



# HOKKAIDO UNIVERSITY

Title	時効性合金に於ける析出物が転位に与える影響について
Author(s)	幸田, 成康; Koda, Shigeyasu; 浜口, 由和 他
Citation	北海道大學工學部研究報告, 11, 157-165
Issue Date	1954-12-10
Doc URL	<a href="https://hdl.handle.net/2115/40548">https://hdl.handle.net/2115/40548</a>
Type	departmental bulletin paper
File Information	11_157-166.pdf



# 時効性合金に於ける析出物が 転位に与える影響について

幸 田 成 康  
浜 口 由 和

(September 30, 1954)

## The Effect of Precipitates on Dislocations in Age-hardened Alloys

Shigeyasu KODA and Yoshikazu HAMAGUCHI

### Abstract

From the observation of slip bands of age-hardened aluminium alloys by the electron microscope, we considered the effect of precipitate particles on the dislocations.

We assumed that the dislocations are piled up around the precipitate particles as the external stress increases, but the maximum number of them is limited by the several conditions. When the external stress is large enough to produce this maximum number, the dislocations pass through the precipitate particles and bend them.

Using this model, we concluded that the hardening effect of the precipitate particles may be proportional to the inverse root of the radius of particles.

### 目 次

I 緒言	1
II 理論	2
III 計算	4
IV 考察	6
V 結論	8

### I 緒 言

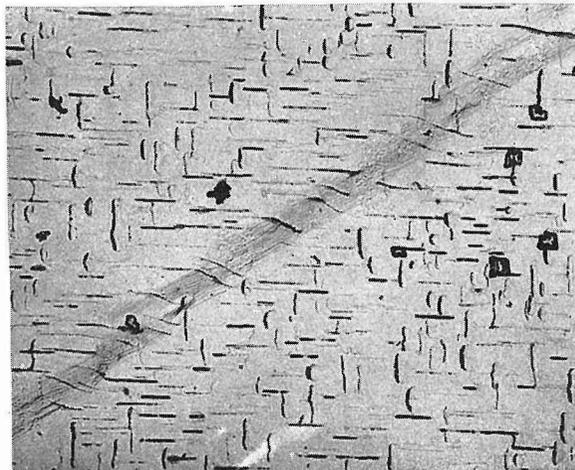
時効性合金に析出処理を行つた後変形させると、析出粒子は転位の移動に作用を及ぼす。この作用の大きさは、析出粒子の大きさ、形状、分散度等により決定され、析出した合金の降伏応力、歪み硬化の程度、抗張力等の変化はこの作用の大きさの変化により説明されねばならない。

一般に金属の歪み硬化に本質的な役割を演ずるのは、金属中に存在し発生する転位であり、現在に於ては純金属及び  $\alpha$  黄銅については、表面に見られるまり線の電子顕微鏡による観察や、応力-歪み曲線等を基として、転位論の立場よりする理論が種々提出せられているが<sup>1)</sup>、問題が複雑な為未だ定説は存在していない。一方析出した合金の歪み硬化に対しては析出粒子の存在が却

つて問題を単純にし、定性的には正しいと思われる理論が有る。即ち析出粒子の影響が最も強く現われるのは降伏応力の変化であるが、これに関して Mott, Nabarro<sup>2),3)</sup>, Orowan<sup>4)</sup> の理論が有り、これによると降伏応力は析出粒子の分散度のみ支配されている。この他に現われる影響としては歪み硬化の程度の変化、抗張力の変化等が有るが、これに対しては純金属の場合と異なり、 $\gamma$ 線の電子顕微鏡による観察も行われておらず、単結晶を用いての応力—歪み曲線の測定も殆んど行われていないため、理論的な取扱いは多結晶試料を用いた実験に対する Fisher, Hart, Pry<sup>5)</sup> の理論のみであると思われる。これに依ると引張り応力の上昇度は析出粒子の半径の逆数に比例し、実験と良く一致して居るのであるが、これは理論的取扱いが析出粒子が相当大きい場合に対してのみ良く適合し、実験もその条件に合う様にして行われた為であろう。最近我々の一人<sup>8)</sup> がもつと析出粒子の小さい場合の時効性合金に変形を与え、 $\gamma$ 線の電子顕微鏡による観察を行った所、種々の興味有る事実を見出した。(第1図) これによると Fisher 達の理論はこの段階の合金の歪み硬化に対しては良く適合し得ないと思われる。従つて我々は本論文に於て電子顕微鏡の観察に適合するモデルを用いて歪み硬化その他についての理論的考察を行い実験と比較し得る関係を求めて見ることにした。

## II 理 論

一般に時効の進行につれ、母格子内に析出した析出物は種々の中間相を経た後、母格子より遊離した安定相になる。この変化は合金により異り、同一合金に於ても時効温度により異る。然しながら一般に硬度、抗張力等に極値を示す合金に於ては、中間相析出の段階が最も興味のある問題であり、この中間相は Al-4% Cu 合金の 250°C 時効の如き処理に於ては、相当長時間時効



第 1 図

Al-Cu 4% 合金, 焼入後 250°C×2.5 hrs 時効後 1% 伸長  
酸化被膜レプリカ法, 倍率 10,000 倍 (幸田, 竹山)

した後に於ても認められている<sup>6)</sup>。観察を行つた試料は 2.5 時間乃至 10 時間時効したものであり、析出物は中間相であることはほぼ確実であるが、その分散度から最大硬度の状態は通過して居ると予想され、又硬度測定に於ても同様のことが認められて居る<sup>7)</sup>。この状態にある試料に対して適当な応力を加えて変形させた後、送り線を観察した所、送り帯が析出物を通過し、それと同時に送り線により析出物が彎曲させられているのが認められた<sup>8)</sup>。(第1図) この事実を基として我々は析出粒子の硬化に与える影響として次の過程を考える。

Frank-Read 源より発生した転位は降伏応力以上の応力が外部よりかけられると析出粒子の間を通り抜け、析出粒子の周囲に転位の環を残して進行する<sup>1),4)</sup>。残された環は Frank-Read 源に back stress を与え、その effective stress を減少せしめる。従つて硬化を生ずる。外部応力が増加すると共に環の数も増加して行くが、それと同時に環が析出粒子に及ぼす応力も増加して行く。転位環が或る数析出粒子の周囲に pile up すると析出粒子に送りを生じ、最も中心にある環が析出粒子を通過して収縮することが可能になる。この状態以後に於ては析出粒子の周囲の転位環の数は増加することなく、従つて析出粒子による硬化は行われぬ。

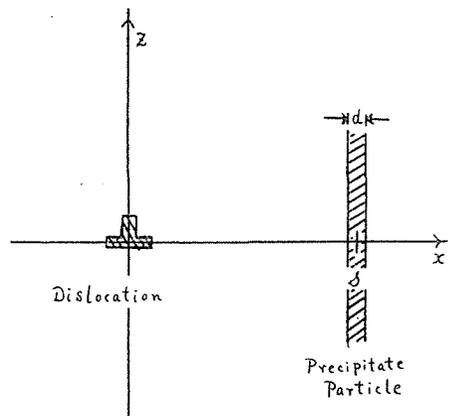
次に以上の考えの下に計算を行う。

### III 計 算

#### 1. 一つの転位に対する析出粒子の影響

一般に中間相は板状に析出する場合が多い。従つて簡単のため一次元のモデルを用いても合理性を失うことは少いと思われる。即ち送り面に垂直な厚さ  $d$ 、半径  $R$  なる板状の析出物が存在すると仮定する。一般に中間相は (100) 面か (111) 面に析出するのであるが、母格子が面心立方格子であり、優先析出面が (100) 面である場合 (即ち Al-4% Cu 合金等の場合)<sup>6)</sup> にはこの仮定は近似的に成立する。又一般に  $R \gg d$  であるから、析出物の縁に於ける転位の彎曲による張力を無視すると  $R = \infty$  とし一次元の取扱いをしてさしつかえないことになる。

次に析出物は母格子に対して、 $x$  方向にのみ格子間隔の変化があり、又剛性率にも同様の変化があると仮定する。この仮定は中間相析出物に対しての相当良い仮定である。依つて第2図に於いて母格子及び析出物の  $x$  方向に於ける格子面間隔を  $b, b'$ 、剛性率を  $\mu, \mu'$  とすると、送り面 (即ち  $Z=0$  の面) に於けるずれ応力は



第2図

$$p_{xz} = \begin{cases} -\frac{\mu}{2\pi} \sin \frac{4\pi u}{b} & -\infty < x < s - \frac{d}{2} \\ -\frac{\mu'}{2\pi} \cdot \frac{b'}{b} \cdot \sin \frac{4\pi u}{b'} & s - \frac{d}{2} \leq x \leq s + \frac{d}{2} \\ -\frac{\mu}{2\pi} \cdot \sin \frac{4\pi u}{b} & s + \frac{d}{2} < x < \infty \end{cases} \quad (1)$$

但し

$$2u(x)/b \pm 1/2 = r(x)/b$$

$r$ : 辻り面の上下の原子の相対的変位

となる.

一般に転位を障害物から  $S$  なる距離に保つに必要な外部応力は,

$$\tau_1 = \int_{-\frac{1}{2}}^{+\frac{1}{2}} p\left(\frac{r}{b}\right) \cdot d\left(\frac{r}{b}\right) = \frac{2}{b} \int_{u(+\infty)}^{u(-\infty)} p(u) \cdot du \quad (2)$$

で与えられる<sup>9)</sup>.

従つて今の場合

$$\left. \begin{aligned} \tau_1 &= -\frac{2}{b} \int_{u(s-\frac{d}{2})}^{u(s+\frac{d}{2})} \Delta p \cdot du \\ \Delta p &= -\frac{\mu'}{2\pi} \frac{b'}{b} \sin \frac{4\pi u}{b'} + \frac{\mu}{2\pi} \sin \frac{4\pi u}{b} \end{aligned} \right\} \quad (3)$$

$x = s \pm d/2$  に於ける  $u(x)$  の値は, 正確には応力に不連続がある故それに適合する様に Fourier 成分を求めねばならないのであるが介在物が無い場合の関係

$$\left. \begin{aligned} u(x) &= -\frac{b}{2\pi} \tan^{-1} \frac{x}{\zeta} \\ \zeta &= \frac{b}{2(1-\sigma)} \quad \sigma: \text{Poisson ratio} \end{aligned} \right\} \quad (4)$$

が  $x = s \pm d/2$  の点でも成立つとして大差ない. 従つてこの値を用いると,

$$\begin{aligned} \tau_1 &= -\frac{\mu'}{4\pi^2} \left(\frac{b'}{b}\right)^2 \left\{ \cos \frac{2b'}{b} \left( \tan^{-1} \frac{s+\frac{d}{2}}{\zeta} \right) - \cos \frac{2b'}{b} \left( \tan^{-1} \frac{s-\frac{d}{2}}{\zeta} \right) \right\} \\ &+ \frac{\mu}{4\pi^2} \left\{ \frac{1 - \left(\frac{s+\frac{d}{2}}{\zeta}\right)^2}{1 + \left(\frac{s+\frac{d}{2}}{\zeta}\right)^2} - \frac{1 - \left(\frac{s-\frac{d}{2}}{\zeta}\right)^2}{1 + \left(\frac{s-\frac{d}{2}}{\zeta}\right)^2} \right\} \end{aligned} \quad (5)$$

この他に転位は析出物が母格子中に生ずるずれ応力によつて影響を受ける. このずれ応力は板状のものが析出する場合には簡単に求めることは出来ないが, 析出面が (100) 面, 辻り面が

(111) 面であること、及び他の析出物の影響等を考慮して、球状のものが析出する場合と同様であると近似する。そうすれば同じく  $s$  なる距離に転位を保つに必要な外部応力は

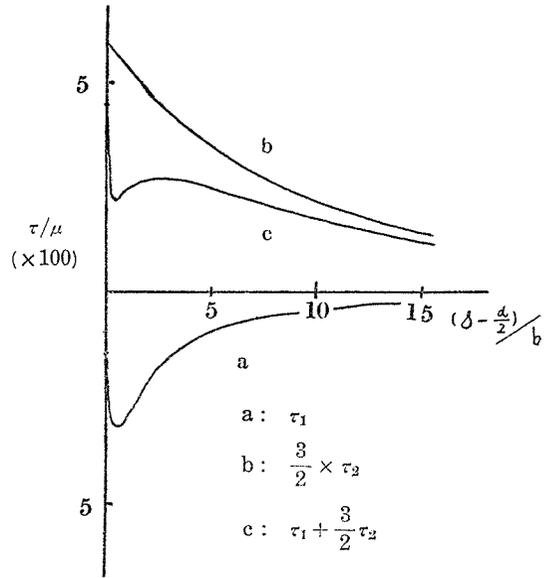
$$\tau_2 = \mu \varepsilon \times \frac{\left(\frac{d}{2}\right)^3}{s^3} \tag{6}$$

但し misfit の大きさを  $\varepsilon$  とする

で与えられる<sup>10)</sup>。

第3図に  $\tau_1$ ,  $\frac{3}{2}\tau_2$ ,  $\tau_1 + \frac{3}{2}\tau_2$  の値を示した。(  $\frac{3}{2}\tau_2$  をとつたのは後に述べる理由による)

この場合  $d=50b$ ,  $\mu'=2\mu$  とした。 $\mu'$  は測定値が無いのであるが、Cu の  $\mu$  が Al の  $\mu$  の約2倍であり、中間相は規則格子の一種とみなせるのでこの値は大体適当な値であると予想した。又 X 線による格子常数変化の測定値より  $\varepsilon=1/10$ ,  $\sigma=1/3$  とした。又  $b=4.03 \text{ \AA}$ ,  $b'=2.9 \text{ \AA}$  である。第3図により明かな様に外部応力は析出物の表面に於いて最大値をとる、但し今迄に用いた計算が  $s \approx b$  なる場合にも適用し得るかどうかは疑問であるが一応適用し得るものとしておく。

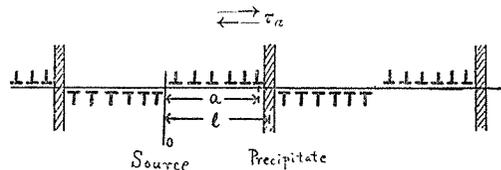


第3図

## 2. 歪み硬化に対する影響

未だ変化を受けて居ない状態に於いては現在迄に知られて居る転位の密度より相隣る二つの働き得る Frank-Read 源の間には多くの析出粒子が介在する。この状態に於て降伏応力以上の外部応力がかけられると源より発生した転位は相当数の析出粒子に環を残した後、不動転位やその他の析出物以外の障害物により進行を阻まれて停止する。この停止することによつて生ずる影響が純金属又は固溶体金属の場合の硬化であると考えられるから析出粒子の存在する場合にはこの他に析出粒子の影響による硬化が加わる筈である。この硬化量を算定して見る。

析出粒子の分布が一様であるとするると転位環の分布も一次的に見て第4図の如く周期的な配列をとる。一周期の間に存在し得る正員の転位の数は析出粒子以外の障害物による back stress 及び源を働き得るようにする迄



第4図

力が0であるとした場合、一周期の長さ及び外部応力により定まる一定数となる。

即ち第4図の如く、析出粒子の間隔を  $2l$ 、先頭の転位の達し得る位置を  $a$ 、外部応力を  $\tau_a$  とした時、0より  $a$ 迄の間に存在し得る同符号の転位の数は

$$n_+ = \frac{2l\tau_a}{\pi^2 A} \ln \frac{1 + \sin \frac{\pi a}{2l}}{\cos \frac{\pi a}{2l}} \quad (7)^{11)}$$

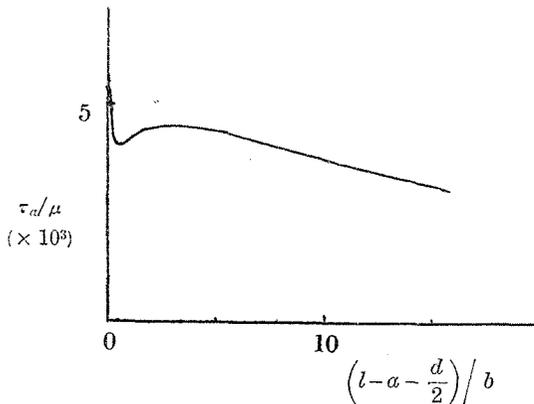
$$A = \frac{\mu b}{2\pi(1-\sigma)}$$

一方  $a$  の位置にある先頭の転位は次の条件の下に平衡になっている。即ち転位を  $a$  なる位置に保つに必要な外部応力は前節で求めた如く、 $\tau_1 + \frac{3}{2}\tau_2$  である。但し  $\frac{3}{2}\tau_2$  としたのは  $\tau_2$  は  $\tau_1$  に比して長範囲の応力であるから、二番目以下の転位にも応力を与える。これを考慮して  $3/2$  倍した。それに対し、外部応力により先頭の転位に作用する応力は  $n_+\tau_a$  である<sup>12)</sup>。従つて平衡の関係にあることから

$$\tau_1 + \frac{3}{2}\tau_2 = n_+\tau_a \quad (8)$$

なる関係がある。これより  $\tau_a$  を求めると、

$$\begin{aligned} \tau_a = & \left\{ \left[ -\frac{\mu'}{4\pi^2} \left(\frac{b'}{b}\right)^2 \left\{ \cos \frac{2b'}{b} \left( \tan^{-1} \frac{l-a+\frac{d}{2}}{\zeta} \right) - \cos \frac{2b'}{b} \left( \tan^{-1} \frac{l-a-\frac{d}{2}}{\zeta} \right) \right\} \right. \right. \\ & \left. \left. - \frac{\mu}{\pi^2} \left\{ \frac{\zeta^2 \cdot (l-a) \cdot d}{\left[ \zeta^2 + \left( l-a + \frac{d}{2} \right)^2 \right] \left[ \zeta^2 + \left( l-a - \frac{d}{2} \right)^2 \right]} \right\} + \frac{3\varepsilon\mu}{2} \cdot \frac{\left( \frac{d}{2} \right)^3}{(l-a)^3} \right] \right\} \\ & \times 1 \left/ \frac{4l(1-\sigma)}{\pi\mu b} \ln \frac{1 + \sin \frac{\pi a}{2l}}{\cos \frac{\pi a}{2l}} \right\}^{\frac{1}{2}} \quad (9) \end{aligned}$$



第5図

となる。

$l = 500b$ 、他の常数は前と同じとして求めた図が第5図である。これによつても  $\tau_a/\mu$  は  $l-a = d/2$  なる点で最大値を与える。又この極大値に於て  $n_+ = 8$  となる。又  $\mu$  として  $Al$  の値を入れると  $\tau_a = 13 \text{ kg/mm}^2$  となる。

次に析出物の形は相似であるとして  $\tau_a$  の  $l$  に対する関係を求める。析出物

の体積  $V = \alpha d^3$  であるとする

$$\frac{\alpha d^3}{l^3} = c \quad c: \text{溶質原子の濃度}$$

従つて

$$\begin{aligned} \tau_{a,\max}/\mu = & \left\{ \left[ \frac{3}{2} \epsilon - \frac{\mu'/\mu}{4\pi^2} \left( \frac{b'}{b} \right)^2 \left\{ \cos \frac{2b'}{b} \left( \tan^{-1} \frac{\left( \frac{c}{\alpha} \right)^{\frac{1}{3}} \cdot l}{\zeta} \right) - 1 \right\} - \frac{1}{\pi^2} \frac{\frac{1}{2} \left( \frac{c}{\alpha} \right)^{\frac{1}{3}} \cdot l^2}{\zeta^2 + \left( \frac{c}{\alpha} \right)^{\frac{2}{3}} l^2} \right] \right. \\ & \left. \times 1 / \frac{4l(1-\sigma)}{\pi b} \ln \frac{1 + \sin \frac{\pi}{2} \left\{ 1 - \left( \frac{c}{\alpha} \right)^{\frac{1}{3}} \right\}}{\cos \frac{\pi}{2} \left\{ 1 - \left( \frac{c}{\alpha} \right)^{\frac{1}{3}} \right\}} \right\}^{\frac{1}{2}} \end{aligned} \quad (10)$$

$\left( \frac{c}{\alpha} \right)^{\frac{1}{3}} \cdot l \gg \zeta$  であるから

$$\tau_{a,\max}/\mu \doteq \frac{\text{const.}}{\sqrt{l}} \quad (11)$$

となる。

#### IV 考 察

上記の計算より明かにされたことは、時効性合金の hardening effect 即ち特に析出粒子が存在することにより生ずる硬化には、一定限度があり、それ以上の応力に於ける応力-歪み曲線は純金属又は固溶体金属のそれと平行になるということである。

この結果は Fisher 達の結論と同一であるが、硬化の増加度の大きさが数値的に大分へだたりがある。即ち我々の場合、Al-4% Cu 合金の場合の数値を入れると約 13 kg/mm<sup>2</sup> となり相当大きくなる。実験値がはつきりしないのと計算している状態が異なるため、何れが実験値に近いかは論じ得ない。我々はその点に対して、単結晶を用いて実験する予定にして居るが、今迄の実験値の値から予想すると、彼等の値は少し小さいと思われる。然しながら我々の論じている状態は中間相が coherent に析出している場合であり、安定相が析出する状態になると母格子と析出物の送り面が異つて来ること、格子が異なること等からこの計算は適用出来ない。従つて我々の計算はむしろ Fisher 達の取扱つた状態より前の、即ちもつと硬度の大きい状態に対して適用し得るものと考えられる。又歪み硬化の増加度 (hardening increment) の粒子の大きさに対する依存性を比較すると Fisher 達の場合には  $\tau \propto 1/l$  となるのに対し、我々の場合には  $\tau \propto 1/\sqrt{l}$  となる。従つて G.P. 相 → 中間相 → 安定相という相変化をする析出粒子を生ずる様な時効に対しては硬化の増加度が一定  $\rightarrow 1/\sqrt{l} \rightarrow 1/l$  なる変化を示すことが予想せられる。

又我々の計算によると析出粒子の周囲に pile up する転位の数が求められる。時効性合金の

迂り線を観察すると迂り線の通過した所にある析出物が彎曲しているのが観察せられたことは前に述べたが、この彎曲は内部に於ても観測せられる<sup>8)</sup>。このことから析出物の彎曲によつて求められる迂り量と、迂り線の観測により求められる迂り量との差を知り得れば、内部の変形に対する知識を得ることが出来、転位論の今後の発展に対し有力な実験値を与えることが可能になる。我々の考えによればこの差は析出粒子が周囲に pile up し得る環の最大数を  $n_{+,max}$  とした時、 $n_{+,max} \times b$  で与えられる。従つて析出物の彎曲により求められた迂り量は、真の迂り量より  $n_{+,max} \times b$  だけ小さいことになる。我々の観測した試料についてこれを求めると約  $30 \text{ \AA}$  となるが、電子顕微鏡の分解能を考慮して求めた値は約  $50 \text{ \AA}$  であり、大体一致するものと思われる。

最後に、以上の考察は、多くの仮定の下に行われており、この仮定の正当さは、一応迂り量の差が計算値と実測値の一致の程度により知り得るが、尙、単結晶を用いての応力—歪み曲線を求めこれを比較してみなければならぬ。又計算は転位が析出物の周囲に転位を残ずとして行つたものであるから、硬度最大の時効時間以前の状態に対しては適用し得ない。この場合には降伏応力が直ちに析出粒子に迂りを与える応力になり、それ以後の応力—歪み曲線は純金属又は固溶体金属のそれと平行になるものと思われる。

## V 結 論

以上述べたことを要約すると、

1. 析出物は転位に対し  $-(\tau_1 + \tau_2)$  の応力を与える。
2. 析出物の支え得る転位環の数には限度があり、それ以上の応力に対しては析出物が迂りを生じて彎曲する。
3. 析出物が迂りを生ずる応力までは応力—歪み曲線は純金属又は固溶体金属のそれと平行にならないが、それ以上の応力に対しては平行になる。
4. 析出物が迂りを生ずる応力と、同一の伸びを与える固溶体金属または純金属の応力との差は、析出粒子の間隔に関係し、間隔の平方根の逆数に比例する。
5. 析出物の彎曲量より求めた固体内部に於ける迂り量は実際の迂り量より  $n_{+,max} \times b$  だけ小さい。普通の場合  $n_{+,max}$  は 10 の程度以下である。

尙、本論文に於ける仮定の正当性の検当は前に述べた実験による値が得られた後、改めて議論することにする。

## 引 用 文 献

- 1) Cottrell, A. H. : Dislocations and Plastic Flow in Crystals (Oxford) 1953
- 2) Mott, N. F. and, Nabarro, F. R. N. : Report of a Conference of Strength of Solids (Phys. Soc. London) 1948. p. 1.

- 3) Mott, N. F. : Imperfections in Nearly Perfect Crystals (John Wiley & Sons, Inc.) New York. 1952. p. 173.
- 4) Orowan, E. : Symposium on Internal Stresses in Metals and Alloys. (Inst. of Metals) 1948. p. 451.
- 5) Fisher, Hart, and Pry. : Acta Metallurgica. **1** 336 (1953)
- 6) 幸田, 竹山 : 北海道大学工学部彙報 第5号 (昭 26) p. 157
- 7) Hardy, H. K. : J. of Inst. Metals **79**, 321 (1951)
- 8) 幸田, 竹山 : 未発表論文
- 9) Jaswon, M. A. and. Foreman, A. T. E. : Phil. Mag. **43** 201, (1952)
- 10) Mott, N. F. and. Nabarro, F. R. N. : Proc. Phys. Soc. A. **52**, 86 (1940)
- 11) Leibfried, G. : Z. für Physik **130** 214 (1951)
- 12) Cottrell, A. H. : Progress in Metal Physcs I. (chap. 2.) ed. B. Chalmers, Butlerworth's Scientific Publications (London) 1949. p. 105