

固溶体硬化型合金の高温変形と熱間加工性

堀内 良*

Journal of Japan Institute of Light Metals, Vol. 51, No. 12 (2001), pp. 666-674

High temperature deformation in solid solution alloys and hot workability of aluminum alloys

Ryo HORIUCHI*

1. はじめに

軽金属学会賞をいただき大変光栄に存じます。御礼をかねてこれまでの研究のいくつかをとりまとめて表題のような解説とさせていただきます。私自身が古くなっていますから研究報告をした時期もかなり古いものですが、基礎的理解を深めようとした研究は現在でもあまり色あせず、それなりの示唆を含んでいると手前みそながら考えています。ただしこれらの研究は私がやったというより私の研究室で行ったというべきもので、吉永九州大学名誉教授、金子日本大学教授、大塚芝浦工業大学教授等の若き日の労作でもあります。

2. 固溶体合金の高温降伏現象^{1)~4)}

図1はさまざまなアルミニウム合金について500°Cで引張

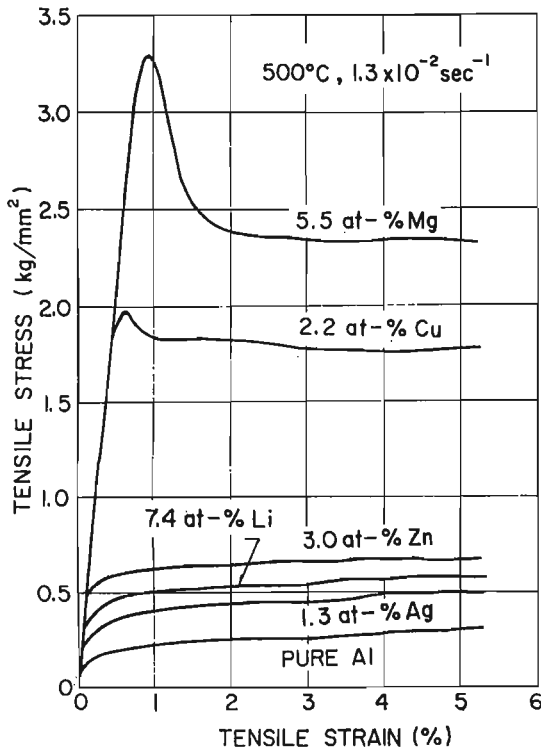


図1 種々のアルミニウム合金の500°Cにおける応力-ひずみ曲線

試験をしたときの応力-ひずみ曲線である。合金組成はこの試験温度では単相の固溶体である。Al-Mg合金とAl-Cu合金では特異な加工軟化現象を示す応力-ひずみ曲線となっている。曲線の形状から高温降伏現象と名づけたが、これが明瞭なAl-Mg合金とAl-Cu合金は原子半径の差異が10%程度と大きく、寸法因子として固溶硬化作用が大きい合金元素を比較的多量に含み、変形応力も高い合金である。

図2は多結晶試料と単結晶試料の応力-ひずみ曲線を示したもので、 $\sigma = 2\tau$, $\epsilon = 2\gamma$ とすれば応力-ひずみ曲線はほぼ同一となり、この現象には粒界の大きな寄与はない。また単結晶試料は引張変形後も単結晶状態を保ち、動的再結晶の関与もない。

このような降伏現象の出現域は試験温度とひずみ速度に依存し、ひずみ速度が 10^{-4} s^{-1} と低いときは300°C程度の温度から出現し、ひずみ速度を100倍にすると450°Cに上昇する。より定量的には温度補償をしたひずみ速度にあたる Zener-Hollomon パラメータ $Z = \dot{\epsilon} \exp(Q/RT)$ で示すと $Q = 140 \text{ kJ mol}^{-1}$ で Z の値が $3 \times 10^8 \text{ s}^{-1}$ 以下が出現域となることも実験的に知ることができる。したがって 10^{-3} s^{-1} の引張試験では350°C以上となり、工業的な熱間加工のひずみ速度 1 s^{-1} では550°C以上と融点に近づいてしまう。逆にクリープのよう

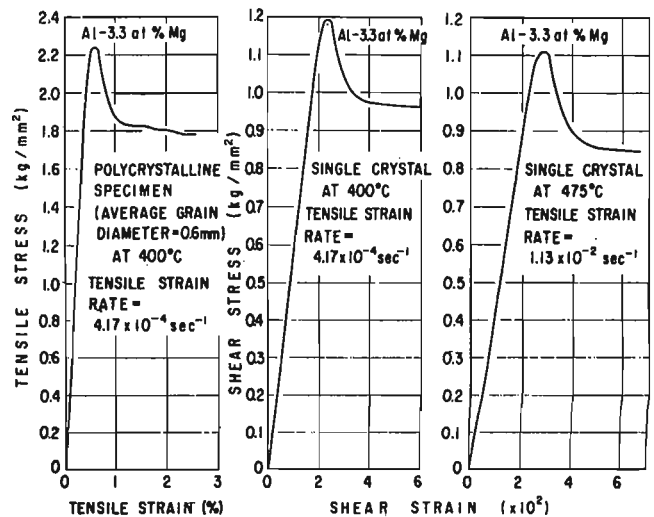


図2 単結晶試料と多結晶試料の応力-ひずみ曲線

* 東京大学名誉教授, 宇宙科学研究所名誉教授 (〒270-1424 千葉県白井市堀込)。
受理日: 平成13年7月23日

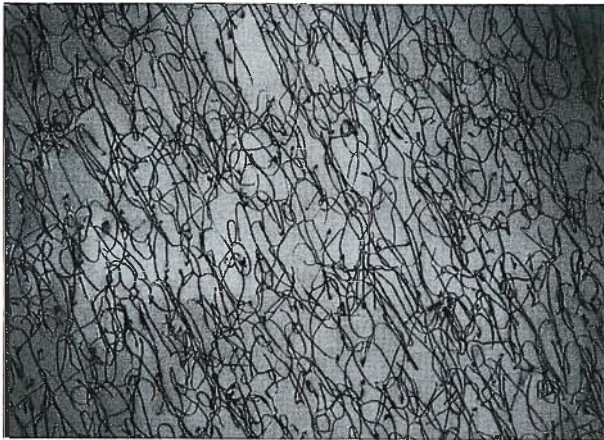


図3 温度359°C, 応力4.8 kgf/mm²でクリープ変形させたAl-5.1 at%Mg合金の転位構造

な小さなひずみ速度, たとえば10⁻⁸s⁻¹では150°C以上であればこの現象が出現する。

高温降伏現象の出現域でのクリープ試験から定常クリープ速度 $\dot{\epsilon}_s$ の温度, 応力依存性は次のようになる。

$$\dot{\epsilon}_s = A\sigma^n \exp(-Q/RT) \quad (1)$$

$$n=3 \quad Q=140 \text{ kJ mol}^{-1}$$

なおAは定数で, 合金元素の濃度に依存する。

固溶体硬化が大きな合金では溶質原子は転位の周囲に弾性的相互作用によって Cottrell 雰囲気を形成する。高温で溶質原子の拡散速度が転位の運動速度に比して充分大きくなると転位は Cottrell 雰囲気を引きずりながら運動する形になる。この場合転位の運動速度は応力に比例する粘性的運動となることが Cottrell と Jaswon⁵⁾によって解析されている。この結果は速度 v で運動させるに必要な応力は刃状転位に対しては次式で与えられる。

$$v_c = (DkT/68NC_0G^2e_b^2R_m^6b)\tau \quad (2)$$

ここでDは合金中での溶質原子の自己拡散係数, kはボルツマン定数, Nは単位体積当たりの全原子数, C₀は溶質濃度, Gは剛性率, e_bは原子寸法因子, R_mは溶媒原子半径, τは転位に働くせん断応力である。この式ではほぼ定数とみなせるものをまとめてKで示し, $D = D_0 \exp(-Q_d/RT)$ とすれば, (3)式のように書くことができる。

$$v_c = K\tau \exp(-Q_d/RT) \quad (3)$$

らせん転位に対しても, (3)式と同様な関係が成り立つがKの値は刃状転位に比べて数十分の一になる。したがって同一応力の下ではらせん転位は刃状転位の数十倍の速度で運動する。

結晶内部の転位が近似的に純粋な刃状転位とらせん転位とからなっているとすれば, それぞれの転位密度を ρ_c, ρ_s として, 全転位密度は $\rho = \rho_c + \rho_s$ で与えられる。転位がループ状に形成されるとすれば $\rho_c/\rho_s = v_s/v_c$ であるから $\rho = \rho_c(1 + \rho_s/\rho_c) = \rho_c(1 + v_c/v_s)$ で, この場合 $v_c \ll v_s$ であるから $\rho = \rho_c$ となる。転位の運動として見たせん断ひずみ速度 $\dot{\gamma}$ は

$$\dot{\gamma} = \rho_c v_c b + \rho_s v_s b = \rho_c v_c b \{1 + (\rho_s/\rho_c)(v_s/v_c)\} = 2\rho_c v_c b = 2\rho v_c b \quad (4)$$

$\sigma = 2\tau, \epsilon = \gamma/2$ として(3)式を(4)式に代入すれば

$$\dot{\epsilon}_s = K'\sigma_c \rho \exp(-Q_d/RT) \quad (5)$$

ここに $K' = Kb/2$ である。

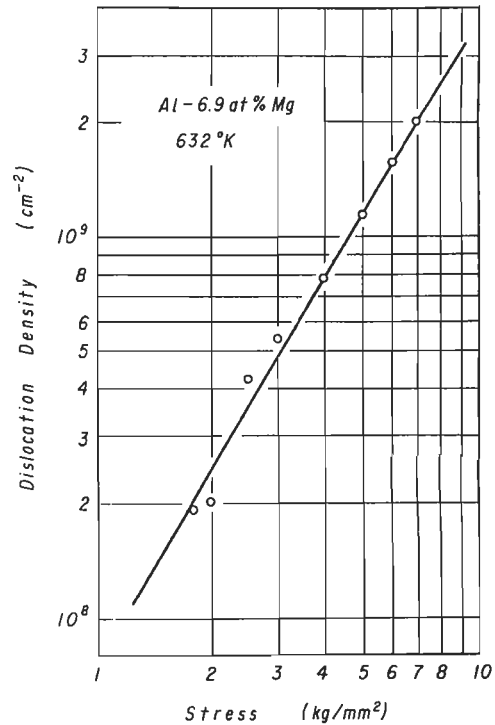


図4 Al-6.9 at%Mg合金の定常クリープにおける転位密度の応力依存性

(1)式と(5)式を比較すると, $Q = Q_d$ となっているから, $\rho \propto \sigma^2$ および $\sigma = \sigma_c$ の関係が成立すれば理論式と実験式はよく一致することになる。このため電顕観察による転位密度の測定を行った。図3はAl-5.1 at%Mg合金について温度359°C, 応力4.8 kgf/mm²の条件でクリープ変形させた場合の転位構造を示したもので, 定常クリープ領域では転位構造はひずみに依存せずほぼ同様な組織が観察される。また純金属の高温クリープ組織としてよく知られているような転位のセル構造も認められず, 転位は粒内, 粒界近傍のいずれにおいても一様に分布している。応力を変化させたこのような多くの写真から転位密度を求め, 応力と転位密度の関係を両対数にプロットしたものが図4で, この勾配から $\rho \propto \sigma^2$ の関係が満たされていることを知ることができる。また転位の増殖はひずみに比例し, 消滅速度が刃状転位の上昇によって定まるとして, 写真から知られるような転位の一様分布を考えると転位密度が応力の2乗に比例することを導出することも容易である。

このように転位が溶質雰囲気を引きずる粘性的運動をする場合, 引張試験では焼なまし状態の運動転位密度の低い状態から出発するから, 初めは引張ひずみに対し少数の転位が高速に運動することが必要となるため変形応力が高くなるが, 転位密度の増加とともに運動速度が低下し, したがって変形応力も低下するJohnstonタイプの加工軟化現象として高温降伏現象を理解することができる。このことを確認する意味で引張試験中に引張速度を急変させる試験を行った結果を図5に示した。これは比較的高速の引張速度で引張試験を行い, 転位密度の高くなった状態から引張速度を1/20に減少させると応力-ひずみ曲線は②のように転位密度の減少に対応して加工硬化のような形で変形応力が増加する。図中の①は焼なましした試料をこの引張速度で試験したもので転位密度

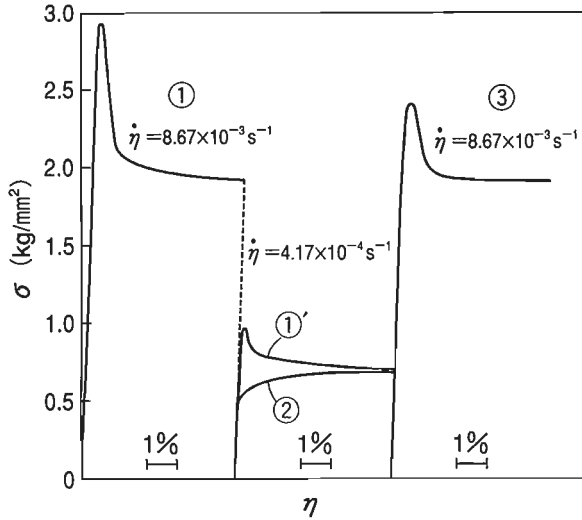


図5 Al-5.5 at% Mg合金の500°Cでの引張試験における引張速度を急変した場合の応力-ひずみ曲線 (図中の①'は比較のために別の焼なまし試料を始めからこの速度で引張試験したもの)

の増加に対応した加工軟化-高温降伏を示している。引張速度を急増させて初めの速度に戻した場合は転位密度の増加に対応する降伏現象が現れている。

転位が溶質原子の雰囲気を引きずる粘性運動をする状態は単結晶の引張変形の際の方位変化についてもこれまで教科書で学んだものとはかなり異なる状況が現れる。教科書の知識は分解せん断応力が最大となるすべり系が主すべり系となり、引張変形により試料軸が主すべり方向に向かって回転すると

するもので、この種の実験結果は加工硬化が進んだ状態でもよく保たれる。したがって二次すべり系も主すべり系におとらず硬化していることを示している。しかし転位の粘性運動が変形を律速する場合、分解せん断応力が最大の主すべり系以外に二次すべり系もそれに作用するせん断応力に応じた活動が予測される。これを実験的に確かめた結果が図6でAl-3% Mg合金単結晶の高温変形では多重すべりの活動によって主すべり系のみ活動による方位変化とは異なった方位変化を示している。図中の(h)は室温の引張変形による方位変化で、これは教科書どおりの主すべり系の優先的活動による方位変化となっている。

3. Al-Mg合金に対するZn添加の軟化作用⁶⁾

図7はAl-3% Mg合金に対して第3元素としてZnを添加することにより高温の変形応力が低下する固溶軟化作用を示した。この軟化作用はZn 1 at%当たり約4%の応力低下となっている。Al-Mg合金の変形応力は前述のようにMg原子の雰囲気を引きずる粘性抵抗によると考えられるので、Zn添加による軟化はMg原子の拡散速度に影響したものと考えられる。詳細は報文にゆずるとして、この変形応力の低下を拡散係数の変化として見積るとAl-3% Mg合金に比べてAl-3% Mg-4% Zn合金ではMgの拡散係数が50%程度高いことになる。これは実験的に検証可能と考えられるので拡散実験を試みた。

図8は拡散実験の方法を示したもので、バイコールガラス管にMg蒸気雰囲気を作るためのAl-68wt% Mg合金と純アルミニウムおよびAl-4% Zn合金単結晶試料を真空封入し、

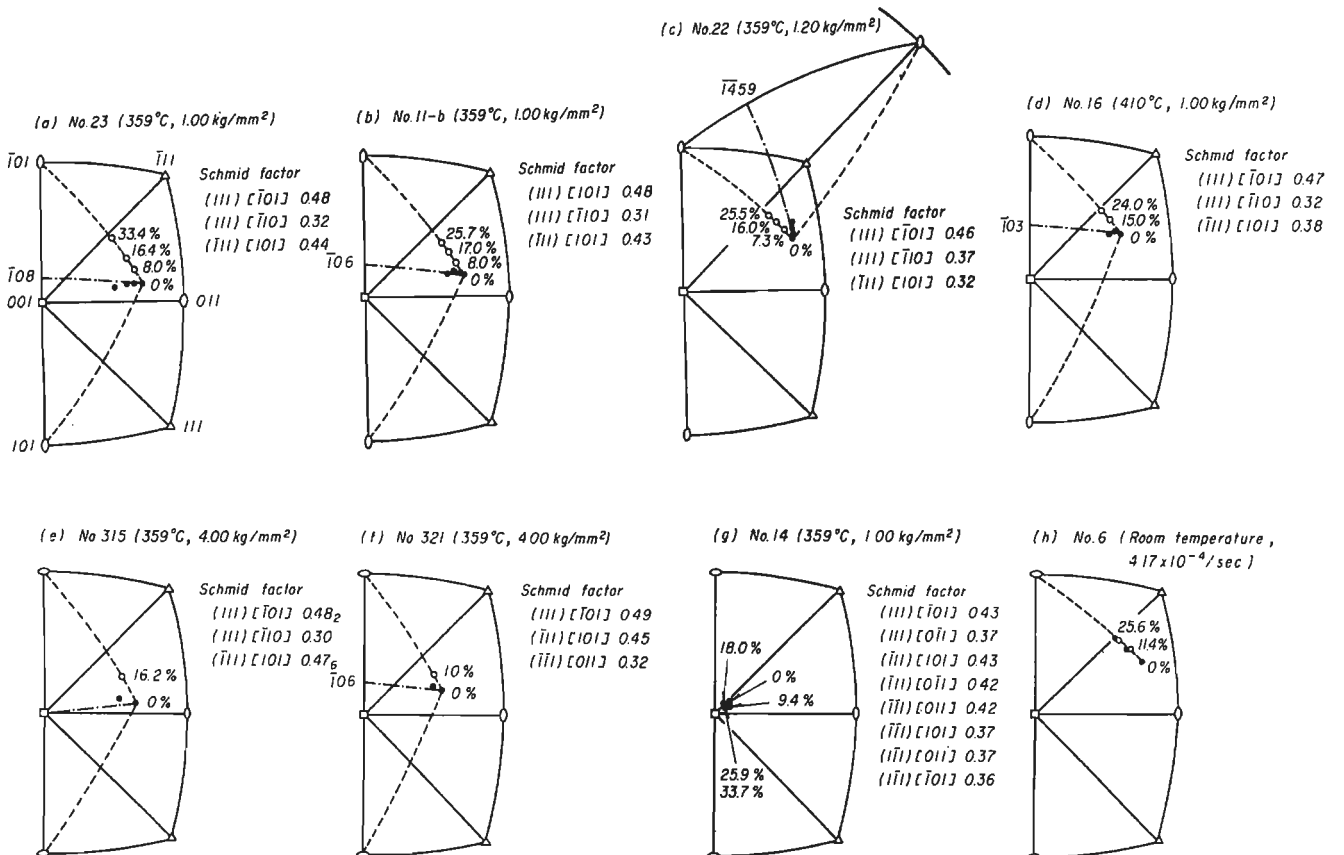


図6 Al-3 at% Mg合金単結晶の引張軸のひずみに伴う方位変化を示したステレオ投影、●は実験結果、○は主すべり系の単一すべりを仮定して計算した方位変化、(h)のNo. 6は室温の引張変形

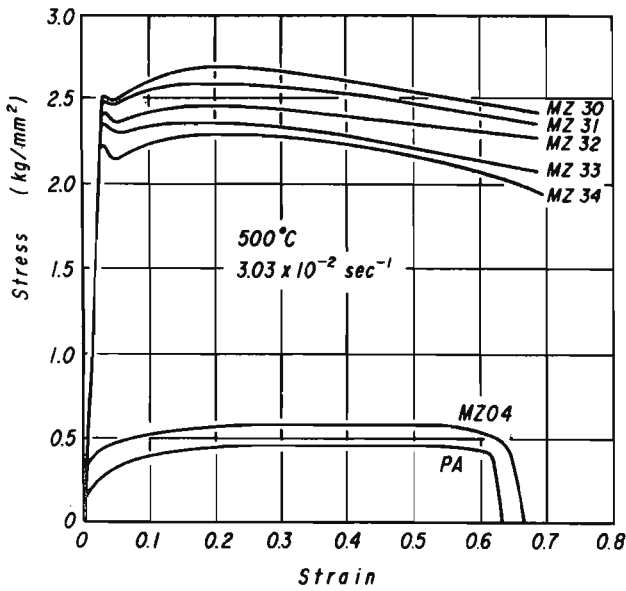


図7 亜鉛量を変化させたAl-Mg-Zn合金の応力-ひずみ曲線

550°Cで気相拡散処理を行った。このときのMgの平衡蒸気圧は約3.5 mmHgとなる。図9は拡散処理後表面から中心部に向かってX線マイクロアナライザによりマグネシウムの濃度分布を測定した結果の一例を示した。図から明らかのようにマグネシウムの拡散速度は純アルミニウムよりもAl-4%Zn合金の方が大きい。同一濃度に対応する拡散距離 x 、拡散係数 D 、拡散時間 t の間に $x/\sqrt{Dt} = const$ の関係があるから、 $D_2/D_1 = (x_2/x_1)^2 \approx 1.7$ となり拡散係数の変化率は前述の変形応力からの予測値約50%に対し実験結果は70%となったがこの種の実験としては満足すべき結果と思われる。

4. Al-Mg合金における高温脆化⁷⁾

マグネシウム量を高くしたAl-Mg合金は、強度、延性ともに優れた合金であるが、熱間圧延時に耳割れを生じやすく熱間加工の困難な合金とされている。この熱間加工性と符合する現象を高温引張試験による延性低下として見出したのでその詳細を明らかにするとともにその機構について検討を加え、固溶体硬化の大きな合金に共通する現象であることを明

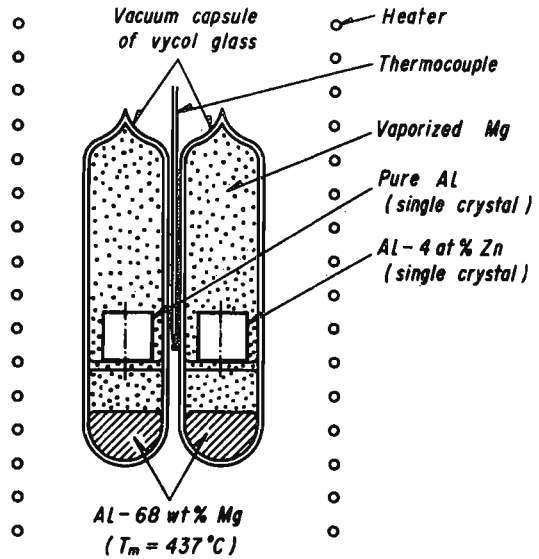


図8 拡散実験用試料の配置

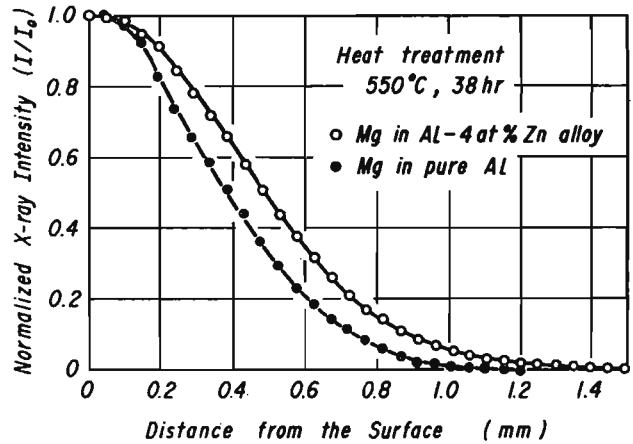


図9 X線マイクロアナライザによるマグネシウムの濃度分布

らかにした。

図10に種々のひずみ速度におけるAl-5%Mg合金の応力-ひずみ曲線を温度をパラメータとして示した。前述の高温降伏現象を示す温度より50~100°C温度が低く、変形応力が約100 MPaとなる条件で伸びの低下が見られる。応力-ひずみ

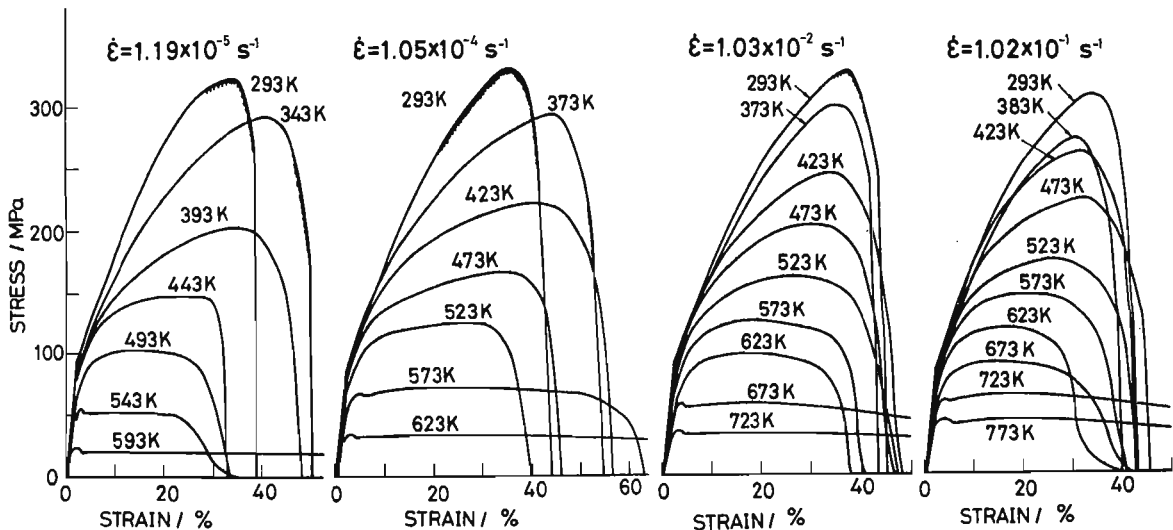


図10 ひずみ速度と温度を変化させたAl-5%Mg合金(粒径0.3 mm)の応力-ひずみ曲線

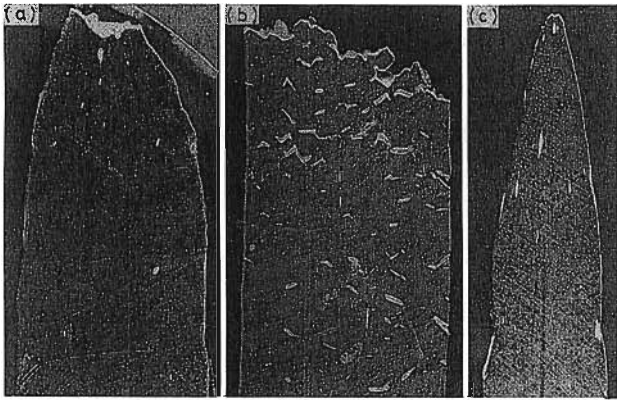


図11 ひずみ速度 $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ の引張試験で破断した試験片の縦断面のマクロ組織 (a) 473 K, (b) 623 K, (c) 723 K

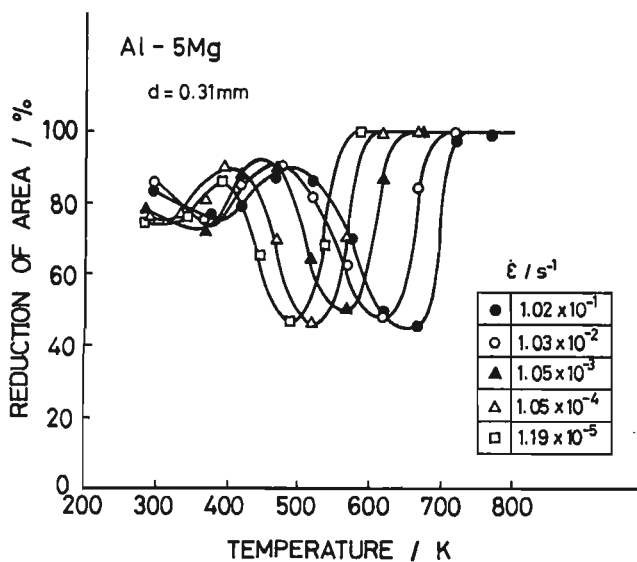


図12 温度とひずみ速度の断面減少率に及ぼす影響

曲線では目立つものではないが、破断した試験片を見ると際立つ変化が認められる。図11は破断した試験片の縦断面を示したものでひずみ速度を 10^{-2} s^{-1} とした場合、比較的低温の 200°C 、(a)ではくびれを伴う延性破断であるのに対し、伸びの低下した 350°C 、(b)ではくびれを示さない粒界破断となり、温度を 100°C 高くして高温降伏を示す領域に入ると(c)のようにくびれも拡散した形になり延性は著しく高くなる。このため延性の尺度に伸びではなく断面減少率をとることとして、温度およびひずみ速度との関係を見たものが図12である。脆化の谷はひずみ速度が大きくなるとともに高温側に移動するが谷の深さはほとんど等しい。この谷底の温度の逆数とひずみ速度の対数のアレニウスプロットをとると図13のようになり、この直線の勾配からこの合金の自己拡散の活性化エネルギー $Q = 140 \text{ kJ mol}^{-1}$ とほぼ一致する 137 kJ mol^{-1} が得られる。したがって断面減少率 ϕ の関数 $f(\phi) = \dot{\epsilon} \exp(Q/RT)$ が成り立つことになる。この式の右辺は温度補償をしたひずみ速度である Zener-Hollomon パラメータ Z に当たるから、図12を $Z-\phi$ の関係として再プロットすると図14のように1本の曲線上に種々のひずみ速度での測定点ののりようになり、延性の最小値は $Z = 3 \times 10^9 \text{ s}^{-1}$ で出現している。これは 500°C でひずみ速度 2 s^{-1} に当たるから、工業的な熱間

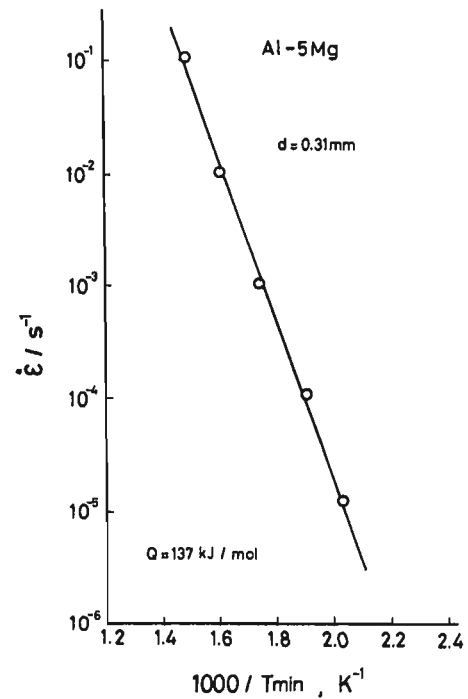


図13 延性が最小となる温度とひずみ速度のアレニウスプロット

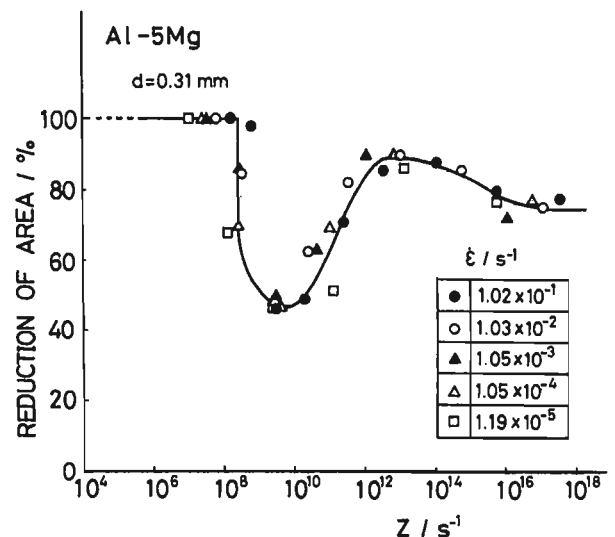


図14 Zener-Hollomon パラメータ Z の関数としてみた断面減少率

圧延はまさにこの延性の最小値をねらう形になっている。

高温変形における変形応力 σ と温度、ひずみ速度の関係は $\dot{\epsilon} = f(\sigma) \exp(-Q/RT)$ で示されるから $Z = f(\sigma)$ となる。ここで変形応力を引張強さ σ_B で近似し、 Z と $\log \sigma_B$ の関係を示すと図15のようになる。この図の曲線の勾配は $f(\sigma) = A\sigma^n$ としたときの n の値を示すから脆化域での変形速度式を求めると $n = 5 \sim 6$ を与えることになる。

図16は Al-5%Mg 合金の結晶粒径を変化させて、 $\dot{\epsilon} = 1.0 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ で引張試験をしたときの断面減少率に及ぼす粒径の影響を示したもので、粒径が増すと延性は大きく低下する。逆にいえば、この合金では粒径を 0.1 mm 以下にすれば脆化はほとんど生じない。粒径と断面減少率の最小値 ϕ_{\min} の関係を求めると $\phi_{\min} = 1/(1+d/D_0)$ と示された。ここに D_0 は

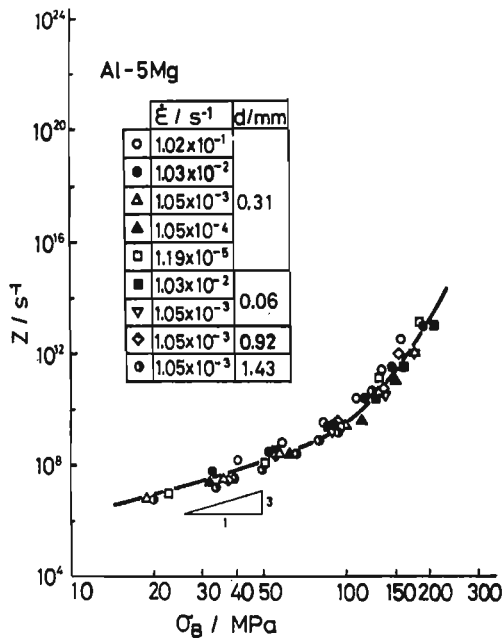


図15 Al-5%Mg合金におけるZとlog σ_Bの関係

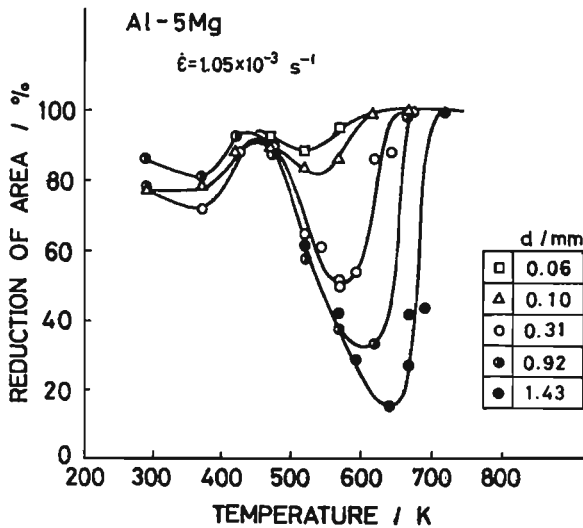


図16 断面減少率と試験温度の関係に及ぼす結晶粒径の影響

定数で、 ϕ_{min} が50%になる粒径に相当するが、合金のマグネシウム濃度に強く依存する。

図17は断面減少率に及ぼすマグネシウム濃度の影響を示したもので粒径はほぼ0.4 mmにそろえた。マグネシウム濃度を変化させても前述の ϕ_{min} とdとの関係式は成立し、定数 D_0 は、

- Al-4%Mg $D_0 = 0.87 \text{ mm}$
- Al-5%Mg $D_0 = 0.40 \text{ mm}$
- Al-6%Mg $D_0 = 0.10 \text{ mm}$

となり合金濃度が高いほど D_0 は大きく低下する。

連铸スラブではチタンの添加などによって結晶粒の微細化を図っても平均粒径は0.1~0.3 mm程度といわれておりチル層の直下にはエアギャップの形成に由来する徐冷により平均値よりも大きな結晶粒が存在するので、5%以上のマグネシウムを含む合金では粗圧延の段階で粒界割れが発達すると考えられる。

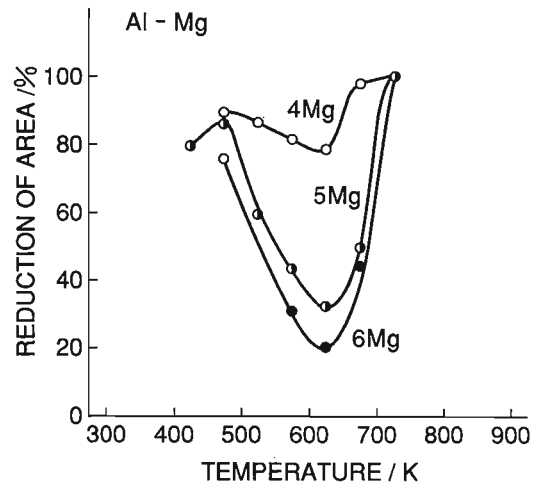


図17 断面減少率に及ぼすマグネシウム濃度の影響

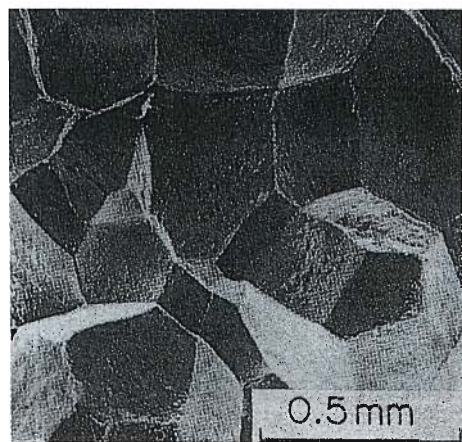


図18 Al-5%Mg合金の脆化域での引張破断面の走査電顕像 ($\dot{\epsilon} = 1 \times 10^{-1} s^{-1}$, $T = 673 \text{ K}$)

5. 高温脆化の機構⁸⁾

Al-Mg合金で見出した脆化は固溶体硬化の大きな変形応力の高い合金の特性であり、破断面は図18に示すように粒界破壊ではあるが破壊に先行して10~20%の変形を生じる点で粒界脆化による脆性破壊とも異なっている。また単結晶ではこの種の脆化は認められず高い延性を示している。バイクリスタルの試料でも粒界面を引張軸に垂直にして粒界面に沿うせん断応力が生じない場合は単結晶と同様大きな延性を示すが、粒界面を引張軸に対し傾けると粒界すべりとともに脆化する。

クリープなどの高温変形で延性が低下する現象はすでに注目されており、高温破壊の機構を粒界キャビティの核形成、成長、合体の一連の過程と考え、キャビティの成長過程が律速過程になるものとして定量的考察を加えたHullとRimmer⁹⁾の定式化以来多くの提案と考察が進められた。たとえばChenとArgon¹⁰⁾によるキャビティの拡散成長と変形による成長を組合せた理論は見通しのよい定量性にもすぐれた解析を可能にしている。しかしこの解析はクリープ破断寿命あるいは高温引張の場合の伸びがキャビティの核形成の際の間隔に強く依存すること ($t_f \propto \lambda^3$, t_f はクリープ破断時間, λ はキャビティ間隔)を示し、高温破壊におけるキャビティの核形成の重要性を再認識させている。粒界におけるキャビ

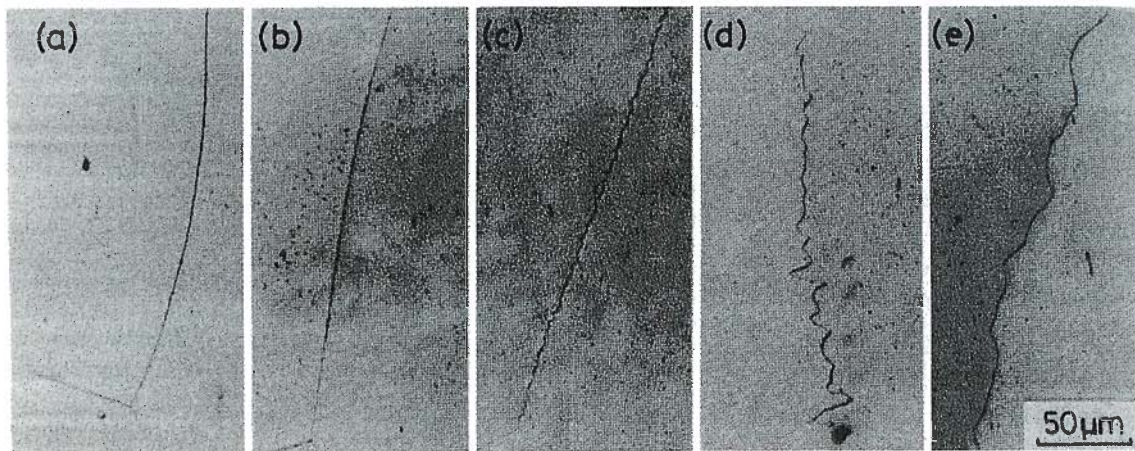


図19 ひずみ速度 $1.05 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ で10%の引張変形を加えた場合の粒界の形状に及ぼす試験温度の影響
(a) 473 K, (b) 523 K, (c) 573 K, (d) 623 K, (e) 673 K

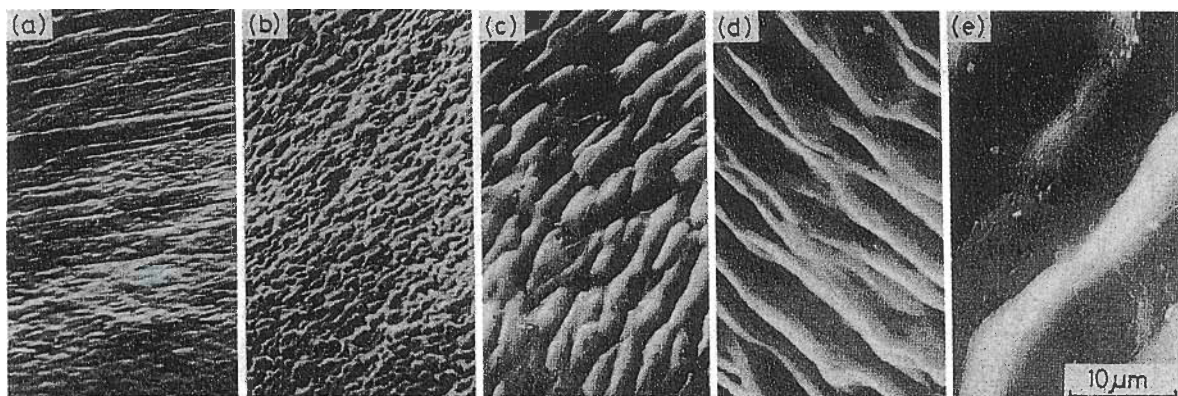


図20 図19と同一の試料をガリウムにより粒界破断させ粒界面を観察した走査電顕写真

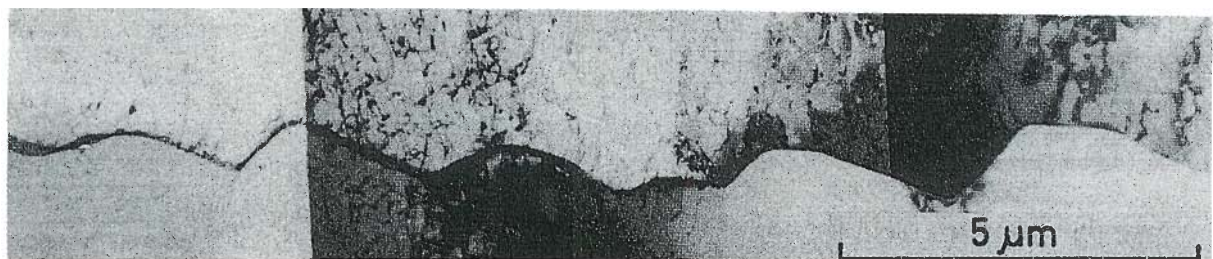


図21 波状化した粒界の透過電顕写真

ティの核形成は、球形キャビティ核を考えると通常の付加応力の下での核形成頻度は著しく小さくなり、実際には核形成は生じ得ないことになる。この点を克服するため粒界上の第2相粒子を考え、その界面エネルギーが大きいとして粒子界面に核形成すると考えるものと、粒界すべりによって粒界上の第2相粒子のところに発生する応力集中により核形成に必要な10倍程度の引張応力場の形成を期待するものがある。

Al-Mg合金の場合第2相粒子を含まない。それではキャビティの核形成を可能にするような粒界における応力集中源を考えることができるのか、犯人探しを高変形時の粒界を細かく観察することから始めた。

粒界すべりの変形条件依存性、粒界移動の変形条件依存性と調べるうちに、粒界の形態が変形条件により特徴的な変化をすることを見出した。図19はひずみ速度 $1.05 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ で変形温度を変化させ、10%引張った場合の粒界を観察したもので、温度の上昇とともに粒界の波状化が著しくなる。この

ひずみ速度では延性が最小となる温度は(c)の573 Kであり、粒界は長範囲の移動はないが、こまかい波状化を示している。図20は図18と同一の試料をガリウムによる粒界脆化を利用して粒界面破断させ、走査電顕観察したもので粒界面の形態を知ることができる。図21は波状化した粒界の透過電顕像の一例である。

Argon等¹¹⁾は粒界キャビティの核形成のための臨界応力を $\sigma/E \approx 4 \times 10^{-3}$ と見積もり、これが通常のクリープ応力の約10倍となることから、核形成には10倍程度の応力集中が必要であるとした。Al-5% Mg合金の脆化域での変形応力は約100 MPaであるから、 $\sigma/E = 1.5 \times 10^{-3}$ となり、変形応力の3倍程度の応力集中がキャビティの核形成に必要な条件となる。

波状化した粒界に生じる応力集中は粒界形状を

$$y = (h/2) \cos(2\pi x/\lambda) \quad (6)$$

で近似し、せん断応力 τ_{gb} が作用するときの粒界に働く引張

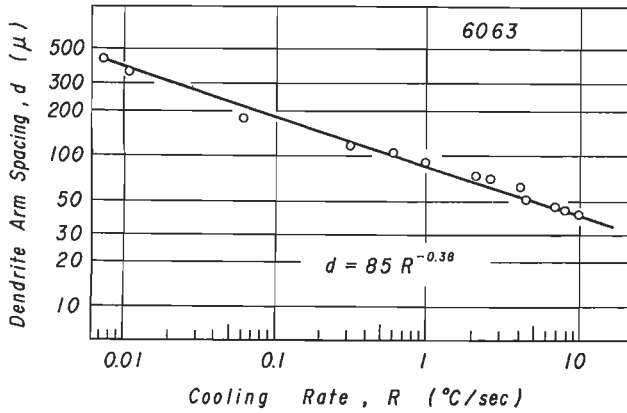


図22 凝固の際の冷却速度とデンドライトアーム間隔の関係

応力 σ_n の最大値を求めることになる。粒界形状が変化せず、応力緩和もないとすると定常的に出現する σ_n の分布は、

$$\sigma_n / \tau_{gb} = - (2/\pi) (\lambda/h) \sin (2\pi x/\lambda) \quad (7)$$

となる。 σ_n は $x = -\lambda/4$ で最大となり、その大きさは $\sigma_n^{max} = (2/\pi) (\lambda/h) \tau_{gb}$ である。Al-Mg 合金の脆化域の実測値 $\lambda = 3 \mu m$, $h = 0.3 \mu m$ を用いれば $\sigma_n^{max} = 6.4 \tau_{gb}$ となる。 τ_{gb} が最大となる引張軸と 45° をなす粒界について考えれば、 τ_{gb} と同じ大きさの垂直応力が付加応力として作用しているから、これを加えれば $\sigma_n^{max} = 7.4 \tau_{gb}$ となる。ここで $\tau_{gb} = \sigma/2$ を用いると応力集中係数は $\sigma_n^{max}/\sigma = 3.7$ となりキャビティの核形成に必要な応力条件を満たすことになる。

したがって Al-Mg 合金の高温脆性は次のように説明することができる。高温変形により合金の粒界は粒界移動により波状化する。波状化した粒界は粒界すべりに伴う応力集中を生じ、変形応力の4倍程度の引張応力場が形成される。固溶体硬化の大きな合金は高温でも変形応力が高い。この高い変形応力のため4倍程度の応力集中で粒界上でのキャビティの核形成頻度は高くなる。核形成したキャビティは空孔をとりこみ、高温のため急速に成長し、粒界すべりにより連結し、粒界破断となり延性を低下させる。したがってこの種の脆化は固溶体硬化型合金に共通するもので、2000系や7000系の高力合金の熱間加工性にも拡張できるものと考えられる。

6. Al-Mg-Si 合金鋳塊の熱間加工性^{12),13)}

押出加工のように鋳造素材(ピレット)に大きな断面減少率の加工を加えて型材を製造する場合、加工熱を放散させて温度上昇を融点以下に抑えるような速度が押出速度の上限になる。したがって生産性を高めるために押出速度を上昇させるには鋳塊の変形抵抗を低くすることが望ましい。

合金組成が定められた場合、鋳塊の変形抵抗を支配する要因は凝固条件による鋳造組織と押出前の熱処理による組織および合金元素の固溶析出の制御にあると考えられる。このため熱間加工に対応する高温、高ひずみ速度の試験が容易な熱間ねじり試験により Al-Mg-Si 合金について凝固組織と熱処理の影響を検討した。

Al-Mg-Si 合金6063の鋳塊は鋳造偏析により Mg_2Si の第2相粒子が固溶しない Fe-Si 化合物とともに粒界やデンドライトアームの境界に晶出している。このような組織をもつ鋳塊の変形抵抗に影響する主要な因子はマトリックスの溶質濃

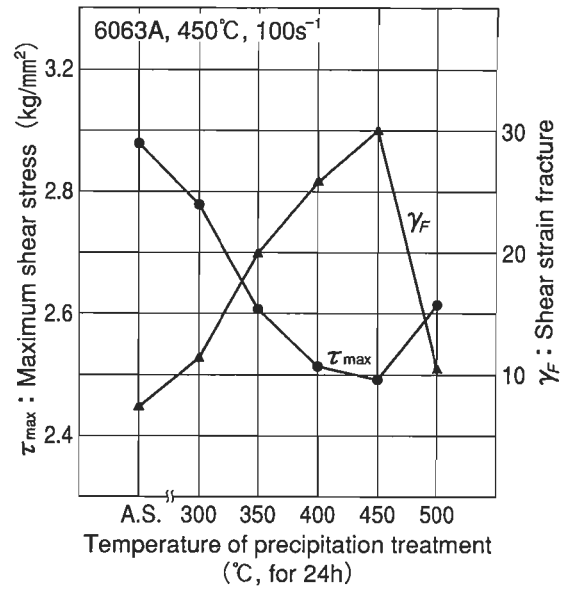


図23 熱間ねじり試験 ($\dot{\gamma} = 100 \text{ s}^{-1}$, 温度450°Cより求めた変形抵抗 (τ_{max}) と変形能 (γ_F) に及ぼす析出処理温度の影響。A.S. は590°C, 24 h 水冷の溶体化処理のままの試料

度、デンドライトアームの間隔 d として表示できる第2相粒子の分布状態および結晶粒径 D が考えられる。

デンドライトアームの間隔 $d(\mu m)$ は鋳造の際の冷却速度 $R(^\circ C/s)$ の関数として図22に示すように両対数プロットで直線関係が成立し、次式が成立する。

$$d = 85 R^{-0.38} \quad (8)$$

結晶粒径 $D(\mu m)$ も冷却速度が大きくなるほど小さくなる傾向はあるが、図22に示すように直線関係とはならず、むしろ微細化剤の添加量に大きく依存した。

450°C、せん断ひずみ速度 $\dot{\gamma} = 10 \text{ s}^{-1}$ として熱間ねじり試験から求めた変形抵抗 τ_{max} に及ぼすデンドライトアーム間隔 d と結晶粒径 D の影響を解析した結果は次式によって示された。

$$\tau_{max} = \tau_0 + kd^{-1/2} + KD^{-1/2} \quad (9)$$

$$k = 0.06 \text{ kgf/mm}^{3/2}$$

$$K = 0.2 \text{ kgf/mm}^{3/2}$$

$(K/k)^2 \div 10$ であるから d が D の1/10程度のときそれぞれの寄与は同程度になる。連続鋳造ピレットでは $d/D = 20 \sim 30$ が普通であるからデンドライト組織による2次相の分散の影響が結晶粒径の影響を上回っている。またこの両者の寄与が加算的であるから押出加工用の鋳塊ではチタンやボロンなどの添加により結晶粒を微細化することは変形抵抗の上からは望ましくない。

6063合金鋳塊の場合、非平衡凝固で晶出した Mg_2Si は高温加熱によって溶体化することができる。したがって加熱によってデンドライト組織の影響は消失する。また固溶した溶質元素による固溶体硬化作用を低減するためには強化作用を持たないような粗大な粒子に析出させ変形抵抗を減少させることも可能になる。

図23は590°C, 24 hの熱処理で合金元素の溶体化を図り、水冷したものを横軸に示す温度に24 hの再加熱をして固溶元素の析出を図ったもののねじり試験の結果を示したもの

で、変形抵抗は400~450°Cの析出処理で最も低くなる。均質化処理後炉冷を行っても変形抵抗はかなり低下するが粒界に粗大な析出相が析出するため変形能を示すせん断ひずみ量はあまり改善されない。またこの合金の加工工程で通常行われているプレス焼入れのT-5処理の場合、押出時の温度上昇による溶体化が十分に進行しないおそれがある。この点で析出相の分散を図るには鋳塊の冷却後再加熱による析出処理が望ましい。

7. ま と め

高温降伏現象から解析を進めた固溶体の高温変形は転位の溶質雰囲気を引きずる粘性運動に由来するもので、通常の変形とは大きく異なるものであった。すべりに伴う結晶の方位変化も単一すべりとは異なってくるし、転位のすべり運動速度と上昇運動の速度はほぼ同等となるから、増殖された転位は均一に分布する転位の平均間隔程度運動して消滅することになる。実用的にはこの領域の変形は超塑性に類する優れた延性を示す点で魅力的である。ただし転位の速度に比して溶質の拡散速度が充分大きいことが必要条件となり、Al-Mg合金では $Z = \dot{\epsilon} \exp(Q/RT)$ 、 $Q = 140 \text{ kJ mol}^{-1}$ の値が 3×10^8 以下となることが条件となる。これは $\dot{\epsilon} = 0.1 \text{ s}^{-1}$ で500°C以上、 $\dot{\epsilon} = 0.4 \text{ s}^{-1}$ で550°C以上となり工業的な熱間加工の速度

を1桁以上下げなければ実現しない。

この領域より温度を50~100°C下げると、粒界破壊を伴う延性低下域が存在し、その中心は $Z = 3 \times 10^9$ で通常の熱間加工条件と対応する。ここでは転位は溶質原子の雰囲気抜き出し、高速で運動し、結晶内に不均一に分布する。このことと粒界との相互作用で粒界の波状化が生じ脆化へと導かれることになる。

参 考 文 献

- 1) 堀内 良, 吉永日出男, 濱 葆夫: 日本金属学会誌, 29 (1965), 85.
- 2) 堀内 良, 吉永日出男: 日本金属学会誌, 29 (1965), 351.
- 3) 堀内 良, 大塚正久: 日本金属学会誌, 35 (1971), 406.
- 4) 大塚正久, 堀内 良: 日本金属学会誌, 36 (1972), 809.
- 5) A. H. Cottrell and M. A. Jaswon: Proc. Roy. Soc., A199 (1949), 104.
- 6) 大塚正久, 堀内 良: 日本金属学会誌, 36 (1972), 504.
- 7) 大塚正久, 堀内 良: 日本金属学会誌, 38 (1974), 688.
- 8) 大塚正久, 堀内 良: 日本金属学会誌, 48 (1984), 1143.
- 9) D. Hull and D. E. Rimmer: Phil. Mag., 4 (1959), 673.
- 10) I. W. Chen and A. S. Argon: Acta Met., 29 (1981), 1759.
- 11) A. S. Argon, I. W. Chen and C. W. Lau: Three-Dimensional Constitutive Relations and Ductile Fracture, Ed. by S. Nemat-Nasser, North Holland, (1981), 23.
- 12) 堀内 良, 金子純一: 日本金属学会誌, 35 (1971), 156.
- 13) 堀内 良, 金子純一: 軽金属, 20 (1970), 213.