分散強化に固溶強化が複合した Al-3.1 at%Mg-1.3 vol%Be 合金の高温クリープ挙動——しきい応力の不在

葉 英華* 宮地正和** 中島英治***
栗下裕明*** 後藤正治*** 吉永日出男***

J. Japan Inst. Metals, Vol. 53, No. 3 (1989), pp. 296-302

High-Temperature Creep Behavior of a Dispersion- and Solution-Hardened Al-3.1 at%Mg-1.3 vol%Be Alloy — Absence of Threshold Stress

Ying-Hwa Yeh*, Masakazu Miyachi**, Hideharu Nakashima***,
Hiroaki Kurishita***, Shoji Goto*** and Hideo Yoshinaga***

In order to examine the Srolovitz's theory of attractive interaction between dislocations and dispersed particles, an Al-3.1 at%Mg-1.3 vol%Be alloy having effects of dispersion- and solution-hardening was subjected to creep tests and transmission electron microscopic observation. The creep test was conducted at temperatures from 623 to 723 K and at stresses from 1.8 to 51.4 MPa, which correspond to the range of $0.38 \sim 8.48 \sigma_v$ (σ_v is the void hardening stress).

The results show that the dislocation-particle interaction is attractive, but no clear threshold stress occurs under the conditions tested. This suggests that the absence of threshold stress may not be evidence of the climb mechanism. The reason for the absence of threshold stress in this alloy is discussed from viewpoints of solution-hardening and grain-boundary sliding.

(Received October 17, 1988)

Keywords: aluminum-magnesium-beryllium alloy, dispersion hardening, solution hardening, attractive interaction, threshold stress, climb mechanism, grain-boundary sliding

I. 緒 言

著者らはこれまでに、粒子と母相の界面が非整合である粒子分散強化合金の Al-Mg-Mn⁽¹⁾⁽²⁾, Al-1.5 vol%Be⁽³⁾, Al-0.7 at%Mn⁽⁴⁾について転位と粒子の相互作用を透過電子顕微鏡法(TEM)で観察するとともに高温クリープ挙動を調べた。その結果、転位と粒子の相互作用が引力型であり、転位の応力場は界面ではほぼ完全に緩和していると考えられること、および明瞭な変形のしきい応力(threshold stress)が現れ、その大きさは粒子をボイドとみなしたとき転位をボイド対から離脱するために必要な応力、すなわちボイド強化応力 σ_v (≡オローワン応力 σ_{or}) にはほぼ等しいことを示した。これらの結果は、転位と粒子の引力型相互作用に関する Srolovitz らの理論⁽⁵⁾を支持するとともに、

以下に述べるように、転位の粒子乗り越えのモデルとしての上昇機構の有効性に対し疑念を抱かせることになった。

転位と粒子の相互作用に関する研究では、その大きさの目安としてしばしば降伏応力が用いられる。たとえば 0.2% 耐力でみると、分散強化合金でもその値は温度に依存し、回復が速やかに起こり始める $T_m/2$ (T_m は母相の融点)以上の温度で低下することが報告されている⁽⁶⁾。この低下は、拡散が起こる温度以上で転位が上昇機構によってオローワン応力よりも低い応力で粒子を乗り越えるためであると解釈されている⁽⁷⁾。また、分散強化合金の高温クリープにおいてクリープのしきい応力が観察されない場合のあることが報告されている⁽⁸⁾⁻⁽¹⁰⁾が、これも上昇機構により転位の粒子乗り越えが生じていることの証拠とみなされている。

しかし、ボイド強化では、高温でも転位が上昇機構でボイドを乗り越えることはできない。ボイド強化理論⁽¹²⁾に

* 九州大学大学院生(Graduate Student, Kyushu University, Kasuga, Fukuoka)

** 九州大学大学院生、現在：三菱重工(株)(Graduate Student, Kyushu University, Kasuga, Fukuoka. Present address: Mitsubishi Heavy Industries, Ltd., Yokohama)

*** 九州大学大学院総合理工学研究科材料開発工学専攻(Department of Materials Science and Technology, Graduate School of Engineering Sciences, Kyushu University, Kasuga, Fukuoka)

よると、転位をボイド対から離脱させるために必要な応力は、弾性定数で規格化すればほとんど温度に依存しないことになるので、降伏応力やしきい応力は高温でも低下しないことになる。したがって、もし上述の報告とその解釈が正しければ、従来、降伏応力の高温での低下が観察された例やクリープでしきい応力が観察されなかった例は、すべて転位と粒子の相互作用が斥力型を示す合金系に限られることになる。また、引力型を示す(非整合界面を有する)合金系では、界面での転位の応力場の緩和が十分であれば、高温でも降伏応力は低下せず、クリープでは明瞭なしきい応力が現れることになろう。しかし本研究において、転位と粒子の相互作用が引力型であるにもかかわらず明瞭なしきい応力が観察されない例が見出されたので、その結果を報告するとともにその原因について考察する。このことはしきい応力が現れないことがただちに上昇機構を支持する根拠とはならないことを示すものである。

II. 実験方法

1. 試験片

市販の Al-7.27 at%(2.55 mass%) Be 母合金、および純度がそれぞれ 99.99% と 99.9% の純 Al と純 Mg を酸洗した後 Al-3.0 at% Mg-2.5 at% Be の組成になるように配合し、これを約 1020 K で大気溶解して、直径 15 mm、長さ 170 mm の丸棒状インゴットを得た。このインゴットを熱間スウェージ加工して直径 6 mm の丸棒とし、さらに切削加工により直径 3 mm、平行部長さ 22 mm の丸棒状引張試験片を作製した。この引張試験片を大気中で 723 K-3.6 ks の再結晶焼鈍を行った後、873 K-10.8 ks の粒子安定化処理を施してから、クリープ試験に供した。

結晶粒はほぼ等軸晶で、リニアインターセプト法で測定した平均結晶粒径は約 50 μm であった。また、クリープ試験後の引張試験片を化学分析した結果、Mg 3.1 at%、Be 2.61 at% であることが知られた。

2. 分散パラメータおよびボイド強化応力

粒子分散パラメータ(粒子サイズと間隔)を調べるために、クリープ試験の前後で TEM 観察を行った。Fig.1 にクリープ試験前における粒子の分散状態を示す。これらの分散粒子は制限視野回折により Be 単相から成ることを確認した。また、粒界で特に Be 粒子のサイズや分布が変わる傾向は認められなかった。

Fig.2(a)と(b)に、クリープ試験の前と後での粒子半径分布のヒストグラムを示す。粒子半径 r にかなりの分布が認められる。 r の分布を考慮すると、すべり面上の平均粒子表面間距離 $\bar{\lambda}$ 、平均粒子中心間距離 $\bar{l}_s$ 、およびすべり面上における平均粒子半径 $\bar{r}_s$ はそれぞれ次式で表される⁽³⁾。

$$\bar{\lambda} = 1.25 \bar{l}_s - 2 \bar{r}_s \quad (1)$$

Fig.1 Transmission electron micrograph showing the size and distribution of Be particles in Al-3.1 at% Mg-1.3 vol% Be alloy (as-prepared).

Fig.2 Histogram showing the distribution of radius of Be particles in Al-3.1 at% Mg-1.3 vol% Be alloy (a) before and (b) after deformation at 673 K under $\sigma = 3.1 \text{ MPa}$ for 252 ks ($\epsilon = 4.3\%$).

$$\bar{l}_s = \sqrt{\frac{2\pi}{3f} \frac{\bar{r}^3}{\bar{r}}} = \frac{1}{2\bar{r} N_v} \quad (2)$$

$$\bar{r}_s = \frac{\pi}{4} \cdot \frac{\bar{r}^3}{\bar{r}} \quad (3)$$

ここで、 f は粒子の体積分率、 N_v は単位体積当りの粒子数、また、 $\bar{r}$ 、 $\bar{r}^2$ および $\bar{r}^3$ はそれぞれ粒子径の分布を考慮した r 、 r^2 および r^3 の平均値である。Table 1 に、Fig.2 の粒子径分布に基づいて計算した $\bar{r}$ 、 $\bar{r}^2$ 、 $\bar{r}^3$ 、 $\bar{l}_s$ 、 $\bar{r}_s$ 、 $\bar{\lambda}$ 、および $2\bar{r}_s$ と $1.25\bar{l}_s$ の調和平均 $\bar{D}$ (後述のボイド強化応力の評価に必要な) の値を示す。クリープ試験の後では粒子の成長が僅かに認められるが、分散パラ

Table 1 Dispersion and related parameters (in μm) in Al-3.1 at%Mg-1.3 vol%Be alloy before and after creep test.

	$\bar{r}$	$\bar{r}^2$	$\bar{r}^3$	$\bar{l}_s$	$\bar{r}_s$	$\bar{\lambda}$	$\bar{D}$
Before creep test	0.185	0.040	0.010	2.885	0.168	3.280	0.307
After creep test	0.193	0.045	0.013	3.294	0.183	3.750	0.336

メータの変化は小さく、たとえば $\bar{\lambda}$ の増加は 10% 程度にとどまる。また、これらの値は既報の Al-1.5 vol%Be (B 材) の分散パラメータ ($\bar{r}_s=0.20 \mu\text{m}$, $\bar{l}_s=3.76 \mu\text{m}$, $\bar{\lambda}=4.3 \mu\text{m}$)⁽³⁾ よりも 20% 程度小さくなっている。

ところで、前述のように、転位と粒子の相互作用が引力型である Al-Mg-Mn⁽¹⁾⁽²⁾, Al-1.5 vol%Be⁽³⁾, Al-0.7 at%Mn⁽⁴⁾ 合金のしきい応力はボイド強化応力 σ_v にほぼ等しい。また後述するように、本合金でも転位と Be 粒子の相互作用は引力型であったので、次に σ_v を評価する[†]。 σ_v の評価には Scattergood と Bacon⁽¹²⁾ の式を $G = E / 2(1+\nu)$ および $\sigma = M\tau$ の関係を用いて変形して得られる次式を用いた。

$$\frac{\sigma_v}{E} = A \frac{0.8Mb}{4\pi(1+\nu)\bar{l}_s} \left[\ln \left(\frac{\bar{D}}{r_0} \right) + B \right] \quad (4)$$

$$A = \frac{\cos \phi}{1-\nu}, \quad B = 0.6; \text{らせん転位}$$

$$A = \left(1 - \frac{\nu \sin^2 \phi}{1-\nu} \right) \cos \phi, \quad B = 0.7; \text{刃状転位}$$

ここで、 G は剛性率、 E はヤング率、 ν はポアソン比、 σ は引張応力、 M はテラー因子、 τ は分解せん断応力、 b はバーガースベクトルの大きさ、 r_0 は転位芯の cut-off 半径、また ϕ は転位がボイド対から離脱するときの臨界角で、母相が Al の場合、らせん転位で $\phi = 47^\circ$ 、刃状転位で $\phi = 19^\circ$ となる⁽¹²⁾。 $M = 3.06$ ⁽¹³⁾、 $\nu = 0.34$ ⁽¹⁴⁾、 $b = 2.86 \times 10^{-10} \text{ m}$ とし、 E には純 Al 単結晶に関する Sutton の測定値^{(15)††}を、また r_0 には b と $3b$ を用いて計算した σ_v/E の値を Table 2 に示す。表には、らせん転位と刃状転位のそれぞれに対する値、およびそれらの幾何平均を示し

Table 2 Modulus-compensated void hardening stress for edge and screw dislocations and their mean values in Al-3.1 at%Mg-1.3 vol%Be alloy before and after creep test.

		Before creep test		After creep test	
$\frac{\sigma_v}{E}$		$r_0=b$	$r_0=3b$	$r_0=b$	$r_0=3b$
	screw	1.32×10^{-4}	1.13×10^{-4}	1.18×10^{-4}	1.01×10^{-4}
	edge	9.67×10^{-5}	8.29×10^{-5}	8.64×10^{-5}	7.41×10^{-5}
	mean	1.13×10^{-4}	9.69×10^{-5}	1.01×10^{-4}	8.66×10^{-5}

† ただし、前報⁽¹⁾⁻⁽⁴⁾と同様、 $\sigma_v = \sigma_{or}$ である。

†† Al-Mg 合金のヤング率は、293~723 K の温度範囲で 5.6 at%Mg の添加によっても純 Al の値とほとんど変わらない⁽¹⁶⁾。

ているが、以下、 σ_v にはこの幾何平均の値を用いる。

3. クリープ試験

クリープ試験は、試験条件ごとにそれぞれ異なる試験片を用いる通常の方法でも行ったが、623 K と 723 K で各 1 本の試験片を用いて応力をいろいろ変えてクリープ速度を測定する試験も行った。後述するように、この 2 つの方法によって得られた結果は互いに良い一致を示した。

なお、クリープ試験法の詳細は前報⁽³⁾⁽¹⁷⁾と同様である。

4. 転位と粒子の相互作用の観察

定常変形状態までクリープ変形させた試験片にクリープ応力を負荷したまま送風、冷却して高温変形組織を凍結した後、転位と粒子の相互作用を TEM 観察した。観察用薄膜試料は、試験片の平行部から塩酸を用いた酸蝕によって薄膜を切り出した後、ツイングジェット電解研摩法によって作製した。

観察には九州大学超高压電子顕微鏡室の JEM-1000 を用い、加速電圧 1000 kV で行った。

III. 実験結果

1. クリープ曲線

ボイド強化応力 (= オローワン応力) の上下におけるクリープ曲線の測定例 (723 K) を Fig. 3 に示す。図 (a) と (b) の低応力域では、純金属で観察されるタイプの遷移クリープ (Normal transient creep) がまず出現し、それから定常クリープ状態へ移行しているのに対し、(c) と (d) の高応力域では、固溶硬化の大きい Al-Mg 合金で観察される逆遷移クリープ⁽¹⁸⁾ (Inverse transient creep) がまず出現し、それから定常クリープへ移行している。

このような遷移クリープ挙動の変化が起こる臨界応力を Fig. 4 中に矢印で示したが (図中の N, I および NI は、それぞれ Normal transient creep, Inverse transient creep および初期の勾配がほとんど直線で、N と I の識別が困難であった場合を意味する。)、この応力は試験温度に依存し、温度の低下とともに大きくなっている。一方、遷移が起こるひずみ速度は温度の低下とともにわずかに増大する傾向が認められる。

なお、この結果は、1 本の試験片を用いて、まずもっとも低い応力を負荷してクリープ挙動を測定し、順次応力を段階的に増加してそれぞれの応力でのクリープ挙動を調べたものである。各応力でのクリープ挙動を 1 本の試験片を用いて測定した場合には、それぞれの応力での初期転位密度がクリープ前歴に依存して完全焼きなまし材での転位密度よりも高くなっていると考えられるので、異なる試験片を用いた場合に比べ、遷移応力が変化する可能性がある。しかし、1 本の試験片を用いた場合と異なる試験片を用いた場合を比較できた数例について、両者のクリープ曲線に

Fig.3 Typical creep curves at 723 K under different stresses for Al-3.1 at%Mg-1.3 vol%Be alloy, showing normal transient creep (a), (b) and inverse transient creep (c), (d).

有意な差が認められなかったことから、この前歴の効果は比較的少なかったものと考えられる。

2. 定常ひずみ速度の応力および温度依存性

定常ひずみ速度 $\dot{\epsilon}_s$ と、クリープ応力 σ をヤング率 E で規格化した σ/E の関係を Fig.4 に示す。Table 2 のボイド強化応力 σ_v/E の範囲も図中に矢印で示した。図中の白印(Δ)は各温度でそれぞれ1本の試験片を用いて得た結果で、まず最も低い応力を負荷して定常変形状態が現れるまでクリープ変形させてその応力での $\dot{\epsilon}_s$ を測定し、順次応力を増加して各応力での $\dot{\epsilon}_s$ を測定するという方法を用いた。一方、黒印($\blacktriangle$)はそれぞれ異なる試験片について $\dot{\epsilon}_s$ と σ の関係を測定した結果である。定常ひずみ速度の応力および温度依存性は両者でよく一致している。このことは、応力を逐次増加させることによって得られた $\dot{\epsilon}_s$ と σ/E の関係に前歴依存性がないことを示している。

図で注目すべきことは、分散強化に固溶強化が複合した本合金では、 σ_v/E の上下の広い応力範囲にわたって $\dot{\epsilon}_s$ を測定したにもかかわらず、明瞭なしきい応力が認められないことである。

ただし、図中に破線で示すように、 σ_v/E 以下の低応力域での測定点をより忠実に引くと、 σ_v/E 付近にしきい応力の存在を示唆する結果が得られ、またその低応力域での勾配は小さくなっている。

一方、 $\log \dot{\epsilon}_s$ と $\log(\sigma/E)$ の間には良い直線関係があり、したがって $\dot{\epsilon}_s$ と σ/E の関係は次のべき乗則で記述される。

Fig.4 Double logarithmic plot of the stress dependence of steady-state creep rate at three temperatures in Al-3.1 at%Mg-1.3 vol%Be alloy. The hatched area represents the range of the mean void hardening stresses given in Table 2. The marks N, I, NI indicate the normal transient, the inverse transient, and the linear transient creep which is hard to identify N or I, respectively.

$$\dot{\epsilon}_s \propto (\sigma/E)^n \quad (5)$$

この応力指数 n は温度に依存せず、図中に示すように、 $n = 4.1 \sim 4.3$ であり、Al-3.0 at%Mg 合金⁽¹⁾の $n \approx 3.1$ より高い。

Fig.5 は種々の応力レベルでの $\dot{\epsilon}_s$ をアレニウスプロットしたものである。測定点は直線関係を十分満足しているとは言えないが、最小自乗法で直線近似するとその勾配はボイド強化応力の上下ではほぼ等しく、この勾配から求めた活性化エネルギー Q_c は 132 ± 5 kJ/mol であった。この値は、Al-Mg 合金中の Mg の相互拡散の活性化エネルギーの報告値 126 kJ/mol⁽¹⁹⁾ に近い。そこで、Mg の相互拡

Fig.5 Arrhenius plot of steady-state creep rate at different stresses in Al-3.1 at% Mg-1.3 vol% Be alloy.

Fig.6 Modulus-compensated stress dependence of steady-state creep rate compensated by chemical diffusion coefficient, D , of Mg in Al-Mg alloy. For comparison, the data on Al-3.0 at% Mg, Al-2.77 at% Mg-6.3 vol% Al₆Mn⁽¹⁾, Al-1.5 vol% Be⁽³⁾, Al-0.7 at% Mn⁽⁴⁾ alloys are also shown.

散係数 $D^{(19)}$ (ただし、 $D = D_0 \exp(-Q/RT)$ において $D_0 = 0.34 \times 10^{-4}$ m²/s, $Q = 126$ kJ/mol とした) を用いて $\dot{\epsilon}_s$ を温度補償し、 σ/E に対して両対数プロットした結果を Fig.6 に示す。図には比較のため、既報の Al-2.77 at% Mg-6.3 vol% Al₆Mn⁽¹⁾, Al-1.5 vol% Be⁽³⁾, Al-0.7 at% Mn⁽⁴⁾ 分散強化合金、および Al-3.0 at% Mg 固溶合金⁽¹⁾ の結果も示した。ただし、Al-3.0 at% Mg 合金の 673 K の $n \approx 4.0$ の低応力域でのデータは、本研究でクリープ試験によって測定した結果であるが、 $n \approx 3.1$ の高応力域のデータは文献⁽¹⁾ より引用したものである。

本合金では、すべての測定点はほぼ 1 本の直線(実線)上に分布していることが注目される。ただし、破線のように引くことも可能である。この場合はしきい応力が存在する兆候が認められ、その大きさはボイド強化応力にはほぼ一致する。またボイド強化応力(=オローワン応力)より低応力レベルでは、比較材の Al-1.5 vol% Be 合金のデータにばらつきが大きく厳密な比較は出来ないが、 $\dot{\epsilon}_s/D$ の値はほぼ同程度であると見られる。高応力レベルでは $\dot{\epsilon}_s/D$ は Al-3.0 at% Mg 固溶合金のそれに近づく。特に $\sigma/E \geq 5 \times 10^{-4}$ の高応力域では両者はほぼ一致している。しかし、Al-3.0 at% Mg 合金では $\sigma/E \leq 9 \times 10^{-5}$ で曲線の勾配の増加(すなわち $n \approx 3.1 \rightarrow n \approx 4.0$)が見られるのに対し、本合金ではそのような勾配の変化は認められない。

3. 転位と粒子の相互作用

Fig.7 は、673 K で 4.3% クリープ変形した組織の TEM 写真(暗視野像)である。既報の Al-Mg-Mn⁽¹⁾⁽²⁾, Al-1.5 vol% Be⁽³⁾, Al-0.7 at% Mn⁽⁴⁾ 合金の場合と同様、転位は粒子から離脱する側から張り出しており、さらにその張り出しは粒子表面との接線方向ではなく、粒子表面に対して垂直に近い角度をなす方向である。つまり、転位は常に粒子の表面に垂直に近い角度をなして観察されることから、この合金でも転位と粒子との相互作用は引力型⁽⁵⁾⁽²⁰⁾ であると考えられる。また、たとえば図中の矢印で示した粒子では、母相/粒子の界面に転位線のコントラストが観察さ

Fig.7 Dark-field image showing the attractive interaction between dislocations and Be particles in Al-3.1 at% Mg-1.3 vol% Be alloy crept at 673 K under 3.1 MPa by 4.3%.

れない。このことは、母相と粒子との界面で転位の応力場がほぼ完全に緩和していることを示唆している。

IV. 考 察

分散強化に固溶強化が複合した Al-3.1 at%Mg-1.5 vol%Be 合金では、転位と粒子の相互作用が引力型であり、転位の応力場は粒子/母相の界面でほぼ完全に緩和していると考えられるにもかかわらず、ボイド強化応力の約 1/3 の応力レベルまで変形の明瞭なしきい応力は認められなかった。また、前報の Al-0.7 at%Mn 合金⁽⁴⁾(やはり転位と粒子の相互作用は引力型である)でも、最高試験温度の 723 K を除き明瞭なしきい応力は認められなかった。これらの結果は、しきい応力の存否が合金の種類や試験条件に依存するものであり、したがって、しきい応力が見出されなかった結果がただちに上昇機構を支持する根拠とはなり得ないことを示している。

以下では、本合金で明瞭なしきい応力が現れなかった理由について検討する。

Ⅲ.2 で述べたように、本合金のボイド強化応力以下でのクリープ挙動は、Al-3.0 at%Mg 合金のそれと異なっていた。すなわち、Al-3.0 at%Mg 合金では、Fig.6 の $\log(\dot{\epsilon}_s/D)$ vs. $\log(\sigma/E)$ 曲線の勾配に増加が認められたのに対し、本合金では勾配に変化は認められなかった。Al-Mg 合金での勾配の増加は変形機構の変化に対応し、いずれも転位クリープの中での変化であるものと考えられている^{(21)~(23)}。したがって、本合金においてもボイド強化応力以下での変形が転位クリープによるものであれば、Al-3.0 at%Mg 合金の場合と同様 Fig.6 の曲線の勾配に変化(増加)が認められてよいことになる。しかし、そのような変化が認められなかったことは、本合金のボイド強化応力以下では、転位クリープ以外の変形機構が重要であることを示唆している。

Al-1.5 vol%Be 合金のしきい応力の発現機構は転位と粒子の引力型相互作用にあり、その相互作用のために転位が粒子を乗り越えられないのであるから、しきい応力(≒ボイド強化応力≒オローワン応力)以下での変形は転位クリープ以外の変形機構によることになる。転位と粒子との相互作用が同様に引力型である本合金においても、ボイド強化応力以下では転位運動による変形は期待できない。

この領域の変形機構についてはまだ明らかにされていないが、Al-Al₂O₃ 分散強化合金についての松浦と松田の研究⁽²⁴⁾によれば、しきい応力以下での変形は粒界すべりによる。そこで、Al-1.5 vol%Be 合金のしきい応力以下での変形も粒界すべりによるものと仮定する。粒界すべりを支配する重要な因子は結晶粒径で、粒径が小さいほど粒界すべりが起こり易くなる。Ⅱ.1 で述べたように Al-1.5 vol%Be 合金で結晶粒径は約 40 μm 、本合金で約 50 μm といずれもかなり小さい。また、Mg の添加により、変形

Fig.8 Optical micrograph showing the occurrence of grain-boundary sliding in Al-3.1 at%Mg-1.3 vol%Be alloy crept at 673 K under 4.8 MPa ($\approx 0.88\sigma_v$) by 10%. The tensile axis is vertical.

に対する粒界すべりの寄与がわずかに増大することが報告されている⁽²⁵⁾。したがって、本合金でも Al-1.5 vol%Be 合金と同等以上の粒界すべりの効果が期待される。Fig.8 は、本合金のボイド強化応力以下でのクリープ変形に粒界すべりが関与していることを示す光学顕微鏡写真である。これは、ボイド強化応力より低い $\sigma = 4.8 \text{ MPa}$ で、673 K、10% クリープ変形後の写真であるが、変形前に刻したけがき線のずれから、粒界すべりが生じていることが明瞭である。

以上のように本合金のボイド強化応力以下での変形が粒界すべりによるものとする、本合金でしきい応力が現れなかった理由は次のように推察される。Mg の固溶により転位運動に対する溶質雰囲気引きずり抵抗が増大するため、本合金では Fig.6 の Al-1.5 vol%Be 合金の高応力域に相等する応力域でのクリープ速度が著しく減少するが、ボイド強化応力以下の低応力域は粒界すべりによる変形であるため、Mg による固溶強化の効果がなくなる。すなわち、分散強化は低応力域のクリープ速度を著しく低下させるのに対し高応力域のクリープ速度をあまり低下させないが、固溶強化は逆に低応力域のクリープ速度よりも高応力域のクリープ速度を減少させる効果が大きい。その結果、高応力域から低応力域への遷移が不明瞭になり、見かけ上しきい応力が現れなかったものと考えられる。

この考えが正しければ、Mg の固溶強化を減じて(Mg の添加量を少なくして)高応力域でのクリープ速度を高めてやれば、変形のしきい応力が観察されてよいことになる。また、Fig.6 においても本合金よりも平均粒子間隔がかなり小さな Al-2.77 at%Mg-6.3 vol%Al₆Mn 合金⁽¹⁾(この合金でも転位と粒子の相互作用は引力型である)では、高応力域から低応力域に向う遷移領域で曲線の勾配が急になっており、しきい応力の存在を示唆する結果が得られているが、この合金でもさらに Mg による固溶強化が増大し、高応力域のクリープ速度が Fig.6 の破線で示すレベルまで

低下すると、本合金と同様、明瞭なしきい応力が観察されなくなるであろう。

ただし、本合金のボイド強化応力(σ_v)以下では、 $\dot{\epsilon}_s$ の応力指数 n が約 4 で、変形の活性化エネルギーが Al-Mg 合金中の Mg の相互拡散の活性化エネルギーにほぼ等しい結果が得られており、これを上述の粒界すべり機構によって説明することは困難である。しかし、本研究で測定された σ_v 以下の応力範囲は狭く、そのクリープ機構を検討するには十分ではないものと思われる。この点を明らかにするには、Al-1.5 vol% Be 合金も含め、ボイド強化応力以下でのさらに広い応力範囲で精度の高い測定を行って検討する必要がある、今後の研究課題である。

V. 結 言

分散強化に固溶強化が複合した Al-3.1 at%Mg-1.3 vol% Be 分散強化合金(すべり面で切られた粒子の平均半径 $\bar{r}_s = 0.17 \mu\text{m}$ 、すべり面上の平均粒子間距離 $\bar{\lambda} = 3.3 \mu\text{m}$)について、1.8~51.4 MPa (0.38~8.48 σ_v ; σ_v はボイド強化応力)の広い応力範囲、623~723 K の温度範囲においてクリープ試験を行うとともに転位と粒子の相互作用を TEM 観察して、以下の結果を得た。

- (1) 本実験条件下では変形のしきい応力は認められない。
- (2) 定常ひずみ速度と温度、応力の関係は

$$\dot{\epsilon}_s = A \left(\frac{\sigma}{E} \right)^n \exp \left(- \frac{Q_c}{RT} \right)$$

により記述される。ここで、 A は定数、 $Q_c = 132 \pm 5 \text{ kJ/mol}$ 、 $n = 4.2$ である。この n は Al-3.0 at%Mg 合金の n 値 (≈ 3.1) より高く、 Q_c の値は Al-Mg 合金中の Mg の相互拡散の活性化エネルギーにほぼ一致する。

(3) 転位と粒子との相互作用は引力型であり、転位の応力場は母相/粒子の界面ではほぼ完全に緩和していると考えられる。

(4) 本合金のボイド強化応力以下でのクリープ挙動は Al-3.0 at%Mg 固溶合金のそれと異なる。すなわち、Al-3.0 at%Mg 合金では、 $\log(\dot{\epsilon}_s/D)$ vs. $\log(\sigma/E)$ 曲線の勾配が変化するが、本合金では変化しない。この結果は、本合金のボイド強化応力以下での変形が転位クリープ以外の変形によることを示唆しており、実際、明瞭な粒界すべりが観察された。

(5) 分散強化に固溶強化が複合した合金系では、転位と粒子の相互作用が引力型であってもしきい応力が観察されない場合がある。したがって、しきい応力が観察されない結果がただちに上昇機構を支持する根拠とはなり得ない。

(6) 本合金でしきい応力が現れなかった理由は次のように推察される。Mg の固溶により転位運動に対する溶質雰囲気引きずり抵抗が増大するため、ボイド強化応力以上の高応力域での $\dot{\epsilon}_s$ が著しく減少するのに対し、それ以下の低応力域の変形は粒界すべりによるものと考えられるので

Mg 添加による効果はほとんど生じない。その結果、高応力域と低応力域の遷移領域が不明瞭となり、しきい応力が見かけ上現れなかったものと考えられる。

終わりに、本実験の電顕観察をご指導いただいた本学超高圧電顕室の友清芳二助教授、田中鉄士氏および真鍋武志氏に深く感謝する。なお、本研究は軽金属奨学会の研究助成金および昭和 61~63 年度の文部省科学研究費助成金一般研究(A)により行われたものである。ここに特記して感謝の意を表するものである。

文 献

- (1) 中島英治, 岩崎浩司, 後藤正治, 吉永日出男: 日本金属学会誌, 52(1988), 180.
- (2) 中島英治, 福嶋浩信, 後藤正治, 吉永日出男: 日本金属学会誌, 52(1988), 646.
- (3) 葉 英華, 中島英治, 栗下裕明, 後藤正治, 吉永日出男: 日本金属学会誌, 52(1988), 1246.
- (4) 葉 英華, 中島英治, 栗下裕明, 後藤正治, 吉永日出男: 日本金属学会誌, 52(1988), 1255.
- (5) D.J.Srolovitz, M.J.Luton, R.Petokovic-Luton, D.M.Barnett and W.D.Nix: Acta Met., 7(1984), 1079.
- (6) 例えば, R. S. W. Shewfelt and L. M. Brown: Phil. Mag., 30(1974), 1135.
- (7) 例えば, R. S. W. Shewfelt and L. M. Brown: Phil. Mag., 35(1977), 945.
- (8) P.Tautzenberger and V.Gerold: Z. Metalluk., 72(1981), 329.
- (9) P.L.Threadgill and B.Wilshire: Metal Sci., 8(1974), 117.
- (10) B.Bergman: Scand. J. Metals, 4(1975), 97.
- (11) J.Lin and O.D.Sherby: Res. Mech., 2(1981), 251.
- (12) R.O.Scattergood and D.J.Bacon: Phil. Mag., 30(1982), 1665.
- (13) G.I.Taylor: J. Inst. Metals, 62(1938), 307.
- (14) W.Köster and H.Franz: Met. Rev., 6(1961), 1.
- (15) P.Sutton: Phys. Rev., 91(1953), 816.
- (16) 阿部勝憲, 丹治雅典, 吉永日出男, 諸住正太郎: 軽金属, 27(1977), 279.
- (17) 中島英治, 吉永日出男: 日本金属学会誌, 50(1986), 616.
- (18) 堀内 良, 大塚正久: 日本金属学会誌, 35(1971), 406; Trans. JIM., 13(1972), 284.
- (19) H.Oikawa, N.Matuno and S.Karashima: Metal Sci., 9(1975), 209.
- (20) W.Blum and B.Reppich: Creep Behaviour of Crystalline Solids, Ed. by B.Wilshire and R.W.Evans, Pineridge Press, Swansea U.K., (1985), 83.
- (21) H.Oikawa, K.Honda and S.Ito: Mater. Sci. Eng., 64(1984), 237.
- (22) H.Oikawa, H.Sato and K.Murayama: Mater. Sci. Eng., 82(1986), 175.
- (23) H.Oikawa: Creep and Fracture of Engineering Materials and Structures, Ed. by B.Wilshire and R.W.Evans, Pineridge Press, Swansea U.K., (1987), 89.
- (24) 松浦圭助, 松田則男: 日本金属学会誌, 48(1984), 504.
- (25) F.Garofalo: Fundamentals of Creep and Creep Rupture in Metals, (1965): 足立正雄訳: 金属クリープの基礎, 丸善, (1968), 141.