

先端材料の超塑性に関する国際会議

ロシア超塑性研究所の視察

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年度国際会議等参加助成 AF-93050)

1. はじめに

先端材料の超塑性に関する国際会議 (ICSAM'94) が、モスクワ材料研究所、ウッハ超塑性研究所、ロシア科学アカデミーの主催でモスクワ (ロシア) およびウッハ (ロシア) で開催された。本会議は、先端材料の超塑性研究とその応用に関する国際会議であり、第5回目の超塑性研究の全世界的規模の国際会議である。毎回、超塑性研究に関わる第一線の研究者が集まり、その参加者規模は200名程度であった。当財団の国際交流助成の援助にて本会議に参加することができた。以下は、発表論文の主な概要である。

2. 概 要

通常、超塑性が発現するひずみ速度は $10^{-4} \sim 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ 程度の比較的低いひずみ速度域である。しかしながら、結晶粒径の微細化にたいする組織制御技術の発展に起因して、最近、P/M法により製造されたアルミニウム合金において、高いひずみ速度域 ($10^{-2} \sim 10^{-1} \text{ s}^{-1}$) で超塑性が得られるようになった。(図1および図2)。P/M法により製造されたアルミニウム合金の多くは、変形中に動的再結晶する合金であり、動的再結晶型超塑性アルミニウム合金の高速超塑性にたいする利点が指摘されている。

P/M法により製造されたアルミニウム合金でも、特に、メカニカルアロイング材 (Mechanically Alloyed Aluminum) は、 1 s^{-1} より大きなひずみ速度、すなわちひ

ずみ速度指数が正のひずみ速度域で超塑性 (Positive Exponent Strain-rate Superplasticity) を示す。現在まで、IN9051、IN9052、IN905XL、IN9021、IN90211 合金そしてSiCで複合強化されたIN9021複合材などのメカニカルアロイング材の高温変形挙動が研究されているが、200%程度以上の大きな伸び値が各材料において報告されている。これらすべての材料とも、良好な伸び値は 1 s^{-1} 以上のひずみ速度域で得る。また、その超塑性を示すひずみ速度域での m 値は通常の超塑性材料の典型的な m 値 0.5 を示す。一方、他の報告におけるメカニカルアロイング材は、200%以上の伸び値を示しておらず、また m 値も 0.1 程度はかなり小さな値が報告されている。良好な超塑性が得られていない理由のひとつは、試験が 1 s^{-1} 以下の遅いひずみ速度域で行なわれており、超塑性領域で変形されなかったためと考えられる。今後、メカニカルアロイング材の超塑性を検討するためには、 1 s^{-1} 以上のひずみ速度で引張り試験することが必要と思われる。

本研究では、IN9052、IN905XL、IN9021 合金を取り上げ、主として $10^{-1} \sim 20 \text{ s}^{-1}$ の高ひずみ速度範囲で引張り試験することでこれら3種類のメカニカルアロイング材の高速超塑性挙動について検討した。

3. 実験装置および方法

供試材は、IN9052、IN905XL、IN9021 合金である。

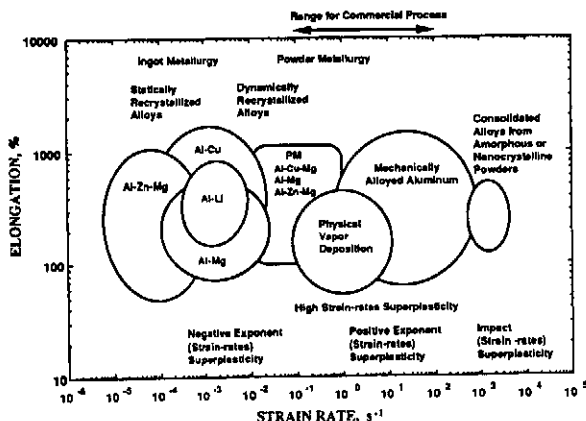


図1 種々のプロセスで製造されたアルミニウム合金の伸び値のひずみ速度依存性

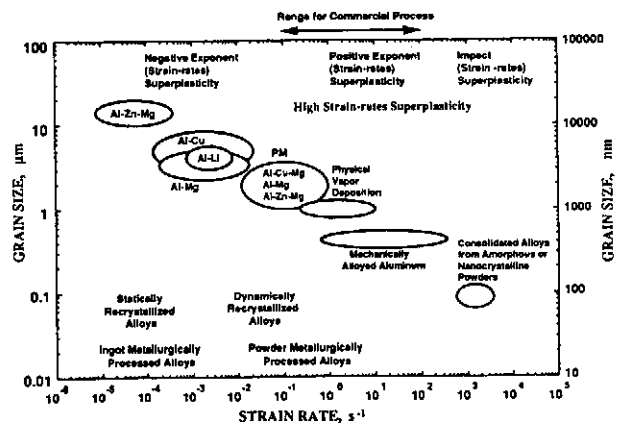


図2 種々のプロセスで製造されたアルミニウム合金の結晶粒径と超塑性ひずみ速度の関係

押し出し材で入手した材料に、超塑性マイクロ組織を得るための加工熱処理を施した後、最終板厚1mmまで圧延し、再結晶処理のための最終的な熱処理は一切行わず、この圧延板をそのまま使用した。この板材より、平行部長さ5mm、幅4mmの平行部を有する引張試験片を圧延方向に平行に機械加工により採取した。

10^{-1}s^{-1} から 200s^{-1} の範囲の引張りひずみ速度を得ることは技術的に非常に難しく、従来よりこのひずみ速度範囲で試験された材料の機械的性質、特に引張り試験結果はほとんど報告されていない。本実験では、高ひずみ速度用定ひずみ速度引張試験機を試作した。ひずみ速度は、油圧および入力電圧をコンピュータ制御で変化させることで制御した。また、変位測定には非接触の変位計を用いることで制御し、ひずみ速度 100s^{-1} オーダーまで、定ひずみ速度試験が出来るよう考案した。

炉は三分割電気炉を用いた。引張試験は、各合金系において異なるが、試験温度 $698\sim 873\text{K}$ 、ひずみ速度 $10^{-3}\sim 200\text{s}^{-1}$ の条件範囲内で実施した。引張り変形は、圧延材を炉中に取り付け、試験片の温度が十分に所定の温度に安定したから開始した。また、各試験における変形流動応力の値は、変形量の小さな真ひずみ0.1での真応力を採用した。これは、変形量の小さいほうが変形中の組織変化を無視できるためと、高ひずみ速度側の一部のひずみ速度において、

定ひずみ速度試験が可能な最大ひずみ量に限界があるためである。

4. 実験結果

図3～図5は、図中に示した各試験温度におけるIN9052、IN905XL、IN9021合金の流動応力をひずみ速度にたいして各々両対数プロットした結果である。すべての試験温度にたいして各合金の流動応力はひずみ速度の増加とともに増大する。また、各合金とも $1\sim 100\text{s}^{-1}$ のひずみ速度域で流動応力の顕著な増加が観察される。すなわち、従来の超塑性材料が示す典型的なS字状曲線が得られており、低ひずみ速度域、高ひずみ速度域そしてその中間ひずみ速度域が観察される。これらの曲線勾配から算出した応力指数値 n ($=1/m$, m :ひずみ速度感受性指数)は、低ひずみ速度域では $25\sim 50$ の値、また、中間ひずみ速度域では $2\sim 4$ の値である。高ひずみ速度域での n 値は、本実験ではその実験点の少なさより正確な値を決定することは出来なかったが、おおよそ $6\sim 8$ 程度の値であった。本実験範囲内において大きな伸び値の得られた条件下での n 値はほぼ $2\sim 3$ 付近であると決論される。それ故、メカニカルアロイング材の超塑性変形の支配的機構が従来から提案されている粒界すべりである可能性が高いと考えられる。低ひずみ速度域では他のメカニカルアロイング材で報告されているしきい応力の存在が明瞭に観察される。このしきい応力は温度依存性を

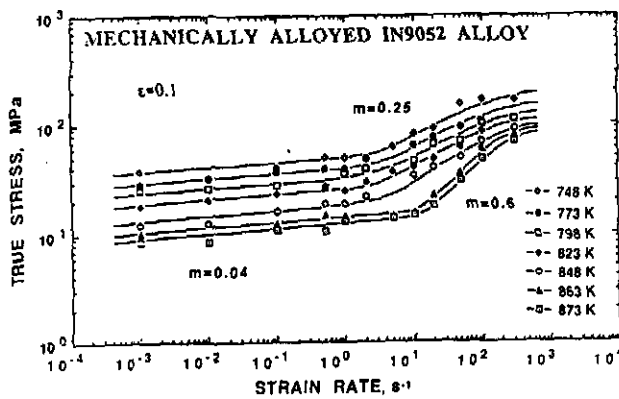


図3 IN9052合金の流動応力のひずみ速度依存性

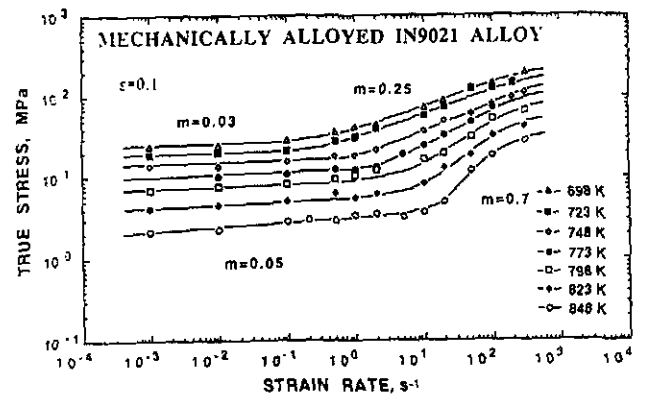


図5 IN9021合金の流動応力のひずみ速度依存性

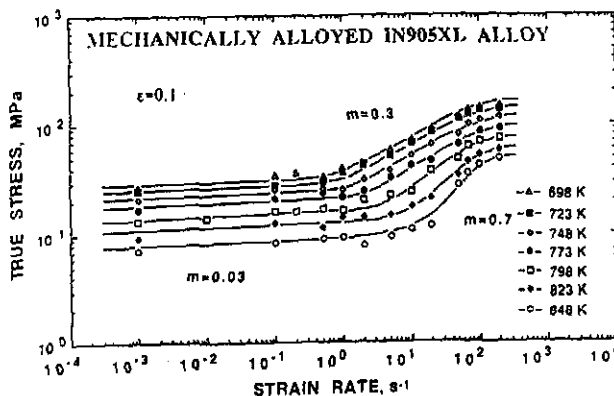


図4 IN905XL合金の流動応力のひずみ速度依存性

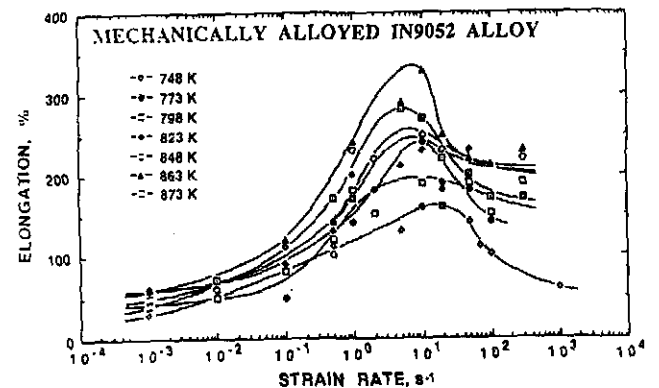


図6 IN9052合金の伸び値のひずみ速度依存性

示し、試験温度が高いほど低い値を示す。

IN9052、IN905XL、IN9021 合金の各破断伸び値のひずみ速度依存性を図中に示した試験温度ごとに示した結果が図6~8である。各合金の破断伸び値は、低ひずみ速度域では100%以下の小さな値であるが、ひずみ速度とともに伸び値は増大し、 $1\sim 10\text{ s}^{-1}$ のひずみ速度範囲内で200%以上の大きな値が得られている。高ひずみ速度域で得られた伸び値は、 10^{-3} s^{-1} 程度の低ひずみ速度で得られる伸び値の2倍以上となっている。本試験範囲内では、温度が高いほど各合金の伸び値は大きくなっており、また、最大伸び値が得られるひずみ速度も高速度側に移行している。本実験範囲内での最大伸び値は、表1に示すように、IN9052合金では330%の値が、ひずみ速度 10 s^{-1} 、863Kの条件において、IN905XL合金では190%が、ひずみ速度 20 s^{-1} 、848Kの条件において得られた。また、IN9021合金では

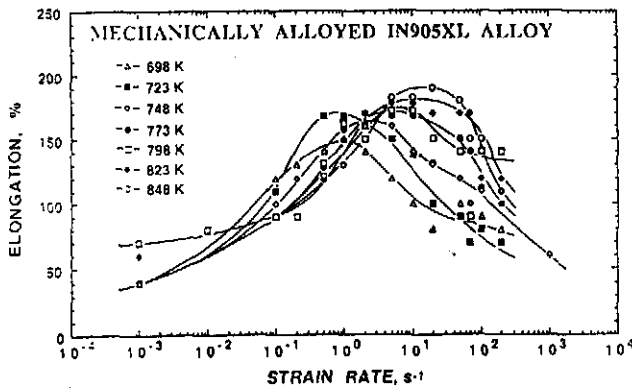


図7 IN905XL合金の伸び値のひずみ速度依存性

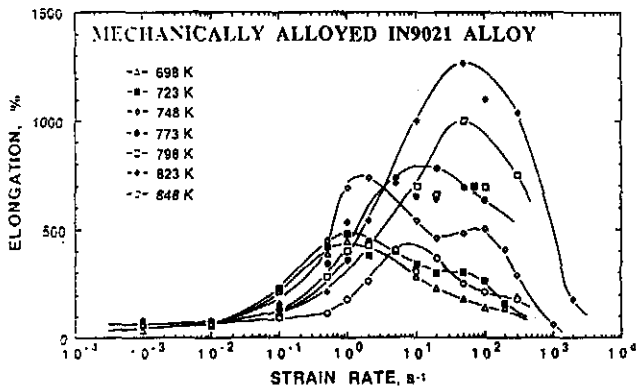


図8 IN9021合金の伸び値のひずみ速度依存性

1250%もの大きな伸び値が、ひずみ速度 50 s^{-1} 、823Kの条件において得られた。このIN9021合金で大きな伸び値が得られた条件は、既に報告されている9021およびIN90211合金の最適な超塑性発現条件より高ひずみ速度および高温側になっている。この最大伸び値は現在のところ最も大きな変形速度で得られた世界最大伸び値である。

IN9052合金の超塑性マイクロ組織の代表的な例を図9に示す。これは、848K、900sの焼鈍処理後の組織であるが、0.5ミクロン程度の非常に微細な組織である。一般に、超塑性変形速度は、結晶粒径の微細化とともに大きくなる。種々の超塑性材料の結晶粒径と最適な超塑性変形速度（最大伸び値の得られるひずみ速度）の関係を図10に示す。

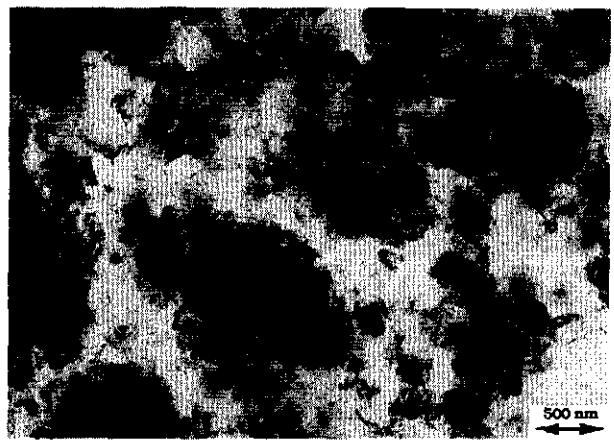


図9 IN9052合金の超塑性マイクロ組織

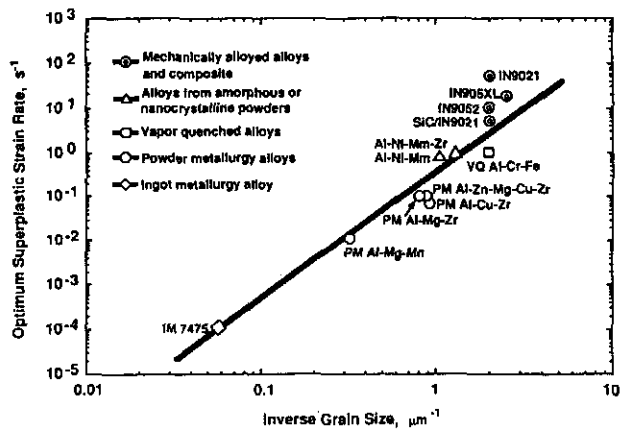


図10 種々の超塑性材料の結晶粒径と最適な超塑性変形速度の関係

表1 メカニカルアロイング(MA)材の超塑性特性

Materials	Temperature (K)	Strain rate (s ⁻¹)	Stress ^a (MPa)	m	Elongation (%)	Grain size (nm)
IN9052	863	10	15	0.6	330	500
IN905XL	848	20	12	0.6	190	400
IN9021	823	50	18	0.5	1250	500

^aTrue stress at $\epsilon=0.1$.

図から明らかなように、超塑性速度は結晶粒径の微細化とともに大きくなっている。

5. まとめ

IN9052、IN905XL、IN9021合金の高温変形挙動を検討し、以下のような結論を得た。

(1) メカニカルアロイング (MA) 材の IN9052、IN905XL、IN9021合金は、高速超塑性 (Positive Exponent Strain-rate Super-plasticity) を示した。本実験での最大伸び値は、IN9052合金では330%の値が、ひずみ速度 10s^{-1} 、863Kの条件において、IN905XL合金では190%が、ひずみ速度 20s^{-1} 、848Kの条件において、またIN9021合金では1250%の伸び値が、ひずみ速度 50s^{-1} 、823Kの条件において得られた。

(2) 各合金とも最大伸び値の得られるひずみ速度は、温度増加とともに高速側に移行した。また、良好な伸び値を示す領域での流動応力はひずみ速度依存性を示し、その応力指数は2~3前後であった。低ひずみ速度域では、30程度の大きな応力指数が得られ、しきい応力の存在が確認された。

(3) メカニカルアロイング (MA) 材が、高速超塑性 (Positive Exponent Strain-rate Super-plasticity) を示した理由は、結晶粒径の微細化に起因した結果である。