

# 内部応力を利用した複合材料の新しい超塑性成形法の基礎的研究

究宇宙科学研究所

助教授 佐藤英一

(平成6年度研究開発助成：AF - 94024)

## 1. 緒言

高温、高応力下で使用される構造用金属材料にとり、結晶粒界の存在は強度や寿命の低下の原因となる。そのため粒界強化元素の添加、更には一方向凝固による単結晶化などが行われ、性能向上の工夫がなされている。しかしながら単結晶材料の塑性加工は非常に困難であり、まして超塑性加工など不可能であった。結晶性材料の超塑性挙動は、微細結晶粒超塑性と内部応力超塑性とに大別される。前者は等温で微細な結晶粒を持つ材料の粒界すべりにより生じる。後者は熱サイクルを付加することにより誘起される不均一な内部応力により生じる。現在、微細結晶粒超塑性は金属のみならず複合材料やセラミックスにも用いられ大きな成果を得ているが、原理的に結晶粒界の存在しない単結晶材料に適用することは不可能である。一方、内部応力超塑性は過去に変態超塑性として研究されたものの、最近では微細結晶粒超塑性に取って代われ、ほとんど研究されていない。しかしながらこの手法を用いれば、マトリックス中に第二相が分散している材料であれば、マトリックスの結晶粒径がどれほど大きくても超塑性加工が可能はずである。本研究は内部応力超塑性の手法により、単結晶複合材料の超塑性加工を実現することを目的とする。そのため考察が容易なAl-BeとAl-Al<sub>3</sub>Niの共晶合金を用いた。共晶合金は金属-セラミックス複合材料と異なり、マトリックスと介在物の界面の剥離を無視できる。また第二相とマトリックスは互いに溶けないので、マトリックスを純Alとみなすことができる。第二相は非常に硬いので完全な弾性体とみなせる。これらの材料を用いて熱サイクルクリープ試験を行い、温度プロファイル、マトリックスの結晶粒径、第二相の形状、付加応力の大きさが変形に及ぼす効果を等温クリープ変形と比較しつつ検討した。最後に実用単結晶材料であるNi基超合金の超塑性加工を試みた。

## 2. 実験方法

大気中で铸造、熱間押し出し、873 Kで十分焼鈍し、Be粒子分散Al共晶合金(Be; f = 0.012)とAl<sub>3</sub>Ni粒子分散Al共晶合金(Al<sub>3</sub>Ni; f = 0.10)を得た。後者を一方向凝固し、Al<sub>3</sub>Ni相が繊維状に析出した材料を得た(凝固速度5、60mm/hで繊維長さはそれぞれ約50、400mm)。これら

の材料は熱サイクル中に固溶、析出が起らないため、本実験に適している。実験は圧縮クリープ試験であり、高周波誘導コイルと冷却ガスにより一定加熱冷却速度の三角波の熱サイクルを付加することが可能な熱膨張試験機を用いて行った。圧縮クリープ試験片の形状は、長さ10mm、外径6mm、内径4mmの円筒型である。試験片には石英製中空円筒を介しておもりをのせ、鉛直方向に一定の荷重を付加した。このような一定負荷の下でLVDTによりクリープひずみを測定した。試験片は膨張、収縮を繰り返しながら変形するので、熱サイクルクリープ速度は平均ひずみ速度として算出した。

$$\epsilon = A(\sigma/E)^n \exp(-Q/RT) \dots \dots \dots (1)$$

金属材料の定常クリープ式は(1)と記述される。ここではひずみ速度、 $s$ は付加応力、 $A$ 、 $n$ は合金の種類による定数、 $E$ はヤング率、 $Q$ は変形の活性化エネルギー、 $R$ は気体定数、 $T$ は絶対温度である。我々はこの活性化エネルギーを用い、等温クリープと熱サイクルクリープとを比較するための等価温度 $T_{eq}$ を算出した。

$$\exp(-Q/RT_{eq}) = \frac{1}{T_2 - T_1} \int_{T_1}^{T_2} \exp(-Q/RT) dT \dots \dots \dots (2)$$

## 3. 結果及び考察

Be粒子分散Al共晶合金について、熱サイクルの加熱冷却速度を変えてクリープ試験を行った結果を、Fig. 1に示す。高応力域において熱サイクルクリープと等温クリープに違いはなかったが、応力が低下するにつれて10、5 K/sでは明確な超塑性域(応力指数1)が出現し、2 K/sでは1にはならないが応力指数の低下が見られた。高応力域では加熱冷却速度によるひずみ速度の違いは見られないが、超塑性域におけるひずみ速度は加熱冷却速度依存性を示した。ここまでの変形挙動は連続体理論を用いた解析によりかなりよく説明できるが、更に応力が低下すると再び応力指数が増加し、最終的には熱サイクルクリープは等温クリープの拡散クリープに類似の傾向を示した。

Fig. 2に、Be粒子分散Al共晶合金の熱サイクル引張クリープ試験前と破断後の試料の写真を示す。この試験は荷

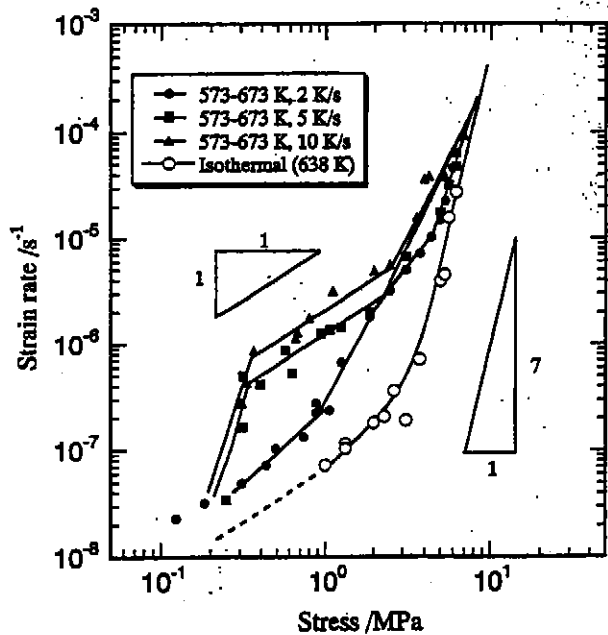


Fig. 1 Comparison of heating and cooling rates of thermal cycling in Al-Be eutectic alloy.

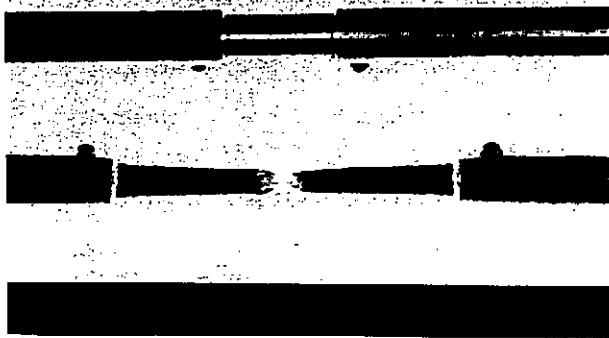


Fig. 2 Photograph of thermal cycling tensile test sample in Al-Be eutectic alloy.

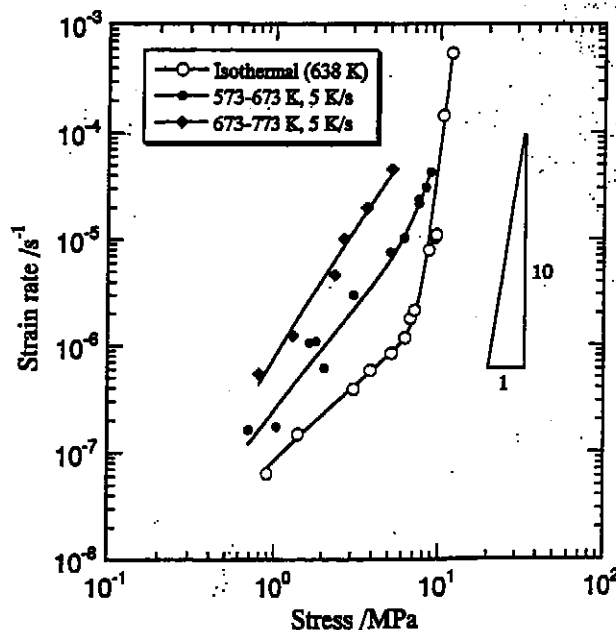


Fig. 3 Relation between strain rate and applied stress in hot-extruded Al-Al<sub>3</sub>Ni eutectic alloy.

重一定108 Nで行い、673-773 Kの温度域で加熱冷却速度15 K/sの熱サイクルを付加した。試験片は120 h後に破断し、そのときのゲージ長さは約60 mmであった。初期長さ20 mmに対して約200%の破断ひずみが得られた。試験片に鋭いクラック、くびれは見られない。引っ張り試験片の破断後の組織は試験前とほぼ変わらない組織を保っており、ポイドやクラックは見られなかった。Be粒子の分散も均一であった。この巨大伸長は、ポイドの形成によるものではなくマトリックスの均一な塑性変形によるものである。またマトリックスの結晶粒径が大きいことから、この材料が微細結晶粒超塑性によって変形したとは考えにくい。したがってこの超塑性は熱サイクルによって生じた内部応力による内部応力超塑性である。

Al-Al<sub>3</sub>Ni共晶合金の押し出し材と一方向凝固材とのクリープ挙動 [3] を比較した。(Fig. 3, 4) 押し出し材では等温クリープに比べてひずみ速度の増加が見られたが、測定した応力域で応力指数は変化しなかった。これは等温クリープが、かなり高い応力から拡散クリープ(Cobleクリープ)を示すためと考えられる。拡散クリープが支配的であるとき、熱サイクルを付加してもひずみ速度は増加しない。凝固方向に平行に応力を付加した一方向凝固材はAl-Be合金とよく似た熱サイクルクリープ挙動を示し、Al-Be合金に比べて狭いもの応力指数1の超塑性域が現れる。この領域のひずみ速度は第二相の形状に依存し、繊維が短いほどひずみ速度は増加した。

実験結果から内部応力超塑性は拡散クリープが支配的であるほど結晶粒径が小さい材料または付加応力が小さい領

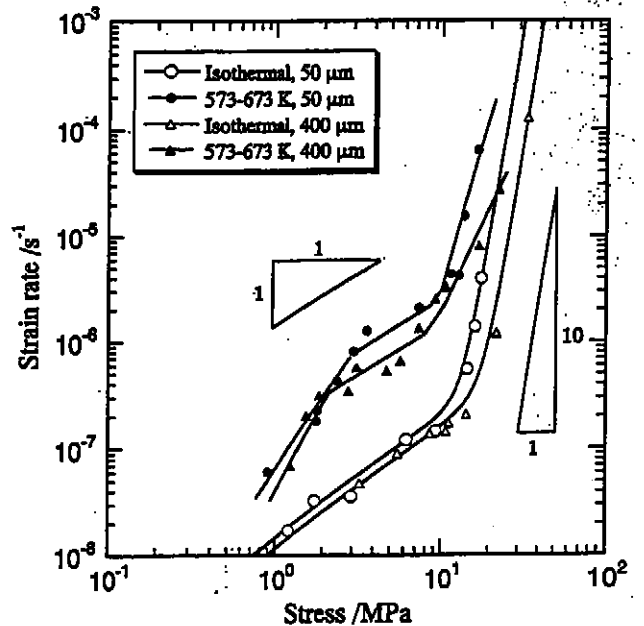


Fig. 4 Relation between strain rate and applied stress in directionally solidified Al-Al<sub>3</sub>Ni eutectic alloy.

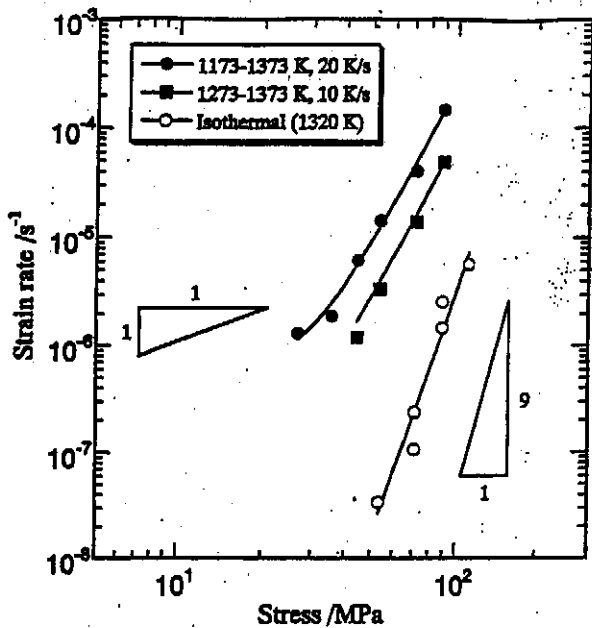


Fig. 5 Relation between strain rate and applied stress in Ni base superalloy (Mar-M247).

域では生じないことがわかった。その場合、熱サイクルの加熱冷却速度が大きいほど、第二相のアスペクト比が小さいほど熱サイクルクリープ速度は増加する。最後に実用高強度材料のNi基超合金であるMar-M247についてクリープ試験をした結果をFig. 5に示す。本合金はマトリックスであるg相中に立方体のg'相が規則正しく析出している組織をもつ。本実験で使用した材料は、一方向凝固によって作製したが、単結晶ではなくマトリックスは柱状晶である。熱サイクルクリープ試験結果を見るとひずみ速度が等温クリープよりも大きく増加し、低応力域で応力指数の減少が見られた。このことから本合金についても内部応力超塑性の可能性があると見えるが、更なる研究が必要である。

#### 4. 結論

十分焼鈍したA-Be共晶合金と一方向凝固によって作製したAl-Al<sub>3</sub>Ni共晶合金に熱サイクルを付加すると、超塑性的挙動を示した。この結果は単結晶超塑性加工の可能性を示すものであった。結晶粒径が小さい材料、また十分に低い応力では内部応力超塑性が出現しなかった。超塑性域におけるひずみ速度は加熱冷却速度と第二相の形状に依存した。実用材料のNi基超合金の熱サイクルクリープ試験により、内部応力超塑性の可能性が示された。

#### 5. 謝辞

本研究は天田金属加工機械技術振興財団の研究開発助成によってなされたことを付記し、謝意を表する。

#### 6. 発表論文

- [1] 北園幸一、佐藤英一、栗林一彦：日本金属学会誌，60 (1996)，441 - 445
- [2] E. Sato, K. Kitazono and K. Kuribayashi：Materials Science Forum, 233 - 234 (1997)，199 - 206