

Zn-22 wt %Al 共析合金の室温以下での引張り変形特性

本橋 嘉信*, 柴田 孝夫*

(昭和53年9月8日受理)

Tensile Deformation Characteristics of a Zn-22wt% Al Eutectoid Alloy at Temperatures below Room Temperature

YOSHINOBU MOTOHASHI and TAKAO SHIBATA

Abstract: — The superplastic Zn-Al eutectoid alloys having grain sizes from 0.75 to 3.7 μm are produced by aging at 200°C and their mechanical properties are investigated by means of tensile tests between-196 and 30°C at different strain rates. Microstructural observations are also carried out.

A yield stress increases with increasing grain size at temperatures above 0.4 T_m , where T_m is the melting point. On the other hand, the yield stress increases by reducing the grain size at temperatures below 0.35 T_m .

Principal mode of deformation is grain boundary sliding. At the grain boundaries in a very fine-grained specimen, many voids and cavities appear and grow as the strain increase at temperatures below 0.35 T_m , while in a rather fine-grained specimen, the voids and cavities are less volume than that of the very fine-grained one, and crystallographic slips in the rather fine-grained specimen are active. At temperatures below 0.35 T_m , the total elongation of the rather fine-grained specimen is larger than that of the very fine-grained one.

1 緒言

超塑性状態における変形応力はほとんど全ての超塑性材料において状態式 $\sigma = K \dot{\epsilon}^m$ で良く説明される。ここで σ は塑性流動領域での応力, $\dot{\epsilon}$ は試料のひずみ速度, K は定数, m はひずみ速度感受性指数と呼ばれ材料と変形条件によって決まる定数で超塑性領域ではほぼ, $0.3 < m < 1$ の値をとる。この現象論的状態式の $\sigma - \dot{\epsilon}$ 関係は, 高温での定常クリープにおける指数クリープ則と同型であり, 超塑性の変形様式がクリープのそれと類似であることを類推させる。実際, 超塑性変形の機構として Nabarro-Herring クリープ⁽¹⁾, 粒界すべりとその調節機構として粒界移動^(2~4), 粒界拡散⁽⁵⁾, 動的回復と再結晶^(6,7), 転位の上昇と運動^(4,8~11), Zn 側 β 相の拡散⁽¹²⁾, Al 側 α 相内の優先的すべり⁽¹³⁾, これらの組合せ機構などが提案されてきた。しかしこれらの機構は個々の現象の一面のみを捉えていて, 超塑性現象の統一的説明にはまだ至っていないようである。

さて超塑性材料が実用に供される場合, 塑性加工は超塑性状態 ($T > 0.5 T_m$, T_m : 融点) で行なわれるとしても, 室温近傍の強度特性も不可欠の知見と思われる。さらに超塑性材料が超塑性状態にない変形条件下でどのような変形挙動を示すかを調べることは, 変形機構解明の一助になると思われる。すなわち室温近傍においても粒界すべり等の超塑性変形の様式が残存しているからである^(15,16)。

本報では, 微細結晶粒超塑性材料である Zn-Al 共析合金の室温およびそれ以下の温度領域における変形挙動を, 結晶粒径, 温度, ひずみ速度を因子として調べ, さらに変形前後の試料表面の組織観察を行ない, 超塑性変形の機構とミクロ組織的因子(粒界, 転位等)との関係について, 一知見を得ることを目的とする。

2 実験方法

試料の組成, 作成方法, 形状寸法, 溶体化処理ならびに引張り試験装置, 変形条件などは前報⁽¹⁷⁾と同様であるの

* 茨城大学工学部機械工学科 (日立市中成沢町)

で詳述しない。種々の結晶粒径を持つ試料は、溶体化処理後、200℃のオイルバス中において3, 5, 10, 24, 240 および 480 時間の時効処理を行ない、それぞれ 0.95, 1.0, 1.29, 1.74, 2.65 および 3.7 μm の平均粒径を有する試料を得た。変形後の組織観察は、変形前あらかじめ表面が鏡面仕上げされ、かつ試料軸方向に沿って粒径 0.25 μm のダイヤモンドペーストで引っかき傷をつけて、検鏡の際試料軸方向が判別できるようにした試料を用い、変形後試料表面のカーボンレプリカ像をとって行った。

3 実験結果および考察

3.1 引張り試験

Fig. 1 に粒径 $l = 2.65 \mu\text{m}$ の場合の応力-ひずみ線図を示す。高温の場合、上、下降伏点を示す。このような降伏現象は粒径微細の場合と⁽¹⁷⁾超塑性温度領域^(18,19)ではみられなかった特徴であり、変形様式が温度、粒径に依存することを示唆している。また Zn-22Al-1Cu-0.2Mg 超塑性合金でも上、下降伏点を示すことが知られており⁽²⁰⁾、降伏現象は添加元素にも影響される。このように降伏現象は、粒径、温度、ひずみ速度に依存するので、降伏応力の比較をする場合、降伏現象を示す場合は、下降伏応力を、また示さない場合は降伏後、流動状態になった応力を降伏応力として採用することにする。

Fig. 2 に降伏応力 σ_y と温度 T の関係を粒径を因子として示した。粒径が微細の場合、 σ_y の温度依存性は非常に大きい、粒径の増大とともに温度依存性は減少し、 $l > 2.5 \mu\text{m}$ では σ_y は温度にほとんど依存しなくなる。 σ_y と l の関係は $0.35 \sim 0.4 T_m$ ($-10 \sim 30^\circ\text{C}$) を境界にして異なり、 $T < 0.35 T_m$ では l が大きいほど σ_y は小さい。逆に $T > 0.4 T_m$ では l が大きいほど σ_y も大である。このような降伏応力の粒径依存性は、Ball⁽¹⁸⁾らによって得られた流動応力と粒径との関係に非常に類似している。一般に超塑性状態では粒径が微細なほど変形応力は小さい^(21~23)。従って Zn-Al 共析合金は $0.35 T_m$ 以下の温度領域ではほとんど超塑性特性を失っていると考えられる。

上述のように降伏領域では粒径、温度などの違いにより上、下降伏点を示す場合とそうでない場合がある。そこで変形応力として、ひずみ 6.0% の応力 $\sigma_{6.0}$ と粒径、温度等との関係を調べてみる。このひずみ 6.0% は実験した全ての試料について、降伏後安定な流動変形状態に

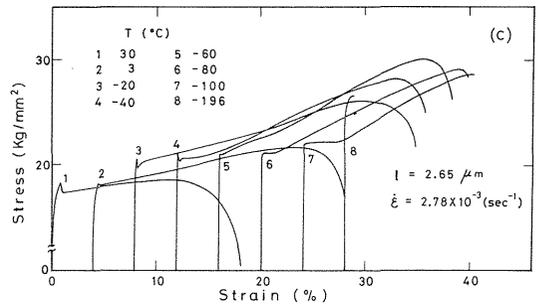


Fig. 1 Nominal stress-strain curves for Zn-Al eutectoid alloys deformed at various temperatures.

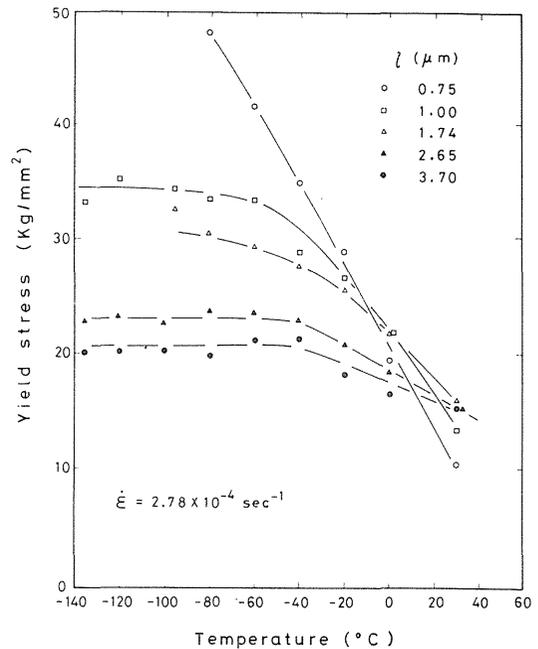


Fig. 2 The variation of yield stress with temperature at a strain rate of $2.78 \times 10^{-4} \text{ sec}^{-1}$ for the five grain sizes indicated.

あると考えられるひずみ領域内にある。

Fig. 3 に $\sigma_{6.0}$ と l を $\sigma_{6.0} - l^{-1/2}$ の関係でプロットした。ひずみ速度に依存するが、0℃以下の温度領域ではほぼ直線関係にあり Hall-Petch の関係が成立しているように思われる。30℃以上では直線関係からのはずれが大きくなり、さらにこう配が負、すなわち l が小さいほど $\sigma_{6.0}$ が小さくなる。超塑性状態では $\sigma \propto l^a$ で $a = 1$ 、または $a = 0.7 \sim 1.2$ ($\dot{\epsilon} = 10^{-4} \sim 10^{-1} \text{ min}^{-1}$)⁽³⁾ であるのと比較して、0℃以下の $\sigma - l$ 関係は一般の

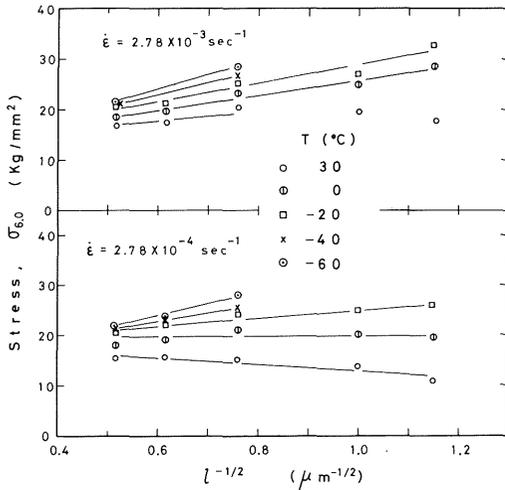


Fig. 3 The flow stress of Zn-Al eutectoid alloy as a function of grain size at various temperatures.

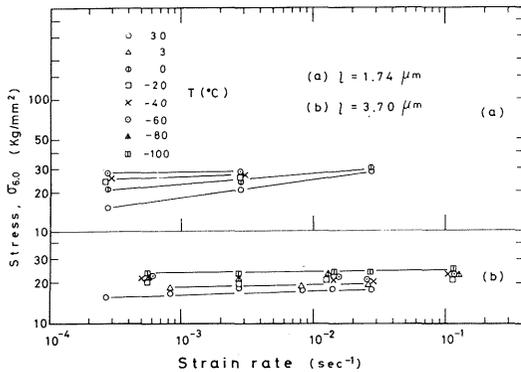


Fig. 4 The flow stress-strain rate behavior of Zn-Al alloy at various temperatures and for two different grain sizes.

多結晶材料と同様の粒径依存性を示し超塑性特性を失っていると考えられる。Fleck⁽²⁴⁾らは同様な粒径依存性をCu系超塑性合金について室温で観察しており、さらに超塑性状態では経験式として簡単に表わせないが室温と逆の粒径依存性を示すことを報告している。すなわち温度の低下にともなり変形力力の粒径依存性の逆転は微細粒超塑性材に共通した現象と思われる。

次に σ と $\dot{\epsilon}$ を $\log \sigma - \log \dot{\epsilon}$ の関係でFig. 4に示した。直線関係がみられ、経験的に超塑性の状態式

$$\sigma = K \dot{\epsilon}^m$$

が成立していると考えられる。すなわち室温以下の低温領域においても超塑性状態での $\sigma - \dot{\epsilon}$ 関係が成り立つよ

うである。ここで直線群のこう配 m は T と l に依存している。そこでFig. 5に温度を因子として m 直と粒径の関係を示した。 m 値は l が小さいほどまた温度が高いほど大きい。一般に超塑性状態では $m > 0.3$ であって m が大きいほど超塑性的であり、また m は粒径が微細なほど大きい^(25,26)が、本材料はこのような傾向が低温領域でも保存されているようである。(m 値はかなり小さいが)

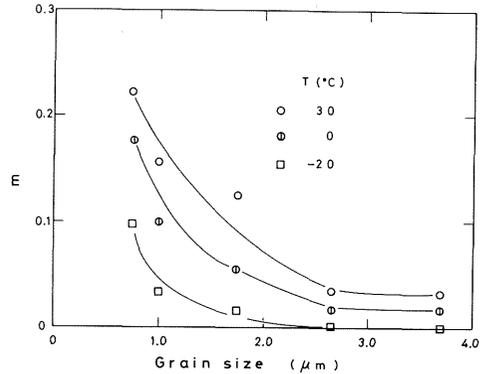


Fig. 5 Dependence of strain rate sensitivity (m) on grain size at various temperatures.

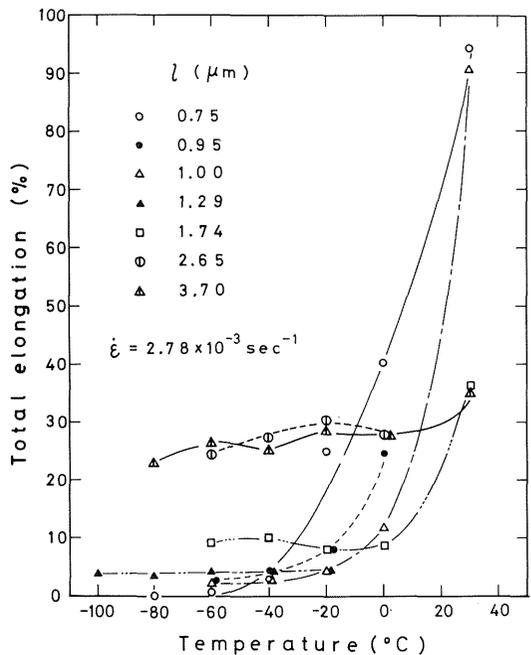


Fig. 6 The total elongation as a function of temperature for various grain sizes.

次に Fig. 6 に粒径を因子として温度と全伸び量の関係を示した。30℃の場合、 l が小ほど伸びは大きく、 $l < 1.00 \mu\text{m}$ では超塑性的である。Naziri⁽²⁷⁾ らは $l \sim 0.6 \mu\text{m}$ の Zn-0.4% Al 合金について室温で $\sim 500\%$ の伸びを観察し、 m 値は ~ 0.5 になると報告しており、微細粒径試料は室温でも大きな伸びを示す。また加藤⁽²⁸⁾ も常温で最大伸びが l に大きく依存する結果を示している。さて変形温度が低下するにしたがい、粒径の小さい試料の伸びは急激に減少する。一方、粒径の大きい ($l > 2.6 \mu\text{m}$) 試料では全伸び量は温度にあまり依存せず、また伸び量も小さく 30℃ 以下の温度領域では非超塑性的である。しかし高温では粗大粒径の試料も超塑性を示すことが知られている^(29,30)。全伸び量の粒径依存性は変形応力の場合と同様に、0℃ 付近を境にして逆の依存性を示すのが特徴である。

以上述べたように、室温近傍の温度領域では粒径の違いにより変形応力、全伸び量、変形曲線の形状、 m 値などが異なり、変形の律速過程、様式が高温において粒径微細試料に対して観察された粒界すべりなどとは、いくらか違うこと示唆している。そこで変形後の組織観察を行ない、粒径などの違いによる変形様式の変化を調べよう。

3.2 組織観察

微細粒径試料 ($l = 0.75 \mu\text{m}$) の場合は前報⁽¹⁵⁾で述べたので、ここでは粒径が比較的大きい ($l = 1 \sim 4 \mu\text{m}$) 試料の引張変形後の表面模様を観察した結果について述べる。Photo.1 (a) - (c) は試験温度 -40°C 、初期ひずみ速度 $5.56 \times 10^{-4} \text{ sec}^{-1}$ で変形後の試料表面レプリカ像である。塑性伸びひずみ 10% の変形後である。矢印の方向が試料軸方向に一致する。

粒界すべりは引張り方向に対して主に垂直方向の粒界で優勢であり、平行方向の粒界では大きな段差は観察されない。粒径の大小にかかわらず粒界すべりが発生しているが、粒径が小さい試料ほど同一ひずみ量に対する粒界すべりの割合は多い傾向にある。また粒界に沿ってポイドが観察されるが、この発生原因は前報⁽¹⁵⁾でも述べたようにジョグを持つ粒界のすべりに基づくものと思われる。このようなポイドの発生は Al 多結晶の場合極低温でも観察されるが⁽³¹⁾、さらに高温変形の場合でも変形速度の速いときに観察されている^(32,33)。すなわち粒界すべりによって必ずポイドが発生するが、これの成長いかんはポイドを埋める調節機構が十分であるかどうかによって異なる。Naziri⁽²⁷⁾ は室温でも $\dot{\epsilon}$ の小さい ($\dot{\epsilon} \sim 10^{-5} \text{ sec}^{-1}$) 場合、

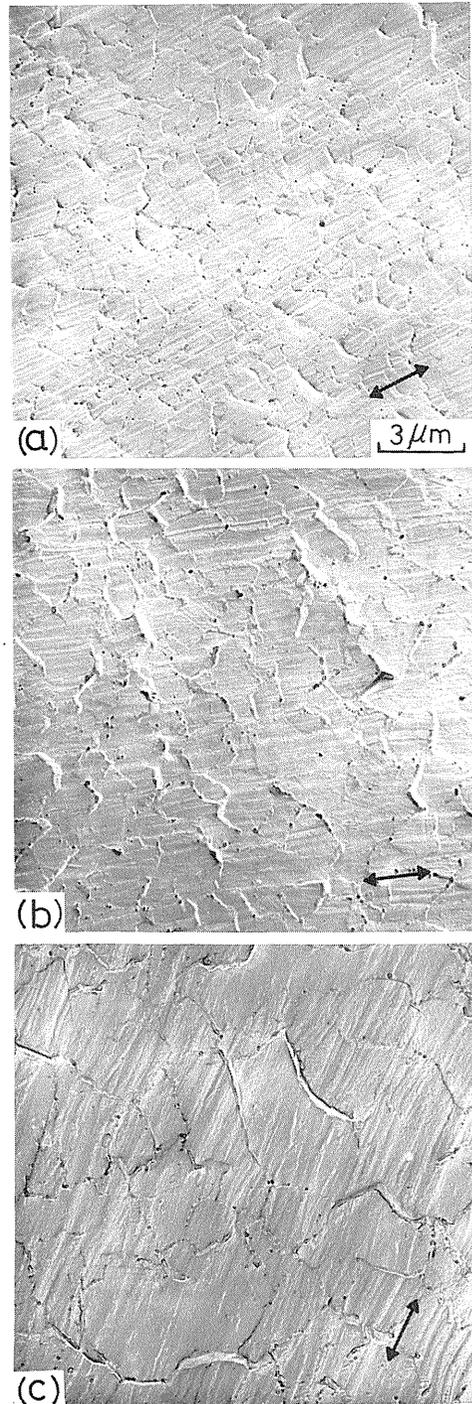


Photo. 1 Change of microstructure during tensile testing at -40°C and at a initial strain rate of $5.56 \times 10^{-4} \text{ sec}^{-1}$ of Zn-Al eutectoid alloys.
(a) $l = 1.00 \mu\text{m}$, (b) $l = 1.29 \mu\text{m}$, (c) $l = 3.70 \mu\text{m}$.

変形中ボイドの発生がないことを観察している。また松木⁽³⁴⁾らは粒径の大きいほどボイドの発生が顕著であるとしているが、著者らの結果では微細粒径のときは比較的高温でもボイド、空隙の発生が顕著であるが、⁽¹⁵⁾粒径の大きい試料の場合そのような空隙の発生は非常に少ない。また、多数の結晶粒の表面に明瞭なすべり線が観察される。これらすべり線の発生した結晶粒は粒径の小さい試料ほど多量に観察されるが、これは粒径が大きいほど結晶粒内すべりが不活発なのではなく、むしろ逆に粒径の大きい場合ほとんどの結晶粒で結晶学的すべりが生じるため、表面に抜け出たすべり線が非常に微細となって観察しにくくなっているためと思われる。粒径 $\ell = 3.70 \mu\text{m}$ の試料(写真(c))を 1.00 および $1.29 \mu\text{m}$ の試料と比較してみると、同じひずみ量に対して粒界すべり量の割合が $3.70 \mu\text{m}$ の試料のほうが小さい。これは全ひずみ量に対する粒界すべりの寄与する割合が減っている、すなわちその分だけ他の変形機構が活動していることになるが、このような低温では結晶学的すべりの可能性が最も強い、すなわち粒径が増すとともに各結晶粒内での転位の活動が活発になっていると考えられる。一般に融点の半分以上の超塑性温度では粒界すべりが主要な変形様式であり、これを調節する粒界移動等が主な律速機構と考えられている。しかし変形温度が低くなると、粒界移動、連続的再結晶、転位の上昇運動、拡散クリープなどの拡散機構と関係の深い調節機構は不活発となり、粒界すべりによって生じた粒界のボイド、空隙が変形の進行とともに発達し大きな伸びを示さなくなる。しかし結晶粒径の大きいものほど低温での全伸び量が大きい結果が得られたのは、前述のように粒径の大きい試料ほど、結晶粒内での転位の運動が活発となり、温度の低下に伴う粒界すべり量の減少を、粒内変形の増加で補っているのが一因と考えられる。結局、室温以下の低温では粒径が微細な場合、粒界すべりが高温と同様に主要な変形様式であるが、粒径が増大するにしたがい粒内での結晶学的すべりが粒界すべりに重畳するようになり、その結果⁽³⁵⁾全伸びは粒径の大きいほど大きくなる。Frommeyer は共晶合金についても室温で粒内すべりと粒界すべりの発生を観察している。

以上の結果を実用材料として応用する見地から考えると、 30°C では粒径が微細な場合 ($\ell < 1 \mu\text{m}$)、全伸び量は大きくまた変形応力も比較的小さいため塑性加工に好適と思われるが、加工後組織はボイド、空隙を含むため、これらの欠陥を取り除くための二次的処理(熱処理)が

必要であろう。また微細粒径のほうがぜい化遷移温度が高いことも⁽³⁶⁾考慮する必要がある。

0°C 以下の温度では粒径の大きい ($\ell > 2.6 \mu\text{m}$) 試料のほうが変形応力は微細粒径試料より小さいが、全伸び量は高々25%程度であり塑性加工には適当でない。しかし熱的安定性は粒径の大きいほうが広い温度範囲にわたって変形応力、全伸び量ともほぼ一定なのでよいように思われる。Naziri⁽²⁸⁾ は粒径が $\sim 5 \mu\text{m}$ で安定な組織になるとしているが、本材料の場合、 $\ell \sim 3 \mu\text{m}$ でもかなり安定である。

4 結 言

Zn-Al 共析超塑性合金の室温以下の温度領域における機械的性質を結晶粒度、変形温度、ひずみ速度を因子として調べ、また変形後の組織観察を行ない以下の結果を得た。

(1) 降伏応力 σ_y の粒径依存性は $0.35 \sim 0.4 T_m$ を境界にして異なり、温度 T が $T < 0.35 T_m$ では粒径 ℓ が小さいほど、また $T > 0.4 T_m$ では ℓ が大きいほど σ_y は大きい。 $\ell > 2.5 \mu\text{m}$ では σ_y は T にほとんど依存しない。また $T < 0.35 T_m$ では $\sigma_y - \ell$ 関係は Hall-Petch の関係に近づく傾向にある。

(2) 全伸び量の粒径依存性は σ_y の場合と同様に、 0°C 付近を境界にして異なり、 $T > 0.36 T_m$ では ℓ の小さいほど、 $T < 0.35 T_m$ では ℓ の大きいほど伸びは大きい。 $\ell > 2.0 \mu\text{m}$ では伸びは T にあまり依存しない。

(3) 30°C 以下の低温領域においても、 $\sigma = K \dot{\epsilon}^m$ が成り立つ。ここで m 値は粒径および温度に依存し、粒径が大きいほどおよび温度が低いほど小さい。

(4) 室温以下の温度領域でも主要な変形様式は粒界すべりである。微細粒径 ($\ell < 1 \mu\text{m}$) の場合は粒界すべりによって生じたボイド、空隙がクラックに発達して、 -20°C 以下の低温では極端に伸びが減少する。一方、粒径の増加に伴ない、結晶粒内の変形量が増加し、温度の低下に伴う粒界すべり量の減少を補って、比較的大きな伸びを示すと思われる。

考 参 文 献

- 1) Averry, D.H., and W.A. Backofen, Trans. ASM, 58, 551 (1965).

- 2) 竹岡健治, D.Oelschlagel, 和泉修, 日本金属学会誌 **35**, 780 (1971).
- 3) Holt, D.L., Trans. Metallur. Soc. AIME, **242**, 25 (1968).
- 4) Packer, C.M., R.H. Johnson and O.D. Sherby, Trans. Metallurg. Soc. AIME, **242**, 2485 (1968)
- 5) Gifkins, R.C., J. Inst. Metals, **95**, 373 (1967)
- 6) Alden, T.H., Acta Metallurg., **17**, 1435 (1969).
- 7) Hayden, H.W., S. Floreen and P.D. Goodell, Metallurg. Trans., **3**, 833 (1972).
- 8) Vaidya, M.L. K.L. Murty and J.E. Dorn, Acta Metallurg., **21**, 1615 (1973).
- 9) Melton, K.N., J.W. Edington, J. S. Kallend and C.P. Cutler, Acta Metallurg., **22**, 165 (1974),
- 10) Chaudhari, P., Acta Metallurg., **15**, 1777 (1967)
- 11) 松木賢司, 上埜安英, 山田正夫, 日本金属学会誌 **38**, 219 (1974).
- 12) Maziri, H. and R. Pearce, J. Inst. Metals, **101**, 197 (1973).
- 13) Melton, K.N. and J.W. Edington, Scripta Metallurg., **8**, 1141 (1974)
- 14) Gifkins, R.C., Scripta Metallurg., **7**, 27 (1973).
- 15) 本橋嘉信, 柴田孝夫, 軽金属, **23**, 549 (1973).
- 16) Nuttall, K., J. Inst. Metals, **100**, 114 (1972).
- 17) 本橋嘉信, 柴田孝夫, 軽金属, **23**, 541 (1973).
- 18) Ball, A., and M.M. Hutchison, Metal. Sci. J., **3**, 1 (1969).
- 19) 本橋嘉信, 柴田孝夫, 軽金属, **25**, 286 (1975).
- 20) Loosemore, G.R., and P.M. Williams, Scripta Metallurg., **8**, 383 (1974).
- 21) Lee, D., Acta Metallurg., **17**, 1057 (1969).
- 22) Lee, D., and W.A. Backofen, Trans. Metallurg. Soc., AIME, **239**, 1034 (1967)
- 23) Schadler, H.W., Trans. Metallurg. Soc., AIME. **242** 1281 (1968).
- 24) Fleck, R.G., and D.M.R. Taplin, J. Mater. Sci., **8**, 1052 (1973).
- 25) Marder, A.R., Trans. Metallurg. Soc., AIME, **245**, 1337 (1969).
- 26) 平野敏幸, 山口正治, 山根寿己, 日本金属学会誌, **38**, 703 (1974).
- 27) Naziri, H., and R. Pearce, Acta Metallurg., **22**, 1321 (1974).
- 28) 加藤光治, 河合栄一郎, 六碓賢亮, 宮川松男, 日本金属学会誌, **38**, 539 (1974).
- 29) Griffiths, P., and G. Hammond, Acta Metallurg., **20**, 935 (1972).
- 30) Padmanabhan, K.A., Scripta Metallurg., **7**, 787 (1973).
- 31) Chin, G.Y., W.F. Hosford, Jr., and W.A. Backofen, Trans. Metallurg. Soc. AIME, **230**, 437 (1964).
- 32) Sagat, S., P. Blenkinsop, and D.M.R. Taplin, J. Inst. Metals, **100**, 268 (1972).
- 33) Dunlop, G.L., E. Shapiro, D.M.R. Taplin and J. Crane, Metallurg. Trans., **4**, 2039 (1973).
- 34) 松木賢司, 山田正夫, 日本金属学会誌, **37**, 448 (1973).
- 35) Frommeyer, G., and G. Wassermann, Z. Metallkde., **65**, 571 (1974).
- 36) 本橋嘉信, 材料, **25**, 45 (1976).