研 究

湿式 MA 法により結晶粒微細化した (γ' + β) 2 相ニッケルアルミナイドの高速超塑性特性土肥 義治^{★1}, 松木 賢司^{★2}, 秋元 仁^{★3}, 會田 哲夫^{★2}, 落合 鍾一^{★4}^{★1} 富山県工業技術センター, 〒933-0981 高岡市二上町 150.^{★2} 富山大学工学部機械知能システム工学科, 〒930-8555 富山市五福 3190.^{★3} 富山大学大学院, 〒930-8555 富山市五福 3190, [(現) 立山マシン(株)].^{★4} 帝京科学大学理工学部, 〒409-0193 山梨県北都留郡上野原町 2525.High Strain Rate Superplasticity in Fine-Grained (γ' + β) Two Phase Nickel Aluminides Produced by Wet MA ProcessYoshiharu Doi^{★1}, Kenji Matsuki^{★2}, Hitoshi Akimoto^{★3}, Testuo Aida^{★2} and Shouichi Ochiai^{★4}^{★1} Toyama Industrial Technology Center, 150 Futagami-cho, Takaoka 933-0981.^{★2} Department of Mechanical and Intelligent System Engineering, Toyama University, 3190 Gofuku, Toyama 930-8555.^{★3} Graduate School of Toyama University, 3190 Gofuku, Toyama 930-8555. (Present Address: Tateyama Machine Co., LTD.).^{★4} Teikyo University of Science & Technology, 2525 Uenohara-machi, Kitatsuru-gun, Yamanashi 409-0193.

Received January 9, 2001

SYNOPSIS

Grain refinement of Ni_3Al (γ') and NiAl (β) two-phase nickel aluminides (34Al), together with nominally single γ' phase (30Al) or β phase (43Al) nickel aluminides has been attained by a wet mechanical alloying and vacuum hot pressing process. The average grain sizes of the three as-compacted intermetallics were very close and about $1.0\ \mu\text{m}$. High temperature compression tests were carried out at a temperature range of 1073 K – 1273 K and at an initial strain rate range of $1.4 \times 10^{-4}\ \text{s}^{-1}$ – $5.6 \times 10^{-2}\ \text{s}^{-1}$. Tensile tests were also performed at selected strain rates at 1273 K.

The strain rate sensitivity exponent m for 34Al evaluated by compression test at 1273 K was as high as 0.38 at an initial strain rate range from $1.4 \times 10^{-4}\ \text{s}^{-1}$ to $5.6 \times 10^{-2}\ \text{s}^{-1}$. The maximum elongation of about 250% was obtained at a strain rate of $4.2 \times 10^{-3}\ \text{s}^{-1}$ for 34Al. Even at high strain rate of $4.2 \times 10^{-2}\ \text{s}^{-1}$ and at 1273 K, 188% elongation was obtained for 34Al. These results suggested the possibility of high strain rate superplasticity in the two phase intermetallics. By the microstructure observations using SEM and TEM, grain boundary sliding and dislocation activity within grains were found in the two phase intermetallics deformed at the strain rates higher than $10^{-2}\ \text{s}^{-1}$. The deformation behavior and mechanism for the two phase nickel aluminides were discussed in the comparison of the results of γ' and β nominally single phase intermetallics.

KEY WORDS

Mechanical alloying, Ni_3Al , NiAl , fine microstructure, high strain rate superplasticity

1 緒 言

Ni_3Al (γ')や NiAl (β)で代表されるニッケルアルミナイドは、耐酸化性に優れ、汎用の金属材料よりも高硬度で、適度な延性発現温度では優れた高温強度が期待できるため、熱処理用高温部材や鍛造ダイ、高温用ボルトナットなどへの応用¹⁾が試みられている。しかしながら、その加工は容易ではなく、実用化のネックとなっている。このため、結晶粒を微細化して、超塑性機能を引き出し、複雑形状にニアネット成形を可能²⁾とすれば、その利用範囲の拡大が期待できる。

ニッケルアルミナイドにおける超塑性の検討としては、 γ' 単相に関しこれまで多く報告³⁻⁵⁾されており、さらに(γ' + β) 2相金属間化合物を中心とした多相系の研究^{6,7)}へと発展してい

る。(γ' + β) 2相金属間化合物へと発展させることで、1) 高アルミニウム組成による耐酸化性の一層の向上、2) 2相混合による超塑性加工中の結晶粒成長の抑制効果、3) 等軸組織をラメラ状への組織制御が可能な熱調質処理の適用⁸⁾による超塑性加工後の高温強度の改善、等の利点が考えられる。

しかしながら、これまでのニッケルアルミナイドの研究では、 10^{-6} から $10^{-3}\ \text{s}^{-1}$ オーダーの低ひずみ速度での超塑性の発現が報告されている。これは、従来の加工熱処理法や微細ラメラ組織からの動的組織変化⁷⁾では、高速超塑性が必要とする等軸微細結晶粒組織の形成が困難か又は限界があるためと考えられる。

最近、著者らは、ヘキサシアン中の湿式メカニカルアロイン

グ (MA) 法により, 単時間の MA 処理時間で, 粒径 $1\mu\text{m}$ 程度の極めて微細で, 酸素含有量の比較的少ない (γ' + β) 2 相ニッケルアルミナイドを作製できることを報告した⁹⁾. 本方法によれば, 従来の方法より, 組織の一層の等軸微細化が可能であるため, ニッケルアルミナイドの超塑性の発現に適したひずみ速度の高速化が期待できる.

次に, 超塑性変形機構に関しては, Oikawa ら⁹⁾は, 粒径 3.0 から $11.8\mu\text{m}$ までの γ' 単相合金の超塑性変形過程の組織変化の解析により, γ' 単相合金の超塑性が動的再結晶による組織微細化と粒界すべりに起因することを明らかにしている. しかし, 初期粒径が等軸微細化された場合の超塑性変形機構を高速超塑性の観点で検討した報告は見られない.

そこで, 本研究では, 湿式 MA 法および真空ホットプレス法により, 微細な等軸粒を有する (γ' + β) 2 相ニッケルアルミナイドを作製し, 超塑性, 特に高速超塑性発現の可能性とその変形機構について検討した. また, その際, その主たる構成相である γ' 相と β 相のそれぞれの単相合金も作製し, 超塑性特性や変形機構を比較検討した.

2 実験方法

2.1 焼結体の作製

本実験では, Fig.1 の Ni-Al 2 元系状態図に示した γ' 相および β 相の 2 相がほぼ等量で平衡する組成の Ni-33.9mol%Al-0.1mol%B 合金 (以下, 34Al と記載) をマトリックスとして, 既報⁹⁾において提案した湿式 MA 法および真空ホットプレス法により焼結体の作製を行った. すなわち, 15g の処理粉末に対して, 10cm^3 のヘキサンを添加し, 十分な流動性を呈する状態で, 72ks の MA を行った. また, 34Al で平衡する γ' 相と

β 相のそれぞれの組成に近い, Ni-29.9mol%Al-0.1mol%B 合金と Ni-42.9mol%Al-0.1mol%B 合金も (以下, それぞれ 30Al, 43Al と記載) 作製し, 変形特性を 34Al と比較した. その作製におけるホットプレス条件は, 既報⁹⁾同様, $2 \times 10^{-4}\text{torr}$, 1423K , 40MPa , 3.6ks とし, いずれの組成の焼結体も, ほぼ真密度となっていることを密度測定および顕微鏡観察により確認した. また, 焼結体の化学分析結果を Table 1 に示した. この結果より, 3 相のニッケルアルミナイドのアルミニウム含有量に 2 から 3 mol% 程度の低下が認められる. これは, 真空ホットプレス中でのアルミニウムの蒸発によるものと見られる. また, 焼結体の酸素含有量は, 1.1 から $1.2\text{mol}\%$ 程度であった.

2.2 高温圧縮試験

高温圧縮試験には, ホットプレス法により作製した, 直径 20mm , 高さ 6.4mm の焼結体の上下面を平面研削して高さを 6mm とした後, $3\text{mm} \times 3\text{mm} \times 6\text{mm}$ に精密切断した試験片を用いた. 高温圧縮試験は電気炉中に Ar を流しながら, 試験温度 $T_i = 1073\text{K}$, 1173K 及び 1273K の 3 種類の温度で, 初期ひずみ速度 $\dot{\epsilon} = 1.4 \times 10^{-4} \sim 5.6 \times 10^{-2}\text{s}^{-1}$ の範囲で実施し, 真応力 (σ) - 真ひずみ (ϵ) 線図及び $\log \sigma - \log \dot{\epsilon}$ 線図を求めた. ここで, $\dot{\epsilon}$ は真ひずみ速度である.

2.3 高温引張試験

焼結体の高温延性を確認するため, 高温引張試験を 34Al を対象に Ar 気流中, 試験温度 $T_i = 1173\text{K}$ または 1273K で, 初期ひずみ速度 $\dot{\epsilon} = 4.2 \times 10^{-4} \sim 1.0 \times 10^{-1}\text{s}^{-1}$ により実施した. 引張試験には, ホットプレス法により作製した $30\text{mm} \times 10\text{mm} \times 10\text{mm}$ の角形の焼結体の上下面を平面研削後, 放電加工により切り出した, 標点間距離 8mm , 幅 3mm , 板厚 2mm の試験片を用いた.

2.4 組織観察

圧縮試験前後の試験片の内部組織, および圧縮後の試験片の表面組織をそれぞれ透過型電子顕微鏡 (TEM) と走査型電子顕微鏡 (SEM) を用いて観察した. ただし, 圧縮後の表面組織観察のためには, 気密性の高い真空チャンバーを十分真空排気後, 高純度 Ar をパージして高温圧縮試験を行い, 表面の酸化を防止した. TEM 試験片は, 薄片を切り出した後, ディンプリング加工およびイオンミリング法により作製した.

3 実験結果

3.1 焼結体のマイクロ組織

30Al, 34Al および 43Al 焼結体断面の圧縮試験直前の SEM および TEM 組織を, それぞれ Fig.2(a)-(c) と (d)-(f) に示す. Fig.2(a)-(c) の SEM 写真からわかるように, 30Al はその構成相は γ' 相

Fig.1 Phase diagram of the Ni-Al binary system.

Table 1 The chemical composition of three intermetallics (mol%).

Specimens	Ni	Al	Fe	Cr	W	O	C	N	B
30Al	Bal.	27.76	0.23	0.05	0.04	1.07	1.58	0.03	<0.04
34Al	Bal.	32.17	0.17	0.03	0.00	1.09	1.40	0.02	<0.04
43Al	Bal.	39.62	0.26	0.06	0.00	1.21	1.26	0.02	<0.04

Fig.2 SEM microstructures: (a), (b) and (c), and TEM microstructures: (d), (e), and (f), for the 30Al, 34Al and 43Al specimens, respectively, before compression test.

Table 2 Average grain sizes of three intermetallics before test.

Specimens	Average grain size, $\bar{d}$ / μm
30Al	1.1
34Al	1.2
43Al	1.3

が主体で β 相が少量混在し、また 43Al はそのほとんどが β 相で極くわずかに γ' 相が分散した、いずれも単相に近い組織形態である。また 34Al は、 γ' 相および β 相の 2 相がほぼ等量の割合で共存した 2 相組織となっている。一方、Fig.2(d)-(f) に示したような TEM 組織写真から、直線交差法により平均結晶粒径を測定した結果を Table 2 に示す。3 種類のニッケルアルミナイドは平均粒径がほぼ約 $1\mu\text{m}$ に近い等軸微細結晶粒組織となっていた。ただし、Fig.2(d)-(f) からわかる様に、 γ' 相は単相の 30Al では、粒内には転位はあまり見られず再結晶しており、粒界は殆どが大角粒界であると考えられる。しかし β 相は単相の 43Al では、結晶粒内には多数の転位が均一分散して残存しており、粒界にも亜結晶粒界が含まれている様に見える。また、34Al はそれらの中間的組織を呈した。

以上のように、構成相の種類によって相違が見られるが、

湿式 MA プロセスにより、超塑性発現の可能性の有る微細結晶粒組織の焼結体が作製できることが分かった。

3.2 高温圧縮変形特性に及ぼす組成の影響

先に述べた圧縮試験条件で、平均結晶粒径がほぼ $1\mu\text{m}$ に近い 3 種類のニッケルアルミナイドの真応力 (σ) - 真ひずみ (ϵ) 線図を測定した。その代表例として、 $1.4 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$ の低ひずみ速度と $5.6 \times 10^{-2} \text{s}^{-1}$ の高ひずみ速度での試験結果を、それぞれ Fig.3(a) と (b) に示す。いずれの試験温度とひずみ速度においても、30Al の応力レベルは明らかに 43Al に比べて高く、34Al は両者の中間的な変形応力をとることがわかる。

σ - ϵ 線図の形態に関しては、 $\dot{\epsilon} = 1.4 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$ の低ひずみ速度の場合、1073 K では、30Al においてややひずみ硬化傾向が認められるが、34Al, 43Al ではほぼ一定の応力レベルで変形が進行している。また、1273 K でも、ほぼ同様な傾向となっていた。一方、 $\dot{\epsilon} = 5.6 \times 10^{-2} \text{s}^{-1}$ の高ひずみ速度の場合、1073 K において、 γ' 相が主要構成相である 30Al は、900 MPa 以上に達する明瞭なピーク応力を示した後に急速にひずみ軟化し、定常応力状態へと推移している。このひずみ軟化は、 γ' 相における動的再結晶⁹⁾ によると考えられる。一方、 β 相が主要構成相である 43Al では、ひずみ軟化は認められず、ほぼ一定の応力レベルで変形が進行している。 γ' 相および β 相の 2 相が混合

Fig.3 Typical compressive true stress-true strain curves for 30Al, 34Al and 43Al at the initial strain rates of (a) $1.4 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ and (b) $5.6 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$.

Fig.4 $\log \sigma - \log \dot{\epsilon}$ curves for the three intermetallics at 1073 K and 1273 K.

した 34Al でも 30Al と同様にひずみ軟化現象が認められるが、その程度は 30Al よりは小さく、30Al と 43Al の中間的な $\sigma - \epsilon$ 線図となっている。この結果は、 γ' 相のみで動的再結晶が起こると考えると理解できる。また、高温度の 1273 K では、3 種類の合金共にひずみ軟化傾向が認められず、明瞭な動的再結晶は観察されていない。しかし、この現象は、30Al と 34Al では、 γ' 相の動的再結晶による組織微細化と粒成長のバランスにより生じた結果と考えられる。

一般に、超塑性変形において、変形応力のひずみ速度依存性が高いことが、重要な特徴の一つとして知られている。そこで、各組成のニッケルアルミナイドにおける $\log \sigma - \log \dot{\epsilon}$ 線図の 1073 K と 1273 K の例を Fig.4 に示した。1073 K では、いずれの組成においても m 値が 0.3 前後のひずみ速度領域が見られ、超塑性の指針となる 0.3 に近く、いわゆる領域 II に相当した領域が存在している。しかし、43Al では、 $2 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ 以上の高ひずみ速度において、 m 値が急激に低下しており、転位クリープが主体の領域 III に相当した領域となった。一方、1273 K では、30Al の $2 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ 以下のひずみ速度領域で m 値が 0.25 とやや低いが、それ以上のひずみ速度で m 値が 0.55 に増大した。また、43Al では、 $4 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ 以下で m 値が 0.46 と高いが、それ以上の高ひずみ速度領域において m 値が低下し、領域 III が認められた。それらの両相で構成された 34Al では、1273 K に見られるように、低ひずみ速度から高ひずみ速度の広い領域で m 値が高い特徴がある。

3.3 高温引張試験による延性評価

高温圧縮試験の結果、($\gamma' + \beta$) 2 相の 34Al は、低ひずみ速度だけでなく、 10^{-2} s^{-1} オーダーの高ひずみ速度領域においても m 値が 0.3 以上と高く、超塑性の発現の可能性を有している。そこで、34Al 焼結体の高温延性を確認するため、1173 K と 1273 K での引張試験による破断伸びを調べた結果を Fig.5 に示した。1173 K では、 $4.2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ の低ひずみ速度で 300% にも達する伸びが得られている。さらに、1273 K では、最適ひずみ速度が高速側にシフトし、 $4.2 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ の初期ひずみ速度で約 250% という良好な伸びが得られた。また、 $4.2 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ の高

Fig.5 Total elongations as a function of initial strain rate for 34Al at 1173 K and 1273 K.

ひずみ速度でも、最大188%もの伸びが得られており、従来金属間化合物では報告されていない、高速超塑性の発現が確認された。

3.4 圧縮変形に伴うミクロ組織の変化

34Alの1273 Kにおいて、 $\dot{\epsilon}=5.6 \times 10^{-2} s^{-1}$ および $\dot{\epsilon}=1.4 \times 10^{-4} s^{-1}$ で、約50%圧縮変形後のTEM組織をそれぞれFig.6(a)および(b)に示す。Fig.6(a)に示したように、このような高ひずみ速度での変形では、平均結晶粒径は約 $1.1 \mu m$ で、変形前に近い微細な結晶粒組織が保持されていた。また、結晶粒内には転位が観察されるが、詳細に観察した結果、特に β 相の方が転位密度が高い。また、 γ' 相には、転位を含む結晶粒と、Fig.6(a)に矢印で示したようなほとんど転位が認められない微細結晶粒が存在した。すなわち、 γ' 相の動的再結晶による組織の微細化の痕跡と考えられる部分も観察された。一方、Fig.6(b)に示したように、低ひずみ速度では、 β 相中の転位は依然として多く観察されるが、 γ' 相ではほとんど観察されなかった。全体的に結晶粒成長しているが、その平均結晶粒径は約 $1.5 \mu m$ であり、低ひずみ速度での変形の割には、その粒成長はわずかなものであった。

次に、1273 K、 $\dot{\epsilon}=1.4 \times 10^{-2} s^{-1}$ で、60%圧縮変形後の30Al、34Al及び43Al試験片の側面の表面状態をSEMにより観察し、それぞれ、Fig.7(a),(b), および(c)に示す。どの試験片表面においても、主として変形中の結晶粒界すべりによって生じたと考えられる、結晶粒の突き出しが観察される。

一般に、金属や合金では大角粒界に比較して小角粒界では粒界すべりが困難であることが知られている。この観点で詳細に観察すると合金によって違いが認められる。すなわち、

Fig.6 TEM micrographs of 34Al alloy compressed to about 50% strain at 1273 K. (a) $\dot{\epsilon}=5.6 \times 10^{-2} s^{-1}$, and (b) $\dot{\epsilon}=1.4 \times 10^{-4} s^{-1}$

30Al (Fig.7(a))には、TEMで観察した結晶粒径に相当した $1 \mu m$ 程度の等軸な結晶粒の突き出しが多数認められ、粒界すべりが顕著に起こったことを示している。一方、43Al (Fig.7(c))では、 $1 \sim 5 \mu m$ 程度の大きな等軸な結晶の突き出しが観察され30Alに比べて粗い。また、前述した様に亜結晶粒界も含めて測定した43Alの変形前の平均結晶粒径は約 $1.3 \mu m$ であるので (Fig.2(f)), 表面の突き出しから観察される粗い結晶粒は、内部に複数の亜結晶粒を含む結晶粒の界面でのすべりが起こった結果によると考えられる。また、その中でも特に粗い結晶粒内には、圧縮方向に平行や垂直の筋状模様が観察される。本実験では定速度圧縮試験方法によるため、ひずみの増大にともない真ひずみ速度は高ひずみ速度となる。このため、変形初期より領域Ⅲに近くなり、亜結晶粒を含む粗い結晶粒では、粒内変形を伴ったものであることがわかる。しかし、ほぼ γ' 相または β 相単相の30Alと43Alでは結晶粒の形状はほぼ等軸である。

Fig.7 SEM micrographs for lateral surfaces of (a) 30Al, (b) 34Al and (c) 43Al compressed to 60% at 1273 K and at $\dot{\epsilon} = 1.4 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ in Ar atmosphere.

Fig.8 SEM micrographs for the section parallel to the compression axis for, (a) 34Al and (b) 43Al, respectively, after the compression strain of 60% at 1273 K and at $\dot{\epsilon} = 1.4 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ in Ar atmosphere.

これに対し、34Alの場合は(Fig.7(b)), 30Alの場合と同様に $1\mu\text{m}$ 程度の微細で等軸な結晶粒での顕著な粒界すべりが観察される。それと共に、この微細結晶粒に囲まれて、43Alより粗大で $10\mu\text{m}$ に達する相が圧縮方向にほぼ直角に扁平化して混在しているのが観察される。それらの表面には43Alと同様の筋状模様が認められる。前者は γ' 相で、後者は β 相に相当していると判定される。

Fig.8(a)と(b)に、それぞれFig.7(b)と(c)と同じ試験片の断面SEM組織を示す。上記の粗い β 相結晶粒が圧縮方向にほぼ直角に扁平化するのは、Fig.8(a)に示した様に、試験片内部でも起こる現象であることが確認できる。しかし、同一条件で圧縮した43Alでは、Fig.8(b)に示した様に、粗い結晶粒でも比較的等軸性が保持されていた。

4 考 察

$(\gamma' + \beta)$ 2相ニッケルアルミナイドの34Alの高温圧縮試験の結果(Fig.4), 10^2 s^{-1} 以上の高ひずみ速度を含む広いひずみ速度

範囲で、超塑性の指標となる、0.3以上の m 値を示した。また、引張試験の結果(Fig.5)では、 $T_i = 1273 \text{ K}$ で 10^{-2} s^{-1} 以上の高ひずみ速度で、200%に近い伸びを示し、高速超塑性と言える特性を示した。そこで、 $(\gamma' + \beta)$ の2相を含む34Alの高速超塑性変形挙動の特徴について検討した。 $(\gamma' + \beta)$ 2相ニッケルアルミナイド(34Al)における変形機構を理解するためには、その主たる構成相である γ' 相または β 相の単相における変形機構と対比しながら、複相化した場合の特徴を解明する必要がある。

一般に、微細結晶粒材料の $\log \sigma - \log \dot{\epsilon}$ 線図に現れる領域IIでは、粒界すべりが変形の主体であるが、粒界すべりに必要な応力が転位クリープに必要な応力を上回るひずみ速度領域では領域IIIが現れることになる。Fig.4において、高ひずみ速度領域で、ほぼ β 相単相の43Alで領域IIIが現れ、ほぼ γ' 相単相の30Alで領域IIIが現れないのは、転位による結晶変形に必要な応力が γ' 相より β 相で低いことを意味する。さらに、領域IIで、粒界すべりによって粒界3重点等から転位を発生し応力集中を緩和する超塑性機構^{10,11)}では、30Alより43Alの粒

界すべりに必要な応力が低くなることが予測され, Fig.4の結果はこれに対応している。

($\gamma' + \beta$) 2相ニッケルアルミナイドの34Alの $\log \sigma - \log \dot{\epsilon}$ 線図が43Alより30Alの $\log \sigma - \log \dot{\epsilon}$ 線図に著しく近いのは, 34Alにおける粒界すべりが γ' 相の転位の運動によって調整されているためと考えられる。また, 34Al中の γ' 相と混在した β 相は, 43Alにおける β 単相の場合より, 変形中により大きな応力を受けることになる。

そこで, Fig.9に, Fig.4に示した $T_t = 1273\text{ K}$ の3種類の合金の $\log \sigma - \log \dot{\epsilon}$ 線図の相対的關係を模式的に示した。Fig.9の破線は43Alにおいて低い m 値を示した高ひずみ速度の第III領域を低ひずみ速度領域に外挿し, β 相の転位による結晶変形に必要な応力のひずみ速度依存性を推定したものである。

30Alおよび34Alの低ひずみ速度領域の $\log \sigma - \log \dot{\epsilon}$ 線図は, Fig.9中の破線, すなわち, β 相の転位クリープを主体とした $\log \sigma - \log \dot{\epsilon}$ 線図に近い。このことは, 広いひずみ速度範囲で, 34Al中の β 相は結晶変形を生じさせる応力に近い大きな応力を受けていると推定される。特に粒径の大きな β 相においてその可能性が高い。実際に34Alでは, Fig.6(a), (b)で示したように34Al中の β 相は, 低ひずみ速度から高ひずみ速度にわたる広いひずみ速度領域で, 結晶変形を起こしている。また, 一方では, Fig.7(b)で観察されたように粒界すべりの痕跡が多数確認されると共に, 粗い β 相の結晶変形による扁平化が起こっている。これらのことから, 34Alでは, γ'/γ , β/β および γ'/β 間の粒界すべりと同時に, 付加応力に直接起因した β 相の結晶変形が起こったと考えられる。

このような β 相の結晶変形による扁平化は, 結晶粒界すべりや結晶回転のような結晶粒の相対的運動を妨げることが考えられる。今後, 結晶粒組織をさらに等軸微細化する等の方策を検討し, その影響を緩和する必要がある。

5 ま と め

湿式MA法および真空ホットプレス法により作製した($\gamma' + \beta$) 2相ニッケルアルミナイド(34Al)の高速超塑性発現の可能性とその変形機構を検討した結果, 以下の結言が得られた。

- (1) ヘキサン中での湿式MAプロセスにより, 平均粒径 $1\mu\text{m}$ 程度の微細な等軸粒を有する γ' または β 単相および($\gamma' + \beta$) 2相金属間化合物が作製できる。
- (2) 1273 Kにおける34Alの m 値は, 広いひずみ速度範囲にわたって, 0.38と高く, $4.2 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ の初期ひずみ速度で約250%, さらに, $4.2 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ の高ひずみ速度でも, 最大188%もの伸びが得られており, 高速超塑性の発現が確認される。
- (3) 1273 Kにおける30Alおよび43Alの変形機構は, いずれも転位運動で律速された粒界すべりであったが, 2相が共存した34Alでは, その超塑性変形機構と同時に粗い β 相の転位クリープも生じた。

文 献

- 1) S.C.Deevi and V.K.Sikka: "Nickel and Iron Aluminides: An

Fig.9 Schematic illustration showing the relative relationship of $\log \sigma - \log \dot{\epsilon}$ curves for 30Al, 34Al and 43Al at 1273 K. A dotted line is for the relationship between the stress for dislocation creep and strain rate estimated from the result in region III for 43Al.

Overview on Properties, Processing, and Applications", Intermetallics, 4(1996)357-375.

- 2) V.K.Sikka: "Superplasticity and Its Application to Near-net Shaping of Intermetallic Alloys", Interdiscip. Issues. Process Manuf., 2(1987)451-467.
- 3) M.S.Kim, S.Hanada, S.Watanabe and O.Izumi: "Superplasticity in a Recrystallized Ni_3Al Polycrystal Doped with Boron", Mater. Trans, JIM, 30(1989)77-85.
- 4) J.Mukhopadhyay, G.Kaschner and A.K.Mukherjee: "Superplasticity in Boron Doped Ni_3Al Alloy", Scripta Metall. Mater., 24(1990)857-862.
- 5) M.Oikawa, S.Hanada, T.Sakai and S.Watanabe: "Dynamic Evolution of Microstructures in Superplastic Ni_3Al ", Mater. Trans, JIM, 36(1995)1140-1148.
- 6) S.Ochiai, T.Shirokura, Y.Do and Y.Kojima: "Microstructures and Mechanical Properties of Ni-Nb Aluminides Produced by MA Process", ISIJ International, 31(1991)1106-1112.
- 7) 落合鍾一, 土肥義治, 山田郁朗, 小島陽: "ボロンを添加した($\gamma' + \beta$) 2相ニッケルアルミナイドの超塑性", 日本金属学会誌, 57(1993)214-219.
- 8) 落合鍾一, 山田郁朗, 小島陽: "($\text{NiAl} + \text{Ni}_3\text{Al}$) 2相合金の熱調質処理による高強度化と超塑性の発現", 日本金属学会誌, 54(1990)301-306.
- 9) 土肥義治, 秋元仁, 松木賢司, 會田哲夫, 落合鍾一: "湿式MAプロセスによる微細結晶粒ニッケルアルミナイドの作製", 日本金属学会誌, 64(2000)518-526.
- 10) A.Ball and M.M.Hutchison: "Superplasticity in the Aluminum-Zinc Eutectoid", Metal Sci. J., 3(1969)1-7.
- 11) A.K.Mukherjee: "The Rate Controlling Mechanism in Superplasticity", Mater. Sci. Eng., 8(1971)83-89.