第5章

多軸鍛造法によるアルミニウム合金 の微細結晶粒創製と機械的特性

Chapter 5

Fabrication Process and Mechanical Properties of Fine Grained Aluminum Alloy by Multi-axial Alternative Forging

Abstract

It is well known that the mechanical properties increase rapidly with refining on grain size less than 1µm. In this study, to obtain fine grained materials, we developed a novel high straining process easily applicable to bulk materials, that is, Multi-axial Alternative Forging (MAF), in which the work pieces were rotated by 90° on the longitudinal axis in each forging process performed at 543K for the Al-Mg alloy. The length, width and thickness of the test materials are defined as L, LT and ST, respectively. The test materials were heated to 543 K and kept for 3.6 ks; meanwhile, a forging reduction ratio of 20 % relative to the original plate thickness was applied per pressing while rotating each through 90°. After each pressing, the test materials were reheated and held at 543 K for 1.2 ks and finally water-quenched. The MAFed materials showed a significant developed microstructure having grain sizes less than 1µm. The most of fine grains were surrounded by high-angle and random boundaries. The strength increases with an increase of pre- straining without a decrease of ductility. Changes in microstructure and mechanical properties of the ultrafine grained aluminum by annealing were investigated. The grain size increased with increasing annealing temperature. The strength decreases with an increase of grain size with a increase of ductility. As described above, MAF process is one of the most effective methods to produce ultrafine-grained structure and enhance of its mechanical properties.

Key Words: Grain Refinement, Multi-axial Alternative Forging, Mechanical Properties, Elongation (Total, Uniform, and Local Elongation), Al-Mg alloy.

5.1 緒 言

構造用金属材料は種々の条件下における機械的特性を飛躍的に向上させるこ とが望まれるが、そのためには結晶粒径を 1µm 以下にまで微細化する必要があ ると報告されている¹⁾.本論文においても第3章までに圧延加工と鍛造加工を組 み合わせて用いることで結晶粒径を 3µm 以下に微細化し、引張強さや降伏応力 は出発材に比べ 1.5 倍程度上昇することを示した.その加工負荷様式としては特 殊加工法を適用しなくとも、従来の設備において結晶粒微細化が十分達成可能 なこと、さらに簡便な手法ゆえ特別なノウハウを必要とせず実工程適応に対し 有効であることを示してきた.加えて、前加工として取り入れた鍛造工程の負 荷様式に改善を加えることで結晶粒径を 1µm 以下にすることが出来、機械的特 性が飛躍的に向上することを第4章で述べ、鍛造加工の有効性を明らかにした. 特に、第4章で示したように結晶粒微細化には加工軸数の多軸化、微細組織形 成には動的再結晶が有効であることを示した.これにより、特殊加工に依らず とも適切な負荷様式の選定を正しく行い、加工温度を制御することで大型バル ク材料への結晶粒微細化法の適応が現実のものとなりつつある.

これまで報告されている結晶粒微細化法 ²⁻¹⁰では加工材の形状が板材あるい は逆せん断変形を受けた丸棒および粉末などに限定されてきたが, 鍛造加工に おいて結晶粒微細化が可能なことは微細結晶粒を有する大型バルク材料の創製, 棒材の作製および圧延との組み合わせによる板材作製, 特に微細化した材料を 圧延では用いるため強ひずみ加工を施すことなく種々の板厚あるいは成形加工 に重点を置いた加工が可能であり実用性に富んでいると考えられる¹¹⁾. ところ で,本研究ではこれまで前加工として取り入れてきた鍛造を AI 合金の組織が回 復する温度にて様々な方向から加工することで微細粒の形成が促進されやすい ことを示した.

本章は鍛造加工による結晶粒微細化のメカニズムおよび機械的特性について 検討を行い,この種材料を工業規模で用いる際に問題とされている加工方法を 明確にし,強度および延性を結晶粒径と関連付け調べ実工程適応の観点から他 の特殊加工法と比較検討して行くことを目的とする.

アルミニウム合金における微細粒創製の手段としては ECAP 法 ⁵⁻⁶, ARB 法 ³⁻⁴, が主に提案されている.しかしながらこれらの手法は超微細粒材料の創製 には優れているものの,加工方法が複雑であり実工程を応用できない等の問題 点を抱えている.また,試験片サイズを大型にすると異方性や加工が困難にな るなどの報告も見受けられる ²⁻⁶.すなわち,これらの小型試験片と同程度の機 械的特性および結晶粒径を有し,大型バルク材料に加工法を適応しても諸特性 が変化しない加工法の開発が望まれる.著者等が提案した多軸鍛造法 7-9)により 種々のアルミニウム合金の結晶粒径を 1um 以下に微細化することを示している. しかしながら、強度と延性、結晶粒径の関係は未だ議論不足であり、多軸鍛造 法により結晶粒微細化したアルミニウム合金に種々の焼なましを施すことによ り、高い強度を維持したまま延性を回復させることが可能か否かを検討する必 要がある、一般に結晶粒微細化による強化は材料の延性および靭性を損なわず に強度を向上させることのできる強化法とされている¹¹⁻¹²⁾が,結晶粒径が1um 以下に至る広い粒径範囲における強度と延性の関係は十分解明されていない. 多軸鍛造材の焼なましにより、格子欠陥の消滅に加え超微細粒の粒成長および 結晶方位差の増進が起こると考えられる.よって、機械的特性に及ぼす粒径の 影響を広い粒径範囲にて明らかにする必要がある.本章では実用材料として多 岐に渡り使用される Al-Mg(JIS-5083)合金を多軸鍛造法により微細化し,その機 械的特性と種々の温度で焼なましを施すことによる強度と破断伸びの変化量を 結晶粒径と関連付け調べたものであり,結晶粒径が1µm以下にまで至る広範囲 にて強度と延性の関係を解明することは、微細粒材料を構造材料として用いる ためには極めて重要である.

5.2 実験方法

第4章までに示した, 鍛造による結晶粒微細化を本章ではバルク材にも適用 可能で, 容易に微細な結晶粒が形成でき, 機械的特性が飛躍的に向上すること ができる方法として,本章では著者らが提案した多軸鍛造法について組織およ び機械的特性の変化について調べることとした.

使用材料はAl-Mg 合金(JIS-5083)であり,その化学組成は質量%で,Si:0.10, Fe:0.20, Cu:0.02, Mn:0.64, Mg:4.54, Cr:0.12, Ti:0.02 で残りはAl である. 材料は鋳造材であり,均質化熱処理を 853K で 28.8ks 施し,粒径 67µm の等軸 粒を得た. 板厚 50mm,板幅 50mm,長さ 50mm のブロック材を供試材とし, Fig.5·1 に示す加工模式図のように多軸鍛造法(Multi-axial Alternative Forging: MAF)は三軸方向から各パス毎に試料を 90°回転させ繰り返し交互に 負荷した.供試材の長さ,板幅および厚さ方向を L,LT,ST と定義する.多軸 鍛造法は三軸方向から1パス毎に供試材を 90°回転させ繰り返し交互に負荷し たもので,相当ひずみ 4.8 まで加工した.なお,プレス速度は約 0.5mm/s(初期 ひずみ速度 1.0×10²s⁻¹)の下加工を施した.多軸鍛造加工は 543K で 3.6ks 加熱 保持後,基板厚に対し一回の加工率を 20%の圧下率で制御し,相当ひずみは加 工前後の試料寸法変化より求めた.各パス加工後に毎回 543K, 1.2ks の再加熱 を加え,加工終了後は直ちに水焼入れを行った.

多軸鍛造法は三軸方向からそれぞれ負荷を交互に行うため原則的には加工前 後において試料形状の変化がなく,また結晶粒径状は等軸粒を維持したまま微 細化することが可能な手法である^{7.9)}.特に等軸粒を加工後に維持していること は圧延材や押し出し加工材のように,観察面により,試料長手方向に対し水平 方向では伸長した結晶粒が,また他の面では等軸結晶粒が形成される等の試料 内における結晶粒形状の混粒が無いため機械的特性を把握しやすい.

150



Fig. 5-1 Schematic illustration of the working processed for the multi-axial alternative forging.

多軸鍛造加工後の加工材ならびにその焼なまし材に対して室温引張試験を第 4章4.2節と同一条件にて行った.引張試験片は Fig.5-1に示す L-LT 面から切 り出し,その寸法もまた4.2節と同一である.引張方向は試験片 L 方向に平行 となるように切り出した.硬さ試験は多軸鍛造加工後の加工材ならびにその焼 なまし材に対して試験開始直前と破断直後に破断部近傍で L-LT 面より試料を 採取しビッカース硬さで測定した.

組織観察には、光学顕微鏡、走査型電子顕微鏡(SEM)および透過型電子顕微鏡 (TEM)を用い L-LT 面上にて組織観察を行った. TEM 観察は試料作製時のイオ ンビームによる入熱を避けるため、Fig.5-2 に示す高速イオン研磨装置(PIPS)を 用いて薄膜化した.また、多軸鍛造加工材の L-LT 面に対し結晶粒間の方位差を EBSP 解析より求めた.

焼なまし処理は多軸鍛造法により相当ひずみ 4.8 まで加工を施した試料に対して,結晶粒径を種々変化させるべく電気炉を用いて大気中にて焼なましを行った.加工材の結晶粒径は 0.5µm であり等軸粒である.焼なましは 473K から 673K までの種々の温度にてそれぞれ 1.8ks 施した後,試料は直ちに水冷した. ここでの焼なまし処理およびそれに伴う結晶粒の成長や結晶方位の増進は静的 不連続再結晶によるものである.



Fig. 5.2 Appearance of variable angle precision ion polishing system (PIPS).

5.3 実験結果

5.3.1 多軸鍛造法による超微細粒形成とその機械的特性

多軸鍛造加工による相当ひずみ量の増加に伴う加工材の公称応力-ひずみ曲線をFig.5-3 に示す.相当ひずみを1.2付与することで,引張強さおよび降伏応力は供試材時の引張強さと降伏応力それぞれ264MPaと103MPaに比べ,それぞれ320MPaおよび200MPaまで著しく増加した.その後は加工による相当ひずみ量を増加しても強度は緩やかな向上を示し,最終的に相当ひずみ4.8付与することで,引張強さと降伏応力はそれぞれ410MPaと325MPaとなり,供試材の1.6倍と3.2倍にまで向上している.このとき破断伸びは相当ひずみを0.6付与することで12%から10%へ減少しその後相当ひずみ量を増加させても9%を維持したままであった.次に加工硬化の目安とした硬さ試験の結果をFig.5-4に示す.硬さは供試材時でHV88であったが,相当ひずみを0.6付与することでHV112まで著しく硬化し,供試材の1.3倍に達している.その後の硬さは相当ひずみを1.8付与することでHV121を示すがこの後はほぼ一定値を維持し,最終的に供試材の1.5倍に達した.ここで三軸からの負荷が各一回づつ終了したときの相当ひずみは0.6である.

相当ひずみを 1.2 および 4.8 付与したときの多軸鍛造加工材の TEM 組織を Fig.5-5 に示す. Fig.5-5(a)では粒径 4µm 程度の結晶粒内部に転位の残存が確認 されると同時に、局所的に亜結晶粒が形成されその内部は転位密度が高く、粒 界も未だ直線的になっていない. 同図に示す回折像 (Selected area diffraction) patterns: SADP) は単一のネットパターンでは解釈できない多数の回折斑点よ りなる複雑な図形を示した、これらは、絞りの大きさ程度の狭い領域に大きな 局所方位差が生じていることを示している¹³⁾.ここで,SADP 像は視野の中心 に直径約 2µm の制限視野絞りを挿入し得た.しかし,局所的な方位差が存在し てもこの時点では未だに大きな方位差が存在せず、未再結晶組織あるいは低角 粒界において形成されていることが粒界形状および転位の残存によりわかる. 加工初期のため転位の残存すなわち転位密度の導入があったことを示唆するも のであるが、ここで TEM 組織の幾つかの領域(図中に矢印で示す)において約 2µm の転位を含まない微細粒および亜結晶粒界が結晶粒内部に形成され,結晶 粒を分断している様子が見受けられる.最終的に多軸鍛造材はFig.5-5(b)より結 晶粒径 0.5μm の等軸粒からなる超微細粒組織の形成に成功している. SADP も リング状を示し、結晶方位を有する多結晶材料であることを示しているが、試 料全体にわたり超微細粒は形成されず一部に未再結晶組織を有していた.

153



Fig. 5-3 Nominal stress-strain curve of the Al-Mg alloy multi-axial alternative forging processed. Pre-deformed by equivalent strain ϵ through multi-axial alternative forging process.



Fig.5-4 Relation between mechanical properties and pre-deformed equivalent strain.



Fig. 5-5 TEM microstructure of the Al-Mg deformed by multi-axial alternative forging process (a) $\epsilon = 1.2$ and (b) $\epsilon = 4.8$.

5.3.2 焼なましによる機械的特性の変化

多軸鍛造加工材ならびに種々の温度で 1.8ks 焼なましを行った試料の公称応 カーひずみ線図を Fig.5・6 に,また焼なまし後の TEM 組織を Fig.5・7 に示す. 焼なまし温度が高くなるほど,すなわち粒内転位密度が減少し結晶粒が再結晶 および粒成長を引き起こすほど,変形応力は小さくなっている. Fig.5・6 より, 多軸鍛造加工材では引張強さ 410MPa,破断伸び 9%であるが,焼なまし温度 473K から 573K の範囲で引張強さは 50MPa 低下し,破断伸びは 16%から 30% へ大きく回復した. 焼なまし温度が 473K 以下では強度はわずかに低下するも のの機械的特性の変化は小さい. これは焼なましに伴い,転位密度は減少する ものの結晶粒が加工材時から大きく成長していないこと,すなわち加工ひずみ の回復が少ないことに対応している^{14·15)}. Fig.5・8 に焼なましに伴う粒径と硬さ の変化を示す.硬さも強度と同様に,焼なまし温度が高くなるにつれ軟化傾向 を示し,573K の範囲で,硬さは HV20 低下し,結晶粒径は 1.7μm から 7.0μm まで成長していた.

Fig.5-7 および Fig.5-8 から 473K 以上の焼なましにより結晶粒径は連続的に 粗大化している.これに対応して強度は低下し,破断伸びは大きく回復されて いる.しかし,焼なまし後の結晶粒径が 1µm 以下に対応する焼なまし条件では 破断伸びはほとんど回復しない.一方,結晶粒径が 2µm 以上になると破断伸び は大きく回復した.ここで,結晶粒径が 2µm 以上つまり焼なまし温度 523K 前 後において静的不連続再結晶が起こるため,これまで結晶粒内に存在した転位 が消滅あるいは近くの結晶粒界に吸収されることにより隣接間結晶粒界方位差 がほとんど高角粒界へ移行したと考えられる¹³⁻¹⁵⁾.これは Fig.5-9 に示した TEM 組織(b)-(c)から,焼なまし温度の上昇とともに粒界は直線的になり非平衡 状態¹⁶⁻¹⁷⁾から熱的に安定な平衡状態になったことからも明らかである.

つまり高強度を維持し延性を改善するには結晶粒径が 1μm から 2μm, 焼なま し温度は473Kから523Kとなるような非常に狭い範囲に限られることがわかる. しかし,多軸鍛造法により微細化した材料を種々の温度条件にて焼なますこと で,用途に応じた材料を創製することが可能である.多軸鍛造法により創製し た微細粒材は一部 Al-Cu, Al-Mg-Si 系合金と代替できるまでに達した.つまり, 結晶粒微細化法は元素添加による特性改善とは異なり,材料が再利用し易く環 境負荷を最小限に出来ることを裏付けている。



Fig. 5-6 Nominal stress-strain curve of the Al-Mg alloy multi-axial alternative forging processed (ϵ =4.8). Subsequently annealed at various annealed temperatures for 1.8ks.



Fig. 5-7 TEM microstructure of the Al-Mg alloy multi-axial alternative forging processed by 8cycles (ϵ =4.8) at 543K and subsequently annealed at various temperatures for 1.8ks. Annealed at (a) 473K, (b) 523K, (c) 573K and (d) 673K.



-

alternative forging processed (ϵ =4.8) at 543K and subsequently annealed at various Fig. 5-8 Mean grain sizes and Vickers hardness of the Al-Mg alloy multi-axial temperatures for 1.8ks.

5.3.3 結晶粒径と均一伸びおよび局部伸びの関係

焼なましにより得た降伏応力と破断伸びを結晶粒径の関数として Hall-Petch の関係と,破断伸びを均一伸びと局部伸びに分けた結果をそれぞれ Fig.5-9 および Fig.5-10 に示す. 多軸鍛造加工材の均一伸びと局部伸びはそれぞれ 7.7%および 1.3%であり,473K 焼なまし材では 12%および 2%まで回復している. さらに焼なまし温度を上昇させることで 28.1% (供試材時の 2.7 倍に相当する.)と 6%まで増加した. 焼なまし温度を上昇させ,結晶粒を成長させても破断伸びに対する均一伸びおよび局部伸びの割合はさほど変化を示さなかった.

均一伸びは粒径 3.5µm から 1µm の間で急激に変化している.均一伸びが増加 する理由として,焼なましによる転位密度の減少と結晶粒の成長による変形応 力の低下が挙げられる.また,既報したように結晶粒が成長することで変形に よる加工硬化量が大きく異なるためである⁹. Fig.5-3 および Fig.5-6 より結晶 粒が微細になるほど降伏応力と引張強さの値は近くなっている.すなわち,引 張強さの結晶粒径依存性は降伏応力に比べ小さいと思われる.

近年,結晶粒径 1µm 以下の微細粒に関しても,この関係が成り立つことが明 らかとなっている¹¹⁾. Fig.5-9 より,降伏応力は大まかに Hall-Petch の関係に したがい,直線の傾き k は 152GPa·m^{·1/2}であった.この値は,従来アルミニウ ム合金で報告されている値とは大きく異なる.しかし,ECAP により結晶粒微 細化した Al-3%Mg,Al-5.5%Mg-2.2%Li-0.12%Zr 合金では,kの値としてそれぞ れ 149 および 175 を報告しており^{17·18)},今回の値はそれに近い.すなわち,多 軸鍛造という簡便な手法で結晶粒微細化しても,既報されている結晶粒径およ び強度特性と同等のレベルまで結晶粒を微細化し強度を向上させることが可能 である.

161









5.4 考察

5.4.1 多軸鍛造法による結晶粒微細化機構

Fig.5-11 および Fig.5-12 に EBSP 解析で得られた IPF マップとその極点図 を示す. Fig.5-11(a), (b)はそれぞれ相当ひずみを 1.2 および 4.8 付与した後の 多軸鍛造加工材の IPF マップであり,加工量の進展に伴い結晶粒が微細化し 個々の結晶粒がそれぞれ異なった結晶方位を有している.加えて, Fig.5-12(a), (b)より相当ひずみ 1.2 では極点図はランダムな配向性を示すことなく,その強 さは最大で 14.8 であった. 一方,相当ひずみを 4.8 まで増加させると極点図は 特定の組織配向からランダムな配向性へと変化し集合組織の強さも 4.7 へと減 少した. つまり,加工を様々な方向から連続的に負荷することで微細結晶粒を 形成すると同時に,ランダムな組織配向性を示した結果として延性の大きな損 失なく機械的特性が向上したものと考えられる.

ところで、機械的特性は相当ひずみ 1.2 までに飛躍的な向上を示し Fig.5.5(a) より結晶粒内への転位の集積および残存が Fig.5-5(b)に比べ多いことから, 加工 の初期段階における機械的特性の向上は転位の導入すなわち加工硬化によると ころが大きいと考えられる. その後加工量の増加とともにこれらの転位は第4 章において述べたが、低角粒界あるいは亜結晶粒界へ吸収されることにより微 細化へつながったと考えられる。微細粒形成過程における機械的特性の向上は Fig.5-3 から相当ひずみ 1.2 付与することで引張強さは約 100MPa 向上するもの の、これ以降相当ひずみ量を 4.8 まで増加させても引張強さは約 50MPa の向上 に留まった. 同時に硬さも Fig.5-4 に示したように相当ひずみ 1.2 までは硬化を 示すもののそれ以降はほぼ一定値を示している. すなわち, 相当ひずみ 1.2 まで は機械的特性の向上には転位導入による加工硬化が強く作用し、その後相当ひ ずみ 4.8 までは加工中における動的再結晶が頻繁に起き低角粒界の高角化が促 進されたと考えられる 14-15). 多軸鍛造材が強い結晶配向を示さないのは, 鍛造 加工によるせん断変形と圧縮変形が三軸から交互に付与されることに伴うせん 断ひずみの切断・積層 19)が繰り返されたためと考えられる.また、本手法によ り結晶粒微細化した材料は既報されている手法と同程度の強度、結晶粒径に達 することが可能である一方で,延性の損失が非常に少ない.

多軸鍛造加工における初期過程では結晶粒内へ転位の導入が活発に行われ再 加熱および動的再結晶の働きにより低角粒界が形成される.この時点では粒内 への転位の集積および粒界への堆積が優先的に働くため加工硬化を示したと思 われる.その後,静的不連続再結晶と加工中の動的連続再結晶の相互作用によ り,生成された多数の低角粒界および亜結晶粒界へ加工において導入された転 位が吸収されるため相当ひずみ 4.8 では粒内に転位の残存が認められず, 微細な 結晶粒が形成されたと考えられる.ここで重要なのは微細な再結晶粒を形成す るには,後の動的再結晶を効率よく働かせ微細粒を形成するための低角粒界お よび亜結晶粒界の生成が加工の初期段階にて起きる必要があり¹⁴⁾,このときは 回復および再結晶に比べて加工による転位の導入割合が大きくなるため,加工 硬化現象を示したものと考えられる.

Fig.5-11 に示した IPF マップより,相当ひずみ 1.2 では結晶粒一つ一つがラ ンダムな配向性を示すことなく,特定の方向へ傾いていることがわかる.加工 硬化の目安とした硬さからもこの時点では加工硬化の影響すなわち転位密度の 増加が回復減少を上回ったため,複数の配向性が存在せず特定方向へのみ組織 が変形した結果,低ひずみ量を付与しただけでも強度は向上を示す一方で破断 伸びは低下したものと考えられる.相当ひずみ量を 4.8 まで増加することにより, 内部組織はランダムな組織配向を示している.つまり,再加熱による静的不連 続再結晶および静的回復と加工中における動的連続再結晶あるいは回復の影響 により結晶粒は微細になり特定方向に傾いていた組織配向もランダムな配向性 へと変化したと考えられる.多軸鍛造加工材は最終的にその 70%程度が粒界方 位差 15°以上の高角粒界により形成されており,その頻度が相当ひずみ量の増 加とともに高くなることを示している.得られたヒストグラムの形状はランダ ム粒界を示唆するものであり,組織がランダムな配向性有しているため破断伸 びは著しい減少を示さないものと考えられる.

結晶粒微細化機構について概略図を Fig.5-13 に示す.加工の初期では塑性ひ ずみの導入により,小さな亜結晶粒が材料内部に幾つか形成し(a),その後動的 あるいは静的回復と更なる塑性ひずみの導入により傾角を持った粒界へと亜結 晶粒が転化する(b).次の加工で一つの大傾角粒界を生じその内部には複数の低 傾角粒界(サブグレイン)を含んでいる(c).このとき既に動的な再結晶により 一部結晶化しているものと考えられ,さらには回復を利用した微細整粒化が進 行する.加工を進展させることで大傾角粒界に挟まれた幾つかのサブグレイン が傾角を有し始め低傾角から大傾角粒界へ転化する.その時新たにサブグレイン が傾角を有し始め低傾角から大傾角粒界へ転化する.その時新たにサブグレイン たくなると同時に二本の大傾角粒界に挟まれた内部にそれとは異なる方向に 大傾角粒界を形成する結果,等軸に近い結晶粒を得ることが可能であると思わ れる.またこれら連続的な組織変化へ大きく寄与する因子として,回復と単一 のすべり系のみでなく幾つものすべり系が活動したことが挙げられる.



Fig. 5-11 Orientation imaging micrographs obtained by EBSP analysis for the Al-Mg alloy with multi-axial alternative forging process. Equivalent strain (a) 1.2 and (b) 4.8. Observed from the TD direction.



Fig. 5-12 {100} {110} {111} Pole figures of forged materials and pre-deformed strain give equivalent strain (a) 1.2 and (b) 4.8.



5.4.2 焼なましによる機械的特性の変化

相当ひずみ4.8を付与した多軸鍛造加工材に種々の温度において1.8ksの焼な ましを施した際の引張強さ,破断伸びおよび結晶粒径の変化を Fig.5-6 から Fig.5-8 に示した. ここで供試材の Al-Mg 合金の引張強さ,降伏応力および破断 伸びはそれぞれ 103MPa, 264MPa および 13%である. 1.8ks 焼なましを行っ た場合,焼なまし温度が 473K 以下では強度および硬さはわずかに低下するも のの機械的特性の変化は非常に小さい. これは粒内の転位密度は減少するもの の結晶粒がほとんど成長しておらず, Fig.5-7 に示した TEM 組織と対応してい る. 473K 以上の焼なましにより結晶粒径は Fig.5-8 に示したように連続的に増 加するものの、それに対応して引張強さと降伏応力は低下した.しかし、破断 伸びの変化は非常に不連続的であり、概ね結晶粒径 1~2μm に対応する焼なま し条件ではほとんど延性は改善されない. この結果から,破断伸びと強度があ る程度両立する結晶粒径範囲(あるいは焼なまし条件)は 1~2μm となるよう な非常に狭い範囲に限られていることがわかる.このとき硬さは 573K 以降一 定の値を示した.そして,平均結晶粒径 3~12μm が得られた 523K から 673K の焼なましでは、引張強さおよび降伏応力はそれぞれ 75MPa および 100MPa 程度の低下を示し、破断伸びは35%程度まで改善されている.ここで、結晶粒 径と降伏応力の間には Hall-Petch の関係が成立することが知られているが、上 述の結果より焼なましに伴う結晶粒径の増加に伴う強度の低下は降伏応力の方 が顕著に現れる. つまり, 焼なましを施し結晶粒を粗大化させた場合降伏応力 は引張強さに比べ粒径に対する依存性が強いことが伺える.このとき硬さは 523Kから 573Kの範囲にて HV30 程度であるが著しく低下している. 硬さから 判断すると、この際材料内部では静的不連続再結晶が起こると同時に結晶粒の 成長が起きたことが伺える.

5.4.3 機械的特性と結晶粒径の関係

本研究では、多軸鍛造法により結晶粒径を1µm以下に超微細化したアルミニウム合金に対して種々の温度条件下の下 1.8ks の焼なましを施した.焼なまし 温度の上昇とともに結晶粒径は連続的に増加し、それに伴う強度と破断伸びの 変化が明らかとなった.

近年,結晶粒微細化法に関する研究の進展とともに,結晶粒径 1 µm 以下の超 微細粒に対しても Hall-Petch の式が成り立つことが明らかとなりつつある.例 えば Valiev ら ²⁰⁾は Torsion Straining により結晶粒を微細化し,焼なましを施 した Al-1.5%Mg 合金の硬さと結晶粒径を調べ,平均結晶粒径が 0.15µm から 13µm の粒径範囲で Hall-Petch の関係が成り立つことを示している.また Furukawa ら ¹⁸⁾は ECAP により作製した超微細粒 Al-Mg 合金に対して 0.2µm から 100µm の粒径範囲で同様の関係を見出している.さらに鋼の場合,Kimura ら ²¹⁾が最小 30nm 程度の粒径まで同様の関係が成立することを示している.こ こで,鋼の場合アルミニウム合金よりも結晶粒は超微細化しやすくまたナノレ ベルまでの微細化も容易であることを付け加えておく.

このように、超微細粒材料の強度と延性の関係が明らかとなりつつある一方 で、延性と粒径の関係は未だ報告例が極めて少ない、この原因の一つとして、 従来の強ひずみ加工法が実験室的に小さな試料を対象としたものであって、多 数の試験片を採取できるだけの能力に乏しいことが挙げられる. 多軸鍛造法の 大きな利点の一つには大型バルク材に従来設備の利用のみで適応可能であるこ とがあり、実験結果で示したように 0.2µm 程度から数十µm 程度までの比較的 広い結晶粒径範囲において強度と破断伸び、均一伸びおよび局部伸びについて データを得ることができた.得られた結果は Fig.5-9 と Fig.5-10 に示す通りで ある. ここで特筆しておきたいのは、多軸鍛造法という簡便な手法においても 超微細結晶粒の創製が可能でありその粒径および機械的特性は ARB^{3·4)}, ECAP⁵⁻⁶⁾および異周速圧延¹⁰⁾といった手法と同程度であり、特別な加工ノウハ ウを必要とせず大型バルク材を微細化することで板材および丸棒などの形状へ 高強度を維持したまま加工することが可能な点である. 代表的な特殊加工法の ほとんどは結晶粒微細化後の試験片形状が既に決定されているため、そこから 板厚および試料形状を選択することは不可能であるが、多軸鍛造においてはこ れらの問題でさえも解決している点に工業的に意義を有していると考えられる.

Fig.5-9 からわかるように,降伏応力は大まかに Hall-Petch の関係にしたがっているが,直線の傾き k は 152GPa・m^{-1/2}であり,従来アルミニウム合金で報告されている値と大きく異なっている.しかし,古川らは ECAP により結晶粒を超微細化した Al-3%Mg および Al-5.5%Mg-2.2%Li-0.12%Zr 合金における k

の値としてそれぞれ 149 と 175 を報告している ^{17·18)}.加えて辻らは ARB によ り超微細化した A1100 合金における k の値を 126 と報告している 13). 本研究で の値は 152 であり Al-3%Mg 合金を ECAP にて超微細化したときの値と酷似し ている.本研究で使用した合金はAl-4.5%Mg合金である.結晶粒微細化法およ び使用合金種によりそれぞれ値は異なるものの,結晶粒微細化により傾き kの 値は大きくなると同時に、本研究の結果と ECAP での結果が酷似していること からも多軸鍛造法の有効性を示唆している. ここで Fig.5-9 より幾つかの点にお いて直線から若干ではあるが外れるものが存在した. 堀田ら 16・17)によれば, 超 微細粒の粒界構造は通常の結晶粒界とは異なり, 凹凸のある不定型な形状を持 つと同時に内部に大きなひずみを有していることを見いだし、このような粒界 を非平衡粒界と呼んでいる. Valiev らは Torsion Straining において作製した Al-1.5%Mg 合金の場合,低温焼なまし材の粒界は非平衡粒界であるために Hall-Petch 則にしたがわないと報告している²⁰⁾. 多軸鍛造材では大きなばらつ きは見られないものの、焼なまし温度に伴う結晶粒径の増加が不連続的である ことからも、多軸鍛造材の超微細粒も類似の粒界構造を有する可能性は十分に あり、このことがばらつきに関係していると考えられる.

5.4.4 焼なましに伴う延性の変化

破断伸びに関しては Fig.5-9 および Fig.5-10 より焼なましによる結晶粒径の 増加に伴い不連続的な増加を示していることがわかる. 焼なまし温度 473K に おける破断伸びは約 15%を示し,供試材時と同等まで回復し 523K までは比較 的連続的な回復傾向を示している. しかしながら焼なまし温度が 523K 以降に なると破断伸びは著しく改善し,最終的には 35%に達している. ここで破断伸 びを均一伸びおよび局部伸びに分けた場合,焼なまし温度の増加に伴い均一伸 びが飛躍的に向上しており,破断伸びに対する割合は一定値を維持したままで ある. 一方,局部伸びは焼なましを施し結晶粒径を粗大化させても 523K まで は一定値であり,その後焼なまし温度の上昇とともに若干の回復は示すものの その値は 5%程度である.

焼なましを施すことにより、強度は大きく低下するものの破断伸びと均一伸 びは飛躍的な改善を示した.ここで、塑性変形による成形加工には均一伸びが 重要であり、均一伸びが大きいほど加工成形がし易いことが知られている^{7,13,16)}. つまり、強度を維持したままある程度の延性を回復するには結晶粒径 1~2µm の極狭い粒径範囲に留まるが、結晶粒微細化後に焼なましを施すことで破断伸 びは供試材時の2.7倍まで向上を示し、このときの強度は供試材時にまで低下し ている.成形加工の観点から述べるならば、微細結晶粒材料を用いて焼なまし 温度による結晶粒径を制御することで使用用途に応じた強度と延性を両立した 材料の創製およびその選択肢の幅が広いことがわかる.第2章および第3章ま でに示した極低温圧延のみの結晶粒径では、焼なましに伴う延性の不連続的回 復を調査することが不可能であり、機械的特性の観点からもやはり1µm以下の 結晶粒を有する超微細粒材料の創製が重要である.

ところで,結晶粒を微細化することで Fig.5-3 に示すように均一伸びが低下し, 破断伸びも低下する.しかしながら,本研究のような超微細粒領域から粗大粒 領域における粒径と破断伸び,均一伸びおよび局部伸びの関係をまとめたデー タは斎藤ら¹⁹⁾が A1100 合金においてこれらの関係を報告した以外にはこれまで 報告されておらず, Al-Mg 合金の結晶粒径と強度および延性の関係については 本研究により初めて明確に示されたものと思われる.したがって,結晶粒径が 1µm 以下に達する超微細粒材料の特異な力学的特性に関しては,さらにデータ を積み重ねるとともに,前述した粒界構造の影響なども加味しつつその機構を 今後より詳細に検討する必要があるものの,本研究の結果より大きな強度と+ 分な延性を両立させることのできる焼なまし条件,あるいは粒径範囲は非常に 狭い領域に限定されることが明らかとなった.

5.4.5 結晶粒径と加工硬化量の関係

加工材と焼なまし材では Fig.3-5 に示す公称応力一ひずみ線図の形状 (塑性変 形域の大小)が異なっているにも拘わらず, Fig.5-14 に示す引張試験前後の硬 さ変化からどの焼なまし温度においても加工硬化量に差異は生じなかった. 公 称応力一ひずみ線図から焼なまし材 (特に 673K)の方が加工材に比べて加工硬 化量が多いと推測できるものの,本実験結果では焼なまし温度つまり結晶粒径 の大小により試験前後における加工硬化量に差異は見られなかった. 篠田らは オーステナイト(γ)鋼を用いて,引張変形に伴う転位セル形成過程に及ぼす結晶 粒径の影響を調査し加工硬化挙動について以下のように報告している²²⁾.

結晶粒径が小さいほどセル形成が促進され、より低ひずみで試料全体を転位 セルが覆い尽くし、一つのすべり面上を運動する転位の移動距離が小さくなる. そのために一定のひずみを得るためにより多くの転位が動くことになる.その 結果、多重すべりによる転位同士の絡み合いが生じやすくなるのでセル形成が 促進され、このようなセル化促進効果によって結晶粒径が小さいほど加工硬化 量は大きくなる.

この報告に対して本研究で用いた Al-Mg 合金でも同一のことが述べられるか を調査した. Fig.5-15 に破断後の破断面の TEM 組織写真を示す. Fig.5-15 より 加工材では粒界付近で転移セルの形成が確認でき,523K 焼なまし材および 673K 焼なまし材と結晶粒の粒成長に伴い転位セルが試料全体を覆い尽くして いることが確認できる. つまり篠田ら²²⁾の報告同様 Al-Mg 合金においても結晶 粒径が小さい試料ほど大きな加工硬化を示すと考えられる. 以上より本研究に おいても,結晶粒径が 1µm 以下の加工材すなわち塑性変形域が焼なまし材に比 べ非常に狭い範囲であるにも拘わらず,塑性変形域が大きいつまり破断伸びの 大きい結晶粒径が 10µm 程度の粗大結晶粒(特に 673K)と同程度の加工硬化量 を示した Fig.5-14 の結果を説明することが可能であり,超微細粒材では加工硬 化の進展が従来微細とされていた結晶粒径よりも早いことが明らかとなった.



Fig. 5-14 Comparison of the improvement degree of the Vickers hardness of before and after tensile deformation.





Fig.5-15 TEM microstructures of original surfaces of specimen deformed to fradture. (a) ultrafine grain, (b) fine grain and (c) coarse grained specimen.

5.4.6 種々の結晶粒径における破断面形態

結晶粒径の大小によって破断面形態は異なっている. 平行部寸法に対する粒 界面積に関しては,引張試験において応力の伝達は隣接する結晶粒間に働く三 次元的拘束力^{23·24)}によって行われており,個々の結晶粒径が小さいほどこの三 次元的拘束力は大きい. そのため応力伝達効率は高くなり,破断の際により大 きな応力集中を受けることになる^{25·26)}. これを平行部寸法に対する粒界面積に 着目して考えると,結晶粒径が微細なほど粒界面積は大きくなるが三次元的拘 束力が大きくなるため大きな応力集中を受ける. つまり,結晶粒径の小さい加 工材は673K 焼なまし材と比べて均一伸びは小さくなり Fig.5·9 および Fig.5·10 に示した実験結果と一致する.

次に、Fig.5·16 に引張試験後の板面 SEM 組織を示す. Fig.5·16 において加工材 および焼なまし材の結晶粒は引張方向に比較的に均一な変形を示している. こ れは、三次元的拘束力が大きく結晶粒が破断の際にそれぞれの結晶方位に応じ て自由に変形し難くなるため結晶粒が均一な変形をしたものと考えられる. そ のため、加工材および焼なまし材は Fig.5·17 に示す破断面 SEM 組織のように 破断の際に等軸状ディンプルの形成に至ったと考えられる. さらに、Fig.5·17 において 673K 焼なまし材は加工材と比べてディンプルの深さが深い. これは 破断の際のひずみ量が大きいことすなわち均一変形量が大きくなったことを意 味しており ^{22·26}, Fig.5·6 に示した 焼なまし後における公称応力一ひずみ線図 の結果と一致する. 673K にて焼なましを施した場合、内部組織では最終破断に 至るまでに微小空洞の連結を伴う粒界変形を起こし、層状に等軸状ディンプル を形成したものと思われる.









FS

5.4.7 多軸鍛造加工法における再結晶現象

これまでに第4章および第5章において述べた多軸鍛造法における再結晶現象をまとめると、再結晶とは塑性変形と加熱に伴う新粒の生成現象を指し、次の二種類に大別される.すなわち、大角境界で囲まれ転位をほとんど含まない領域(再結晶核)が無秩序に生成し、その境界が長距離移動するという二段階過程を経て新粒組織が生まれるのが、通常の再結晶または不連続再結晶である²⁷⁾.それに対し、大ひずみ変形によって生じる種々の転位境界が変形と動的回復に伴い次第に大角化と局所的微小移動を起こし、やがて全領域で新粒組織が均質一様に生じるのが連続再結晶である.したがって後者は新粒の核生成のみが起こり、大角境界の長距離移動を伴わない一段階過程であると考えられる²⁷⁾.

本論文では後者の連続再結晶について詳しく検討を行ったが、変形帯と称される不均質変形領域の形成とその境界に関しては系統的な研究はなされていない¹⁴⁾. 微細粒形成の原因となる変形帯の生成条件とその境界の構造解析が再結晶挙動を議論するにあたり今後重要になると考えられる. 幾何学的に必要な転位境界 GNB (Geometrically Necessary Boundary)以外にキンク帯やその境界である遷移帯やマイクロシアバウンド境界が変形に伴い顕著な大角化を起こすことが指摘されている²⁸⁾. ここで、単軸加工ではマイクロシアバンドがある一平面にだけ平行に生じると仮定した場合, Fig.5-18 に示すように多軸加工によって複数の変形帯が互いに交差することが可能となる. この交差によって元の結晶粒内を微細かつ均一に分割するため、その結果として高ひずみ域ではほぼ等軸の微細粒組織が生じる過程が低温型動的再結晶であると現在考えられている¹⁴⁾. すなわち、多岐に渡る結晶粒微細化法において著者らが提案した多軸鍛造加工法は微細結晶粒の生成に最も有効な加工法と考えられる.



Fig. 5-18 Schematic illustration of the development of deformation band under multi-axial alternative forging, when it is developed in a set of plane during uniaxial deformation.

5.5 結 言

これまで結晶粒微細化が抱える問題として,実用工程への適用および従来の 加工工程の大幅な変更が必要であることが挙げられてきた.本研究では,これ らを解決すべく独自の結晶粒微細化法として加工法としても容易な鍛造を複数 軸方向からひずみを負荷するという多軸鍛造法を提案した.工業的に需要の多 いAl-Mg(JIS-5083)合金を用いて,多軸鍛造法によりその結晶粒径を1µm以下 に超微細化しそれに伴う機械的特性および焼なましに伴う組織変化および機械 的特性変化を明らかにした.その結果,多軸鍛造法のような簡便な手法におい ても近年Al合金の超微細粒材料の創製法として注目されてきたECAP法および ARB法と同等の結果を得ることが可能であった.本研究によって得られた主な 結果は以下の通りである.

(1) 多軸鍛造加工材の平均結晶粒径は約0.5µmの超微細粒であり,その70%程度が高角粒界であった.また,得られた超微細粒は互いに大きな方位差を持つ 多結晶体であった.

(2) 多軸鍛造加工材の引張強さおよび降伏応力はそれぞれ 410MPa と 325MPa を示し,供試材の 1.6 および 3.2 倍にまで向上した.一方,破断伸びは 12%から 9%に低下した.

(3) 加工の初期段階では多軸鍛造加工による転位の導入が回復現象を上回り結 晶粒内に転位の残存が認められる.一方で,導入された転位が再加熱および加 工中に局所的な方位差を有し始め,加工中には動的回復と再結晶が作用し,再 加熱中には静的不連続再結晶が作用したため加工の終盤には低角粒界から高角 粒界に結晶粒界方位差は推移した.

(4) 焼なまし温度の上昇に伴い523Kまでは超微細粒は連続的な結晶粒成長を示 す一方で、それ以降の焼なまし温度では不連続的な結晶粒成長を示した.また、 結晶粒径が 2µm 以上になると延性は大幅に向上し最大で破断伸びは 34%とな った.

(5) 破断伸びは焼なまし温度の上昇とともに回復するが,均一伸びと局部伸びが 占める割合はどの焼なまし温度においてもほとんど一定であった.一方,高強 度を維持し伸びを維持するための焼なまし条件は非常に狭い粒径範囲(1~ 2µm)に限られることがわかった.
(6) 多軸鍛造法において創製した超微細粒材料においても,降伏応力と結晶粒径 との間には Hall-Petch の関係が成立した.このとき直線の傾き k は多軸鍛造材 において 152 を示しこれは ECAP にて Al-3%Mg 合金を超微細化したときの傾 き k=147 と非常に近い値である.

(7) 多軸鍛造法による結晶粒微細化は従来設備を利用し, 大幅な加工工程の変更 は行っていないものの, 特殊加工における結晶粒径, 機械的特性および焼なま し特性と比較しても遜色なく, ほぼ同一の値を示した.

参考文献

(1) for example, *Proc. of the fourth sympo. on Super Metal*, (JRCM, 2001) 193-196.

(2) Q. Cui, K. Ohori: J. Japan Inst. Light Metals 50(2000) 335-340.

(3) Y. Saito, H. Utsunomiya, N. Tsuji and T. Sakai: Acta Mater. 47(1999) 579-583.

(4) Y. Ito, N. Tsuji, Y. Saito, Y. Utsunomiya and T. Sakai: J. Japan. Inst. Metals 64 (2000) 429-437.

(5) R.Z. Valiev, N.A. Krashilnikov and N.K. Tsenev: Mater. Sci. Eng., A137 (1991), 35.

(6) R.Z. Valiev, A.V. Korznikov and R.R. Mulykov: Mater. Sci. Eng., A168 (1993), 141.

(7) M. Noda, M. Hirohashi and K. Funami: J. Japan Inst. Metals 67 (2003) 98-105.

(8) M. Noda, M. Hirohashi and K. Funami: Mater. Trans. JIM, 44 (2003) In press.

(9) M. Noda, M. Hirohashi, K. Funami and Y. Suwahara: J. Japan Inst. Metals 66 (2002), 101-108.

(10) Q. Cui, K. Ohori: J. Japan Inst. Light Metals 49 (1999), 155-160.

(11) for example, Present Status and Future Prospect of Aluminum Super Metal Project, (JRCM, 1997), 1-21.

(12) M. Kobayashi: J. Japan Inst. Light Metals, **39**(1989), 776.

(13) N. Tsuji, T. Murakami and Y. Saito: J. Japan. Inst. Metals 63(1999) 243-251.

(14) T. Sakai: New approach to grain refinement, JIM Seminar Text, (The Japan Inst. of Metals, 2000) pp 83-86.

(15) X. Yang, H. Miura and T. Sakai: J. JIM 59(1995) 1222-1229.

(16) Z. Horita: Proc. of the second sympo. on Super Metal (JRCM, 1999), 271-279.

(17) Z. Horita, M. Furukawa, K. Ohishi, M. Nemoto and T.G. Langdon: *The Fourth Int. Conf. on Recrystallization and Related Phenomena*, (Japan Inst. Metals, 1999), 301-308.

(18) M. Furukawa, Z. Horita, M. Nemoto, R.Z. Valiev and T.G. Langdon: Phil. Mag. A78-1 (1998), 203-215. (19) Y. Saito, H. Utsunomiya, N. Tsuji and T. Sakai: Proc. of the second sympo. on Super Metal, (JRCM, 1999) 261-269.

(20) R.Z. Valiev, F. Chmelik, F. Bordeaux, G. Kapelski and B. Baudelet: Scripta Metall. Mater., 27 (1992), 855.

(21) Y. Kimura, H. Hidaka and S. Takaki: Mater. Trans. JIM, 40 (1999), 1149.

(22) O. Shinoda, S. Tsuchiyama and S. Takaki: CAMP-ISIJ, 11 (1998), 1218.

(23) S. Murakami, H. Uchida and K. Minakawa: CAMP-ISIJ, 10 (1997), 637.

(24) A. Inagaki, T. Komatsubara and H. Inagaki: J. JILM, 48 (1998), 312-316.

(25) H. Sueyoshi, K. Suenaga and R. Tanaka: J. JIM, 12 (1987), 1139-1144.

(26) T. Sakai and J.J. Jonas: Encryclopedia of Metals: Science and Technology, Elsevier, (2001), 7079.

(27) X. Yang, H. Miura and T. Sakai: Mater. Trans., 44 (2003), 197.

(28) P.J. Hurley and F.J. Humphreys: Acta Materialia, 51 (2003), 1087.

第6章

多軸鍛造法により結晶粒微細化した Al-Mg 合金の低温超塑性と変形機構

Chapter 6

Low Temperature Superplasticity and Its Deformation Mechanism in Grain Refinement of Al-Mg Alloy by Multi-Axial Alternative Forging

Abstract

In practical application, an appearance of low temperature superplasticity is one of necessaries conditions. In this paper, to estimate an appearance and deformation mechanisms of this superplasticity, the role of grain boundary sliding, intragranular deformation and the change of microstructure during superplastic deformation have been investigated for ultrafine-grained Al-Mg alloy with a grain size of less than 1 µm using Multi-Axial Alternative Forging (MAF) technique. In these materials, it shows that the elongation and strain rate sensitivity (m-value) were 340 % and 0.39, respectively, at 473 K under a strain rate of 2.8 x 10^{-3} s⁻¹. These result shows that superplastic appearance is possible at 473 K. The void formed at 473 K elongated in parallel to the tensile direction, with a length of 15 µm and a width of 5 µm. The intragranular deformation contribution was estimated from the aspect ratio of the grains after deformation and its contribution ratio was about 43 %. Therefore, for the appearance of lower temperature superplasticity with large elongation and m-value, the role of intragranular deformation was the most important factor together with grain boundary sliding under these conditions. As described above, the MAF technique is one of the most effective methods to produce ultrafine grained material and appearance of lower temperature superplasticity.

Key words: low temperature superplasticity, 473K, ultrafine grain, intragranular deformation, grain boundary sliding, void, multi-axial alternative forging, aluminum-magnesium alloy

6.1 緒 言

第5章までに従来の加工プロセスを大幅に変更することなく実工程に応用す ることが出来,大型バルク材に適応可能な結晶粒微細化法として多軸鍛造法を 提案し,さらに結晶粒径と機械的特性および組織変化について述べてきた.し かしながら,この種合金の需要を促進させるためには室温特性のみならず,超 微細粒材料の有する機能性を明確にし,成形加工という観点からも利点を有し ていることを示す必要がある.そこで,超微細粒材料の代表的な特性の1つで ある超塑性の発現について本章で述べることとする.

第1章においても述べたが、成形加工工程の大幅な削減、コスト上昇の抑止 および複雑形状部品の加工が容易に出来る成形加工法として超塑性成形が注目 されてきた.近年では、超微細結晶粒の創製に伴い超塑性に関する研究も活発 に行われ、従来の変形温度より低温にて超塑性が発現することも報告されてい る^{1.9)}.しかしながら、その具体的な変形機構や変形後の試験片表面状態につい ての報告には至っていない.そのため、超微細粒材料を用いた場合において変 形温度をどの程度まで低下させることが可能なのか、また結晶粒径の差異が変 形条件にもたらす影響を明らかにする必要がある.最近の超微細粒材料を用い た低温超塑性に関する多くの報告はScを添加し微細粒を維持したまま数千%の 巨大伸びを如何に発現させるかに集中しているように思われる^{5,7)}.第1章から 第5章に述べてきたように、超微細粒材料の創製目的は他元素の添加無く、塑 性変形のみで機械的特性を改善することであると同時に、リサイクル性の高い 材料を創製することにある.つまり、ここでの元素添加は結晶粒微細化の目的 から外れるものである.

ところで、超塑性を発現させる組織条件としては、準単相アルミニウム合金 に適切な加工熱処理を施すことにより 10µm 以下の微細粒からなる再結晶組織 とするか、高温度で安定に存在できる加工あるいは回復組織または超微細粒組 織とするかの二種類に大別される⁴. 前者は既に再結晶が完了した組織であり、 加熱・保持中にさらなる結晶粒成長を示す. そのため、粒界すべりの頻度が低 下すると同時に、析出物や粒界三重点において応力集中が作用するため空隙を 形成しやすくなる. もちろん、変形中における動的再結晶が起こらず微細粒を 形成することは難しい. 後者の未再結晶組織および超微細粒組織からの超塑性 発現には、再結晶組織のものに比べて幾つかの利点が挙げられる. 代表的なも のには 1)結晶粒が微細になるほど粒界すべりを頻繁に引き起こすための粒界面 積が大きく 2)加熱保持中に非平衡状態にある結晶粒界が熱的に安定する 3)未再 結晶組織は試験温度到達までに粒成長せず、静的不連続再結晶により微細粒を 形成する等が上げられる. Watts らの研究以後,超塑性発現のための加工熱処 理法と超塑性特性に関して多くの研究が成されている¹²⁾.未再結晶組織から新 粒組織が生じる過程は,新粒の核形成とその高傾角粒界の移動による不連続再 結晶ではなく,変形組織中の低傾角亜粒界が変形中に高傾角化しその場で新粒 組織が生じる過程,いわゆる動的連続再結晶^{4,8)}によると考えられている.しか し,未再結晶組織の超塑性変形に伴う結晶粒の細粒化過程とともに発現する超 塑性特性とそれらの機構については未だ不明な点が多い.

超塑性により 200~300%程度の伸びが得られれば超塑性変形を利用した成 形加工は十分可能である^{13·17}ことから、本章では前章までに述べた多軸鍛造法 により創製した微細粒材料の低温超塑性の発現およびその変形機構について変 形条件の差異による組織変化と機械的特性という観点から検討を行った.

従来、アルミニウム合金の高温変形に関しては全変形量に対する粒界すべり、 粒内変形、拡散および空隙形成の寄与率が求められており、これらにより超塑 性発現の変形機構は粒界すべりが重要な役割を担っていると考えられている 13·17). Al-Zn-Mg, Al-Mg-Li-Zr, 7055Al 合金等の種々の Al 合金で超塑性が顕著に 現れる条件下では粒界すべりの寄与率は70~80%と報告されている18.20).一方, 超微細粒材料においては上述の寄与率をそれぞれ算出するには至っていない. また、これまでの超微細粒 Al-Mg 合金における低温超塑性の議論の多くは、試 験温度 673K で実験した結果が主である²¹⁾. この温度は第2章および第3章に 示したアルミニウム合金の再結晶温度より高く、試験温度到達までに粒成長が 起きることが報告されている¹⁶⁾.同時に、従来議論されてきた変形温度は低温 超塑性の定義から外れている. そのため, 超微細粒材は変形前に結晶粒粗大化 の影響を受けており、変形機構の議論には前述の粗大化の影響を排除した実験 が必要である.変形機構の差異に伴う組織変化と機械的特性の変化を明らかに することは、超微細粒材料の高温における変形特性が粗大粒時とどのように異 なるか言及することが可能となり、超微細粒材料の利点をよりわかりやすく示 すことが出来る. これらの結果を示すことは超微細粒材料の成形加工に対する 有用性を示す結果に繋がると思われる.

6.2 実験方法

使用材料は Al-Mg 合金(JIS-5083)であり,その化学組成は質量%で,Si:0.10, Fe:0.20, Cu:0.02, Mn:0.64, Mg:4.54, Cr:0.12, Ti:0.02 で残りは Al である. 材料は鋳造材であり,均質化熱処理を 853K で 28.8ks 施し,粒径 67µm の等軸 粒を得た. 板厚 50mm,板幅 50mm,長さ 50mm のブロック材を供試材とし, Fig.6-1 に示すように多軸鍛造法 (Multi-axial Alternative Forging: MAF) に より加工を行った.供試材の長さ,板幅および厚さ方向を L,LT,ST と定義す る. MAF 法は三軸方向から 1 パス毎に供試材を 90°回転させ繰り返し交互に 負荷したもので,真ひずみ 6.0 まで加工した.加工は 543K で 3.6ks 加熱保持後, 元の板厚に対し 1 パス当たりの加工率を 20%の圧下率で制御した.各パス加工 後に毎回 543K, 1.2ks の再加熱を加え,加工終了後は直ちに水焼入れを行った.

MAF 材より、板厚 1mm、板幅 3mm、長さ 3mm の平行部寸法を有する引張 試験片を L·LT 面から切り出した.試験片の長手方向と供試材の L 方向は平行 である.なお、最終的な加工方向および試料採取面が後の引張試験結果の違い に影響することはなかった²¹⁻²²⁾.引張試験は 473K と 673K にて、ひずみ速度 2.8 x 10⁻¹~2.8 x 10⁻⁴ s⁻¹の範囲で行った.試験温度 473K では、引張試験開始直 前までに粒径は 1µm 以下を維持していることを確認した.よって、超微細粒材 の低温超塑性の変形挙動をより明確にするために試験温度を 473K とした.各 試験条件において試験温度まで 0.17Ks⁻¹ で昇温した.試験温度到達後は 0.9ks 保持し引張試験を開始し、試験終了後は炉冷した.変形後の試験片板面を光学 顕微鏡と走査型(SEM)、透過型電子顕微鏡(TEM)を用いて観察した.試験片板 面を予めエメリー紙とバフ研磨により鏡面仕上げし、変形前後で同一箇所を SEM 観察した.TEM 観察は試料に機械研磨を施した後、高速イオン研磨装置 にて薄膜化し加速電圧 200kV で行った.結晶粒径は切片法 ²³⁾により測定した.

なお,引張変形後の伸びは試験前後の標点間距離より算出しているが,平行 部寸法が微小なため,Fig.6-2 に示すようにビッカース硬さ試験機を使用し圧痕 中心距離がそれぞれ 0.3mm となるように予め試験片に印をつけている.試験前 後およびそれぞれの試験温度における圧痕の変形形状からも変形量を測定した. 一例として,473K および 673K にて初期ひずみ速度 2.8 x 10⁻³ s⁻¹ で,変形を 50% 付与した後のビッカース圧痕を Fig.6-3 に示す.



Fig.6-1 Schematic illustration of the working process for the multi-axial alternative forging.



Fig. 6-2 The arrangement state of Vickers indentation used as a marks.





6.3 実験結果

6.3.1 多軸鍛造加工法による超微細粒創製と熱処理による組織変化

Fig.6-4 に MAF 材の TEM 組織と EBSP 解析より得た IPF(Inverse Pole Figure)マップおよび粒界方位差のヒストグラムを示す.なお,TEM 観察と EBSP 解析は L-LT 面にて行った.EBSP 解析は $0.1\mu m$ ステップで行い,得ら れた IPF マップの色は図中に示す標準三角形より決定される.Fig.6-4(a)中の 制限視野回折像は直径 $2\mu m$ の領域より得たものである.回折像はリング状であ り,微細結晶粒を有する多結晶材料であることがわかる.(b)で示した IPF マッ プは特定の色(方位)で表される領域が幾つか存在していた.これより MAF 材は 完全な再結晶材ではなく,この加工条件下では部分的に未再結晶組織も残存し ていた.しかし,特定方向への強い配向性は見られなかった.(c)から,測定視 野の 70%が高角粒界を有していることがわかった.ここで,粒界方位差 2°以 上 15°未満を低角粒界,15°以上のものを高角粒界とした²⁴⁾.

加工材を 473K と 673K まで加熱し, 0.9ks 保持した後に水焼入れしたときの 光顕組織と TEM 組織を Fig.6-5 に示す. Fig.6-5 はいずれも引張試験直前の組 織に対応する. 473K および 673K での平均粒径はそれぞれ 0.8µm と 10µm で あった. 673K では変形前に再結晶は既に完了し, 粒成長が起きていた.



Frequency histogram of misorientations angle. The high-angle grain boundaries whose misorientations are larger than 15 Fig.6-4 Microstructure and EBSP analytical result of the MAFed material. (a) TEM microstructure, (b) IPF map and (c) degree was defined.



Tensile specimens were heated at each temperature with a heating ratio of 0.17Ks⁻¹ and held for 0.9ks. Fig.6-5 Optical and TEM microstructures just before tensile test at (a)(b) 473K and (c)(d) 673K.

6.3.2 超塑性挙動の発現

ひずみ速度 2.8 x 10⁻¹~2.8 x 10⁻⁴ s⁻¹, 試験温度 473 K と 673 K で引張試験を 行った際の公称応力-ひずみ曲線を Fig.6-6 に,最大応力と破断伸びをひずみ速 度に対して示したものをm値とともに Fig.6-7 に示す. Fig.6-6 および Fig.6-7 より各試験条件において,超塑性の発現とともに最大応力が低下している.注 目すべきは,低温度の 473K,ひずみ速度 2.8 x 10⁻³s⁻¹でm値 0.39,340%の大 きな破断伸びを得たことである.超塑性発現の目安として,m値は 0.3 以上かつ 200%程度の伸びを有することが挙げられる ¹⁵⁻¹⁷⁾. つまり,473K, 2.8 x 10⁻³s⁻¹ での変形条件下で超塑性が発現したと考えられる.ひずみ速度 2.8 x 10⁻³s⁻¹では 473K と 673K で破断伸びはほぼ同じ値を示し,m値はそれぞれ 0.39,0.35 で ある.これは,試験温度により粒界すべりと粒内変形の寄与率に差異が生じた ためと考えられる.Fig.6-8 に種々のひずみ速度において,試験温度 473K にて 破断まで変形させたときの試験片写真を初期ひずみ速度および破断伸びととも に示す.これより,473K という Al-Mg 合金にとっては極めて低い温度域でも 超塑性の発現が可能であった.



Fig.6-6 Nominal stress strain curves of the MAFed material at (a) 473K and (b) 673K with various strain rates.

195



Fig.6-7 Strain rate dependence of the peak stress (a) and total elongation (b) of the MAFed material. The strain rate sensitivity (m-value) is shown in (a).



Fig. 6-8 Appearance of the tensile specimens after fracture for tests conducted at different initial strain rate at 473K.

6.3.3 高温引張変形に伴う組織変化

473K と 673K, ひずみ速度 2.8 x 10⁻³ s⁻¹で破断させた試験片の破断部近傍の TEM 組織およびSEM 組織を Fig.6-9 に示す. 673K では変形中に結晶粒が 10μm から 25µm まで成長していた. 673K での変形は, 既報 ⁷⁻⁹⁾で示されている様に 結晶粒の回転と粒界すべり量が大きく、動的再結晶と粒成長が寄与していると 思われる. これに対し 473K では,幅(DLT)0.8μm,長さ(DL)1.7μm の引張方向 へ伸長した結晶粒であった.しかし、試験終了後は 323K まで炉冷しているた め 473K では組織が回復した可能性がある. Fig.6-10 に 473K, ひずみ速度 2.8 x 10⁻³ s⁻¹で破断させた試験片を水焼入れしたときの TEM 組織を示す.水焼入れ は試験終了後 30s 以内に行った. 粒内での転位の存在は Fig.6-9(b)に比べ多く, 粒界近傍に転位が集積していた.このとき D_{LT}は 0.78μm で D_Lは 1.9μm であ った、つまり炉冷中の回復によって転位の再配列と消滅が起こり、亜結晶粒か ら明瞭な粒界を示す結晶粒へと変化した.しかしながら,炉冷後の結晶粒は伸 長粒かつ粒内に転位を有していた、つまり、変形前後での結晶粒の形状と粒内 転位の存在から 473K での変形には粒内変形の寄与があったと推察される. Fig.6-5 と Fig.6-9 を比較すると, 473K では粒内に転位が生成されるが結晶粒は 極端に粗大化すること無く微細粒を維持していた.ここで DLT と DLは TEM 組 織から得た約100個の結晶粒に対して切片法を用いて求めた.

低温変形に伴う組織変化を知るべく, 473K, 2.8 x 10³ s⁻¹ で引張変形を約 50%および 150%付与した. その TEM 組織を Fig.6·11 に, 粒内変形の目安とし て引張方向とそれに垂直方向の平均粒径とアスペクト比(以下 AR)を Table6·1 に示す. Table6·1 には 473K と同一変形条件において変形を 673K で付与した ときの結晶粒径上変化も比較のため示している. 変形温度 473K では変形を 50% 付与したとき転位は既に粒内に生成され, AR は変形直前の 0.98 から 1.29 へ変 化した. 変形を 150%まで増加させると AR は 1.52 で, 粒径は幅方向に大きな 変化は無く, 引張方向へ伸長していた. その後, 破断に至るまでに AR は 1.52 から 2.1 へ増加し, これは変形直前の AR の 2 倍に達する. 一方, 変形温度 673K では変形を 50%付与したとき転位は粒内には生成されておらず, 結晶粒内に析 出物の生成が見受けられた. このとき, AR は変形直前の 1.01 から 1.13 へ変化 した. 変形を 150%まで増加させると AR は 1.2 で, 粒径は幅方向に大きな変化 は無く, 引張方向へ伸長していた. その後, 破断に至るまでに AR は 1.2 から 1.48 へ増加し, これは変形直前の AR の 1.5 倍に達する. これより, 473K での 引張変形は 673K のそれよりも粒内変形の寄与率が増加していると考えられる.

超微細粒材を用いて 673K で行われた既報の Al-3%Mg-0.2%Sc 合金(ひずみ 速度 3.3 x 10⁻² s⁻¹)⁵⁾や,超微細粒 A5083 合金(ひずみ速度 1.7 x 10⁻³ s⁻¹)⁸⁾で の試験結果によると(1)変形前後において結晶粒は等軸状態を維持したまま粒成 長する.(2)変形中には粒界すべりに起因するクラックが観察された.(3)空隙は 数十µmの等軸形状であった.以上より673Kで行われた既報の結果は,ひずみ 速度に差異はあるが内部組織変化は本研究結果とほぼ同一である.一方,本研 究での473Kの結果は(1)変形前後において結晶粒形状は等軸粒から伸長粒へ変 化し極端な粒成長は示さない.(2)変形後には粒内に転位が生成され,粒界に沿 ったクラックは観察されなかった.(3)空隙は引張方向と平行に伸長していた. つまり,内部組織観察において673Kおよび473Kで変形の進行に対する組織変 化は大きく異なっている.







Fig.6-10 TEM microstructure of water quenched after deformation at 473K with strain rate of 2.8×10^{-3} s⁻¹. Water quenching was carried out within the 30 second after the tensile specimen has broken.



Fig.6-11 TEM microstructure obtained at the center of the gauge length after deformation at 473K, with strain rate of 2.8×10^{-3} s⁻¹. Elongated to (a) 50% and (b) 150%.

Table 6-1 Relationship between aspect ratio and average grain size D_L and D_{LT} after deformation with strain rate of 2.8 $\times 10^{-3}$ s⁻¹ under various deformed ratio. (a) 473K and (b) 673K.

(8)	Just hefore Tensile test	50%	150%	950%
(s)	a zer serve t clibile wer	0/ /0	T O O / D	200.00
$D_{LT}(\mu m)$	0.82	0.82	0.82	0.83
$D_L(\mu m)$	0.80	1.06	1.25	1.73
Aspect ratio	0.98	1.29	1.52	2.1
(p)	Just before Tensile test	50%	150%	250%
$D_{LT}(\mu m)$	10.01	10.34	11.18	13.83
$D_L(\mu m)$	9.92	11.64	13.38	20.47
Aspect ratic	1.01	1.13	1.2	1.48

6.3.4 空隙の形成

Fig.6-9 に示した SEM 組織において, 673K では約 62µm の等軸状の大きな 空隙が破断部近傍に多く見られる. 一方, 473K で形成された空隙は引張方向に 伸長し, その大きさは幅 5µm, 長さ 15µm 程度であった. Fig.6-5, Fig.6-9 お よび Fig.6-11 の TEM 組織より, 473K で D_{LT} は変形前後で 0.8µm と変化を示 さなかった. 破断まで変形を付与したにも拘わらず D_{LT} が変化を示さなかった のは, 前述したが変形中あるいは炉冷中に回復による組織変化を受けたと思わ れる. 一方, D_L は変形前後で 1.0µm から 1.7µm まで変化し, 引張方向へ伸長 している. 粒内変形の寄与が大きい結果, 結晶粒と空隙がともに伸長したと考 えられる. これに対し 673K では, 従来から報告されている様に ^{5-8,11}, 引張方 向に直交して成長していた.

ここで、初期ひずみ速度 2.8 x 10⁻³ s⁻¹で破断まで変形させた試験片の表面組 織を Fig.6-12 に示す. (a)は 473K, (b)は 673K の試験片表面である. 後述する Fig.6-13 および Fig.6-14 からも明らかであるが、673K では粒界すべりが頻繁 に起きると同時に、結晶粒の回転が起きるため、粒界の三重点を境に試験片表 面の凹凸化および空隙の形成が見受けられる. 一方、473K では粒界の三重点よ りも隣接する結晶粒間に 1µm 以下の剥離模様が見受けられ、これらが変形量の 増加とともに引張方向と水平に連結したと考えられる. 低温域の 473K におい ても、くびれは生じることなく破断に至っておりその表面には大きな空隙など が見受けられない. また破断に至るまでの変形機構も大きく異なることから、 超塑性変形を利用した成形加工においてその用途に応じて加工温度を変化させ ることが必要である.





6.4 考察

6.4.1 粒界すべりと粒内変形に及ぼす試験温度の影響

473K での超塑性発現には粒内変形が寄与していることを示した.しかし、超 塑性発現の機構は一般的に粒界すべりによるとされている 16-20). そこで, 試験 温度と粒内変形の寄与に対し検討を加えた.変形前に 0.3µm のアルミナ粉末を 用いて試験片表面にスクラッチを付け、変形を約10%および50%付与したとき のSEM 組織を Fig.6-13 に示す. Fig.6-13(a)-(c)は試験温度 473Kの組織であり, (d)-(f)は 673K の組織である.(b)(d)の高倍率像を(c)(f)に示す.変形を 10%付与 した(a)(d)でのスクラッチは直線状であった. 50%まで変形量を増加させると、 スクラッチは(b)では粒内にて波状に湾曲し、(e)では粒内では直線で粒界にてそ の傾斜は変化した.(b)は転位運動による粒内変形が,(e)は粒界すべりが超塑性 変形の主な変形機構であると推察される.通常(b)のようなスクラッチの湾曲は m値 0.3 以下, つまり粒界すべりの寄与率が非常に低い時に観察される 10,18,25). しかし, 473K, m 値 0.39 でもこれが生じ, 転位が存在するとした Fig.6-11 の TEM 組織と一致し、粒内変形量が 673K に比べ大きいことがわかる. ここで、 結晶粒内および粒界での変形をより明確にするため, Fig.6-14 に高分解能 FE-SEM 像を示す. 473K で変形させると、1µm 程度の結晶粒内に既にクラッ クが発生し、同時に粒界すべりによって生じたと考えられる隣接結晶粒間での 剥離模様など変形機構が 673K で変形させた場合と大きく異なることがわかる.

粒界すべりにより粒界でスクラッチのずれが生じる.したがって,粒界での スクラッチのずれ角θを調べることは粒界すべり量の指針となる¹⁸⁾.同時に, ずれ角の大きさθは表面に対し垂直なすべりとしての面外すべり量を測定する ことは出来ないが,粒界の面内すべり量にほぼ対応すると推察される.ここで θは二次元的な組織写真上で評価し,50%変形した各試験片表面の任意 100 個 の結晶粒について Fig.6-15 に示すように測定し,その平均値として求めた. 473K では粒界すべり量θは4.3°に対し,673K でのθは25°で変形中に顕著 な結晶粒のすべりと回転が起こっていた.変形を約 50%付与した段階では, 473K に比べ 673K で変形した方が粒界すべり量は大きく,θの値からも明らか である.ここで,スクラッチの傾斜方向と粒界すべりの方向は一致すると報告 されている^{20,25}.粒界でスクラッチのくい違いが頻繁に発生することより, 673K での変形機構は粒界すべりによると推察される.

次に,粒内変形の寄与率を変形前後における結晶粒のARから評価した^{26·28)}. 粒径は変形を 50%付与した試験片の SEM 組織と TEM 組織より, AR は粒径 D_L と D_{LT} を測定し求めた. 全変形量に対する粒内変形および粒界すべりの寄与率(ϵ_g および ϵ_{gbs}) はそれぞれ次式(1)および(2)を用いて算出した. 式(1)における R₀ および R はそれぞれ変形前後の AR の値である. また, 式(2)に示す n_L は単位長さのスクラッチと交差する結晶粒界の数であり, \overline{U}_i は U_i の平均である. ここで, n_L および U_i は Fig.6-15 で示される. これらより求めた粒内変形の寄与率は 473K で約 43%, 673K で約 16% であり, 粒界すべりの寄与率は 473K で約 28%, 673K で約 70% であった. ここで, 473K での粒内変形の寄与率の値は 673K より約 2.7 倍も高い値を示した.

$$\varepsilon_g = 1 - (R_0 / R)^{(2/3)}$$
 (6.1)

$$\varepsilon_{gbs} = (1 + \varepsilon_t) n_L \overline{u}_t \tag{6.2}$$

既報では、7075Al 合金を 673K,初期ひずみ速度 1.7 x 10⁻³ s⁻¹で試験したと き粒内変形の寄与率は 16%と報告されている ²⁴⁾.また、Al-Zn-Mg 合金および Al-Mg 合金を 733K,初期ひずみ速度を 3.0 x 10⁻³ s⁻¹および 1.1 x 10⁻³ s⁻¹で変形 させたときの粒内変形の寄与率は互いに 15~20%と報告されている ¹⁸⁻²⁰⁾.これ らの報告事例と本研究の 673K の結果を比較すると、その値はほぼ一致する. 以上より、変形機構が粒内変形のみでは大きな伸びと高いm値が得られない. つまり、473K、2.8 x 10⁻³ s⁻¹での超塑性変形は 673K での変形よりも粒内変形 の影響を大きく受け、変形中に粒内の転位運動は活発に起きている.それが粒 界すべりと密接に関係していることで大きな伸びとm値を得ることが可能であ ったと推察されるが、これは以下の項で検討する.



Fig.6-13 SEM microstructure of the specimen surface deformed with strain rate of 2.8×10⁻³s⁻¹ at (a)-(c) 473K and (d)-(f) 673K. Elongated to (a),(d) 10% and (b)-(c),(e)-(f) 50%.



Fig.6-14 High resolution SEM microstructure of the 50% deformed specimen surface with strain rate of $2.8 \text{ x } 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ at (a) 473 K and (b) 673 K.



Fig.6-15 Schematic representation of rotation angle θ between two grains.

6.4.2 低温超塑性の発現に伴う組織変化

超塑性の主たる変形機構は粒界すべりであるため、Fig.6-9 および Fig.6-11 に 見られるような亜結晶粒や転位組織は一般的には形成されない $^{4,24,29)}$. 473K, 2.8 x 10⁻³ s⁻¹で変形させた後の Fig.6-9 および Fig.6-11 に示した TEM 組織より, 変形量の増加に伴い結晶粒内に転位が生成され亜結晶粒へと変化し、結晶粒は 引張方向へ伸長している.また、伸長粒と等軸状の微細粒(この箇所を図中に 矢印で示す)が観察された.上述のように、473K では粒界すべり θ =4.3°で、 粒内に転位を有していた.つまり、Fig.6-10 から亜結晶粒の存在が確認された ことからも亜結晶粒が微小ながらもすべりと回転を引き起こしていると考えら れる.内部組織、結晶粒の回転と粒界すべりの関係は酒井ら $^{4,24,30)}$ によると、局 部的に生じる粒界すべりと亜結晶粒の回転が起きる.それが低角粒界を高角化 させ、高ひずみ域で新たな微細粒を形成し、その因子は動的再結晶と報告され ている.ここでの高ひずみ域とは、変形を 150%付与したものである.このとき、 SEM による試験片板面観察では観察領域全てが等軸粒になっている.なお、変 形を 50%付与したときの粒界すべり θ は 25°とも述べている $^{4,24,30)}$.

本研究における 473K での結果は(1)変形を 50%付与したときの粒内変形の寄 与率は 43%であった. (2) θ は 4.3°と非常に小さい値であるが, 粒界すべりを 示唆していた. (3)TEM 組織は転位を有する亜結晶粒で,破断後は伸長粒の他に 等軸粒の形成が確認された.以上より、粒内変形の寄与率は従来報告されてい る超塑性の変形機構 $^{16\cdot 20}$ より大きい. 酒井らの報告 4,24 と比較すると, $\theta = 4.3^{\circ}$ と非常に微小ながらも亜結晶粒が回転している以外は一致しなかった.変形を 150%付与した場合でも、473K では観察領域のほとんどが伸長粒であった.小 林ら 22)は A5083 合金を 473K で全圧下率 90%の圧縮加工したとき、加工量を 増加させると再結晶温度は約20~30K低下し約553Kと報告している22).これ は、加工度が高く加工温度が低い程、加工によって導入される転位の量が増加 し,再結晶の駆動力が増すためである.しかし,上述した再結晶温度と試験温 度 473K とは約 80K の差がある.このため、試験片全域が再結晶するとは考え られないが局所的な部分での再結晶の可能性は否定できない.なぜならば、本 研究では破断後に炉冷しているが、未だに粒内に転位を有しており局部的に等 軸粒が観察された.同時に,Fig.6-9(b)に示した転位を含む伸長粒内に粒界が形 成され始めていた.一方で, Fig.6-10の TEM 組織では局所的に等軸状態の亜結 晶粒およびサブグレインが形成されており粒径は 0.9µm であった(この箇所を 図中に矢印で示す). 等軸状の亜結晶粒は他の結晶粒と比べても比較的に転位密 度が高い.引張変形中に局所的に微細な亜結晶粒が形成され,これが炉冷中に 起きる回復により転位の再配列および消滅の影響を受ける. そのため Fig.6-9(b)

に矢印で示した様な微細粒形成に至ったと考えられる.回復により試験片全体 で粒界方位差が増進し局所的には高角粒界,つまり再結晶粒を形成したと考え られる.しかしながら,回復および再結晶とも静的あるいは動的といった詳細 な現象を把握するまでには至らなかった.

673Kでは $\theta = 25^{\circ}$ で,変形中に顕著な粒界すべりを起こすと同時に,変形前後で10µmから25µmへ粒成長していた.一方 Fig.6-13(d)より,10%変形した段階で試験片表面に凹凸が生じ,周囲の結晶粒に比べ明らかに微細な結晶粒が部分的に形成されている.50%変形後の同一箇所では(Fig.6-13(e)),凹凸化した箇所から微細粒の形成と,一部で新粒界の形成が認められる(この箇所を図中に矢印で示す).673Kでは微細粒が形成されるにも拘わらず,変形前後で粒成長を示した.このことは,既報において $11\cdot14$ 673Kでは伸び値が大きくなるにつれ粒成長も進展し,伸び値と粒径の関係は比例関係にあるとされていることと符合する.また微細粒を形成しても,試験温度がAl-Mg合金の再結晶温度より高いため粒成長したと考えられる.つまり,673Kの変形機構は,試験後に粒成長しその形状は等軸状であることから,粒界すべりと動的再結晶もさることながら結晶粒粗大化効果が大きく影響していると推察される.

以上より,超微細粒材を用いた低温超塑性の発現は試験温度により組織変化 と変形機構は異なり,低温とされていた 673K よりも遥かに低い 473K でも超塑 性の発現は可能である.

6.4.3 高温引張変形に伴う破断面形態の差異

初期ひずみ速度 2.8 x 10⁻³ s⁻¹で破断させた後の試験片板面と破断面の SEM 組 織を Fig.6-16(a)-(d)に示す.473K では Fig.6-9 および Fig.6-12 より引張方向に 伸長した空隙が見られる.これは Fig.6-16(a)より約 2µm の等軸状の空隙が伸長 し隣接する空隙と連結したものと考えられる.同時に,粒界に沿った亀裂や粒 界すべりの痕跡が見られないことからも473K での空隙の形成は粒内変形の影 響を受けたと推察される.一方 673K では Fig.6-9(c)および Fig.6-12(b)から約 64µm の空隙が試験片全域に見られ,Fig.6-16(c)より等軸状の空隙から発生した 亀裂が粒界に沿って伝播し試験片幅方向へ空隙が結合した様子が伺える.この 様な亀裂は粒界すべりにより生じる粒界三重点での応力集中が緩和されずに発 生したものと考えられる⁵.

一方, Fig.6-16(b)に示した 473K の破断面にはよく発達したディンプルが認 められる. ディンプルは部分的に微小な変形を伴っており, 粒状の凹凸は生じ ていない. 473K での破面形態は転位の運動が主体である変形後の破面組織³¹⁾ と同様である. 転位運動が主体であるため,上述した粒内変形の寄与,転位を 含む伸長粒および粒内でのスクラッチの湾曲といった事実とも一致する. Fig.6-16(d)に示した 673K の破断面は 10µm の粒状の凹凸が観察され,全体と して 50µm の大きな凹凸を呈している. このような粒の形態は,角が表面エネ ルギーを駆動力として球状化した形態であると報告されており³¹⁾,拡散が活発 な高温変形の効果と述べられている³¹⁾. このように,変形機構の違いにより破 断面形態は異なり,473K での結果は破壊に至る過程で転位運動が支配的な変形 を受けたことを裏付けるものであった.





6.4.4 超塑性変形中に生じる組織変化

未再結晶組織を有する Al 合金の高温変形中に生じる新粒の生成は,動的連続 再結晶によることがしばしば指摘されている.その低角亜粒界が変形中に高角 化する機構は,(1)Briknell と Edington による亜結晶粒の集合・合体説¹¹⁾,(2)Nes による亜結晶粒の成長に伴う亜粒界移動説³²⁾,(3)McNelly らによる亜粒界すべ りとその回転説³³⁾,(4)Liu らによる転位の亜粒界への堆積と吸収による高角化 説³⁴⁾などが提案されている.以上の諸機構は,結晶粒内に均質に生じる亜結晶 粒界が変形に伴い全領域で一様に高角化する過程を説明する.しかし,これら の機構が十分に働いたとしても実際に観察される数十度に達する方位差増加を 説明することは困難である.またこれらの議論に対し比較検討されている諸機 構のほとんどは用いた試験片の再結晶温度より高温のため,粒成長と拡散およ び空隙の形成や全変形量に対する粒界すべりの寄与などを明らかにすることは 困難である.

これに対し、本研究のように前もって温間において強ひずみ加工を行い、一 部未再結晶組織を含むものの高角粒界により形成される微細粒の生成が可能な らば、高温変形中においても一部の粒界で粒界すべりが微小ながらも起きるこ とで隣接する亜結晶粒の回転を生じさせ、低角亜粒界を比較的容易に高角化さ せることができる 4.24). これらの機構は第5章までに述べた結晶粒微細化のメカ ニズムと共通するものである. また、473K で変形を行なうことは変形中の粒成 長や再結晶を抑止する働きがある. ここで述べる再結晶とは動的再結晶を意味 するが、結晶方位の増進という観点から述べている. 一般的に結晶方位差を 15° 以上有しているものを結晶粒と定義しているため、温間変形において結晶方位 差が増進し高角粒会が形成されるならば再結晶と捕らえても良いと考える.

低温超塑性が粒界すべりの助長を受けながらも粒内変形主導の下で発現し, 新粒界の形成も一部に認められるという今回の結論は,高温変形に伴って微細 粒組織が生じてから粒界すべりが支配する超塑性変形が本格的に発現するとす るこれまでの考えとは異なる.
6.5 結 言

多軸鍛造法により創製した超微細粒 Al-Mg 合金の比較的低温域における超塑 性の発現および変形特性を知るべく種々のひずみ速度と変形温度において m 値 と破断伸びを調べた.このとき,従来の Al 合金(結晶粒径 10μm 程度)におけ る超塑性発現の主な変形機構は粒界すべりによると考えられている.しかしな がら,超微細粒での室温機械的特性は結晶粒径が 3μm 以下になることで飛躍的 な向上を示し,これまでの報告されているような機械的特性とはまったく異な った特性を示すようになる.このような点からも,低温超塑性における超微細 結晶粒材料の変形機構を明らかにする必要がある.さらに,これらを明らかに すること同時に,機械的特性と組織変化を知ることで成形加工条件の選択の幅 広がるものと考えられる.初期結晶粒径 0.5μm を有する MAF 材を用いて引張 試験を種々の条件にて行ったときの組織変化と超塑性変形特性について,得ら れた結果を以下に示す.

(1) 超微細結晶粒は試験温度に加熱・保持する間に 473K では 0.8µm, 673K で は 10µm まで成長した. このとき 673K では既に再結晶が終了し粒成長が起き ていた.

(2) 従来低温とされてきた再結晶温度以上における超塑性変形では結晶粒成長が起こるため粗大化し,超微細粒の変形特性を知ることは困難である.そのため,超微細粒材料の変形特性を理解するには,加熱・保持中に起きる再結晶と 粒成長を抑止できる条件下にて試験する必要がある.

(3) 473K, ひずみ速度 2.8 x 10⁻³ s⁻¹で m 値は 0.39, 破断伸びは 340%と大きな 値を得た. この結果は,より低温度での超塑性発現を示し,超微細粒特有の性 質である.

(4) 空隙の形成状態は試験温度により異なり,473K では伸長した空隙が試験片の極僅かな領域で形成されるが 673K では等軸状の空隙が試験片全域で形成された.

 (5) ひずみ速度 2.8 x 10⁻³ s⁻¹, 試験温度 473K と 673K での粒内変形の寄与率は, それぞれ 43%と 16%であり, 粒界すべりの寄与率はそれぞれ 28%と 70%である.ここで, 粒界すべり量θは 473K で 4.3°, 673K で 25°であった. (6) 473K において試験後の TEM 組織より局所的に微細な結晶粒の形成されており,それは伸長粒を分断するような形態となっていた.同時に転位の残存や 亜結晶粒界の存在が見られることより,変形中に結晶粒微細化機構が作用している.

(7) 473K および 673K における超塑性変形の主な変形機構は,それぞれ粒内変形と粒界すべりである.しかしながら,粒内変形の寄与のみでは大きな破断伸びを得ることは出来ず,粒界すべりの助長を受けている.

参考文献

(1) M. Mabuchi, H. Iwasaki, K. Yanase and K. Higashi: Scripta Mater. 36(1997) 681-686.

(2) R.Z. Valiev, N.A. Kraslinikov and N.K. Tsenev: Mater. Sci. Eng. A137(1991) 35-40.

(3) M. Kawazoe, T. Shibata and K. Higashi: Mate. Sci. Forum 233-234(1997) 207-214.

(4) X. Yang, H. Miura and T. Sakai: J. JIM 59(1995) 1222-1229.

(5) T. Fujita, S. Komura, Z. Horita and T.G. Langdon: J. JILM 50(2000) 376-380.

(6) R. Kaibyshev, T. Sakai, F. Musin, I. Nikulin and H. Miura: Scripta Mater. 45(2001) 1373-1380.

(7) Z. Horita, S. Lee, S. Ota, K. Neishi and T.G. Langdon: Mater. Sci. Forum 357-359(2001) 471-476.

(8) N. Tsuji, K. Shitotsuki and Y. Saito: Mater. Trans. JIM 40(1999) 765-771.

(9) K. Funami, R. Sano: 4th Pacific Rim Int. Conf. on Advanced Materials and Processing (Japan Inst. Metals, 2001) 1983-1986.

(10) T. Ohnishi, K. Higashi and Y. Nakatani[:] J. JIM 48(1984) 977-982.

(11) H. Iwasaki, T. Mori, M. Mabuchi and K. Higashi: Mater. Sci. Techn. 15(1999) 180-184.

(12) B.M. Watts and M.J. Stowell: J. Mater. Sci. 6(1971) 228-237.

(13) C.H. Caceres and D.S. Wilkinson: Acta Metall. 32(1984) 415-422.

(14) B.P. Kashyap: J. Mater. Sci. 26(1991) 4657-4662.

(15) R.H. Bricknell and J.W. Edington: Met. Trans. 7A(1976) 153.

(16) K. Higashi, M. Mabuchi and T.G. Langdon: ISIJ Intl. 36(1996) 1423.

(17) T.G. Langdon: Mater. Sci. Eng. A174(1994) 225-230.

(18) K. Matsuki, N. Hariyama and M. Tokizawa: J. JIM 45(1981) 931-941.

(19) N. Furushiro and S. Hori: Trans. JIM. Suppl. 27(1985) 937.

(20) K. Matsuki, Y. Ueno and M. Yamada: J. JIM 38(1974) 219-226.

(21) M. Noda, M. Hirohashi, K. Funami and Y. Suwahara: J. JIM 66 (2002) 101-108.

(22) M. Kobayashi, K. Funami: Proc. of the third sympo. on Super Metal (JRCM, 2001) pp169-173.

(23) Y. Takayama: J. JILM 44(1944) 48-56.

(24) X. Yang, T. Sakai and H. Miura: J. JILM 49(1999) 383-388.

(25) D. Lee: Acta Met. 17(1969) 1057.

(26) S. Ishihara, T. Tanizawa, K. Akashiro, N. Furushiro and S. Hori: J. JIM 63(1999) 333-340

(27) W.A. Rachinger: J. Inst. Metals 81(1952) 33.

(28) Y. Ishida, A.W. Mullendore and N.J. Grant: Trans. AIME 233(1965) 1648.

(29) H. Gudmundsson, D. Brooks and J.A. Wert[:] Acta Metall. Mater. 39(1991) 19.

(30) T. Sakai: New approach to grain refinement, JIM Seminar Text (The Japan Inst. of Metals, 2000) 83-86.

(31) Y. Takayama, S. Sasaki, T. Tozawa, H. Kato, H. Wtanabe and M. Kokubo: J. Japan Inst. Metals 49(1999) 378-382.

(32) E. Nes: Metal Sci., 13 (1979), 211.

(33) S.J. Hales and T.R. McNelly: Acta Metall., 36 (1988), 1229.

(34) Q. Liu, X.X. Huang, M.Yao and J.F. Yang: Acta Metall. Mater., 40 (1992), 1753.

第7章

Al-Mg 合金の低温超塑性発現に 及ぼす結晶粒径と組織変化の影響

Chapter 7

Effect of Grain Size and Microstructure on Appearance of Low Temperature Superplasticity in Al-Mg Alloy

Abstract

The deformation mechanism and the role of grain boundary sliding (GBS) deformation characteristic of and intragranular low temperature superplasticity (LTSP) were investigated in ultrafine-grained (UFG) Al-Mg alloy using a multi-axial alternative forging technique. In UFG materials, it was shown that elongation and strain rate sensitivity were 340 % and 0.39 respectively at 473 K under a strain rate of 2.8 x 10⁻³ s⁻¹. On the other hand, when grain size exceeded 3 µm, superplasticity did not appear under the same conditions. The main factors affecting the deformation mechanism were investigated based on observations of the microstructure using SEM and TEM. The intragranular deformation contribution, estimated from the aspect ratio of the grains after deformation, was observed to be about 43 %. The appearance of LTSP indicates that the role of intragranular deformation and grain size, together with GBS, were the most important factor.

Key words: low temperature superplasticity, intragranular deformation, grain boundary sliding, ultrafine grains, multi-axial alternative forging, aluminum-magnesium alloy.

7.1 緒 言

金属材料の結晶粒が微細であれば超塑性現象を示すことが可能であると報告 され,その変形挙動ならびに機構を検討することは,超微細粒材料の超塑性変 形機構を知る上で重要と考えられる¹⁾.第6章までに,多軸鍛造法により創製し た超微細粒は 473K という低温域においても超塑性が発現し,変形後の空隙形 成も従来低温とされてきた 673K での変形と比較して非常に少ないため,超塑 性変形に対し超微細粒材料は有効であることを示した.他方,超塑性変形にお いて超微細粒材料を用いることで,超塑性が低温および高速変形において発現 し易くなることが報告されている^{2:4)}.これは超塑性変形を利用した成形加工に とって工程削減の他に,よりトータル的なコストダウンが可能であることを示 唆するものであり工業的に非常に重要である.

ところで、再結晶温度以上における超塑性変形の多くは、加熱・保持中に結 晶粒成長を引き起こし結晶粒径 10um 程度の粗大結晶粒となる. 超塑性変形に おいてこの粗大結晶粒を用いた場合には、粒界すべりおよび粒内変形に起因す る空隙の形成と成長によりその機械的特性は低下することが知られている¹⁾. 従 来、多くの超微細粒材料を用いた超塑性合金に関する研究では、粒界すべりが 主要な変形機構と考えられてきた 5-10). そこで超微細粒材料という観点から, 著 者らは第5章までに室温機械的特性について,第6章では低温超塑性の発現と 変形機構について検討し室温における機械的特性の向上および超塑性を低温域 で発現させるためには超微細粒の生成が非常に重要であることを示した.また, その種々の特性は従来良く知られているものとは大きく異なることを明確にし た.低温超塑性変形に関しては、超塑性変形の主要な変形因子は粒界すべりに よると考えられてきたが 11-16), 超微細粒材料において主要な変形機構は粒内変 形であった 1.17). つまり,低温超塑性の発現においても超塑性変形直前の結晶粒 径が超塑性発現の重要な一つの指標として考えられる. そのため, 空隙の形成 や変形後の表面組織などに変化を生じる可能性がある。同時に、超塑性の発現 に微細結晶粒が有効なことからも第6章および本章で述べる低温超塑性の発現 に対して,ある初期結晶粒径を境に低温超塑性が発現しなくなる可能性がある.

本章では第6章までに得た結果を基に、試験温度をAl-Mg合金の組織回復温度に相当し、結晶粒成長と低温型動的再結晶を著しく引き起こすことのない473Kとし、0.8µmから10µmまでの種々の初期結晶粒径を用いて低温超塑性における変形機構と結晶粒径の関係について調べることとした.これは低温域での超塑性発現に伴う組織変化と変形機構への初期結晶粒径による影響を調べるため、その組織変化を内部および表面から明らかにすることを目的としている.

第6章において超微細粒材料の低温超塑性の発現には粒界すべりと同じく粒内 変形の寄与も必要であることを示してきたが,結晶粒径の遷移に伴う変形機構 の寄与に関しても系統的な議論が必要である.

7.2 実験方法

供試材には第6章と同様の工程で作製した多軸鍛造材を使用した.このとき, 多軸鍛造材の初期結晶粒径は 0.5µm であった.超塑性変形に伴う初期結晶粒径 (引張変形開始直前)の影響を検討すべく,電気炉により焼なましを行い4種 類の結晶粒径を有する試験片を作製した.このとき結晶粒径 d は 0.8µm, 3µm, 6µm および 10µm とした.一般的に, d ≤ 1µm を超微細粒, 1µm < d ≤ 5µm を 微細粒, d > 5µm を粗大粒と称されているため ^{1,8·9,17)},本研究でもこの呼び名を 用いる.

試験片は試験温度 473K まで昇温速度 0.17Ks⁻¹にて加熱し,保持は 0.9ks 行 なった.このときの結晶粒径を本章では初期結晶粒径と定義している.高温引 張試験は試験温度 473K,初期ひずみ速度 2.8 x 10⁻³s⁻¹にて行なった.初期ひず み速度は第6章の試験結果から,試験温度 473K で最も大きな伸びおよび m 値 を得た 2.8 x 10⁻³s⁻¹としており,変形後の試験片は水焼入れした.引張変形は平 行部寸法に対し 40%,80%および 120%付与しており全て同一結晶粒について 観察している.ただし,120%以上の伸びを示す材料についてはその後も引張変 形を付与し観察を行なっている.ここで,引張方向と多軸鍛造材の L 方向は平 行とし,伸びの算出には第6章でも述べたが Vickers 圧痕を併用している.

初期結晶粒径を変化させるための焼なましは、電気炉を用い大気中において 473K,523K,573K および 673K にてそれぞれ 1.2ks 行い、終了後は直ちに水 焼入れした.ここで、Fig.7-1 に上述の焼なまし処理により創製した超微細粒材 料が目的粒径にまで粗成長すると同時に、粒界方位差を十分に有し、ランダム な方位であることを示すため EBSP 解析 ¹⁸⁾より得られた 0.8µm、3µm および 10µm 材の IPF マップ ¹⁸⁾を一例として示す.上述した種々の結晶粒径の創製は 全て電気炉を用いて行なった.焼なまし条件と処理については第5章と同一で ある.

組織観察を行なうにあたり,第6章と同様に,変形前にエメリー紙およびバフ研磨にて試験片表面を鏡面に仕上げた.ここで,鏡面仕上げにする目的として,高温変形下ではひずみ誘起により結晶粒界が試験後の腐食なしに出現し,変形を連続的に付与することが可能であるためである.組織観察には主にFE-SEM およびTEM を用い,試験片板面(L-LT面)にて行なった.試験片板面および破断面観察にはSEM を用いた.TEM 観察のための試料作製は前章と同一であるが,粗大粒材料では引張変形量の増加とともに平行部中央にネッキングが生じるため,Fig.7-2 に示すようにサンプルを顕微鏡用 Cu 製のダブルメッシュに包み高速イオン研磨にて薄膜化した.

222



Fig. 7-1 Orientation imaging micrographs obtained by EBSP analysis for the Al-Mg alloy with multi-axial alternative forging process and subsequently annealed at (a) 473K (b) 523K and (C) 673K. Observed from the TD direction.





7.3 実験結果

7.3.1 多軸鍛造材および熱処理材の結晶粒径とその組織

加工温度 543K にて多軸鍛造法による結晶粒微細化を行なった場合,第5章 においても述べているが,隣接間結晶粒界方位差 15°以上を有する超微細粒の 形成が容易である.方位解析によって多軸鍛造加工材の約 70%がこの高角粒界 を有し,残りの 30%は隣接間結晶粒界方位差 2°~15°未満の低角粒界である ことも前章までに明らかにしている.Fig.7-3 に多軸鍛造材の TEM 組織と 473K で予め熱処理を施し,加熱保持した直後(試験開始直前)の TEM 組織を示す. 多軸鍛造材および 473K 焼なまし材それぞれの平均結晶粒径が 0.5µm,0.8µm であることからも加熱保持中に著しい粒成長を引き起こしていないことがわか る.若干の粒成長を引き起こした因子として,熱処理温度が 473K かつ静的焼 なましのため組織の回復が考えられ,回復に伴い一部の粒界は平衡状態になる べく成長を,残りは低角粒界形成に至ったと考えられる.加えて,他の熱処理 条件材では熱処理温度がこの合金の再結晶温度よりも高いため,既に再結晶が 完了した組織であった.

ここで、超微細粒材、微細粒材および粗大粒材の粒界方位差の変化について 粒界マップ(方位差毎に色分けして表示したもの)と粒界方位差のヒストグラ ムを Fig.7-4 に示す. 粒界マップにおいて青色は方位差 15°以上の高角粒界を 示し、赤線は低角粒界を示している.また黒線で表示される箇所は高角粒界と 考えてよいものの若干の残留ひずみが認められる箇所である。超微細粒材では 約70%が高角粒界であったが焼なまし温度の上昇つまり、結晶粒の成長ととも に高角粒界の頻度は大きくなり粗大粒材では、測定視野の90%が高角粒界であ る、つまり、熱処理により前述した静的不連続再結晶が進行したことにより高 角粒界の頻度が増加したものと考えられ、この粒界は超微細粒のそれに比べ熱 的に安定な平衡状態になっていると考えられる¹⁹⁾. これは Fig.7-4 に示した粒 界マップにおける黒線が測定視野に存在しなくなっていることからも明らかで ある. ところで、本章における試験温度は 473K であるため、超微細粒材料中 に存在する非平衡粒界の幾つか(隣接間結晶粒方位差が 15° に非常に近い低角 粒界)は高角粒界に移行したと考えられるが、サブグレインのような存在は結 晶方位差をこの温度下では大幅に増加することが出来ないため^{5,20)},結晶粒成長 を引き起こさなかったと考えられる.



Fig. 7-3 TEM microstructure of multi-axial alternative forged materials. (a) as MAFed material, (b) annealed structure at 473K held for 0.9ks.



the map (a) to (c), blue lines show the high angle boundaries whose misorientations are larger than 15 degrees and the red lines show the low-angle boundaries. Misorientation imaging micrographs obtained by EBSP analysis for the Al-Mg alloy with multi-axial alternative forging process and subsequently annealed at (a), (d) 473K (b), (e) 523K and (c), (f) 673K. Observed from Fig. 7-4 Misorientaion distribution in grain boundary. Frequency histogram for misorientation angle are shown in (d) to (f). In the TD direction.





Fig. 7-4 Misorientaion distribution in grain boundary. Frequency histogram for misorientation angle are shown in (d) to (f). In the map (a) to (c), blue lines show the high-angle boundaries whose misorientations are larger than 15 degrees and the red lines show the low-angle boundaries. Misorientation imaging micrographs obtained by EBSP analysis for the Al-Mg alloy with multi-axial alternative forging process and subsequently annealed at (a),(d) 473K (b),(e) 523K and (c),(f) 673K. Observed from the TD direction.

7.3.2 低温超塑性に及ぼす試験温度の影響

初期ひずみ速度 2.8 x 10⁻³ s⁻¹にて 473K および 673K で破断まで変形を付与し たときの公称応力--ひずみ線図を Fig.7-5 に示す.第6章においても示したが, 両試験温度ともこの初期ひずみ速度において最も大きな m 値と破断伸びを得て いる. Fig.7-5 より公称応力--ひずみ線図は変形の初期段階において最大応力を 示し,その後 673K では緩やかな応力の減少を示した.一方 473K での引張強さ の変化は,130MPa から 50MPa まで著しく減少するもののその後は比較的緩や かな減少である.加えて,両材とも 300%を超える伸びを示すと同時に m 値は 473K および 673K でそれぞれ,0.39 と 0.35 を示した.これは前述したが,粒 内変形および粒界すべりの寄与によるところが大きく,試験温度により変形機 構に差異が存在する,つまり初期結晶粒の大きさに低温超塑性における変形機 構は大きく依存し超微細粒では一般的に超塑性の主変形機構とされている粒界 すべりの寄与は 473K で変形させた場合少ないためであると考えられる.

低温超塑性において超微細粒材料の特徴的な性質は、低温域にも拘らず粗大 化した 673K 材と同等の伸びおよび m 値を得るのみに留まらず、引張強さは 673K で変形を付与したものに比べ最大で約 4.5 倍に達する.また、引張変形量 が 150%を超えても(473K における引張強さは変形量が約 150%程度から緩や かな減少を示している)、673K の引張強さよりも約 2 倍高い値を示している. つまり、高強度を維持したまま大きな変形を付与することが可能であり、前述 した表面組織からも空隙の形成は少ない.しかしながら、これまでに得た室温 引張特性の結果から、低温超塑性の発現には変形温度に対する結晶粒の大きさ という敷居値が存在すると考えられ、これを明確にする必要がある.ここで、 Fig.7-6 に初期ひずみ速度 2.8 x 10⁻³ s⁻¹にて約 200%の引張変形を付与した後の 試験片外観像を示す.同図に変形後の板厚および板幅も記す.なお、Fig.7-6(a) に示す変形前の引張試験片の図面を Fig.7-7 として示す.



Fig. 7-5 Nominal stress-strain curves of the MAFed material at initial strain rate of 2.8 x 10⁻³ s⁻¹.



Fig. 7-6 Appearance of the tensile specimens after deformation for tests conducted at different temperature.



Fig. 7-7 Dimensions of tensile specimen used for the superplasticity examination.

7.3.3 低温超塑性の発現に及ぼす初期結晶粒径の影響

超微細粒の助長を受けた 473K での低温超塑性の変形挙動を明らかにするた め、多軸鍛造材に対し引張試験前に種々の温度において焼なましを施し 0.8µm ~10µm までの結晶粒径を有する試験片を作製した. Fig.7-8 にこれら異なる結 晶粒径を有する試験片を引張試験したときの公称応力-ひずみ線図を示す. 超 微細粒材料では明らかに他の微細粒および粗大粒材に比べて大きな破断伸びと m 値を示している.また超微細粒材料の引張強さは初期結晶粒径 3µm 材よりも 20MPa 高く均一変形量も他の初期結晶粒材料に比べ大きい.すなわち、変形の 初期段階においてくびれが生じないのは結晶粒が微細になる程,粒界すべりの 助長が大きいことを示している. ここで,興味深いのは引張強さが超微細粒, 微細粒,粗大粒と結晶粒径が大きくなるに伴い,室温における引張変形ほどで はないものの低下していることであり,Hall-Petch の関係 9にしたがっている ことである. 一方,結晶粒径が 6µm まで粗大化すると m 値は高々0.13 であり その時に示す破断伸びは 120%であった. Fig.7-8 からも明らかではあるが,結 晶粒径が大きくなるに伴い m 値および破断伸びとともに低下する傾向にあった.

ところで、室温における引張変形では焼なましを利用し結晶粒径を粗大化さ せると強度の低下と硬さの軟化を示す一方で、破断伸びは飛躍的に改善される 19·21). 室温変形と高温変形を一概に比較することは困難であるが、変形温度にお いて材料内部の組織変化が 473K では動的回復あるいは再結晶を伴うが室温で はこれらは作用せず、粒内変形による転位の堆積のみが作用するため数十%の 破断伸びに留まってしまう. これは動的回復あるいは再結晶が作用しないため 1,21),連続再結晶を促進させるのに必要な亜結晶粒界、低角粒界および亜結晶粒 が形成されず、それらの回転やすべりの助長を受けられないためである 1,5,20). ただし、高温では破断伸びが低いといっても 100%程度は伸びることに注意しな ければならず、破断伸びに占める均一伸びの割合も室温変形より大きい. 超塑性発現の定義としては 200%程度の伸びを有し,そのときの m 値は 0.3 以上であると考えられていることから^{12·13,23·24},初期ひずみ速度 2.8 x 10⁻³ s⁻¹, 試験温度 473K における超塑性の発現にはやはり結晶粒が敷居値として考えら れる.この変形条件下において超塑性を発現させるためには少なくとも結晶粒 径 3μm を有する微細粒材料が必要と考えられる.

Fig.7-9 および Fig.7-10 に初期ひずみ速度 2.8 x 10⁻³ s⁻¹にて 473K で 120%引 張変形を付与した後の試験片板面 SEM 組織および TEM 組織を示す. どの結晶 粒径においても粒内変形が作用した形跡が認められる. ここで,結晶粒径と変 形量の増加に伴うアスペクト比の関係を Table7-1 に示す. Fig7-8 および Table7-1 から同一変形条件下においても初期結晶粒径が粗大になるほど粒内変 形の寄与率が増大していることが伺え,結晶粒径と粒内変形の寄与率に密接に 関係していると考えられる.



Fig. 7-8 Nominal stress-strain curves of the MAFed material at initial strain rate of 2.8 x 10⁻³ s⁻¹. An initial grain size and m-value were collectively shown in figure.





Fig.7-9 SEM microstructures of original surfaces of specimen deformed to 120 % at 473 K and a strain rate of 2.8 x 10⁻³ s⁻¹. (a) ultrafine grain, (b) fine grain and (c) coarse grained specimen. Initial grain size shown in figure.



Fig.7-10 TEM microstructures of original surfaces of specimen deformed to 120 % at 473 K and a strain rate of 2.8 x 10⁻³ s⁻¹. (a) ultrafine grain, (b) fine grain and (c) coarse grained specimen. Initial grain size shown in figure.

and	
size $D_{\rm L}$	K.
grain :	at 473]
average	erature
and a	temp
ratio	l test
aspect	³ s ^{·1} and
ween a	8 x 10 ⁻
ip bet	at 2.
ionshi	lation
Relati	leform
e 7-1	after (
Tabl	D_{LT}

σ		
'n		
SIZE	K.	
grain	at 473	
age	ture a	
avei	perat	
and	t tem	
rauo	d test	
spect	s ⁻¹ an	
н П З	10 ^{.3} s	
aawı	8 x	
an c	at 2	
Insu	tion	
ומוזט	rma	
	defc	
-	fter	
ante	LT a	
-		

Grain size	Deformation ratio	D _L (µm)	D_{LT} (μm)	Aspect ratio
	40%	1.06	0.82	1.29
0.8 µ m	80%	1.14	0.82	1.39
	120%	1.25	0.82	1.52
	40%	2.98	2.75	1.08
3.0 µ m	80%	3.4	2.58	1.32
	120%	4.66	2.47	1.89
	40%	7.12	6.43	1.11
6.0 μ m	80%	9.33	5.37	1.74
	120%	10.03	4.62	2.17
	40%	11.19	8.77	1.28
10.0 μ m	80%	13.61	6.89	1.98
	110%	19.79	6.53	3.03

7.3.4 破断面観察

初期結晶粒径の違いによる破断面組織には大きな異なりが見られた.破断面 組織を Fig.7-11 に示す.試験温度 473K における破断面は何れの結晶粒径にお いても延性破壊を呈するものであり,微細あるいは粗大なディンプルが形成さ れていた.なお,初期結晶粒径が 6µm 以上となるとその破断面組織に大差は見 られないため Fig.7-11 では初期結晶粒径 6µm までの破断面を示している.破断 面は結晶粒径が大きくなるに伴い,微細なディンプルが成長および合体した粗 大なディンプルから形成されており,結晶粒径が 3µm 以下では微細なディンプ ルから破断面が形成されていた.ここで結晶粒径 3µm の破断面のディンプルは 深さ方向に連結したディンプルが見られるが,相対的に連結および合体する前 と考えられ,ほぼディンプル径と結晶粒径が対応する.超微細粒材になると破 断面に大きな凹凸は見受けられず,微細なディンプルあるいは一部ですべり面 分離(リップル)¹⁰が形成されていた.

結晶粒径が微細になるほど、粒内変形もさることながら粒界すべりの助長を 受け大きな破断伸びとm値を得ることが可能なことは前章において述べた.ま た、本章においてもこれらの現象は試験温度一定の下においても変化せず、初 期結晶粒径の影響を受けることを示した.超微細粒材ではすべり面分離が見ら れ、試験片深さ方向へのディンプルの形成が見られない.一方で、粗大粒ほど ディンプル径も大きく深さ方向への結合度合いも大きい.つまり、超微細粒材 料が低温超塑性を発現するには粒界すべりの寄与も重要な因子^{1,5)}であり、粒界 すべりの助長を受けることにより、主変形機構が粒内変形であっても低温超塑 性の発現が可能であると考えられる.





Fig. 7-11 SEM microstructure of fracture surfaces at 473K. Initial grain size shown in (a) ultrafine grain, (b) fine grain and (c) coarse grained specimen. Initial grain size shown figure. The specimens were deformed to failure (a) e=315 %, (b) e=167 % and (c) e=108 %. in figure.

7.4 考 察

7.4.1 変形中の組織変化と初期結晶粒径依存性

低温超塑性の発現に際し,超微細粒材料では粒界すべりの助長を受けつつも, 粒内変形が主変形機構に成りうることを述べてきた. Table7-1 に示した AR か らも,初期結晶粒径と変形量の増加に伴い AR は大きくなっている.引張変形 を 120%付与した時の AR は超微細粒材(結晶粒径 0.8µm)で 1.52,粗大粒材 (結晶粒径 10µm)で 3.03 である. このとき,変形前の AR は 1.0 であった. また,結晶粒の D_{LT} および D_L は変形量の増加とともにそれぞれ減少と増加を示 し,この傾向は初期結晶粒径が大きくなるほど顕著である. ここで,AR のみを 比較しても結晶粒径の大小により約 2 倍の差を有している. つまり,超微細粒 材よりも粗大粒材の方が粒界すべりの助長を得ることが難しく粒内変形の寄与 が大きいため大変形に至らず破断したものと考えられる. Fig.7-9 より,473K における変形において,結晶粒径が大きくなるほど結晶粒の伸長および粒内の けがき線がより大きな湾曲を示していることからも粒内変形の寄与の大きさが わかる. これらの違いは,結晶粒径の差異により変形条件が同一であっても粒 界すべりの寄与が異なるためと考えられる.

前章で述べたように、超塑性の発現には粒界すべりの助長が必要である.粒 界すべりが起き易くなる因子としては、再結晶温度程度にて引張試験を行なう かあるいは、単位面積に閉める結晶粒界の占有率を高めればよい²¹⁾.結晶粒を 微細化した材料では粒径が細かくなると同時に、粒界面積の占有率も高くなる. このため、超微細粒材料では低温変形においても粒界すべりの寄与を得ること が可能であると考えられる.Fig.7·9(a)·(c)を同一変形量において比較すると、結 晶粒内および結晶粒界に生成されるクラックおよび空隙の形成の頻度もまた結 晶粒径が大きくなるに伴い増加している.主変形機構が粒内変形である場合に おいても、超微細粒材の場合 Fig.7·9(a)からもクラックの発生は粒内に 0.5µm 以下の極微細なものが見受けられ、同時に隣接間粒界同士が数百ナノ間隔でず れておりストリエーションバンド^{12·16)}の形成も見受けられることから、やはり 粒界すべりの助長を受けていると考えられる.一方で粗大粒材になると Fig.7·9(c)から、クラックは粒界のみならず粒内にまで進展しており粒界すべり の寄与は非常に少ないことを示唆している.

これまで、超微細粒材では粒界すべりの助長を変形中に受けることで低温域 においても超塑性の発現が可能なことを示してきた.ここで、超微細粒材ある いは結晶粒径 3µm 以下にならなければ低温での超塑性が発現しないという敷居 値に関して組織変化から検討した.Fig.7-10(a)より超微細粒材の場合,結晶粒 は内部に転位を有しており,また等軸粒が局所的ではあるが形成されている. このとき,伸長粒内には新粒界がそれを分断するように新たに形成され,粒界 の周囲には転位の堆積が見られる.加えて,超微細粒材料内にはサブグレイン も局所的に形成されている.すなわち,新たに形成された新粒界は低角粒界あ るいは亜結晶粒界である可能性が高く,結晶粒微細化の初期段階に相当し,組 織変化の主要な機構として動的連続再結晶が作用していると考えられる^{5,20)}.

低温超塑性変形において初期結晶粒径の差異により m 値および破断伸びは異 なるものの、その内部組織に作用する機構は次のように考えられる. 超塑性変 形中に結晶粒内部に微細なサブグレインが局所的に形成されるが、超微細粒材 の場合サブグレインが有する転位密度は粗大粒材よりも遥かに高い. これは Fig.7-10(a)-(c)からも明らかである. 転位密度が高いサブグレインでは、組織の 動的回復あるいは再結晶により、転位の再配列あるいは消滅がおこり粒界方位 差を増進させ結晶粒へと転化していく^{1,5)}. このとき、動的回復あるいは再結晶 が連続的に作用することで、結晶粒界方位差は高角となり局所的に微細な結晶 粒を形成するに至ると考えられる.

7.4.2 低温超塑性の発現に伴う内部組織変化

動的再結晶の過程および機構についてはまだ不明な点が多く残されている. Zr 添加 Al 合金を含め多くの準単相 Al 合金の未再結晶組織 5に対して,高温変 形中に生じる結晶粒微細化過程とともに発現する超塑性特性については、多く の研究がこれまでに成されている. Nes ら ²⁵⁾は Al₃Zr 粒子の溶解に伴って亜結 晶粒が成長して動的連続再結晶が起こり、また亜粒界すべりの結果として結晶 粒の方位差が増加することを指摘している. Hales と McNeller²⁶⁾は Al·Mg 合金, Liu ら²⁷はAl-Li-Cu 合金を用いた超塑性下の微視組織観察により、変形中に粒 内に導入される転位が亜粒界に吸収されて粒界方位差を増加させることを提唱 している. 今回の超微細粒 Al-Mg を用いた低温超塑性変形における組織変化に おいても、Nes や Hales らが提唱している機構つまり動的再結晶が働いている と考えられる、すなわち、低温ではあるが変形を受け生成された転位は粒内に おいて運動し易くなり、転位の亜粒界への吸収に基づく粒界方位差の高角化な らびに粒界すべりに伴う結晶粒の回転が重なり、変形に伴い次第に新粒を生じ るものと考えられる. 酒井ら 28)の提唱した動的再結晶機構を低温超塑性変形中 に起きた本研究結果は支持するものであり、その変形挙動は良く似ている、そ のため, 酒井らが提唱した動的再結晶モデル^{15,20,28)}を以下に引用し Fig.7-12 と して示す.

ここで、同一変形量を付与した時の結晶粒変化の様子を明らかにするため, Fig.7-13 に微細粒材および粗大粒材に引張変形を 40%付与した後の表面組織の 高分解能像を示す.結晶粒径が粗大になると粒内に鱗状の模様が現れると同時 に粒内に凹凸を伴い、変形帯の形成が一部では観察される(これらの個所を図 中に矢印で示す). Fig.7-10 に示した TEM 組織からも結晶粒内に転位が堆積し その密度は超微細粒材に比べ高い.つまり,473Kにおいて粗大粒材を変形させ た場合、転位同士の消滅あるいは結晶方位差の増進は作用していると考えられ るが、その作用よりも一つの結晶粒内に堆積する転位量が多く効果的に組織の 回復あるいは低温型動的再結晶 200が作用していないと考えられる. これは Fig7-9 に示した SEM 組織中に粗大粒材の場合,新粒の形成が見られないこと とも一致する. これらは、本章および第6章において述べたが、473Kにおいて も粒界すべりの寄与が認められ一部では低角粒界から高角化していたこと、な らびに粒内変形の寄与が大きいことで結晶粒内へ転位が生成された事実と一致 する. つまり, 低温域において超塑性を発現させるもう一つの因子として動的 再結晶が考えられる、しかしながら、低温動的再結晶と初期結晶粒径および変 形条件に関しては、なお詳細な検討および議論を必要とする.以下に Fig.7-12 で示した動的再結晶モデルの説明を付け加えておく.

動的再結晶の結晶粒界での核形成過程は Fig.7-12 の模式図を用いて次のよう に説明されている.まず高温変形下で粒界すべりまたは粒界域せん断変形が働 き、粒界に沿って局所的に不均一なひずみ勾配が生じる.そこでは優先的に回 復に伴う副結晶粒界の生成とそれに続いて粒界の凹凸化が生じる.この状態か ら粒界張り出しが起これば、その臨界条件式²⁰は以下のように表される.

$\Delta E = 4 K \gamma_{R} / L \qquad (7.1)$

ここで ΔE は隣接粒間のひずみエネルギー差, γ_B は粒界エネルギー, L は張 出す部分の粒界長さである.静的再結晶の核形成に関する Bailey と Hirsh の条 件式は K=1 であるのに対して,高温変形下では粒界の凹凸の後で張出し機構 ²⁹⁾が働くので,K<1 が必ず成立する.また,変形に伴い粒界の張出しとともに 粒界すべりが局所的に生じると,張出す領域での結晶回転が起こり,元の結晶 粒界の延長線上に転位境界が生じる.

その結果,新粒は元の結晶粒から分離されやすくなる.以上の二つの理由に よって,結晶粒界は動的再結晶粒の最も有力な核形成サイトになる^{20,29)}.一方, 粗大粒初期組織における動的再結晶下で特徴的に現れるネックレス再結晶は, 微細粒からなるネックレス再結晶領域では粒界すべりが容易かつ頻繁に起こり, それに伴い新結晶粒の回転とともに不均一ひずみが導入される結果,ネックレ ス領域でも粒界張出し機構が働くと考えられる.







a)



Fig. 7-13 High resolution SEM microstructure of the 40% deformed specimen surface with strain rate of 2.8 x 10⁻³ s⁻¹ at 473K. (a) ultrafine grain, (b) fine grain and (c) coarse grained specimen.

7.4.3 破断面組織と初期結晶粒径の関係

変形の結果として破断が生じるため,破面形態が変形機構と密接に関わっていることは周知の事実である.第6章を含めこれまでに得た観察結果を基に,破面形態を変形状態により整理すると,次のようになる.試験温度 473K では673Kに比べディンプルは部分的に微小な変形を伴っており,粒状の凹凸は生じていない.このような凹凸は拡散が活発な高温変形の効果と述べられている³⁰⁾ため,473Kでは673Kに比べ拡散があまり活発ではないことがわかる.ここで,473KはAl合金の回復温度に相当する^{1,17)}と同時に,変形により生成された転位の移動や吸収および消滅が引き起こされるため動的回復および再結晶に外部からの熱エネルギーは用いられていると考えられる.

初期ひずみ速度 2.8 x 10⁻³ s⁻¹における 473K での比較的低温での変形では, Fig.7-11 に示したように結晶粒径が大きくなるにつれディンプルは結合および 成長しその深さもより深いものとなり室温変形において Al-Mg 合金を破断まで 変形させたときの破断面に酷似している³⁰⁾. つまり,結晶粒径が大きくなるに つれ変形中に受ける粒界すべりによる結晶粒の回転および転位の消滅など、動 的再結晶の基となる現象が生じ難くなる. そのため, 大きな破断伸びを得られ ずネッキングを伴い破断に至ったと考えられる. 超微細粒材料の破断面は凹凸 というよりも平面的な破壊つまりリップルの形成に依存しているように思える. つまり、変形中に内部組織はすべりの影響を受け、変形中に生成される転位が 効果的に亜結晶粒界に吸収されることで上述してきた動的再結晶を引き起こし たと考えられる.その結果,超微細粒材では新粒生成が効率よく行われ大きな 破断伸びに至ったと考えられる.これは、Fig.7-4 に示した粒界方位差のヒスト グラムおよび粒界マップから、微細粒材料では低角粒界の頻度が他の微細材お よび粗大材に比べ大きく完全に試料が高角粒界で満たされていないこと、粒界 マップにおいて超微細粒材では高角粒界と転位が微少に残存している粒界が近 接していること、同時に結晶粒径を成長させた場合はほとんどの粒界が高角粒 界で形成されており、付近に低角粒界が認められないこと等の結果と符合する.

いずれにせよ,試験温度 473K では転位密度の増大を伴う変形機構が作用したものと考えられる.転位密度が増大した後,あるいは転位が生成されたときその近傍に亜結晶粒界が存在すること,すなわち低温においても動的再結晶あるいは回復現象を効果的に利用することにより得られる破断伸びは大きくことなるといえる.つまり,大きな伸びとm値を低温域にて発現させるには粒界すべりや粒内変形もさることながら微細な結晶粒あるいは超塑性変形中に生じる結晶粒微細化が重要であり,そのときの結晶粒径は3µm以下になることが望ましいと考えられる.

7.4.4 低温超塑性の発現に伴う機械的特性

種々の結晶粒径を用いて初期ひずみ速度 2.8 x 10⁻³ s⁻¹試験温度 473K にて低温 超塑性の発現には,初期結晶粒径が 3μm 以下である必要である.これは結晶粒 微細化した後の室温における機械的特性が 3μm までは緩やかに向上し,それ以 降の粒径すなわち超微細粒を形成することで飛躍的に向上する現象と酷似して いる ^{1,7·9)}. つまり,室温および結晶粒成長を伴わない再結晶温度以下における 高温変形では結晶粒径 3μm とは機械的特性向上の一境界条件であると考えられ る.

ここで、本章で行った結晶粒径と降伏応力の関係を Hall-Petch の関係として まとめたものを Fig.7-14 に示す. 同図には第5章において示した Hall-Petchの 関係式も比較のため表している. 室温変形では直線の傾きkは152に対し,473K における変形でのそれは62を示している.直線の傾きkが室温変形に比べ約2.5 倍低い値を示し、高温化において強度の維持が難しいことを示しているが、通 常の低温超塑性として扱われている 673K での変形後の降伏応力と引張強さは それぞれ 25MPa および 32MPa 程度である.一方,本研究結果では 673K にお ける変形と同等の m 値および破断伸びを得たにも拘らず, その降伏応力と引張 強さはそれぞれ 120MPa および 140MPa を示す. つまり, 結晶粒を超微細粒に まで多軸鍛造法により微細化することで高強度を維持したまま大きな破断伸び を得たことになる、すなわち、超塑性変形を利用した成形加工において強度を 有しながら複雑形状が作製可能なことを示唆する結果であり、従来よりも約 200K 加工温度が低いことからトータルコストおよび加工工程の削減に繋がる ものと考えられる、ところで、成形加工を行なうに際し数十%程度の伸びを有 していれば加工可能な簡便な形状かつ高強度製品作製には、低温超塑性変形を 用いずとも超微細粒を創製した後に加工熱処理によって十分対応することが可 能である.

これまで第5章,第6章および本章で述べてきた超微細粒材料の機械的特性 より,変形条件および結晶粒径に対する機械的特性を明らかにすることで超微 細粒材料の使用範囲および加工条件の選択の幅は非常に広いことがわかる.そ の中の一つの成形加工法として,空隙の生成が少なくまた高強度および微細な 結晶粒を維持したまま低温超塑性を用いるならば,従来から述べられている工 程削減に加え結晶粒微細化の本質である環境および優れた機械的特性を有する 製品加工に効果を発揮すると考えられ,その必要条件は内部組織の変化など議 論する点は多く残されているが超微細粒の形成が非常に有効である.



Fig. 7-14 Relation between the grain size and the mechanical properties of the various grain size and test temperature.
7.5 結 言

多軸鍛造法により創製した超微細粒 Al-Mg 合金を用いて初期ひずみ速度を 2.8 x 10⁻³ s⁻¹とし試験温度 473K にて種々の初期結晶粒径を用いて低温超塑性変 形特性とその変形機構に及ぼす試験開始直前の結晶粒径の影響を調べた. 試験 温度 473K は Al-Mg 合金の回復温度に相当するため,試験開始直前まで粒成長 を示さない.また,この種材料を温度一定の下にて高温引張試験を行なうこと で,粒界すべりの助長に関しても言及することが可能である.低温超塑性の発 現が可能なことは超塑性を利用した成形加工にとって工程削減の他に,トータ ル的なコストダウンおよび作業環境の安全化を期待することが出来る.しかし, 473K という低温のため超塑性の発現には結晶粒径の敷居値が存在することも 考えられる.これらの観点から低温超塑性を検討しその結果を以下に示す.

(1) 焼なましにより事前に変化させた初期結晶粒径は試験温度 473K に加熱・保持する間には粒成長を示さなかった.

(2) 初期結晶粒径 0.8µm の超微細粒材では 473K, ひずみ速度 2.8 x 10⁻³ s⁻¹で m 値は 0.39, 破断伸びは 340%と大きな値を得た.

(3) 低温超塑性の発現には結晶粒微細化による超微細粒材料の創製が有効であるが, 試験開始直前つまり加熱・保持直後に結晶粒径が 3µm 以下である必要があり,結晶粒径 3µm で試験を行なった場合, m 値は 0.3 を示し破断伸びは 180% であった.

(4) 初期ひずみ速度 2.8 x 10⁻³ s⁻¹, 試験温度 473K における主な変形機構は粒内 変形であるが, 同時に粒界すべりの助長を受けなければ大きな伸びと m 値を得 ることが出来なかった.

(5) 473K における超塑性変形中におきる組織変化は, 亜結晶粒の形成および転 位の消滅や粒界への吸収と結晶方位差の増進など動的再結晶が支配的な因子で ある

(6) 破断面は初期結晶粒径,伸びおよび m 値に異なりは生じるが原則的にはディンプルを伴う延性破面を呈しており,室温変形にて破断に至った場合の破面 形態と良く似ていた.また,ディンプル径は結晶粒径に対応し結晶粒が微細な ほど深さ方向へのディンプルの結合は見受けられない. (7) 低温超塑性を発現させることにより, 空隙の生成割合は再結晶温度以上で変形させたものよりも低く, 高強度を維持したまま大きな延びを得ることが可能であった. この強度は概ね Hall-Petch の関係を満たすものである.

(8) 同一変形量における試験片表面観察では超微細粒の場合粒界すべりの痕跡が認められる.一方,初期結晶粒径が 3µm となると粒内変形の割合が多くなり すべりの痕跡も見受けられない.さらに,初期結晶粒径が 6µm 以上になると結 晶粒中に変形帯を形成しはじめていた.

参考文献

(1) M. Noda, M. Hirohashi and K. Funami: J. Japan Inst. Metals 67 (2003) 98-105.

(2) M. Mabuchi, H. Iwasaki, K. Yanase and K. Higashi: Scripta Mater. 36(1997) 681-686.

(3) R.Z. Valiev, N.A. Kraslinikov and N.K. Tsenev: Mater. Sci. Eng. A137(1991) 35-40.

(4) M. Kawazoe, T. Shibata and K. Higashi: Mate. Sci. Forum 233-234(1997) 207-214.

(5) X. Yang, H. Miura and T. Sakai: J. JIM 59(1995) 1222-1229.

(6) T. Fujita, S. Komura, Z. Horita and T.G. Langdon: J. JILM 50(2000) 376-380.

(7) R. Kaibyshev, T. Sakai, F. Musin, I. Nikulin and H. Miura: Scripta Mater. 45(2001) 1373-1380.

(8) Z. Horita, S. Lee, S. Ota, K. Neishi and T.G. Langdon: Mater. Sci. Forum 357-359(2001) 471-476.

(9) N. Tsuji, K. Shitotsuki and Y. Saito: Mater. Trans. JIM 40(1999) 765-771.
(10) K. Funami, R. Sano: 4th Pacific Rim Int. Conf. on Advanced Materials and Processing (Japan Inst. Metals, 2001) 1983-1986.

(11) R.H. Bricknell and J.W. Edington: Met. Trans. 7A(1976) 153.

(12) K. Higashi, M. Mabuchi and T.G. Langdon: ISIJ Intl. 36(1996) 1423.

(13) T.G. Langdon: Mater. Sci. Eng. A174(1994) 225-230.

(14) K. Matsuki, N. Hariyama and M. Tokizawa: J. JIM 45(1981) 931-941.

(15) N. Furushiro and S. Hori: Trans. JIM. Suppl. 27(1985) 937.

(16) K. Matsuki, Y. Ueno and M. Yamada: J. JIM 38(1974) 219-226.

(17) M. Noda, K. Funami, M. Hirohashi and M. Kobayashi: Mater. Sci. Forum, In press.

(18) O. Umezawa: J. Japan Inst., Light Metals 50(2000) 86-93.

(19) Z. Horita: Proc. of the second sympo. on Super Metal (JRCM, 1999), 271-279.

(20) T. Sakai: New approach to grain refinement, JIM Seminar Text (The Japan Inst. of Metals, 2000) 83-86.

(21) N. Tsuji, T. Murakami and Y. Saito: J. Japan. Inst. Metals 63(1999) 243-251. (22) F.J. Humphreys and M. Hatherly: Recrystallization and Related Annealing Phenomena, Elsevier, (1995)

(23) R.Z. Valiev, R.K. Islamgaliev and I.V. Alexandrov: Prog. Mater. Sci., 45 (2000), 103.

(24) H. Gudmundsson, D. Brooks and J.A. Wert: Acta Metall. Mater., 39 (1991), 19.

(25) E. Nes: Metal Sci., 13 (1979), 211.

(26) S.J. Hales and T.R. McNelly: Acta Metall., 36 (1988), 1229.

(27) Q. Liu, X.X. Huang, M.Yao and J.F. Yang: Acta Metall. Mater., 40 (1992), 1753.

(28) R. Kaibyshev, T.Sakai, F. Musin, I. Nikulin and H. Miura[:] Scripta Mater. 45 (2001), 1373-1380.

(29) H.Miura and T. Sakai: J. JIM, 58 (1994), 267.

(30) Y. Takayama, S. Sasaki, T. Tozawa, H. Kato, H. Wtanabe and M. Kokubo: J. JILM 49(1999) 378-382.

第8章

総 括

8.1 研究の成果

アルミニウム合金は産業の基盤材料であり,産業技術の発展にともなって金属材料に要求される機械的・機能的特性は年々高くなっている. さらに,近年は省エネルギー,省資源,環境との調和等の社会的要請が強まり金属材料の軽量化およびリサイクル性の要求も高まっている.

本研究は、アルミニウム合金を対象に環境への配慮および機能性の向上に応 えるべく、従来設備を用い実工程へも展開が可能な結晶粒超微細化法の提案お よび超微細粒をより容易に生成させるための加工条件の確立を第 1 の目的とし た. 次に、微細粒材料が今後成形加工に頻繁に使用されるためにもその機械的 特性を十分に把握する必要がある. このため、結晶粒径と室温および高温にお ける機械的諸特性の関係を明らかにすることを第 2 の目的とした. これらの目 的に対する取り組みをフローチャートとして Fig.8.1 に示す. それぞれの目的を 達成すべく、結晶粒微細化法工程と創製した超微細粒材料の機械的特性評価を 種々の条件下にて行った. これらの結果については各章の結言で示した通りで あるが、これらを総括すると以下のように結論付けられる.

アルミニウム合金を結晶粒微細化により延性を損なうことなく高強度化する ためには、従来の転位密度の増加に伴う駆動力増加を利用しその後の工程で再 結晶化させる理論よりも、低角粒界を加工中に形成させ同時に動的再結晶を利 用することで高傾角化させることが有効であり、加工温度は組織の回復が起こ る回復温度を利用することが超微細粒形成には効果的であることが発見できた. また、同じ強ひずみ加工でも単軸加工ではマイクロシアバンドがある一平面に だけ平行に生じると仮定した場合、多軸加工によって複数の変形帯が互いに交 差することが可能となる.この交差によって元の結晶粒内を微細かつ均一に分 割するため、その結果として高ひずみ域ではほぼ等軸の微細粒組織が生じるこ とが可能となることを金属組織学的観点から明らかにした.すなわち、加工に おけるひずみ経路の増加が結晶粒超微細化に最も効果的であることを見出した. 鍛造という極めて簡便な手法においても粒径 0.5µmの超微細粒材料の創製が可

254

能であり,その強度は出発材の約2.7倍にまで向上し,破断伸びは粒径を制御することで約3倍にまで改善することが可能であることを明確に示すことで第1 の目的を達成した.

上述した室温における機械的特性の改善に加えて,降伏応力は引張強さに比 べ粒径依存性が高いことを幅広い粒径範囲にて明らかにした.さらに,超微細 粒材料の代表的特性である低温超塑性の発現は,同種材料の超塑性発現温度よ りも 200K 以上低下させることが可能となり,実用的な観点から潤滑材や離型 剤は特殊なものを用いる必要がなくなるため極めて実用的な材料が創製できた. 超微細粒材料の超塑性変形挙動を TEM および FE-SEM にて観察した結果,低 温超塑性の主な変形機構は粒内変形であり,粒界すべりが主な変形機構である という従来の考え方と大きく異なることを見出した.以上より,広範囲に渡る 結晶粒径において室温および高温における機械的諸特性を明らかにすることで 第2の目的を達成し,超微細粒材料の有する高強度および延性は種々の加工条 件下に対応することが可能であり,加工成形条件の幅を大きく広げることが可 能なことを明らかにした.

これらの結果から,著者らが提案した多軸鍛造加工法は既存設備を利用し, 且つ実用展開が可能な結晶粒超微細化法として有効な加工法であり,第1と第2 の両目的を達成したことを確認した.



Fig.8-1 Outline of this study and its summary.

8.2 今後の課題と展望

本研究では、これまで結晶粒超微細化法とは異なり実工程に応用することが可能な手法として多軸鍛造法を開発および提案した.この手法によれば既存設備の利用のみで結晶粒径 0.5µm を有する超微細粒材料の創製が可能となり、機械的特性の向上においても特殊加工方法と肩を並べることが可能である.加えて種々の鉄鋼材料や Cu 合金および難加工材として知られている Ti 合金や Mg 合金においても本手法では 1µm 以下の超微細粒形成に成功している ^{1.5)}. すなわち,従来設備を利用した多軸鍛造法において結晶粒を超微細化できる金属材料は多岐に渡ることを明らかとしている.

現在,超微細粒創製法の議論は引き続き行なわれ,その研究速度は非常に早 く進展しており次々に新しい報告が出されているものの,その多くは内部組織 構造や再結晶挙動および粒界特性に関するものが多く,破壊靭性,腐食特性お よび疲労特性等に代表される機械的諸特性については幾つかの報告がなされて いる⁶⁻⁷⁾ものの皆無に等しい.この理由として,これまで有力視されている結晶 粒微細化法では微細化後の試料形状が定まっているため,機械的特性試験を行 なうための試料が作製できないという問題が挙げられる.一方,本研究で提案 している多軸鍛造法によれば破壊靭性,腐食特性および疲労特性は向上するこ とが示されている⁸⁻¹⁰⁾ものの,研究対象は結晶粒径 3µm 程度であり超微細粒が 有する機械的諸特性を解明するにはなお議論が必要である.

材料開発の面から最近ではCu合金およびMg合金の研究が引き続き活発に行われており高強度,高延性そして電気伝導率などの観点からも研究がなされている.しかしながら,この種材料を実用化へ前進させるためにはやはり機械的諸特性を解明することも組織構造解析と同じく非常に重要であり,これらの結果をデータベース化することで加工プロセスの設定が容易に出来,加工成形シミュレーションの高精度化に繋がると考えられる.ところで,成形加工は一軸応力状態にて必ずしも行われておらず,二軸応力場にて評価する必要もある11·14).本研究では付録として示しているが種々の温度および雰囲気制御に対応した二軸引張試験機^{11·14)}と十字形引張試験片^{12·14)}を用いて二軸応力場での室温および高温における機械的特性と組織変化について検討を加え成形加工のシミュレーションを高精度化する試みを行なっている.

また,超塑性加工はニアネットシェイプ成形としての技術完成度が高く,魅力的ではあるがこの加工法によってコストを抑えた良質な製品や部品を製造するためには,超塑性加工が工程削減のための手法でなく,それのみでも最終形状まで仕上げられるようなプロセスの開発が必要である.また超微細粒材料の

場合,低温高速超塑性の発現が起こることが知られているが,その変形機構は 従来のものと大きく異なるためデータの蓄積が必要である.これらの他に成形 加工では熱処理条件,表面処理や表面仕上げそして検査技術などの周辺技術へ の取り組みを容易にする必要がある.

最後に、結晶粒微細化法は環境面および産業面においてそれぞれの要求を満 たす有力な手法であることは不変であると考えられるが、機械的諸特性の解明 および成形加工技術の確立さらにはこれらのデータベース構築と成形加工シミ ュレーションの高精度化に関する研究がより進展することが待たれるところで ある. 今後、この分野における研究がより広い範囲にて議論され超微細粒材料 が実用材に適用されると同時に、通常の成形加工プロセスに超塑性特性が頻繁 に利用される日が近いことを期待する.

参考文献

(1) M. Noda, M. Hirohashi and K. Funami: J. Japan Inst. Metals 67 (2003) 98-105.

(2) M. Noda, M. Hirohashi and K. Funami: J. Mater. Trans., 44 (2003) In press.

(3) M. Noda, K. Funami, M. Hirohashi and M. Kobayashi: Mater. Sci. Forum, In press.

(4) Y. Sasaki and K. Funami: Collected Abstracts of the 2003 Spring Meeting of the Japan Inst. Metals, p450.

(5) N. Machida, K. Funami and M. Kobayashi: Mater. Sci. Forum, 357-359(2001), 539-544.

(6) Y. Demura, K. Kitagawa and M. Kawazoe: J. Japan Inst. Light Metals 51(2001) 324-328.

(7) H. Esaki, H. Tanaka, T. Minoda, K. Shibue and H. Yoshida: Proc. of the fourth sympo. on Super Metal, (JRCM, 2001) 283-292.

(8) T. Kura, K. Funami and M. Noda: Collected Abstracts of the 2003 Spring Meeting of the Japan Inst. Metals, p448.

(9) T. Yamada, K. Funami and M. Noda: Collected Abstracts of the 2003 Spring Meeting of the Japan Inst. Metals, p450.

(10) M. Noda, M. Hirohashi and K. Funami[:] Collected Abstracts of the 2003 Spring Meeting of the Japan Inst. Metals, p450.

(11) A. Makinde, L. Thiboddeau and K.W. Neale: Exp. Mech. 32-2 (1992), 142.
(12) K. Funami, M. Noda and M. Hirohashi: Collected Abstracts of the 2003 Spring Meeting of the Japan Inst. Metals, p450.

(13) M. Yoshimizu, T. Kuwabara, T. Sugibayashi, H. Isono, Y. Bekki and H. Ohsawa: JILM, 53 (2003), 284-289.

(14) T. Kuwabara, T. Kuroda, V. Tvergaard and K. Nomura: Acta Mater, 48-9 (2000), 2071-2079.

付 録

超微細粒材の塑性加工性を評価するために行なう成形加工シミュレーション に際して、板材の面内 2 軸応力場での塑性変形特性を調べる必要がある.しか し、従来行われてきた試験評価法は純粋な 2 軸応力下で行われていない¹⁻²⁾.こ のため、2 軸応力場の機械的特性と組織変化を関連付けて評価することは困難で ある.一方で、結晶粒微細化に関する多くの報告がなされおり、結晶粒微細化 を容易に実現するためには様々な方向からの加工とせん断変形の付与が重要と 述べられている³⁻⁵⁾.また、超微細粒材料の成型加工性を評価するにあたり、2 軸応力下における機械的諸特性を調べ 1 軸応力下のそれと比較することで、現 在行なわれている成形加工のシミュレージョンをより高精度化させることが可 能になると思われる.そのためには、2 軸引張試験機と十字形引張試験片の設計 と作製を行なう必要がある.

本章では付録として,作製した 2 軸引張試験機の概要および最適な十字形試 験片寸法を求めるために使用した Ansys の解析結果を示す.なお,得られた機 械的特性の結果と高温下における試験片の変形状態について,その一部を示す こととする.

付1 2軸引張試験機の概要および設計

2 軸引張試験機の設計図および試験機の外観像を Fig.1-1 と Fig.1-2 に示す. 2 対のモーターをそれぞれ水平方向に設置しており,容量は各モーター(独立制 御可能)とも 500kgf である.各モーターにはコントローラが接続してあり,位 置決め制御が内蔵されている.ここで,2 軸荷重を独立に負荷するためには,試 験片が中央部に静止していることが必須である¹⁾.本試験機では,各軸ごとに荷 重と位置を PC にて同時制御することでこれを実現している.電気炉は小型にす るため,熱源をハロゲンヒーターとし,熱伝対は試験片上下に各 1 本づつ配置 した.2 軸引張試験機の設計仕様は,モーター駆動(各モーターとも独立制御可 能)であり,シャフトストロークは最大で 120mm,最大許容荷重は 1 軸あたり 500kgf としている.また,引張速度は 0.06~600mm/min の広範囲に対応して おり,電気炉の許容温度は 873K である.電気炉は各種雰囲気に対応すること が可能である.冷却方式は水冷を採用しており,電気炉の周囲およびシャフト 内部に水が流れるよう設計している.

付2 十字形引張試験片の作製と FEM 解析

供試材は Al-Mg 合金の鋳造材(粒径 67 μ m)である.これを 523K にて温間 圧延することで粒径 2 μ m まで微細化した圧延材を使用した. 圧下スケジュール は 10.0→8.0→6.0→4.0→2.0→1.0mm の 5 パスとした.このとき,再加熱は板 厚 4mm までは各パス終了後に 600s,その後は 300s 施し,圧延終了後は水焼入 れを行なっている.

十字形引張試験片の採取は圧延方向をX軸に,圧延直角方向をY軸とし試験 片中心を座標系の原点とした.十字形試験片は2軸応力が作用する均一変形部 と腕部からなり,X軸とY軸ともに平行部長さ24mmを有している.なお,2 軸応力場での変形を容易にするため直径6mm,深さ0.25mmのくぼみを試験片 中央に作製した.十字形試験片の形状をFig.2-1に示す.十字形引張試験片によ る2軸引張試験は,バルジ成形やエリクセン試験に比べ,2軸方向のひずみに対 する応力および組織変化が評価しやすい利点がある¹⁻²⁾.一方で,大変形を扱う に適した試験片の作製が困難である.

本研究では,試験片中央部に,直径 6mmの円形で板厚 0.5mm になるように 機械的に研削を施した.研削は 1) 片面のみを 0.5mm 研削したもの(試験片 A) 2) 両面から 0.25mm づつ研削したもの(試験片 B)の二種類とした.これらを モデル化し FEM(Ver. 7.0)により解析した結果を Fig.2-2 に示す.Fig.2-2 に示す 解析結果は公称ひずみで 13%付与したものである.このとき公称ひずみは,試 験片ピン部に強制変位として与えている.FEM は静的陰解法(三次元解析,要 素は六面体 20 接点)を用い,超微細粒 Al-Mg 合金を用いた 1 軸室温引張試験 結果を材料特性として挿入し解析を行った.

試験片Aでは(a)と(b)より試験片の表裏で相当応力の分布状態が異なり,研削 面に生じる応力集中の影響を受け試験片の中心に向かうに連れ,たわみが生じ 非対称変形を示した.一方,試験片Bでは(c)と(d)の相当応力の分布状態は同一 であり,変形後も2軸応力状態を維持した.つまり,十字形試験片を使用し大 変形を測定する場合,試験片Bを用いなければ的確なデータは得られず,対称 性を損なう結果となった.



Fig.2-1 Geometrical shape and dimension of cruciform specimen.







Fig. 2-2 The equivalent stress distribution after tensile deformation using the two kinds of cruciform specimens. Analysis was performed by three dimensions using Ansys 7.0. 十字形引張試験片を用いた 2 軸引張試験では, 2 軸応力部には主応力と主ひず みのみが作用し,その応力状態は多軸化している.そこで求める強度およびひ ずみは相当応力さおよび相当ひずみとなる.これらを求めるに際し,試験片の 相当断面積の定義が必要である.本研究では強制変位を種々変化させた場合の FEM 解析結果を基に以下に示す数式を使用することで,相当断面積を定義して いる.ここで σ_{eq} はA,B,C点でのそれぞれの相当応力, A_{eq} は相当断面積, Σpi は荷重の総和を示している.ここで,A点は十字形試験片の原点から 2.0mm, B点は 2.5mm,C点は 3.0mm 離れた箇所を示している.FEM 解析結果の一例 を Fig.2-3 に示し,数式と FEM 解析によって得た σ_{eq} と Σpi の関係を表したグ ラフを Fig.2-4 に示す.これらの結果より,本研究における十字形引張試験片の 相当断面積は 6.7mm²であると考えられる.

$$\sigma_{eq} = \frac{\Sigma Pi}{A_{eq}}$$



Fig.2-3 An example of an FEM analysis result.





付3 2軸引張試験機を用いた十字形引張試験片の高温引張変形

本章において設計および作製した 2 軸引張試験機において十字形試験片に大きな相当ひずみを付与することが可能か確かめるため十字形試験片を用いて, 673Kにおいて 2 軸引張試験を行なった.破断後の試験片概観像を Fig.3·1 に示し,変形中の十字形試験片の様子を Fig.3·2 に示す. Fig.8·6 より,十字形試験 片の中心部は常に静止している様子が分かり,2 軸応力場での変形を容易にする ために十字形の両面から研削した直径 6mm,深さ 0.25mm のくぼみが常に中央 にあると同時に,2 軸応力部が作用しやすいこのくぼみ部では Fig.9·3 および Fig.9·4 に対応するように斜め 45°方向から破断あるいはくびれが生じている ことがわかる.加えて,試験片のくぼみ部および 45°方向は自く見られ,変形 が進展していることが分かる.一方,X および Y 方向では変形量の増加と共に 黒い部分が4箇所明確に見られるようになる.この箇所は前述した箇所に比べ 応力が低く,大きな変形を示していないことがわかる.これらの実験結果は FEM 解析結果と一致する.

一方, Fig.3-1 に示した試験後の十字形試験片の外観像であるが(a)は片面からのみ研削を施したものであり,(b)は両面から研削を施したものである.ここで(a)で示した面は Fig.9-2(c)に示した面と同一である.前述した FEM 結果でも示したが,片面のみにくぼみを作製し試験を行なうと試験片がたわむことを示した.(a)では変形の進展に伴い試験片にくぼみが形成されており,対称変形を示していないため,十字形試験片および2軸引張試験機を用いた機械的特性を解明するにあたり,この試験片形状が不適切であることは実験結果からも明らかである.

十字形試験片を用いて2軸引張試験機により初期ひずみ速度2.1 x 10⁻² s⁻¹か ら2.1 x 10⁻¹ s⁻¹ (引張速度において60mm/min から300mm/min)の比較的高 速変形において得たm値と最大応力の関係をFig.3-3 に示す.このとき,初期 ひずみ速度8.3 x 10⁻² s⁻¹においてm値0.34を示し,相当塑性ひずみは70%程 度であった.高温下において2軸引張試験を実施した結果がないため,得られ た相当ひずみ量が大きいものかの判断は難しいものの,673Kにおける1軸高温 引張試験において初期ひずみ速度8.3 x 10⁻² s⁻¹という高速変形下では100%以 下の破断伸びしか得られず,m値も0.1程度と低いことを考えると2軸応力部 に作用する機械的特性は1軸のそれと異なる可能性を十分に有している.

ここで、組織変化の一例として、この条件下において1軸および2軸引張試験を行なった後のFE-SEM像をFig.3-4に示す.結晶粒の大きさからも明らかであるが、加熱・保持中に7µmまで成長した結晶粒は1軸引張試験後には10µmまで結晶粒が成長し、試験片表面の凹凸状態も低い.一方、2軸引張試験後には

272

5µm まで結晶粒が微細化し、試験片表面の凹凸状態も高く2軸応力状態では結晶粒界すべりが頻繁に起きていることを示唆している. 組織観察のみにおいても1軸および2軸応力下において大きな組織変化を示すことより、機械的特性にも何らかの影響をきたすと考えられる.

今後,成形加工の高精度化を調査するにあたりこれらの因子を可能な限り明 らかにすることでシミュレージョンおよび成形加工作業の向上につながり,惹 いては超微細粒材料の有効性についてより深く言及することが可能となると思 われる.



Fig.3-1 Appearance of cruciform specimen after biaxial tensile tested.



Fig.3-2 The situation of the cruciform specimen form examination under deformation at 673K.



Fig.3-3 Relationship between initial strain rate and peak stress. Tensile specimens were heated at 673K and held for 0.9ks.



Fig.3-4 Optical and SEM microstructures (a) just before tensile test, (b) uniaxial and (c) cruciform specimen. Tensile specimens were heated at 673K and held for 0.9ks. 謝 辞

本論文は著者が千葉大学大学院博士後期課程に2001年4月に入学して現在に いたるまでの研究成果をまとめたものであり、本研究を遂行するにあたりご指 導賜った千葉大学 広橋光治 教授の御懇篤なるご指導のもとに完成させること ができました.並びに千葉工業大学 船見国男 教授には著者が千葉工業大学博 士前期課程に1999年4月に入学して以来,現在に渡るまで種々の観点から終始 格別な御指導と御教示を賜りました.同時に両先生には国内外における様々な 講演機会を頂きました.御指導を賜りました両博士に心から御礼申し上げます. 加えて,博士前後期課程在籍中の5年間に渡り大局的見地から御指導を頂きま した長岡技術科学大学名誉教授 小林 勝 博士に深く感謝いたします.

御多用中にも関わらず本論文の遂行にあたり学会および研究会等で個別にご 指導いただいた九州大学 堀田善治 教授,大阪大学 辻伸泰 助教授,茨城大学 本橋嘉信 教授,宇都宮大学 高山善匡 助教授に御礼申し上げます.また,本論 文のまとめの課程において有益な御教示とご助言を賜りました千葉大学 中村 雅勇 教授,服部豪夫 教授,浅沼博 助教授に謹んで御礼申し上げます.そして、 本研究を遂行するにあたり千葉工業大学 清水秀治 助手,千葉大学 糸井貴臣 助手には貴重なご助言を頂きました.また,試料提供および圧延実験において ご助力頂きました住友軽金属工業の渋江氏, 江崎氏, DSC 解析には千葉県機 械金属試験場の鈴木氏に御助力頂きましたことを併せて付記し感謝します.

本研究の一部成果は旧通商産業省工業技術院の産業開発制度の基,新エネル ギー・産業技術総合開発機構(NEDO)から「スーパーメタルの開発研究」の一部 委託として行われたことを付記し,これらの援助に心より感謝の意を表します.

おわりに、本研究の過程において実験に協力していただいた、千葉大学および千葉工業大学の大学院生および学部生の皆様に感謝いたします.

特に,大学入学から現在に至るまで研究活動を支えてくれた両親,祖父母, 妻に感謝しここに附記します.

著者の学術研究業績

- 1. 学位論文に関連する公表論文
 - 野田 雅史,船見 国男,小林 勝:「極低温圧延により強加工した 3004Al 合金の機械的特性の向上」,日本金属学会誌,64 (2000), 395-398.
 - (2) 野田 雅史,広橋 光治,船見 国男,小林 勝:「アルミニウム合金の結晶粒微細化へ及ぼすひずみ負荷様式の影響」,日本金属学会誌, 66 (2002), 101-108.
 - (3) M. Noda, M. Hirohashi, K. Funami and Y. Suwahara: 「Fabrication Process and Mechanical Properties of Fine Grained Aluminum Alloy by Multi-Axial Alternative Forging」, The Japan Society of Mechanical Engineers: JSME/ASME International Conference on Materials and Processing 2002
 - (4) 野田 雅史,広橋 光治,船見 国男:「多軸鍛造法により結晶粒微細 化した Al-Mg 合金の低温超塑性と変形機構」,日本金属学会誌,67
 (2002),98-105.
 - (5) M. Noda, K. Funami, M. Hirohashi and M. Kobayashi: 「Effect of Grain size and Microstructure on Appearance of Low Temperature Superplasticity in Al-Mg Alloy」, Materials Science Forum, 447-448 (2004), 435-440. (In Press)
 - (6) M. Noda, M. Hirohashi and K. Funami: Low Temperature Superplasticity and Its Deformation Mechanism in Grain Refinement of Al-Mg Alloy by Multi-Axial Alternative Forging, Material Transactions, 44 (2003), 2288-2297.
 - (7) 船見 国男, 広橋 光治:「強ひずみ加工法による材料の組織微細化と 塑性加工性(組織微細化の加工プロセスと機械的特性)」, 千葉工業大 学研究報告理工編, 51 (2003), 印刷中

- 2. 学位論文に関連する解説などの刊行資料
 - (1) 小林 勝, 船見 国男, 河野 紀雄:「アルミニウム合金の高蓄積エネル ギー加工による結晶粒微細化」, 第 2 回スーパーメタルシンポジウム テキスト, (JRCM, 1999), 281-290.
 - (2) 船見国男:「低温加工による材料組織微細化」,第192回塑性加工シン ポジウムテキスト,(塑性加工学会,2000),17-24.
 - (3) 小林 勝,船見 国男:「温間鍛造予加工によるアルミニウム合金の結 晶粒微細化」,第3回スーパーメタルシンポジウムテキスト,(JRCM, 2001),169-173.
 - (4) 野田 雅史,広橋 光治,船見 国男:「多軸鍛造による Al-Mg 合金の 低温超塑性」,第113回超塑性研究会テキスト,(超塑性研究会,2002), 57-75.
- 3. 学位論文に関する受賞
 - M. Noda, M. Hirohashi, K. Funami and Y. Suwahara: 「JSME/ASME International Conference on Materials and Processing 2002」、ベスト・ポスター賞受賞(日本機械学会).
 - (2) 日本金属学会誌 67 巻 2 号の会誌表紙写真に採択.
- 4. 特許出願

(1) 野田 雅史, 船見 国男, 広橋 光治, 小林 勝: 「多軸鍛造法による 超微細粒を有するアルミニウム及びアルミニウム合金板の製造方法」, 日本 国特許出願中 2002 年 出願番号: 2002-344201

- 5. 講演発表および講演論文
- (1) アルミニウム合金の低温圧延による結晶粒微細化
 第 38 回日本機械学会学生員卒業研究発表講演会 1999 年 3 月
 野田 雅史, 船見 国男
- (2) 低温圧延により加工した 5083 アルミニウム合金の機械的特性
 1999 年日本金属学会秋季講演大会 1999 年 11 月
 野田 雅史, 船見 国男, 小林 勝

(3) 3004 アルミニウム合金の結晶粒微細化と強度向上に対する予加工の効果
 第 98 回軽金属学会春季講演大会 2000 年 5 月

小林 勝, 野田 雅史, 船見 国男

- (4) アルミニウム合金の結晶粒微細化に及ぼす負荷せん断ひずみ様式の効果
 2000 年日本金属学会秋季講演大会 2000 年 10 月
 船見 国男,野田 雅史
- (5) 強ひずみ加工法で結晶粒微細化したアルミニウム合金の超微細組織と機械 的特性

2000年 CIT シンポジウムテキスト 2000 年 11 月 野田 雅史

- (6) 多面繰返し鍛造加工法によるアルミニウム合金の結晶粒微細化 2001年日本金属学会春季講演大会 2001年3月 諏訪原 豊,野田 雅史,船見 国男
- (7) 多面鍛造法により創製した微細粒組織アルミニウム合金の機械的特性 2001年日本金属学会春季講演大会 2001年3月 野田 雅史, 諏訪原 豊, 船見 国男
- (8) アルミニウム合金の結晶粒微細化に及ぼすひずみ負荷様式の影響
 2001年日本金属学会秋期講演大会 2001年9月
 野田 雅史,広橋 光治,船見 国男,諏訪原 豊 p498
- (9) アルミニウム合金の結晶粒微細化に及ぼすひずみ負荷様式の影響
 第 101 回軽金属学会秋期講演大会 2001 年 11 月
 野田 雅史,広橋 光治,船見 国男 p105・106
- (10)多面鍛造法により創製した超微細粒 Al-Mg 合金の機械的特性と低温超塑性
 平成 14 年度塑性加工春期講演会 2002 年 5 月
 野田 雅史,広橋 光治,船見 国男 p63-64
- (11) Fabrication Process and Mechanical Properties of Fine Grained Aluminum Alloy by Multi-Axial Alternative Forging. JSME/ASME International Conference on Materials and Processing October 2002 p522-527.
 - M. Noda, M. Hirohashi, K. Funami and Y. Suwahara
- (12) 多軸鍛造による Al-Mg 合金の低温超塑性 (依頼講演)
 第 113 回超塑性研究会テキスト 2002 年 9 月 於:東北大学金属材料研究所
 野田 雅史,広橋 光治,船見 国男 p57-75
- (13) 超微細粒 5083Al 合金の粒内変形を伴う低温超塑性の出現
 2002 年日本金属学会秋期講演大会 2002 年 11 月
 野田 雅史,広橋 光治,船見 国男 p488

- (14) Al-Mg 合金の低温超組成出現に及ぼす結晶粒径の影響と組織変化
 第 103 回軽金属学会秋期講演大会 2002 年 11 月
 船見 国男、野田 雅史、広橋 光治 p43-44
- (15) 超微細粒 Al-Mg 合金の焼なましによる機械的特性変化と寸法効果 2003 年日本金属学会春期講演大会
 - 野田 雅史, 広橋 光治, 船見 国男 p450
- (16) 組織微細化した 5083Al 合金の破壊靭性
 2003 年日本金属学会春期講演大会 2003 年 3 月
 山田 剛司,船見 国男,野田 雅史,広橋 光治 p450
- (17) 二軸引張試験による微細粒 Al-Mg 合金の引張変形と組織変化
 2003 年日本金属学会春期講演大会 2003 年 3 月
 船見 国男,野田 雅史,広橋 光治 p448
- (18)多軸鍛造加工法によって作製した微細結晶粒 Al 合金の腐食特性
 2003年日本金属学会春期講演大会 2003年3月
 倉 岳宏,船見 国男,野田 雅史,広橋 光治 p448
- (19) 鋼球落下試験による Al 合金の組織微細化
 第 104 回軽金属学会秋期講演大会 2003 年 5 月
 上野 晃義、野田 雅史、船見 国男 p191-192
- (20) Effect of Grain size and Microstructure on Appearance of Low Temperature Superplasticity in Al-Mg Alloy.
 8th International Conference on Superplasticity in Advanced Materials. St. Catherine's College, Oxford, UK August 2003 M. Noda, M. Hirohashi, K. Funami and M. Kobayashi
 (21) Al-Mg 合金の機械的特性の向上および焼なまし特性
- 第 11 回機械材料・材料加工技術講演会(M&P2003) 2003 年 10 月 野田 雅史,広橋 光治,船見 国男 p393-394
- (22) 二軸引張試験による微細粒 Al-Mg 合金の高温引張変形
 第 105 回軽金属学会秋期講演大会 2003 年 11 月 印刷中
 野田 雅史, 船見 国男, 広橋 光治 p285-286