研究論文

5183アルミニウム合金の高温における延性低下

吉田 冬樹*・福元 志保**・中島 英治*

Ductility loss of 5183 alloy at high temperature

Fuyuki YOSHIDA*, Shiho FUKUMOTO** and Hideharu NAKASHIMA*

The ductility loss behavior of Al-Mg base 5183 alloys was studied at high-temperature. The ductility loss was observed above 500 K (grain size 28 μm samples) and 700 K (grain size 38 μm samples). However, the ductility loss behavior of 5183 alloys was not uniquely determined by the Zener-Hollomon parameter, and was different from those reported on single phase Al-Mg binary alloys. In addition, the presence of Al-Fe-Mn-Si compounds on grain-boundaries was confirmed by electron microscope observation. Based on this finding, the mechanism of the high-temperature ductility loss of 5183 alloy is discussed.

Keywords: high-temperature deformation, 5183 alloy, ductility, threshold stress, grain-boundary sliding

(Received April 14, 1997)

1. 緒 言

アルミニウムは軽量で加工性も優れており、固溶強化や粒子分散強化することにより高強度化が可能であるため、多くの自動車部品やアルミサッシなど幅広く用いられている¹⁾。確かに、これらの強化法によってその強度は純アルミニウムに比べ著しく上昇するが、その一方で延性が損なわれるという問題が生じている。特にこの延性の低下は室温よりも高温で顕著となるため、熱間加工時の割れや細線加工での断線の原因の一つと考えられている²⁾。したがって、この高温延性低下機構を解明することができれば、これまで以上に生産性の向上が期待できる。このような理由から、これまでに高温延性低下機構に関する多くの研究が行われてきた^{2)~15)}。しかし、これまでの研究では、延性低下の発生に粒界すべりが関与している点については共通しているが、延性低下そのものの成因については、粒界の波状化^{2),12)}や粒界析出物^{13)~15)}などいくつかのモデルが提案されており、実用材料の延性低下挙動を統一的に説明できる段階には至っていない。この原因の一つとして、実用のアルミニウム合金では固溶強化と粒子分散強化が複合して施されていることが挙げられる。

そこで本研究では、これまでに延性低下機構に関する詳細な検討が行われている Al-Mg 合金^{2),12)}にマンガン系の化合物を析出させた5183合金について室温から823 Kの広い温度範囲で引張試験を行い、延性低下挙動を

詳細に調べ、固溶強化と粒子分散強化が複合して施された合金の高温延性低下機構について検討を行った。

ところで分散強化合金の変形では、転位が分散粒子を通過する際に受ける変形抵抗、すなわちしきい応力が存在し、この応力を境に変形挙動が変化することが知られている¹⁶⁾。したがって、分散強化合金では高温延性低下挙動としきい応力の間に何らかの関係が存在し、このことが高温延性低下挙動をさらに複雑にしている可能性がある。しかし、これまでの高温延性低下の研究の中にはしきい応力を定量的に評価し、延性低下挙動との関係を検討したものはない。そこで本研究では、最近の分散強化理論により5183合金のしきい応力を求め、高温延性低下挙動に及ぼすしきい応力の影響についても検討した。

ここで5183合金に注目した理由は、Al-Mg系合金であることに加え、連铸片を熱間圧延する際に割れや断線などの圧延トラブルが生じることが問題となっており、明瞭な高温延性低下現象の出現が期待できるからである。

2. 実験方法

2.1 試験片

試料は、富山住友電工より供与された Table 1 に示した化学成分を有する5183合金で、プロペルチ連铸法¹⁷⁾によって作製されたものである。Fig. 1に得られた5183合金の铸塊の断面形状を示す。試験片は、铸造欠陥のない連铸片の表面近傍(図中A領域、以後 Sample A)と

* 九州大学大学院総合理工学研究科材料開発工学専攻(春日市)。Department of Materials Science and Technology, Graduate School of Engineering Sciences, Kyushu University (Kasuga-shi, Fukuoka).

** 九州大学大学院(春日市)〔現在:日立金属(株)(安来市)〕。Graduate student, Kyushu University (Kasuga-shi, Fukuoka) [Present: Hitachi Metals, Ltd (Yasugi-shi, Shimane)].

Table 1 Chemical composition of the 5183 alloy (mass%)

Mg	Mn	Cr	Ti	Si	Fe	Cu	Zn	Al
5.0	0.7	0.07	0.07	<0.40	<0.20	<0.25	<0.25	bal.

Fig. 1 Schematic view of cross section in cast bar.

引け巣などが存在する中心部を除いた中間部付近（図中B領域，以後Sample B）より，引張方向とL方向（Fig. 1中）が一致するように切出した。その後機械加工によって，平行部長さ30 mm，直径4 mmの形状を有する丸棒試験片を作製し試験に供した。得られた試料の結晶粒はほぼ等軸晶で，その大きさはSample AとBで異なり，それぞれ28と38 μm であった。

Fig. 2は，Sample A中の析出粒子の分散状態を示した透過電子顕微鏡写真である。図中析出粒子は黒く見えており，Fig. 2(a)中の矢印で示した粒内析出物のみならず粒界上にも析出物が存在していることがわかる。ここで，Fig. 2中に記号aとbで示した析出粒子についてEDX分析を行った結果，粒界上の析出物はAl-Fe-Mn-Si系の化合物であった。これに対して，結晶粒内の析出物はAl-Mn系の化合物であり，粒界上に存在する析出粒子とは異なっていた。

また，Sample AとBの結晶粒内の析出粒子の大きさの分布を測定した結果，粒子平均半径は，Sample Bがわずかではあるが大きかった。**Fig. 3**に粒子径分布の測定結果を示す。

2.2 引張試験

定速引張試験には，島津製作所製オートグラフ（AG-10TA）を用い，応力測定には容量0.5 kNの新興製のロードセルを用いた。試験は，大気中で温度範囲が室温～823 K，ひずみ速度が 1.11×10^{-4} と $1.12 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ の条件で行った。試験片の加熱には，3段式抵抗加熱炉を用い，P.I.D.方式によって温度制御した。加熱

Fig. 2 TEM micrograph taken from 5183 alloy at grain-boundary (a) and in grain (b). **Fig. 3** Histogram for the size distribution of precipitate in sample A (a) and B (b).

炉の電源にはスタビライザー (東芝 GM2 定電圧装置) を用いて電源の安定化を図った。この結果、試験片ゲージ部に沿っての温度差は ± 1 K, 試験中の温度変動を ± 2 K 以内に保つことができた。延性の評価は、破断部での断面減少率によって行った。ここで、断面減少率は実際の破断面が真円でなかったことから、破断面を250前後の多角形近似してその面積より求めた。

2.3 しきい応力

しきい応力の発現機構は、転位と析出物の相互作用の仕方によって変化し、引力型の相互作用を示す場合にはスロロビッツ機構となることが、本合金とはほぼ同様な析出物を有する Al-Mg-Mn 合金で明らかにされている¹⁶⁾。本合金でも、変形後の組織の電子顕微鏡観察結果より、転位と粒子の相互作用は引力型であったので、しきい応力の発現機構をスロロビッツ機構¹⁸⁾であると考え、その理論値を Scattergood と Bacon の理論式¹⁹⁾に基づいて次式によって評価した。

$$\frac{\sigma_{th}}{E} = A \frac{Mb}{4\pi(1+\nu)\bar{\lambda}} \left\{ \ln \left(\frac{\bar{D}}{r_0} \right) + B \right\} \quad (1)$$

$A = [1 - \{\nu/(1-\nu)\} \sin^2 \phi] \cos \phi$, $B = 0.7$: 刃状転位
ここで、 E はヤング率, ν はポアソン比 (0.34²⁰⁾), M はテーラー因子 (3.06²¹⁾), b はバーガスベクトルの大きさ (2.86×10^{-10} m), r_0 は転位芯の cut-off 半径 (本研究では b と $3b$ を用いた)。また、 ϕ は転位がボイドから離脱するときの臨界角で Scattergood と Bacon¹⁹⁾によると、ポアソン比 ν に依存し、アルミニウム合金では、刃状転位に対しては $\phi = 0.33$ rad (19 deg) である。さらに、 $\bar{\lambda}$ はすべり面上の粒子表面間距離で分散粒子の大きさの分布を考慮したすべり面上での平均粒子半径 $\bar{r}_s$ と平均粒子中心間距離 $\bar{l}_i$ より次式によって評価した²²⁾。

$$\bar{\lambda} = 1.25\bar{l}_i - 2\bar{r}_s \quad (2)$$

ここで、係数 1.25 は、Forman と Makin²³⁾ による粒子の規則正方形分布を無秩序分布に変換するときの変換係数である。さらに、式(1)の $\bar{D}$ は $2\bar{r}_i$ と $\bar{\lambda}$ の調和平均である。また、 $\bar{l}_i$ と $\bar{r}_s$ は分散粒子の大きさの分布を考慮した次式によって、

$$\bar{l}_i = \sqrt{\frac{2\pi \bar{r}^3}{3f \bar{r}}} \quad (3)$$

$$\bar{r}_s = \frac{\pi \bar{r}^2}{4 \bar{r}} \quad (4)$$

評価した²²⁾。ここで、 $\bar{r}$, $\bar{r}^2$ および $\bar{r}^3$ はそれぞれ r , r^2 および r^3 の平均値で Fig. 3 の分散粒子半径の分布より求めた。さらに、 f は析出粒子の体積分率で、析出物を Al₆Mn と仮定し Al-Mn 二元系状態図²⁴⁾を基に各試験温度でのマンガンのアルミニウム中への固溶量を考慮して求めた。ここで、本試料では粒界析出物が存在するため、実際の結晶粒内の析出物の体積分率は状態図より予測した値とは異なる可能性があるが、EDX の分析結果より粒界析出物は主に Al-Fe 系の化合物であるので、粒界析出物に含有するマンガン量は少ないものと考えた。また、式(1)に示したようにしきい応力の理論値としては、本研究で用いた合金の母相がマグネシウムによって固溶強化されており、運動転位のほとんどが刃状転位であるので、刃状転位に対する値を用いた。Table 2 に得られた結果をまとめて示す。

3. 実験結果および考察

3.1 高温延性低下挙動

定速引張試験より得られた、応力-ひずみ曲線を Fig. 4 に示す。ここで、Fig. 4(a) と (b) は Sample A のひずみ速度が約 10 倍異なるもので、(c) は Sample B について得られた結果でありひずみ速度は Sample A の (a) と

Table 2 Modulus-compensated void-hardening stress and related parameters at various temperatures in the 5183 alloy

T (K)	f (%)	Sample	$\bar{l}_i$ (μ m)	$\bar{\lambda}$ (μ m)	Void-hardening stress, σ_v/E	
					$r_0 = b$	$r_0 = 3b$
573	1.93	A	0.92	1.05	2.8×10^{-4}	2.3×10^{-4}
		B	1.32	1.51	2.1×10^{-4}	1.8×10^{-4}
623	1.86	A	0.94	1.08	2.7×10^{-4}	2.2×10^{-4}
		B	1.35	1.54	2.0×10^{-4}	1.7×10^{-4}
673	1.73	A	0.98	1.12	2.6×10^{-4}	2.1×10^{-4}
		B	1.40	1.60	1.9×10^{-4}	1.6×10^{-4}
723	1.47	A	1.06	1.23	2.4×10^{-4}	2.0×10^{-4}
		B	1.51	1.74	1.8×10^{-4}	1.5×10^{-4}
773	0.86	A	1.38	1.63	1.8×10^{-4}	1.5×10^{-4}
		B	1.98	2.33	1.4×10^{-4}	1.1×10^{-4}

Fig. 4 Stress-strain curves of 5183 alloys at different strain rates and temperatures ((a) and (b) sample A, (c) sample B).

等しい。図より、(a)では673~773 K、(b)では573 Kと673 K、さらに(c)では673 Kに高温降伏現象が観察された。これは固溶強化合金に特有な現象である。また、573 K以上の温度では、変形応力が一定となる定常状態が現れている。Fig. 4(a)と(c)を比較すると、この定常応力は結晶粒径の小さなSample Aの方がわずかではあるが低い。一般に、材料の高温変形応力は結晶粒径に依存し、結晶粒径の小さな材料の変形応力が粒径の大きな材料の応力よりも小さくなることもある。これは、変形中に粒界すべりが起こることによるものであり、本合金の高温変形中にも粒界すべりが起こっていたものと考えられる。また、破断ひずみは温度の上昇により単調に増加せず、(a)と(b)についてはそれぞれ773 Kと723 Kで、これらより結晶粒径の大きな試料(c)では最高温度である823 Kで最小値を示している。これらの試料の破面を光学顕微鏡観察した結果、破壊は延性破壊であった。また、破断部近傍を光学顕微鏡観察した結果、Fig. 5(a)に示すように粒界上に多数のボイドと粒界の波状化 (Fig. 5(b)) が認められた。ここで、Fig. 5(a)において応力負荷方向は、横方向である。Al-Mg合金の高温延性低下は、この波状化した粒界が粒界すべりを阻止するとともにボイドの優先的な形成サイトとなるために延性低下が生じることが知られている^{12),25)}。したがって、本合金でも同様な機構によって延性低下が生じた可能性がある。そこでより詳細な検討を行うため、断面減少率により評価した延性とひずみ速度および結晶粒径との関係を求め、Al-Mg合金で報告²⁾されている延性低下挙動との比較を行った。

Fig. 6は、試験温度と断面減少率の関係を示したものである。比較のため大塚と堀内²⁾による単相のAl-Mg

Fig. 5 Optical micrograph showing voids (a) and the serrated boundaries (b) in sample A deformed at 773 K ($\dot{\epsilon} = 1.12 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$).

合金の結果も示した。Sample A ($d=28 \mu\text{m}$) では500 K以上の温度から延性の低下が始まり700~800 Kの温度範囲で最も大きな延性低下を示し、最高試験温度である823 Kでは若干の延性の回復が見られる。これに対してSample B ($d=38 \mu\text{m}$) では700 K以上の温度から延性の低下が起こり始め、最高試験温度である823 Kで最

Fig. 6 Reduction of area as a function of temperature, strain rate and grain size in sample A and B. The results of Al-5Mg²⁾ alloy are shown for comparison.

も大きな延性の低下を示し、延性の回復は見られない。また、全体的に断面減少率は単相の Al-Mg 合金のそれより低い。さらに、Al-Mg 合金では延性の低下が起り始める温度は結晶粒径にあまり依存していないが、本合金では結晶粒径が大きい方がより高温側で延性が低下し始めている。このように、本合金の延性低下挙動の結晶粒径依存性は、Al-Mg 合金とは異なっている。

ところで、Al-Mg 合金では断面減少率と Z パラメータ間には一義的な関係があることが知られている²⁾ので、本合金においても同様な関係が存在するか検討を行った。Fig. 7 は Sample A の Z パラメータと断面減少率の関係を示したものである。図中には大塚と堀内²⁾の結果も示した。ここで $Z (= \dot{\epsilon} \exp(Q/RT))$ に用いた活性化エネルギー Q は、アルミニウム中のマグネシウムの固有拡散の活性化エネルギー $Q_{\text{Mg}} = 127 \text{ kJ/mol}^{26)}$ を用いた。また、本合金の Q の値として Q_{Mg} を用いた理由は、次節の Fig. 9 に示すように、この値を用いて求めた Z パラメータと定常変形応力の間に一義的な関係が成立っており、本合金の変形の活性化エネルギーが Q_{Mg} に一致していると考えられるからである。Al-Mg 合金では Z パラメータを用いることによって、断面減少率は一義的に決まるが、本合金の結果は Al-Mg 合金の場合とは異なり断面減少率と Z パラメータの間に一義的な関係は認められない。その傾向は特に Z パラメータの小さな高温で顕著である。また、Al-Mg 合金では Z パラメータが約 10^{10} s^{-1} で最も延性の低下が起っているが、本合金の延性低下は約 10^5 s^{-1} であり、より高温、低ひ

Fig. 7 Reduction of area as a function of Zener-Hollomon parameter in sample A. The results of Al-5Mg²⁾ alloy are shown for comparison.

Fig. 8 The relation between modulus-compensated stress, σ/E , and reduction of area in sample A and B. The hatched regions represent the range of the void-hardening stress in sample A and B, respectively.

ずみ速度で起っている。以上のように、本合金の巨視的変形挙動や結晶粒界の波状化など Al-Mg 合金と類似した挙動を示しているにもかかわらず、延性低下挙動の詳細は Al-Mg 合金のそれとは大きく異なっている。この結果は、本合金の高温延性低下機構が Al-Mg 合金と異なることを示唆するものである。

ところで、銅母相中にゲルマニウムの酸化物を有する分散強化合金でも高温延性低下が生じることが明らかにされている¹³⁾。この場合の延性低下は粒界上に存在している分散粒子近傍に粒界すべりによって発生する応力集中が原因で生じることが明らかにされている^{14), 15)}。本合金でも粒界析出物の存在が確認されていることから粒子近傍で大きな応力集中が生じている可能性がある。

したがって、本合金の延性低下挙動が Al-Mg 合金の挙動と異なったのは、粒界すべりによる応力集中の発生場所として波状化した粒界のほかに粒界析出物が存在し

Fig. 9 The relation between modulus-compensated stress, σ/E , and Zener-Hollomon parameter in sample A and B. The hatched regions represent the range of the void-hardening stress in sample A and B, respectively.

たためと思われる。

3.2 延性低下挙動に及ぼすしきい応力の影響

Fig. 8 は、断面減少率と定常変形応力の関係を示したものである。また図中には、分散粒子の分布状態より求めた本合金のしきい応力の理論値も斜線領域で示した。ここで、しきい応力の不確かさは、各試験温度でのマンガンのアルミニウム中への固容量が異なることと、転位芯の半径の不確かさによるものである。図より、本合金の延性低下挙動が定常変形応力に依存し、定常変形応力がしきい応力にはほぼ一致するような条件で最小値を示していることがわかる。このように延性低下挙動がしきい応力に依存した理由は次のように考えることができる。

本合金の延性低下は、破壊の形態が粒界上でのボイドの生成に起因した延性破壊であったことから、粒界すべりによる応力集中によって生じたものと考えられる。したがって、本合金の延性低下挙動は粒界すべり挙動の影響を強く受けているはずである。Fig. 9 は定常変形応力と Z パラメータの関係を両対数プロットで示したものである。また図中にはしきい応力の値も示してある。本来本合金では図中に示した理論値付近に明瞭なしきい応力が存在するはずであるが、その傾向は認められない。このようなしきい応力の消滅は、変形中に粒界すべりが発生した場合に生じることが知られている。したがって、この結果からも本合金の高温変形中に粒界すべりが生じていたことがわかる。

ところで、これまでの粒界すべりに関する研究で、粒界すべりには結晶粒内を運動した転位が粒界に進入し粒界上を運動することによって生じる extrinsic な粒界すべ

りと、拡散のみで生じる intrinsic な粒界すべりが存在することが明らかになっている²⁷⁾。分散強化が施された本合金では、しきい応力以下では理論的には粒内転位は運動することができないため、粒界すべり挙動もしきい応力の影響を受け、この応力を境に extrinsic な粒界すべりから intrinsic な粒界すべりへと変化するものと考えられる。intrinsic な粒界すべりは、その速度が extrinsic な粒界すべりに比べて極めて遅いため、試験中に生じる応力集中も小さく、extrinsic な粒界すべりに比べて拡散による応力緩和の影響を強く受けるものと考えられる。このことが原因で、延性の最小値がしきい応力付近で現れ、さらにしきい応力以下で延性の回復が見られたものと推察される。

4. 結 言

固溶強化と分散強化が複合して施された 5183 合金の高温延性低下機構を解明するために、結晶粒径の異なる二種の試料を用い、室温から 823 K の広い温度範囲において引張試験を行い次の結果を得た。

(1) 結晶粒径が 28 μm の試料では 500 K 以上、38 μm の試料では 700 K 以上の温度域で明瞭な高温延性低下が観察された。また、このときの破壊は延性破壊で、波状化した粒界も観察された。

(2) 本合金の延性低下挙動は、断面減少率が Z パラメータによって一義的に決まらず、単相の Al-Mg 固溶強化合金で報告されている挙動と異なった。これは、粒界すべりによる応力集中の発生場所として波状化した粒界のほか粒界析出物が存在したためと思われる。

(3) 5183 合金の延性低下挙動としきい応力の間には相関関係が見られた。これは粒界すべりが、しきい応力を境に extrinsic な粒界すべりから intrinsic な粒界すべりへと変化することに起因していると推察される。

本研究で用いた 5183 合金を供与された富山住友電気工業 (株)、JEOLJEM-2000FX と TRACOR NORTHERN 社製の EDX 分析装置の使用を快く許可して下さった九州大学応用力学研究所 吉田直亮 教授に深く感謝する。また、本研究を遂行するにあたり適切な助言を頂いた三菱重工業(株)顧問 吉永日出男 九州大学名誉教授に、深く感謝する。なお本研究の一部は(株)軽金属奨学会および平成 7 年度文部省科学研究補助金 (奨励研究) (A)「分散強化合金の高温延性低下機構の解明」(07750768)の援助により行われたものである。ここに特記して感謝の意を表す。

参 考 文 献

- 1) 例えば、軽金属, 46 (1996), 684.
- 2) 大塚正久, 堀内 良: 日本金属学会誌, 48 (1984),

- 688.
- 3) 鈴木良夫, 西村 哲, 山口重裕: 鉄と鋼, **65** (1979), 2038.
- 4) 鈴木良夫, 西村 哲, 今村 淳, 中村 泰: 鉄と鋼, **67** (1981), 1181.
- 5) 大森正信, 伊藤 操, 吉田総仁: 日本金属学会誌, **47** (1983), 775.
- 6) 菅野幹宏, 伊藤吾朗: 日本金属学会報, **72** (1988), 532.
- 7) J. N. Greenwood, D. R. Miller and J. W. Sutter: *Acta Met.*, **2** (1954), 250.
- 8) D. Hull and D. E. Rimmer: *Phil. Mag.*, **4** (1959), 673.
- 9) R. Raj and M. F. Ashby: *Acta Met.*, **23** (1975), 653.
- 10) R. Raj: *Acta Met.*, **26** (1978), 341.
- 11) C. Gandhi and R. Raj: *Acta Met.*, **30** (1982), 505.
- 12) 大塚正久, 堀内 良: 日本金属学会誌, **48** (1984), 1143.
- 13) 尾中 晋, 加藤雅治, 田中良平: 日本金属学会誌, **50** (1986), 141.
- 14) 三浦博己, 酒井 拓: 日本金属学会誌, **58** (1994), 1349.
- 15) H. Miura, T. Sakai, N. Tada, M. Kato and T. Mori: *Scripta Metall.*, **32** (1995), 185.
- 16) 例えば, 中島英治, 吉永日出男: 鉄と鋼, **77** (1991), 19.
- 17) 日本金属学会編: 金属便覧, 丸善, (1982), 1521.
- 18) D. J. Srolovitz, R. Petkovic-Luton and M. J. Luton: *Phil. Mag.*, **A48** (1983), 795.
- 19) R. O. Scattergood and D. J. Bacon: *Phil. Mag.*, **A31** (1975), 179.
- 20) W. Köster and H. Fraz: *Met. Rev.*, **6** (1961), 1.
- 21) G. I. Taylor: *J. Inst. Met.*, **62** (1983), 307.
- 22) Y. Yeh, H. Nakashima, H. Kurishita, S. Goto and H. Yoshinaga: *Mater. Trans., JIM*, **31** (1990), 248.
- 23) A. J. E. Foreman and M. J. Makin: *Phil. Mag.*, **A14** (1966), 911.
- 24) L. F. Mondolof: *Aluminum Alloy*, Butterworth & Co Ltd., London, (1976), 324.
- 25) T. Hasegawa, K. Kawaguchi, T. Murata and T. Yakou: *Mater. Trans., JIM*, **32** (1991), 244.
- 26) H. Oikawa, N. Matsuno and S. Karashima: *Metal Sci.*, **9** (1975) 209.
- 27) 渡辺忠雄: 材料科学, **17** (1980), 77.