Al-Mg-Si 合金における 2 段階時効のクラスタ形成と機械的性質への影響

高田 健¹ 高橋 淳² 佐賀 誠¹
潮田 浩作³ 日比野 旭⁴ 菊池 正夫⁵

¹新日本製鐵株式会社鉄鋼研究所

²新日本製鐵株式会社先端技術研究所

³新日本製鐵株式会社技術開発本部

⁴古河スカイ株式会社技術研究所

⁵九州大学鉄鋼リサーチセンター

J. Japan Inst. Metals, Vol. 76, No. 12 (2012), pp. 677–683

© 2012 The Japan Institute of Metals

Influence of Two-Step Aging on Cluster Formation and Tensile Property in Al-Mg-Si Alloy

Ken Takata¹, Jun Takahashi², Makoto Saga¹,
Kohsaku Ushioda³, Akira Hibino⁴ and Masao Kikuchi⁵

¹Steel Research Laboratories, Nippon Steel Corporation, Futtsu 293–8511

²Advanced Technology Research Laboratories, Nippon Steel Corporation, Futtsu 293–8511

³Technical Development Bureau, Nippon Steel Corporation, Futtsu 293–8511

⁴Technical Research Center, Furukawa-Sky Aluminum Corporation, Fukaya 366–8511

⁵Research Center for Steel, Kyushu University, Fukuoka 819–0395

The change of the state of Mg-Si cluster with aging time at 303 K and 323 K after pre-aging at 363 K was studied by means of tensile test focusing on yield stress, 3DAP (3 Dimensional Atom Probe) and DSC (Differential Scanning Calorimetry) measurement. Mg-Si clusters formed during isothermal aging at the temperature of 363 K after solution treatment were different from the ones formed at the temperatures of 303 K and 323 K. During aging at 303 K and 323 K following pre-aging at 363 K, the cluster that was once formed at 363 K grew in size together with the new nucleation of another type of cluster formed at 303 K and 323 K. The increment of yield stress with aging time at 303 K and 323 K after pre-aging at 363 K was greater than the one without pre-aging at 363 K. This was considered to stem from the fact that the cluster formed during pre-aging at 363 K further grows during aging at 303 K and 323 K but at the same time the another type of cluster is supposed to newly nucleate and grow at 303 K or 323 K after pre-aging, both of which are inferred to contribute to the larger increase in yield strength.

(Received August 16, 2012; Accepted October 1, 2012; Published December 1, 2012)

Keywords: aluminum-magnesium-silicon alloy, magnesium-silicon cluster, two-step aging, 3 dimensional atom probe (3DAP), differential scanning calorimetry (DSC), yield stress

1. 序 論

近年、自動車用パネル部材には、軽量化の要求から約 448 K での塗装焼付け熱処理にて良好な析出強化が得られる Al-Mg-Si 合金が使用される傾向にある。自動車向けのこの合金は、析出強化を得るために溶体化熱処理後に 448 K 以下での予備熱処理が施され、その後室温に保持される。この室温保持中に合金中の析出状態は変化し、それに伴い強度が増加する可能性がある。自動車パネル向けの新合金開発には、このような予備熱処理後の室温保持中の析出状態変化を把握する必要がある。

Al-Mg-Si 合金における 448 K 以下での析出過程に関する従来の研究結果を Table 1 に示す¹⁻⁵⁾。373 K 以下では Mg

クラスタ、Si クラスタ、Mg-Si クラスタ、GP ゾーンの形成が報告されている。ここでの GP ゾーンとは透過電子顕微鏡 (Transmission Electron Microscope: TEM) にてコントラストを示す 2 nm 程度のサイズを持つ Mg-Si クラスタを意味する⁴⁾。Mg-Si クラスタ、GP ゾーン、および β'' における Mg/Si 比は合金組成の Mg/Si に等しい。一方、 β' 中および β 中の Mg/Si 比は 2 である⁴⁾。また、時効温度が 448 K では、 β'' と短時間保持にて GP ゾーンが形成される。

Murayama らは、溶体化熱処理と 448 K にて 10.8 ks の熱処理の間に 6048 ks の室温保持を施すと β'' の形成は遅れることと³⁾、溶体化熱処理と 448 K にて 36 ks の熱処理の間に室温にて 6048 ks 保持を施した場合に形成される β'' の分布密度は、同じ熱処理の前に 343 K にて 57.6 ks 保持を施した場合に形成される β'' の分布密度よりも小さいことを報告し

Table 1 Precipitation sequence in Al-Mg-Si alloy.

Aging condition		Alloy (mass%)	Phase	Measurement	Ref.
Temperature, T/K	Aging time				
448	259.2 ks	Al-0.8Mg-0.79Si	β''	TEM	1)
	32.4 ks	Al-0.58Mg-0.32Si, Al-0.53Mg-0.71Si	β''	TEM	2)
	10.8 ks	Al-0.53Mg-0.71Si	β''	TEM	3)
	1.8 ks	Al-0.53Mg-0.71Si	GP zone	TEM	3)
	1.8 ks	Al-0.57Mg-0.31Si, Al-0.53Mg-0.66Si	GP zone	TEM	4)
	1.8 ks	Al-0.8Mg-0.79Si	β''	TEM	1)
373	604.8 ks	Al-0.95Mg-0.81Si	Mg-Si cluster	3DAP	5)
	3.6 ks	Al-0.95Mg-0.81Si	Mg-Si cluster	3DAP	5)
	600 s	Al-0.95Mg-0.81Si	Mg-Si cluster	3DAP	5)
343	57.6 ks	Al-0.57Mg-0.31Si, Al-0.53Mg-0.66Si	GP zone	TEM, 3DAP	4)
RT	7.88 × 10 ⁴ ks	Al-0.95Mg-0.81Si	Mg-Si cluster	3DAP	5)
	6048 ks	Al-0.53Mg-0.71Si	Mg-Si cluster, Mg-cluster, Si-cluster	APFIM	3)
	6048 ks	Al-0.57Mg-0.31Si, Al-0.53Mg-0.66Si	Mg-Si cluster, Mg-cluster, Si-cluster	3DAP	4)
	2419 ks	Al-0.95Mg-0.81Si	Mg-Si cluster	3DAP	5)
	604.8 ks	Al-0.95Mg-0.81Si	Mg-Si cluster	3DAP	5)
As-quench		Al-0.8Mg-0.79Si	Mg-cluster	APFIM	1)

ている⁴⁾。彼らは、これらの結果から、343 K 以上の保持にて形成される GP ゾーンすなわち粗大な Mg-Si クラスタは 448 K の熱処理にて β'' へと成長するが、室温保持にて形成される Mg-Si クラスタは β'' へは成長せず、これらクラスタは異なる種類であると結論している⁴⁾。それゆえ、343 K 以上の温度の予備熱処理を施し、続いて室温時効を施した場合には、343 K 以上の予備熱処理にて形成された Mg-Si クラスタとは異なるクラスタが室温保持にて形成されると予想される。著者らは以前、363 K の予備熱処理を施した後の室温保持での降伏応力の増大挙動が予備熱処理を施さない場合のそれと異なること⁶⁾、および予備熱処理後のクラスタの形態変化の調査⁷⁾を報告した。しかし、予備熱処理後の室温時効における 2 種類のクラスタ、すなわち 363 K で形成されたクラスタ、およびその後の室温時効で形成されるクラスタの大きさや分布密度の状態変化と機械的性質との関係については明確ではない。本研究の目的はこの点を明らかにすることにある。

クラスタの大きさと分布密度の変化は、転位との相互作用を介して、引張試験における降伏応力に影響することが予想される。一般に転位の移動障害による降伏応力の増加 $\Delta\sigma$ は以下の式で表すことができる^{8,9)}。

$$\Delta\sigma = MF/(bL) \quad (1)$$

ここで、 M , F , b , L はそれぞれ、Taylor 因子、析出物の転位への最大障害力、パーガースベクトル、転位をピン止めする析出物間距離である。式(1)で定義される降伏応力において析出物の構造に制約はないため、式(1)はクラスタに対しても成り立つことが考えられる。それゆえ、クラスタの分布密度が高くなれば L の値は小さくなり降伏応力値は上昇する。また、クラスタが大きくなれば、 L は小さくなり、転位への抵抗力すなわち F の値が増大し降伏応力値は上昇すると予想される。したがって、室温保持中のクラスタの大きさと分布密度の変化は降伏応力の変化に現れることが予想される。なお、 G を剛性率として $F > Gb^2$ であれば、転位はクラスタに対してオロワンループを残して通過し、 $F \leq Gb^2$ であれば、転位はクラスタをカットして通過する。しかし、い

ずれの場合でも降伏応力は式(1)を用いて表現できる。クラスタの形成量の変化の調査や種類の判別には DSC (Differential Scanning Calorimetry) 測定が有効である。また、クラスタの大きさと分布密度は 3 次元アトムプローブ (3 Dimensional Atom Probe: 3DAP) を用いて測定できる。

本研究では Al-Mg-Si 合金において、363 K 保持の予備熱処理にてクラスタを形成させ、その後、303 K と 323 K に保持した場合のクラスタの状態変化を、引張試験、DSC、3DAP、TEM を用いて調査した。最初に、303, 323 K、および 363 K での等温保持時効(1 段時効)におけるクラスタ状態の変化を調査した。次に、363 K の予備熱処理後に 303 K あるいは 323 K での保持を実施する 2 段時効を行いクラスタ状態の時間変化と引張特性の変化を調査し、従来解明されていない高温の熱処理後の室温時効時のクラスタ形成挙動の解明を行うことで、2 段時効の機械的性質に及ぼす影響解明を行った。

2. 実 験

2.1 試 料

試料は Mg と Si とともに 0.7 mass% 含有する Al-Mg-Si 合金を使用した。工場にて、鋳造、熱間圧延、冷間圧延を経て厚さ 1 mm の板を製造した。続いて、実験室にて、ソルトバスによる 803 K にて 60 s 間保持する溶体化熱処理後、水焼き入れを行った。水焼き入れした試料は、以下に述べる時効処理以外は液体窒素に浸漬して保管した。水焼き入れ後の 1 部の試料は、乾燥炉による 303 K、あるいはオイルバスによる 323 K と 363 K の等温時効(1 段時効)を行った。他の試料は、オイルバスにより 363 K にて 7.2 ks から 43.2 ks までの予備熱処理を行い、続いて乾燥炉による 303 K 時効あるいはオイルバスによる 323 K 時効の 2 段時効を行った。

2.2 引張試験方法、TEM 観察方法、および 3DAP と DSC によるクラスタの解析方法

降伏応力は、Autograph AG-10T(榊島津製作所)を用いた

引張試験により求めた。試験は室温にて実施し、試験片 (JIS5 号試験片) の引張り方向は素材の圧延方向と平行であり、そのゲージ長さは 50 mm である。引張速度は、歪が 1% 以下では 1 mm/min である。0.2% 耐力値を降伏応力とした。TEM 試料には、時効を施した板材試料の両表面より 80 μm 厚まで研磨を行い、その後、両面ジェット電解研磨を使用して穴をあけた薄膜試料を用いた。使用した TEM は株式会社日立製作所製 HF-2000 であり、加速電圧は 200 kV である。

クラスタの大きさ (構成原子数) の平均値と分布密度は 3DAP (Oxford nanoScience Ltd, UK) を用い、粒子解析法¹⁰⁾により求めた。粒子解析法に使用する 2 つのパラメータ d と N の最適値は今まで定義されておらず任意性が残り、本研究では、我々の過去の知見をもとに $d=1.0$ nm と $N=10$ を最適値として用いた。原子の検出率は 50% であるため、構成原子数は粒子解析により得られたその 2 倍の値を採用した。測定時の試料温度は 20 K 以下であり、測定原子数は 20 万以上である。測定では 3 ヶ所以上の異なる場所から取り出した試料にて、得られた測定データのバラツキが少ないことを確認した上で、1 つ以上の解析体積が 7 nm $\times$ 7 nm $\times$ 70 nm である試料のデータの数値を採用した。

DSC 測定では、株式会社日立製作所の DSC8230 機器を用いた。試料の測定温度範囲は室温から 773 K であり、その昇温速度は 20 K/min とした。

3. 結果と考察

3.1 等温保持時効

Fig. 1 は As-quench 材、303, 323, 363 K 保持材にて得られた DSC カーブを示す。Edwards らは、Al-0.8 mass% Mg-0.79 mass% Si 合金における溶体化熱処理後の DSC カーブにて、低温側から、Mg-Si クラスタの形成、 β'' の形成、 β' の形成の順に、それらの発熱ピークが出現すると報告している¹⁾。彼らの DSC 測定での昇温速度は 5 K/min であり、本研究での 20 K/min と異なり、発熱および吸熱の温度

は異なる可能性がある。しかし、発熱および吸熱現象の順番は変わらない。したがって、As-quench 材の DSC カーブに見られる 363, 548 K、および 593 K の発熱反応は、それぞれ、クラスタの形成、 β'' の形成、および β' の形成を示すと考えられる。一方、503 K の微少な吸熱量は 363 K の発熱ピークに対応するクラスタの溶解によるものと推定される。なお、本研究での DSC 測定では Mg クラスタ、Si クラスタ、Mg-Si クラスタを分離して観察されていない。後述する 3DAP の結果から、得られたクラスタの殆どは Mg-Si クラスタと推定される。Murayama らは 343 K 以上で形成される Mg-Si クラスタと 343 K 以下の保持で形成される Mg-Si クラスタは異なることを指摘している⁴⁾。Serizawa らも 2 種類のクラスタの存在を報告し、それらをクラスタ I とクラスタ II と呼んでいるが⁵⁾、DSC 測定にて得られるそれらの形成熱のピーク温度は後述する本研究にて得られたそれらと異なる。それゆえ、本論文ではそれぞれを高温クラスタ、および低温クラスタと呼ぶ。

303 K にて 604.8 ks 保持した材料では、As-quench 材に比べて、363 K での発熱ピークは消失し、503 K での吸熱量が増大している。これは、303 K にて 604.8 ks 保持の間に、過飽和の固溶 Mg 原子と固溶 Si 原子が低温クラスタ形成をしたことを示す。323 K にて 604.8 ks 保持した材料においても、As-quench 材に比べて、363 K での発熱ピークは消失し、503 K での吸熱量が増大している。したがって、323 K 保持においても 303 K 保持と同様に、過飽和の固溶 Mg 原子と固溶 Si 原子が低温クラスタを形成したと言える。363 K にて 21.6 ks 保持した材料においては、As-quench 材に比べて、363 K での発熱ピークは消失し、548 K での発熱量が大きく減少し、593 K での発熱量のピークが低温側に移動している。同温度にて 604.8 ks 保持した材料では、548 K での発熱量はさらに減少している。DSC 測定の前に β'' が既に形成される場合には、548 K での発熱ピークは減少する。しかし、363 K の保持では β'' は形成されず、高温クラスタが形成されるので^{4,5)}、363 K での予備時効に伴う 548 K の発熱ピークの減少は高温クラスタ形成と関係があるものと推察される。すなわち、高温クラスタが形成されるとそれを核に β'' の形成が容易になるので、364 K での時効時間とともに DSC 測定中の β'' の形成量が増加し 548 K での発熱ピークが低下したと考えた。

Fig. 2 は 363 K にて 21.6 ks 保持および 2592 ks 保持した材料の 3DAP にて得られた Mg 原子と Si 原子の 3DAP マップを示す。粒子解析後の原子マップを示した Fig. 2 (b) と (d) にて Mg と Si を含むクラスタが明瞭に観察された。観察されたクラスタは殆ど Mg-Si クラスタであり、これらは高温クラスタと考えられる。21.6 ks 保持材および 2592 ks 保持材の高温クラスタの分布密度と平均構成原子数は、それぞれ、 $4 \times 10^{24} \text{ m}^{-3}$ と 28 個および $4 \times 10^{24} \text{ m}^{-3}$ と 120 個であり、保持時間によりクラスタの分布密度はほとんど変化せずその大きさが増大している。したがって、363 K 保持では、新規に Mg-Si クラスタの核を形成することではなく、初期に形成された高温クラスタがその構成原子数を増大させる形で成長すると言える。また、高温クラスタの分布密度から、ク

Fig. 1 Differential scanning calorimetry (DSC) thermograms of specimens subjected to quenching (as quench) and isothermal aging at 303 K for 604.8 ks, at 323 K for 604.8 ks, at 363 K for 21.6 ks and at 363 K for 604.8 ks after solution heat treatment in a salt bath.

Fig. 2 3D atom maps of Mg and Si of specimens aged at 363 K. (a), (b) after aging for 21.6 ks; (c), (d) after aging for 2592 ks; in (a) and (c), all the Mg and Si atoms detected are shown by blue and red points, respectively; and in (b) and (d), only the atoms in the clusters are shown based on the particles analysis with $d=1.0$ nm and $N=10$.

Fig. 3 A HRTEM image taken at the $[001]$ Al zone axis and a diffraction pattern taken at $[001]$ in a selected area of an alloy specimen aged at 363 K for 4320 ks. No contrast corresponding to precipitate was observed. The dark regions seen in this image is not due to any precipitation nor reconstruction of lattice but seems to be due to the difference of thickness of membrane.

ラスト中心間の平均間隔は約 10 nm と見積もられた。Fig. 3 は 363 K にて 2592 ks 保持した材料の高分解 TEM 像を示す。Fig. 3 中の視野面積には Fig. 2 で示されたクラスタは十分存在している。しかし、母相と大きく構造の異なる析出物を見出すことはできなかった。

3.2 2 段時効熱処理

Fig. 4 は 363 K にて 7.2, 14.4, 21.6, 43.2 ks 保持の予備熱処理後の 303 K 時効における降伏応力の変化を、予備熱処理を施さない材料のそれとともに示したものである。

予備熱処理を施さない材料にて見られる初期の急激な降伏

応力の増大は、溶体化熱処理後の水焼き入れにて形成された大量の焼入れ空孔を消費した急激な低温クラスタの核形成、すなわち式(1)における L の急激な減少によるものと考えられる。急激な降伏応力の増大以降の降伏応力の緩やかな増大は、低温クラスタの成長、すなわち、式(1)における L の減少と F の増大によるものと推察される。

予備熱処理材の初期降伏応力値は予備熱処理時間の増大にしたがい上昇する。Fig. 2 に示した 363 K 保持での 3DAP 解析結果から、これら初期降伏応力値の上昇は、主に予備熱処理における高温クラスタの成長に起因するものであり、式(1)における F の増大によるものと考えられる。予備熱処理材における予備熱処理後の 303 K 時効での降伏応力値の上昇速度は予備熱処理を施さない材料の急激な増大以降のそれと比べて大きい。予備熱処理材には高温クラスタと低温クラスタの 2 種類のクラスタが存在すると考えられ、予備熱処理を施さない材料には低温クラスタのみが存在する。降伏応力値の上昇速度の差はこれらクラスタの状態変化の違いによるものと考えられる。クラスタの降伏応力への寄与は高温クラスタの寄与分と低温クラスタの寄与分に分けて考えることができる。Fig. 4 に見られる予備熱処理を施さない材料では、高温クラスタは存在しないので、その降伏応力の増加は、固溶原子量の減少による低下分と低温クラスタの成長による増分の和によるものと考えられる。一方、予備熱処理材では、高温クラスタは存在し、その降伏応力の増加速度が予備熱処理を施さない材料に比べて大きいことは、高温クラスタの降伏応力への寄与量が時間とともに変化している可能性、すなわち予備熱処理後の 303 K 保持では、低温クラスタの成長に加えて高温クラスタの大きさ、あるいはその分布密度が変化していることが示唆される。

Fig. 5 は、363 K にて 21.6 ks 保持の予備熱処理後、303 K の時効処理あるいは 323 K の時効処理を施した材料から

Fig. 4 The aging curve of yield strength at 303 K after and without pre-aging at 363 K. (a) pre-aging for 7.2 ks; (b) pre-aging for 14.4 ks; (c) pre-aging for 21.6 ks; (d) pre-aging for 43.2 ks. The solid circles and open circles are obtained without and with pre-aging, respectively.

得られた DSC カーブと予備熱処理直後材から得られたそれを示す。高温クラスタ形成後に 303 K にて 864 ks 保持した材料の DSC カーブは、予備熱処理直後材のそれに比べて、503 K での吸熱量が増大し 548 K での発熱量が減少している。303 K にて 1728 ks 保持した材料の DSC カーブは、503 K での吸熱量はさらに増大し、548 K での発熱量はさらに減少している。503 K の吸熱量の増大は 303 K 保持により低

Fig. 5 DSC thermograms of Al-Mg-Si alloy specimens subjected to pre-aged at 363 K for 21.6 ks (pre-aged) and pre-aged and isothermally aged at 303 K for 864 ks, at 323 K for 864 ks, at 303 K for 1728 ks, and at 323 K for 1728 ks after solution heat treatment in a salt bath and quenching.

温クラスタ量が増大したことを、548 K の発熱量の減少は高温クラスタ量が増大したことを示す。323 K 保持にて得られた DSC カーブでも、予備熱処理直後材の DSC カーブに比べて、503 K での吸熱量は増大し、548 K での発熱量は減少する。したがって、予備熱処理後の 303 K 保持と 323 K 保持では低温クラスタ量と高温クラスタ量がともに増大していると言える。

Fig. 6(a), (c), (e)はそれぞれ、363 K にて 21.6 ks 保持の予備熱処理直後の材料、予備熱処理直後に 303 K にて 864 ks、および 4320 ks 保持した材料の 3DAP により得られた Mg 原子と Si 原子の原子マップを示す。Fig. 6(b), (d), (f)は、それぞれ Fig. 6(a), (c), (e)の粒子解析後に得られた原子マップである。粒子解析により、クラスタが明瞭に観察される。これらの粒子解析後のクラスタ構成原子数の平均値と分布密度を Table 2 に示す。予備熱処理後、303 K 保持により、低温と高温の両クラスタの構成原子数と分布密度はともに増大していることがわかる。

予備時効後の 303 K 保持では高温クラスタが新規に形成されることはないと考えられるため、DSC 測定で観察された予備熱処理後の 303 K および 323 K 保持材の高温クラスタ量の増大は予備時効時に形成された高温クラスタが 303 K と 323 K の保持によりその分布密度を変えずに成長(構成原子数が増大)していることを示唆している。それ故、3DAP にて観察されたクラスタの分布密度の増加は低温クラスタの新規な形成によるものと考えられる。また、DSC 測定で得られた低温クラスタ量の保持時間にしたがう増大は、低温クラスタが新規形成後に、成長(構成原子数の増大)したことを示唆する。したがって、予備熱処理後の室温時効では、低温クラスタが新規に核形成し成長するだけでなく、予備熱処理にて形成された高温クラスタも同時に成長すると考えられる。

以上の検討を踏まえ、予備熱処理後の室温保持中のクラスタの成長挙動を模式的に Fig. 7 に示す。予備熱処理直後では、予備熱処理にて形成された高温クラスタと固溶 Mg 原子と固溶 Si 原子が存在する。それに続く室温保持では、この固溶 Mg 原子と固溶 Si 原子は、予備熱処理にて形成され

Fig. 6 3D atom maps of Mg and Si of specimens pre-aged at 363 K for 21.6 ks. (a), (b) after pre-aging; (c), (d) after additional aging at 303 K for 864 ks; (e), (f) after additional aging at 303 K for 4320 ks; in (a), (c), and (e), all the Mg and Si atoms detected are shown by blue and red points, respectively; and in (b), (d) and (f), only the atoms in the clusters are shown based on the particle analysis $d=1.0$ nm and $N=10$.

Table 2 Number of component atoms of Mg–Si clusters and distribution density of the clusters obtained through 3DAP analyses.		
Aging conditions	Number of component atoms	Distribution density/ m^{-3}
363 K for 21.6 ks	28	4×10^{24}
363 K for 21.6 ks followed by 303 K for 864 ks	40	5×10^{24}
363 K for 21.6 ks followed by 303 K for 4320 ks	68	7×10^{24}

た高温クラスタと、同時に室温保持にて新規に核形成される低温クラスタの成長に消費され则认为られる。

4. 結 論

Al–0.7% mass%Mg–0.7 mass%Si 合金を用いて、溶体化熱処理後の 363 K での予備熱処理とそれに続く 303 K および 323 K 保持での 2 段階時効処理時のクラスタ形成について、降伏応力の時間変化、DSC、および 3DAP を用いて調査し、以下の結果を明らかにした。

(1) 363 K の等温時効では、時効時間とともに構成原子数が増大するクラスタの成長が生じる。

(2) 363 K での予備熱処理後の 303 K や 323 K での保持により降伏応力は上昇する。その時間に対する上昇速度は、

Fig. 7 Schematic illustrations of the formation of high- and low-temperature clusters in the specimens aged at 303 K following the pre-aging at 363 K for 7.2 ks in Fig. 4. (a) pre-aged for 7.2 ks, (b) during aging at 303 K after the pre-aging.

予備熱処理を施さない材料での初期の急激な上昇以降の降伏応力の上昇速度に比べて大きい。

(3) 363 K の予備熱処理後の 303 K と 323 K の保持では、DSC 測定からは予備時効で形成されたクラスタ量の増大に加えて 303 K や 323 K 保持で観察される別のクラスタ量の増大も確認され、3DAP 観察からはクラスタの分布密度と構

成原子数の増大が観察された。

(4) DSC 測定結果と 3DAP 観察結果から、予備熱処理後の室温保持では、室温にて形成されるクラスタの新規形成とその成長のみならず、予備熱処理にて形成されたクラスタも成長すると推察した。予備熱処理後の室温保持における降伏応力の増大は、これら両クラスタの成長に起因すると考えられる。

文 献

- 1) G. A. Edwards, K. Stiller, G. L. Dunlop and M. J. Couper: *Acta Mater.* **46**(1998) 3893–3904.
- 2) N. Maruyama, R. Uemori, N. Hashimoto, M. Saga and M. Kikuchi: *Scr. Mater.* **36**(1997) 89–93.
- 3) M. Murayama, K. Hono, M. Saga and M. Kikuchi: *Mater. Sci. Eng. A* **250**(1998) 127–132.
- 4) M. Murayama and K. Hono: *Acta Mater.* **47**(1999) 1537–1548.
- 5) A. Serizawa, S. Hirose and T. Sato: *Metall. Mater. Trans. A* **39**(2008) 243–251.
- 6) K. Takata, K. Ushioda and M. Kikuchi: *Mater. Sci. Forum* **519–521**(2006) 233–238.
- 7) K. Takata, M. Saga, J. Takahashi, K. Ushioda, A. Hibino and M. Kikuchi: *Proc. 11th Int. Conf. of Aluminum Alloy*, (2008) pp. 961–968.
- 8) A. J. Ardell: *Metall. Trans. A* **16**(1985) 2131–2165.
- 9) Gerold V.: *Dislocations in Solids*, Vol. 4, (North Holland Publ. Co., Amsterdam, 1979) p. 219.
- 10) D. Vaumousse, A. Cerezo and P. J. Warren: *Ultramicroscopy* **95**(2003) 215–221.