

令和 2 年 6 月 8 日現在

機関番号：13901

研究種目：基盤研究(B) (一般)

研究期間：2017～2019

課題番号：17H03411

研究課題名(和文) 計算状態図を基にした耐熱アルミニウム超合金の設計と高強度化に資する組織制御

研究課題名(英文) Design and microstructure control of aluminum based superalloys based on thermodynamic calculation

研究代表者

高田 尚記 (Takata, Naoki)

名古屋大学・工学研究科・准教授

研究者番号：70432523

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 12,500,000円

研究成果の概要(和文)：本研究では、200 以上の耐用温度を実現するアルミニウム (Al) 鍛造合金の開発を目指し、体積率10%以上の金属間化合物相により強化されるAl基超合金の設計を試みた。実用の観点から汎用元素であるMg, Znに着目し、熱力学データベースを利用した計算状態図を基に新たな合金 (Al-5Mg-3.5Zn (at. %)) を設計した。設計合金は微細析出形態を有する安定なAl<sub>6</sub>Mg<sub>11</sub>Zn<sub>11</sub>-T相により強化され、インペラ使用想定温度200 にて既存合金を凌ぐ高強度を有することを実証した。また、本合金は良好な室温靱性や高温の良好な成形性を示し、新たなインペラ部材として有望である。

研究成果の学術的意義や社会的意義

現状、耐熱性アルミニウム (Al) 合金が自動車用エンジンのターボチャージャーにおける圧縮機内部のインペラに使用されている。既存の合金の適応限界温度は160～180 であり、エンジン高効率化には圧縮機内部の高温・高圧化による圧縮比向上の観点から、高温強度の向上が要求されているが、本研究はその社会的要求を満たす新たな耐熱Al合金の設計原理の基盤を構築したものである。

研究成果の概要(英文)：We designed an aluminum (Al)-based alloy with the alpha-Al (fcc) matrix strengthened by the T-Al<sub>6</sub>Mg<sub>11</sub>Zn<sub>11</sub> (cubic) intermetallic phase using a large two-phase region of alpha and T phases in the Al-Mg-Zn ternary system. Thermodynamic calculations assessed a composition of Al-5Mg-3.5Zn (at.%) for the designed alloy. The granular precipitates of the T phase were dispersed rather homogeneously in the alpha-Al matrix at temperatures above 300 °C. After aging at 200 °C, numerous fine precipitates with a mean size of ~20 nm in the grain interior were observed. The present alloy (pre-aged at 200 °C for 1 h) exhibited a high yield strength of approximately 260 MPa at 200 °C, much higher than those of the conventional Al alloys.

研究分野：材料組織学

キーワード：アルミニウム合金 金属間化合物 計算状態図 析出 高温強度

様式 C-19、F-19-1、Z-19 (共通)

1. 研究開始当初の背景

(1) 耐熱性アルミニウムの現状

現在アルミニウム (Al) 合金の高温部材への適応は限られているが、既存の耐熱性 Al 合金に分類される鍛造用 2218 合金 (Al-4Cu-2Ni-1.5Mg (wt%)) や鍛造用 2618 合金 (Al-2.3Cu-1.2Mg-1.1Fe-1.0Ni (wt%)) または鋳造用 354 合金 (Al-9Si-1.8Cu-0.5Mg (wt%)) が自動車用エンジンのターボチャージャにおける圧縮機内部のインペラに使用されている。2000 年代に入って環境規制の厳格化によって普及した燃費の良いディーゼルエンジンは、トルク・出力の向上、排気ガスクリーン化を目的のためターボチャージャが搭載されている。更なるエンジン高効率化には、圧縮機内部の高温・高圧化による圧縮比向上が効果的であり、インペラ部材の高温強度の向上が要求される。現状主に使用されている合金 (2618) の適応限界温度は 160~180°C であり、融点  $T_m$  の半分以下 ( $0.45T_m$ ) である。図 1 に、既存の耐熱アルミニウム合金の温度に伴う強度の変化を示す。既存の耐熱アルミニウム合金は規格化されている熱処理温度 (T6 人工時効処理温度: 160°C~200°C) 以上の温度で著しい強度低下を示す。

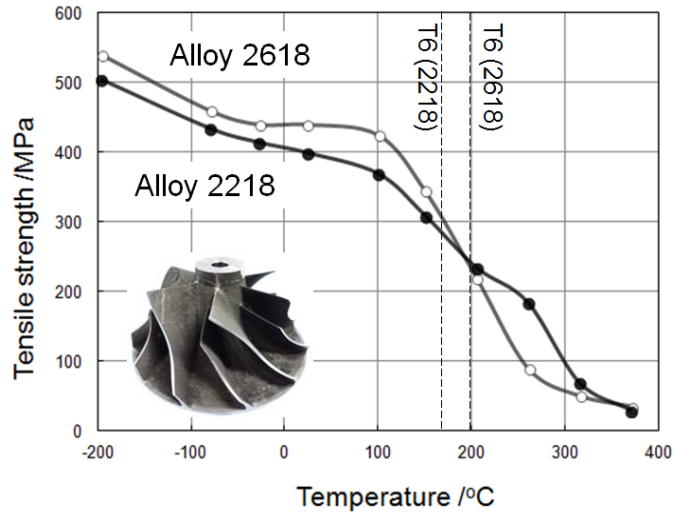


図 1 既存の耐熱アルミニウム合金の温度に伴う強度の変化

図 2 に、既存の熱力学データベースを基に解析した 2618 合金の構成相を示す。本合金は時効処理に析出する S 相 (体積率: 約 5%) によって強化され、200°C の時効処理においては準安定相である S' 相が析出する。したがって 200°C 以上の使用温度において、準安定相は安定相 (S 相) に相変態し、それに伴って析出物が著しく粗大化し、顕著な弱화를招く。したがって、(1) 限られた強化相の体積率、(2) 強化相の不安定性 (準安定相の使用) が既存のアルミニウム合金の高温強度の問題点として挙げられるのは時効処理により析出した強化相の高温 (使用温度) における粗大化に起因する。

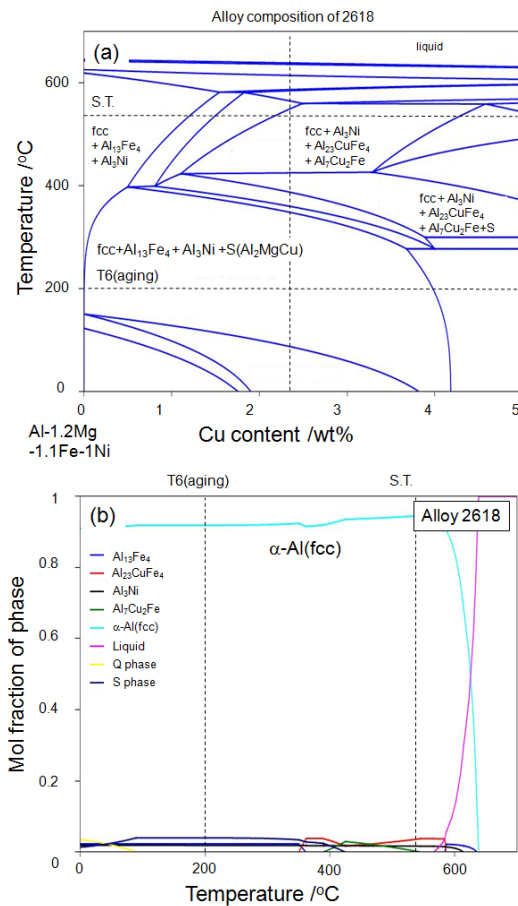


図 2 (a) 既存の熱力学データベースを用いて作成した Al-Cu-Mg-Ni-Fe 5 元系状態図上に示した 2618 合金の合金組成と (b) 本合金の温度に伴う構成相の平衡モル分率の変化。

(2) 耐熱アルミニウム超合金設計の着想

融点の 6 割の温度域 ( $0.6T_m$ ) 以上で使用されるニッケル (Ni) 基超合金は鍛造合金、鋳造合金ともに多く存在するが、何故同じ fcc 母相を有するアルミニウム (Al) 基超合金は存在しないのか? これが本研究の着想である。

新たな耐熱用 Al 基超合金の設計の可能性を示す上で、先ず Ni 基超合金の熱処理による組織制御の特徴を述べる。Al 合金同様、溶体化処理 ( $\gamma$  (fcc) 単相化) 後、強化相である金属間化合物相 ( $\gamma'$ -Ni<sub>3</sub>Al 相) を析出させる。多くの Ni 基超合金において強化相の体積率は非常に高い (一般の鍛造 Ni 基合金の体積率は 10~20%、鋳造合金は 50%~70%)。また熱力学的安定な平衡相 ( $\gamma$  母相と平衡する  $\gamma'$ -Ni<sub>3</sub>Al 相) による強化は、高温の安定な組織形態を維持し、優れた高温強度を実現する。

以上のような研究背景から、体積率 10% 以上の金属間化合物相 (平衡相) により強化される新たな耐熱 Al 合金の設計の着想に至った。高い体積率の強化相を実現するためには、高温 (溶体化処理時) における  $\alpha$ -Al (fcc) 相の非常に小さい固溶限が問題となる。そこで熱力学の観点から  $\alpha$ -Al の固溶限を拡大させる汎用元素として Mg と Zn を選択し、既報の熱力学データベースを基

にした計算状態図を用いて Al-Zn-Mg 3 元系合金の設計を行う。

## 2. 研究の目的

本研究は、耐用温度 200°C を超えるアルミニウム基超合金の設計原理構築を長期的な目標とし、熱力学データベースを用いた計算状態図を基に設計した Al-Mg-Zn 3 元系モデル合金における金属間化合物（立方晶  $\text{Al}_6\text{Mg}_{11}\text{Zn}_{11}$ -T 相）の析出と高温強度及びそれらに及ぼす化合物の構造因子の影響を調べ、200°C にて使用可能なターボチャージャ用インペラ材に適用できる新たな耐熱アルミニウム合金と高強度化に資する組織制御のための熱処理プロセスを提示する。

## 3. 研究の方法

### (1) 熱力学計算に基づいた合金設計

本研究では、既報の熱力学データベースを用いた熱力学計算を基に、T 相（図 3(a)）と  $\alpha$ -Al 相の二相から構成される Al-5Mg-3.5Zn (at%) 合金を設計した。Al-Mg-Zn 3 元系状態図の 450°C 等温断面図（図 3(b)）は、 $\alpha$ -Al 単相域が高温で広い組成範囲を有することを示す。T 相/ $\alpha$ -Al 相の tie-line に沿った縦断面図（図 3(c)）は、本合金は高温の溶体化処理により  $\alpha$ -Al 単相化し、低温の時効処理により高い体積率の T 相が析出することを示す。なお、本合金組成の T 相は 200°C において約 10% の平衡体積率を有すると熱力学計算によって予測される。

### (2) 設計合金の溶製、組織制御及び機械的性質の評価

合金インゴットは、Al（純度 99.99%）、Mg（純度 99.9%）、Zn（純度 99.9%）を設計した組成に秤量し、Ar 雰囲気下における高周波誘導炉を用いて溶製した。この試料に溶体化処理（480°C/24 h）を施した後、水焼入れした。さらに、溶体化材を 200°C と 300°C にて時効処理を施し、水焼入れした。作製した試料の組織観察には走査型電子顕微鏡（SEM, JEOL JSM-6610）及び透過型電子顕微鏡（TEM, JEOL JEM-2100plus）を用いた。TEM 観察用薄膜試料は、JEOL イオンスライサーを用いて Ar イオン加工を施し作製した。引張試験には、本合金インゴットから切削加工により作製した鋸つき棒状試験片（直径 6 mm, 評点間距離 30 mm）を用いた。試験温度は室温から 300°C, ひずみ速度は  $1.0 \times 10^{-3}/\text{s}$  の条件下で行った。

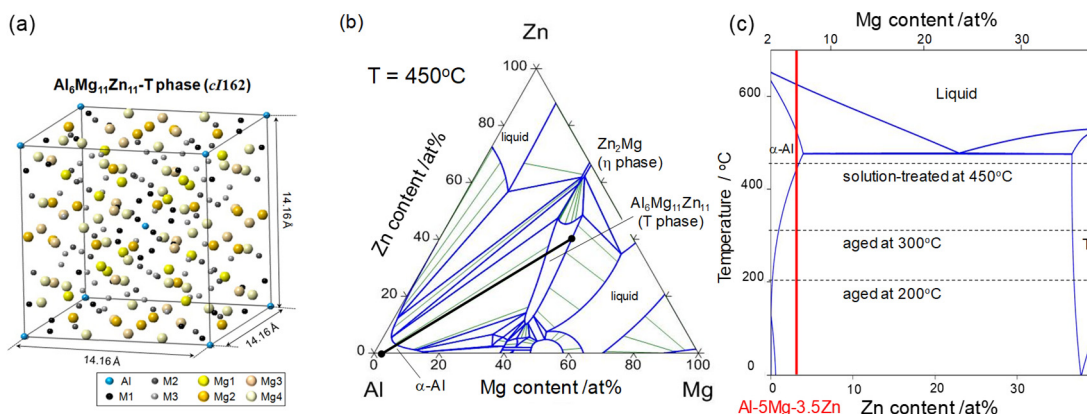


図 3 (a)  $\text{T-Al}_6\text{Mg}_{11}\text{Zn}_{11}$  金属間化合物相の結晶構造, (b) 熱力学計算を用いて作成した Al-Mg-Zn 3 元系状態図における 450°C 等温断面図, (c) Al-Mg-Zn 3 元系状態図における  $\alpha$  相と T 相の tie-line に沿った縦断面図上に示した設計合金組成 (Al-5Mg-3.5Zn (at%)) .

## 4. 研究成果

### (1) 設計合金の組織制御

Al-5Mg-3.5Zn 合金は、480°C/24 h の溶体化処理にて  $\alpha$ -Al 単相化が可能であることを明らかにした。これは、熱力学計算による相領域の予測（Fig. 3(c)）と一致する。したがって、本合金は計算状態図から予測した  $\alpha$ -Al 単相温度を基に溶体化処理が可能である。

本合金に溶体化処理後 300°C 以上の温度にて時効を施すと、 $\alpha$ -Al 母相から直径数百 nm の T- $\text{Al}_6\text{Mg}_{11}\text{Zn}_{11}$  相が析出する。図 4 に時効温度と保持時間に伴う設計合金の組織変化を示す。TEM を用いた詳細な電子線回折図形の解析（図 5(a)）、 $\alpha$ -Al 母相から析出した T 相は  $(1-11)_\alpha // (1-21)_T$  と  $[011]_\alpha // [111]_T$  の結晶学的方位関係を有することを明らかにした。200°C/1h 時効を施した試料（図 5(b)）では、粒子径約 20 nm の非常に微細な化合物相が結晶粒内に均一に分散する。この析出相は T 相の準安定相であると推察される。

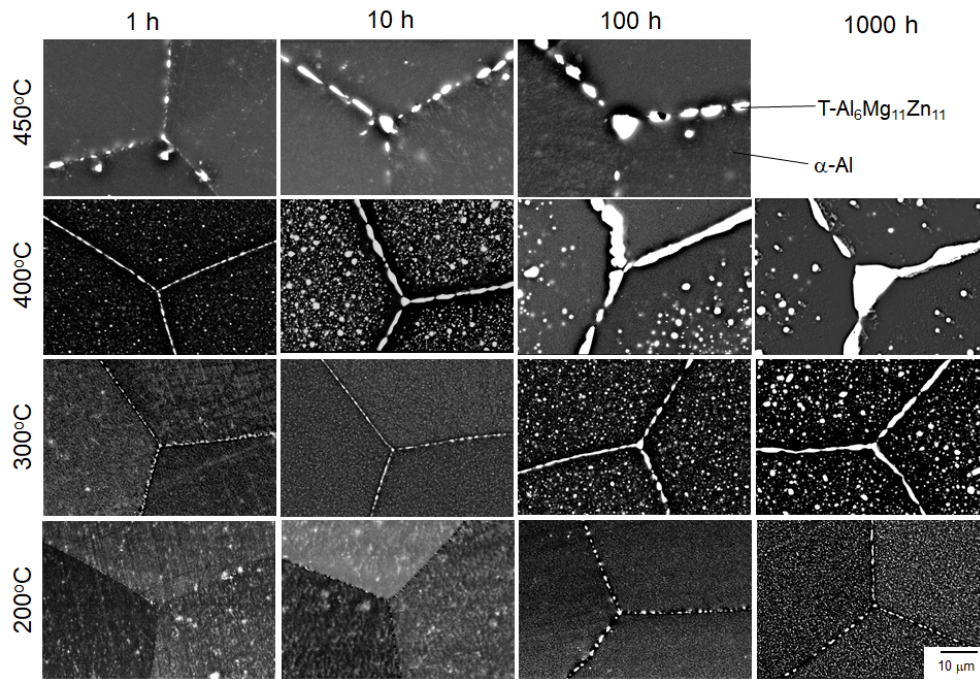


図4 設計合金 (Al-5Mg-3.5Zn) の時効温度と保持時間に伴う組織変化 (SEM 反射電子像)

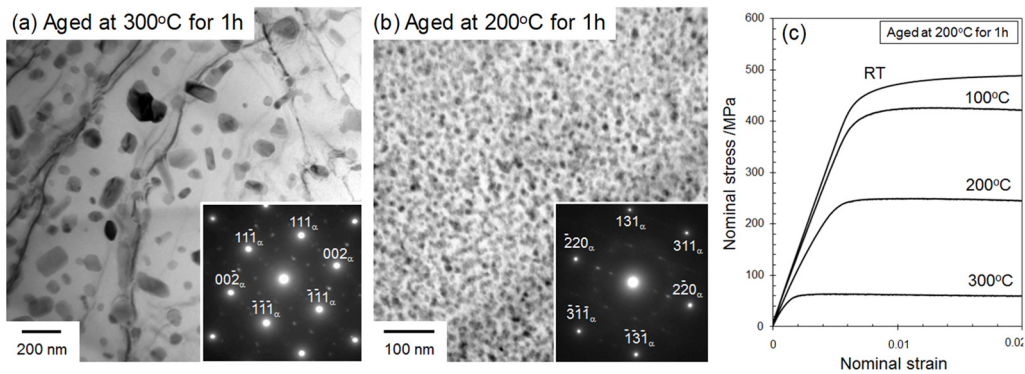


図5 200°C及び300°C時効処理を施した設計合金 (Al-5Mg-3.5Zn) の組織 (TEM 明視野像) と200°C/1h 予時効を施した試験片の各温度における応力-ひずみ曲線。

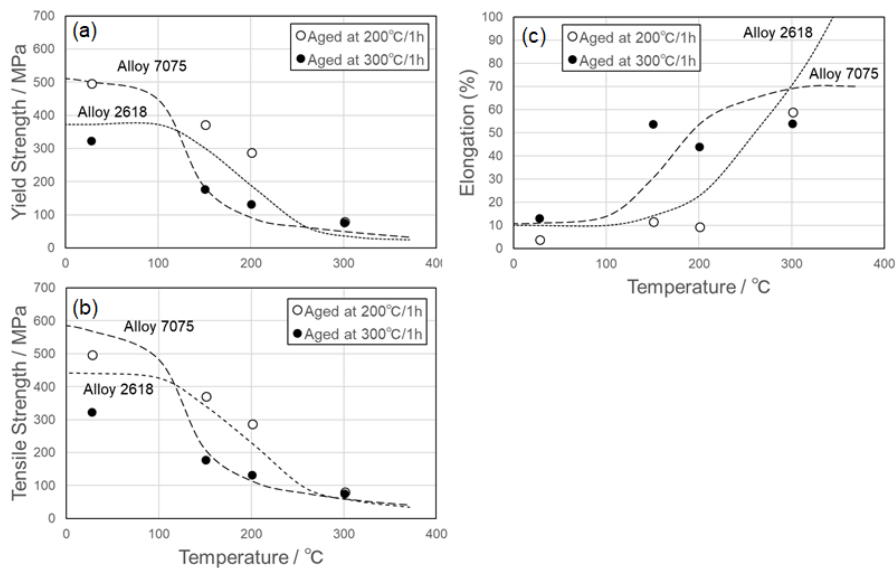


図6 200°C及び300°C時効処理を施した設計合金 (Al-5Mg-3.5Zn) の試験温度に伴う(a) 降伏強度, (b) 引張強度及び(c) 全伸びの変化と既存合金 (2618 合金, 7075 合金) との比較。

## (2) 設計合金の機械的性質

200°C/1h 予時効材は、室温において 457MPa の降伏応力を示した (図 5(c)). 試験温度の上昇に伴い、降伏応力の値は低くなり、150°Cから 200°Cの温度域において 368 MPa, 282 MPa と高い 0.2%耐力を示した. この時の破断伸びはそれぞれ 12.0%, 9.7%である. 試験温度が 300°Cになると降伏応力の値は 83 MPa まで低下するが、破断伸びは約 60%まで大きくなる. 一方、300°C/1h 予時効材の降伏応力は、室温から 200°Cの温度域において 145 MPa から 127 MPa と、200°C/1h 予時効材と比べて低い値を示した.

引張試験結果から得られた降伏応力, 引張強度, 破断伸びの試験温度依存性を整理した結果 (図 6), インペラ部材使用想定温度に相当する 200 °Cにおける本合金の耐力 (約 260 MPa) は現状インペラに適用されている 2618 合金や同じ成分系の高強度材である 7075 合金を凌ぐことがわかった. なお, 本合金の破断伸びは室温から 200°Cにおいて 5~10%であり, 比較的良好な延性を示す.

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計3件（うち査読付論文 3件／うち国際共著 0件／うちオープンアクセス 0件）

1. 著者名 Naoki Takata, Masato Ishihara, Asuka Suzuki, Makoto Kobashi	4. 巻 739
2. 論文標題 Microstructure and strength of a novel heat-resistant aluminum alloy strengthened by T-Al6Mg11Zn11 phase at elevated temperatures	5. 発行年 2019年
3. 雑誌名 Materials Science and Engineering: A	6. 最初と最後の頁 62-70
掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） 10.1016/j.msea.2018.10.034	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

1. 著者名 Satoshi Nakatsuka, Masato Ishihara, Naoki Takata, Asuka Suzuki, Makoto Kobashi	4. 巻 4(25-26)
2. 論文標題 Tensile Properties of a Heat-Resistant Aluminium Alloy Strengthened by T-Al6Mg11Zn11 Intermetallic Phase	5. 発行年 2019年
3. 雑誌名 MRS Advances	6. 最初と最後の頁 1485-1490
掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） 10.1557/adv.2019.107	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

1. 著者名 Naoki Takata, Taiki Okano, Asuka Suzuki, Makoto Kobashi	4. 巻 95
2. 論文標題 Microstructure of intermetallic-reinforced Al-Based alloy composites fabricated using eutectic reactions in Al-Mg-Zn ternary system	5. 発行年 2018年
3. 雑誌名 Intermetallics	6. 最初と最後の頁 48-58
掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） <a href="https://doi.org/10.1016/j.intermet.2018.01.018">https://doi.org/10.1016/j.intermet.2018.01.018</a>	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

〔学会発表〕 計15件（うち招待講演 2件／うち国際学会 3件）

1. 発表者名 岡野大幹, 高田尚記, 鈴木飛鳥, 小橋眞
2. 発表標題 共晶反応を利用した耐熱Al基鋳造合金の凝固組織とその高温安定性
3. 学会等名 軽金属学会春期講演大会
4. 発表年 2018年

1. 発表者名 高木力斗, 石原雅人, 高田尚記, 鈴木飛鳥, 小橋眞
2. 発表標題 組成の異なる耐熱Al-Mg-Zn鍛造合金の時効処理に伴う組織変化
3. 学会等名 軽金属学会春期講演大会
4. 発表年 2018年

1. 発表者名 Naoki Takata, Taiki Okano, Asuka Suzuki, Makoto Kobashi
2. 発表標題 Solidification Microstructures of alpha-Al/Intermetallics Eutectic Alloys in Al-Zn-Mg Ternary System
3. 学会等名 Thermec 2018 (招待講演) (国際学会)
4. 発表年 2018年

1. 発表者名 高木力斗, 石原雅人, 高田尚記, 鈴木飛鳥, 小橋眞
2. 発表標題 T-Al6Mg11Zn11相と異なるtie-lineを持つ -Al母相からのT相の析出
3. 学会等名 日本金属学会秋期講演大会
4. 発表年 2018年

1. 発表者名 岡野大幹, 高田尚記, 鈴木飛鳥, 小橋眞
2. 発表標題 -Al/T-Al6Mg11Zn112相域の異なるtie-lineを利用した共晶合金の凝固組織
3. 学会等名 日本金属学会秋期講演大会
4. 発表年 2018年

1. 発表者名 Naoki Takata, Masato Ishihara, Satoshi Nakatsuka, Asuka Suzuki, Makoto Kobashi
2. 発表標題 Microstructure and Strength of Heat-Resistant Aluminum Alloy Strengthened by T-Al6Mg11Zn11 Intermetallic Phase
3. 学会等名 2018 MRS Fall Meeting & Exhibit (国際学会)
4. 発表年 2018年

1. 発表者名 Taiki Okano, Asuka Suzuki, Naoki Takata, Makoto Kobashi
2. 発表標題 "Microstructures and Their Thermal Stability of Al-Based Eutectic Alloys Strengthened by Intermetallic Phases in Al-Zn-Mg Ternary System
3. 学会等名 2018 MRS Fall Meeting & Exhibit (国際学会)
4. 発表年 2018年

1. 発表者名 高田尚記, 石原雅人, 中塚怜志, 鈴木飛鳥, 小橋眞
2. 発表標題 T-Al6Mg11Zn11金属間化合物相により強化された新規耐熱アルミニウム合金の組織と高温強度
3. 学会等名 日本金属学会春期講演大会
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 高田尚記, 石原雅人, 岡野大幹, 小橋眞
2. 発表標題 計算状態図を基にしたアルミニウム基超合金の設計の可能性
3. 学会等名 軽金属学会春期講演大会
4. 発表年 2017年



1. 発表者名 石原雅人, 高田尚記, 小橋眞
2. 発表標題 耐熱Al-Mg-Zn鍛造合金の設計と時効処理に伴う組織変化
3. 学会等名 軽金属学会春期講演大会
4. 発表年 2017年

1. 発表者名 岡野大幹, 高田尚記, 小橋眞
2. 発表標題 共晶反応を利用した耐熱Al基鋳造合金の設計と凝固組織
3. 学会等名 軽金属学会春期講演大会
4. 発表年 2017年

1. 発表者名 高田尚記, 石原雅人, 岡野大幹, 鈴木飛鳥, 小橋眞
2. 発表標題 金属間化合物を強化相としたアルミニウム基超合金の設計の可能性
3. 学会等名 日本金属学会秋期講演大会(招待講演)
4. 発表年 2017年

1. 発表者名 石原雅人, 高田尚記, 鈴木飛鳥, 小橋眞
2. 発表標題 Al-Mg-Zn 3元系合金における -Al母相からのT-Al <sub>6</sub> Mg <sub>11</sub> Zn <sub>11</sub> 相の析出
3. 学会等名 日本金属学会秋期講演大会
4. 発表年 2017年

1. 発表者名 岡野大幹, 高田尚記, 鈴木飛鳥, 小橋真
2. 発表標題 Al Zn Mg 3 元系における Al / T Al6Mg11Zn11及び -Al / Zn2Mg 2 相共晶合金の凝固組織
3. 学会等名 日本金属学会秋期講演大会
4. 発表年 2017年

〔図書〕 計0件

〔産業財産権〕

〔その他〕

-

6. 研究組織

	氏名 (ローマ字氏名) (研究者番号)	所属研究機関・部局・職 (機関番号)	備考
--	---------------------------	-----------------------	----