

In-situ XRD 測定を用いた Al-Cu 合金における高温変形中の 転位密度変化に及ぼす析出物の影響

Measurement of Dislocation Density Change during Hot Deformation in Al-Cu Alloys by using In-situ XRD Technique

足立 大樹^a, 見鳥 有樹^a, 平田 雅裕^a
Hiroki Adachi^a, Yuki Mitori^a, Masahiro Hirata^a

^a兵庫県立大学

^aUniversity of Hyogo

耐熱用アルミニウム合金の一種である Al-Cu 系合金において、高温強度特性を理解する上において変形中の転位密度を知ることは重要である。Al-Cu 系合金は析出状態によって機械的性質が大きく変化するため、523 K における引張変形中の In-situ XRD 測定によって転位密度変化を調べた。その結果、Cu 原子が固溶している状態では流動応力は転位密度の 1/2 乗に比例したが、 θ' 相が析出した状態では流動応力は転位密度にほとんど依存しないことが明らかになった。

キーワード： Al-Cu 合金、析出、高温変形、転位密度

背景と研究目的：

A2618 合金 (Al-2.3Cu-1.5Mg-1.1Fe-0.15Si-0.1Ni) は自動車エンジン部品であるピストンやターボチャージャーのインペラ等に使用されている耐熱用アルミニウム合金である。現在、省エネルギー化の要求から自動車エンジンの高効率化に伴う低燃費化が急務であり、ターボチャージャー圧縮機内部温度をはじめとするエンジン内部温度は上昇傾向にある。Al-Cu 系合金の Cu 添加量が 2.5%未満の時、現行のエンジン内部温度である 150°C 以下では析出の進行は非常に緩やかであるが、温度がさらに上昇すると安定相である Al_2Cu の前駆体である θ' 相の析出が進行することが知られている[1]。よって、将来のエンジン内温度の上昇傾向を鑑み、析出物が高温変形に及ぼす影響について調べることは重要である。よって、今回の実験では、様々な条件の時効を施し、 θ' 相の析出量を変化させた試料を用意し、時効条件が変形中の転位密度変化に及ぼす影響、また、転位密度と高温強度の関係について調べることを目的とした。

実験：

高温変形中では動的復旧過程による組織変化が時々刻々と生じるため、高い時間分解能での測定が可能な高フラックスのアンジュレータ光を用いることができる BL46XU にて実験を行った。Al-2.3Cu 合金を鋳造し、熱間圧延および冷間圧延により 1 mm 厚さにした板材から圧延方向を引張軸方向平行となるように放電加工機を用いて引張試験片を切り出した。この引張試験片を溶体化処理後急冷し、259.2 ks 室温放置 (RT 材) および、463 K で 12.6 ks、86.4 ks、259.2 ks、432 ks 時効した試料 (それぞれ 12.6 ks 材、86.4 ks 材、259.2 ks 材、432 ks 材) を用意した。HUBER ゴニオメータ上に設置した小型引張試験機に引張試験片を取り付けた。試験片周囲に加熱した窒素ガスをフローする管を挿入し、試料を 523 K まで加熱しながら引張試験を行った。なお、X 線の経路には窓を開けている。加熱した試験片に対し、X 線を垂直に入射した。入射光のエネルギーは 30 keV であり、ビーム形状は幅 0.5 mm × 高さ 0.2 mm である。透過方向から 22.5 度上方に設置した 6 連装 MYTHEN によって 111、200、220、311、222、331 回折光を測定した。得られた回折ピークの角度と半値幅を測定し、Williamson-Hall 法を用いて転位密度を算出した[2]。回折角度の校正には CeO_2 を用いた。

結果および考察：

Fig.1 に様々な条件の時効を施した Al-2.3Cu 合金の応力ひずみ曲線を示す。RT 材の 0.2%耐力は 111 MPa であり、塑性伸びの増加により応力は徐々に増加し、最大強度は 194 MPa となった。この試料では Cu 原子は GP ゾーンを形成しており、GP ゾーンは母相と整合であるため、ゾーン周囲に整合ひず

みが生じることが知られている。この整合ひずみが転位運動の障害となるため、高い強度を示したと考えられる。12.6 ks 材では 0.2% 耐力は RT 材と比較して非常に低かったが、塑性伸びの増加により徐々に強度が増加した。塑性変形域ではセレーションが見られたことから Cu 原子の大部分は固溶原子として存在することを示唆している。463 K 時効では GP ゾーンは形成せず、 θ' 相が析出することが知られているが、時効時間が 12.6 ks 材では未だ析出が生じていないと考えられる。86.4 ks 材では 0.3% 耐力は 12.6 ks 材とほぼ変わらず、最大強度はわずかに 12.6 ks 材よりも高いものの、塑性変形域においてセレーションが見られることから、依然として θ' 相の析出が少なく、多くの Cu 原子が固溶原子として存在していると考えられる。

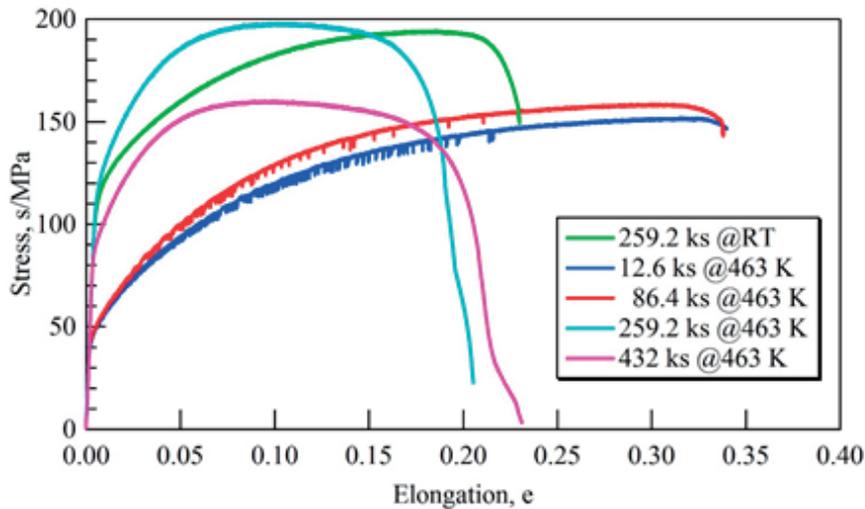


Fig.1 時効条件の異なる Al-2.3Cu 合金の 523 K 高温引張変形時における応力ひずみ曲線

259.2 ks 材では、降伏から 0.05 ひずみまでの塑性変形初期における加工硬化が大きく、最大の強度を示した。セレーションは観察されず、 θ' 相の析出が進み、固溶 Cu 原子が少なくなったと考えられる。時効時間がさらに進み、432 ks 材になると塑性変形初期の加工硬化は 259.2 ks よりも減少し、最大強度も低下した。これは θ' 相が粗大化、過時効となるためである。

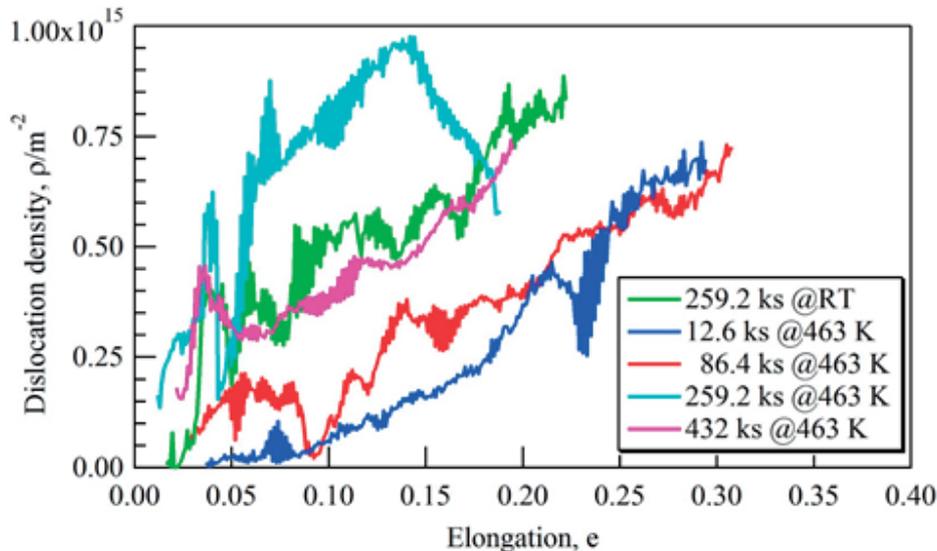


Fig.2 時効条件の異なる Al-2.3Cu 合金の 523 K 高温引張変形時における転位密度変化

Fig.2 に伸びの変化に伴う転位密度変化を示す。RT 材では転位密度は引張の進行に伴い徐々に増加した。これは降伏後、徐々に応力が増加したことに対応している。12.6 ks 材では塑性変形初期における転位密度の増加速度は非常に遅かった。これは転位移動を妨げる析出物がないため、動的回復が顕著に生じたためであると予想される。86.4 ks 材では塑性変形初期における転位密度が 12.6 ks 材より

も高かった。これはわずかに θ' 相が析出したためであると考えられるが、Cu 原子の多くは固溶原子として存在しているため、259.2 ks 材や 432 ks 材と比較して塑性変形初期の転位密度は低い。259.2 ks 材では塑性変形初期の転位密度の増加が非常に大きく、応力の大きな増加に対応している。これは、析出物が動的回復を抑制しているためであろう。432 ks 材では 12.6 ks 材や 86.4 ks 材よりも変形中の転位密度は高かった。

Fig.3 に時効条件の異なる Al-2.3Cu 合金の 523 K 高温引張変形時における転位密度と応力の関係を両対数グラフにて示す。12.6 ks 材や 86.4 ks 材では塑性変形域における応力は転位密度の 1/2 乗に概ね比例し、Bailey-Hirsch の関係に従うが[3]、RT 材、259.2 ks 材、432 ks 材では応力は転位密度の 3~4 乗に比例した。流動応力は転位密度の 1/2 乗に比例するという Bailey-Hirsch の式は、転位が他の転位林を切って進む時の流動応力を示す式であるため、Cu 原子が固溶している状態では、塑性変形領域における転位の移動の障害となるのは他の転位であると考えられる。一方、GP zone や θ' 相が析出している状態では流動応力は転位密度はあまり依存しておらず、変形機構が析出状態によって大きく変化することが明らかとなった。

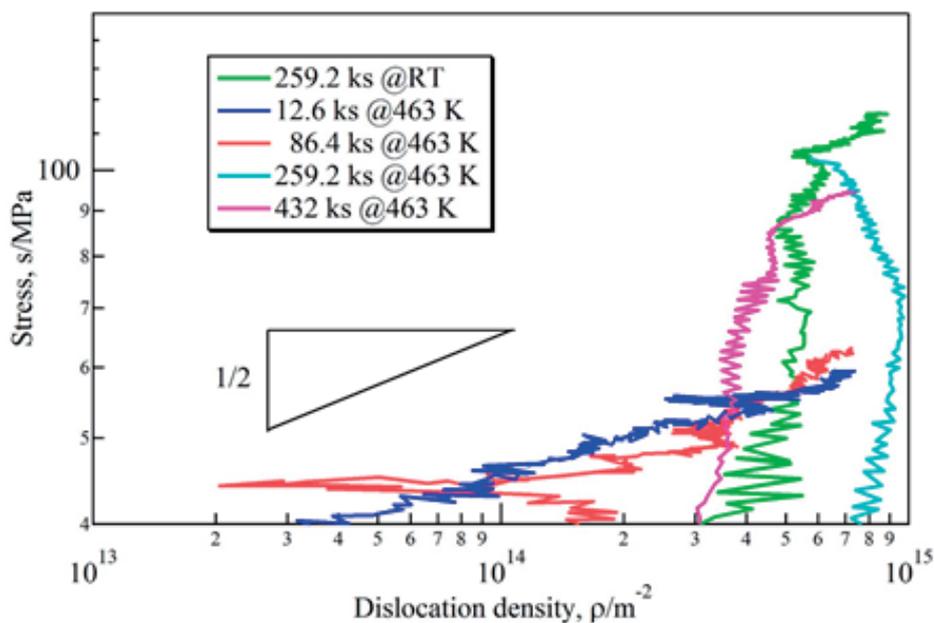


Fig.3 時効条件の異なる Al-2.3Cu 合金の 523 K 高温引張変形時における転位密度と応力の関係

参考文献：

- [1] E. H. Dix et al., *Trans. AIME.*, **104**, 335 (1933).
- [2] G. K. Williamson et al., *Philos. Mag.*, **8**, 34 (1956).
- [3] J. E. Bailey et al., *Philos. Mag.*, **5**, 485 (1960).