

# アルミニウム合金の熱間加工性

## —高純度アルミニウム単結晶の[111]軸高温圧縮における応力-歪曲線の形状変化—

芝浦工業大学 工学部材料工学科

教授 大塚正久

(平成7年度研究開発助成 AF-95003)

キーワード：アルミニウム，熱間加工，動的再結晶

### 1. 研究の目的と背景

積層欠陥エネルギーの大きなアルミニウムは、高温変形時に動的回復により軟化する典型的な金属と考えられてきた。しかし1992年、山縣により純度99.999 mass %アルミニウム単結晶の高温圧縮試験において、核生成-成長を経る動的再結晶の発現が確認<sup>(1)-(7)</sup>された。その後、軸方向を[001]、[011]、[111]の各多重すべり方位に調整した99.999mass%アルミニウム単結晶の高温圧縮試験から、動的再結晶の発生は強い方位依存性を示す<sup>(8)</sup>ことが明らかになっている。

本報では、応力振動が最も顕著に現れた[111]方位に調整した試料を用い、広い温度ならびに歪速度範囲での高温圧縮試験を実施し、その応力-歪曲線形状について系統的に調査した。本報告と対応する[111]方位単結晶における変型組織の観察結果は、続報<sup>(9)</sup>において紹介する。

### 2. 実験方法

単結晶状態である帯溶解精製した99.999mass% Alインゴットから、圧縮軸が[111]に平行な角柱状試験片(4mm×4mm×6mm)を切り出した。主な不純物含有量は、Si:2.0, Fe:1.0, Cu:1.0, Mg:1.0, Zn<0.5, V<2.0, Zr<2.0 (mass ppm; ICPによる)である。機械研摩、電解研磨、歪取り焼鈍の後、インストロン試験機(Instron Model 1127)において定速圧縮試験を行った。温度範囲は293-853K (0.31-0.91 $T_m$ ,  $T_m$ :融点の絶対温度)、初期歪速度範囲は $1.67 \times 10^{-1}$ - $1.67 \times 10^{-4}$ s<sup>-1</sup>である。その他試験方法の詳細は前報<sup>(10)</sup>と同様である。

### 3. 実験結果および考察

#### 3.1 真応力-真歪曲線の形状

多重すべり方位のうち、応力振動が最も顕著な[111]方位の真応力-真歪( $\sigma$ - $\epsilon$ )曲線形状は、変形温度に伴って系統的に変化する。図1は $\dot{\epsilon}=1.67 \times 10^{-4}$ s<sup>-1</sup>における $\sigma$ - $\epsilon$ 曲線の温度依存性を示したものである。低温域における $\sigma$ - $\epsilon$ 曲線(333, 373, 413K)は初期の加工硬化と明瞭な応力ピーク出現、そして続く加工軟化を示し、単一ピーク型と従来呼ばれる形となる。これに対し、高温域(453-613K)においては数回の応力振動を示す多重ピーク型となる。また、常温(298K)では歪とともに変形応力が単調に上昇する加工硬化型の曲線を示す。温度の上昇とともに応力振動の振幅は減少し、周期が短くなる(振動数が増加する)が、より高温になると長周期化する傾向にある。

続報<sup>(9)</sup>において[111]方位の変形後の組織観察結果、次のようなことがわかっている。新しく発生した結晶粒中にサブグレイン組織が含まれることから応力振動は動的再結晶によるものであることがわかる。単一ピーク型を示す場合はピーク手前はかなり低ひずみですでに多数の再結晶粒が見られる。多重ピーク型を示す場合はピーク直前で少数の新粒が発生し急激な成長によって加工軟化し、その後多結晶化していく。また歪1での再結晶粒径の比較では、高温低歪速度変形ほど粒径は大きいという結果が得られている。

図2は、第1ピーク応力 $\sigma_{p1}$ と変形温度との関係を示したものである。どの歪速度においても変形温度の上昇とともに $\sigma_{p1}$ は単調に減少している。第1ピークの現れる歪 $\epsilon_{p1}$ に関しては変形温度の上昇とともに低下するが、約750K付近の温度を越えると増加するようになる(図3)。

図4に533Kにおける $\sigma$ - $\epsilon$ 曲線の歪速度依存性を示す。この温度においては実験範囲内のすべての歪

速度において応力振動が見られる。  $\dot{\epsilon}=1.67 \times 10^{-1} s^{-1}$  においては、単一ピーク型の  $\sigma-\dot{\epsilon}$  曲線を示すが、歪速度の低下とともに多重ピークを有する曲線へと変化する。歪速度の低下に伴い応力振動の振幅は減少し、短周期化する。また、本実験よりも低い歪速度であるクリープ変形中においても圧縮試験の応力低下に対応する突発的な加速クリープ現象を確認<sup>(10)</sup>している。

### 3.2 変形律速機構

高温変形の律速機構は、次の変形の状態方程式で示される熱活性化過程で検討されることが多い。

$$\dot{\epsilon} = A F(\sigma) \exp(-Q_{app}/RT) \quad (1)$$

ここで、 $A$  は材料定数、 $F(\sigma)$  は応力の関数、 $Q_{app}$  は変形の見かけの活性化エネルギー、 $R$  は気体定数である。高温変形に関する研究から  $F(\sigma)$  として下記の三つの関数が提案されている<sup>(11)(12)</sup>。

$$F(\sigma) = \sigma^n \quad (2)$$

$$F(\sigma) = \exp(\alpha\sigma) \quad (3)$$

$$F(\sigma) = (\sinh\beta\sigma)^n \quad (4)$$

ここで  $n$ ,  $\alpha$ ,  $\beta$  は定数である。 $Q_{app}$  は式 (1) を応力一定の条件で  $1/T$  で偏微分し、変形した次式 (5) により求められる。

$$Q_{app} = -R[\partial \ln \dot{\epsilon} / \partial (1/T)]_{\sigma} \quad (5)$$

$\sigma-\dot{\epsilon}$  曲線上で特徴的な第1ピーク応力  $\sigma_{p1}$  (Fig. 2) を用いて  $Q_{app}$  を決定する。Fig. 2 より任意の  $\sigma_{p1}$  を生ずるときの  $\log \dot{\epsilon}$  と  $1/T$  とをアレニウスプロットした各直線は 30MPa 以下の応力ではほぼ平行となり、それらの傾きから  $Q_{app}$  は 140kJ/mol と求められた。これはアルミニウムにおける自己拡散の活性化エネルギー 142kJ/mol<sup>(15)</sup> とほぼ等しく、拡散支配の動的復旧過程が変形を律速していると考えられる。

変形条件を表すパラメータとして Zener と Hollomon<sup>(13)</sup> が提案した温度補償歪速度因子  $Z$  ( $\equiv \dot{\epsilon} \exp(Q_{app}/RT)$ ) がよく用いられる。式 (1) は  $Z$  パラメータを用いて次式のように表せる。

$$Z = A F(\sigma) \quad (6)$$

式 (6) より  $Z$  と  $\sigma$  の関係から変形速度式を構成する応力の関数  $F(\sigma)$  が求められる。図 5 は式 (2) 一式 (4) で示した応力の関数の適否を検討するため  $Z$  パラメータと第1ピーク応力  $\sigma_{p1}$  (Fig. 2) とを (a) 両対数、(b) 片対数および (c)  $\log-\log \sinh$  スケール

でプロットした結果である。 $\log \sigma_{p1}$  と  $\log Z$  においては低応力域、 $\sigma_{p1}$  と  $\log Z$  においては高応力域、そして  $\log(\sinh \beta \sigma_{p1})$  と  $\log Z$  では全応力域において直線関係が得られている。このことは各応力域で次式 (7) 一式 (9) が成立することを示している。

$$Z = A \sigma^n \quad (\sigma_{p1} < 30 \text{MPa}) \quad (7)$$

$$Z = A \exp(\alpha\sigma) \quad (\sigma_{p1} > 10 \text{MPa}) \quad (8)$$

$$Z = A (\sinh \beta \sigma)^n \quad (\text{全応力}) \quad (9)$$

$\sigma_{p1} < 30 \text{MPa}$  の低応力においては式 (7) が成立し、変形の状態方程式は次式のように表せる。

$$\dot{\epsilon} = A \sigma_{p1}^n \exp(-Q_{app}/RT) \quad (10)$$

式 (10) において、一定の温度における  $\dot{\epsilon}$  と  $\sigma_{p1}$  の両対数プロットによって得られた直線の勾配から応力指数  $n$  は約 5.1 と求められた。これはアルミニウムの高温クリープにおける結果  $n = 4.4$ <sup>(14)</sup> とほぼ等しい。

### 3.3 応力振動の出現範囲

図 6 に試験条件を全ての初期歪速度  $\dot{\epsilon}$  を絶対温度の逆数  $1/T$  に対してアレニウスプロットした。○は多重応力振動、△は単一ピーク型、×はピークを示さない曲線が得られたことを示している。 $Z$  ( $\equiv \dot{\epsilon} \exp(Q_{app}/RT)$ ) が一定の直線 ( $10^{14}$  と  $10^{19}$ ) を図中に書き込むと、 $10^{14}$  以上の高  $Z$  変形 (低温高歪速度) になるにつれて多重ピーク型から単一ピーク型へ移行し、 $10^{19}$  以上では応力振動は消滅する。これより曲線形状は  $Z$  で把握できるといえる。

## 4. 結 言

99.999mass%アルミニウム単結晶 (圧縮軸方位 [111]) を用い、広い温度・歪速度範囲で定速圧縮試験を行い、真応力-真歪曲線を測定した。

(1) 真応力-真歪曲線形状は温度の上昇および歪速度の低下に伴い単一ピークから多重ピークを有する曲線へと変化する。Zener-Hollomon パラメータで整理すると、 $10^{19}$  以上ではピークは示さない、 $10^{19}$  から  $10^{14}$  まででは単一ピーク、 $10^{14}$  以下では多重ピークを示す真応力-真歪曲線形状となる。

(2) 30MPa 以下の変形応力を示す領域での第1ピーク応力  $\sigma_{p1}$  の温度  $T$  および歪速度  $\dot{\epsilon}$  依存性は、次式で近似的に表せる。

$$\dot{\epsilon} = A \sigma_{p1}^n \exp(-Q_{app}/RT)$$

ここでAは定数. 変形の見かけの活性化エネルギー  $Q_{app}$  は  $140\text{kJ} \cdot \text{mol}^{-1}$ ,  $n$  は 5.1 となった.  $Q_{app}$  の値はアルミニウムにおける自己拡散の活性化エネルギーとほぼ等しい.

参考文献

- (1) H.Yamagata : Scripta Metall. Mater., 27(1992), 201.
- (2) H.Yamagata : Scripta Metall. Mater., 27(1992), 727.
- (3) H.Yamagata : Scripta Metall. Mater., 27(1992), 1157.
- (4) H.Yamagata : Scripta Metall. Mater., 30(1994), 411.
- (5) H.Yamagata : Acta Metall Mater., 43(1995), 723.
- (6) 山縣裕 : 軽金属, 44 (1994), 373.
- (7) 山縣裕, 大塚正久 : まてりあ, 36 (1997), 795.
- (8) K. Tanaka, M. Otsuka and H. Yamagata : Strength of Materials (Proc. of ICSMA 10), The Japan Institute of Metals, (1994), 787.
- (9) 田中康介, 小池俊之, 大塚正久, 山縣裕 : 日本金属学会誌, 投稿中.
- (10) 小池俊之, 田中康介, 山縣裕, 大塚正久 : 日本金属学会誌, 62(1998), 37.
- (11) J. J. Jonas, C. M. Sellars and W. J. McG. Tagart : Met. Rev., 14(1969), 1.
- (12) C. M. Sellars and W. J. McG. Tagart : Mem. Sci. Rev. Met., 63(1966), 731.
- (13) C. Zener and J. H. Hollomon : J. Appl. Phys., 15(1944), 22.
- (14) H. J. Frost and M. F. Ashby : *Deformation Mechanism Maps*, Pergamon Press(1982), 21.
- (15) T. S. Lundy and J. F. Murdock : J. Appl. Phys., 33(1962),1671.

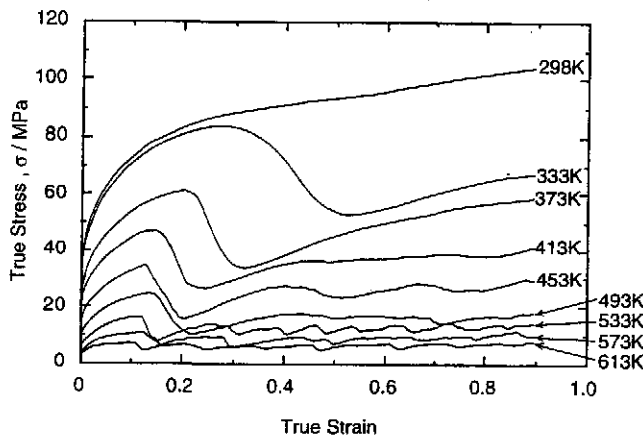


図1  $\dot{\epsilon}=1.67 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$ における $\sigma$ - $\epsilon$ 曲線の温度依存性

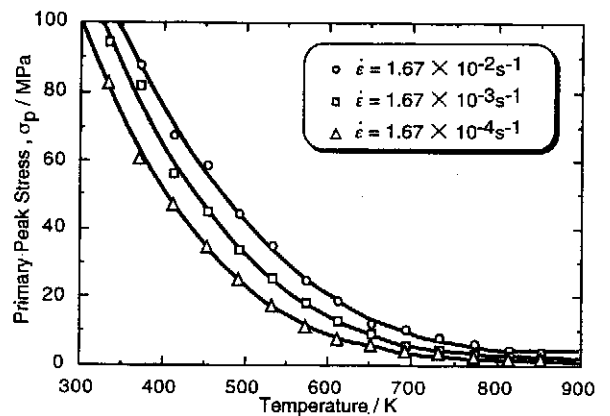


図2 第1ピーク応力 $\sigma_p$ と変形温度との関係

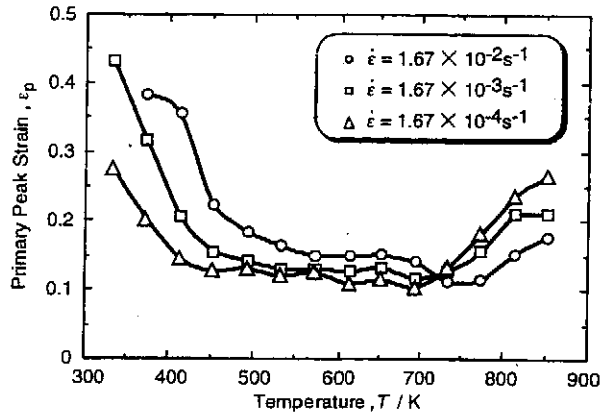


図3 ピーク歪 $\epsilon_p$ の変形温度依存性

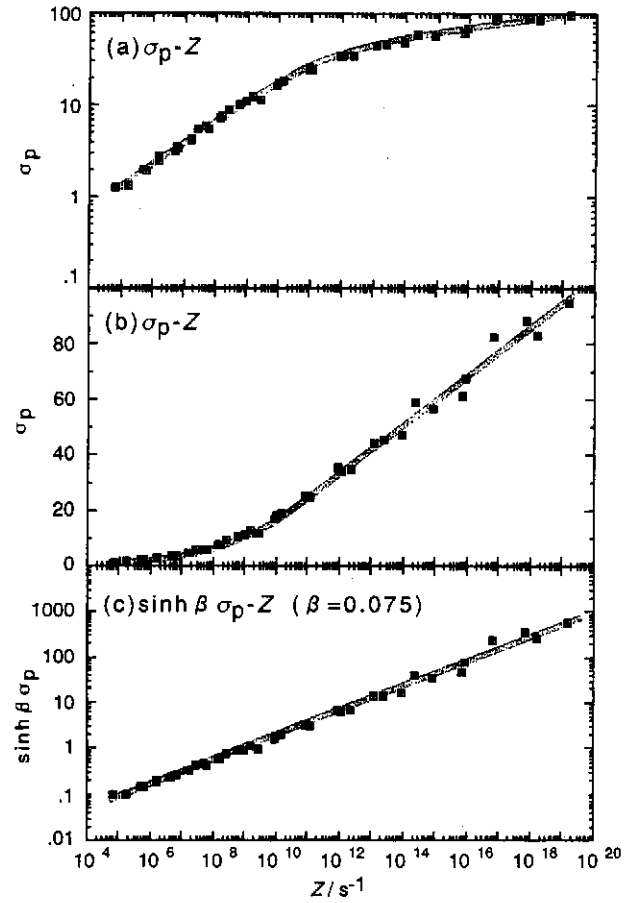


図5 Zパラメータと第1ピーク応力 $\sigma_{p1}$ との関係。  
(a)両対数, (b)片対数, (c)log-log sinhプロット

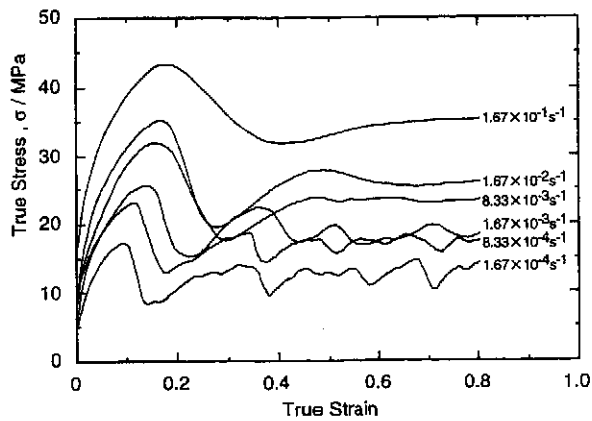


図4 533Kにおける $\sigma$ - $\epsilon$ 曲線の歪速度依存性

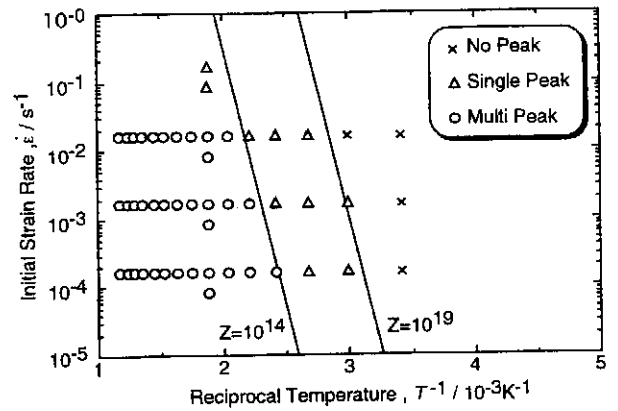


図6 歪速度 $\dot{\epsilon}$ と温度の逆数 $T^{-1}$ のアレニウスプロット