

称号及び氏名	博士（工学） 田中 努
学位授与の日付	平成18年3月31日
論文名	「 Study on Deformation Mechanism of Room-Temperature Superplasticity in Fine Grained Zn-22 wt.% Al Alloy (微細粒 Zn-22wt.%Al 合金の室温超塑性変形機構に関する研究)」
論文審査委員	主査 東 健司 副査 岩瀬 彰宏 副査 今野 豊彦 副査 中平 敦 副査 瀧川 順庸

論文要旨

超塑性は、「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、局部収縮を生じることなく数百%以上の巨大伸びを示す現象」と定義されている。超塑性は非常に大きな均一伸びを示すことから、複雑形状製品の成形が可能となり、一体成形による低コスト化が見込まれ工業的に大きな注目を浴びている。そのような背景から、近年超塑性に関する研究は著しく発展した。その中で、結晶粒の微細化に伴い超塑性発現速度が上昇するという報告がなされ、高速超塑性（ひずみ速度が、 10^2 s^{-1} 以上で発現する超塑性）という概念も新たに生まれた。従って、超塑性に関する研究において、結晶粒微細化がキーワードとなり、粉末冶金法や拘束型剪断付与強加工押し(ECAE)法などの多くの微細化プロセスが開発され、超塑性の基礎研究のみならず応用研究もさらに加速した。最近では結晶粒の微細化に伴い低温超塑性（材料融点の半分以下の温度で発現する超塑性）や、低温超塑性と高速超塑性の同時発現などの新しい現象も報告され始めている。低温超塑性の発現は、成形時のエネルギーコスト削減や、表面酸化の抑制などの利点を持っている。また、結晶粒微細化技術の発展に伴い、ナノオーダーの結晶粒を有する材料が創製され、室温で超塑性が発現する室温超塑性も報告されている。この室温超塑性材料は、地震時の建築物の揺れを軽減する制震装置の減衰材料としての適用が検

討されている。このように超塑性は、これまでの成形技術のひとつという既存概念を飛び越え、新規機能を発現する新たな応用技術として拡大しつつある。

超塑性変形では、粒界すべり（結晶粒同士が結晶粒界を介して相対的にずれること）が主要な変形機構である。大きな延性を得るためには粒界すべりに伴う粒界三重点などに発生する応力集中を緩和する機構が働かなくてはならない。その応力緩和機構は、粒内転位の運動であるということが一般的に認識されている。しかしながら、これらは高温において得られた実験結果を基に議論・構築されたものである。一方、低温超塑性に関する学術的研究状況は、微細化によって低温超塑性の発現が確認された報告や、低温超塑性においても粒界すべりが観察された報告があるが、詳細な変形機構については不明瞭なままである。

本研究は、これまで詳細に理解されていなかった低温超塑性、特に室温超塑性に焦点を合わせ、その変形挙動を体系的に調査することによって、室温超塑性変形モデルを考察することを目的とした。室温超塑性変形機構の解明は、低温から高温までの領域における超塑性の統一的理解に繋がるものである。

本論文は、6つの章で構成されており、各章の内容は以下の通りである。

第1章では、低温超塑性を含めた超塑性全般のこれまでの知見を述べ、本研究の意義と目的を明確にした。

第2章では、室温超塑性の基礎的な性質を実験的に明らかにすることを目的とし、様々な変形条件において引張試験を行い、変形挙動を調査した。本研究で用いた材料は、過去において高温超塑性の理解のため数多くの研究がなされ、最近では室温超塑性を示し、制震装置の減衰材料として注目されている Zn-Al 共析合金である。本合金は、Zn-rich 相（以後 α 相）と Al-rich 相（以後 β 相）の複相合金で、その平均結晶粒径は $1.3 \mu\text{m}$ である。調査の結果、室温においても最大で 200 % 程度の高延性を示し、室温超塑性が発現することを確認した。また、変形後の表面には、粒界すべり特有のファイバー状の跡が結晶粒間に観察された。これらの観察結果から、室温超塑性の変形機構は高温超塑性と同じく、粒界すべりが主変形機構であることが示唆された。しかしながら、超塑性を理解する上での重要なパラメータのひとつである、ひずみ速度感受性指数（以後 m 値）は高温における 0.5 よりも低い 0.25 程度の値を示した。さらに、規格化した変形抵抗は、373 K 以下では高温超塑性の解析結果から予想される変形抵抗よりも高い値を示し、高温超塑性とは異なる現象が観察された。これらの結果より、室温超塑性変形挙動を実験的に明らかにするとともに、その室温超塑性と高温超塑性との相違点を明確にすることができた。

第3章では、室温超塑性の変形機構を明らかにするために必要不可欠である変形挙動の粒径依存性について調査し、室温超塑性変形機構を考察した。強ひずみ加工（ECAE）および熱

処理を施すことにより、平均結晶粒径 $0.3\ \mu\text{m}$ 、 $0.6\ \mu\text{m}$ 、 $0.8\ \mu\text{m}$ 、 $2.1\ \mu\text{m}$ の材料を創製し、引張試験を行った。その結果、結晶粒微細化による変形抵抗の減少と、最大伸びの上昇が観察され、高温超塑性において観察される従来の結果と一致した。しかしながら、 m 値はすべての材料において 0.25 を示しており、 m 値の結晶粒依存性は観察されなかった。これは本研究条件において発現した室温超塑性の本質的特徴であることがわかった。第2章において、室温超塑性の主変形機構は高温超塑性の主変形機構と同じ粒界すべりであることを示した。これより、室温超塑性における粒界すべりに必要な応力（以後 σ_{SP} ）は、高温超塑性理論から算出できる。そこで室温超塑性における σ_{SP} と本研究で実験的に得られた応力値を比較・計算した結果、余分な応力（以後 σ_{E} ）の存在が確認された。各温度での σ_{E} を計算した結果、 σ_{E} は温度の上昇とともに減少することと、結晶粒径に依存しないことがわかった。そこで、高温超塑性および室温超塑性の変形挙動に関して σ_{E} の影響をなくし、 σ_{SP} のみに着目して解析を行った。その結果、活性化エネルギーは室温から高温にかけて一定の値（ Zn の粒界拡散）を示し、規格化した場合にも室温から高温までの温度領域で変形機構を矛盾なく整理することができた。本章では、 σ_{E} という概念を用いることにより、室温から高温までの超塑性変形機構を統一的に表現できることを示した。この σ_{E} の室温超塑性特性（空洞挙動）に対する影響およびその起源については、第4章、第5章で議論する。

第4章では、室温超塑性変形中の空洞発生・成長挙動を調査した。超塑性変形では、粒界すべりによって応力集中が起こり、それが十分に緩和されなければそこで空洞が発生する。前述した σ_{E} は、応力緩和機構に影響を及ぼすと考えられるが、その効果は明らかになっていない。そこで、 σ_{E} が影響している条件と影響していない条件で試験することによって、 σ_{E} が超塑性変形中の空洞発生・成長挙動に対してどのような影響を及ぼすのかを調査した。各ひずみの空洞体積率を測定した結果、室温超塑性は高温超塑性よりも高い空洞率を示した。次に、各ひずみの空洞数を測定した結果、室温超塑性は高温超塑性よりも多くの空洞が発生していることがわかった。一方、両条件の空洞成長速度を解析した結果、成長速度は等しいことがわかった。これらの結果より、 σ_{E} は空洞率の増加および空洞発生速度の促進を招くが、空洞成長速度には影響しないことが明らかとなった。本章では、室温超塑性で現れる σ_{E} が、超塑性変形中の空洞発生挙動に大きな影響を与えることがわかり、室温超塑性の応力緩和機構は高温超塑性の応力緩和機構と異なっていることが確認された。

第5章では、室温超塑性において観察される σ_{E} の発生原因を変形中の微視組織と関連付けて調査した。超塑性変形中の全ひずみは、粒界すべりによるもの、粒内変形によるもの、空洞によるものの和であると考えられている。そこでそれぞれの寄与率を調査し、 σ_{E} の発生起源を明らかにし、室温超塑性の変形モデルを考察した。粒界すべりおよび粒内変形寄与率を測定した

結果、室温超塑性においては粒界すべり寄与率が 43 %、粒内変形寄与率が 27 %であり、残り 30 %が空洞によるものと算出された。一方、高温超塑性においては粒界すべり寄与率が 60 %、粒内変形寄与率が 26 %であり、残り 14 %が空洞によるものと算出された。室温超塑性の粒界すべり寄与は高温超塑性よりも若干抑制されているものの、粒界すべりが主変形機構であり、第 2 章および第 3 章の結果の正当性が確認された。超塑性流動中、高延性を得るためには、粒界すべりによる応力が十分に緩和されなければならない。その応力緩和機構は転位の運動であるので、粒内変形量と応力緩和機構は密接に関係していると考えた。そこで、室温超塑性において α 相 (Zn-rich相) と β 相 (Al-rich相) それぞれの粒内変形量を測定した。その結果、 α 相は β 相よりも著しく変形していることがわかった。また、ナノインデントによって室温における α 相と β 相の変形抵抗を測定した結果、 α 相は β 相よりも著しく低い変形抵抗を示した。次に、両相の粒内変形量の温度依存性を調査した結果、温度の上昇とともに両相の粒内変形量の差は小さくなり、473 Kで両相の粒内変形量は等しくなった。以上の結果から、室温超塑性では、 α 相と β 相の変形抵抗の違いにより、変形抵抗の高い β 相が応力緩和機構を阻害し、高温超塑性理論から導き出される σ_{SP} にさらなる変形抵抗 σ_E が付与されたと結論付けた。この α 相と β 相の変形抵抗の差異が σ_E 発生の原因であり、 m 値の低下、空洞発生速度の促進、粒界すべり量の減少を引き起こす要因となる。一方、高温超塑性では両相の変形抵抗が等しいため、両相において応力緩和機構が等しく働くと考察した。本章では、 α 相と β 相における変形抵抗の温度依存性を考慮した超塑性変形モデルを定性的に提案することができた。

第 6 章では、本研究で得られた結果を総括した。

以上、本研究によって、Zn-Al 合金の室温超塑性と高温超塑性の変形挙動を把握することによって、室温から高温までの超塑性変形機構を統一的に理解できることを示し、室温超塑性の変形モデルを提案することができた。本研究で得られた超塑性変形モデルは幅広い温度域に適用できる 2 相合金の超塑性変形構成式構築のための基礎となるものと期待される。

審査結果の要旨

結晶粒微細化技術の発展に伴い、室温においても超塑性が発現する室温超塑性が発見された。高温域で発現する従来の超塑性に関する学術的体系化は確立されているが、室温超塑性に関する学術的な議論はほとんどなされていない。本学位論文では、室温超塑性の基本特性を調査し、変形機構の本質を理論的に考察することを目的としている。

本論文では、以下に述べるような具体的な研究成果を得ている。

① Zn-rich 相と Al-rich 相の複相で構成される Zn-Al 合金の室温超塑性に関する基本特性を調査

した結果、主変形機構は粒界すべりであること、結晶粒径微細化により変形抵抗の低下と延性の増加が得られること、などの従来の超塑性との共通点を明らかにした。一方、室温超塑性に必要な変形抵抗は過去の研究結果から提案されている従来の高温超塑性の変形理論から導出される値よりも高いこと、超塑性変形機構を理解するうえで重要なパラメータであるひずみ速度感受性指数は高温超塑性の0.5よりも低い0.25を示すこと、などの異なる特徴を明確にした。

②室温超塑性の主変形機構が粒界すべりであるという実験事実を基に、室温超塑性の流動応力は高温超塑性理論から導出される応力値にある余分な応力 σ_E が付加されていると仮定して解析を行った結果、室温から高温までの超塑性特性を統一的に表現できる構成式を構築した。また、超塑性変形中に発生する空洞挙動について検討した結果、 σ_E は空洞成長速度には影響を与えないが、空洞発生速度を増加させることを明らかにした。

③室温超塑性特有の σ_E の起源を明らかにするため変形中の組織観察を行った結果、Zn-rich相がAl-rich相に比べて顕著に変形していること、さらに両相の変形抵抗を測定した結果、Zn-rich相はAl-rich相に比べて著しく低い変形抵抗を示すことを明らかにした。これらの実験結果より、温度低下とともに両相の変形抵抗の違いに起因して発生する σ_E を考慮した新規の室温超塑性変形モデルとその構成式を提案した。

以上の研究成果では、室温超塑性特有の力学的パラメータの存在と起源を実験により明確にし、室温から高温まで適用できる体系的な超塑性変形機構を提案している。この成果は、低温超塑性成形や合金設計など工業的にも大いに期待できる有益なものであり、材料技術の一層の高度化に貢献するところ大である。また、申請者が自立して研究を行うに十分な能力と学識を有することを証したものである。