

# 先端超塑性複合材料の高速断熱せん断発熱を考慮した成形法とその数値解析

大阪府立大学 工学部 機械システム工学科

助教授 東 健司

(平成5年度研究開発助成 AF-93024)

## 1. 研究の背景

複合材料は将来を担う新素材として注目されているが、加工性に乏しいため、用途拡大に伴い特殊な加工技術の開発が望まれる。この加工技術の一つが超塑性成形である。最近、アルミニウム基複合材料が $10s^{-1}$ 以上の大きな変形条件で500%以上の大きな超塑性伸び値を示すことを確認した。こうした次世代を担う先端超塑性複合材料に関する基礎研究は皆無であり、今後の基礎研究が必要である。この先端材料を成形する加工技術もまた従来のもとは異なることが予想される。高速超塑性成形においては、局部発熱に起因した変形の不均一変形を考慮する必要がある。本研究では、高速超塑性成形を将来工業的に利用する際、大きな問題となるこの断熱せん断発熱を取り上げ、その局部発

熱に影響を及ぼす変形条件、マイクロ組織的因子などを変化させ、その相関性を明らかにし、発熱に起因した不均一変形を抑制するプロセスを検討することを目的とした。また、正確な実験データを基にこの断熱効果を考慮した構成方程式を導入し、これを数値解析することで高速超塑性変形のシミュレーション解析を行なうことも目的のひとつとした。

## 2. 研究方法

供試材は、メカニカル・アロイング法を利用して製造されたSiCp/Al-Cu-Mgアルミニウム(通称IN9021)複合材料と20vol%Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>で分散強化したAl-Mg-Si、Al-Mg、Al-Cu-Mgアルミニウム合金複合材料である。代表的な高速超塑性複合材料のマイクロ組織を図1に、また複合強化物の分散の

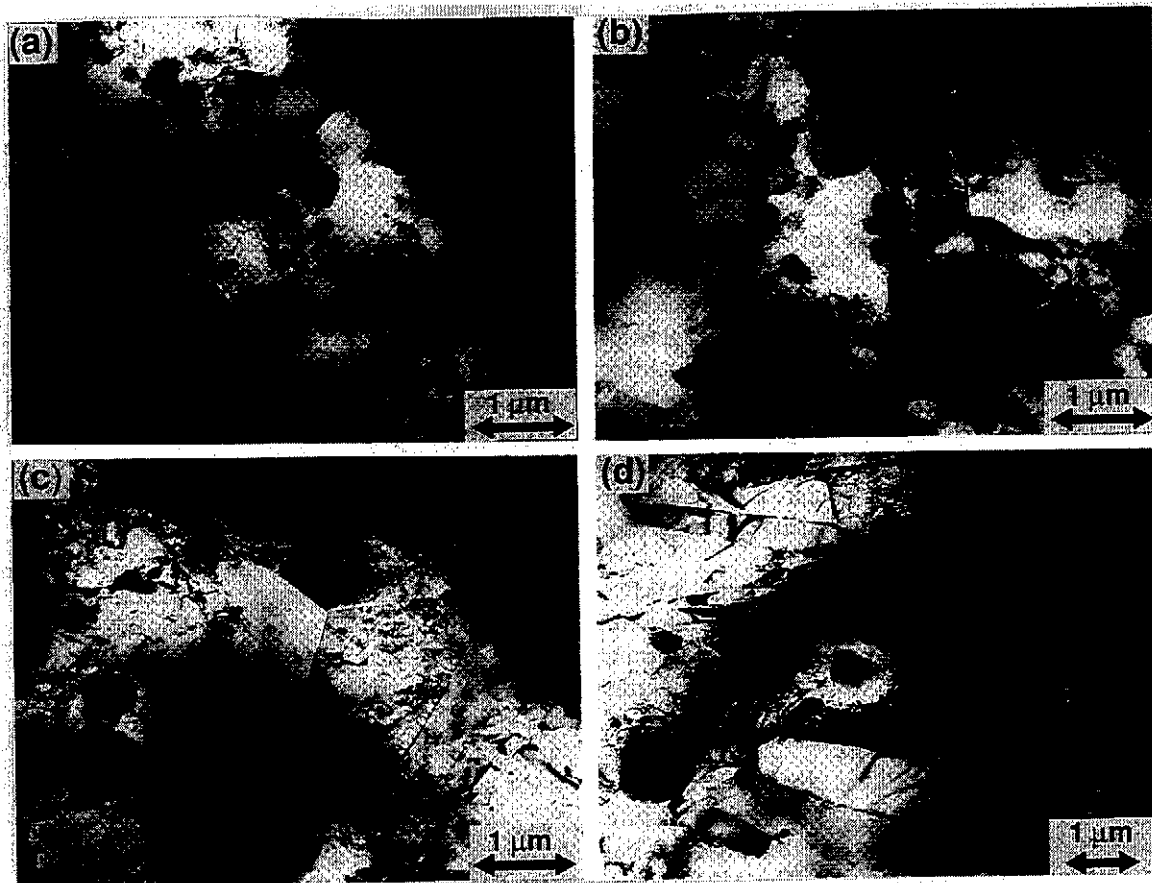


図1 代表的な複合材料のマイクロ組織  
(a) Si<sub>3</sub>N<sub>4p</sub>(0.2μm)/Al-Mg-Si, (b) Si<sub>3</sub>N<sub>4p</sub>(0.5μm)/Al-Mg-Si, (c) Si<sub>3</sub>N<sub>4p</sub>(1μm)/Al-Mg-Si, (d) Si<sub>3</sub>N<sub>4w</sub>/Al-Mg-Si.

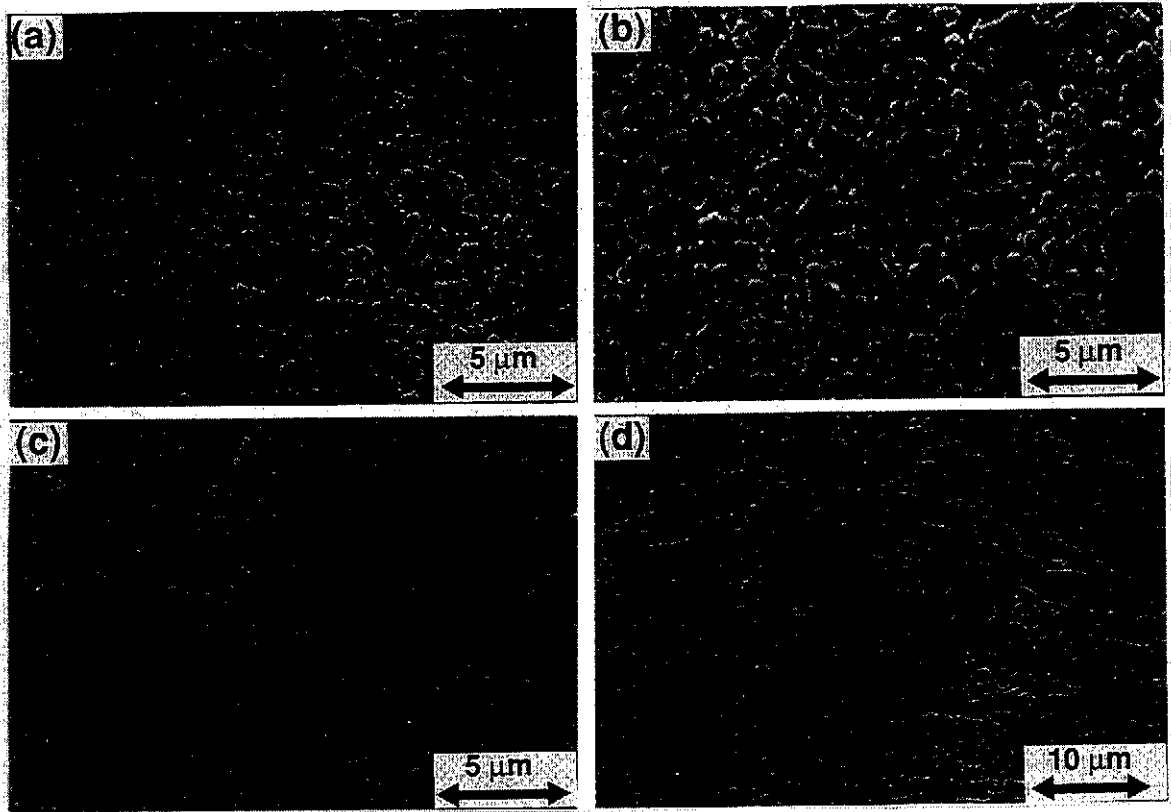


図2 代表的な複合分散物の分布状態  
 (a)  $\text{Si}_3\text{N}_{4p(0.2\mu\text{m})}/\text{Al-Mg-Si}$ , (b)  $\text{Si}_3\text{N}_{4p(0.5\mu\text{m})}/\text{Al-Mg-Si}$ , (c)  $\text{Si}_3\text{N}_{4p(1\mu\text{m})}/\text{Al-Mg-Si}$ , (d)  $\text{Si}_3\text{N}_{4w}/\text{Al-Mg-Si}$ .

様子を図2にそれぞれ示す。1~3  $\mu\text{m}$ 程度の微細な結晶粒径が得られている。また、複合分散物の存在形態は非常に均一である。

高速引張り試験機 ( $1\sim 100\text{s}^{-1}$ ) は、現有のインストロン型引張試験機および油圧式引張試験装置を使用した。試験雰囲気は大気中で温度調整は三分割電気炉を使用して行った。

予備実験において、変形時の局所的な発熱量とその位置を正確に測定するため、赤外線熱画像温度計測装置を用いて試験したが、発熱量の計測精度が不十分のため、正確な成果が得られなかった。そこで、高速超塑性条件下において変形した試験片の高分解能透過型電子顕微鏡を用いた組織観察に切り替えた。赤外線熱画像温度計測装置を用いた変形部での発熱状況を定量的に観察測定する事は出来ないが、組織観察を行うことで、発熱に起因した不均一変形部の定量的な解析を行なうことは可能となった。力学的因子と組織的因子の関係を明らかにし、構成方程式を確立するための引張り試験は、個々の複合材料の高速超塑性条件下において実施した。

### 3. 研究結果

#### 3.1 超塑性特性

$\text{Si}_3\text{N}_{4p(1\mu\text{m})}/\text{Al-Cu-Mg}$  複合材料の種々の試験温度にお

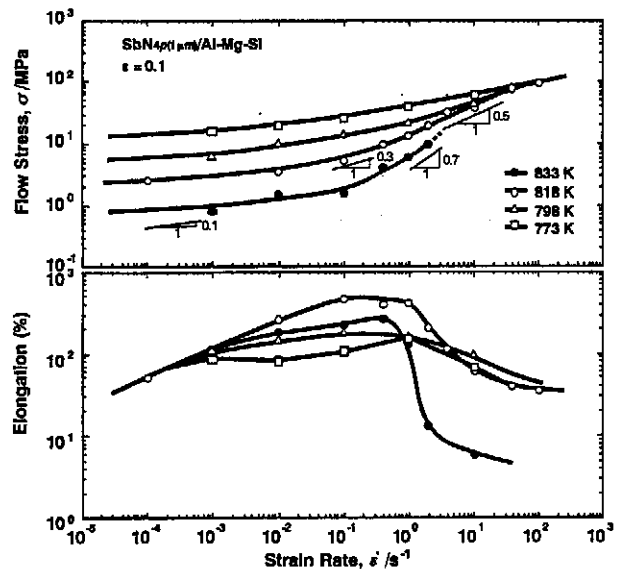


図3  $\text{Si}_3\text{N}_{4p(1\mu\text{m})}/\text{Al-Cu-Mg}$  複合材料の種々の試験温度における流動応力および伸び値のひずみ速度依存性

ける流動応力および伸び値のひずみ速度依存性を図3に示す。基本的には、従来報告されている超塑性材料が示す典型的なS字状曲線を描き、その中間領域において大きな伸び値が得られている。低ひずみ速度域では、数居応力の存在を示す非常に小さな応力のひずみ速度感受性指数が得られている。

個々の複合材料の代表的な高速超塑性特性を表1にまとめて示す。ここで、 $T_{op}$ ；最大伸び値の得られる最適超塑性温度、 $T_i$ ；示差熱分析による局部融解温度、 $T_s$ ；示差熱分析による固相線温度である。各複合材料とも高速超塑性を示すが、注目すべき点は最適超塑性温度が、示差熱分析による局部融解温度 $T_i$ 、示差熱分析による固相線温度 $T_s$ の間に存在することである。

表1 個々の複合材料の代表的な高速超塑性特性

材料	$T_{op}$ (K)	$T_i$ (K)	$T_s$ (K)	歪速度 ( $s^{-1}$ )	応力 (MPa)	m 値	伸び値 (%)	結晶粒径 ( $\mu m$ )
SiCp/Al-Cu-Mg(N9021)	823	751	866	5	5	0.5	600	0.5
Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> p/Al-Cu-Mg	773	784	853	0.1	5	0.3	640	2.0
Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> p/Al-Mg	818	819	866	1	6	0.3	700	1.0
Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> p/Al-Mg-Si	833	830	853	2	5	0.3	620	1.3
Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> p/Al-Mg-Si	833	829	858	1	6	0.3	350	1.9
Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> p/Al-Mg-Si	818	822	853	0.1	5	0.3	450	3.0
Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> p/Al-Mg-Si	833	843	858	0.1	11	0.3	480	3.3

超塑性状態におけるひずみ速度 $\dot{\epsilon}$ の関係は結晶粒径 $d$ およびその粒径指数 $p$ を用いて次式のように表される [1]。

$$\dot{\epsilon} \propto A(d)^p \quad (1)$$

ここで、 $A$ は定数である。従って、超塑性変形速度は、結晶粒径の減少とともに増加する事が理解できる。式(1)の形式に従い、超塑性状態におけるアルミニウム系複合材料の結晶粒径の逆数とその超塑性速度との関係をプロットした結果が図4である。結晶粒径の微細化とともに超塑性速度が高速側へとほぼ直線的に増加している。この直線勾配、即ち粒径指数 $p$ は3に近い値が得られており、理論的に推測されている値2~3に等しい [2]。それ故、結晶粒径が1オーダー微細になれば、超塑性ひずみ速度は百倍から千倍近く増加する事になる。こうした超塑性ひずみ速度の結晶粒径依存性から、高速超塑性の出現が組織の微細化に起因している事は明らかである。

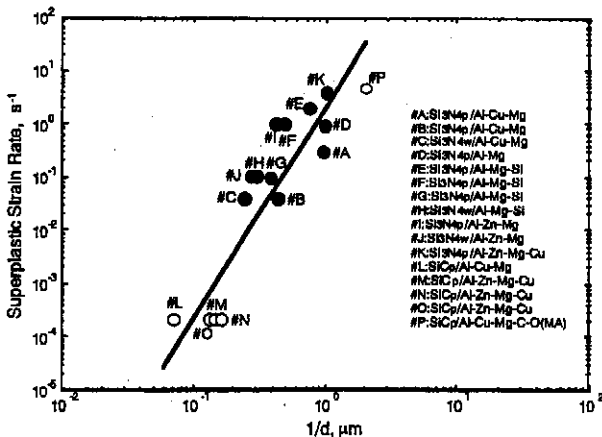


図4 超塑性アルミニウム系複合材料の結晶粒径の逆数とその超塑性速度との関係

最近では、高速超塑性を示す複合材料の主変形機構は従来と変わらず粒界すべりであるが、粒界すべりが生じた結果、粒界(界面)あるいはその三重点付近で発生した応力集中を緩和する付随調整機構(Accommodation)が液相によって速やかに達成されるというモデルが提案されている [3]。複合材料では超塑性が発現する高温でも基本的には変形しないセラミックスなどの硬い強化材が高体積率に存在するので、粒界あるいは界面すべりに起因して発生する界面近傍での応力集中は、こうした強化材が存在しない場合よりかなり顕著になる。この応力集中により発生する界面近傍での局部的せん断応力 $\tau$ は、次式(2)のように表現される [3]。

$$\tau_a = \frac{kTa^3 \epsilon d}{1.6\Omega\lambda^2 DL \left(1 + 5 \frac{\delta D_{GB}}{aDL}\right)} \quad (2)$$

ここで、 $a$ ；強化材直径、 $\lambda$ ；強化材間隔、 $\Omega$ ；原子容積、 $\delta$ ；粒界幅、 $DL$ ；格子拡散係数、 $DBG$ ；粒界拡散係数である。

局部的せん断応力は、ひずみ速度、強化材形態に顕著に依存し、高速では極めて大きくなる。それ故、複合材料を高速で高温変形する場合、たとえ融点近くであっても従来の拡散流動あるいは転位の運動による付随調整機構が十分に働かない可能性は非常に高い。表2は、実際に高速超塑性を示す複合材料のデータを基にこの局部的せん断応力を具体的に計算し、さらに比較しやすいように一軸応力に換算した結果である。この解析結果より、粒界あるいは界面でのすべりに起因して発生する界面近傍での応力集中がかなり顕著である事が理解される。空洞発生率は応力集中とともに高くなるので [4]、この応力集中が速やかに軽減されないと空洞が容易に形成され、大きな超塑性伸び値は得られない。

表2 高速超塑性を示す複合材料のデータを基に算出した局部的せん断応力から換算した一軸応力

	Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> p(1 μm)/Al	Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> p(0.5 μm)/Al	Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> p(0.2 μm)/Al
Typical superplastic flow stress at $\dot{\epsilon} = 0.1$ (MPa)	4	8	6
Local stress (MPa)	28	36	8
Used parameters for calculation			
Strain rate ( $s^{-1}$ )	$10^{-1}$	1	2
Temperature (K)	818	833	833
Grain size ( $\mu m$ )	3	1.9	1.3
Volume fraction of particulate reinforcement (%)	20	20	20
Reinforcement particulate size ( $\mu m$ )	1	0.5	0.2
Reinforcement spacing ( $\mu m$ )	2	1	0.4

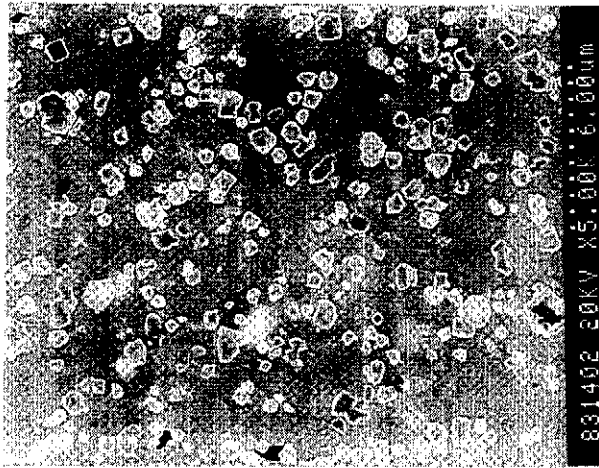


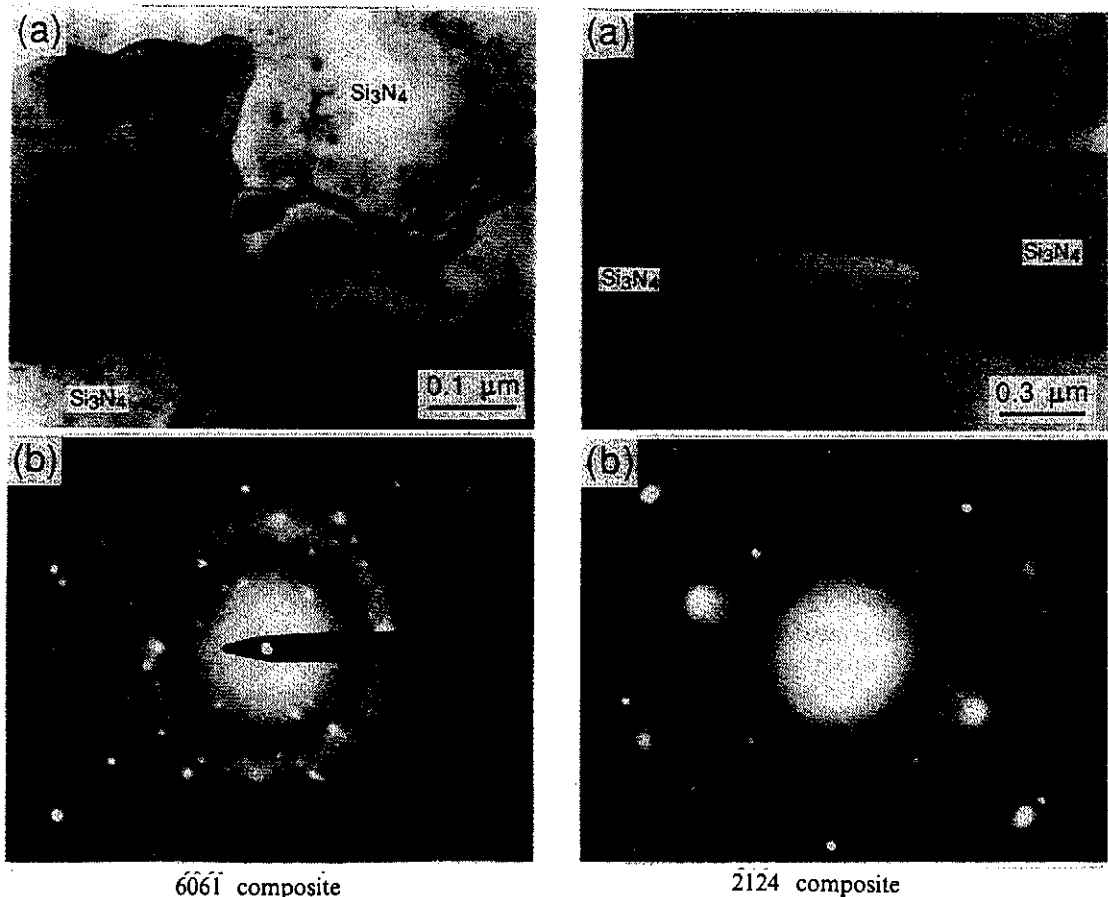
図5 超塑性アルミニウム系複合材料の空洞観察結果

高分解能走査型電子顕微鏡による観察結果を、図5に示す。超塑性変形初期（真ひずみ0.2）に観察される空洞の発生場所は硬い複合強化材と母相との界面である事が分かる。また、空洞寸法はほとんどすべてが $1\mu\text{m}$ 程度以下の非常に小さなもののみが観察され、従来より報告されている一般的な超塑性材料において観察される $1\mu\text{m}$ 以上の大きな空洞はほとんど観察されない。また、変形初期にて発生した空洞の寸法は真ひずみ1まで変形した後でも、さほど大きく成長しない。空洞の成長および合体挙動についても従来

の超塑性材料における空洞挙動とかなり異なっており、こうした空洞挙動の違いは液相の存在に起因した付随調整機構の違いによるものと推測される。

### 3.2 液相の観察

高速超塑性成形を将来工業的に利用する際、大きな問題となる高速変形に起因した断熱せん断発熱を取り上げ、その局部発熱に影響を及ぼす変形条件について検討したが、巨視的にはその影響は認められなかった。その一因として、微細構造に起因した応力緩和が速やかに起こるためであり、また、発熱に起因した局部溶解が非常に局部的、微小領域のみで発生するためと推測される。この高速超塑性複合材料における液相の存在を、高温ステージ付き透過型電子顕微鏡を用いたその場観察によって直接観察した。最適な超塑性温度近傍における $\text{Si}_3\text{N}_4\text{p}/\text{Al-Mg-Si}$ 複合材料の粒界および界面近傍の観察結果を図6に示す。溶解は、界面および粒界近傍に限定されている。また、引張り変形後のサンプルの高分解能電顕での観察結果を図7に示す。高温で液相として存在した相が凝固して形成された三種類の相（P、O、R各相）が観察されており、各相とも大きくても $30\text{nm}$ 以下であり、また、連続的に界面に沿って存在していないことが分かる。こうした液相の存在形態が巨視的な高速変形における不均一変形を抑制しているものと推測される。



6061 composite

2124 composite

図6 高速超塑性アルミニウム系複合材料における液相の存在のその場観察結果

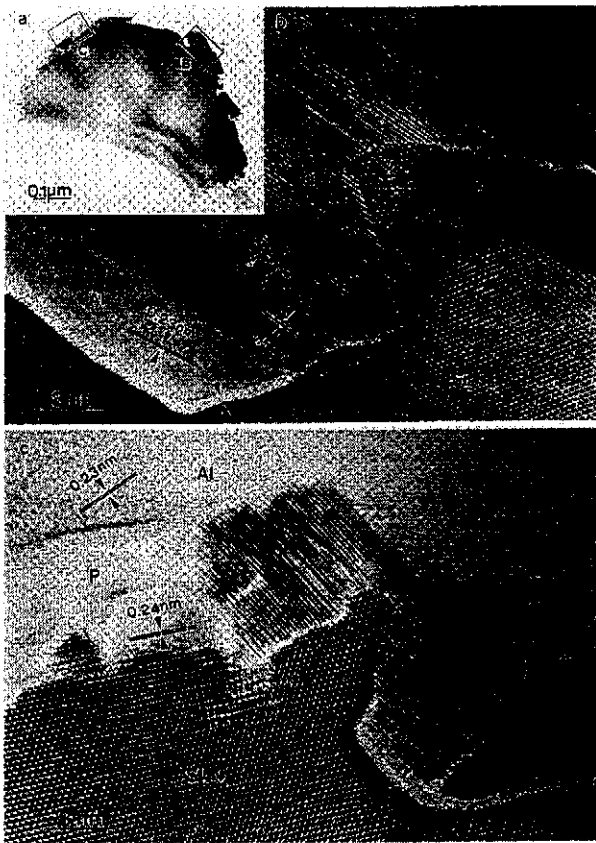


図7 高分解能電顕での観察結果

超塑性変形機構における液相などの存在の位置(意味)づけが従来の超塑性変形機構との関わり合いにおいて以下のように提案されている [5, 6]。これらの存在は、従来の拡散流動あるいは転位の運動による付随調整機構を否定するものではなく、超塑性変形機構における従来の付随調整機構の役割をさらに助長するものであり、付随調整機構補助(Accommodation Helper)として定義され、付随調整機構補助による超塑性変形機構モデルが提示されている [5-7]。

高速超塑性の出現が結晶粒組織の微細化に起因している事は明らかであり、高速超塑性発現のための必要条件である。結晶粒径が非常に微細な材料では、主として粒界拡散により付随調整される粒界すべりによって高速超塑性が発現する。しかし、複合材料のように硬い強化材を高体積率に含有する場合、この付随調整機構のみでは粒界すべりに伴う応力集中を充分緩和できなくなる。このような場合、液相などの付随調整機構補助の出現は、集中応力を著しく低下させ、空洞形成を抑制し、伸び値を増大させる。液相などの付随調整機構補助が出現する温度と最適な超塑性発現温度との一致が多くの材料において認められている [8]。

### 3.3 変形機構と構成方程式

高速超塑性の主たる変形機構は、粒界すべりである。また、その付随調整機構は拡散あるいは転位運動が担っているが、さらにそれらの役割を援助する付随調整機構補助と

して局所的な液相の存在が認められた。しかし、その液相の存在は界面近傍に局所的に非常に局在化しており、その全体的な巨視的変形機構は、従来のそれと大きくは変わらないと推測される。従って、超塑性変形の構成式の確立に際し、次式を用いた [1]。

$$\dot{\epsilon} = A \left( \frac{\sigma - \sigma_{th}}{G} \right)^n \left( \frac{b}{d} \right)^p D \quad (3)$$

ここで、A; 定数、G; 剛性率、 $\sigma_{th}$ ; しきい応力、b; バーガスベクトル、D; 拡散項、p; 粒径指数、n; 応力指数(=1/m, m; ひずみ速度感受性指数)である。一般に超塑性伸び値は大きなm値の得られる変形条件で得られる。超塑性材料における超塑性状態での典型的なm値は、ほぼ0.5 (n=2)である。

また、複合材料の場合、剛性率の補正項が必要であるので、以下のような剛性率補正パラメータaを定義した。

$$a \approx 1 + 2(2+c)f^{3/2} \quad (4)$$

ここで、c; 複合強化分散物のアスペクト比、f; 複合強化分散物の含有体積率である。

最終的に、(3)(4)式より、次式のように構成式を求めた。

$$\dot{\epsilon} = B \left( \frac{\sigma - \sigma_{th}}{aG} \right)^n \left( \frac{b}{d} \right)^p D \quad (5)$$

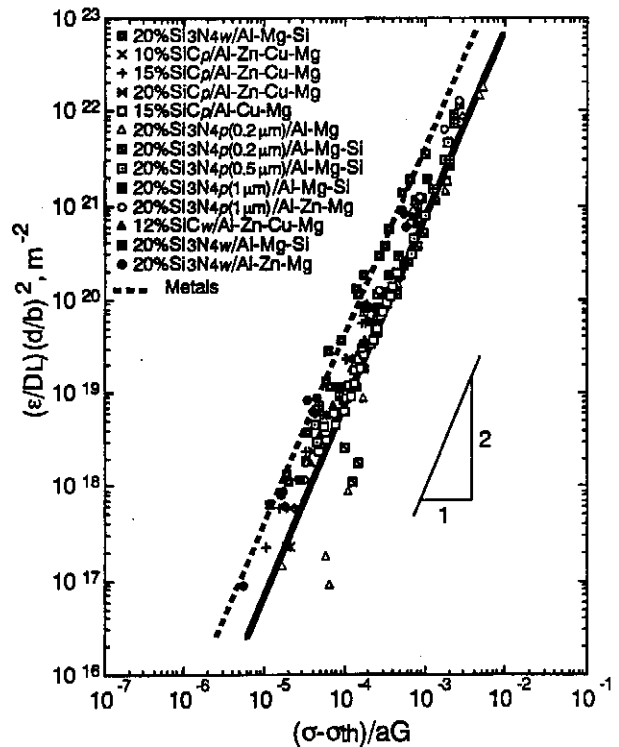


図8 規格化された超塑性複合材料の機械的性質

この式を基に種々の複合材料のデータを整理した。その結果を図8に示す。ここでは、 $n=2$ 、 $p=2$ 、 $D$ として格子拡散による拡散式 $D_L$ をそれぞれ用いた。図に示すようにかなりのばらつきはあるものの、複合強化分散物の形状に違いを含めた力学的関係がうまく表現されている。金属材料のデータと比較した場合、同一の超塑性流動応力では、複合材料の超塑性変形速度は明らかに遅くなっている。この原因については、複合強化分散物の形状因子については考慮したもの、その分散物の存在に起因した強化の程度を表す項目については全く考慮していないためと推測される。これら複合強化分散物の存在に起因した変形機構の詳細は今後の課題である。

#### 4. まとめ

先端超塑性複合材料の力学的記述とその組織学的基礎研究を行った。高速超塑性成形において、局部発熱に起因した変形の不均一変形を考慮する必要が危惧されたが、本研究結果では、微細組織に起因した拡散による緩和速度の増大と、高温あるいは高温変形中での液相の形成が局所的な界面近傍に局在化することなどから、さほど大きな問題ではないことが判明した。

従って、高速超塑性が発現するような超微細構造を有する高速超塑性複合材料では、高速超塑性成形を将来工業的に利用する際、断熱せん断発熱を考慮する必要のないことが理解された。

さらに、正確な力学的および組織学的な実験データを基にこの高速超塑性複合材料の構成方程式を確立した。複合強化分散物の形状因子を考慮することができたが、その強化機構に関する正確な関与は今後の課題として残った。

#### 参考文献

- [1] Mukherjee, A. K., Bird, J. E. & Dorn, J. E. : Trans. ASM, 62 (1969), 155.
- [2] Kashyap, B. P. & Mukherjee, ed. by A. K. : Baudelet, B. & Suery, M. : Superplasticity, (1985), Editions Du Centre National De La Recherche Scientifique., pp. 4. 1.
- [3] Mabuchi, M. & Higashi, K. : Phil. Mag. Lett., 40 (1994), 1.
- [4] Raj, R. & Ashby, M. F. : Acta Metall., 23 (1975), 653.
- [5] Higashi, K. : Mater. Sci. Forum, 170/172 (1994), 131.
- [6] Higashi, K. : Superplasticity : 60 Years after Pearson, ed. by N. Ridley, Institute of Mater. London, (1995), pp. 93.
- [7] Higashi, K., Nieh, T. G. & Wadsworth, J. : Acta Metall. Mater., 43 (1995), 3275.
- [8] Higashi, K., Nieh, T. G., Mabuchi, M. & Wadsworth, J. : Scripta Metall. Mater., 32 (1995), 1079.