

論 文

Ostwald 成長を伴う析出強化型合金における
高温変形挙動の予測呂 満 珊,* 後 藤 正 治,** 麻 生 節 夫,**
小 松 芳 成,** 劉 武*Prediction of High-temperature Deformation Behavior
in Precipitation Hardened Alloy with Ostwald Ripening

by

Manshan Lu†, Shoji Goto††, Setuo Aso††, Yoshinari Komatsu††, Wu Liu†

ABSTRACT

A predicting method was proposed of high-temperature deformation behavior with Ostwald ripening of Si precipitates for over-aging stage in Al-1.03 mass % Si alloy based on the Void-hardening mechanism. The evaluation was carried out of the time dependence of strain, threshold stress, dispersion parameters of Si precipitates and stress-strain curves. The effects of temperature ranging from 523 K to 723 K and stress ranging from 6.7 MPa to 90 MPa on deformation behaviors were examined by this predicting method. The influence of Ostwald ripening of Si precipitates on high-temperature deformation behaviours was revealed in Al-Si precipitation-hardening alloy. The results were in good agreement with experimental ones.

Key Words : predicting method, Al-Si alloy, Ostwald ripening, particle radius, Void-hardening, threshold stress, high-temperature deformation, interparticle distance.

平成9年8月11日受付

* 秋田大学大学院鉱山学研究科博士後期課程機能物質工学専攻
〒010 秋田市手形学園町1-1** 秋田大学鉱山学部物質工学科
〒010 秋田市手形学園町1-1

† Graduate student, Graduate school of Mining and Engineering, Akita University, 1-1 Tegata Gakuencho, Akita 010, Japan.

†† Department of Materials Engineering and Applied Chemistry, Mining College, Akita University, 1-1 Tegata Gakuencho, Akita 010, Japan.

1. 緒 言

一般に金属材料の高温変形における定常変形応力 σ 、ひずみ速度 $\dot{\epsilon}$ および温度 T の間には $\dot{\epsilon} = A_0 (\sigma/E)^n \exp [-Q/(RT)]$ ⁽¹⁾の関係が成り立つことが経験的に知られている。ここで、 A_0 は応力や温度に依存しない定数、 n はひずみ速度の応力指数、 E はヤング率、 R はガス定数、 Q は変形の活性化エネルギーで、高温変形では一般に体拡散の活性化エネルギーにほぼ等し

い。したがって、分散強化合金のように分散粒子を含む材料の高温変形挙動を理解するためには、 A_0 、 n 、 Q などの値を定量的に明らかにすることが重要な問題となる。また変形に対するしきい応力 σ_{th} が現れる場合には、分散粒子による強化量が σ_{th} に相当し、かつそのときの変形挙動は σ_{th} の値によって大きく影響されて、 $\dot{\epsilon} = A_0 [(\sigma - \sigma_{th})/E]^n \exp[-Q/(RT)]^{(2)}$ の関係が成り立つことも経験的に知られており、粒子の分散パラメーターと σ_{th} の関係について明らかにすることも大切とされている。

ところで、実際に火力発電用のガスタービンブレードなどに高温構造用として使用されているほとんどの析出強化型の材料では高温使用中（高温クリープ変形中）に析出物などの分散粒子が母相中に再固溶したり、粗大化したりして時間の経過とともに粒子の分散パラメーターや σ_{th} の値がさまざまに変化することが一般に良く知られている。このような場合には、たとえ耐クリープ性に優れた材料であっても高温使用中に生ずる分散粒子の再分散によって材質が劣化してしまうことが予想される。したがって、この場合材料の使用寿命予測の観点から、劣化挙動（高温変形挙動）の予測法を開発することと劣化対策が工学上重大な問題となっている。

そこで著者らはこれまでに、分散強化合金の高温変形に対する上述の経験式を基本として、高温使用中に析出粒子が再固溶や粗大化を伴って変形する場合の変形挙動の予測法について理論的な計算モデルを提案した⁽³⁾。さらに、単純な析出強化挙動を示すことが知られているAl-1.03 mass % Si合金をモデル材料に選び、Si析出粒子のOstwald成長とその合金の高温変形挙動との関連性について調べ、これらの結果が定性的には上述の理論計算モデルの結果と一致することを明らかにした⁽⁴⁾。しかし、前報⁽³⁾で提案した計算モデルでは多数の物性値を必要とするので、計算モデルの妥当性を定量的に検討するためには母相材の純Alと析出強化材のAl-1.03 mass % Si合金の高温変形に関する諸パラメーターを用いた定量的な解析が必要とされた。

そこで本研究では、前報⁽³⁾で示された純AlとAl-1.03 mass % Si合金の高温変形挙動に関する知見をもとに前報⁽³⁾の計算モデルの妥当性を検討するとともに、それらの結果から予測される高温変形挙動について定

量的な検討を行った。

2. 高温変形挙動の予測法

2.1 高温変形の状態方程式

前章で述べたように粒子分散強化合金の高温変形におけるひずみ速度 $\dot{\epsilon}$ はDorn's式⁽²⁾を用いて

$$\dot{\epsilon} = A_0 [(\sigma - \sigma_{th})/E]^n \exp[-Q/(RT)]$$

で表現される。本研究ではこの式を基本式として析出強化型Al-1.03 mass % Si合金の高温変形挙動の予測式について検討する。まず初めに、前報⁽³⁾で示した実験結果より、Al-1.03 mass % Si合金に対しては $A_0 = 3.53 \times 10^{25} \text{ s}^{-1}$ 、 $n = 5$ 、 $Q = 129.3 \text{ kJ/mol}$ の値が得られた。またAl-Si系状態図からこの合金の融点 $T_m = 883 \text{ K}$ と見積られた。したがって、この合金の高温変形の状態方程式は

$$\dot{\epsilon} = 3.53 \times 10^{25} [(\sigma - \sigma_{th})/E]^5 \exp[-17.6117/(T/T_m)] \quad (1)$$

と表せる。

ここで σ_{th} は転位と分散粒子の相互作用の形態によって決まるので、これを見積るためには転位とSi析出粒子との相互作用について明らかにする必要がある。Fig. 1は473 Kで100 hr時効したAl-1.03 mass % Si合金を573 Kで $8.31 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ のひずみ速度で20%圧縮変形させたときの高温変形組織である。図から明らかのように、転位は各粒子の表面に吸引されており、いわゆる吸引型相互作用をしていることが確認される。Si粒子はAl母相と結晶構造が大きく異なり、非整合

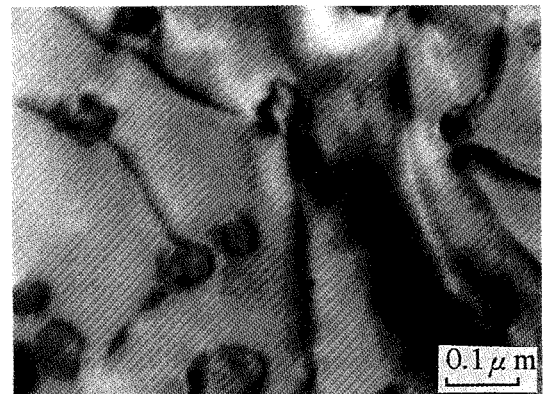


Fig. 1 TEM micrograph showing the attractive interaction between dislocations and Si precipitates in Al-1.03 mass % Si alloy

粒子としてふるまうことを考えれば、このことは妥当なものと思われる。吸引型相互作用では転位の応力場は Al 母相と Si 粒子の界面で緩和されるために Si 粒子は転位によって、ポイドと同等に見なされる。したがって、この場合しきい応力 σ_{th} は転位を Si 粒子から引き離すに要する応力、すなわちポイド強化応力 σ_p と同等である。Scattergood と Bacon's 式⁽⁴⁾により σ_p は次式で与えられるので σ_{th} は、

$$\sigma_{th}/E = \sigma_p/E = A (0.8 \text{ Mb}) / [4 \pi (1 + \nu) \bar{r}_s] [\ln(\bar{D}/\gamma_0) + B]$$

となる。ただし係数0.8は分散粒子の無秩序配列を考慮した因子⁽⁴⁾である。またここで、A と B は、らせん転位に対しては

$$A = (1 + \nu \sin^2 \phi) \cos \phi / (1 - \nu), \quad B = 0.6$$

刃状転位に対しては

$$A = [1 - \nu \sin^2 \phi / (1 - \nu)] \cos \phi, \quad B = 0.7$$

と与えられる。 ϕ は転位が Si 析出粒子から離脱するときの臨界角で、Scattergood と Bacon's⁽⁶⁾によればこれはポアソン比 ν に依存し、Al 合金 ($\nu = 0.34$) では、らせん転位に対して $\phi = 47^\circ$ 、刃状転位に対して $\phi = 19^\circ$ と計算される。しかし高温変形挙動をあつかう場合は転位の性格を区別して議論する必要はないので本研究ではらせん転位と刃状転位に対する値の幾何平均した値を用いることにして、 $A = 1.05$ 、 $B = 0.65$ と算定した。なお、M はテラー因子で $M = 3.06^{(7)}$ 、 b はバーガースベクトルで $b = 2.86 \times 10^{-10} \text{ m}$ である。さらに、 γ_0 は転位芯の cut-off 半径で本研究では $\gamma_0 = 3b$ とした。 \bar{r}_s は平均粒子間距離、 \bar{D} はすべり面上での平均粒子直径 $2\bar{r}$ とすべり面上での粒子の平均表面間距離 $\bar{\lambda}$ との調和平均である。これらの因子は粒子の分散状態とすべり面との関係で決まるので次節で詳しく述べる。

2.2 粒子分散パラメーターの決定

Fig. 2 は Al-1.03 mass% Si 合金を 473 K で 100 hr 時効したときの Si 析出粒子の分散状態を示したものである。Si 析出粒子は球状の形をしており、ほぼ均一に分散していることが知られる。したがって Si 析出粒子の体積分率を f 、単位体積当たりの粒子数を N_v 、単位面積当たりの粒子数を N_s とし、また Fig. 3 に示すように粒子の半径を r 、すべり面上での半径を r_s とすれば、単位面積当たりの粒子数 N_s は、平均半径 \bar{r} を用いて $N_s = 2\bar{r}N_v$ 、平均粒子間距離 \bar{r}_s は、

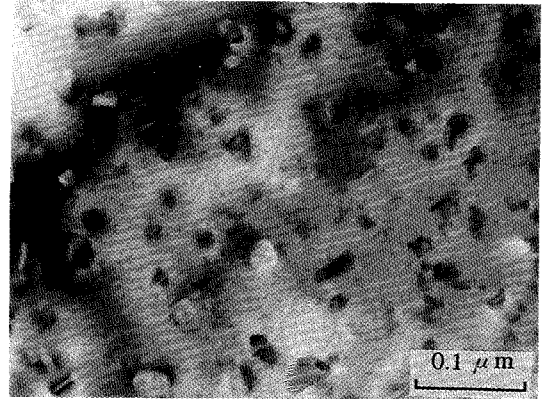


Fig. 2 TEM photograph of Si precipitates in Al-1.03 mass% Si alloy aged at 473K for 100 hr

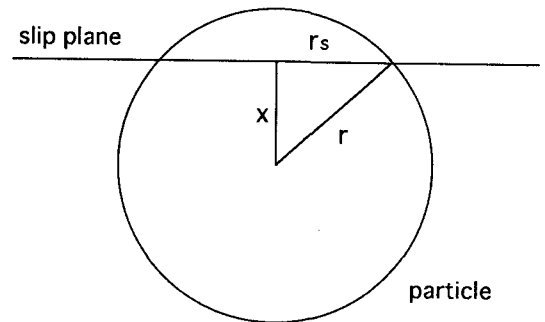


Fig. 3 Schematic view of the intersection of a slip plane with a spherical particle of radius (r)

$$\bar{r}_s = 1/\sqrt{N_s} = 1/\sqrt{2\bar{r}N_v},$$

また、析出粒子の体積分率 f_T は、 $f_T = 4\pi\bar{r}^3 N_v / 3$ で与えられる。

したがって、 $\bar{r}_s = \sqrt{2\pi\bar{r}^3 / 3f_T\bar{r}}$ 、すべり面上での1個の粒子に対する平均半径は $\bar{r}_s = \pi r / 4$ 、また、すべり面上でのすべての粒子に対する平均半径は

$$\bar{r}_s = (1/N_s) \int (\pi r / 4) dN_s = \pi \bar{r}^2 / 4\bar{r}$$

と表現される。ここで簡単のために \bar{r} のみを用いて表現するために、 \bar{r}^3 の代わりに $(\bar{r})^3$ を、 \bar{r}^2 の代わりに $(\bar{r})^2$ を用いて近似し、かつ \bar{r}_s は $\bar{\lambda}$ に比べてはるかに小さいので省略して、 $\bar{D} = 2\bar{r}_s \bar{\lambda} / (2\bar{r}_s + \bar{\lambda}) \approx \pi \bar{r} / 2$ と表される。したがって、これらの粒子分散パ

ラメーターを用いると、本研究の場合の σ_{th}/E と \bar{r}_s は次のように表される。

$$\sigma_{th}/E = (4.3945 \times 10^{-9}/\bar{r}_s) [\ln(1.8308 \times 10^7 \bar{r}) + 0.65] \quad (2)$$

$$\bar{r}_s = 1.447 (f_T)^{-1/2} \bar{r} \quad (3)$$

2.3 Ostwald 成長の予測

初期平均半径 \bar{r}_0 の析出粒子を含む合金を温度 T の高温で時間 t だけ加熱すると、析出粒子は Ostwald 成長をともなって粗大化することは良く知られている。このとき t 時間後の析出粒子の平均半径 \bar{r} は Lifshitz-Slyozov-Wagner の関係から、

$$(\bar{r})^3 = (\bar{r}_0)^3 + 8D\gamma v_m c_s t / (9RT)$$

と与えられる。本研究でとりあげた Al-1.03 mass % Si 合金においてもこの関係が成り立つことは前報⁸⁾で報告した。ここで D は溶質原子の拡散係数で Al-Si 合金の場合は Al 中の Si 原子の拡散係数に相当し $D = 3.95 \exp[-16.8898/(T/T_m)]$ ⁹⁾ で与えられる。また γ は Si 粒子の単位表面積当たりの界面エネルギーで $\gamma = 5 \times 10^{-5} \text{ J/cm}^2$ 、 v_m は Si 粒子のモル体積で $v_m = 12.1 \text{ cm}^3/\text{mol}$ である。一方 c_s は温度 T における溶質原子の母相に対する最大固溶濃度で、状態図から決まる。Al-Si 合金の場合は、 c_s を合金の溶質濃度、 f_T を温度 T における Si 析出粒子の体積分率とすると、Al に対する Si の溶解度曲線を用いることによって前報⁸⁾で示した方法から、 c_s は次のように表される。

$$c_s = (c_0/100) \{1 - [((100 - c_0)/c_0) \times 0.96 + 1] / [(1.1588/f_T) + 1]\}$$

したがって上述の Lifshitz-Slyozov-Wagner の関係は、

$$\begin{aligned} (\bar{r})^3 = & (\bar{r}_0)^3 + 2.8934 \times 10^{-9} c_0 \{1 - [((100 - c_0)/c_0) \\ & \times 0.96 + 1] / [(1.1588/f_T) + 1]\} \\ & (T/T_m)^{-1} \exp[-16.8898/(T/T_m)] t \end{aligned} \quad (4)$$

と表される。ここで c_0 は Al-1.03 mass % Si 合金に対しては原子濃度を用いて表現して $c_0 = 1.00$ となる。また高温変形中の Ostwald 成長が変形応力等の影響を受けないものと仮定すれば本研究の場合、時間 t はすなわち変形に要した時間に相当することになる。

Al-Si 合金の場合 Si の溶解度曲線は状態図により $c_s = c_0 \exp(-\Delta H/RT)$ の型 ($\Delta H = 63.96 \text{ kJ/mol}$) で表現され、かつ Al-1.03 mass % Si 合金では固溶限を切る温度は $T_0 = 793 \text{ K}$ 、また $T_m (= 883 \text{ K})$ の 1/2

の温度 ($T_m/2$) 近傍の 473 K における Si 析出粒子の体積分率は $f_{T_m/2} = 0.012$ と計算される。

したがって、 $T_m/2$ の温度において $f_{T_m/2}$ と $\bar{r}_0^{T_m/2}$ の粒子分散パラメーターを有する状態を基準と決め、任意の温度 T における粒子分散パラメーターの f_T と \bar{r}_0 を前報³⁾の方法にしたがって計算するとそれぞれ次のようになる。

$$\begin{aligned} f_T = & f_{T_m/2} \times \{1 - \exp[(\Delta H/RT_m)(T_m/T) \\ & - T_m/T]\} / \{1 - \exp[(\Delta H/RT_m) \\ & (T_m/T_0 - 2)]\} \approx f_{T_m/2} \{1 - \exp[9.7 \\ & - (7692/T)]\} \end{aligned} \quad (5)$$

$$\bar{r}_0 = \bar{r}_0^{T_m/2} (f_T/f_{T_m/2})^{1/3} \quad (6)$$

ここで、 $\bar{r}_0^{T_m/2}$ は温度 $T_m/2$ での等温時効において過時効が始まるときの Si 析出粒子の平均半径であって、前報⁸⁾で示したように本合金については $T = 473 \text{ K}$ での測定結果から $\bar{r}_0^{T_m/2} = 9.6 \times 10^{-7} \text{ cm}$ であった。またそのときの Si 粒子の体積分率 $f_{T_m/2} = 0.012$ であった。したがって、これらの値を式 (2), (3) に代入すれば、このときの \bar{r}_s^* 、 σ_{th}^*/E の値がそれぞれ $1.268 \times 10^{-5} \text{ cm}$ 、 1.204×10^{-3} と求まる。このような Si 粒子の分散パラメーターを有する状態を基準にして、これを $T_m/2$ 以上の高温において、高温クリープ変形のような長時間の変形を行うと、その変形期間中に Si 粒子は母相に再固溶すると同時に Ostwald 成長を伴って粗大化し、合金のクリープ変形挙動に大きな影響を与えることになる。ところで高温における Si 析出粒子の再固溶に要する時間は Ostwald 成長の時間や高温変形時間に比べて一般にははるかに短い。したがって、 $T_m/2$ 以上の温度で高温変形を行う場合は、その温度での再固溶がすでに終了した状態をもって高温変形に対する初期条件と見なすことができる。そこで上述の $T = 473 \text{ K}$ における粒子分散パラメーターとそのときの σ_{th}^* を基準として、それ以上の高温で変形を行わせる場合の粒子分散パラメーターと σ_{th}^* の初期条件を式 (2) ~ (6) にしたがって求めた。その結果を Table 1 に示す。したがって、Table 1 に挙げた数値を初期条件と決め、式 (1) ~ (6) を連立させて一定温度 T のもとでの変形時間に対して、逐次計算すれば任意の変形条件に対する Al-1.03 mass % Si 合金の高温変形挙動を予測することが可能となる。すなわちひずみ速度 (変形速度) $\dot{\epsilon}$ は負荷応力 σ 、温度 T 、時間 t に依存することになる。

Table 1 Initial values of dispersion parameters of Si precipitates and threshold stress at various temperatures in Al-1.03 mass% Si alloy

temperature	473K	523K	573K	623K	673K	723K
T/T_m	0.536	0.592	0.649	0.706	0.762	0.819
$f_T = 0.012 [1 - \exp(9.7 - \frac{7692}{T})]$	0.012	0.0119	0.0117	0.0111	0.00987	0.00731
$\bar{r}_0 = (\bar{r}_o)^{\frac{T_m}{2}} (\frac{f_T}{f_{T_m}})^{\frac{1}{3}}$ (cm)	9.60×10^{-7}	9.58×10^{-7}	9.52×10^{-7}	9.35×10^{-7}	8.99×10^{-7}	8.14×10^{-7}
$\bar{r}_s^0 = 1.447 (f_T)^{-\frac{1}{2}} \bar{r}_0$ (cm)	1.268×10^{-5}	1.271×10^{-5}	1.274×10^{-5}	1.284×10^{-5}	1.309×10^{-5}	1.378×10^{-5}
$\frac{\sigma_{th}^0}{E} = \frac{4.3402 \times 10^{-9}}{\bar{r}_s^0} [\ln(1.8308 \times 10^7 \bar{r}_0) + 0.65]$	1.204×10^{-3}	1.200×10^{-3}	1.194×10^{-3}	1.180×10^{-3}	1.144×10^{-3}	1.056×10^{-3}

3. 計算結果

Table 1 に挙げた数値を初期値として種々の条件で変形を行った場合について、Si 粒子の分散パラメータの変化、しきい応力の変化およびそれとともなって生ずる変形挙動について計算した結果を実験結果と対応させて以下に検討する。

3.1 Si 粒子の分散パラメータとしきい応力の挙動

析出粒子の分散パラメータが高温変形中にどのように変化するかを明らかにすることは、変形挙動を論じる上で重要な問題である。Fig. 4 は Table 1 の分散パラメータを初期値にとり、式 (4) を用いて、Si 析出粒子の平均半径 \bar{r} が変形時間 (加熱時間) t とともにどのように変化するかについて計算したものである。 \bar{r} は時間の経過とともに増大し、かつその傾向は高温の場合ほど著しいことが明瞭に現れている。この Si 粒子の成長挙動は前報⁽⁸⁾の実験結果とも良く一致するものである。一方、Fig. 5 は式 (3) と (4) を用いて、平均粒子間距離 \bar{r}_s と変形時間 t との関係について調べたものである。式 (3) と (4) から明らかなように \bar{r}_s の変形時間依存性は \bar{r} の変化と同じ傾向を示すことが確認される。

すなわち、Si 粒子の Ostwald 成長が始まる状態で

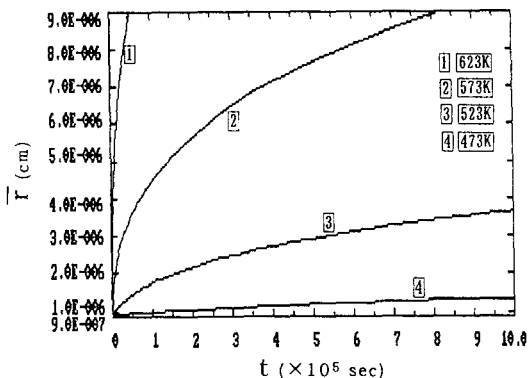


Fig. 4 The change of mean particle radius \bar{r} of Si precipitates during deformation at various temperatures in Al-1.03 mass% Si alloys

高温変形を開始すれば、この温度では粒子の体積分率は一定となっているので、母相内の固溶 Si 濃度は平衡値に近づき、母相/Si 粒子の界面エネルギーを駆動力として、界面の総面積を減らすことによって、合金系の自由エネルギーを低下させる結果、小さな Si 粒子の溶解度が増加してますます小さくなり、一方、大きな Si 粒子は成長してますます大きくなる。結果として Si 粒子の平均半径 \bar{r} は時間とともに大きくなり、

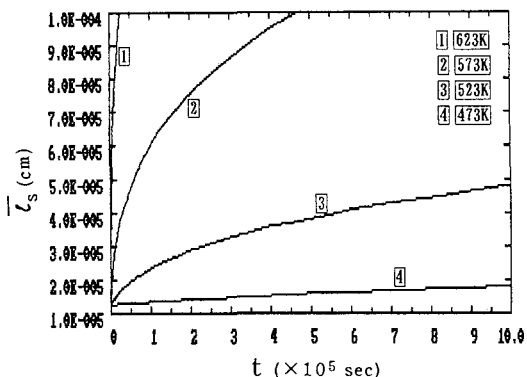


Fig. 5 The change of mean interparticle spacing \bar{L}_s of Si precipitates during deformation at various temperatures in Al-1.03 mass % Si alloys

一方平均粒子間距離 \bar{L}_s は大きくなるという Ostwald 成長挙動が明瞭に確認される。

粒子の分散パラメーターが変化すればしきい応力 σ_{th} もまた変化することが式 (2) から推察される。Fig. 6 は各温度におけるしきい応力をヤング率で規格した値 (σ_{th}/E) と変形時間 t との関係について計算したものである。図から明らかなように σ_{th} が変形時間の経過とともに減少する様子が明瞭に示されている。またこの σ_{th} の減少速度は変形初期ほど大きく、時間の経過とともに小さくなる傾向があり、かつその傾向は高温の場合ほど著しいことがわかる。このことは

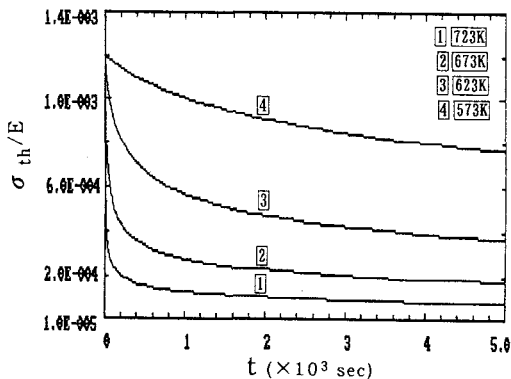


Fig. 6 The change of threshold stresses σ_{th} during deformation at various temperatures in Al-1.03 mass % Si alloys

Fig. 4 と Fig. 5 に見られたように高温ほど原子の拡散が活発になって短時間内に粗大化が進行してしまうことの証明でもある。すなわち Al-1.03 mass % Si 合金の場合、高温変形中に Si 粒子は Ostwald 成長する結果、しきい応力に大きな影響を与えることとなり、その傾向は温度の高い場合ほど著しいことが予測された。

3. 2 高温変形挙動の予測

Si 析出粒子の Ostwald 成長によってしきい応力 σ_{th} が時間とともに変化することが知られたが、このことは式 (1) から明らかなように変形挙動にも直接影響を与えることが推察される。そこで Table 1 に挙げた値を初期条件にとり、式 (1) ~ (6) を連立させて時間 t に対して逐次計算を行うことによって高温変形挙動の予測を行った。

Fig. 7 は一例として 573 K において種々の応力のもとで得られた高温変形曲線である。曲線の形状は、初めに逆遷移クリープ⁽¹⁰⁾ (Inverse transient creep) が現れ、次で曲線の勾配が一定となる定常クリープ状態へ移行する傾向を示している。しかもその傾向は負荷応力 σ の低い場合ほど顕著である。ところでこの曲線の勾配は変形速度 (ひずみ速度) $\dot{\epsilon}$ を表すので、 $\dot{\epsilon}$ と t の関係を調べれば上述の事柄がより明確になる。Fig. 8 はその一例として、523 K の温度で種々の応力のもとで変形した場合の $\dot{\epsilon}$ と t の関係を示したものである。図から明らかなように負荷応力が小さい場合ほど定常変形状態に至る時間が長いことがわかる。

このことは前節で述べたように粒子の分散パラメーターの変化が変形初期ほど大きく、そのため σ_{th} が変

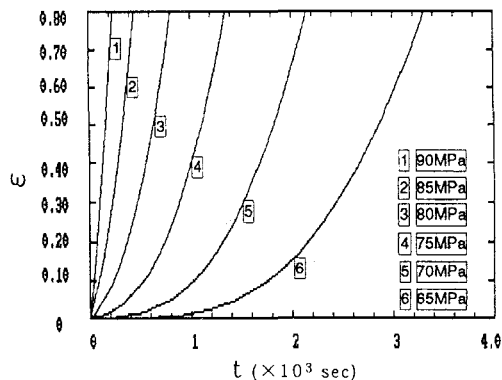


Fig. 7 Strain-time curves at 573 K under different stresses in Al-1.03 mass % Si alloys

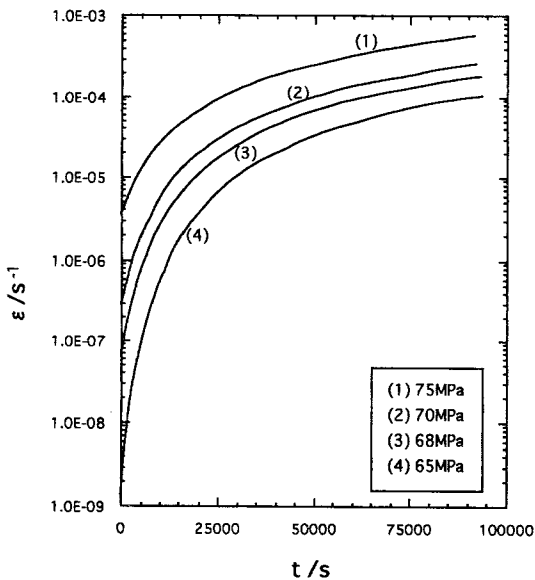


Fig. 8 Strain rate-time curves at 523 K in Al-1.03 mass % Si alloy

形時間の経過とともに急激に減少することになる結果、変形に寄与する有効応力 ($\sigma - \sigma_{th}$) が変形時間とともに急激に増大し、かつ変形速度が加速度的に増加することに帰因するものである⁽¹¹⁾。すなわち一定負荷応力 σ の大きさに比べて σ_{th} の減少量が無視できるほど小さくなると変形曲線は定常クリープ状態へ移行す

るものと考えられる。Fig. 9 は負荷応力 σ を 65 MPa と一定にして変形温度 T の効果について調べた結果である。変形曲線の勾配 (変形速度) は温度の上昇とともに著しく増加すること、定常変形状態に至るまでの時間は温度の上昇とともに短くなることかわかる。このことは温度が上昇するにつれて Ostwald 成長が顕著になることに加えて式 (1) における $\exp(-Q/RT)$ の項の効果によるものである。

3.3 ひずみ速度と負荷応力の関係および実験結果との対応

3.3.1 Si 析出粒子の Ostwald 成長による効果

一定温度のもとで高温変形を行うと Si 析出粒子の Ostwald 成長が生ずることによって、Fig. 8 に示されたようにひずみ速度 $\dot{\epsilon}$ が時間とともに連続的に変化して長時間後にはひずみ速度一定の定常変形状態となる。したがって定常変形状態に至るまでの変形挙動は Ostwald 成長の効果のみによって影響を受けていることになる。この効果について調べたのが Fig. 10 である。この図は一例として 623 K で各変形時間に対して得られた $\dot{\epsilon}$ と σ の関係を示した曲線である。Fig. 10 (a) は本研究で提案した予測法によって計算したものであり、また (b) は (a) の一部を拡大しそれに Al-1.03 mass % Si 合金の高温圧縮試験によって得られた実測値⁽⁸⁾を一緒にプロットしたものである。高温圧縮試験の方法および結果については前報⁽⁸⁾にお

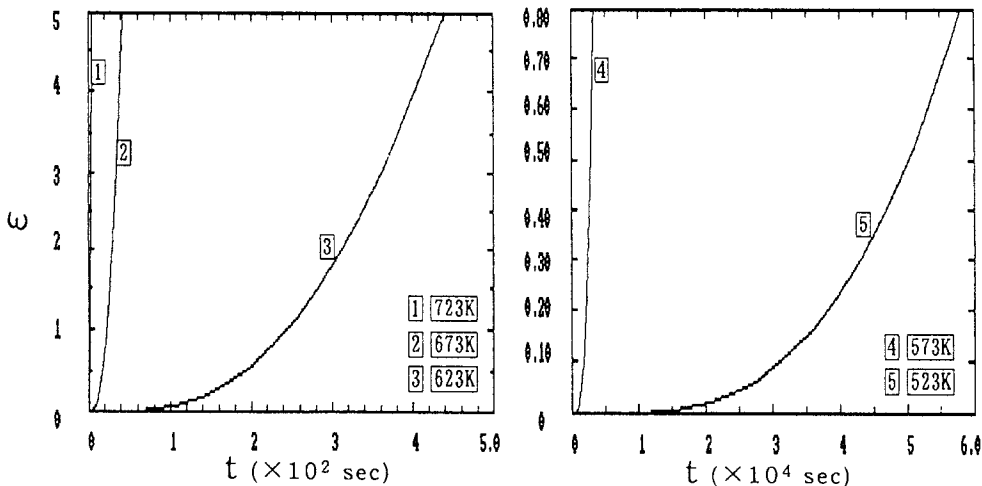


Fig. 9 Strain-time curves at 65 MPa under various temperatures in Al-1.03 mass % Si alloys

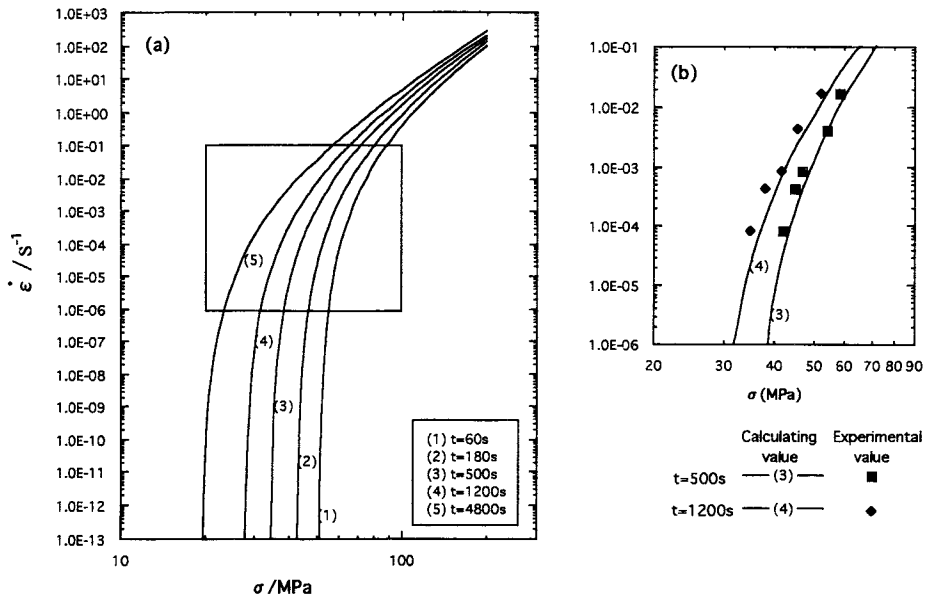


Fig. 10 Effect of Ostwald growth on the relation between strain rate $\dot{\epsilon}$ and steady-state stress σ at 623 K for Al-1.03 mass%Si alloy

いて詳細に報告したのでここでは省略する。Fig. 10から明らかなように高温変形中にSi析出粒子はOstwald成長することによって強度低下が著しく進行することがわかる。すなわち、このことは変形中にOstwald成長によってSi析出粒子の数密度は減少し、平均粒子間距離は増大するためにSi析出粒子による強化の効果が減少することによるものと考えられる。また時間に伴う $\dot{\epsilon}$ の変化量は低応力レベルの場合ほど著しく、負荷応力 σ が σ_{th} に近い場合ほど σ_{th} の影響を強く受けることを明確に示すものである。さらにFig. 10(b)に見られるように予測曲線と実測値は非常に良く一致していることが知られる。

3. 3. 2 変形温度の効果

ひずみ速度に対する温度の効果としては式(1)から明らかなように $\exp(-Q/RT)$ の項の効果とOstwald成長に伴う σ_{th} 減少の効果とが協同して寄与することになる。Fig. 11はそれらの効果について調べた一例であって、変形時間を1200s一定として種々の温度で変形させた場合の $\dot{\epsilon}$ と σ の関係について示したものである。Fig. 11(b)は(a)の一部を拡大し、それにAl-1.03 mass%Si合金の高温圧縮試験によって得られた測定値と一緒にプロットしたものである。この

図から明らかなように、いずれの温度においても $\dot{\epsilon}$ が激減する応力レベルすなわちしきい応力が存在することが明瞭に認められるとともに、そのしきい応力レベルは式(2), (3), (4)から予想されるように温度に強く依存して、高温の場合ほどしきい応力のレベルは低応力側に移行することが知られる。またFig. 11(b)に示されるように、予測曲線と実測値は非常に良く一致することがわかる。すなわち第2章2, 3節でOstwald成長は変形応力の影響を受けないことを仮定して議論を進めたが、予測曲線と実測値が一致していることから本研究で行った仮定は正しいことが裏付けられたことになる。したがって、Al-1.03 mass%Si合金の変形挙動に対して提案した式(1)~(6)までの関係式を用いた予測法は定量的にも妥当なものであることが理解される。

3. 3. 3 提案した予測法の有用性

Fig. 10と11に示されたように、高温変形挙動の予測曲線は実測値と非常に良く一致することが認められた。したがって、式(1)~(6)を用いればAl-1.03 mass%Si合金の高温変形挙動はすべての変形条件に対して予測可能である。しかしここで重要なことは本研究の予測法の基本的な考え方は単にAl-1.03 mass

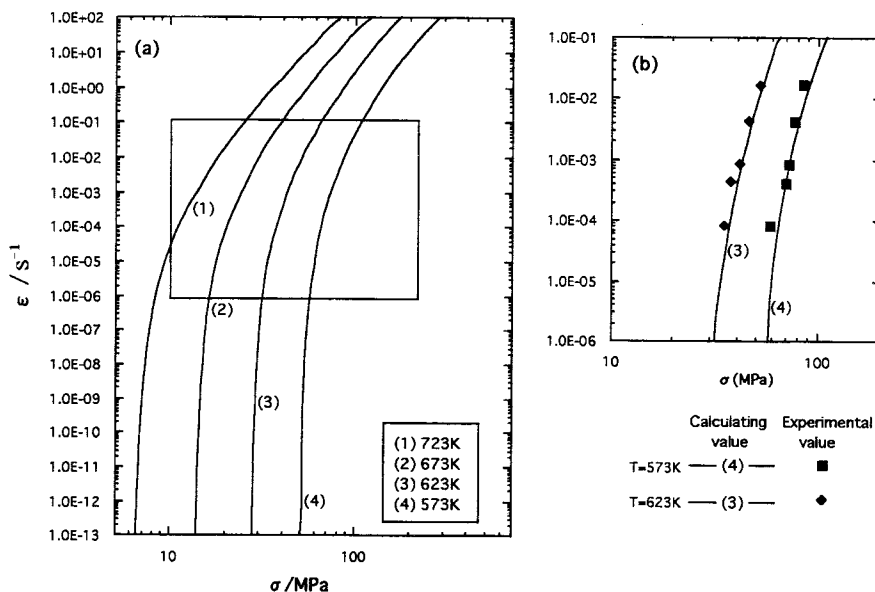


Fig. 11 The relation between strain rate and steady-state stress for Al-1.03 mass % Si under Ostwald grown for 1200 s

%Si 合金のみならず、一般に Ostwald 成長を伴う合金の高温変形挙動の予測に対しても十分有効であるということである。すなわち任意の析出強化型合金に対しては析出粒子の初期分散パラメーターに加えて、高温変形に対する A, Q, n の値と状態図から知られる固溶限の温度依存性, 溶質原子の拡散係数および母相と析出粒子の間の界面エネルギーなどの物性値が知られば任意の条件における高温変形挙動を精度良く予測することが可能である。このことは高温構造材料の実用条件下における寿命予測の点のみならず上述の諸物性値を吟味することによって優れた高温用構造材料を開発できるという点でも工学上非常に有意義なことであると結論される。

4. 結論

Ostwald 成長するような析出粒子を含む一般的な析出強化型合金において、その高温変形挙動を予測する方法を確立するために、提案した予測モデルを用いて Al-1.03 mass % Si 合金の高温変形における Si 析出粒子の分散パラメーターとしきい応力の挙動およびひずみ速度と負荷応力の関係などを調べ、これを実験値と比較して検討した結果以下の結論が得られた。

- (1) Al-1.03 mass % Si 合金の Si 析出粒子と転位の相互作用は吸引型である。したがって、合金の高温変形に対するしきい応力は転位を Si 粒子から離脱するに要する応力すなわちポイド強化応力に相当する。
- (2) Al-1.03 mass % Si 合金の高温変形挙動を予測できるように、各物性値を用いて定量的に解析できる変形の状態方程式を導いた。
- (3) Ostwald 成長によって、Si 析出粒子の分散パラメーターは変形時間とともに変化する。その結果、しきい応力は変形時間とともに減少し、かつその傾向は高温の場合ほど顕著である。
- (4) 高温変形曲線の形状は、変形初期にはひずみ量が小さいが時間の経過とともに急激に増加するという、いわゆる逆遷移クリープ状の形態を示す。その傾向は負荷応力が低い場合ほど、また温度が低い場合ほど顕著である。
- (5) そのため、変形速度は時間とともに連続的に変化し、その変化は変形の初期ほど急激であるが時間の経過とともに緩やかとなって定常変形状態へ近づく。その傾向は負荷応力が低い場合ほど顕著である。
- (6) ひずみ速度と負荷応力の関係曲線上にはしきい応力が現れることが予測された。しきい応力のレベルは

変形時間と変形温度に強く依存する。また予測曲線と実験から求められた実測値は非常に良く一致した。

(7) したがって、本研究で提案した理論的計算モデルは任意の材料に対しても適用可能である。すなわち状態図から知られる溶質原子の固溶限、溶質原子の拡散係数および Ostwald 成長に関する各物性値を用いれば、任意の変形条件における変形挙動を精度良く予測することができる。

謝 辞

最後に、本研究の一部は1994年度 The British Council 財団, The Daiwa Anglo-Japanese Foundation, 1997年度科学研究費補助金基盤研究(c) および(財)軽金属学会の教育研究資金によって行われたものである。また本論文をまとめるにあたり、Malcolm Mclean 教授 (Imperial College, Department of Materials, London) には有益な助言をいただいた。ここに記して感謝の意を表する次第である。

参考文献

- 1) 松浦圭助, 複合材料の現状, 問題, 展望, 日本金属学会編, 1983, P. 71.
- 2) J. Rosler, E. Arzt : Acta Met., 38 (1990), 671.
- 3) 呂 満珊, 後藤正治, 麻生 節夫, 小松芳成, 劉武 : 素材物性学雑誌, 9 (1996), 30.
- 4) R. O. Scattergood, D. J. Bacon : Phil. Mag., A 31 (1975), 179.
- 5) Ying-Hwa Yeh, Hideharu Nakashima, Hiroaki Kurishita, Shoji Goto, Hideo Yoshinaga : Mater. Trans. JIM, 32 (1991), 52.
- 6) R. O. Scattergood, D. J. Bacon : Acta Met., 30 (1982), 1665.
- 7) Fuyuki Yoshida, Junji Sugamoto, Hideharu Nakashima, Hideo Yoshinaga : Mater. Trans., JIM, 35 (1994), 576.
- 8) 呂 満珊, 後藤正治, 麻生節夫, 小松芳成, 劉武 : 素材物性学雑誌, 10 (1997), 79.
- 9) Shin-ichiro Fujikawa, Ken-ichi Hirano, Yoshiaki Fukushima : Metall. Trans., 9 A (1978), 1811.
- 10) 堀内 良, 大塚正久 : 日本金属学会誌, 35 (1971), 406.
- 11) 林 正裕, 及川 洪 : 軽金属, 36 (1986), 768.