5083-0.12 wt% Zr アルミニウム合金の超塑性挙動†

岩 崎 源* 正 木 泰 幸** 東 健 司***
谷 村 眞 治*** 伊 藤 太 一 郎**** 速 水 哲 博*****

Superplastic Behaviour of 5083 Aluminium Alloy Bearing 0.12 wt% Zr

by

Hajime IWASAKI*, Yasuyuki MASAKI**, Kenji HIGASHI***
Sinji TANIMURA***, Taichiro ITO****
and Satoshi HAYAMI*****

Superplastic behavior of 5083+0.12Zr alloy was investigated in the temperature range from 783 to 843K and in the strain rate range from 8×10^{-5} to $3 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ at constant strain-rate tensile test. Maximum elongation of 580% was obtained at 823K and at strain rate of $1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, where m value retains its initial value of 0.5 up to a large strain of 1.3 and where minimum cavitation occurs. The large elongation is due to stable deformation caused by retaining the initial m value up to large strain. The alloy showed strain hardening which is induced by dynamic grain growth. Dynamic grain growth rate increased with decreasing strain rate. Decreasing of m value with true strain may be attributed to decreasing grain boundary caused by cavitation and grain growth.

Key words: Superplasticity, 5083 aluminium alloy, Strain-rate sensitivity, Cavitation, Grain growth, Zirconium

1 緒 言

5083 合金は耐食性、溶接性に優れ、安価な中強度構造用材料として広く使用されている Al-Mg 系合金の代表的合金である。この合金の超塑性に関する研究は、他の宇宙航空機用の合金系と比較して多く行なわれていない¹⁾。しかし、微細再結晶組織に制御された²⁾ 5083 合金が 400% 程度の超塑性伸び値を示す報告や、Cu 添加による 5083 合金の超塑性特性の改良、また同様な超塑性伸び値の改善が Zr 添加によって得られることが報告されている⁴⁾。この Zr 添加による 5083 合金の超塑性特性の改善は、5083 組成内の遷移元素のみでは得られなかった微細再結晶組織の高温での安定性がこの Zr 添加によって確保されるためである。同様な Al-6% Mg 合金への Zr 添加による結晶粒径の微細化と高温での組織安定性に起因した良好な超塑性伸び値の発現が松木らによって報告されている⁵⁾。本研究では、Zr を 0.12 wt% 添加した 5083 合金の超塑性

挙動、特に変形中の結晶粒径および空洞体積率などの組織変化に注目し、超塑性伸び値に及ぼす組織的因子の影響について検討したので報告する。

2 実験方法

本実験に用いた材料は、市販の実用 5083 合金に 0.12 wt% Zr を添加した合金で、その化学組成は Table I に示すとおりである。本合金の典型的なミクロ組織を Fig. 1 に示す。このミクロ組織は 823K で 1.8 ks 急速加熱した後の焼なまし組織である。各面の結晶粒径は板厚方向 (ST) が $10.0 \mu\text{m}$ 、圧延方向 (L) が $13.8 \mu\text{m}$ 、およびその垂直方向 (LT) が $12.8 \mu\text{m}$ で、その結晶粒の形状はやや伸長している。また、

Table I. Chemical compositions of specimen.
(wt %)

Mg	Mn	Zr	Cu	Zn	Fe	Si
4.86	0.53	0.12	0.02	0.01	0.35	0.08

† 原稿受理 平成 3 年 2 月 19 日 Received Feb. 19, 1991

* 正 会 員 姫路工業大学工学部金属材料工学科 〒671-22 姫路市書写, Dept. of Mat. Sci. & Eng., Himeji Inst. of Tech., Shosha, Himeji, 671-22

** 姫路工業大学大学院 〒671-22 姫路市書写, Graduate Student, Himeji Inst. of Tech., Shosha, Himeji, 671-22

*** 正 会 員 大阪府立大学工学部機械工学科 〒590 堺市百舌鳥梅町, Dept. of Mech. Eng., Univ. of Osaka Pref., Mozu-Umemachi, Sakai, 590

**** 正 会 員 大阪府立大学工学部金属材料工学科 〒590 堺市百舌鳥梅町, Dept. of Metall. Eng., Univ. of Osaka Pref., Mozu-Umemachi, Sakai, 590

***** 姫路工業大学工学部金属材料工学科 〒671-22 姫路市書写, Dept. of Mat. Sci. & Eng., Himeji Inst. of Tech., Shosha, Himeji, 671-22

Fig. 1. Microstructure of specimen after annealing for 1.8 ks at 823K.

相乗平均にて求めた平均結晶粒径は $12.0 \mu\text{m}$ である。

この微細等軸粒組織から成る超塑性 5083-0.12 wt% Zr アルミニウム合金の板厚 2.0 mm の大板より、長さ 10 mm 、幅 5 mm の平行部を持つ引張試験片を、引張方向が圧延方向と平行になるよう機械加工により採取した。高温引張試験機は島津製作所製 DCS-25T をベースに、変形量の増大とともにクロスヘッド速度が増加し、引張試験片平行部長さにわたってひずみ速度が常に一定に保持される試験（以下、定ひずみ速度試験）ができるように改造した。本合金の超塑性流動応力のひずみ速度依存性および温度依存性を評価するため、 $783\text{K} \sim 843\text{K}$ の温度範囲、 $8 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1} \sim 3 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ のひずみ速度範囲にて高温引張試験を実施した。ひずみ速度にともなう応力のひずみ速度感受性指数 (m 値) の測定にはひずみ速度急変法を用いた。また、変形中の m 値の変化はジャンプ試験にて測定した。すなわち、任意の定ひずみ速度試験において任意のひずみ量（本実験では真ひずみ 0.1 づつ）にてひずみ速度を $\pm 25\%$ 急変させ、その流動応力の変化量から m 値を算出した⁶⁾。

結晶粒径の測定は所定のひずみ量まで変形後、直ちに除荷、水冷した試片にて行なった。この試片を腐食後、光学顕微鏡を用いて観察し、板厚方向 (ST)、圧延方向 (L) およびその垂直方向 (LT) の各方向の結晶粒径をそれぞれ測定した。

3 実験結果

3・1 超塑性流動特性

Fig. 2 は、速度急変法により求めた 783K 、 803K 、 823K 、 843K の各温度における流動応力のひずみ速度依存性、およびこの曲線勾配から算出した m 値の変化をひずみ速度にたいして示している。各温度とも流

Fig. 2. Variations of true stress (a) and m value (b) with strain rate at various temperatures.

動応力は超塑性材料特有の S 字状曲線を示し、中間ひずみ速度域で流動応力の大きなひずみ速度感受性を示すことが分かる。各温度とも 0.4 以上の m 値が、 10^{-4} s^{-1} オーダーのひずみ速度範囲にて得られており、温度の上昇とともに各温度での最大 m 値は大きくなっている。また、約 0.7 程度の最大 m 値が 843K 、 $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ のひずみ速度付近で得られている。

Fig. 3 は、各温度の定ひずみ速度試験にて得られた破断伸び値をひずみ速度にたいして示す。良好な超塑性伸び値は大きな m 値を示したひずみ速度域において各温度ともほぼ同様に得られているが、全体的に見て、最大 m 値を示すひずみ速度よりやや遅いひずみ速度側で最大伸び値を示している。こうした差異は、超塑性伸び値が初期 m 値のみで決定されるのではな

Fig. 3. Relationship between elongation and strain rate at various deformation temperatures.

Fig. 4. True stress-true strain curves for various strain rates at deformation temperature of 823K.

く、変形にともなう結晶粒成長のような合金のマイクロ組織の変化や空洞形成の違いによって決定される変形中の m 値の変動、あるいは変形の不安定性条件の変動などの違いに起因しているものと推測される。^{6),7)} しかしながら、0.12 wt% Zr 添加された 5083 合金が比較的大きな m 値を示す変形条件において良好な超塑性伸び値を示すことは明らかである。

つぎに、823K において種々の定ひずみ速度で高温引張試験したときの真ひずみ-真応力曲線を Fig. 4 に示す。いずれのひずみ速度においても、変形開始より真応力はかなりのひずみ量まで増加し続け、ピークに達した後低下する。通常、この応力低下とともに最終破断が速やかに生じるが、本合金では一部のひずみ速度（例えば $2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ 前後のひずみ速度）において真応力の増加が再度観察される。ひずみ速度一定の試験で得られたこのひずみ量にともなう硬化現象の変化は、変形中のマイクロ組織の変動に及ぼすひずみ速度およびひずみの影響の違いに起因すると考えられる。以下では、変形中に変動するマイクロ組織のうち、超塑性流動応力に大きな影響を及ぼす結晶粒径の変化について検討した。

Fig. 5. Changes in grain size with true strain in three directions of specimen deformed at temperature of 823K with strain rate of $3 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$.

3・2 変形中の結晶粒径の変化に及ぼすひずみ速度およびひずみ量の影響

823K における変形中の結晶粒径の変化をひずみ量にたいして示した結果が Fig. 5~Fig. 8 である。ここでは、図中に示したひずみ速度で定ひずみ速度試験し

Fig. 6. Changes in grain size with true strain in three directions of specimen deformed at temperature of 823K with strain rate of $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$.

Fig. 7. Changes in grain size with true strain in three directions of specimen deformed at temperature of 823K with strain rate of $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$.

Fig. 8. Changes in grain size with true strain in three directions of specimen deformed at temperature of 823K with strain rate of $2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$.

Fig. 9. Changes in mean grain size with true strain for various strain rates at temperature of 823K.

Fig. 10. Variation in aspect ratio of grains, D_L/D_{LT} , with true strain for various strain rates.

たときの3方向の結晶粒径の変化を示している。いずれのひずみ速度においても、結晶粒径は各方向ともひずみとともに増大する傾向を示す。初期の結晶粒径はほぼ等軸粒であったが、各方向の粒径の変化に注目すれば、特にL方向の粒径はいずれのひずみ速度においても著しく成長する。また、ST、LT方向の粒径はL方向ほど大きく成長せず、特にLT方向の粒成長は小さい。

こうした各方向の粒径の変化に違いはあるが、平均的には、Fig. 9に示すように各ひずみ速度とも変形にともなう結晶粒径の成長は放物線近似することができる。ここで図中の結晶粒径は、各方向の結晶粒径の相乗平均値である。この図から明かなように、任意のひずみ量における平均結晶粒径の成長速度（図中の曲線勾配）は、ひずみ速度が遅いほど大きくなっている。また、Fig. 10は、アスペクト比（ D_L/D_{LT} ）の変化をひずみ量にたいして示しているが、各ひずみ速度のアスペクト比は変形量とともに増大している。また、そのアスペクト比のひずみにたいする増大率はひずみ速度が大きいくほど大きくなる傾向が認められる。しか

し、各ひずみ速度とも、変形中の結晶粒径の変化において不連続な特異現象、例えば一部のZrを添加した動的連続再結晶型アルミニウム合金において観察されるような変形中の結晶粒径の微細化現象などは観察されなかった。それ故、Fig. 3で示した一部のひずみ速度において観察された変形後期での真応力の大きな変動は、少なくともひずみ量にともなう結晶粒径の動的変化から理解することは難しい。現時点では、変形にともなう結晶粒界の傾角分布や粒界エネルギー等の変化などが考えられるが明かではない。今後の課題としたい。しかしながら、変形初期の加工硬化、すなわち流動応力のひずみに伴う増加は結晶粒径の動的な成長に起因したものであると推測される。

最近、ひずみ速度が常に一定に保持される変形において、十分に静的再結晶した実用超塑性アルミニウム合金が変形初期に広範囲にわたって加工硬化を示すことはよく知られてきた⁸⁾。また、この変形中の加工硬化がひずみ誘起粒成長に起因した結果であることも明確にされつつある^{6), 8)~10)}。本合金で観察された変形初期の加工硬化はこうした一連の研究結果と同様、ひずみ誘起粒成長に起因したものであると推測される。定ひずみ速度試験にて観察された加工硬化と変形中の動的粒成長との関連性を次のように検討した。一定温度における超塑性流動応力 σ は、ひずみ速度 $\dot{\epsilon}$ と変形中の結晶粒径 d を用いて次式のように表わされる。^{6), 11)}

$$\sigma = K \dot{\epsilon}^m d^{mp} \quad (1)$$

K ; 定数, m ; ひずみ速度感受性指数,

p ; 結晶粒径指数。

この式より、ひずみにともなう結晶粒径の成長に起因した流動応力の増加量を評価することができる。すなわち、式(1)において、指数 m , p がひずみ ϵ に依存せず、ひずみ速度が常に一定であれば、応力はひずみ量にともない明らかに増加する。それ故、変形にとも

Fig. 11. Comparison of work hardening index calculated from stress-strain curves with those from constitutive equation for various strain rates at true strain of 0.25 and at temperature of 823K.

なう粒成長に起因した加工硬化指数 n_c を算出することができる。Fig. 9 の曲線より真ひずみ 0.25 でのひずみに伴う結晶粒成長速度を算出し、式 (1) を基に各ひずみ速度での加工硬化指数 n_c を求めた。また、各定ひずみ速度試験にて得られた $\log \sigma - \log \epsilon$ の曲線形状より加工硬化指数の実測値 n_m を求めた。その両者の相関性をひずみ速度にたいして示した結果が Fig. 11 である。加工硬化指数 n_m はひずみ依存性を有するのでここでは真ひずみ 0.25 のときの測定値を採用した。各ひずみ速度における両者の値は傾向としてよい一致を示している。したがって、定ひずみ速度試験にて観察された変形初期の加工硬化は、基本的には変形中の結晶粒成長に起因したものであると結論され得る。

3・3 m 値のひずみ依存性

結晶粒径のひずみにともなう動的成長は、明らかに変形中の流動応力の増加に影響を及ぼす因子であるが、同時に m 値にも影響を及ぼす。一般的に、結晶粒径が微細なほど m 値は大きくなる。各ひずみ速度で定ひずみ速度試験したときのひずみにともなう m 値の変化を Fig. 12 に示す。 $3 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ の高ひずみ速度試験では、 m 値は初期の 0.4 程度の大きな値からひずみの増加とともに急激に減少する。 $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ および $2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ のひずみ速度では、 m 値は変形当初 0.6 程度の値を保持するが、その後緩やかではあるが減少する傾向を示す。 $1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ のひずみ速度では、変形初期は 0.45 程度の m 値を示すが、変形とともに m 値は増加し、その後変形中にわたって 0.5 以上の大きな値を保ち続けており、破断近くになって始めて急激に低下する。超塑性 7475 合金の m 値のひずみ依存性はひずみ速度にあまり関係なく、 m 値が変形途中で顕著に低下する変形量までは、変形中の m 値はあまり変化せず、初期 m 値を保つことが分かっている⁶⁾。しかし、本合金の m 値のひずみ依存性はひ

Fig. 12. Variations in m value with true strain for various strain rates at temperature of 823K.

ずみ速度によってかなり異なっている。こうした m 値のひずみおよびひずみ速度依存性は、変形中の結晶粒径の変化のみで説明することはできない。今後、結晶粒径に加えて他の組織的因子、例えば結晶粒界の構造や性質などをさらに検討することが必要と考えられる。しかしながら、大きな m 値を変形中にわたって長く保つひずみ速度において大きな超塑性伸び値が得られることは超塑性 7475 合金や本合金に共通した結果である。それ故、 $1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ で試験した場合のように、必ずしも変形初期において最大 m 値を示さないひずみ速度においても大きな超塑性伸び値が得られる理由は、0.5 程度の比較的大きな m 値が大きな変形量まで保持されたことに起因すると考えられる。

変形中の m 値の低下は、主として粒界すべりに寄与する粒界面積の減少によってもたらされる。この粒界の減少は、主に粒成長やそれに活性化されて発生した空洞体積率の増加、さらには変形にともなう、対応粒界のような粒界すべりし難い粒界の増加などに起因しているものと考えられる。本合金の場合、ひずみに伴う m 値の変化は厳密には各ひずみ速度により異なっており、必ずしも同一挙動を示さない。しかし、本合金の変形初期では、ひずみ誘起粒成長にともなう加工硬化領域が各ひずみ速度において観察されており、こうしたひずみ誘起粒成長が変形中の m 値低下の基本的な原因であると考えられる。

3・4 空洞問題

各ひずみ速度での空洞体積率を検討した結果が Fig. 13 である。各ひずみ速度の空洞体積率は、変形とともに増加する傾向は同様であるが、任意のひずみ量で

Fig. 13. Changes in cavity volume fraction with true strain for various strain rates at temperature of 823K.

Table II. Experimental parameters of cavitation for 5083+0.1 Zr alloy.

Strain rate/ s^{-1}	3×10^{-3}	1×10^{-3}	2×10^{-4}	1×10^{-4}
V_0	0.049	0.027	0.016	0.008
η	4.5	4.6	4.2	4.3

の空洞体積率はひずみ速度が遅いほど小さい値を示している。それ故、 $1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ の遅いひずみ速度で試験した場合に大きな伸び値が得られた理由のひとつとしてこの空洞体積率のひずみ速度依存性が考えられる。Fig. 13 に示された空洞体積率とひずみの関係はほぼ直線で近似でき、 $V = V_0 \exp(\eta \epsilon)$ の式で表される。ここで、 η は空洞成長パラメータ、 V_0 は初期空洞体積率であり、Fig. 13 から求めた結果を Table II に示す。各ひずみ速度での空洞成長パラメータはおおよそ4前後の値が得られた。この値は他のアルミニウム合金で報告されている値よりやや大きい値である。¹²⁾

4 結 論

Zr を 0.12 wt% 添加した 5083 合金の超塑性挙動を 783K ~ 843K の温度範囲、 $8 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1} \sim 3 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ のひずみ速度範囲にて検討した結果、次の結論を得た。

(1) 580% の最大伸び値が 823K、 $1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ のひずみ速度にて得られた。この条件では、 m 値は 0.5 程度の大きな値を大きな変形量まで維持する。

(2) 各ひずみ速度とも変形にともなう結晶粒径の成長が観察された。この粒成長が応力-ひずみ曲線の加工硬化の主たる原因であることを示した。また、各ひずみ速度において観察されたひずみに伴う m 値の低下にもこの粒成長が影響していると考えられる。

(3) 各ひずみ速度の空洞体積率は、変形とともに増加する傾向を示した。また、任意のひずみ量での空洞体積率はひずみ速度が遅いほど小さい。各ひずみ速度

での空洞成長パラメータはおおよそ4前後の値が得られたが、他のアルミニウム合金で報告されている値よりやや大きい値となった。

参 考 文 献

- 1) 例えば, "Superplastic Forming of Structural Alloys", ed. by N. A. Paton and C. H. Hamilton (1982) AIME
- 2) 大西忠一, 東 健司, 中谷義三, 日本金属学会誌, **48**, 977 (1984).
- 3) H. Watanabe, K. Ohori and Y. Takeuchi, Trans. ISIJ, **27**, 730 (1987).
- 4) 岩崎 源, 正木泰幸, 東 健司, 伊藤太一郎, 谷村眞治, 速水哲博, 塑性と加工, 投稿中.
- 5) K. Matsuki, Y. Uetani, M. Yamada and Y. Murakami, Met. Sci., **10**, 235 (1976).
- 6) 岩崎 源, 入江佳洋, 速水哲博, 東 健司, 伊藤太一郎, 軽金属, **39**, 798 (1989).
- 7) H. Iwasaki, Proc. of MRS, **196**, 233 (1990).
- 8) 東 健司, 材料, **38**, 373 (1989).
- 9) A. K. Ghosh, Proc. 2nd Riso Int. Symp. on Metal and Mat. Sci., Denmark, p. 277 (1981).
- 10) 佐藤英一, 板谷一弘, 栗林一彦, 堀内 良, 軽金属, **39**, 437 (1989).
- 11) A. K. Mukherjee, J. E. Bird and J. E. Dorn, Trans. ASM, **62**, 155 (1969).
- 12) 東 健司, 軽金属, **39**, 751 (1989).

書 評

“建築新素材・新材料”

白 山 和 久 (編)

(1991年, 丸善(株)発行, A 5 判, 388ページ, 9500円)

本書は建築における新素材や新材料の利用の現状とそれら基礎的知識を, 民間の複数の建築会社, 建材メーカーと大学研究者によって比較的広範囲に基礎的データや応用例を盛り込んで分かりやすく紹介されている。

第Ⅰ編は基礎編を構成し, 金属系, セラミックス系, 高分子系, 木質系の各材料の基礎物性, 各素材の応用時の具備条件, 今後の応用へ向けての開発動向と基本コンセプトについて言及されている。第Ⅱ編は応用編で, 現在既に実用化された具体的製品としての各種の建築用新素材・新材料が使用部位別に分類して紹介されている。紹介の内容の深さには材料ごとに幾分差異があり, 全製品を網羅してはいないが, 最新の素材並びに材料の技術・特性情報を収録し, 基礎的知見についても異業種の技術者や基礎研究者が最近の具体的な製品素材・材料の動向をおおまかに把握するには適した解説書と言えよう。

書評筆者も無機系建材の主として凍害機構を基礎的に研究しているが, 本書により高分子, 木質材料等無機以外の他材料分野の基礎知識を大まかに把握するには有用であったことを付記して購読をお奨めする。

(京都工芸繊維大学工芸学部 中村 雅彦)