加工熱処理した Al-1.8 wt%Li 合金の疲労挙動[†]

張 荻* 佐 治 重 興** 堀 茂 徳***

Fatigue Behavior of Thermomechanically Treated Al-1.8 wt%Li Alloy

by

Zhang Di*, Shigeoki SAJI** and Shigenori HORI***

Effects of microstructures obtained by two kinds of thermomechanical treatment, i) solution treatment-cold rolling (67%)-aging and ii) solution treatment-aging-cold rolling (67%), on the fatigue behavior of an Al-1.8 wt%Li alloy were investigated by means of optical and transmission electron microscopy. The results obtained are summarized as follows:

Deformation bands perpendicular to the rolling direction were formed inhomogeneously in the cold-rolled specimens, and the dislocation cell structure and microbands were the characteristic features. Fatigue strength in both the thermomechanically-treated specimens was higher than those in the solution-treated specimens, in the solution-treated and cold-rolled specimens and in the aged specimens. The higher fatigue strength is due to the dislocation cell structure with δ' -Al₃Li precipitates, because the cell structure alleviates the concentration of dislocation on a slip plane during fatigue test.

Fatigue strength in the specimens with the deformation bands parallel to the axis of fatigue stress was higher than that in the specimens with deformation bands perpendicular to the axis of fatigue stress. The deformation bands perpendicular to the axis of fatigue stress became preferential nucleation sites and propagation path of fatigue cracks. The thermomechanical treatment, i) brought out higher fatigue strength than the treatment, ii).

キー・ワード: Al-Li 合金, 加工熱処理, 疲労挙動

1 緒 言

アルミニウムにリチウムを添加すると比弾性率が高くなるので、航空機などの軽量化材として最近注目されている^{1)~3)}。構造材料としての使用を考えるためには疲労性質に関する研究は不可欠であるが、わずかに Al-Li-Cu-Mn⁴⁾ および Al-Li-Cu-Zr⁵⁾ など多元系の時効合金について、疲労クラックの伝ば速度が測定されているのみである。また Al-Li 2 元系については析出物の体積率を異にした合金の低サイクル疲労が報告されているが、Al-Li 2 元合金の高サイクル疲労の研究はなく、とくに Al-Li 合金の微細組織と疲労挙動についての詳細な報告はない。

Al-Li 合金は熱処理によって比強度を高めるが延性が低下すると指摘されており、著者らは本合金の強じん化のための析出組織の制御について研究を進めてきた⁶⁾⁹⁾。加工熱処理、すなわち溶体化処理後に加工と時効とを適宜に組合せることにより安定に均一に分布した高密度の転位と、均一で微細な析出物を導入する方法によって強度とともに延性をも高めることができる。さらに合金組成を制御して強じん化をはかることも期待できるが、本研究では Al-Li 2 元合金について溶体

化処理後の加工-時効、および時効-加工によって導入された転位と規則相である準安定 δ' 粒子の析出組織が疲労挙動に与える影響について調べることにした。また、さきに行った時効のみの場合との比較を行った。

2 実験方法

99.99%純度のアルミニウムと 99.6%のリチウムとをアルゴンガス気流中で LiCl を溶剤として溶解し、Al-1.8%Li 合金の 40 mm×40 mm×150 mm 鋳塊を得た。この合金の化学組成を Table I に示す。この鋳塊を 570℃で 24 hr 均質化加熱したあと面削して熱間圧延および冷間圧延によって所望の厚さの板材とした。まず(1)時効用試料には 2.3 mm 厚さの板材を用い、これから引張および疲労試験片を切り出した。(2)時効前に加工を行う試料は 6.1 mm 厚さの板材を 500℃・40 min の溶体化後氷水中に焼入れたあと 67%冷間圧

Table I. The chemical composition of the specimen used.

wt%					
Li	Fe	Ca	Mg	K	Al
1.82	0.0039	0.0094	0.0007	0.0031	bal

† 原稿受理 昭和61年6月17日 Received June 17, 1986

* 大阪大学大学院 吹田市山田丘, Graduate Student, Osaka University, Yamadaoka, Suita

** 大阪大学工学部 吹田市山田丘, Faculty of Engineering, Osaka University, Yamadaoka, Suita

*** 正 会 員 大阪大学工学部 吹田市山田丘, Faculty of Engineering, Osaka University, Yamadaoka, Suita

延して 2.1 mm 厚さとした。(3)同じく500℃で溶体化処理後, 150℃で 67 および 167 hr 時効したあと 2.1 mm まで67%冷間圧延した。(2)および(3)の処理を行ったものからの引張および疲労試験片の採取は, 圧延方向と平行および垂直方向からそれぞれ切り出した。用いた疲労試験片の形状を Fig.1 に示す。時効温度は δ' ソルバス以下の 150℃とした。引張および疲労試験片は電解研磨して表面の脱 Li 層を除いた。

Fig. 1. Dimensions of fatigue test specimen.

曲げ疲労試験はサイクル数 1800 r/min, 応力比 $R = -1$, 定荷重下, 室温で行った。引張試験は初期ひずみ速度 $1.67 \times 10^{-3}/\text{sec}$ とした。また時効および種々に加工熱処理した試料および, その後に疲労試験した試料について 光顕 および 透過電顕法 (加速電圧 200 kV) で組織観察した。

3 実験結果

3.1 加工—時効処理

はじめに Al-1.8%Li 合金の溶体化焼入試料を電顕観察した。その結果, 析出物は認められなかったが, 電子回折図形には Li_2 型規則構造を示す弱い回折はん点を認めたので, 焼入れ中に相分解がわずかに進行しているものと推察される。この合金の 150℃における析出過程については前報で報告したとおりで, 500 hr (平均粒子径 360 Å) あたりで最高強度に達して以後過時効につづく, δ' 析出粒子はほぼ均一に分布するのが認められた。一例として 2570 hr の析出組織を Fig. 2 に示すが, このような長時間時効でも準安定相 δ' は球状を呈しており, 平均粒子径は 1260 Å と大きく成長しているが分布もほぼ均一性を保っていることがわかる。

つぎに溶体化焼入後は67%の冷間圧延を行った試料

Fig. 2. Transmission electron micrograph of the specimen aged at 150°C for 2570 hr.

の表面を光顕観察すると, 結晶粒は圧延方向に伸びており, 一つの結晶粒内では圧延とほぼ垂直な方向にのびた変形帯がみられた。このような加工組織を透過電顕観察すると Fig. 3 (a)に示すように転位のセル組織とマイクロバンドがみられた。(b)はマイクロバンドを拡大したもので網目状模様がみられる。このマイクロバンドは幅が約0.2~0.5μmのものが多く, ほぼ<110>方向に伸びて並んでいた。マイクロバンド間の方位差は透過電顕の暗視野像で隣接するバンドのコントラストが逆転する角度から求めたところ約2~6°であった。この67%冷間圧延した試料を 150℃・67 hr 時効した電顕組織は Fig. 4 のようである。Fig. 4 (a)(b)のそれぞれはセルからなった領域とマイクロバンドからなった領域に対応する明視野像である。写真からわかるように, セル域およびマイクロバンド域ともに転位密度

(a) Microbands and cells, bright field image (BFI).
(b) Microstructure of microband enlarged, BFI.

Fig. 3. Transmission electron micrographs of the specimen cold-rolled (67%).

Fig. 4. Transmission electron micrographs of the specimen cold-rolled (67%) and aged (150°C-67 hr).

(a), (b) BFI, (c) dark field image (DFI) corresponding to photo (b),
(d) selected area electron diffraction (SAD) corresponding to photo (b).

はひじょうに低くなっている。また析出粒子の分布も比較的均一で、写真(b)に対応する(c)でみられるようにマイクロバンド内とその境界とで δ' 粒子の大きさおよび分布にほとんど差異がみられない。これは従来から報告されているように、本系合金の δ' 粒子の析出が極めて起りやすいことと一致し、 δ' の析出は転位の分布にあまり影響されなかったことを示している。

溶体化焼入れ後に最高強度に到達する 500 hr 時効したもの、時効処理に先立って加工を与えた試料およびこれにそれぞれ 67, 167 hr 時効した試料の S-N 曲線をまとめて Fig. 5 に示す。加工後に時効したもののうち 150°C・67 hr で亜時効状態に対応し、最大強度に到達する時効時間は加工を与えない場合の 500 hr に比して著しく短くなり約 170 hr であった。このように加工後に 167 hr 時効を行うと、圧延方向に平行

Fig. 5. S-N curves for various cold-rolled and aged specimens. The axis of fatigue stress was parallel or perpendicular to the rolling direction (RD).

に切り出した試験片の疲労結果についてみても、その疲労強度は溶体化焼入試料、溶体化後に加工のみを行ったもの、および最高強度まで単純時効させた試料のそれらに比べて著しく高くなっている。

つぎに同一の時効時間の試料でも圧延方向に垂直に切り出した試料の疲労強度は平行に切り出したそれよりも高くなっており、圧延方向に対する異方性が認められた。そこで圧延方向によって疲労クラックの発生と伝ばがどのように異なるかを調べるために、疲労試験片表面のクラックの進展について顕微鏡観察した。Fig. 6 は圧延方向に平行に切り出したものを 150°C で 67 hr 時効した試料の疲労進展中の表面組織を連続して観察したものである。疲労の比較的初期には結晶粒内で応力方向と約 45° の方向に不規則な細かいすべり帯がみられる。サイクル数の増加とともにクラックは粒内のすべり帯と関係なしに矢印で示したように、圧延時に導入された変形帯から優先的に発生する。このようなクラックは写真(c)に示すように圧延方向とほぼ直角に変形帯の方向に沿って速やかに伝ばし疲労破壊をもたらした。一方、Fig. 7 は圧延方向と垂直に切り出し同じく 150°C・67 hr 時効した試験片の疲労中の表面組織を連続観察したものである。この場合も疲労の初期には結晶粒内ですべり帯がみられ、サイクル数の増加とともに疲労クラックは写真(a)でみるようにすべり帯から発生し、そのあと写真(b)に示すように結晶粒内を複雑に伝ばして疲労破壊した。変形帯が応力軸と平行に走っている場合にはクラックの発生点とはなり難いようである。

Fig. 6. Optical microstructures showing crack nucleation and propagation in a cold-rolled (67%), aged (150°C-67 hr) and then fatigued specimen. Applied stress: $\sigma = 9.7 \text{ kg/mm}^2$.

(a) $N=8.7 \times 10^6$, (b) $N=9.2 \times 10^6$, (c) $N=9.36 \times 10^6$.

Fig. 7. Optical microstructures of the cold-rolled (67%), aged (150°C-167 hr) and fatigued specimen.

(a) Aged at 150°C for 167 hr and cold-rolled 67%, BFI.
 (b) Aged at 150°C for 167 hr and cold-rolled 67%, DFI.
 (c) Aged at 150°C for 167 hr, DFI.

Fig. 9. Transmission electron micrographs of Al-1.8wt%Li alloy.

3・2 時効-加工処理

つづいて時効したあとの冷間圧延が疲労挙動におよぼす影響について実験した。Fig. 8 は溶体化焼入れ後、150°C・167 hr 時効したのち 67%冷間圧延した試料の光顕組織である。これは溶体化焼入れ後に 67%圧延した試料に比べて結晶粒内の変形帯がより顕著になっている。これは冷間加工前の時効によって δ' 粒子の析出とその後の成長がおこっており、転位の交差すべりは溶体化焼入れ後すぐに冷間圧延した場合よりもおこり難くなる。すなわち、平面すべりがより顕著になっ

Fig. 8. Optical microstructure of the aged (150°C-167 hr) and cold-rolled (67%) specimen.

て変形帯が鋭くなると考えられる。このような変形組織は同じ加工度でも δ' 粒子の析出および成長とともに不均質になっている。このような試料を電顕観察すると Fig. 9 (a) のようにセルとマイクロバンドとの混合組織がみられ、暗視野像では (b) のように、 δ' 粒子が加工前の大きさに比べて明らかに小さくなっていた。これは転位によって切られて小さく分割されたためと考えられる。圧延方向と平行に試験片を切り出して疲労試験を行ったとすれば、応力方向が変形帯の伸びた方向と垂直になるために、圧延後に時効した場合と同様、疲労クラックは優先的に弱い変形帯から発生し、応力方向が変形帯の伸びている方向と平行な場合と比べてより低い疲労強度になるはずである。時効-加工と加工-時効の場合で転位や δ' 粒子の存在の様子が異なるが、このことが疲労にどのように影響するかを調べるために、圧延方向と垂直に切り出した試料を、したがって変形帯が応力軸に平行に走っている試料を用いて疲労試験した。得られた S-N 曲線を Fig. 10 に示した。また比較のために、時効前に加工した試料の圧延方向と垂直に切り出した疲労結果も図中に示した。図にみるように、加工-時効試料の疲労強度は時効-加工試料のそれよりも高いが、これは時効-加工試料に

Fig. 10. S-N curves for aged and cold-rolled specimens. The axis of fatigue stress was parallel or perpendicular to the rolling direction (RD).

Table II. Mechanical properties of Al-1.8 wt%Li alloy.

Condition	Specimen	σ_w (kg/mm ²)	$\sigma_{0.2}$ (kg/mm ²)	σ_B (kg/mm ²)	E (%)
ST		5.3	4.2	13.4	43.1
ST+150°C-500 h		8.2	15.8	22.4	4.6
ST+CR	//	6.8	15.7	16.8	12.7
ST+CR+150°C-67 h	//	8.9	20.7	26.8	7.2
ST+CR+150°C-167 h	//	10.4	24.0	29.6	4.7
ST+CR+150°C-24 h	⊥	10.8	21.7	28.1	4.3
ST+CR+150°C-67 h	⊥	11.0	24.6	30.1	4.3
ST+CR+150°C-167 h	⊥	11.8	25.3	30.8	4.3
ST+150°C-167 h+CR	⊥	10.4	24.3	27.4	0.7

* ST=Solution treated at 500°C for 1 h,
CR=Cold rolled 67% reduction in thickness,
//=Specimen taken parallel to the rolling direction,
⊥=Specimen taken perpendicular to the rolling direction.

においては時効後の加工によって δ' 粒子が転位によって小さく分割されるために δ' 粒子の析出硬化の効果が弱められたことによると考えられる。以上のそれぞれ疲労試験に対応する試料について引張試験も行った。得られた0.2耐力 ($\sigma_{0.2}$), 引張強さ (σ_B), 伸び (E) および疲労強度 (σ_w) を求めて Table II に示す。表からわかるように、圧延方向に垂直に切り出し時効した試料の機械的性質は単純時効試料のそれより著しくすぐれている。

4 考 察

単相合金を低応力下でくり返し疲労させると、はじめ微細すべりが生じ、すべり変形がだんだんある場所に集中しておこるようになり、やがてすべり帯の形をとる。本研究のようなくり返し曲げ疲労では試料表面からはじまり変形は内部にひろがってゆく。静的変形に比べると疲労では太いすべり帯が生じ、すべりが一層局在化するのが疲労の特徴とされている。¹¹⁾¹²⁾ 本合金を時効すると析出する δ' 粒子は Ll_2 構造をとり面心立方晶である地質と整合であ

り、かつ整合ひずみはひじょうに小さい (0.08~0.3%)^{13)~15)} ため転位は δ' 粒子をせん断しやすい。また転位は超格子転位となって運動するためにすべりがとくに集中しやすい。Fig. 11 は析出粒子径が約 360 Å のものを 9 kg/mm² 下で 5×10^4 回のくり返し曲げ疲労した後では δ' 粒子が転位によって切られたことを示している。Fig. 11 (a) の明視野像から (矢印で示される領域) 転位が局部的に集中してすべったことがみられる。この部分に対応する暗視野像(b)をみると δ' 粒子が転位で切られていることがわかる。写真は変形が局在していることを示唆している。事実、溶体化焼入れ後時効のみの試料の疲労破壊はすべり帯に沿って発達することをわれわれは確かめている。¹⁰⁾

他方、圧延は外的制約下の加工で、各結晶粒は均一なひずみをうけるのではなくて変形帯を形成して不均一変形を行い、不均一加工組織を生ずる。変形帯の転位構造は積層欠陥エネルギーの高いアルミニウムでは、低加工度のとき、転位の網目組織ないしセル構造から成り、加工度の増加とともにマイクロバンドが多くなると言われている。¹⁶⁾ この変形帯はせん断変形によって生じたもので、このせん断帯での局部ひずみについて Brown らは Al-0.8%Mg 合金で与えた変形の 1/3~1/2 にも達する大きなひずみをまかなうことを報告している。本研究において溶体化焼入れ後に67%冷間圧延して時効したのち、圧延方向に平行に切り出した試験片と垂直に切り出した試験片とで疲労強度が大きく異なった。圧延方向と平行に切り出した試験片の場合に、疲労試験時の負荷方向と圧延時に導入された変形

Fig. 11. Transmission electron micrographs of a fatigued specimen after aging at 150°C for 500 hr, $\sigma=9.2$ kg/mm², $N=5 \times 10^4$.

帯とはほぼ直交している。前述したように、この変形帯は不均一変形組織で大きなせん断ひずみの集中した領域である。疲労クラックはこのような場所から発生しやすく、かつ変形帯に沿って伝ばすることになる。ところが圧延方向と垂直に切り出した場合、負荷応力と変形帯とは平行になっているのでクラックは変形帯

から発生する可能性がほとんどないと考えられる。この場合、クラックは結晶粒内のすべり帯から発生することになる。ここで溶体化焼入れ後に加工を行わず時効のみで δ' を析出させた試料では δ' 粒子が転位によって切れやすく、すべりが局所的に集中しやすいが、あらかじめ加工によって転位のセル構造やマイクロバンドを導入した後時効した試料では疲労中の転位のすべり距離が短くなるため、すべりの集中が軽減される。かくして、適切な加工・時効組織は疲労強度を高めることになる。

5 結 言

Al-1.8%Li 合金に加工熱処理を施し、得られた組織の疲労挙動への影響を調べた。主な結果はつぎのとおりである。

(1) 冷間圧延によって結晶粒は圧延方向へ伸び、粒内では圧延方向とはほぼ垂直に変形帯が不均一に生じる。圧延した試料の下部組織は転位のセルとマイクロバンドの混合組織からなる。

(2) 時効前に冷間圧延を行うと δ' 粒子の析出は促進され、かつ疲労強度は著しく増大した。時効前の加工によって導入されたセルやマイクロバンドなどの転位組織は疲労中のすべりの集中を軽減し、疲労強度を向上させる。

(3) 溶体化焼入れ後に加工して時効した場合、圧延方向に垂直に切り出した試料の疲労強度は圧延と平行に切り出した試料の疲労強度よりも高く、疲労強度の圧延方向依存性が認められた。

(4) 疲労クラックは圧延方向と平行に切り出した試料では、圧延時に導入された変形帯から優先的に発生し、その後変形帯に沿って伝ばする。圧延方向に垂直に切り出した試料の場合、結晶粒内のすべり帯から発生し、その後粒内で複雑に伝ばした。

(5) 時効後に加工を施すと疲労強度は増大したが、

時効前に加工したもののそれにはおよばない。

参 考 文 献

- 1) E. S. Balumuth and R. Schmidt, "Aluminum-Lithium Alloys", T. H. Sanders, Jr. and E. A. Starke, Jr., eds., p. 69 (1981) Met. Soc. AIME.
- 2) E. A. Stark, Jr. and T. H. Sanders, Jr., "Aluminum-Lithium Alloys II", T. H. Sanders, Jr. and E. D. Starke, Jr., eds., p. 1 (1983) Met. Soc. AIME.
- 3) 古川 稔, 美浦康宏, 根本 実, 日本金属学会会報, **23**, 172 (1984).
- 4) A. K. Vasudevan, P. E. Bretz, A. C. Miller and S. Suresh, Mat. Sci. Eng., **62**, 113 (1984).
- 5) A. K. Vasudevan and S. Suresh, Met. Trans A, **16**, 475 (1985).
- 6) T. H. Sanders, Jr. and E. A. Starkes, Jr., Acta Met. **30**, 927 (1982).
- 7) B. Noble, S. J. Harris and K. Dinsdale, Metal Sci., **16**, 425 (1982).
- 8) 張 荻, 堀 茂徳, 軽金属, **35**, 76 (1985).
- 9) 張 荻, 堀 茂徳, 日本熱処理技術協会昭和61年春季学術講演会予稿集, p. 49 (1986).
- 10) 張 荻, 佐治重興, 堀 茂徳, 軽金属, **36**, 436 (1986).
- 11) O. Helgeland, J. Inst. Metals, **93**, 570 (1965).
- 12) 小倉次夫, 辛島誠一, 日本金属学会会報, **9**, 423 (1970).
- 13) M. Tamura, T. Mori and T. Nakamori, J. Japan Inst. of Metals, **34**, 919 (1970).
- 14) B. Noble and G. E. Thompson, Metal Sci. J., **5**, 114 (1971).
- 15) D. B. Williams and J. W. Edington, Metal Sci., **9**, 529 (1975).
- 16) 野田龍彦, 日本金属学会会報, **19**, 638 (1980).
- 17) K. Brown, J. Inst. Metals, **100**, 341 (1972).