Al-Zn-Mg-Cu-Cr 合金の結晶微細化と超塑性

小島 陽*・古川 智行**
小林 勝*・中村 正久*

Grain refining and superplasticity of Al-Zn-Mg-Cu-Cr alloys

Yo KOJIMA*, Tomoyuki FURUKAWA**, Masaru KOBAYASHI*
and Tadahisa NAKAMURA*

The grain refining of two kinds of high strength aluminum alloys, 7075 and 7475 alloys, was carried out by means of thermomechanical processing, and their superplasticity was evaluated. A mean grain size of about 22 μm is obtained in rolling of low reduction per pass at 200°C in 7075 alloy. When the alloys are deformed at 520°C, the m value greater than 0.5 and the flow stress smaller than 1 kgf/mm² are obtained in a wide range of strain rate. Total elongation of 800% is obtained in 7075 L200 sheets having high m value. The grain size is constant during superplastic deformation, but grain coarsening occur slightly after 380% of deformation. The grain boundary sliding (striation) is observed at 100% of deformation. The mechanism of superplastic behavior is mainly depending upon the grain boundary sliding and the dynamic recrystallization in almost all strain range. Grain coarsening occurs at large strain just before fracture in accompanying the formation, growth and linking of cavities.

Keywords: grain refining, superplasticity, thermomechanical treatment, Al-Zn-Mg-Cu-Cr alloy

(Received October 30, 1985)

1. 緒 言

強度比の高い材料として高力アルミニウム合金を超塑性化して加工性を向上させることが近年要求されている。高力アルミニウム合金については靱性の向上をはかるために、結晶粒微細化を目的とした種々の加工熱処理法が考案されている¹⁾。特に析出要素を持つ高力アルミニウム合金において、析出物の大きさと密度を制御することを通して再結晶の核生成および成長を抑制しようとする加工熱処理法が Wert ら²⁾によつて報告されている。本研究では、超塑性化により加工性の向上が要求されている高力アルミニウム合金、すなわち Al-Zn-Mg-Cu 系の 7075 および 7475 合金に、この加工熱処理を施し、結晶粒の微細化と共に、その超塑性現象を調べることを目的とした。このために本研究では、加工熱処理の圧延ステップに注目し、種々の条件で圧延を施し、結晶粒微細

化への影響をまず調べた。次に、圧延条件の異なる各種加工熱処理材に対し、高温引張試験によつて、伸び、流動応力の歪速度依存性を調べ、結晶粒の影響などを検討した。さらに、変形前後の組織変化から本系合金の超塑性変形挙動を考察した。

2. 実験方法

2.1 供試材

供試材 7075 および 7475 合金の化学組成を Table 1 に

Table 1 Chemical compositions of specimens
(wt. %)

Element Alloy	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn	Ti
7075	0.08	0.17	1.55	0.03	2.49	0.21	5.53	0.04
7475	0.052	0.092	1.40	0.009	2.34	0.20	5.45	0.039

* 長岡技術科学大学機械系 (長岡市)。Department of Mechanical Engineering, Technological University of Nagaoka (Nagaoka).

** 長岡技術科学大学大学院 (長岡市), (現)三菱レーヨン (名古屋)。Graduate Student, Technological University of Nagaoka (Nagaoka), Present Address; Mitubishi Rayon LTD, (Nagoya).

示す。脱ガス、フィルター処理された DC 铸塊であり、7075 合金は465°C、18 hr の均質化処理、また7475 合金は460°C、30 hr の均質化処理後、それぞれ400°C で熱間圧延した30 mm の厚板を加工熱処理の素材とした。

2.2 加工熱処理

本研究で用いた加工熱処理工程の概略図を Fig. 1 に示す。482°C での溶体化処理後、400°C、8 hr の時効析出処理を行い、その後200あるいは260°C で85%以上の温間圧延を行った。圧延は4種類の条件で行い、それぞれ H200, L200, H260, L260材とした。ここで H は少ないパス数で目標板厚に圧延した、いわゆる重圧延を、L は目標板厚に達するパス数が多いいわゆる軽圧延をした材料に対応するものである。Table 2 に各パス毎の圧延率を示す。この温間圧延の後482°C で3 hr の再結晶処

Fig. 1 Schematic diagram showing the four step thermomechanical treatment developed for grain refinement.

Table 2 Reduction in thickness at each rolling pass (%)

Pass No.	Rolling Temperature 200(°C)		Rolling Temperature 260(°C)	
	H	L	H	L
1	16.7	16.7	16.7	16.7
2	25.0	10.0	20.0	10.0
3	25.0	11.1	35.0	11.1
4	26.7	10.0	40.0	10.0
5	22.7	5.5	44.9	4.4
6	18.7	11.8	11.6	12.7
7	21.4	16.7		16.6
8	36.3	20.0		20.0
9		15.0		30.0
10		29.4		21.4
11		8.3		21.8
12		18.2		11.6
13		22.2		
Total Reduction	88.3	88.3	87.3	87.3

理を行った。

2.3 引張試験

加工熱処理を施した厚さ3.5-3.7 mm の板材から引張軸が圧延方向に平行となるように引張試験片(平行部長さ10 mm, 平行部幅5 mm)を切り出した。高温引張試験はインストロン型引張試験機を用い通常の電気抵抗炉により昇温し、430~520°C の温度範囲で行った。流動応力の歪速度感受性指数: m 値($\sigma = K \cdot \dot{\epsilon}^m$)を求めるためには、Backofen らの方法³⁾を用いた。

2.4 組織観察および X 線回折

電解研磨で表面仕上げした試験片表面に Photo Etch 法により、30 μm 間隔に格子をつけ、引張変形中の格子のずれから変形中の結晶粒の移動および回転を調べた。また、再結晶挙動を調べるために、デバリーシェラ写真を撮影した。デバリーシェラ写真の撮影は銅ターゲットを用い、40 kV, 30 mA で行なった。

3. 実験結果および考察

3.1 加工熱処理条件と結晶粒微細化

Fig. 2 に7075 合金の加工熱処理前後の典型的な光顕写真を示す。なお、Fig. 2(a)は熱間圧延後、482°C、3 hr の溶体化処理直後の組織であり、(b)はL200の組織である。加工熱処理を施さない試料では、L 方向(圧延方向)に数100 μm, ST 方向(板厚方向)に数10 μm の層状組織が認められ、これらの組織が加工熱処理により各方向の結晶粒が数10 μm に微細化していることがわかる。Fig. 2(b)の7075-L200材の平均結晶粒径($\bar{d}$)をL 方向の結晶粒径(d_L)およびST 方向の結晶粒径(d_{ST})から Wert ら²⁾の用いた次式より求めた。

$$\bar{d} = 3(2d_L^{-1} + d_{ST}^{-1})^{-1} \quad (1)$$

式より平均結晶粒径は約22 μm であった。

Fig. 3 に両合金の加工熱処理後の ST-L 面の光顕写真を示す。各材料の平均結晶粒径は7075, 7475 合金とも次

Fig. 2 Typical microstructures of 7075 alloys: (a) 30 mm thick plate before grain refining and (b) after thermomechanical treatment to 3.5 mm thick sheet (7075L200).

Fig. 3 Microstructures of 7075 and 7475 after thermomechanical treatment.

Fig. 4 Dependence of flow stress σ and strain-rate sensitivity index m on strain rate for 7075H200.

式の傾向がある。

$$L200 < H200 < H260 < L260$$

(2)

Fig. 5 Dependence of flow stress σ and strain-rate sensitivity index m on strain rate for 7475H200.

Fig. 6 Dependence of flow stress σ and strain-rate sensitivity index m on strain rate at 520°C for 7075 alloys with various roll schedules as shown in Fig. 1.

3.2 歪速度感受性指数 m 値と流動応力の歪速度依存性

Fig. 4 および 5 は 7075 および 7475 合金の 430～520°C における歪速度感受性指数 m 値と流動応力の歪速度依存性を示す。両合金の $\log \epsilon - \log \sigma$ 曲線は、特に 520°C で明らかなように、ゆるやかな S 字形を示して、比較的勾配のゆるやかな低歪速度領域と高歪速度領域の中間

Fig. 7 Dependence of flow stress σ and strain-rate sensitivity index m on strain rate at 520°C for 7475 alloys with various roll schedules as shown in Fig. 1.

Fig. 8 Effect of tensile test temperature on total elongation for 7075 alloys.

に、流動応力の歪速度依存性の大きい領域が存在する。つぎに、最も流動応力の低かった520°Cについて、この時の m 値および流動応力の歪速度依存性におよぼす加工熱処理条件の影響を調べた。Fig. 6 および 7 はそれぞれ7075および7475合金についての結果である。両合金とも $\log \dot{\epsilon}$ - $\log \sigma$ 曲線では、低歪速度領域において、式(2)で示したように平均結晶粒径が小さい方が流動応

Fig. 9 Dependence of total elongation on strain-rate sensitivity index m .

力は小さく、中間歪速度領域での勾配が大きくなっている。また、Fig. 6 の7075合金ではそれほど明りようではないが、両合金とも m 値の最大になる歪速度は結晶粒径が小さくなるとともに高歪速度側に移行し、かつ m 値の最大値も増大している。

3.3 破断伸びの温度依存性

m 値が最も大きな値を示す歪速度すなわち、約 $1.0 \times 10^{-2} \text{ min}^{-1}$ で360°Cから520°Cでの温度範囲での全伸びを測定した。Fig. 8 に7075合金の各加工熱処理を施した試料の全伸びと試験温度との関係を示す。7075合金では、520°Cにおいて各加工熱処理材とも400%以上の大きな全伸びを示し、特に最も結晶粒径の小さなL200材は約800%の巨大伸びを示している。また、全伸びは $L200 > H200 > H260 > L260$ となり、結晶粒径の小さいほど全伸びが大きな値となる。

3.4 全伸びと m 値の関係

7075合金の全伸びと m 値との関係を Fig. 9 に示す。ただし、この時の m 値は初期歪速度に対応する m 値 (Fig. 6) を用いている。 m 値が大きくなるほど全伸びは増大することがわかる。しかし、本実験での歪速度は引張試験中に変化するので、 m 値も連続的に変動しており、従って Fig. 9 に示す m 値は試験初期の m 値を意味しているだけである。

3.5 一定歪速度引張試験における全伸び

前項で述べたように、Fig. 9 の m 値は引張試験初期の m 値であるので、ここでは歪速度が一定となるような引張試験を行い、この時の全伸びと引張速度を一定にした場合の全伸びとの比較を行った。Fig. 10 にその結

Fig. 10 Effect of tensile test temperature and strain rate change on total elongation.

果を示す。引張試験中に歪速度を一定に保つことは困難である。そこで、ここではあらかじめ求めた初期歪速度に対する伸び、 m 値などから、おおよその伸びを想定し、引張試験機に取りつけたプログラムランプユニットにより、ある範囲にわたって歪速度を近似的に一定に保つようにした。対数歪増分 $\delta_e = \delta l / l$ より

$$\dot{\epsilon} \cdot t = \ln(l_t / l_0) \quad (3)$$

ここで l_0 は試験前の平行部長さであり、 l_t は時間 t 後の平行部長さである。したがって、クロスヘッド速度 V は

$$V = l_t \cdot \dot{\epsilon} = \dot{\epsilon} \cdot l_0 \cdot e^{\dot{\epsilon} t} \quad (4)$$

以上から、想定伸びに達する時間 t_t を計算し、この t_t をプログラムランプユニットのステップ数48で等分して、時間 t_t を求めた。次に t_t を0~47まで変えて、それぞれの時間に対応するクロスヘッド速度を求め、各クロスヘッド速度を直線で結んで、歪速度一定に近似した。

$5.0 \times 10^{-2} \text{ min}^{-1}$ の歪速度一定および初期歪速度の引張試験を行った。Fig. 5および6からも明らかなように、初期歪速度 $5.0 \times 10^{-2} \text{ min}^{-1}$ で引張試験を続けることは、引張試験中に歪速度の低下がみられ、したがって、 m 値は増大することになる。Fig. 10の結果もこのことを示している。すなわちプログラムランプユニットを用いて引張試験中の歪速度を一定にした試料の方が引張速度を一定にしたものに比べ両合金とも全伸びが低い値となっている。初期歪速度 $5.0 \times 10^{-2} \text{ min}^{-1}$ の場合には、クロスヘッド速度すなわち引張速度を変えることによって、その後の歪速度を一定にした方が、 m 値がみかけ上小さくなり、引張速度を一定にした試料に比べ全伸びが小さくなったといえる。

Fig. 11 Dependence of strain-rate sensitivity index m on strain rate for 7075L200.

3.6 引張変形後の組織変化

Fig. 11 は7075合金 L200材の520と430°Cにおける m - $\dot{\epsilon}$ 曲線を示す。Fig. 11 中の各点 a, b, c および d の初期歪速度条件で破断まで変形した後、水冷し、破断部近傍の組織観察を行った。Fig. 12 に引張変形前の組織、引張破断後の破断部近傍および試験片肩部の未変形領域の組織 (a', b', c', d') をそれぞれ示す。肩部の組織は、変形前の組織と比較して、ほとんど変化はみられないのに対し、破断部近傍の組織は、引張変形方向 (写真の水平方向) に大きく成長している。また、a, b のそれぞれ790, 620%変形した試料では、結晶粒のスイッチング (合体) が起こっており、またボイドの発生も多く観察される。d は m 値が0.3未満の条件で変形されたもので、変形部の組織は、肩部の未変形部よりもかえって微細な組織となっている。この傾向は c の520°C で破断伸びが350%の試料でも観察される。

Hamilton ら⁴⁾は、歪速度が比較的遅い領域では、結晶粒の粗大化が容易に起こり、逆に比較的高歪速度側においては、幾分結晶粒の微細化が観察されたと報告している。そして、彼らは、高歪速度領域での結晶粒の微細化を動的再結晶によるものとしている。

3.7 引張変形途中の組織変化

さらに、変形途中での組織変化を調べるために、7475合金 L200材について、520°C で初期歪速度 $1.0 \times 10^{-2} \text{ min}^{-1}$ の条件下で引張変形を与え、それぞれ13, 150,

Table 3 Change of grain size during tensile testing

Specimen	Grain size	d_L (μm)	d_T (μm)
a	elongated to 13%	32.5	32.5
c	elongated to 150%	23.7	20.3
f	elongated to 380%	27.5	24.2

- (a) $\epsilon = 1.0 \times 10^{-2}$, 520°C, elongated to 790%
 (a') shoulder section of the same specimen
 (b) $\epsilon = 3 \times 10^{-3}$, 520°C, elongated to 620%
 (b') shoulder section of the same specimen
 (c) $\epsilon = 5 \times 10^{-1}$, 520°C, elongated to 350%
 (c') shoulder section of the same specimen
 (d) $\epsilon = 1.0 \times 10^{-2}$, 430°C, elongated to 330%
 (d') shoulder section of the same specimen

Fig. 12 Microstructures of 7075L200 before and after tensile testing.

380%変形後に除荷し水冷した組織を **Fig. 13** に示す。なお、この時の各試料の平均結晶粒径を **Table 3** に示す。bの組織、すなわち150%変形後の結晶粒は、13%変形後のaより微細化している。また、380%変形後の組織は、150%変形後の組織よりもわずかに粗大化しているが、13%変形後の組織よりも微細であることがわか

Fig. 13 Change of microstructures for 7475L200 during tensile testing. a) 13% deformation, b) 150% deformation and c) 380% deformation.

Fig. 14 Scanning electron micrographs of the specimen surfaces deformed (a) to 30%, and (b) to 100% at 520°C. The tensile axis is parallel to a horizontal direction of the photograph.

る。

Fig. 13(b)から、150%変形後にすでにボイドが発生することが認められるが、組織写真は掲載していないが、118%変形後の試料ですでに微細なボイドが発生していることがわかった。松木ら⁵⁾によれば、Al-Zn-Mg合金の場合、結晶粒が200 μm 程度に粗大な場合、ボイドは約10%変形後に発生するのに対し、結晶粒が微細なほど、ボイドの発生する変形量は大きくなり、平均結晶粒径が10 μm 以下の場合、200%を超える変形を与えても、なおボイドの発生は認められないことが報告されている。

3.8 引張変形中の結晶移動

Fig. 14は試料表面に30 μm 間隔の格子をPhoto Ect法でつけ、引張変形中の結晶粒の移動および回転の様子を走査型顕微鏡で観察した一例を示す。試料は7075合金L200材であり、引張変形条件は、520°Cで初期歪速度 $1.0 \times 10^{-2} \text{ min}^{-1}$ である。Fig. 14(a)の30%変形後の場合は、格子のずれがほとんどないのに対し、(b)の100%変形後の場合は、格子がかなりくずれてきていることがわかる。しかし、この場合でも結晶粒内での格子の変形はほとんど認められず、さらに、結晶粒界近傍で格子のくい違いがあることなどから、変形の初期段階から結晶粒界すべりが重要な役割を果たすと考えられる。また100%変形後のFig. 14(b)には、結晶粒界にストライエ

ーションバンドが観察される。このようなストライエーションバンドは、Zn-22%Al⁶⁾、Al-Zn-Mg合金⁷⁾など超塑性を示す合金でよく観察されている。

ストライエーションバンドの形成に関しては、拡散によつて隣接した結晶粒間に新しく付加された領域（拡散流動）とする考え方と結晶粒界すべりによつて新しく露出した領域（結晶粒界流動）とする考え方の2つがあるが⁷⁾、本合金の初期変形段階において現れるストライエーションバンドは、Fig. 14で示したように、変形中に結晶粒成長があまり観察されないことから、結晶回転を伴う結晶粒界すべりによる新しく露出した領域であると考えられる。

3.9 変形中のレストレーション

前項で7075合金L200材を520°Cで歪速度 $1.0 \times 10^{-2} \text{ min}^{-1}$ で引張試験を行うと超塑性を示し、100%変形程度までの変形初期段階で、すでに結晶粒界すべりが発生していることがわかった。しかし、L-T面の平均結晶粒径が30 μm を超える材料が、結晶粒界すべりだけで800%にもおよび巨大伸びを示すとは考えにくい。そこで、ここでは、100%以降の変形挙動を調べるために、デバリーシェラ法X線回折による検討を行った。Fig. 15に7475合金L200材を520°Cで、歪速度 $1.0 \times 10^{-2} \text{ min}^{-1}$ の条件下で変形した試料のデバリーシェラ写真の一部を示す。(a)は変形を与える前の試料の回折写真であり、明りように不連続な斑点からなる回折パターンを示しており、加工熱処理の最終ステップで形成された無秩序の方位配列を持つ再結晶組織であることがわかる。一方、(b)の118%変形後の回折写真では、(a)の変形前の試料の回折写真と酷似のものであり、この間に変形組織の動的な復旧が起こつたことを示唆している。Fig. 13(b)で示したように、本合金の場合、150%変形後の結晶粒が変形前および変形初期の結晶粒に比べ微細化していること、変形後の組織に亜結晶粒がみられないこと、さらに、応力-ひずみ曲線が最初のピークをとり、その後定常状態が続くことなどから、本系合金における動的レストレーションは、動的再結晶⁸⁾によるものと考えられる。

4. 結 言

加工熱処理によつて7075系高力アルミニウム合金に微細結晶粒組織を与え、高温引張変形挙動を超塑性の観点から調べ、以下の結論を得た。

(1) 加工熱処理により、7075系高力アルミニウム合金の圧延層状組織を著しく微細化することが可能であり、また合金組織の異方性を改善することができる。しかし、圧延ステップの温度および圧延スケジュールを適切に選定しなければならない。

Fig. 15 Debye-scherrer photographs for 7475L200 (a) underformed and (b) deformed to 118%.

(2) 加工熱処理により, 本系合金において, 520°C で, 歪速度 $1.0 \times 10^{-2} \text{ min}^{-1}$ 付近の条件下で超塑性現象を観測することができ, 平均結晶粒径が $22 \mu\text{m}$ の7075合金は, 800%に及ぶ巨大伸びを示す。

(3) 本系合金の高温 (0.68 Tm-0.82 Tm) 引張変形中に結晶粒の微細化が起こっているが, これは動的再結晶による動的レストレーションによるものと考えられる。

(4) 本系合金の引張変形初期段階には, 結晶粒界すべりが起こっていることが確認され, また, 超塑性変形は, 結晶粒界すべりと動的再結晶によるものと考えられた。

終わりに, 本研究の一部は軽金属奨学会の研究助成金によつて行われたことを記し感謝の意を表する。

参 考 文 献

- 1) 小菅張弓, 竹内寛司: 日本金属学会報, **21** (1982), 104.
- 2) J. A. Wert, N. E. Paton, C. H. Hamilton and M. W. Mahoney: *Metall. Trans.*, **12A** (1981), 1267.
- 3) W. A. Backofen, I. R. Turner and D. H. Avery: *Trans ASM*, **57** (1964), 980.
- 4) C. H. Hamilton, C. C. Bampton and N. E. Paton: "Superplastic Forming of Structural Alloys", *Met. Soc. AIME*, (1982), 173.
- 5) 松木賢司, 山田正夫: 日本金属学会誌, **37** (1973), 448.
- 6) A. Ball and M. M. Hutchinson: *Met. Sci. J.*, **3** (1969), 1.
- 7) 松木賢司, 上埜安英, 山田正夫: 日本金属学会誌, **38** (1974), 218.
- 8) 堀江史郎, 中村正久, 福沢 康: 軽金属, **34** (1984), 78.