

# 亜鉛アルミニウム共析合金の高温引張りに際する ヒゲ結晶の生長

Whisker Growth during Superplastic Straining of Zn-Al Eutectoid Alloy

鈴木邦夫\*・石田洋一\*\*・市原正樹\*

Kunio SUZUKI, Yoichi ISHIDA and Masaki ICHIHARA

## 1. はじめに

亜鉛アルミニウム共析合金は細粒性超塑性合金の典型的なものとして知られ、超塑性変形機構の解析によく用いられている<sup>1-10)</sup>。とくに組織解析に向いていて、透過電顕による静的、動的な観察がおこなわれている<sup>5-10)</sup>。この一例として Fike と Rack<sup>6)</sup> はこの合金薄片を超塑性条件で引張変形させると亜鉛粒が“超塑性的”に伸びることを報告している。この現象は超塑性の原因を粒界塑性に求める一般解釈<sup>9,11)</sup> に反する性格のもので、結晶変形になんらかの特異性があるとする小数説<sup>7,8)</sup> を支持するかにみえる。この異常な伸び現象の正体を明らかにすることは超塑性機構を理解する手がかりとして欠かせないと考えられる。そこで、著者の1人が開発した高温引張装置を用い透過電顕で動的観察し調べたのがこの報告である。

## 2. 試料および実験方法

試料は Zn-22 重量% Al 合金、厚さ 0.1 mm の薄板を 370°C × 1 hr. で焼鈍し単相状態にしてから氷水中に

焼入れた。組織は粒径約 0.3 μ のアルミニウム粒と亜鉛粒の混晶で形状には異方性がない。これを -60°C のアルコール 25% 過塩素酸液噴流で電解研磨し直径 0.5 ~ 0.1 mm の穴を得、これを含む 5 mm × 1.5 mm の試料を加熱引張装置にセットした。試料温度を一定に保つため、まず 170°C で飽和する直流電流で炉を予熱し 15 分放置したのち、200 ~ 270°C の温度を与える電流値にして 5 分間放置し、それから引張実験を開始した。引張速度 100 Å/sec 以下の場合には静止写真で、それ以上の場合にはビデオテープで変形挙動を記録した。

## 3. 実験結果

試料薄膜は 200 ~ 270°C、引張速度約 1 μ/min で変形するとき大きな伸びを示す結晶粒がみられた。共析変態温度 (275°C) 以上では試料はアルミニウム薄片の高温引張りと同様の伸びの少ない引きちぎれ破断を示した。一方、これより低温あるいは引張速度の高い場合は粒界破断が生じ結晶の伸びは非常に小さかった。伸びは大きくても変形はやはり局所的であった。このため伸びている結晶粒の変形速度は 1 min<sup>-1</sup> 程度の大きさである。これ

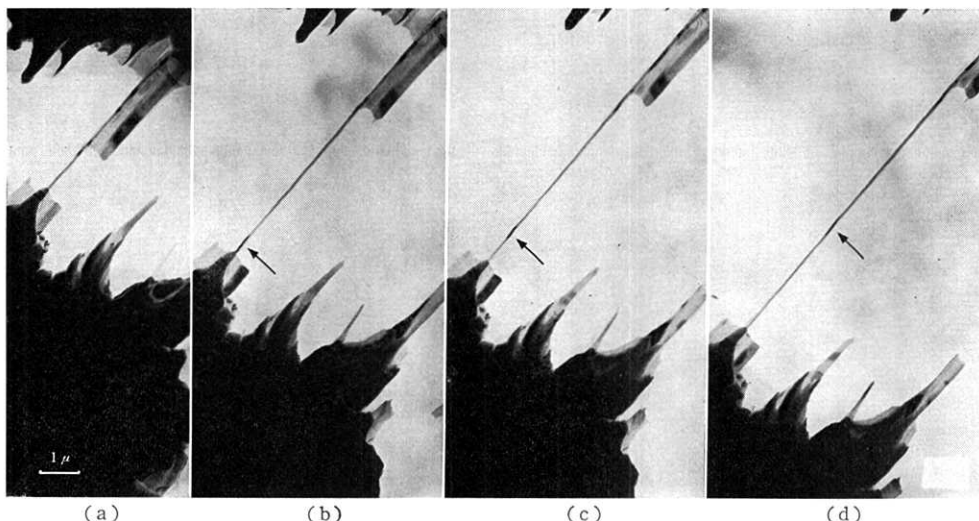


写真 1 超塑性変形に際する亜鉛ヒゲ結晶の生長。右下端で生長していることが矢印部分の移動からわかる。それぞれ (a) より (b) 8.7 分, (c) 11.5 分, (d) 14.3 分, (e) 21.8 分後に撮影した写真である。

\* 東京大学物性研究所 \*\* 東京大学生産技術研究所 第 4 部

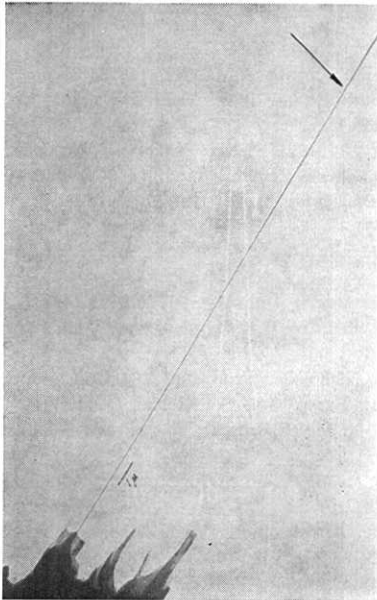


写真 1 (e)

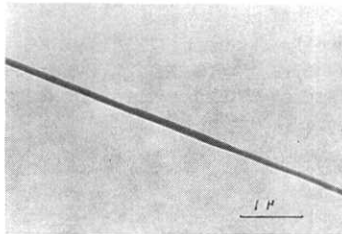


写真 2 引張速度を急変したことによるヒゲの太さの変化中央部が太くなっている。

はこの合金で超塑性変形が生ずる温度、変形速度条件の範囲内にあることはいうまでもない。

電子線回折で調べたところ伸びている結晶粒はすべて亜鉛粒でアルミ粒は伸びた亜鉛粒にかこまれるかたちとなりアルミ-亜鉛境界は亜鉛側で凹になる傾向を示した。亜鉛粒はその多くが板状に伸び (0001)  $\langle 11\bar{2}0 \rangle$  なる方位のものが一般的であった。これら亜鉛粒は通常伸び数百%で切断してしまうが小数のとくにヒゲ状のもの (太さ 0.1~0.01  $\mu\text{m}$ ) は写真 1 で示すように伸びつづけて長さ数十ミクロンにおよぶものがみられた。ヒゲ状結晶はその方位が板状のものと異なり、生成の最適条件も異なる。板状のものが生長し易い共析点直下の温度でゆっくり引張るとヒゲ状結晶はむしろ生成しない。

このヒゲ結晶の生長を連続観察したのが写真 1 (a, b, c, d, e) である。ヒゲ結晶は通常テーパーがついており細い側の粒界三重線で生長している。転位の活動はほとんどみられない。250°C の生長速度は平均 50  $\text{\AA}/\text{sec}$ . 程度であった。ヒゲの太さは写真にみられるように次第に細くなる傾向を示したが、引張速度を下げてやると逆に太くなった。(写真 2, 中央部)

#### 4. 考 察

超塑性変形の基本的特徴のひとつは引張変形量が大きくても結晶粒形にほとんど異方性がみられないことである。だから、本実験でみられた亜鉛粒の異常な伸び現象はバルク現象ではなく、薄片試料の引張変形に特有の現象であることはいうまでもない。しかし変形に伴いアルミ-亜鉛異相境界が亜鉛側からみて凹になること<sup>7,9)</sup>、伸びた亜鉛粒が (0001)  $\langle 11\bar{2}0 \rangle$  なる方位をもつようになること<sup>12,13)</sup>、等の事実は超塑性変形でも観察されている特異な現象であり薄膜効果に充分注意を払えば、本実験の観察結果から超塑性変形の機構を推論することが可能と考えられる。一方超塑性変形した試料の表面にはしばしば縞状の模様のみられ<sup>14,15)</sup>、表面酸化被膜の割れによるもの<sup>15)</sup>というような解釈がされてきたが、結晶表面における引張変形は薄片試料のそれに近い応力条件にあるので本実験にみられた大きな伸び変形が生じて縞模様を生じている可能性もある。動的電顕観察におけるもうひとつの問題点は電子線照射の影響であるが、電顕観察せずに引張変形させた組織と比較して変化が認められなかった。

ヒゲ結晶の生成は決して頻度のたかいものではない。とくに高温低引張速度の場合、亜鉛粒はいずれもよく伸びるのでヒゲ結晶は、はじめは目立たず、板状の亜鉛粒が破断した後に気付く場合が多い。これは、ヒゲ結晶の生長が特別な条件の場合に限られていることを示すと考えられる。生長端が常に粒界三重線を含んでいることは粒界拡散が必要条件であることを示すように思われる。ヒゲ結晶の生長速度は 250°C では平均 50  $\text{\AA}/\text{sec}$  程度で、この速度はこの合金を 250°C で焼鈍する際にときおり見られる不連続な異相境界移動速度<sup>16)</sup> ( $\sim 15 \text{\AA}/\text{sec}$ ) と同程度である。異相境界の移動は長範囲の原子拡散を必要とするものだから、駆動力こそ異なるが両現象はいずれも粒界拡散で生じていると思われる。粒界拡散による現象としてはほかに Butler ら<sup>17)</sup>がこの温度範囲で  $\alpha'$  相の粒界に生ずる粒界反応析出速度を超高圧電顕で測定しており平均 80  $\text{\AA}/\text{sec}$  という値を得ている。粒界の種類こそ異なるけれども、ここでも同程度の速度が得られたことはヒゲ結晶の生長が急速な粒界拡散により生じていることを示すと考えられる。

本合金で粒界拡散効果が著しいのは粒径が小さいことが主因であろうが、粒界構造の効果も考えられる。超塑性現象の最も著しいのは共析変態点付近であり、ここではアルミ相 ( $\alpha$ )、亜鉛相 ( $\beta$ ) の他に高温相である  $\alpha'$  相もエネルギー的にあまり差がなく、このため粒界構造に自由度が増え、粒界が厚くなったような効果をも

研究速報  
 たらしていると考えられるからである。電顕的にも 200°C 以上で粒界像にボケがみられ粒界になんらかの変化が生じていることは明らかである。

5. 結 論

(1) 高温引張変形によって生成した亜鉛ヒゲ結晶は引き伸ばされたのではなく一端の粒界で生長したものである。

(2) このような生長が観察されたのは変形に際し粒界拡散による亜鉛の供給が充分おこなわれたことが原因と考えられる。超塑性現象とヒゲ結晶生長とはどちらも充分な粒界拡散がもたらした現象であることが結論される。

(3) 本合金にみられた著しい粒界拡散の原因は細粒という幾何学的な理由以外に共析点に近いために生ずる粒界構造の変化も考えられる。もし、そうなら本合金の超塑性は変態性超塑性とも無縁でない。

最後に試料を提供した昭和電工株式会社, 長谷川隆氏に感謝する。  
 (1973年8月30日受理)

参 考 文 献

- 1) P. Chaudhari: Acta Met. 15, (1967) 1777.
- 2) D. Holt: Trans. AIME 242, (1968) 25.
- 3) K. Nuttall and R.B. Nicholson: Phil. Mag. 17, (1968) 1087.
- 4) R.H. Johnson, C.M. Packer, L. Anderson and O.D. Sherby: Phil. Mag. 18, (1968) 1309.
- 5) A. Ball and M.M. Hutchison: Met. Sci. J. 3 (1969) 1.
- 6) K.D. Fike and H.J. Pack: Trans. ASM 62, (1969) 537.
- 7) T.H. Alden: Acta Met. 17, (1969) 1435.
- 8) E.V. Lee and E.E. Underwood: Met. Trans. 1, (1970) 1399.
- 9) R.B. Nicholson: Proc. Berkeley International Materials Symp. Ed., G. Thomas (1971) 689.
- 10) M. Henderson-Brown: Metals and Materials 6, (1972) 378.
- 11) M.F. Ashby and R.A. Vorrall: Acta Met. 21, (1973) 149.
- 12) C.M. Packer, R.H. Johnson and O.D. Sherby: Trans. AIME 242, (1968) 2485.
- 13) H. Naziri and R. Pearce: J. Inst. Met. 98, (1970) 71.
- 14) W.A. Backofen, G.S. Murty and S.W. Zehr: Trans. AIME 242, (1968) 329.
- 15) D. Lee: Met. Trans. 1, (1970) 309.
- 16) 小林, 石田, 加藤: 生産研究, 24, (1972) 528.
- 17) E.P. Butler, V. Ramaswamy and P.R. Swann: Acta Met. 21, (1973) 517.

次 号 予 告 (12月号)

研究解説	所内廃棄物関係について.....	早野茂夫
	アセナフテンとその周辺.....	後藤信行 李章鶴
研究速報	炭酸ガスによる軟鋼の酸化.....	細井祥子 本間禎一
	熱刺激電流による MNOS メモリーデバイスのトラップ準位の測定.....	勝部昭明 安生芳俊
	準対応粒界の構造と粒界転位.....	石田洋一
	多重後方散乱ガンマ線によるカーボン煉瓦厚さの測定 第1報.....	加藤正夫 佐藤乙秀 斉藤秀雄
	ねじれ振動子型レオメータによるメチルセルロース希薄水溶液の動的粘弾性.....	甘利武司 中村亦夫
	AN EXPERIMENT OF TWO DIMENSIONAL MONOLITHIC CRYSTAL FILTERS.....	尾上守夫 エル・スパンフ
	HOLOGRAPHIC OPTICAL SECTIONING INFORMATION REDUCTION OF THREE DIMENSIONAL IMAGE.....	藤井陽一郎 松原俊一郎
	A STUDY ON FLOW STRESS OF METAL IN SOLID-LIQUID'S COEXISTING STATE.....	福岡新五郎 木内学
	CHROMATOGRAPHIC MOMENTS FOR PACKED BEDS OF BI-DISPERSED ADSORBENTS.....	茅原一之 河添邦太 鈴木基之
研究室紹介	高羽研究室.....	高羽禎雄