実用 5083 合金の超塑性特性の実験的評価とその変形機構の解析*

岩 崎 源^{*1}, 森 隆 資^{*2}
田 形 勉^{*3}, 東 健 司^{*4}Experimental Evaluation for Superplastic Properties and Analysis
of its Deformation Mechanisms in Commercial 5083 AlloyHajime IWASAKI, Takasuke MORI,
Tsutomu TAGATA and Kenji HIGASHI

In order to determine the controlling mechanism during the superplastic deformation process of a commercial 5083 Al-Mg alloy, superplastic properties have been investigated using constant strain-rate tensile tests at the temperatures between 773 and 843 K and over a strain rate range from 10^{-5} to 10^{-1} s^{-1} . The analysis from the experimental results reveals that the true stress exponent is two, and the true activation energy for superplastic flow is similar to lattice self-diffusion of aluminum (142 kJ/mol). All mechanical data can be represented by a single constitutive equation for superplasticity, which indicates that the dominant superplastic deformation mechanism is grain boundary sliding and the rate-controlling step in accommodation process is considered to be controlled by diffusional-flow-related phenomena within the grains during the superplastic flow. Also the microstructural dynamics with grain growth and cavitation during superplastic straining can reveal that the grain growth causes increase in flow stress and decreases in strain-rate sensitivity of flow stress, and the extensive cavitation leads a limited value in elongation-to-failure.

Key Words: Material Testing, Plasticity, Nonferrous Metal, Mechanical Behaviour, Superplasticity, Cavitation, Elongation, Strain-rate-sensitivity, Constitutive Equation

1. 緒 言

超塑性材料の特徴は低い流動応力でかつ巨大伸びを示すことにある。それゆえ、航空機をはじめ自動車等の構造部材の成形において求められているニアネットシェープ成形にとって極めて適した材料特性であると言える。すでに、実用アルミニウム合金に超塑性を付与する加工熱処理法が開発され、航空機用材料の代表的アルミニウム合金である 7475 合金をはじめ、多くの超塑性アルミニウム合金が製造されるようになっている^{(1)~(7)}。さらに最近では民需産業用素材として Al-Mg 系合金の超塑性化の研究が盛んに行われるようになり、5083 Al 合金ですでに実用化がなされている⁽⁸⁾⁽⁹⁾。5083 Al 合金は耐食性、溶接性に優れ、安価な中強度構造用材料であるため従来から広く使用されている合金であるが、成形性に劣ることから複雑形状の大形部材への使用が困難であった。この合金の超塑性化は新たな用途拡大につながるものと期待されている。

このような背景のもと、有限要素法を用いた超塑性成形の数値解析も盛んに試みられている。有限要素法では超塑性条件下での応力を種々の応力状態において正確に表す構成方程式が必要である。すでに一軸引張応力状態における変形応力を、ひずみ速度だけでなく、ひずみの関数としても記述し、ひずみとともに変化する空洞量、結晶粒径の影響なども考慮された構成方程式が報告されている⁽¹⁰⁾。

しかし、構成方程式の検討にあたって必要な超塑性変形に関する有効な実験的データはあまり多くないのが現状である。そこで、本研究は超塑性成形の数値解析に必要な材料特性を示す目的で、5083 Al 合金について、広い温度範囲における超塑性特性すなわち応力とひずみの関係を種々のひずみ速度について調べ、同時にひずみ速度感受性指数、結晶粒径および空洞量の変化についても明らかにした。さらに変形初期のひずみ速度を応力、温度および結晶粒径の関数として表す構成方程式を提案した。

2. 実験方法

供試材は板厚 2.0 mm の工業的に製造した 5083 Al 合金板で、その化学組成を表 1 に示す。また、受入れ材のミクロ組織を図 1 に示す。図中、L は圧延方向、

* 原稿受付 1997 年 7 月 18 日。

^{*1} 正員、姫路工業大学工学部 (☎ 671-2201 姫路市書写 2167)。^{*2} 姫路工業大学工学部。^{*3} スカイアルミニウム(株) (☎ 366-0801 深谷市上野台)。^{*4} 正員、大阪府立大学工学部 (☎ 599-8231 堺市学園町 1-1)。

ST は板厚方向, LT は板幅方向を示す。本合金は平均結晶粒径が $9.5\ \mu\text{m}$ の微細等軸粒組織であることがわかる。引張試験片は, 図 2 に示すように平行部長さ 10 mm, 幅 5 mm, チャック部半径 5 mm の形状を有し, 引張軸と圧延方向が平行となるよう採取した, 引張試験機はコンピュータによるクロスヘッド速度制御が可能なものを使用した。加熱炉は長い均熱域をもたせるために, 独立に温度制御のできる 3 ゾーン式の炉を使用した。これにより 150 mm の均熱域 ($\pm 1\ \text{K}$) が得られた。超塑性特性を調べるために, 次に示す 3 種類の引張試験を行った。

(1) 1 本の試験片を用いてひずみ速度 $10^{-5}\ \text{s}^{-1}$ から $10^{-1}\ \text{s}^{-1}$ の範囲にわたって応力およびひずみ速度感受性指数 (m 値) を求めるひずみ速度急変法⁽¹¹⁾ を, 温度 773 K から 843 K までの範囲において行った。

(2) 一定ひずみ速度 $2 \times 10^{-4}\ \text{s}^{-1}$, $5 \times 10^{-4}\ \text{s}^{-1}$ および $1 \times 10^{-3}\ \text{s}^{-1}$ の破断伸び試験を 783 K, 803 K および 823 K の温度で行い真応力と真ひずみの関係を求めた。

(3) 一定ひずみ速度での変形中に m 値を求めるジャンプ試験⁽¹²⁾ を行った。

(2) および (3) の試験では, 試験機制御用のパーソナルコンピュータに荷重と変位のデータを取り込み, 真ひずみと真応力の計算処理を行った。変形後の試料

Table 1 Chemical composition of the 5083 Al alloy

Mg	Mn	Cr	Fe	Si	Ti	Al
4.70	0.65	0.13	0.04	0.04	0.03	bal.

Fig. 1 Microstructure of the 5083 alloy as received

に含まれる内部空洞量を密度の減少率から求めた。密度測定は高精度の電子天秤を用いてアルキメデス法により算出した。密度測定後, 変形部の組織観察を行い, 結晶粒径を測定した。所定のひずみまで変形した試験片平行部から, L, ST および LT 方向の結晶粒径を光学顕微鏡を用いて線切断法で測定し, 次式から平均粒径を算出した。

$$d = (d_L \cdot d_{LT} \cdot d_{ST})^{1/3} \quad \dots\dots\dots (1)$$

次に, 本合金の超塑性変形特性を表す構成方程式として, 粒界すべりに支配される高温クリープおよび超塑性に対し提案されている式 (2)⁽¹³⁾ に従って求めることを試みた。

$$\dot{\epsilon} = A \left(\frac{\sigma - \sigma_{th}}{G} \right)^n \left(\frac{b}{d} \right)^p D_0 \exp \left(\frac{-Q}{RT} \right) \quad \dots\dots\dots (2)$$

ここで, A は定数, σ は真応力, σ_{th} はしきい応力, G は剛性率, n は応力指数, b はバーガスベクトル, d は結晶粒径, p は結晶粒径指数, Q は活性化エネルギー, D_0 は振動数項, R はガス定数そして T は絶対温度である。

Fig. 2 Dimensions of tensile specimen

Fig. 3 Relationship between true stresses and strain rates for various temperatures

3. 実験結果

3・1 応力-ひずみ速度曲線 図3にひずみ速度急変法で求めた応力とひずみ速度の関係を、773 K から 843 K の温度範囲について示す。いずれの温度においても高速側と低速側でこう配が小さくなり、中間領域で大きい超塑性特有のs字曲線になっている。この曲線のこう配はひずみ速度感受性指数 m 値を示す。 $m > 0.3$ となる範囲(第II領域)が超塑性領域と考えられている。この超塑性領域は温度により多少の相違はあるがほぼ $1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ から $4 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ の範囲であることがわかる。 $m < 0.3$ となる低ひずみ速度範囲(第I領域)ではひずみ速度の減少にもかかわらず、応力がほとんど減少しなくなることが認められる。このような変形を起こすのに最小限必要な応力はしきい応力と呼

Fig. 4 True stress vs true strain curves for 783 K (a), 803 K (b) and 823 K (c) at various strain rates

ばれる。超塑性変形におけるしきい応力の発生メカニズムはまだ不明な点が多く、現在その研究が進められている。

3・2 真応力-真ひずみ曲線 次に、783 K, 803 K および 823 K における真応力と真ひずみの関係を、ひずみ速度 $3 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$, $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$, $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ および $2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ について求めた。温度の最も高い 823 K ではさらに低いひずみ速度 $5 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ の場合も求めた。その結果を図4に示す。いずれの温度においても試験したすべてのひずみ速度において、真応力はひずみとともに増加し、最大値を示した後低下する傾向にある。ピーク位置は低ひずみ速度ほど高ひずみ側に移ることが認められ、それにとまって破断伸びも増大している。ひずみに伴う応力増加は、ひずみ速度感受性指数とともに、塑性安定性に寄与することが示されている⁽¹⁴⁾⁽¹⁵⁾。本合金の場合、ひずみ 0.2 における加工硬化係数 $\gamma (=1/\sigma \cdot d\sigma/d\epsilon)$ は、表2に示すように各温度ともひずみ速度の低下とともに増大し、また、温度の上昇とともに増大しており、破断伸びへの影響が推察される。試験温度 (T) が絶対融点 (T_m) に対し約 0.85 にもなる高温での引張変形で、このようなひずみ硬化が生じることはすでに 7475 Al⁽¹²⁾ や 0.1%Zr 添加 5083 Al⁽¹⁶⁾ でも報告があり、加工硬化の原因は変形に伴うひずみ誘起の結晶粒成長であると言われている⁽¹⁷⁾。結晶粒成長が流動応力を増大させる理由は、超塑性変形の主変形機構である粒界すべりに伴って、粒界三重点、粒界レジや粒界析出物など粒界すべりの障害箇所において応力集中が発生し、この応力集中の緩和速度が結晶粒径に依存するためである。

3・3 ひずみ誘起結晶粒成長 783 K, 803 K および 823 K における平均結晶粒径のひずみに伴う変化を、ひずみ速度 $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$, $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ および $2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ について求め、その結果を図5に示す。図5より、平均結晶粒径はいずれの温度でも、またいずれのひずみ速度においてもひずみの増加とともに明らかに増加することがわかる。結晶粒成長にはひずみに関係しない静的粒成長とひずみが誘起する動的粒成長が含まれているが、静的粒成長はあらかじめ組織安定化

Table 2 Strain hardening coefficient, γ , for the 5083 alloy (at a strain of 0.2)

Strain rate s^{-1}	2×10^{-4}	5×10^{-4}	1×10^{-3}	3×10^{-3}
783 K	1.27	0.70	0.78	0.38
803 K	1.38	1.22	0.90	
823 K	1.55	1.64	0.87	0.36

が図られているため極めて小さく、ほとんどが動的粒成長であるといえる。このような超塑性変形におけるひずみ誘起粒成長の機構はまだ明らかにされていないが、粒界すべりに起因する粒界移動が原因であるとの考えがある⁽¹⁸⁾。

3.4 m 値のひずみ依存性 図6は定ひずみ速度変形中のひずみと m 値の関係を示す。図6より、いずれのひずみ速度においても、またいずれの温度においても m 値はひずみとともに単調に減少することがわかる。ただ、ひずみ速度 $2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ の場合は、いずれの温度でも m 値の減少が緩やかになっていることがわかる。 m 値の減少は、3.3 節で述べたひずみ誘起粒成長に起因すると考えられる。

3.5 空洞の発生 超塑性変形では、粒界すべりに伴う付随調整機構の不備がもたらす空洞の発生が問題となる。本合金における空洞量を、783 K、803 K および 823 K の温度で、ひずみ速度 $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ 、 $5 \times$

10^{-4} s^{-1} および $2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ について求めた。その結果を図7に示す。図7より、いずれのひずみ速度においても空洞体積率はひずみとともに指数関数的に増加すること、およびひずみ速度が遅いほど空洞体積率が小さいことがわかる。空洞は、変形前から材料内に存在する欠陥および変形中に発生する核が成長し、さらに合体して体積を増していくものと考えられる⁽¹⁹⁾。安定な核になるための臨界半径は流動応力に反比例し、空洞の表面エネルギーに比例する⁽¹⁹⁾ ので、流動応力の高い、高ひずみ速度ほど核発生の頻度が高く、空洞の数が多くなる。また、成長過程においては流動応力が高いほど拡散による成長が速くなる。その結果、ひずみ速度の高いほど大きい空洞が数多くできることになり空洞体積率が大きくなると説明できる。空洞の発生は破断伸びに影響を与える。図8はひずみ1.0における空洞体積率と、同じ条件で得た破断伸びとの関係を示す。図8から明らかなように、空洞量が少ないほど破断伸びは増大している。さらに、試験したすべ

Fig. 5 Variation in grain size as a function of true strain

Fig. 6 Variation in m value as a function of true strain

での温度とひずみ速度において、両者の関係はほぼ 1 本の直線にのることから、両者に明らかな相関があり、破断伸びが空洞量に明りょうに依存していることがわかる。

4. 構成方程式の検討

ここでは、本合金の超塑性変形特性を表す構成方程式を式(2)に基づいて決定する。

4.1 しきい応力の算出 式(2)にはしきい応力が含まれている。しきい応力は内部抵抗に相当し、超塑性変形に寄与しない成分なので、その値を負荷応力から除く必要がある。しきい応力は、ひずみ速度の $1/n$ 乗 ($1/n=m$) と応力 σ の関係をともにリニアスケールで表すときに⁽²⁰⁾、両者の間に直線関係が成立する場合、その外挿線と縦軸との交点における応力として求められる。本合金の場合、 $1/n=m=0.5$ 一定として $\dot{\epsilon}^{0.5}$ を横軸にとると、図 9 に示すようにすべての温

度において直線関係が認められ、しきい応力を求めることができた。

4.2 活性化エネルギー Q の算出 式(2)に含まれている因子のなかで、拡散係数 D は変形機構に依存する極めて重要な物理量である。 $D[D_0 \exp(-Q/RT)]$ を決めるためには、Al の D_0 は $1.71 \times 10^{-4} [\text{m}^2/\text{s}]$ ⁽²¹⁾ なので、拡散の活性化エネルギー Q を求める必要がある。 Q が求まると拡散する原子と経路を

Fig. 8 Relationship between elongation-to-failure and cavity volume fraction

Fig. 7 Cavity volume fraction as a function of true strain

Fig. 9 Relationship between true stress and strain rate showing sheeshold stress for various temperatures

Fig. 10 Strain rate compensated by grain size vs true stress compensated by elastic modulus for various temperatures

検討することもできる。 Q を求めるために、まず、図 3 の各温度におけるひずみ速度を、結晶粒径 d で補正し、また、 $\sigma - \sigma_{th}$ を G で補正し、 $\dot{\epsilon}/(b/d)^p$ と $(\sigma - \sigma_{th})/G$ の関係を求めた。その結果を図 10 に示す。ここで、バーガースベクトル b は 2.86×10^{-10} [m]⁽²¹⁾、 p は実験結果の報告および理論的解析より提案されている $p=2$ を用い⁽²²⁾、また温度 T [K] における G の値は次式より求めた。

$$\begin{aligned}
 G = & 4.7857 \times 10^{10} - 1.3571 \times 10^8 \times T \\
 & + 2.6402 \times 10^5 \times T^2 - 190.84 \times T^3 \dots\dots\dots (3)
 \end{aligned}$$

この式は文献⁽²³⁾に示されている種々の温度に対する Al 6061 合金の弾性率の値を用いて導いた式である。図 10 から、いずれの温度においても両者の関係は直線関係にあり、そのこう配で表される応力指数は $n=2$ であることがわかる。次に、 $(\sigma - \sigma_{th})/G = 10^{-4}$ における $\dot{\epsilon}/(b/d)^p$ と絶対温度の逆数、 $1/T$ の関係を求めた。その結果は図 11 に示すように、両者の関係が 1 本の直線で表される。この直線のこう配から拡散の活性化エネルギー Q が求められ、その値は、 $Q=140$ kJ/mol であることがわかる。この値はアルミニウムの格子拡散の活性化エネルギー、142 kJ/mol⁽²¹⁾ に極めて近い値である。このことより、粒界すべりに必要な、結晶粒間のひずみの調整すなわち付随調整機構が、転位の上昇温度によって支配されていることが理解できる⁽²⁴⁾。

4.3 拡散係数で規格化したひずみ速度と剛性率 G で規格化した応力の関係 図 10 の粒径補正ひずみ速度をさらに格子拡散係数 D_L で規格化し、剛性係数 G で規格化した応力、 $(\sigma - \sigma_{th})/G$ に対して表すと、図 12 に示す関係が得られる。図 12 で明らかなように、変形温度 773 K から 843 K の超塑性領域におけるひずみ速度と応力の関係は、上述の規格化によりすべて

Fig. 11 Arrhenius plots for strain rates compensated by grain size

1 本の直線にのることがわかる。その結果、本合金の超塑性変形特性が式(2)に基づいて、次式で表されることがわかる。

$$\dot{\epsilon} = 1.05 \times 10^{26} \left(\frac{\sigma - \sigma_{th}}{G} \right)^2 \left(\frac{b}{d} \right)^2 D_0 \exp \left(\frac{-Q_L}{RT} \right) \dots\dots\dots (4)$$

この構成方程式は、 $Q=Q_L$ 、 $n=2$ および $p=2$ であり、転位の上昇運動による付随調整機構を基本とする Sherby らの転位すべりモデル⁽²⁵⁾ にほぼ一致する結果となった。

5. 結 言

超塑性 5083 Al 合金の超塑性変形領域における、ひずみと応力の関係、ひずみと結晶粒径、ひずみとひずみ速度感受性指数 m 値、および、ひずみと空洞体積率の関係等を調べ、超塑性伸びが発現する条件を明らかにした。また、ひずみ速度を与える構成方程式を実験的に決定することができた。

- (1) 超塑性流動応力はひずみ誘起粒成長により加工硬化を示した。
- (2) 変形中の m 値は基本的にはひずみとともに減少した。
- (3) 超塑性変形中に発生する空洞量は、ひずみとともに指数関数的に増加した。空洞量は低ひずみ速度ほどまた高温ほど少なくなった。
- (4) 破断伸びは変形中に発生する空洞量とよい相関を持ち、空洞量が少ないほど大きい伸びを示した。
- (5) しきい応力が各温度とも存在し、温度の上昇とともに低下した。
- (6) 変形の熱的活性化エネルギーは、Al の格子拡散の活性化エネルギー、142 kJ/mol に極めて近い

Fig. 12 Relationship between strain rate compensated by grain size and diffusivity and true stress compensated by elastic modulus for various temperatures

$Q=140$ kJ/mol であった。

(7) 773 K~843 K の温度範囲において、次式の構成方程式を導くことができた。

$$\dot{\epsilon} = 1.05 \times 10^{26} \left(\frac{\sigma - \sigma_{th}}{G} \right)^2 \left(\frac{b}{d} \right)^2 D_0 \exp \left(\frac{-Q_L}{RT} \right)$$

この式から本合金の変形機構は、粒内転位の上昇運動が付随調整機構の律速過程となる粒界すべり変形であることがわかった。

文 献

- (1) Wadsworth, J., Pelton, A. R. and Lewis, R. E., *Met. Trans.*, A, **16**(1985), 2319-2332.
- (2) Wert, J. A., Paton, N. E., Hamilton, C. H. and Mahoney, M. W., *Met. Trans.*, A, **12**(1981), 1267-1276.
- (3) Wadsworth, J., Palmer, I. G. and Crooks, D. D., *Scr. Metall.*, **17**(1983), 347-352.
- (4) Stowell, M. J., Ropertson, J. L. and Watts, B. M., *Metal Sci.*, **3**(1969), 41-45.
- (5) Matsuki, K., Morita, H., Yamada, M. and Murakami, Y., *Metal Sci.*, **11**(1977), 156-163.
- (6) Mahon, G. J., Warrington, D., Butlar, R. G. and Grims, R., *Mater. Sci. Forum*, 170-172(1994), 187-192.
- (7) Chakrabarti, D. J. and Liu, J., *Mater. Sci. Forum*, 170-172(1994), 231-236.
- (8) Lavender, C. A., Vetraro, J. S., Smith, M. T., Bruemer, S. M. and Hamilton, C. H., *Mater. Sci. Forum*, 170-172(1994), 279-286.
- (9) Iwasaki, H., Higashi, K., Tanimura, S., Komatubara, T. and Hayami, S. (Hori, S., Tokizane, M. and Furushiro, N.編), in *Proceedings of superplasticity in advanced materials*, (1991), 447-452.
- (10) 田中英一・村上澄男・石川博司, 機論, **63**-609, A(1997), 962-967.
- (11) 超塑性材料の特性 評価法調査委員会編, 超塑性材料の特性標準化に関する調査報告書, (1988), 5, 日本塑性加工学会.
- (12) 岩崎源・入江佳洋・速水哲博・東健司・伊東太一郎, 軽金属, **39**(1989), 798-804.
- (13) Langdon, T. G., *Acta Met. Mater.*, **42**(1994), 2437-2443.
- (14) Hart, E. W., *Acta Met.*, **15**(1967), 351-355.
- (15) 佐藤英一・栗林一彦・堀内良, 日本金属学会誌, **52**(1988), 1051-1056.
- (16) 岩崎源・正木泰幸・東健司・谷村眞治・伊藤太一郎・速水哲博, 材料, **41**(1992), 17-22.
- (17) Watts, B. M. and Stowell, M. J., *J. Mater. Sci.*, **6**(1971), 228-237.
- (18) Wilkinson, D. S. and Caceres, C. H., *Acta Met.*, **32**(1984), 1335-1345.
- (19) Pilling, J. and Ridley, N., Superplasticity in crystalline solids, *The Institute of Metals*, (1989), 146.
- (20) Mohamed, F. A., *J. Mater. Sci.*, **18**(1983), 582-592.
- (21) 日本金属学会編, 金属データブック, (1974), 24.
- (22) Nieh, T. G., Wadsworth, J. and Sherby, O. D., *Superplasticity in Metals and Ceramics*, (1997), 43, Cambridge.
- (23) 日本機械学会編, 技術資料, 金属材料の弾性係数, (1980), 162.
- (24) Sherby, O. D. and Wadsworth, J., *Prog. Mater. Sci.*, **33**(1989), 166-221.
- (25) Sherby, O. D. and Wadsworth, J. (Krauss, G.編), *Processing and Structure*, (1984), 355-389, ASM, Metal Park, Ohio.