aoba, M. Kobayashi, H. Miura, Microstructural evolution and change in mechanical properties of 6063Al alloy by multi-directional forging and subsequent aging、IUMRS-ICAM2017, 2017.8
7. 青葉知弥、小林正和、三浦博己、多軸鍛造加工による Al-Mg-Si 合金の機械的特性の変化、軽金属学会 2017 年 5 月