

大阪府立大	東 健司	○魚谷明洋
	向井敏司	谷村眞治
東北大金研	井上明久	増本 健
Y K K 吉田工業	大寺克昌	

1. 緒言

最近、急冷凝固により作製したナノスケールの結晶質粉末を粉末冶金法を用いて固化成形させることで、高強度Al-Ni-Mm-Zr系合金が開発された。この合金系では急冷凝固によるアルミニウム母相の微細化と多量の金属間化合物の微細分散により、室温で引張強度 800 MPa 以上というアルミニウム合金としては他に類をみない高強度を示している [1]。しかしながらこの合金系は難加工性であることが実用化の大きな障害となっている。

一方、難加工性材料の加工法の一つとして、熱間での超塑性成形が注目されている。本合金系においても、温度 848~885K、ひずみ速度 $0.1 \sim 10 \text{ s}^{-1}$ の引張試験で、破断伸び値300%以上という高速超塑性を示すことが確認され [2-3]、さらに超塑性鍛造の可能性についての調査が行われている [4]。しかしながら超塑性特性を左右する重要な組織因子である結晶粒径の影響についてはほとんど研究されていない。そこで結晶粒径を変化させた場合の超塑性特性の変化について調査を行った。

2. 実験方法

供試材は Y K K 製の Al-14.8wt%Ni-6.6wt%Mm-2.3wt%Zr合金を使用した。ガスアトマイズ装置により作製した結晶質粉末を、粒子径約30 μm 以下に分級し、アルミニウムカプセルに充填後、真空ホットプレス装置により脱ガス圧粉した。その圧粉体を押し出し機により、外径12mmに押し出した。図1に結晶質粉末 (a) と押し出し材 (b) のTEM組織を、また表1に押し出し材の室温での機械的性質を示す。粉末は粒径約10nmの結晶組織、押し出し後の組織は粒径約100nmのアルミニウム母相とAl₃Ni等の金属間化合物の複合組織となっている。この押し出し棒材から長さ5mm、 ϕ 2.5mmの平行部を有する引張試験片を、引張り方向と押し出し方向が平行になるように作製した。その後、結晶粒径を変化させるための熱処理を行い、結晶粒径を0.82、1.08、1.39、1.99 μm の4種類に調整した。

表1 Al-14.8Ni-6.6Mm-2.3Zr合金の室温での機械的性質

0.2%耐力 (MPa)	引張強度 (MPa)	破断伸び値 (%)	ヤング率 (GPa)
823	892	4.9	96

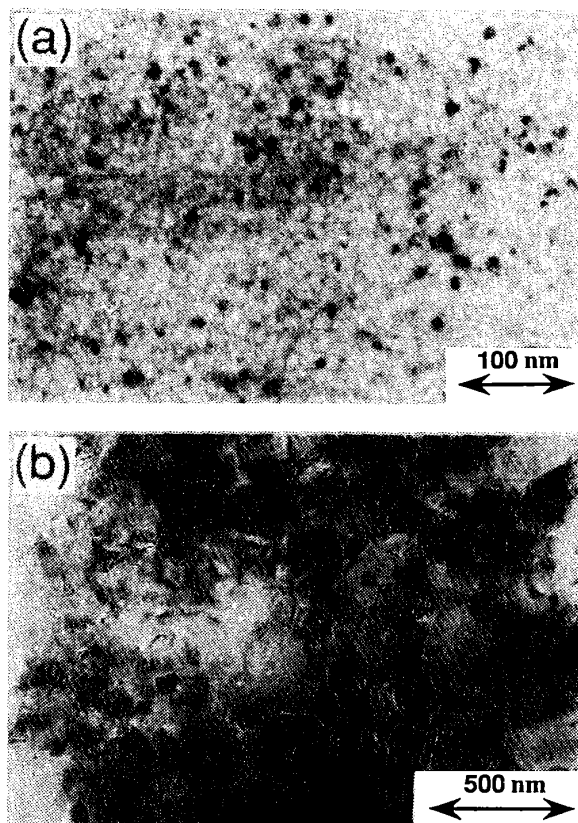


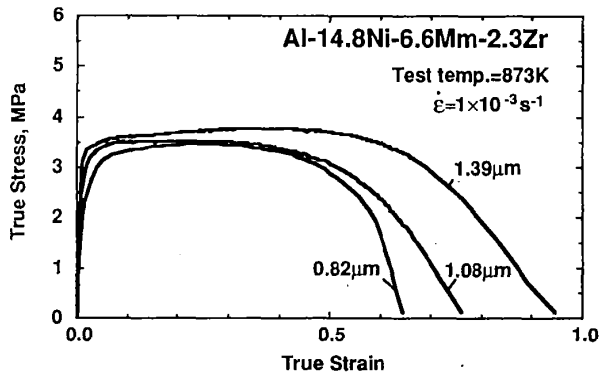
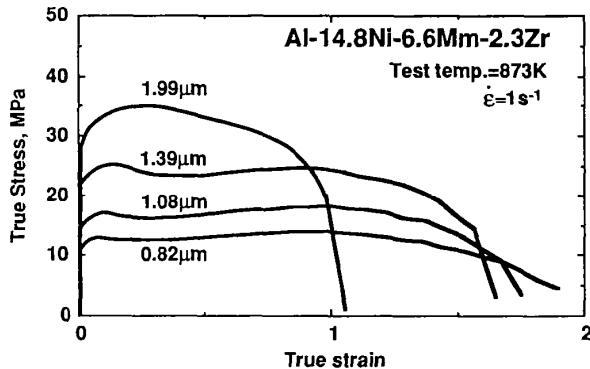
図1 Al-Ni-Mm-Zr合金のTEM組織
(a) 粉末 (b) 押し出し材

実験は、ひずみ速度が 1 s^{-1} 以下の場合には機械式インストロン型引張試験機を、ひずみ速度が 10 s^{-1} 以上の場合には油圧式引張試験機を使用して行った。試験条件は、温度873Kで一定とし、ひずみ速度 $10^{-4} \sim 100 \text{ s}^{-1}$ の範囲で、ひずみ速度一定の引張試験を実施した。

3. 実験結果

3. 1 応力-ひずみ曲線

図2と3に温度873K、ひずみ速度はそれぞれ 1×10^{-3} と 1 s^{-1} での真応力-真ひずみ曲線を示す。両図を比較することにより、ひずみ速度が大きいほど、応力が高くなっていることがわかる。ひずみ速度が $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ の場合は、結晶粒径による応力の差は微小である。一方、 1 s^{-1} の場合には、結晶粒径が小さいほど応力は低く、結晶粒径 0.82 μm のときの応力は 1.99 μm のときの応力の約半分以下となっている。破断ひずみは、ひずみ速度 1 s^{-1}

図2 応力-ひずみ曲線 ($\dot{\epsilon}=1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$)図3 応力-ひずみ曲線 ($\dot{\epsilon}=1 \text{ s}^{-1}$)

では結晶粒径が小さな方がより大きく、逆にひずみ速度が $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ では結晶粒径が大きな方が大きくなっている。

3. 2 応力と破断伸び値のひずみ速度依存性

図4に温度873Kでの結晶粒径別の、変形応力と破断伸び値に及ぼすひずみ速度の影響を示す。一般に、一定温度のもとでの応力とひずみ速度の関係は $\sigma = k\dot{\epsilon}^m$ の式で表される。ここで σ は応力、 k は材料定数、 $\dot{\epsilon}$ はひずみ速度、 m はひずみ速度感受性指数である。 m 値は図4(上)のような応力-ひずみ速度線図の傾き ($d \ln \sigma / d \ln \dot{\epsilon}$) に相当し、一般に $m \geq 0.3$ で超塑性が発現するとされている。

本合金の変形応力とひずみ速度の関係(図4上)は、超塑性材料で観察されるS字状となり、その中間ひずみ速度域で大きなひずみ速度感受性指数 m 値を示している。結晶粒径の影響については、結晶粒径が小さいほど、高い m 値を示す中間ひずみ速度域はより高いひずみ速度に移行している。ひずみ速度が $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ 以下では、結晶粒径による変形応力の差はほとんど見受けられない。また、ひずみ速度が 100 s^{-1} の場合、結晶粒径が $0.82 \mu\text{m}$ のときの応力は $1.99 \mu\text{m}$ のときの応力よりわずかに大きくなっている。こ

れはひずみ速度が 100 s^{-1} 以上では、主変形機構が粒界すべりから粒内の転位のすべり運動に遷移するためと考えられる。

最大破断伸び値が得られるひずみ速度(図4下)は、結晶粒径の減少にともない高くなっている。これは、結晶粒径の減少にともない、大きな m 値が得られるひずみ速度域が高いひずみ速度に移行することと一致する。また、最大破断伸び値は結晶粒径が小さいほど大きな値となっている。ひずみ速度が $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ 以下では応力と同様に、結晶粒径ごとの破断伸び値の差は漸近する傾向が認められる。

3. 3 超塑性特性に及ぼす結晶粒径の影響

温度873K、ひずみ速度 $1 \times 10^{-2} \sim 10 \text{ s}^{-1}$ の範囲では、0.3以上の大きな m 値が得られている。これより、この温度、ひずみ速度条件での主変形機構は粒界すべりであることが予想される。

粒界すべりが主変形機構である超塑性領域での変形の理論的、経験的な構成式は、一般に以下の式であらわすことができる。[5]

$$\dot{\epsilon} = K \left(\frac{b}{d} \right)^p \left(\frac{\sigma}{G} \right)^n D_0 \exp \left(- \frac{Q}{RT} \right) \quad (1)$$

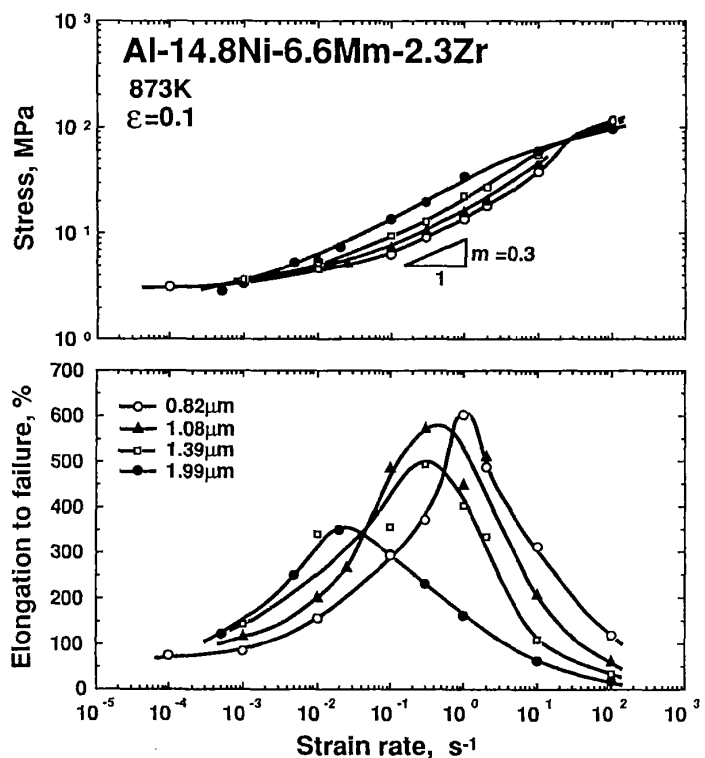


図4 変形応力および破断伸び値とひずみ速度の関係

ここで、

$\dot{\epsilon}$: ひずみ速度 K : 材料定数

b : バーガーズベクトル d : 結晶粒径

p : 粒径指数 σ : 応力 G : 剛性率

n : 応力指数 D_0 : 振動数因子

Q : 活性化エネルギー R : ガス定数 T : 温度

である。

超塑性変形領域で温度と変形応力がある一定値をとる場合、ひずみ速度と結晶粒径の逆数の両対数プロットの傾きが粒径指数 p に相当することが (1) 式から導くことができる。

粒径指数は、試験温度を873Kに固定して、熱処理により結晶粒径を変化させた試験片を用いた実験結果より決定する。図4に873Kでの結晶粒径ごとの応力-ひずみ速度線図を示した。その超塑性変形領域である、応力10~20MPaの範囲でのひずみ速度を各粒径ごとに求めた。そのひずみ速度と粒径の逆数の関係を両対数プロットしたものを図5に示す。応力10MPaの場合は $p=2.5$ 、20MPaの場合は $p=2.7$ となった。理論的には $p=2$ では粒内拡散が、 $p=3$ の場合は粒界拡散が変形を支配するとされている [6]。本研究の結果は、ちょうどその中間付近の値となっている。本合金の超塑性変形を支配する拡散機構を特定するにはさらに詳細な検討が必要であるが、多くの超塑性材料で得られている $p=2\sim3$ の範囲内の値を取ることで、粒界拡散か粒内拡散が支配機構となっていることが考えられる。

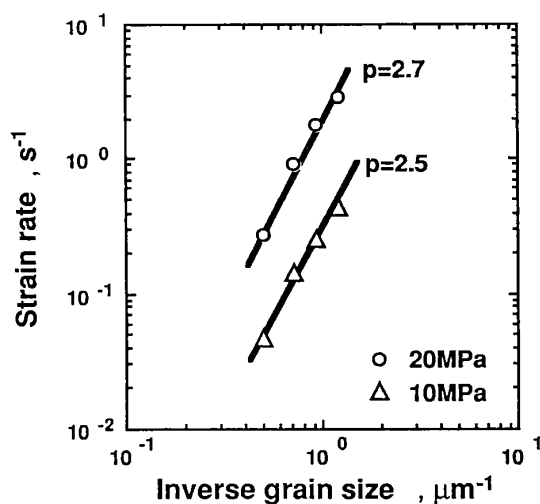


図5 ひずみ速度と結晶粒径の逆数の関係

4・まとめ

以上の調査結果をまとめると、

(1) 結晶粒径が微細なほど、より高いひずみ速度で超塑性を示す傾向が現れた。

(2) 結晶粒径が微細なほど、最大破断伸び値は大きななった。

(3) 超塑性領域での、ひずみ速度の結晶粒径依存性を求めた結果、本合金の超塑性変形の支配的な拡散機構について特定することはできなかったが、多くの超塑性材料のように、ひずみ速度は結晶粒径の逆数の2~3乗に比例することが確認された。

(参考文献)

- [1] H. Nagahama, K. Ohtera, K. Higashi, A. Inoue and T. Masumoto: Phil. Mag., (1993), in press.
- [2] K. Higashi, T. Mukai, S. Tanimura, A. Inoue, T. Masumoto, K. Kita, K. Ohtera and J. Nagahora: Scripta. Met., 26 (1992) 191.
- [3] 東、魚谷、大寺、井上、増本：軽金属学会第84回 春期大会概要集(1993).
- [4] K. Taketani, K. Ohtera, T. Uehara, K. Higashi, A. Inoue and T. Masumoto: J. Mater. Sci., Submitted.
- [5] A. K. Mukerjee, J. E. Bird, and J. E. Dorn: Trans. ASM, 62 (1969), 155.
- [6] O. D. Sherby: ISIJ International, 29-8 (1989), 698.