718

双晶境界と Hall-Petch 関係

(1)

	崇城大学	I	〇三浦	精	崇城大学[院]	西村禎人
--	------	---	-----	---	---------	------

1緒 言

結晶粒微細化は多結晶金属材料の強化方法として最 も重要な一つである。Hall¹⁾と Petch²⁾は軟鋼の下降伏応力 *o*_yと平均結晶粒径 *d* との関係式

$$\sigma_y = \sigma_0 + k_y d^{-1/2}$$

いわゆる Hall-Petch 関係式を提案した。ここで σ_0 、 k_p は 定数である。これまで Hall-Petch 式の適用に際して双晶 を一つの結晶粒として数えるか否かについて各研究者 によりまちまちであった。Miura と Saeki³⁾はひずみ焼鈍 法で作成した Fig.1 に示すような双晶帯をもつ擬似 Cu 単 結晶を用いて塑性変形に及ぼす焼鈍双晶の影響を調べ た。



Fig.1 An example of capper crystal specimens containing a twin band.



Fig.2 Effect of twin boundary on stress-strain curves of primary and conjugate type specimens.

それによると、Fig.2 に示すような各単結晶の主すべり {111}と平行な境界面を有する双晶帯を含む試片では、 応力-ひずみ曲線のステージ I でその成分単結晶のステ ージ I と同じステージ I を生ずる。一方各結晶の 2 次す べり系である共役すべり面と平行な境界面を有する双 晶帯を含む試片のステージⅠの加工硬化率は成分単結 晶のステージⅠ硬化率よりもかなり大きい。成分単結晶 の2次すべり(共役すべり)がおこる。ステージⅢとⅢに 相当するひずみ域での双晶帯を含む(b)Typeの試片の変 形応力は成分単結晶の変形応力よりかなり大きくなり、 その増加量はアルミニウムの双結晶の変形応力の粒界

このことはその後、方らによって⁴⁾人工的にΣ3 双晶 境界を有する Cu 双結晶を作製し、それにより(a)、(b)Type を切り出した試片を用いた実験で確認された。

による増加量と比較してほぼ同程度とされた。

このことより Hall-Petch 関係式において双晶境界は結 晶粒界と同等に評価されるべきであると提案した。

本報告では、Cuおよび Cu-Al 合金の Hall-Petch 関係式 に双晶境界を算入すべきか否かを多結晶を用いて詳し く検討したものである。

2 実験方法

供試材として厚さ 1mm、幅 7mm、長さ 100mm に加工 された Cu 多結晶と、Cu-3.5at%Al、Cu-6.8at%Al、 Cu-14.8at%Al二元合金多結晶を用いた。各試料を 773K、

873K、973K、1073K で 90min.焼鈍し、エメリー研磨紙 により研磨を行った後、正燐酸(H₃PO₄)とエタノール (C₂H₅OH)を混合させた液で電解研磨および電解腐食を させた。結晶粒の観察にはノルマルスキー型微分干渉顕 微鏡を用い、結晶粒径の測定には撮影した写真上に無作 為に定規を落とし、5本の線上と重なる結晶粒界と双晶 境界を数える Cross-Cut 法を用いた(Fig.3)。引張試験にお いては、島津製作所オートグラフ AGS-500B を用いて 973K までの高温引張試験を行った。

試片のゲージ長さ 70min、ひずみ速度 1.2×10^{4} sec⁻¹ で ある。なお、0.1%、0.5%、1.0%における変形応力をとり、 これを耐力 $\sigma_{0.1}$ 、 $\sigma_{0.5}$ 、 $\sigma_{1.0}$ とした。なお、Portvin-Lechatelier 効果(P-L 効果)による Serration が起こる領域では上端の 値を耐力と決定した。



Cu annealed at 773K for 90min.



(b) 5μm

Cu-14.8at%Al annealed at 773K for 90min.



Fig.3 Method of determing twin boundary or twin crystal.

3 実験結果と考察

いま、Cu-14.8at%Al について $\sigma_{0.1}$ における各測定量を Hall-Petch の関係に従って整理した式をしたに示す。

Cu-14.8at%Al	
$\sigma_{0.1}$ =48.4+396.6× $d^{-1/2}$	[MPa]
$\sigma_{0.5}$ =33.1+603.6× $d^{-1/2}$	
$\sigma_{1.0}$ =40.6+585.7× $d^{-1/2}$	
Cu-14.8at%Al containing twins	
$\sigma_{0.1}$ =35.6+375.1× $d^{-1/2}$	
$\sigma_{0.5} = 14.3 + 566.8 \times d^{-1/2}$	
$\sigma_{0.1}=22.4+585.7 \times d^{-1/2}$	

純 Cu、Cu-3.5at%Al、Cu-6.8at%Al についても同様の結 果が得られているが、一般に双晶を勘定した方が Hall-Petchの関係式に従う。

単結晶の臨界せん断応力は結晶表面に突き抜けてい るらせん転位を固着位置より外すのに必要な応力であ って、固着力の強い刃状転位の $1/2 \sim 1/3$ と考えられる。 Fig.4 は我々の実験結果から $r=\sigma_0$ として求めた値と、 Suzuki と Kuramoto⁵⁾が標準ステレオ三角形中央(Schmid 因子約 0.5)単結晶試験片の降伏せん断応力の値を比較し たものであり Serration のおこる温度範囲以外ではよく 一致する。



Fig.4 The relation between critical shear stress and temperature for some Cu-Al alloys.

Fig.5 は、一つの結晶粒界にすべりが起きたときの転位の応力集中を示す。



Fig.5 Group of piled-up dislocations against crystal boundary.

なお、最初の結晶粒のすべり面をとなりの結晶粒内に 延長した平面に沿った結晶粒界からの距離を δ_L 、結晶粒 界の制限のないときの転位に対する抵抗力、すなわち単 結晶の臨界せん断応力を r_J とする。いま、 δ_L の位置に固 着された転位を r_L の力を加えて動き始めたとするとそ のときのせん断応力 r_a は次式で得られる。

$$\tau_{i} = \tau_{c} + 2\sqrt{\delta_{i}} (\tau_{i} - \tau_{c}) \cdot d^{-\frac{1}{2}}$$
(2)

引張応力を加えたとき、すべり系が最も大きなせん断応 力成分をもつ結晶では σ_y=2τ_αであるから

$$\sigma_y = 2\tau_f + 4\sqrt{\delta_L (\tau_L - \tau_f) \cdot d^{-/2}}$$
(3)

が得られ、(1)式に従って整理すると k, は次式から求められる。

$$k_{y} = 4\sqrt{\delta_{L}}(\tau_{L} - \tau_{f}) \tag{4}$$

もし $\tau_L \leq \tau_T$ であれば応力集中がなくても転位が固着点 から外れることができるが $\tau_L > \tau_T$ であれば双晶を算入し ない方が粒径が大きくなるので、結晶粒界への堆積転位 の数 n が多く転位にかかる応力を σ とすると、先頭転位 は no の応力集中を受けるので τ_L 、 τ_T をその温度で一定と 考えると k_r は $\sqrt{\delta_L}$ に比例することになる。従って δ_L は 応力集中をより多く受ける双晶を算入しない場合の方 が粒界より遠くの転位源を動かしうるであろうから k_r の値は大きくなると考えられる。

Fig.6 については k_y と試験温度との関係を示した。 ここで k_y の値は温度の上昇とともに減少し、773K 以上 の高温では 0 に近づく。これは熱エネルギーによって AI 原子の熱振動が激しくなり、容易に雰囲気から離脱し て効果が消えるためである。



Fig.6 The effect of temperature on k_y in Cu and Cu-14.8at%Al.

参考文献

- 1) E.O.Hall, Proc. Phys. Soc. London, 64B, 747 (1951).
- 2) N.J.Petch, Iron Steel inst., 173, 25(1953).
- S.Miura and Y.Saeki, Trans. J. Inst. Metals, 17, 254(1976).
- S.Fang, S.Onaka, S.Hasimoto and S.Miura, 材料, 42, 478, 784-790(1993).