純金属の高温変形機構

吉永日出男* 当摩 建** 諸住正太郎*

Hideo Yoshinaga, Ken Toma and Shotaro Morozumi: The High-Temperature Deformation Mechanism in Pure Metals. In order to examine the idea that the high-temperature deformation of pure metals is recovery-controlled, strain rate change tests and stress relaxation tests have been performed using vanadium, aluminium, copper and α -iron.

The work hardening rate without the recovery effect, h , and the recovery rate, r , are determined at a given deformation state by a stress relaxation test. Slopes of the stress-strain curve immediately after the strain rate change can be calculated from the values of h and r . The calculated slopes agree well with the experimentally determined slopes. The activation energy for recovery determined from stress relaxation tests agrees approximately with the activation energy for self-diffusion. Transmission electron microscopic observations on vanadium suggest that the stress change $\Delta\sigma$ accompanying a rapid strain rate change is related to the local variation of the dislocation density.

From these results, it is discussed that the high-temperature deformation of these pure metals can be understood by the recovery-controlled mechanism.

(Received January 27, 1975)

I. 緒 言

純金属の高温変形機構には大別して(1) jog drag 律速⁽¹⁾と(2)回復律速⁽²⁾の二つの機構がこれまでに提案されている。(1)はラセン転位上の jog の非保存運動によって変形が律速されるとするもので、転位の一種の熱活性化運動過程が律速過程となる。これに対して、(2)は運動転位が熱活性化過程で越えることができないような長範囲の内部応力場によって変形抵抗が決まるとするもので、変形速度は加工硬化による内部応力の増加と回復による内部応力の減少の兼ね合いで決まる。クリープ試験では回復に比例した変形が起こることになるため、回復が律速過程となる。

変形応力 σ を内部応力 σ_i と有効応力 σ_e に分けて考える ($\sigma = \sigma_i + \sigma_e$) と、jog drag 律速の機構では σ_e が大きく、回復律速の機構では σ_e が無視し得る程小さいことになる。

成分 σ_i は弾性定数程度の僅かな温度依存性しか示さない成分で、しばしば非熱活性化成分とも呼ばれているが、その内容は必ずしも長範囲の内部応力場によるものばかりではなく、両端をピン止めされた転位が張り出すのに必要な転位の線張力に打ち勝つための応力など、熱活性化できないようなものはすべて含まれる。また、成分 σ_e は転位の運動に対する摩擦抵抗で、(1)の機構の熱活性化過程に対しては強い温度および転位速度依存性を示す⁽¹⁾。したがって、このような質的に異なる2種の応力成分を分離測定することができれば、上記いずれの機構が律速機構である

かを知ることができる。すなわち、 σ_i/σ が1よりかなり小さければ jog drag の機構が有力となるのに対して、 $\sigma_i/\sigma \approx 1$ ならば回復律速と考えることができる。

これまでに報告された σ_i/σ の測定値には 0.5 前後のものが多く^{(3)~(7)}、このことから jog drag の機構が有力視されていた。しかし、最近の著者等の検討結果⁽⁸⁾⁽⁹⁾によれば、従来の測定結果には回復の効果による誤差が入っている可能性が強く、この効果を最小に抑えるような外挿法を用いると、多くの純金属において $\sigma_i/\sigma \approx 1$ の結果が得られる[†]。この内部応力はほぼ 100% の結果は応力緩和試験によっても確認されている⁽¹⁰⁾。これらの結果は上述の理由で回復律速の機構を支持するものである。

もし、回復律速の機構が正しいならば、これまで転位運動の熱活性化過程として理解されていたひずみ速度急変にともなう変形応力のほぼ可逆的な変化は新たに加工硬化と回復の立場から解釈されなければならないことになる。

本報は主としてバナジウムについてひずみ速度急変試験、応力緩和試験ならびに変形した材料の透過電子顕微鏡観察を行い、これらの高温変形挙動が回復律速の立場から果して矛盾なく理解できるものかどうかを検討したものである。

II. 実験方法

バナジウムを主とし、これに適宜アルミニウム、銅、 α -鉄などを比較材として用い、インストロン試験機により高温引張試験を行った。これらの純金属はいずれも dip test で $\sigma_i/\sigma \approx 1$ となることが確認されたものである⁽⁸⁾⁽⁹⁾。

試験片の作製方法ならびに形状寸法は前報⁽⁸⁾⁽⁹⁾と同様で

† ただし、hcp の純金属では高応力側で $\sigma_i/\sigma \approx 1$ とならない⁽⁹⁾。

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

** 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)

ある。引張試験は 10^{-5} Torr の真空中で行ったが、この程度の真空度では残留ガスによる汚染が問題となる場合がある。そのような場合には試験片をジルコニウム箔で包むことにより、変形応力の増加が認められない程度に汚染を防止することができた†。

電子顕微鏡観察はバナジウムについてのみ行い、厚さ 0.5 mm、幅 4 mm、平行部長さ 25 mm の板状試験片を用いた。これらの試験片は引張試験の場合と同様の素材から冷間スエージと圧延によって作製したもので、試験前の焼鈍方法は前報⁽⁹⁾に述べた引張試験片の場合と同様である。

転位組織の観察は、所定の変形を与えた後、応力を加えたまま炉を除去して、真空中で冷却(冷却速度約 $30^{\circ}\text{C}/\text{min}$)した試験片より、硫酸 1 容、メチルアルコール 4 容の混合液を用い、ジェット研磨と電解研磨を併用して薄膜を作製し、透過法によって行った。使用した電子顕微鏡は JEM-6 A 型、加速電圧は 100 kV である。

III. 実験結果

1. ひずみ速度急変試験

ひずみ速度を 10 倍変えて急変テストを行った結果の一例を Fig.1 に示す。ひずみ速度急増後の応力-ひずみ曲線の勾配は最初弾性部分の勾配と同程度に大きく、ついで次第に減少して曲線は丸みをおびる。

同じ対応温度(絶対温度での融点に対する割合で、バナジウムの $550\sim 750^{\circ}\text{C}$ の温度範囲はアルミニウムの $80\sim$

Fig.1 The change in flow stress for an instantaneous change in strain rate from $\dot{\epsilon}_L$ to $\dot{\epsilon}_H$. (a) Vanadium, (b) aluminium.

166°C の温度範囲に対応する)で見るとアルミニウムの方がバナジウムよりもこの丸みをおびた部分のひずみ量ははるかに大きい。また、ひずみ速度急変にともなう応力変化 $\Delta\sigma$ を Fig.1 の内挿図のように定義すると、その値はバナジウムの方がアルミニウムよりもはるかに大きい。ただし、 $\Delta\sigma$ のひずみ依存性は Fig.2 に示すように、いずれの場合にも類似の傾向を示す。すなわち、温度が比較的低い場合に明瞭に見られるように、変形が進むにつれて $\Delta\sigma$ は増大し、あるひずみを越えるとほぼ一定値に飽和する。温度が高くなるにつれて $\Delta\sigma$ が飽和するまでのひずみ量は減少し、 $\Delta\sigma$ は変形初期から高い値を示すようになる。

Fig.2 The change in flow stress $\Delta\sigma$ vs strain ϵ curves at various temperatures. (a) Vanadium, (b) aluminium.

各変形条件に対する $\Delta\sigma$ の飽和値 $\Delta\sigma_s$ の変形応力 σ_s に対する比率を試験温度に対してプロットすると Fig.3 のようになり、温度が高くなるにつれて増大する。ただし、アルミニウムと銅では同じ対応温度での $\Delta\sigma_s/\sigma_s$ がバナジウムに比べて著しく小さい。面心立方同志では銅の方がアルミニウムよりもさらに小さい。

この結果だけでは断定はできないが、同じ対応温度で見えた場合、バナジウム、アルミニウム、銅の順序でより高温側の特性が現れることを Fig.3 は示しているように見え

† ただし、バナジウムの 800°C 以上の試験ではこの方法を用いても汚染による変形応力の増加が認められたので、 10^{-6} Torr 以上の高真空が得られる自作のインストロン型高温引張試験機を用いた。この試験機では 1000°C まで汚染による変形応力や電気抵抗の増加が認められなかった。

Fig.3 The ratio of stress change to flow stress $\Delta\sigma_s/\sigma_s$ vs homologous temperature T/T_m curves for vanadium, aluminium and copper.

る。この順序はまた積層欠陥エネルギーの大きさの順序でもある。

2. 透過電子顕微鏡観察

変形後の試験片より作製した薄膜の透過電子顕微鏡写真について Ham の方法⁽¹¹⁾によって転位密度を測定した結果を Fig.4 に示す。各測定点はそれぞれ 20000 倍の写真

Fig.4 Dislocation density ρ , flow stress σ and stress change $\Delta\sigma$ vs strain ϵ curves for vanadium.

30 枚の測定値の平均値であり、誤差範囲は視野間のバラツキの大きさを示す。

転位密度のひずみによる変化は同時に示した応力 - ひずみ曲線とほぼ対応する変化を示しているが、同時に示した $\Delta\sigma$ の変化は転位密度の変化とは対応しない。したがって、 $\Delta\sigma$ の大きさは転位の交切やそれによって生ずる jog とは無関係であると考えられる。

Photo.1 Dislocation structures in vanadium deformed at 550°C with a strain rate of $1.33 \times 10^{-4}/\text{sec}$, after (a) 1%, (b) 3%, (c) 5% and (d) 10% deformation.

一方、変形の進行にともなう転位組織の変化は **Photo.1** および **2** に示すように、550°C の 1% 変形 (**Photo.1(a)**) では転位分布が比較的均一で、変形が進むにつれて不均一性が増し、もつれ合って次第にセル構造が形成される。**Photo.2** に示した 700°C の例では、1% の変形ですである程度の不均一性が認められる。

これらの結果は決して明瞭なものとはいえないが、 $\Delta\sigma$

Photo.2 Dislocation structures in vanadium deformed at 700°C with a strain rate of 1.33×10^{-4} /sec, after (a) 1% and (b) 3% deformation.

の大きさは転位の分布の仕方と関係があることを暗示しているように思われる。

3. 応力緩和試験

回復律速の変形では、附録に示したように、回復速度 r と応力緩和速度 $\dot{\sigma}$ との間に

$$r = -(1+h/K)\dot{\sigma} \quad (1)$$

の関係がある。ここで、 K は試験機系のバネ定数に比例する定数で、応力-ひずみ曲線の純粋な弾性部分の勾配である。また、 h は回復を含まない加工硬化係数である。非常に硬い試験機を用いるときには $h \ll K$ となって、加工硬化による補正項を無視することができるが、通常のインストロン型の試験機を用いるときは無視できない。

変形応力に占める内部応力の寄与が 100% に近い回復律速の変形では、変形応力 σ も回復を含まない加工硬化率 h もともに主として内部構造によって決まるものと考えられるから、定常変形状態で σ が一定ならば h も温度によらず一定であると考えられる。実際、多くのクリープの実験で定常クリープ段階でのセル構造は応力にのみ依存し温度に依存しないことが知られている⁽¹²⁾。また、バネ定数もひずみ速度や温度によってほとんど変化しないので、定常変形状態で同じ変形応力から応力緩和試験を行えば、 $\dot{\sigma}$ は r に比例し、 $\dot{\sigma}$ の温度依存性から回復速度の活性化エネルギーを求めることができる。

用いたインストロン試験機では選択できるひずみ速度が限られているので、定常変形応力が等しくなるようなひずみ速度を各温度について実現することはできなかった。そのため、定めた定常変形応力(加工硬化がほとんど認められない領域での変形応力)近傍のいくつかのひずみ速度での定常変形応力に対応する応力緩和速度を測定し、内挿法によって所定の応力レベルに対応する応力緩和速度を求めた。上述の議論より、このようにして求めた緩和開始点での $\dot{\sigma}$ は定常変形中の r に比例するものと考えられる。

実測された $\dot{\sigma}$ と温度の関係を図 5 に示す。図に見られるように、 $\log \dot{\sigma}$ と絶対温度の逆数 $1/T$ との間にはよい直線関係があり、その勾配より求めた活性化エネルギーはアルミニウム、銅、 α -鉄、バナジウムの場合について **Table 1** に示すようになる。

Fig.5 $\log(-\dot{\sigma})$ vs $1/T$. (a) Vanadium, (b) aluminium, (c) copper and (d) α -iron.

Table 1 Activation energy for recovery obtained by the stress relaxation test.

Metal	Q_R	Q_{SD} (Reference No.) (kcal/mol)
V	71.4	64.6 (13)
Al	27.5	34.0 (14)
Cu	44.4	47.1 (15)
α -Fe	57.1	60.0 (16)

Q_R : Activation energy for recovery obtained by the stress-relaxation test

Q_{SD} : Activation energy for self-diffusion

用いたいずれの試料においても、回復律速の機構から期待される通り、求められた活性化エネルギーは同表に示した自己拡散の活性化エネルギーとはほぼ一致する。この結果はまた、定常クリープの活性化エネルギーが自己拡散の活性化エネルギーと一致するという多くの実験結果⁽¹²⁾⁽¹⁷⁾と対応するものである。

IV. 高温変形機構の考察

ここに取上げた純金属では、前報⁽⁸⁾⁽⁹⁾の dip test の結果から、変形応力に占める摩擦応力の寄与は少なく、その主要部分は非熱活性化応力であると考えられる。最近著者等が行った応力緩和試験の結果⁽¹⁰⁾も上述の考え方を支持するものである。したがって、ひずみ速度は転位の flight motion の式

$$\dot{\epsilon} = \alpha \dot{\rho}_m b \bar{L} \quad (2)$$

で表わすことができるものと思われる。ここで、 $\dot{\rho}_m$ は単位体積当りの運動転位の生成速度、 b はバーガース・ベクトルの大きさ、 $\bar{L}$ は運動転位が生成してから障害物に止められるか消滅するまでの平均運動距離である。また、 α は結晶の方位因子である。

転位が熱活性化過程で越えることができるような障害物のときも、障害物の間隔が原子的な尺度に比べて十分広いときには flight motion の式を用いることができるが、いまの場合とは $\dot{\rho}_m$ の内容に Fig. 6 に示すような相違がある。すなわち、転位の変位とそれを起こすに必要な力との関係が、転位運動の熱活性化過程では、図(a)のように鋭く立上っていて、斜線で示した活性化エネルギーが熱振動のエネルギー程度に小さい。これに対して、非熱活性化過

Fig. 6 Schematic representation of force-displacement diagram. (a) For an obstacle which can be overcome by a thermally activated process, (b) for an obstacle which cannot be overcome by a thermally activated process.

程では、図(b)に示すようにこの関係が緩かで、活性化エネルギーが大きい。したがって、このような転位が運動を開始するには応力を高めるか障害物の方が点線で示したように低くなるかのいずれかが必要である。

高温の場合には転位の対消滅、網目構造を組んでいる転位のメッシュ・サイズの増加などによって、障害の高さが拡散律速の熱活性化過程で減少するものと思われる。このような回復律速の場合には、運動可能となった転位ループは障害物に突き当たって停止するまでに少なくともセル・サイズ程度の比較的長い距離を動き増殖を起こすものと考えられるので、式(2)の表現よりもむしろ

$$\dot{\epsilon} = \alpha \dot{N} b \bar{A} \quad (3)$$

と表わす方が適当であろう。ここで、 $\dot{N}$ は単位体積当りの運動可能となる転位ループの生成速度、 $\bar{A}$ は転位ループが運動を停止するまでの平均掃過面積で増殖した転位による掃過面積を含む。この機構に従えば、変形速度の応力および温度依存性は運動可能な転位ループの生成速度とその平均掃過面積の応力および温度依存性として理解される。

この場合、ひずみの増分は

$$d\epsilon = \alpha dN b \bar{A} \quad (4)$$

で与えられるが、 N の増分には前述のように応力の増加と回復の二つの原因が考えられる。すなわち、

$$dN = \frac{\partial N}{\partial \sigma} d\sigma + \frac{\partial N}{\partial t} dt \quad (5)$$

式(4)と(5)より

$$d\sigma = \left(1/\alpha \frac{\partial N}{\partial \sigma} b \bar{A} \right) d\epsilon - \left(\frac{\partial N}{\partial t} / \frac{\partial N}{\partial \sigma} \right) dt \quad (6)$$

式(6)と附録の式(A1)を比較すると、

$$\alpha \frac{\partial N}{\partial \sigma} b \bar{A} = 1/h \quad (7)$$

$$\alpha \frac{\partial N}{\partial t} b \bar{A} = r/h \quad (8)$$

の関係がある。

また、定常クリープ変形状態では $d\sigma=0$ より、Bailey-Orowan の式⁽¹⁸⁾⁽¹⁹⁾

$$\dot{\epsilon}_s = r/h \quad (9)$$

が導かれるが、これを可動転位ループの生成速度で表わせば

$$\dot{\epsilon}_s = \alpha b \bar{A} \frac{\partial N}{\partial t} \quad (10)$$

となる。ただし、 $\dot{\epsilon}_s$ は定常変形速度である。

V. 検 討

1. ひずみ速度急変直後の応力-ひずみ曲線の勾配

ひずみ速度を急増させたとき、応力-ひずみ曲線は弾性領域と同程度の大きな勾配を示すが、このように大きな勾配が加工硬化から期待し得るものかどうかについて以下に検討する。

回復律速の機構が正しければ、附録に示したように、回復を含まない加工硬化率 h と回復速度 r は

$$\left. \begin{aligned} h &= \frac{K(\dot{\epsilon} d\sigma/d\epsilon - \dot{\sigma})}{\dot{\epsilon} K + \dot{\sigma}} \\ r &= -\frac{\dot{\sigma}(K + d\sigma/d\epsilon)}{\dot{\epsilon} K + \dot{\sigma}} \end{aligned} \right\} \quad (11)$$

で表わされる。ただし、 $d\sigma/d\epsilon$ は応力-ひずみ曲線の勾配で、回復を含む加工硬化率、 $\dot{\epsilon}$ は引張変形時のひずみ速度、 $\dot{\sigma}$ は応力緩和開始点での緩和速度で常に負の値を持つ。すなわち、応力-ひずみ曲線上の任意の点における h と r は、その点で応力緩和試験を行うことによって求められる。

Table 2 はバナジウムについて上記の方法を用いて測定した h と r の一例である。式(11)で、 $\dot{\epsilon} K$ の測定値は一般に $|\dot{\sigma}|$ と同程度に大きく、このため $\dot{\sigma}$ の測定誤差による h と r の変動が大きい。しかし、Table 2 から、 h の値は実

Table 2 Recovery and strain hardening rates estimated from stress relaxation tests in vanadium, at 665°C.

ϵ_B	K (kg/mm ²)	$d\sigma/d\epsilon$ (kg/mm ²)	$\dot{\epsilon}$ (1/sec)	$\dot{\sigma}$ (kg/mm ² /sec)	r (kg/mm ² /sec)	h (kg/mm ²)
0.064	2.07×10^3	5.7	1.25×10^{-4}	-0.192	0.74	5.9×10^3
0.069	2.09×10^3	5.7	1.25×10^{-4}	-0.187	0.67	5.3×10^3
0.074	2.11×10^3	13.8	1.24×10^{-4}	-0.190	0.71	5.8×10^3
0.115	2.24×10^3	20.7	2.97×10^{-4}	-0.460	1.51	5.1×10^3
0.129	2.28×10^3	16.0	2.94×10^{-4}	-0.453	1.40	4.8×10^3
0.171	2.42×10^3	14.4	5.68×10^{-4}	-0.914	2.74	4.8×10^3
0.193	2.50×10^3	8.0	5.59×10^{-4}	-0.908	2.61	4.7×10^3
0.219	2.58×10^3	9.0	5.47×10^{-4}	-0.935	2.78	5.1×10^3

験条件に比較的鈍感では 5×10^3 kg/mm² の程度の大きさであり、 r の値はひずみ速度にはほぼ比例していることが知られる。すなわち、Bailey-Orowan の式(9)において、ひずみ速度の変化は主として r の変化によるものであると言える(Bailey-Orowan の式は正しくは定常変形状態に対して成立するものであるが、式(11)で $d\sigma/d\epsilon$ は $|\dot{\sigma}|/\dot{\epsilon}$ および K に比べて一般にはるかに小さく、定常変形状態に達する以前の加工硬化領域でも近似的に成立する)。

いま、試験機系の弾性変形を含む見かけのひずみを ϵ_a とすると、ひずみ速度急変にともなう見かけの加工硬化率 $d\sigma/d\epsilon_a$ は、 $d\epsilon_a = d\epsilon + d\sigma/K$ の関係と附録の式(A1)より、

$$\frac{d\sigma}{d\epsilon_a} = \frac{h - r/\dot{\epsilon}_a}{1 + h/K} \quad (12)$$

で与えられる。一方、別の報告⁽¹⁰⁾で詳しく述べたように、応力-ひずみ曲線の弾性部分の勾配 K_a は通常 10^{-3} 程度の見かけのひずみに対応する勾配で、

$$\frac{1}{K} = \frac{S}{l} \frac{1}{k_0} + \frac{1}{E} \quad (13)$$

で与えられる真の弾性領域の勾配よりも通常 10% ないし 20% 程度小さい。ただし、 S と l はそれぞれ試験片の断面積と平行部の長さである。また、 k_0 は試験機のバネ定数、 E は試験片のヤング率である。

式(12)より求められる加工硬化率 $d\sigma/d\epsilon_a$ は Fig.1(a)に

示した実験条件のもとでは大体 $0.8 K_a$ 程度の値となり、弾性部分の勾配 K_a と同程度に大きいという実験結果と対応する。

以上の結果より、ひずみ速度急変にともなう応力-ひずみ曲線の立上りが K_a と同程度に急勾配であることは必ずしも摩擦応力の存在によるものではなく、純金属の高温変形では新しいひずみ速度に見合うまで可動転位ループの生成速度が増すまでの急激な加工硬化として理解できることがわかる。

2. $\Delta\sigma$ のひずみおよび温度依存性

III.2 節に述べた実験結果より、 $\Delta\sigma$ の大きさは転位密度とは直接関係がなく転位分布の不均一性と関係があるものと推定される。このような関係が回復律速の変形機構で矛盾なく理解し得るものかどうかを以下に考察する。

McLean 等^{(20)~(22)} は存在する転位の中で動き得るもの

を応力の関数として表わすことによって回復律速の高温変形を説明している。このモデルにならって、 σ から $\sigma + d\sigma$ の応力で動く転位ループの密度を $M(\sigma)d\sigma$ とし、可動転位ループの応力に対する分布関数 $M(\sigma)$ を導入する。

転位分布が比較的均一であれば、 $M(\sigma)$ は Fig.7(a)に示すように σ の比較的狭い範囲に分布することになるであろう。一方、局所的な転位密度が場所によって大幅に変動しているときには $M(\sigma)$ は σ の広い範囲に分布することになる(転位が副結晶粒界を形成しているときには、副結晶粒内にはほとんど転位がなく、転位分布は不均一であると言われる。しかし、このような場合でも副結晶粒界上の転位間隔が均一であれば、 $M(\sigma)$ の分布は狭く鋭くなる)。

Fig.7 Schematic representation of a $M(\sigma)$ vs σ curve, (a) for small $\Delta\sigma$, (b) for large $\Delta\sigma$.

変形応力が σ_1 の場合には $M(\sigma)$ 曲線は図のように σ_1 のところで切られる(摩擦応力が無視し得る程小さい場合を考えているから)。また、回復の効果は図の $M(\sigma)$ の山を左側に移動させる。その結果 σ_1 の線を越えたループは運動し増殖する。増殖の結果、転位の間隔は狭くなり、 $M(\sigma)$ の山が右側に移動する。定常変形状態では回復の効果と σ_1 線を越えた転位の運動による効果とがバランスして $M(\sigma)$ 曲線は定常状態を保つというのが McLean 等⁽²²⁾の説明である。

この考え方に従うと、図(a)のような鋭い分布の場合には変形応力の僅かな増加で $M(\sigma)$ を大幅に増大させることができる。つまり、 $\bar{A}$ の変化を無視すれば、ひずみ速度の急変にともなう変形応力の増加 $\Delta\sigma$ が小さくなることが期待される。これに対して、図(b)のような広がった分布の場合には $\Delta\sigma$ が大きくなることが期待される。

ひずみ速度急変の場合に $M(\sigma)$ の分布に変化がなければ

$$\partial N / \partial \sigma = M(\sigma) \quad (14)$$

となるが、実際には $M(\sigma)$ はひずみ速度の急変によって変化する筈であるから、 σ_1 から変形応力が増加するにつれて $\partial N / \partial \sigma$ は例えば Fig.7 の点線のようになるものと思われる。上述の $\Delta\sigma$ の大きさに関する解釈は正しくは $\partial N / \partial \sigma - \sigma$ 曲線についてなされなければならないが、 $M(\sigma)$ の分布が鋭ければ $\partial N / \partial \sigma - \sigma$ 曲線の立上りの勾配も急であることが期待されるから、上述の $\Delta\sigma$ の大きさに関する解釈は定性的に成り立つものと思われる。

以上のように、 $\Delta\sigma$ のひずみおよび温度依存性は III.2 節に示した転位分布の不均一性のひずみおよび温度依存性より、回復律速の立場から理解することが可能である。

ところで、III.1 節に示したように、ひずみ速度急変後の応力-ひずみ曲線の形状はアルミニウムとバナジウムで著しく異なっている。アルミニウムでは $\Delta\sigma$ は小さいが、その後の加工硬化が大きい。これに対してバナジウムでは $\Delta\sigma$ は大きいとその後の加工硬化は少なく、逆に軟化する場合さえある(高温高ひずみ領域での降伏点類似的挙動)。上述のバナジウムについての結果からの類推で、これらの結果を $M(\sigma)$ 曲線で考えると、アルミニウムでは $M(\sigma)$ の分布が狭く、新しい定常状態に達するまでに $M(\sigma)$ 分布曲線が徐々に高応力側に移動することを意味する。これに対して、バナジウムでは $M(\sigma)$ の分布が広く、ひずみ速度急変後の $M(\sigma)$ の変化がアルミニウムに比べて比較的すみやかに終了することを意味する。また、高温高ひずみ領域で僅かな軟化が起こるのは $M(\sigma)$ の変化に僅かなオーバー・シュートが起こることを意味する。

このような金属によって異なる $M(\sigma)$ の変化が現実起こっているかどうかは現在のところ明らかではないが、III.1 節に述べた積層欠陥エネルギーや純度の相違などの効果が今後の検討すべき対象として考えられる。

3. 定常変形速度の応力および温度依存性

定常クリープ状態では、変形応力 σ_f とひずみ速度 $\dot{\epsilon}_s$ との間に

$$\dot{\epsilon}_s = A \sigma_f^n \exp(-Q_{SD}/RT) \quad (15)$$

の関係が成立することが知られている⁽¹²⁾。ただし、 A は剛性率に依存する実数、 Q_{SD} は自己拡散の活性化エネルギー、 R 、 T は通常の意味である。

ところで、回復律速の変形では、定常クリープ速度は式(10)で表わされるが、式(7)、(8)および(14)より

$$\partial N / \partial t = r M(\sigma_f) \quad (16)$$

の関係があるから、定常状態のひずみ速度はまた

$$\dot{\epsilon}_s = \alpha b \bar{A} r M(\sigma_f) \quad (17)$$

で表わされる。

ところで、V.1 節に述べたように、バナジウムの場合、回復を含まない加工硬化率 h は実験条件によってあまり変化しない。したがって、式(17)で $\bar{A} M(\sigma_f)$ は近似的に一定と見なすことができる。また、回復速度 r は自己拡散係数 D に比例するから、

$$r = B \exp(-Q_{SD}/RT) \quad (18)$$

とおくことができる。したがって、式(15)と(17)の比較より

$$B \propto \sigma_f^n \quad (19)$$

の関係がなければならない。

たしかに、III.3 節に述べたように、応力緩和試験より求められた活性化エネルギーは用いたすべての純金属について自己拡散の活性化エネルギーにほぼ一致し、式(18)の温度依存性は確かめられたが、定常変形に達する以前の加工硬化領域における r の応力依存性は式(19)より期待されるような挙動を示さない。すなわち、 r はほぼ $\dot{\epsilon}$ に比例し、一定ひずみ速度で定常変形に達するまでの加工硬化の段階では応力レベルが変化しても実験誤差の範囲内の変動しか示さない。これに対して、ひずみ速度を変化させると応力レベルの変化とともに明らかな r の変化が生ずる。したがって、 r は応力レベル σ_f によって一義的に決まるものではなく、式(19)の関係は定常状態でのみ成立するものと考えられる。

いろいろなひずみ速度で得られる一群の応力-ひずみ曲線を一定応力レベルで比較すると、応力-ひずみ曲線の勾配として求められる加工硬化率(これは h と異なり、回復の効果を含む)はひずみ速度が大きい程大きい。したがって、上述の r が $\dot{\epsilon}$ にほぼ比例するという結果は、同じ応力レベルでも加工硬化率の大きいもの程 r が大きいことを意味する。一方、加工硬化が大きいところでは $\Delta\sigma$ が小さく、V.2 節の検討結果から、 $M(\sigma)$ の分布が狭く鋭いものと考えられる。 $M(\sigma)$ の分布が狭ければ、間隔のほぼ等しい転位が多く存在することになり、転位密度の消滅速度が大きくなるものと期待される。したがって、同じ応力レベ

ルでもひずみ速度が大きい程 r が大きいという結果が定性的に理解される。

定常変形応力のレベルを描えて、応力緩和速度から求めた活性化エネルギーが自己拡散の活性化エネルギーとほぼ一致したこと(Ⅲ.3 節)は、定常変形状態の $M(\sigma)$ 分布が応力にのみ依存し、試験温度にほとんど依存しなかったことを示すものと思われる。

4. 検討の総括

従来、ひずみ速度急変にともなう応力変化は摩擦応力の存在を示すものと考えられ、熱活性化過程における活性化体積と結びつけて議論されることが多かった⁽²³⁾。これに対して、回復律速の立場から高温変形挙動を詳しく論じた報告は少なく、僅かに武内の一連の報告^{(24)~(26)}があるばかりである。彼⁽²⁴⁾は純鉄の [110] 方位の単結晶について実験結果をもとに詳細なモデルを考え、高温変形挙動を理論的に導き出している。

本研究は特定の材料についての詳細なモデルに立脚するものではないが、武内等と同じく回復律速の立場からどの程度まで純金属の高温変形挙動が合理的に理解し得るかを検討したものである。その結果、純金属の高温変形挙動は応力に対する可動転位ループ密度の分布関数 $M(\sigma)$ によって支配されるものと推定された。しかし、この分布関数を決める因子については現在何も判っていない。今後の研究により、これらの因子を明らかにするとともに、 $M(\sigma)$ 分布のひずみ、ひずみ速度ならびに温度依存性に関する定量的な知見を得る必要がある。

緒言に述べたように、dip test や応力緩和試験によって、純金属の高温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実験事実が得られている現在、この方面の研究が活発化することが望まれる。

高温材料の耐クリープ性を考える場合、短時間試験で摩擦応力の寄与による高い強度が得られたとしても、ひずみ速度の極めて小さい使用条件のもとではこのような強度は著しく低下してしまうことに注意しなければならない。実際、通常の短時間引張試験で大きな摩擦応力 σ_s の存在が確認されている Al-Mg 合金でも、ひずみ速度の低下とともに σ_s/σ が著しく減少することが知られている⁽⁸⁾。したがって、純金属に限らず、耐クリープ性の問題では回復律速の変形が重要になるものと思われる。

VI. 結 言

主としてバナジウムについて、ひずみ速度急変試験、応力緩和試験、および透過電子顕微鏡観察を行い、高温におけるひずみ速度急変にともなう応力変化が回復律速の機構によって矛盾なく理解し得るか否かを検討し、以下のような結果を得た。

(1) 回復律速の変形の場合には引張変形途上で応力緩和試験を行えば、ひずみ速度と加工硬化率と応力緩和速度か

ら、任意の変形段階における回復速度 $r = \partial\sigma/\partial t$ と回復を含まない加工硬化率 $h = \partial\sigma/\partial\epsilon$ が求められる。

(2) この方法で求めた h と r の値よりひずみ速度急変にともなう応力-ひずみ曲線の立上りの勾配を求めると、ひずみ速度を 10 倍変えた場合、弾性領域の勾配の 0.8 倍程度の値になり、実測結果と一致する。

(3) 応力 σ のもとで運動を開始する転位ループの密度を $M(\sigma)$ とすると、ひずみ速度急変にともなう応力変化 $\Delta\sigma$ は $M(\sigma)$ の関数形に依存し、 $\sigma-M(\sigma)$ 曲線の変形応力における勾配が急なときは $\Delta\sigma$ が小さく、緩かなときは $\Delta\sigma$ が大きいことが期待される。

(4) $\Delta\sigma$ の測定値はひずみ、ひずみ速度および温度に依存するが、透過電子顕微鏡観察結果と対応させると、 σ に対する $M(\sigma)$ の分布が狭く鋭いときは $\Delta\sigma$ が小さく、広がっているときは $\Delta\sigma$ が大きい傾向があり、この結果は上記の考え方で定性的に理解される。

(5) $\Delta\sigma$ はひずみとともに増大し、あるひずみ量以上で一定値に飽和するが、飽和値 $\Delta\sigma_s$ と変形応力 σ_s の比 $\Delta\sigma_s/\sigma_s$ は実験範囲で温度とともに増大する。ただし、その絶対値は金属によって異なり、同じ対応温度で比較すると、バナジウム、アルミニウム、銅の順序で大きい。この結果は理由は不明であるが、この順序でより低温側から高温変形の特性が現れることを示している。

(6) 応力緩和試験から求めた回復の活性化エネルギーは、dip test の結果から回復律速の変形をするものと考えられるバナジウム、 α -鉄、アルミニウム、銅について、いずれも自己拡散の活性化エネルギーとほぼ一致する。

(7) バナジウムについて求めた h の値は変形条件にあまり依存せず、実験範囲で約 5×10^3 kg/mm² 程度の値を示すのに対して、 r はひずみ速度にほぼ比例して変化する。この結果は上述の $M(\sigma)$ の分布の考察から定性的に理解される。

以上、ひずみ速度急変にともなう変形応力変化の挙動は回復律速の立場から、定性的ではあるが、矛盾なく理解できることが知られた。

終りに、本論文について数々の貴重な御助言や御批判を戴い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、角野浩二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。

附 録

摩擦応力の寄与が内部応力の寄与に比べて無視し得るような回復律速の変形では、変形応力は内部構造のみによって決まるものと考えられる。このとき、内部構造はひずみ ϵ と時間 t の関数であるから、応力変化は Orowan の式⁽¹⁹⁾

$$d\sigma = h d\epsilon - r dt \quad (A1)$$

で表わされる。ここで、 $h \equiv \partial \sigma / \partial \varepsilon$ は回復を含まない加工硬化率、 $r \equiv -\partial \sigma / \partial t$ は回復速度である。

式(A 1)に関して、Embury と Lloyd⁽²⁷⁾は、転位の運動が原因となって動的回復が起こるような場合には h と r は相互に依存し、両者は物理的に独立な意味を持たない(すなわち独立に測定し得ない)ことを指摘している。しかし、回復が転位のすべり運動と独立な過程で起こる場合には当然両者はそれぞれ物理的に独立な意味を持つ。Dutton⁽²⁸⁾は、クリープ変形速度が障害物の強度の低下(例えば転位の上昇運動による)速度で決まるような場合に限り、両者は分離されるものと考えている。高温変形ではこのように回復は主として転位の上昇運動によって行われ、転位の堆積による加工硬化機構で考えられるようなすべり運動にもとづく回復⁽²⁹⁾は無視できるものと思われる。

ところで、応力緩和試験においては、応力変化と塑性ひずみの増分との間に

$$d\sigma = -K d\varepsilon \quad (\text{A } 2)$$

なる外的な束縛が加えられるから、式(A 1)と(A 2)より、

回復速度は応力緩和速度 $\dot{\sigma}$ と

$$r = -(1+h/K)\dot{\sigma} \quad (\text{A } 3)$$

の関係がある。ただし、 K は応力-ひずみ曲線の純粋な弾性部分の勾配である。

一方、式(A 1)より、回復を含む加工硬化率は

$$d\sigma/d\varepsilon = h - r/\dot{\varepsilon} \quad (\text{A } 4)$$

で与えられるから、式(A 3)と(A 4)より、

$$\left. \begin{aligned} h &= \frac{K(\dot{\varepsilon} d\sigma/d\varepsilon - \dot{\sigma})}{\dot{\varepsilon} K + \dot{\sigma}} \\ r &= -\frac{\dot{\varepsilon} \dot{\sigma} (K + d\sigma/d\varepsilon)}{\dot{\varepsilon} K + \dot{\sigma}} \end{aligned} \right\} \quad (\text{A } 5)$$

文 献

- (1) 例えば P.B.Hirsch and D.H.Warrington : *Phil. Mag.*, **6**(1961), 735.
- (2) 例えば S.K.Mitra and D.McLean : *Proc. Roy. Soc. [A]* **295**(1966), 288.

- (3) M.Boček and H.Schneider : *Scripta Met.*, **4**(1970), 369.
- (4) C.N.Ahlquist and W.D.Nix : *Acta Met.*, **19**(1971), 373.
- (5) Z.Tobolová and J.Čadek : *Phil. Mag.*, **26**(1972), 1419.
- (6) 菊地潮美, 梶谷幹男, 圓城敏男, 足立正雄 : 金属学会誌, **37**(1973), 228.
- (7) 及川 洪, 前田正昭, 辛島誠一 : 金属学会誌, **37**(1973), 599.
- (8) 当摩 建, 吉永日出男, 諸住正太郎 : 金属学会誌, **38**(1974), 170.
- (9) 当摩 建, 吉永日出男, 諸住正太郎 : 金属学会誌, **39**(1975), 621.
- (10) 吉永日出男, 阿部勝憲, 諸住正太郎 : 金属学会講演概要, (1974・11), 186.
- (11) R.K.Ham : *Phil. Mag.*, **6**(1961), 1183.
- (12) 例えば A.K.Mukherjee, J.E.Bird and J.E.Dorn : *Trans. ASM*, **62**(1969), 155.
- (13) R.P.Agarwala, S.P.Murarka and M.S.Anand : *Acta Met.*, **16**(1968), 61.
- (14) T.S.Lundy and J.F.Murdock : *J. Appl. Phys.*, **33**(1962), 1671.
- (15) A.Kuper, H.Letaw, L.Slifkin, E.Sonder and C.T.Tomizuka : *Phys. Rev.*, **96**(1954), 1224.
- (16) K.Hirano and M.Cohen : *Acta Met.*, **9**(1961), 434.
- (17) K.R. Wheeler, E.R.Gilbert, F.L.Yaggee and S.A.Duran : *Acta Met.*, **19**(1971), 21.
- (18) R.W.Bailey : *J. Inst. Metals*, **35**(1926), 27.
- (19) E.Orowan : *Z. Phys.*, **89**(1934), 614.
- (20) S.K.Mitra and D.McLean : *Metal Sci. J.*, **1**(1967), 192.
- (21) D.McLean : *Trans. Met. Soc. AIME*, **242**(1968), 1193.
- (22) T.B.Gibbons, J.S.Herd, L.N.McGartney and D.McLean : *Metal Sci. J.*, **7**(1973), 196.
- (23) 例えば R.W.Evans and L.A.Simpson : *Phil. Mag.*, **19**(1969), 809.
- (24) T.Takeuchi : *J. Phys. Soc. Japan*, **32**(1972), 677.
- (25) T.Takeuchi : *J. Phys. Soc. Japan*, **28**(1970), 955.
- (26) T.Takeuchi : *J. J. Appl. Phys.*, **11**(1972), 170.
- (27) J.D.Embury and D.J.Lloyd : *Scripta Met.*, **3**(1969), 821.
- (28) R.Dutton : *Scripta Met.*, **4**(1970), 247.
- (29) U.F.Kocks, H.S.Chen, D.A.Rigney and R.J.Schaefer : *Work Hardening*, Ed. by J.P.Hirth and J.Weertman, Gordon and Breach, (1968), 151.