

氏 名	お 太 田 ひろ 樹		
授 与 学 位	博 士 (工 学)		
学位授与年月日	平成 4 年 6 月 10 日		
学位授与の根拠法規	学位規則第 5 条第 1 項		
研究科, 専攻の名称	東北大学大学院工学研究科 (博士課程) 材料物性学専攻		
学 位 論 文 題 目	Al-Si 析出強化合金の高長時間強度に及ぼす 第 2 相粒子の効果		
指 導 教 官	東北大学教授 及川 洪		
論 文 審 査 委 員	東北大学教授 及川 洪	東北大学教授 谷野 満	
	東北大学教授 松井 秀樹		

論 文 内 容 要 旨

1. 序 論

高温で使用される材料の多くは、強化相として析出物あるいは人工的分散物などの粒子を含む。このような材料のクリープ挙動には、粒子を含まない单相の純金属や固溶体と顕著に異なる特徴がある。第 1 の特徴は、最小クリープ速度 $\dot{\epsilon}_m$ の応力指数 n ($\dot{\epsilon}_m \propto \sigma^n$ としたときの指数 n) の値が応力の低下にともない大きくなり、特定の応力域において非常に大きな値となることである。第 2 の特徴は、最小クリープ速度と温度の関係から求めるクリープのみかけの活性化エネルギーが大きな値をとることである。この値として、純金属や固溶体では自己拡散の活性化エネルギーに近い値が得られるのに対して、粒子強化合金では応力指数 n の大きな領域においてそれよりもかなり高い値となる。

これまでの研究では、大きな n 値はしきい応力 σ_{in} (それ以下の応力では、その変形機構ではクリープ変形が進行しないと考える応力) の概念の導入により、またおおきな活性化エネルギーの値は剛性率 G の温度依存性を考慮することにより、単相材料に対する説明の拡張が試みられてきた。

粒子強化材料では複数のしきい応力が存在することができる。本研究で用いた Al-Si 合金でも最小グループ速度と応力の間に 3 つのしきい応力が存在した。このことは Al-Si 合金では変形機構が異なる 3 つの応力域が存在することを示している。これら 3 つの応力域で、どのような機構で変形しているかを理解するには変形組織観察と結びつけて詳細に検討する必要がある。

実用 Al 合金の多くは強化相として析出物を含む。熱的に安定でしかも強い粒子を含む ODS (酸

化物分散強化)合金の場合と異なり、析出物を含む合金では高温での変形中に粒子が粗大化したり、転位によって切断されるなどの組織変化が起きる。粒子形態が変化すると粒子間隔が変わり、しきい応力の値が変化し、その結果材料の強さも変化する。本研究で用いた Al-Si 合金においても高温長時間のクリープ変形中に粒子形態が変化し、クリープ速度の加速をもたらした。析出物を含む材料ではこのような組織の劣化が起きることは必至であり、しかも材料の高温での寿命を評価する上で大きな問題となる。

このように粒子強化合金のクリープ挙動を理解するには、しきい応力の概念のような単に最小クリープ速度に関する評価だけでなく、析出粒子の形態変化に関する詳細な情報を得て、それに基づいたクリープ挙動の解釈をしなければならない。

そこで、本研究では以下の2つの点に注目した。第1は Al-Si 析出強化合金で観察された3つの応力域ではそれぞれどのような機構により変形が起きているのかであり、第2はクリープ変形中の析出物の形態変化はクリープ挙動にどのような影響を与えるのかである。これらについて転位および析出物組織観察結果に基づいた検討を行い、析出強化合金のクリープ挙動について理解を深めることを本研究の目的とした。

2. 実験方法

供試材は Al-(1.0, 0.75, 0.5) mass%Si 合金押出材で、803K (溶体化状態) で押出したものを用いた。供試材には以下の熱処理を行った。まず、予備時効として大気中で、423K, 259.2ks 保持し、その後573K まで昇温し345.6ks 時効した後空冷した。時効後の試料は過時効状態にあり、Al 母相中に板状、棒状および多面体状の Si 粒子が分散していた。状態図から求まる熱処理後の試片中の Si 粒子の体積分率は、約1.0%である。平均結晶粒径は約140 μm であった。

クリープ試験は大気中、一定の圧縮応力で行った。試験温度を 463~593K, 応力範囲を10~40 MPa とした。クリープ試験により目標とするひずみまで変形させた試料を荷重をかけたまま水冷し、透過電子顕微鏡により転位および析出物組織の観察を行った。

3. クリープ挙動

図1に Al-1.0Si 合金の最小クリープ速度と応力の関係を示す。この材料でも低応力になると最小クリープ速度が急激に低下するという粒子強化合金に特徴的な挙動が観察された。ただし応力の低下とともに応力指数 n が増加する領域が複数存在した。このことは、変形機構の異なる複数の領域があり、それぞれに対してしきい応力が存在することを示唆する。

領域 I と II では、クリープ曲線の形状が異なった。領域 I ではクリープ速度が単調に減少する通常型の1次クリープ曲線が得られたのに対し、領域 II では1次域の途中でクリープ速度に極大があるS字型のクリープ曲線が得られた。このことは領域 I から II への遷移が本質的な変形機構の変化によるものであることを表している。

領域 II から III への遷移は実験を行った最も低い試験温度においてのみ観察された。領域 II と III の間の遷移では1次クリープ曲線形状の変化を伴わない。このことは、領域 II と III の間の遷移が領域

IとIIの間の遷移とは全く別のものであることを示している。

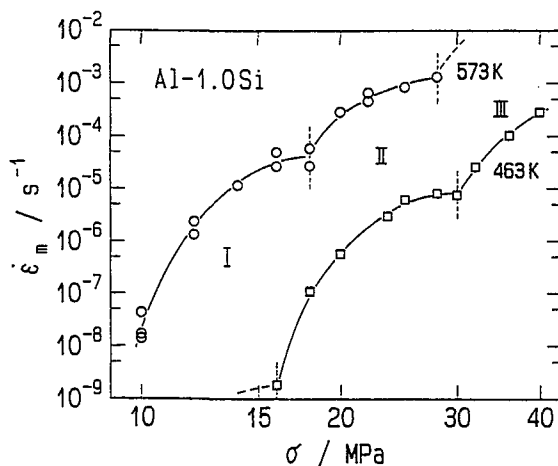


図1. Al-1.0Si合金における最小クリープ速度 $\dot{\epsilon}_m$ と応力 σ の関係。3つの応力域（低応力から順に領域I, II, IIIと呼ぶ）が存在する。

最小クリープ速度を示すひずみは、応力が低いものほど小さくなった。低応力では、最小クリープ速度を示した後の加速が大きく、真ひずみ0.45までに最大100倍程度の加速が認められた。本研究でのクリープ試験は圧縮試験であり、破壊や塑性不安定は起きない。この大きなクリープ加速は、析出物あるいは転位組織など、何らかの本質的な組織劣化が起きていることを示している。

4. 析出粒子の形態変化

クリープ試験の結果から得られた3つの応力域で、それぞれどのような機構により変形が起きているかを調べるため、透過電子顕微鏡を用いてクリープ変形後の試料の下部組織観察を行い、粒子形態や転位密度などの組織パラメータを評価した。

図2に最小クリープ速度を示すひずみにおける単位体積あたりの粒子数と応力の関係を示す。各応力域とも高応力になると、変形前に比べ粒子の数が増加した。このように粒子が細分化されるとオロワン応力が増加し、材料は強化され $\dot{\epsilon}_m$ は低下する。各応力域での応力の増加にともなう n 値の減少は、粒子の細分化も寄与しているものと考えられる。

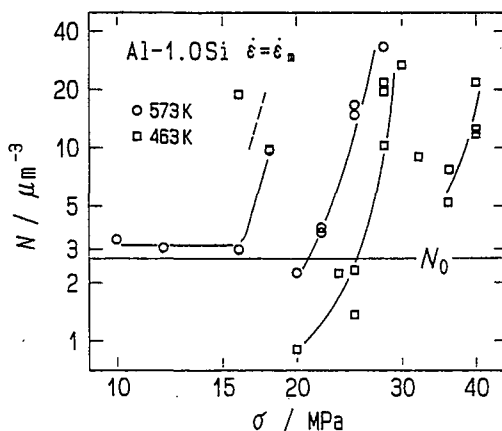


図2. 最小クリープ速度を示すひずみにおける単位体積あたりの粒子数 N と応力の関係。 N_0 は変形前の試片における N の値を示す。

領域IIの低応力では領域Iの高応力より応力が高いにもかかわらず、粒子の細分化は起きていない。領域IIIの低応力と領域IIの高応力についても同様である。このことは、これら3つの応力域での粒子切断の機構が異なることを示している。そして、転位と粒子の相互作用、さらには転位が粒

子を乗り越えていく変形機構そのものも3つの応力域で異なる可能性を強く示唆する。

低応力ではクリープ変形の進行にともなって、析出粒子が球状化した。オストワルド成長による粒子粗大化に加え、粒子が球状化することが低応力での大きなクリープ加速の原因であることが明らかになった。

5. 転位組織の形成

最小クリープ速度を示すひずみでの転位密度と応力の関係および変形にともなう転位密度の変化は各応力域で異なった。また、ひずみ0.45におけるサブグレインサイズの応力依存性や、これに及ぼす粒子細分化の影響も各応力域で異なった。これらの結果は、各応力域での変形機構が異なるという粒子形態変化からの予測を支持する。

6. クリープ挙動に及ぼす Si 濃度の影響

上述のような3つの応力域の出現に対する Si 濃度の影響を調べるため低濃度 Si 合金 (0.75および0.5mass%Si 含有) を用いてクリープ試験および変形組織観察を行った。

変形組織観察の結果から、低濃度 Si 合金においても Al-1.0Si 合金で観察された変形機構の異なる3つの応力域が存在することがわかった。Al-1.0Si 合金では各応力域の高応力側で析出粒子の細分化が起こり、3領域間の遷移が明瞭に現れた。しかし、低濃度 Si 合金では細分化が激しく起きないため、最小クリープ速度と応力の間に領域間の明瞭な遷移は現れなかった。

このように、最小クリープ速度と応力の関係では1つに見える応力域においても、転位と粒子の相互作用、すなわち転位に対する障害としての粒子の役割や、転位が粒子を乗り越える方法が変化している。析出強化合金のクリープ挙動を理解するためには、変形中の析出物組織や転位組織に関する詳細な情報を得て、それに基づいた評価をしなければならない。

7. クリープ変形機構

以上のクリープ試験および変形組織観察の結果から、各応力域での変形機構は次のようなものであると考えられる。領域Ⅲでは転位はオロワン機構により粒子を乗り越えることができる。変形は他の転位との相互作用(合一消滅)により律速される。領域ⅠとⅡでは、転位は上昇運動により粒子を乗り越えていく。その際、領域Ⅰでは吸引力により止められた転位の粒子からの離脱が変形を律速し、領域Ⅱでは上昇運動そのものが変形を律速する。

審査結果の要旨

材料の母相中に微細第2相が存在するとクリープ強度が向上することは実験的に良く知られているが、その強化機構の詳細は安定第2相を人為的に分散させた場合についても完全には理解されていない。多くの合金は外部条件によってその安定度が変わる析出相によって強化されているが、そのクリープ強度向上の機構についても十分に検討されているとは言い難い。

本研究は析出相を含む合金のクリープ強度が析出相の試験中の変化の影響をどのように受けるかについて、Al-Si合金を例にとって基礎的立場から検討したものであり、全編8章から成る。

第1章は緒言であり、研究の背景とその目的を述べている。

第2章では実験方法について述べている。

第3章ではAl-1.0mass%Si合金過時効材のクリープ挙動について述べている。本研究の実験範囲で出現するクリープはすべてべき乗則クリープと称される転位クリープであるが、最小クリープ速度の応力・温度依存性などから、クリープ特性は3応力領域に分けられることを見出した。

第4章ではクリープ中の析出粒子の形状及び分布の変化について述べている。析出粒子はクリープ試験中に切断される場合があることを見出し、この粒子細分化はクリープ変形特有のものであり、各応力領域の境界付近で顕著となることを明らかにした。

第5章ではクリープ中の転位組織変化について述べている。転位の量、分布などは3応力領域それぞれにおいて特有の変化を示すこと、また析出粒子細分化が転位組織に及ぼす影響も応力領域によって異なることなどを明らかにした。

第6章ではAl-Si合金のクリープ挙動に及ぼすSi濃度の影響について述べている。0.5~1.0%Siの範囲で基本的に同じ現象が見出されることを明らかにした。

第7章では各応力領域で生じているクリープ変形機構を検討した結果について述べている。べき乗則クリープにおいて認められる3応力領域は、外部応力が1. 粒子切断あるいは迂回可能応力(オロワン応力)以上の場合、2. オロワン応力以下であるが変形は比較的速く進行する場合及び3. オロワン応力以下で変形は境界で緩和を生じることが可能なほど遅く進行する場合に相当するとしている。

第8章は総括である。

以上要するに本論文は、析出強化合金のべき乗則転位クリープには変形機構の異なる3領域が存在することを明らかにし、析出強化材料の高温変形機構を検討する際には、転位の運動様式が粒子の形態・分布の動的変化によって著しい影響を受けることを十分考慮に入れる必要があることを指摘したもので、材料物性学の発展に寄与するところが少なくない。

よって、本論文は博士(工学)の学位論文として合格と認める。