

Zn-22% Al 超塑性合金焼鈍時における異相境界の挙動

Migration Characteristics of Interphase Boundary in Zn-22% Al Superplastic Alloy

小 林 保 夫*・石 田 洋 一**・加 藤 正 夫**

Yasuo KOBAYASHI, Yoichi ISHIDA and Masao KATO

1. ま え が き

超塑性合金は高温引張試験,あるいはクリープ試験をおこなったとき, 100~2000% の伸びを示し, 変形応力も小さい。プラスチックなどではあたりまえなこの現象は金属では得がたい特性である。この現象が発見されたのは古く, すでに 1934 年, C. E. Pearson¹⁾ の報告がある。しかし, その工業的価値が注目されたのは最近で, 超塑性合金の開発が積極的に進められる一方, その機構に関する研究も盛んに発表されるようになった。

超塑性合金は現象的にわけて, 微細粒超塑性と変態超塑性のふたつがあり, 機構は異なるものと一般に考えられている。ここでとりあげた Zn-22% Al 合金は前者であるが, この機構として, 拡散クリープ²⁾, 粒界相互のすべり³⁾, 変形した結晶粒の早い動的回復⁴⁾ など数多くの説が提出されている。これらはいずれも実験的裏付けがまだ充分でなく, 格子転位の細粒中の運動が歪に貢献しているかどうかというような基本的な問題についてすら意見にいちがいが見られる。透過電顕による動的観察はこれに対し重要な手がかりを与えるものと期待される。

今回は, まず手はじめとして, 薄膜試料を電顕中で加熱しながら観察し, 結晶粒成長の際異相境界の移動がどのようにしておこっているかを調べた。これを手がかりとして超塑性変形の際の原子拡散の貢献度を検討した。

2. 試料および実験方法

純度 99.999% Zn と 99.99% Al を用い, Zn-22 wt % Al の 18 mm 厚板を铸造した。360°C で熱間圧延後冷却圧延して 0.1 mm 厚の板材とし, これを 370°C × 1 hr で保持して単相合金にしてから水中に焼入れた。透過電顕観察のため, この熱処理材を 25% 過塩素酸・アルコール溶液中約 5°C で第一段の電解研磨をおこない 0.05 mm 厚にし, 次に 20% 過塩素酸アルコール溶液中 -60°C で jet 研磨した。第一段の電解研磨では膜厚は減少するが, 表面の被膜ができていく。jet 研磨の際には, 膜に約 0.5 mm 径の穴があき, 膜の裏側が一部分,

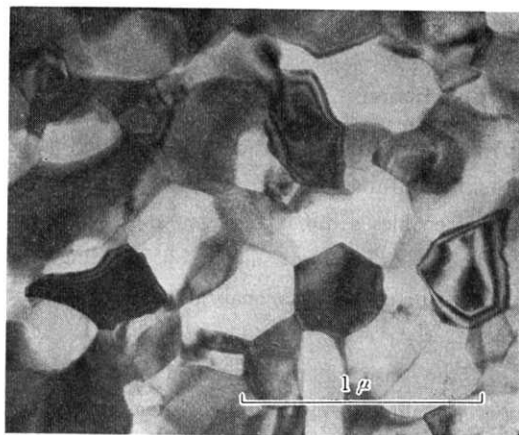


Photo. 1 Microstructure of the Zn-22% Al Superplastic alloy.

裏側に流出した研磨液で研磨された状態のとき一番良好な薄膜が得られた。透過電顕観察は東京大学物性研究所の HU-500 電顕で加熱装置を用いておこなった。

3. 実験結果および考察

Photo. 1 は組織の一例である。黒くみえる結晶粒は亜鉛相で, 白くみえるのはアルミ相である⁵⁾。これは両相の密度の差によるものである。アルミ相のうち, 強い回折条件にあるものは黒くみえるが, 干渉縞の存在から容易に判定できる。試料厚が 0.5 ミクロン程度なので膜厚方向に二つ以上の結晶粒が重なって見える。急冷材では結晶粒は亜鉛相, アルミ相とも等方的な微細粒で平均粒径 0.25 μm と細かい。集合組織はないものとされているが⁶⁾ 隣接する同一相の粒同志の方位差は大きい。粒界三重点における粒界間の角度からみて Al-Al, Zn-Zn 粒界エネルギーおよび Al-Zn 境界エネルギー間には大きな差が認められない。Photo. 2 はこの組織の加熱焼鈍過程の一例である。昇温すると像が鮮明でないのは, 粒界移動がおこりだして薄膜が不安定になり傾斜したり視野内を流れたりすることも原因であるが, 高温に由来する本質的な像のボケが主体でできることができない。加熱は装置の関係で連続的に昇温され, 写真 2 (a) より (f) まで約 45 分かかって, 200°C より共析点 275°C 直下まで昇温した。温度は加熱炉の電流値からの推定値であるが, 写真 (f) から約 10 分後, 一相領域への変態が生

* 東京大学大学院学生 現在米国MIT大学院に留学中

** 東京大学生産技術研究所 第4部

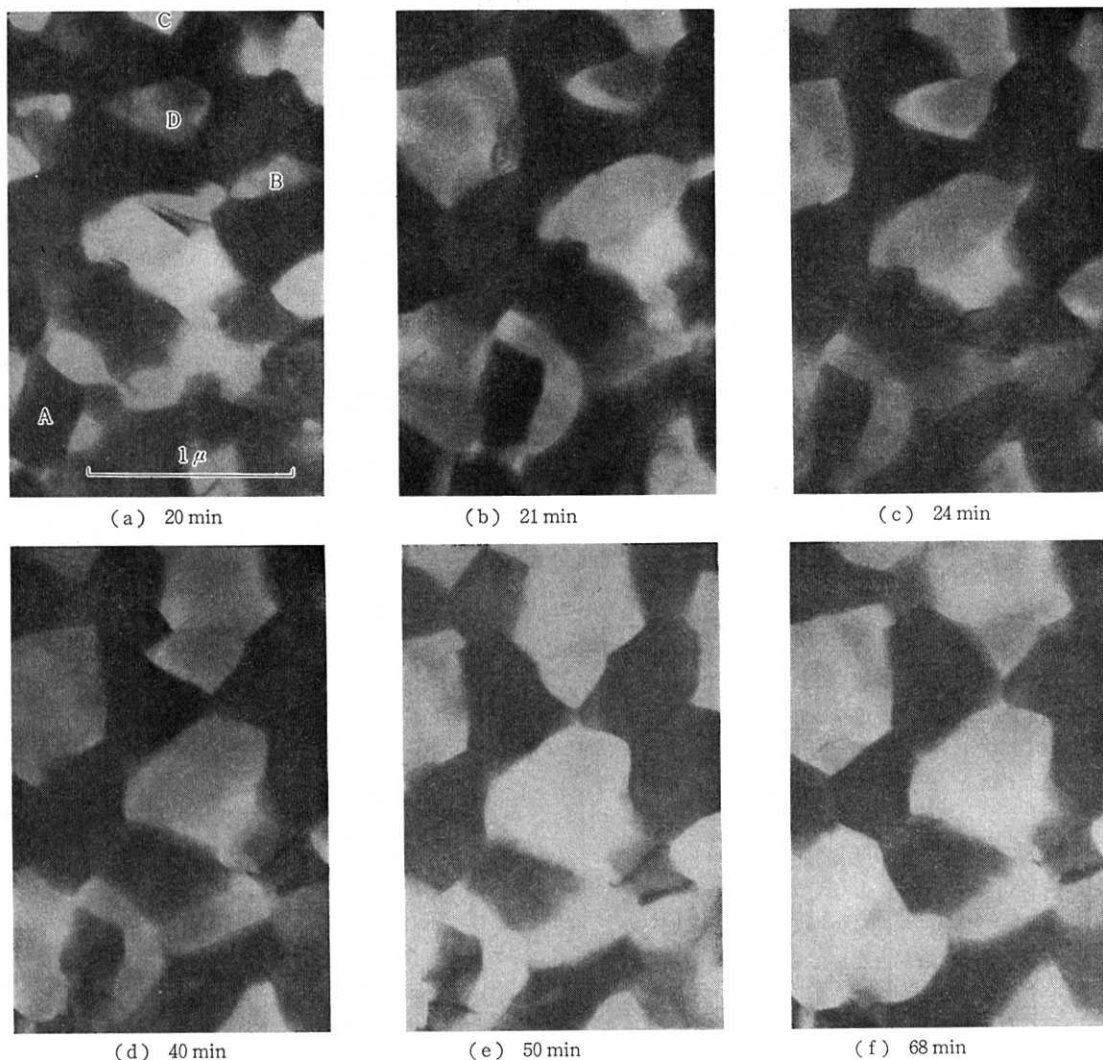


Photo. 2 A Hot-stage Observation of the Grain Growth Processes. Temperature crept up from 200°C to 270°C

じ、徐冷組織である層状組織が生成したことから、 $\pm 10^\circ$ 程度の精度はあるものと考えられる。

この写真で粒成長過程を説明する。たとえば(a)でみられた亜鉛粒Aは一分後、(b)でその周囲の亜鉛粒を失い左端部をのぞきアルミ粒に囲まれたが、以後次第に小さくなって(f)では消滅している。消滅するとき、粒径はそれほど減少せず、像の黒さが減じて消滅し、その速度も消失直前一分以内の変化が著しいのが特徴であった。一方、アルミ粒の場合をあげるとBは(a)→(c)で急激に消滅したと考えられる。試料の厚みは粒径より大きく各結晶粒は重なっているから、B粒が消滅せず両側の亜鉛粒が生成して互いに重なった場合も考えられるが、像の濃淡がみられないことからB粒は実際に消滅したものと考えられる。このような粒の三次元的重なり

由来するあいまいさは亜鉛粒が消滅する場合にはさけられる。アルミ粒の場合にも強い回析条件にしておけば、解析は可能である。このとき試料をたえず傾斜して回析像を失なわぬようにしなければならないが、干渉縞の形状から粒界面の形状変化を追跡できる。粒生長過程における異相境界の移動の特徴はC、D結晶粒の挙動に典型的に示されている。(a)でアルミ粒C、Dは亜鉛粒に隔てられているが(b)では接している。この結果、クサビ状になった亜鉛相は次第に後退したが、(e)に至って左下方へ移動、あるいは下方の亜鉛相に吸収されてしまった。この過程での移動速度は早いときは $0.1 \mu/\text{min}$ 以上で、結晶粒成長の際の異相境界の移動は急速かつ断続的であることが特徴であった。アルミ相と亜鉛相の見かけの比率は(a)と(f)を比較すれば明らかに、一

研 究 速 報

見, アルミ相が増大したように見える. この原因としては結晶粒が成長して膜厚程度の大きさになるにしたがい境界が膜面に垂直になる傾向 (いわゆる bamboo 構造の生成) があるため結晶粒の三次元的重なりが減ったという見かけ上の効果が大きいものと考えられる. 亜鉛の選択的蒸発がおこっているためとする考えもあるが, 上述した異相境界移動が断続的性格をもっているところからみて主要な因子でないと考えられる. 一般にアルミ粒と亜鉛粒の形状を比較するとアルミ相—亜鉛相境界がアルミ相側に凸になる傾向がみられる. この原因は明らかでないが, 超塑性変形後にアルミ粒が急冷時の角ばった形から丸みをおびた形に変化しているという観察⁷⁾と符号しており, この現象が実は変形に由来するものでなく, 動的回復の際のアルミ, 亜鉛両相の挙動のちがいに起因するものであることを意味するように思われる.

結晶境界移動が連続的でなく, 急激かつ断続的であったことは, これが二相金属のそれであることを考えると無視できない現象である. 同一相の場合には, 粒界移動に必要なのは粒界を横切って一原子距離程度の拡散であるのに対し, 異相境界の移動はアルミ, 亜鉛両粒ともに比較的長距離の原子拡散を必要とするからである. この温度がとくにアルミにとっては $1/2 T_M$ 程度にすぎないことに注意しよう. 超塑性変形の際粒界すべりや, 粒の回転が生じていることはよく知られていることであるが, それらの現象が通常の高温クリープにみられるような粒界空洞を発生させることなくおこることから考えても, 原子拡散が充分におこなわれていることは明らかである. そこで原子拡散が上述した異相境界の移動速度 v の程度で, かつ変形が拡散クリープ機構で生じていると仮定するとクリープ速度 $\dot{\epsilon}$ は次式で示される.

$$\dot{\epsilon} \approx v/d$$

ここで粒径 $d=0.25 \mu$ とし, $v=0.1 \mu/\text{min}$ を代入する

と $\dot{\epsilon} \approx 0.4/\text{min}$ これは, この合金を 260°C 付近で変形させたとき応力の伸び速度依存性値 m が最高になる⁸⁾. つまり超塑性特性の最もよい変形速度に合致する. このことは細粒型超塑性に対する拡散クリープの寄与を暗示する重要な証拠と考えられよう.

この焼鈍実験は超塑性機構研究の第一歩としておこなったもので, 拡散クリープが粒内拡散によるか粒界拡散によるかなど本質的な点は今後応力をかけて定量的実験をやらぬとわからない. したがってここでこれ以上細粒性超塑性の機構を推定するのはさしひかえるが, 原子の長距離かつ急速な拡散が変形速度を説明できるという事実は, 微細粒超塑性機構を理解するうえで決定的証拠と考えられよう. 今後応力をかけて実験し, 実際の超塑性条件での変形挙動を電顕観察して, 実験的に超塑性機構を調べてゆく予定である.

おわりに, 本研究のために試料を提供して下さった昭和電工の長谷川隆氏, また電顕観察に協力した東大大学院生劉勝利君に深く感謝します.

(1972 年 9 月 20 日受理)

文 献

- 1) C.E. Pearson: J. Inst. Metals, **54**, 111 (1934)
- 2) D.H. Avery and W.A. Backofen: Trans. ASM **55**, 551 (1965)
- 3) A. Ball and M.M. Hutchison: Met. Sci. J. **3**, 1 (1969)
- 4) T.H. Alden: Acta Met. **17**, 1435 (1969)
- 5) E. U. Lee and E. E. Underwood: Met. Trans. **1**, 1399 (1970)
- 6) D. Lee: J. Inst. Met. **99**, 66 (1971)
- 7) R.H. Johnson, C.M. Packer, L. Anderson and O. D. Sherby: Phil. Mag. **18**, 1309 (1968)
- 8) W.A. Backofen, I.R. Turner and D.H. Avery: Trans. ASM **57**, 980 (1964)

正 誤 表 (11 月号)

ページ	段	行	種 別	正	誤
4	左		図 7 (説明)	PUAT の構成	PUTA の構成
26	"	次号予告	調査報告	五年後にみた英国の工学事情	五年後にみた英国の工業事情
"	"	"	速 報	Zn-22% Al 超塑性合金……	Zn-22% Al 超塑性合金……