析出強化型 Al-0.7 at%Mn 合金の高温変形におけるしきい応力とその温度依存性

吉田 冬樹 菅元 淳二†
中島 英治 吉永日出男

九州大学大学院総合理工学研究科材料開発工学専攻

J. Japan Inst. Metals, Vol. 59, No. 1 (1995), pp. 1-7

Threshold Stress and Its Temperature Dependence for High-Temperature Deformation of a Precipitation-Hardened Al-0.7 at%Mn Alloy

Fuyuki Yoshida, Junji Sugamoto,
Hideharu Nakashima and Hideo Yoshinaga

Department of Materials Science and Technology, Graduate School of Engineering Sciences,
Kyushu University, Kasuga

In order to clarify the originating mechanism of threshold stress for high temperature deformation of precipitation-strengthened alloys with incoherent dispersoids, the threshold stress was measured by the stress abruptly loading test (SAL test) and the creep test at 673, 623 and 573 K, using an Al-0.7 at%Mn alloy with incoherent Al_6Mn precipitates. Further, the possibility of temperature dependence of threshold stress was discussed by estimating the activation energy for dislocations to detach the dispersoids. The main results are as follows.

(1) At all the test temperatures, the threshold stress obtained by the SAL test decreased from the Orowan stress to the void-hardening stress as the time elapsed under load. (2) The relation of Zener-Hollomon parameter Z to the modulus-compensated creep stress in steady state could be expressed by a single master curve irrespective of the test temperature. (3) The calculated energy for a dislocation to detach the dispersoids was very high compared to the thermal energy, predicting that the threshold stress is almost independent of temperature, which agreed with the experimental observations.

From the above results, it is concluded that the originating mechanism of the threshold stress is the Srolovitz's one, and the temperature dependence of the threshold stress is insignificant.

(Received July 11, 1994)

Keywords: high-temperature deformation, threshold stress, dispersion-strengthened alloy, Orowan stress, void-hardening stress, aluminium-manganese alloy

I. 緒 言

分散強化合金[†]の高温におけるしきい応力の発現機構は、転位と分散粒子の相互作用の仕方によって変化するが、これは母相と分散粒子の界面の整合性に強く依存するものと思われる。著者らはこれまでに母相と粒子の界面が非整合な Al-Be⁽¹⁾合金や Al-Mg-Mn 合金⁽²⁾について検討を行い、転位と粒子の相互作用は引力型で、スロロビッツ機構⁽³⁾によってしきい応力が発現することを明らかにしてきた。

スロロビッツ機構によって粒子表面上での転位の面力が完全に緩和される場合には、しきい応力はボイド強化応力に一致することが理論的に明らかにされている⁽⁴⁾。これまでの Al-Be⁽¹⁾や Al-Mg-Mn 合金⁽²⁾では、しきい応力がボイド強化応力には

ば一致し、そのヤング率で規格した値 σ_{th}/E はほとんど温度に依存しないという結果が得られている。しかし、Yeh ら⁽⁵⁾は母相と非整合な析出粒子 Al_6Mn を有する Al-Mn 合金で、転位と分散粒子の相互作用が引力型であるにもかかわらず、クリープ試験より得られた σ_{th}/E に明瞭な温度依存性が観察されたと報告している。もし、彼らの結果が正しいならば、しきい応力の発現機構を再検討する必要がある。しかし、彼らの用いた析出型の分散粒子では、長時間に及ぶ高温試験では分散粒子が粗大化する恐れがある。したがって、クリープ試験によってしきい応力を測定したことに問題がある可能性がある。

そこで本研究では、まず分散粒子の安定化を図るために、Al-Mn 合金の析出状態が析出処理前の加工度によって大きく変化する点に留意し、Yeh らの試験片にさらに加工を加えて析出処理を行った。さらに、試験中の組織変化の影響を除くため、クリープ試験に比べ極めて短時間でしきい応力を測定できる応力瞬間負荷法⁽⁶⁾を用いた。また、クリープ試験も行い、Yeh らの結果の当否についても検討した。さらに、しきい応

† 九州大学大学院生、現在：(株)東芝半導体材料技術部

‡ 析出強化合金と分散強化合金とはその強化機構に差はないと思われるので、本報では両者を区別しない。

力がボイド強化応力と一致する場合について、転位が粒子から離脱するのに要する活性化エネルギーを計算し、この種の応力が本来温度に依存するものか否かを検討し、実験結果と比較した。

II. 実験方法

1. 試験片

Yeh らの試験片は 160 mm×φ15 mm の金型铸造材を直径 6 mm まで冷間スエージした丸棒より、切削加工で作製したものであるが⁽⁶⁾、本研究ではさらに大きな加工度を与えるため、この丸棒をさらに冷間圧延し、厚さ約 0.8 mm の板材とした。これより、平行部長さ 12 mm、断面積 4.0 mm×0.7 mm の形状の板状試験片を作製した。この試験片に大気中で 673 K×3.6 ks の再結晶処理と 773 K×10.8 ks の粒子安定化処理を施して試験に供した。この試料を化学分析した結果、Mn の含有量は 0.70 at% であった。得られた Al-Mn 合金の結晶粒径は等軸晶で、平均結晶粒径は、75 μm であった。

本合金の析出粒子は Al₆Mn であることがすでに確認されている⁽⁵⁾。したがって、化学分析によって求めた Mn がすべて Al₆Mn として析出したと仮定すると、粒子の体積分率 f は 4.6% となる。しかし、本合金では、アルミニウム母相中にマンガン原子が固溶し、その固溶量は温度に依存して変化することが知られている。そこで、平衡状態図⁽⁷⁾より析出量を求め、これより各試験温度における Al₆Mn 粒子の体積分率 f を求めた。その結果を Table 1 に示す。本実験の温度範囲では、体積分率 f に大きな変化はない。

Fig. 1(a) は、安定化処理材の Al₆Mn 粒子の分散状態を示す透過電子顕微鏡写真である。粒界近傍で、析出粒子の分布や寸法に特に変化は認められなかった。また、Yeh らの試験片では棒状の析出物が多かったのに対し、本試験片の析出物は大部分が球状である。これは、冷間圧延による加工をさらに加えたためであると考えられる。本合金の粒子半径 r の分布をヒストグラムで Fig. 1(b) に示す。

2. オローワン応力とボイド強化応力

オローワン応力とボイド強化応力は、すべり面上における平均粒子表面間距離 $\bar{\lambda}$ によって評価される。本研究では、 $\bar{\lambda}$ を分散粒子の大きさの分布を考慮したすべり面上での平均粒子半径 $\bar{r}_s$ と平均粒子中心間距離 $\bar{l}_s$ より次式によって評価した。

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

ここで、係数 1.25 は、Foreman と Makin⁽⁸⁾ による粒子の規則正正方形分布を無秩序分布に変換するときの変換係数である。 $\bar{l}_s$

Fig. 1 Transmission electron micrograph (a) and histogram for the size distribution (b) of Al₆Mn particles in the Al-0.7%Mn alloy.

と $\bar{r}_s$ は分散粒子半径 r の分布を考慮すると

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

$$\bar{r}_s = \frac{\pi}{4} \frac{\bar{r}^2}{\bar{r}} \quad (3)$$

で与えられる。ここで、 f は粒子の体積分率、 $\bar{r}$ 、 $\bar{r}^2$ および $\bar{r}^3$ はそれぞれ r 、 r^2 および r^3 の平均値である。この評価法の詳細は前報⁽¹⁾と同様である。Fig. 1(b) のヒストグラムより求めた、 $\bar{r}$ 、 $\bar{r}^2$ および $\bar{r}^3$ を Table 1 に示す。また、式(1)、(2)および(3)によって求めた $\bar{\lambda}$ 、 $\bar{l}_s$ および $\bar{r}_s$ も Table 1 に示した。

オローワン応力 σ_{or} は、粒子間に張り出した転位間の相互作用を考慮した Scattergood と Bacon の式⁽⁹⁾に基づき、次式によって評価した。

$$\frac{\sigma_{or}}{E} = A \frac{Mb}{4\pi(1+\nu)\bar{\lambda}} \left[\ln \left(\frac{\bar{D}}{r_0} \right) + B \right] \quad (4)$$

$$A = 1/(1-\nu), B = 0.6 : \text{らせん転位}$$

$$A = 1, B = 0.7 : \text{刃状転位}$$

ここで、 E はヤング率、 ν はポアソン比、 M はテラー因子、 b はパーガースベクトルの大きさ、 r_0 は転位芯の cut-off 半径である。ここで、オローワン応力としては式(4)のらせん転位と刃状転位の幾何平均した値を用い、 $M = 3.06^{(10)}$ 、 $\nu = 0.34^{(11)}$ 、 $b = 2.86 \times 10^{-10}$ m とした。さらに、 r_0 には、 b と $3b$ を用いた。式(4)の $\bar{D}$ は $2\bar{r}_s$ と $\bar{\lambda}$ の調和平均である。得られ

Table 1 Dispersion and related parameters in the Al-0.7 at%Mn alloy at various temperatures.

T/K	$\bar{r}/\mu\text{m}$	$\bar{r}^2/\mu\text{m}^2$	$\bar{r}^3/\mu\text{m}^3$	$\bar{l}_s/\mu\text{m}$	$\bar{r}_s/\mu\text{m}$	$\bar{\lambda}/\mu\text{m}$	$f/\%$
673	0.117	0.017	0.003	1.14	0.11	1.20	4.08
623	—	—	—	1.12	—	1.17	4.21
573	—	—	—	1.11	—	1.16	4.28

たオローワン応力を Table 2 に示す。

ボイド強化応力 σ_v は、式(4)と同形で係数 A のみが異なり、 A は次式で与えられる⁽¹²⁾。

$$\left. \begin{aligned} A &= \frac{1+\nu \sin^2 \phi}{1-\nu} \cos \phi, B=0.6: \text{らせん転位} \\ A &= \left(1 - \frac{\nu}{1-\nu} \sin^2 \phi\right) \cos \phi, B=0.7: \text{刃状転位} \end{aligned} \right\} \quad (5)$$

ここで、 ϕ は転位がボイドから離脱するときの臨界角で、Scattergood と Bacon⁽¹²⁾によると、ポアソン比 ν に依存し、アルミニウム合金($\nu=0.34$)ではらせん転位に対しては $\phi=0.82$ rad (47 deg)、刃状転位に対しては $\phi=0.33$ rad (19 deg) となる。ボイド強化応力もオローワン応力と同様に、らせん転位と刃状転位に対する値の幾何平均値を用い、Table 2 に示した。

3. 応力瞬間負荷試験

応力瞬間負荷試験には、高剛性高応答速度の電気油圧式試験機(島津サーボハイドラサー EHF-2 型)⁽¹³⁾を用いた。試験温度は、573 K, 623 K および 673 K ($0.61 \sim 0.72 T_m$)とした。応力測定には容量 1 kN のせん断型ロードセルを用い、変位の測定には感度 ± 0.2 mm/V の L.V.D.T. を用いた。変位と荷重の記録は、デジタルメモリー(アナライジングレコーダ AR1100, 横

河電機製)を用いて、測定時間間隔 1 ms で行った。応力負荷に要した時間は約 30 ms であった。実験は、試験片に低応力 2 MPa を負荷した状態から行い、負荷応力を徐々に増加して行った。試験片の加熱には、3 段式抵抗加熱炉を用い、P.I.D. 方式によって温度制御した。加熱炉の電源にはスタビライザー(東芝 GM2 定電圧装置)を用いて電源の安定化を図った。この結果、試験片平行部全域の温度差を ± 0.5 K 以下、試験中の温度変動を ± 1 K 以内に保つことができた。

4. クリープ試験

クリープ試験は自作のレバー式クリープ試験機⁽¹⁴⁾を用いて行った。温度範囲は 573~673 K ($0.61 \sim 0.72 T_m$)、11.6~22.6 MPa ($2.2 \times 10^{-4} \sim 4.0 \times 10^{-4} E$)とした。この応力範囲内に、Table 2 に示したオローワン応力とボイド強化応力がある。変位の測定には感度 ± 2.5 mm/5 V, $\pm 0.5\%$ /F.S. の直流 L.V.D.T. を用い、出力信号をペンレコーダー(フルスケール 250 mm, 応答時間 0.5 s)によって記録した。試験片の加熱方式は、応力瞬間負荷試験と同様である。

III. 実験結果と検討

1. 応力瞬間負荷試験

Fig. 2 は試験温度 623 K で得られた荷重と変位の測定例で、電源の周波数に起因したノイズを平均化処理することによって取り除いたものである。また、図中に示した時間は図を省略した時間である。前報⁽⁶⁾で著者らは、非整合 Be 分散粒子を有するアルミニウム合金について応力瞬間負荷試験を行い、負荷応力に依存して変位-時間曲線が以下に述べる挙動を示すことを報告している。(1)負荷応力がボイド強化応力以下では、瞬間ひずみ後、時間が経過しても変形は進行しない。(2)負荷応力がボイド強化応力以上オローワン応力以下の応力では、瞬間ひずみ後直ちに変形は進行しないが、数秒経過後にはわずかながら変

Table 2 Modulus-compensated Orowan stress and void-hardening stress at various temperatures in the Al-0.7 at%Mn alloy.

T/K	σ_{or}/E		σ_v/E	
	$r_0=b$	$r_0=3b$	$r_0=b$	$r_0=3b$
673	3.83×10^{-4}	3.24×10^{-4}	3.22×10^{-4}	2.73×10^{-4}
623	3.90×10^{-4}	3.30×10^{-4}	3.28×10^{-4}	2.78×10^{-4}
573	3.94×10^{-4}	3.33×10^{-4}	3.32×10^{-4}	2.81×10^{-4}

Fig. 2 An example of recorded load-and displacement-time curves at 623 K.

形が認められる。(3)オローワン応力以上では、瞬間ひずみ後直ちに變形が進行する。Fig. 2 の(a), (b)および(c)は、上述した(1), (2)および(3)に対応した応力で得られた結果で、前報と同様の現象が認められる。そこで、この結果をもとに、応力負荷直後からの経過時間をパラメータとして、試験機系の弾性変形を含むひずみ ϵ_a と各試験温度でのヤング率 E で規格化したクリープ応力 σ/E の関係を求め、Fig. 3 に示した。

Fig. 3 では、試験片には試験前に常に 2 MPa (図中では $\sigma/E = 3.9 \times 10^{-5}$) の応力を負荷しているので、この応力でのひずみを 0 として示した。また、初期値($\sigma/E = 3.9 \times 10^{-5}$)に除荷した時のひずみの減少量から求めた弾性ひずみを破線で示した。

応力を負荷した時に生じる瞬間ひずみ(■印)は、 $\sigma/E < 3.6 \times 10^{-4}$ では弾性ひずみのみであるのに対して、 $\sigma/E > 3.6 \times 10^{-4}$ では測定点が弾性的比例関係を示す直線(破線)より上にあり、瞬間ひずみに塑性ひずみが含まれていることを示している。しきい応力を、瞬間ひずみが応力とひずみの弾性的比例関

Fig. 3 The relation between modulus-compensated creep stress, σ/E , and instantaneous strain, ϵ_a , obtained by the stress abruptly loading test at (a) 673 K, (b) 623 K and (c) 573 K. The hatched areas respectively represent the ranges of the Orowan stress and the void-hardening stress shown in Table 2.

係からずれ始める応力と定義すると、いずれの温度においてもしきい応力はオローワン応力 σ_{or}/E にほぼ一致している。また、Fig. 3(a) 673 K と (b) 623 K でのしきい応力は応力負荷後の経過時間が長くなるにつれて低下し、それぞれ約 1 s および 4 s 経過後にはほぼボイド強化応力に等しくなっている。温度の最も低い 573 K (Fig. 3(c)) においても同様な傾向が認められるが、12 s 経過後もまだボイド強化応力に十分達していない。以上のように、ボイド強化応力に遷移するまでの時間は異なるが、573 K 以上の温度では、同様の遷移が認められる。

Fig. 4 は、 ϵ_a から弾性ひずみを差し引いて塑性ひずみを求め、それを経過時間で割って平均ひずみ速度 $\dot{\epsilon}$ を求め、負荷応力 σ/E に対して両対数プロットしたものである。ここで、瞬間負荷直後のひずみ速度は、瞬間塑性ひずみをクリープ応力負荷時間 (30 ms) で割って求めた。図より、明瞭なしきい応力が認められ、負荷時間の経過に伴ってオローワン応力からボイド強化応力へと変化していくことがわかる。この図をもとに、しきい応力と経過時間との関係を示したのが Fig. 5 で、しきい応力が時間経過とともにオローワン応力からボイド強化応力に低下していく様子をより明瞭に示している。また、初期の低下速度が大きく、ボイド強化応力に達すると、低下速度が著しく減少すること、遷移時間は高温程短くなること、ヤング率で規格化した到達しきい応力はほとんど温度に依存しないことがわかる。著者らは、前報⁽⁶⁾において、応力瞬間負荷試験で得られたしきい応力がオローワン応力からボイド強化応力まで遷移するのに要する時間が、粒子表面での転位の面力の拡散緩和に要する時間とほぼ一致することを示した。本合金での遷移時間を、Srolovitz の理論⁽¹³⁾に基づき、

$$t_{\text{Srolovitz}} = \frac{3(1-\nu)\bar{\gamma}^2 kT}{4(1+\nu)D\Omega G} \quad (6)$$

によって見積もる。ここで、 ν は母相のポアソン比 (0.34), k はボルツマン定数、 D は母相のアルミニウムの自己格子拡散係数、 Ω は原子容 ($1.65 \times 10^{-29} \text{ m}^3$), G は母相の剛性率である。計算結果と用いた D, G の値を Table 3 に示す。Fig. 5 に示した矢印の位置が計算で求めた遷移時間である。Fig. 5 より、理論遷移時間は実測値より少し短いように見えるが、両者はほぼ一致していると見ることができる。ボイド強化応力に達した後、しきい応力はゆるやかに減少しているが、粒界すべりや拡散クリープによる変形が関与するためであろう。

以上の結果から、このしきい応力の遷移は、しきい応力の発現機構がオローワン機構からスロロビッツ機構へ遷移することによって生じる、非整合分散粒子を有する合金特有の現象であると考えられる。さらに、到達しきい応力に温度依存性が見られないことから、Al-0.7 at% Mn 合金のボイド強化応力はほとんど温度に依存しないと結論される。

2. 定常ひずみ速度と応力の関係

定常クリープ速度 $\dot{\epsilon}_s$ を温度補償した Zener-Hollomon パラメータ $Z (Z = \dot{\epsilon}_s \exp(Q_{SD}/RT))$ を、 σ/E に対して両対数プロットした結果を Fig. 6 に示す。 Q_{SD} には純アルミニウムの自己格子拡散の活性化エネルギー (135 kJ/mol⁽¹¹⁾) を用いた。 R と T は通常の意味である。また、図には比較のために前報⁽⁶⁾で求めた Al-Be 合金と Yeh ら⁽¹⁾⁽⁵⁾ によって報告されている

Fig. 4 The relation between modulus-compensated stress, σ/E , and average plastic strain rate, $\bar{\epsilon}$, obtained from Fig. 3. The hatched areas respectively represent the ranges of the Orowan stress and the void-hardening stress shown in Table 2.

Fig. 5 Time dependence of the threshold stress obtained by the stress abruptly loading test at (a) 673 K, (b) 623 K and (c) 573 K. The hatched areas respectively represents the ranges of the Orowan stress and the void-hardening stress shown in Table 2.

Table 3 The relaxation time, shear modulus and diffusion constant.

T/K	$D/m^2/s$	$G/10^{10} \text{ Pa}$	$t_{\text{Srolovitz}}/s$
673	6.42×10^{-16}	1.94	0.2
623	9.33×10^{-17}	2.02	1.4
573	9.68×10^{-18}	2.10	11.9

Al-Be および Al-Mn 合金の結果も示した。本合金の結果は、しきい応力が温度に依存する Yeh らの Al-Mn 合金の結果⁽⁵⁾とは異なり、Al-Be 合金と同様に試験温度に依存しない。すなわち、 Z は σ/E によって一義的に決まり、測定点はそれぞれの合金のしきい応力に依存する一つのマスターカーブ(実線)上に分布している。また、明瞭ではないがしきい応力が存在し、この応力は Table 2 に示したボイド強化応力の範囲内にある。このように本研究で温度依存性が見られなかったのは、加工度増加の効果によって、分散粒子の分布が安定化し、試験中にほとんど変化しなかったためであろう。逆に、Yeh らの結果は、十分安定化していたと述べている⁽⁵⁾にもかかわらず、クリープ試験中に温度とクリープ時間に依存して析出粒子の粗大化が起こったことを示唆している。

3. 転位の粒子離脱に要する活性化エネルギー

以上の結果から、非整合粒子を有する分散強化合金のしきい応力の発現機構には、本質的な温度依存性は含まれないと考えることができる。一方、Rösler と Arzt⁽¹⁵⁾は、粒子表面での転位の緩和が不十分な場合について、熱活性化過程による転位の粒子からの離脱を報告している。本 Al-Mn 合金の場合にも、Al-Be 合金に比べて平均粒子間隔が小さいため、転位の熱活性化離脱によってしきい応力に温度依存性が生じる可能性がある。以下、その可能性について検討をする。

Fig. 6 The relation between modulus-compensated stress, σ/E , and Zener-Hollomon parameter, Z , for steady-state creep. The broken line represents the curve for pure Al. The results of Yeh *et al.*⁽¹⁾⁽⁵⁾ and Yoshida *et al.*⁽⁶⁾ are shown for comparison. The hatched areas respectively represent the ranges of the Orowan stress and the void-hardening stress.

転位が粒子から離脱する過程を Fig. 7 に模式的に示す。本合金では、TEM 観察により、粒子表面での転位の面力はほぼ完全緩和されていることが知られている⁽⁵⁾ので、転位は粒子に対して垂直に交わると考えられる。図より、分解剪断応力 τ を受けて張り出している転位 ABC が粒子から離脱する臨界位置† $A_c B_c C_c$ まで張り出すのに必要なエネルギー U は、転位の自己エネルギーをその性格によらず $\alpha G b^2$ と近似すると、次式で与えられる。

$$U = 2\alpha G b^2 (r_c \theta_c - r\theta) - \tau b f(\theta) \quad (7)$$

ただし、 $f(\theta)$ は斜線で示した転位の掃く面積で

$$f(\theta) = r_c^2 \theta_c - r^2 \theta - R^2 (\theta_c - \theta) + R^2 \sin(\theta_c - \theta) + \frac{\cos(\theta_c - \theta) - 1}{\cos \theta_c - \cos \theta} (r_c^2 \sin \theta_c + r^2 \sin \theta) \quad (8)$$

で与えられる。ここで、 G は母相の剛性率、 b は転位のバーガースベクトルの大きさ、 R は球状粒子を仮定したときのその半径、 θ は粒子表面に垂直な転位線と粒子との交点 A または C と粒子中心を結ぶ線が X 軸となす角、 θ_c は臨界位置での θ の値で、式(6)の臨界角 ϕ と $\theta = \pi/2 - \phi$ の関係がある。 r および r_c はそれぞれの位置での転位弧の曲率半径である。粒子表面間距離の 1/2 を L とすると、 $r = (1/\sin \theta)(L + R - R \cos \theta)$,

† 熱活性化でなく、応力のみで離脱するときの臨界位置で、このときの応力がボイド強化剪断応力 τ_v である。

Fig. 7 Schematic illustration of the model used for calculating the activation energy, U , required for dislocation bowing out to the critical position, $A_c B_c C_c$.

$r_c = (1/\sin \theta_c)(L + R - R \cos \theta_c)$ である。

線張力 T 近似で、 $T = \alpha G b^2$, $\tau = T/rb$ の関係を用いると、

$$T = \tau_v r_c b = \tau r b \quad (9)$$

$$\therefore \tau = \frac{r_c}{r} \tau_v \quad (10)$$

ここで、 τ_v は、式(4)と同様に考えて次式によって評価した。

$$\tau_v = \frac{A G b}{2\pi(2L)} \left[\ln \left(\frac{\bar{d}}{r_0} \right) + B \right] \quad (11)$$

ただし、係数 A と B は式(5)と同じ、 $\bar{d}$ は $2R$ と $2L$ の調和平均である。実際の計算には、本合金の実測値 (Table 1) を参考にして、 $R = \bar{r}_s = 0.11 \mu\text{m}$ および $2L = \bar{\lambda} = 1.2 \mu\text{m}$ を用いた。また、 $r_0 = 3b$ とした。

Fig. 8 は、刃状転位とらせん転位について式(7)を用いて求めた活性化エネルギー U を τ/τ_v に対してプロットしたものである。また、図には試験温度 573 K, 623 K および 673 K における熱振動エネルギー kT の値も示した。いずれの温度においても、 U は kT に比べて極めて大きく、 τ が τ_v にほとんど一致しなければ熱活性化しないことがわかる。上述の U は応力のみで離脱が起こる臨界位置まで転位が張り出すのに要するエネルギーとして求めたが、この位置は転位に最大の逆応力 τ_v がかかる位置であるから、 $\tau < \tau_v$ の応力下での平衡位置はさらに転位が張り出したところに存在する。したがって、実際の活性化エネルギーは上述の値の 2 倍程度に大きいものと考えられる。したがって、正しい活性化エネルギーを用いても上述の結論は変わらない。この結果はしきい応力がほとんど温度に依存しないという実験結果とよく対応している。

Fig. 8 Calculated activation energies, U , for screw and edge dislocations as a function of the normalized stress, τ/τ_v , for various temperatures.

IV. 結 論

非整合の Al_6Mn 析出粒子を有する Al-0.7 at%Mn 合金を用いて、応力瞬間負荷試験とクリープ試験を行い、高温変形に対するしきい応力の発現機構について調べた。また、転位の粒子からの離脱に要する活性化エネルギーを計算し、しきい応力に温度依存性が生じる可能性についても検討した。得られた結果を以下に示す。

- (1) 応力瞬間負荷試験より求めたしきい応力を各温度のヤング率で規格化した値はほとんど温度に依存しなかった。
- (2) 応力瞬間負荷試験から求めたしきい応力は、負荷時間の

増加に伴って、ローラン応力からボイド強化応力へと変化した。遷移に要した時間は、Srolovitz の理論をもとに算出した転位の分散粒子表面での面力が完全緩和するのに要する時間にほぼ一致した。

(3) 定常クリープにおいて、 Z パラメータとヤング率で規格化したクリープ応力の関係は、Yeh ら⁽⁵⁾の報告と異なり、温度によらず一本のマスターカーブで表すことができた。これは、十分な安定化処理により、分散粒子の粗大化が試験中に生じなかったためと考えられる。

(4) 粒子からの離脱に要する活性化エネルギーは熱振動のエネルギーに比べて非常に大きく、離脱過程はほとんど熱活性化されないことが知られた。この結果は、しきい応力がほとんど温度に依存しないという実験結果とよく対応している。

終わりに、本研究の一部に協力された本学大学院生森川龍哉氏、電子顕微鏡観察をご指導いただいた本学超高压電子顕微鏡室の田中鎮士氏に深く感謝する。なお本研究の一部は軽金属学会の研究助成金および文部省科学研究助成金の援助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。

文 献

- (1) Y. Yeh, H. Nakashima, H. Kurishita, S. Goto and H. Yoshinaga: Mater. Trans., JIM, **31**(1990), 284.
- (2) H. Nakashima, K. Iwasaki, S. Goto and H. Yoshinaga: Mater. Trans., JIM, **31**(1990), 35.
- (3) D. J. Srolovitz, R. Petkovic-Luton and M. J. Luton: Phil. Mag., **A48**(1983), 795.
- (4) D. J. Srolovitz, M. J. Luton, R. Petkovic-Luton, D. M. Barnett and W. D. Nix: Acta. Metall., **32**(1984), 1079.
- (5) Y. Yeh, H. Nakashima, H. Kurishita, S. Goto and H. Yoshinaga: Mater. Trans., JIM, **32**(1991), 52.
- (6) 吉田冬樹, 菅元淳二, 中島英治, 吉永日出男: 日本金属学会誌, **58**(1994), 613.
- (7) L. F. Mondolof: *Aluminum Alloys*, Butterworth & Co Ltd. London, (1976), 324.
- (8) A. J. E. Foreman and M. J. Makin: Phil. Mag., **A14**(1966), 911.
- (9) R. O. Scattergood and D. J. Bacon: Phil. Mag., **A31**(1975), 179.
- (10) G. I. Taylor: J. Inst. Met., **62**(1938), 307.
- (11) W. Köster and H. Franz: Met. Rev., **6**(1961), 1.
- (12) R. O. Scattergood and D. J. Bacon: Acta. Metall., **30**(1982), 1665.
- (13) 吉永日出男: 金属, **49**(1979), No. 4, 15.
- (14) 中島英治, 吉永日出男: 日本金属学会誌, **50**(1986), 616.
- (15) J. Rösler and E. Arzt: Acta. Metall., **38**(1990), 671.