分散硬化 Al-Si 合金の不均一降伏挙動と降伏強さ

岸 輝雄*・榊原 安英**

Yield stress and discontinuous yield behaviors in
dispersion hardened Al-Si alloys

UDC: 669.715'782: 539.382

Teruo KISHI* and Yasuhide SAKAKIBARA**

A study on yield strength, especially on discontinuous yielding of dispersion hardened Al-Si single and polycrystals was carried out by tensile testing with the aid of acoustic emission signal analysis. 0.2% proof stress of the alloys is inversely proportional to the mean dispersed particle spacing, indicating that Orowan's dislocation bowing-out mechanism controls the yield strength. High acoustic emission activity, AE peak in yielding, is observed in the initial deformation region in dispersed alloys. Discontinuous yielding occurs in the region of high activity AE peaks. Emitted energy within an AE peak is inversely proportional to the square of mean particle spacing and corresponds to stored energy of bowing-dislocation between two isolated particles. Quantitative distribution of particle spacing in a specimen is evaluated by analyzing the AE peak in yielding using the relation above obtained between Orowan stress, particle size and acoustic emission activity.

(Received February 22, 1984)

1. 目 的

工学的に重要な分散硬化合金の強度、特に降伏応力の大きさは分散粒子の強さ、粒子の形と分布および粒子の体積率と粒子間隔等に支配されるが、その中で大きな効果をもつのが粒子間隔の大きさである^{1),2)}。Orowan の降伏理論に従うと平均粒子間隔の逆数に比例して降伏応力は上昇することになるが、この粒子間隔は一つの試験片の中においても分布を示すのが普通であり、当然、試験片内において降伏応力は変動していることになる。その結果として軟鋼のようなリュウダース変形が生じていない材料においても不均一な降伏が材料内に進行することになり、降伏挙動を理解するには、いつ、いかなる量の変形が試験片内に生じているかを知ることが重要となる。この不均一な降伏挙動を実験的に検出するには迂回観察に頼る手法が考えられるが、その解析は定量的に変形量に関する情報を得るのが難しく、かつ動的に不均一降伏を把握することは困難である。

一方、Acoustic Emission (以下 AE と略す) 技法は変

形、割れに伴い生ずる弾性波を解析することにより、変形、割れの大きさ、およびその持続時間に関する情報を与え得る手法である³⁾。近年、その発生機構に関する取り扱いに大きな進歩が見られ、変形に伴い生ずる AE 信号の大小は局所的な転位の集団運動、より詳しくまとめると、転位の加速・減速に伴い生ずるひずみの大きさ、およびその持続時間の大小により支配されることが明らかになってきている⁴⁾。このことは、AE が応力から見ると局所的な応力集中の存在を、ひずみから見ると局所的な不均一変形の大きさを変形中に動的に把握しうる可能性を示している⁵⁾。

そこで本研究は、単結晶・多結晶の Al-Si 分散型合金を用い、降伏に伴い発生する AE 信号を計測・解析することにより、分散粒子の不均一分布による降伏挙動を理解することを目的としている。さらに、その発展として分散粒子の分布および平均降伏応力を AE 計測より求める手法を提案しようとするものである。

* 東京大学工学部境界領域研究施設 (東京都)。Institute of Interdisciplinary Research, Faculty of Engineering, The University of Tokyo (Tokyo).

** 動力炉、核燃料開発事業団。Power Reactor & Nuclear Fuel Development Corp.

2. 実験方法

2.1 試験材料

用いた材料は99.99%の純アルミニウムおよびSi含有量0.6 wt%, 1.3 wt%, 1.5 wt%のAl-Si合金であり、その化学組成はTable 1に示されている。

Al-Si合金多結晶は99.99%の純AlおよびAl-19.8% Si母合金を用い、目標の組成を得るように調整しつつ、溶解・鋳造を行い、その後3mm板厚まで圧延を行った。フライス加工によりFig. 1の形状の試験片を作製し、580°C×1 hrの溶体化処理を行い氷水中に焼入れして2 hr保持した。シリコン粒子の大きさ、粒子間隔を調整するため、その後250~300°Cの温度領域で数時間の時効処理を行っている。この材料の平均結晶粒径は約500 μmであつた。

Al-Si合金単結晶はAl-1.3 wt% Si合金試験片からソフトモールドを用いたブリッジマン法により作製した。

Table 1 Chemical composition of Al-Si alloys.

	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Zn
A	0.6	.01	.00	.00	.00	.00
B	1.3	.02	.00	.00	.00	.00
C	1.5	.02	.00	.00	.00	.00

Fig. 1 Shape and size of specimen for tensile test.

Fig. 2 Block diagram for tensile test including instrumentation set-up for acoustic emission measurement.

580°C×1 hr 真空中で均質化処理を施し、再び580°C×1 hrの溶体化処理後氷水中に焼入れを行い、250~300°C温度範囲で時効処理を行い粒子間隔を調整した。作製した単結晶の結晶方位はSchmid因子が0.44~0.48の間に分布している。

一方、純Al多結晶試験片は同一形状の圧延材より、また単結晶はAl-Si合金と同様ブリッジマン法により作製し、その方位も同一の範囲のものを用いている。

2.2 AE計測

Fig. 2にAE計測系のブロック図が示されている。図に示したように試験片上端、側面部に140 KHzに共振周波数を持つ圧電型変換子を取りつけている。変換子による検出信号は70 dBの増幅後、20~200 KHzのフィルターを通過し、オシロスコープにより波形および実効値電圧計により実効数電圧(R.M.S.電圧)を計測し、ペンレコーダーに応力-ひずみ曲線と同時に記録されている。また、試験に先立ち、あらかじめ充分な予荷重を加え、Kaiser効果を利用して試験片チャック部よりの雑音を除いている。解析のしきい値電圧は、変換子入力換算でR.M.S.電圧4 μVとし、電気雑音の影響を除いている。

2.3 試験方法

Photo 1 Silicon precipitates in aged Al-1.3 wt% Si alloy. (a) aged 1 h at 250°C. (b) aged 10 h at 350°C.

(a) Single Crystals

(b) Polycrystals

Fig. 3 Stress-strain relations and acoustic emission signals during tensile test in pure Al and dispersion-hardened Al-Si alloys.

本実験に使用した引張り試験はインストロン型試験機 (Autograph IS-10) であり、試験は室温で行い、引張り速度は 0.5 mm/min を用いた。これはひずみ速度 8・

Fig. 4 The relationship between mean dispersed particle spacing L and 0.2% proof stress in poly and single crystals.

$10^{-4}/\text{sec}$ に相当する。また、試験はすべて室温、大気中で行っている。

3. 実験結果

3.1 分散粒子間隔と0.2%耐力

Photo 1 に Al-1.3 wt.% Si 合金多結晶の $250^\circ\text{C} \times 1 \text{ hr}$, および $350^\circ\text{C} \times 10 \text{ hr}$ 時効処理材の透過電子顕微鏡写真の観察結果を示す。分散粒子の形状はほぼ円形 (立体的には球状) で、平均の粒子径は $100 \sim 200 \text{ \AA}$, $600 \sim 800 \text{ \AA}$ であり、かつ粒子間隔の平均値は $0.14 \mu\text{m}$ および $0.45 \mu\text{m}$ である。このようにして各材料の平均粒子間隔をすべての材料について求めている。次に Al-1.3 wt.% Si および純 Al の引張り試験, および R.M.S. 電圧で示した AE 計測の結果が **Fig. 3** に示されている。Fig. 3(a) は単結晶, Fig. 3(b) は多結晶の結果であるが、共に分散 Si の存在により、かつその平均粒子間隔の減少に伴い変形抵抗は増大している。

そこで Si 含有量が 1.3, 1.5 wt% と異なる 3 つの材料について平均粒子間隔と 0.2% 耐力の関係を示したのが **Fig. 4** である。この図から明らかなように単結晶, 多結晶を問わず, Si 含有量の大小に関係なく 0.2% 耐力 $\sigma_{0.2}$ と平均粒子間隔の間には、この試験条件において下記の関係がよく成立している。

$$\sigma_{0.2} = 24 + \frac{80}{L} \text{ (MPa)} \quad (1)$$

定数項は存在するが、このように 0.2% 耐力が結晶粒界等の存在に関係なく、粒子間隔の逆数に比例するという実験結果は、この分散硬化合金の降伏が Orowan 型の機構に支配されている可能性を示している¹⁾。

3.2 降伏に伴う AE 挙動

オシロスコープ上で観察された AE は連続型の信号である。Fig. 3(a) に示したように単結晶の塑性変形に伴い発生する AE は、純 Al ではひずみ量に拘らずほぼ 1.8 μV 程度の値を示している。これに対して Al-Si 合金では変形初期、すなわち降伏に伴い高い AE 活動度を示し、ほぼ 0.5% ひずみにいたると純 Al と同様な AE レベルになっている。また、分散粒子間隔の小さいものほど降伏に伴う AE レベルは大きい。以後、この降伏域に生ずる高い AE 信号の挙動を降伏に伴う AE ピークと呼ぶことにする。

次に Fig. 3(b) は多結晶の結果を示している。純 Al では単結晶と同じくひずみ量に関係なく 2 μV 程度の一定値を取っている。これに対して Al-Si 合金では単結晶と同じく変形初期に降伏に伴う AE 信号のピークが見られ、平均粒子間隔の小さい材料の方が高い値を示している。

単結晶と多結晶の相違に関しては、若干多結晶の R.M.S. 電圧の方が大きい、その発生パターンには大きな差異は認められず、この降伏の AE ピークには結晶粒径は大きな影響を与えていないといえる。これに関して著者らは、変形に伴う AE の結晶粒度依存性について研究を行ってきたが⁴⁾、このような粗粒では粒界は AE 信号に影響を与えないことを明らかにしている。また、平均粒子間隔の異なる材料においても固溶 Si 量の大きさはほとんど変化しないと考えられるので、この降伏の AE ピークは分散粒子によるものと考えられる。

それゆえ、ここに見い出された降伏に伴う AE ピークは分散粒子によるものであり、そのピークの高さは平均粒子間隔が小さくなるにつれて大きくなると結論できる。

次に、降伏の AE ピークの AE エネルギーと平均粒子間隔の関係を求めたのが Fig. 5 である。Fig. 5(a) に示したように変形が進んで定常的な大きさを示す AE レベルと降伏の AE ピークを二つの直線で近似し、このピークを 10 等分に分割し、各々の分割要素の平均 R.M.S. 電圧 R_i を用い

$$E = \sum_{i=1}^{10} (R_i^2 - R_0^2) \quad (2)$$

の関係により AE ピークの AE エネルギー E を求めている。ここに R_0 は計測系の雑音レベルであるが、Fig. 3 ではすでにこの R_0 を除いた有効電圧が示されているので、(2) 式の R_0 の項は無視して AE エネルギーを求めうる。また、この AE ピークの生じている範囲で降伏が生じていると考えられるので、図に示したように降伏域 $\Delta\epsilon_y$ が定義しうる。Fig. 5(b) にこうして求めた AE ピークの AE エネルギー E と平均粒子間隔の逆数の二乗 $(1/L)^2$ の関係がプロットされている。単結晶、多結晶の相違お

Fig. 5 Relationship between dispersed particle spacing and AE energy within AE peak in yielding.

(a) Schematic diagram to obtain AE energy within AE peak.

(b) Relation between particle spacing and AE energy.

よび含有 Si 量の大きさに依存せず、両者の間には

$$E \propto \left(\frac{1}{L}\right)^2 \quad (3)$$

の関係がよく成立している。

4. 考 察

4.1 降伏の AE ピーク

降伏の AE ピークの発生機構について考察を進める。ここでは平均粒子間隔の異なる材料の AE エネルギーの変化、すなわち(3)式の関係について転位の張り出しに要するエネルギーとの対比を試みる。Fig. 6 に示すように平均粒子間隔 L の分散粒子の間を転位が張り出し、張

Fig. 6 Diagram of dislocation bowing between dispersed particles.

り出し角 2θ のときの曲率半径を D とする。このとき、転位が張り出すことにより掃かれた斜線部の面積 ΔA は¹⁾,

$$\begin{aligned}\Delta A &= D^2\theta - D^2 \cos \theta \cdot \sin \theta \\ &= \frac{2}{3} D^2 \theta^3 \\ &= \frac{L^3}{12D}\end{aligned}\quad (4)$$

で与えられる。また、張り出した転位が通り抜ける Orowan 応力 τ_c は、

$$\tau_c = \alpha \cdot \frac{ub}{L} \quad (5)$$

で与えられるので、一本の転位が通り抜けるときになされる仕事 dQ は、 d_y を転位線の素片、 d_D をそれに垂直方向の距離とすると、

$$\begin{aligned}dQ &= \iint \frac{F}{2} \cdot d_y \cdot d_D \\ &\approx \frac{F}{2} \cdot \Delta A\end{aligned}\quad (6)$$

で近似的に表される。ここで F は $F = \tau_c \cdot b$ であり、転位に加わる臨界の力である。

(4)~(6)式により $D = \bar{L}/2/\sin \theta$ の関係を用いると dQ は

$$dQ = \alpha' \cdot L \left(\alpha' = \frac{\alpha ub^2}{12} \cdot \sin \theta \right) \quad (7)$$

となり、 $\bar{L}$ に比例した値が得られる。このような機構を生ずる場所の数 (サイトの数) は、試験片内の変形域の体積を V とすると V/L^3 箇所あるので、全仕事量は

$$\begin{aligned}Q &= dQ \cdot \frac{V}{L^3} \\ &= \alpha' \cdot V \cdot \frac{1}{L^2}\end{aligned}\quad (8)$$

となる。それゆえに、分散粒子間隔を通り抜ける転位が受ける仕事量は、平均分散粒子間隔の逆数の 2 乗に比例する。

この結果は Fig. 5 の結果とよく対応し、降伏に伴う AE ピークの AE エネルギー E と (8) 式の Q は

$$E \propto Q \quad (9)$$

の関係にある。このことは、分散粒子の間を転位が張り出すときに貯えられた仕事量が AE エネルギーに比例することを意味し、ここに見い出された降伏に伴う AE ピークは、転位が分散粒子を通りぬけるオロワン機構により生じたものと結論される。

オロワン応力に関しては、近年その取り扱いに進歩が見られ、粒子半径および転位芯半径を考慮し^{5),6)} かつ有効な平均粒子間隔を粒子の分布より求める方法が提案されている^{2),6),7)}。しかしながら、これらの寄与は (5) 式に対して 10% 以下の小さなものであり、本考察では、(5) 式を用いて解析を進める。

4.2 分散粒子の分布

前節 4.1 では平均粒子間隔と AE エネルギーの関係より降伏に伴う AE ピークが、オロワン型機構に対応することを示してきたが、ここではこの考え方を発展させ、一つの試験片内での不均一降伏の進行と分散粒子間隔の分布について考察を進める。

Fig. 7 は AE ピーク、応力および分散粒子間隔の関係を示したものである。今、Fig. 7(a) の斜線で示した AE ピーク内の i 番目の分割個所での面積を dS_i とする。ここでの外から加えられている応力が Fig. 7(b) に示す σ_i であり、また、(1) 式の関係の一つの試験片内の降伏応力

Fig. 7 Schematic diagram showing the relation between AE, flow stress and particle spacing.

と粒子間隔の係数に適用すると、この σ_i より Fig. 7(c) に示したように dS_i で降伏している領域の分散粒子間隔 L_i が得られることになる。

ここで、Fig. 5 に示すように $dS_i = \int R d\epsilon$ の関係にあり、分割要素の幅 $\Delta\epsilon = 1/10 \Delta\epsilon_y$ としているので、 dS_i は近似的に $dS_i = R_i \cdot \Delta\epsilon$ と表示でき、 $(dS_i)^2 \propto R_i^2$ は AE エネルギーに比例した値を示す。

今、 L_i の粒子間隔を持つ場所 (サイト) の数を N_i とし、この L_i を通過するときの仕事 dQ_i とすると、(7) (8)式より、

$$(dS_i)^2 \propto dQ_i \times N_i \propto (\alpha \cdot L_i) \times \left(\frac{V_i}{L_i^3} \right) \quad (10)$$

の関係が得られる。AE ピーク内で dS_i の面積を有する領域の粒子間隔 L_i は、 σ_i を用いて Fig. 7 の関係により求めることができるので、(10)式より dS_i の分布から一つの試験片内の分散粒子の間隔の分布 N_i を求めることになる。Al-1.3 wt% Si 合金における、(10)式より求めた分散粒子間隔の分布が Fig. 8 に示されている。図に

Fig. 8 Distribution of dispersed particle spacing in a specimen estimated by AE peak in yielding.

Fig. 9 Schematic diagram of inhomogeneous yielding depending on the dispersed particle spacing.

Table 2 Mean yield stress σ_y evaluated by inhomogeneous yielding and 0.2% yield stress.

	σ_y (MPa)	0.2% proof stress (MPa)
0.5 wt% Si	74	71
	32	34
1.3 wt% Si	113	110
	49	48

示されたように電子顕微鏡観察で 0.14, 0.7 μm の平均間隔をもつ材料も、0.1~0.8 μm , 0.4~1.6 μm の粒子間隔分布を有することになる。

このように AE 計測により分散粒子間隔の分布を求めようが、ここで求めた分布は、すべての粒子間隔を直接求めたものではなく、Fig. 9 に模式的に示すように平均で L_i の間隔を持つ粒子の集団領域 (サイト) が同時に降伏したものであり、それゆえ、 L_i の中にも微視的には再び粒子間隔の分布が存在することになる。しかしながら、このようなサイト単位で降伏が進行する限り、ここで求めた粒子間隔の分布は降伏を直接支配するものであり、その意味で(10)式より求めた N_i を「有効粒子間隔分布」と呼ぶことができるであろう。

4.3 平均降伏応力

上述の考えに従うと、材料の降伏域 $\Delta\epsilon_y$ (降伏に要する塑性ひずみ)、および降伏応力も実際に進行している降伏に従って定義する必要がある。Fig. 3 に見られるようにこれらの材料では、塑性ひずみ約 0.5% で降伏が完了し、以後均一変形に近い形で変形が進行しているといえる。また、平均降伏応力 σ_y を次式で定義してみると Table 2 の結果が得られることになる。

$$\bar{\sigma}_y = \sum_i \frac{\sigma_i \cdot N_i}{N} \quad (11)$$

先に Fig. 3 で求めた 0.2% 耐力も併記しているが、 $\bar{\sigma}_y$ の方が若干高い値を示している。*

以上、分散硬化合金においては、顕著な不均一変形の様相が表れない場合にも試験片内に不均一な降伏が進行し、それが AE 信号により定量的に評価しうることが判明したといえる。

* しかしながら、このように変形量を考慮した降伏応力 $\bar{\sigma}_y$ と従来便宜的に用いられてきた 0.2% 耐力はかなりよい一致を示し、かつ本研究で見いだされた AE 信号の最大値は 0.2% 耐力に近い応力が生じており、少なくとも本材料では 0.2% 耐力は、新しい降伏が最も頻度高く生じている応力に対応しているといえよう。

5. 結 論

分散硬化合金の降伏強度、特に降伏の不均一進展を理解する目的で、球状分散粒子を形成する Al-Si 合金 (0.6, 1.3, 1.5 wt% Si) 単結晶、多結晶を用いて引張り試験を行い、同時にアコースティック・エミッション (AE) を計測することにより以下の結論を得ている。

- (1) 応力-ひずみ曲線から求められた 0.2% 耐力の大きさは、単結晶、多結晶の相違および Si 含有量にかかわらず、平均分散粒子間隔の逆数に比例する。これは 0.2% 耐力が、Orowan 型の転位機構に支配されていることを示している。
- (2) 分散粒子を含む材料では、変形初期に大きな AE 信号のピーク (降伏の AE ピーク) が見いだされた。この AE ピークは約 0.5% の塑性ひずみ幅で生じ、結晶粒界に依存せず、平均分散粒子の間隔が小さい程、大きな値を示した。
- (3) 降伏の AE ピークの AE エネルギーは平均分散粒子間隔の 2 乗に逆比例し、これは転位が分散粒子の間を張り出すときのエネルギーに比例しており、この AE ピークは、オロワン機構で降伏が進行している過程に対応しているものと結論された。
- (4) 一つの試験片では、降伏はこの AE ピークの内不均一に進展し、(1), (3) で求めた AE エネルギー-応力-粒子間隔の関係より、材料内の分散粒子間隔の分

布が定量的に得られている。また、分散粒子間隔の分布より平均降伏応力の値が求められた。

この研究を進めるにあたり、宇宙科学研究所、堀内良教授、栗林一彦助教授に有益な助言、討論をしていただいたことに感謝します。

この研究は、科学研究費 (試験(2)) の補助により行われたことを付記します。

参 考 文 献

- 1) P. Haasen: *Physikalische Metallkunde*, Springer-Verlag, (1974), 邦訳 岸 輝雄他, 金属強度の物理学, アグネ (1980), p. 274
- 2) 松浦圭助: 日本金属学会セミナーテキスト, 複合材料の現状, 問題の展望, (1980), p. 71
- 3) 岸 輝雄: 軽金属, 第31巻, 第4号, (1981), p. 266
- 4) K. Kuribayashi and T. Kishi: *Advances in Acoustic Emission*, edited by Dunegan, *Am. Soc. for Nondestructive Testing*, (1979), p. 112.
- 5) 岸 輝雄, 榊原安英, 小幡義彦, 堀内 良: 日本金属学会誌, 第41巻, 第9号, (1977), p. 890
- 6) L. M. Brown and R. K. Ham: *Strengthening Methods in Crystals*, edited by A. Kelly and R. B. Nicholson, Elsevier, (1971), p. 7.
- 7) M. F. Ashby: *Physics of Strength and Plasticity*, edited by A. S. Argon, The M. I. T. Press, (1969), p. 113.