

## In-situ XRD 測定を用いた Al 合金における高温変形中の転位密度変化 Measurement of Dislocation Density Change during Hot Deformation in Al Alloys by Using In-situ XRD Technique

足立 大樹<sup>a</sup>, 見鳥 有樹<sup>a</sup>, 平田 雅裕<sup>a</sup>  
Hiroki Adachi<sup>a</sup>, Yuki Mitori<sup>a</sup>, Masahiro Hirata<sup>a</sup>

<sup>a</sup>兵庫県立大学  
<sup>a</sup>University of Hyogo

ガスフロー型加熱炉を用いアルミニウム合金を加熱しながら In-situ XRD 測定を行うことにより、室温から 300°Cにおける高温引張変形中の転位密度変化を調べた。Cu の添加量の増加に伴い、降伏時における転位密度が上昇したことにより強度が増加した。また、塑性変形時における転位密度増加量も増加したことにより、加工硬化量の増加に伴う延性の増加が見られた。

キーワード： アルミニウム合金、高温変形、転位密度、固溶原子

### 背景と研究目的：

A2618 (Al-2.3Cu-1.5Mg-1.1Fe-0.15Si-0.1Ni) 合金は自動車エンジン用の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。省エネルギー化の観点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。しかしながら A2618 合金は 100°C では 425 MPa、現行使用温度である 150°C では 345 MPa と十分な高温強度を示すが、205°C では 220 MPa、260°C では 90 MPa となり、200°C を超えると高温強度が急激に低下する。現在、この問題を解決するために、新規耐熱用アルミニウム合金の開発が試みられているが、添加元素を系統的に変化させた際の高温強度変化を調べるといった従来通りの合金組成探索が主となっている。高温変形中の微細組織は時々刻々と変化することにより応力が変化し、高温変形中に中断し、直ちに急冷したとしても冷却中の復旧過程による微細組織変化を無視することが出来ないため、高温強度と添加元素の定量的な関係を解明することが困難であったことがその原因として挙げられる。

申請者らはこれまで、純 Al や各種の希薄固溶 Al 合金、析出強化型 Al 合金を中心として、SPring-8 放射光を用いた室温における引張変形中における転位密度変化の測定を行ってきた[1-3]。転位密度を Williamson-Hall 法によって In-situ 測定するためには、複数の回折ピーク幅の拡がりが高い角度分解能で同時測定する必要があり、1 次元検出器 MYTHEN を直列に 6 つ連結することによって、0.5~2 秒での時分割測定を可能とした。

高温変形中の In-situ XRD 測定を実現することによって変形中の転位密度変化を明らかにし、転位密度と高温強度の関係、また、合金元素の影響を明らかにすることは、新規耐熱合金の効率的な開発につながると考えられる。今回の実験ではガスフロー型加熱炉を用いることによって、室温~300°Cにおける高温変形中の In-situ XRD 測定を確立し、さらに A2618 合金の主要添加元素である Cu 添加量が高温変形中の転位密度変化に及ぼす影響を明らかにすることを目標として行った。

### 実験：

(株) UACJ にて casting 後、熱間圧延、冷間圧延により作製した厚さ 1 mm の純 Al, Al-1.1%Cu, Al-2.3%Cu, Al-3.3%Cu 板材を実験に用いた。これらの板材から放電加工機によって、平行部長さ 40 mm、幅 5 mm の引張試験片を作製した。これらの試験片を BL46XU ゴニオメータ上に設置した小型引張試験機に取り付け、入射エネルギー 30 keV の X 線を入射し、透過光強度により回折中心位置に調節した後、ガスフロー型加熱炉から延長した管を Fig.1 に示すように引張試験片平行部の中央部両側に挿入し、加熱した窒素ガスを試験片周囲に流量 7 L/min でフローすることにより所定

の温度まで試験片を加熱した。引張試験は、初期ひずみ速度  $3.3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  で破断まで行い、試験片から 735.14 mm 程度離れた距離、かつ、透過方向から  $22.5^\circ$  上方に設置した 6 連装 MYTHEN 一次元検出器を用いて (111), (200), (20), (311), (222), (400) 回折ピークの位置と幅を時間分解能 2 s で測定し、Williamson-Hall 法を用いて転位密度を算出した。カメラ長や回折角度の校正には  $\text{CeO}_2$  粉末を用いた。入射 X 線形状は  $0.2 \text{ mm H} \times 0.5 \text{ mm W}$  である。測定温度は 100, 125, 150, 175, 200, 250,  $300^\circ\text{C}$  の 7 水準である。

### 結果および考察：

Fig.2 に  $200^\circ\text{C}$  にて引張変形を行った時の応力ひずみ曲線を示す。純 Al は 140 MPa で降伏後、応力が徐々に低下し、加工軟化を示しながら伸び、ひずみ 11% 弱で破断した。Cu 添加により降伏強度は徐々に増加し、Al-3.3Cu 合金では 350 MPa まで増加した。Al-1.1Cu 合金では破断伸びが 5% まで低下し、Cu 添加量の増加により徐々に増加し、Al-3.3Cu 合金では 8% まで増加した。通常、強度と延性はトレードオフの関係にあるが、Cu 添加による応力ひずみ曲線の変化はこれと反対の傾向を示した。

Fig.3 に  $200^\circ\text{C}$  にて引張変形を行った時の転位密度変化を示す。純 Al では降伏まで転位密度は増加し、 $6 \times 10^{14} / \text{m}^2$  に達した後、ひずみの増加に伴い徐々に減少した。純 Al では転位の移動を妨げる固溶原子が存在しないため、転位の増殖よりも動的回復の方が速かったためであると考えられ、加工軟化は転位密度減少の影響であることが明らかになった。Cu 添加により降伏時の転位密度は徐々に増加し、Al-3.3Cu 合金では  $2.4 \times 10^{15} / \text{m}^2$  に達した。これは、固溶原子の増加により転位の移動速度が低下したためであると考えられる。転位の移動速度  $v$  と転位密度  $\rho$  の関係は Orowan の関係があることが知られており、 $d\gamma/dt = \rho b v$  で表される。b はバーガースベクトルの長さ、 $d\gamma/dt$  せん断ひずみ速度であり、今回の試験では一定であるため、転位の移動速度  $v$  が減少すると塑性変形のために必要な転位密度  $\rho$  が増加したことが説明できる。Al-Cu 合金では純 Al とは異なり、降伏後にひずみの増加に伴い転位密度は徐々に増加した。増加量は Al-1.1Cu 合金よりも Al-3.3Cu 合金の方が大きく、固溶元素量の増加により転位速度が減少し、動的回復速度が減少したためであろうと考えられる。この転位密度増加量の増加が加工硬化指数の増加につながり、塑性不安定性条件を満たすひずみ量が増加したため、延性の増加と強度の増加が両立したと考えられる。

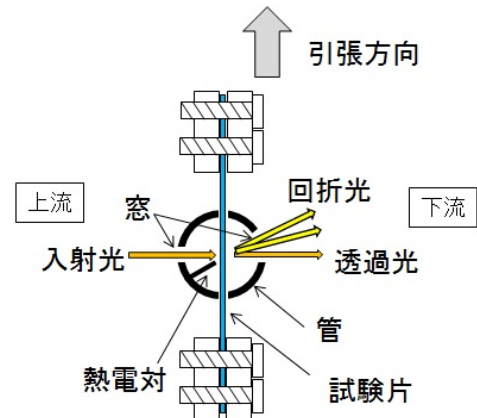


Fig.1 高温引張変形中における In-situ XRD 測定装置概略図

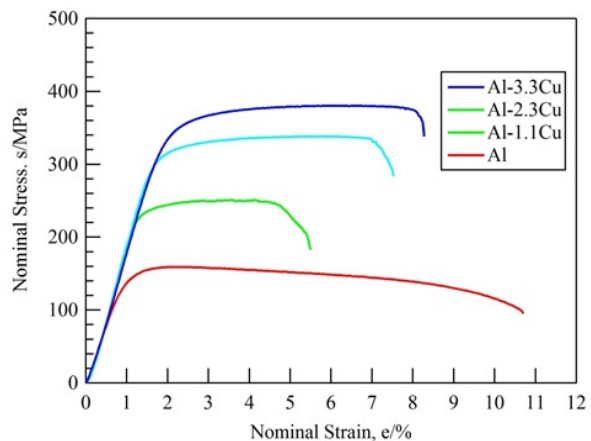


Fig.2  $200^\circ\text{C}$  引張変形における Al-Cu 合金の応力ひずみ曲線と、Cu 添加量による変化

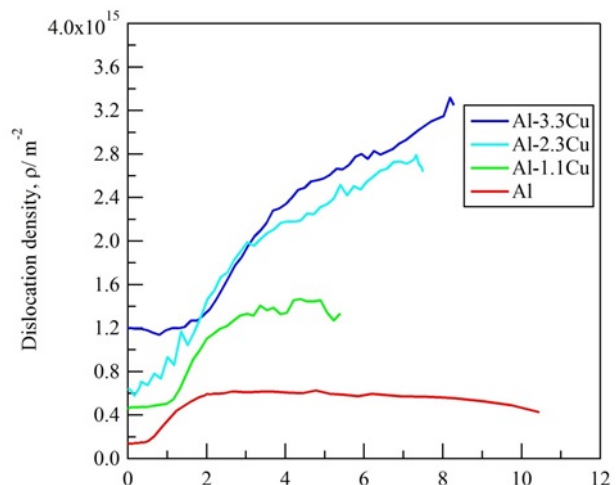


Fig.3  $200^\circ\text{C}$  引張変形における Al-Cu 合金の転位密度変化と、Cu 添加量による変化

**今後の課題：**

In-situ XRD 測定により、室温から 300°C における引張変形中の転位密度変化を測定することが可能になったが、測定中の温度変化が 300°C 設定では 15°C 程度あったため、より精密な実験には温度の安定性向上が求められる。

**参考文献：**

- [1] H.Adachi et al., N. Tsuji, *Mater. Trans.*, **56**, 671 (2015).
- [2] H. Adachi et al., *Mater. Trans.*, **57**, 1447 (2016).
- [3] Y. Miyajima et al., *Philoso Mag. Lett.*, **96**, 294 (2016).