日本金属学会誌 第49巻 第3号 (1985) 187-195

実用タングステン線材の低温変形特性

田 上 耕 司* 八 尋 寛 司**
森 寿 敏*** 松 田 日出彦*

J. Japan Inst. Metals, Vol. 49, No. 3 (1985), pp. 187-195

The Characteristics of Low Temperature Deformation in
Commercial Tungsten WiresKoji Tanoue*, Kanji Yahiro**, Hisatoshi Mori***
and Hidehiko Matsuda*

Temperature (77-500 K) and strain rate (3×10^{-6} - 10^{-2} s^{-1}) dependence of the yield and the flow stresses of powder metallurgical tungsten wires are mainly investigated. The former is marked and can be experimentally represented by Guyot and Dorn's equation, $\sigma \propto \sigma_p [1 - (T/T_0)^{1/2}]$ based on the Peierls mechanism. The latter is estimated exclusively from stress relaxation tests. The shape of stress relaxation curves plotted as $\log \sigma$ vs. $\log \dot{\epsilon}_p$ is straight at any strain and temperature, giving a strain rate sensitivity parameter $m [= (\partial \ln \sigma / \partial \ln \dot{\epsilon}_p)_{T, \epsilon}]$ from its slope. The strain independent mean values of m are obtained to be 0.01-0.03 with a maximum at 300 K. These m values imply that the yield and the flow stresses do not so strongly depend on strain rate.

The variation of the Gibbs free energy ΔG with stress can be expressed by $\Delta G = A - B \ln \sigma$, assuming that the plastic strain rate during stress relaxation is given by the Arrhenius type equation. It becomes evident from the parameter B dependent on temperature that the short range obstacle profile for dislocation movement depends on temperature. Accordingly, the good arrangement of stress for temperature with Guyot and Dorn's equation may be due to the apparent satisfaction of the present results with a profile derived from their model.

(Received November 5, 1984)

Keywords: powder metallurgy, fiber structure, low temperature deformation, stress relaxation, fractography, tungsten wires

I. 結 言

粉末冶金法によって製造される実用のタングステン線材には、高温強度の強化を目的として、少量の K, Al, Si が酸化物の形で添加(ドーパ)されている。添加剤は加工工程中に線材軸方向に並んだ bubble を形成させ、軸に直角な方向の結晶粒の成長を抑制する⁽¹⁾。その結果、各結晶粒は長いリボン状に発達し、幅方向に湾曲すると同時に長さ方向にねじれた繊維(bent and twisted fiber)⁽²⁾が隣接繊維と複雑に入り組んだ形状を示すようになる。このため、各繊維は全体的に強く結合された interlocked boundary 構造⁽³⁾⁽⁴⁾となって粒界強度が強化されると考えられている⁽⁵⁾。

実用材料ではこのような方法によって粒界強度を向上させる一方で、熱間で加工することにより変形応力を低下さ

せて粒界破壊の発生を防止している。しかし、タングステンの変形応力は、その大きな摩擦応力成分のために極めて強い温度および歪速度依存性を示すことが知られており⁽⁶⁾⁽⁷⁾、変形条件によっては容易に粒界破壊を引き起す恐れがある。特に高い変形速度や低温での加工では、摩擦応力が急激に増加するため加工条件は厳しく制御されなければならないが、実用材料における加工条件の多くは経験的に得られているにすぎず、摩擦応力の変化に注目したこの種の報告例は、非常に少ない。そこで、本研究では実用のタングステン線材の低温(77 K~500 K)における変形応力の温度および歪速度依存性を中心とした、種々の変形特性について明らかにすることを目的とした。

II. 実 験 方 法

実験に用いた試料は、粉末冶金法によって作製したイン

* 九州工業大学金属加工学科 (Department of Metal Processing Engineering, Kyushu Institute of Technology, Kitakyushu)

** 九州工業大学大学院生、現在：九州松下電器株式会社 (Graduate Student, Kyushu Institute of Technology, Kitakyushu. Present address: Kyushu Matsushita Electric Co., Ltd., Tamana)

*** 日本タングステン株式会社 (Nippon Tungsten Co., Ltd., Iizuka)

ゴット (12 mm × 12 mm × 300 mm) を、スエーピングおよび引き抜き加工することによって得られた直径 1.0 mm の実用タングステン線材である。これらのインゴットは最も一般的な製造法によるものであり、その詳細については前報⁽⁵⁾に示されているのでここでは省略する。線材の公称純度は 99.96% 以上で、その化学組成を Table 1 に示す。線材はさらに長さ 80 mm に切断され、機械研削によりゲージ部が $\phi 0.7$ mm × 30 mm となるように加工された。そして、エメリー紙による研磨と 10% NaOH を用いた電解研磨によって、厚さ約 25 μ m までの表面層を除去して引張試験に供した。単純引張試験は 77, 200, 300, 400, 500 K の 5 温度で、公称歪速度 $\dot{\epsilon}$ を $3 \times 10^{-6} \text{ s}^{-1} \sim 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ 内の 5 段階に変化させて行ったが、その際の試験温度は、温度浴として液体窒素 (77 K)、イソペンタン (200 K) とシリコン油 (300 K 以上) を用いて ± 1 K 以内に制御した。また、応力緩和試験では荷重時の歪速度を $\dot{\epsilon} = 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ として、単純引張試験の場合と同じ試験温度で 1.8 ks (0.5 h) の応力緩和を記録した。そして、応力緩和中の塑性歪速度 $\dot{\epsilon}_p$ ($= -\dot{\sigma}/K$) を応力緩和速度 $-\dot{\sigma}$ と機械系の剛性率 K を用いて計算し、 $\dot{\epsilon}_p$ と応力 σ の両対数表示による種々の応力緩和曲線を求めた。

Table 1 Chemical composition of specimens.
(ppm in mass)

Al	Si	Ca	Fe	Ni	Mo	Mg
<10	10 $\pm$ 3	2 $\pm$ 0.3	11 $\pm$ 2	15 $\pm$ 1	20 $\pm$ 5	1 $\pm$ 0.3
P	K	Na	N	O	C	
<1	<70	1 $\pm$ 0.3	2 $\pm$ 1	10 $\pm$ 5	50 $\pm$ 10	

繊維の発達状態を調べるため、樹脂に埋め込まれた線材の縦断面と横断面とをバフ研磨で仕上げた後、10 g NaOH + 10 g $\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6 + 200 \text{ cm}^3 \text{ H}_2\text{O}$ の腐食液を用いて腐食して組織観察を行った。また引張試験によって破断した試験片については、破断部の断面減少率の測定と走査型電子顕微鏡による破面観察も行った。

III. 実験結果

線材の縦断面と横断面における組織を Fig. 1 の (a) と (b) にそれぞれ示す。縦断面においては、繊維が $\phi 2.5$ mm の棒材⁽⁶⁾のそれに比べて非常に良く発達していること、また横断面においては各繊維が複雑に入り組んでいることが分かる。変形応力に対する温度と歪速度の影響を調べた結果を代表的な真応力 - 真歪み曲線を用いて Fig. 2 と 3 に示す。いずれも強い温度および歪速度依存性が認められ、 $\dot{\epsilon} = 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ における 77 K での引張強さは 3 GPa にも達している。Figs. 4~8 には、各試験温度における破断面の特徴を示している。77 K と 200 K (Figs. 4 と 5) では、破面が平滑で脆性的な破壊であり、Fig. 4 (b) に示されるような劈開破壊に特有の河川状模様も観察された。一方、300 K 以上では明らかにくびれが発生して破断に至っている。表面からのき裂は一部の繊維を厚さ方向に切断しながら、大部分は繊維の境界に沿って進展している (Fig. 6 (b))。温度の上昇につれてくびれが容易になり、試料の中心軸方向に向うき裂が拡大している (Figs. 7 (a) 8 (a))。このような大きなき裂は通常 6~8 本観察されており、くびれ発生に伴う円周方向の引張応力によって繊維が剥離するためであると考えられている⁽⁴⁾。そして、[110] 集合組織が形成される W などの BCC 金属では、<111> 方位を持つ繊維の厚さ方

Fig. 1 Microstructure of $\phi 1.0$ mm tungsten wire in (a) longitudinal and (b) transverse sections.

Fig.2 Typical true stress-true strain curves as a function of temperature for tungsten wires.

Fig.3 Typical true stress-true strain curves as a function of strain rate for tungsten wires.

向のすべりが制限されるため⁽⁴⁾⁽⁵⁾, チーズル型破壊が顕著になっていることが分かる (Fig.7 (b) と 8 (b), (c)).

単純引張試験による破断までの全伸び e_T と最大荷重点までの均一伸び e_U の温度変化を Fig.9(a) に示す. また, 破断時の荷重を破断時の最小断面積で除して求めた破壊応力 σ_F と最大引張強さ σ_{UTS} を Fig.9(b) に示す. e_T と σ_F のいずれも歪速度の増加につれてやや増加する傾向が認められる. Fig.9(a) で $\dot{\epsilon}=10^{-4} \text{ s}^{-1}$ の e_T と e_U を比較すると, e_U が温度によってほとんど変化していないのに対して, e_T は約 300 K で急激に増加している. また, Fig.9(b) では $\dot{\epsilon}=10^{-4} \text{ s}^{-1}$ の σ_F と σ_{UTS} は同温度で $\sigma_F > \sigma_{UTS}$ となる傾向が強く表われている. このことは, この温度で脆性から延性への遷移が起こることを意味しており, Figs.6~8 の破面の特徴とも良く一致している. Fig.10 に断面減少

Fig.4 SEM photographs of a brittlely fractured surface at 77 K: (a) the overall view and (b) the river pattern.

Fig.5 SEM photograph of a fractured surface at 200 K.

率 Φ の温度依存性を示す. 延性 - 脆性遷移温度 (DBTT) は $\Phi=40\%$ で 300 K となり, 歪速度の増加につれて上昇する傾向にあった. そして, これらの DBTT は繊維組織を持たない多結晶材料⁽⁶⁾と比較して, $\Phi=40\%$ で 150 K 以上も低く, 入り組んだ粒界構造によって粒界強度が良く改善されていることが分かる.

Fig.6 SEM photographs of a plastically fractured surface at 300 K: (a) the overall view and (b) a radial microcrack.

Fig.7 SEM photographs of a fractured surface at 400 K: (a) the overall view and (b) the details of fractured fibers.

Fig.8 SEM photographs of a fractured surface with high ductility at 500 K: (a) the overall view of the surface with several large radial cracks, (b) the details of fractured fibers and (c) the chisel-type fracture in individual fibers.

IV. 考 察

1. 変形応力の温度および歪速度依存性

変形応力の温度依存性は、大部分が有効応力 σ^* のそれに起因し、パイエルス機構を基にして導かれた σ^* の温度依存度を示す Guyot と Dorn⁽⁹⁾ の式により次式で表わすことができる。

$$\sigma = \sigma_i + \sigma_p [1 - (T/T_0)^{1/2}] \quad (1)$$

ここで σ_i は内部応力、 σ_p はパイエルス応力、 T_0 は与えられた塑性歪速度 $\dot{\epsilon}_p$ で $\sigma^* = 0$ となる温度である。同じ焼結 W 材料で求められた $\dot{\epsilon}_p \approx 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ の $T_0 = 950 \text{ K}$ ⁽¹⁰⁾ を用いて、比例限での応力 σ_{PL} と $\epsilon_p = 1.0\%$ での応力 $\sigma_{1\%}$ を式 (1) に従ってプロットしたのが Fig.11 である。ここで、比例限における $\dot{\epsilon}_p$ は $\dot{\epsilon}_p \leq 0.1 \dot{\epsilon}$ であると考えられる⁽¹¹⁾ の

Fig.9 Temperature dependence of (a) the total (e_T) and the uniform elongation (e_U), and (b) the fractured stress (σ_F) and the ultimate tensile strength (σ_{UTS}).

Fig.10 Ductile-brittle transition temperature as a function of strain rate.

で, $T_0 = 950 \text{ K}$ ($\dot{\epsilon}_p \approx 10^{-4} \text{ s}^{-1}$) に対応する応力として $\dot{\epsilon} = 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ と 10^{-3} s^{-1} の場合を代表的に示してある. 図中のデータ点とその誤差範囲は少なくとも 5 回以上の引張試験による平均値とそのバラツキであり, $\dot{\epsilon} = 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ の σ_{PL} についてはその平均値のみを参考までに示した. いずれも実験的には式 (1) で $\sigma_1 = 0$ とした直線関係をほぼ満足することが分かる. また $\sigma_1\%$ の場合には, $\epsilon_p = 1.0\%$ で $\dot{\epsilon}_p = [\dot{\epsilon}(1 - 10/250)] \approx 0.96\dot{\epsilon}$ となるので, $\dot{\epsilon}$ の変化を $T_0 [= \Delta G_0 / k \ln(\dot{\epsilon}_0 / \dot{\epsilon}_p)]$ によって規準化⁽¹²⁾した平均値を示してある. その際に, $\Delta G_0 = 2.6 \times 10^{-19} \text{ J}^{(10)}$ と $\dot{\epsilon}_p = 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ で $T_0 = 950 \text{ K}$ となる $\dot{\epsilon}_0$ を用いて T_0 を求めた. 450 K まではほぼ直線関係が成

Fig.11 Plot of the proportional limits and the flow stresses against $[1 - (T/T_0)^{1/2}]$. The change of imposed strain rates is normalized by the critical temperature T_0 at which the effective stress is zero.

立しているが, それ以上の温度では明らかに直線からのずれが認められる. σ_{PL} から $\sigma_1\%$ までの応力の増加分 $\Delta\sigma$ ($=\sigma_1\% - \sigma_{PL}$) には, 比例限から $\epsilon_p = 1.0\%$ までの塑性変形による σ_1 の増加分以外に, 加工硬化時の $\dot{\epsilon}_p$ の増加 ($\dot{\epsilon}_p \rightarrow \dot{\epsilon}$) による σ^* の増加分も含まれており, 特に後者の温度による変化が図示されるような $\Delta\sigma$ の強い温度依存性を与えていると思われる. したがって, T_0 で規準化された $\sigma_1\%$ のプロットは比例限までの σ^* の増加分も含めて, $\dot{\epsilon}_p \approx 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ に対応した σ^* の温度依存性を広い範囲で表わしていることになるが, 直線の傾きから得られる $\tau_p (=0.5\sigma_p) = 2.0 \text{ GPa}$ は報告されている $\tau_p = 0.93 \text{ GPa}^{(10)}$ より 2 倍以上も大きい値となった. このような不一致は, 後述されるように式 (1) によるプロットそのものが見掛け上成立しているにすぎないためであると考えられる. しかしいづれにしても, 本実験の温度範囲内における任意の歪みでの応力は, パイエルス機構を基にして導かれた式 (1) によって実験的には良く整理することができ強い温度依存性を示すことが分かる.

$\dot{\epsilon} = 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ で単調に荷重した後, 応力緩和試験を繰り返して得た応力緩和曲線を 300 K の場合について Fig.12 に示す. いずれも良い直線となり, 直線の傾きより次式,

$$m = (\partial \ln \sigma / \partial \ln \dot{\epsilon}_p)_{T, \epsilon} \quad (2)$$

で定義される歪速度依存因子 m が得られる. 図中に示される破線は, Fig.2 の真応力 - 真歪み曲線から計算された応力緩和開始点での塑性歪速度 $\dot{\epsilon}_p$ であり, 歪みが増加するにつれて荷重時の歪速度 $\dot{\epsilon} = 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ と一致することが

Fig.12 A series of stress relaxation curves for tungsten wires pulled at $\dot{\epsilon}=10^{-4}\text{ s}^{-1}$ and 300 K.

Fig.13 Variation of the strain rate sensitivity parameter m with plastic strain as a function of temperature.

分かる。Fig.13には得られた m の歪みおよび温度依存性を示す。 m は ϵ_p の増加につれて急激に増加するが、その後はほぼ一定値 $\bar{m}$ となる。 $\bar{m}$ の値を温度に対してプロットしたのが Fig.14 である。図には σ_{PL} の歪速度依存性と歪速度急変試験から得られた m 、および軸方位が [491] となる W 単結晶を用いて求められた $\epsilon_p > 1\%$ における $\bar{m}$ も文献 (13) から引用し、比較のため同時に示してある。ここで、77 K と 200 K における $\log \sigma_{PL}$ vs. $\log \dot{\epsilon}$ のプロットではバラツキが大きく、良い直線関係が得られなかったため、これらの温度での m は除外した。 m は約 300 K で最大となることが分かる。したがって、本実験条件の範囲内で変形応力の歪速度依存性は、すべて次式で表わすことができる。

$$\sigma = C(\epsilon, T) \dot{\epsilon}^{m(\epsilon, T)} \quad (3)$$

ここで、 C は歪みと温度によって決定されるパラメーターである。Bechtold⁽⁶⁾ は多結晶材料 (2273 K で 3.6 ks 真空焼鈍) で $m_{\epsilon_p=0} = 0.12$ (523 K) を得ているが、これは本実験結果より約 1 桁大きく、Fe 多結晶の $m_{\epsilon=10\%} = 0.04 \sim 0.07$

Fig.14 Temperature dependence of the strain rate sensitivity parameter m obtained from various methods.

(300 K)⁽¹⁴⁾ と比べても確かに大きな値である。しかし、W 単結晶の場合には、298 K において $m_{\epsilon_p=0} = 0.15$ から $m_{\epsilon > 1\%} = 0.027$ に減少することが報告されており⁽¹³⁾、また Fe 単結晶では高純度になるにつれて $m_{\epsilon=10\%} = 0.03 \sim 0.10$ (室温) の範囲内で増加することも知られている⁽¹⁵⁾。したがって、 m は種々の因子の影響を受けることが考えられるので、W の m が本質的に大きいかどうかの比較はできないにしても、少なくとも本実験で得られた Fig.14 の $\bar{m}$ は一般的に小さい。これは、元来大きい $\bar{m} (= 2kT / \bar{\sigma} \bar{V}^*)$ を示すインゴット素材が線材へ強加工される過程で、 $\bar{\sigma}$ が急激に増加したためであると考えられる。

2. m 値と破壊特性

m 値はまた変形の一様性を表わすパラメーターでもある。本実験で用いた線材の m 値が小さいながらも 300 K で最大となることは、同温度において変形の一様性が最も高いことを意味している。Fig.15 には 300 K と 500 K での破壊様式の特徴的な違いが示されているが、前者のくび

Fig.15 Characteristic configuration of the fractured samples after necking at (a) 300 K and (b) 500 K.

れが後者に比べて緩やかであることが分かる。いま Fig.9 (b)において、 $\dot{\epsilon}=10^{-4}\text{ s}^{-1}$ に対する σ_F と σ_{UTS} を 300 K で比較すると、500 K のそれらよりもかなり近い値を示しているが、なお $\sigma_F > \sigma_{UTS}$ となっている。したがって、300 K では少なくともくびれ発生の最大荷重点までは破壊は起らない。しかし、いったんくびれが発生すると比較的 m 値が大きいので、 $\dot{\epsilon}$ のわずかな増加に対しても σ^* が増加し、 $\sigma > \sigma_F$ となってくびれ部から破断する可能性が高くなる。また一方では、くびれ部の応力の増加は、隣接領域での変形を進行させる。その結果、くびれ部は緩やかに拡大して、くびれ部全域の応力が高められる。もし、この部分に弱い粒界や十分に interlocked boundary 構造を取らない繊維などが存在した場合には容易に $\sigma > \sigma_F$ となって、Fig.15 のような破断が起ると考えられる。300 K でのこのような破断はすべての歪速度に対して 16/25 の頻度で発生しており、特に歪速度に対する関連性は認められなかった。これに対し、500 K では $\sigma_F > \sigma$ の条件が十分に満足されかつ m も小さいので、鋭いくびれを生じてほとんどが最小断面積部から破断する。しかしこの場合にも、各々の繊維がチーゼル型に破断する (Fig.8 (b), (c)) ので、全体としては通常のカップ・コーン型破壊様式を示さない特徴がある。

3. 短範囲障害物の形状 (profile) とその温度依存性

応力緩和試験によって得られた転位の運動の活性化体積 $V^* [=2kT(\partial \ln \dot{\epsilon}_p / \partial \sigma)_T]$ の歪みに対する変化を、種々の温度で Fig.16 に示す。 V^* は歪みの増加につれて急激に減少し、 $\epsilon_p \geq 0.5\%$ ではほぼ一定値 $\bar{V}^*$ となっている。Fig.2 から明らかなように、 V^* が一定値となる歪みは $\dot{\epsilon}_p \approx \dot{\epsilon}$ となる歪みにほぼ相当しており、 $\epsilon_p < 0.5\%$ では小さい $\dot{\epsilon}_p$ のために σ^* が減少し、その結果として V^* が増加すると考えられている⁽¹⁶⁾。したがって、 $\dot{\epsilon} (\approx \dot{\epsilon}_p) = 10^{-4}\text{ s}^{-1}$ に対応する値は $\bar{V}^*$ であり、同時に $\bar{m}$ とそれらの応力レベル ($\bar{V}^*$ と $\bar{m}$ が測

定された応力緩和開始点での応力の平均値) $\bar{\sigma}_0$ も対応し、互いに $\bar{V}^* = 2kT / \bar{m}\bar{\sigma}_0$ によって関係づけられる。いずれの $\bar{V}^*$ も $50b^3$ 以下となつて、パイエルス機構の特徴を良く表わしていることが分かる⁽¹⁷⁾。

いま、応力緩和中の $\dot{\epsilon}_p$ がアレニウス型の次式によって表わされると仮定する。

$$\dot{\epsilon}_p = \dot{\epsilon}_0 \exp[-\Delta G(\sigma)/kT] \quad (4)$$

ここで $\dot{\epsilon}_0$ は構造因子で、 k はボルツマン定数、 T は絶対温度、 ΔG はギブスの自由エネルギーで応力の増加につれて減少するパラメーターである。式(3)を $\bar{m}$ と $C' (=1/C^{1/m})$ を用いてさらに次式に改める。

$$\dot{\epsilon}_p = C' \cdot \sigma^{1/\bar{m}} \quad (5)$$

式(4)が式(5)の実験結果と同じ応力の歪速度依存性を表わす関数形であるためには、 $\Delta G(\sigma)$ は次式で与えられなければならない。

$$\Delta G = A - B \ln \sigma \quad (6)$$

ここに A と B は定数である。式(4)と(6)より、 $\dot{\epsilon}_p$ は

$$\dot{\epsilon}_p = \dot{\epsilon}_0 (\sigma/D)^{B/kT} \quad (7)$$

となる。ここに $D = \exp(A/B)$ である。さらに式(5)と(7)より、 $\bar{m}$ と T との間には次式の関係が成立することが分かる。

$$\bar{m} = kT/B \quad (8)$$

もし、 B が温度に依存しないなら、Fig.14 の $\bar{m}$ の温度依存性を説明することができない。したがって、 B は温度によって変化しなければならないが、このことはまた転位の運動に対する短範囲障害物の形状 (または応力場 - 距離曲線) が温度によって変化することを意味している。式(6)から V^* はその定義により、

$$V^* = -(\partial \Delta G / \partial \tau)_T = 2B/\sigma \quad (9)$$

となる。ここに $\tau (= \sigma/2)$ は剪断応力である。そしてさらに、パイエルス応力 τ_p と $\sigma^* = 0$ となる時のギブスの自由エネルギー ΔG_0 を用いて、式(9)は次式で規準化される。

$$\frac{V^* \tau_p}{\Delta G_0} = \frac{B}{\Delta G_0} \cdot \frac{1}{(\tau/\tau_p)} \quad (10)$$

式(8)の $\bar{m}$ が Fig.14 の結果を満足するようにして求めた B と、 $\Delta G_0 = 2.6 \times 10^{-19}\text{ J}$ ⁽¹⁰⁾ を用いて式(10)から計算した応力場 - 距離曲線を Fig.17 中に細線で示す。応力場 - 距離曲線が B の温度依存性によってかなり変化していることが分かる。そして、Fig.16 からの $\bar{V}^*$ とその応力レベル τ_0 で与えられるデータ点は、これらの曲線上に良く位置している。ここで、 τ_p としては Fig.11 の $\bar{\sigma}_0$ のプロットの傾きから求められた $\tau_p = 2.0\text{ GPa}$ を使用したが、この値は応力場 - 距離曲線の形状とデータ点の位置関係そのものには直接影響を与えないことに注意したい。 ΔG が $\ln \tau^*$ 型の応力依存性を示す Seeger のモデル⁽¹⁸⁾ を例外として、パイエルス機構に関する主なモデルの $\Delta G(\tau^*)$ は、次式によって近似することができる⁽¹⁹⁾。

$$\Delta G = \Delta G_0 [1 - (\tau^*/\tau_p)^{3/4}]^{4/3} \quad (11)$$

Fig.11 において $\bar{\sigma}_0$ と $\sigma_{1\%}$ はほとんど同じ応力レベルにあ

Fig.16 Variation of the activation volume with plastic strain as a function of temperature.

Fig.17 Short range obstacle profiles described by the relation of τ^* / τ_p versus $V^* \tau_p / \Delta G_0$.

るので、規準化した $\sigma_{1\%}$ のプロットが温度に依存しなくなる応力を $\tau_1 = 0.55$ GPa として得て、 $\tau^* = \bar{\tau}_0 - \tau_1$ によって τ^* を評価した。そして、式(11)から求めた応力場-距離曲線を Fig.17 中に太線で示した。異なる温度で得られた本実験のデータ点はいずれも、この曲線によって良く近似されているように思われる。

応力 τ の下で、転位が熱活性化によって短範囲障害物を乗り越える際にした仕事量 $\tau b \Delta a$ と ΔG との間には、次式の熱力学的な関係が成立する。

$$\Delta G = \Delta U - T \Delta S - \tau b \Delta a(\tau) \quad (12)$$

ここで ΔU は内部エネルギー、 ΔS はエントロピー、 $\Delta a(\tau)$ は転位によって掃かれる面積である。そして、 $b \Delta a(\tau)$ は体積の次元を持つて熱力学的な活性化体積 (thermodynamic activation volume) ΔV と呼ばれている⁽²⁰⁾。 Δa が τ によって変化しないような場合 (例えば、ジョグを持つ運動転位など) には障害物の形状が矩形となって、 $V^* = -(\partial \Delta G / \partial \tau)_T$ で定義される V^* と ΔV は一致する。しかし、通常は Δa は τ の減少関数となるので $V^* \neq \Delta V$ であり、特に転位の交切などでは $V^* = (2/3) \Delta V$ となることが知られている⁽²⁰⁾。パイエルス機構の場合には、 Δa の物理的意味がなくなるため V^* が用いられるが、 ΔV や V^* のいずれにしても温度が変化すれば、 $\Delta a(\tau)$ または $\Delta G(\tau)$ の関数形そのものが変化する。そのため、 ΔV や V^* で表わされるプロファイルは温度依存性を示すことになる⁽¹⁹⁾。応力緩和中にアレニウス型の式(4)の成立を仮定した本実験では、 $\Delta G(\tau)$ は式(6)で表わされ、その温度依存性は B に含まれる。そして、異なる温度で求められた V^* は異なる応力場-距離曲線上に位置する一方で、これらの V^* は式(11)から導かれる応力場-距離曲線をほぼ満足することは既に Fig.17 で示した通りである。

したがって、Fig.11 において $\bar{\sigma}_0$ が式(1)の温度依存性を良く満足しながらも、 $\tau_p = 2.0$ GPa という非常に大きな値を与えたのは、本実験結果が式(11)から導かれるプロファイルを見掛上満足して、あたかも Guyot と Dorn のモ

デルを支持するような結果となったためであると考えられる。

V. 結 言

実用タングステン線材 ($\phi 1.0$ mm) の低温変形応力の温度 (77 K ~ 500 K) および歪速度 ($3 \times 10^{-6} \text{ s}^{-1} \sim 10^{-2} \text{ s}^{-1}$) 依存性を中心とした種々の変形特性について調べた。以下に得られた結果を要約する。

(1) 変形応力の温度依存性は、パイエルス機構を基にして導かれた Guyot と Dorn の式(1)によって実験的には良く整理することができ、強い温度依存性を示す。

(2) $\log \sigma$ vs. $\log \dot{\epsilon}_p$ で表わした応力緩和曲線はいずれの温度と歪みにおいても直線となり、その傾きより歪速度依存因子 $m [= (\partial \ln \sigma / \partial \ln \dot{\epsilon}_p)_{T, \epsilon}]$ が得られる。 m が歪みに依存しなくなる値 $\bar{m}$ は $\bar{m} = 0.01 \sim 0.03$ となり、300 K で最大値を示す。これらの $\bar{m}$ 値から、実験に用いた線材の変形応力の歪速度依存性が比較的小さいことが明らかとなり、その原因としては線材に強加工される過程で応力が急激に増加したためであると考えられる。

(3) $\bar{m}$ が最も大きくなる 300 K では、くびれが緩やかで最小断面積部から必ずしも破断しない。一方、 $\bar{m}$ の小さな 500 K では鋭いくびれが発生しほとんどが最小断面積部から破断する。しかしこの場合にも、各々の繊維がチーゼル型に破断するため、全体としてはカップ・コーン型破壊様式を示さない。

(4) 応力緩和中の塑性歪速度がアレニウス型の式で表わされると仮定した場合には、ギブスの自由エネルギー ΔG の応力依存性は $\Delta G = A - B \ln \sigma$ で表わすることができる。そして、 B が温度によって変化するため、短範囲障害物の形状 (profile) も温度依存性を示す。したがって、変形応力の温度依存性が実験的には式(1)で良く整理できるのは、本実験結果が式(1)のモデルから導かれるプロファイルを見掛上満足したためであると考えられた。

文 献

- (1) D.B.Snow : Met. Trans., **10A** (1979), 815.
- (2) E.S.Meieran and D.A.Thomas : Trans. Met. Soc. AIME, **233** (1965), 937.
- (3) J.F.Peck and D.A.Thomas : Trans. Met. Soc. AIME, **221** (1961), 1240.
- (4) D.Lee : Met. Trans., **6A** (1975), 2083.
- (5) 田上耕司, 中野 修, 森 寿敏, 松田日出彦 : 日本金属学会誌, **48** (1984), 618.
- (6) J.H.Bechtold : J. Metals, February (1956), 142.
- (7) A.S.Argon and S.R.Maloof : Acta Met., **14** (1966), 1449.
- (8) J.R.Stephens : NASA, TN D-676 (1961).
- (9) P.Guyot and J.E.Dorn : Can. J. Phys., **45** (1967), 983.
- (10) H.Conrad and W.Hayes : Trans. ASM, **56** (1963), 125.
- (11) I.M.Bernstein : Acta Met., **17** (1969), 249.

-
- (12) D.J.Bailey and W.F.Flanagan : Phil. Mag., **15** (1967), 43.
- (13) H.W.Schadler : Acta Met., **12**(1964), 861.
- (14) J.T.Michalak : Acta Met., **13**(1965), 213.
- (15) D.F.Stein : Acta Met., **14**(1966), 99.
- (16) H.L.Prekel and H.Conrad : *Dislocation Dynamics*, Ed.by A.Rosenfield *et al.*, McGraw-Hill, (1968), p.431.
- (17) A.G.Evans and R.D.Rawlings : Phys. Stat. Sol., **34**(1969), 9.
- (18) A.Seeger : Phil.Mag., **1** (1956), 651.
- (19) U.F.Kocks, A.S.Argon and M.F.Ashby: *Progress in Materials Science*, Ed. by B.Chalmers, J.W.Christian and T.B.Massalski, Pergamon Press, New York, Vol.**19**(1975), p.110, 171.
- (20) G.B.Gibbs : Mater. Sci. Eng., **4**(1969), 313.
-