マグネシウム合金およびその複合材料における超塑性を可能にする材料プロセス

渡 辺 博 行^{*†} 細 川 裕 之^{**}
向 井 敏 司^{*} 相 澤 龍 彦^{***}

1. はじめに

これまで、我が国ではマグネシウム製品の製造はほとんど鋳造法、特にダイカスト法が用いられてきた⁽¹⁾。最近では射出成形によるものがその成形機の開発により、急速に普及している⁽²⁾。しかし、更にマグネシウムの利用を促進するには、展伸材の利用が不可欠であり、塑性加工や成形技術の開発が必須になると考えられる。マグネシウムは、その結晶構造が最密六方格子であることに起因して、室温付近における塑性加工性が悪い。よって、展伸材としての利用はマグネシウム利用の1%に留まっている⁽³⁾。しかし、マグネシウム合金の機械的性質は結晶粒径に大きく依存し、結晶粒を微細化することにより、室温強度・延性の向上が達成される⁽⁴⁾⁻⁽⁷⁾。更に、高温で超塑性による塑性加工性の大幅な向上も可能になる。マグネシウム合金においては、結晶粒の微細化が材料の高性能化のポイントの一つとなっている。

超塑性は、学問的興味のみならず有用な工業的生産技術の一つになりつつある。この新しい展開に対応すべく日本工業規格・金属系超塑性材料用語(JIS H 7007)が規定された⁽⁸⁾。ここで規定された「超塑性」の定義は、「多結晶材料の引張変形において、変形応力が高いひずみ速度依存性を示し、局部収縮(ネッキング)を生じることなく数百%以上の巨大な伸びを示す現象」である。通常では加工できない難加工材の塑

性加工能こそが超塑性の本質であると考えられるため、マグネシウム合金の超塑性化は重要な研究開発要素の一つと考えられる。

本解説では、マグネシウム合金に関して検討されている超塑性発現を可能にするための組織制御(結晶粒微細化)の方法について概説し、その組織学的特徴について言及した。さらに、微細結晶粒超塑性および粗大結晶粒における高延性それぞれに関して、変形の挙動とその機構についてまとめた。

2. マグネシウム合金における超塑性

表1は実用マグネシウム合金の超塑性特性をまとめて示したもので、特にAZ91やZK60といった合金での報告が多く見られる。流動応力は温度と粒径にも依存するが、全体的には2~30 MPa程度で低い値となっている。また二相混合組織を有する材料における超塑性は、Mg-Li(8~10質量%)二相(8%の場合は共晶)合金⁽³⁴⁾⁻⁽⁴¹⁾やMg-33Al⁽⁴²⁾、Mg-16.2Ca⁽⁴³⁾の共晶合金において観察されている。

表2にマグネシウム合金基複合材料の超塑性特性を示す。合金の場合と比較して破断伸びが小さいものが多く、また結晶粒の微細化は必ずしも延性の改善に繋がらない。複合材料において延性を改善するには、強化粒子の均一分散が有効であることが実験的に示されている⁽⁵¹⁾。

図1に超塑性伸びの温度依存性を示す。図には、アルミニ

* 大阪市立工業研究所機械課研究員(〒536-8553 大阪市城東区森之宮1-6-50)

** 大阪府立大学大学院生

*** 東京大学教授；大学院工学系研究科

The Processing and Properties of Superplastic Magnesium Alloys and Their Composites; Hiroyuki Watanabe*, Hiroyuki Hosokawa**, Toshiji Mukai*, Tatsuhiko Aizawa***(*Osaka Municipal Technical Research Institute, Osaka. **Graduate Student, Osaka Prefecture University, Sakai. ***Graduate School of Engineering, The University of Tokyo, Tokyo)

Keywords: *magnesium alloy, magnesium-based composite, grain refinement, high-strain-rate superplasticity, low-temperature superplasticity*

1999年12月1日受理

表1 実用マグネシウム合金の超塑性特性.

材料	プロセス*	結晶粒径 $d/\mu\text{m}$	温度 T/K	ひずみ速度 $\dot{\epsilon}/\text{s}^{-1}$	破断伸び $\epsilon_f(\%)$	流動応力 σ/MPa	m 値	参考文献
AE42	C	12.1	688	1.31×10^{-4}	—	—	0.25	9
AM20	C	9.8	653	9.71×10^{-4}	—	—	0.41	9
AM50	C	9.6	683	1.25×10^{-4}	—	—	0.59	9
AM60	C	11.5	698	2.6×10^{-4}	—	—	0.35	9
AZ21	W	33	723	8.3×10^{-3}	195	—	<0.3	10
AZ31	W	54	723	1×10^{-4}	265	9.8	0.33	11
AZ31	E	5.1	598	1×10^{-4}	608	7.0	0.5	12
AZ31	W	5.5	623	1.7×10^{-4}	319	13	0.53	13
AZ31	C	10.3	688	1.2×10^{-4}	—	—	0.38	9
AZ31	W	130	648	3×10^{-5}	196	12.4	0.3	14
AZ61	A	6–11	563	3.3×10^{-4}	213	28.3	0.69	13
AZ61	E	5	563	3.3×10^{-4}	683	35	0.65	15
AZ61	W	17	648	3×10^{-5}	461	3.5	0.5	16
AZ91	R	1.2	573	3.3×10^{-3}	1480	—	0.5	17
AZ91	E	3–20	548	3.3×10^{-3}	180	—	0.5	17
AZ91	E	—	623	5×10^{-3}	180	43	0.18	18
AZ91	S	1	473	6.2×10^{-5}	661	25	0.33	19
AZ91	C	7.6	573	2×10^{-5}	310	3.9	0.5	20
AZ91	C	15.4	573	2×10^{-5}	150	12	0.4	20
AZ91	E	2.9	573	3.3×10^{-4}	980	9	0.5	20
AZ91	R	1.4	573	1×10^{-2}	277	28.8	0.5	21
AZ91	C	4.1	523	3.3×10^{-4}	424	11.5	0.5	21
AZ91	R	2.5	573	2×10^{-3}	418	8	0.37	22
AZ91	C	8.9	698	2.32×10^{-4}	—	—	0.71	9
EA55	R	—	573	1×10^{-1}	436	—	—	23
MA15	H	9	723	4×10^{-3}	450	21.5	0.5	24
MA8	A	10	670	4×10^{-4}	300	18	0.42	25
MA8	A	9.6	673	1×10^{-2}	303	2	0.41	26
MA8	S	0.3	453	5×10^{-4}	>150	33	0.38	27
WE43	E	1.5	673	4×10^{-3}	1517	9.7	0.43	6
ZK51	—	—	743	1×10^{-3}	400	—	0.48	28
ZK60	H	3.7	523	1.1×10^{-4}	682	7.84	0.55	29
ZK60	E	18	723	1.67×10^{-4}	225	2	0.58	30
ZK60	E	3.3	598	1×10^{-2}	544	27.7	0.5	31
ZK60	E	6.5	498	1×10^{-5}	449	15	0.5	31
ZK60	E	2.4	573	4×10^{-3}	728	15.4	0.5	21
ZK60	E	6	563	1.7×10^{-4}	289	13	0.45	13
ZK60	E	3–4	583	3.3×10^{-3}	704	35	0.45	15
ZK60	E	1	543	3.3×10^{-3}	1700	—	0.5	32
ZK61	R	1.8	623	1×10^{-1}	445	10.7	0.5	21
ZK61	R	0.5	473	1×10^{-3}	283	21.7	0.5	33
ZW1	W	7	—	—	—	—	0.7	13
ZW3	E	8	573	1.7×10^{-4}	160	24.5	0.5	13

* E: バルク熱間押出し・圧延, R: 急冷凝固粉末熱間押出し, C: 切削粉熱間押出し, S: 強ひずみ加工, W: 市販展伸材,
A: 冷間(温間)圧延+再結晶, H: 他 —: 不明.

ウム合金における典型的な超塑性材料である, 5083⁽⁵⁴⁾と7475⁽⁵⁵⁾の結果も示している. マグネシウム合金における超塑性発現温度は, 550~700 K 付近である. アルミニウムとマグネシウムの融点はほぼ等しいに関わらず, マグネシウム合金における超塑性発現温度は, アルミニウム合金のそれと比較して, はるかに低い温度域であることが分かる.

超塑性挙動は, 一般に結晶粒径の影響を大きく受ける. 図2に種々のマグネシウム合金に関して, 573 Kにおける最適超塑性ひずみ速度(最大伸びの得られたひずみ速度)を結晶粒径の逆数に対してプロットした. 結晶粒径を微細にするほ

ど, より高速で超塑性が発現することは明白である. よって, 高速超塑性の発現が組織の微細化に起因している事は明らかであり, 結晶粒微細化プロセスの検討は, 超塑性の研究のためには不可欠な課題となっている.

3. 結晶粒微細化プロセスとその組織

マグネシウム合金において超塑性が発現している材料を, その製造プロセスに着目して大まかに分類すると, 主として(1)冷間(温間)圧延と静的あるいは動的再結晶の組み合わせ,

表2 マグネシウム合金基複合材料の超塑性特性.

母 相		強 化 材			超 塑 性 特 性					参考文献
材料	結晶粒径 $d/\mu\text{m}$	材料	大きさ $d_p/\mu\text{m}$	体積率 $V_t/\%$	温度 T/K	ひずみ速度 $\dot{\epsilon}/\text{s}^{-1}$	破断伸び $e_f(\%)$	流動応力 σ/MPa	m 値	
Mg-5Zn	—	TiC	2-5	10	743	1.67×10^{-2}	205	9.4	0.33	44
Mg-5Zn	2	TiC	2-5	20	743	6.67×10^{-2}	295	8.0	0.43	44
ZK51	—	TiC	1	20	743	3×10^{-2}	136	4.1	0.3	28
Mg-4Al	1.4	Mg ₂ Si	0.7	28	788	1×10^{-1}	368	8.0	0.5	45
Mg-4Zn	0.9	Mg ₂ Si	0.8	28	713	1×10^{-1}	290	10.0	0.5	45
Mg-4Zn	18.5	Mg ₂ Si	76	10	723	1.7×10^{-5}	206	1.55	0.5	46
ZK60	0.5	SiC	2	17	673	1	350	35.9	0.5	47
Mg-5Al	<2	AlN	0.72	15	673	5×10^{-1}	236	33.8	0.39	48
—	—	AlN	0.72	12	673	1.2×10^{-3}	105	10.6	0.42	49
—	—	AlN	0.72	15	673	4.71×10^{-1}	256	17.7	0.43	49
—	—	AlN	0.72	20	673	7.05×10^{-2}	231	19.0	0.43	49
AZ31	—	SiC	2	10	798	2.08×10^{-1}	228	19.8	0.36	50
AZ91	7.1	SiC	3	5	683	1.32×10^{-4}	—	—	0.58	9
AZ91	8.2	MgO	4	5	683	2.6×10^{-4}	—	—	0.24	9
AZ91	8.1	SiC	3	20	668	2.6×10^{-4}	—	—	0.52	9
AM20	8.7	MgO	4	5	643	9.99×10^{-4}	—	—	0.35	9
ZK60	2.1	SiC	2	17	623	1×10^{-1}	450	15.4	0.5	51
Mg-9Li	3.5	B ₄ C	<20	5	473	1×10^{-3}	455	6.5	0.5	35

図1 マグネシウム合金およびアルミニウム合金における超塑性発現温度⁽⁶⁾⁽¹²⁾⁽¹³⁾⁽¹⁵⁾⁽¹⁷⁾⁻⁽³³⁾⁽⁴⁸⁾⁽⁵²⁾⁻⁽⁵⁵⁾.

(2)熱間押出し, (3)粉末(急冷凝固粉末, 切削粉)の熱間押出し, (4)強ひずみ加工となる. 市販の展伸材は, 熱間圧延+温間圧延, あるいは熱間押出しにより作製されている. 図3にそれぞれのプロセスにより得られる結晶粒径を伸びに対して整理した概略図を示す. 結晶粒径が微細なほど大きな伸びを示す傾向にある. しかしながら, 50 μm を超える粗大粒でも数百%の伸びが得られている. それぞれのプロセスにより達成できる結晶粒径は異なり, 破断伸びにも影響を及ぼしている.

市販の展伸材としては, AZ31やAZ61の圧延板材, 押出し丸棒などが入手可能である. これらの結晶粒径は, 20~

図2 マグネシウム合金における超塑性ひずみ速度の結晶粒径依存性⁽⁶⁾⁽¹³⁾⁽¹⁷⁾⁽²⁰⁾⁻⁽²²⁾⁽⁵²⁾.

150 μm 程度のものが多いようである. 市販展伸材を用いた超塑性成形が期待されるが, 高温延性を評価している例は少ない.⁽¹⁰⁾⁽¹¹⁾⁽¹³⁾⁽¹⁶⁾.

冷間(温間)圧延と再結晶の組み合わせによる微細化は, 例えばAZ61合金の場合, 冷間圧延した材料を焼なますことで6~11 μm の組織を得ている⁽¹³⁾. またMg-8.5Li二相合金では, 温間圧延した材料を温度623 Kで変形させた場合, 動的再結晶により変形中に結晶粒径が10 μm の等軸微細な組織が形成され, 超塑性を発現する⁽³⁷⁾.

図3 結晶粒微細化プロセスにより得られる結晶粒径と超塑性伸び。

図4 鋳造材を熱間押出ししたZK60のTEM組織。

マグネシウム合金の場合，鋳造材の熱間押出しだけで結晶粒の微細化が図れる⁽²¹⁾⁽³¹⁾．アルミニウム合金などでされるような複雑な加工熱処理(例えば，溶体化，過時効，強加工，再結晶の組み合わせ⁽⁵⁶⁾⁽⁵⁷⁾)を施すことなく超塑性組織が得られる点で非常に魅力的である．この方法では，鋳造材を573 K付近の温度で，かつ100程度の高い押出し比で押出することにより，数 μm の等軸微細組織が得られる．図4にZK60の鋳造材を熱間押出しした材料のミクロ組織を示す．約3 μm の微細でかつ等軸な組織を有する材料が得られ， $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ の高ひずみ速度域で超塑性を示す⁽³¹⁾．

粉末冶金法に用いられる粉末としては，急冷凝固粉末⁽¹⁷⁾⁽²¹⁾⁻⁽²³⁾⁽³³⁾⁽⁵⁸⁾や切削粉⁽²⁰⁾⁽⁵⁹⁾⁻⁽⁶¹⁾がある．特にアトマイズ粉末を熱間押出しすると，粉末表面の酸化膜が均一に微細分散し，結晶粒成長が抑制される効果があるため，1 μm 程度の微細結晶粒組織が得られる．図5にZK61のアトマイズ粉末を熱間押出しした材料⁽³³⁾のTEM組織を示す．図4と比較して，更に微細化が図られていることに加えて，酸化物粒子が分散しているのが見られる．しかし，アトマイズ法で作製した粉末はコストが高くなるため，実用性を考慮した

図5 急冷凝固粉末を熱間押出ししたZK61のTEM組織。

図6 ECAEを施したAZ31のTEM組織。

場合には，低コストで粉末を作製する必要がある．そこで，切削加工の際に排出される切削粉を粉末として利用することが提案されている．これには，溶解にはよらない固体リサイクルとしての魅力があり，今後重要な研究課題になると考えられる．適切な条件下において切削粉を熱間押出しし，固化したバルク材は，切削粉同士が十分に接合され，空隙のない微細な組織が得られる⁽²⁰⁾⁽⁵⁹⁾⁽⁶⁰⁾．

強ひずみ加工による材料作製は，鋳造材から微細な結晶粒径に到達することができる⁽²⁷⁾⁽⁵³⁾⁽⁶²⁾⁽⁶³⁾．この一手法であるECAE(Equal Channel Angular Extrusion)法は，金型中で交差する同じ径の二つの溝孔(Channel)を通して材料を押出し，曲がり角で材料にせん断変形を与えるというものである⁽⁶³⁾．この方法はバルク材の形状を保持したまま大きなひずみを加えることができるため，注目されている．図6にECAEを施したAZ31のTEM組織を示す⁽⁶²⁾．結晶粒径が約1 μm の等軸粒微細が得られている．

4. 微細結晶粒超塑性

(1) 機械的性質

図7に微細結晶粒超塑性における典型的な真応力-真ひずみ曲線を示す⁽¹²⁾。微細結晶粒を有する材料(結晶粒径: $5\ \mu\text{m}$)では, 変形初期の流動応力は非常に低く, 広いひずみ域で加工硬化が見られる。この加工硬化はひずみに誘起された粒成長に起因するものであると理解される。図8に流動応力のひずみ速度依存性を示す。グラフの傾きより得られるひずみ速度感受性指数(m 値)は, 典型的には0.5程度の値を取り, 支配的な変形機構が粒界すべりであることを示唆している⁽⁶⁴⁾。

(2) 高速超塑性および低温超塑性

超塑性変形速度の高速化は実用化にとって重要な課題である。これまで超塑性の発現するひずみ速度は, 比較的遅い $10^{-4}\sim 10^{-3}\ \text{s}^{-1}$ 程度であり, 生産性が低いことと通常の加工機の加工速度では適用できないことが, 従来の超塑性成形における問題点であった。しかし, $10^{-2}\ \text{s}^{-1}$ 以上の高ひずみ速度で超塑性が発現する, いわゆる高速超塑性材料の出現によって, 変形速度が遅いという超塑性のイメージは徐々に

図7 典型的な真応力-真ひずみ曲線⁽¹²⁾⁽¹⁴⁾。

図8 流動応力のひずみ速度依存性⁽¹²⁾⁽¹⁴⁾。

払拭されつつある。図9および図10にそれぞれマグネシウム合金および複合材料において報告されている高速超塑性に関して, その破断伸びをひずみ速度に対してプロットした。複合材料においては, 超塑性伸びが合金と比較して全体的に小さくなる傾向にある。しかし, 最大伸びの得られるひずみ速度が, 合金の場合せいぜい $10^{-2}\ \text{s}^{-1}$ 程度であるのに対して, 複合材料では $10^{-1}\ \text{s}^{-1}$ 付近の高ひずみ速度域での超塑性発現が目立つ。これは, 複合化により高温での母相の結晶粒成長が著しく抑制された結果であると考えられる。よって, 複合材料の方がより高速での超塑性発現に有利であるという見方ができる。

融点の半分程度以下の温度でも超塑性が発現するいわゆる低温超塑性は, 超塑性の本質や限界を理解する上で科学的見地から興味深いだけでなく, 工業的にも重要な研究課題である⁽⁶⁵⁾。超塑性成形は高温で行うため, 作業性が悪く, また金型の寿命が短くなりコスト高の一因となる。さらに, 表面酸化や添加元素の散逸を妨げる⁽⁶⁶⁾には, できるだけ低温での成形が望ましい。表3に $473\ \text{K}$ ($\approx 0.5T_m$; T_m はマグネシウムの融点) 付近における低温超塑性特性を示した。 $10^{-5}\sim 10^{-4}\ \text{s}^{-1}$ 付近の遅いひずみ速度域での発現が多いが, 著し

図9 マグネシウム合金の高速超塑性挙動⁽²¹⁾⁽²³⁾⁽²⁸⁾⁽³¹⁾⁽⁵²⁾⁽⁵⁸⁾。

図10 マグネシウム合金基複合材料の高速超塑性挙動⁽²⁸⁾⁽⁴⁴⁾⁽⁴⁵⁾⁽⁴⁷⁾⁽⁴⁹⁾⁻⁽⁵¹⁾。

表3 マグネシウム系材料の低温超塑性挙動.

材 料	結晶 粒径 $d/\mu\text{m}$	温度 T/K	融点換 算温度 T/T_m^*	ひずみ 速 度 $\dot{\epsilon}/\text{s}^{-1}$	破断 伸び $e_f(\%)$	参考 文献
MA8	0.3	453	0.49	5×10^{-4}	>250	27
EA55	—	473	0.51	1×10^{-4}	450	23
AZ91	1.0	473	0.51	6×10^{-5}	661	19
ZK60	3.4	473	0.51	1×10^{-4}	348	67
ZK60	6.5	473	0.51	2.6×10^{-6}	444	31
ZK60/SiC/17p	1.7	463	0.50	4×10^{-3}	350	68
ZK61	0.5	473	0.51	1×10^{-2}	283	33
ZK61	0.5	473	0.51	1×10^{-3}	659	33

* T_m : マグネシウムの融点(924 K)

く結晶粒径を微細化した材料では 10^{-2} s^{-1} でも大きな伸びが得られている⁽³³⁾.

(3) 変形機構と構成方程式

超塑性領域においては粒界すべりが伸びに大きく寄与していることが、組織観察結果からも明らかになっている⁽¹²⁾⁽¹⁶⁾⁽²⁶⁾⁽⁶⁹⁾. 伸びに対する粒界すべりの寄与は、例えば MA8(Mg-1.5%Mn-0.3%Ce) の場合、75%と推定されている⁽²⁶⁾.

高温変形の挙動を記述する構成方程式は、次式で表される⁽⁷⁰⁾.

$$\dot{\epsilon} = A \left(\frac{Gb}{kT} \right) \left(\frac{b}{d} \right)^p \left(\frac{\sigma}{G} \right)^n D \quad (1)$$

ここで、 $\dot{\epsilon}$ はひずみ速度、 A は定数、 G は剛性率、 k はボルツマン定数、 T は温度、 b はパーガース・ベクトル、 σ は流動応力、 n は応力指数($=1/m$)、 d は結晶粒径、 p は粒径指数、 $D (=D_0 \exp(-Q/RT))$; D_0 は振動数項、 Q は活性化エネルギー)は拡散係数である. しきい応力(σ_0)を考慮に入れる場合、 σ は $(\sigma - \sigma_0)$ で代用される. n, p, D は支配的な変形機構に対応して、固有の値になる⁽⁷¹⁾. 超塑性変形における各値の典型的な値として、 $n=2(m=0.5)$, $p=2 \sim 3$, また活性化エネルギーは格子拡散(Q_L)あるいは粒界拡散(Q_{gb})のいずれかに近い値が報告されている. 図2のグラフの傾きより粒径指数 p を見積もることができ、その値はほぼ3となる. この粒径指数は、しばしば、粒界拡散律速の粒界すべりの機構に関連づけられる⁽⁶⁴⁾. 実際、 $10 \mu\text{m}$ 以下の微細な結晶粒径を有する擬単相マグネシウム合金の場合、マグネシウムの粒界拡散の活性化エネルギーに近い値が報告されている⁽¹²⁾⁽¹⁷⁾⁽²¹⁾⁽³¹⁾. マグネシウム合金を含む金属材料の超塑性挙動は、転位のすべり運動を付随調整機構とする粒界すべりのモデルと一致することが指摘されている⁽⁶⁴⁾⁽⁷²⁾⁽⁷³⁾.

図11に、 $10 \mu\text{m}$ 以下の結晶粒径を有する擬単相マグネシウム合金に関して、結晶粒径とマグネシウムの粒界拡散係数(D_{gb})⁽⁷⁴⁾で補正したひずみ速度と、しきい応力と剛性率で補正した流動応力の関係を示した. 全ての材料は、一本の直線

図11 微細結晶粒材における超塑性構成方程式⁽¹²⁾⁽²⁰⁾⁽²¹⁾⁽²⁶⁾⁽³⁰⁾⁽³¹⁾.

で表現できることが明らかである. 図11より式(1)の指数が求まり、微細粒材料の超塑性変形挙動は次式で近似できる.

$$\dot{\epsilon} = 2 \times 10^5 \left(\frac{Gb}{kT} \right) \left(\frac{b}{d} \right)^3 \left(\frac{\sigma - \sigma_0}{G} \right)^2 D_{gb} \quad (2)$$

特筆すべき点は、この構成方程式は高速超塑性の挙動も低温超塑性の挙動も記述している点である. すなわち、高速超塑性も低温超塑性も粒径の微細化の効果のみで発現していることを示唆している. アルミニウム系材料の高速超塑性においては、微量の液相が粒界に存在し、粒界すべりの不随調整機構の補助として働くことが認められている⁽⁷⁵⁾. しかしながら、マグネシウム系材料に関しては、液相の無い状態でも高速超塑性が得られている. マグネシウム合金の粒界拡散係数が、アルミニウムと比較して大きいこと、付随調整機構補助が必ずしも必要でないことを示唆している.

5. 粗大結晶粒材における高延性

図3において粗大粒材でも高延性が得られることが示唆された. 約 $50 \mu\text{m}$ 以上の結晶粒径の固溶体マグネシウム合金において高延性が得られる領域では、 m 値が0.33に近く、Class I 合金⁽⁷⁶⁾のクリープ挙動と一致することから、転位の粘性すべりが変形を支配していると考えられている. 粗大粒材においても高延性を発現するため、結晶粒を微細化するためのプロセスが不要であることが最大の利点である. これまでマグネシウム固溶体合金における、粗大粒材の高温変形に関しては、クリープ挙動を中心に研究が進められており、延性に関して検討した例は少ない. Mg-Al 二元合金および AZ31 合金の粗大粒材において、300%程度の高延性が発現することが報告されている⁽¹¹⁾⁽¹⁴⁾. 図7に粗大粒材(結晶粒

図12 Mg-Al 粗大粒合金における転位の粘性すべりが支配的な領域の構成方程式⁽¹¹⁾⁽¹⁴⁾⁽⁷⁸⁾。

径：130 μm)における典型的な真応力-真ひずみ曲線⁽¹⁴⁾を示したが、変形初期の降伏現象を示した後の流動応力はほぼ一定の値を示す。

転位の粘性すべりが変形を支配する場合、変形のひずみ速度は粒径に依存しないことが予測され⁽⁷⁶⁾、実験的にもAZ31において確認されている⁽¹⁴⁾。変形の活性化エネルギーは、溶質原子の拡散に近い値が報告されている⁽¹¹⁾⁽¹⁴⁾。

これまでに報告されている Mg-Al 合金に関して、溶質拡散係数(D_s)⁽⁷⁷⁾で補正したひずみ速度を、しきい応力と剛性率で補正した応力に対してプロットしたものは図12に示したが、グラフより得られる構成方程式は、

$$\dot{\epsilon} = 3 \times 10^{-2} \left(\frac{Gb}{kT} \right) \left(\frac{\sigma - \sigma_0}{G} \right)^3 D_s \quad (3)$$

となる。転位の粘性すべり挙動は溶質濃度の影響があるとされているが⁽⁷⁹⁾、図12においては、その有意性は認められない。

6. お わ り に

現在のところ、マグネシウム系材料を用いて工業的に超塑性成形をした例はない。しかし、マグネシウム合金に関して、Tilman ら⁽¹³⁾や Mukai ら⁽⁸⁰⁾により研究室レベルで超塑性ブロー成形の可能性について検討されている。更に、高速超塑性を利用した成形法として、超塑性インジェクション成形⁽⁸¹⁾、および超塑性スピニング成形⁽⁸²⁾が考案され、注目を集めている。このような超塑性変形を利用した新しい成形法の開発は、成形技術の革新をもたらすことが期待される。高速超塑性を発現し得る結晶粒微細化プロセスの低コスト化や、高速超塑性を利用した新しい成形加工プロセスの検討な

ど、超塑性成形の実用化のための研究が今後必要である。

最後に、本解説を執筆する機会を与えて頂いた大阪府立大学工学部 東 健司教授に感謝致します。

文 献

- (1) 武林慶樹, 小池 進: 神戸製鋼技報, **47**(1997), 69.
- (2) 斎藤 研: まてりあ, **38**(1999), 321.
- (3) F. H. Froes, D. Eliezer and E. Aghion: JOM, **50**(1998), 30.
- (4) M. Mabuchi and K. Higashi: Acta Mater., **44**(1996), 4611.
- (5) 岩崎 源, 柳瀬希昭, 森 隆資, 馬淵 守, 東 健司: 粉体および粉末冶金, **43**(1996), 1350.
- (6) T. Mohri, M. Mabuchi, N. Saito and M. Nakamura: Mater. Sci. Eng., **A257**(1998), 287.
- (7) K. Kubota, M. Mabuchi, K. Higashi: J. Mater. Sci., **34**(1999), 2255.
- (8) 日本工業規格, 金属系超塑性材料用語, JIS H 7007.
- (9) U. Draugelates, A. Schram and C.-C. Kedenburg: *Magnesium Alloys and Their Applications*, Ed. by B. L. Mordike and K. U. Kainer, Werkstoff-Informationsgesellschaft mbH, Frankfurt, (1998), 381.
- (10) H. Takuda, S. Kikuchi and N. Hatta: J. Mater. Sci., **27**(1992), 937.
- (11) J. Saeki and M. Otsuka: *Microstructure, Micromechanism and Processing of Superplastic Materials*, Proceedings of IMSP '97, Ed. by T. Aizawa, K. Higashi and M. Tokuda, Mie University Press, Tsu, (1997), 69.
- (12) 渡辺博行, 向井敏司, 石川皓一, 大神田佳平, 高津正秀, 東健司: 軽金属, **49**(1999), 401.
- (13) M. M. Tilman and L. A. Neumeier: RI8662, Bureau of Mines, U.S. Department of the Interior, (1982).
- (14) H. Watanabe, H. Tsutsui, T. Mukai, M. Kohzu and K. Higashi: 投稿中.
- (15) M. M. Tilman, R. L. Crosby and L. A. Neumeier: RI8382, Bureau of Mines, U.S. Department of the Interior, (1979).
- (16) H. Tsutsui, H. Watanabe, T. Mukai, M. Kohzu, S. Tanabe and K. Higashi: Mater. Trans., JIM, **40**(1999), 931.
- (17) J. K. Solberg, J. Tørklep, Ø. Bauger and H. Gjestland: Mater. Sci. Eng., **A134**(1991), 1201.
- (18) 金 塚 洙, 金子純一, 菅又 信: 日本金属学会誌, **56**(1992), 819.
- (19) M. Mabuchi, H. Iwasaki, K. Yanase and K. Higashi: Scripta Mater., **36**(1997), 681.
- (20) M. Mabuchi, K. Kubota and K. Higashi: Mater. Trans., JIM, **36**(1995), 1249.
- (21) M. Mabuchi, T. Asahina, H. Iwasaki and K. Higashi: Mater. Sci. Tech., **13**(1997), 825.
- (22) 佐藤聡之, 金子純一, 菅又 信: 軽金属, **42**(1992), 345.
- (23) S. K. Das, C. F. Chang, D. Raybould, J. F. King and S. Thistlethwaite: *Magnesium Alloys and Their Applications*, Ed. by B. L. Mordike and F. Heumann, DGM Informationsgesellschaft mbH, Oberursel, (1992), 487.
- (24) O. A. Kaibyshev, I. V. Kazachkov and N. G. Zaripov: J. Mater. Sci., **23**(1988), 4369.
- (25) M. G. Zelin, R. Z. Valiev, M. V. Grabski, J. W. Wyrzykowski, H. S. Yang and A. K. Mukherjee: Mater. Sci. Eng., **A160**(1993), 215.
- (26) R. Z. Valiev and O. A. Kaibyshev: Phys. Stat. Sol. (a), **44**(1977), 65.
- (27) R. Z. Valiev, N. A. Krasilnikov and N. K. Tsenev: Mater. Sci. Eng., **A137**(1991), 35.
- (28) T. Imai, S.-W. Lim, D. Jiang, Y. Nishida and T. Imura: Mater. Sci. Forum, **304-306**(1999), 315.

- (29) A. M. Galiyev and R. O. Kaibyshev: *Superplasticity and Superplastic Forming (Supplemental Volume)*, Ed. by A. K. Ghosh and T. R. Bieler, TMS, Warrendale, PA, (1998), 20.
- (30) A.-U. Karim and W. A. Backofen: *Metall. Trans.*, **3**(1972), 709.
- (31) H. Watanabe, T. Mukai and K. Higashi: *Scripta Mater.*, **40**(1999), 477.
- (32) W. A. Backofen, G. S. Murty and S. W. Zehr: *Trans. AIME*, **242**(1968), 329.
- (33) H. Watanabe, T. Mukai and K. Higashi: *Scripta Mater.*, **41**(1999), 209.
- (34) P. Metenier, G. Gonzalez-Doncel, O. A. Ruano, J. Wolfenstine and O. D. Sherby: *Mater. Sci. Eng.*, **A125**(1990), 195.
- (35) G. Gonzalez-Doncel, J. Wolfenstine, P. Metenier, O. A. Ruano and O. D. Sherby: *J. Mater. Sci.*, **25**(1990), 4535.
- (36) 小島 陽, 井上 誠, 丹野 敦: *日本金属学会誌*, **54**(1990), 354.
- (37) K. Higashi and J. Wadsworth: *Mater. Lett.*, **10**(1991), 329.
- (38) K. Higashi, O. D. Sherby, G. Gonzalez-Doncel and J. Wolfenstine: *Superplasticity in Advanced Materials*, Ed. by S. Hori, M. Tokizane and N. Furushiro, The Japan Society for Research on Superplasticity, (1991), 491.
- (39) K. Higashi, K. Kubota and G. Neite: *Magnesium Alloys and their Applications*, Ed. by B. L. Mordike and F. Hehmann, DGM Informationsgesellschaft mbH, Oberursel, (1992), 293.
- (40) 藤谷 渉, 古城紀雄, 堀 茂徳, 久米山寛治: *軽金属*, **42**(1992), 125.
- (41) 藤谷 渉, 東 賢一, 古城紀雄, 馬越佑吉: *軽金属*, **45**(1995), 333.
- (42) D. Lee: *Acta Metall.*, **17**(1969), 1057.
- (43) G. Piatti and T. Stoto: *J. Mater. Sci. Lett.*, **3**(1984), 60.
- (44) S.-W. Lim, T. Imai, Y. Nishida and T. Choh: *Scripta Metall. Mater.*, **32**(1995), 1713.
- (45) M. Mabuchi and K. Higashi: *Phil. Mag. A*, **74**(1996), 887.
- (46) M. Mabuchi, K. Kubota and K. Higashi: *Mater. Sci. Tech.*, **12**(1996), 35.
- (47) T. G. Nieh, A. J. Schwartz and J. Wadsworth: *Mater. Sci. Eng.*, **A208**(1996), 30.
- (48) T. Imai, S.-W. Lim, D. Jiang and Y. Nishida: *Scripta Mater.*, **36**(1997), 611.
- (49) A.-B. Ma, T. Imura, M. Takagi, Y. Nishida, J.-H. Jiang, T. Imai, S.-W. Lim and J.-Q. Jiang: *Mater. Sci. Forum*, **304-306**(1999), 279.
- (50) A.-B. Ma, J.-Q. Jiang, J.-H. Jiang, Y.-S. Sun, Y. Nishida, T. Imai, P.-S. Chen, T. Imura and M. Takagi: *Mater. Sci. Forum*, **304-306**(1999), 285.
- (51) T. Mukai, T. G. Nieh, H. Iwasaki and K. Higashi: *Mater. Sci. Tech.*, **14**(1998), 32.
- (52) A. Uoya, T. Shibata, K. Higashi, A. Inoue and T. Masumoto: *J. Mater. Res.*, **11**(1996), 2731.
- (53) M. Mabuchi, K. Ameyama, H. Iwasaki and K. Higashi: *Acta Mater.*, **47**(1999), 2047.
- (54) H. Iwasaki, H. Hosokawa, T. Mori, T. Tagata and K. Higashi: *Mater. Sci. Eng.*, **A252**(1998), 199.
- (55) K. Higashi: *Mater. Sci. Forum*, **170-172**(1994), 131.
- (56) J. A. Wert, N. E. Paton, C. H. Hamilton and M. W. Mahoney: *Metall. Trans. A*, **12A**(1981), 1267.
- (57) C. C. Bamptom, J. A. Wert and M. W. Mahoney: *Metall. Trans. A*, **13A**(1982), 193.
- (58) 久田伸彦, 菅又 信, 金子純一: *軽金属*, **48**(1998), 375.
- (59) 馬淵 守, 久保田耕平, 東 健司: *粉体および粉末冶金*, **40**(1993), 397.
- (60) 李 斗 勉, 李 俊 瑞, 李 智 煥: *軽金属*, **45**(1995), 391.
- (61) 松山晴俊, 佐野利男, 中村 守: *まてりあ*, **38**(1999), 317.
- (62) 森脇孝治, 渡辺博行, 向井敏司, 高津正秀, 田辺重則, 東健司: 第43回日本学術会議材料研究連合講演会講演論文集, (1999), 135.
- (63) 堀田善治, 古川 稔, T. G. Langdon, 根本 實: *まてりあ*, **37**(1998), 767.
- (64) O. D. Sherby and J. Wadsworth: *Prog. Mater. Sci.*, **33**(1989), 169.
- (65) S. X. McFadden, R. S. Mishra, R. Z. Valiev, A. P. Zhilyaev and A. K. Mukherjee: *Nature*, **398**(1999), 684.
- (66) H. P. Pu, F. C. Liu and J. C. Huang: *Metall. Mater. Trans. A*, **26A**(1995), 1153.
- (67) H. Watanabe, T. Mukai and K. Higashi: *Superplasticity and Superplastic Forming*, Ed. by A. K. Ghosh and T. R. Bieler, TMS, Warrendale, PA, (1998), 179.
- (68) H. Watanabe, T. Mukai, T. G. Nieh and K. Higashi: *Scripta Mater.*, **42**(2000), 249.
- (69) H. Watanabe, T. Mukai and K. Higashi: *Mater. Trans.*, *JIM*, **40**(1999), 809.
- (70) R. S. Mishra, T. R. Bieler and A. K. Mukherjee: *Acta Metall. Mater.*, **43**(1995), 877.
- (71) 及川 洪: *日本金属学会会報*, **32**(1993), 398.
- (72) O. A. Ruano and O. D. Sherby: *Mater. Sci. Eng.*, **56**(1982), 167.
- (73) H. Watanabe, T. Mukai, M. Kohzu, S. Tanabe and K. Higashi: *Acta Mater.*, **47**(1999), 3753.
- (74) H. J. Frost and M. F. Ashby: *Deformation-mechanism maps*, Pergamon press, Oxford, (1982), 44.
- (75) K. Higashi, M. Mabuchi and T. G. Langdon: *ISIJ Int.*, **36**(1996), 1423.
- (76) W. R. Cannon and O. D. Sherby: *Metall. Trans.*, **1**(1970), 1030.
- (77) G. Moreau, J. A. Cornet and D. Calais: *J. Nucl. Mater.*, **38**(1971), 197.
- (78) S. S. Vagarali and T. G. Langdon: *Acta Metall.*, **30**(1982), 1157.
- (79) H. Sato, K. Masada and H. Oikawa: *Aspects of High Temperature Deformation and Fracture in Crystalline Materials*, The Japan Institute of Metals, (1993), 107.
- (80) T. Mukai, H. Tsutsui, H. Watanabe, K. Ishikawa, Y. Okanda, M. Kohzu, S. Tanabe and K. Higashi: *Key Eng. Mater.*, **171-174**(2000), 337.
- (81) 特願平10-303762: マグネシウム素材のスピンニング加工およびその装置.
- (82) 馬淵 守, 中村 守, 相澤龍彦, 東 健司: *まてりあ*, **38**(1999), 301.