



Title	超塑性変形の金属組織学的研究
Author(s)	古城, 紀雄
Citation	大阪大学, 1981, 博士論文
Version Type	VoR
URL	https://hdl.handle.net/11094/2528
rights	
Note	

The University of Osaka Institutional Knowledge Archive : OUKA

<https://ir.library.osaka-u.ac.jp/>

The University of Osaka

超塑性変形の金属組織学的研究

1981

古城紀雄

超塑性変形の金属組織学的研究

1 9 8 1

古 城 紀 雄

目 次

第1章 緒 論	1
参 考 文 献	7
第2章 Al-Cu合金の超塑性変形中の組織変化	9
2.1 緒 言	9
2.2 実験方法	9
2.3 実験結果	12
2.3.1 铸造Al-Cu共晶合金の高温引張挙動	12
2.3.2 超塑性変形中の結晶粒径および粒形状変化	15
2.3.3 超塑性変形中の転位組織	20
2.4 考 察	24
2.4.1 铸造Al-Cu共晶合金の超塑性	24
2.4.2 超塑性変形中の結晶粒径および粒形状の変化	28
2.4.3 超塑性変形における転位の挙動	31
2.5 結 言	33
参 考 文 献	33
第3章 Al-Cu共晶合金の超塑性変形による内部摩擦変化	35
3.1 緒 言	35
3.2 実験方法	35
3.3 実験結果	36
3.4 考 察	38
3.5 結 言	41
参 考 文 献	42
第4章 Ti-6%Al-4%V合金の超塑性変形	44
4.1 緒 言	44
4.2 実験方法	45
4.3 実験結果	46

4.4	考 察	52
4.4.1	超塑性変形におよぼす変形温度の影響	52
4.4.2	超塑性変形におよぼす歪速度の影響	53
4.4.3	超塑性変形におよぼす組織の影響	54
4.5	結 言	57
	参 考 文 献	57
第5章	Ti-8%Mn合金の超塑性変形	59
5.1	緒 言	59
5.2	実験方法	61
5.3	実験結果	61
5.4	考 察	65
5.5	結 言	69
	参 考 文 献	70
第6章	超塑性変形応力	71
6.1	緒 言	71
6.2	実験方法	71
6.3	実験結果	72
6.4	考 察	74
6.5	結 言	76
	参 考 文 献	77
第7章	超塑性変形における粒内変形および粒界すべり	78
7.1	緒 言	78
7.2	実験方法	79
7.2.1	試料作製および引張試験	80
7.2.2	粒界すべりの全歪に占める割合(γ)の算定	82
7.2.3	粒内変形の全歪に占める割合(δ)の算定	83
7.2.4	粒界すべりについての変形応力の歪速度依存性	
	m_{gbs} の算定	84

7.3	実験結果	85
7.3.1	超塑性変形に対する粒界すべりおよび粒内変形の寄与	85
7.3.2	$\dot{\gamma}$ の歪依存性	89
7.3.3	粒界すべり応力の歪速度依存性	91
7.4	考察	92
7.4.1	超塑性変形における粒界すべり	92
7.4.2	超塑性変形機構	95
7.4.3	超塑性のクライテリオン	103
7.5	結言	105
	参考文献	106
第8章	総括	108
謝	辞	113

第1章 緒 論

1973年の石油ショック以来、省資源、省エネルギーへの志向は人類の恒久的使命と認識されてきた。殊に各種工業における生産工程管理および技術開発においては、この省資源、省エネルギーに関する改善がその企業の盛衰を決する重要な課題のひとつとなっている。金属工業の分野も例外でなく、この観点からの精力的研究が進行中であるが、それらの研究の中で注目されている金属の特性のひとつに「超塑性」があげられる。

ここではまず「超塑性」についての研究を概観し、ついで本研究の目的と意義に言及する。

焼きなました純金属の引張破断伸びは室温でせいぜい数10%から100%までである。ところがZn-Cu-Al 3元共晶合金では高温で異常に大きい伸びをもつことが1920年 Rosenhein により報告された¹⁾。また、Bi-Pb 共晶合金では同じく高温で2000%にも及ぶ伸びが記録されている²⁾。そして、1945年、ソ連において耐熱、耐クリープ材料の研究が進むなかで、その基礎となる過飽和固溶体からの析出現象について精力的な研究を続けていた Bocharov は、Zn-(15~25)% Al合金について異常に大きな延性を認めることとなり、これを「超塑性」と名付けた³⁾。その後も続行された種々の合金の超塑性研究は、Underwood による解説論文⁴⁾に端を発して、おもに米国研究者によって継承されることになる。そして、1964年、Backofen ら⁵⁾は超塑性引張変形試料に特有のほとんどくびれがない(neck-free)と考えられる変形挙動に着目し、これは局部変形(necking)を起こした部分が急速に加工硬化して断面の減少に伴う応力の増大に耐えると同時に変形を隣接する個所へ移行せしめる過程の連続によってのみ可能であると考えた。そこで超塑性変形を歪速度の関数として、次式のように表わすことを提唱した。

$$\sigma = K \dot{\epsilon}^m \dots\dots\dots (1-1)$$

ここで σ は変形応力、 $\dot{\epsilon}$ は歪速度、Kは定数、 m は変形応力の歪速度感受性指

数である。この m 値は超塑性の指標として以後の研究の重要な力学的因子となっている。

m 値は以下に示すように局部変形の進行速度と関連し、さらに後述するように破断時の断面積を A_f と仮定すると m 値は伸びと直接関係する。すなわち、定義より

$$\sigma = P / A \quad \dots\dots\dots (1-2)$$

$$\epsilon = \ln (l / l_0) = \ln (A_0 / A) \quad \dots\dots\dots (1-3)$$

と書ける。ここで P は定常変形での荷重、 A は長さ l_0 、断面積 A_0 の試料が長さ l まで変形されたときの断面積である。(1-3)式を時間 t で微分して歪速度 $\dot{\epsilon}$ を求めると

$$\begin{aligned} \dot{\epsilon} &= \frac{d\epsilon}{dt} = \frac{d}{dt} \ln (A_0 / A) \\ &= \frac{d}{dt} (\ln A_0 - \ln A) \\ &= -\frac{1}{A} \cdot \frac{dA}{dt} \quad \dots\dots\dots (1-4) \end{aligned}$$

が得られる。(1-4)式に(1-1)式を代入すると次式となる。

$$\begin{aligned} -\frac{dA}{dt} &= A \cdot \dot{\epsilon} = A \cdot (\sigma / K)^{1/m} \\ &= A \cdot (P / A \cdot K)^{1/m} \\ &= (P / K)^{1/m} / A^{(1/m)-1} \\ &= (P / K)^{1/m} / A^{(1-m)/m} \quad \dots\dots\dots (1-5) \end{aligned}$$

(1-5)式より、 $m = 1$ の場合は

$$-\frac{dA}{dt} = P / K \quad (\text{const.}) \quad \dots\dots\dots (1-6)$$

となり、断面積が変化しても断面積の減少速度は一定に保たれ、大きな伸びが

得られることがわかる。一方、 $m < 1$ であると、変形が進み A が減少するにつれて断面減少速度が増大し、より早期に破断することになる。これらの m 値と $-dA/dt$ との関係を図式的に示すと図 1-1 で示す通りである。Backofen は m 値と伸びのおおよその対応関係を指摘した上で、超塑性と称し得る伸びは $m \geq 0.3$ の変形条件下で得られるとした⁶⁾⁷⁾。実際の m 値と伸びの関係は図 1-2 に例示される⁷⁾。破断伸びは本来再現性が良いとはいえないが、種々の合金についての両者の対応関係は図中のバラツキの中に含まれ、 m の値は伸びのおよその尺度となっているようである。

ここで時間 t_f の変形で破断が起こりその際の断面積を A_f として (1-5) 式を解くと次式が得られる。

$$t_f = (A_0^{1/m} - A_f^{1/m}) / m (P/K)^{1/m} \dots\dots\dots (1-7)$$

インストロン型試験機による引張変形の場合、クロスヘッド速度を S とし、 l_0 から l まで長さ変形して破断したとすると伸び ϕ は、

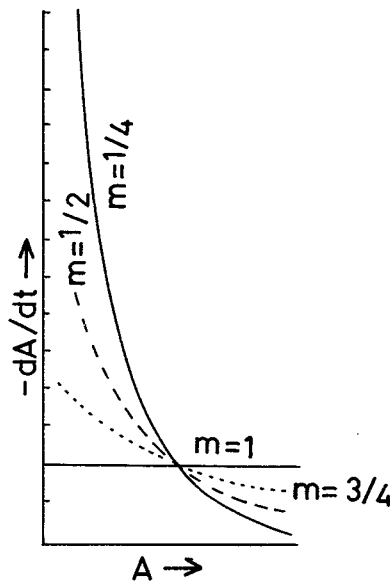


図 1-1 $-dA/dt$ と A の関係の m 値による変化

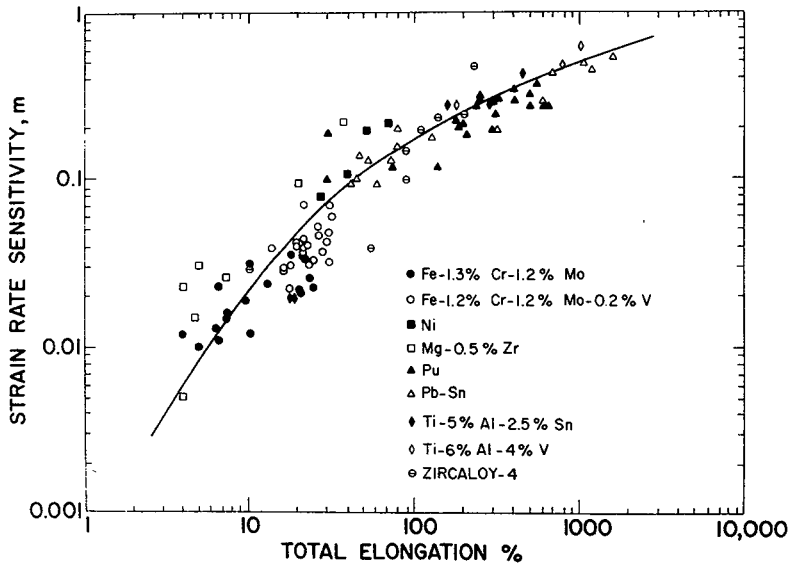


図 1-2 種々の合金の m 値と伸びとの関係⁷⁾

$$\psi = (1 - l_0) / l_0 = t_f \cdot S / l_0$$

であるので、 ψ は次式で与えられることになる。

$$\psi = (A_0^{1/m} - A_f^{1/m}) S / m \cdot l_0 (P/K)^{1/m} \dots\dots\dots (1-8)$$

以上のように、 m 値は実験的にも原理的にも伸びの大きさと関連し、超塑性の主要なパラメーターとなって今日に到っている^{8) 9)}。

一方、超塑性の研究の当初より、顕著な超塑性を示す金属および合金は $1 \mu\text{m}$ のオーダーの微細粒組織であることが指摘されている⁹⁾。またこの微細粒組織は変形しても大きく変化しない。歪速度による変形応力の変化は図 1-3 (a) に示すように S 字状となり、曲線の勾配より与えられる m 値は図 1-3 (b) に示すように歪速度に対して最大値をとって変化する。

以上で述べた超塑性の特徴はつぎのようにまとめられる⁸⁾。(1) 適当な温度および歪速度の変形条件で顕著となる。(2) 変形に対して安定な微細結晶粒組織の金属にみられる。(3) 変形応力は比較的 low、また歪速度に対して非常に敏感で

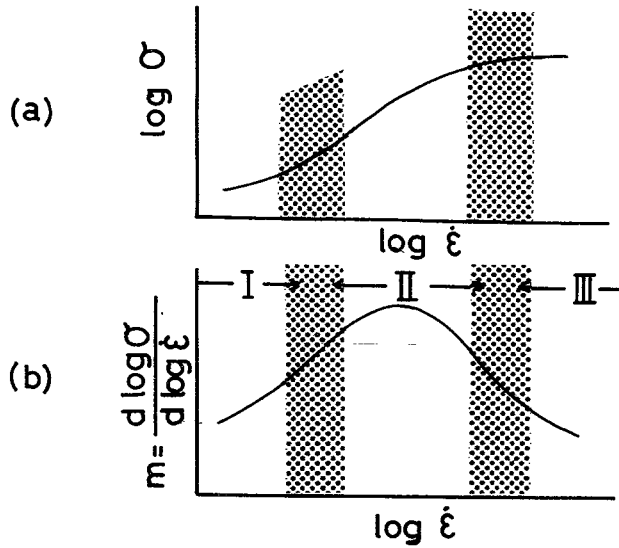


図 1-3 (a)変形応力におよぼす歪速度の影響および(b)速度に対する m 値の変化、および I, II および III 領域の説明図⁹⁾

ある。(2)の特徴からこの超塑性は「微細結晶粒超塑性」と呼ばれ、また、通常一定温度での変形で現われるところから「恒温超塑性」と言われる。本研究で扱う超塑性はここまで述べた「微細結晶粒超塑性」であり、以後も単に「超塑性」と表わす*。

超塑性を成形加工へ応用しようとする試みはすでに数多くなされてきている¹¹⁾¹²⁾。これは超塑性のもつ低応力で均一に変形できる特質を利用しようとするもので、複雑形状の製品の真空成形法、ブロー成形法およびバルジ成形法などが報告されている。また、成形の際の型充てん性が良いことから、高精度の転写を必要とするコイニング加工、圧縮加工および密閉型鍛造などへの応用も期待されている。これらの加工法を用いることによって、従来切削加工や溶接加工工程を必要とした製品の成形を一工程で可能ならしめることになる。この意味でより

* : 超塑性を「引張応力下で異常に大きな伸びを与える性質」として、超塑性を類別すると、本研究で扱う超塑性のほかに、「変態超塑性¹⁰⁾」および「歪硬化型超塑性⁸⁾」があげられる。ただし、前者は変動温度条件下、後者は比較的低温での現象である。

有効な資源およびエネルギーの活用を果すといえよう。

さて、超塑性に関する研究は、個々の合金系について超塑性変形条件を明らかにする目的の研究^{5) 13)}から、変形前の金属組織学的諸因子と超塑性挙動の関係を調べた研究^{14~16)}、そして超塑性変形機構に関する研究^{17)~22)}、超塑性の成形加工への応用を目指した研究^{11) 12) 23)~25)}と多岐にわたってきている。金属の変形機構はいかなる場合でも金属内部の微視的組織観察を基礎的手段に研究されるべきであると考え。また、上記の各研究が系統的に遂行されることがより普遍的な成果を与えよう。しかるに、今日までの超塑性研究は個々の研究者が特定の合金系のみを対象とするため断片的にならざるを得ず、また、変形中の組織変化のより正確な把握に欠けている。しかも、高い m 値が超塑性の基本的特徴であるとの指摘にもかかわらず、それをもたらす機構について金属組織学的に検討した研究はみあたらない。

そこで著者はまず超塑性変形中の組織変化を詳細に検討し、ついで、超塑性変形に寄与する機構を明らかにし、さらに、変形応力の高い歪速度依存性の源泉となる機構を金属組織学的に検討し確立する目的で本研究を行った。

本研究の成果は超塑性変形の本質を明らかにし、超塑性加工の実用化への一層有益な基礎的知見を与えて、工学の発展に寄与するものと信ずる。

本研究の各章は以下のようにまとめられる。

第2章では、Al-Cu合金を用い、まず共晶合金鑄塊の高温変形中の組織変化を調べ、ついで等軸粒をもった組成の異なる合金の超塑性変形中の結晶粒変化および粒界すべりの様相を観察し、さらに超塑性変形中の転位組織について調べて、超塑性変形中の組織変化について考察する。

第3章では、超塑性変形を中断して急冷したAl-Cu共晶合金の室温内部摩擦を測定し、第2章での転位組織の観察結果と比較検討される。

第4章では異なる組織としたTi-6%Al-4%V合金を用いて、変形中の組織および m 値の変化の関連性およびそれらの変化が伸びにおよぼす影響について検討される。

第5章では、粗粒の単相組織をもつ場合で伸びは大きくないけれども大きい

m 値をとることのあることを Ti-8% Mn 合金を用いて示し、この場合の変形応力および局部変形の進展の解析を行う。結果は通常の超塑性の場合と比較検討される。

第 6 章では、第 5 章と同様の変形応力の解析を Al-Cu 合金について広範囲な実験条件下で行い、変形応力中の有効応力および内部応力の歪速度依存性および変形応力中のそれらの割合と m 値の関係について考察される。

第 7 章では、超塑性変形に対する粒界すべりおよび粒内変形の寄与について Al-Cu および Pb-Sn 合金を用いて調べ、ついで、変形がかなり進んだ段階での主要な変形機構について検討し、さらに、粒界すべりそれ自体が高い m 値を与えるかどうかを調べる。そして、超塑性変形における粒界すべり、変形機構および超塑性のクライテリオンについても考察する。

第 8 章では、以上の結果の総括を行う。

参 考 文 献

- 1) W. Rosenhein, J. L. Hanghton and K. E. Bingham : J. Inst. Metals, **23** (1920), 261.
- 2) C. E. Pearson : J. Inst. Metals, **54** (1934), 111.
- 3) A. A. Bochvar and Z. A. Sviderskaya : Izvest. Akad. Nauk. SSSR, Otdel. Tekh. Nauk, 1945, № 9, 821.
- 4) E. E. Underwood : J. Metals, Dec., (1962), 914.
- 5) W. A. Backofen, I. R. Turner and D. H. Avery : Trans. ASM, **57** (1964), 980.
- 6) D. H. Avery and W. A. Backofen : Trans. ASM, **58** (1965), 551.
- 7) D. A. Woodford : Trans. ASM, **62** (1969), 291.
- 8) 堀 茂徳, 古城紀雄 : 日本金属学会々報, **14** (1975), 673.
- 9) S. W. Zehr and W. A. Backofen : Trans. ASM, **61** (1968), 300.
- 10) G. Wasserman : Arch. Eisenhütt., **6** (1933), 347 ; **10** (1937), 321.

- 11) T. J. Headley, D. Kalish and E. E. Underwood : “ *Ultrafine-Grain Metals*”, Ed. by J. J. Burke and V. Weiss, Syracuse University Press, Syracuse, (1970), 329.
- 12) 武井英雄 : 日本金属学会々報 **12** (1973), 817.
- 13) D.L. Holt and W.A. Backofen : Trans ASM, **59** (1966), 755.
- 14) T.H. Alden : Acta Met. **21** (1973), 1195.
- 15) S. Sagat, P. Blenkinsop and D. M. R. Taplin : J. Inst. Metals, **100** (1972), 268.
- 16) W.B. Morrison : Trans. A S M, **61** (1968), 423.
- 17) M. F. Ashby and R. A. Verrall : Acta Met. **21** (1973), 149.
- 18) D. Lee : Met. Trans. **1** (1970), 309.
- 20) A. Ball and M.M. Hutchison : Met. Sci. J. **3** (1969), 1.
- 21) A.K. Mukherjee, S. Floreen and P.D. Goodell : Met. Trans ., **3** (1972), 833.
- 22) R.C. Gifkins : Met. Trans. A., **7A** (1976), 1225.
- 23) L. Hymes, R.A. Lohenkamp : IBM Technical Disclosure Bulletin, **11-5** (1968), 522.
- 24) T.H. Thomsen, D.L. Holt and W.A. Backofen : Metals Engineering Quarterly, **2** (1970), 1.
- 25) J. Hestbech : J. Inst. Metals, **99** (1971), 300.

第2章 Al-Cu合金の超塑性変形中の組織変化

2.1 緒言

これまで多くの合金において超塑性を発現することが知られており、超塑性挙動を現わす変形温度、歪速度が研究されている。従来の研究^{1)~3)}によれば超塑性変形中に結晶粒は等軸粒を保ち、粒径はあまり変わらないといわれる。これまでの研究³⁾⁴⁾によって超塑性の変形条件はかなり明らかになったと思われるが、変形中におこる組織変化の詳細は現在ほとんど解明されていない。変形中における組織変化を研究することは超塑性の機構を考える上にぜひとも必要であると考えられる⁵⁾⁶⁾。そこで、まず本章では、従来超塑性変形条件についての研究が比較的多くなされ、実験結果を検討するために資料が多いと考えられるAl-Cu合金^{5)~8)}を選んで、その共晶合金鑄塊の高温変形中の組織変化を調べ、ついで等軸粒をもった組成の異なるAl-Cu系合金のアルミニウムに富む α 相および $\text{CuAl}_2(\theta)$ 相の超塑性変形中の粒径変化、粒界すべりの様相を観察し、さらに超塑性変形中の転位組織について調べて、*超塑性の変形機構を金属組織学的に明らかにするための基礎的知見を得ようとした。

2.2 実験方法

99.99%*純度アルミニウムと電気銅をAl-3, 13, 25, 33 および 38% Cuとなるように配合し、真空溶解鑄造して合金鑄塊を得た。これらの鑄塊の化学分析結果を表2-1に示す。なお銅量の少ない合金よりA, B, C, Dお

表2-1 用いたAl-Cu合金の化学組成

Specimen	A	B	C	D	E
Cu	3.02	13.02	25.83	33.18	38.64
Al	bal.	bal.	bal.	bal.	bal.

*: 本論文で用いる合金組成%は、すべて重量%(wt%)である。

** : 以下、光学顕微鏡および電子顕微鏡を、それぞれ光顕および電顕と略称することがある。

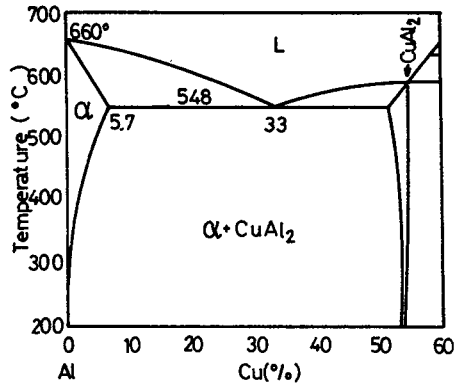


図 2-1 Al-Cu 2 元系平衡状態図の Al 側部分⁹⁾

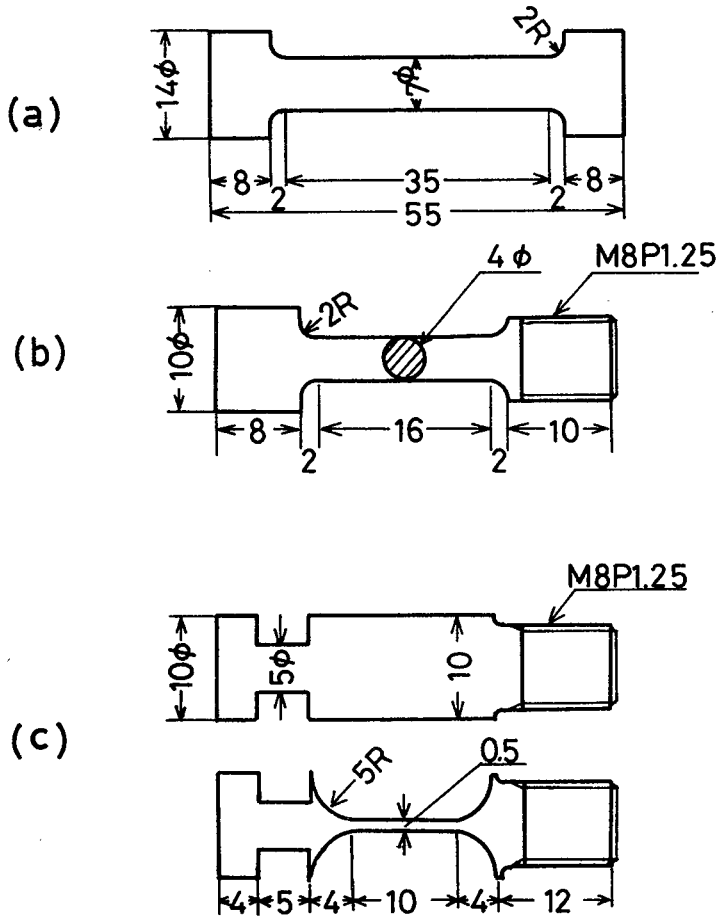


図 2-2 引張試験片の形状

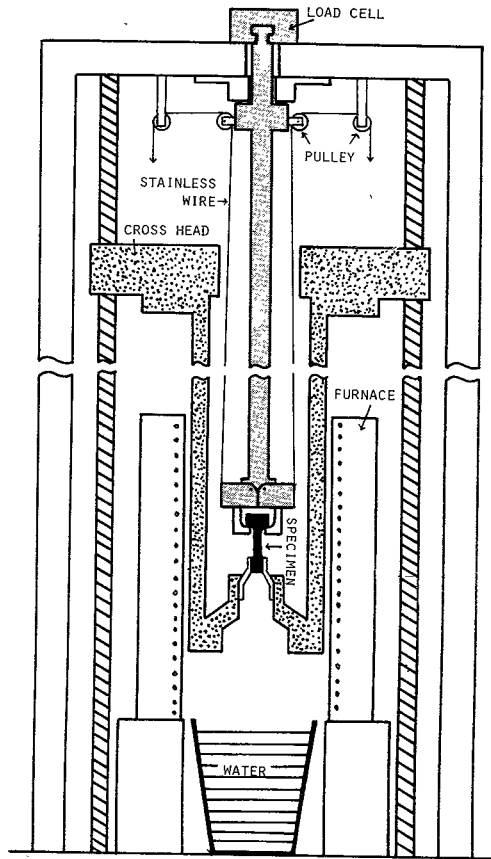


図 2-3 引張試験装置に取り付けられた試験片急冷装置

よびEと呼ぶ。合金Dは図 2-1 に示した Al-Cu 系平衡状態⁹⁾よりわかるように共晶組成に非常に近い組成であり、以後共晶合金と呼ぶことにする。

これらの中でまず Al-Cu 共晶合金試料Dについては、直径 40 mm の鋳塊の断面を4等分するように切断し、各1本から機械加工によって図 2-2 (a)に示すような引張試験片1本ずつを直接切り出した。等軸晶試料の作成は、直径 40 mm の各合金鋳塊を 10 mm 丸棒に熱間押し出し後、図 2-2 (b)に示す引張試験片に機械加工し、これを 535 °C に保持して均一で微細な等軸粒組織とした。電子顕微鏡による転位組織観察のためには図 2-2 (c)のように機械加工し、図

2-2(b)と同様な処理をして引張試験に供した。

引張試験はインストロン型試験機(容量500 kg)を用いて330から525℃の間のいくつかの温度で行った。試験片を装置に取り付け、所定の温度に達してから10分間保持したあと、 $10^{-4} \sim 10^{-2} \text{ sec}^{-1}$ の初期歪速度*で負荷した。負荷開始前の昇温および保持時間中の結晶粒度の変化はほとんど検出されなかった。試験片の冷却は、図2-3に示すように、ステンレス細線を操作して随時に上部つかみをはずし水中へ落下させる方法によった。この装置により試験片は変形中断後3秒以内に水冷された。

2.3 実験結果

2.3.1 鋳造Al-Cu共晶合金の高温引張挙動

Al-Cu共晶合金(試料D)の金型鋳造組織は写真2-1に示すように細か

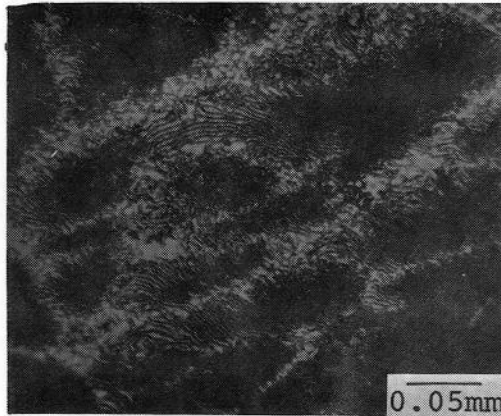


写真2-1 Al-Cu共晶合金(試料D)の金型鋳造組織

い層状を呈している。このような鋳造組織の試料より図2-2(a)のような引張試験片を切り出し、 $\dot{\epsilon} \sim 2.3 \times 10^{-4} \text{ sec}^{-1}$ で室温引張りを行くと約20 kg/mm²で破断した。伸びは全く現われなかった。同じ歪速度で高温引張りを行った結果を図2-4に示す。変形温度が330℃では、最大応力は12 kg/mm²以下に下がり伸びは20%を越える。温度がさらに高くなると最大応力の低下、伸びの著しい増大が現われる。これらの結果から求めた断面収縮率と伸びを温度に対して

* : 以下 $\dot{\epsilon}$ と略記することがある。

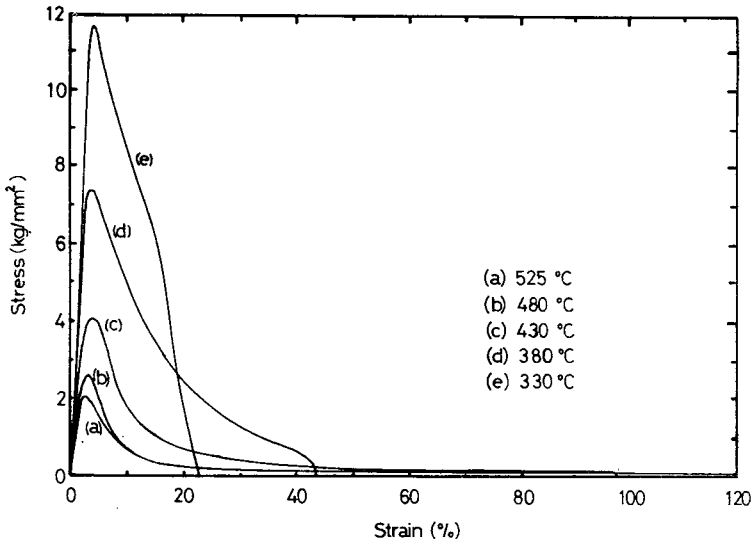


図 2-4 Al-Cu 共晶合金鑄造材を $\dot{\epsilon} \sim 2.3 \times 10^{-4} \text{ sec}^{-1}$ で高温引張りしたときの応力-歪曲線

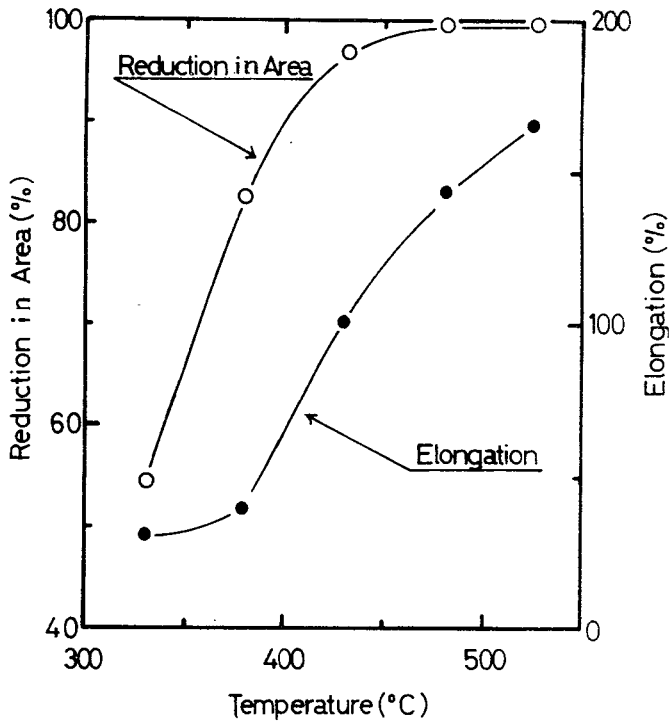


図 2-5 Al-Cu 共晶合金鑄造材を $\dot{\epsilon} \sim 2.3 \times 10^{-4} \text{ sec}^{-1}$ で引張試験したときの伸びおよび断面収縮率の温度依存性

示したのが図2-5である。これをみると480℃で断面収縮率は98%と著しく高い。これは試験片が一様に伸びるとすると実に4900%の伸びに相当することになる。しかし本試料の平均伸びは約145%であった。このおもな理由は写真2-2に示した525℃での変形試料にみられるように、試験片平行部の一部のみが著しく変形していることに基づいている。525℃で変形した試験片の平均伸びは約160%であるが、試験片平行部のうち変形の少ない領域では伸びは1%以内であった。そこで著しく高い変形の領域と、ほとんど変形しなかった領域の組織を調べると、写真2-3にみるように前者の領域では α および θ 相がほぼ等軸となっている。一方、ほとんど変形しなかった領域ではもとの層状組織の残存することがわかった。写真2-4は変形途中で急冷した試験片の

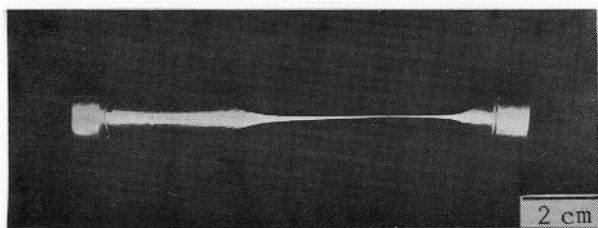


写真2-2 $\dot{\epsilon} \sim 2.3 \times 10^{-4} \text{ sec}^{-1}$ 、温度 525℃で引張変形したAl-Cu 共晶合金鑄造材の試験片形状

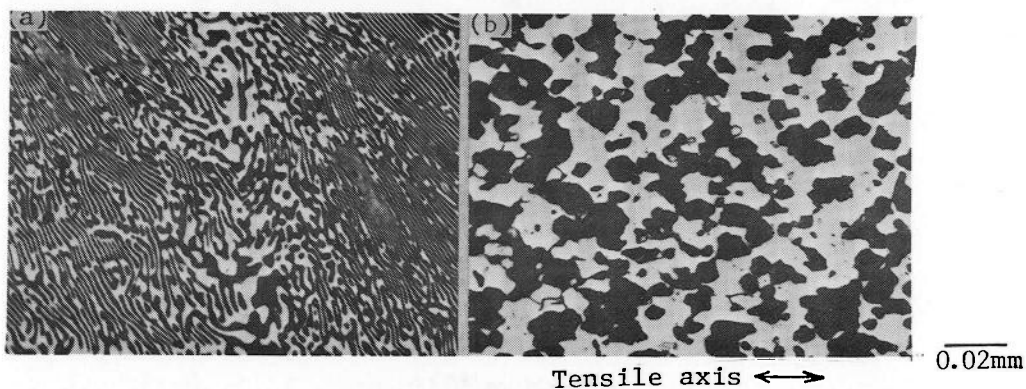


写真2-3 $\dot{\epsilon} \sim 2.3 \times 10^{-4} \text{ sec}^{-1}$ 、温度 525℃で引張変形したAl-Cu 共晶合金鑄造材の引張方向縦断面の光顕組織、(a) 僅かに変形した部分、(b) 大きく変形した部分

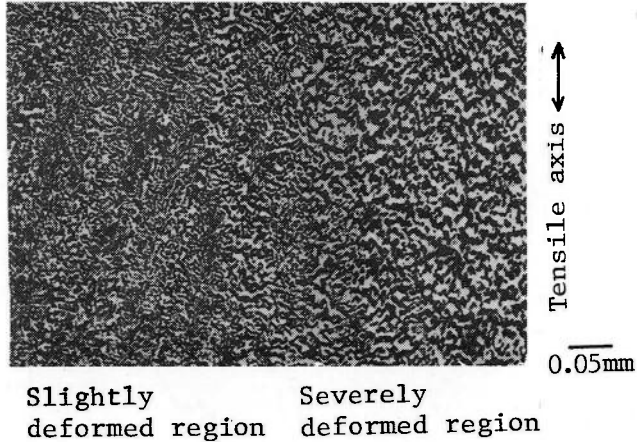


写真 2-4 525°C、 $\dot{\epsilon} \sim 2.3 \times 10^{-4} \text{ sec}^{-1}$ での引張り途中で急冷されたAl-Cu共晶合金鑄造材の大きく変形された部分とほとんど変形されていない部分の境界領域についての光顕組織

変形量の極端に異なる二つの部分の増界領域の組織である。写真 2-3 および 2-4 より層状組織が等軸粒へ変化したことが明らかである。

2.3.2 超塑性変形中の結晶粒径および粒形状変化

鑄造組織をもつ Al-Cu 共晶合金においても、高温での引張変形中に等軸粒に変化し、高い伸びを呈することが見られた。しかしながら、非常に大きい変形は試験片平行部の限られた領域でのみ現われ、ほとんど変形していない領域も存在した。そこであらかじめ加工と熱処理によって等軸粒組織とした試験片を引張れば試験片平行部の全領域にわたり変形が進行し、さらに大きい伸びを示すことになろう。

試料は共晶合金の他に亜共晶および過共晶合金をも使い、 α 、 θ 相の容積比を変化させた。ただし試料 A は α 単相合金で結晶粒は大きかった。B、C、D および E の 4 種の試料では α 相および θ 相の平均結晶粒面積が同じになるようにするために、押出し後 535°C で種々な時間加熱し水冷した。その結果、これら 4 種の試料の結晶粒面積は $25 \sim 40 \mu\text{m}^2$ となった。図 2-6 は 380 および 520°C における伸びおよび m 値の合金組成に対する変化を示している。ここで

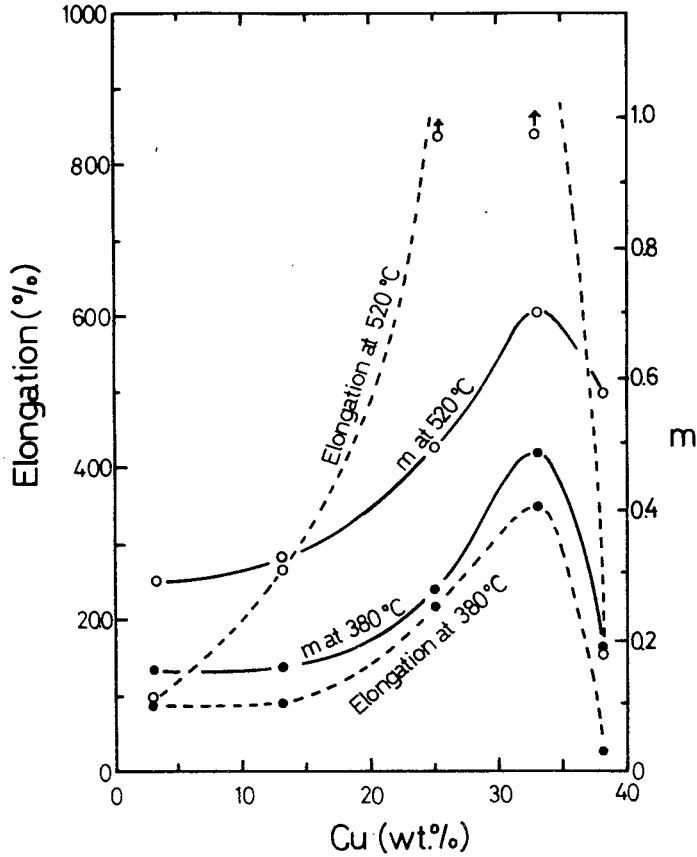


図 2-6 380 および 520°C、 $\dot{\epsilon} \sim 10^{-4} \text{ sec}^{-1}$ で変形された Al-Cu 合金の伸びおよび m 値の組成依存性

の $\dot{\epsilon}$ は $\sim 10^{-4} \text{ sec}^{-1}$ である。伸びは共晶組成のときに最も大きい。本試験における均一加熱帯は約 90 mm であり、約 350% までの変形をこの帯内で行なうことができる。これを越える変形では均熱帯からはずれた部分が所定の温度より高くなるようにしてあるので、図 2-6 中の 350% を越える伸びの値はそれぞれ過小に評価されていると考えられる。なお見かけの伸びが 850% を越えると試験を中止した。 m 値についても共晶組成の合金のときに最大で、共晶組成からはずれるにつれて急減した。この共晶試料の α 、 θ 相の容積比は 1 : 1 である。Sagat ら¹⁰⁾ は ($\alpha + \beta$) 黄銅の超塑性の温度依存性を研究し、 α 、 β 相の容積比が 1 : 1 である温度で最大伸びを現わすことを報告している。これらの実験結果は本章および第 7 章で後述する粒界すべりとの関連で興味をも

たれる。

つぎに超塑性変形中に結晶粒の成長がみられたので、変形前後の平均結晶粒面積を調べた。これについては前にも述べたように、変形前後の組織観察が行われているが⁵⁾⁷⁾、いずれも定性的な検討をしているにすぎない。典型的な結

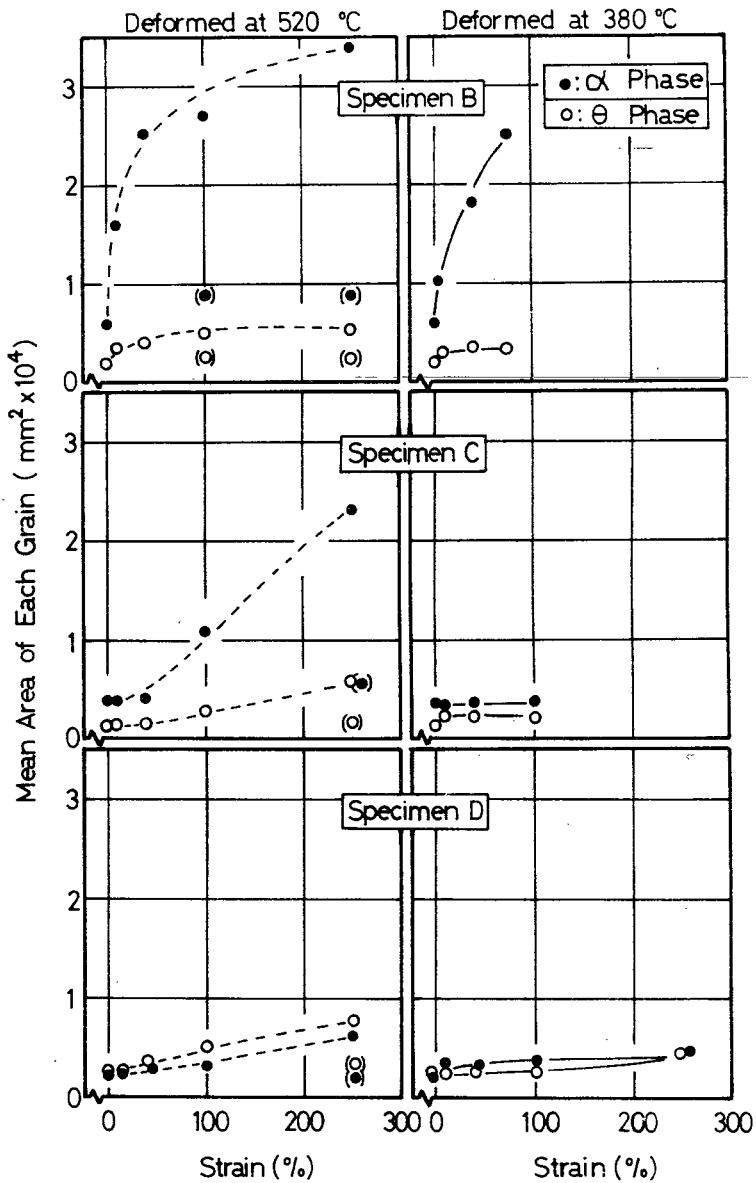


図 2-7 Al-Cu 合金の高温変形中の結晶粒径変化
(変形条件: 380 および 520°C、 $\dot{\epsilon} \sim 10^{-4} \text{ sec}^{-1}$)

果は図2-7にみられるように、520°CではB試料の α 相の結晶粒の成長は大きく、 θ 相も小さい歪のもとでも成長している。共晶合金Dになると α 相の粒成長は亜共晶合金に比べて著しく少ないが、やはり粒成長がみられる。ここで超塑性変形中の粒成長との比較のために、無負荷で520°Cに保持した場合の結晶粒成長を調べた。ここでの保持時間は図2-7における各点の歪量まで超塑性変形するに要した時間とし、その歪量を横軸にとり、求めた平均結晶粒面積を図2-7の()内に記した。この結果をみると各試料は押し出し後に535°Cで均質化加熱を施されているので、その後の520°Cでの保持での粒成長は低い。したがって図2-7で示される結晶粒の成長は超塑性変形中にもたらされたものであると考えることができる。写真2-5は試料Cの変形前後の組織である。520°C、800%の変形中に平均結晶粒面積は α 、 θ 相ともそれぞれ9倍前後成長した。800%の変形試料でも粒界近傍に空どうの存在は認められない。試料Dにおいても520°C、800%変形で結晶粒成長傾向があり、面積比で数倍に達した。微細な結晶粒をもつ本試料Dは $\dot{\epsilon} \sim 5 \times 10^{-4} \text{ sec}^{-1}$ 、520°Cで1000%でも破断しなかったが、温度を440°Cに下げると約850%で破断した。破断後の組織観察によれば、写真2-6にみられるように、空どうは破断面近傍で見られたが、破断面から約100 μm の範囲外では空どうの存在は認められなかつ

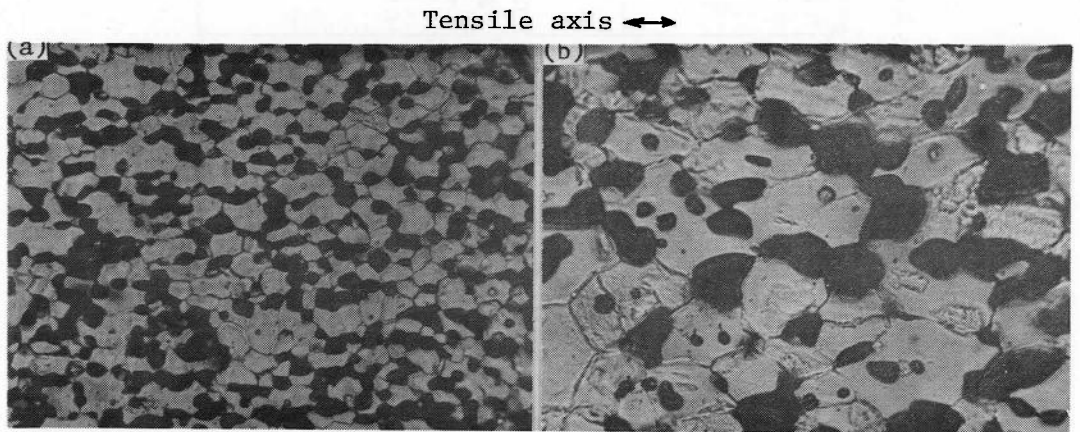
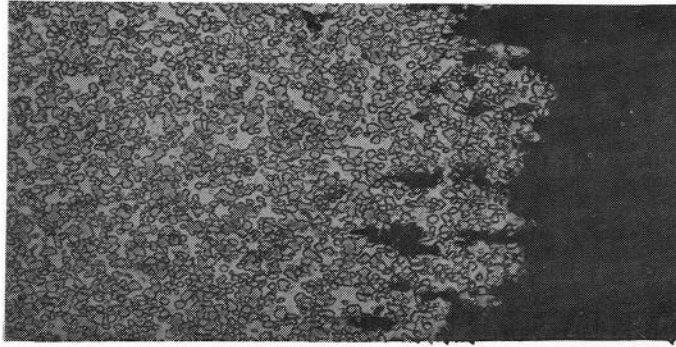


写真2-5 試料Cの光学顕微鏡組織、(a)変形前、
(b)520°C、 $\dot{\epsilon} \sim 10^{-4} \text{ sec}^{-1}$ で800%まで変形



Tensile axis \longleftrightarrow 0.05mm

写真 2-6 440°C, $\dot{\epsilon} \sim 10^{-4} \text{sec}^{-1}$ の条件で破断した試料 D の引張方向中央縦断面の光顕組織

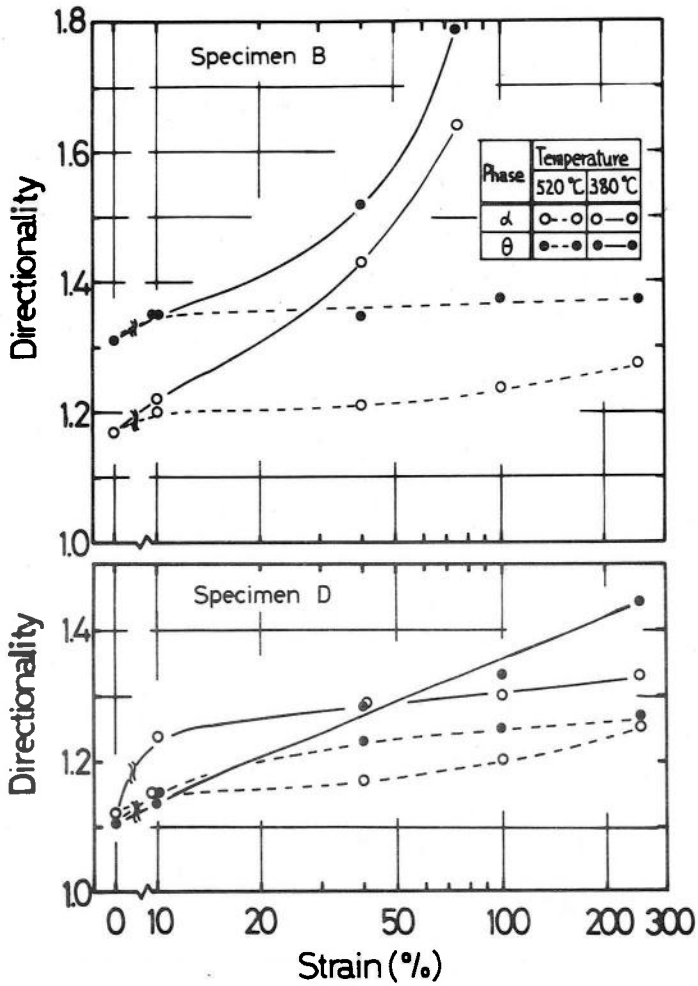


図 2-8 試料 B および D を 380 および 520°C, $\dot{\epsilon} \sim 10^{-4} \text{sec}^{-1}$ で変形したときの Directionality の変化, Directionality = (引張方向の粒径) / (引張方向と直交する方向の粒径)

た。つぎに本試料Dをあらかじめ535°Cで長時間加熱して平均結晶粒径を約19 μm に粗大化した後520°Cで同様に引張変形したところ、 m 値は0.67、伸びは623%となり微細結晶粒試料に比して m 値はそれほど変わらないが、破断伸びは低下した。この粗粒試料の超塑性変形中における結晶粒成長はそれほど大きくないが、空どうの形成は約500%の歪でみられ、空どうの成長とその連結が本試験片の破断につながるものと考えられる。

上に述べたように、微細結晶粒試料で超塑性変形中に粒成長があり、その成長はC、B試料と共晶組成からはなれると著しくなる。変形中に成長して粗大結晶粒になると空どう形成を随伴していることが知られた。これらの組織観察によって、変形中の粒成長とともに α 、 θ 各結晶粒の形状の変化も認められる。いま、引張方向の粒径の、それと直角方向の粒径に対する比を Directionality とし、これを250%までの歪について測定した。測定は50個以上の結晶粒の平均値をとった。結果は図2-8に示すように試料Bでは結晶粒形状は低温では大きく変わっているが、520°Cになるとそれほど変わらない。結晶粒形状の変化の大きい380°Cの結果をみても、 α 、 θ 相とも形状の変化は試料の平均変形に対して著しく小さいことになる。共晶試料Dにおいては結晶粒形状の変化はさらに著しく少ない。このことは超塑性変形中に結晶粒の等軸性を保持する何らかの作用が存在していることを示している。

2.3.3 超塑性変形中の転位組織

超塑性変形した合金の転位組織の観察によれば、もつれた転位やセル境界などは存在しないが比較的直線状の転位列が粒界に向かって配列しているとするもの²⁾、あるいは転位密度にほとんど変化を認めないとするもの^{10) 11)}など種々な報告があるが、除荷したあと室温に冷却後組織観察するまでに何らかの転位分布の変化がありそうに思われる³⁾。Fikeら¹²⁾およびKobayashiら¹³⁾はZn-Al共析合金の薄膜試料につき粒界すべりの電顕内その場観察を行っているが、厚い試料の変形挙動との対応を懸念している。本研究ではこれらの状況のもとで図2-3に示した試作試験片急冷装置を用い、試験片形状を図2-

2(c)のようにして、実際の超塑性挙動と対応した転位組織の観察を行った。

まず、試料Dを520°C、 $\dot{\epsilon} \sim 10^{-4} \text{sec}^{-1}$ で変形した時の転位組織を観察した。写真2-7は変形前の状態で、一旦520°Cに昇温したあと(a)徐冷、(b)水中焼入れした試料中の α 相についての観察結果である。写真2-7より急冷過程で(b)にみられる程度の転位の導入のあることがわかる。一方、 θ 相を観察してもほとんど転位は観察されず、写真2-8に示すように約100%変形しても観察される転位は非常に少ない。このことは美馬ら¹⁴⁾の結果を参照すると高温での θ 相の流動応力が α 相のそれ⁵⁾より大きいことがわかり、これより、転位の動きを伴う変形はおもに α 相内で起こると考えることができよう。いま20%歪

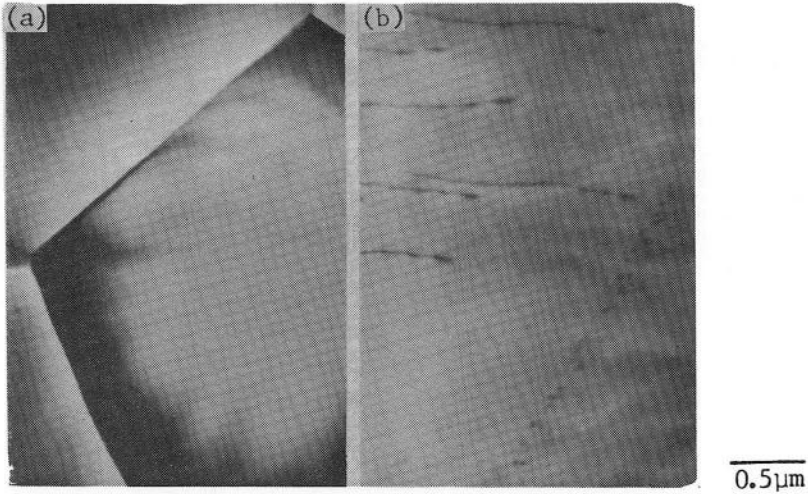


写真2-7 試料Dの変形前の電顕組織, (a) 520°Cより徐冷, (b) 520°Cより水焼入れ

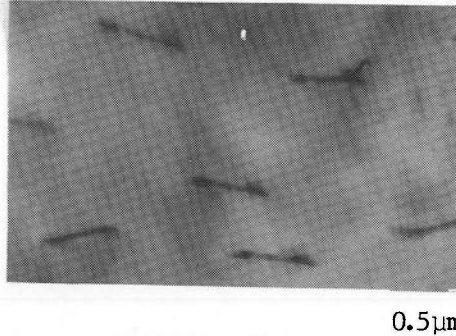


写真2-8 520°C, $\dot{\epsilon} \sim 10^{-4} \text{sec}^{-1}$ の条件で100%引張変形された試料D中の θ 相の電顕組織

をうけた試料の α 相内の組織は写真2-9のようであり、この変形条件のように m 値が大きく超塑性が示される状態でもかなりの転位が導入されていることがわかる。ただし、低温での変形¹⁵⁾や通常の転位クリープ¹⁶⁾の場合と比較すると転位密度が小さくより均一に分布しているようである。さらに変形が進んでも写真2-10の(a)100%歪、(b)400%歪の場合の結果にみられるように、

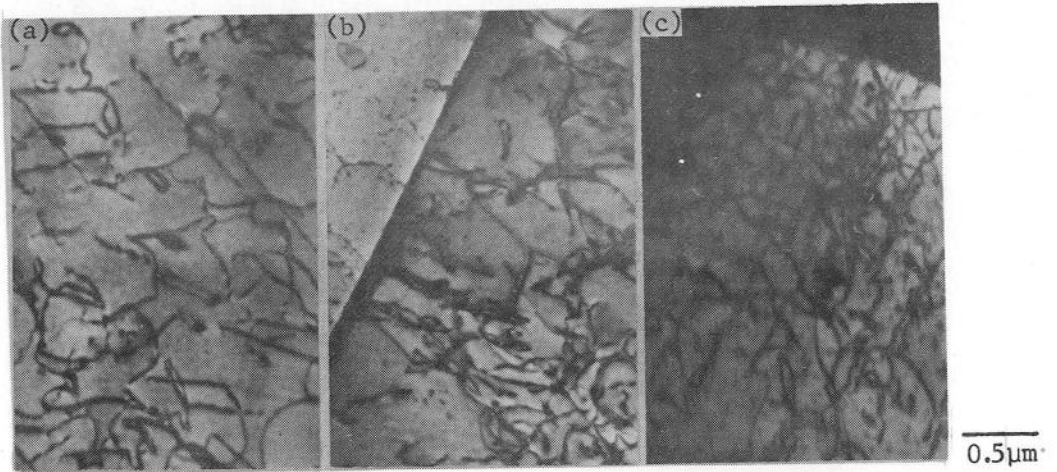


写真2-9 520°C, $\dot{\epsilon} \sim 10^{-4} \text{ sec}^{-1}$ で20%引張変形した試料Dの α 相の電顕組織

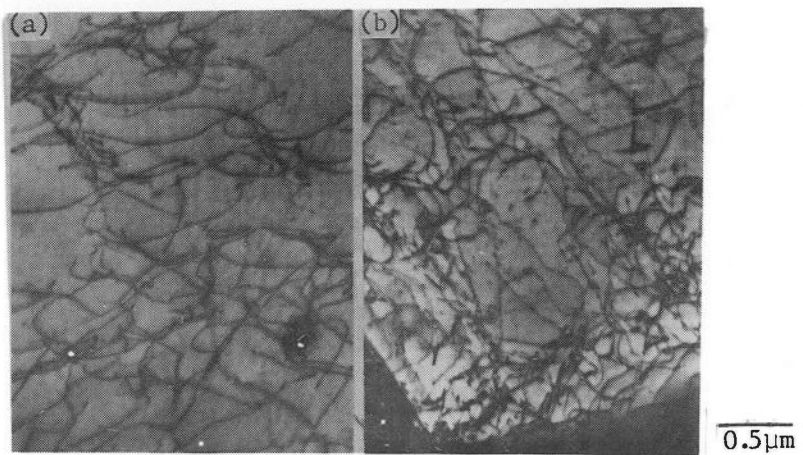


写真2-10 520°C, $\dot{\epsilon} \sim 10^{-4} \text{ sec}^{-1}$ で(a)100%, (b)400%引張変形した試料Dの α 相の電顕組織

観察される転位の分布や密度は 20 % 歪の試料の場合と大差ないことが知られる。すなわち、超塑性条件下では変形の初期に均一分布した低密度の転位が導入され、この状態はかなり変形が進んでも大きく変わらないと言えよう。

これに対し、比較的 m 値の低い条件下の組織をみると、写真 2-11 に示した



写真 2-11 520°C, $\dot{\epsilon} \sim 10^{-1} \text{sec}^{-1}$ で ~20% 引張変形した試料 D の α 相の電顕組織

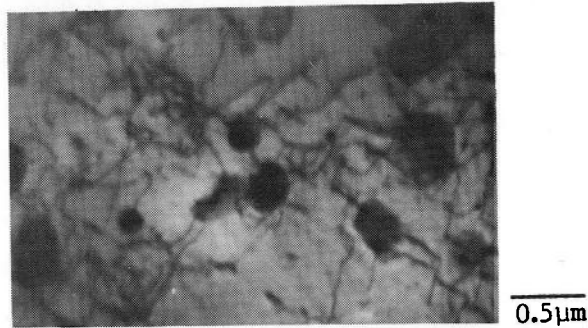


写真 2-12 380°C, $\dot{\epsilon} \sim 10^{-4} \text{sec}^{-1}$ で 20% 引張変形した試料 D の α 相の電顕組織

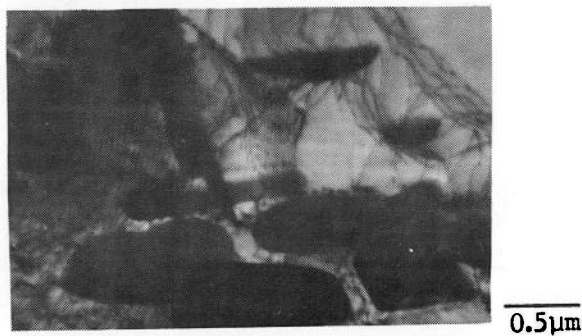


写真 2-13 380°C, $\dot{\epsilon} \sim 10^{-2} \text{sec}^{-1}$ で 20% 引張変形した試料 D の α 相の電顕組織

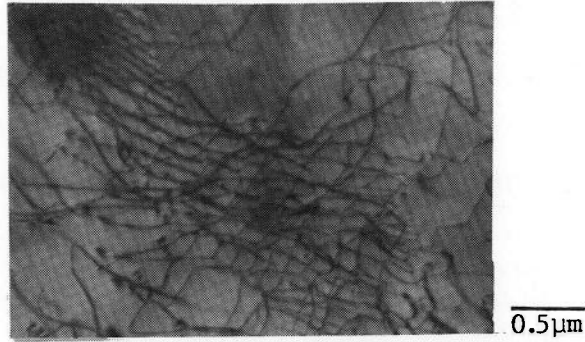


写真 2-14 520°C, $\dot{\epsilon} \sim 10^{-4} \text{ sec}^{-1}$ で 20% 引張変形した試料 B の α 相の電顕組織

歪速度を大きくした場合、写真 2-12 に示した変形温度を 380°C と下げた場合および 380°C で $\dot{\epsilon} \sim 10^{-2} \text{ sec}^{-1}$ と早くした写真 2-13 にそれぞれ示されるように、いずれの場合も写真 2-9 および写真 2-10 に比較して転位の分布が不均一でかつ密度が大きい結果となっている。殊に 380°C で変形した場合には α 相内に θ 相が不均一に析出することも写真 2-12 および 2-13 の組織となることと関連しよう。一方、試料 B についての結果は写真 2-14 に示される。この場合も写真 2-9 と比較すると転位の分布は不均一でその密度も高いようである。このように変形条件が超塑性条件から外れる場合には不均一で高密度の転位が導入されることが知られた。

2.4 考 察

2.4.1 鑄造 Al-Cu 共晶合金の超塑性

実験結果より、Al-Cu 共晶合金鑄造材は適当な変形条件で超塑性を示すことが知られた。すなわち合金の鑄造組織は場所的に不均一であり、これに応力が加わってゆくと変形に好都合な領域で局所的に変形がおこり、その部分が高温で組織変化しつつ、100~200% の大きな伸びを示すことになるということが明らかになった。

ところで第 1 章で述べたように変形応力の歪速度依存性指数 m は局部変形の進行速度を示す指標である。(1-1) 式の両辺の対数をとって微分すると次

式が得られる。

$$m = d \log \sigma / d \log \dot{\epsilon} \quad \dots\dots\dots(2-1)$$

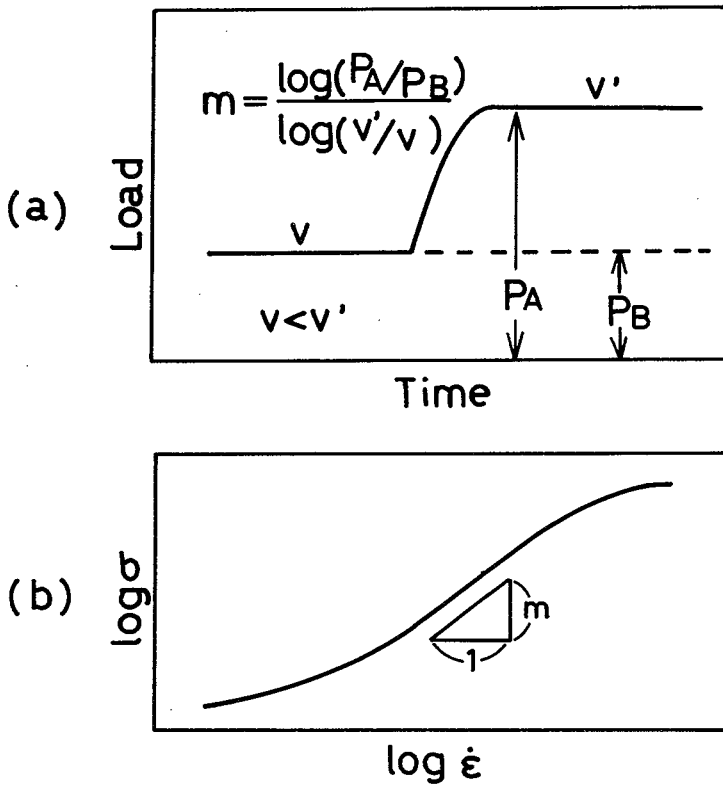


図 2 - 9 m 値の測定法(a)歪速度急法 (Backofenら⁷⁾による),
 (b) σ と $\dot{\epsilon}$ の両対数プロットの勾配から求める方法

(2 - 1) 式に基づいて m 値を測定する方法を図 2 - 9 に示す。本研究では(a)歪速度急変法を採用し、引張速度を原則として 2 倍にしたときの荷重の変化 P_A/P_B を得て m 値を算定した。

ここで図 2 - 4 にみられる 525℃ の応力 - 歪曲線上のどの点において鑄造組織が高い変形を呈するための好都合な組織に変わるかを確かめるために、変形中に随時、図 2 - 9 (a) に示した歪速度急変試験を行い、 m 値を算出した。結果

は応力-歪曲線と対応して図2-10に示される。変形のはじめには $m = 0.2$ と低い、最大応力を経て流動応力が低下していくにつれて m 値の著しい増大が示される。変形応力が極端に低下し定常状態が続くようになると、 m 値も約0.6を示し以後あまり変化しない。このように m 値にほとんど変化がなくて流動応力曲線が定常状態を示しはじめる歪は30%前後であった。しかしこの30%なる値は試験条件によっていくらか異なるものである。525°Cの各変形途中で水冷して試料の組織観察をした結果、最大応力に相当する歪から鑄造組織が変化するのがみられ、流動応力値がほぼ定常値になる歪で α 、 θ 相が等軸粒に変化していることが確かめられた。このように、等軸粒組織の領域で m 値が高く、その結果この領域で大きい伸びがもたらされ、全体としての伸びも大きい伸びを呈すると考えられる。

ところで、2.3.2であらかじめ熱間押出しと熱処理して試料全体を均一な等軸粒組織とした場合の超塑性挙動について述べた。そこでの結果とここでの鑄造材の結果を対比してみると、前者の場合は鑄造材の局部変形領域と同じ状態

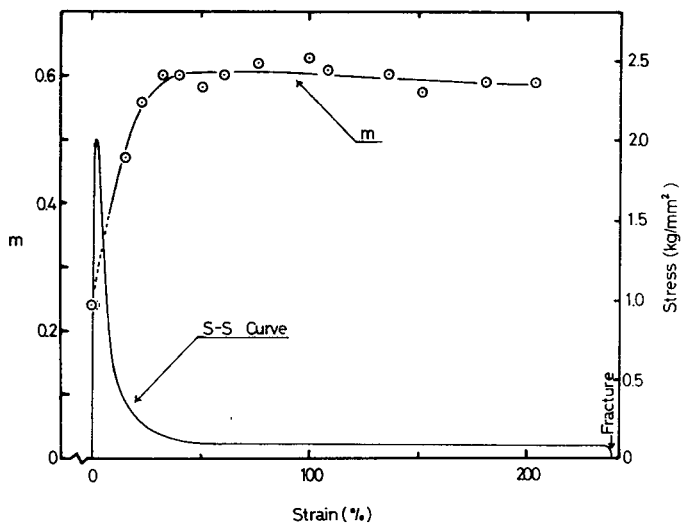


図2-10 Al-Cu共晶合金鑄造材の525°C, $\dot{\epsilon} \sim 2.3 \times 10^{-4} \text{ sec}^{-1}$ での引張変形中の m 値の変化

が試料全体にわたって起こった結果であるという見方ができよう。。従って鑄造材の伸びを支配するものは変形初期の局部変形領域の大きさであろう。すなわち層状組織をもつ試験片では部分的に変形してそこが等軸粒にかわり局部変形が進行するが、他の層状組織の領域では変形応力が高いので変形はゲージ部の全域にわたることができないために伸びが小さく現われるのであろうと考えられる。鑄造材を535°Cで種々の時間保持し、層状組織をやや等軸的な状態に近い組織とした4種の試料についても引張試験をした結果、伸びの値を図2-11に示す。写真2-15にここでの熱処理による組織変化の様子を示した。これより鑄造試料を引張り前に535°Cであらかじめ加熱したとき、保持時間が20時間までは伸びが保持時間とともに増大し、それより長く保持しても伸びは大きく変化しないことがわかる。この結果は熱処理による組織変化が20時間まで徐々に起こり、20時間を越えるとあまり組織変化していないことと対応している。またこのことと断面収縮率に対する保持時間の影響がほとんどないという事実を考え併せると、組織がより等軸であることと局部変形領域がより広

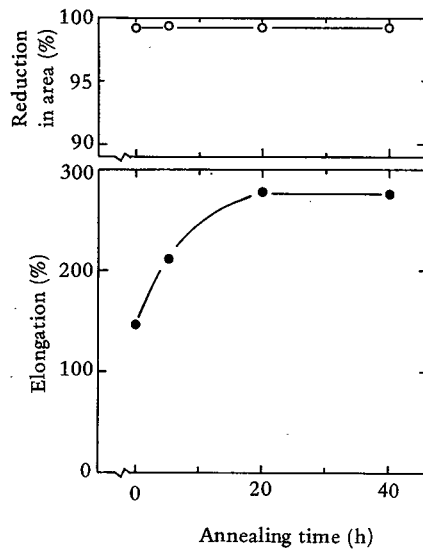


図2-11 Al-Cu共晶合金鑄造材の伸びおよび断面収縮率におよぼす535°Cでの保持の影響

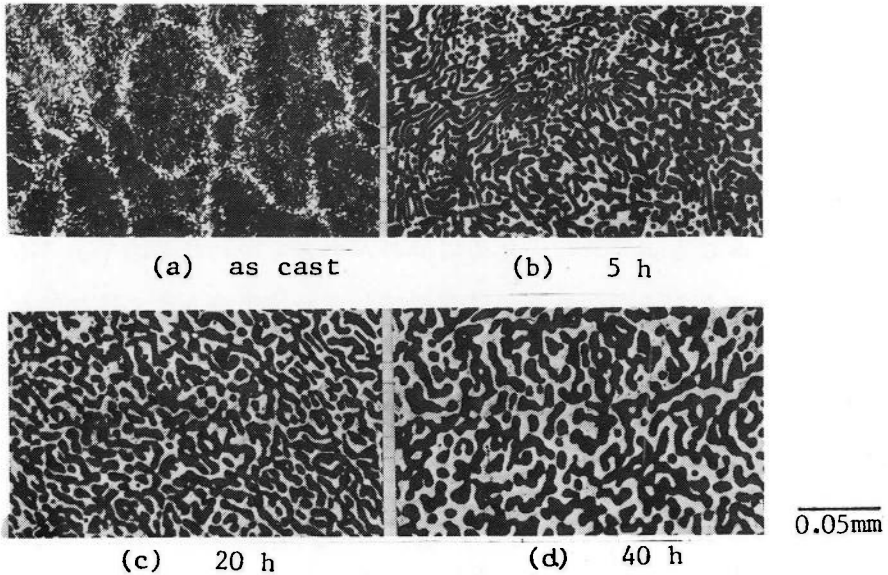


写真 2-15 Al-Cu 共晶合金鑄造材を 535°C で保持したときの組織変化

くなることは強く関連すると考えることができる。

2.4.2 超塑性変形中の結晶粒径および粒形状の変化

2.3.2 における実験によって、超塑性変形中に結晶粒の成長が若干起こるが、しかし結晶粒の形状の変化は少ないことがわかった。また試験片の大きな変形にもかかわらず結晶粒内のすべりの寄与の大きくないことが示唆された。粒内変形については 2.3.3 の電顕組織についての知見にもとづき第 7 章でも検討するが、このことは次の事実によっても推論される。すなわち、Al-Cu 合金の θ 相の変形抵抗は α 相のそれより高温においても大きいことが知られている^{5) 14)}。ところが図 2-12 にみるように、 θ 相の容積比の大きい試料 D の変形応力が亜共晶試料のそれよりも $\dot{\epsilon} < 10^{-2} \text{sec}^{-1}$ で低くなっている。これは粒内変形が重要な変形機構でないことを推論させるものである。

以上みて来たように、超塑性変形においては結晶粒の形状もあまり変化しないことが明らかとなった。このような条件の中で結晶粒界すべりが変形機構として考えられる。詳細な検討は第 7 章で行うが、ここでは試料 D の引張試験片

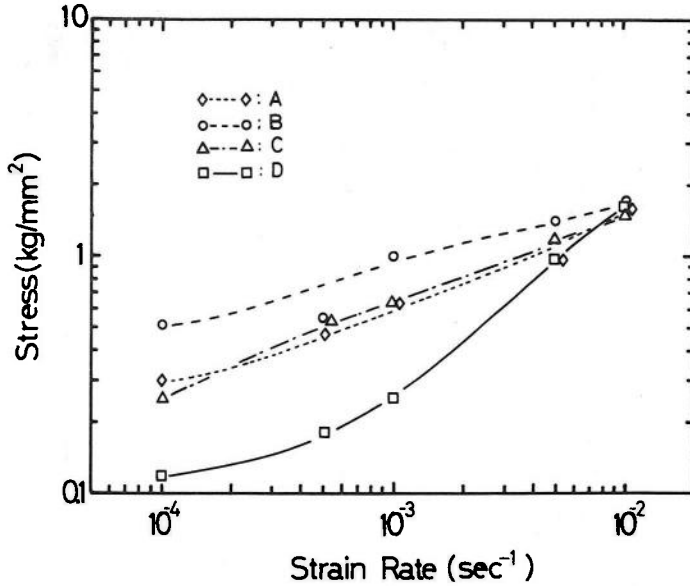


図 2-12 Al-Cu 合金の 520°C での変形応力におよぼす歪速度の影響

表面の観察によって粒界すべりの存在および程度を調べた。まず、試料 D を電解研磨し表面上に縦横に浅い条痕を入れ、この試験片を 520°C で 40% まで引張変形した。写真 2-16 は変形前と、変形後の同一場所の様子を示す。写真 (a) および (b) 中の同番号はそれぞれ対応した結晶粒を示しており、これより、各粒の形状の変化はほとんどないことがわかる。また変形による条痕の曲がりおよびずれから、粒内の変形は少ないが著しい粒界すべりのあることが知られる。いま、図 2-13 に示すように引張方向に直角方向の 2 本の条痕で区切られた L_0

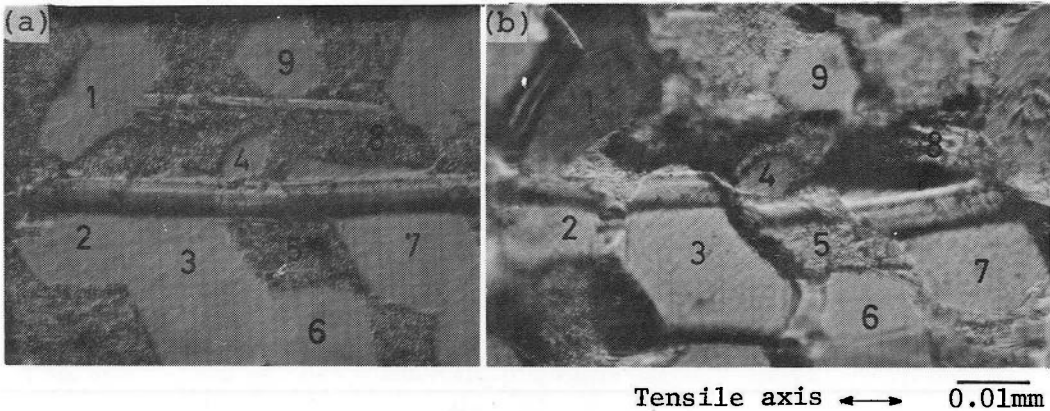


写真 2-16 試料 D の変形前後の表面組織, (a) 変形前, (b) 520°C, $\dot{\epsilon} \sim 10^{-4} \text{ sec}^{-1}$ の条件下で 40% 歪まで変形。

の長さの引張方向の条痕が、変形後長さ L' となり、また各粒界すべりの引張方向への正射影長さの和を Σa_n とすると、粒界すべりによる歪 ϵ_{gbs} は次式で表わされる。

$$\epsilon_{gbs} = \Sigma a_n / L_0 \quad \dots\dots\dots (2-2)$$

ここで

$$\epsilon_t = (L' - L_0) / L_0 \quad \dots\dots\dots (2-3)$$

であるので次式が得られる。

$$\epsilon_{gbs} / \epsilon_t = \Sigma a_n / (L' - L_0) \quad \dots\dots\dots (2-4)$$

いま、二、三の条件での変形についての L_0 、 L' および Σa_n から ϵ_{gbs} を求めた。 a_n は引張軸方向の条痕と交わる70個の粒界について行い、それらの粒界を含む領域に直角方向の条痕間隔から求めた平均歪 ϵ_t との比を求めた。結果は m 値が約 0.7 と大きい条件下の変形で $\epsilon_{gbs} / \epsilon_t = 0.7$ 、 m 値が 0.45 を示す 440°C で $\epsilon_{gbs} / \epsilon_t = 0.5$ 、 m 値が 0.23 と低くなる 380°C で $\epsilon_{gbs} / \epsilon_t = 0.35$ が得られた。この時、歪速度は 10^{-4} sec^{-1} 、 ϵ_t は約 40% とした。これらの結果より、試料の平均歪に対する粒界すべりの寄与は超塑性状態で 70% にも達し、超塑性変形からはずれると平均歪に対する ϵ_{gbs} の寄与は極

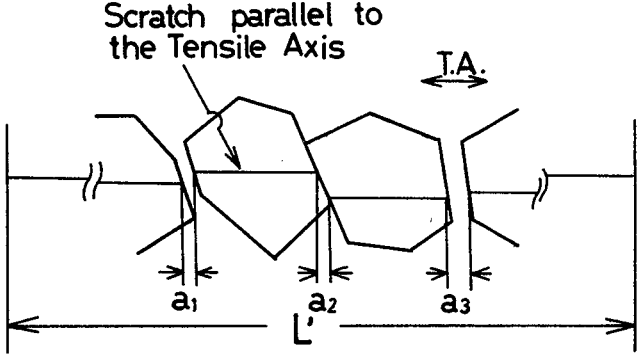


図 2-13 条痕を施して変形した試験片表面の様相

端に低くなる。このことから本合金の超塑性変形においては粒界すべりが重要な変形機構であるということがわかる。ただ歪が数百%にもおよぶ超塑性変形における粒界すべりの役割を正確に求めることは、大きな変形で条痕が不明瞭になるので測定できなかった。この点に関しては第7章で検討する。

ところで図2-7に示したように、結晶粒は変形中にわずかに成長してゆく。また図2-8より結晶粒形状は引張方向にわずかに伸びることが示された。これらは粒界すべりが純粹に連続して進行することになんらかの障害のあることと関連すると考えられる。さらに粒界すべりのみが純粹に連続して進行するとすれば粒界三重点に空どうの形成をもたらすことになろう¹⁶⁾。しかしながら細粒であった本合金では超塑性変形中に空どうの形成するのは破断部の極く近傍を除いて観察されなかった。ただし19 μ mの粗粒試料では変形中に空どうがみられたけれども、これは約500%という大きい伸びをもたらした後にみられるものであり、この異常に大きい伸びが空どう形成を伴った変形過程のみで生じたのであるとは考えられない。以上のことから粒界すべりを連続して進行させるために粒界移動、結晶粒界および粒内の転位の運動などが関与する何らかの調整機構を同時に考えねばならないであろう。Bhat ら¹⁷⁾ および Blachum ら¹⁸⁾ は粒界すべりによる空孔の増加が粒界近傍での拡散を促進したと考え、Gleiter ら¹⁹⁾ は変形中にある結晶粒の回転があることを報告し、また他の研究者たちは^{20)~22)} 変形中の粒界すべりは粒内の転位のすべりと上昇によって調整されるというモデルを提案している。これらを含めた超塑性変形機構は第7章で検討するが、ここでは、超塑性変形機構として粒界すべりが支配的であろうことと、その粒界すべりが連続して起り続け得るための調整機構をも充分検討されねばならないことを指摘するにとどめる。

2.4.3 超塑性変形における転位の挙動

2.3.3で、超塑性条件下では変形初期に均一で低密度の転位が導入され、その状態は変形が進行しても大きく変わらないこと、および、超塑性条件から外れる場合に導入される転位は比較的不均一で高密度であることなどを示した。

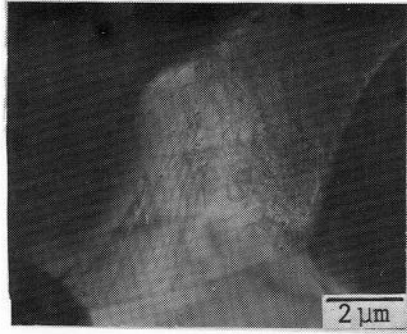


写真 2-17 520°C, $\dot{\epsilon} \sim 10^{-2} \text{sec}^{-1}$ で 100% 引張変形した試料 D の電顕組織

この転位の発生する場所についてはなお明らかではない。ただし、写真 2-17 にみられるように、転位が粒界付近でより多く存在することがしばしばみられた。このことより、転位は粒界および相境界またはそれらの三重点などの応力集中部で発生すると考えることもできよう。一方、その後の変形中に転位の消滅がその発生とほぼ対応して起こっていることを示している。ここでの転位の消滅の場所は電顕組織観察をもとに考えると粒界および相境界であろうと思われる。また、超塑性条件からはずれた条件での変形では、転位の発生と消滅の釣合いが成立たず、変形とともに転位の増加がみられるものと思われる。すなわち、低温での変形や α 相の粒径の大きい試料 B の変形の場合には導入された転位が消滅する過程に障害が生ずるであろうし、高歪速度での変形では導入される転位量がより多いことも転位の発生と消滅の不釣合と関連していると考えられる。

一方、Crussard と Friedel²³⁾ の提案した転位の上昇—すべり過程による粒界すべり機構などにみられるように、転位は粒界すべりとも直接関係すると思われる。このように超塑性変形における転位の挙動は超塑性の支配的な変形機構である粒界すべりそれ自体もしくは粒界すべりの調整機構のいずれかまたは両方にみられるといえよう。この転位の寄与については第 3 章および第 6 章、粒界すべりとの関係については第 7 章でさらに検討される。

2.5 結 言

組成の異なる Al-Cu合金について超塑性変形中の組織変化を研究した結果、つぎの結論が得られた。

- 1) 鑄造組織それ自体は超塑性を持たないが、共晶合金鑄塊を適当な変形条件下で引張ると高温変形中に鑄造組織がこわされて、局所的に等軸粒の α 、 θ の二相混合組織に変化し、高い伸びを示した。また層状組織から等軸粒への変化に対応して m 値は約 0.2 から 0.6 に急増した。
- 2) 等軸粒組織の亜共晶および過共晶合金は高温低応力のもとで超塑性を示す。共晶組成の合金において最大伸びおよび m 値が現われる。
- 3) 超塑性変形中でも結晶粒成長が現われる。この粒成長は共晶組成の合金において最も少ない。結晶粒は超塑性変形中に引張り方向にわずかに伸びる。この傾向は共晶組成よりはずれると著しくなり、変形温度が低くなると更に大となる。
- 4) 超塑性変形では変形初期に均一に分布した低密度の転位が導入される。この転位組織は変形が進んでも大きく変化することがなかった。変形条件が超塑性からはずれると、変形で導入される転位組織は不均一で高密度となる。
- 5) 本合金の超塑性変形において粒界すべりの寄与が大きい。この粒界すべりが連続的に起こる際の空どう形成の抑制、結晶粒界での応力集中を緩和するなどを調整する機構が粒界すべりと同時に働いていると考えられる。

参 考 文 献

- 1) H.W. Hayden, R.C. Gibson, H.F. Merrick and J.H. Brophy : Trans. ASM, **60** (1967), 3.
- 2) 松木賢司, 上埜安英, 山田正夫 : 日本金属学会誌, **38** (1974), 219.
- 3) G. J. Davies, J.W. Edington, C.P. Culter and K.M. Padmanabham ; J. Mater. Sci., **5** (1970), 1091.
- 4) 井口信洋 : 軽金属, **21** (1971), 613.

- 5) M. J. Stowell, J. L. Robertson and B. M. Watts : Metal. Sci. J.,
3 (1969), 41.
- 6) B. M. Watts, M. J. Stowell and D. M. Cottingham : J. Mater. Sci.,
6 (1971), 228.
- 7) D. L. Holt and W. A. Backofen : Trans ASM, 59 (1966), 755.
- 8) C. P. Culter, J. W. Edington, J. S. Kallend and K. N. Melton : Acta Met., 22 (1974), 665.
- 9) M. Hansen and A. Anderko : " *Constitution of Binary Alloys* ", 2nd. ed., McGraw-Hill Book Co., New York, (1958).
- 10) S. Sagat, P. B. Lenkinsop and D. M. R. Taplin : J. Inst. Metals.
100 (1972), 268.
- 11) K. Nuttall and R. B. Nicholson : Phil. Mag., 17 (1968), 1087.
- 12) K. D. Fike and H. J. Rack : Trans. ASM., 62 (1969), 537.
- 13) Y. Kobayashi, Y. Ishida, M. Kato : Scripta Met. 11 (1977), 51.
- 14) 美馬源次郎, 山根寿己, 林 千秋 : 日本金属学会誌, 32 (1968), 224.
- 15) T. Tabata and H. Fujita : Acta Met., 21 (1973), 353.
- 16) 足立正雄訳 : 金属クリープの基礎, 丸善, 東京 (1968), 209.
- 17) T. A. Bhat and F. H. Vitovec : J. Inst. Metals, 98 (1970), 95.
- 18) D. A. Blackburn and A. F. Brown : *ibid.*, 91 (1962-63), 106.
- 19) H. Gleiter, E. Hornbogen and G. Bäro : Acta Met., 16 (1968), 1053.
- 20) A. Ball and M. M. Huchison : Metal Sci. J. 3 (1969), 1.
- 21) A. K. Mukherjee : Mater. Sci. Eng., 8 (1971), 83.
- 22) G. Bäro : Z. Metallkde., 63 (1972), 384.
- 23) C. Crussard and J. Friedel, " *Creep and Fracture of Metals at High Temperatures* ", H. M. S. O., London, (1956), 234.

第3章 Al-Cu 共晶合金の超塑性変形による内部摩擦変化

3.1 緒 言

超塑性変形中の組織変化を知ることは、第2章でも述べたように、超塑性の変形機構を調べるために重要なことである^{1)~3)}。これまで超塑性変形にもとづく試料表面組織などに関する観察が数多くなされ、第7章で述べるが如く、大きな引張伸びの中で粒界すべりの占める役割については数多くの研究がなされている^{4)~6)}。しかしながら試料内部とくに結晶粒内の組織変化の観察については、通常の光学ないしは電子顕微鏡法では高温変形後の冷却中に試料中の組織が変化し、転位組織などが変形中のそれと異なる可能性があり、また、電顕内引張りによる直接観察法⁷⁾⁸⁾では薄膜試料を用いるので膜厚方向に結晶粒数の少ないことや、変形応力の著しい歪速度依存性を確認する実験の困難さなどにいくつかの問題があつてこの方向の研究は少ない。第2章においてAl-Cu 共晶合金について急速冷却する装置を用いて超塑性変形後に急冷してそのまま電解研磨して薄膜として電顕観察を行ったが、これらの結果を確認するために内部微細組織を調べる研究が必要であつた。

内部摩擦は合金組織に敏感な性質であり、測定を非破壊的に行うことができる特徴をもち、前述の超塑性変形中の微細組織変化を連続して調べるために適していると考えられる。そこで本章では超塑性変形量および変形応力の歪速度依存性指数 m と室温内部摩擦との関係を明らかにし、これらの結果と第2章で述べた電顕観察結果とを併せ、本合金の超塑性変形挙動を検討した。

3.2 実験方法

99.99% Al と電気銅を共晶組成 (33% Cu) になるように配合し真空中で溶解および铸造した。化学分析の結果、得られた鑄塊の銅量は 33.18% であつた。この鑄塊を約 500°C で押出して丸棒とし、これを機械加工して厚さ 2 mm、幅 7 mm、長さ 20 mm の試験部分をもつ板状引張試験片とした。これらを 535°C で 4 時間加熱して組織の均質化をはかり、水焼入した。このときの組織は、 α 、

θ 相はほぼ等軸粒でこれらの平均粒径は約 $6 \mu\text{m}$ であった。

引張試験はインストロン型試験機を用いて 330 から 520°C までのいくつかの温度で行った。試験片を装置に取付け、試験温度に達してから 10 分間保持したあと、 $8.3 \times 10^{-5} \sim 4.2 \times 10^{-2} \text{ sec}^{-1}$ の初期歪速度で負荷した。試験温度までの昇温中および負荷開始前のその温度での保持時間中には結晶粒度の変化は検出されなかった。引張後、試験片が所定の歪量に達すると試験を中断して直ちに試験片を急冷し、およそ 5 時間室温に放置したのち内部摩擦 Q^{-1} を測定した。内部摩擦測定は横振動を用いて室温大気中で行い、自然減衰により振幅が一定の割合まで減衰する時間から求めた。つぎに試験片の形状効果を考慮するため、 80 および 160% 引張変形した試験片と同じ形状をもった板状試料を製作し、これらについての内部摩擦測定値より試験片の形状が変化することによる内部摩擦 Q_{BG}^{-1} に相当する歪量 ϵ の関係は放物線近似して次式のように表わされた。

$$Q_{BG}^{-1} \times 10^4 = 0.91 \epsilon^2 + 0.57 \epsilon + 0.75 \quad \dots\dots\dots (3-1)$$

従って変形による内部摩擦変化 ΔQ^{-1} は ($\Delta Q^{-1} = Q^{-1} - Q_{BG}^{-1}$) である。本実験における内部摩擦測定値の誤差は $\pm 0.02 \times 10^{-4}$ と小さく、また、変形前の Q^{-1} は全ての試験片について ($0.65 \sim 0.75$) $\times 10^{-4}$ の範囲にあった。

3.3 実験結果

第1章で述べたように、超塑性の指標として変形応力の歪速度感受性指数 m がしばしば用いられる。 m 値が試料の組織および変形条件により変化することについては第2章で検討した。まずはじめに、等軸粒 α 、 θ 相からなる試料を種々な温度、歪速度のもとで引張ることによって、 m 値を大きく変えうることを確かめた。結果を図3-1に歪速度-温度- m 領域図として示す。図中の \times 印は測定点である。これから本実験の範囲内では引張温度が高いほどおよび歪速度が小さいほど m 値は大きくなることがわかる。 m の値がいくら以上であるとき超塑性と呼ぶかについては議論のあるところであるが、およその目安とし

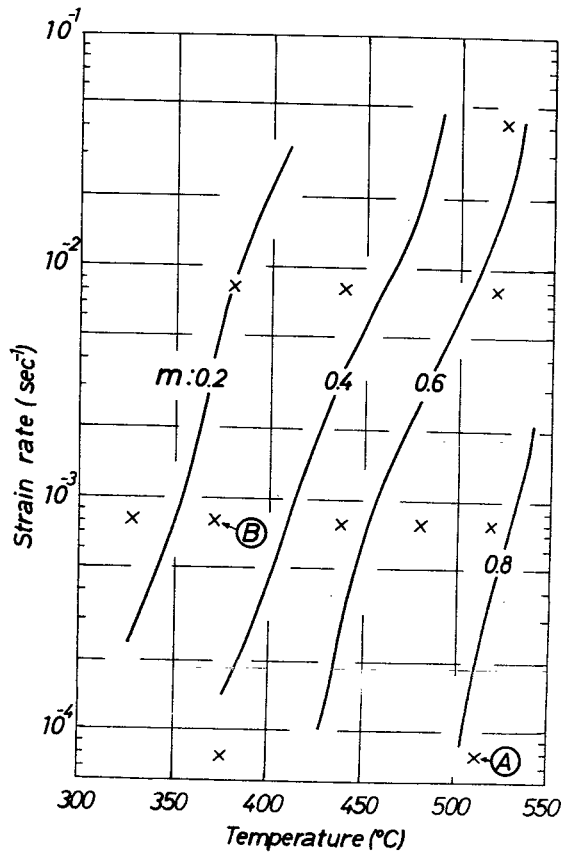


図3-1 Al-Cu共晶合金の歪速度-温度- m 領域図

て $m \geq 0.3$ がとられている²⁾。超塑性変形条件として図中の① ($m \sim 0.83$) を、超塑性でない条件として② ($m \sim 0.26$) を選び、それぞれの条件のもとで引張変形したときの試料の歪量に対して ΔQ^{-1} が変化する関係を求めた。図3-2はその結果である。これより超塑性条件下で変形した試料では超塑性変形の歪量が増しても ΔQ^{-1} の増加はほとんどみられないが、超塑性でない条件下で変形すると歪量とともに ΔQ^{-1} が増加するといえることができる。

図3-2に示された結果より、歪量を固定すると m 値と ΔQ^{-1} とは負の相関をもつことが示唆される。そこで m 値と ΔQ^{-1} との関連性を調べるために試料の引張温度および歪速度を適宜に組合せて、約90%の引張歪を与えてそのときの ΔQ^{-1} を測定し、それらをそれぞれの引張条件での m 値に対してプロットした。結果を図3-3に示す。これより m 値が0.15から0.9までの広い範囲

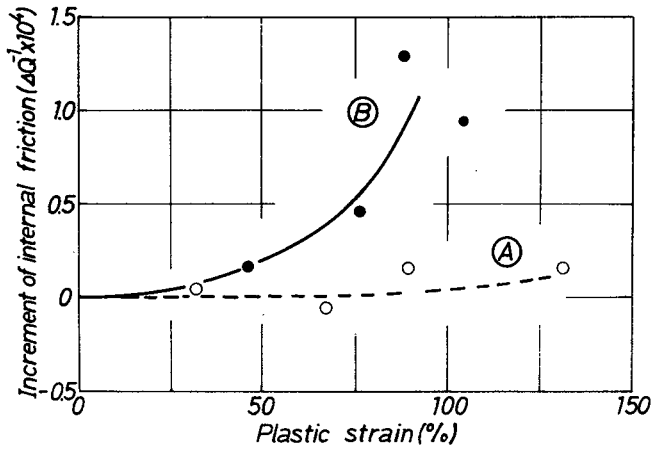


図 3-2 二種の条件下で変形された Al-Cu 共晶金の ΔQ^{-1} と歪量との関係

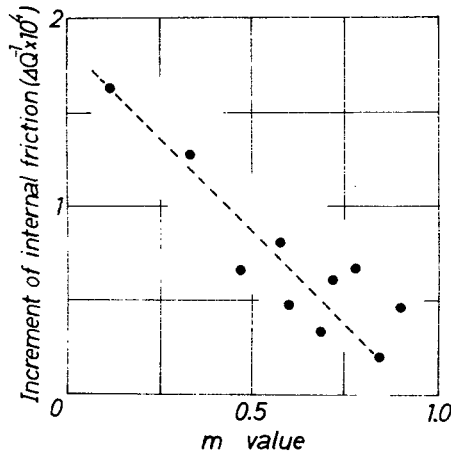


図 3-3 ΔQ^{-1} と m 値の関係

内で m 値と ΔQ^{-1} には負の相関のあることが明らかである。図 3-3 の結果を破線の如く直線近似することによって次の実験式が得られた。

$$\Delta Q^{-1} \times 10^4 = -2m + 1.85$$

3.4 考 察

ΔQ^{-1} の歪量および m 値による変化の原因についてまず考察するために、変形試料の内部摩擦の歪振幅依存性について調べた。引張変形条件を図 3-2 と同様 A および B とした。未変形試料すなわち熱処理したままの試料の内部摩擦

には実験範囲内で歪振幅依存性は検出されなかった。得られたおもな結果を図3-4に示す。Ⓐ条件で変形した場合は130%まで引張変形した試験片で僅かに ΔQ^{-1} の歪振幅依存性が検出された。一方Ⓑ条件では45%の場合は歪振幅にほとんど依存しないが、試料の歪量がより大きくなると高歪振幅側で ΔQ^{-1} が増加することがわかった。このような内部摩擦のあることを示し、変形した金属の歪振幅に依存する内部摩擦は転位に起因するとされている⁹⁾。GranatoとLücke¹⁰⁾は内部摩擦 Q^{-1} を歪振幅に依存する部分 ΔH と依存しない部分 ΔI に分けて解析し、それぞれ次式で表わされるとしている。

$$\Delta I = D \Delta \bar{L}_c^4 \quad \dots\dots\dots (3-3)$$

$$\Delta H = \frac{E}{\epsilon_0} \exp\left(-\frac{F}{\epsilon_0 \cdot \bar{L}_c}\right) \quad \dots\dots\dots (3-4)$$

ここで \bar{L}_c は転位をくぎづけしている不純物原子の間の平均転位ループ長さ、 Δ は転位密度、 ϵ_0 は振動の歪振幅、 D 、 E および F はそれぞれ

$$D = \frac{\Omega B \omega t_1}{\pi^2 C} \quad \dots\dots\dots (3-5)$$

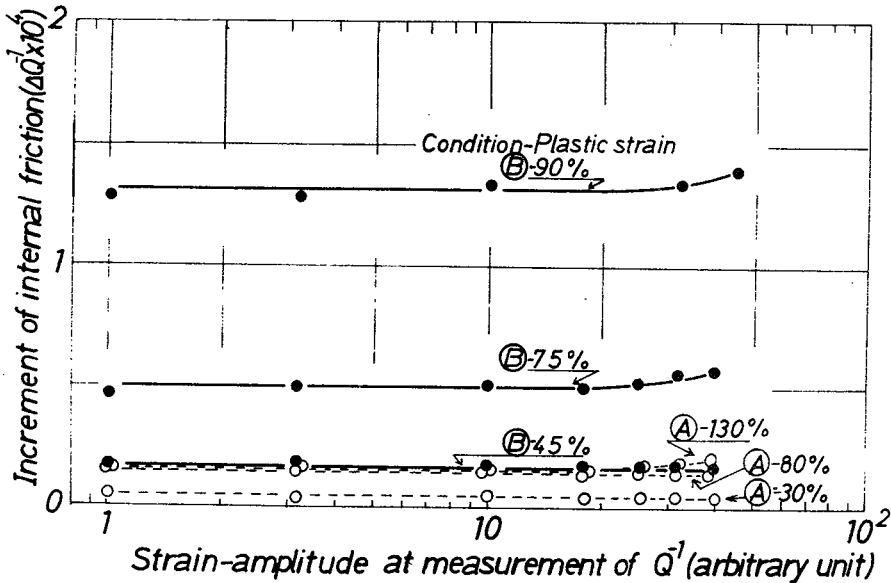


図3-4 種々の条件で変形された試料の ΔQ^{-1} の歪振幅依存性

$$E = \frac{\Omega A L_N^3}{\pi^2 \bar{L}_c} \cdot \frac{K \eta a}{\bar{L}_c} \quad \dots\dots\dots (3-6)$$

$$F = \frac{K \eta a}{\bar{L}_c} \quad \dots\dots\dots (3-7)$$

である。ここで Ω は方向係数、 B は転位の摩擦力、 ω は周波数、 t_1 は転位ループの長さの分布に関係した定数、 C は転位の線張力、 L_N は転位網節点間の長さ、 K は転位の離脱応力に関する係数、 η は不純物原子と母相原子の原子半径の差、 a は原子間距離である。このGranato-Lückeの理論より予想されることは、(3-4)式に示されるように、 $\ln(\Delta H \cdot \epsilon_0)$ が ϵ_0^{-1} に対して直線的関係にあることであり、かつ、その直線の勾配より \bar{L}_c が算出されることである。そこで④条件で130%まで変形した試験片および⑤条件で75%まで変形した試験片について、 $\ln(\Delta H \cdot \epsilon_0)$ と ϵ_0^{-1} を算出し、図3-5にプロットした。ここでの ϵ_0 は相対値なので、両軸は任意尺度としている。これを見ると実験範囲内で平行な二直線が得られており、これより \bar{L}_c は両試験片でほとんど同程度であると考えられる。図3-5に示した試験片は二種類のみ

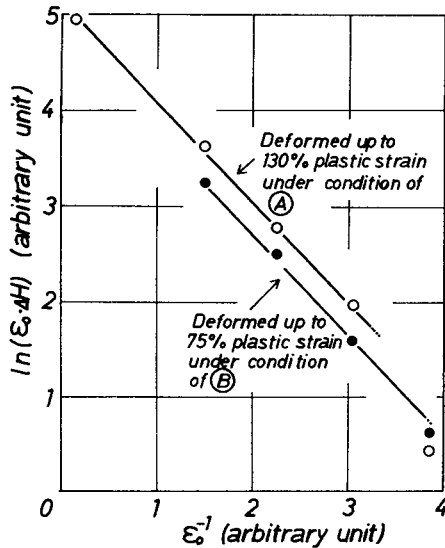


図3-5 異なる条件で変形された試験片についてのGranato-Lücke¹⁰⁾プロット

であるが、 ΔQ^{-1} の大小にかかわらずほぼ等しい \bar{L}_c が示されたことより、本実験範囲内では ΔQ^{-1} にかかわらず \bar{L}_c はほぼ等しいと仮定できよう。この仮定と(3-3)式より ΔI と転位密度 A とは比例関係にあることが導かれる。また、 ΔI は低い歪振幅範囲で ΔQ^{-1} と等しい。従って

$$\Delta Q^{-1} \propto A \quad \dots\dots\dots (3-8)$$

が得られ、本実験で測定した ΔQ^{-1} は転位密度の相対的指標と考えることができる。従って図3-2にみられる変形に伴う ΔQ^{-1} の変化は定性的には転位密度の変化を反映していることになろう。また、(3-2)式および(3-8)式より次の関係が導かれる。

$$A \propto -m \quad \dots\dots\dots (3-9)$$

この(3-9)式は、 m 値のより高い変形では転位密度のより低い状態で変形が進行することを意味する。

つぎに第2章で述べた電顕組織観察結果と本章での結果についての対応について考えてみよう。すでに第2章でみてきたように、 m 値が0.83と大きい条件下で引張った場合、変形の初期ではほぼ均一に分布した転位組織が形成され、更に変形が進んでもその転位の分布および密度は大きく変化しなかった。一方、 $m \sim 0.55$ をとる引張条件下では $m \sim 0.83$ をとる引張の場合に比較して不均一かつ高い転位密度の組織であった。これら二種の条件すなわち m 値が0.83と0.55の条件で90%まで引張変形したときの転位密度はそれぞれ 3.3×10^9 および $6.7 \times 10^9 \text{ cm}^{-2}$ と測定された。このような転位密度の引張変形による歪量および m 値依存性は図3-2および(3-9)式で示された結果と非常によく対応しており、妥当な結果を示していると言えよう。

3.5 結 言

等軸粒組織としたAl-33% Cu合金について、引張温度および歪速度を種々に選んで超塑性変形し、歪にともなう室温内部摩擦を測定して、本合金の超

塑性変形中の転位密度について検討した。結果はつぎのようにまとめられる。

- 1) 超塑性変形条件下で引張ったときの、変形による内部摩擦の増分 ΔQ^{-1} は、変形が進行してもほとんど変化しなかった。一方、超塑性でない条件で変形すると、試料の歪量とともに ΔQ^{-1} が増加した。
- 2) 変形応力の歪速度感受性指数 m は、 ΔQ^{-1} と負の相関を示した。
- 3) 低い m をとるような条件で変形した試料もしくは m が高い引張条件でも高歪まで変形した試料では ΔQ^{-1} に歪振幅依存性が検出された。この歪振幅依存内部摩擦を Granato-Lücke プロットして解析した結果、本実験範囲内で ΔQ^{-1} は転位密度 A とほぼ比例すると考え得ることがわかった。
- 4) ΔQ^{-1} の m および歪量依存性は、第 2 章で直接観察して得られた転位組織の m および歪量依存性とよく対応し、その妥当性を支持した。

参 考 文 献

- 1) B.M. Watts, M. J. Stowell and D.M. Cottingham : J. Mater. Sci., **6** (1971), 228.
- 2) 堀 茂徳, 古城紀雄, 日本金属学会々報, **14** (1975), 673.
- 3) S. Hori, N. Furushiro and S. Kawaguchi : " Proc. 19 th. Jap. Congr. Mater. Research ", Soc. Mater. Sci. Jap. (1976), 1.
- 4) D.M. Taplin, G. L. Dunlop and T.G. Langdon : Ann. Rev. Mater. Sci., **9** (1979), 151.
- 5) J.W. Edington, K.N. Melton and C. P. Culter : Progr. Mater. Sci., **21** (1976), 61.
- 6) 古城紀雄, 幸野 充, 堀 茂徳 : 日本金属学会講演概要, 1979 年秋期大会 (名古屋), 381.
- 7) K.D. Fike and H. J. Rack : Trans. ASM, **62** (1969), 537.
- 8) Y. Kobayashi, Y. Ishida and M. Kato : Scripta Met., **11** (1977), 51.
- 9) 井形直弘, 橋口隆吉 : " 新版転位論 " 日本金属学会編, 丸善, 東京

(1971), 411.

10) A. Granato and K. Lücke : J. Appl. Phys., 27 (1956), 583.

第4章 Ti-6%Al-4%V合金の超塑性変形

4.1 緒 言

超塑性変形における伸びの値は、温度および歪速度という変形条件および試料のもつ金属組織学的条件に大きく影響される。このうち金属組織学的因子の伸びに対する影響については多くの研究がある^{1)~3)}。これらの研究では、変形中に組織変化が起こらないという仮定のもとに、変形前の組織観察によって決定された因子で実験結果の検討がなされている。しかし、第2章で詳述したように、実際の超塑性変形においては変形中に組織変化する 경우가多く⁴⁾、殊に、伸びという破断までの全ての過程に影響される因子をとりあげ、これに対する組織学的因子の影響を調べる際には、各因子の歪依存性が考慮されねばならない。

Ti-6%Al-4%V合金は高い変形抵抗をもち、成形加工が困難である。それ故、本合金の塑性加工に超塑性特性が利用される可能性がある。図4-1に模式的に本合金の状態図⁵⁾を示す。この合金は超塑性状態で($\alpha + \beta$)組織であり、これらの二相は熱処理および試験条件により様々な形態をとる²⁾³⁾⁶⁾。これま

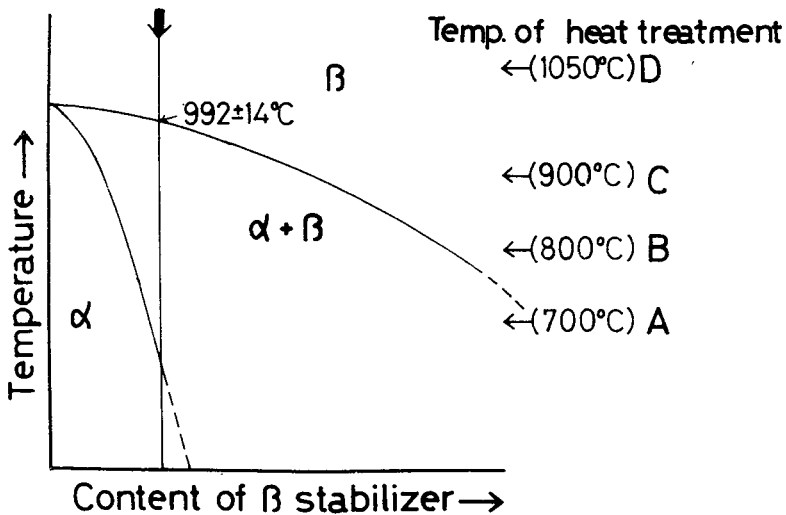


図4-1 模式的に示した本合金の状態図⁵⁾および用いた熱処理温度

で、本合金の超塑性挙動におよぼす組織学的因子の影響を、変形中の組織変化を含めて検討した報告はない。

そこで本章では、異なる組織とした Ti-6%Al-4%V 合金を用い、これを種々の条件下で高温変形し、まず超塑性におよぼす変形条件の影響を調べて把握した上で、変形中の組織および m 値の変化を調べて、組織と m 値の関連性およびそれらの変化の伸びにおよぼす影響について検討した。

4.2 実験方法

用いた試料は市販の 1 mm 厚の Ti-6%Al-4%V 合金板で、化学分析値は 6.15 % Al、4.31 % V、0.13 % Fe、0.14 % O、0.0044 % H、0.0088 % N および bal. Ti である。これより試験部分の長さ 20 mm、幅 4 mm の引張試験片を切り出した。これを図 4-1 に示した ($\alpha + \beta$) 領域を含む温度の真空中で熱処理し、水冷した。引張試験はインストロン型試験機を用い、図 4-2 に示すように精製された Ar 雰囲気中で行った。赤外線加熱炉を用いて、試料を試験機に装填したあと 20 °C/s の速度で引張温度まで急速加熱した。加熱

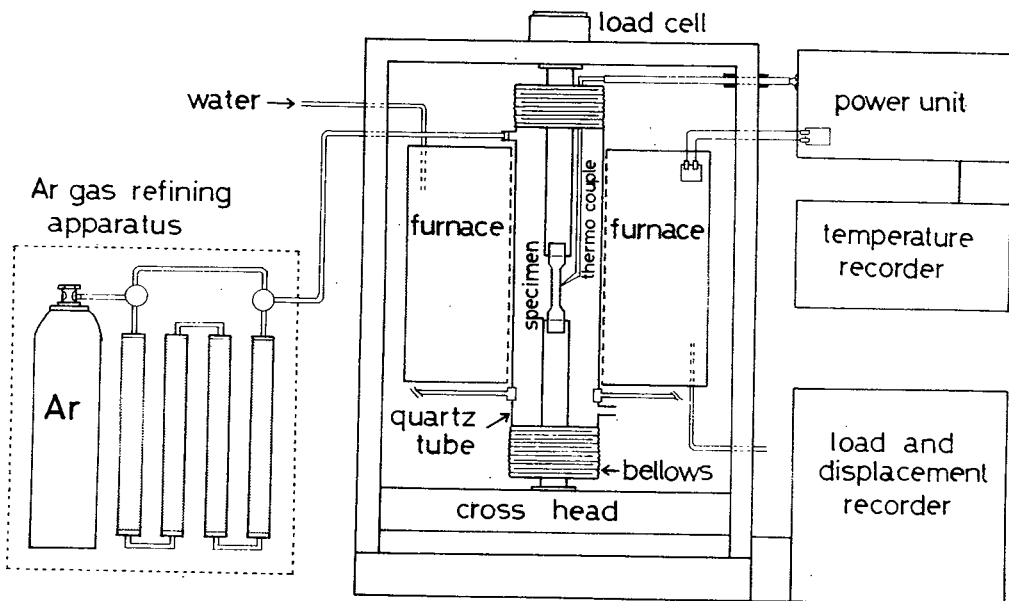


図 4-2 本実験で用いた引張試験装置

による治具の熱膨張の調整ののち負荷した。引張温度は 600~900℃、 $\dot{\epsilon}$ は $8.3 \times 10^{-5} \sim 8.3 \times 10^{-3} \text{ sec}^{-1}$ の範囲とした。

m 値は歪速度を 2 倍にして、その時の応力変化より (2-1) 式を用いて算出した。また、破断試料および変形途中で除荷し空冷した試料について、光顕および電顕観察した。その際、電解研磨は $(\text{CH}_3\text{CO})_2\text{O} + \text{HClO}_4$ (19:1) 溶液を用い、また、腐食には $\text{HF} + \text{HNO}_3 + \text{CH}_3\text{CH}(\text{OH})\text{COOH}$ (1:2:6) 溶液を用いた。

4.3 実験結果

用いた熱処理を表 4-1 に示す。これらの熱処理を施したあとの組織は写真 4-1 のようになり、これらより α 相および β 相の相割合、および両相の平均結晶粒径および第 2 章で定義した結晶粒伸長度 (Directionality) を求めた。表 4-1 はこれらについての結果をも含む。熱処理した試料を 600, 700, 800 および 900℃で、 $\dot{\epsilon}$ を 4.2×10^{-4} および $4.2 \times 10^{-3} \text{ sec}^{-1}$ を用いて引張試験した。温度 800℃、 $\dot{\epsilon} \sim 4.2 \times 10^{-4} \text{ sec}^{-1}$ の条件下で得られた応力-歪曲線を図 4-3 に示す。これより、D 試料は最も高い最高引張応力を示したのち急激な応力の減少を示し、50% 程度の伸びを示すにとどまる。一方、他の試料はいずれもより低い最高引張応力を示し、その後の変形に伴う応力減少がこれらの三試料では比較的小さく、結果として大きい伸びが得られる。全て

表 4-1 異なる熱処理を施した試料の光顕写真より求めた α 相の相割合、粒径および結晶粒伸長度

Specimen	Heat treatment	Volume fraction	Grain size	Directionality
A	700°C- 60 h	0.84	3.2 μm	1.50
B	800°C- 4 h	0.67	3.6 μm	1.20
C	900°C- 4 h	0.60	7.4 μm	1.35
D	1050°C- 4 h	-	-	-

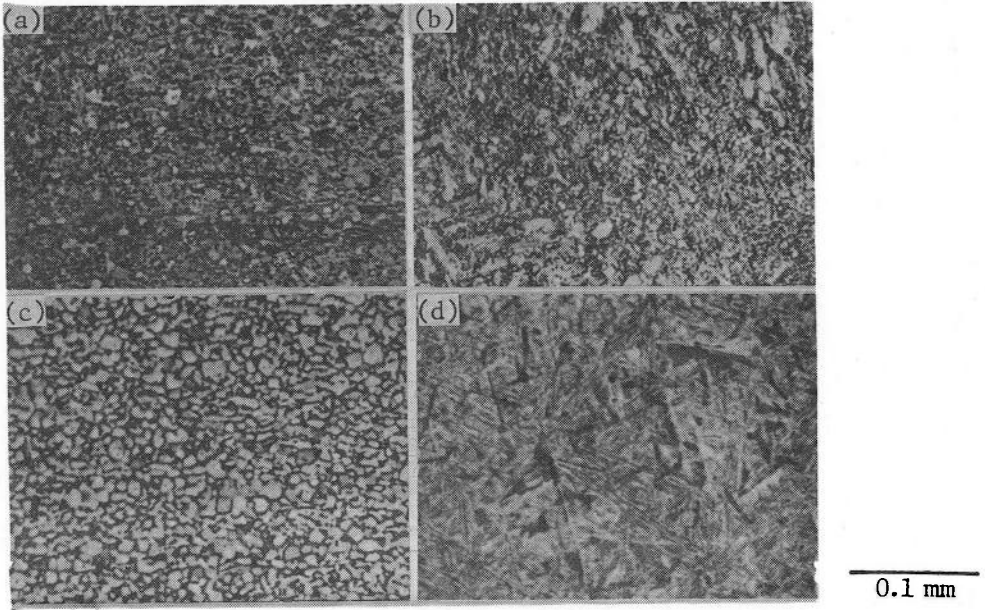


写真 4 - 1 表 4 - 1 に示された熱処理を施した試料の光顕組織, (a) A, (b) B, (c) C, (d) D

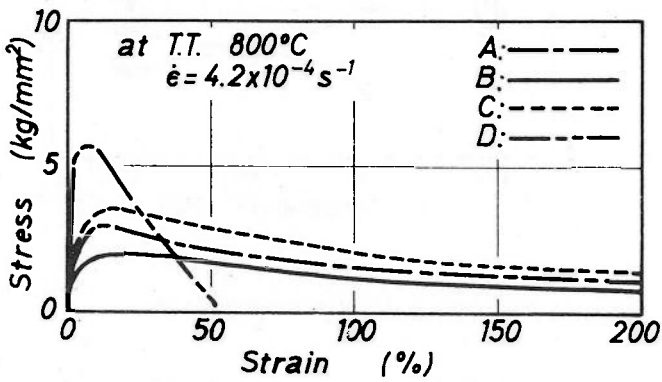


図 4 - 3 800°C, $\dot{\epsilon} \sim 4.2 \times 10^{-4} \text{ sec}^{-1}$ で変形したときの各試料の応力-歪曲線

の変形条件下で得られた伸びを変形温度に対して図示すると図 4 - 4 のようになる。図 4 - 1 から予想されるように、D 試料はいずれの条件下でも大きな伸びは示さない。他方、A、B および C 試料はいずれの歪速度でも 800°C でかな

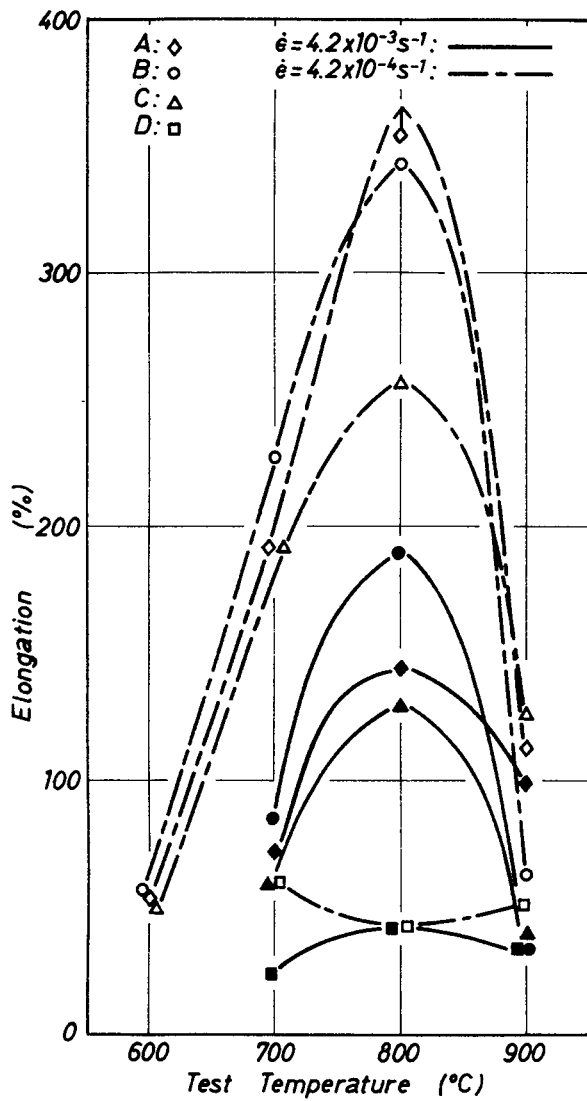


図 4-4 各試料の伸びの温度依存性

り大きい伸びを呈し、かついずれの条件下でも伸びはこの温度で最大値をとった。本合金のこのような大きい伸びは微細結晶粒超塑性としてすでに報告されている。つぎに図 4-4 の各試験について、変形の極く初期に m 値を求めた。結果は図 4-5 に示される。同種試料を同一歪速度で試験したときの m 値の温度依存性は図 4-4 の伸びの傾向とおおむね一致している。しかし、種類の異なる試料についての結果を同一温度で比較すると、例えば、800°C で $\dot{\epsilon} \sim 4.2$

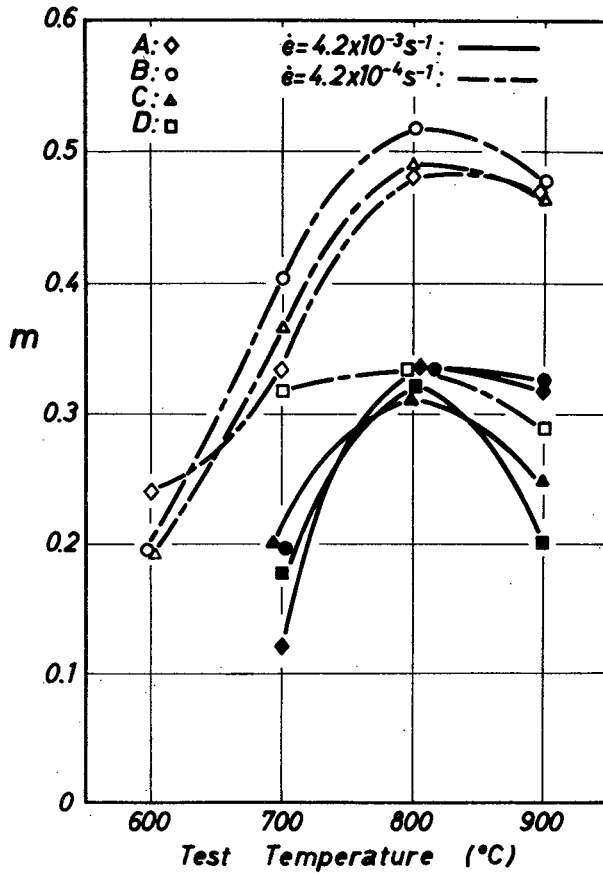


図4-5 $\dot{\epsilon} \sim 4.2 \times 10^{-3}$ および $4.2 \times 10^{-4} \text{ sec}^{-1}$ で変形された各試料の m 値の変形温度依存性

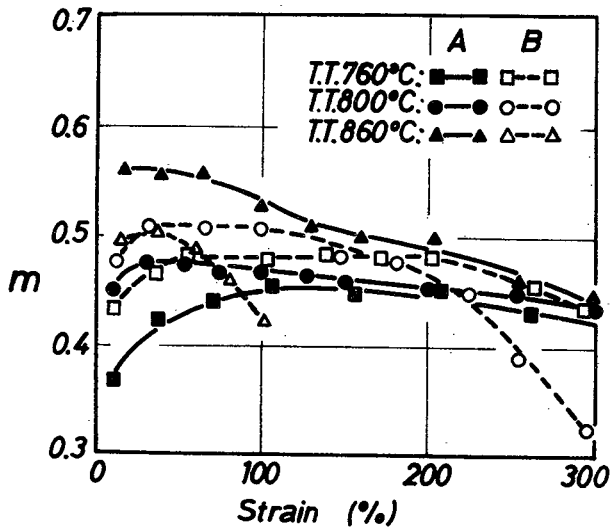


図4-6 760, 800 および 860 $^{\circ}\text{C}$, および $\dot{\epsilon} \sim 4.2 \times 10^{-4} \text{ sec}^{-1}$ での変形中の m 値の変化

$\times 10^{-4} \text{ sec}^{-1}$ の条件下での A および B 試料の結果のように、 m と伸びが通常報告されているような正の相関を示さない場合がある。

ついで A および B 試料について、試験温度を 700 から 900°C まで 20°C 毎にとり、 $\dot{\epsilon} \sim 4.2 \times 10^{-4} \text{ sec}^{-1}$ で引張試験し、 m 値の歪依存性を調べた。典型的な結果を図 4-6 に示した。ここでの曲線はおよそ三種に大別される。すなわち I 型：変形の進行とともに m 値が低下する型、例：A 試料の 860°C での試験、II 型：変形初期に多少 m 値が増加し、ついでほとんど一定の m 値を示し、かなり変形すると少し m 値が低下する場合、例：B 試料の 860°C での試験、III 型：かなりの変形まで m 値の上昇が示され、そののち m 値が低下する場合、例：A 試料の 760°C での試験。このように変形中の m 値が多様に変化することは、伸びと m 値との関係が多様となることを示す。いま、図 4-6 に示した m 値の

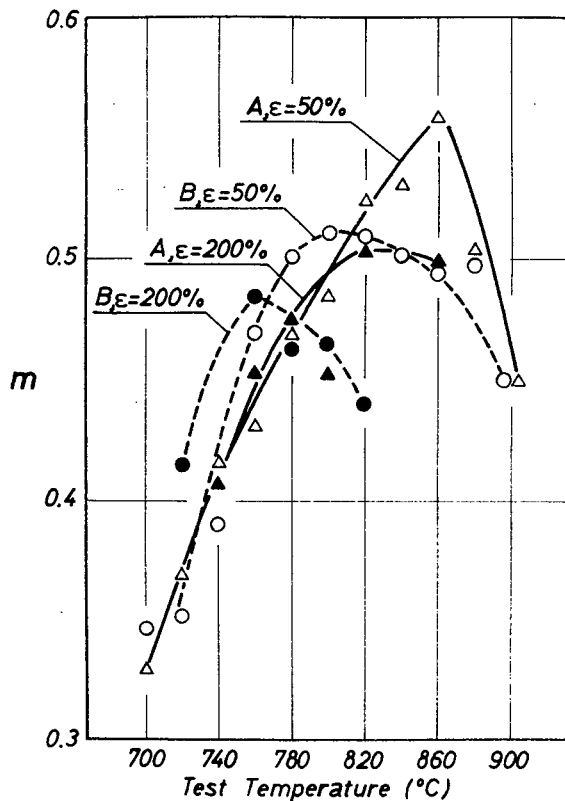


図 4-7 $\dot{\epsilon} \sim 4.2 \times 10^{-4} \text{ sec}^{-1}$ で変形した A および B 試料の 50 および 200% 歪での m 値の変形温度依存性

歪依存性の測定結果より、50および200%歪の m 値を読みとり、試験温度に対して図示すると図4-7となる。また、各温度における伸びは図4-8のようである。図4-7をみるとA、B試料ともに m 値は温度に対して最大をもって変化し、その最大値は高歪の場合の方が低温側にあらわれる。本実験の場合、図4-8に示される伸びが最大値をとる温度は $\epsilon = 50\%$ よりもむしろ $\epsilon =$

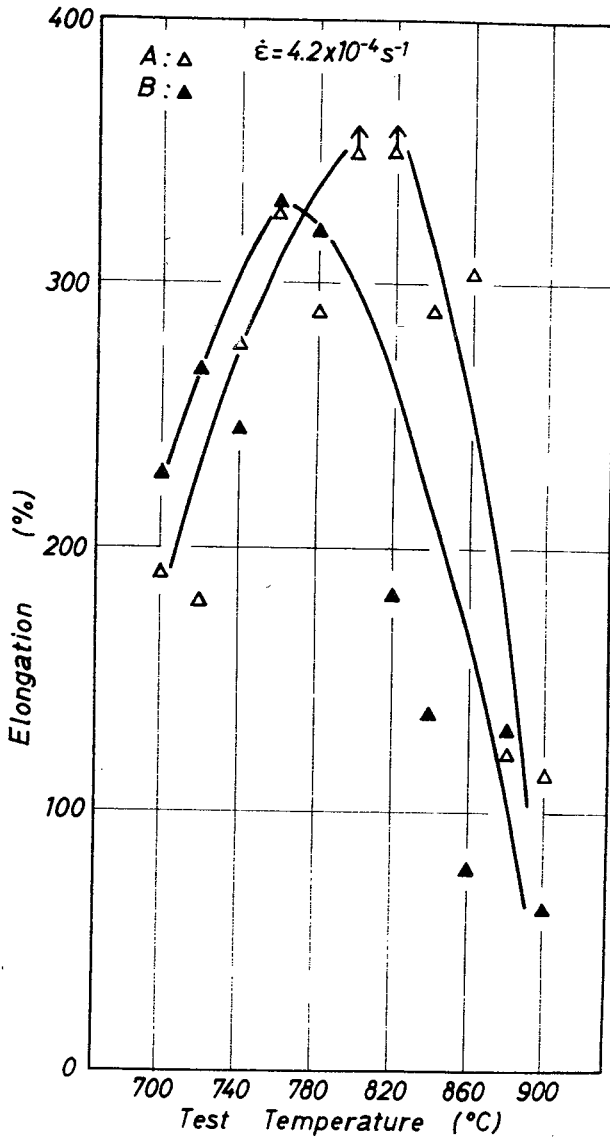


図4-8 $\dot{\epsilon} \sim 4.2 \times 10^{-4} \text{ sec}^{-1}$ で変形したAおよびB試料の伸びの変形温度依存性

200%の m 値が最大値をとる温度と一致している。

4.4 考 察

4.4.1 超塑性変形におよぼす変形温度の影響

図4-4および図4-8より、伸びは変形温度に対してピークをもつことがわかる。二相共存領域の温度に対して伸びがピークをもって変化することはすでに知られている⁷⁾⁸⁾。それらの報告では、ピークを示す温度が相割合の50/50となる温度と一致することから、ピークを作る原因を相境界量と関連させて考察している。しかし、本実験の場合、表4-1に示すように、二相割合が50/50の温度は900℃より高い温度であると考えられ、伸びのピークは直接相境界量と関連して現われたものではないと思われる。写真4-2に種々の条件下で破断したB試料の平行部の光顕組織を示す。(a)、(b)および(c)は歪速度が同じで変形温度がそれぞれ600、800および900℃の場合であり、これらより、

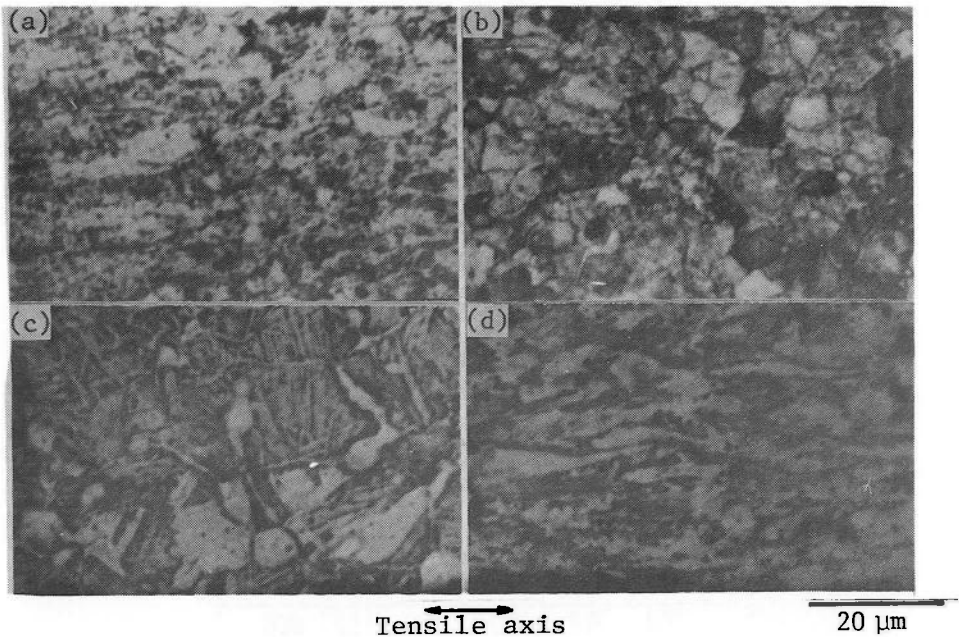


写真4-2 種々の変形条件で破断したB試料の平行部の光顕組織 (a) 600℃, $\dot{\epsilon} \sim 4.2 \times 10^{-4} \text{sec}^{-1}$, (b) 800℃, $\dot{\epsilon} \sim 4.2 \times 10^{-4} \text{sec}^{-1}$, (c) 900℃, $\dot{\epsilon} \sim 4.2 \times 10^{-4} \text{sec}^{-1}$ および (d) 800℃, $\dot{\epsilon} \sim 4.2 \times 10^{-2} \text{sec}^{-1}$

変形が高温であるほど大きく粒成長することがわかる。この粒成長は超塑性を低下させる要因である。一方、変形温度の上昇は、粒成長などの組織変化を無視できる条件下では、超塑性変形能を上昇させる要因である。従って、歪速度を固定した変形条件下での温度と伸びの関係は、この二つの要因のかね合いにより生ずると考えられる。

4.4.2 超塑性変形におよぼす歪速度の影響

図4-9はB試料の800°Cでの伸びと歪速度の関係を示す。これをみると、

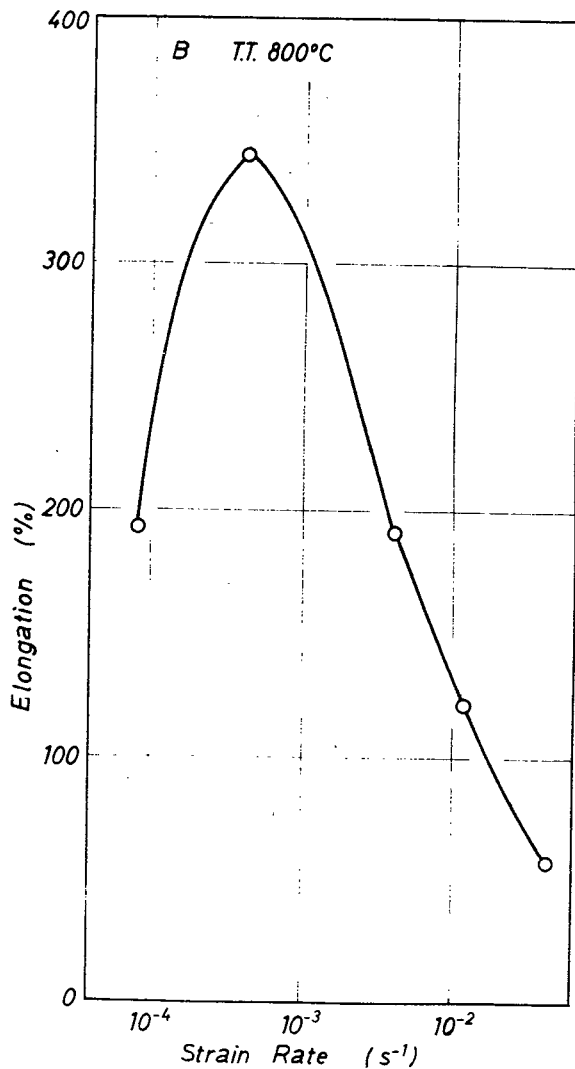


図4-9 B試料を800°Cで変形したときの伸びの歪速度依存性

$4.2 \times 10^{-4} \text{ sec}^{-1}$ の歪速度で最大の伸びが得られることがわかる。 $\dot{\epsilon} \sim 8.3 \times 10^{-4} \text{ sec}^{-1}$ で破断した試料の顕微鏡観察によると、 $\dot{\epsilon} \sim 4.2 \times 10^{-4} \text{ sec}^{-1}$ での破断試料に比較して、結晶粒の粗大化の傾向がやや大きかった。これは変形に要する時間が歪速度が低いために長くなったことと関連すると思われるが、この結晶粒粗大化が低歪速度での伸びの低下と直接関連するかについてはわからない。一方、 $4.2 \times 10^{-2} \text{ sec}^{-1}$ とより高歪速度の試験で破断した試料については、写真4-2(d)に示すように、各結晶粒が引張方向に大きく伸長した組織となっている。第2章で述べたように、超塑性は適当な歪速度の範囲内で現われる¹⁾⁹⁾。そして、変形がより高歪速度になってゆくと転位クリープ変形が支配的となり、 m および伸びが低下する¹⁾¹⁰⁾¹¹⁾。本合金では引張試験の温度から冷却すると β 相がマルテンサイト変態するため引張変形中の転位組織をそのまま室温で観察することは不可能であるが、写真4-2(d)でみられた引張方向に伸長した組織は、そのときの変形がかなりの高歪速度で行われたことを考え併せると、転位が大きく関与した変形の結果であろうと思われる。この点についての詳細な検討は第6章および第7章でなされる。

4.4.3 超塑性変形におよぼす組織の影響

図4-4および図4-5において、D試料の伸びおよび m 値は他の試料の伸びに比較して極端に小さい。写真4-1(d)に示したD試料の組織は β 単相の 1050°C で4時間保持後水冷した試料について観察したものである。前述のように β 相が冷却中に変態しており、また、旧 β 相の結晶粒径はかなり大きかった。このようなD試料の高温試験中の組織は明らかではないが、かなり不均一な組織を呈するものと思われる。またC試料は表4-1に示されるようにAおよびB試料より大きな粒径となって試験に供される。このように、初期結晶粒組織が比較的粗粒組織であるCおよびD試料は超塑性をより顕著に示さない。後述のように、各熱処理で得られた組織は種々の温度での変形開始時には変化する。CおよびD試料についての結果は、初期結晶粒組織がより粗大粒である試料にはより顕著な超塑性があらわれないことを示すと思われる。

図4-6に示した変形中の m 値の変化は、本合金の超塑性変形における m 値を単一な値であらわすことの困難なことを示している。このことは、また、各試料の熱処理温度と試験温度が必ずしも一致していないことにも起因している。そこで図4-6で示された変形中の m 値の変化と組織との対応の有無を検討した。組織観察は図4-6の m 値が特徴的な変化を示した3つの変形条件でそれぞれ0、50および200%まで変形後空冷した試料について電顕により行った。得られた電顕写真より高温変形中の α および β 相の粒径を求めた。ここで β 相は冷却中に α 相もしくはマルテンサイト相に変態するが、写真4-3に示した典型的な写真からも判るように、比較的欠陥の少ない組織である α 相に対し、変態により相の構成が複雑な組織となっている結晶粒を高温で β 相であったものと認定した。結果を図4-10に示した。(a)では変形とともに m 値が低下しているが、そのときの組織を調べると、 α 相の粒径が増大しており、また、 β 相は細粒化する傾向があった。一方、(c)では m 値が変形が進むとともに上昇してゆき、その時、 α 相は一旦細粒化する傾向をもち、 β 相の粒径はほとんど変化しない。(b)では m 値および α 、 β 相の粒径ともほとんど一定である。これらの結果は変形中の m 値が試料の粒径、殊に α 相の粒径と密接に対応して変化することを示している。

各試験片の破断部の極く近傍には例外なく空どうが観察された。また空どうの存在割合は破断伸びと対応しているようであった。全ての破断部に空どうが

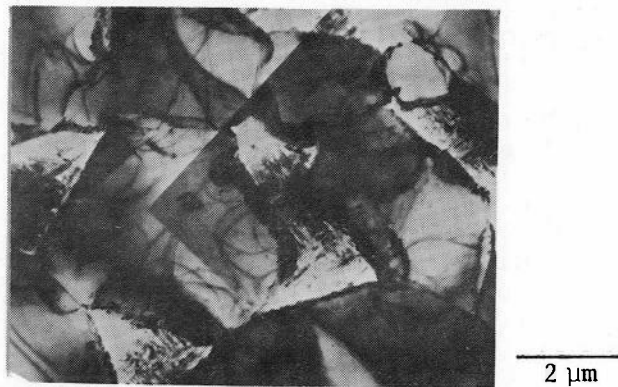


写真4-3 800°Cに保持後放冷したB試料の電顕組織

みられたが、引張途中での組織観察によれば、変形中の空どう形成は本実験の範囲内では全く確認されなかった。従って、本合金の空どうは破断に先だって起こる局部変形が、高歪速度および高歪の変形を強制することによって形成されるものと思われる。

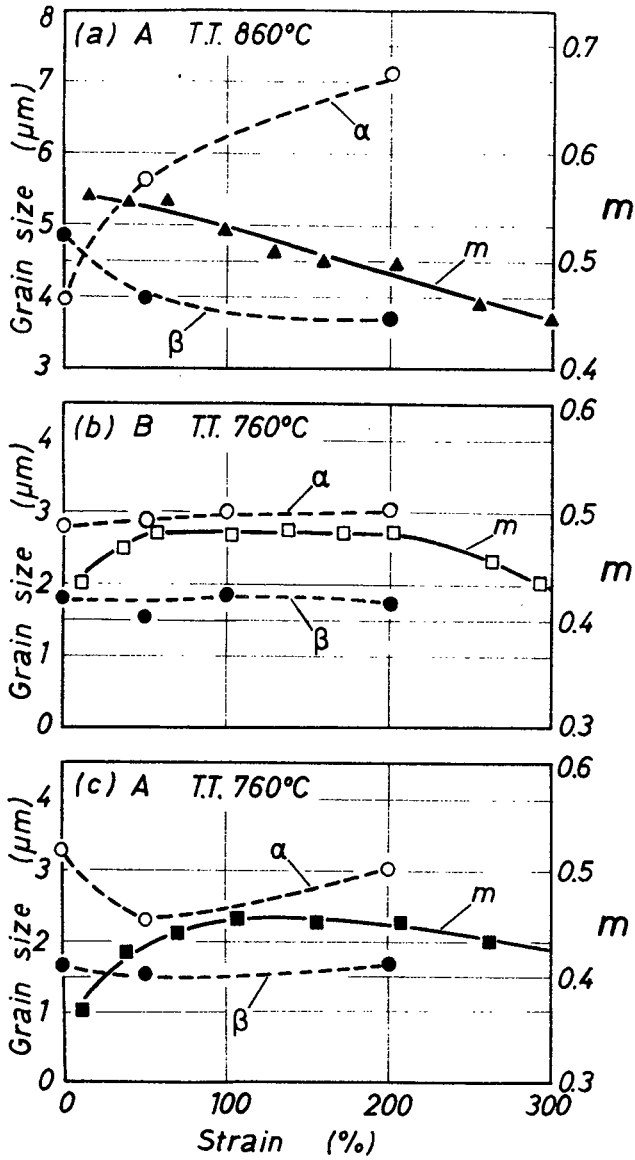


図 4-10 変形中の α および β 相の粒径, および m 値の変化

4.5 結 言

Ti-6%Al-4%V合金を用いて、超塑性変形中の組織および m 値の変化およびそれらの変化の伸びにおよぼす影響を検討した結果はつぎのようにまとめられる。

- 1) 変形の進行に伴って m 値はおよそ三種の型で変化する。それらは変形の進行とともに m 値が低下する型、変形初期に多少 m 値が増加し、ついでほとんど一定の m 値を示す型、およびかなりの変形まで m 値が上昇しそののち低下する型である。
- 2) 変形中に α および β 相の結晶粒径は変化する。このうち α 相の粒径変化が変形中の m 値の変化と対応する。
- 3) 伸びの変形温度依存性は、50%よりは200%歪のとき、すなわち、変形の初期よりは後期に得られる m 値の温度依存性と同じ傾向をもつ。
- 4) 超塑性挙動はある変形および組織条件で単一の m 値で表わすことができず、超塑性挙動を理解するためにはこれらの条件に加えて変形中の組織因子の変化が考慮されねばならない。
- 5) 変形中の各試料に空どうは観察されなかった。ただし、破断試料の破断部の極く近傍には空どうが例外なく観察された。この場合の空どうは破断に伴う局所的な高歪、高歪速度の変形と関連して生成すると考えられる。

参 考 文 献

- 1) J. W. Edington, K. N. Melton and C. P. Culter : Progress in Materials Science, **21** (1976), 61.
- 2) D. Lee and W. A. Backofen : Trans. AIME, **239** (1967), 1034.
- 3) A. Arieli and A. Rosen : Met. Trans. A, **8A** (1977), 1951.
- 4) S. Hori and N. Furushiro : "Proc. 19th Japan Congr. Mater. Research," Soc. Mater. Sci. Jap., (1976), 1.
- 5) 徳田祥一, 河原弘道 : 日本金属学会誌, **35** (1971), 865.

- 6) N.E. Paton and C.H. Hamilton : Met. Trans A, **10A** (1979), 241.
- 7) D.M.R. Taplin and S. Sagat : Mater. Sci. Eng., **9** (1972), 5.
- 8) T. Hirano, M. Yamaguchi and T. Yamane : Met. Trans., **5** (1974),
1249.
- 9) 堀 茂徳, 古城紀雄 : 日本金属学会々報, **14** (1975), 673.
- 10) N. Furushiro and S.Hori : Scripta Met. **12** (1978), 35.
- 11) N. Furushiro and S.Hori : *ibid.*, **13** (1979), 653.

第5章 Ti-8%Mn合金の超塑性変形

5.1 緒言

Ti-8%Mn合金は図5-1に示したTi-Mn系平衡状態図よりわかるように($\alpha + \beta$)型チタン合金で β -トランサスは780°Cである。また、Ms点は室

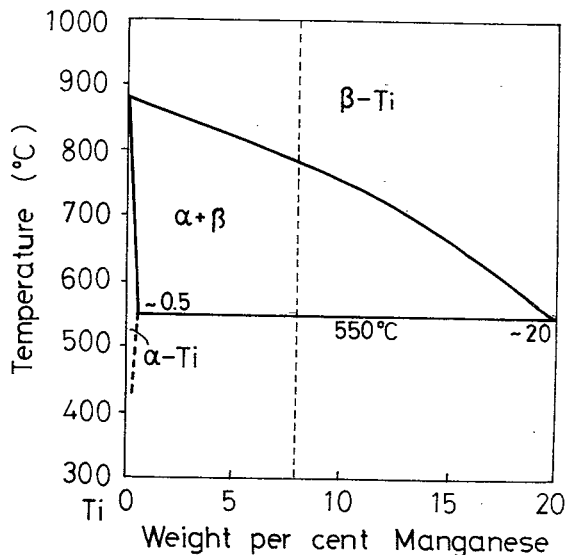


図5-1 Ti-Mn 2元系状態図のTi側部分¹⁾

温以下なので β 相が室温で安定な合金である。²⁾

本合金の超塑性についてのGriffithsとHammond³⁾の報告によると、($\alpha + \beta$)領域のみならず、より高温の β 単相領域においても非常に大きい m 値が得られる。このときの β 単相領域の結晶粒径は100 μm のオーダーであって、第4章までに述べた通常の超塑性の場合に比較して2桁大きく、かつ変形中にその粒内に微細な亜結晶粒網が形成されている。さらに、 m 値が1に近い値を示す時でも伸びは、板状試験片についてではあるが、たかだか140%程度であった。これらの結果は通常の超塑性挙動と大きく異なるところである。¹⁾²⁾

第1章で述べたように本論文で対象としている超塑性は変形応力の歪速度依存性が大きいという特徴をもつ、^{4)~6)}また、この歪速度依存性指数 m 値は、変

形中の組織変化に起因する m 値自身の变化を考慮しなければならないとしても、およそ伸びと対応するパラメーターである。ところが、Ti-8% Mn 合金についての上述の実験結果は、この合金の β 単相域で比較的大きい m 値を与える機構が、通常の超塑性⁷⁾ の場合のそれと異なる可能性のあることを示している。そこで本章では $(\alpha + \beta)$ および β 単相領域での変形応力の解析および変形組織の観察を行って、両域における変形挙動の差異について検討した。

一般に金属の変形応力は次式で表わされる。⁸⁾

$$\sigma = \sigma_i + \sigma_e \quad \dots\dots\dots(5-1)$$

ここで σ_i および σ_e は、それぞれ内部応力および有効応力である。この二つの応力は σ と σ_i を実測することで与えられる。 σ は通常の方法で求め得るので、ここでは、 σ_i の測定が問題となる。金属の変形応力中の σ_i を測定するために種々の方法が考案されてきたが^{9)~11)}、大別して応力緩和試験および応力急変試験 (Stress dip test) による方法が用いられてきた。しかし、当摩ら¹²⁾¹³⁾ により、これらの方法では σ_i を測定するために変形を中断すると中断からの時間とともに σ_i が大きく変化する場合のあることなどが指摘された。そして、高温変形でより正しい σ_i を求める方法として、応力急変試験によって得られた停滞応力 σ_s の変形応力に対する比 σ_s/σ と σ_s をとる時間を求めてプロットし、時間ゼロでの σ_s/σ の外挿値を σ_i/σ とする方法を提案した。図5-2は定常変形の途中で応力を急降下させたときの応力-時間曲線の模式図である。実際には

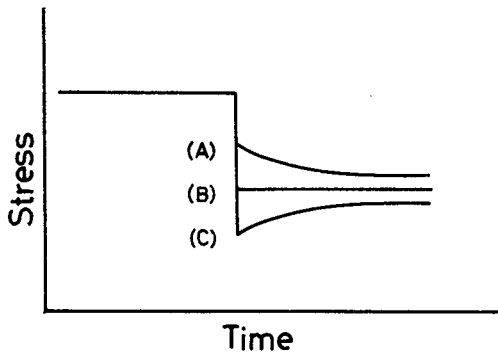


図5-1 応力急変後の応力-時間曲線の典型例(模式図)

当摩らの指摘する如く、図5-2の(B)が σ_i とはならない。図5-3は当摩らの応力急変試験の外捜法の模式図である。これは $\sigma_i/\sigma = 1$ の例である。本章で

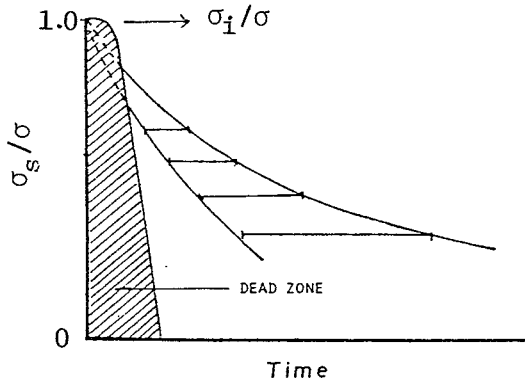


図5-3 応力急変後の応力停滞時間の変化と応力急変前後の応力比との関係。デッドゾーンは応力急変装作に必要な時間帯を示す。

はこの方法を用いて σ_i および σ_e を算定し、おもに各応力の歪速度依存性について調べた。

5.2 実験方法

用いた試料は市販の1mm厚のTi-8%Mn合金板で、化学分析値は7.8%Mn、0.27%Fe、0.104%O、0.019%H、0.0118%Nおよびbal. Tiである。この板は圧延加工されたままのもので、これよりゲージ長さ20mm、幅4mmの引張試験片を圧延方向に平行に切り出した。これを種々の温度で2時間保持し、水冷して $(\alpha + \beta)$ 組織および β 単相組織とし、これらを引張試験に供した。引張試験は第4章で用いた方法と同じ方法で行った。引張温度は580~900℃のいくつかの温度、初期歪速度は $8.3 \times 10^{-5} \sim 8.3 \times 10^{-3} \text{ sec}^{-1}$ に選んだ。

5.3 実験結果

本合金の m 値および伸びの試験温度による変化について調べた結果を図5-4に示す。ここでは試験前の熱処理温度と引張試験温度とを同じくした。また、歪速度は $4.2 \times 10^{-4} \text{ sec}^{-1}$ とし、それぞれの温度で引張ったときの応力-歪曲線において、伸びの値が約50%になったときに歪速度急変法によって m 値を

求めた。図5-2の低温側をみると温度が上昇すると m 値は上昇し、650℃あたりで最大値をとる。引張温度を更に上げると m 値は低くなるが、その後はほとんど変化していない。本合金の β トランススである780℃を越えてもみるべ

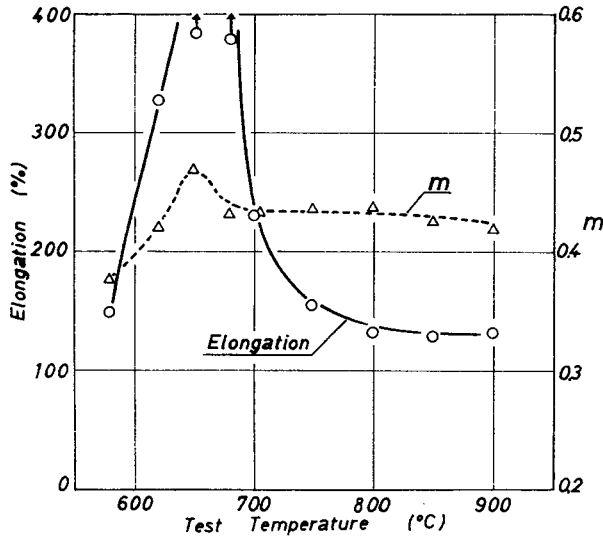


図5-4 Ti-8%Mn合金の伸びおよび m 値の変形温度依存性 ($\dot{\epsilon} \sim 4.2 \times 10^{-4} \text{ sec}^{-1}$)

き変化を示さず m 値は0.4を越えている。一方、伸びをみると600~700℃間で高く、ひとつのピークをとるものと思われる。700℃では伸びは急減しているが、それ以上ではその温度依存性は小さくなる。そして β 単相領域ではおよそ130%程度を保っている。以上より α 相の容積比がある程度以上である二相の温度領域では伸びのピークと m 値のその温度がほぼ一致し、かつ m 値と伸びの値は図1-2の関係¹¹⁾を満していると思われるが、 β 単相の温度域では伸びが図1-2で示した m 値と伸びの関係から予想される値より著しく低いことがわかる。

つぎに σ_i/σ の温度依存性を調べた。結果は図5-5に示されるように、引張温度が上昇すると σ_i/σ は低下し、いったん最小値をとって増加した。一方、高温では温度の上昇とともに σ_i/σ はやゝ減少するようである。 σ_i/σ の温度

による変化をみると α の容積比が減少して、 β 単一相に近い温度付近で不連続となった。

そこで、 $(\alpha + \beta)$ および β 単相領域の温度である 600 および 800 °C を選び、700 および 800 °C でそれぞれ熱処理した試料について歪速度をいくつかに変化させて引張り、それぞれの引張条件のもとでの σ および σ_i / σ を求めて、これ

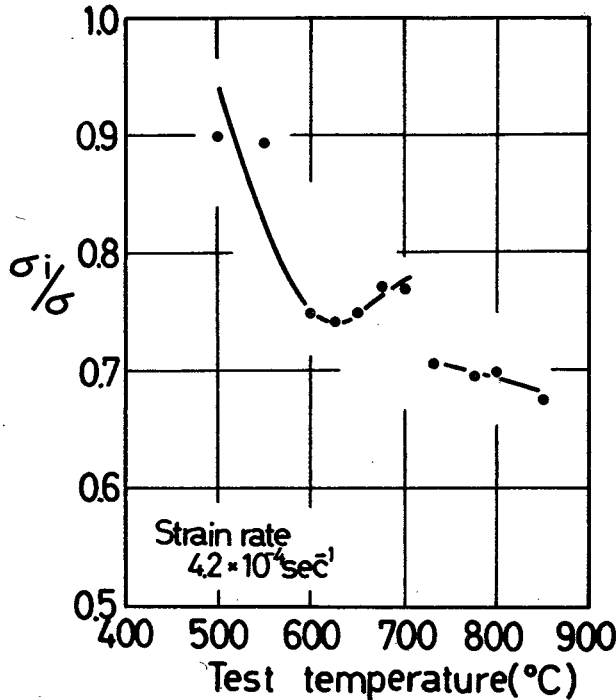


図 5-5 Ti-8%Mn合金の σ_i / σ の変形温度依存性 ($\dot{\epsilon} \sim 4.2 \times 10^{-4} \text{ sec}^{-1}$, $\epsilon \geq 50\%$)

から σ , σ_i および σ_e を求めた。歪速度と両対数プロットした結果を図 5-6 に示す。この図中における各曲線の勾配は定義より m 値を表わす。すなわち、(1-1)式とともに次式のように表わすことができる。図でみると 600 およ

$$\sigma = K \epsilon^m \quad \dots\dots\dots (5-1)$$

$$\sigma_i = K' \dot{\epsilon}^{m(\sigma_i)} \quad \dots\dots\dots (5-2)$$

$$\sigma_e = K'' \dot{\epsilon}^{m(\sigma_e)} \quad \dots\dots\dots (5-3)$$

び 800 °C のいずれの温度でも σ_e の歪速度依存性指数 $m(\sigma_e)$ が σ_i のそれ $m(\sigma_i)$ より大きいことがわかり、なかでも 600 °C で $m(\sigma_e)$ は歪速度 (2~8)

$\times 10^{-4} \text{ sec}^{-1}$ の間でほとんど 1 に近い値をとっている。

つぎに、 σ_i/σ と m 値との関係を調べるために、種々の温度で熱処理した試

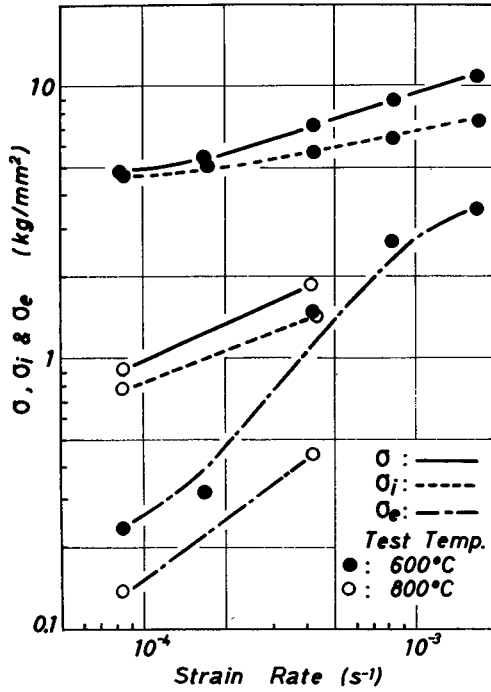


図 5-6. Ti-8% Mn 合金の σ , σ_i および σ_e の歪速度依存性

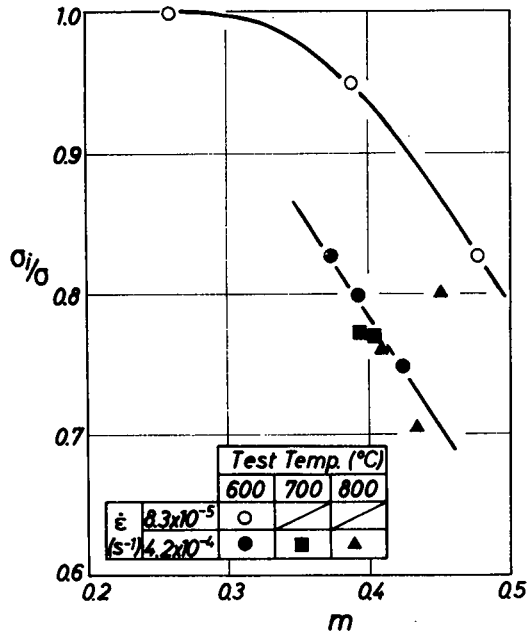


図 5-7. Ti-8% Mn 合金を種々の条件で変形したときの σ_i/σ と m 値の関係

料を、600，700および800℃で引張試験した。結果は図5-7に示されるように σ_i/σ は歪速度に大きく依存している。いま、歪速度を固定して600および700℃の結果についてみると、 σ_i/σ は m 値と負の相関をもつことがわかる。ところが、800℃での σ_i/σ には実験範囲内で明確な m 値との対応関係はみられなかった。

5.4 考 察

写真5-1は、図5-2の620℃での試験前および破断後の光顕組織である。これより320%の変形の前後で α 粒の粗大化および引張方向への伸びはほとんどみられないことがわかる。また、前述したように、 $(\alpha + \beta)$ 二相温度域での伸びと m 値には通常の超塑性と同様な対応性があった。これらより、図5-4でみられた $(\alpha + \beta)$ 二相領域の温度での大きな伸びは、超塑性によると考えられる。変形温度が二相域である場合の m 値は、図5-7に示したように σ_i/σ と負の相関をもつことがわかった。この負の相関は(5-1)式を用いて

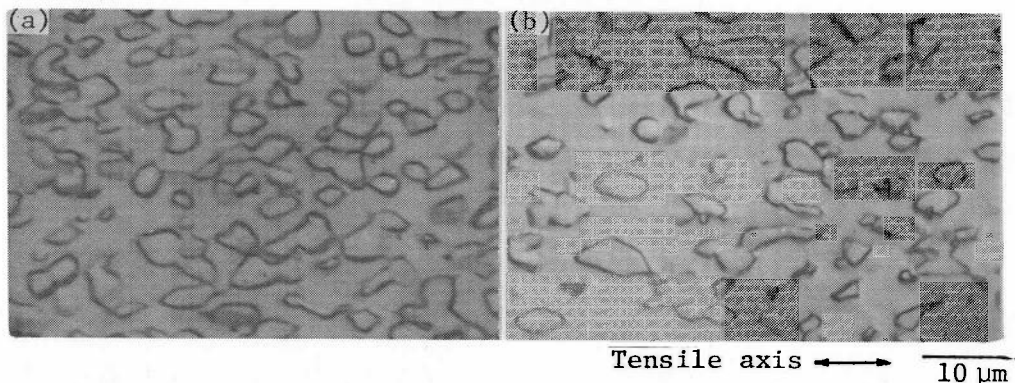


写真5-1 620℃で熱処理したTi-8% Mn合金の(a)試験前および(b)620℃, $\dot{\epsilon} \sim 4.2 \times 10^{-4} \text{ sec}^{-1}$ の引張試験での破断試料(約320%伸び)の光顕組織

見方を変えれば、 m 値と σ_e/σ の正の相関である。図5-6より σ_e 自体の歪速度依存性の大きいことを示したが、このことと m 値と σ_e/σ に正の相関のあることは矛盾のない結果である。すなわち、二相温度域にみられる大きな m 値は $m(\sigma_e)$ の大きいことに起因していると考えられる。ここで示した超塑性条

件下での σ_e/σ と m 値の詳細な検討は第 6 章および第 7 章でなされる。

一方、 β 単相となる 800 °C における大きい m 値もまた図 5 - 6 よりわかるように $m(\sigma_e)$ が大きいことと対応している。ただし、この場合の破断試料には写真 5 - 2 (b) にみられるように、多くの亜結晶粒界が形成されている。写真 5

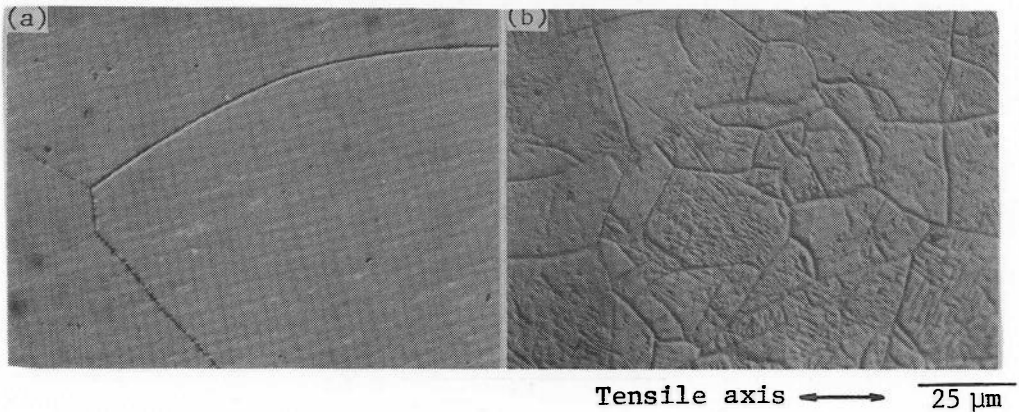


写真 5 - 2 800 °C で熱処理した Ti - 8 % Mn 合金の (a) 試験前および (b) 800 °C, $\dot{\epsilon} \sim 4.2 \times 10^{-4} \text{ sec}^{-1}$ の変形条件で破断(約 130 % 伸び)した試料の光顕組織

— 2 (b) の場合、平均亜結晶粒径は約 20 μm と算定される。変形の途中で引張りを中断し、急冷した試料について組織観察したところ、この亜結晶粒界は 10 % 歪の試料にすでにできており、変形の進行とともに明確に観察されるようになり、かつ亜結晶粒径が歪とともに小さくなる傾向であった。

第 2 章で述べたように超塑性は変形に対して安定な 1 μm のオーダーの微細粒組織の試料にみられ、超塑性歪をもたらすおもな機構は粒界すべりと考えられる。 β 単相温度域では、組織は変形中に大きく変化した。また、亜結晶粒径が 20 μm と比較的大きいことと、亜結晶粒界の方位差が小さいため、亜結晶粒界が粒界すべりを連続的に起こしてゆくとは考え難い。従って、 β 単相域では二相温度域とは異なる機構で比較的大きい m 値を示すと考えられる。

変形試料での亜結晶粒界の形成は、変形中に導入された転位のふるまいと強く関係する¹⁵⁾。しかも変形の進行とともに亜結晶粒界のミスフィットが増加しているので、変形中にできた亜結晶粒界への消滅が頻繁に起こっていると考

られる。転位の粒界への移動は転位の上昇の繰返しでおこる。これらより、 β 単相温度域での変形は転位の導入と消滅の平衡した状態が進み、かつ消滅過程が拡散律速過程であるため、比較的大きい m 値をとるものと考えられる。

一定歪速度および一定応力のもとでの変形のみかけの活性化エネルギーを $Q_{\dot{\epsilon}}$ および Q_{σ} とすると、

$$\sigma = \text{const.} \cdot \dot{\epsilon}^m \exp(Q_{\dot{\epsilon}}/RT) \quad \dots\dots\dots(5-4)$$

$$\dot{\epsilon} = \text{const.} \cdot \sigma^n \exp(-Q_{\sigma}/RT) \quad \dots\dots\dots(5-5)$$

とかける。ここで $n = 1/m$ ， R は気体定数である。(5-5)式を変形して次式が得られ、これと(5-4)式で

$$\sigma = \text{const.} \cdot \dot{\epsilon}^m \exp(mQ_{\sigma}/RT) \quad \dots\dots\dots(5-6)$$

$$Q_{\sigma} = Q_{\dot{\epsilon}}/m \quad \dots\dots\dots(5-7)$$

(5-7)式が得られる。本実験では図5-8のように $\sigma-1/T$ プロットして $Q_{\dot{\epsilon}}$ を求め、これと m 値を(5-7)式に代入して Q_{σ} を求めた。その結果、

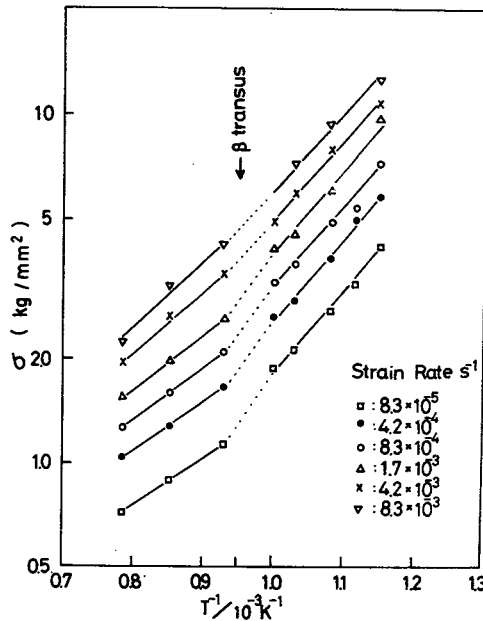


図5-8 Ti-8% Mn合金の変形応力の温度依存性

2相領域および β 単相域でそれぞれ30,600および17,400 cal/molが得られた。これより、2つの温度領域の Q_σ が異なり、変形の律速過程が β トランスの上下の温度域で異なっていることがわかる。また、2相領域温度での Q_σ はB相の自己拡散の活性化エネルギーの値30,000 cal/mol¹⁶⁾に近く、 β 単相域の Q_σ はその約1/2である。このことは β 単相域の変形が β 相の粒界拡散に律速されている可能性を含んでいる。

本章の結果においてつぎに問題となるのは、 m 値が大きいにもかかわらず伸びが比較的小さい場合のある点である。 m 値は本来局部変形と関連した力学的因子である。従って、 m 値に対する伸びの値が小さいという結果は、相応する大きい伸びが得られる場合と局部変形の進行形態が異なることと対応している可能性がある。この可能性を確かめるために、引張試験の途中で試験片形状が変化していることを調べて、各段階で最も変形が進行している部分の断面積 A_{min} を、試験片の体積一定の仮定から計算されたそれぞれの引張段階における断面積 A_{cal} と比較した。各変形段階での A_{min}/A_{cal} を種々の熱処理と変形温度について求めて図示すると図5-9のようになる。△印でわかるように二相領域の

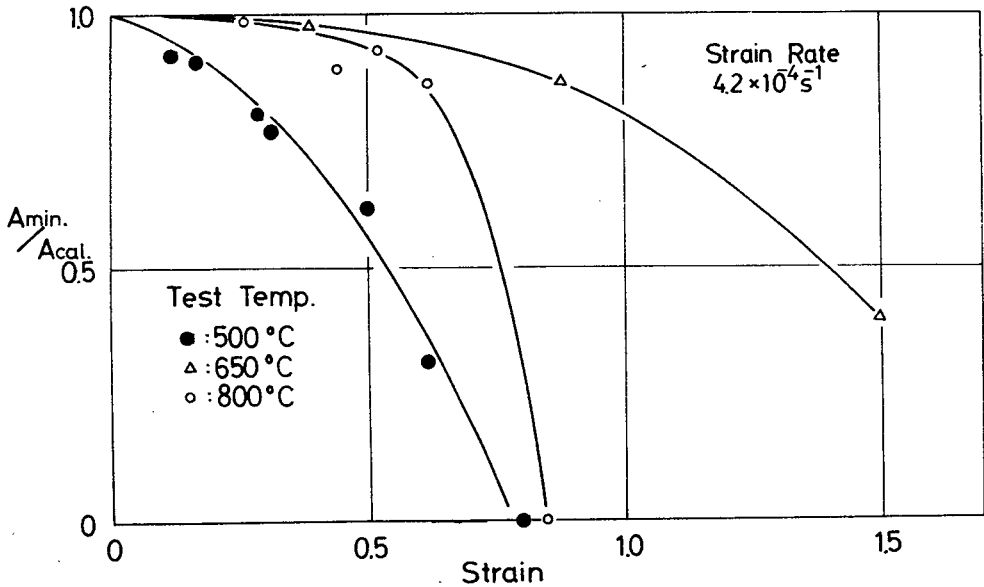


図5-9 種々の条件で変形したTi-8Mn合金の変形に伴う A_{min}/A_{cal} の変化

温度で顕著な超塑性を示す引張条件でも変形が進行すると A_{min} / A_{cal} は徐々に減少する。○と●印は破断伸びがほぼ同じな場合で、変形温度が、それぞれ、800 および 500 °C の結果である。500 °C では変形のかなり初期から徐々に A_{min} / A_{cal} の減少がみられる。これに対し、800 °C のように単相領域温度では $\epsilon = 0.6$ 程度までは比較的均一に変形するが、それを越すと急激に A_{min} / A_{cal} が減少している。すなわち、単相域温度では最初比較的均一な変形が進行するが、ある歪量に達すると急激に局部変形がおこって破断に到ると考えられる。 β 単相域温度での変形が前述のように転位の上昇運動がほぼ律速する過程であるとすると、歪量が大きくなって転位の上昇による消滅が困難となることが局部変形の顕著な促進と関連していると思われる。

5.5 結 言

単相領域でも大きい m 値が得られることについて検討するため、Ti-8%Mn 合金を用いて、その高温変形挙動を調べた結果はつぎのようにまとめられる。

- 1) ($\alpha + \beta$) 二相領域の温度で変形すると大きな伸びが得られた。ここで引張温度の変化により伸びの値と m 値は対応して変化した。組織観察によってもこの変形は微細結晶粒超塑性によると認められた。
- 2) β 単相となる温度で引張ったときの m 値は 0.4 程度であって、粗粒試料で得られる値としては高い。これに対して、伸びは約 130 % であった。
- 3) 変形応力 σ を内部応力 σ_i と有効応力 σ_e の和であるとして、各引張温度での変形応力を解析した結果、 σ_e は σ_i より大きい歪速度依存性をもつことがわかった。二相温度領域では σ_i / σ は m 値と負の相関をもつ。 β 単相の温度域では σ_i / σ は m 値と明確な相関はみられなかった。
- 4) β が単相をとる温度域で引張りの局部変形が進行するときの試験片形状の変化を調べた結果、変形初期からゲージ部の全体にわたり比較的均一な変形が進み、その後急激に局部変形が進行する。

参 考 文 献

- 1) M. Hansen and A. Anderko: "Constitution of Binary Alloys"
2nd ed., McGraw Hill Book Co., New York, (1958)
- 2) 西村 孝, 谷口三男, 津森芳勝: R & D, **21**(1972), 71.
- 3) P. Griffiths and C. Hammond: Acta Met., **20**(1972), 935.
- 4) R.H. Johnson: Met. Rev., **15**(1970), 115.
- 5) R.L. Bell and T.G. Langdon: "Interfaces Conference", Ed.
by R.C. Gifkins, Butterworths, **115**(1969).
- 6) J.W. Edington, K.N. Melton and C.P. Culter: Progress in
Materials Science, **21**(1976), 61.
- 7) 堀 茂徳, 古城紀雄: 日本金属学会々報, **14**(1975), 673.
- 8) S. Takeuchi and A.S. Argon: J. Mater. Sci., **11**(1976), 1542.
- 9) G.B. Gibbs: Phil. Mag., **13**(1966), 317.
- 10) A.A. Solomon: Rev. Sci. Instr., **40**(1959), 1025.
- 11) C.N. Ahlquist and W.D. Nix: Scripta. Met., **3**(1969), 679.
- 12) 当摩 建, 吉永日出男, 諸住正太郎: 日本金属学会誌, **38**(1974), 170.
- 13) 当摩 建, 吉永日出男, 諸住正太郎: 日本金属学会誌, **39**(1975), 621.
- 14) D.A. Woodford: Trans. ASM., **62**(1969), 291.
- 15) 新版転位論, 日本金属学会編, 丸善, 東京(1971).
- 16) L.A. Gilifalco: "Atomic Migration in Crystals"
北田正弘訳 共立全書 558, 共立出版, 東京, (1980), 164.

第6章 超塑性変形応力

6.1 緒 言

超塑性変形と転位クリープ変形との基本的な相違は、変形応力の歪速度感受性の大小にあると考えられる。^{1)~3)} すでにいくつかの章で述べたように、超塑性変形応力の歪速度依存性は非常に大きい。従って、超塑性変形の詳細を明らかにするためには、変形応力を解析し、変形応力のどの部分が顕著に大きい歪速度依存性に貢献しているかを明確にすることも、是非必要である。第5章でTi-8%Mn合金の超塑性変形応力を解析した結果、実験範囲内で有効応力 σ_e ⁴⁾が変形応力の歪速度に対する敏感さを担っていることが示唆された。そこで本章では、第2章で用いたAl-Cu合金のいくつかを対象として、より広範囲な条件下でこれらの超塑性変形応力を解析し、おもに σ_i/σ と m 値の普遍的な関係の確立について検討し、さらにその結果を用いて超塑性変形機構について若干の検討を行った。

6.2 実験方法

用いたAl-Cu合金を表6-1に示した。40mm ϕ の各合金鋳塊を10mm ϕ 丸棒に熱間押出しし、これを図2-1(b)に示す形状の引張試験片に機械加工し

表6-1 用いたAl-Cu合金の化学組成

Specimen	B	C	D
Cu	13.02	25.83	33.18
Al	bal.	bal.	bal.

た。ついで各試料とも地質および θ 相の平均粒径が約6 μ mとなるように535 $^{\circ}$ Cで種々の時間保持し水冷した。引張試験はインストロン型引張試験機を用い、 $5 \times 10^{-5} \sim 5 \times 10^{-3} \text{ sec}^{-1}$ の初期歪速度、250 \sim 520 $^{\circ}$ Cのいくつかの温度

の大気中で行った。内部応力 σ_i 、および有効応力 σ_e は第5章と同様に、当摩らの方法⁵⁾によって σ_i/σ を求め、これと σ および(5-1)式とより算出した。

6.3 実験結果

本研究で用いた外挿法による内部応力の測定方法は、当摩らも指摘しているように、外挿法に由来する不確かさが含まれるが、従来の単なる応力急変法のように内部応力を過小評価することはない。⁶⁾ 図6-1に試料Dについて520°C、 $\dot{\epsilon} \sim 5 \times 10^{-4} \text{ sec}^{-1}$ の変形条件での σ_i/σ を測定した例を示す。

図6-2に試料Dについての歪量と σ_i/σ の関係を示す。これより変形が進

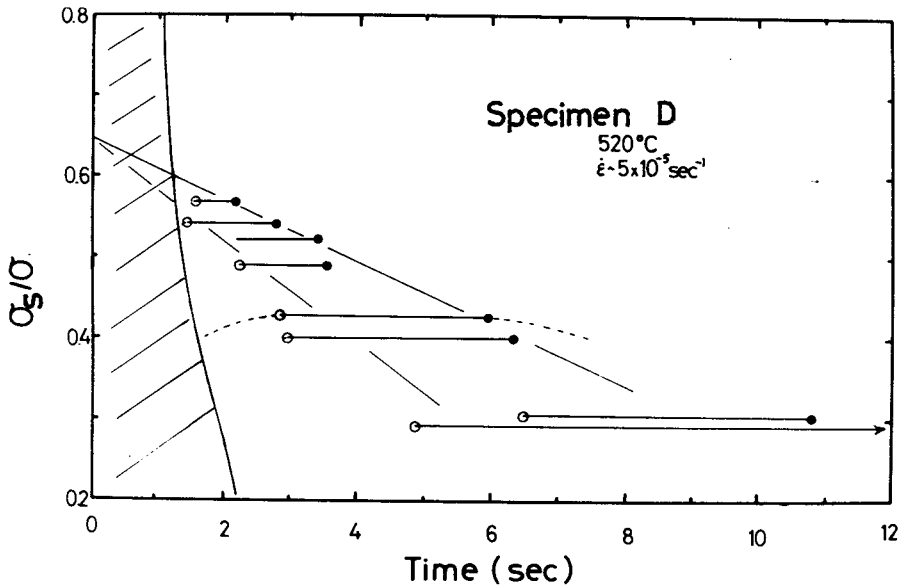


図6-1 外挿法による σ_i/σ 決定例。斜線領域は、応力急変装作に必要な時間。一組の○印と●印はある応力急変ののちある応力 σ_s での変形停滞の開始および終了時間をそれぞれ示す。○印および●印を結んで外挿し、 $t = 0$ との切片の値を σ_i/σ とする。

行しても σ_i/σ はほぼ一定であることが知られる。 σ_i/σ に歪量依存性のないことが知られたが、各応力の絶対値は第2章および第4章で示したように、変形中の組織変化に影響される⁷⁾と考えられるので、以下の実験では50%歪までに σ_i/σ の測定を完了させた。

図6-3は520°Cにおいて、 $\dot{\epsilon} \sim 5 \times 10^{-5}$ 、 5×10^{-4} および 5×10^{-3}

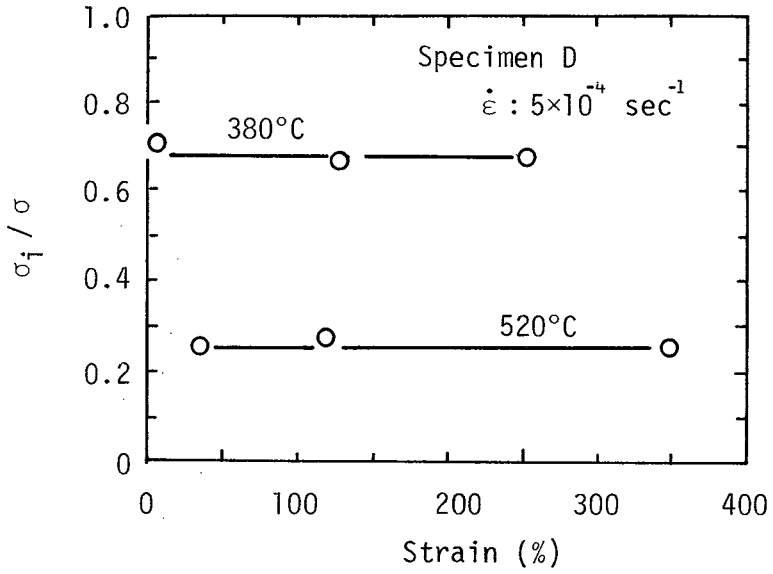


図6-2 380および520°Cで変形した試料Dの σ_1/σ の歪量依存性

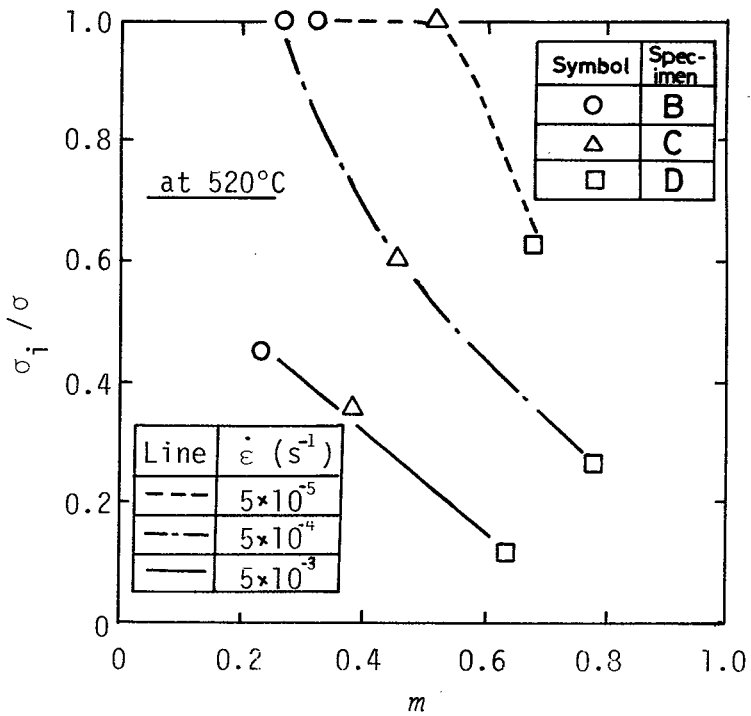


図6-3 520°Cで種々の歪速度で変形した試料Dの σ_1/σ と m 値との関係

sec^{-1} で変形した各資料と m 値との関係を示す。それぞれの歪速度ともに m 値の大なるほど σ_i/σ が小さいといえる。また、歪速度が小さいほど各試料の σ_i/σ が大きくなっている。ここで一般に m 値は歪速度に対してピークをもって変化するので、異なる歪速度での m 値と σ_i/σ とは一義的な関係で示され得ないであろう。ただし、上述のように図 6-3 の結果を同一歪速度でみると、 m 値と σ_i/σ とは負の相関をもつといえる。

歪速度を $5 \times 10^{-4} \text{ sec}^{-1}$ に固定し、380, 440 および 520°C での m 値と σ_i/σ の関係は図 6-4 に表わされる。なお、試料 D については 250, 330 およ

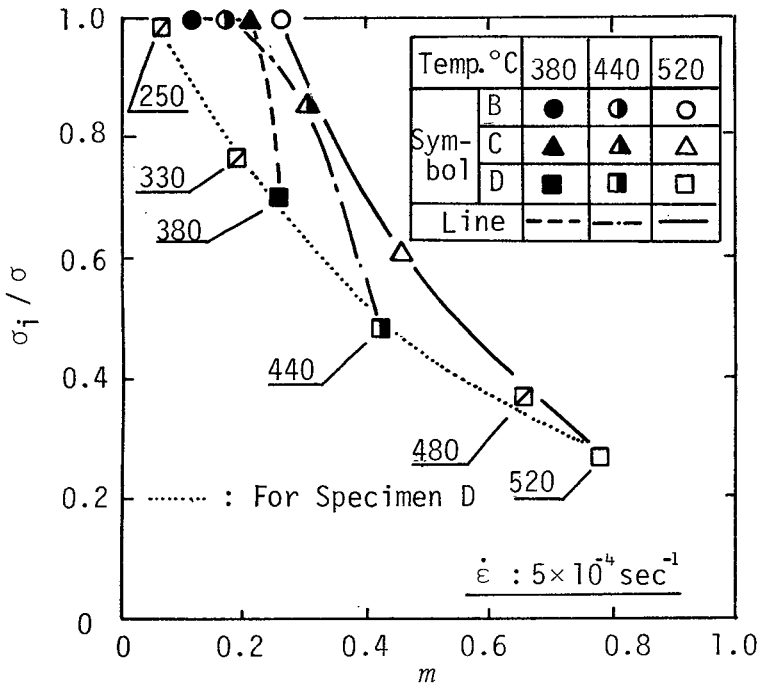


図 6-4 種々の温度で変形した各試料の σ_i/σ と m 値との関係。試料 D (点線) についての数字は温度を表わす。

び 480°C でも測定した。これより、図 6-3 と同様に、各温度および試料について、 m 値が大なるほど σ_i/σ が小さいことが明らかである。

6.4 考 察

図 6-2 で歪量が増加しても σ_i/σ はほぼ一定であることが示された。このような結果は A.E. Geckinli ら⁸⁾ による Sn - Pb 合金についての報告にも

みられる。これらより実験範囲内で、ある定常な変形機構が働いていることが示唆される。また、この結果は第2章で述べた変形中の転位組織と同様の歪依存性であると思われ興味深い。詳細は第7章で検討される。

つぎに、 σ, σ_i および σ_e の歪速度依存性について検討した。試料Dについて得られた $\sigma, \sigma_i/\sigma$ より σ_i, σ_e を算出⁹⁾して表6-1に示した。これより超塑性における高い m 値は σ_e の歪速度感受性に負うところが大きいことがわかり、これは第5章での示唆を支持する。一方、 σ_i の m 値はおおよそ0.2程度で、温度が変化しても大きく変らない。

	Stress (kg/mm ²)				m	
	$\dot{\epsilon} : 5 \times 10^5 \text{ sec}^{-1}$		$\dot{\epsilon} : 5 \times 10^{-3} \text{ sec}^{-1}$		380°C	520°C
	380°C	520°C	380°C	520°C		
σ	1.12	0.06	5.93	1.31	0.36	0.67
σ_i	0.90	0.04	2.37	0.13	0.21	0.26
σ_e	0.22	0.02	3.56	1.18	0.60	0.87

表6-1 380および520°Cで変形した試料Dの $\sigma, \sigma_i, \sigma_e$ および m 値

ところで転位クリープにおける変形速度の応力依存性指数 n は次式のように表わされる。

$$\dot{\epsilon} = K' \sigma^n \quad \dots\dots\dots (6-1)$$

この n は定常クリープ状態で3~5の値をとると報告されている。¹⁰⁾ σ_i/σ を測定した変形での応力-歪曲線が、変形初期に加工硬化を示したのちほぼ一定の応力を示すことから、超塑性変形を一種の定常クリープ変形と考えることができる。従って(6-1)式の n の逆数と m とは同じ意味をもつといえる。 $1/n$ は0.25~0.33で、 σ_i の m 値とおおよそ等しい。

転位クリープにおける内部応力の研究によると、低応力 $(\sigma_i/\sigma)_{\text{creep}}$ は1.0となる低い値である。従って、超塑性に転位による変形機構があるとすれば、転位同志の相互作用によって生ずる内部応力が変形応力の全てを占めることに

なろう。

これらの検討の結果より、超塑性変形においても転位クリープ変形と同様な転位による変形機構が基本的に存在していて、これによる変形応力は超塑性変形における内部応力にほぼ等しく、 m 値は転位クリープの m 値($=1/n$)と同程度であること。また、 m 値のより大きい場合は、 σ_e なるより歪速度に敏感な応力を与える機構が同時に働いていることが考えられる。

ところで、第7章で詳述するように、試料Dの超塑性歪 ϵ_t に占める粒界すべりによる歪 ϵ_{gbs} の割合は、 m 値の増すとともに増加し、 $m = 0.7$ で $\epsilon_{gbs}/\epsilon_t$ は約0.7となった。一方、図6-3および図6-4に示されたように、 σ_e/σ も m 値とともに増加することになる。これらから σ_e が粒界すべり現象と強く関係しているように思われる。ただし、 σ_e が粒界すべり機構のみに起因するのか、または、粒界すべりが連続して起こるための調整機構によるのかについては明らかではないが、いずれも拡散律速の過程であると考えられる¹³⁾ので、高い歪速度依存性が期待される。

6.5 結 言

三種のAl-Cu合金を用い、広範囲な条件下での超塑性変形応力を解析した結果、つぎのような結論が得られた。

- 1) 超塑性変形中、変形応力 σ に占める内部応力 σ_i の割合 σ_i/σ はほぼ一定値を保った。
- 2) 同一歪速度で比較すると、 σ_i/σ は合金成分によらず m 値と負の相関をもつことがわかった。この関係は同一試料で変形温度を変化した場合および異なる試料を同一変形温度で変形した場合でも見出された。
- 3) 有効応力 σ_e は大きな歪速度依存性をもち、本合金においてもTi-8%Mn合金の場合と同様に σ_e が超塑性変形応力の高い歪速度依存性に貢献していることがわかった。 σ_e をもたらす機構は粒界すべりと関連する可能性がある。
- 4) σ_i の歪速度依存性指数は約0.2程度と小さい。この値は転位クリープの歪速度の応力依存性の逆数として得られる値の範囲内にあった。 σ_i が変形中の

転位組織によって生ずると考えることによって σ_i の歪速度および歪量依存性が矛盾なく説明できた。

参 考 文 献

- 1) R.H.Johnson: Met.Review **146**(1970), 115.
- 2) G.J.Davies, J.W.Edington, C.P.Culter and K.A.Padmannabham: J.Mater. Sci., **5**(1970), 1091.
- 3) 堀 茂徳, 古城紀雄: 日本金属学会会報, **14**(1975), 673.
- 4) J.C.M.Li: "Dislocation Dynamics", Ed.by A.R.Rosenfield et al, Mc Graw-Hill, 87(1968).
- 5) 当摩 建, 吉永日出男, 諸住正太郎: 日本金属学会誌, **38**(1974), 170.
- 6) 当摩 建, 吉永日出男, 諸住正太郎: 日本金属学会誌, **39**(1975), 621.
- 7) S.Hori and N.Furushiro: "Proc. 19th Jap. Congr. Mater. Research", Soc. Mater. Sci. Jap., (1976), 1.
- 8) A.E.Geckinli and C.R.Barrett: Scripta Met., **8**(1974), 115.
- 9) D.L.Holt and W.A.Backofen: Trans. ASM, **59**(1966), 755.
- 10) S.Takeuchi and A.S.Argon: J.Mater. Sci., **11**(1976), 1542.
- 11) C.N.Ahlquist and W.D.Nix: Acta Metall., **19**(1971), 373.
- 12) 長谷川正, 及川 洪: 日本金属学会会報, **11**(1972), 192.
- 13) R.Raj and M.F.Ashby: Met. Trans., **2**(1971), 1113.

第7章 超塑性変形における粒内変形および粒界すべり

7.1 緒 言

超塑性変形機構についてはすでに数多くの研究があり、いくつかのモデルが提案されている。^{1)~6)}しかし、いずれのモデルも個々の実験の一面を説明することはできても普遍性を欠くとか実験的証拠がないなどという問題点を残しており、定説を得るに至っていない。超塑性変形が結晶粒界で進行していることについては、すでに1934年Pearson⁷⁾によって指摘されるところであり、現在のおもなモデルも粒界すべりを基本的機構とし、かつ、これが連続的に進行してゆく機構を考慮している。AshbyとVerrall¹⁾は「拡散を伴う粒界すべり」モデルを提案した。これはLee²⁾によるSwitchingモデルの中間段階で結晶粒が体拡散および粒界拡散により一時的に形状変化することを骨子としたモデルである。しかし、このモデルにおける第Ⅲ領域は図1-3(b)で示した第Ⅲ領域とは対応せず、また、大きい伸びや結晶粒の回転との関連についても明らかでない。一方、「転位の動きを伴う粒界すべり」モデルはBallとHutchison³⁾により提案され、Mukherjee⁴⁾やHaydenら⁵⁾も同様の考え方による状態方程式を提案している。これらによると歪速度は粒界に集積した転位の上昇運動によって律速される、また、Gifkins⁶⁾は結晶粒界に近い領域を考え、転位の運動をこの領域に限定してモデル化した。これらの転位の動きを伴う粒界すべりについては実験的証拠を得ることが困難である。

以上のように、現在までのおもなモデルは個々に問題点を有している。更にこれらのモデルは粒界すべり機構を基礎としているにもかかわらず、これらにはこの機構についての応力の歪速度依存性についての検討がみられない。すでに前章までで指摘したように、超塑性の基本的特徴は変形応力の歪速度依存性が通常の高温変形の場合に比較して著しく高いこと、およびこの状態が変形の進行中に大きく変化せず、結果として大きい伸びが示されることの二点である。従って、超塑性変形機構を明確にしてゆくためには、まず、大きな伸びを与える機構が何かを調べ、かつ、その機構が変形がかなり進行した段階においても

支配的機構となっていることを実証することが必要であり、ついで、大きな伸びに貢献する機構そのものまたはそれに付随する過程のいずれかについて応力の歪速度依存性の大きいことを実証することが不可欠である。

上述したように超塑性に関するこれまでの研究により、異常に大きい変形の大部分は粒界すべりによって与えられることが知られている。⁸⁾⁹⁾ また粒界すべりによる歪 ε_{gbs} の全歪 ε_t に対する割合 γ ($\gamma = \varepsilon_{\text{gbs}}/\varepsilon_t$) は m 値と正の相関をもつことがいくつかの合金について報告されている。^{8)~10)} しかし、超塑性変形機構を考える上で更に必要と思われる粒内変形による歪 ε_g の全歪に対する割合 δ ($\delta = \varepsilon_g/\varepsilon_t$)、および δ と γ との関係については全く調べられていない。また、粒界すべり量を表面観察により算定する際の実験的制約から、充分超塑性とみなし得る大きな変形量に達してもなお粒界すべりが支配的な変形機構である実験的証拠はまだ示されていない。また、第6章での結果とも関連する粒界すべり応力の歪速度依存性についての知見は全く与えられていない。

本章は以上の立場からなされた実験および結果の検討について述べたもので、本章の目的は、(I)粒界すべり量および粒内変形量を同一試験片で測定して両者の関係およびこれらと m 値との関係を調べ、かつ(II)予歪を与えた後に表面観察用の条痕を施して更に変形した試験片を用いて、高歪段階での超塑性変形の様相を明らかにすること。(III)超塑性変形条件および超塑性を示さない条件下で試料表面にみられる粒界すべりを動的に観察して、超塑性変形における粒界すべり応力の歪速度依存性を直接測定すること、および(IV)、(I)、(II)および(III)の実験結果を基礎にして、より普遍的な超塑性変形機構について検討することの4点である。

7.2 実験方法

7.1 で述べた目的により実験は次の3項目に大別される。

実験 I : γ と δ の相互関係およびこれらと m 値の関係を求める実験。

実験 II : 高歪段階での γ を求める実験。

実験Ⅲ：粒界すべり応力の歪速度感受性を求める実験。

7.2.1 試料作製および引張試験

実験Ⅰ：まず、第2章で用いたAl-Cu合金のうち、表7-1の組成の試料DおよびEを選び、第2章と同様に引張試験片を作製した。これらの丸棒試験

表7-1 実験Ⅰで用いたAl-Cu合金の化学組成

Specimen	D	E
Cu	33.18	38.64
Al	bal.	bal.

片が両側に巾約2mmの平面をもつように研磨したあと第2章で行ったと同様に熱処理した。これらを電解研磨後、太さが約0.5 μm の条痕を付与した。条痕は清浄で鋭利な刃を用いて、試験片平面部のほぼ中央部に引張方向に平行に付与した。ここで条痕を含む領域の顕微鏡写真(写真Aとする)を撮影してから所定の引張試験に供した。引張試験は $\dot{\epsilon} \sim 10^{-4} \text{sec}^{-1}$ で380,500および520 $^{\circ}\text{C}$ の温度の大気中で、 $\epsilon_t \sim 30\%$ となるように行った。試験後、写真Aと同じ条痕の場所を撮影して写真Bとし、これらの写真を γ の計測に用いた。

他方、Pb-Sn共晶合金については以下のように行った。すなわち、99.99%のPbおよびSnを共晶組成(38.1%Pb)となるように配合し、黒鉛ルツボを用いて高周波真空溶解し、鉄鑄型に鑄込んだ。得られた鑄塊を室温で鍛造して10mm厚とし、165 $^{\circ}\text{C}$ で1時間保持ののち室温で圧延して1mm厚の板とした。これより平行部の幅4mm、長さ20mmの引張試験片を切り出した。

γ および δ を同一試験片で測定するに際しては、試験片の結晶粒径が後述する格子状条痕の一区画が含まれ得るほど大きく、かつ、比較的低温でより顕著な超塑性を示し得るほど小さいという二つの条件を満足するように、試験片は165 $^{\circ}\text{C}$ で240h加熱された。この熱処理後のSnおよびPbに富む相の平均粒径はそれぞれ12.4および10.0 μm であった。ついで $\text{HClO}_4 + \text{CH}_3\text{COOH}$ (1:

3) 液を用い、5℃、電圧30Vで7~8秒電解研磨してから、(a)のAl-Cu合金の場合と同様な方向で条痕を付与した。ただし、条痕は試験片平行部のほぼ中央に約5μm間隔の格子状に、また、これの近傍に引張方向に平行に数本付与された。前者の条痕は δ 、後者は γ を測定するために用いた。これらの条痕を付与したのち室温において $8.3 \times 10^{-5} \text{ sec}^{-1}$ の歪速度で約1%の予歪を与えた。これにより各試料表面の粒界が明瞭に現出し、殊に粒内変形量を定量化するための初期状態を明確に規定できた。なお、この予歪付与はその後の変形特性に影響しなかった。ここで各条痕を含む領域を顕微鏡撮影(写真A)してから所定の引張試験に供した。引張試験は80℃の温水中で $8.3 \times 10^{-5} \sim 8.3 \times 10^{-3} \text{ sec}^{-1}$ のいくつかの歪速度および93℃の温水中で $8.3 \times 10^{-5} \text{ sec}^{-1}$ の歪速度の各条件で $\epsilon_t \sim 30\%$ になるように行った。試験後、写真Bを同様に撮影して、これらを γ および δ の計測に使用した。

実験Ⅱ：Pb-Sn共晶合金を用い、引張試験片に成形するまでの手順は実験Ⅰと同様である。成形後の最終熱処理を変えて、平均粒径が4.4, 5.2および7.2μmと異なるようにした。ここではまず、室温で $\dot{\epsilon} \sim 8.3 \times 10^{-5}$ または $1.7 \times 10^{-3} \text{ sec}^{-1}$ の変形条件で、0~500%までの所定の歪量までそれぞれ変形し、ついで除荷し電解研磨のち引張方向に平行な条痕を付与した。この状態で写真撮影して写真A'とし、更にその試験片を同条件で更に30%程度変形したのち写真撮影してB'とし、これらの写真を γ の算出に用いた。

実験Ⅲ：Pb-Sn共晶合金を用いて行った。引張試験片成形までは実験Ⅰと同様に行った。成形した試験片の一部は室温で2週間保持し、他は165℃で2時間加熱し水冷した。これらはいずれも等軸な再結晶粒からなっており、平均粒径は6.0および10.0μmであった。以下この実験Ⅲでは、前者を(F)試料、後者を(C)試料と呼ぶ。つぎに電解研磨および電解腐食した試験片表面に引張方向の条痕をつけ、また、これと直角方向にも何本かの条痕をつけてから引張試験に供した。引張試験はインストロン型試験機を用いて室温で行った。試験機には、試験片表面を連続的に観察および撮影できるように光学顕微鏡を設置した。これにより変形しながら引張方向の条痕の様子を連続的に撮影倍率は300倍を

用い、また試験機の振動が画質に影響することの少ないようにASA400の高感度フィルム、1/1000 secのシャッタースピードを用いた。同じ領域を連続的に撮影するためにカメラを移動させなければならないので、歪速度は $4.2 \times 10^{-5} \sim 1.3 \times 10^{-4} \text{ sec}^{-1}$ に限られた。このように撮影した写真を粒界すべりの応力の歪速度依存性の算定に用いた。

7.2.2 粒界すべりによる歪の全歪に占める割合(γ)の算定

γ の算定には引張方向の条痕についての写真AおよびBを用いた。図7-1

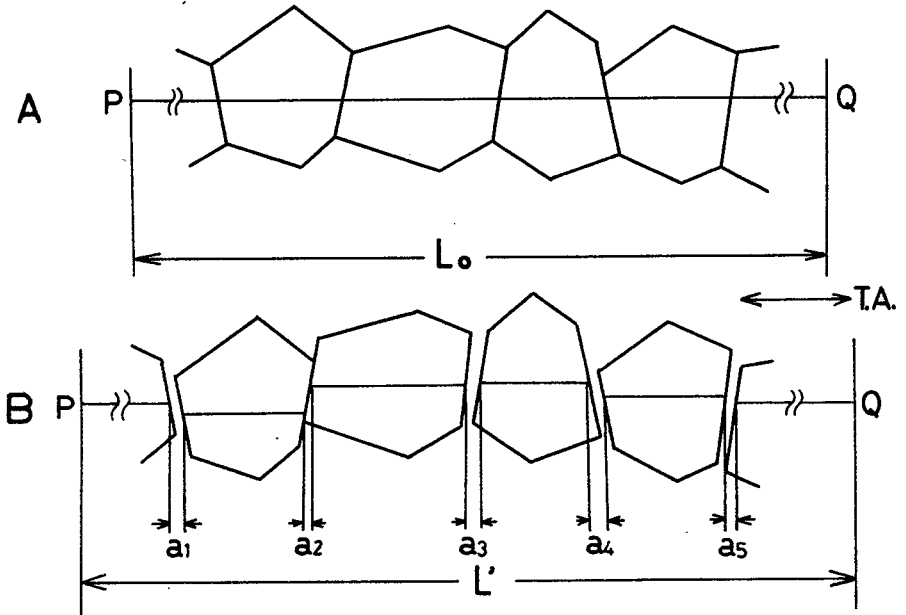


図7-1 引張方向の条痕の変形による変化

はAおよびBを図式的に示したものである。Aで L_0 の長さのPQは、変形後のBで L' となり、 $\Delta L (=L-L_0)$ は粒界および粒内での変形量の総和である。また、各粒界でのすべり量の引張軸方向への正射影長さを a_1, a_2, \dots, a_n とすると、 ϵ_{gbs} および ϵ_t は次式で示される。

$$\epsilon_{gbs} = \Sigma a_n / L_0 \quad \dots\dots\dots (7-1)$$

$$\epsilon_t = (L' - L_0) / L_0 \quad \dots\dots\dots (7-2)$$

従って、 γ は次式より算定される。

$$\gamma = \epsilon_{\text{gbs}} / \epsilon_t = \Sigma a_n / (L' - L_0) \dots\dots\dots (7-3)$$

実験Ⅱで撮影した写真A'およびB'についても同様に γ を求めた。

ここで写真BおよびB'での各粒の条痕の両端は該当する場所を顕微鏡観察し
つつ決定した。また、 ϵ_{gbs} は近接する3本の条痕についての平値値として求
め、各測定でのnは50前後とした。

7.2.3 粒内変形による歪の全歪に占める割合(δ)の算定

格子状の条痕に撮影した写真AおよびBを用いて δ を算定した。図7-2は
それらの写真を図式的に示したものである。結晶粒は超塑性変形により一般に

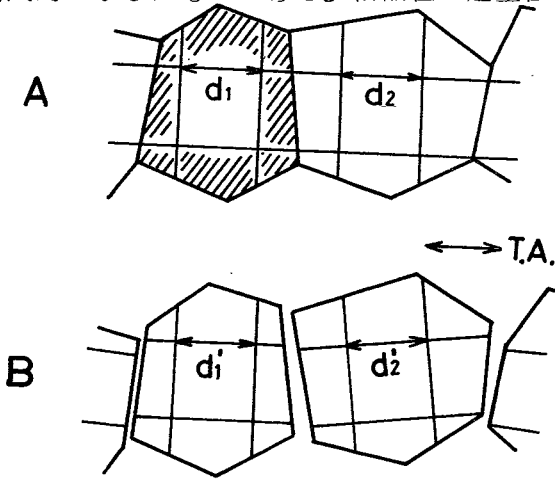


図7-2 結晶粒内に付与された格子の変形による変化

は回転および変形するが、本実験で与えた30%程度の変形での結晶粒の回転
はほとんどが5°以内であった。写真B上の広い領域でおよそ全面にピントの合
った粒を選び、図7-2に示した $d'_1, d'_2, \dots\dots d'_n$ を測定し、ついでそれと
対応するAの粒について $d_1, d_2, \dots\dots d_n$ を測定した。これらの測定値を用い
て δ は次式で算出された。

$$\delta = \epsilon_g / \epsilon_t = (\Sigma d'_n - \Sigma d_n) / \Sigma d_n \dots\dots\dots (7-4)$$

この場合もnの数を約50とした。

7.2.4 粒界すべりについての変形応力の歪速度依存性指数 m_{gbs} の算定

図7-3は変形の進行の様子を図式的に示したもので、同時に $L_0, L', L'', L'_{\text{gbs}}$ および L''_{gbs} の定義をも示している。すなわち、引張方向に直角の2

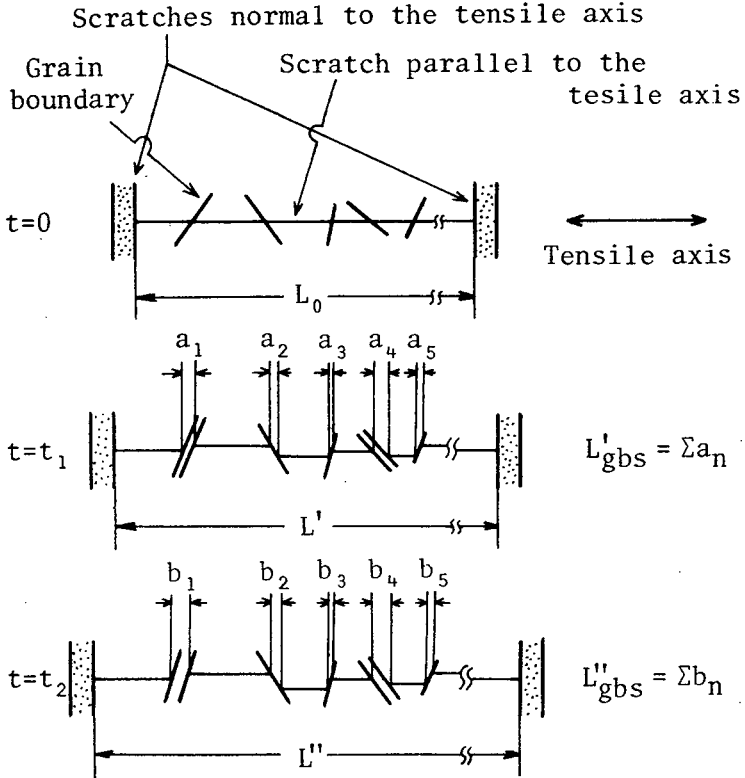


図7-3 変形の進行に伴う条痕の変化

本の条痕の引張方向の間隔が変形前 ($t = 0$) L_0 であり、 t_1 および t_2 の時にそれぞれ L', L'' となったとする。 t_1 および t_2 での表面組織写真から個々の粒界すべりの引張方向への変位の緩和を L'_{gbs} および L''_{gbs} とすると、 t_1 から t_2 までに生じた全歪 $\epsilon_t(t_1 \rightarrow t_2)$ は次式で与えられる。

$$\epsilon_t(t_1 \rightarrow t_2) = (L'' - L') / L' \dots\dots\dots (7-5)$$

同様に粒界すべりによる歪 $\epsilon_{\text{gbs}}(t_1 \rightarrow t_2)$ は

$$\varepsilon_{\text{gbs}}(t_1 \rightarrow t_2) = (L''_{\text{gbs}} - L'_{\text{gbs}}) / L' \dots\dots\dots (7-6)$$

で表わされる。従って $\dot{\varepsilon}_{\text{gbs}}(t_1 \rightarrow t_2)$ は次式で与えられる。

$$\begin{aligned} \dot{\varepsilon}_{\text{gbs}}(t_1 \rightarrow t_2) &= \varepsilon_{\text{gbs}}(t_1 \rightarrow t_2) / (t_2 - t_1) \\ &= (L''_{\text{gbs}} - L'_{\text{gbs}}) / L' \cdot (t_2 - t_1) \dots\dots\dots (7-7) \end{aligned}$$

ところで、実験Ⅲで用いた(F)および(C)試料の応力-歪曲線は、最初加工硬化を示し、 $\varepsilon \approx 0.03 \sim 0.05$ で応力が極大となり、変形の進行とともに非常にゆるやかに応力が減少する形態であった。 t_1 としては応力が極大を示したあとの時刻を選び、また t_2 としては表面組織の解析が可能な $\varepsilon \sim 0.3$ 程度までの変形の時刻を選んだ。この間の応力として平均応力を取り、これを $\sigma(t_1 \rightarrow t_2)$ と表わす。このような粒界すべり歪速度と変形応力の組合せを別に実験条件で求め、それらを $\dot{\varepsilon}'_{\text{gbs}}(t_1 \rightarrow t_2), \sigma'(t_1 \rightarrow t_2)$ とすると m_{gbs} は定義より次式によって求められる。

$$m_{\text{gbs}} = \frac{\ln[\sigma'(t_1 \rightarrow t_2)] - \ln[\sigma(t_1 \rightarrow t_2)]}{\ln[\dot{\varepsilon}'_{\text{gbs}}(t_1 \rightarrow t_2)] - \ln[\dot{\varepsilon}_{\text{gbs}}(t_1 \rightarrow t_2)]} \dots\dots\dots (7-8)$$

また、この場合の γ は次式で求めた。

$$\varepsilon_{\text{gbs}} / \varepsilon_t = (L''_{\text{gbs}} - L'_{\text{gbs}}) / (L'' - L') \dots\dots\dots (7-9)$$

7.3 実験結果

7.3.1 超塑性変形に対する粒界すべりおよび粒内変形の寄与

図7-4はAl-Cu合金の γ と m 値の関係である。ここでSEMと添字した点は走査型電子顕微鏡を用いて γ を測定した結果で、本実験で行った光学顕微鏡法とほとんど一致した。図より、 γ は m 値とはおよそ比例関係にあるといえる。ただし、試料Aは m 値に対して γ が低い。これは、この試料の粒径が大きかつ粒界移動がこの試料で頻繁に観察されたことと関係していると考えられる。このようにAl-Cu合金の超塑性変形には粒界すべりの寄与が大きいことが知

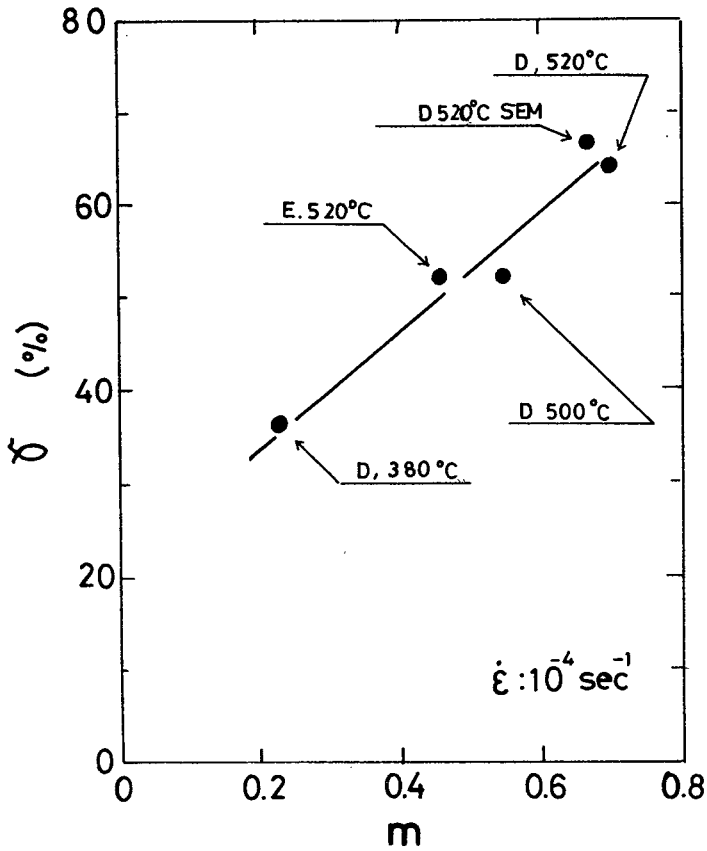
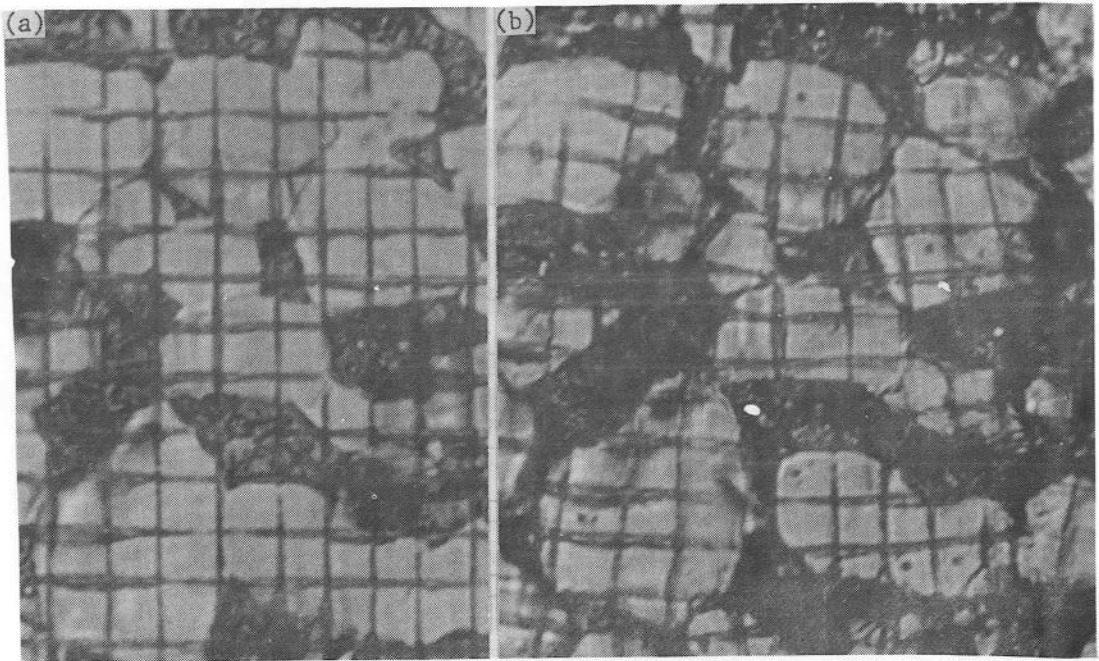


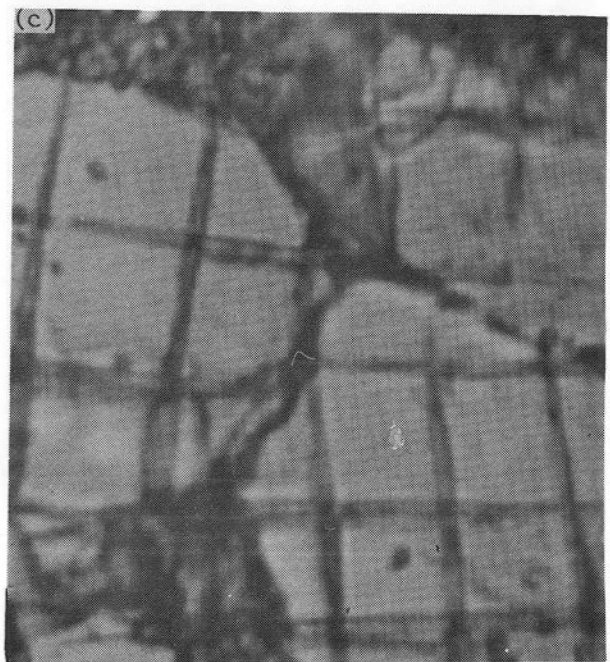
図7-4 Al-Cu合金の超塑性変形における γ と m 値の関係

られた。つぎにPb-Sn共晶合金を用いて、同様の実験を行い、かつ、粒界すべりと同時に粒内の変形と m 値との関連性について調べた。写真7-1および7-2は m 値が0.11および0.60の場合の引張試験片表面の顕微鏡組織である。いずれも δ の測定のために格子状条痕を付与した領域について観察した例である。 m 値が0.11と低い場合には粒内で湾曲した条痕が多く観察された。またこの場合粒界での条痕の食い違いはあまりみられなかった。これに対し、 m 値が大きい場合には条痕が粒界で食い違うことが多く、一方、粒内の条痕は比較的直線を保つようであった。これらの写真より γ および δ を測定し、図7-5に示した。 γ は図7-4の傾向と同様に m 値が0.6程度までは m 値とともに



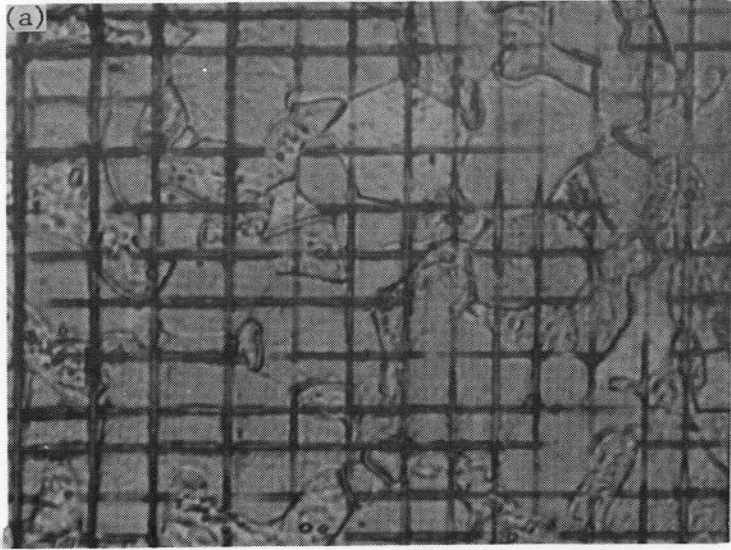
10 μm

←→
Tensile axis

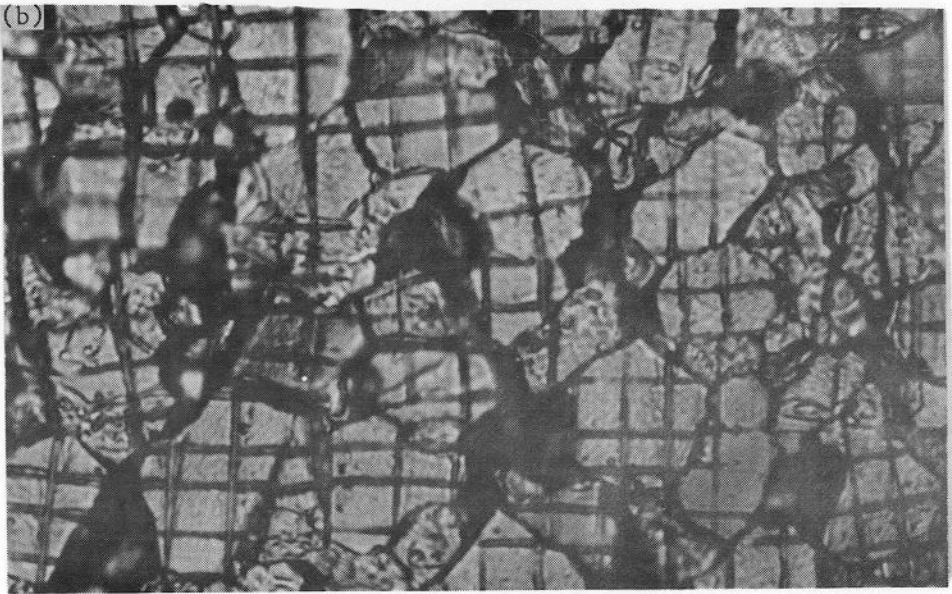


5 μm

写真7-1 80°C, $\dot{\epsilon} \sim 8.3 \times 10^{-3} \text{ sec}^{-1}$ ($m = 0.11$) の条件で30%引張変形されたPb-Sn共晶合金の表面組織, (a) A, (b) B, (c) B (高倍率)



Tensile axis ←→



10 μm

写真7-2 80°C, $\dot{\epsilon} \sim 8.3 \times 10^{-5} \text{ sec}^{-1}$ ($m = 0.60$) の条件で30%引張変形されたPb-Sn共晶合金の表面組織

増加した。しかし、 m 値が更に大きい場合には γ の増加の割合は減少した。一方、 δ は m 値に対して負の相関を示し、それ以上の m 値をとる変形では δ は約

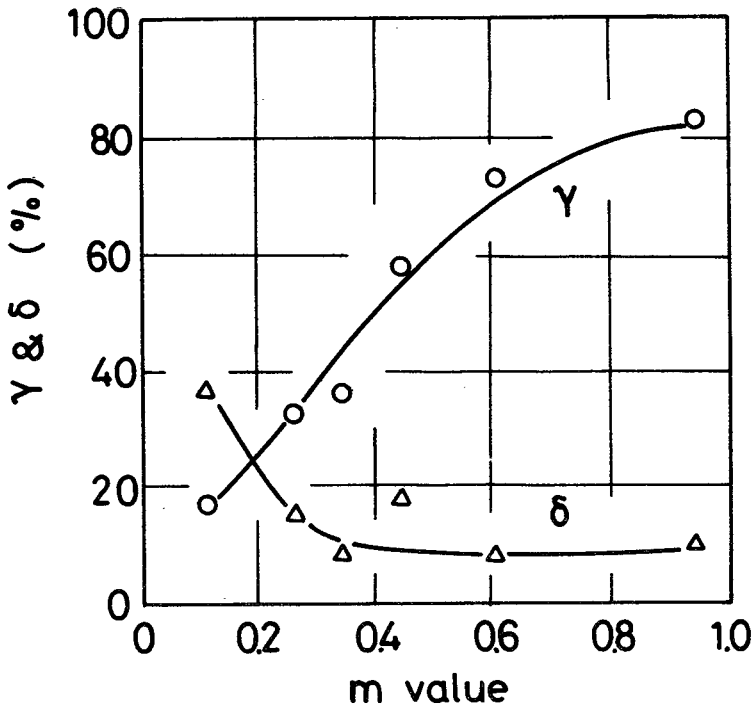


図7-5 種々の条件で変形したときの m 値と γ および δ の関係

8%と低い一定値をとった。

7.3.2 γ の歪依存性

つぎに変形がかなり進行した段階での超塑性変形に粒界すべりが如何に寄与するかを調べた。用いた Pb-Sn 共晶合金の結晶粒径および変形の際の歪速度を変化させた4種類の条件で γ の歪依存性を測定した。結果を図7-6に示す。これより各変形中に粒界すべりが定常的に作用していることがわかる。図7-6で粒径が $5.2 \mu\text{m}$, $\dot{\epsilon} \sim 8.3 \times 10^{-5} \text{ sec}^{-1}$ の変形については、500%の予歪を与えて同様に γ を求めるとともに、各試験片について、三種類の粒界すなわち Pb相-Sn相, Sn相-Sn相および Pb相-Pb相の粒界について個々に γ を求めた。結果は図7-7に示される。この変形条件では500%の大きな変形のあとでも同様な粒界すべりの寄与がみられる。粒界の種類による γ の値も歪量

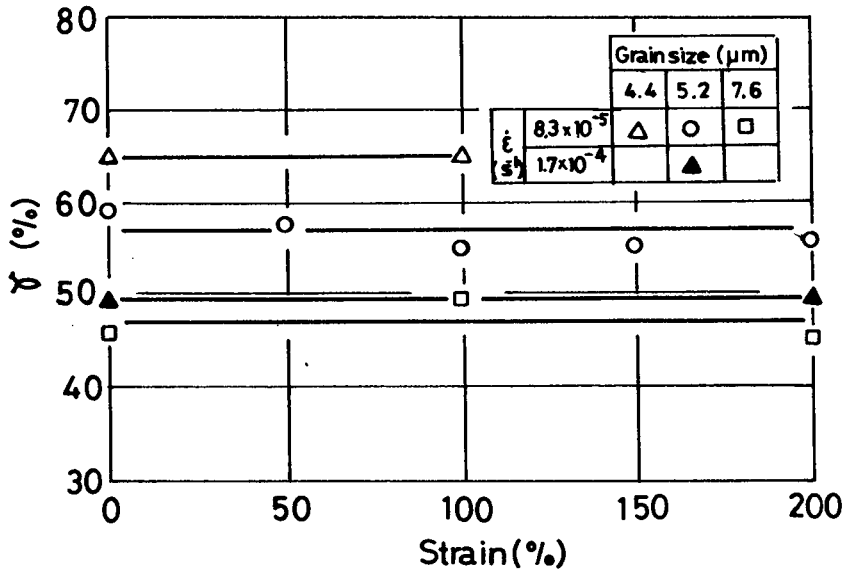


図7-6 種々の条件での γ の歪依存性

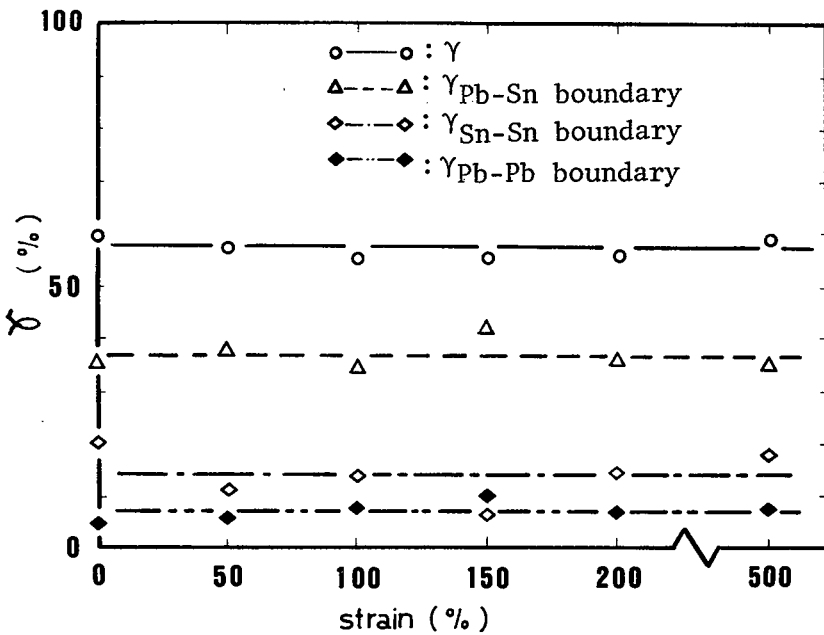


図7-7 粒径が $5.2\mu\text{m}$ のPb-Sn共晶合金を室温、 $\dot{\epsilon} \sim 8.3 \times 10^{-5} \text{ sec}^{-1}$ で変形したときの γ の歪依存性

に依存しないようである。また、Pb-Sn 異相粒界でのすべりの寄与が顕著に大きいという結果が得られた。

7.3.3 粒界すべり応力の歪速度依存性

以上の実験結果より、超塑性変形では粒界すべりの寄与が大きく、粒界すべりの寄与率 γ が m 値とほぼ比例することおよび変形がかなり進行しても γ の値は大きく変化しないことなどがわかった。このように超塑性での巨大な伸びは粒界すべりに負うところの大きいことが知られたが、超塑性の力学的特徴である変形応力の歪速度依存性の大きいことと粒界すべりとの関連性については検討されていない。ここでは超塑性変形中の粒界すべりについて、その変形応力の歪速度依存性について直接測定した。

(7-8) 式により、 m_{gbs} を求めるために(F)試料を 8.3×10^{-5} と $1.3 \times 10^{-4} \text{ sec}^{-1}$ および 4.2×10^{-5} と $6.3 \times 10^{-5} \text{ sec}^{-1}$ の二組の歪速度で、(C)試料を 8.3×10^{-5} と $1.3 \times 10^{-4} \text{ sec}^{-1}$ の歪速度でそれぞれ変形し、粒界すべりの動的観察を行った。写真7-3は観察の一例である。各組の歪速度の比は1

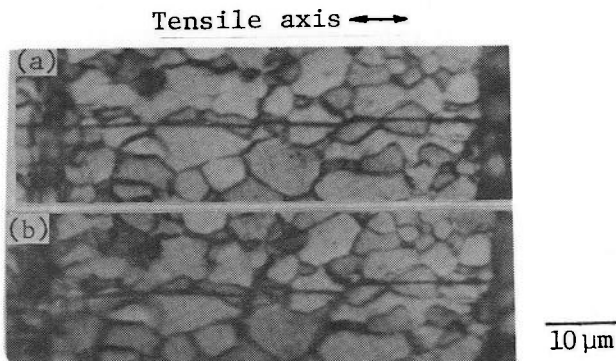


写真7-3 $\dot{\epsilon} \sim 8.3 \times 10^{-5} \text{ sec}^{-1}$, 室温で(a) $\epsilon = 0.15$
 および(b) $\epsilon = 0.25$ まで変形したPb-Sn
 共晶合金の表面組織

: 1.5 とした。この三組の変形条件を(F)-1, (F)-2 および(C)-1 と呼ぶ。各条件での変形全体の m 値は表7-1に示した $\dot{\epsilon}$ と σ を用いて、(2-1)式により、それぞれ、0.616, 0.538 および 0.245 と計算される。超塑性のクライ

表7-1 各変形条件で得られた σ , $\dot{\epsilon}_{gbs}$, m および m_{gbs} の値

Conditions		Strain rate $\dot{\epsilon}$ (s^{-1})	Flow stress σ (kg/mm^2)	$\dot{\epsilon}_{gbs}$ (s^{-1})	m	m_{gbs}
(F)1	a	8.3×10^{-5}	0.95	2.53×10^5	0.616	0.726
	b	1.3×10^{-4}	1.22	3.57×10^5		
(F)2	a	4.2×10^{-5}	0.74	1.65×10^5	0.538	0.757
	b	6.3×10^{-5}	0.29	2.20×10^5		
(C)1	a	8.3×10^{-5}	2.20	3.30×10^5	0.245	0.830
	b	1.3×10^{-4}	2.40	3.72×10^5		

テリオンとして $m \geq 0.8$ なる条件がよく用いられる。¹¹⁾¹²⁾ このクライテリオンによれば(F)-1と(F)-2は超塑性変形条件であり、(C)-1は超塑性を示さない条件とみなせる。

(7-8)式により m_{gbs} を求めたところ、表7-2に示すように、(F)-1と(F)-2の条件下で m_{gbs} は m よりかなり大きく、また、(C)-1の条件下でも $m_{gbs} = 0.830$ と非常に大きい。これより粒界すべりについては、超塑性変形条件下でなくとも、その変形応力の歪速度依存性が変形全体のそれより大きく、かつ1に近い値になることがわかった。従って、超塑性での歪速度に敏感な過程は粒界すべりと直接関与していると結論できる。

7.4 考 察

7.4.1 超塑性変形における粒界すべり

図7-7で超塑性変形の粒界すべりでは異相境界でのすべりの寄与の大きいことを示した。ところで図7-7で用いた試料に存在する粒界の存在確率 $f_{boundary}$ を調べた結果、表7-3に示すように、各粒界すべりの全粒界すべりに占める割合 $\gamma_{boundary}/\gamma$ は $f_{boundary}$ と非常によく対応関係のあることがわかった。このような対応は各粒界の単位長さあたりのすべり量がほぼ同一であることを示す。粒界すべり挙動が粒界の構造によって影響されるという報告に対し、¹³⁾ 超塑性変形の場合には、微細粒であることも相俟って、各粒界でのすべり変形がお互いに影響し合い、単位粒界すべりが粒界の種類に依存しな

表7-3 各種の粒界でのすべりの γ に占める割合

Boundary	fraction in specimen (%)	$\frac{\gamma_{\text{boundary}}}{\gamma}$ (%)
Pb-Sn	60.6	62.9
Sn-Sn	26.8	25.7
Pb-Pb	13.6	11.3

い結果となったと考えられる。これより、超塑性変形中の粒界すべりは粒界構造に敏感ではない機構で進行することが知られた。

粒界すべりに関する研究はほとんどの場合双結晶を用いてなされている。¹³⁾ 一方、超塑性は言うまでもなく多結晶試料においてのみみられる性質である。双結晶と多結晶の粒界すべりを比較検討する際に考慮されるべき点は、前者には粒界三重点がなく、後者にはそれがあるということである。超塑性変形においては、第2章で示したように空どうの発生はみられないので、粒界三重点での変形機構は超塑性での粒界すべりに関する一つの重要な調整過程である。第6章で変形応力が高い歪速度依存性をもつ現象が粒界すべりと関与する機構であることを示唆し、その機構は粒界すべり自体と粒界すべりが空どうを生ぜずに連続して歪を与えるための粒界三重点での調整過程のいずれか、または両方である可能性を示した。本章での実験結果より、少なくとも粒界すべり自体が歪速度に敏感であることが示された。従って、粒界すべり自体が歪速度に敏感な理由を考える場合には、双結晶についての結果を参照することができよう。それによると、粒界すべりでは転位の役割が大きく、その転位のバーガースベクトルは一般には粒界面に平行ではない。従って、転位が粒界面をすべるというより、C. Crussard と J. Friedel¹⁴⁾ の上昇 - すべり過程で粒界すべりが起こることになる。また、粒界は本来的にいくつかの突出部 (ledge) を含んでいて、粒界すべりは移動する突出部の角部分 (edge) で起こる現象に律速され

るであろう。

超塑性変形における粒界すべりも同様に考えることができよう。すなわち、ここでの粒界すべりは転位の上昇すべり過程によって起こる。その粒界が本来的に凹凸のある構造であるため、突出部の先端で空どうのない状態を保ちつつ連続的に粒界すべりが進行する。この過程を可能にする機構として拡散支配によるクリープ変形機構が考えられる。拡散クリープでの歪速度を与える理論式は次のようである。

$$\dot{\epsilon} = \frac{ADGb\sigma}{kT} \left(\frac{b}{d}\right)^{n'} \dots\dots\dots (7-10)$$

ここでAは無次元の定数、bはバーガースペクトル、Dは拡散係数($D = D_0 \exp(-Q/RT)$ 、 D_0 は頻度因子、Qは変形の活性化エネルギー、Rは気体定数、Tは絶対温度)、kはボルツマン定数、dは結晶粒径、 σ は負荷応力、 n' は変形が Nabarro-Herring¹⁵⁾¹⁶⁾による体拡散支配機構で進むか、もしくは Coble¹⁷⁾による粒界拡散支配機構であるかによって、それぞれ2および3となる。これらは、いずれにしても、 $\dot{\epsilon}$ が σ と比例する関係であることを示し、 $m = 1.0$ を与えることが知られる。事実、7.3.3で得られる m_{gbs} は1に非常に近い。すなわち、超塑性における歪速度に敏感な機構は粒界すべりであり、それは粒界突出部での拡散クリープ機構に律速されるが故に大きい m 値を示すと考えられる。

ところで、第5章および第6章で述べたように、金属の内部には長範囲の応力場 σ_i があり、通常 σ_i は内部応力と呼ばれている。変形に有効な応力を σ_e とすると、 σ_i と σ_e の和が見かけの変形応力 σ として表われる。超塑性変形したAl-Cu合金の変形組織については、第2章で詳述したように、加工硬化域のあとすぐに均一な分布をもつ転位組織となり、その後数百%の変形を与えてもこの転位組織はほとんど変化しない。Pb-Sn合金の変形組織は不明であるが、応力-歪曲線が初期の加工硬化ののち定常変形状態を示すことや変形中の光顕組織変化の点でAl-Cu合金と非常に類似しており、Pb-Sn合金もAl-Cu合金と同様の転位組織を変形中にとるものと思われる。このように考え、かつ、

超塑性変形の大部分が粒界すべりによることを考え併せると、 σ_e によって動き得た転位の大部分は粒界すべりに関与すると考えられる。すなわち粒界すべり自体に有効な応力は σ_e であると考えることができよう。そこで第5章および第6章で用いたと同様の方法で変形中の σ_i/σ を求め、各変形条件での σ_e を求めた。(C)-1条件では σ_i/σ がほとんど1であったので σ_e を正確に算出することができなかった。表7-3に(F)-1および(F)-2条件下での $\sigma_e/\sigma, \sigma_e$ を示し、この σ_e と表7-2での $\dot{\epsilon}_{gbs}$ より求めた σ_e による粒界すべりの歪速度依存性指数 $m_{gbs}(\sigma_e)$ を計算して表7-4に示した。これをみると $m_{gbs}(\sigma_e)$ はほとんど1とみなしてもよい。この値は(7-10)式における m 値と

表7-4 Pb-Sn共晶合金を(F)-1および(F)-2条件下で変形したときの $\sigma_e/\sigma, \sigma_e$ および $m_{gbs}(\sigma_e)$

Conditions		σ_e/σ	$\sigma_e(\text{kg/mm}^2)$	$m_{gbs}(\sigma_e)$
(F)-1	a	0.185	0.176	0.949
	b	0.200	0.244	
(F)-2	a	0.180	0.133	0.954
	b	0.190	0.176	

一致する。従って、超塑性変形の可能性ある機構は、転位が関与し、拡散律速の粒界すべりであろうと考えられる。超塑性変形機構についてはつぎに詳しく検討される。

7.4.2 超塑性変形機構

ここまでの実験および考察より、下記の状態を伴って連続的に起こる粒界すべりを超塑性変形機構として考えることで本研究の実験結果が説明される。(1)変形の極く初期に定常な転位組織が形成され、これにより内部応力 σ_i が生ずる。(2)結晶粒内部の転位組織の定常状態を保証するために、粒界で転位の発生または消滅が起こる。粒界での転位の消滅および発生はおもに粒界突出部でおこり、これらの過程は転位の上昇運動、換言すれば拡散過程によって律速される。また、粒界近傍の転位を粒界まで運動させる応力は σ_e であり、従って、

粒界すべりは σ_e によって可動となった転位によって起こることになる。(3)粒界付近に生ずる応力集中は粒界すべりのみならず、粒界付近での変形および粒界移動によって解消されてゆく。粒界移動も粒界すべりと同様な拡散律速の過程である。また、粒界移動は結果として粒成長をもたらす場合もある。

これら三点のうち、前二者については、第2章・第6章および本章における実験結果に基づいている。(3)のうち粒界付近での変形の進行についての実証は内部組織観察法では困難である。そこで、図7-5の $(\gamma + \delta)$ の変化に着目した。いま図7-5の結果より $\{1 - (\gamma + \delta)\}$ を算出して m 値に対してプロットすると図7-8が得られる。本研究のように γ および δ を求めると、い

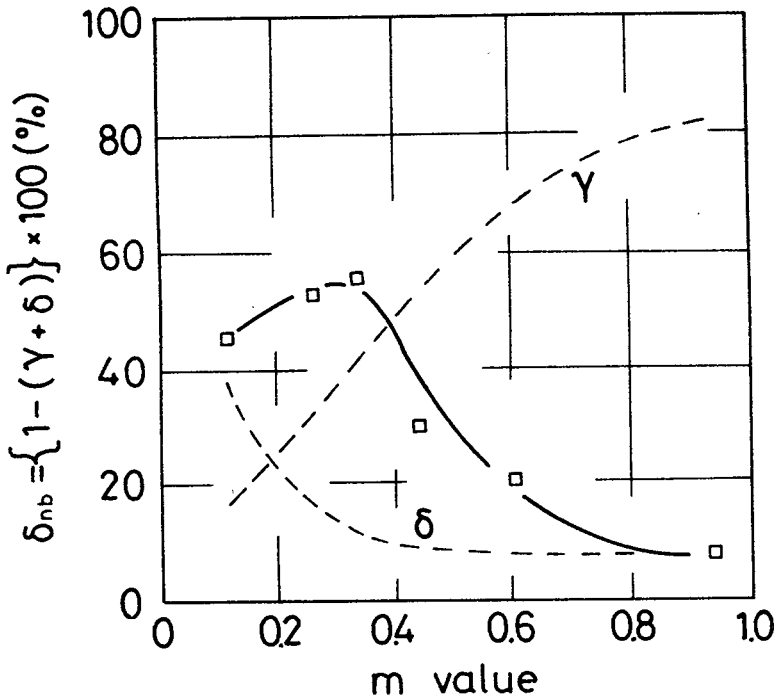


図7-8 $\{1 - (\gamma + \delta)\}$ と m 値との関係

ずれの測定の対象ともならない領域が存在することになる。例えば図7-2のAで斜線を施した部分の変形は γ および δ のいずれの算定の対象となっていない。この領域の歪の全歪に対する割合を δ_{nb} とすると、

$$\delta_{nb} = 1 - (\gamma + \delta) \quad \dots\dots\dots(7-11)$$

と表わされる。すなわち、図7-8の縦軸は粒界付近の歪の全歪に対する割合を表わしていると考えることができよう。図7-8をみると、 δ_{nb} はほとんどの場合 δ より大きいことがわかる。このことは粒界付近での変形が粒の内部より大きいことを直接示すものである。また、 m 値が0.35以下の変形では δ_{nb} が γ および δ よりも大きく、また、 m 値の減少とともに $(\delta_{nb} - \delta)$ も小さくなってゆくことが知られる。このことは、低い m 値の変形ではおもに粒内で変形が進行することを示し、かつ、 m 値が低いほど粒内と粒界付近の歪の大きさに差が小さい変形、換言すれば粒内での一様で大きい変形が支配的になることを示している。一方、 m 値が0.4を越す変形では、 m 値の上昇とともに $(\delta_{nb} - \delta)$ が減少した。この場合の変形はおもに粒界すべりで進行しており、 $(\delta_{nb} - \delta)$ の大きさは粒界付近で粒内よりも歪の大きい領域の幅を反映していると考えられる。すなわち、 m 値が大きいほど粒界すべりの影響をうけて塑性変形する領域が狭くなり、 m 値が1近くになるとついに δ_{nb} は δ とほぼ等しい状況となると考えられる。前述した超塑性変形機構の条件の(3)で指摘した“粒界付近での変形”は以上のように明確に示され、その変形は一般的には粒の中央部の歪よりも大きい歪をもたらすことも知られた。第2章で示した粒界付近に多い転位もこの“粒界付近の変形”と密接に関係しよう。

転位の動きを伴う粒界すべりを骨子として Gifkins⁶⁾が報告した超塑性変形モデルは、7.1で述べたように、転位の運動を結晶粒界に近い領域(マントルと名付けられている)に限定している。また、粒の中心部を含む領域をコアと呼び、コア・マントルモデルと略称されている。このモデルの超塑性域の状態方程式は次のようである。

$$\dot{\epsilon} = 64 D_{gb} b^3 \sigma^2 / GkTd^2 \quad \dots\dots\dots(7-12)$$

ここで D_{gb} は粒界拡散係数、 G は剛性率である。この式によれば $\dot{\epsilon} \propto \sigma^2$ となり、 $m = 0.5$ を与えられる。この値は本研究で得られた $m = 1.0$ とは異なり、

このコア・マントルモデルが本研究の結果と適合しないことがわかる。しかし、粒内をコアとマントルなる二つの領域に分けて、転位の動きに場所的に差を与える考え方は本研究の結果の解釈と一致する。いま、本研究で合理的と考えられた超塑性変形機構を図式的に示すと図7-9のようになる。ここでコアおよびマントルについては Gifkins の考え方と合致させている。ここでbが典型

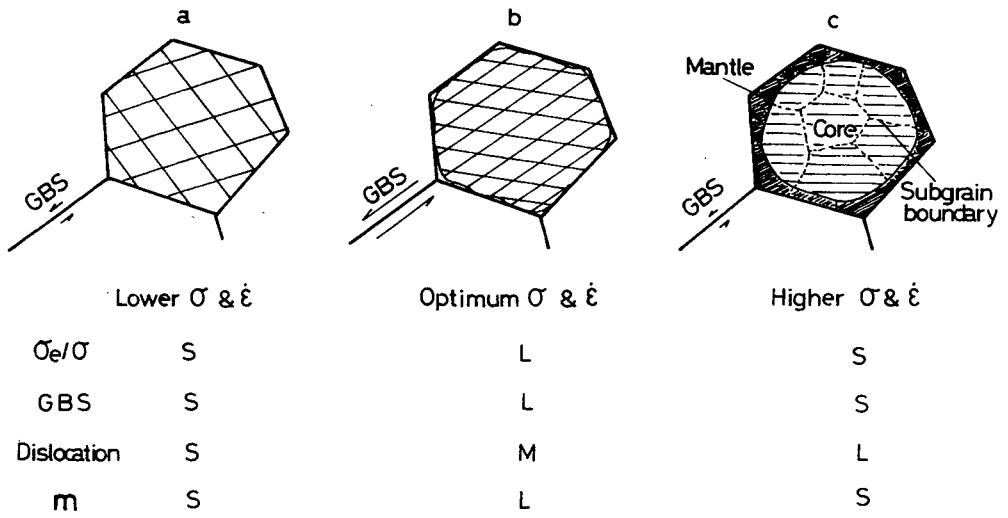


図7-9 本研究で考えられた超塑性変形モデルの図式的表現 (S:small, M:medium, L:large)

的な超塑性状態で、適当な転位の動きを伴い粒界すべりがおもな変形を与え、 m 値が大きい。bから変形条件が偏奇すると、低応力のaでは粒界すべりが進行するのに必要な応力以下であるために、また、高応力のcでは転位で変形するのに十分な応力であるため、いずれの場合も粒界すべりが変形に占める割合が小さくなって m 値が低い結果となる。図7-10は粒界すべりおよび転位クリープの応力と歪速度の関係を図式的に示したものである。図中に図7-9のa, b およびcの応力レベルをも示した。ここで σ_{th} for G.B.Sは、粒界すべりの

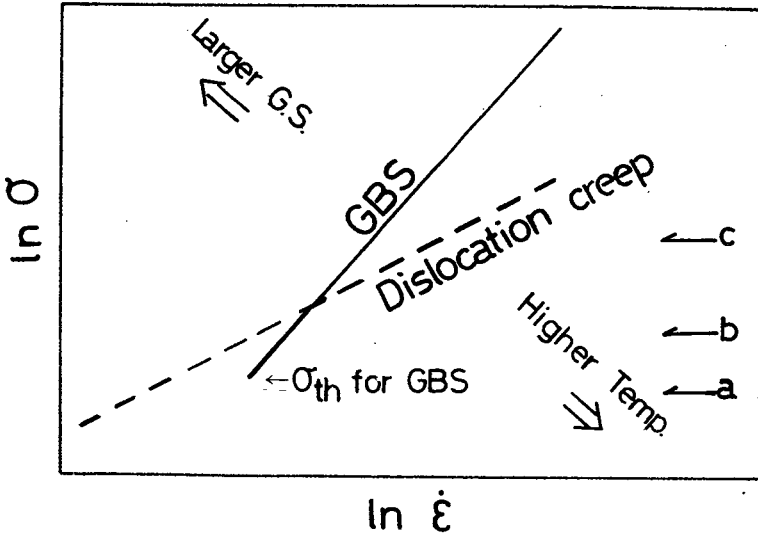


図7-10 粒界すべりおよび転位クリープの応力の歪速度依存性と各応力域での支配的変形機構についての説明図

ためのしきい応力である。また、拡散クリープ速度は図7-10の範囲よりやや低歪速度側にあると考えられる。これより、bでは粒界すべりがおもにおこり、かつ m 値も大きくなることがわかる。なお、結晶粒径および変形温度が変化した場合の両直線の相対的關係は図中に矢印で示したようであろう。

ところで、2.3.1の図2-5でAl-Cu合金の超塑性の合金組成依存性を示した。その際、平均粒径はほぼ一定にした。従ってこの場合に合金組成によって変化すると思われる因子は、含まれる異種粒界の量比および粒径分布である。Pb-Sn合金では、本章で既述したように、超塑性変形での粒界すべり挙動が粒界構造に依存しない。従って、異種粒界の量比の違いの超塑性におよぼす影響は小さいと考えられ、合金組成による粒径分布の差異が超塑性に影響する可能性が強いと考えられる。そこで、表7-5に示した7種のPb-Sn 2元合金を作製し、粒径分布の超塑性におよぼす影響を調べた。試験片は真空溶解で作製した各合金鑄塊を圧延して1mm厚として、これより切り出し、それぞれに熱処理して平均粒径が約7.8および11.7 μm となるようにし、また、これらの試験片の粒径分布ヒストグラムおよび分布の広がりを表わす尺度として標準偏差を調べた。平均粒径が7.8 μm の場合の粒径分布の例を図7-11に示す。

表 7-5 使用したPb-Sn合金の化学組成(%)

name element	28	38	45	50	55	64	73
Pb	27.97	38.48	45.41	50.17	54.82	63.61	73.13
Sn	72.00	61.44	54.51	49.79	45.16	36.34	26.85

これををみると、50 Pb 試料では Pb に富む相（以下単にPb相という）と Sn に富む相（以下Sn相）の粒径分布のピークがほぼ一致しているため、全体とし

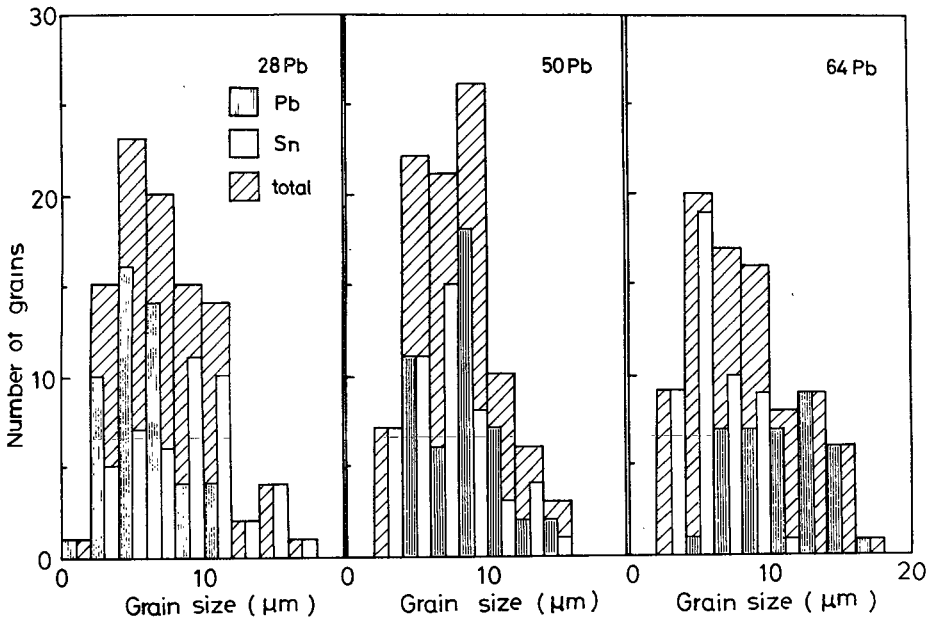


図 7-11 28, 50 および 64 Pb 試料の粒径分布

て分布の広がりがない。しかし、合金組成が 50 Pb より偏奇すると構成する二相の分布にずれが生じ、全体として比較的広がった粒径分布となっている。これらの試料の引張試験結果を m 値に対して示すと図 7-12 となる。これより、いずれの条件でも m 値は Pb 量に対して 50% で最大値をもって変化することがわかる。含まれる Pb 重量% はおよそ Pb 相の体積分率とみなすことができる¹⁸⁾ので、図 7-12 の結果は相割合が 50/50 の時最大の m 値をとること¹⁹⁾を意味し、この点で図 2-5 の結果と同様の傾向である。しかし前述したように

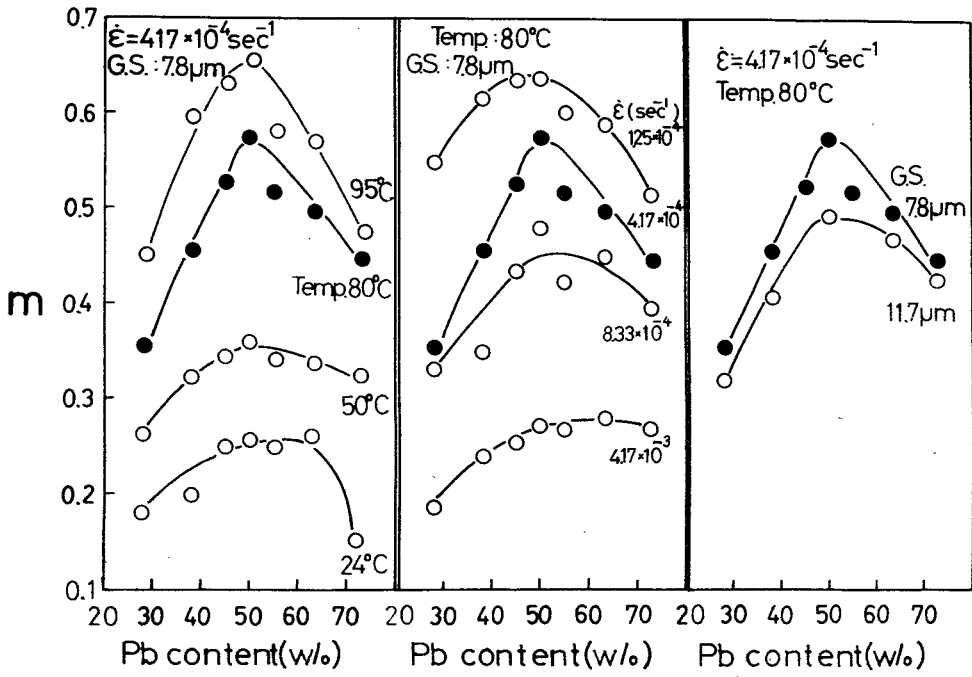


図7-12 Pb-Sn合金の m 値におよぼす合金組成の影響

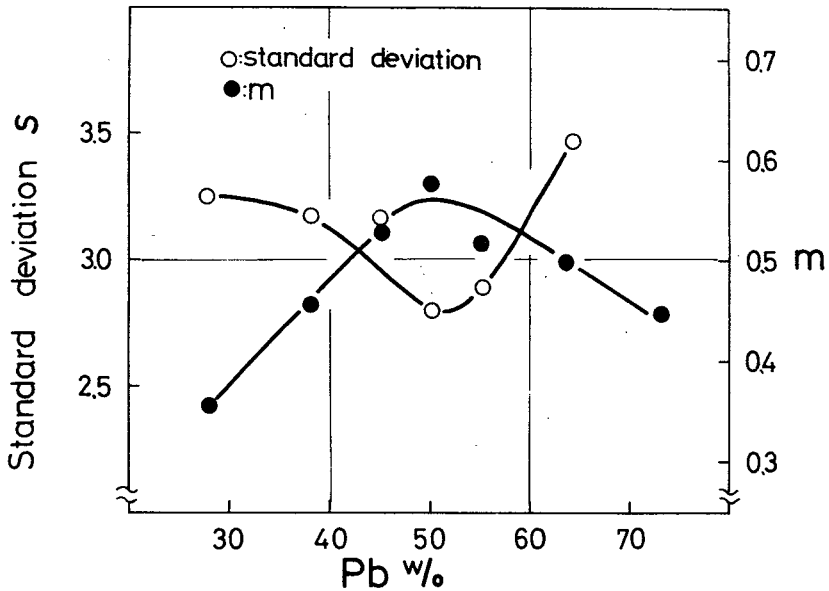


図7-13 m 値および粒径分布に関する標準偏差 S のPb量依存性

粒界すべりは超塑性状態では粒界の種類が異ってもほとんど影響されないので、この相割合の因子は図 2-6 および図 7-12 の結果をもたらす支配的因子ではない。一方、標準偏差 S は図 7-13 に示すように、Pb量に対して 50% で最小値ととって変化する。 S が 1.0 に近い程分布が均一であることを示す。図 7-13 に、図 7-12 の ●印の結果を同時に示す。これより、 S と m 値は Pb 量に対して異なる傾向をもつことがわかり、およそ S の小さいとき m 値が大きいという対応関係がみられる。つぎに図 7-12 の ●印と同じ変形条件で 30% 引張ったときの表面組織を観察した。引張りに先だって本章の実験 I で述べたと同様な方法で引張方向に条痕を付与した。ここで(A)および(B)はいずれも 50 Pb 試料である。(A)は比較的粒径が均一である領域で、各粒界で粒界すべりがおこり、比較的暗くみえる Pb 相内でも条痕の大きな湾曲はみられない。一方 Pb 相内でも条痕の大きな湾曲はみられない。一方、(B)は中央部に小さい Pb 相がみられ、その相の粒界でのすべりは小さく、かつ相内で条痕が曲線となり

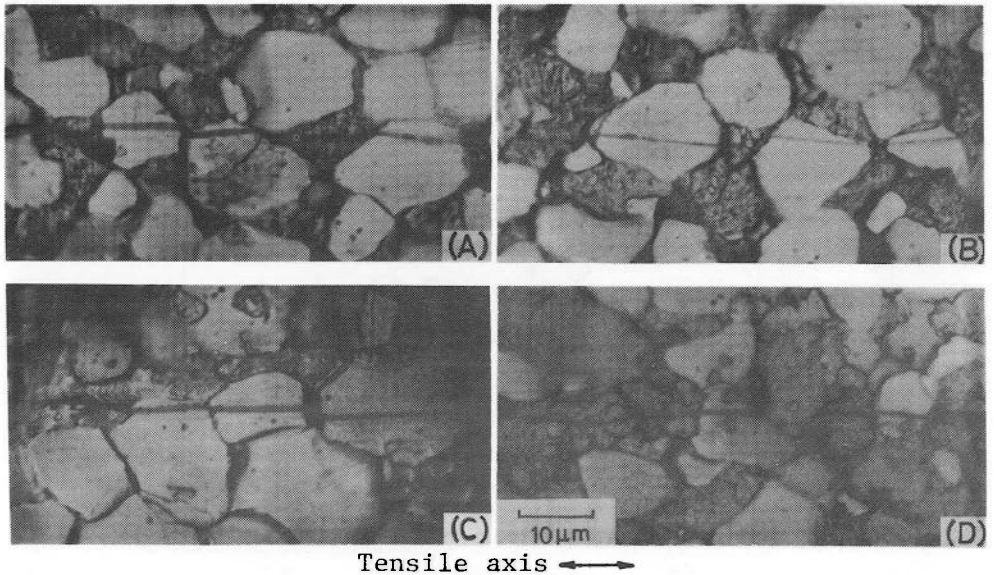


写真 7-4 80°C, $\dot{\epsilon} \sim 4.2 \times 10^{-4} \text{ sec}^{-1}$ で 30% 引張変形した(A),(B) 50 Pb, (C) 28 Pb および (D) 64 Pb 試料の表面組織

変形のおきていることがわかる。また(C)および(D)はそれぞれ 28Pb および 64 Pb の場合で、これらには Pb 相の粒内での変形がかなりみられる。このように S が小さい 50 Pb 試料では粒界すべりが比較的容易におこり、粒径分布が広くなると粒内も変形することがわかった。

以上の結果は粒界すべりを主要な変形機構と考え、粒内変形とのかね合いで m 値が決まってくるという本章で既述した超塑性変形機構で説明され、これを支持する。すなわち、合金組成が異なることによる超塑性挙動の変化は、たとえ平均粒径が等しくとも粒径分布が大きく変化するために粒界すべりの起こり易さが変化²⁰⁾し、 r および δ が異なってくることに起因すると思われる。

7.4.3 超塑性のクライテリオン

超塑性のクライテリオンとして「 $m \geq 0.3$ 」がしばしば用いられる。本研究においても第 1 章および本章で既にこのクライテリオンを用いた。「 $m \geq 0.3$ 」の意味として、通常の転位クリープ変形の m (0.25 ~ 0.33)²¹⁾ よりは大きいということがあげられるが、明確な意味づけを目的として研究はない。また、このクライテリオンとして伸びを尺度とすることについては、破断に到る多岐にわたる実験条件を規格化することが困難であるという難点がある。ここでは、 m 値をクライテリオンの尺度とした上で、具体的にクライテリオンを提案する。

超塑性のクライテリオンは、超塑性変形機構をもとに検討されるべきであろう。本研究ではすでに粒界すべりをおもな変形機構として示してきた。そこで、実験 II と同様に引張方向に条痕を付与した試験片について、種々の m 値を与える変形条件下で 30% の歪を与えたのち、条痕を含む領域を詳細に観察した。観察例を図型化して図 7-14 に示す。 $m = 0.60$ の変形では全ての粒界で条痕のくい違いができ、すべりの起こったことを示す。一方、 m が 0.11 と小さいと必ずしも全ての粒界ですべりがみられる訳ではない。いま、図 7-14 に示すように、粒界すべりのみられる間隔を l_{group} としてこれを条痕の全長にわたって測定し、それらの平均値 l_{group} を m 値に対してプロットすると図 7-15 が得られる。 l_{group} は m 値の増加とともに減少し、およそ $m = 0.5$ から一定値をとる。この一定値は試料の平均結晶粒径である $11.4 \mu\text{m}$ と同じ大

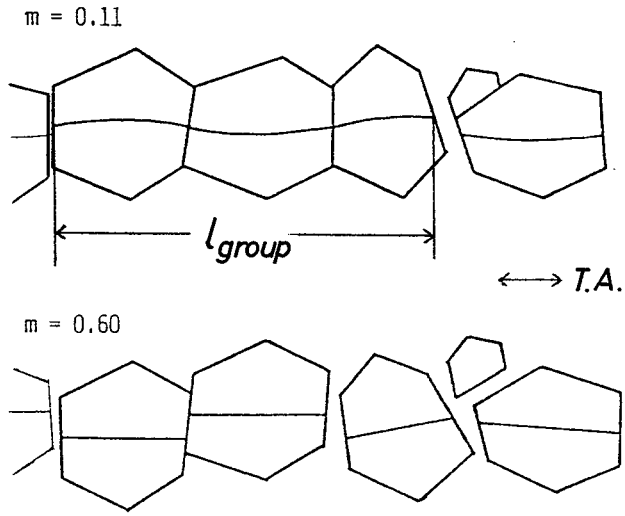


図7-14 m 値が0.11および0.60のときの粒界すべり

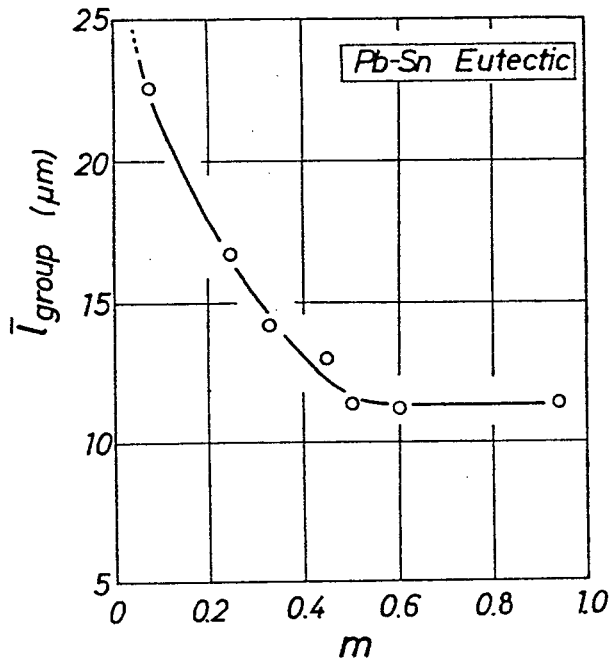


図7-15 Pb-Sn共晶合金の \bar{l}_{group} と m 値の関係

きさである。従って $m = 0.5$ では全ての粒界ですべりが生ずることがわかる。すなわち、超塑性の主要な変形機構である粒界すべりが、全ての粒界でおこる条件は $m \geq 0.5$ であり、変形機構から設定する超塑性のクライテリオンは $m \geq 0.5$ である方が $m \geq 0.3$ よりも本質的意味を含むと考えられる。

7.5 結 言

超塑性変形機構を検討するために必要な二・三の実験を行い、これらを含めて本研究で得られた全ての実験結果をもとに、より普遍的な超塑性変形機構について検討した。本章での結果は次のようにまとめられる。

- 1) 全歪に占める粒界すべりによる歪の割合 γ は、 m 値とともに増加した。ただし、 m 値が 1.0 に近い変形では $\gamma = 80\%$ 程度であった。一方、粒内変形が全歪に占める割合 δ は、 m 値の増加に伴って減少し、 m 値がおよそ 0.4 を越える変形では $\delta \approx 8\%$ の一定値をとった。
- 2) $\{1 - (\gamma + \delta)\}$ を δ_{nb} とすると、 δ_{nb} は粒界近傍の歪の全歪に対する割合を表わすことになる。 m 値が 1.0 に近い時の δ_{nb} は δ とほぼ等しく、一方、その他の変形条件では常に $\delta_{nb} > \delta$ であった。また、 δ_{nb} は m 値に対し、 $m \approx 0.3$ で最大値をとって変化した。
- 3) 変形がかなり進行した段階での γ は変形初期のそれと大差なかった。また、粒界の種類が異なっても、実験範囲内では粒界すべり挙動に差がみられなかった。
- 4) 粒界すべりを動的に観察して粒界すべり応力の歪速度依存性 m_{gbs} を求めた結果、超塑性条件および超塑性を示さない条件のいずれの場合でも m_{gbs} は 1.0 に近い高い値をとることがわかった。このことは粒界すべり自体が高い m 値に直接貢献していることを示す。
- 5) 転位の運動を必要条件とし拡散過程に律速される粒界すべりを考えることで、本研究で得られた実験結果を矛盾なく説明できた。
- 6) 超塑性変形機構をもとに超塑性のクライテリオンについて検討したところ、 $m \geq 0.5$ が考えられた。このクライテリオンを満足する場合、全ての粒界で

粒界すべりが進行する。

参 考 文 献

- 1) M.F.Ashby and R.A.Verrall : Acta Met. **21**(1973), 149.
- 2) D.Lee : Met. Trans. **1**(1970), 309.
- 3) A.Ball and M.M.Hutchison : Met. Sci., J., **3**(1969), 1.
- 4) A.K.Mukherjee, Mater. Sci. Eng., **8**(1971), 83.
- 5) H.W.Hayden, S.Floreen and P.D.Goodell : Met. Trans. **3**(1972), 833.
- 6) R.C.Gifkins : Met. Trans. **7A**(1976), 1225.
- 7) C.E.Pearson : J. Inst. Metals, **54**(1934), 111.
- 8) S.Hori, N.Furushiro and S.Kawaguchi : " Proc. 19th. Jap. Congr. Mater. Research ", Soc. Mater. Sci. Jap. (1976), 1.
- 9) 松木賢司, 上埜安英, 山田正夫 : 日本金属学会誌, **38**(1974), 219.
- 10) D.Lee : Acta Met. **17**(1969), 1057.
- 11) R.H.Johnson : Met. Rev., **15**(1970), 115.
- 12) 堀 茂徳, 古城紀雄 : 日本金属学会々報 **14**(1975), 673.
- 13) R.L.Bell and T.G.Langdon : " Interfaces Conference "
Edited by R.C.Gifkins, Butterworths, 115(1969).
- 14) C.Crussard and J.Friedel : " Creep and Fracture of Metals at High Temperatures ", National Physical Laboratory, London, 243(1956).
- 15) F.R.N.Nabarro: Report of a Conference on Strength of Solids,
The Physical Society, London, 75(1948).
- 16) C.Herring : J. Appl. Phys. **21**(1950), 437.
- 17) R.L.Coble : J. Appl. Phys. **34**(1963), 1679.
- 18) 古城紀雄, 松浦範彰, 堀 茂徳 : 未発表
- 19) 平野敏幸, 山口正治, 三崎晴夫, 山根寿己 : 日本金属学会誌 **38**(1974), 385.

20) N.E.Paton and C.H.Hamilton : Met.Trans.A. **10A**(1979), 241.

21) S.Takeuchi and A.S.Argon: J.Mater.Sci. **11**(1976), 1542.

第8章 総 括

超塑性の金属成形への応用への関心は、近年益々高まりつつある。しかし、実用化への基礎研究は必ずしも十分ではない。そこで本研究では超塑性変形挙動におよぼす種々の金属組織学的因子の影響を調べるとともに、それらの因子が変形中に変化することおよびその後の変形に影響することの大きいことについて検討した。さらに、超塑性変形では粒界すべりの寄与が大きいことを種々の変形条件下で確かめた上で、この粒界すべりに関する応力と歪速度の関係を直接に調べて、超塑性の基本的特徴である変形応力の歪速度依存性が大きいことの原因は粒界すべり機構それ自体にあることを確かめた。これらの結果を基礎に新しい超塑性変形機構を提案した。

各章で得られた結果を箇条書にするとつぎのようである。

第1章では、本研究の意義と目的について述べた。

第2章では、組成の異なる Al-Cu 合金について超塑性変形中の組織変化を調べてつぎの結論を得た。

- 1) 铸造組織それ自体は超塑性を持たないが、共晶合金鑄塊を適当な変形条件下で引張ると高温変形中に铸造組織がこわされて、局所的に等軸粒の α , θ の二相混合組織に変化し、高い伸びを示した。また層状組織から等軸粒への変化に対応して m 値は約 0.2 から 0.6 に急増した。
- 2) 等軸粒の垂共晶および過共晶合金は高温低応力のもとで超塑性を示した。共晶組成の合金において最大伸びおよび m 値が現われた。
- 3) 超塑性変形中でも結晶粒成長が観察された。この粒成長は共晶組成の合金において最も少なかった。結晶粒は超塑性変形中に引張り方向にわずかに伸びた。この傾向は共晶組成よりはずれると著しくなり、変形温度が低くなると更に大となる。
- 4) 超塑性変形では変形初期に均一に分布した低密度の転位が導入された。この転位組織は変形が進んでも大きく変化することがなかった。変形条件が超塑性からはずれると、変形で導入される転位組織は不均一で高密度となった。

5) Al-Cu 合金の超塑性変形において粒界すべりの寄与が大であった。この粒界すべりが連続的に起こる際の空どう形成の抑制、結晶粒界での応力集中を緩和するなどを調整する機構が粒界すべりと同時に働いていると考えられた。

第3章では、等軸粒組織としたAl-33%Cu合金について引張温度および歪速度を種々を選んで超塑性変形中の転位密度について検討して、つぎの結論を得た。

- 1) 超塑性変形条件下で引張ったときの、変形による内部摩擦の増分 ΔQ^{-1} は、変形が進行してもほとんど変化しなかった。一方、超塑性でない条件で変形すると、試料の歪量とともに ΔQ^{-1} が増加した。
- 2) 変形応力の歪速度感受性指数 m は、 ΔQ^{-1} と負の相関を示した。
- 3) 低い m をとるような条件で変形した試料もしくは m が高い引張条件でも高歪まで変形した試料では、 ΔQ^{-1} に歪振幅依存性が検出された。この歪振幅依存内部摩擦をGranato-Lückeプロットして解析した結果、本実験範囲内で ΔQ^{-1} は転位密度とほぼ比例すると考え得ることがわかった。
- 4) ΔQ^{-1} の m および歪量依存性は、第2章で直接観察して得られた転位組織の m および歪量依存性とよく対応し、その妥当性を支持した。

第4章では、Ti-6%Al-4%V合金を用いて、超塑性変形中の組織および m 値の変化およびそれらの変化の伸びにおよぼす影響について検討して、つぎのように結論した。

- 1) 変形の進行に伴って m 値はおよそ三種の型で変化した。それらは、変形の進行とともに m 値が低下する型、変形初期に多少 m 値が増加し、ついでほとんど一定の m 値を示す型、およびかなりの変形まで m 値が上昇し、そののち低下する型である。
- 2) 変形中に α および β 相の結晶粒径は変化し、このうち α 相の粒径変化が変形中の m 値の変化と対応した。

- 3) 伸びの変形温度依存性は、50%よりは200%歪のとき、すなわち、変形の初期よりは後期に得られる m 値の温度依存性と同じ傾向をもった。
- 4) 超塑性挙動はある変形および組織条件で単一の m 値で表わすことができず、超塑性挙動を理解するためにはこれらの条件に加えて、変形中の組織因子の変化が考慮されねばならないと結論された。
- 5) 変形中の各試料に空どうは観察されなかった。ただし、破断試料の破断部の極く近傍には空どうが例外なく観察された。この場合の空どうは破断に伴う局所的な高歪、高歪速度の変形と関連して生成すると考えられた。

第5章では、単相組織でも大きい m 値が得られることについて検討するため、Ti-8%Mn合金を用いて、その高温変形挙動を調べた。結論は以下のようである。

- 1) ($\alpha + \beta$)二相領域の温度で変形すると大きな伸びが得られた。ここで引張温度の変化により伸びの値と m 値も対応して変化した。組織観察によってもこの変形は微細結晶粒超塑性によると認められる。
- 2) β 単相となる温度で引張ったときの m 値は0.4程度であって、粗粒試料で得られる値としては高い。これに対して、伸びは約130%であった。
- 3) 変形応力 σ を内部応力 σ_i と有効応力 σ_e の和であるとして、各引張温度での変形応力を解析した結果、 σ_e は σ_i より大きい歪速度依存性をもつことがわかった。二相温度領域では σ_i/σ は m 値と負の相関を示した。 β 単相の温度域では σ_i/σ は m 値と明確な相関はみられなかった。
- 4) β 単相をとる温度域で引張りの局部変形が進行するときの試験片形状の変化を調べた結果、変形初期からゲージ部の全体にわたり比較的均一な変形が進み、その後急激に局部変形が進行した。

第6章では、三種のAl-Cu合金を用い、広範囲な条件下での超塑性変形応力を解析した。得られた結論はつぎの通りである。

- 1) 超塑性変形中、変形応力 σ に占める内部応力 σ_i の割合 σ_i/σ はほぼ一定

値を保った。

- 2) 同一歪速度で比較すると、 σ_i/σ は合金成分によらず m 値と負の相関をもつことがわかった。この関係は同一試料で変形温度を変化した場合および異なる試料を同一変形温度で変形した場合でも見出された。
- 3) 有効応力 σ_e は大きな歪速度依存性をもち、本合金においても $T_i-8\% \text{ Mn}$ 合金の場合と同様に σ_e が超塑性変形応力の高い歪速度依存性に貢献していることがわかった。 σ_e をもたらす機構は粒界すべりと関連する可能性があると考えられた。
- 4) σ_i の歪速度依存性指数は約 0.2 程度と小さい。この値は転位クリープの歪速度の応力依存性指数の逆数として得られる値の範囲内にあった。 σ_i が変形中の転位組織によって生ずると考えることによって σ_i の歪速度および歪量依存性が矛盾なく説明できた。

第 7 章では、超塑性変形機構を検討するに不可欠と思われる超塑性変形中の粒内変形および粒界すべりについて詳細に検討し、これらを含めて本研究で得られた全ての実験結果をもとに、より普遍的な超塑性変形機構についても検討した。本章での結果はつぎのようにまとめられる。

- 1) 全歪に占める粒界すべりによる歪の割合 γ は、 m 値とともに増加した。ただし、 m 値が 1.0 に近い変形では $\gamma = 80\%$ 程度であった。一方、粒内変形が全歪に占める割合 δ は、 m 値の増加に伴って減少し、 m 値がおよそ 0.4 を越える変形では $\delta = 8\%$ の一定値をとった。
- 2) $\{1 - (\gamma + \delta)\}$ を δ_{nb} とすると δ_{nb} は粒界近傍の歪の全歪に対する割合を表わすことになる。 m 値が 1.0 に近い時の δ_{nb} は δ とほぼ等しく、一方、その他の変形条件では常に $\delta_{nb} > \delta$ であった。また δ_{nb} は m 値に対し、 $m = 0.3$ で最大値をとって変化した。
- 3) 変形がかなり進行した段階での γ は変形初期のそれと大差なかった。また粒界の種類が異なっても、実験範囲内では粒界すべり挙動に差がみられなかった。

- 4) 粒界すべりを動的に観察して粒界すべり応力の歪速度依存性 m_{gbs} を求めたところ、超塑性条件および超塑性でない条件のいずれの場合でも m_{gbs} は 1.0 に近い高い値をとることがわかった。このことは粒界すべり自体が高い m 値に直接寄与していることを示すと考えられた。
- 5) 転位の運動を必要条件とし拡散過程に律速される粒界すべりを考えることで、本研究で得られた実験結果を矛盾なく説明できた。
- 6) 超塑性変形機構をもとに超塑性のクライテリオンについて検討したところ、 $m \geq 0.5$ が考えられた。このクライテリオンを満足する場合、全ての粒界で粒界すべりが進行する。

以上、本研究の成果は超塑性変形の本質を明らかにしており、超塑性加工を実用するにあたっての有益な基礎的知見を与え、工学の発展に寄与するものと信ずる。

謝 辞

本研究の遂行ならびに本論文の作成にあたり、終始懇切な御指導と御鞭撻を賜りました大阪大学工学部教授 堀 茂徳先生に深く感謝し心より御礼申し上げます。

本論文の作成にあたり有益な御討論と御助言を賜りました大阪大学工学部教授 藤田廣志先生ならびに山根壽己先生、大阪大学溶接工学研究所教授 圓城敏男先生に謹んで感謝の意を表します。

さらに実験の計画、実行にあたり御指導御協力戴いた大阪大学工学部堀研究室の佐治重興先生、田井英男先生、北沢三茂氏、松野悟氏、藤谷渉氏ならびに在學生、卒業生の皆様に心より感謝致します。

また、筆者が学生の頃より、研究生活を通じ常に御激励を戴きました富山大学名誉教授、千葉工業大学教授 室町繁雄先生ならびに富山大学工学部教授 多々静夫先生に深く感謝申し上げます。

最後に、笹川嘉一郎氏をはじめ、筆者の研究生活を間接的に御激励戴いた方々に感謝申し上げます。

