研究論文 2091Al-Li 系合金の強靱性に及ぼす製造プロセスの影響*

新家 光雄** ・ 小林 俊郎** ・ 山田 裕樹***
入佐 徹**** ・ 萩原 卓三***** ・ 坂本 敏正*****

Effect of manufacturing process on strength and toughness of 2091 Al-Li system alloy

Mitsuo NIINOMI**, Toshiro KOBAYASHI**, Hiroki YAMADA***
Toru IRISA****, Takuzo HAGIWARA***** and Toshimasa SAKAMOTO*****

The relationships among strength, toughness and microstructure of the 2091 Al-Li system alloy conducted with thermomechanical processing whose fundamental processes were variously changed, were investigated in order to achieve greater strength and toughness. The warm rolling temperature should be lowered, the warm rolling reduction ratio should be greater, and the best reduction ratio of the cold rolling after the warm rolling is 20% in order to develop the strength and toughness of the 2091 Al-Li system alloy. The annealing after the warm rolling is no good for strengthening and toughening of the 2091 Al-Li system alloy. The strength and toughness parameter is well related to the subgrain size. **Keywords:** Al-Li system alloy, strength, toughness, microstructure, thermomechanical processing

(Received June 24, 1994)

1. 緒 言

Al-Li 系合金は低密度、高弾性率および高比強度を有することから、長年次期航空機用構造材料として注目されている。しかし、本系合金は靱性の低いことがネックとなっており、いまだに主要部材としての実用化には至っていない。低靱性の主原因は、主要な析出相である準安定 δ' (Al_3Li) 相がマトリックスと整合であるため、転位が運動する際に容易にせん断されるためであるとされている¹⁾。この低靱性を改善するため、添加元素あるいは加工熱処理によるマイクロ組織制御の観点から、様々な研究報告がなされている^{2)~4)}。添加元素によるマイクロ組織制御法には、Zrなどを添加することにより結晶粒を微細化する方法および時効処理において Al_3Zr 相を核としてその周りに δ' 相を析出させ、 δ' 相自身を強化する方法²⁾などがある。一方、加工熱処理によるマイクロ組織制御法には、加工と再結晶処理とを組み合わせ、結晶粒を微細にすることで粒界への局所ひずみの集中を低減する方法³⁾や加工により転位を導入し、さらにその後の時効処理により、 δ' 相以外に T_1 相 (Al_2CuLi) あるいは δ' 相 (Al_2CuMg) を析出させる方法⁴⁾などがある。しかし、いずれの場合にも実用化に至るような靱性改善が達成さ

れていないのが現状である。本系合金の靱性改善のためには、適切な製造プロセスを選び、靱性とマイクロ組織との関係を明らかにすることが重要である。

そこで本研究では、基本的な加工熱処理工程を変化させることによりマイクロ組織を変化させ、強度および靱性とマイクロ組織との関係について調査し、強靱性に優れたプロセスおよびマイクロ組織を明らかにすることを目的とした。

2. 実験方法

供試材には2091合金 ($\text{Al}-2.15\text{Li}-2.10\text{Cu}-1.49\text{Mg}-0.12\text{Zr}$: mass%) を用いた。本合金に Fig. 1 に模式的に示す加工熱処理を施した。この場合、二段均質化処理後の温間圧延工程と強靱性との関係を調査するため、温間圧延工程における加工度を30, 45, 60および75%と変化させた (Fig. 1(a))。また、その温間圧延温度を573, 623および723 K と変化させた (Fig. 1(b))。さらに、温間圧延後、溶体化処理前の冷間圧延の影響あるいは焼なましの影響について検討するため、まず温間圧延条件を温度623 K、加工度45%と一定条件とし、その後の冷間圧延加工度を0, 20および30%と変化させた (Fig. 1(c))。次いで、その冷間圧延前に焼なましを行い冷間

* 軽金属学会第84回春期大会 (平成5年5月)、第85回秋期大会 (平成5年11月) にて一部発表。

** 豊橋技術科学大学生産システム工学系 (豊橋市)。Department of Production Systems Engineering, Toyohashi University of Technology (Toyohashi-shi, Aichi)。

*** 豊橋技術科学大学大学院 (豊橋市) [現在: 東北特殊鋼(株) (柴田郡)]。Graduate School of Toyohashi University of Technology (Toyohashi-shi, Aichi) [Present: Tohoku Steel Co., Ltd. (Shibata-gun, Miyagi)]。

**** 豊橋技術科学大学大学院 (豊橋市)。Graduate School of Toyohashi University of Technology (Toyohashi-shi, Aichi)。

***** (株)アリシウム (四日市市)。Alithium, Ltd. (Yokkaichi-shi, Mie)。

Fig. 1 Schematic drawing of thermomechanical processing applied in this study.

圧延加工度を0, 20および40%と変化させた(Fig. 1(d))。なお、冷間圧延工程を変化させた場合で、焼なましを行っていない場合の最高加工度が30%、焼なましを行った場合のそれが40%となっている理由は、焼なましを行っていない場合に、加工度30%以上で耳割れが発生し、後述するような試験片の採取が困難となったためである。最終処理はT8処理であり、時効条件はすべて靱性が最も良好とされる亜時効処理⁴⁾とした。なお、本研究で適用した高温圧延条件は、熱間あるいは温間圧延温度域に当たるが、本報では温間圧延と統一して表現する。

以上の加工熱処理を施した試料より、厚さ2 mm、標点間距離20 mm および標点間幅4 mmの板状引張試験片を引張軸が圧延方向となるように採取し、室温にてインストロン型試験機(㈱東京試験機SC-10型容量98 kN)を用いクロスヘッド速度 8.3×10^{-6} m/sにて引張試験を行った。動的破壊靱性試験では、 $a_0/W=0.6$ (a_0 : 予き裂長さ, W : 試験片幅)になるように疲労予き裂を導入した三点曲げ試験片($10 \times 5 \times 55$ mm)をL-T方向より採取し、室温にて衝撃速度2.05 m/sで試験を行った。その場合、CAIシステム⁵⁾を用い、動的破壊靱性値(J_d)を求めた。

ミクロ組織の観察は、光学顕微鏡および透過型電子顕微鏡(TEM; 日立製作所製H-800)を用いて行った。ミクロ組織の形状および分布を明らかにするための種々のミクロ組織パラメータの測定は、TEM組織写真につき画像解析装置(画像処理/解析装置; ㈱ニレコ製LUZEX III)を用いて行った。その際、TEM試料膜厚による誤差を補正するため、その膜厚測定をコンタミネーション・スポット法⁶⁾により行った。

3. 実験結果および考察

3.1 温間圧延加工度の影響

Fig. 2 Effect of warm rolling reduction ratio on mechanical properties and dynamic fracture toughness; $\sigma_{0.2}$: 0.2% proof stress, σ_B : tensile strength, E : elastic modulus, EL : elongation, $R.A.$: reduction of area and J_d : dynamic fracture toughness.

Fig. 2に温間圧延温度を623 Kと一定にして、温間圧延加工度を变化させた場合の各引張特性値および動的破壊靱性値(J_d)を示す。温間圧延加工度の増加に伴って0.2%耐力はほとんど変化しないが、引張強さおよび伸びは上昇する。特に、引張強さおよび伸びは温間圧延加工度45%と60%との間で急激な増加が見られる。 J_d 値も温間圧延加工度の増加に伴い20~30%向上する。

温間圧延加工度を变化させた場合の加工度30%および75%の試料のTEM組織をFig. 3に示す。結晶粒は光学顕微鏡により観察される結晶粒寸法に比べ極めて小さく、各結晶粒方位がほぼ同一であったことから亜結晶粒であり、時効析出相として従来より報告⁷⁾されている球状 δ' 相および板状 S' 相が観察される。これらの観察結果は他の加工度の試料についても同様であった。そこで、各加工度のTEM組織写真より、亜結晶粒サイズならびに各相のミクロ組織の形状および分布を知るために組織パラメータとして、球状 δ' 相については体積率、直径および最隣接間距離を、板状 S' 相については体積率、長さ、幅および最隣接間距離を測定した。その結果をTable 1に示す。亜結晶粒サイズは温間圧延加工度の増加に伴って小さくなるのがわかる。 δ' 相については、温間圧延加工度の増加に伴って、体積率はほとんど変化しないが、直径および最隣接間距離が小さくなる。 S' 相については、温間圧延加工度の増加に伴って、幅はほとんど変化しないが、体積率が若干小さくなり、長さおよび最隣接間距離が大きくなる。

3.2 温間圧延温度の影響

Fig. 4に温間圧延加工度を45%一定とし、温間圧延温

Warm rolling reduction ratio variable
(Warm rolling temperature: 623 K)

Fig. 3 TEM micrographs showing subgrain structure, δ' (dark field image) and S' (bright field image) precipitates.

Table 1 Effect of warm rolling reduction ratio on subgrain size and microstructural parameters

Warm rolling reduction ratio	Subgrain size (μm)	δ' phase			S' phase			
		Volume fraction (%)	Diameter (nm)	Nearest neighbors (nm)	Volume fraction (%)	Length (nm)	Width (nm)	Nearest neighbors (nm)
30%	2.5	0.70	32	77.7	0.23	70.5	6	67.7
45%	2.2	0.73	31	79.0	0.22	83.2	5	54.6
60%	1.9	0.70	27	64.4	0.20	98.5	5	91.4
75%	1.8	0.67	26	59.1	0.20	111	5	97.4

度を変化させた場合の引張特性および J_d 値を示す。温間圧延温度の低下に伴って0.2%耐力、引張強さ、伸びおよび J_d 値が増加する傾向を示す。

Fig. 5 に温間圧延温度573および723 K の試料の TEM 組織を示す。これらの場合にも、結晶粒は亜結晶粒で、 δ' 相および S' 相が観察される。前述した δ' 相および S' 相に関するマイクロ組織パラメータ測定結果を Table 2 に示す。亜結晶粒サイズは、温間圧延温度の低下に伴って小さくなる。 δ' 相については、温間圧延温度の低下に伴って、その直径および最隣接間距離は小さくなるが、体積率は逆に増大している。 S' 相については、温間圧延温度の低下に伴って、幅はほとんど変化しないが体積率が減少し、長さおよび最隣接間距離は増加する。

3.3 溶体化処理前の冷間圧延加工度の影響

Fig. 6 に溶体化処理前の冷間圧延加工度を変化させた場合の引張特性および J_d 値を示す。0.2%耐力、引張強さおよび伸びは冷間圧延加工度の増加に伴い上昇する。一方、 J_d 値は加工度20%で最大値を示す。

Fig. 7 に冷間圧延加工度を変化させた場合の試料の TEM 組織を、Table 3 には前述と同様、亜結晶粒サイズ、 δ' 相および S' 相に関するマイクロ組織パラメータを示す。亜結晶粒は冷間圧延加工度20%において最も微細

化しており、本研究で適用した全加工熱処理中で最も小さい。冷間圧延加工度30%では亜結晶粒がやや粗大化し、光学顕微鏡によるマイクロ組織観察では若干の再結晶粒が観察された。Fig. 8 に示した J_d 値は、冷間圧延加

Fig. 4 Effect of warm rolling temperature on mechanical properties and dynamic fracture toughness; $\sigma_{0.2}$: 0.2% proof stress, σ_B : tensile strength, E: elastic modulus, EL: elongation, R.A.: reduction of area and J_d : dynamic fracture toughness.

Warm rolling temperature variable
(Warm rolling reduction ratio:
45%)

Fig. 5 TEM micrographs showing subgrain structure, δ' (dark field image) and S' (bright field image) precipitates.

Table 2 Effect of warm rolling temperature on subgrain size and microstructural parameters

Warm rolling temperature	Subgrain size (μm)	δ' phase			S' phase			
		Volume fraction (%)	Diameter (nm)	Nearest neighbors (nm)	Volume fraction (%)	Length (nm)	Width (nm)	Nearest neighbors (nm)
723 K	3.1	0.75	33	67.9	0.22	79.9	6	55.8
623 K	2.2	0.73	31	79.0	0.22	83.2	5	54.6
573 K	2.1	1.44	15	30.5	0.15	125	5	38.5

工度20%で最大値を示した。このことから、本系合金の靱性改善には亜結晶粒を微細化させることが重要であることが示唆される。 δ' 相については、冷間圧延加工度の増加に伴って体積率が上昇し、最隣接間距離は減少する。 δ' 相直径は加工度20%で最も小さい。 S' 相については、冷間圧延加工度の増加に伴って、幅はほとんど変化しないが、長さが減少する。一方、体積率は加工度20%で最小値を、最隣接間距離は加工度20%で最大値を示す。

3.4 冷間圧延前の焼なましの有無並びに冷間圧延条件の影響

Fig. 8 に焼なましを行い冷間圧延加工度を変化させた場合の引張特性および J_d 値を示す。3.3の焼なましを行っていない場合と同様に、冷間圧延加工度の増加に伴って0.2%耐力、引張強さおよび伸びが上昇し、 J_d 値は加工度20%で最大値を示す。しかし、焼なましを行った場合、各値が低下しており、焼なましは力学的特性に悪影響を及ぼしている。ミクロ組織観察では、焼なましにより亜結晶粒界への析出が観察された。また、試験後の破面観察より、焼なましをした試料で粒界破壊の傾向が強いことが確認された。

焼なましを行い、冷間圧延加工度を変化させた場合の試料の TEM 組織を Fig. 9 に示す。Table 4 は、そのミクロ組織パラメータである。亜結晶粒は加工度20%で最

も微細化しており、焼なましの有無にかかわらず同様な傾向を示す。 δ' 相は冷間圧延加工度の増加に伴って、直径はほとんど変化しないが、最隣接間距離が増加し、体積率は加工度40%で最大値を示す。 S' 相は、冷間圧延加工度の増加に伴って、幅はほとんど変化しないが、

Fig. 6 Effect of cold rolling reduction ratio before solution treatment on mechanical properties and dynamic fracture toughness; $\sigma_{0.2}$: 0.2% proof stress, σ_B : tensile strength, E: elastic modulus, EL: elongation, R.A.: reduction of area and J_d : dynamic fracture toughness.

Cold rolling reduction ratio variable

Fig. 7 TEM micrographs showing subgrain structure, δ' (dark field image) and S' (bright field image) precipitates.

Table 3 Effect of cold rolling reduction ratio before solution treatment on subgrain size and microstructural parameters

Cold rolling reduction ratio	Subgrain size (μm)	δ' phase			S' phase			
		Volume fraction (%)	Diameter (nm)	Nearest neighbors (nm)	Volume fraction (%)	Length (nm)	Width (nm)	Nearest neighbors (nm)
0%	2.2	0.73	31	79.0	0.22	83.2	5	54.6
20%	1.7	1.38	19	65.9	0.11	60.1	5	79.6
30%	1.9	1.71	22	55.7	0.16	57.8	5	63.4

体積率が加工度20%で最小値を、長さおよび最隣接間距離は加工度20%で最大値を示す。

3.5 強靱性の評価

高強度アルミニウム合金では、一般に、強度の上昇に

伴い靱性が低下する傾向を示す⁹⁾。したがって、高強度アルミニウム合金の開発では、強度と靱性とのバランスに優れる、すなわち強靱性を有する合金の開発が重要である。そこで、強靱性を一つのパラメータで示すことが重要である。

Hornbogen ら⁹⁾は、高強度アルミニウム合金の“強さ”として、強度と靱性とを総括的に評価することを提案している。すなわち、強度として破壊靱性試験におけるき裂発生点での応力 σ_{in} を考え、靱性として破壊靱性値 J_{IC} あるいは K_{IC} を考え、次式で“強さ”を定義している。

“Strength” = $\sigma_{in} \times J_{IC}$ (or K_{IC}) (1)

しかし、強靱性とは強度および靱性を意味しており、平滑引張試験片での強度と疲労予き裂試験片での破壊靱性を考慮すべきである。そこで本研究では、強度として0.2%耐力を、靱性値として J_d 値を考え、式(1)の σ_{in} および J_{IC} (or K_{IC}) を $\sigma_{0.2}$ および J_d で置き換えた。すなわち、強靱性パラメータ S として(2)式を定義し、強靱性を評価した。

$S = \sigma_{0.2} \times J_d$ (2)

各加工熱処理を施した合金について、 S を算出した結果を Fig. 10に示す。また、同図にはミクロ組織パラメータにおいて、ただ一つ、強靱性と相関性が認められた

Fig. 8 Effect of cold rolling reduction ratio after annealing on mechanical properties and dynamic fracture toughness; $\sigma_{0.2}$: 0.2% proof stress, σ_B : tensile strength, E: elastic modulus, El.: elongation, R.A.: reduction of area and J_d : dynamic fracture toughness.

Cold rolling reduction ratio variable
(Annealing before cold rolling)

Fig. 9 TEM micrographs showing subgrain structure, δ' (dark field image) and S' (bright field image) precipitates.

Table 4 Effect of cold rolling reduction ratio after annealing on subgrain size and microstructural parameters

Cold rolling reduction ratio	Subgrain size (μm)	δ' phase			S' phase			
		Volume fraction (%)	Diameter (nm)	Nearest neighbors (nm)	Volume fraction (%)	Length (nm)	Width (nm)	Nearest neighbors (nm)
0%	2.3	0.98	24	38.3	0.12	59.6	5	63.8
20%	1.8	0.96	21	43.8	0.11	75.0	5	101.2
40%	2.1	1.20	21	51.9	0.16	62.3	5	55.3

Fig. 10 A combination of 0.2% proof stress $\sigma_{0.2}$ and dynamic fracture toughness, J_a , and subgrain size obtained from each 2091 alloy.

亜結晶粒サイズについても示す。温間圧延の加工度および温度を変化させた場合、加工度の増大、温度の低下に伴い、強靱性が向上する。冷間圧延加工度を変化させた場合、焼なましの有無にかかわらず、加工度20%で強靱性が最大値を示し、焼なましを行った場合、行わない場合に比較して強靱性が低下する。

4. 結 言

2091 Al-Li 系合金を用いて、基本的な加工熱処理工程を変化させることでマイクロ組織を変化させ、強靱性に優れるプロセスおよびマイクロ組織を検討した結果、以下

の結論を得た。

(1) Al-Li 系合金の強靱化のためには、温間圧延は低温、高加工度にて行うのが望ましく、温間圧延後の冷間圧延は加工度20%にて行うのが好ましい。また、温間圧延後、冷間圧延加工前の焼なましは強靱性に悪影響を及ぼす。

(2) Al-Li 系合金の強靱性と亜結晶粒サイズとの間には良好な相関関係があり、本系合金の強靱化のためには、亜結晶粒を微細にすることが重要であることが示唆される。

最後に、本研究の一部は軽金属奨学会の教育研究資金によって行ったものであり、付記して謝意を表します。

参 考 文 献

- 1) A. H. Rosenstein: J. of Metals, **34** (1992), 14.
- 2) T. Sato, Y. Kato, A. Kamio and T. Takahashi: Scr. Met., **23** (1989), 447.
- 3) 小島 陽: 軽金属, **39** (1989), 67.
- 4) 小林俊郎, 新家光雄, 出川公雄: 日本金属学会誌, **52** (1988), 34.
- 5) 小林俊郎, 山本 勇: 日本金属学会会報, **32** (1993), 151.
- 6) W. S. Jung and J. K. Park: Proc. of 6th Int. Aluminium-Lithium Conf., (1992), 83.
- 7) 根本 実, 美浦康宏, 古川 稔: 軽金属, **36** (1986), 685.
- 8) 小林俊郎: 軽金属, **32** (1982), 539.
- 9) E. Hornbogen and E. A. Starke, Jr.: Acta. Metall. Mater., **41** (1993), 1.