Al-Mg 合金の Portevin-LeChatelier 効果と結晶粒度

三浦 精*・山内 英明*

Influence of grain size on Portevin-LeChatelier effect in Al-Mg alloys.

UDC 669.715'721 : 739.377:548 : 23

MIURA Sei* and YAMAUCHI Hideaki*

In order to investigate the effect of grain size on Portevin-Le Chatelier yielding, tensile tests were performed on Al-0.55 and 1 at%Mg alloys having various grain sizes.

In the temperature range of $-20 \sim +40^{\circ}\text{C}$ and strain rate range of $3.3 \times 10^{-5} \sim 1.7 \times 10^{-3}/\text{sec.}$, the value of activation energy for P-L effect was found to be 0.60 ± 0.02 eV, which was independent of grain size.

The relation between strain rate ($\dot{\epsilon}$) and strain (ϵ_0) required for the onset of P-L effect at 0°C was expressed as follows:

$$\dot{\epsilon} \propto \epsilon_0^{2.01 \pm 0.1} \mu^{-0.53 \pm 0.02}$$

where μ is grain size.

It was found that the value of ϵ_0 was decreased and the stress at the onset of P-L effect was increased with the decrease of grain size. The above fact is explained by the effect of grain size on the average velocity of moving dislocations.

(Received Aug. 20, 1970)

1. 緒 言

面心立方固溶体合金を適当な温度およびひずみ速度で引張変形すると、応力—ひずみ曲線は最初は平滑であるがあるひずみ量からは鋸の歯のような形状を呈する。この現象は serrated flow, repeated yielding あるいは discontinuous yielding などと呼ばれるが、とくに溶質原子の拡散によってそれが起こる場合を Portevin-LeChatelier 効果¹⁾ (P-L効果) という。

この現象は変形によって形成される原子空孔に助けられて拡散移動する溶質原子と運動する転位の相互作用によるいわゆる動的なひずみ時効として理解されている²⁾。したがって serration (P-L 効果) が始まるまでのひずみ量は溶質原子の拡散速度を増すに必要な原子空孔を塑性変形によって作るまでの量である。

アルミニウム基置換型合金の P-L 効果に関してはかなり多くの観察がなされているが、その結晶粒度依存性についてはあまり研究されていなかった。Al-Mg 合金について Borchers ら³⁾は P-L 効果の開始ひずみ ϵ_0 が結晶粒度に依存しないことを報告しているが、最近 Brindley と Worthington⁴⁾は Al-3%Mg 合金で ϵ_0 と P-L 効

果の活性化エネルギーの両方が結晶粒度に依存することを見出した。最近の Cu-Zn, Cu-Sn 多結晶の研究^{5~7)}も ϵ_0 は粒度の増加とともに増加することを示している。

本研究は Al-0.55 および 1 at%Mg 合金を用いて P-L 効果の性質におよぼすひずみ速度、変形温度、溶質濃度などの影響をしらべ、特に従来 Al-Mg 合金では確かでなかった本現象の結晶粒度依存性についていろいろな角度から実験を行なったものである。

2. 実験方法

実験に用いられた試片は、Al-Mg 合金多結晶棒であつて、Table 1 にその化学組成を示した。

試片は、あらかじめ線引された直径 2 mm の線材を、70 mm の長さに切断し、 380°C の温度で 5 分間加熱後、真直に矯正した。その試片を、Al-1at%Mg 合金の場合

Table 1 Chemical compositions of specimens used.

Specimen	Mg (at%)	Si (at%)	Fe (at%)	Al
Al-1at%Mg	0.96	0.003	0.01	Balance
Al-0.55at%Mg	0.55	0.003	0.01	Balance

* 同志社大学工学部 (京都市) Faculty of Engineering, Doshisha University (Kyoto)

は、400, 500, 570°Cおよび Al-0.55 at%Mg合金の場合は400, 550°Cの各温度で、10分間焼鈍炉冷し各種結晶粒度の試片をえた。焼鈍によつて形成された表面酸化膜は引張試験の前に3%塩酸溶液を用いて電解エッチングにより除去した。

引張試験には、インストロン型試験機島津 IS-5000 Sを用いた。試片の標点間距離は50mmとし、歪速度の範囲は $3.3 \times 10^{-5} \text{ sec}^{-1} \sim 1.7 \times 10^{-3} \text{ sec}^{-1}$ とした。変形温度範囲は、-196~200°Cであり、-196°Cは液体窒素、-50~0°Cはアルコール（液体窒素で冷却）10~100°Cでは水、100~200°Cではシリコン油を用いた。変形中の温度の変動は-20°C以下では $\pm 0.5^\circ\text{C}$ 、0°C以上では $\pm 0.2^\circ\text{C}$ 以内である。

3. 活性化エネルギーの決定

Cottrell²⁾ は P-L 効果は面心立方合金の場合には変形によつて形成された原子空孔によつて加速された溶質原子の拡散速度 v_i と転位の平均速度 v_d がほぼ等しく、転位が変形中に溶質原子によつて固着されるとき、すなわち塑性変形中におこるひずみ時効にもとづくものと解釈した。この考えによると Serration の出現条件として、つぎの関係が導かれる。

いま、置換型固溶体合金の溶質原子の拡散係数 D は Seitz⁸⁾ と Mott⁹⁾ によると

$$D = a^2 \nu z C_v \exp(-E_m/kT) \quad (1)$$

で与えられる。ここで a は格子定数、 ν はデバイ振動数、 z は配位数、 E_m は原子空孔移動の活性化エネルギー、 k は Boltzmann 定数、 T は絶対温度、 C_v は原子空孔濃度である。

応力場中を移動する溶質原子の拡散速度は Einstein の関係式より

$$v_i = DF/kT \quad (2)$$

で与えられる。ここで v_i は溶質原子の移動速度、 F は転位と溶質原子の相互作用力である。

式(1)(2)より

$$v_i = \frac{a^2 \nu z F}{kT} C_v \exp(-E_m/kT) \quad (3)$$

ここで原子空孔濃度 C_v のうち熱平衡による空孔濃度は塑性変形によつて形成される空孔濃度に比べて、きわめて低いから、塑性変形によつて形成された空孔だけを考慮に入れると、その濃度は式(4)で与えられる。

$$C_v = B \epsilon^m \quad (4)$$

ここで B, m は定数、 ϵ は塑性ひずみである。したがつて式(3)は

$$v_i = \frac{a^2 \nu z FB}{kT} \epsilon^m \exp(-E_m/kT) \quad (5)$$

となる。

一方ひずみ速度 $\dot{\epsilon}$ と転位の動く平均速度 v_d との関係は

$$\dot{\epsilon} = \rho b v_d \quad (6)$$

で表わされる。ここで ρ は可動転位密度、 b はバーガスベクトルである。いま $v_i \simeq v_d$ のときに P-L 効果はおこるものと考えられるから、式(5)(6)より

$$\dot{\epsilon} = \frac{\rho b a^2 \nu z FB}{kT} \epsilon^m \exp(-E_m/kT) \quad (7)$$

となる。また可動転位密度 ρ は N, β を定数とすると

$$\rho = N \epsilon^\beta \quad (8)$$

で表わされるから、 $a^2 \nu z N b F B / k = A$ (定数) とおくと

$$\dot{\epsilon} T = A \epsilon^{m+\beta} \exp(-E_m/kT) \quad (9)$$

となる。式(9)において P-L 効果の始まる時の開始ひずみを ϵ_0 とすると $T = \text{一定の時}$

$$\ln \dot{\epsilon} \propto (m+\beta) \ln \epsilon_0 \quad (10)$$

となる。 T が各々の温度の時 $(m+\beta)$ は、後で示されるようにおよそ一定の値をとるから、式(9)の ϵ を $\epsilon = \epsilon_0 = \text{一定}$ とおくと $\ln(T \cdot \dot{\epsilon})$ を $1/T$ とをプロットすると空孔移動の活性化エネルギーを求めることができる。

4. 実験結果

4.1 Serration の形状

ひずみ速度 $3.3 \times 10^{-5} \text{ sec}^{-1} \sim 1.7 \times 10^{-3} \text{ sec}^{-1}$ 、変形温度 -196~200°Cの範囲で実験を行なったが、serration が判定できる温度範囲は -20~160°Cであつた。たとえば $\dot{\epsilon} = 3.3 \times 10^{-4} \text{ sec}^{-1}$ においては、Fig. 1 に示すような serration が -20~120°Cの温度範囲で出現する。この図はひずみ速度を一定にして変形温度を変化させることによる顕著な serration の形状変化の例を示したものであるが、A は serration の頻度が小さく周期的に規則性をもつ例であり、B は不規則なもの、C は頻度の大きいものの一例である。A のような形のはひずみ速度 $1.7 \times 10^{-4} \text{ sec}^{-1} \sim 3.3 \times 10^{-4} \text{ sec}^{-1}$ 、変形温度 -20~20°Cの範囲、C のような形のものは変形温度 80°C以上の範囲その中間では B のような形のものが観察された。

Fig. 2 および Fig. 3 は一定の温度、ひずみ速度のもとで serration の振幅の結晶粒度依存性および溶質原子濃度依存性を調べたものである。図に示すように、serration の振幅は、結晶粒度が小さく、Mg 濃度が大きいほど増加している。また serration の振幅はひずみの増加とともに大きくなり、Fig. 2 および 3 には示されていないが、破断に近づくにしたがつて小さくなる。serration の頻度は -20~120°Cの範囲では、温度が上昇するにしたがつて増大し、160°C以上では振幅が低下して serration の判定がむずかしくなる。また -20°C以下の低温においても同様である。

4.2 原子空孔濃度とひずみとの関係

Cottrell²⁾は溶質原子の拡散係数がひずみ速度 $\dot{\epsilon}$ に関係するある最小値に達したとき、P-L効果が始まることを示したが、このモデルから温度一定のとき式(10)すなわち $\dot{\epsilon} \propto \epsilon_0^{m+\beta}$ の関係が成立する。P-L効果の開始ひずみ ϵ_0 はFig. 1に示すように塑性ひずみとして決定した。一例としてAl-Mg 1at% Mg合金を $-20 \sim 20^\circ\text{C}$ の温度範囲、 $3.3 \times 10^{-5} \sim 1.7 \times 10^{-3} \text{ sec}^{-1}$ のひずみ速度範囲で引張試験を行ない、 $\dot{\epsilon}$ と ϵ_0 との関係を示したのがFig. 4である。またFig. 5にAl-0.55at%Mgの例を示した。この実験条件の範囲では式(10)の関係がよく成立している。

Fig. 1 Temperature dependence of stress-strain curves of Al-Mg alloys and determination of onset strain for P-L effect.

Fig. 2 Effect of grain size on amplitudes of stress-drop for selected strain in Al-1at%Mg alloys.

Fig. 3 Effect of concentration of Mg on amplitudes of stress-drop for selected strain in Al-Mg alloys annealed at 400°C .

この図の傾きから $m+\beta$ の値が求められる。この $m+\beta$ の値はすべての合金濃度、結晶粒度の試片について求められ、その結果をTable 2に示した。表中の E_m の値については後でのべる。

$m+\beta$ の値は、Al-0.55at%Mgの結晶粒度 60μ のものが、1.69とやや低い値を示した他はすべて 2.0 ± 0.1 の値となつた。 $m+\beta$ の値は結晶粒度に依存せずほぼ一定であるといえる。塑性変形によつて増加する転位密度は式(8)で与えられるが、後に示すように β の値はいろいろ

Table 2 Experimental values of $m+\beta$ and E_m

Specimen	Annealed Temp. ($^\circ\text{C}$)	Grain Size (μ)	$m+\beta$	Activation Energy (eV)
Al-1at%Mg	400	90	1.96	0.61 ± 0.02
	500	160	2.02	0.58 ± 0.03
	570	300	1.96	0.61 ± 0.01
Al-0.55at%Mg	400	60	1.69	0.60 ± 0.01
	550	210	2.07	0.59 ± 0.03

Fig. 4 Relation between critical strain and strain rate for selected temperature in Al-1at%Mg alloys annealed at 400°C .

Fig. 5 Relation between critical strain and strain rate for selected temperature in Al-0.55at%Mg alloys annealed at 400°C .

な金属について 1 に近い値であることが知られているので $\beta \simeq 1$ と仮定すると原子空孔濃度とひずみとの関係は Al-Mg 合金の場合

$$C_v \simeq B\epsilon^{1.0} \quad (11)$$

となる。

Fig. 6 Relation between critical strain and temperature for selected strain rate in Al-1at.%Mg alloys annealed at 400°C.

Fig. 7 Relation between critical strain and temperature for selected strain rate in Al-0.55at.%Mg alloys annealed at 400°C.

4.3 原子空孔移動の活性化エネルギー

結晶粒度の異なるすべての Al-Mg 合金試料 (5 種類) について P-L 効果の出現開始ひずみと変形温度およびひずみ速度の関係が調べられたが、その代表的な例を **Fig. 6, 7** に示した。いま **Fig. 4, 5** に示すようにこの試料の $m+\beta$ の値は $-20 \sim +20^\circ\text{C}$ の温度範囲では一定の値をもつから式(9)で $m+\beta$ を一定とおくと原子空孔移動の活性化エネルギーを実験的に決定できる。すなわち **Fig. 6, 7** で ϵ_0 が一定の点のひずみ速度 $\dot{\epsilon}$ と変形温度 T を求め $\log(T \cdot \dot{\epsilon})$ を $1/T$ に対しプロットしたものが **Fig. 8, 9** である。たとえば **Fig. 8** は $\epsilon_0 = 1.4\%, 2.5\%, 3.5\%$ についてそれぞれ $E_m = 0.59\text{eV}, 0.61\text{eV}, 0.63\text{eV}$ を与え結局 $E_m = 0.61 \pm 0.02 \text{ eV}$ という値が最小二乗法によ

Fig. 8 Relation between strain rate and temperature for determining activation energies for the process in Al-1at.%Mg alloys.

Fig. 9 Relation between strain rate and temperature for determining activation energies for the process in Al-0.55at.%Mg alloys.

つて求められた。このようにして決定された E_m のすべての値を Table 2 に示した。

Table 2 より E_m は結晶粒度および Mg の濃度に依存しないことがわかるが E_m の平均として 0.60 ± 0.02 eV の値となる。

4.4 P-L 効果の出現開始ひずみ, 開始応力と結晶粒度

P-L 効果の出現開始ひずみ ϵ_0 は, 一定ひずみ速度のもとでは Fig. 1 に示したように, 温度の上昇とともに低下し, 一定温度のもとでは Fig. 4, 5 のようにひずみ速度の増加とともに増大する。

Fig. 10 は Al-1at% Mg における P-L 効果の出現開始ひずみ ϵ_0 と結晶粒度との関係をひずみ速度 $1.7 \times 10^{-3} \text{ sec}^{-1}$ の場合について示したものである。図より明らかなように変形温度が 10°C 以下の低温では ϵ_0 は結晶粒度が大きいほど大きいしかし 20°C 以上では ϵ_0 の結晶粒度依存性はみとめられない。

Fig. 11 は 0°C の変形温度におけるひずみ速度の違いによる ϵ_0 の結晶粒度依存性を示したものである。

P-L 効果の開始応力 σ_0 とひずみ ϵ_0 と結晶粒度の関係

Fig. 10 Relation between critical strain and grain size at various deformation temperatures.

Fig. 11 Effect of grain size on critical strain for selected strain rates.

を Fig. 12 に示した。0, -10°C では結晶粒度の小さいほど ϵ_0 は小さく開始応力 σ_0 が増加することがわかる。

4.5 変形応力の温度依存性

変形応力の温度依存性を Fig. 13 に示すようにある一定のひずみにおける応力で示した。図中の黒丸は P-L 効果のおこっている応力-ひずみ曲線上で上下振幅の中間の値で計った変形応力である。図から明らかなように P-L 効果がおこっている温度 $-20^\circ\text{C} \sim 120^\circ\text{C}$ 位の範囲で変形応力の増大を示している。

5. 考 察

5.1 Serration におよぼすひずみ速度の効果

本研究の実験条件の範囲 (温度 $-196 \sim 200^\circ\text{C}$, ひずみ速度 $3.3 \times 10^{-5} \sim 1.7 \times 10^{-3} \text{ sec}^{-1}$) において, P-L 効果による Serration の開始ひずみ ϵ_0 は, 一定温度の試験ではひずみ速度とともに増加し, Al-0.55at% Mg の粒度 60μ の試片を除いては $m+\beta$ の値は 2.0 ± 0.1 という値がえられている。この事実は, cottrell のモデルにもとづいて解釈できる。このモデルでは serration すなわち P-L 効果は, 溶質原子の移動速度が転位の移動速度にほぼ等しくなったときにおこるのでひずみ速度 $\dot{\epsilon}$ が大きくなると式(6)で可動転位の平均運動速度 v_d が大きくなり,

Fig. 12 Relation between critical stress and critical strain for selected grain size, strain rate and temperature in Al-1at% Mg alloys.

Fig. 13 Effect of temperature on flow stress for selected strain at strain rate of $1.67 \times 10^{-3} \text{ sec}^{-1}$ in Al-1at% Mg alloys annealed at 500°C .

この速度に溶質原子の移動速度が対応するためには大きな拡散速度を必要とする。今、変形温度が一定であれば、大きな拡散速度をうるためには大きな原子空孔濃度を必要とする。そのためには式(4)によつて大きな塑性ひずみが必要となり、その結果 ϵ_0 の値の増加をもたらすことになる。

本実験でえられた開始ひずみとひずみ速度の関係は

$$\dot{\epsilon} = \text{const} \cdot \epsilon_0^{2.0 \pm 0.1} \quad (12)$$

で示されたが、この $m + \beta = 2.0 \pm 0.1$ の値は Vöhringer と Macherauch⁶⁾ が Cu-Sn 合金で結晶粒度に関係なく求めた $m + \beta = 1.9$ や Russell¹⁰⁾ がやはり Cu-Sn 合金で広い合金濃度領域にわたりえた 2.2 という値と比較される。 β の値は正確には電子顕微鏡観察による転位密度の測定などの方法で決定されなければならないが、現在までいろいろな金属について β の値はほぼ 1 に近いことが報告されている¹¹⁾¹²⁾。したがつて、 β の値を 1 と仮定すると、原子空孔濃度とひずみとの関係は式(11)で示され、 $m \simeq 1$ となる。この値は Seitz⁹⁾ や Mott⁹⁾ が示した $m \simeq 1$ や Ham と Jaffrey¹³⁾ が Cu-Sn 合金で示した $m = 1.03$ などとほぼ一致する値である。また三浦ら¹⁴⁾は純 Al を -196°C で変形する際の電気抵抗の増加 $\Delta\rho$ は $\Delta\rho = 0.15 \epsilon^{1.20} \mu\Omega\text{cm}$ で示されることを報告したが、Al の場合この電気抵抗の寄与はほとんど点欠陥であると考えられるので $m \simeq 1.2$ と考えると Al-Mg 合金の場合もかなり近い値であると云えよう。

$m + \beta$ の値は結晶粒度の依存性は認められなかつた。一般に転位密度は粒度の小さいものを変形する方が増加が大きく、したがつて点欠陥の形成量も多いことが期待されるのであるが、 $m + \beta$ の値が一定であつても式(4)の B や式(8)の N の比例定数が変われば空孔濃度や転位密度は変わる。しかしながら本実験の場合、B の決定方法がないので、はつきりした結論を下すことはできない。

5.2 原子空孔移動の活性化エネルギー

実験の結果から式(9)を利用して求められた E_m の値は濃度、結晶粒度に関係なく $0.60 \pm 0.02 \text{ eV}$ という値がえられた。一般に純 Al の原子空孔移動の活性化エネルギーは $0.37 \sim 0.65 \text{ eV}$ ¹⁵⁻¹⁸⁾ と報告されている。最近では報告される値はしだいに高くなる傾向にあり、 0.62 eV 前後の主張が多い。われわれのえた Al-Mg 合金の 0.60 eV は大体これらの値とほぼ一致している。

一般には溶質原子の存在するときの空孔の移動エネルギーは空孔が溶質原子との結合を切つて運動するとき $E_{TV} + E^B$ で表わされる。ここで E_{TV} は純金属中の単一空孔移動のエネルギー、 E^B は空孔と溶質原子の結合エネルギーである。しかし空孔が溶質原子と一体になつて動く場合には空孔-溶質原子対の移動エネルギーは $E_{TV} - E^B$ となる。Al 中の単一空孔と Mg との結合エネ

ギーは $0.10 \sim 0.20$ ^{19,20)} と報告されている。岡崎と高村²¹⁾によると Al 中の単一空孔と Mg との結合自由エネルギー G^B は、 S^B を結合エントロピーとすると、

$$G^B = E^B - S^B T \quad (13)$$

で示され Mg 原子が溶質原子の場合

$$E^B = 0.13 \pm 0.02 \text{ eV}, S^B = -(1.3 \pm 0.5)k$$

で表わされる。本研究で決定された E_m の値は Al-1at% Mg の場合 $-20 \sim 20^\circ\text{C}$ 、Al-0.55 at % Mg の場合 $-10 \sim 30^\circ\text{C}$ であるので大略の中心温度として 0°C をとると、その結合自由エネルギーとしては Al-Mg 合金の場合 0.16 eV 程度となる。いま結合エネルギーとして 0.13 eV の真の値をとれば、 $E_{TV} - E^B = 0.62 - 0.13 = 0.46 \text{ eV}$ となりこの値と比較すると求められた 0.60 eV はかなり高い値となる。これは Al-Mg 合金中の空孔が全部 Mg と結合して移動していないと考え、観測されるエネルギーは $0.62 \pm 0.13 \text{ eV}$ の範囲で変化する可能性があるから、当然であろう、しかし明らかに、観測された E_m の値は、空孔と溶質原子対の移動エネルギーとして理解できる。

P-L 効果の実験から、Mg を 3 および 5wt% 含んだ Al 合金の E_m について Caisso²²⁾ は $0.20 \sim 0.44 \text{ eV}$ をまた Mg を 5.6 および 8.6wt% 含む合金について松浦ら²³⁾ は 0.27 eV を、さらに Thomas²⁴⁾ は Al-5wt% Mg 合金について、 0.35 eV を与えているが、いずれも(9)式で $\dot{\epsilon}$ を一定としていろいろの温度における ϵ_0 を求め、 $m + \beta$ の値を使つて E_m を求めているが、 $m + \beta$ の値を 1 として E_m を決定しているため、求められた活性化エネルギーの値は $1/m + \beta$ 倍になつている。したがつて、これらの E_m の値はすべて過小評価である。

また Westwood と Broom²⁵⁾ は Al-3 および 1wt% Mg 合金のひずみ時効から $0.34 \sim 0.40 \text{ eV}$ の活性化エネルギーを求めているが、この値も P-L 効果が静的ひずみ時効と同一の機構からおこつているものとする本実験でえられた値と比較するとかなりひくい値である。この点についてはひずみ時効の実験を再検討する必要がある。

5.3 結晶粒度依存性

P-L 効果の開始ひずみ、開始応力の結晶粒度依存性に関して Charnock⁷⁾ は α -黄銅について、転位密度 ρ と結晶粒度 μ に関して Conrad と Christ²⁶⁾ が示した関係

$$\rho \propto \epsilon^\beta \mu^{-n} \quad (14)$$

を用いて実験結果の解析を行なつている。いま Cottrell の提唱した関係 ($v_s \simeq v_d$) と式(2)、(6)から温度一定の場合には

$$\dot{\epsilon}_0 \propto D \cdot \rho \quad (15)$$

が導びかれる。ここで $\dot{\epsilon}_0$ は P-L 効果の出現開始ひずみ速度であり、ある温度 T において ϵ_0 で P-L 効果をおこしうるひずみ速度である。温度一定の場合には式(1)と

Fig. 14 Relation between critical strain rate and grain size for constant critical strain at 0°C in Al-1at.%Mg alloys.

Fig. 15 Relation between yield stress and $\mu^{-1/2}$ at selected temperatures in Al-1at.%Mg alloys for determining friction stress.

(4)から

$$D \propto C_v \propto \varepsilon^m \quad (16)$$

となるから式(15)は

$$\dot{\varepsilon}_0 \propto \varepsilon^{m+\beta} \cdot \mu^{-n} \quad (17)$$

となる。本実験での結果は、Fig. 11 に示すように、低温では $\dot{\varepsilon}_0$ の結晶粒度による依存性が認められるから、式(17)が成立すると仮定して、式(17)の n を求めてみる。

Fig. 11 で ε_0 を一定としたときの値を $\log \dot{\varepsilon}_0 - \log \mu$ にプロットしたのが Fig. 14 であるが、この直線の勾配は $n = 0.53 \pm 0.02$ を与えるから、式(17)は 0°C において

Fig. 16 Relation between $(\sigma_0 - \sigma_i)$ and grain size at 0°C in Al-1at.%Mg alloys.

$$\dot{\varepsilon}_0 \propto \varepsilon^{2.0 \pm 0.1} \mu^{-0.53 \pm 0.02} \quad (18)$$

となる。これがすなわち P-L 効果の開始ひずみと結晶粒度との関係である。この関係は変形によつて粒度の小さい場合には転位密度が大きく、したがつて式(6)の転位の平均速度 v_d が小さくなり、P-L 効果をおこすに要する溶質原子の拡散速度も小さくてよく、その結果少量の空孔を形成すればよいから ε_0 の値が低下することを示している。また n の値について、Conrad と Christ²⁶⁾ は直接観察から 0.5, Charnock²⁷⁾ はこの方法で α 黄銅で 1.0 を報告した。

つぎに P-L 効果の開始応力 σ_0 の結晶粒度依存性についてはつぎのように導かれる²⁷⁾。

式(14), (15), (16)より

$$\dot{\varepsilon}_0 \propto \mu^{\frac{n \cdot m}{\beta}} \cdot \rho^{\frac{m+\beta}{\beta}} \quad (19)$$

ここで $\dot{\varepsilon}_0 = \text{const}$ とおくと

$$\rho \propto \mu^{-\frac{nm}{m+\beta}} \quad (20)$$

となる。一般に変形応力と転位密度との関係は

$$\sigma_f - \sigma_i \propto \rho^p \quad (21)$$

の関係にあることが知られている。ここで σ_f は変形応力 σ_i は摩擦応力である。式(20)と(21)より

$$\sigma_0 - \sigma_i \propto \mu^{-\frac{nm}{m+\beta} p} \quad (22)$$

ここで σ_0 は P-L 効果の開始応力である。 σ_i は Petch の式

$$\sigma_y = \sigma_i + k_y \mu^{-1/2} \quad (23)$$

を利用して、降伏応力 σ_y の結晶粒度依存性を示す Fig. 15 から求めた。 σ_i は温度の関数であるから、各温度について求まるが、高温では P-L 効果が不明確で σ_0 が求まりにくいのでやはり 0°C の場合について求める。図より $\sigma_i (T = 0^\circ\text{C}) = 2.04 \text{ kg/mm}^2$ を採用して $\log (\sigma_0 - \sigma_i)$

と $\log \mu$ の関係を示したのが Fig. 15 である。Fig. 15 の勾配から式(22)によつて $-mnp/m+\beta = 1/8$ がえられるから

$$\sigma_0 - \sigma_i \propto \mu^{1/8} \quad (24)$$

が導かれる。これが Al-1at%Mg 合金における 0℃での P-L 効果の開始応力と結晶粒度の関係を示すものである。

いま $-mnp/m+\beta = 1/8$ において $m \simeq 1$ と仮定すると $m+\beta$, n の値は既知であるから, $P = 0.47$ がえられる。したがつて式(24)は

$$\sigma_f - \sigma_i \propto \rho^{0.47} \quad (25)$$

となる。

P の値として Ham と Jaffrey¹³⁾ は Cu-3.2at%Sn において 0.85 を Mclean²⁷⁾, Keh と Weissman²⁸⁾ は多くの金属で ~ 0.5 を報告している。本研究でえた Al-1at%Mg の値 0.47 は後者らの値とほとんど一致し, 一般に多くの面心立方多結晶でえられる $\sigma \propto \sqrt{\epsilon}$ の関係と一致する。なぜなら $\beta \simeq 1$ とおくと $\rho \propto \epsilon$ であるからである。

6. 結 論

種々の結晶粒度をもつ Al-0.55 および 1 at%Mg 合金について Portevin-LeChatelier 効果のひずみ速度, 変形温度, 溶質原子濃度および結晶粒度依存性をしらべた結果はつぎのようである。

- (1) $-20^\circ\text{C} \sim 40^\circ\text{C}$ の範囲では各合金とも Cottrell のモデルにもとづく式(9)によつて変形温度, ひずみ速度依存性がよく説明された。P-L 効果の出現開始ひずみ ϵ_0 とひずみ速度 $\dot{\epsilon}$ との関係は $\dot{\epsilon} \propto \epsilon_0^{2.0 \pm 0.1}$ で表わされ $m+\beta = 2.0 \pm 0.1$ の値は結晶粒度に依存しない。
- (2) 原子空孔移動の活性化エネルギーは $-20 \sim +40^\circ\text{C}$ の範囲で 0.60 ± 0.02 eV が与えられた。この値は一部が Mg 原子と結合した空孔の移動エネルギーと考えられる。またこの活性エネルギーも結晶粒度に依存しない。
- (3) Serration の振幅は, ひずみの増加とともに増加し, 結晶粒度が小さく, 溶質原子濃度が大きいほど大きい。
- (4) 変形応力は $-20 \sim 120^\circ\text{C}$ の範囲で増大する。
- (5) Al-1at%Mg 合金では P-L 効果の開始ひずみ ϵ_0 と開始ひずみ速度 $\dot{\epsilon}_0$ の結晶粒度依存性は 0°C において $\dot{\epsilon}_0 \propto \epsilon_0^{2.0 \pm 0.1} \mu^{-0.53 \pm 0.02}$ で表わされる。この関係は転位の平均速度におよぼす結晶粒度の影響から理解される。
- (6) Al-1at%Mg 合金において, P-L 効果の開始応力 σ_0 の結晶粒度依存性は, σ_i を摩擦応力として $\sigma_0 - \sigma_i \propto \mu^{-1/8}$ で表わされる。

謝 辞

本研究を行なうに当り試料の提供をいただいた古河アルミニウム工業㈱に謝意を表する。なお本研究の一部は軽金属奨学会研究助成金によつて行なつたものである。

参 考 文 献

- 1) A. Portevin and F. LeChatelier: C. R. Acad. Sc., **176** (1923), 507.
- 2) A. H. Cottrell: Phil. Mag., **44** (1953), 829.
- 3) H. Borchers, H. M. Tensi and H. Ehrhart: Z. Metallk., **58** (1967), 863.
- 4) B. J. Brindley and P. J. Worthington: Acta Meta., **17** (1969), 1357.
- 5) D. Munz and E. Macheruch: Z. Metallk., **57** (1966), 552.
- 6) O. Vöhringer and E. Macherauch: Z. Metallk., **58** (1967), 317.
- 7) W. Charnock: Phil. Mag., **18** (1968), 89.
- 8) F. Seitz: Advances-in Phys., **1** (1952), 43.
- 9) N. F. Mott: Phil. Mag., **43** (1952), 1151, Ibid., **44** (1953), 187, 742.
- 10) B. Russell: Phil. Mag., **8** (1963), 615.
- 11) J. E. Bailey: Phil. Mag., **8** (1963), 233.
- 12) J. N. Lomer and H. M. Rosenberg: Phil. Mag. **4** (1959), 467.
- 13) R. K. Ham and D. Jaffrey: Phil. Mag., **16** (1967), 247.
- 14) 三浦, 高村, 永田: 水曜会誌, **15** (1964), 216.
- 15) W. DeSorbo and D. Turnbull: Acta Met., **7** (1959), 83.
- 16) W. DeSorbo: Phys. Rev., **115** (1959), 560.
- 17) M. Wintenburger: Acta Met., **7** (1959), 549.
- 18) S. Ceresara, H. Elkholy and T. Federighi: Phil. Mag., **12** (1965), 1105.
- 19) J. Takamura: "Lattice Defects in Quenched Metals" (Academic Press, New York, 1965) p. 521.
- 20) K. H. Westmacott, R. S. Barnes, D. Hull and R. E. Smallman: Phil. Mag., **6** (1961), 929.
- 21) 岡崎, 高村: 第21回日本物理学会講演予稿集, **5** (1966), 41, 京大工研彙報, **30** (1966), 24.
- 22) J. Caisso: Rev. Metallurgie, **LVI** (1959), 237.
- 23) 松浦, 石田, 幸田: 日本金属学会誌, **9** (1967), 1042.
- 24) A. T. Thomas: Acta Met., **14** (1966), 1363.
- 25) A. R. C. Westwood and T. Broom: Acta Met., **5** (1957), 249.
- 26) H. Conrad and B. Christ: "Recovery and Recrystallisation of Metals", (1963) 124.
- 27) D. J. Dingley and D. Mclean: Acta Met., **15** (1967) 885.
- 28) A. S. Keh and S. Weissman: "Electron Microscopy and the Strength of Crystals" (1961) 231.