日本金属学会誌 第 45 巻 第 9 号 (1981) 935~941

Al-Zn-Mg 合金の超塑性変形機構に関する 定量金属組織学的研究

松木賢司* 針山典篤** 時沢 貢*

J. Japan Inst. Metals, Vol. 45, No. 9, (1981), pp. 935~941

Quantitative Metallography of Superplastic Deformation Mechanism of an Al-Zn-Mg Alloy

Kenji Matsuki*, Noriatsu Hariyama** and Mitsugu Tokizawa*

Sheet specimens of a fine grained Al-10.8(mass)% Zn-0.85%Mg-0.29%Zr alloy were strained by about 25% at both superplastic and non-superplastic conditions. Contributions of grain boundary sliding and slip to the total specimen elongation ($\epsilon_{\text{gbs}}/\epsilon_t$ and $\epsilon_{\text{slip}}/\epsilon_t$, respectively) were estimated metallographically.

Main results obtained are as follows:

(1) In the superplastic region, the contribution of grain boundary sliding was remarkably higher than that of slip, i.e. $\epsilon_{\text{gbs}}/\epsilon_t \approx 0.6 \sim 0.7$ and $\epsilon_{\text{slip}}/\epsilon_t \approx 0.15 \sim 0.3$. In the non-superplastic region, however, the grain boundary sliding contribution decreased and the slip contribution increased rapidly with increasing strain rate.

(2) The contribution of diffusional flow to the total specimen elongation ($\epsilon_{\text{diff}}/\epsilon_t$) defined by $1 - (\epsilon_{\text{gbs}}/\epsilon_t + \epsilon_{\text{slip}}/\epsilon_t)$ increased with decreasing strain rate.

(3) The stress component n and the activation energy Q for the three deformation processes were estimated from three strain rates $\dot{\epsilon}_{\text{gbs}}$, $\dot{\epsilon}_{\text{slip}}$ and $\dot{\epsilon}_{\text{diff}}$, respectively. They were $\dot{\epsilon}_{\text{gbs}} \propto \sigma^{2.0} \times \exp(-80500/RT)$ and $\dot{\epsilon}_{\text{diff}} \propto \sigma^{1.0} \exp(-65300/RT)$ at a wide stress range, while $\dot{\epsilon}_{\text{slip}} \propto \sigma^{2.2} \exp(-84500/RT)$ at lower stress showing superplasticity and $\dot{\epsilon}_{\text{slip}} \propto \sigma^{4.9} \exp(-134100/RT)$ at higher stress. The slip at low stresses is suggested to be closely related to grain boundary sliding. The mechanism of the superplastic deformation of this alloy is discussed.

(Received March 2, 1981)

I. 緒 言

微細結晶粒超塑性に関して、これまで種々の変形機構が提唱されてきた^{(1)~(4)}。しかし、実際の超塑性変形において顕著な結晶粒界すべりが観察されるため^{(1)~(3)}、結晶粒界すべりを主要な変形様式と考える変形機構、特に結晶粒界すべりと拡散流動⁽⁵⁾ならびに結晶粒界すべりと粒内すべり⁽⁶⁾⁽⁷⁾を組合せた2種類が重要視されている⁽³⁾。これらの変形機構において、拡散流動と粒内すべりは、結晶粒界すべりに基因した粒界3重点等での応力集中を緩和する役割を持ち、実質上超塑性変形を律速する重要な過程である。したがって、どの過程が実際に作用するかを実験的に明らかにすることは、超塑性変形機構の解明にとり極めて重要な課題であるため、これまで多くの研究がなされてきた^{(8)~(11)}。著者等もこれまでに、Al-6 mass%Mg合金⁽¹²⁾、Al-Zn-Mg合金⁽¹³⁾⁽¹⁴⁾およびAl-Cu系合金⁽¹⁵⁾に関し内部

組織観察と集合組織測定等を行ない、上記合金の超塑性変形において、結晶粒界すべりと同時にAl-rich相で粒内すべりが起ることを明らかにした。また、拡散流動の役割も無視できないことが考察された⁽¹⁴⁾⁽¹⁵⁾。以上の結果をふまえて、超塑性現象をさらに明確に理解するためには、結晶粒界すべり、粒内すべりおよび拡散流動によるひずみを実測し、相互の関連性について、定量的検討を加えることが必要とされる。しかし、この種の研究は未だほとんどなされていない⁽¹¹⁾。

Langdon⁽¹⁶⁾によれば、定常クリープにおける全ひずみ(ϵ_t)は、結晶粒界すべり、拡散流動および粒内すべりによるひずみ(それぞれ ϵ_{gbs} , ϵ_{diff} , および ϵ_{slip})の総和で与えられる。すなわち $\epsilon_t = \epsilon_{\text{gbs}} + \epsilon_{\text{diff}} + \epsilon_{\text{slip}}$ (1) したがって、2つの変形過程によるひずみが実測できれば、式(1)にもとづき、他の1つの変形過程のひずみが求まる。

* 富山大学工学部生産機械工学科 (Department of Production Machining, Faculty of Engineering, Toyama University, Takaoka)

** 富山大学大学院, 現在: 富山軽金属工業株式会社 (Graduate School, Toyama University, Takaoka. Present address: Toyama Light Metal Ind., Ltd., Shinminato)

本研究では、超塑性 Al-Zn-Mg 合金の板状試験片に、各種の条件で一定量の引張変形を加え、全ひずみに対する結晶粒界すべりと粒内すべりによるひずみの割合 ($\epsilon_{\text{gbs}}/\epsilon_t$ と $\epsilon_{\text{slip}}/\epsilon_t$) を別々に測定した。また式(1)にもとづき、全ひずみに対する拡散流動によるひずみの割合 ($\epsilon_{\text{diff}}/\epsilon_t$) を求めた。そして、これらの結果から計算できる、それぞれのひずみ速度 ($\dot{\epsilon}_{\text{gbs}}$, $\dot{\epsilon}_{\text{slip}}$ および $\dot{\epsilon}_{\text{diff}}$) の流動応力依存性等を比較することにより、相互の関連性に定量的検討を加え、超塑性変形機構をさらに明確にすることを目的とした。

II. 実験方法

本実験で使用した合金の化学組成は、Al-10.8 mass% Zn-0.85% Mg-0.29% Zr である。鑄塊の作成、均質化焼鈍ならびに圧延の方法は前回と同様で⁽¹⁷⁾、最終的に約 1.2 mm 厚の板材を作成した。この板材に 793 K で 3.6 ks (1 h) の焼鈍を加えた結果、平均結晶粒径が約 8.3 μm の微細結晶粒組織を得ることができた。次に、Fig. 1 に示した寸法の引張試験片を板材の圧延方向に平行に切出し、その表面を鏡面に仕上げた。その後、 ϵ_{slip} と ϵ_{gbs} を測定するためのマーカーとして、試験片平行部表面の幅約 1/2 には引張方向に直角方向、残り約 1/2 には平行方向の微細な間隔のスクラッチをつけた。この場合、平行移動機構を備えた装置に引張試験片を取付け、酸化アルミナ微粉末を散布し

たバフ布面上を直線的に移動させる方法によった。さらに試験片表面には、標点距離 (4 mm) と中心位置を示すために、マイクロビッカース硬度計を用いて圧痕をつけた。

1. ϵ_{slip} の測定

上記の処理を施した試験片にインストロン型引張試験機を用いて約 5% の超塑性変形を加え、結晶粒界すべりによって試験片表面の結晶粒界を現出させた。エッチング法を用いなかった理由は、表面のスクラッチがエッチングによって、観察しにくくなるためである。この状態を変形前とし、引張方向に直角方向のスクラッチをつけた領域を、走査型電子顕微鏡を用いて観察した (撮影倍率: 1500 倍)。その一例を Photo. 1 (a) に示した。つぎに試験温度 733, 763 および 793 K, ひずみ速度 $1.0 \times 10^{-4} \sim 1.2 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ の種々の条件でさらに約 25% 引張変形を加えた後、それぞれの試験片の変形前と同一領域を再度観察した。Photo. 1 (b) に試験温度 793 K, ひずみ速度 $4.0 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ で、約 22.3% 変形した試験片の表面組織を示した。Photo. 1 (b) は、Photo. 1 (a) とほぼ同一視野の変形後の表面組織で、番号で明示した同一結晶粒内の矢印をつけた 2 本のスクラッチは、それぞれ対応している。対応したスクラッチ間隔の変形にともなう変化を、測定端に読取り用の鋭い針を取付けたパス式内測用マイクロメータ (読取精度: 1/100 mm) を用いて測定し、次に述べる方法によって粒内すべりによるひずみ ϵ_{slip} を求めた。

Photo. 1 (a), (b) から、変形にともない結晶粒界すべりに付随して結晶粒回転も起ることがわかる。Fig. 2 (a) と (b) は、試験片表面の 1 個の結晶粒の変形と回転の状態を示した模式図で、それぞれ同一結晶粒の変形前と変形後の平面図と断面図である。変形によって、引張方向に直角方向の 2 本のスクラッチ間の距離 l_0 が l に変化し、同時に試験片表面に垂直な軸のまわりの回転 (回転角: α) と引張軸に

Fig. 1 Dimension of test specimen in mm.

Photo. 1 Changes in scribed surface appearance of the same area in specimen with increasing strain at 793 K and at $2.4 \times 10^{-2} \text{ min}^{-1}$. Tensile axis is horizontal.

(a) deformed to 6.1%, (b) deformed to 22.3%

$$\epsilon_g = \left(\frac{l}{l_0} \frac{\cos \alpha}{\cos \beta} - 1 \right) \cos \alpha \cos \beta$$

Fig.2 Schematic representation of grain deformation with grain rotation.

(a) before deformation, (b) after deformation

Table 1 Average values of $\cos \alpha / \cos \beta$ and $\cos \alpha \cos \beta$ at three strain rates and at 763 K.

$\dot{\epsilon}_t$ (s^{-1})	$\cos \alpha / \cos \beta$	$\cos \alpha / \cos \beta$ ($\alpha \leq 5^\circ$)	$\cos \alpha$ $\times \cos \beta$	$\cos \alpha \cos \beta$ ($\alpha \leq 5^\circ$)
1.0×10^{-4}	1.002	1.002	0.9924	0.9943
3.0×10^{-4}	1.002	1.002	0.9928	0.9959
3.0×10^{-3}	1.001	1.001	0.9911	0.9943

垂直かつ試験片表面に平行な軸のまわりの回転(回転角: β)で構成された3次元的な結晶粒回転を起した場合、この結晶粒の引張方向のひずみ(ϵ_g)は次式で与えられる。

$$\epsilon_g = \left\{ (l' - l_0) / l_0 \right\} \cos \alpha \cos \beta \quad (2)$$

一方、 $l' = l \cos \alpha / \cos \beta$ であるから、式(2)に代入して

$$\epsilon_g = \left\{ (l/l_0) (\cos \alpha / \cos \beta) - 1 \right\} \cos \alpha \cos \beta \quad (3)$$

となる。試験片全体の粒内すべりによるひずみ ϵ_{slip} は、各結晶粒の ϵ_g を平均することにより求まる⁽¹⁸⁾。しかし実際には、式(3)における β を2次元的な組織写真上では測定できない。したがって、 $\cos \alpha / \cos \beta$ と $\cos \alpha \cos \beta$ の平均値をあらかじめ評価するため、763 Kにおいて、後述する超塑性と非超塑性条件に含まれる3種類のひずみ速度で約25%変形した各試験片表面の、任意の150個の結晶粒の α と β を傾角顕微鏡(Union光学製)を用いて測定した。Table 1に、各ひずみ速度における $\cos \alpha \cos \beta$ および $\cos \alpha / \cos \beta$ の平均値、ならびに α を 5° (0.0873 rad)以下に制限した場合の平均値を比較して示した。Table 1から、各ひずみ速度の $\cos \alpha \cos \beta$ 、 $\cos \alpha / \cos \beta$ の平均値は、ほぼ1に近く、特に $\alpha < 5^\circ$ ではその傾向が強い。同様の結果が Zn-Cu-Mn 合金においても認められた⁽¹⁹⁾。したがって、本実験では、 ϵ_{slip} は $\alpha < 5^\circ$ の200個の結晶粒の $(l/l_0 - 1)$ を測定して平均することにより求めた。この場合、結晶粒回転による誤差は小さいと考えられる。

2. ϵ_{gbs} の測定

1.で述べた種々の条件で変形した試験片について、 ϵ_{gbs} を測定した。結晶粒界すべりによって、引張方向に平行方向のスクラッチに、結晶粒界でくい違いを生じるの

で、このくい違いの引張方向に平行な成分を、約200個の結晶粒界で測定し、前報で述べた方法⁽¹³⁾によって ϵ_{gbs} を求めた。ただし、結晶粒界を現出するために変形した約5%の伸びに対する ϵ_{gbs} については、後で線形近似により補正した。

III. 実験結果

実験方法で述べた各種の条件で、約25%の引張変形を加えた試験片の流動応力-伸び線図のうち、763 Kにおける結果を Fig. 3に示した。流動応力レベルは、ひずみ速度の増大にともない高くなったが、各ひずみ速度で、約5%以上の伸びでは、ほぼ定常応力状態を示した。この傾向は、他の試験温度においても同様に認められたので、以下に述べる流動応力(σ)としては、10%伸びに対する値を用いた。Fig. 4に733, 763および793 Kにおける、 $\log \sigma - \log \dot{\epsilon}_t$ 線図を示した。Fig. 4の各試験温度の $\log \sigma$ と $\log \dot{\epsilon}_t$ の関係は、各々2本の直線で整理できる。各直線のこう配から求めた m 値($\sigma = K \dot{\epsilon}_t^m$; m : 流動応力のひずみ速度感受

Fig.3 Flow stress vs. elongation curves at various strain rates and at 763 K.

Fig.4 Log flow stress vs. log strain rate relationships for 10% strain at three temperatures.

Fig.5 Contributions of grain boundary sliding, slip and diffusional flow to the total specimen elongation at different strain rates and temperatures.

性指数)は、低ひずみ速度域では0.51~0.56, 高ひずみ速度域では0.21~0.23であった。ここで、 m 値の大きい低ひずみ速度域が、超塑性を示すひずみ速度域である。超塑性変形から、通常の高温変形に変化するひずみ速度は、試験温度の増大にともない、高ひずみ速度側へ移行する傾向が認められた。

つぎに、各試験温度における、 $\epsilon_{gbs}/\epsilon_t$ および $\epsilon_{slip}/\epsilon_t$ のひずみ速度にともなう変化を、Fig.5に示した。Fig.4における、超塑性から非超塑性へ遷移するひずみ速度を、Fig.5において矢印で示した。各試験温度における $\epsilon_{gbs}/\epsilon_t$ は、超塑性域では60~70%の高い値を示したが、非超塑性域ではひずみ速度の増大にともない急激に減少した。一方、 $\epsilon_{slip}/\epsilon_t$ は超塑性域では30%以下であるが、ひずみ速度の増大にともない急激に増大した。また、一定ひずみ速度では、試験温度が高くなる程 $\epsilon_{gbs}/\epsilon_t$ は増大し、そして $\epsilon_{slip}/\epsilon_t$ は減少する傾向がある。その傾向はひずみ速度が増大するほど顕著であった。以上の結果から、本合金の超塑性変形におけるひずみの大部分は、結晶粒界すべりによって得られるが、それと同時に粒内すべりも起ることが、定量的に確かめられた。しかし、Fig.5の各変形条件における $\epsilon_{gbs}/\epsilon_t$ と $\epsilon_{slip}/\epsilon_t$ の和は、必ずしも100%に達していない。緒言で述べたように、式(1)にもとづけば、その差は $\epsilon_{diff}/\epsilon_t$ に相当すると考えられる⁽¹¹⁾。Fig.5に、 $\epsilon_{diff}/\epsilon_t$ の各変形条件に対する結果をあわせて示した。 $\epsilon_{diff}/\epsilon_t$ の値は、一定試験温度では、低ひずみ速度ほど増大する傾向が認められた。そして、約 $8.3 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ 以上のひずみ速度では、各温度の $\epsilon_{diff}/\epsilon_t$ は、ほぼ0に近い値を示した。

Fig.6 Dependence of $\dot{\epsilon}_t$, $\dot{\epsilon}_{gbs}$, $\dot{\epsilon}_{slip}$ and $\dot{\epsilon}_{diff}$ on flow stress at three temperatures.

つぎに、試験片の全ひずみ速度 $\dot{\epsilon}_t$ と、上述した3種類の変形過程のひずみ速度 $\dot{\epsilon}_{gbs}$, $\dot{\epsilon}_{slip}$ および $\dot{\epsilon}_{diff}$ との関係は、各変形過程のひずみの、全ひずみに対する割合を用いると、第1次近似として、 $\dot{\epsilon}_{gbs} = (\epsilon_{gbs}/\epsilon_t) \dot{\epsilon}_t$, $\dot{\epsilon}_{slip} = (\epsilon_{slip}/\epsilon_t) \dot{\epsilon}_t$ および $\dot{\epsilon}_{diff} = (\epsilon_{diff}/\epsilon_t) \dot{\epsilon}_t$ と表示できる。したがって、Fig.4 と Fig.5 に示した結果を用いれば、任意の一定応力に対するそれぞれのひずみ速度を計算できる。Fig.6(a)~(c)に733, 763 および 793 Kにおける $\dot{\epsilon}_t$, $\dot{\epsilon}_{gbs}$, $\dot{\epsilon}_{slip}$ および $\dot{\epsilon}_{diff}$ の流動応力依存性を比較して示した。Fig.6(a)~(c)における $\log \dot{\epsilon}_t - \log \sigma$ 線図は Fig.4 から直接得られた結果であり、必然的に低応力域と高応力域において、こう配が異なる2本の直線から成立っている。各直線のこう配から求まる応力指数 n は、 m の逆数であり、したがって両応力域のうち低応力域において超塑性を示す。また、 $\log \dot{\epsilon}_{slip}$ と $\log \sigma$ の関係は、 $\log \dot{\epsilon}_t - \log \sigma$ 線図と同様に、2本の直線で整理できる。そして、各試験温度における $\log \dot{\epsilon}_{slip} - \log \sigma$ 線図が折点を示す応力は、 $\log \dot{\epsilon}_t - \log \sigma$ 線図における値よりやや低いが、比較的近い値である。しかも、各試験温度の両線図の低応力域と高応力域における直線のこう配が、それぞれほぼ似ている。したがって、このような $\dot{\epsilon}_{slip}$ の応力依存性の変化は、前述した超塑性から非超塑性への遷移と、密接な関係があると考えられる。一方、 $\log \dot{\epsilon}_{gbs}$ および $\log \dot{\epsilon}_{diff}$ と $\log \sigma$ との間には、それぞれほぼ直線関係が認められる。これらの直線のこう配については、後で考察を加える。

IV. 考 察

一般に、高温における拡散支配の定常変形のひずみ速度と流動応力の関係は、Dorn の式⁽²⁰⁾を変形した次式で記述できる。

$$\frac{\dot{\epsilon} k T}{G b D_0 \exp(-Q/RT)} = A \left(\frac{\sigma}{G} \right)^n \left(\frac{b}{d} \right)^P \quad (4)$$

ここで k はボルツマン定数、 R は気体定数、 D_0 と Q は拡散の振動数項と活性化エネルギー、 G は剛性率、 b はバークスベクトル、 n は応力指数、 d は平均結晶粒径として A と P は定数である。従来提唱されている、超塑性変形を含めた各種の高温変形機構の速度式において、 A , P , Q および n の値の組合せがそれぞれ異なるので⁽²¹⁾、これらの定数値をそれぞれ比較することによって、高温変形機構と実際の高温変形との対応関係が検証できる。ところで本合金に関しては、Fig.6(a)~(c)に示した結果から、前述した3種類の変形過程の n と Q を求めることが可能である。したがって、これらの値を求めて、相互の関係を比較し、さらに各種の変形機構の速度式における値との比較によって、本合金の超塑性変形機構に検討を加えた結果について次に述べる。

Fig.6(a)~(c)における、一定流動応力に対する $\dot{\epsilon}_{gbs}$, $\dot{\epsilon}_{slip}$ および $\dot{\epsilon}_{diff}$ を、それぞれ試験温度の逆数でプロットし、各変形過程のみかけの活性化エネルギーの値 Q を求

めた結果を Fig.7 に示した。ただし、粒内すべりについては、低応力域($\sigma=4.9$ MPa)と高応力域($\sigma=14.7$ MPa)の Q を求めた。また、Fig.7 および次に示す Fig.8 の縦

Fig.7 Strain rates of grain boundary sliding, slip and diffusional flow as function of temperature.

Fig.8 Relation between individual strain rates of three deformation processes and flow stress in dimensionless plots.

軸では、各変形過程のひずみ速度を $\dot{\epsilon}$ で表示した。Fig.7 から、粒界すべり、拡散流動および低応力域粒内すべりの Q の値は、それぞれ約 80.5 kJ/mol, 65.3 kJ/mol および 84.5 kJ/mol であることがわかる。これらの値は、Al の粒界拡散の Q の値 69.0 kJ/mol⁽²²⁾ に近いと考えられる。しかし高応力域粒内すべりの Q の値は、約 134.1 kJ/mol であり、Al の格子拡散の Q の値 140.2 kJ/mol⁽²²⁾ にほぼ近い。

つぎに、式(4)にもとづけば、 $\log\{\dot{\epsilon}kT/GbD_0\exp(-Q/RT)\}$ と $\log(\sigma/G)$ の関係から n を求めることができる。そこで、Fig.6(a)~(c) に示した3種類の変形過程のひずみ速度と流動応力の関係から、それぞれの n の値を求め、その結果を Fig.8 に示した。ただし、結晶粒界すべりと拡散流動に対する Q としては、Fig.7 の結果にもとづき A^1 の粒界拡散の値を用いた。一方、粒内すべりに関しては、低応力域と高応力域の活性化エネルギーの値が異なるが、他の変形過程との比較を容易にするため、両応力域の粒内すべりに対しても、粒界拡散の値を用いて整理した。さらに、Fig.8 の縦軸では、 $D_0\exp(-Q/RT)$ を D_b と表示した。Fig.8 において、粒界すべりおよび拡散流動に関する結果は、試験温度に依存せずそれぞれは一本の直線で整理できる。その直線のこう配から求まる応力指数 n は、粒界すべりでは約 2.0、拡散流動では約 1.0 であった。一方、粒内すべりに関する結果は、低応力域と高応力域においてこう配の異なる 2 本の直線で整理できる。そして、低応力域においては n は約 2.2、高応力域においては約 4.9 であった。

つぎに、Fig.7 と Fig.8 から得られた各変形過程の n と Q の値を、Table 2 にまとめて示した。Table 2 には、さらに、各種の高温変形機構の速度式における値を実験値と比較して示した。ここで、超塑性変形機構に関しては、

Table 2 Comparison of n and Q for three deformation processes of this alloy and for various high temperature deformation mechanisms.

		n	Q kJ/mol
This alloy	Slip at higher stress	4.9	134.1
	Slip at lower stress	2.2	84.5
	Grain boundary sliding	2.0	80.5
	Diffusional flow	1.1	65.3
High temperature deformation mechanism	GBS+Slip	2	Q_b (69.0)
	GBS+Diffusion	1	Q_b Q_1
	Dislocation creep	3-5	Q_1 (140.2)
	Nabarro-Herring creep	1	Q_1 (140.2)
	Coble creep	1	Q_b (69.0)

緒論で述べた理由により、Ball と Hutchison⁽⁶⁾ ならびに Mukherjee⁽⁷⁾ の結晶粒界すべりと粒内すべりを組合せた機構 (GBS+Slip)、および Ashby と Verrall の結晶粒界すべりと拡散流動を組合せた機構 (GBS+Diffusion) の 2 種類について示した。また、通常の高温変形機構に関しては、転位クリープ (Dislocation creep) および粒界拡散クリープ (Coble creep) と格子拡散クリープ (N-H creep) について示した。Table 2 において、結晶粒界すべりと低応力域粒内すべりの n と Q の値は、それぞれ 2.0 と 2.2 および 80.5 kJ/mol と 84.5 kJ/mol であり、ほぼ近い値を示している。しかし、結晶粒界すべりと、高応力域粒内すべりおよび拡散流動の n および Q の値は、必ずしも対応せず、 n または Q のどちらかが、または両方が異なった値を示している。速度論的には、結晶粒界すべりとその律速過程の n および Q は、それぞれ同一であることが予測されるから、以上の実験結果は、本合金の超塑性変形において、拡散流動よりは低応力域粒内すべりが結晶粒界すべりを律速している可能性が強いことを示唆する。また、Table 2 において、上に述べた実験結果を、各種高温変形機構の速度式における値と比較すると、結晶粒界すべりと低応力域粒内すべりの結果は GBS+Slip と良く対応している。一方、拡散流動の結果は Coble creep と、高応力域粒内すべりの結果は Dislocation creep と対応しており、それぞれ結晶粒界すべりとは独立した変形過程として、全体のひずみに寄与していると考えられる。

つぎに、低応力および高応力域における粒内すべりの挙動と結晶粒界すべりとの関係について述べる。

一般に、試験片の付加応力によって生じたすべり系の分解せん断応力が、その合金の臨界せん断応力以上であることが粒内すべりに必要な条件であり、この条件を満足するすべり系の数が増大するような高応力が付加された場合には、多重すべりを生じる。しかし、超塑性を示す低応力において、もしその分解せん断応力が臨界せん断応力より小さく、付加応力のみでは粒内すべりが不可能であっても、粒界すべりに起因して 2 次的に発生した応力がさらに加わり、両者の和が臨界せん断応力に達するすべり系においては、粒界から発生した転位によるすべりが可能になると考えられる。そして、この粒界から発生した転位が粒内を横切り、到達した粒界で消滅する過程が連続的に起れば、粒界すべりに起因した応力集中が緩和されるので⁽⁶⁾⁽⁷⁾、粒界すべりが連続的に起るであろう。Table 2 に関して述べたように、結晶粒界すべりを律速すると考えられる低応力域粒内すべりにおいては、主として、このような転位の運動の挙動が起ると推定される。一方、粒内すべりに律速された結晶粒界すべりのひずみ速度が増大すれば、Fig.6 からわかるように、その過程の応力が増大する。それにとまって超塑性変形の流動応力が増大し、すべり系の活動に必要な値になれば、前述したように付加応力に直接起因

した粒内すべりが可能になり、高応力では多重すべりを生じると考えられる。前報で報告した転位組織観察の結果によれば⁽¹³⁾、結晶粒界すべりが顕著に起る低応力では、粒内には相互作用が少なく容易すべりに近い状態の転位の配列が認められたが、粒界すべりが減少する高応力では、粒内には転位の tangle やセル境界等の形成が認められた。高応力域粒内すべりにおいては、多重すべりによって、セル境界等の形成が起るため、前述した結晶粒界から発生した転位の消滅過程が抑制され、したがって結晶粒界すべりが減少すると考えられる。

V. 結 言

Al-Zn-Mg 合金の超塑性変形機構をより明確にする目的で、この合金の板状試験片に種々の変形条件で引張りひずみを加え、全ひずみ(ϵ_t)に寄与する、結晶粒界すべりと粒内すべりによるひずみの割合(それぞれ $\epsilon_{gbs}/\epsilon_t$ と $\epsilon_{slip}/\epsilon_t$)を測定した。さらに、その測定結果にもとづき、拡散流動によるひずみの割合($\epsilon_{diff}/\epsilon_t$)を求めた。これらの割合の、温度とひずみ速度にともなう変化を検討して得られた結果を要約すると次の通りである。

(1) 各試験温度における $\log \sigma - \log \dot{\epsilon}_t$ 曲線は、こう配が、低ひずみ速度では約 0.5、高ひずみ速度では約 0.2 の 2 つの直線部分に区別できた。このうち、前者が超塑性を示すひずみ速度領域である。

(2) 各試験温度の超塑性変形域においては、結晶粒界すべりの寄与割合が著しく大きく($\epsilon_{gbs}/\epsilon_t = 60 \sim 70\%$)、粒内すべりの割合は比較的小さい($\epsilon_{slip}/\epsilon_t = 15 \sim 30\%$)。しかし、ひずみ速度の増大にともない、 $\epsilon_{gbs}/\epsilon_t$ は減少し、 $\epsilon_{slip}/\epsilon_t$ が著しく増大した。一方、拡散流動によるひずみの寄与割合($\epsilon_{diff}/\epsilon_t$)は低ひずみ速度において増大した。

(3) (2) で述べた結果から計算した 3 種類の変形過程のひずみ速度($\dot{\epsilon}_{gbs}$, $\dot{\epsilon}_{slip}$ および $\dot{\epsilon}_{diff}$)と、流動応力および温度との関係から、それぞれの応力指数 n とみかけの活性化エネルギー Q を求めた。その結果を要約すると、結晶粒界すべりおよび拡散流動に関しては、 $\dot{\epsilon}_{gbs} \propto \sigma^{2.0} \exp(-80500/RT)$ および $\dot{\epsilon}_{diff} \propto \sigma^{1.0} \exp(-65300/RT)$ であった。一方、粒内すべりに関しては、低応力域(超塑性変形域)では $\dot{\epsilon}_{slip} \propto \sigma^{2.2} \exp(-84500/RT)$ 、高応力域(非超塑性変形域)では $\dot{\epsilon}_{slip} \propto \sigma^{4.9} \exp(-134100/RT)$ の関係が認められた。これらの結果、および各種高温変形機構の速度式

との比較検討を行ない、本合金の超塑性変形では結晶粒界すべりと粒内すべりを組合せた変形機構が重要であることを明らかにした。

終りに、本研究を行うにあたり御指導を賜りました関西大学教授 村上陽太郎博士に深く感謝の意を表します。また、実験に協力された今井 隆君(現在：高岡市役所)と大崎 茂君(現在：キタムラ機械)に感謝致します。

文 献

- (1) G.J.Davies, J.W.Edington, C.P.Cutler and K.A.Padmanabhan: J.Mater. Sci., **5**(1970), 1091.
- (2) R.H.Johnson: Metall. Rev., No.146(1970), 115.
- (3) J.W.Edington, K.N.Melton and C.P.Cutler: *Progress in Materials Science*, **21**(1976), 61.
- (4) P.M.Hazzledine and D.E.Newbury: *Grain Boundary Structure and Properties*, Academic Press, London, (1976), 235.
- (5) M.F.Ashby and R.A.Verrall: Acta Met., **21**(1973), 149.
- (6) A.Ball and M.M.Hutchison: Met. Sci., **3**(1969), 1.
- (7) A.K.Mukherjee: Mater. Sci. Eng., **8**(1971), 83.
- (8) K.N.Melton, J.W.Edington, J.S.Kallend and C.P.Cutler: Acta Met., **22**(1974), 165.
- (9) C.P.Cutler, J.W.Edington, J.S.Kallend and K.N.Melton: Acta Met., **22**(1974), 665.
- (10) L.C.A.Samuelsson, K.N.Melton and J.W.Edington: Acta Met., **24**(1976), 1017.
- (11) I.I.Novikov, V.K.Dortnov and T.E.Terentieva: Acta Met., **25**(1977), 1139.
- (12) K.Matsuki, Y.Uetani, M.Yamada and Y.Murakami: Met. Sci., **10**(1976), 235.
- (13) 松木賢司, 上埜安英, 山田正夫: 日本金属学会誌, **38**(1974), 219.
- (14) K.Matsuki, H.Morita, M.Yamada and Y.Murakami: Met. Sci., **11**(1977), 156.
- (15) K.Matsuki, K.Minami, M.Tokizawa and Y.Murakami: Met. Sci., **13**(1979), 619.
- (16) T.G.Langdon: Phil. Mag., **22**(1971), 689.
- (17) 松木賢司, 上埜安英, 山田正夫, 村上陽太郎: 日本金属学会誌, **41**(1977), 1136.
- (18) T.G.Langdon and R.L.Bell: Trans. Met. Soc. AIME, **242**(1968), 2479.
- (19) 針山典篤, 松木賢司, 時沢 貢: 日本金属学会講演概要, (1979・10月), 383.
- (20) J.E.Bird, A.K.Mukherjee and J.E.Dorn: *Quantitative Relation between Properties and Microstructure*, Israel Univ. Press, (1969), p. 255.
- (21) 及川 洪: 軽金属, **30**(1980), 376.
- (22) 金子秀夫, 田中熙巳: 日本金属学会会報, **7**(1968), 119.