アルミニウム単結晶における高温降伏現象

中山 豊*・伊藤 太郎*・竹野 慎也**

High temperature yielding phenomena in aluminum single crystals

UDC 669.71-172 : 539.4.011 : 539.377

NAKAYAMA Yutaka*, ITO Taichiro* and TAKENO Shinya**

When aluminum single crystals prestressed in tension at room temperature were deformed in tension at temperatures 100° to 300°C, the recovery of deformed structure resulted in yielding phenomena. The prestress so large to ensure the formation of cell structure is required to present the yielding phenomena at elevated temperatures. The yield drop $\Delta\tau$ increases as the prestress increases. The critical resolved shear stress in the specimens held at elevated temperatures for the same time decreases as the temperature rises in contrary to $\Delta\tau$. If the yielding phenomena are presented, slip lines are coarsened, curved, diffused and localized. As the holding time is prolonged, CRSS and $\Delta\tau$ decrease. The specimens prestressed by 750 g/mm² and held at 200°C for 60 min or at 300°C for 30 min are free from yielding phenomena. Dislocations introduced at room temperature rearrange to long straight on one's way to form stable subboundaries during holding at elevated temperatures. Significant yielding phenomena are presented when deformed in this condition. The stress necessary to bow out the straight dislocations remarkably contributes to CRSS. The characteristic slip lines described above are formed when the slip initiates in a subgrain and preferentially propagates to the neighboring subgrains. After the stable subboundary is completed, the deformation is restricted in it and no more the yielding phenomena appear.

(Received December 3, 1976)

1. 緒 言

金属や合金が降伏に際して明瞭な降伏点を生ずる現象は溶質原子による転位の固着作用¹⁾やいわゆるJohnston-Gilmanの機構²⁾によつて説明されてきた。一方、それらの機構とは別に加工軟化による降伏降下現象も存在することが知られている。

Cottrell ら³⁾は Al 単結晶を最初 77°K で、ついで室温で引張り変形した場合に、一方作井ら^{4),5)}は Al や Mg 単結晶を衝撃変形したのち低速で変形する場合にそれぞれ降伏降下現象が生ずることを見出した。これらの降伏降下現象は加工軟化によるものと考えられており、最初の変形よりも高い温度があるいは小さい歪速度で変形する場合に、二度目の変形によつて、すでに形成されている準安定な転位組織が崩壊する過程で生ずるものと考えられている。

また、室温で予歪を与えた試料をより高温で変形する場合に、同様に加工軟化に起因する降伏降下現象が生ず

ることは Al 結晶について Wood ら⁶⁾や Hammad ら⁷⁾によつて報告されている。同様な現象が Al 単結晶について Bush ら⁸⁾によつて報告されている。しかしながら、この種の研究は高温において転位組織が熱活性化のもとで回復する途上にある複雑な状態を取り扱うことになるので、研究例も少なく、降伏降下現象の発生するための条件や原因についても推論だけで十分な検討はなされていない。

本研究では Al 単結晶について室温で引張りによつて予応力を与えたものを高温でやはり引張りによつて変形した場合に降伏降下現象が生ずることを見出した。そこで、その発生の条件を詳細に調べ、とくに予応力によつて導入された転位組織の回復状態と降伏降下現象の発生の関係について知見を得ることを目的とする。

2. 実験方法

99.99% Al 地金から 3 × 3 × 250 mm³ の単結晶を Bridgman 法によつて作製した。多重迂りを起こしやすい

* 大阪府立大学工学部 (堺市)。College of Engineering, University of Osaka Prefecture (Sakai).

** 大阪府立大学大学院 (堺市)。現在、栗本鉄工所(大阪市)。Graduate School, University of Osaka Prefecture. Presently at, Kurimoto Iron Works Ltd. (Osaka).

方位の結晶では二次じり転位との相互作用が大きく、そのため現象が複雑になるおそれがあるので、ここでは単一じり方位を有するものを使用する。単結晶を 40 mm 長さに酸腐食切断機によつて無歪的に切断し、過塩素酸/エチルアルコール=1/4 の溶液を用いて電解研磨法によつてゲージ長さ 20 mm に相当する部分を選択的に研磨し、断面積 $(\sim 2.5) \times (\sim 2.5) \text{ mm}^2$ の引張り試験片を作製した。これを歪取りのために 600°C で 24 hr 焼鈍した。

まず試験片に室温で $4 \times 10^{-4} \text{ sec}^{-1}$ の歪速度で所定の予応力を与え、再び試料の方位を決定することによつて高温における 2 度目の変形での降伏値などの誤差を少なくするようにした。2 度目の変形は $100 \sim 300^\circ\text{C}$ の温度範囲でシリコン油中で試料を所定の時間保持した後、 $4 \times 10^{-4} \text{ sec}^{-1}$ の歪速度で引張り変形した。

一部の試料について表面じり線を光学顕微鏡で観察した。また内部転位組織を知るために $0.5 \times 4 \times 60 \text{ mm}^3$ の単結晶を作製し、同様な方法で予応力を加えたもの、さらに高温で所定の時間焼鈍したり、あるいは変形後焼入れたものを電解研磨法によつて薄膜とし、JEM-6電顕を用いて加速電圧 100 kV で透過観察した。

3. 実験結果

3.1 予応力依存性

予応力を 0 から $1,500 \text{ g/mm}^2$ まで変化させ、それぞれ 300°C で 5 min 保持後変形した場合の剪断応力-剪断歪曲線を Fig. 1 に例示する。 500 g/mm^2 以上の予応力を与えた場合に降伏降下現象が認められ、予応力が大きいほど現象は顕著に現われる。また予応力が大きいほど降伏後変形応力の増加は小さくなり、いわゆる加工軟化が顕著になる。

各温度で試料を 5 min 保持した後、変形した場合の臨界分解剪断応力 (CRSS) および降伏降下量 $\Delta\tau$ の予応力依存性を Fig. 2 に示す。降伏降下現象は 100°C では 600 g/mm^2 , 200°C では 450 g/mm^2 , 300°C では 400 g/mm^2 以上の予応力を試料に与えた場合に出現し、予応力の増加とともに $\Delta\tau$ は増加するが、 100°C の場合は 200°C ならび

に 300°C の場合と異なつた予応力依存性を示すので、ここでは主として 200°C および 300°C で変形する場合について実験を進める。

ここで、予応力を与えた状態の転位組織を Photo 1 に示す。Photo 1(a) は 300 g/mm^2 の場合であり、からみあ

Fig. 1 Shear stress-shear strain curves at 300°C , after prestressed at R.T. for various stress levels.

Fig. 2 The relation between CRSS, $\Delta\tau$ and prestress. Deformed at 100, 200 and 300°C after held for 5 min.

Photo 1 Dislocation structure at R.T.. A) $\tau = 300 \text{ g/mm}^2$. B) $\tau = 500 \text{ g/mm}^2$. C) $\tau = 750 \text{ g/mm}^2$.

った転位が観察される。Photo 1(b)は 500 g/mm^2 の場合であり、セル組織が形成されはじめており、転位密度は $\sim 8 \times 10^8 \text{ cm}^{-2}$ 程度である。Photo 1(c)は 750 g/mm^2 の場合であり、すでに全体にわたってセル組織が形成され、 $\sim 1.2 \times 10^9 \text{ cm}^{-2}$ 程度の転位密度を有している。したがって、降伏降下現象の現われはじめる予応力はセル組織が形成されはじめる応力とほぼ一致した値をとるようになりみられる。

3.2 変形温度依存性

CRSS および $\Delta\tau$ の変形温度依存性を **Fig. 3** に示す。同一保持時間に対して CRSS は温度の上昇とともに急激に減少するが、 $\Delta\tau$ は比較的短い保持時間では逆に増加する傾向にある。

ここで各温度におけるり線写真を **Photo 2** に示す。Photo 2(a) は室温で変形したものであり、微細で均一なり線が観察される。Photo 2(b) は前応力なしで 300°C で変形した場合であり、全面にわん曲した微細なり線が観察される。Photo 2(c) は 750 g/mm^2 の予応力を与え

Fig. 3 The relation between CRSS, $\Delta\tau$ and deformed temperature after prestressed. Held time 5 min.

たものをいつたんじり線を電解研磨して消したのち、 300°C で 5 min 保持後変形した場合のり線である。 200°C および 300°C で変形する場合降伏降下現象が現われる時にはり線はこれに類似しており、いずれの場合も粗大でわん曲し、局在した領域で変形している。このような特長的なり線は予応力を与えた場合にのみ観察されるところから、予応力によって導入された転位組織とその回復過程に密接に関係しているものと考えられる。

3.3 高温保持時間依存性

高温保持時間に対して CRSS および $\Delta\tau$ をプロットしたものを **Fig. 4** に示す。対数目盛でとった保持時間に対して CRSS は最初急激に減少する。 $\Delta\tau$ もまた時間とともに減少し 200°C では 60 min, 300°C では 30 min で降伏降下現象は認められなくなる。

CRSS, $\Delta\tau$ とも保持時間に対して顕著な変化を示すので、変形を開始する直前の転位配列を知る必要がある。そこで、代表して各温度で 5 min 保持した場合の転位組

Fig. 4 The relation between CRSS, $\Delta\tau$ and held time. Prestress 750 g/mm^2 .

Photo 2 Slip line. A) At R.T. $\epsilon = 0.20$. B) At 300°C $\epsilon = 0.20$ no prestress. C) At 300°C $\epsilon = 0.015$ prestress 750 g/mm^2 .

Photo 3 Dislocation structure after annealed, prestress 750 g/mm². A) 100°C 5 min. B) 200°C 5 min. C) 300°C 5 min.

Photo 4 Dislocation structure after annealed, prestress 750 g/mm². A) 200°C 60 min. B) 200°C 60 min + 300°C 5 min.

織を Photo 3 に示す。基準となる予応力は 750 g/mm² であり、それに対応する転位組織は Photo 1(c) に示されるようにセル組織をもち、セル壁では転位密度は高いがセル内部では転位密度はきわめて低い。

Photo 3 (a) は 100°C で保持した場合であり、Photo 1(c) よりも転位は一樣に分布しており、一部に転位網の形成がみられたが、転位密度はあまり変化していない。

Photo 3 (b) は 200°C の場合であり、荒い転位網も形成されるが、直線性の良好な長い転位が比較的一様に分布している。転位密度は $\sim 7 \times 10^8 \text{ cm}^{-2}$ 程度まで減少しており、セル壁を形成していた転位が回復の過程でこのような配列をとるものと考えられる。

Photo 3 (c) は 300°C の場合であり、200°C の場合よりも再配列が進み、転位網の網目はさらに荒くなり、長い直線的な転位の存在が特長である。転位密度は $\sim 4 \times 10^8 \text{ cm}^{-2}$ 程度まで減少している。

保持時間が長くなるにつれて、とくに 200°C と 300°C ではこれらの転位は再び集合して安定なサブバウンダリーを形成し、サブグレイン内部には弧立して存在する転位はほとんどなくなる。その例を 200°C で 60 min 保持した場合について **Photo 4(a)** に示す。

転位組織と降伏降下現象の対応を詳しく調べるために

予応力を与えたのち 200°C で 60 min 保持したものと、さらにそれを 300°C で 5 min 保持したのち変形した場合の応力-歪曲線を **Fig. 5** に示す。前者においては降伏降下現象はもはや現われず、後者にのみその存在を認めることができる。前者に対応する転位組織は Photo 4(a) であり、後者に対応するそれは **Photo 4 (b)** である。200°C で

Fig. 5 Shear stress-shear strain curves of prestressed specimens. (A) Deformed at 200°C, after held for 60 min. (B) Deformed at 300°C, after held at 200°C for 60 min and at 300°C for 5 min.

Photo 5 Deformed structure at 300°C. prestress 750 g/mm². A) At upper yield point $\tau = 340$ g/mm². B) $\tau = 330$ g/mm², $\varepsilon = 0.04$.

形成されたサブバウンダリーが 300°C では崩壊して比較的一様な転位の分布が得られている。

このように高温で変形する直前の転位組織の観察結果から、降伏降下現象が顕著に現われるのは、セルの崩壊が進み、いまだ転位網の形成が不完全で、直線的な長い転位が分布している状態で変形する場合であるといえる。

なお、この種の降伏降下現象が変形中に再結晶に付随して現われる可能性もある。しかしながら、予応力 750 g/mm² を与えた試料を 200°C および 300°C で 60 min 保持した場合に光学顕微鏡による表面観察、透過電顕による直接観察によっても再結晶粒の存在は全く認めることはできなかった。したがって、ここで述べる降伏降下現象はすべて予応力によって導入された転位組織の回復過程で現われることはまちがいない。

3.4 変形組織の観察

高温での変形組織を代表して 300°C で 5 min 保持したのち変形した場合の透過電顕写真を **Photo 5** に示す。変形後室温まで冷却する間に組織の回復が進むことは避けられないが、変形終了とともに速やかに脱応力し、水中に焼入れて変形組織ができるだけ保持されるようにつとめた。

Photo 5(a) は上部降伏点まで変形した場合であり、不完全ではあるがサブバウンダリーの形成が進んでいるのが観察される。さらにサブグレイン内部の転位密度は個々のサブグレイン間でかなりの差違が認められる。応力負荷と熱活性化のもとで刃状転位は迂りや上昇運動によって、さらにラセン転位は交差迂りによって移動し、サブバウンダリーに吸収されるであろう。その結果増殖が起こらないかぎりサブグレイン内部の転位密度は減少していくものと考えられる。したがって、上部降伏点までサブグレイン内部にかなりの数の直線的な転位が認められる場合はそれが増殖転位であると考えて差しつかえないであろう。Photo 5(a) において I のサブグレイン内部にはほとんど転位は存在せず、II のサブグレイン内部には多数の転

位が観察される。このことは上部降伏点の段階で各々のサブグレインで変形量が著しく異なることを示している。

Photo 5(b) は硬化率が負から正にかかわる点 (330 g/mm², 4.0%) の代表的な転位組織であり、もはやサブグレイン内部にはほとんど転位は存在せず、サブバウンダリーは安定な転位網を形成しているようにみえる。

4. 考 察

Al 単結晶について Bush ら⁸⁾ はねじりや曲げ変形によって予応力を与えたのち、450~650°C の温度範囲で引張り変形した場合に降伏降下現象を見出し、すでに結果のところで述べた本研究におけるその出現条件とはかなりの相違点が認められる。Bush らは高温であるために林転位との切り合いによってできたラセン転位のジョグ密度が減少すること、あるいはセル組織や転位網が粗大化するために転位の長さが長くなり動きやすくなると考えた。そして転位の運動速度と変形応力を結びつける Johnston-Gilman の機構によって降伏降下現象を説明しようと試みたが、転位組織などについては詳しく具体的にはふれていない。

また、Hammad ら⁷⁾ は Al 多結晶に室温あるいは 350°C で引張りによって予応力を与えたのち、やはり 100~450°C の温度範囲で引張り変形する場合に降伏降下現象を認めている。上部降伏点と下部降伏点におけるサブグレインサイズの 1/2 乗と降伏降下量を関係づけており、保持時間がさらに長くなつて再結晶すると降伏降下現象は消滅すると述べている。本研究における降伏降下現象の発生条件とは多結晶と単結晶の相違はあつてもかなりの類似点が認められる。しかしながら内部の転位組織を観察するなど直接的な情報をもとには考察されておらず、降伏降下現象の発生機構にはさらに検討されるべき点が多いと考えられる。

転位組織の観察結果から考えてみると、Photo 3 に示されるように 200°C 以上の温度に保持する場合転位の再配列、転位密度の減少は顕著であり、変形組織というよ

りは焼鈍組織に近い様相を呈している。このような試料を変形する場合降伏降下現象を示す場合でも上部降伏点に到達するまでに部分的な転位の移動および増殖は起こっているものと考えられる。その場合最初に動き出すのは不完全なサブグレイン内部に散在する少数の直線性の良好な長い転位であることはまちがいないであろう。もちろん直線的にみえても転位は切り合いによつて形成された多数のジョグを含んでいるが、採用した試験温度では応力下でジョグは容易に転位線にそつて運動することができる。したがつて変形に際してまず同符号のジョグの合体、異符号のジョグの消滅がおり、転位線の長さが増加し、より動きやすくなることが考えられる。

いま降伏降下現象の現われる場合の代表として、300°Cで5 min 保持した場合について考えてみる。両端を固定された長さ l の転位が半円形になるに要する応力は $\tau_b = Gb/l$ で表わされる⁹⁾。剛性率 $G = 2 \times 10^6$ g/mm², バーガース・ベクトルの大きさ $b = 2.6 \times 10^{-8}$ cm, l として観察される転位の中で長いものとして 7×10^{-4} cm を代入すると、 τ_b として 260 g/mm² が加えられる。これは CRSS である 330 g/mm² に対して大きい割合を含めており、CRSS への寄与としては τ_b が最も大きいことを示している。半円形になつた転位はクロス・オーバーによつて、あるいは近接り面上の転位との弾性的相互作用に打ち勝つてはじめて増殖に移ることができるが、変形温度が高くかつ積層欠陥エネルギーが大きいいため、交差りや上昇運動によつて比較的容易にその障害を乗り越えることができよう。また、転位網から長範囲応力やパイエルスカは τ_b よりもかなり小さいと考えられる。

上部降伏点に到達する以前に一部のサブグレイン内で転位の増殖が起こることが考えられるが、上部降伏点に到達したときはじめて試料断面を横切る変形領域が形成されるであろう。すなわち、主なり系の転位のなり運動、近接り面上の転位源の活性化、交差りや上昇運動も含めてサブグレイン内で急激かつ連続的な転位の増殖が起り、サブバウンダリの不完全なところから隣接サブグレインへ選択的に変形が伝播してゆく過程で試料断面を横切る変形領域が形成され、降伏する。サブグレイン間で内部の転位密度に大きな差違があることから変形が個々のサブグレイン間で不均一であり、これがひいては巨視的にもわん曲した粗大ななり線を形成するに至ると考えると、降伏降下現象の現われる場合のなり線と転位組織の関係を定性的に説明することができる。このような粗大ななり線は試料両端部に発生し下部降伏点に達するまでに試料のゲージ長さを伝播する。

また、履歴の同じ試料、すなわち予応力を与えた試料を300°Cで5 min 保持後水焼入れしたのち室温で変形し

ても明瞭な降伏点は生じない。このことはラセン転位のジョグの運動やなり転位の交差りや上昇運動の難易に高温と室温ではかなりの差があることを示しており、室温では隣接サブグレインを通りぬける変形領域が急激には形成されにくく、比較的一様な変形をすることによって考えられる。

これまでの観察結果から、降伏降下量の大きさは転位の運動速度よりも、むしろ1つのサブグレインで発生した変形が隣接サブグレインを次々通過して試料断面を横切る連続した変形領域が形成されるかどうかによって依存するようになる。すなわち、保持時間が短い場合には転位密度は高くてもセル組織はすでに崩壊しており、強固なサブバウンダリーは未だ形成されていない段階であるので、選択的な変形領域が試料断面を横切るのは可能であり、降伏降下量は大きい。保持時間が長くなるにつれてサブバウンダリーによる障害が強くなり、変形がサブバウンダリーによつて止められる頻度が増加すると連続した変形領域が形成されにくくなる。そして、ついに安定なサブバウンダーが形成されてしまうと変形は個々のサブグレイン内部に限定されてしまうため、なり線は微細となり明瞭でなくなるとともに降伏降下現象は認められなくなると考えられる。

5. 結 論

Al 単結晶に室温で引張りによる予応力を与え、100°C ~ 300°Cの温度範囲で再び引張り変形する場合に転位組織の回復に関係する降伏降下現象が現われた。得られた結果を要約すると次のとおりである。

- 1) セル組織が形成される程度の予応力が必要であり、予応力が大きいほど降伏降下量 $\Delta\epsilon$ は大きい。
- 2) 同一保持時間に対して CRSS は温度とともに減少するが、 $\Delta\epsilon$ は保持時間が短い場合には逆に増加する傾向を有する。
- 3) 降伏降下を示す場合にはなり線は粗大で、わん曲しており、変形領域は局在している。
- 4) 保持時間の増加とともに、CRSS, $\Delta\epsilon$ ともに減少し、予応力 750 g/mm² の場合、200°C では 60 min, 300°C では 30 min で降伏降下は消滅する。
- 5) セル壁を形成していた転位がセル壁をはなれ、安定なサブバウンダリーを形成する途上で、長い直線的な転位が一樣に分布する段階で降伏降下現象は顕著であり、これらの転位が増殖に移る応力が降伏に最も寄与する。サブグレイン内部で発生したなり線が隣接サブグレインへ次々伝播してゆく過程で³⁾で述べた特長的ななり線が形成される。
- 6) 安定なサブバウンダリーが形成されてしまうと変形は個々のサブグレイン内に限定され、降伏降下現象は消

減する。

この研究は軽金属奨学会の援助によって行なわれたものであり、深く感謝の意を表する。

参 考 文 献

- 1) A. H. Cottrell: "Dislocation and Plastic Flow in Crystals," Oxford (1953) p. 99.
- 2) W. G. Johnston and J. J. Gilman: J. Appl. Phys., **30** (1959), 129.
- 3) A. H. Cottrell and R. J. Stokes: Proc. Roy. Soc. London, A**233** (1956), 17.
- 4) 作井, 佐藤, 森: 日本金属学会誌, **30** (1966), 984.
- 5) 作井, 佐藤: 日本金属学会誌, **33** (1969), 1268.
- 6) W. A. Wood and J. W. Snitzer: J. Inst. Met., **80** (1951-52), 501.
- 7) F. H. Hammad, C. N. Ahlquist and W. D. Nix: Met. Trans., **1** (1970), 2179.
- 8) R. H. Bush and R. A. Huggins: Acta Met., **12** (1964), 697.
- 9) A. H. Cottrell: "Dislocation and Plastic Flow in Crystals," Oxford (1953), p. 58.