研究論文

アルミニウム合金の塑性変形に伴う
すべり帯長さの結晶粒径依存性上谷 保裕*・松田 健二**
多々 静夫**・池野 進***Grain size dependence of slip band length with
plastic deformation in aluminum alloyYasuhiro UETANI*, Kenji MATSUDA**
Shizuo TADA** and Susumu IKENO***

Slip bands formed after small additional deformation ($\Delta\epsilon=0.5\%$), are observed as straight lines in the lower strain region and at that strain region the stress-strain curve can be approximated by the Ludwik equation. The measurements of slip band length have been made in this strain region for various grain sizes of aluminum and Al-5% Mg alloy. The slip band length decreases with strain. At constant strain, the larger the grain size is, the longer is the slip band length in both aluminum and Al-5% Mg alloy specimens. The linear relation between flow stress and inverse square root of grain size is not observed at higher strain region. On the other hand, linear relation between flow stress and inverse square root of slip band length can be seen at any strains. At constant grain size, linear relations are also observed with decreasing strain between flow stress and inverse square root of slip band length, and the slopes of those linear lines are almost the same, irrespectively of the grain size. Slip band length-strain curves calculated from the Ludwik equation are in good agreement with the experimental stress-strain curves.

Keywords: plastic deformation, slip band length, Hall-Petch relation, Ludwik equation, stress-strain curves, aluminum alloys

(Received December 8, 1989)

1. 緒 言

前報¹⁾において、アルミニウム合金の応力-ひずみ曲線を Ludwik の近似式²⁾で処理すると、塑性変形の初期と後期でそれぞれ2本の曲線を用いると近似できることを報告した。そのときに初期の曲線で近似できるひずみ範囲が、用いた試料の塑性変形による加工硬化挙動の本性を表しており、後期のひずみ領域は塑性変形中に同時に起こる動的回復の影響を大きく受けていると推察した。

一般に、単結晶試料では変形中に試料表面に表れるす

べり線の挙動が塑性変形挙動と密接に関係し³⁾、応力-ひずみ曲線の解釈がすべり線の挙動を基礎としてなされている⁴⁾。また、黄銅の多結晶試料においては、すべり帯の長さが転位の平均自由行程を間接的に示しているという推察から変形応力との対応を調べたり、すべり帯とひずみ量との関係を調べたりされている⁵⁾。しかし、アルミニウムおよびその合金においては微小ひずみ領域から詳細にすべり帯の挙動を調べた報告はなく、変形応力とすべり帯の関係はいまだに明確とはいえない。

そこで、本研究では動的回復が生じないと思われるような初期ひずみ領域において、変形中に現れる試料表面

* 富山県立技術短期大学 (富山県)。Toyama Prefectural College of Technology (Imizu-gun, Toyama)。

** 富山大学工学部 (富山市)。Faculty of Engineering, Toyama University (Toyama-shi, Toyama)。

*** 富山大学地域共同研究センター (富山市)。Center for Cooperative Research, Toyama University (Toyama-shi, Toyama)。

Table 1 Analysis of the specimens used (wt%)

specimen	element (wt%)								
	Si	Fe	Cu	Ti	Mn	Cr	Zn	Mg	Al
Al	0.01	0.01	—	—	0.01	—	—	—	bal.
Al-5%Mg	—	—	—	—	0.02	0.01	—	5.05	bal.

のすべり帯を詳細に調べ、応力とすべり帯長さとの関係を明らかにしようとした。また、すべり帯長さとのひずみ曲線との関係を検討した結果について報告する。

2. 実験方法

試料は Table 1 に組成を示したような純アルミニウムおよび Al-5%Mg 合金（本文中では 5%Mg 合金と呼ぶ）の 2 種類である。純アルミニウム試料は冷間鍛造、圧延、熱処理を組み合わせる 60 から 640 μm の結晶粒径に調整し、5%Mg 合金は熱間および冷間圧延と熱処理を組み合わせる 60 から 400 μm の結晶粒径に調整した。引張試験片は平行部長さ 18 mm、幅 6 mm、厚さ 0.9 mm の板状試験片とし、最終熱処理前に機械的研磨を行って寸法調整を行い、熱処理後は電解研磨をわずかにかけて試料表面を鏡面状態に仕上げた。引張試験の手順は、まずチャート上で 0.5% のひずみを付加し、試験機から試験片を取り外して、表面模様を Nomarski 型微分干渉顕微鏡で観察、撮影した。その後、再び所定のひずみ量まで引張変形し、試験片を取り外して、表面を電解研磨で鏡面として再度 0.5% の付加ひずみを与えて表面の観察を行った。このような手順を繰り返し、Ludwik 近似ができる初期ひずみ段階で、同時にすべり帯が直線的で長さ測定が可能なるひずみ領域で、試験片表面のすべり帯を観察した。すべり帯長さは最低 30 個の結晶粒を対象にして測定した。比較のために相対すべり帯長さを次の手順で測定した。結晶粒内で実際に観察されるすべり帯の長さと、そのすべり帯を延長し結晶粒界に接するまでの長さの両方を測定し、両方の和でそのすべり帯が最大になりうる長さとした。次に個々の最大になると思われるすべり帯の長さで、実際に観察されるすべり帯の長さを割ったものを相対すべり帯長さとした。

引張変形は島津製オートグラフ DSS5000 型を用い、純アルミニウムは室温で引張変形し、5%Mg 合金は液体ちっ素中で行った。液体ちっ素中で引張試験した理由は、5%Mg 合金を室温で変形するとセレーションが発生して均一変形なくなるために評価が困難となるためである。また、引張条件として初期ひずみ速度 $4.63 \times 10^{-4}/\text{s}$ を用いた。なお、本文では真応力を応力、真ひずみをひずみとしている。

Fig. 1 Slip band length (L) and number of slip bands per unit area (N) as a function of strain for various grain sizes of aluminum at room temperature.

3. 実験結果および考察

3.1 すべり帯長さとのひずみ量の関係

Fig. 1(a)は、60から640 μm の各結晶粒径を持つ、純アルミニウム試料の引張時における表面を観察し、すべり帯長さを測定した結果である。ここで、各測定点の値は結晶粒30個の平均値を取ったものである。また、すでに述べたごとく、ひずみ初期で Ludwik 近似ができる限界以上にひずみ量が大きくなると、すべり帯の形状が直線的でなくなるために正確な長さが測定できなくなる。純アルミニウムの場合はこの限界のひずみ量の値が小さく、最大の値を持つ60 μm の試料でも測定できる最大のひずみ量はほぼ4.5%程度であった*。

同一ひずみ量で比較すると、結晶粒径が大きいものほどすべり帯長さが長く、またいずれの結晶粒径の試料においても、すべり帯長さが変形量が増すと共に減少していることがわかる。Fig. 1(b)は、そのときの単位面積当たりのすべり帯の数を示しているが、結晶粒径が小さ

* 純アルミニウムの応力-ひずみ曲線の初期ひずみ領域において、Ludwik 式で近似できる最大（限界）のひずみ量は、いずれの結晶粒径の試料においても、すべり帯長さが測定できる限界のひずみ量より約1%程度大きかった。5%Mg 合金では、すべり帯長さが測定できる最大のひずみ量に比べ、Ludwik 近似できるひずみ量はほぼ8から10%大きかった。

Fig. 2 Slip band length (L) and number of slip bands per unit area (N) as a function of strain for various grain sizes of Al-5%Mg alloy at 77 K.

いほどすべり帯の数が多いことがわかる。すべり帯の数は結晶粒径240および640 μm の試料ではひずみ量が大きくなってもほとんど一定である。120 μm より小さい結晶粒径の試料でひずみ量が増すと共に、すべり帯の数がわずかに上昇している。Fig. 2(a)は、60から400 μm の結晶粒径を持つ5%Mg合金を液体ちっ素中で引張変形したときのすべり帯の平均長さを調べた結果であるが、いずれの結晶粒径の試料においても純アルミニウムと同様に変形量が増すとすべり帯長さが減少していることがわかる。マグネシウムが含まれた結果、純アルミニウムに比べひずみ初期の Ludwik 近似できるひずみ域が長くなり¹⁾、同時にすべり帯長さが直線的で正確に測定できるひずみ量も増加し、結晶粒径60 μm の試料では測定ひずみ量がほぼ25%、最も小さい400 μm の試料でも約14%と非常に大きいことがわかる。また、Fig. 2(b)の単位面積当たりのすべり帯の数の変化もほとんど純アルミニウムと同様に結晶粒径の小さい試料ほどすべり帯の数が多く、ひずみ量の増加と共にわずかに数が増加しているように思われる。

3.2 すべり帯長さと変形応力の関係

一般に、降伏応力が Hall-Petch の関係により結晶粒径に大きく依存している⁶⁾ことはよく知られている。Fig. 3は、純アルミニウムにおいて結晶粒径を60から640 μm に変化させたときの変形応力の結晶粒径依存性を Hall-Petch の関係式により検討した結果である。図

Fig. 3 Relation between flow stress at various strains and inverse square root of grain size ($D^{-1/2}$) for aluminum at room temperature. In this figure, σ_{L0} obtained by use of the Ludwik equation $\sigma = \sigma_{L0} + A \epsilon^n$ for stress-strain curves at lower strains are also plotted.

Fig. 4 Relation between flow stress at various strains and inverse square root of slip band length ($L^{-1/2}$) for aluminum at room temperature.

からわかるように、Ludwik 近似に使用した塑性変形開始応力 σ_{L0} および0.2%耐力は結晶粒径の平方根の逆数と直線関係が成り立っている。一方、Hall-Petch の関係を降伏応力から拡張し、塑性変形領域でも変形応力と結晶粒径の平方根の逆数との間に直線関係が成り立つという報告がある⁷⁾。図からわかるように、本結果でもひずみ量が0.5%以下と小さい間は両者の間に直線関係が成り立っている。しかし、ひずみ量がそれ以上になると一本の直線では表せなくなっている。ひずみ量が大きくなると、拡張した Hall-Petch の関係が適用できなくなる

Fig. 5 Relation between flow stress at various strains and inverse square root of grain size ($D^{-1/2}$) for Al-5%Mg alloy at 77K. In this figure, σ_{L0} obtained by use of the Ludwik equation are also plotted.

Fig. 6 Relation between flow stress at various strains and inverse square root of slip band length ($L^{-1/2}$) for Al-5%Mg alloy at 77 K.

現象も知られている⁸⁾。FujitaとTabata⁹⁾は純アルミニウムにおいて、変形開始直後では結晶粒径が変形応力を支配するが、セルが形成される前段階の低ひずみ側では、転位のもつれによる平均自由行程の減少が変形応力を支配し、高ひずみ側では変形応力がセル径に依存するためにHall-Petchの関係式が成り立たなくなると推論している。本実験においては、透過電子顕微鏡観察によると、すべり帯が直線的に観察されるひずみ領域はいず

Fig. 7 Relation between flow stress at various grain sizes and inverse square root of slip band length ($L^{-1/2}$) for aluminum at room temperature.

れの結晶粒径の試料においても、ひずみ量が小さく、転位はまだ明瞭なセルを形成していなかった。したがって、塑性変形の増加と共に導入される転位によるもつれが転位の平均自由行程を減少させ、変形応力を上昇させる段階であると考えられる。MiyazakiとFujita¹⁰⁾は結晶粒径の異なる純銅を用いて検討し、アルミニウム同様に変形量が大いところでは変形応力と結晶粒径の平方根の逆数とが一本の直線で表せないことを見だし、報告している。彼らは純銅の場合は、試料表面におけるすべり帯長さを転位の平均自由行程に対応するものとして整理し直し、変形応力とよい関係が得られたことを報告している。そこで、純アルミニウムの場合もすべり帯長さが、転位の平均自由行程に対応しているのではないかと考え、次式⁶⁾を検討した。

$$\sigma = \sigma_0 + kL^{-1/2} \quad (1)$$

ここで σ は変形応力、 σ_0 は可動転位に対する摩擦力、 k は定数、 L はすべり帯の長さである。(1)式に従って変形応力とすべり帯長さの関係に取り直したのが、Fig. 4である。図中にはFig. 3で示したLudwik近似による塑性変形の開始する応力 σ_{L0} ¹⁾および0.2%耐力との関係はすべり帯が観察し難かったことから載せていない。図からわかるように、Fig. 3の結晶粒径への依存性の場合にみられた1.5%以上の高ひずみ側での折れ曲がり現象はみられず、どのひずみ量に対しても直線関係が認められ、(1)式が本実験範囲ではよく合うことがわかる。5%Mg合金で同様の検討を行ったのが、Fig. 5およびFig. 6である。Fig. 5の結晶粒径と変形応力との関係からわかるように、一本の直線で表せられなくなるひずみ量は、この場合はかなり大きく14%ひずみ程度となって

いる。この場合も、Fig. 6にみるごとく、すべり帯の平方根の逆数と変形応力にはいずれのひずみ量においても直線関係がみられるようである。したがって、本実験で測定したすべり帯長さは転位の平均自由行程と何らかの関係を持っており、本実験条件下では変形応力がすべり帯長さで評価できるものと考えられる。

3.3 すべり帯長さと応力-ひずみ曲線の関係

Fig. 7は、Fig. 4の純アルミニウムにおける変形応力とすべり帯長さの結果を各結晶粒径の試料ごとに整理し直したものである。図からわかるように、各結晶粒径の試料でいずれも変形応力と結晶粒径の平方根の逆数 $L^{-1/2}$ の間に直線関係が認められる。したがって、 $L^{-1/2}$ とひずみ ε を用いると応力-ひずみ曲線を表現できるのではないかと考えた。応力-ひずみ曲線を表すLudwik近似式²⁾は

$$\sigma - \sigma_{L_0} = A\varepsilon^n \quad (2)$$

(A は定数、 n は加工硬化指数)であり、Fig. 7から結晶粒径一定の場合の変形応力とすべり帯長さの関係が次式(3)となる。

$$\sigma - \sigma_{L_0} = B(L^{-1/2} - L_0^{-1/2}) \quad (3)$$

ここで、 B は係数、 L_0 は応力が σ_{L_0} のときの予想されるすべり帯長さである。Fig. 7において各結晶粒径の試料での直線の延長上に L_0 があると仮定し、Fig. 3における σ_{L_0} の値を用いて外挿した値(表2参照)を黒印で図中に併記している。Fig. 7において、各結晶粒径の試料で得られた直線はいずれもほぼ平行であり、傾きが一致しているように思われる。そこで各結晶粒径の試料における黒印の位置を原点とする(すなわち縦軸に $\sigma - \sigma_{L_0}$ 、横軸に $L^{-1/2} - L_0^{-1/2}$ を取る)ように取り直したのがFig. 8(a)である。図からわかるように、結晶粒径の異なる試料の値はいずれも一本の直線上にのるように思われる。

Fig. 8 Relation between $\sigma - \sigma_{L_0}$ and $L^{-1/2} - L_0^{-1/2}$ for (a) aluminum at room temperature and (b) Al-5% Mg alloy at 77 K.

いま、(2)および(3)式から

$$L^{-1/2} - L_0^{-1/2} = (A/B)\varepsilon^n \quad (4)$$

の関係が成り立つと思われる。(4)式は左辺を縦軸、 ε を横軸にとったとき、原点を通り、指数 n で描かれる曲線が $\varepsilon=1$ で (A/B) の値となることを示している。 A および n はLudwik近似から得られる定数であり、結晶粒径が異なれば異なる値を持つ(表2参照)が、 B はFig. 8(a)にみられるように、結晶粒径によらず一定の値を持つものである。この場合は $B=750(\text{MPa}/\mu\text{m}^{-1/2})$ である。Fig. 9はその結果であり、各結晶粒径の試料でのすべり帯長さとひずみ量との関係をみたものであるが、ひずみ量が大きくなると共に $(L^{-1/2} - L_0^{-1/2})$ の値が曲線を描いて大きくなることからわかる。また、結晶粒径が小さくなるほど曲線は上方に描かれている。図の右の縦軸に実際の変形応力からLudwik近似による塑

Table 2 σ_{L_0} , A , n obtained by use of the Ludwik equation²⁾ $\sigma = \sigma_{L_0} + A\varepsilon^n$ for the stress-strain curves at lower strains, and B , $L_0^{-1/2}$ obtained by use of the equation $\sigma = \sigma_{L_0} + B(L^{-1/2} - L_0^{-1/2})$ approximating the relation between stress and slip band length

specimen		$\sigma = \sigma_{L_0} + A\varepsilon^n$			$\sigma = \sigma_{L_0} + B(L^{-1/2} - L_0^{-1/2})$	
	G.S. (μm)	σ_{L_0} (MPa)	A (MPa)	n	B (MPa/ $\mu\text{m}^{-1/2}$)	$L_0^{-1/2}$ ($\mu\text{m}^{-1/2}$)
Al*1	60	8.8	227	0.646	750	0.1357
	120	8.1	178	0.638	750	0.1073
	240	6.4	105	0.566	750	0.0764
	640	6.1	91	0.620	750	0.0427
Al-5%Mg*2	60	101	1095	0.920	4500	0.1374
	120	93	1045	0.961	4500	0.1151
	200	87.2	975	1.025	4500	0.0860
	400	86	962	1.050	4500	0.0530

*1deformed at room temperature, *2deformed at 77 K

Fig. 9 $(L^{-1/2} - L_0^{-1/2})$ -strain curves for various grain sizes of aluminum at room temperature. In this figure, $(\sigma - \sigma_{L_0})$ -strain curves are also plotted. The two kinds of curves lie in the same locations.

Fig. 11 $(L^{-1/2} - L_0^{-1/2})$ -strain curves for various grain sizes of Al-5%Mg alloy at 77 K. In this figure, $(\sigma - \sigma_{L_0})$ -strain curves are also plotted. The two kinds of curves lie in the same locations.

Fig. 10 Relation between flow stress at various grain sizes and inverse square root of slip band length ($L^{-1/2}$) for Al-5%Mg alloy at 77 K.

Fig. 12 Relative slip band length (L_R) as a function of strain for various grain sizes of aluminum at room temperature.

性変形の開始応力を差し引いた値を取って、実際の応力-ひずみ曲線を描いた結果、すべり帯-ひずみ曲線と応力-ひずみ曲線が非常によく一致し、図中で区別することができず、いずれも一本の曲線で両者が示されている。

Fig. 10は、Fig. 6の5%Mg合金の結果を、各結晶粒径の試料ごとに整理し直した結果である。図からわかるように、各結晶粒径の試料でいずれも純アルミニウムと同様に变形応力と結晶粒径の平方根の逆数の間に直線関係が認められる。図中に黒印で示した各点は、Fig. 5に

における σ_{L_0} の値を用いて外挿した L_0 の値 (Table 2 参照) である。Fig. 10において、純アルミニウムと同様に各結晶粒径の試料で得られた直線はいずれもほぼ平行であるように思われる。そこで各結晶粒径の試料における黒印の位置を原点とするように取り直したのが Fig. 8(b) である。図からわかるように、結晶粒径の異なる試料の値はいずれも一本の直線上にのるように思われる。この場合は傾きが $4500 \text{ (MPa}/\mu\text{m}^{-1/2})$ である。いま、純アルミニウムと同様な検討を行うため Table 2 に示した各定数の値を用いて (4) 式に当てはめた結果が Fig. 11 であ

Fig. 13 Relative slip band length (L_R) as a function of strain for various grain sizes of Al-5%Mg alloy at 77 K.

る。5%Mg 合金の場合も、実際の応力-ひずみ曲線とすべり帯-ひずみ曲線とが非常によく一致し、図中で区別することができず、いずれも一本の曲線で両者が示された。

Dong と Thompson⁵⁾ は、結晶粒径が30,65および300 μm の70-30黄銅を用いてすべり帯長さとしずみ量の関係を調べ、ひずみ量が大きくなると共にすべり帯長さがいずれの結晶粒径の試料においても短くなることを報告している。彼らは一定ひずみ量でみると、すべり帯長さが結晶粒径が大きくなるほど長くなり、それぞれの試料でひずみ量が増加する割合に対するすべり帯の減少割合が異なるが、実際のすべり帯長さを結晶粒径に対する相対長さにとり直すと結晶粒径が異なってもほぼ一本の減少曲線で表すことができるとしている。もしそうなら、すべり帯の相対長さで結晶粒径が異なる試料の変形応力が直接評価できることになる。Fig. 12および Fig. 13は本結果を彼らと同じすべり帯の相対長さに取り直した結果である。純アルミニウムの Fig. 12, 5%Mg 合金の Fig. 13と、いずれの図においても結晶粒径が異なれば、それぞれ異なる曲線によって相対すべり帯長さが減少している。またひずみ量が増すほどそれぞれの結晶粒径の試料での相対すべり帯長さの値が異なっている。Dong と Thompson⁵⁾ と本結果の違いは黄銅とアルミニウム合金という試料の違いか、本実験での付加ひずみ量0.5%に対して彼らは2.5%という大きな付加ひずみを加えているために生じた結果とも考えられるが、彼らのデータは本結果に比べばらつきが大きいように思われるので、70-30黄銅に関する検討は今後の課題である。本結果では、彼らと異なり、変形応力とすべり帯長さの平方根の逆数が対応する。また合金が同じなら結晶粒径が異なる

ときでも、 $L^{-1/2}$ が変化する割合に対して変形応力は常に一定の変化量を示すという結果が得られた。

4. 結 言

純アルミニウムおよび5%Mg 合金を用いて引張試験し、変形中に生じる試料表面のすべり帯の観察を行い、変形応力との関係を調べた。得られた結果を要約すると、以下のごとくである。

(1) いずれの試料においても、ひずみが増すと共にすべり帯長さは短くなるが、同一ひずみ量で比較すると結晶粒径が大きいほどすべり帯長さは長かった。

(2) ひずみ量が小さいときにみられる、変形応力と結晶粒径の平方根の逆数との間の直線関係は、ひずみ量が大きくなると認め難くなる。一方、変形応力とすべり帯長さの平方根の逆数との関係ではいずれのひずみ量でも直線関係が認められた。

(3) 結晶粒径が一定のとき、変形応力とひずみ量によって異なるすべり帯長さの平方根の逆数との間に直線関係が認められた。しかも、この直線の傾きは結晶粒径が異なる試料においてもほとんど変化しなかった。

(4) すべり帯と変形応力の関係に Ludwik 近似式の係数 A および指数 n の値を用いることにより、すべり帯長さ-ひずみ曲線が描かれ、実際の応力-ひずみ曲線と非常によく一致した。

本実験の遂行に当たり、試料の分析をして戴いた新日軽(株)高岡製造所技術課の皆様へ感謝致します。また、実験に協力した元富山大学学生の広瀬博章君に感謝します。

参 考 文 献

- 1) 上谷保裕, 浅井吉夫, 池野 進, 多々静夫: 軽金属, **36** (1986), 279.
- 2) P. Ludwik: *Elemente der Technologischen Mechanik*, Springer-Verlag, Berlin, (1909).
- 3) 丸川健三郎: 転位論—その金属学への応用—, 日本金属学会編, 丸善, (1971), 77.
- 4) 長谷川 正, 辛島誠一: 日本金属学会会報, **9** (1970), 29.
- 5) H. Dong and A. W. Thompson: *Metall. Trans. A*, **16A** (1985), 1025.
- 6) W. J. M. Tegart: 金属の力学的性質 (高村仁一, 三浦 精, 岸 洋子共訳), 丸善, (1975), 182.
- 7) R. Armstrong, I. Codd, R. M. Douthwaite and N. J. Petch: *Phil. Mag.*, **7** (1962), 45.
- 8) T. Tabata, K. Takagi and H. Fujita: *Trans. JIM*, **16** (1975), 569.
- 9) H. Fujita and T. Tabata: *Acta Metall.*, **21** (1973), 355.
- 10) S. Miyazaki and H. Fujita: *Trans. JIM*, **19** (1978), 438.