Al-Zn-Mg 合金における引張変形中の転位密度変化に及ぼす
析出粒子サイズの影響平田 雅裕^{1*}・岩田 晃一¹
岡井 大祐²・足立 大樹²Journal of The Japan Institute of Light Metals, Vol. 71, No. 8 (2021), 343–348
© 2021 The Japan Institute of Light MetalsEffect of precipitation size on dislocation density change
during tensile deformation in Al-Zn-Mg alloyMasahiro HIRATA^{1*}, Koichi IWATA¹
Daisuke OKADA² and Hiroki ADACHI²

Al-Zn-Mg alloys with different precipitate sizes were investigated to determine the influence of the precipitate size on the flow stress and dislocation density change during tensile deformation. The dislocation density was measured using in-situ X-ray diffraction at the SPring-8 synchrotron radiation facility with a time resolution of about 2 s. In region II with rapid dislocation multiplication, from under-aging to peak aging, the dislocation density increased with increasing aging time. Under over-aging conditions, the amount of dislocation multiplication in region II decreased with increasing aging time. Even in region III, the increase in dislocation density with plastic deformation was the largest for the peak aging conditions. However, the amount of work hardening was small and the contribution of dislocation hardening to the strength of the material was minimal. For over-aging conditions, the increase in dislocation density in region III was smaller than for the other regions, but the amount of work hardening was relatively large. It is considered that the influence of the dislocation density on work hardening is determined by the effectiveness of precipitates as obstacles to dislocation motion.

(Received March 10, 2021 Accepted June 1, 2021)

Keywords: dislocation density; precipitation hardening; In-situ XRD; Al-Zn-Mg alloy

1. 背 景

構造用金属材料として幅広く用いられているアルミニウムは、加工硬化（転位強化）¹⁾、結晶粒微細化強化^{2), 3)}、固溶強化⁴⁾、析出・分散強化^{5)–7)}等の強化機構によって、実用に耐える高い強度を実現している。特に、超々ジュラルミンに代表される7000系アルミニウム合金（Al-Zn-Mg系合金）は析出強化が主たる強化機構として働き、アルミニウム合金中で最も高強度を示す。金属材料が塑性変形する際の転位運動を析出物が阻害することにより強度が上昇するが、塑性変形の進展に伴い新たな転位が導入され、転位密度の上昇に伴う加工硬化が生じるため、変形中の転位密度変化は7000系アルミニウム合金の機械的特性を決定する重要な因子である。

近年、放射光を用いた引張変形中のIn-situ X線回折（XRD）測定による転位密度変化の測定が進められており^{8)–11)}、著者らの研究グループではこれまでに、強ひずみ加工を施した粒径数 μm までの純アルミニウム微細粒材⁸⁾や、粒径10 μm 以上

の純アルミニウム粗大粒材⁹⁾について、SPring-8放射光を用いた引張変形中In-situ XRD測定によって転位密度変化挙動を調査してきた。その結果、純アルミニウムにおける転位密度は4つの領域を経て変化することが判明している。領域Iは転位密度が初期状態からほとんど変化せず弾性変形のみで変形が進展する領域であり、応力が σ_1 に達すると転位が増殖し始め、領域IIに移行する。この領域では転位密度が、ある転位密度 ρ_{II} まで急激に上昇し、応力は領域Iほどではないが、大きく上昇し、塑性変形と弾性変形により変形が進行する。応力、転位密度がそれぞれ σ_{II} 、 ρ_{II} に達すると、転位密度の増加が急に緩やかとなり、領域IIIに移行し、変形はほぼ塑性変形のみで進行する。 ρ_{II} は塑性変形のみで変形が進展するために必要な転位密度である。領域IVでは破断に伴う応力低下に伴い、転位密度が急激に減少する。 σ_1 に加え、 σ_{II} は降伏応力的一种とみなすことができることから、結晶粒径変化に伴う σ_{II} 、 ρ_{II} の関係を調べたところ、Bailey-Hirschの式¹⁾が成り立ったことから、結晶粒微細化強化は転位強化であることが明ら

¹ 兵庫県立大学工学研究科大学院生（姫路市） Graduate Student, Graduate School of Engineering, University of Hyogo（Himeji-shi, Hyogo）² 兵庫県立大学工学研究科（〒671-2280 兵庫県姫路市書写2167） Graduate School of Engineering, University of Hyogo（2167, Shosha, Himeji-shi, Hyogo 671-2280）

* 責任著者 E-mail: em20j003@steng.u-hyogo.ac.jp

かにされた⁹⁾。

一方、7000系アルミニウム合金における代表的な強化機構である析出強化について、その強化量を表す式としてGerold-Harberkornの式⁵⁾やOrowanの式^{6), 7)}が知られており、前者は亜時効からピーク時効領域、後者は過時効領域における転位運動と析出物の関係を表している。しかし、いずれの式においても、析出強化量は析出物半径や析出粒子間隔、体積分率などによって説明されており、塑性変形中における転位密度増加による影響は全く考慮されていない。そのため、塑性変形中における強度を表すためには析出強化に加えて転位強化を考慮する必要があるが、これら複数の強化機構が同時に働く場合、それぞれによる寄与の単純な足し合わせで流動応力が表現できるのかは未だ明らかになっていない^{12), 13)}。

よって本研究では、異なる析出物サイズを有するAl-Zn-Mg合金を用い、変形中の転位密度変化に及ぼす析出粒子サイズの影響を調べ、析出強化型合金の流動応力と転位密度の関係を明らかにすることを目的とした。

2. 実験方法

実験には厚さ1 mmの圧延まま7075合金を用いた。発光分析を用いて定量した実験に用いた7075合金の化学組成をTable 1に示す。この試料を電気炉にて733 K、300 s溶体化処理後に水焼入れし、オイルバスを用いて383 Kで1.8~10800 ksの各時間等温時効を行った。また、同様の溶体化処理と水焼入れ後に室温時効を36~3110.4 ksの各時間行った試料を用意した。これらの試料の結晶粒径を調べるため、日本電子製走査型電子顕微鏡JSM-6500Fに搭載したTSL製OIMを用いて電子線後方散乱回折(EBSD)測定を行った。ダイヤモンドカッターを用いて、縦10 mm、横10 mm、厚さ1 mmに切り出し、X線小角散乱(SAXS)測定用試料を得た。放電加工機を用い、圧延方向と引張方向が平行になるように平行部長さ20 mm、幅5 mmの引張試験片を切り出し、研磨によって厚さ約0.5 mmに調整した。

各時効材の析出物サイズを測定するために、SAXS測定^{14), 15)}をSPRING-8 BL19B2にて行った。用いた入射X線のエネルギーは25 keV、露光時間60 sである。試料から3046 mm後方にDECTRIS製二次元ピクセル検出器PILATUS-2Mを設置し、散乱強度を測定した。得られた二次元散乱強度分布を、透過X線の照射位置を回転中心に全周積分することにより一次元散乱プロファイルを得た。このプロファイルからバックグラウンドを除いた後、ピーク位置の散乱ベクトル k_m [nm⁻¹]より以下の式から粒子間距離 L [nm]を算出した^{15), 16)}。

$$L = \frac{7.2}{k_m} \quad (1)$$

次に、以下の式に示すGuinierの法則^{17), 18)}を用いて析出粒子の半径を算出した。

$$\ln I(k) = \ln I(0) - \frac{1}{5} r^2 k^2 \quad (2)$$

ここで、 k は散乱ベクトル、 $I(k)$ は散乱強度、 r は析出物を球状とした時の半径である。Guinierの法則は低散乱ベクトル領域において成り立つため、 $\ln I(k)$ を k^2 に対してプロットし、初期勾配から r を求めた。7075合金における383 Kおよ

Table 1 Chemical composition of the A7075 alloy (mass%).

Zn	Mg	Cu	Cr	Fe	Mn	Si	Ti	Zr	Al
5.6	2.6	1.8	0.18	0.15	0.02	0.05	0.01	0.01	Bal.

Fig. 1 Schematic diagram of in-situ XRD measurement during tensile test.

び室温時効では、球状に近い η' 相の析出およびGPゾーンの形成が報告されている^{19), 20)}。

変形中の転位密度変化を調べるため、引張変形中のIn-situ XRD測定をSPRING-8 BL19B2にて行った。測定系をFig. 1に示す。引張試験機をゴニオメーター上に設置し、X線の透過方向から約22°上方に6連装MYTHEN検出器を配置した。カメラ長は720.27 mmである。室温にて初期ひずみ速度が $3.3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ の条件で引張試験を行いつつ、XRD測定を時間分解能2 sで測定を行った。得られた(111), (200), (220), (311), (222), (311)面からそれぞれの回折ピークの半値幅と回折ピーク角度を求め、Williamson-Hall法を用いて転位密度を算出した^{8), 9), 21)}。Williamson-Hallの式を以下に示す。

$$\frac{\Delta 2\theta \cos \theta}{\lambda} = 2\varepsilon \frac{\sin \theta}{\lambda} + \frac{0.9}{D} \quad (3)$$

ここで、 θ は回折角度、 $\Delta 2\theta$ は半値幅、 λ は入射X線の波長(=0.491 Å)、 ε は不均質ひずみ、 D は結晶子サイズである。横軸に $2 \sin \theta / \lambda$ 、縦軸に $\Delta 2\theta \cos \theta / \lambda$ をプロットすると、傾きから不均質ひずみを求めることができる。さらに、以下の式を用いることで不均質ひずみから転位密度 ρ を算出した²²⁾。

$$\rho = 16.1 \left(\frac{\varepsilon}{b} \right)^2 \quad (4)$$

ここで、16.1はfcc金属における係数、 b はバーガースベクトルの大きさである。

3. 結果および考察

溶体化処理および時効処理後の試料のND-RD断面のEBSD測定結果をFig. 2に示す。(a)溶体化処理後の試料ではRD方向に伸長した粒が見られ、ND方向における大角粒界の平均間隔を平均結晶粒径 d とすると、15.3 μmであった。(b)383 K、

36 ks 時効材では溶体化処理材と同様の伸長粒で、 d は $17.1\ \mu\text{m}$ であった。この他の時効条件の試料においても約 $20\ \mu\text{m}$ であり、時効時間の変化による結晶粒径の成長はほとんど見られなかった。純アルミニウムにおいては粒径 $5\ \mu\text{m}$ 以上では転位密度変化に及ぼす結晶粒径の影響は非常に小さいため、7075合金においても転位密度変化に結晶粒径が及ぼす影響は無視できると考えられる⁹⁾。

Fig. 3にSAXS測定の結果から算出した383 Kおよび室温時効における析出粒子半径と粒子間距離 L の時効時間変化を示す。383 K時効材では、粒子半径は1.2から5.6 nm、粒子間距離は8.0から25.1 nmまで単調に増加し、室温時効においても時効時間の増加に伴って、粒子半径、粒子間距離は単調に増加した。

Fig. 4に383 K、10.8 ks、180 ks、10800 ks 時効材の In-situ XRD測定結果から算出した転位密度の変化を示す。各試料で純アルミニウム^{8),9)}と同様に、転位密度が初期状態からほと

んど変化しない領域I、転位密度が急上昇する領域II、増加が緩やかとなる領域IIIが観察された。10.8 ks、180 ks、10800 ks 時効材における領域IとIIの境界は破線で示しており、それぞれ2.13、2.90、1.45% ひずみであった。領域IIIでは測定した転位密度のばらつきが大きいので、Fig. 4から領域IIとIIIの境界を判断するのは困難である。これは、塑性変形のみで変形が進行する領域IIIでは、不均質ひずみが増加することによってXRDピークがブロードとなり強度が低下することでピークフィッティングの精度が低下することが原因である。例えば、180 ks 時効材の11.4% ひずみにおける塑性不安定が発生したときのXRDピークは、最も高強度な(111)ピークに比べ、(220)ピークは1/10、(331)ピークは1/35、(222)ピークは1/70程度であった。よって、領域IIとIIIの境界は以降に示す転位密度を対数表記したグラフを用いて判断した。

Fig. 5に析出粒子半径が $1.67\ \text{nm}$ であり、亜時効領域となる383 K、10.8 ks 時効材(亜時効材)の応力-ひずみ曲線および

Fig. 2 TD inverse pole figure (IPF) maps of ND-RD plane obtained by EBSD measurement of 7075 alloys, in the (a) solid solution and (b) the aged at 383 K for 10.8 ks.

Fig. 3 Aging time dependency of the (a) precipitates size and the (b) distance between precipitates in 7075 alloys aged at 383 K and RT.

転位密度変化を示す。この公称ひずみは引張試験機のストローク変化から計算しているため、引張試験機の変形量が含まれている。また、転位密度は変化傾向を理解しやすくするため対数表記とし、4.78%ひずみを領域IIとIIIの境界とした。領域IとIIの境界における転位増殖開始応力は $\sigma_1 = 351$ MPaであった。また、領域IIでは転位密度が急激に上昇し、転位密度 $\rho_{II} = 1.20 \times 10^{15} \text{ m}^{-2}$ に達すると、変化が比較的緩慢な領域IIIに移行した。転位密度が ρ_{II} に達したときの応力は $\sigma_{II} = 423$ MPa、0.2%耐力は $\sigma_{0.2} = 370$ MPaであった。領域IIIでは転位密度の緩やかな増加に伴って応力が上昇し、16.2%ひずみで塑性不安定が発生し最大応力を示した。応力は $\sigma_{TS} = 502$ MPa、その時の転位密度は $\rho_{TS} = 2.76 \times 10^{15} \text{ m}^{-2}$ であり、領域III開始時からそれぞれ79 MPa、 $1.56 \times 10^{15} \text{ m}^{-2}$ 上昇した。同程度の粒径を有する純アルミニウムではそれぞれ40 MPa、 $5.87 \times 10^{14} \text{ m}^{-2}$ であったことから、亜時効材におけるこれらの増加量が非常に大きいことがわかる。以後、領域III開始時の応力 σ_{II} 、転位密度 ρ_{II} から σ_{TS} 、 ρ_{TS} までの増加量を領域IIIにおける加工硬化量、転位密度増加量として扱う。

次に、ピーク時効条件である383 K、180 ks時効材の応力-ひずみ曲線および転位密度変化をFig. 6に示す。この時の析出粒子半径は2.43 nmである。亜時効材と同様に対数表記した転位密度の変化から4.50%ひずみを領域IIとIIIの境界とした。このとき、 $\sigma_1 = 469$ MPa、 $\sigma_{0.2} = 506$ MPa、 $\sigma_{II} = 533$ MPaであった。亜時効材およびピーク時効材では、転位は障害物である析出物を剪断して移動する粒子剪断機構が働いているため、析出粒子半径の増加に伴って強度が上昇した¹⁴⁾。領域IIでは転位密度が $\rho_{II} = 1.63 \times 10^{15} \text{ m}^{-2}$ に達するまで急激に増加し、その後の領域IIIでは亜時効材と同様に応力と転位密度が上昇した。11.4%ひずみにおける塑性不安定が発生したときの最大応力は $\sigma_{TS} = 567$ MPa、その時の転位密度は $\rho_{TS} = 3.20 \times 10^{15} \text{ m}^{-2}$ であり、領域IIIにおける加工硬化量と転位密度増加量はそれぞれ34 MPa、 $1.57 \times 10^{15} \text{ m}^{-2}$ であった。転位密度増加量は純アルミニウムよりも5倍程度大きかったのに対し、加工硬化量は純アルミニウムよりもむしろ小さかった。

次にFig. 7に383 K、10800 ks時効材（過時効材）の応力-ひずみ曲線および転位密度変化を示す。この時の析出粒子半径は5.6 nmであり、対数表記した転位密度の変化から領域IIとIIIの境界は2.30%ひずみ、 $\sigma_1 = 188$ MPa、 $\sigma_{0.2} = 234$ MPa、 $\sigma_{II} = 235$ MPaであった。過時効材では転位は障害となる析出物を剪断できず、Orowanループを残して移動するOrowan機構が働いたことにより、粒子剪断機構が働いた亜時効材、ピーク時効材と比較して大きく強度が低下した^{14), 23)}。領域IIにおいて転位密度は $\rho_{II} = 1.07 \times 10^{15} \text{ m}^{-2}$ まで増加し、領域IIIに移行した。10.0%ひずみにおける塑性不安定が発生したときの最大応力は $\sigma_{TS} = 272$ MPa、その時の転位密度は $\rho_{TS} = 2.10 \times 10^{15} \text{ m}^{-2}$ であり、領域IIIにおける加工硬化量と転位密度増加量はそれぞれ37 MPa、 $1.03 \times 10^{15} \text{ m}^{-2}$ であった。加工硬化量、転位密度増加量ともに亜時効およびピーク時効材と比較して小さく、これらは亜時効材、ピーク時効材、過時効材でそれぞれ異なる変化を示した。

10.8 ks亜時効材、180 ksピーク時効材、10800 ks過時効材の転位増殖開始応力はそれぞれ $\sigma_1 = 351$ 、469、188 MPaであり、同程度の粒径を有する純アルミニウムの $\sigma_1 = 22$ MPaと比較していずれも非常に大きかった。これは、転位源、例えばFrank-

Fig. 4 Changes in dislocation density during tensile deformation in 7075 alloys aged at 383 K for 10.8, 180 and 10800 ks.

Fig. 5 Changes in stress and dislocation density by stroke change in 7075 alloy aged at 383 K for 10.8 ks.

Fig. 6 Changes in stress and dislocation density by stroke change in 7075 alloy aged at 383 K for 180 ks.

Fig. 7 Changes in stress and dislocation density by stroke change in 7075 alloy aged at 383 K for 10800 ks.

Read源の転位が張り出し、増殖するためには、固溶元素や析出物といった障害物を乗り越えなければならないため、転位増殖に必要な応力が増加したことが原因と考えられる。また、Fig. 5~7の応力-ひずみ曲線および転位密度変化より、時効が進むにつれて領域II開始直後の加工硬化率および転位密度増加率は大きくなっており、従来の降伏応力として扱われてきた $\sigma_{0.2}$ は10.8 ks 亜時効材、180 ks ピーク時効材、10800 ks 過時効材の場合でそれぞれ σ_1 に近い値、 σ_1 と σ_{II} の中間の値、 σ_{II} に近い値となり、 $\sigma_{0.2}$ が表す降伏応力が転位増殖開始時の応力から転位増殖後の応力へと変化している。このように、 $\sigma_{0.2}$ は時効の段階によって転位増殖の有無が異なっているが、粒子剪断機構やOrowan機構などの析出強化の式には転位密度の項が無いため、これらの強化量を論じる際に転位増殖の有無を考慮する必要性を示唆している。

Fig. 8に ρ_{II} の1/2乗と σ_{II} の関係を示す。併せて、粒径の異なるA1200合金における ρ_{II} と σ_{II} の関係を破線で示す。A1200合金では転位の運動を障害する障害物は他の転位であるため、この線は転位強化を表していると考えられる⁹⁾。GPゾーンが形成されるRT時効材は全て亜時効条件であり、383 K時効材における亜時効からピーク時効では、すなわち粒子剪断機構領域である。この領域では時効の進行に伴い、転位強化を表すA1200合金のBailey-Hirsch関係 $\sigma_{II} = 6.30 \times 10^{-6} \rho_{II}^{1/2}$ から大きく乖離することが明らかとなった。一方で、Orowan領域である過時効材では、時効時間の進行に伴ってA1200合金のBailey-Hirsch関係の直線に値が近づく。Fig. 9に亜時効初期材、ピーク時効材、過時効材の領域IIIにおける転位密度と応力の関係を示す。領域IIIの前半における転位密度 ρ と応力 σ の関係は時効条件の違いによって傾きが大きく異なる直線で表された。しかし、領域IIIの後半では直線からの逸脱が多く見られた。これは、変形の進展に伴ってXRDピークの強度が低下し、Fig. 4で示したように算出した転位密度のばらつきが大きくなるためである。また、転位密度が高くなる領域IIIの後半では転位の再配列、セル形成などが発生すると考えられ、Williamson-Hall法および式(4)による転位密度の計算が成り立たなくなると考えられる。よって、これらの影響が少ない変形の前半部分を用いて、直線の式を計算した。10.8 ks 亜時効材では $\sigma = 395 + 1.20 \times 10^{-6} \rho^{1/2}$ 、180 ks ピーク時効材では $\sigma = 522 + 6.11 \times 10^{-7} \rho^{1/2}$ 、10800 ks 過時効材では $\sigma = 98.0 + 4.26 \times 10^{-6} \rho^{1/2}$ であった。直線の傾き k の時効時間による変化をFig. 10に示す。溶体化処理直後の 3.93×10^{-6} から時効時間の経過に伴って低下し、50 ksから1080 ks時効材で最小の約 0.5×10^{-6} を示した後、2520 ks以降の過時効領域では再び上昇し、10800 ks 過時効材ではむしろ溶体化処理直後より大きい値を示した。領域IIIにおける転位密度増加が強度上昇に及ぼす影響は、析出粒子サイズにより大きく変化することが明らかとなった。

ピーク時効材では ρ_{II} が大きく、また、 σ_{II} も高い。しかし、塑性変形領域である領域IIIにおいては、転位密度増加量は大きいものの、強度の増加が最小である。これはなぜだろうか。塑性変形領域において、せん断ひずみ速度 $\dot{\gamma}$ はOrowanの式より

$$\dot{\gamma} = \rho_m \bar{v} \quad (5)$$

で表される²⁴⁾。ここで ρ_m は可動転位密度、 $\bar{v}$ はバーガースベ

Fig. 8 Relationship between σ_{II} and ρ_{II} in 7075 alloys with various aging time. The dotted line shows the relationship in A1200 alloy^{8), 9)}.

Fig. 9 Relationship between σ and ρ during the stage III in 7075 alloys aged at 383 K.

Fig. 10 Aging time dependency of the slope of the Bailey-Hirsch relationship during the initial stage III.

クトルの大きさ、 $\bar{v}$ は転位の平均移動速度である。引張速度一定であるため $\dot{\gamma}$ は一定とみなすことができ、 $\bar{v}$ も一定であるため、 $\bar{v}$ の増加・減少により ρ_m が減少もしくは増加する。

運動する転位にとって障害物となるのは他の転位と析出物である。障害物としての強さは析出物の方が強く、亜時効からピーク時効に時効が進むにつれて析出物を転位が切断しづらくなるため⁵⁾、障害物としての強さは増加する。それに伴

い転位の平均速度は低下し、あるせん断ひずみ速度で変形するために必要な転位密度、つまり ρ_{II} は増加する。また、応力 σ_{II} は析出物を転位が乗り越える過程によって決定するため、析出物の障害物としての強さが増加するに伴い、 σ_{II} は増加する。

しかし、過時効となりOrowan領域に入ると、析出物の粗大化により転位が析出物をバイパスして進むため^{6),7)}、析出物の障害物としての強さは大きく低下することにより転位の平均速度は増加し、 ρ_{II} は低下する。また、析出物の障害物としての強さが低下するに伴い、 σ_{II} は低下する。そのため、 ρ_{II} と σ_{II} は過時効により、Fig. 8に示すようにA1200合金のBailey-Hirsch関係に近づくと考えられる。このことは析出物の粗大化が進行すると析出物の障害物の強さは転位の障害物のそれに近づくことを示唆している。

一方、領域Ⅲでは、塑性変形の進行により転位密度が徐々に増加し、最大応力時には ρ_{II} の時に比べて約2倍まで増加する。よって、この領域の強度を考える上において、障害物となりうる他の転位の密度をより大きく考慮しなければならない。亜時効と過時効では転位の障害物としての強さは比較的大きいため、流動応力は析出物を転位が乗り越える過程に加え、他の転位を乗り越える過程の両方によって決定するため、転位密度の増加により加工硬化する。一方、ピーク時効材では、析出物の障害物としての強さが転位に比べて非常に大きいため、主に流動応力は析出物を転位が乗り越える過程により決定され、転位密度の増加による流動応力の増加、つまり加工硬化量は小さくなると考えられる。

以上のことから、析出強化型合金における加工硬化量は転位密度変化だけでは決定されず、転位移動に対する析出物と転位の障害物としての強さの相対的な関係によって決まるため、流動応力や最大応力は析出強化と転位強化の単純な足し合わせによって表すことは困難である。

4. ま と め

放射光を用いた引張変形中のIn-situ XRD測定によって、Al-Zn-Mg合金の転位密度変化に及ぼす析出物サイズの影響を調べることによって以下の知見を得た。

(1) 引張変形中の転位密度のIn-situ測定によって、 $\sigma_{0.2}$ は時効時間の経過に伴って転位増殖開始時の応力から転位増殖後の応力へと変化していることが明らかとなった。しかし、従来の析出強化の式には転位密度の項は存在しないため、析出物による強化量を論じる際には転位増殖の有無を考慮する必要性が示唆された。

(2) ρ_{II} と σ_{II} の関係において、粒子剪断領域である亜時効領域およびピーク時効では時効時間の増加に伴って転位強化を表すBailey-Hirsch関係から大きく乖離する結果となった。一方でOrowan領域となる過時効領域では時効時間の増加に伴い転位強化を表すBailey-Hirsch関係に近づいた。粒子剪断領域では析出物の障害物としての強さが非常に大きいため、転位の移動速度が低下し転位密度 ρ_{II} が上昇、応力 σ_{II} も析出物サイズの増加に伴って上昇する。しかし、Orowan領域では転位が析出物をバイパスして進むため、転位の移動速度は増加し転位密度 ρ_{II} が低下する。また、析出物の障害物としての強さが低下するに伴って応力 σ_{II} も低下する。

(3) 領域Ⅲにおける転位密度増加量に対する加工硬化量は亜時効初期からピーク時効にかけて低下し、過時効に至ると増加した。亜時効初期材および過時効材では析出物の障害物としての強度が比較的小さく、流動応力は析出物を転位が乗り越える過程に加え、他の転位を乗り越える過程の両方によって決定するため、転位密度の増加により加工硬化する。しかし、ピーク時効材では析出物の障害物としての強度が非常に大きいため、流動応力に及ぼす他の転位を乗り越える過程の影響が小さく、加工硬化量も小さくなる。

謝 辞

本研究は株式会社UACJより試料提供を受けた。本研究の一部は公益財団法人軽金属奨学会の助成により行われた。本研究の放射光実験は公益財団法人高輝度光科学研究センターSPRING-8のBL19B2(課題番号: 2016A1728, 2017B1023, 2019A1744)にて行われた。ここに謝意を表する。

参 考 文 献

- 1) J.E. Bailey and P.B. Hirsch: *Philos. Mag.*, **5** (1960), 485-497., 10.1080/14786436008238300
- 2) E. O. Hall: *Proc. Phys. Soc. Sect. B*, **64** (1951), 747-752.
- 3) N. J. Petch: *J. Iron Steel Inst.*, **174** (1953), 25-28.
- 4) H. W. King: *J. Mater. Sci.*, **1** (1966), 79-90., 10.1007/BF00549722
- 5) V. Gerold and H. Haberkorn: *Phys. Status Solidi*, **16** (1966), 675-684., 10.1002/pssb.19660160234
- 6) E. Orowan: *Symposium on Internal Stresses in Metals*, Institute of Metals, London, (1948).
- 7) P. B. Hirsch and F. J. Humphreys: *Physics of Strength and Plasticity*, ed. by A. S. Argon, MIT Press, (1969).
- 8) H. Adachi, Y. Miyajima, M. Sato and N. Tsuji: *Mater. Trans.*, **56** (2015), 671-678., 10.2320/matertrans.L-M2015803
- 9) H. Adachi, H. Mizowaki, M. Hirata, D. Okai and H. Nakanishi: *Mater. Trans.*, **62** (2021), 62-68., 10.2320/matertrans.L-M2020861
- 10) S. Gao, T. Yoshimura, W. Mao, Y. Bai, W. Gong, M.H. Park, A. Shibata, H. Adachi, M. Sato and N. Tsuji: *Crystals*, **10** (2020), 1-15., 10.3390/cryst10121115
- 11) Y. Miyajima, S. Okubo, T. Miyazawa, H. Adachi and T. Fujii: *Philos. Mag. Lett.*, **96** (2016), 294-304., 10.1080/09500839.2016.1218563
- 12) A.J. Ardell: *Metall. Trans. A*, **16** (1985), 2131-2165., 10.1007/BF02670416
- 13) S. Queyreau, G. Monnet and B. Devincre: *Acta Mater.*, **58** (2010), 5586-5595., 10.1016/j.actamat.2010.06.028
- 14) 長村光造, 落合庄治郎, 上原利弘: *軽金属*, **34** (1984), 517-524., 10.2464/jilm.34.517
- 15) 山本哲也, 足立大樹, 奥田浩司, 長村光造, 横江一彦, 楠井潤, 横手隆昌: *軽金属*, **48** (1998), 242-247., 10.2464/jilm.48.242
- 16) K. Osamura, H. Okuda and S. Ochiai: *Scr. Metall.*, **19** (1985), 1379-1384., 10.1016/0036-9748(85)90071-7
- 17) A. Guinier and G. Fournet: *Small-Angle Scattering of X-Rays*, John Wiley & Sons., New York (1955)
- 18) 松岡秀樹: *日本結晶学会誌*, **41** (1999), 213-226., <https://doi.org/10.5940/jcrsj.41.213>
- 19) L.F. Mondolfo, N.A. Gjostein and D.W. Levinson: *Trans. AIME*, **8** (1956), 1378-1385.
- 20) H. Schmalzried and V. Gerold: *Z. Metallk.*, **50** (1959), 568.
- 21) G.K. Williamson and W.H. Hall: *Acta Metall.*, **1** (1953), 22-31., 10.1016/0001-6160(53)90006-6
- 22) G.K. Williamson and R.E. Smallman: *Philos. Mag.*, **1** (1956), 34-46., 10.1080/14786435608238074
- 23) K. Osamura, K. Kohno, H. Okuda, S. Ochiai, J. Kusui, K. Fujii, K. Yokoe, T. Yokote and K. Hono, *Mater. Sci. Forum*, **217-222** (1996), 1829-1834., 10.4028/www.scientific.net/msf.217-222.1829
- 24) E. Orowan: *Proc. Phys. Soc.*, **52** (1940), 8-22., 10.1088/0959-5309/52/1/303