

**科学研究費助成事業 研究成果報告書**

平成 27 年 6 月 8 日現在

機関番号：12101

研究種目：基盤研究(B)

研究期間：2012～2014

課題番号：24360297

研究課題名(和文) fcc結晶構造を有する金属材料の理想強度化

研究課題名(英文) Strengthening metallic materials with fcc crystal structure up to ideal strength

研究代表者

倉本 繁 (Kuramoto, Shgeru)

茨城大学・工学部・教授

研究者番号：10292773

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 8,100,000円

研究成果の概要(和文)：fcc結晶構造を有するアルミニウム合金を対象として、理想強度を目指した高強度化に関する検討を実施した。ごく最近報告された、強加工によるナノ組織形成機構を高強度化に応用するため、高強度化に及ぼす合金組成およびプロセス条件の影響について基礎的検討を行うとともに、その機構解明に関する検討も実施した。合金組成に関しては、亜鉛、マグネシウムおよび銅の効果を明確にし、プロセス条件に関しては、鑄造時の凝固速度が大きいほど高強度かつ高延性となることを確認した。強化機構に関しては、結晶粒径微細化と粒界への主溶質元素の濃化の双方が寄与していることが示唆された。

研究成果の概要(英文)：The effects of alloy compositions and process conditions on the strength of the aluminum alloys processed with severe plastic deformation, which has been reported to be very effective to refine the nanostructure. The mechanism of strengthening in such specimens has been also studied. The alloying elements, zinc, magnesium and copper, are very effective to raise the strength and high solidification rate during casting process is also effective to achieve high strength. As for the mechanism of strengthening, both grain refinement and segregation of alloying elements to grain boundaries are thought to be important factors to suppress the deformation at high strength level.

研究分野：金属材料学

キーワード：金属材料 高強度化 加工 ナノ組織

### 1. 研究開始当初の背景

自動車産業においては、様々な技術的努力により、地球環境に優しい車を製造することに挑戦している。金属材料の分野では、構造部材として使用される金属材料の高強度化が、燃費効率と動力特性の双方を向上させるため、最も重要な技術課題となっている。金属材料に限らず、物質の強度特性はそれを構成する原子間の結合力によって支配される。純金属の実際の強度は理論強度の 1/30~1/20 程度である。これは、実際の金属材料中では、転位という格子欠陥が発生・移動・増殖することにより、完全結晶の理論強度(=理想強度)よりもはるかに低強度レベルで変形・破壊するためである。実用材料においては、転位の移動を抑制するために、固溶強化・分散強化・析出強化・加工強化・結晶粒微細化強化などの手法が利用され、理想強度の 1/10 程度まで高強度化して用いられる。

一方、研究代表者らのグループは、2003 年に「ゴムメタル」という高強度チタン合金 (Ti-36%Nb-2%Ta-3%Zr-0.3%O (mass%)、強冷間加工材) を開発した。この合金においては、転位の運動が理想強度まで抑制されているため、強度は理想強度に達している。また、この合金は 10%程度の塑性伸びを有しており、延性的であることも特徴的であり、これが従来の転位機構と異なる機構で変形しているためであることが示唆されている。このような高強度・高延性材料は、これまで報告された例が無かったが、最近研究代表者らの研究グループは、鉄系合金においても類似の高強度化が可能であることを見出した。様々な合金系において、高強度かつ高延性を有する金属材料を開発することが出来れば、その波及効果は計り知れない。

理想強度を有するゴムメタルと鉄系合金は、双方とも体心立方 (bcc) 構造の共通の結晶構造を有する。本研究では、これとは異なる面心立方 (fcc) 構造において、類似の高強度化が可能かどうか検討する。fcc は、ステンレス鋼、アルミニウム合金、銅合金等有する結晶構造であり、本研究により合金設計の指針を明らかにすることができれば、様々な合金系において同等の高強度材料を開発するための基礎的知見が得られる。

### 2. 研究の目的

fcc 結晶構造を有する金属材料のうち、航空機や列車の構造材料として使用されている Al-Zn-Mg 系を対象とする。この合金については、冷間加工によりナノクラスタが生じ、既存の強化手法を用いる場合と比べて、著しく高強度化することが最近報告されている。しかし、その組織形成プロセスや必要な添加元素の条件は未解明である。本研究においては、合金元素添加量と加工により形成される微視組織との関係を見極めながら、冷間加工による理想強度化に必要な諸条件を明らかにする。

### 3. 研究の方法

合金組成の影響を調べる目的で、表 1 の Al-Zn-Mg 系 3 元および Al-Zn-Mg-Cu 系 4 元合金、および表 2 に示すクロム、鉄を添加した Al-Zn-Mg 系合金を大気溶解し、金型に铸造した (GC 材)。得られた鑄塊に、均質化処理を施した。また、表 2 の試料に関しては、試料の加工前の組織の影響を調べる目的で、ダイカストマシンを使用して、冷却速度の大きい鑄塊を作製し、均質化処理した試料 (HPDC 材)、また金型鑄造により得られた均質化処理後の鑄塊を 400°C で熱間圧延した試料 (GCHR 材) も作製した。また組織形成の機構を検討する目的で、市販 7075 合金押出材も試料として用いた。

以上の試料から、φ10mm、厚さ 1mm のディスク状試料を作製し、溶体化処理 (450°C または 480°C、5 時間、水冷) を施した。溶体化処理後 30 分以内に試料の表面酸化層を機械研磨により除去し、板厚を 0.92 mm に揃えた後、圧縮応力 2GPa、1rpm の条件に 1 および 10 回転の HPT 加工を施した。HPT 加工後のディスク状試料の中心から径方向に 2.5mm 離れた位置より、厚さ 0.6mm、平行部幅 1mm、平行部長さ 3mm の微小引張試験片を作製した。それらの試験片を用いて、室温、初期ひずみ速度  $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  の条件で、引張試験を行った。

HPT 加工前後の試験片から Focused Ion Beam (FIB) にて薄膜試料を作製し、Transmission Electron Microscopy (TEM)、Scanning Transmission Electron Microscopy (STEM) 像観察、電子線回折、Energy Dispersive X-ray Spectroscopy (EDS) による組成分析を実施した。また 3 次元アトムプローブ (3DAP) 分析により、原子マップを作製した。HPT 加工後の試料に関しては、FIB にて引張試験片を採取したものと同等の位置から薄膜試料および 3DAP 用の針状試料を採取した。

表 1 3 元、4 元合金の組成 (mass%)

	Al	Zn	Mg	Cu
Al-5Zn-1Mg	bal.	5.4	1.0	
Al-10Zn-1Mg	bal.	10.9	1.0	
Al-10Zn-2Mg	bal.	10.7	2.0	
Al-10Zn-2Mg-2Cu	bal.	10.0	1.9	2.1

表 2 クロム、鉄添加合金の組成 (mass%)

Sample	Al	Zn	Mg	Cu	Cr	Fe
8Zn-0Fe	bal.	8.0	2.0	1.9	0.26	0.12
8Zn-1Fe	bal.	8.1	1.9	2.0	0.26	1.06
10Zn-0Fe	bal.	9.9	2.0	2.0	0.27	0.12
10Zn-1Fe	bal.	10.0	2.0	2.0	0.26	1.10
7075	bal.	5.6	2.5	1.6	0.23	<0.5

#### 4. 研究成果

図1は3元、4元系合金 HPT 材の引張試験により得られた応力-ひずみ線図である。概ね主溶質元素である亜鉛、マグネシウム、銅の添加量が多い試料ほど、高強度となることが明らかである。この結果は、試料の溶体化処理を 450°Cで実施しているが、溶体化処理温度を 480°Cに上昇させることにより、さらに HPT 加工後の強度が上昇することも分かった。溶体化処理温度の上昇は、主溶質元素の固溶量を増加させるため、HPT 加工前の固溶量が多いほど、強度が高くなると言える。

図2はクロム、鉄添加合金 HPT 材 (1 回転) の引張特性をまとめた結果である。これらの試料は主溶質元素の添加量を高めに設定しており、また溶体化処理温度は 480°Cとしたため、全体的に高強度となっている。ここでは1回転の HPT 加工を施した後に、すでに 800MPa を超える高強度化が達成されていることが注目される。HPT 加工前のプロセス条件の影響としては、HPDC 材が概ね高強度かつ高延性となる傾向が認められる。以上の傾向は、10 回転の HPT 加工を施した後の結果においても同様であった。これは、HPDC 材では製造時の冷却速度が大きく、結果的に凝固時に生成する鉄や銅を含む化合物のサイズが小さいことと対応していた。なお、低延性を示した試料には、HPT 加工中に形成されたと考えられる大きなクラックが観察された。

図3はクロム、鉄添加合金 HPT 材 (HPDC 材) の引張試験により得られた応力-ひずみ線図である。10 回転の HPT 加工を施した 10Zn-1Fe 合金 (図3 (d)) においては、約 900MPa の非常に高い引張強さと 5%程度の伸びが両立しており、このような条件が、理想強度化を目指す場合に適したものと考えられる。また、1 回転の HPT 加工を施した 10Zn-0Fe 合金 (図3 (a)) においてもほぼ同様の高強度、高延性が達成されていることも注目すべき結果である。

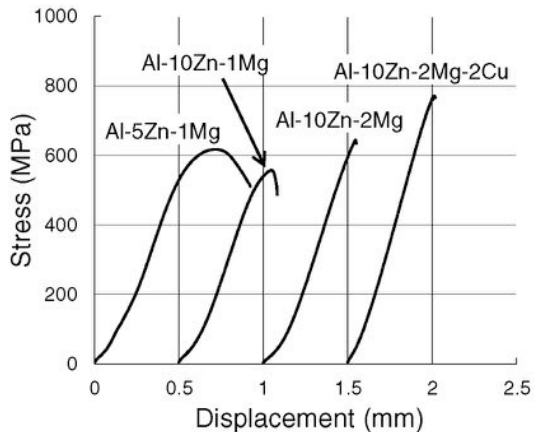


図1 3元、4元系合金 HPT 材 (10 回転) の引張試験により得られた応力-ひずみ線図

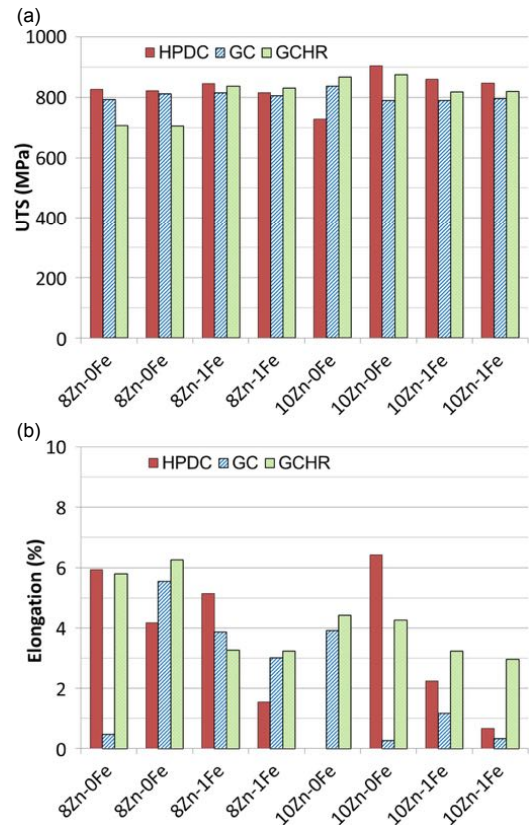


図2 クロム、鉄添加合金 HPT 材 (1 回転) の引張特性 (a) 引張強さ、(b) 破断伸び

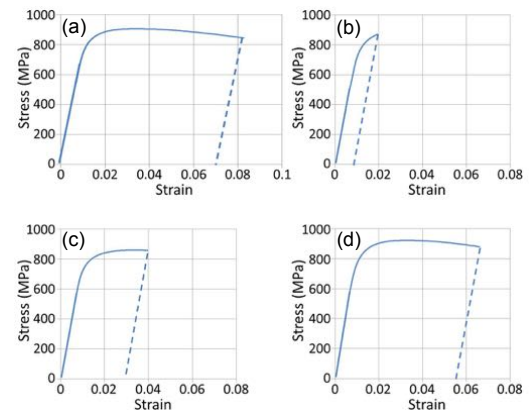


図3 クロム、鉄添加合金 HPT 材 (HPDC 材) の引張試験により得られた応力-ひずみ線図 (a)、(b) 10Zn-0Fe、(c)、(d) 10Zn-1Fe (a)、(c) 1 回転、(b)、(d) 10 回転

図4に、7075 合金 HPT 材 (10 回転) の TEM 観察結果の例を示す。結晶粒径は著しく微細化し、100-200nm の大きさとなっている。また、粒内に転位はあまり観察されず、転位密度は低いように見受けられる。1 回転の HPT 加工後の試料においても、同様のサイズまでの結晶粒微細化が確認されていることから、少なくとも1回転後の HPT 加工中には、さらなる組織の微細化は生じておらず、加工中に動的回復および動的再結晶が生じながら、結

晶粒のサイズを維持したまま変形が生じていることが示唆される。

図5に、7075合金HPT材(10回転)のSTEM観察(ADF)およびEDS分析結果の例を示す。HPT加工前には母相中に固溶していた主溶質元素が、粒界上に析出していることが明らかである。析出相のサイズは約100nmである。また、亜鉛とマグネシウムとは同じ場所に、銅は異なる場所に析出していることも分かる。アルミニウムの濃度変化も考え合わせると、 $MgZn_2$ および $Al_2Cu$ に近い組成の析出物として存在することが示唆される。

図6に、7075合金HPT材(1回転)の3DAP解析により得られた粒界近傍の濃度プロファイルの例を示す。図5に見られた析出相とは異なる粒界近傍への主溶質元素の濃化が観察された。とくに、亜鉛およびマグネシウムが顕著に濃化していることが明らかである。10回転のHPT加工後の試料においても、同様の濃化が認められた。

図7に、本研究の7075合金HPT材(10回転)の強度と結晶粒径との関係を、文献データとともに示す。本研究の結果は、文献データの溶体化処理材(7075ST)の延長上には乗らず、ピーク時効材(7075T6)の延長上に乗ることが明らかである。これは、HPT加工中に、粒内に転位運動の障害物が生成し、その効果がピーク時効材と同等のものであることを示唆する。一方、本研究においては図4のように著しい結晶粒径の微細化が生じており、そのような場合には粒内の障害物よりも粒界と転位との反応のし易さが、変形強度に大きく影響する可能性も考えられる。

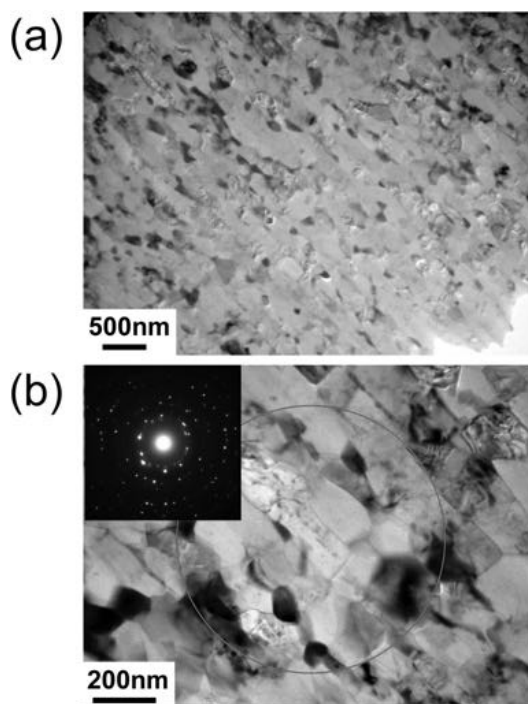


図4 7075合金HPT材(10回転)のTEM観察結果の例

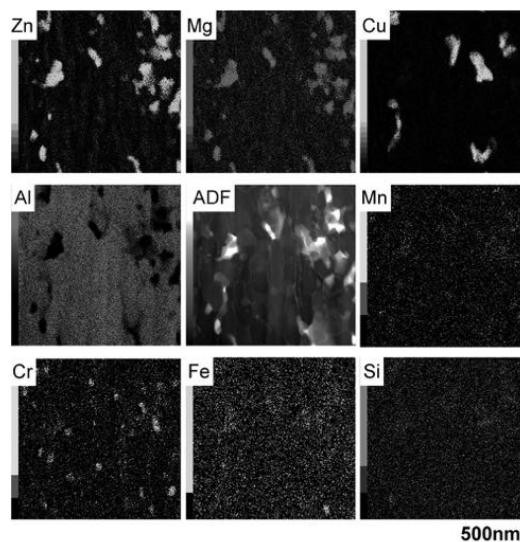


図5 7075合金HPT材(10回転)のSTEM観察(ADF)およびEDS分析結果の例

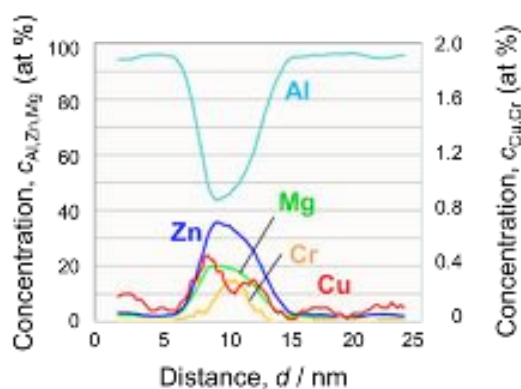


図6 7075合金HPT材(1回転)の3DAP解析により得られた粒界近傍の濃度プロファイルの例

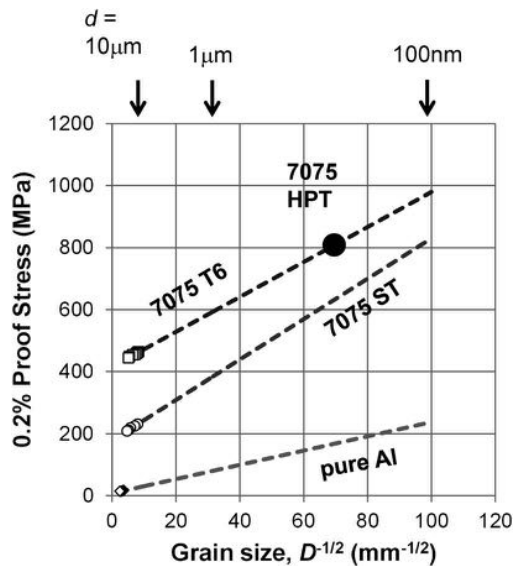


図7 7075 合金 HPT 材 (10 回転) および文献データの強度と結晶粒径との関係

## 5. 主な発表論文等

(研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線)

[雑誌論文] (計 1 件)

- ① 倉本繁、堀渕嘉代、青井一郎、大石敬一郎、『7075 アルミニウム合金の機械的特性と金属組織に及ぼす巨大ひずみ加工の影響』、軽金属、64 巻、241-248、2014、査読有

[学会発表] (計 9 件)

- ① 青井一郎、倉本繁、大石敬一郎、『Mechanical Properties of Al-(8, 10%) Zn-2%Mg-2%Cu Base Alloys Processed with High-Pressure Torsion』、TMS、2015. 3. 16、ウォルトディズニーワールド、オーランド (米国)
- ② 青井一郎、倉本繁、大石敬一郎、『Al-Zn-Mg 系合金 HPT 加工材の機械的特性に及ぼす加工前プロセスの影響』、軽金属学会、2014. 11. 16、東京工大 (東京都目黒区)
- ③ 倉本繁、堀渕嘉代、青井一郎、『巨大ひずみ加工による 7075 合金の組織変化』、軽金属学会、2013. 11. 10、横浜国大 (神奈川県横浜市)
- ④ 倉本繁、青井一郎、古田忠彦、『アルミニウム合金 HPT 加工材の高強度化に及ぼすひずみ量の影響』、軽金属学会、2013. 5. 19、富山大 (富山県富山市)
- ⑤ 青井一郎、倉本繁、古田忠彦、『Al-Zn-Mg-Cu-Cr 系合金 HPT 材の機械的特性』、軽金属学会、2013. 5. 19、富山大 (富山県富山市)
- ⑥ 倉本繁、青井一郎、古田忠彦、『Mechanical

Properties of Al-Zn-Mg-Cu Alloys Processed with High-pressure Torsion』、TMS、2013. 3. 3、ゴンザレス会議場、サンアントニオ (米国)

- ⑦ 青井一郎、倉本繁、古田忠彦、『Al-Zn-Mg-Cu 系合金 HPT 材の変形・破壊挙動』、軽金属学会、2012. 11. 11、千葉工大 (千葉県習志野市)
- ⑧ 倉本繁、青井一郎、古田忠彦、『Al-Zn-Mg(-Cu) 系合金 HPT 加工材の引張特性』、日本金属学会、2012. 9. 17、愛媛大 (愛媛県松山市)
- ⑨ 倉本繁、青井一郎、古田忠彦、『Al-Zn-Mg 系合金 HPT 加工材の強度に及ぼす組成の影響』、軽金属学会、2012. 5. 20、九州大 (福岡県福岡市)

## 6. 研究組織

### (1) 研究代表者

倉本 繁 (KURAMOTO SHIGERU)  
茨城大学・工学部・教授  
研究者番号：10292773

### (2) 研究分担者

無し

### (3) 連携研究者

青井 一郎 (AOI ICHRO)  
株式会社豊田中央研究所・先端研究センター・社会システム研究室  
研究者番号：80318782

古田 忠彦 (FURUTA TADAHIKO)  
株式会社豊田中央研究所・材料・プロセス 1 部・合金設計・プロセス研究室  
研究者番号：40394506

大砂 哲 (OHSUNA TETSU)  
株式会社豊田中央研究所・分析・計測研究部・材料解析研究室  
研究者番号：60271962

堀渕 嘉代 (HORIBUCHI KAYO)  
株式会社豊田中央研究所・分析・計測研究部・組織解析研究室  
研究者番号：30394993

高尾 尚史 (TAKAO HISAAKI)  
株式会社豊田中央研究所・材料・プロセス 1 部  
研究者番号：00394718