多軸鍛造法により結晶粒微細化した Al-Mg 合金の低温超塑性と変形機構^{*1}

野田 雅史^{1,*2} 広橋 光治² 船見 国男³

¹千葉大学自然科学研究科人工システム科学専攻

²千葉大学工学部電子機械工学科

³千葉工業大学工学部機械工学科

J. Japan Inst. Metals, Vol. 67, No. 2 (2003), pp. 98-105

© 2003 The Japan Institute of Metals

Low Temperature Superplasticity and Its Deformation Mechanism in Grain Refinement of Al-Mg Alloy by Multi-Axial Alternative Forging

Masafumi Noda^{1,*2}, Mitsuji Hirohashi² and Kunio Funami³

¹Department of Artificial System Science and Engineering, Graduate School of Science and Technology, Chiba University, Chiba 263-8522

²Department of Electronics and Mechanical Engineering, Chiba University, Chiba 263-8522

³Department of Mechanical Engineering, Chiba Institute of Technology, Narashino 275-0016

In practical application, an appearance of low temperature superplasticity is one of necessities conditions. In this paper, to estimate an appearance and deformation mechanisms of this superplasticity, the role of grain boundary sliding, intragranular deformation and the change of microstructure during superplastic deformation have been investigated for ultrafine-grained Al-Mg alloy with a grain size of less than 1 μm using Multi-Axial Alternative Forging (MAF) technique. In these materials, it shows that the elongation and strain rate sensitivity (m -value) were 340% and 0.39, respectively, at 473 K under a strain rate of $2.8 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$. These result shows that superplastic appearance is possible at 473 K. The void formed at 473 K elongated in parallel to the tensile direction, with a length of 15 μm and a width of 5 μm . The intragranular deformation contribution was estimated from the aspect ratio of the grains after deformation and its contribution ratio was about 43%. Therefore, for the appearance of lower temperature superplasticity with large elongation and m -value, the role of intragranular deformation was the most important factor together with grain boundary sliding under these conditions. As described above, the MAF technique is one of the most effective methods to produce ultrafine-grained material and appearance of lower temperature superplasticity.

(Received October 2, 2002; Accepted January 6, 2003)

Keywords: low temperature superplasticity, 473 K, ultrafine grain, intragranular deformation, grain boundary sliding, void, multi-axial alternative forging, aluminum-magnesium alloy

1. 緒 言

結晶粒微細化法の進歩と共に、超微細粒を有する Al 合金の創製が可能となり、これらの材料で低温超塑性の発現が数多く報告されている¹⁻⁹⁾。超微細粒材が低温超塑性の発現に有効であると述べられているが、これまでの超微細粒 Al 合金における低温超塑性の議論の多くは、試験温度 673 K で実験した結果が主である⁵⁻⁹⁾。この温度は Al 合金の再結晶温度より高く、試験温度到達までに粒成長が起きることが報告されている¹⁰⁻¹⁴⁾。そのため、超微細粒材は変形前に結晶粒粗大化の影響を受けており、変形機構の議論には前述の粗大化の影響を排除した実験および検討が必要である。

ところで、超塑性発現の変形機構は粒界すべりが重要な役

割を担っている¹⁵⁻²⁰⁾。種々の Al 合金で超塑性が顕著に現れる条件下では粒界すべりの寄与率は 70~80%と報告されている¹⁸⁻²⁰⁾。この寄与率が超微細粒材および試験温度とどの様に関係するか報告したものは少ない。つまり、低温超塑性の変形機構を明確にするには、より低温度での組織変化を検討する必要がある。

本研究は既報と同様に^{21,22)}、超微細粒材の創製が可能な多軸鍛造法 (Multi-Axial Alternative Forging: MAF) により加工した Al-Mg 合金を用いた。引張試験は 473 K と 673 K でひずみ速度を変化させて行い、変形前後の組織変化から低温超塑性の変形機構を検討したものである。

2. 実 験 方 法

使用材料は Al-Mg 合金 (JIS-5083) であり、その化学組成は質量%で、Si : 0.10, Fe : 0.20, Cu : 0.02, Mn : 0.64, Mg : 4.54, Cr : 0.12, Ti : 0.02 で残りは Al である。材料は

^{*1} 2002 年 9 月 27 日第 113 回超塑性研究会において一部発表

^{*2} 千葉大学大学院生 (Graduate Student, Chiba University)

鋳造材であり、均質化熱処理を 853 K で 28.8 ks 施し、粒径 $67\ \mu\text{m}$ の等軸粒を得た。板厚 50 mm、板幅 50 mm、長さ 50 mm のブロック材を供試材とし、Fig. 1 に示すように MAF 法により加工を行った。供試材の長さ、板幅および厚さ方向を L, LT, ST と定義する。MAF 法は三軸方向から 1 パス毎に供試材を 90° 回転させ繰り返し交互に負荷したもので、真ひずみ 6.0 まで加工した。加工は 543 K で 3.6 ks 加熱保持後、元の板厚に対し 1 パス当たりの加工率を 20% の圧下率で制御した。各パス加工後に毎回 543 K, 1.2 ks の再加熱を加え、加工終了後は直ちに水焼入れを行った。

Fig. 1 Schematic illustration of the working process for the multi-axial alternative forging.

MAF 材より、板厚 1 mm、板幅 3 mm、長さ 3 mm の平行部寸法を有する引張試験片を L-LT 面から切り出した。試験片の長手方向と供試材の L 方向は平行である。なお、最終的な加工方向および試料採取面が後の引張試験結果の違いに影響することはなかった^{9,21,22)}。引張試験は 473 K と 673 K にて、ひずみ速度 $2.8 \times 10^{-1} \sim 2.8 \times 10^{-4}\ \text{s}^{-1}$ の範囲で行った。試験温度 473 K では、引張試験開始直前まで粒径は $1\ \mu\text{m}$ 以下を維持していることを確認した。よって、超微細粒材の低温超塑性の変形挙動をより明確にするために試験温度を 473 K とした。各試験条件において試験温度まで $0.17\ \text{Ks}^{-1}$ で昇温した。試験温度到達後は 0.9 ks 保持し引張試験を開始し、試験終了後は炉冷した。変形後の試験片板面を光学顕微鏡と走査型、透過型電子顕微鏡 (SEM, TEM) を用いて観察した。試験片板面を予めエメリー紙とパフ研磨により鏡面仕上げし、変形前後で同一箇所を SEM 観察した。TEM 観察は試料に機械研磨を施した後、高速イオン研磨装置にて薄膜化し加速電圧 200 kV で行った。結晶粒径は切片法²³⁾により測定した。

3. 実験結果

3.1 MAF 法による超微細粒創製と熱処理による組織変化

Fig. 2 に MAF 材の TEM 組織と EBSD 解析より得た IPF

Fig. 2 Microstructure and EBSD analytical results of the MAFed material. (a) TEM microstructure, (b) IPF map and (c) Frequency histogram of misorientations angle. The high-angle grain boundaries whose misorientations are larger than 15 degree was defined.

(Inverse Pole Figure)マップおよび粒界方位差のヒストグラムを示す。なお、TEM 観察とEBSP 解析は L-LT 面にて行った。EBSP 解析は $0.1\ \mu\text{m}$ ステップで行い、得られた IPF マップの色は図中に示す標準三角形の方位に対応している。Fig. 2(a)中の制限視野回折像は直径 $2\ \mu\text{m}$ の領域より得たものである。回折像はリング状であり、微細結晶粒を有する多結晶材料であることが分かる。(b)で示した IPF マップは特定の色(方位)で表される領域が幾つか存在していた。これより MAF 材は完全な再結晶材ではなく、この加工条件下では部分的に未再結晶組織も残存していた。しかし、特定方向への強い配向性は見られなかった。(c)から、測定視野の 70% が高角粒界を有していることが分かった。ここで、粒界方位差 2° 以上 15° 未満を低角粒界、 15° 以上のものを高角粒界とした。

加工材を 473 K と 673 K まで加熱し、0.9 ks 保持した後に水焼入れしたときの光顕組織と TEM 組織を Fig. 3 に示す。Fig. 3 はいずれも引張試験直前の組織に対応する。473 K および 673 K での平均粒径はそれぞれ $0.8\ \mu\text{m}$ と $10\ \mu\text{m}$ であった。673 K では変形前に再結晶は既に完了し、粒成長が起きていた。

3.2 超塑性挙動の発現

ひずみ速度 $2.8 \times 10^{-1} \sim 2.8 \times 10^{-4}\ \text{s}^{-1}$ 、試験温度 473 K と 673 K で引張試験を行った際の公称応力-ひずみ曲線を Fig. 4 に、最大応力と破断伸びをひずみ速度に対して示したものを m 値と共に Fig. 5 に示す。Fig. 4-5 より各試験条件にお

いて、超塑性の発現と共に最大応力が低下している。注目すべきは、低温度の 473 K、ひずみ速度 $2.8 \times 10^{-3}\ \text{s}^{-1}$ で m 値 0.39, 340% の大きな破断伸びを得たことである。超塑性発現の目安として、 m 値は 0.3 以上かつ 200% 程度の伸びを有することが挙げられる¹⁵⁻¹⁷⁾。つまり、473 K, $2.8 \times 10^{-3}\ \text{s}^{-1}$ での変形条件下で超塑性が発現したと考えられる。ひずみ速度 $2.8 \times 10^{-3}\ \text{s}^{-1}$ では 473 K と 673 K で破断伸びはほぼ同じ値を示し、 m 値はそれぞれ 0.39, 0.35 である。これは、試験温度により粒界すべりと粒内変形の寄与率に差異が生じたためと考えられる。

3.3 引張変形に伴う組織変化

473 K と 673 K、ひずみ速度 $2.8 \times 10^{-3}\ \text{s}^{-1}$ で破断させた試験片の破断部近傍の TEM 組織および SEM 組織を Fig. 6 に示す。673 K では変形中に結晶粒が $10\ \mu\text{m}$ から $25\ \mu\text{m}$ まで成長していた。673 K での変形は、既報^{4,24)}で示されているように結晶粒の回転と粒界すべり量が大きく、動的再結晶と粒成長が寄与していると思われる。これに対し 473 K では、幅(D_{LT}) $0.8\ \mu\text{m}$ 、長さ(D_L) $1.7\ \mu\text{m}$ の引張方向へ伸長した結晶粒であった。しかし、試験終了後は 323 K まで炉冷しているため 473 K では組織が回復した可能性がある。Fig. 7 に 473 K、ひずみ速度 $2.8 \times 10^{-3}\ \text{s}^{-1}$ で破断させた試験片を水焼入れしたときの TEM 組織を示す。水焼入れは試験終了後 30 s 以内に行った。粒内での転位の存在は Fig. 6(b)に比べ多く、粒界近傍に転位が集積していた。このとき D_{LT} は $0.78\ \mu\text{m}$ で D_L は $1.9\ \mu\text{m}$ であった。つまり炉冷中の回復

Fig. 3 Optical and TEM microstructures just before tensile test at (a), (b) 473 K and (c), (d) 673 K. Tensile specimens were heated at each temperature with a heating ratio of $0.17\ \text{Ks}^{-1}$ and held for 0.9 ks.

Fig. 4 Nominal stress-strain curves of the MAFed material at (a) 473 K and (b) 673 K with various strain rates.

によって転位の再配列と消滅が起こり、亜結晶粒から明瞭な粒界を示す結晶粒へと変化した。しかしながら、炉冷後の結晶粒は伸長粒かつ粒内に転位を有していた。つまり、変形前後での結晶粒の形状と粒内転位の存在から 473 K での変形には粒内変形の寄与があったと推察される。Fig. 3 と Fig. 6 を比較すると、473 K では粒内に転位が生成されるが結晶粒は極端に粗大化すること無く微細粒を維持していた。ここで D_{LT} と D_L は TEM 組織から得た約 100 個の結晶粒に対して切片法を用いて求めた。

低温変形に伴う組織変化を知るべく、473 K, $2.8 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ で引張変形を約 50% および 150% 付与した。その TEM 組織を Fig. 8 に、粒内変形の目安として引張方向とそれに垂直方向の平均粒径とアスペクト比 (以下 AR) を Table 1 に示す。変形を 50% 付与したとき転位は既に粒内に生成され、AR は変形直前の 1.0 から 1.3 へ変化した。変形を 150% まで増加させると AR は 1.5 で、粒径は幅方向に大きな変化は無く、引張方向へ伸長していた。その後、破断に至るまでに AR は 1.5 から 2.1 へ増加し、これは変形直前の AR の 2 倍に達する。これより、473 K での引張変形は 673 K のそれよりも粒内変形の寄与率が増加していると考えられる。

超微細粒材を用いて 673 K で行われた既報の Al-3%Mg-0.2%Sc 合金 (ひずみ速度 $3.3 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$)⁵⁾ や、超微細粒 5083Al 合金 (ひずみ速度 $1.7 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$)⁸⁾ での試験結果によると (1) 変形前後において結晶粒は等軸状態を維持したまま粒成長する。 (2) 変形中には粒界すべりに起因するクラックが観察された。 (3) 空隙は数十 μm の等軸形状であった。以上より

Fig. 5 Strain rate dependence of the peak stress (a) and total elongation (b) of the MAFed material. The strain rate sensitivity (m -value) is shown in (a).

673 K で行われた既報の結果は、ひずみ速度に差異はあるが内部組織変化は本研究結果とほぼ同一である。一方、本研究での 473 K の結果は (1) 変形前後において結晶粒形状は等軸粒から伸長粒へ変化した極端な粒成長は示さない。 (2) 変形後には粒内に転位が生成され、粒界に沿ったクラックは観察されなかった。 (3) 空隙は引張方向と平行に伸長していた。つまり、内部組織観察において 673 K および 473 K で変形の進行に対する組織変化は大きく異なっている。

3.4 空隙の形成

Fig. 6 に示した SEM 組織において、673 K では約 62 μm の等軸状の大きな空隙が破断部近傍に多く見られる。一方、473 K で形成された空隙は引張方向に伸長し、その大きさは幅 5 μm 、長さ 15 μm 程度であった。Fig. 3, Fig. 6, 8 の TEM 組織より、473 K で D_{LT} は変形前後で 0.8 μm と変化を示さなかった。破断まで変形したにも拘わらず D_{LT} が変化を示さなかったのは、前述したが変形中あるいは炉冷中に回復による組織変化したためと思われる。一方、 D_L は変形前後で 1.0 μm から 1.7 μm まで変化した、引張方向へ伸長している。粒内変形の寄与が大きい結果、結晶粒と空隙が共に伸長したと考えられる。これに対し 673 K では、従来から

Fig. 6 SEM and TEM microstructures near the fracture tips after deformation with strain rate of $2.8 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ at (a), (b) 473 K and (c), (d) 673 K.

Fig. 7 TEM microstructure of water quenched after deformation at 473 K with strain rate of $2.8 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$. Water quenching was carried out within the 30 second after the tensile specimen has broken.

Table 1 Relationship between aspect ratio and average grain size D_L and D_{LT} after deformation with strain rate of $2.8 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ under various deformed ratio.

	Just before tensile test	50%	150%	250%
$D_{LT}(\mu\text{m})$	0.82	0.82	0.82	0.83
$D_L(\mu\text{m})$	0.80	1.06	1.25	1.73
Aspect ratio	0.98	1.29	1.52	2.1

Fig. 8 TEM microstructures obtained at the center of the gauge length after deformation at 473 K, with strain rate of $2.8 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$. Elongated to (a) 50% and (b) 150%.

報告されているように^{5-8,11)}, 引張方向に直交して成長していた。

4. 考 察

4.1 粒界すべりと粒内変形に及ぼす試験温度の影響

473 K での超塑性発現には粒内変形が寄与していることを示した。しかし、超塑性発現の機構は一般的に粒界すべりによるとされている¹⁶⁻²⁰⁾。そこで、試験温度と粒内変形の寄与に対し検討を加えた。変形前に 0.3 μm のアルミナ粉末を用いて試験片表面にスクラッチを付け、変形を約 10% および 50% 付与したときの SEM 組織を Fig. 9 に示す。Fig. 9(a)–(c) は試験温度 473 K の組織であり、(d)–(f) は 673 K の組織である。(b), (e) の高倍率像を (c), (f) に示す。変形を 10% 付与した(a), (d)でのスクラッチは直線状であった。50%まで変形量を増加させると、スクラッチは(b)では粒内にて波状に湾曲し、(e)では粒内では直線で粒界にてその傾斜は変化した。(b)は転位運動による粒内変形が、(e)は粒界すべりが超塑性変形の主な変形機構であると推察される。通常(b)のようなスクラッチの湾曲は m 値 0.3 以下、つまり粒界すべりの寄与率が非常に低い時に観察される^{10,20,25)}。しかし、473 K, m 値 0.39 でもこれが生じ、転位が存在するとした Fig. 6(b)および Fig. 8 の TEM 組織と一致し、粒内変形量が 673 K に比べ大きいことが分かる。

粒界すべりにより粒界でスクラッチのずれが生じる。従って、粒界でのスクラッチのずれ角 θ を調べることは粒界すべり量の指針となる¹⁸⁾。同時に、ずれ角の大きさ θ は表面に対し垂直なすべりとしての面外すべり量を測定することは出来ないが、粒界の面内すべり量にほぼ対応すると推察される。ここで θ は二次元的な組織写真上で評価し、50%変形した各試験片表面の任意 100 個の結晶粒について Fig. 10 に

示すように測定し、その平均値として求めた。473 K では粒界すべり量 θ は 4.3° に対し、673 K での θ は 25° で変形中に顕著な結晶粒のすべりと回転が起こっていた。変形を約 50% 付与した段階では、473 K に比べ 673 K で変形した方が粒界すべり量は大きく、 θ の値からも明らかである。ここで、スクラッチの傾斜方向と粒界すべりの方向は一致すると報告されている^{20,25)}。粒界でスクラッチのくい違いが頻繁に発生することより、673 K での変形機構は粒界すべりによると推察される。

次に、粒内変形の寄与率を変形前後における結晶粒の AR から評価した²⁶⁻²⁸⁾。粒径は変形を 50% 付与した試験片の SEM 組織と TEM 組織より、AR は粒径 D_L と D_{LT} を測定し求めた。粒内変形の寄与率は 473 K で約 43%, 673 K で約 16% であり、473 K の値は 673 K より約 2.7 倍も高い値を示した。既報では、7075Al 合金を 673 K, 初期ひずみ速度 $1.7 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ で試験したとき粒内変形の寄与率は 16% と報告されている²⁴⁾。また、Al-Zn-Mg 合金および Al-Mg 合金を 733 K, 初期ひずみ速度を $3.0 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ および $1.1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ で変形させたときの粒内変形の寄与率は互いに 15

Fig. 10 Schematic representation of rotation angle θ between two grains.

Fig. 9 SEM microstructure of the specimen surface deformed with strain rate of $2.8 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ at (a)–(c) 473 K and (d)–(f) 673 K. Elongated to (a), (d) 10% and (b)–(c), (e)–(f) 50%.

～20%と報告されている¹⁸⁻²⁰⁾。これらの報告事例と本研究の 673 K の結果を比較すると、その値はほぼ一致する。以上より、変形機構が粒内変形のみでは大きな伸びと高い m 値が得られない。つまり、473 K, $2.8 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ での超塑性変形は 673 K での変形よりも粒内変形の影響を大きく受け、変形中に粒内の転位運動は活発に起きている。それが粒界すべりと密接に関係していることで大きな伸びと m 値を得ることが可能であったと推察されるが、これは以下の項で検討する。

4.2 超塑性発現に伴う組織変化

超塑性の主たる変形機構は粒界すべりであるため、Fig. 6, 8 に見られるような亜結晶粒や転位組織は一般的には形成されない^{4,24,29)}。473 K, $2.8 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ で変形させた後の Fig. 6, 8 の TEM 組織より、変形量の増加に伴い結晶粒内に転位が生成され亜結晶粒へと変化し、結晶粒は引張方向へ伸長している。また、伸長粒と等軸状の微細粒(この箇所を図中に矢印で示す)が観察された。上述のように、473 K では粒界すべり $\theta = 4.3^\circ$ で、粒内に転位を有していた。つまり、Fig. 7 から亜結晶粒の存在が確認されたことから亜結晶粒が微小ながらもすべりと回転を引き起こしていると考えられる。内部組織、結晶粒の回転と粒界すべりの関係は酒井ら^{4,24,30)}によると、局部的に生じる粒界すべりと亜結晶粒の回転が起きる。それが低角粒界を高角化させ、高ひずみ域で新たな微細粒を形成し、その因子は動的再結晶と報告されている。ここでの高ひずみ域とは、変形を 150% 付与したものである。このとき、SEM による試験片板面観察では観察領域全てが等軸粒になっている。なお、変形を 50% 付与したときの粒界すべり θ は 25° とも述べている^{4,24,30)}。

本研究における 473 K での結果は(1)変形を 50% 付与したときの粒内変形の寄与率は 43% であった。(2) θ は 4.3° と非常に小さい値であるが、粒界すべりを示唆していた。(3) TEM 組織は転位を有する亜結晶粒で、破断後は伸長粒の他に等軸粒の形成が確認された。以上より、粒内変形の寄与率は従来報告されている超塑性の変形機構¹⁶⁻²⁰⁾ より大きい。酒井らの報告^{4,29)}と比較すると、 $\theta = 4.3^\circ$ と非常に微小ながらも亜結晶粒が回転している以外は一致しなかった。変形を 150% 付与した場合でも、473 K では観察領域の殆どが伸長粒であった。小林ら²²⁾は 5083Al 合金を 473 K で全圧下率 90% の圧縮加工したとき、加工量を増加させると再結晶温度は約 20～30 K 低下し約 553 K と報告している²²⁾。これは、加工度が高く加工温度が低い程、加工によって導入される転位の量が増加し、再結晶の駆動力が増すためである。しかし、上述した再結晶温度と試験温度 473 K とは約 80 K の差がある。このため、試験片全域が再結晶するとは考えられないが局所的な部分での再結晶の可能性は否定できない。なぜならば、本研究では破断後に炉冷しているが、未だに粒内に転位を有しており局部的に等軸粒が観察された。同時に、Fig. 6(b)に示した転位を含む伸長粒内に粒界が形成され始めていた。一方で、Fig. 7 の TEM 組織では局所的に等軸状態の亜結晶粒およびサブグレインが形成されており粒径は $0.9 \mu\text{m}$ であった(この箇所を図中に矢印で示す)。等軸状の

亜結晶粒は他の結晶粒と比べても比較的に転位密度が高い。引張変形中に局所的に微細な亜結晶粒が形成され、これが炉冷中に起きる回復により転位の再配列および消滅の影響を受ける。そのため Fig. 6(b)に矢印で示したような微細粒形成に至ったと考えられる。回復により試験片全体で粒界方位差が増進し局所的には高角粒界、つまり再結晶粒を形成したと考えられる。しかしながら、回復および再結晶とも静的あるいは動的といった詳細な現象を把握するまでには至らなかった。

673 K では $\theta = 25^\circ$ で、変形中に顕著な粒界すべりを起こすと同時に、変形前後で $10 \mu\text{m}$ から $25 \mu\text{m}$ へ粒成長していた。一方 Fig. 9(d)より、10%変形した段階で試験片表面に凹凸が生じ、周囲の結晶粒に比べ明らかに微細な結晶粒が部分的に形成されている。50%変形後の同一箇所では(Fig. 9(e))、凹凸化した箇所から微細粒の形成と、一部で新粒界の形成が認められる(この箇所を図中に矢印で示す)。673 K では微細粒が形成されるにも拘わらず、変形前後で粒成長を示した。このことは、既報において¹¹⁻¹⁴⁾ 673 K では伸び値が大きくなるにつれ粒成長も進展し、伸び値と粒径の関係は比例関係にあるとされていることと符合する。また微細粒を形成しても、試験温度が Al-Mg 合金の再結晶温度より高いため粒成長したと考えられる。つまり、673 K の変形機構は、試験後に粒成長しその形状は等軸状であることから、粒界すべりと動的再結晶もさることながら結晶粒粗大化効果が大きく影響していると推察される。

以上より、超微細粒材を用いた低温超塑性の発現は試験温度により組織変化と変形機構は異なり、低温とされていた 673 K よりも遥かに低い 473 K でも超塑性の発現は可能である。

5. 結 言

多軸鍛造法により創製した超微細粒 Al-Mg 合金を用いて引張試験を行った。そのときの組織変化と超塑性特性を調べた。その結果を以下に示す。

(1) 超微細結晶粒は試験温度に加熱・保持する間に 473 K では $0.8 \mu\text{m}$ 、673 K では $10 \mu\text{m}$ まで成長した。

(2) 473 K、ひずみ速度 $2.8 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ で m 値は 0.39、破断伸びは 340% と大きな値を得た。この結果は、より低温度での超塑性発現を示し、超微細粒特有の性質である。

(3) 空隙の形成状態は試験温度により異なり、473 K では伸長した空隙が、673 K では等軸状の空隙が形成された。

(4) ひずみ速度 $2.8 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ 、試験温度 473 K と 673 K での粒内変形の寄与率は、それぞれ 43% と 16% であり、粒界すべり量 θ は 473 K で 4.3° 、673 K で 25° であった。

(5) 473 K および 673 K における超塑性変形の主な変形機構は、それぞれ粒内変形と粒界すべりである。

本研究で使用した Al-Mg 合金は、住友軽金属工業㈱よりご提供いただき、また多軸鍛造法を行うにあたり長岡技術科学大学名誉教授の小林 勝氏にご助言をいただいた。これらの援助に心より感謝の意を表します。

文 献

- 1) M. Mabuchi, H. Iwasaki, K. Yanase and K. Higashi: *Scr. Mater.* **36**(1997) 681-686.
- 2) R. Z. Valiev, N. A. Kraslinikov and N. K. Tsenev: *Mater. Sci. Eng.* **A137**(1991) 35-40.
- 3) M. Kawazoe, T. Shibata and K. Higashi: *Mate. Sci. Forum* **233-234**(1997) 207-214.
- 4) X. Yang, H. Miura and T. Sakai: *J. Japan Inst. Metals* **59**(1995) 1222-1229.
- 5) T. Fujita, S. Komura, Z. Horita and T. G. Langdon: *J. JILM* **50**(2000) 376-380.
- 6) R. Kaibyshev, T. Sakai, F. Musin, I. Nikulin and H. Miura: *Scr. Mater.* **45**(2001) 1373-1380.
- 7) Z. Horita, S. Lee, S. Ota, K. Neishi and T.G. Langdon: *Mater. Sci. Forum* **357-359**(2001) 471-476.
- 8) N. Tsuji, K. Shitotsuki and Y. Saito: *Mater. Trans., JIM* **40**(1999) 765-771.
- 9) K. Funami and R. Sano: *4th Pacific Rim Int. Conf. on Advanced Materials and Processing*, (Japan Inst. Metals, 2001) 1983-1986.
- 10) T. Ohnishi, K. Higashi and Y. Nakatani: *J. Japan Inst. Metals* **48**(1984) 977-982.
- 11) H. Iwasaki, T. Mori, M. Mabuchi and K. Higashi: *Mater. Sci. Techn.* **15**(1999) 180-184.
- 12) B. M. Watts and M. J. Stowell: *J. Mater. Sci.* **6**(1971) 228-237.
- 13) C. H. Caceres and D. S. Wilkinson: *Acta Metall.* **32**(1984) 415-422.
- 14) B. P. Kashyap: *J. Mater. Sci.* **26**(1991) 4657-4662.
- 15) R. H. Bricknell and J. W. Edington: *Metall. Trans.* **7A**(1976) 153.
- 16) K. Higashi, M. Mabuchi and T. G. Langdon: *ISIJ Intl.* **36**(1996) 1423.
- 17) T. G. Langdon: *Mater. Sci. Eng.* **A174**(1994) 225-230.
- 18) K. Matsuki, N. Hariyama and M. Tokizawa: *J. Japan Inst. Metals* **45**(1981) 931-941.
- 19) N. Furushiro and S. Hori: *Proc. 4th JIM Int. Symp. on Grain Boundary Structure and Related Phenomena*, Supplement to *Trans. JIM*, Vol. 27(1986) pp. 937-941.
- 20) K. Matsuki, Y. Ueno and M. Yamada: *J. Japan Inst. Metals* **38**(1974) 219-226.
- 21) M. Noda, M. Hirohashi, K. Funami and Y. Suwahara: *J. Japan Inst. Metals* **66**(2002) 101-108.
- 22) M. Kobayashi and K. Funami: *Proc. of the third symposium on Super Metal*, (JRCM, 2001) pp. 169-173.
- 23) Y. Takayama: *J. JILM* **44**(1944) 48-56.
- 24) X. Yang, T. Sakai and H. Miura: *J. JILM* **49**(1999) 383-388.
- 25) D. Lee: *Acta Met.* **17**(1969) 1057.
- 26) S. Ishihara, T. Tanizawa, K. Akashiro, N. Furushiro and S. Hori: *J. Japan Inst. Metals* **63**(1999) 333-340.
- 27) W. A. Rachinger: *J. Inst. Metals* **81**(1952) 33.
- 28) Y. Ishida, A. W. Mullendore and N. J. Grant: *Trans. AIME* **233**(1965) 1648.
- 29) H. Gudmundsson, D. Brooks and J. A. Wert: *Acta Metall. Mater.* **39**(1991) 19.
- 30) T. Sakai: *New approach to grain refinement*, JIM Seminar Text, (The Japan Inst. of Metals, 2000) 83-86.