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

倉本 繁*・堀渕 嘉代*・青井 一郎*・大石 敬一郎*

Journal of The Japan Institute of Light Metals, Vol. 64, No. 6 (2014), 241–248

© 2014 The Japan Institute of Light Metals

Effect of severe plastic deformation on mechanical properties and microstructure in 7075 aluminum alloy

Shigeru KURAMOTO*, Kayo HORIBUCHI*, Ichiro AOI* and Keiichiro OH-ISHI*

The commercial Al–Zn–Mg–Cu base 7075 alloy has been reported to have significantly high tensile strength after high-pressure torsion (HPT) process, one of the typical methods of severe plastic deformation. This strengthening can be attributed to high dislocation density, grain refinement, nano-scale solute clustering in the interior of grains, and/or solute segregation to grain boundaries. However, the details in the strengthening mechanism remain unknown. In the present study, transmission electron microscopy (TEM) analysis has been made to characterize the change in microstructure during HPT. Disc specimens of 10 mm diameter and 1 mm thick were machined from extruded bar of commercial 7075 alloy, and solution treated for 5 h at 480°C. The solution treated specimen was subjected to HPT process under compression stress of 2 GPa and rotation speed of 1 rpm for 10 turns. The TEM analyses were made on the specimen taken from the place 2.5 mm apart from disc center. Localized concentrations of solute atoms to grain boundaries are observed in the HPTed specimen. The strengthening mechanism will be discussed in relation to the observed changes in deformation microstructure.

(Received January 22, 2014 Accepted April 3, 2014)

Keywords: severe plastic deformation, high pressure torsion, dislocations, grain refinement, grain boundary segregation

1. 緒 言

固溶強化, 加工強化, 析出強化, 結晶粒微細化強化を利用した構造用金属材料の高強度化に関しては, これまでに多くの試みがなされてきた。特に, 延性を犠牲にすることなく高強度化を実現することは, 構造材料研究者にとって究極の目標とも言える。そのような観点から, 多機能チタン合金「ゴムメタル」^{1)–5)}の変形機構は興味深く, 転位運動が理想強度レベルまで抑制されているにもかかわらず, 10%程度の引張伸びを有している。この合金に関して, 特定の価電子数で発現する弾性異常を伴う相安定性を有する場合にのみ, 理想強度レベルでの変形挙動が生じることもわかっており, これを応用した鉄系合金においても, ゴムメタルと類似の高強度化が報告されている^{6), 7)}。

以上のチタン系や鉄系合金とは強度発現機構が異なるものの, 最近ではアルミニウム合金においても, 強冷間加工を施すことにより延性を維持しつつ著しく高強度化する例が報告されている^{8)–10)}。堀田は, 市販7075合金に3回転のHigh-Pressure Torsion (HPT) 加工を施すことにより, 引張強さが840 MPaまで上昇すること, その後の時効処理により930 MPaまで上昇することを報告している⁸⁾。Liddicoatらは市販7075合金に10回転のHPT加工を施すことにより, 引張

強さが1000 MPaを超えること, その高強度化に転位密度の上昇, 結晶粒径の微細化, 粒界偏析, 粒内クラスタの形成が関与することを報告している⁹⁾。またValievらは市販7475合金にHPT加工を施すことにより, 引張強さが約980 MPaまで上昇すること, この高強度化に粒界偏析が大きく関与することを報告している¹⁰⁾。これら3つの報告においてHPT加工材の強度は, いずれも市販7075合金T6材の引張強さ(570 MPa)を大きく上回るものであり, 非常に興味深い結果である。しかし7075合金は時効析出により高強度化することを前提として設計された合金であり, HPT加工のような冷間加工による高強度化を想定して合金組成が最適化されておらず, 主溶質元素の分布や存在形態が冷間加工によりどのように変化して高強度化が生じているか, ほとんど理解されていない。

以上の点を実験的に検証することを目的として, 著者らはこれまでにAl–Zn–Mg 3元系合金, Al–Zn–Mg–Cu 4元系合金の引張特性に及ぼす合金組成の影響を検討した¹¹⁾。その結果, 主溶質元素であるZn, Mg, Cuの添加量が増えるほど高強度となる傾向があることを確認している。また, 溶体化処理温度が高いほど, HPT加工後の強度が高くなることも見出している。これらの結果は主溶質元素がHPT加工による高強度化に大きく寄与することを意味する。本研究では市販7075合金HPT加工材の機械的特性と金属組織との関係を調

*株式会社豊田中央研究所 (〒480–1192 愛知県長久手市横道41–1)。Toyota Central R&D Labs., Inc. (41–1 Yokomichi, Nagakute-shi, Aichi 480–1192).

査し、各構成元素の分布と形態が機械的特性に及ぼす影響を詳細に検討した。その結果に基づき、組織形成に及ぼすHPT加工の影響およびHPT加工材の高強度化機構について考察した。

2. 実験方法

市販7075合金押出材から、 $\phi 10$ mm、厚さ1 mmのディスク状試料を作製し、溶体化処理（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2 GPa、1 rpmの条件にて1および10回転のHPT加工を施した。加工に用いた金型およびHPT加工の概略をFig. 1に示す。HPT加工後、ディスク試料の直径に沿って試料を2分割し、分割した試料の直径を含む断面に関して、負荷荷重100 gでのマイクロビッカース硬さ測定を、半径方向1 mm間隔、板厚方向0.1 mm間隔で実施した。

HPT加工後のディスク状試料の中心から径方向に2.5 mm離れた位置より、厚さ0.6 mm、平行部幅1 mm、平行部長さ3 mm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。一部の試料にひずみゲージを貼付してヤング率を測定した結果、約70 GPaであった。引張試験により得られた応力と変位との関係から、応力-ひずみ関係を作成した。ここで、応力-ひずみ関係において試料のヤング率が70 GPaになるように、測定された全変位から試料以外の部分の弾性変形量を除去することにより、試料の変形量を算出した。破断後の試験片をつき合せて破断伸びひずみ値を算出したところ、この値は応力-ひずみ線図から求められる破断ひずみとほぼ一致していた。

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、日本電子JEM-2100F (Cs)を用いて、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。EDSによる組成マップは、画素数256×256、一点あたり0.2 ms、50～100回積算というデータ収集条件により作成した。なお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を採取した。

Fig. 1 Schematic representation of HPT process in the present study.

3. 実験結果

3.1 機械的特性

Fig. 2に、硬さ測定の結果を示す。Fig. 2(a), (b)には、表示範囲をHV170～290として、HPT1回転加工材および10回転加工材の硬さの値をそれぞれグラデーションで示した。この図から、ディスク状試料の中心($r=0$)から半径方向に向かって硬さが上昇するが、板厚方向にも硬さの値が変化すること、円周部近傍($r=5$)では硬さが顕著に低下することがわかる。これは、側壁リング (Fig. 1) により試料円周部の側面が拘束され、その部位の塑性変形量が小さいためである。HPT1回転加工材および10回転加工材について、側壁リングの拘束による影響が小さいと考えられる、中心から2 mmおよび3 mmにおける板厚方向の硬さ分布をFig. 2(c), (d) にそれぞれ示す。この部位における硬さの測定値はHV200～270の範囲にあり、通常の7075合金T6処理材の値 (HV=170) に比べて著しく高い値となっている。

本研究においては、Fig. 2(c), (d)に見られるように試料の上面側 ($d>0$) で硬さの値がより高くなる傾向がある。これは、Fig. 1においてHPT加工中の側壁リングの上部および下部アンビルに対する回転量が等しくないためと考えられる。実際、側壁リングはHPT加工初期に約30°下部アンビルに対して回転した後に回転を停止し、それ以上は下部アンビルに対する回転角が増加しないことが確認された。このような条件においては、側壁リングに対して上部アンビルの回転量が大きくなり、試料上面側に導入されるひずみ量が相対的に大きくなり、結果的にFig. 2(c), (d)に見られるような上面側の高強度化に至ったと考えられる。

HPT1回転加工材および10回転加工材の引張試験時の応力-ひずみ線図をFig. 3(a), (b)にそれぞれ示す。引張試験は1条件につき2本の試験片を用いたが、図中にはより大きな破断伸びを示した試験片のデータを示した。いずれの試料

Fig. 2 Hardness distribution in the specimens after 1 turn ($N=1$) (a, c) and 10 turns ($N=10$) (b, d) of HPT process. Results of measurement are shown as 2D grayscale maps (a, b) and hardness plots for selected areas (c, d).

Fig. 3 Stress-strain relationship during tensile tests for the specimens after 1 turn ($N=1$) (a) and 10 turns ($N=10$) (b) of HPT process.

も 800 MPa 以上の引張強さを有しており、通常の 7075-T6 処理材の値 (570 MPa) を大きく上回る。特に 10 回転の HPT 加工を施した場合は、898 MPa という非常に高い引張強さを有すると同時に、3.5% の破断伸びを示す。この引張強さの値は、堀田の報告 (840 MPa)⁸⁾ と Liddicoat らの報告 (1000 MPa 以上)⁹⁾ の中間の値となっている。これらの差は、HPT 加工の際に用いる金型、試料サイズ等が異なることにより、結果的に引張試験片の平行部に導入されるひずみ量が異なることによるものと考えられる。

引張試験片の破面観察の結果を Fig. 4 に示す。Fig. 4(a), (b) は HPT1 回転加工材、Fig. 4(c), (d) は HPT10 回転加工材の結果である。低倍率の観察結果 (Fig. 4(a), (c)) からは、試料内部の安定亀裂成長部とその外側の最終せん断破壊部が認められ、高倍率で観察する (Fig. 4(b), (d)) と、非常に小さなデンプル ($1\mu\text{m}$ 以下) が多数見られ、破壊の素過程は、ボイドの発生および成長を伴う延性破壊であることが明らかである。また同時に、約 $5\mu\text{m}$ の大きさの Fe 系晶出相が割れている部分も観察された。破壊過程については、加工後の組織との関連で後に詳しく考察する。

3.2 金属組織

一般的に本合金においては、インゴットの熱間加工 (圧延または押出加工) に先立って施される均質化処理時に Cr 系分散相が析出する。加工後の溶体化処理時に、この分散相が結晶粒界の移動を抑制する。その結果、通常のプロセスで製造された本合金は、溶体化処理時に再結晶が生じず、回

Fig. 4 Fracture surface observation for tensile specimens after 1 turn (a, b) and 10 turns (c, d) of HPT process.

Fig. 5 TEM bright field images and SAED pattern for the specimen before HPT process. The SAED pattern was taken from the circled area.

復のみが生じ、結晶粒の形状は加工方向に延伸した棒状あるいはパンケーキ状となる。**Fig. 5**はHPT加工前の溶体化処理材（以下、「溶体化処理材」と呼ぶ）のTEM明視野像観察結果である。溶体化処理材の結晶粒は、等軸粒ではなく、加工方向に延伸した形状となっていた。また、粒径は10～100 μm 程度であり、**Fig. 5(a), (b)**においては観察倍率が高く結晶粒界は観察されない。**Fig. 5(b)**内に示した電子線回折パターンは、同図の円状領域から取得しており、単一結晶粒の母相（fcc構造）からの回折が認められる。なお、均質化処理時に析出したCr系分散相と思われる粒子の存在も認められる。これに関しては、後にEDSによる分析結果を示す。

Fig. 6はHPT10回転加工材のTEM明視野像観察結果である。結晶粒径は100～200nmであり、**Fig. 5**と比較して顕著に微細化している。電子線回折パターンからも、多数の結晶粒からの回折が認められる。**Fig. 5**と**Fig. 6**との比較から、HPT加工により高密度の転位が試料中に導入され、加工中の動的回復等による転位の再配列によって粒界が生成し、結果として結晶粒径の微細化が生じたことが示唆される。これらのTEM明視野像の観察では、HPT加工材中の第二相の分布が不明瞭である。そこで、STEMによるAnnular Dark Field (ADF) 像の観察結果を**Fig. 7**に示す。**Fig. 7(a)～(c)**は溶体化処理材、**Fig. 7(d)～(f)**はHPT10回転加工材の結果である。この図から、HPT加工前後の双方の試料に第二相（白色粒子）が存在すること、それらの形状・サイズ・分布が異なることが明らかである。

第二相についてより詳細に調べるために、EDS分析を実施

Fig. 6 TEM bright field images and SAED pattern for the specimen after 10 turns of HPT process. The SAED pattern was taken from the circled area.

Fig. 7 Annular dark field (ADF) images for specimens before (a–c) and after 10 turns of HPT process (d–f).

した（**Fig. 8～Fig. 10**）。**Fig. 8**は溶体化処理材のEDS分析結果である。**Fig. 5**で見られた第二相はCrを含む化合物であることが明らかである。Zn, Mg, Mnの濃度も、この化合物周辺で高くなっている傾向がある。しかし、本研究の目的はHPT加工材の組織を明らかにすることであるため、溶体化処理材について、これ以上の詳細な検討は実施しなかった。また、ここではCuの濃度は場所による不均一がほとんど見られないことも注意されたい。

Fig. 9はHPT加工材のEDS分析結果である。**Fig. 7**から、

Fig. 8 Elemental distribution maps by EDS analysis for specimen before HPT process with ADF image.

Fig. 9 Elemental distribution maps by EDS analysis for specimen after 10 turns of HPT process with ADF image.

HPT加工により第二相の形状・サイズ・分布が変化することがわかっており、その詳細がこの図に表れている。溶体化処理材 (Fig. 8) と比較すると、まず、Crを含む化合物のサイズが小さくなっている。また、ZnとMgとを同時に含む化合物が多く見られ、これがCrを含む化合物とは異なる場所に存在している。さらに溶体化処理材には見られなかったCuを含む化合物が存在している。**Fig. 10**は、高倍率でHPT加工材のEDS分析を実施した結果である。この図から、Fig. 9に見られた3種類の化合物はいずれも粒界上に存在してい

Fig. 10 Enlargements of elemental distribution maps by EDS analysis for specimen after 10 turns of HPT process with ADF image.

Table 1 Semi-quantitative analysis of chemical compositions for six areas indicated in ADF image in Fig. 10.

	Al	Zn	Mg	Cu	Cr	Fe	Si
1	62	<1	<1	35	<1	<1	<1
2	79	9	7	3	<1	<1	1
3	40	32	25	2	<1	<1	1
4	91	3	2	<1	2	<1	<1
5	93	2	3	<1	<1	<1	<1
6	98	<1	<1	<1	<1	<1	<1

ることが明らかである。Fig. 10のADF像中に示した特定の領域に関して簡易定量分析を実施した結果を**Table 1**に示す。領域1~4は第二相に対応している。領域1はCuを含む化合物であり、Table 1の組成分析結果から $\text{Al}_2\text{Cu}(\theta)$ であると考えられる。領域2および3は主にZnとMgとを含む化合物であり、Table 1の組成分析結果とFig. 9およびFig. 10の組成マップにおいてこれらの化合物の位置のAl濃度が極端に低いことを考え合せると、 $\text{MgZn}_2(\eta)$ に近い組成を有すると思われる。領域4はCrを含む化合物である。

Fig. 10において、ZnおよびMgの濃度分布をよく見ると、化合物が存在しない部分においても、濃度変動が存在しているように見える。実際Table 1の2か所の母相 (領域5および6) の組成分析結果は、場所によってZnおよびMgの濃度が変動している可能性を示唆している。この点について検討する目的で、測定条件を変えてEDS分析を実施した結果を**Fig. 11**に示す。ここでは、組成マップを画素数 64×64 、一点あたり1s、積算なしの収集条件で測定を実施した。この図から、母相内のZn, Mg, Cuの濃度が100~200nmのサイズで不均一に変動していることが明らかである。さらに、Mgに

Fig. 11 Detailed elemental distribution maps by EDS analysis for specimen after 10 turns of HPT process with ADF image.

関しては、粒界へ偏析する傾向も認められる。

4. 考 察

組織観察の結果、HPT加工中にCrを含む第二相がより小さなサイズに分断され、Zn, MgおよびCu原子の位置が動いて、溶体化処理材には存在しなかった新たな第二相を形成することが明らかとなった。また、これら主溶質原子の移動は、第二相の形成だけでなく、母相中の濃度変動も引き起こしていることが示唆される。以下に、HPT加工によりこのような組織変化が生じた過程と、HPT加工材の組織と機械的特性との関係について考察する。

通常の7075合金T6処理材においては、溶体化処理時に主溶質添加元素が母相に過飽和に固溶している。これに時効処理を施すと、溶質原子が粒内および粒界に析出する。粒内に析出するのは準安定相であり、これが主に強化を担う。粒界には安定相が析出すると考えられている。7075合金におけるT6処理の通常条件は、120°Cにおいて24~48hであり、上記の粒内および粒界への析出が拡散により生じる。

一方、本研究においては、1rpmの条件でHPT加工を実施しており、1回転材では1分間、10回転材では10分間の時間のうちに、大きな機械的特性および金属組織の変化が生じている。HPT加工中の発熱に関する報告¹²⁾によれば、アルミニウム合金の場合には10°C程度しか温度上昇を生じないため、このように短時間で主溶質元素の大幅な分布変化を伴う組織変化が生じていることは、通常の拡散現象だけではなく、加工に伴う原子移動が組織形成の過程で大きな役割を担うことを示唆する。

HPT加工中の組織変化は、①転位密度の上昇とその後の動的回復による粒界の生成、②塑性変形によって導入された転位や粒界に沿った高速拡散、の2つの現象のほかに、③せん断変形による原子相対位置の変化、も同時に生じることに よる結果として捉えることが可能である。本研究においては相当ひずみで100を超えるような巨大ひずみ加工を施しているため、とくに③の寄与を無視することができない。HPT加工前の過飽和固溶体は、これらの現象が生じる中で、加工温度（未測定、おそらく100°C以下）の平衡状態あるいは準

Fig. 12 Hall-Petch relations for 7075 alloys and pure aluminum with the plot for the present result for 7075 alloy after 10 turns of HPT process.

安定状態に向かって析出による相分離が進行すると考えられる。相分離の初期過程では、粒内での溶質クラスタの生成や、粒界への溶質移動や粒界でのクラスタ生成が生じると考えられる。粒内クラスタに関しては、本研究の範囲内では明らかにすることができなかったが、Liddicoat⁹⁾らは3DAP解析によりそのようなクラスタを検出している。粒界への溶質濃化については、加工の進行とともに、クラスタから平衡相に近い組成を有する化合物へと変化する (Fig. 9およびFig. 10) ものと考えられる。なお、本研究の範囲内では、粒界に観察された化合物が平衡相であるのか準安定相であるのかについては不明であり、今後の詳細な解析が必要である。

以上のようなHPT加工中の内部組織の変化が、機械的特性に及ぼす影響を検討するために、結晶粒径と強度との相関を表すHall-Petch (H-P) の関係¹³⁾に基づいて、強化機構を考察する。市販7075合金溶体化処理材 (7075-ST) およびT6処理材 (7075-T6)¹⁴⁾と純アルミニウム¹⁵⁾の結晶粒径(D)と0.2%耐力との関係に関する文献値をFig. 12にまとめた。文献データは、いずれも10 μm 以上の結晶粒径の試料を用いており、微細粒側では実験データが存在しないが、同様の関係が成立すると仮定して点線を引いた。これらの直線の縦軸の切片が摩擦応力と呼ばれ、単結晶の強度に相当する。直線の傾きは、Hall-Petch係数 (以下H-P係数) と呼ばれる材料定数である。Fig. 12から摩擦応力とH-P係数は合金化や時効処理により変化する。H-P関係は経験則¹³⁾であるが、粒界に堆積した転位の応力集中により、隣接粒に変形が伝播するモデルで説明される¹³⁾。

本研究で取扱う7075-HPT加工10回転材の0.2%耐力および粒径は、それぞれ800MPa, 200nm ($D^{-1/2}=71 \text{ (mm}^{-1/2}\text{)})$ であり、Fig. 12の7075-T6の線上にある。本来、HPT加工の前の溶体化処理状態においては、7075-STの線上に乗ると考えられる。HPT加工により、粒内における変形抵抗が何らかの要因により上昇した結果、7075-T6とほぼ等しい値まで摩擦応力が増加した、あるいは摩擦応力はさほど上昇しない

が、H-P係数が何らかの要因により上昇した可能性が考えられる。しかし、HPT加工材において摩擦応力を一定とした状態で結晶粒径を変化させることは困難であり、本研究では摩擦係数とH-P係数を個々に議論することはできない。

これまでに、本HPT加工材の強度には、①転位密度、②結晶粒径、③粒界偏析、④粒内ナノクラスタが関与する可能性が報告されている^{9), 10)}。H-P関係において、①、④は摩擦応力に、③はH-P係数に影響する因子である。本研究における組織解析の結果からは主溶質元素の顕著な粒界濃化が生じていることがわかっており (Fig. 9~Fig. 11)、これがH-P係数を上昇させ、高強度化に寄与する可能性が高い。また、アルミニウム合金において結晶粒径が $1\mu\text{m}$ より小さくなると、粒内転位と粒界との反応やそれと関係した粒界すべりが生じやすくなるため、粒界への応力集中モデルとは現象が変化して、H-P関係から予想される値より低強度となることも知られている¹⁶⁾。この点に関しても、主溶質元素の粒界濃化現象が、粒内転位と粒界との反応を抑制することにより、高強度化に寄与するものと考えられる。一方、純アルミニウムに関しては、結晶粒径の微細化に伴い、H-P関係から予想される値より逆に高強度となる例も報告されている^{17), 18)}。しかし、H-P関係からのずれが生じる結晶粒径は報告例により異なっており、試料作製方法や不純物の影響についても未解明である。本研究では、 $100\sim 200\text{nm}$ の結晶粒径しか対象にしておらず、またAl-Zn-Mg系合金に関しては結晶粒径の影響

に関して系統的な報告も存在しないため、変形機構に関して厳密な議論を行うことは不可能である。この点を明確にするためには、今後、結晶粒径を変化させた試料を用いて検討する必要がある。

最後にHPT加工材の破壊過程について考察する。Fig. 4とFig. 6とを比較すると、引張破面上に観察されたディンプルのサイズが、結晶粒径とほぼ等しいことがわかる。破面上に観察されるディンプルは、クラックの進展が延性的であることを意味する。一般的な結晶粒径 ($10\mu\text{m}$ 以上) を有する試料においては、粒内でボイドの生成、成長、連結の過程が生じて、破面にディンプルが形成する。このとき、粒内に存在する第二相が割れたり、第二相と母相との界面が剥離することによってボイドが生成することがよく知られている¹⁹⁾。

ここでは、結晶粒径が非常に小さい ($D\approx 200\text{nm}$) の場合に、どのような過程でディンプルが形成されるかを考える。Fig. 10から明らかなように、本研究におけるHPT加工10回転材では、第二相は粒界に存在する。したがって、ボイドが生成するならば、粒界面自体の剥離か、粒界に存在する第二相の界面の剥離により生じると考えるのが妥当である。これを検証するため、HPT加工10回転材の破面をFig. 4よりさらに詳細観察した結果をFig. 13に示す。Fig. 13(a) から、破面上には大小のディンプルが混在し、大きなディンプルの底には $2\sim 5\mu\text{m}$ の第二相が存在していることがわかる。この第二相は、EDS分析の結果不純物に起因するFeおよび主溶質

Fig. 13 Fracture surface observation for tensile specimen after 10 turns of HPT process.

元素であるCuを含む化合物であった。また、Fig. 13(b), (c)からは小さなデインブルの底には50~100nmのサイズの第二相が存在していることがわかる。

すなわち、ここで観察された結果からは、破壊の初期段階において2~5 μ mのサイズのFeおよびCuを含む第二相の割れや界面剥離によりボイドが生成し、これが成長するものと考えられる。そして、その後成長したボイドの間の領域において、50~100nmのサイズの粒界に存在するZn, Mg, Cu, Crを含む第二相の界面にボイドが生成し、最終的にはこれら大小のボイドが連結することによって最終破断に至るものと思われる。したがって、HPT加工材の破面に観察されたデインブルは、粒界上に存在する第二相と母相との界面の剥離により生じたボイドの成長と連結によってもたらされたものと判断できる。一般的に粒内破壊に比べて粒界破壊はクラック進展に要するエネルギーが小さく、脆性的であることが多い。しかし、本研究におけるデインブルの形態を見る限り、一般的なサイズの結晶粒を有する試料のデインブル形成型粒内延性破壊の形態と大きく変わるところはなく、本質的に破壊に伴うクラック進展は延性的である。これはHPT加工材の強度が非常に高いにもかかわらず、延性的な変形および破壊挙動 (Fig. 3) を示すこととよく対応している。

5. 結 言

市販7075アルミニウム合金の機械的特性と金属組織に及ぼすHPT加工の影響について検討した。

(1) HPT加工前 (溶体化処理材) には、主な第二相はCrを含む粒内分散相であり、主溶質元素であるZn, MgおよびCuは主に母相(Al)に固溶している。HPT加工により結晶粒径が微細化すると同時に、Crを含む第二相のサイズの微細化、粒界上へのMgとZnとを同時に含む化合物、およびCuを含む化合物の生成が確認された。また、粒内にZn, Mg, Cu濃度の不均一領域も観察された。HPT加工中の転位の運動に伴って溶質元素が移動したり、格子欠陥の密度が著しく上昇したりすることにより、溶質元素の拡散が加速することが、上記組織変化の原因と考えられる。

(2) HPT加工材においては、主溶質元素の顕著な粒界濃化が粒内転位と粒界との反応を抑制することにより、高強度化に寄与している可能性が高い。また、引張試験片の破面観

察から、クラックは粒界に沿って進展しているが、粒界上でのボイドの生成、成長、連結の過程を伴っており、延性的な破壊挙動を示すことがわかった。

謝 辞

本研究は、日本学術振興会科学研究費助成事業 (基盤研究(B), 課題番号24360297) の補助を得て行われた。また、HPT加工材の引張試験にご協力いただいた株式会社豊田中央研究所 山田 明氏に感謝いたします。

参 考 文 献

- 1) T. Saito, T. Furuta, J. H. Hwang, S. Kuramoto, K. Nishino, N. Suzuki, R. Chen, A. Yamada, K. Ito, Y. Seno, T. Nonaka, H. Ikehata, N. Nagasako, C. Iwamoto, Y. Ikuhara and T. Sakuma: Science, **300** (2003), 464-467.
- 2) T. Li, J. W. Morris Jr., N. Nagasako, S. Kuramoto and D. C. Chrzan: Phys. Rev. Lett., **98** (2007), 105503.
- 3) T. Furuta, S. Kuramoto, J. W. Morris Jr., N. Nagasako, E. Withey and D. C. Chrzan: Scr. Mater., **68** (2013), 767-772.
- 4) 倉本 繁, 西野和彰, 斎藤 卓: 軽金属, **55** (2005), 618-623.
- 5) 倉本 繁, 古田忠彦, 長廻尚之: 軽金属, **62** (2012), 406-411.
- 6) S. Kuramoto, T. Furuta, N. Nagasako and Z. Horita: Appl. Phys. Lett., **95** (2009), 211901.
- 7) T. Furuta, S. Kuramoto, K. Horibuchi, T. Ohsuna and Z. Horita: J. Mater. Sci., **45** (2010), 4745-4753.
- 8) 堀田善治: 軽金属, **60** (2010), 134-141.
- 9) P. V. Liddicoat, X.-Z. Liao, Y. Zhao, Y. Zhu, M. Y. Murashkin, E. J. Lavernia, R. Z. Valiev and S. P. Ringer: Nat. Commun., **1** (2010), 63.
- 10) R. Z. Valiev, N. A. Enikeev, M. Y. Murashkin, V. U. Kazykhanov and X. Sauvage: Scr. Mater., **63** (2010), 949-952.
- 11) S. Kuramoto, I. Aoi and T. Furuta: Light Metals 2013, Ed. by Barry Sadler, TMS, (2013), 255-258.
- 12) K. Edalati, R. Miresmaeili, Z. Horita, H. Kanayama and R. Pippan: Mater. Sci. Eng. A, **528** (2011), 7301-7305.
- 13) E. Arzt: Acta Mater., **46** (1998), 5611-5626.
- 14) 松岡秀明, 広瀬幸雄, 岸 陽一, 東 健司: 材料, **46** (1997), 665-670.
- 15) 小野長門, 早川貞治, 三浦 精: 日本機械学会論文集 (A編), **68** (2002), 1129-1135.
- 16) 東 健一, V. Patlan, 北川和夫, 川添正孝: 軽金属, **51** (2001), 646-650.
- 17) N. Kamikawa, X. Huang, N. Tsuji and N. Hansen: Acta Mater., **57** (2009), 4198-4208.
- 18) H. J. Choi, S. W. Lee, J. S. Park and D. H. Bae: Mater. Trans., **50** (2009), 640-643.
- 19) A. A. Benzerga and J.-B. Leblond: Adv. Appl. Mech., **44** (2010), 169-305.