

UDC 539.374:669.55'71  
620.186.4:620.187.3

## 内部標識を用いた超塑性変形機構の解析

Analysis on the Mechanism of Superplastic Deformation Using Internal Marker

安島辰郎\*・小林保夫\*・石田洋一\*・加藤正夫\*

Tatsuro AJIMA・Yasuo KOBAYASHI・Yoiichi ISHIDA and Masao KATO

## 1. 緒言

超塑性現象は、通常の金属材料には見られない大きさの伸びを与える現象であるが、この変形機構はいまだ解明されてはおらず、伸びが粒界における結晶粒相互のすべりや、原子拡散を伴った諸現象によって引き起こされているのか、あるいは通常の高温度変形と同じように結晶粒内の転位活動によって起こっているのかというような基本的な事実についても、いまだに意見の一致をみていない<sup>1)</sup>。

そこで本実験では代表的な細粒超塑性材であるZn-A1共析合金に熱処理を加え $\alpha$ 相(A1相)中に微細な $\alpha'$ 相を析出させた試料を超高圧電顕内で加熱引張りし超塑性変形の過程を連続的に観察し、 $\alpha$ 相中の格子転位の活動の有無及び粒内変形がどの程度起きているかを調べた。これと平行して超塑性変形を中断した試料を薄膜にして透過電顕観察を行い、連続観察の結果と比較する一方、粒の形状や $\alpha, \beta$ 粒の配置を統計的に調べ、超塑性変形に両相のちがいが影響しているかどうかを検討した。

## 2. 試料及び実験方法

純度99.99%のZnおよびA1から78wt%Znの共析合金を铸造し、350°Cで1日間均熱処理を行った後、0.5mmまで熱間で圧延して試験片の形状に加工した。これを370°Cで1時間焼鈍し氷水中に焼き入れ、室温に放置することにより、粒径が0.5 $\mu$ 程度の微細な $\alpha$ 相(A1相)と $\beta$ 相(Zn相)の二相に分かれた組織を得た。これをさらに250°Cで2日間時効することにより $\alpha$ 相中に微細な $\alpha'$ 相を析出させた<sup>2)</sup>。連続観察には日立HU-500超高圧電顕及び附属の加熱引張りステージを使用した<sup>3)</sup>。試験片は厚さ50 $\mu$ 程度で中央部にジェット研磨で穴をあけた2mm×5mm程度の短冊形に切断したもので、観察は穴の周囲で厚み方向に結晶粒が重なっている場所で行った。一方バルク試験片の変形には恒温槽のついたインストロン試験機を使用し、歪速度の範囲は $2 \times 10^{-2} \text{ min}^{-1}$ から $4 \text{ min}^{-1}$ まで温度は150°Cで行った。応力の歪速度依存性は途中で歪速度

\*東京大学生産技術研究所 第4部

を変えずに行ったもので、歪みによる組織変化を無視している。引張り試験後は1分程度で試料を取りはずし、ただちに水中に焼き入れ、変形後の組織変化を観察した。インストロン用の引張り試験片の形状は厚み0.5mm、巾12mm、平行部23mmの板状である。

## 3. 実験結果

## (1) 超塑性変形領域

図1に150°Cにおける歪量が10%、20%、40%での変形応力の歪速度依存性を示す。m値(応力の歪速度に対する指数)は低歪速度側で0.4、高歪速度側では0.25を示し、それぞれ超塑性状態及び転位クリープのm値として妥当な値である<sup>4)</sup>。写真1に(a)変形前(b)低歪速度側で変形後、(c)高歪速度側で変形後の組織を示す。低歪速度側では転位密度は非常に低く結晶粒の形も等方的に保たれているのに対して、高歪速度側においては、セル構造を含む高密度の転位及び応力方向への結晶粒の伸びが観察された。

m値が0.4から0.25へ変化する点は歪量が増加するにつれて、しだいに低歪速度側へと移った。すなわち超塑性領域で転位クリープ領域に近いところでは最初は超塑性の変形応力で変形しても歪量が増加すると、しだいに転位クリープによる変形へと移っていった。これは超塑性領域においても高歪速度側では、変形初期に導入された転位が増殖でき、後述するように粒径

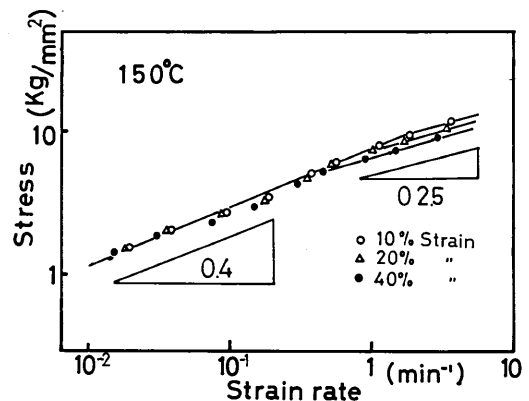
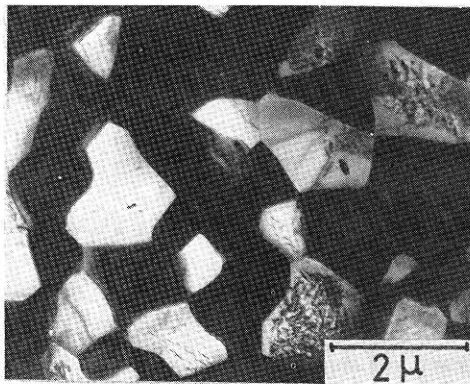
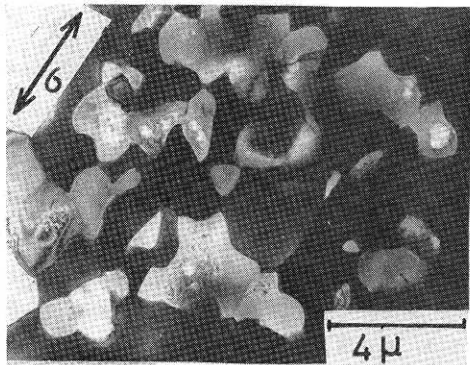


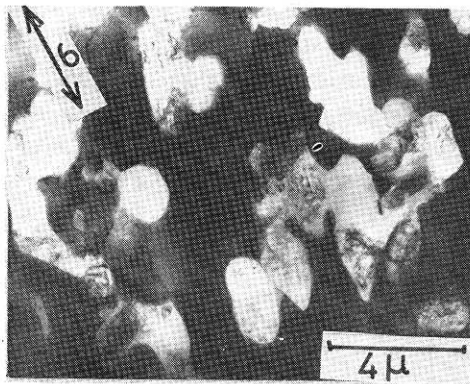
図1 変形応力の歪速度依存性



(a)



(b)



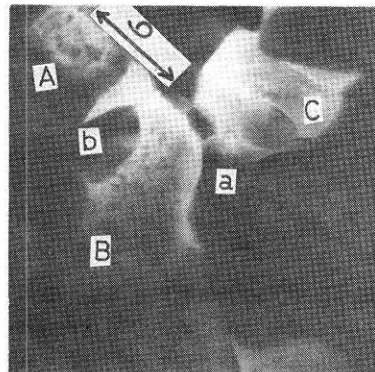
(c)

写真1 (a) 変形前  
(b) 歪量200% 歪速度 $4.1 \times 10^{-2} \text{min}^{-1}$   
(c) 歪量350% 歪速度 $4.1 \text{min}^{-1}$

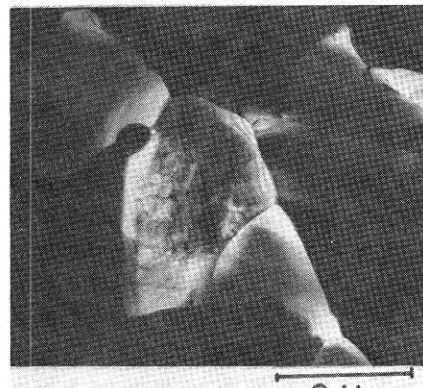
も大きくなるので、転位クリープのほうが大きな変形速度を与えるようになるためと考えられる。

(2) 超塑性変形組織の電顕内連続観察

透過電顕内で材料薄膜を加熱引張り、変形を連続観察した薄膜材料における伸びは末期ではβ粒の成長による伸びであり、β粒は数百%以上も伸びがホイスキー状にな



5分後



39分後

写真2 電顕内連続観察例

る<sup>3)</sup>。しかし変形の初期で、ある程度厚み方向への結晶粒の重なりが残っている場所では、単なるβ粒の伸びだけではなく、α、β粒が配列を変えることによる伸びが見られた。写真2に結果の一例を示す。白く見えているのがα相、黒く見えるのがβ相で、温度は約200°Cである。3個のα粒A、B、CにおいてBC間のα-α粒界にZnが入り込みB粒C粒は離れていき新しいβ-β粒界ができる。またA粒B粒の間のβ粒はしだいに

後退していく。さらにaの場所でZnが入り込むときの $\alpha - \beta$ 異相境界の形が $\alpha$ 側が凸であるのに対してbのZnが後退している場所の $\alpha - \beta$ 境界の形は $\beta$ 側が凸になっている。変形中転位の動きは活発ではなく写真中のB粒の粒形の変化は析出物を標識にした測定によると、B粒内の変形によるものではなく、C粒側の異相境界における粒界移動あるいは粒界すべりによるものである。

(3) バルク試料の超塑性変形組織

薄膜材料の連続観察でみられた変形様式が厚い材料の内部で実際に起こっている現象であるかどうかをたしかめるために、インストロン試験機で超塑性変形を与えた後の組織を透過電顕で観察した。写真1に示した変形前の組織(a)と200%変形後の組織(b)を比較すると粒界の形状は変形前は直線状であるのに対して、超塑性変形後の異相境界は曲線状となっており、 $\alpha$ 側が凸及び $\beta$ 側が凸な両方の場合がある。 $\alpha - \alpha - \beta$ 粒界三重点近傍において、この二つの場合につき応力軸に対する $\beta$ 粒の角度を測定して分布を求めたのが図2である。その結果 $\beta$ 側が凸な場合は応力方向に分布し、 $\alpha$ 側が凸な場合は応力に直角方向に分布している。この二つの張り出し方はそれぞれ連続観察において前に述べたように $\beta$ 粒が $\alpha - \alpha$ 粒界に入り込んでいく際には $\alpha$ 側が凸、 $\beta$ 粒が後退していく際には $\beta$ 側が凸になることと対応しており、このような変形が厚い材料の内部でも生じていることを示している。また結晶粒の配

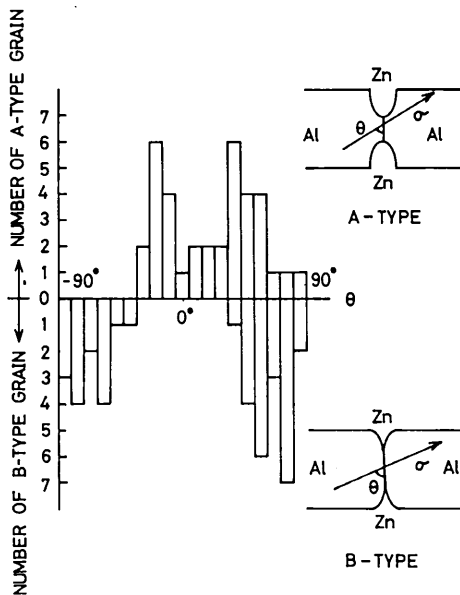


図2  $\alpha - \alpha - \beta$ 粒界三重点近傍における $\beta$ 粒のタイプと引張方向

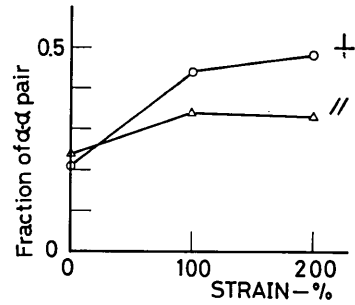


図3 応力方向に直角( $\perp$ )あるいは平行( $//$ )な方向に $\alpha$ 粒が並ぶ割合

列変化の際に $\alpha$ 相と $\beta$ 相が同等ではなく、 $\beta$ 相の拡散の方が速いことがこの二つの粒界の形の差をもたらしているものと考えられる。分布のピークが応力方向あるいは応力に直角方向からずれた位置にあることは、この粒の配置転換が拡散のみでなく、粒界すべりも同時に働くような位置関係にある時最も配置転換を起しやすいことを示していると思われる。

変形前の組織はこの組織が本来均質組成から分解してできた組織であるため、 $\alpha$ 粒、 $\beta$ 粒が隣り合った異相境界の多い組織となっている。これに対して超塑性変形後の組織では $\alpha$ 粒どうし、 $\beta$ 粒どうしが応力方向に直角に並ぶ傾向がみられる。これを統計的に調べたのが図3で、 $\alpha$ 、 $\beta$ 粒が隣り合っている配列が歪量とともに応力軸に直角方向に並んだ配列——図中の( $\perp$ )——に変化していくことを示しており、超塑性変形中にはバルク内でも薄膜を用いた連続観察における結果に示したような結晶粒の配列変化による伸びが起こっており、それが $\alpha$ 、 $\beta$ 粒のちがいを反映して同等でないことを示している。

$\alpha$ 粒中の析出物は個々の粒で析出のない領域が増えてはいるものの、ほとんどの粒で残っており、それが中心部に多く片寄っていることから、拡散が粒全体で起こっているのではなく、粒界を通る拡散が支配していることを示している。析出物のない領域は応力方向に対して特定な方向に偏らないことから拡散による物質の流れがNabarro-Herring<sup>5)</sup>やAshbyモデル<sup>6)</sup>で示されるような対称性の良いものではなく粒回転を伴った複雑なものであることを示している。

4. 結 論

Zn-Al共析合金における超塑性変形が結晶粒内での変形ではなく、粒界における拡散あるいはすべり等によって結晶粒が相互の位置関係を変えることにより、

表2 一定の設定電流実効値(80%)で通電時間を変化させて焼結した場合のチタン抵抗焼結体の諸性質

Resistance sintering time (sec)	Power input (KVAC)	Density ratio (% of theoretical)	Tensile strength (kg/mm <sup>2</sup> )	Elongation (%)
0.8	1,250	97.3	42.5	31.3
1.6	3,060	98.0	48.0	31.0
2.4	4,470	98.0	47.4	26.0
2.54	4,730	98.9	48.1	23.0

ぐ方法の一つは、高速度加熱すなわち大電流を通電させることである。できるだけ2次電流を大きくするため抵抗焼結機の設定電流実効値80%で焼結を行った場合の、通電入力とチタン抵抗焼結体の機械的性質の関係を、表2に示す。表2から明らかのように、通電時間0.8秒の場合には、通電入力1,250KVACとなり、優れた機械的性質が得られているが、この入力値は融点(固体)に達するのに必要な入力値1,257~1,678KVAC(図2)の見積りよりも低い。この場合、チタ

ン抵抗焼結体の温度は少なくとも $\alpha$ - $\beta$ 変態点(882°C)を越えていることは金属組織の面から確認でき、さらに粉末粒子表面等で部分的には溶融を示している個所もあるから、焼結体の平均温度は1,200°C程度に達したものと推定できる。その場合の必要入力量は、図2から800~1,200KVACであるから、熱効率は800/1,250~1,200/1,250である。すなわち、抵抗焼結法がきわめて熱効率の高いプロセスであることが確認できる。

つぎに、15gのチタン部品の抵抗焼結に要する電気代を試算してみる。入力量を電力に換算すると1,250~4,730KVAC(力率49%)=3.41~12.89 $\times 10^{-3}$ KWhとなり、1KWh当り8円と見積っても、15gの焼結部品を製造するのに要する電気代は3~10銭である。このことから、抵抗焼結法は電力節約的、省エネルギー的な技術であるといえる。(1976年3月24日受理)

## 参考文献

- 1) 原, 明智, 藤森, 吉沢: 生産研究, 27 (1975), 198.
- 2) 金属学会編: 金属データブック, 丸善 (1974), 34.

(41ページよりつづく)

変形が進んでいく現象であることが示された。興味深いのはこのようにして変形が進んでいくに従って、 $\alpha$ - $\beta$ 結晶粒の配列はむしろ規則的になり、しだいに変形を起こしにくい配列へと変っていくことである。つまり二相細粒合金の超塑性変形は本質的に非正常なものであることが示された。(1976年4月15日受理)

## 参考文献

- 1) A. Ball, and M. M. Hutchison: Metal Science J. (1963) 3. 1  
D. Lee : Acta Met (1969) 17. 1057  
K. N. Melton, and J. w. Edington: Metal Science J.

(1973) 7. 172

R. B. Nicholson: Proc. Berkeley International Materials Symp. Ed. by G. Thomas (1971), 689

- 2) G. J. C. Carpenter, and R. G. Garwood: Metal Science J. (1967) 1. 202
- 3) 鈴木邦夫 石田洋一 市原正樹: 日本金属学会誌 (1974) 38. 920
- 4) F. A. Mohamed and T. G. Langdon: Acta Met. (1975) 23. 117  
M. L. Vaidya, K. Linga Murty and J. E. Dorn: Acta Met. (1973) 21. 1615
- 5) C. Herring: J. Appl. Phys (1950) 21. 437
- 6) F. W. Grossman and M. F. Ashby: Acta Met. (1975) 23. 425