純金属の高温変形における内部応力

当 摩 建* 吉永日出男** 諸住正太郎**

Ken Toma, Hideo Yoshinaga and Shotaro Morozumi : The Internal Stress in High-Temperature Deformation of Pure Metals. In order to identify the mechanism of high-temperature deformation of pure metals, internal stresses are measured by the stress transient dip test on *fcc* copper, *bcc* iron and vanadium, and *hcp* titanium.

The extrapolation method proposed in the previous paper is applied in determining the critical stress for deformation stagnation in order to minimize the error produced by the recovery during measurements, and it is found in the *fcc* and *bcc* metals that the contribution of internal stress to applied stress is nearly 100%. This shows that the deformation mechanism in these metals is recovery-controlled. In *hcp* titanium, however, the contribution of frictional stress is found to be appreciable in a higher stress range (i.e. higher strain rate range).

Further, the cause underlying the discrepancies between the data reported hitherto concerning the internal stress during creep is discussed and concluded to be due to the recovery effect during measurements.

(Received January 6, 1975)

I. 緒 言

金属材料の高温変形については既に多数の研究報告があるが、高温変形を支配する機構についてはなお不明な点が多く残されている。特に、一見最も単純な材料と考えられる純金属の場合に、研究者による見解の相違が大きい。それらの見解は大別すると次の二つに要約される。一つはラセン転位上のジョグの非保存運動によって変形が律速されるとするものであり⁽¹⁾、もう一つは運動転位に対して長範囲の内部応力を及ぼす障害が焼鈍消滅する速度と加工硬化の拮抗によって変形速度が決まるとするものである⁽²⁾。これらのいずれの機構によっても、ひずみ速度の応力および温度依存性に関する様々な実験事実を理解することができることから、いずれの機構が真の律速機構であるかを断定することは困難であった。しかし、この問題は変形応力に占める内部応力と摩擦応力の寄与率を分離測定することによって解決されるものと思われる。もし、大きな摩擦応力の存在が証明されるならば、ジョグ引きずりの機構が有力となるであろうし、内部応力の寄与が支配的に大きければ回復律速の機構が有力となるであろう。

最近 Solomon⁽³⁾や Ahlquist と Nix⁽⁴⁾ によって考案された応力急減試験法(dip test)はこの分離測定を可能にするものとして注目されている。しかし、この方法による測定結果は研究者の間でかなり異なり、内部応力の寄与が支配的に大きいという結果⁽⁵⁾と、摩擦応力の寄与も同程度に大きいという結果⁽⁶⁾に分かれている。

これに対して著者等は純アルミニウムについて応力急減

試験を行い、高温変形の場合には応力急減後の急速な回復の効果を考慮しないと、摩擦応力の寄与を過大評価することになることを示した⁽⁷⁾。また、この回復にもとづく誤差を最小に抑えるためには、外挿法が有効であることを示した。その結果、純アルミニウムの高温変形では内部応力が変形応力のほぼ 100% であることが知られた。

本報では、この内部応力はほぼ 100% の結果が広く純金属の高温変形一般に成立するものか否かを明らかにするために、面心立方の銅、体心立方の鉄とバナジウムおよび稠密六方のチタンについて、前報と同様の stress transient dip test (応力変化法)を行った結果について報告する。

II. 実験方法

1. 試験片

銅は純度 99.99% の無酸素銅の直径 10 mm の丸棒より、鉄は純度 99.98% の Johnson-Matthey の純鉄の直径 5 mm の丸棒より、バナジウムは純度 99.9% のフレーク状素材から電子ビーム溶解してつくった断面積約 100 mm² の棒状試料より、それぞれ冷間スエージ加工して径約 2.5 mm の丸棒とした。これらの丸棒から電解研摩によりゲージ部長さ 25 mm にわたって径を 2.2 mm まで落して引張試験片を作製した。チタンは純度 99.9% の市販の厚さ 4 mm の板から冷間圧延によって厚さ 0.5 mm の板をつくり、これより平行部長さ 30 mm、幅 4 mm の試験片を切出した。なお、前報⁽⁷⁾において、dip test の結果は試験片が丸棒であるか平板であるかの形状によらないことを確認している。

* 東北大学大学院，現在：三菱金属鉱業株式会社中央研究所(Graduate School, Tohoku University, Sendai. Present address: Mitsubishi Metal Corporation, Central Research Laboratory, Oomiya)

** 東北大学金属材料研究所(The Research Institute for Iron, Steel and Other Metals, Tohoku University, Sendai)

焼鈍はすべて 10^{-5} Torr で試料を石英管に真空封入し、銅: 700°C , 鉄: 700°C , バナジウム: 1070°C , チタン: 675°C でそれぞれ 1 hr 行った。ただし、鉄、バナジウム、チタンについては焼鈍の際の石英の分解による汚染を防ぐために、ジルコニウム箔に包んで熱処理を行った。焼鈍後の結晶粒径は銅: 0.15 mm , 鉄: 0.1 mm , バナジウム: 0.1 mm , チタン: 0.05 mm であった。実験はすべてこれらの焼鈍材について行った。

2. 変形停滞応力の測定

インストロン引張試験機により、いろいろなひずみ速度で高温引張試験を行い、定常変形状態(応力-ひずみ曲線上で応力の変化がほとんど認められなくなったところで、定常クリープ状態に対応する)に達してから、クロス・ヘッドの移動方向を逆転させて応力の dip を行った。dip 後、クロス・ヘッドを固定して、時間に対する応力変化を測定する方法(応力変化法; stress transient dip test)によって変形停滞応力の測定を行った(Fig.1 の説明図参照)。

Fig.1 Illustration of the testing technique used.

転位配列などの内部構造を変化させないためには、応力の dip は急速な程望ましいが、クロス・ヘッドの逆転速度が速過ぎると試験機の特長にもとづく遷移現象が生ずる(詳しくは前報⁽⁷⁾参照)ため、dip 速度には制限がある。この制限のため、応力の dip には試験条件に依存して 0.5 ないし 1.5 sec 程度の時間がかかる。このために生ずる誤差を最小に抑えるため、前報⁽⁷⁾で提案した外挿法を用いた。

Fig.2 はバナジウムについて dip test を行った結果の一例で、dip 後の応力 σ' の dip 前の定常変形応力 σ に対する比 σ'/σ に対して、変形停滞時間(応力の変化が認められない時間, Fig.1 参照)をプロットしたものである。横軸は dip 開始点からの経過時間である。図中、斜線で示した dead zone は dip に要した時間で(Fig.1 参照)、この領域内での測定はできない。また、図中の横線は変形停滞時間を示す。

dip 量が大きい場合には、変形停滞開始前に応力の上昇が認められた。また、停滞終了後はいずれの場合にも応力の低下が認められた。これらの応力変化はそれぞれ、試験片が収縮および伸長したことに対応する。外挿法はこれらの変形停滞終了点を時間零に外挿することによって、 $t=0$

Fig.2 An example of the extrapolation method used in determination of the critical stress for deformation stagnation. The applied stress is reduced to various stress levels from steady state deformation, vanadium, 700°C , $3.33 \times 10^{-5}/\text{sec}$.

での変形停滞応力を求めることにより、dead zone の存在による測定誤差を最小にしようとする方法である。ただし、変形停滞の開始点および終了点は応力変化の測定感度に依存し(本実験の場合、 10^{-5} のひずみに対応する応力変化まで検出できる)、真の変形停滞時間はこれらの測定点の間に存在する。この点を考慮して、外挿法の誤差範囲を定めた。なお、実験の詳細は前報と同様である。

III. 実験結果

1. 銅

純銅についていろいろな応力レベル σ の定常変形状態より dip test を行って、変形停滞応力 σ_e を求めた。得られた結果の一例を Fig.3 に示す。図中、×印は外挿法による測定値で、その誤差の範囲は外挿の仕方の任意性の範囲を示す。また、●印は約 3 sec の変形停滞が認められた応力レベルで、誤差範囲は変形停滞時間が約 2 sec の応力レベルから明瞭な応力上昇が観察される応力レベルまでの範囲を示す。なお、○印は菊地等⁽⁸⁾の測定結果で、本実験の●印の測定値とほぼ一致している。

このように、比較的長時間の変形停滞が認められる応力に比べて、回復の効果がほとんど入らないと考えられる外挿値 σ_e は著しく大きく、前報⁽⁷⁾に詳述した純アルミニウムの場合と同様、変形応力に占める内部応力の寄与が支配的に大きいことを示している。

なお、Fig.3 は 700°C における結果であるが、 600°C の場合も同様に $\sigma_e/\sigma \approx 1$ であった。

Fig.3 Stagnation stress to flow stress ratio σ_c/σ vs flow stress σ for copper deformed at 700°C. × obtained by the extrapolation method, ● obtained by the usual method.

2. α -鉄

α -鉄に対する 700°C での測定結果を Fig.4 に示す。純銅の場合と同様、比較的長時間の変形停滞が認められた応力レベルは及川等⁽⁹⁾の測定結果とほぼ対応するのに対して、外挿法による結果は $\sigma_c/\sigma \approx 1$ である。

なお、600°C における測定結果も同様であった。

Fig.4 Stagnation stress to flow stress ratio σ_c/σ vs flow stress σ for α -iron deformed at 700°C. × obtained by the extrapolation method, ● obtained by the usual method.

3. バナジウム

バナジウムについて 700°C で dip test を行った結果を Fig.5 に示す。この場合には、外挿法による測定値も高応力側で僅かながら低下する傾向が認められるが、 σ_c/σ の値は α -鉄と同様 1 に近い。なお、600°C の結果もほぼ同様であった。

4. α -チタン

以上の fcc および bcc の金属では外挿法による測定値が実験条件の範囲でいずれも $\sigma_c/\sigma \approx 1$ となったのに対して、hcp 構造の α -チタンの場合には、Fig.6 に示すように外挿法を用いても得られる σ_c/σ の値は明らかに 1 より小さい。ただし、図で♀印は dip 直後から応力が単調に低下し、変形停滞が認められなかったことを示す。

Fig.5 Stagnation stress to flow stress ratio σ_c/σ vs flow stress σ for vanadium deformed at 700°C. × obtained by the extrapolation method, ● obtained by the usual method.

Fig.6 Reduced stress to flow stress ratio σ'/σ vs time t for deformation stagnation in α -titanium deformed at 600°C.

Fig.7 Stagnation stress to flow stress ratio σ_c/σ vs flow stress σ for α -titanium deformed at 600°C.

この場合、内部応力の寄与率は、Fig. 7 に示すように変形応力 σ が大きい程小さい。また、低応力レベルではこの場合にも $\sigma_c/\sigma \approx 1$ となる。

IV. 検 討

緒言に述べたように、従来の dip test による測定結果は研究者によって大きく異なっている。

Mitra と McLean⁽¹⁰⁾⁽¹¹⁾ はニッケルとアルミニウムについて、Davies 等⁽¹²⁾ は銅、鉄、亜鉛についてクリープ変形途中で dip test を行い、応力の dip 量が僅かでも必ず変形停滯が観察されることを報告している。この結果は変形応力に占める内部応力の寄与率が支配的に大きいことを意味し、これらの金属の高温変形が回復律速であることを示すものである。

これに対して、Lloyd と Embury⁽¹³⁾ は銅について、Ahlquist と Nix⁽¹⁴⁾ はアルミニウムについて、僅かな応力の dip では変形停滯が観察されなかったことから、摩擦応力の寄与が内部応力の寄与と同程度に大きいと結論している。その後、Tobolová と Čadek⁽¹⁵⁾ はアルミニウムについて、及川等⁽⁹⁾ は α -鉄について、菊地等⁽⁸⁾ は銅について dip test を行い、いずれも Lloyd 等や Ahlquist 等と同様、変形停滯応力は dip 前の変形応力よりもかなり小さいという結果を得ている。

もし、変形停滯応力 σ_c と dip 直前の変形応力 σ の比 σ_c/σ が 1 よりかなり小さい場合には、前報⁽⁷⁾ に述べたように、転位速度が有効応力と直線的な比例関係にない限り、 σ_c は平均内部応力 $\bar{\sigma}_i$ と一致せず、したがって、 $\sigma - \sigma_c$ によって摩擦応力を求めることはできなくなる。

しかし、本実験結果によれば、回復速度の大きい高温変形では回復の効果が入るような測定法を用いた結果は、この効果が入らないように配慮した結果とは大幅に異なる。変形停滯時間が 3 sec 程度となる応力レベルには回復の効果が入っているものと思われるが、これは Fig. 3 から 5 に示したように σ よりかなり小さく、前記後者のグループの測定結果と一致する。これに対して、外挿法を用いることによって回復の効果が入らないように配慮した結果は前者のグループの測定結果と一致し、 $\sigma_c/\sigma \approx 1$ となる。

後者のグループでは、明らかなマイナス・クリープ(外部応力と逆方向に起こる変形)が観察される直上の応力レベルをもって変形停滯応力としているように思われるが、本実験の結果から、この応力レベルは比較的長時間の変形停滯が観察される応力レベルである。それよりも高い応力レベルで短時間存在する変形停滯が考慮されていないものと思われる(このような短時間の変形停滯を精度よく測定するには前報⁽⁷⁾ に詳述したように応答速度の比較的速い [30 サイクル程度ならば十分] 記録計を用いることが望ましい)。Davies 等⁽¹²⁾ によれば、銅の単結晶では応力を零まで下げてもマイナス・クリープは観察されなかったとい

う。したがって、マイナス・クリープが生じ始める応力レベルは、大きな摩擦応力が存在するときには内部応力レベルに対する一つの目安を与えるであろうが、内部応力が変形応力の大部分を占める場合には内部応力の基準にはならないものと思われる。

dip test では、変形が停止する応力レベルをもって平均内部応力としているのが一般である⁽¹⁶⁾。すなわち、応力変化法では $\dot{\sigma}$ (応力緩和速度) = 0、ひずみ変化法 (strain transient dip test) では $\dot{\epsilon}$ (ひずみ速度) = 0 となる応力レベルをもって平均内部応力と考えている。変形停滯応力 σ_c が必ずしも dip 前の平均内部応力 $\bar{\sigma}_i$ と一致しないという問題もあるが⁽⁷⁾、例えばこれが等しいとしても、 $\dot{\sigma} = 0$ または $\dot{\epsilon} = 0$ で正しい σ_c が求められるのは、 $\bar{\sigma}_i$ が dip 中および dip 後の測定時間中に変化しない場合に限られることに注意しなければならない。ところが、高温変形の場合には応力緩和中にも回復が起こり、 $\bar{\sigma}_i$ が時間の経過につれて減少することが知られている⁽¹⁷⁾。したがって、 $\bar{\sigma}_i$ とつり合う外部応力レベルは $\dot{\sigma} = 0$ ではなく、 $\dot{\sigma} = \dot{\bar{\sigma}}_i$ となる応力レベルである。あるいは、 $\dot{\epsilon} = 0$ ではなく、加工硬化と回復がバランスするひずみ速度となるところである。

応力を σ' まで低下させたときに $\sigma' < \bar{\sigma}_i$ であれば、 $\Delta\sigma = \bar{\sigma}_i - \sigma'$ が小さいときには $\Delta t \approx \Delta\sigma / \dot{\bar{\sigma}}_i$ の時間、変形停滯ないしマイナス・クリープが起こることになる。したがって、ある時間変形停滯が起こる応力レベルは $\sigma' < \bar{\sigma}_i$ であって、 $\sigma' = \bar{\sigma}_i$ となるのは $\Delta t \rightarrow 0$ の極限においてである。つまり、いかに dip の操作を急速に行ってもその間に $\bar{\sigma}_i$ の変化がないようにしても、 $\dot{\sigma} = 0$ ないし $\dot{\epsilon} = 0$ の判定法では必ず回復の効果が入って、内部応力を過小評価することになる。したがって、変形中の内部応力レベルを正しく求めるためには、dead zone が無視し得る程狭いような試験法を用いる場合にも、外挿法を用いなければならない。この外挿値は変形停滯応力というよりはむしろ変形停滯開始応力である。

比較的長時間の変形停滯が生ずる応力レベル σ'_c は dip 直前の変形応力 (定常変形応力) が高い程、試験温度が高い程低くなる傾向がある⁽⁸⁾⁽¹⁴⁾。Bailey-Orowan の理論⁽¹⁸⁾⁽¹⁹⁾ によれば、定常変形速度 $\dot{\epsilon}_s$ は回復速度 $r = -\partial\sigma/\partial t$ と回復を含まない加工硬化率 $h = \partial\sigma/\partial \epsilon$ に対して

$$\dot{\epsilon}_s = r/h \quad (1)$$

の関係がある。ただし、 t は時間、 ϵ はひずみである。式 (1) で h の値は変形条件によってあまり変わらないのに対して、 r はひずみ速度にほぼ比例して変化する⁽²⁰⁾。変形応力が高い程 $\dot{\epsilon}_s$ は大きくなるから、 r も大きくなり、したがって、回復の効果が入る σ'_c/σ がより小さくなることが理解される。また、 r は自己拡散係数に比例するから、高温程 σ'_c/σ が小さくなることも理解される。したがって、 σ'_c を平均内部応力 $\bar{\sigma}_i$ と等しいとして求めた前記後者のグループの結論は、 σ'_c におよぼす回復の効果として再解釈されるべきものと思われる。

本実験結果ならびに以上の考察から, *fcc* と *bcc* の純金属の高温変形では内部応力が支配的に大きく, 回復律速の変形であると考えられる. これに対して *hcp* のチタンでは, 高応力の範囲で明瞭な摩擦応力の存在が確認された. ただし, この場合には転位速度が有効応力と直線的な比例関係にあるかどうかを確認する必要がある. 比例しないときには, 前報⁽⁷⁾の考察に従えば $\sigma_0 \approx \bar{\sigma}_i$ となり, 変形停滞応力から平均内部応力を求めることは困難になる.

V. 結 論

面心立方金属のアルミニウム (前報⁽⁷⁾) と銅, 体心立方金属の鉄とバナジウム, 稠密六方金属のチタンについてインストロン試験機によって stress transient dip test を行い, 次の結果を得た.

(1) 従来の dip test で求めた変形停滞応力の多くは比較的長時間 (3 sec 以上) の変形停滞が観察された応力レベルとほぼ一致し, 回復の効果がかなり入っているものと思われる.

(2) 前報⁽⁷⁾で提案した外挿法により, この回復の効果を最小に抑えと, 変形停滞開始応力は上述のこれまでの測定値よりかなり大きくなる.

(3) 面心立方と体心立方の金属の高温変形では, dip test に外挿法を適用して求めた変形停滞開始応力は変形応力のほぼ 100% となり, 変形応力に占める内部応力の寄与が支配的に大きいことを示す.

(4) McLean 等⁽¹⁰⁾と Nix 等⁽¹⁴⁾に代表される従来の測定結果の不一致は, Nix 等の結果に回復の効果が入ったために生じたものと考えられる.

(5) 稠密六方金属のチタンでは, 高応力の範囲で変形応力に対する摩擦応力の寄与を無視できない. この場合には, 転位速度が有効応力に比例するかどうか知られていないので, dip test の結果が変形中の内部応力レベルを正しく示すものかどうか明かでない.

終りに, 本論文を閲読されて数々の有意義な助言を与え

られた東北大学金属材料研究所 阿部勝憲助手, 小岩昌宏助教授ならびに東北大学工学部 及川 洪助教授の諸氏に深く感謝する. なお, 本研究は昭和 47 年度科学研究費補助金 (一般研究 (C)) によって行われたものである. ここに附記して感謝の意を表する.

文 献

- (1) 例えば C.G. Barrett and W.D. Nix : Acta Met., **13** (1965), 1247.
- (2) 例えば J. Weertman : J. Appl. Phys., **26** (1955), 1213 ; **28** (1957), 362.
- (3) A.A. Solomon : Rev. Sci. Instr., **40** (1969), 1025.
- (4) C.N. Ahlquist and W.D. Nix : Scripta Met., **3** (1969), 679.
- (5) 例えば P.W. Davies and B. Wilshire : Scripta Met., **5** (1971), 475.
- (6) 例えば C.N. Ahlquist and W.D. Nix : Acta Met., **19** (1971), 373.
- (7) 当摩 建, 吉永日出男, 諸住正太郎 : 金属学会誌, **38** (1974), 170.
- (8) 菊地潮美, 梶谷幹男, 圓城敏男, 足立正雄 : 金属学会誌, **37** (1973), 228.
- (9) 及川 洪, 前田正昭, 辛島誠一 : 金属学会誌, **37** (1973), 599 ; 飯久保知人 : 東北大学博士論文, (1973).
- (10) S.K. Mitra and D. McLean : Proc. Roy. Soc., **295 A** (1966), 288.
- (11) S.K. Mitra and D. McLean : Metal Sci. J., **1** (1967), 192.
- (12) P.W. Davies, G. Nemes, K.R. Williams and B. Wilshire : Metal Sci. J., **7** (1973), 87.
- (13) D.J. Lloyd and J.D. Embury : Metal Sci. J., **4** (1970), 6.
- (14) C.N. Ahlquist and W.D. Nix : Acta Met., **19** (1971), 373.
- (15) Z. Tobolová and J. Čadež : Phil. Mag., **26** (1972), 1419.
- (16) 例えば長谷川 正, 及川 洪 : 金属学会会報, **11** (1972), 192.
- (17) A.A. Solomon, C.N. Ahlquist and W.D. Nix : Scripta Met., **4** (1970), 231.
- (18) R.W. Bailey : J. Inst. Metals, **35** (1926), 27.
- (19) E. Orowan : Z. Phys., **89** (1934), 614.
- (20) 吉永日出男, 当摩 建, 諸住正太郎 : 金属学会誌, **39** (1975), 626.