

# アルミニウムの低温 ( $-196^{\circ}\text{C}$ ) 引張塑性変形について

笹 川 雅 信  
和 田 次 郎

## 概 要

99.8%のアルミニウム多結晶を使用し、低温 ( $-196^{\circ}\text{C}$ ) 引張変形後、高温で等温かたさ回復をしらべた結果、2段の回復過程を示した。次に同一方位をもつ単結晶で、X線により格子回転の様子をしらべ、同時に電子顕微鏡で低温および室温引張変形の際の変形量とすべり帯およびすべり帯を構成するすべり層の数との関係から低温と室温との変形過程の相違について比較検討した。

## 1. ま え が き

金属を塑性変形すると、変形によって発生した転位、点欠陥の相互干渉によって過剰な分は消滅し、変形温度で平衡な転位、点欠陥だけが結晶内に蓄積される。したがって変形温度のちがいで発生した転位、点欠陥の蓄積過程の相違、また蓄積量の多少によって、塑性変形の過程にも相違もたらされることが期待される。低温変形後の回復過程の研究から回復に寄与する欠陥の定性的な研究が多数行われ、また電子顕微鏡ですべり帯の微細構造について Brown [1] により、Garston, Honeycombe and Greetham [2], Andrade and Henderson [3] は低温容易すべりの問題について、また Seeger とその協同者 [4][5] による加工硬化に関連した研究等多くの研究がある。

ここではアルミニウムの多結晶、単結晶を用いて、特に、かたさ、X線、電子顕微鏡によって、低温塑性変形後の回復現象、変形過程の試料軸回転およびすべり帯とすべり帯を構成するすべり線と伸びとの関係等について、室温変形の場合と比較しながら行った結果について報告する。

## 2. 実験試料と実験装置

実験に使用したアルミニウムはすべて 99.8% 純度のものである。等温かたさ測定には多結晶体が使用され、最終加工度 80%、板厚 0.5 mm の板材から平行部分 55 mm、巾 10mm の引張試験片を作製し、実験に使用前、 $325^{\circ}\text{C}$  で 1h の焼なましを行った。そのほかの実験には単結晶が使用された。単結晶試験片は、室温と低温変形後の比較を行うため、室温回復の影響がそれ以後の変形におよぼさないように、低温変形では、各変形ごとに 1本の試験片を使用するので、同一方位をもつ多くの単結晶を作製した。同一方位単結晶の作製には、まず、同一形状の板状試験片 5個を連続した形に加工し、これを一端を封じたステンレス鋼管の中に入れ、微炭素粉で適当なかたさにうめ込み、 $750\sim 800^{\circ}\text{C}$  に加熱した電気炉中を 10 cm/h の速度で、ステンレス鋼管を移動させて作製した。できた単結晶は各試験片に切断し、表面を、02 エメーリ紙にて表面を平滑にした後、 $\text{CH}_3\text{OH}:\text{HNO}_3$ , 2:1 の混合液で電解

研磨し、真空中、 $630^{\circ}\text{C}$  で 24 h の均質化処理後、再び電解研磨し実験に供した。低温 X 線カメラ用の試験片の寸法は、平行部分 15 mm, 巾 3 mm, 厚さ 0.3 mm で、そのほかの実験に使用した単結晶試験片寸法は、平行部分 30 mm, 巾 5 mm, 厚さ 0.7 mm である。各単結晶試験片群の方位分散度は X 線測定の結果、最高  $2^{\circ}$  であった。かたさ測定はピッカーズかたさ計で、荷重 1 kg, 時間は 40 sec で行われ、電子顕微鏡撮影は、酢酸繊維素を使用した。フィルムレプリカ法によって行った。

液体窒素温度での引張試験装置 [6] および X 線カメラは前報告 [7] と同じ装置を使用した。

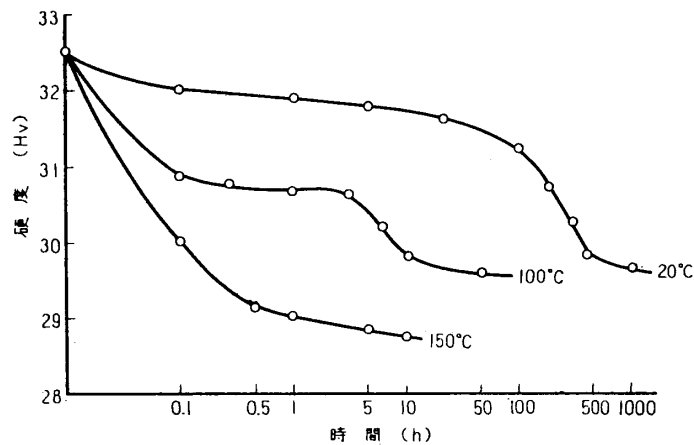
### 3. 実験結果

#### 3.1 等温回復のかたさ変化

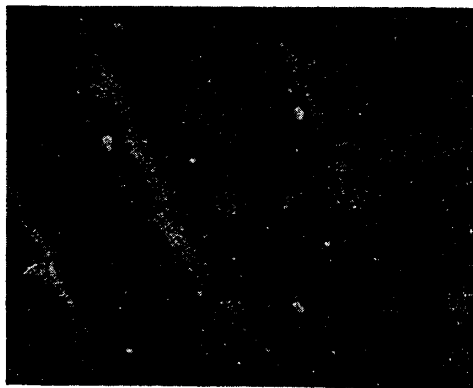
液体窒素温度で約 15% の永久伸びを、引張にて与えた後、 $150^{\circ}\text{C}$ ,  $100^{\circ}\text{C}$ ,  $20^{\circ}\text{C}$  の 3 種の一定温度で、時間によるかたさ変化を測定した。測定結果を、第 1 図に示す。

$150^{\circ}\text{C}$  では焼なましの初期から急激なかたさの回復を示し、6 min 以内にほとんど回復が終了する。 $100^{\circ}\text{C}$  では、まず、急速に 1 段のかたさ回復が起こり、それからいった

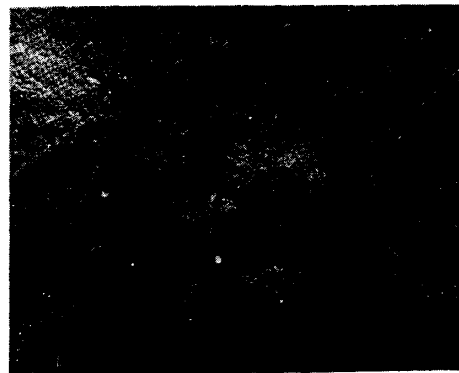
ん潜伏期間をへて再び回復がおこる、2 段の回復過程をもって進行する。 $20^{\circ}\text{C}$  の場合も、回復量は少いが、 $100^{\circ}\text{C}$  の場合と同様な回復傾向をもって進行する。 $150^{\circ}\text{C}$  では 1 段の回復過程しか認められなかったが、これは高温のため回復速度が早いので、2 段の回復過程が重複した結果によるものと考えられる。室温変形後の回復では 1 段目の回復は存在しない [6]。



第 1 図



第 2 図 室温で 22% 引張 ×4650



第 3 図  $-196^{\circ}\text{C}$  で 23% 引張 ×4650

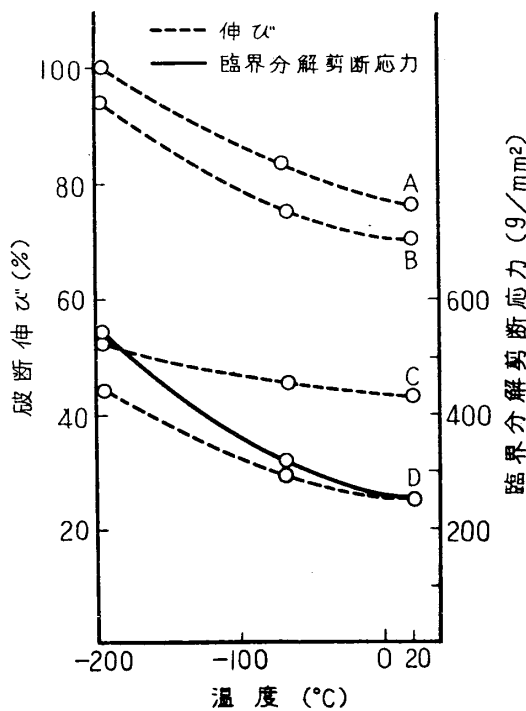
したがって、低温変形後の回復にのみ1段目の回復が発生する。これは低温変形によって発生した過剰の点欠陥がより高温で活性化され、すべり面上、結晶粒界等に集積された転位の消滅に寄与し、応力場を緩和するためであろうと考えられる。このことは、引張応力および電気抵抗の回復が、 $-50^{\circ}\text{C}$  附近から発生することからもその可能性が考えられる[8]。

2段目の回復については、第1図から活性化エネルギーを概算してみると、 $150\sim 100^{\circ}\text{C}$  で、約  $1\text{eV}$ 、 $100^{\circ}\text{C}$  以下で約  $0.4\text{eV}$  となる。この値から考えると高温側の回復は、空格子点を媒介とした転位の上昇運動によるものと考えられ、低温側の回復は、低温変形後の室温附近での降伏現象[9]等を考慮すると、空格子点の移動と同時に転位自身の分解、再配列の温度依存を考えなければならないと思われるが、その機構については不明である。

室温および低温で約 22% の引張変形をあたえた、多結晶アルミニウムの電子顕微鏡写真の1例を参考に、第2図、第3図に示す。回復過程を裏書きするような現象は写真からは認められないが、写真で見られるように、室温ではすべり帯が結晶粒界を貫通しているのがしばしば明瞭に認められる。これは粒界で阻止されたすべり帯の先端に集積した転位応力場の解放に寄与している。

### 3.2 破断伸び

方位の異なる板状単結晶を、各温度で引張変形を行った際の破断時における伸びと分解剪断応力の温度依存性について第4図に示す。



第4図

剪断応力および伸びは方位に関係なく、 $-70^{\circ}\text{C}$  附近より急激な増加を示している。これは、 $-70^{\circ}\text{C}$  附近から変形中に発生した過剰の転位、点欠陥が結晶内に効果的に蓄積されることを示している。第4図からわかるように、低温では室温にくらべ約 20% 程度の伸びの増加がみとめられるが、しかし方位によってその数値は異なる。この点については試料状態、不純物等によって大きく影響されるので正確なことはいえない。しかし、低温での変形によって変形量が増大すると同時に変形応力の増大もおこる。

### 3.3 X線および電子顕微鏡

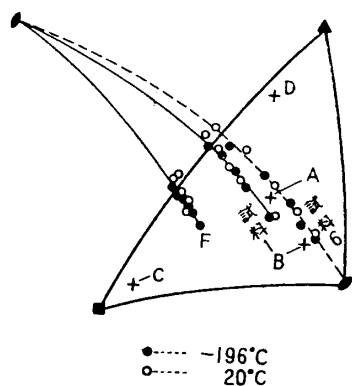
低温変形後と室温変形後の様子を、X線および電子顕微鏡を用いて行った結果について述べる。

まず、両温度での変形の状況をX線を使用して試料軸の回転からしらべてみた。かたさ

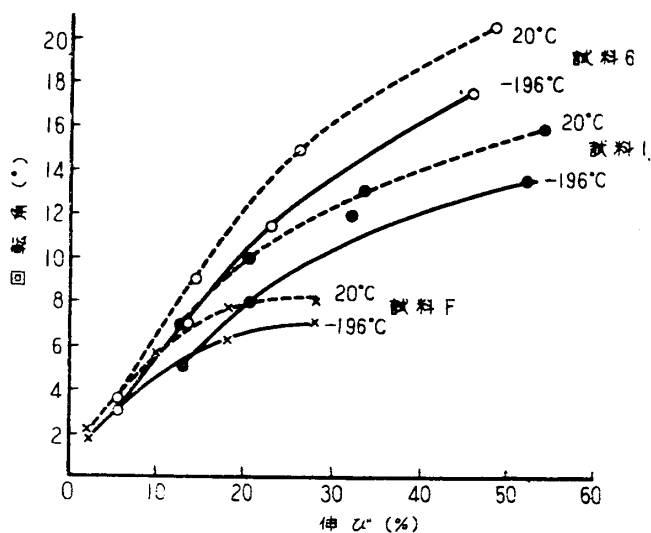
測定の結果からもわかるように低温変形後に室温で回復現象がおこるため、できれば低温で変形しながら低温で撮影することが望ましいので低温X線カメラを試作し[7]て行った。測定は試料Fについて行い、結果を第5図のステレオ三角形に示した。

次に低温変形後の電子顕微鏡の観察と同時に試料軸回転の様子をしらべた。この場合測定は変形後室温で行われた。その際の軸回転の結果を第5図に示し、試料は1, 6である。この際にも、室温回復が次の変形におよぼさないように、同一方位をもつ単結晶を使用して、低温では1変形ごとに1本の試料を用い、常温では1本の試料を順次変形しながら測定を行った結果である。なお低温変形後30 min以内にX線は撮影された。低温カメラで撮影した場合と、変形後室温で撮影した場合とのアステリズムの発生、格子回転の傾向に対する明瞭な相違は認められなかった。

第5図のステレオ三角形に示された黒丸は低温変形後、白丸は室温変形後の試料軸の位置を示している。この結果から一次すべり面

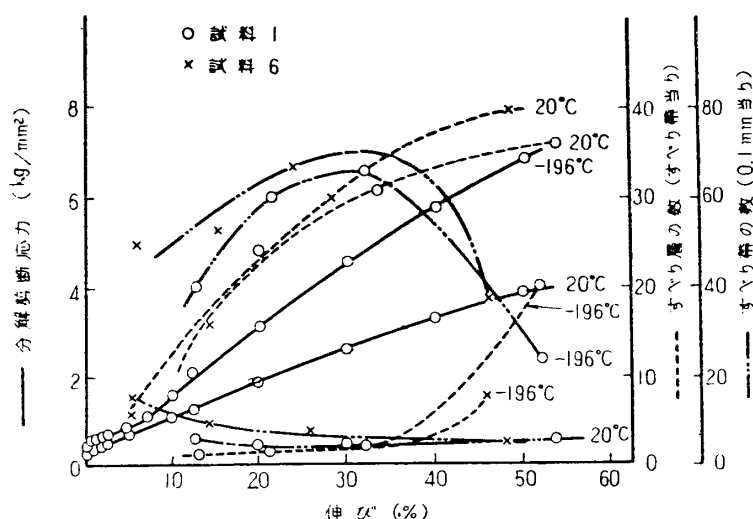


第5図



第6図

と試料軸とのなす角度の変形前後における角度差(回転角)を測定して、回転角と伸び%の関係に書き改めた結果を第6図に示す。第6図で実線は-196°C、点線は20°Cの変形の場合を示している。第6図の試料、F, 1, 6いずれの場合も低温変形の方が、同一回転角をあたえるためには室温変形の場合より多い伸びを与えなければならないことを示している。試料1でいえば、12°の回転角を得るためには室温で28%の伸びをあたえれば得られるが、低温では41%の伸びをあたえなければならない。すなわち、13%だけ多くの伸びをあたえる必要がある。そして同一回転角を得るための伸びは変形が進むにしたがって大きくなる。しかしこの測定は単一すべり領域内で、二次あるいは他の従属すべり系の存在を無視し、またアステリズムが発生した場合には平均角度として測定した。このような傾向は室温変形の際に著しかった。図示した以外になお10数本の単結晶の測定結果が同様な傾向を示した。したがって傾向的には正しいものと考えられる。同一伸びに対して回転角が低温で少いことから引張方向の拘束力による試料回転のほかすべり量、すべり層の数と伸びとの関係が問題になる。Brown [1] はすべり量を15%伸びで、20°Cで2000Å、-180°Cで1600Åと変形温度の低下によって減少することを示した。またRosi and Mathewson [10] は-68°Cで光学顕微鏡を使用し0.25~2%伸びの範囲ですべり帯の数を測定し、単位長さ当りのすべり帯の数が温度の減少によって増加することを示しているが、それ以下の温度では行わなかった。ここでは電子顕微鏡を用いて、すべり帯を構成するすべり層の数、0.1 mm中に



第 7 図

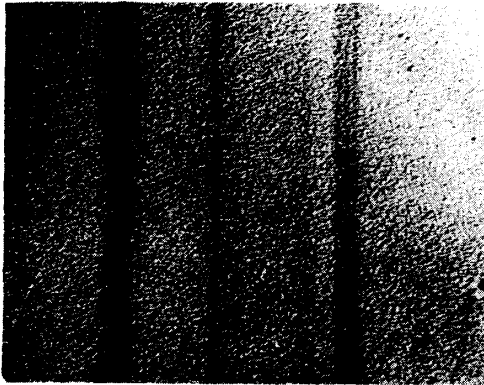
含まれるすべり帯の数の平均値と伸びとの関係について、 $-196^{\circ}\text{C}$ と $20^{\circ}\text{C}$ の両温度で試料 1, 6 について測定した結果を第 7 図に示す。測定は、倍率、4650, 10800 倍の写真を拡大したものから行った。図で、黒丸は試料 1,  $\times$ 印は試料 6 の場合である。破線はすべり帯中に含まれるすべり層の数、鎖線は 0.1 mm 中に含まれるすべり帯の数、

を示し、同時に試料 1 の、応力-歪曲線をのせてある。すべり層間隔は 20% の永久伸びで、室温では  $300\text{ \AA}$ 、低温で  $200\text{ \AA}$  程度であった。試料 1 について低温変形では、すべり帯に含まれるすべり層の数は、35% 伸び附近あたりまでは大きな変化はおこらず、すべり帯当たり 1~3 本を含むにすぎない。しかし変形が進んで 35% 伸び以上になると、急激に数が増加する。顕微鏡的にはこの変形量を境として他のすべり系が発生している。そしてこの附近から明瞭な層状すべりが発生する。したがって明瞭な層状すべりの発生には、従属すべりと重要な関連性があることを示している。この点については、Coffrell [11], Fisher [12] の考えを裏書きしており、低温変形で、明瞭な遷移点をもって、特に顕著に現われる。一方室温変形では、初期より急激な増加がおこり、低温の場合とは対称的に、35% 附近から飽和状態に近づいて行く。他の従属すべりは 15% 伸びで既に発生しているのが認められた。低温では従属すべりがある臨界値までは現れず、室温では局所的に応力の集中個所に断続的に発生し、変形増加と共に次第に増して行くことがわかる。X線の結果から、低温の臨界値では試料軸の位置がステレオ三角形の [111]-[100] 斜辺附近にあることを示している。したがって低温変形では室温に比べて均質な変形が行われているものと考えられる。またこのことは、応力-歪曲線の直線硬化部分、容易すべり領域の増加からも考えられる、試料 6 についてもほとんど同様な傾向を示しているが、両試料の単一すべり領域の相違が個々の領域の相違をもたらしているのがわかる。

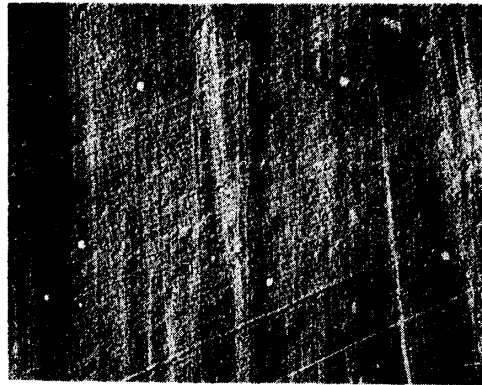
単位長さ (0.1 mm) に含まれるすべり帯の数について、同様に試料 1 では、上にのべたすべり帯のすべり層のときとは反対の傾向を示している。すなわち、低温変形の際には初めから急激な増加が連続し、35% 伸び附近で最高になりそれから急に減少して行く。これはすべり帯内のすべり層の数が増し、隣接すべり帯と合一してその巾を増して行くためである。室温の場合には 15% 附近から変形の増加にはあまり影響されず大きな変化はおこらない。これは既存すべり帯内のすべり層が増し、すべり帯の巾が増加して行くため、新しくすべり帯の形成がおこなわれないためである。

電子顕微鏡写真の数例を第 8 図から第 16 図までに示した。変形の進行と、すべり帯の両温度での相違がわかる，なおこれについては前報告を参照されたい[7].

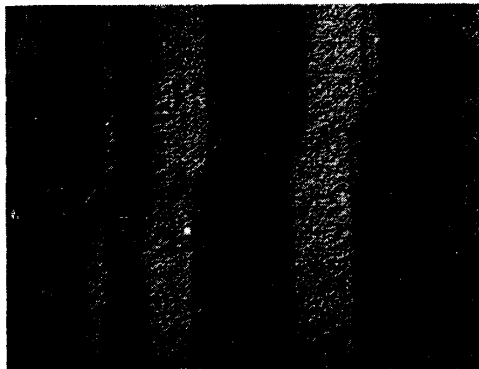
X線，電子顕微鏡の結果から考えると，低温引張変形では，回転角の減少，すべり層の増加によるすべり層間隔の減少およびすべり量の減少[1]が引張方向の拘束力による格子面彎曲の減少をもたらすことを示し，すべり量とすべり層の数との関係からすべり量を試料全体について考えた場合には低温と室温の場合で秤合がとれているものと考えられその結果，低



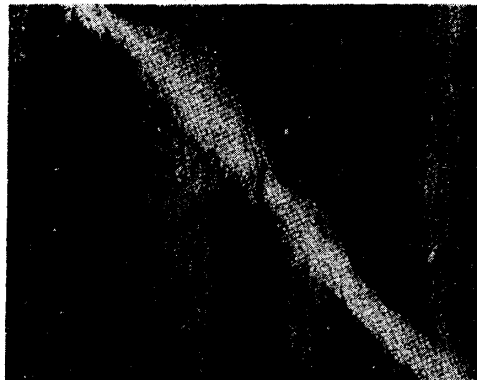
第 8 図 試料 1. 室温で 12.6% 引張  
×4650



第 11 図 試料 6.  $-196^{\circ}\text{C}$  で 52.2%  
引張 ×4650



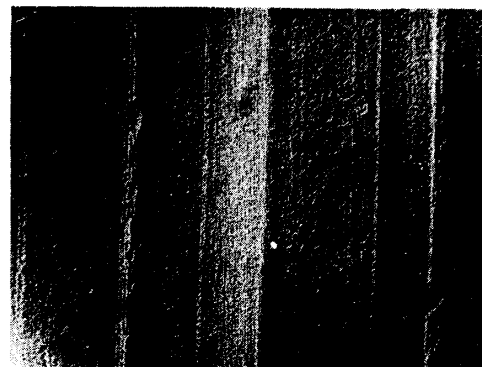
第 9 図 試料 1. 室温で 54.2% 引張  
×4650



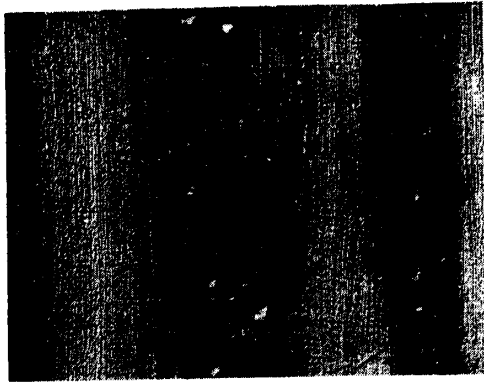
第 12 図 試料 6.  $-196^{\circ}\text{C}$  で 80%  
引張 ×4650



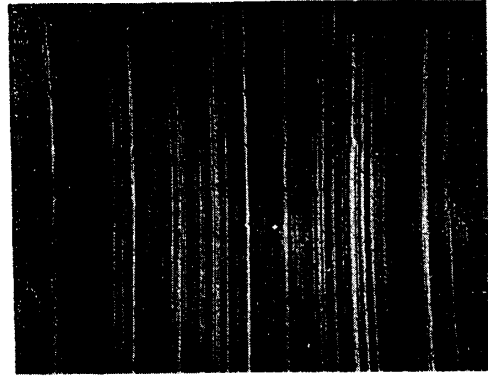
第 10 図 試料 6.  $-196^{\circ}\text{C}$  で 13.1%  
引張 ×4650



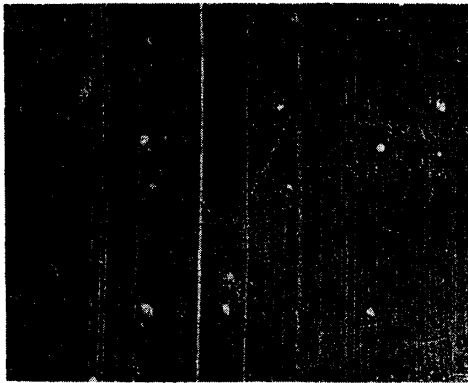
第 13 図 試料 6. 室温で 14.4% 引張  
×4650



第14図 試料 6. 室温で 48.5% 引張  
×4650



第16図 試料 6.  $-196^{\circ}\text{C}$  で 49.5%  
引張 ×4650



第15図 試料 6.  $-196^{\circ}\text{C}$  で 13.0%  
引張 ×4650

温では不均質変形の発生をおくらせるもの  
と考える。また変形の増加とともに室温変  
形ではすべり帯の数の増加より、すべり帯  
内のすべり層の数を増して行くが、低温変  
形では反対にすべり帯の数を増して行く。  
このことも低温引張変形で不均質変形の発  
生がおこりにくいことを示すものである。  
これは低温引張変形で広い領域の転位源が  
変形に寄与することになり、応力の局部集  
中化をさげ広い範囲にわたり比較的均質な

応力分布を結晶内にもたらすためであると考えられる。

#### 4. 結 語

液体窒素温度 ( $-196^{\circ}\text{C}$ ) および室温 ( $20^{\circ}\text{C}$ ) で 99.8% アルミニウムの多結晶および単結晶を引張変形した後、機械的性質、X線、電子顕微鏡についてしらべた。その結果、

1)  $-196^{\circ}\text{C}$  で引張変形をあたえた後の等温焼なましによるかたさ回復は、 $20^{\circ}\text{C}$ 、 $100^{\circ}\text{C}$  で2段の回復過程を示し、 $150^{\circ}\text{C}$  では1段の回復過程を示したが、これは1段と2段の回復過程の重複と考えられる。また破断時の伸びは変形温度の低下にしたがって増大する。

2) 引張変形による試料軸の回転角は同一伸びに対し室温より  $-196^{\circ}\text{C}$  で変形する方が少い傾向をもつ。

3) すべり帯を構成するすべり層の数は  $-196^{\circ}\text{C}$  の引張変形で、試料軸が  $[111]$ - $[100]$  境界をこえると急激に増し、それまでの変形ではあまり変化はない。一方すべり帯の数は初め変形の増加とともに増し、 $[111]$ - $[100]$  境界をこえると急激に減少する。これは他の従属すべりの発生によるもので、低温変形の場合に特に顕著である。また変形の増加とともにすべり帯の数の増加は室温より低温で著しい。

以上の結果から低温引張変形では不均質変形の発生が室温引張変形の場合よりもおこれて

発生するものと考えられる。終りにのぞみ液体窒素を使用させて下さった物性研究所低温研究室の方々に厚く御礼申し上げる。

1958年9月3日 材 料 部

### 文 献

- [1] A.F. Brown; *Nature*, **163** (1949) 961.
- [2] J. Garston, R.W.K. Honeycombe, and G. Greetham; *Acta Metallurgica*, **4** (1956) 458.
- [3] E.N. DA C. Andrade and C. Henderson; *Phil. Trans.*, **A 244** (1951) 177.
- [4] J. Piehl, S. Mader and A. Seeger; *Z. Metallk.*, **46** (1955) 650.
- [5] A. Seeger, J. Diehl, S. Mader and H. Rebstock; *Phil. Mag.*, **2** (1957) 323.
- [6] 和田, 笹川, 小林; *軽金属*, No. 26 (1957) 10.
- [7] 和田, 笹川; *軽金属*, No. 31 (1958) 5.
- [8] 和田, 笹川; *金属物理* **2** (1956) 72.
- [9] A.H. Cottrell and R.I. Stokes; *Proc. Roy. Soc.*, **A 233** (1955) 17.
- [10] F.D. Rosi and C.H. Mathewson; *Journal of Metals*, **188** (1950) 1159.
- [11] A.H. Cottrell; *Dislocations and Plastic Flow in Crystals*, (1953) 179.
- [12] J.C. Fisher, E.W. Hart and R.H. Pry; *Phys. Rev.*, **87** (1952) 958.