日本金属学会誌 第50巻 第3号 (1986) 275-281

銅合金の低温焼鈍硬化挙動の予ひずみ依存性

山 縣 裕*

J. Japan Inst. Metals, Vol. 50, No. 3 (1986), pp. 275-281

Prestrain Dependence of Anneal-Hardening Behavior of Cu Alloys

Hiroshi Yamagata*

Interrupted tensile tests with either stress relaxations or annealings following unloadings were carried out in Cu-30 mass%Zn single crystals, and the relationship between the anneal-hardening and the work-hardening process was discussed using a model based on the constitutive equation previously developed by the present author as an anneal-hardening mechanism. Using the model, it was revealed that the stress-strain relation during deformation is directly correlated with the variation of obstacle dislocation density with respect to an equilibrium value with time. The present model was also found to reproduce the characteristic behavior of three-stage work-hardening, work-softening or steady state deformation. Oscillating yield stress variations on retestings either after stress relaxations or after annealings following unloadings were observed with the increased prestrain values during interrupted tensile tests at 293 K. The relation between the obstacle dislocation density and the mobile dislocation density space analyses, based on the constitutive equation, showed that the oscillating yield stress variations appeared either against annealing time or relaxation time as well as against prestrain value. Further, the upper yield point observed experimentally on retesting following stress relaxation or annealing was found to be attributed to the transient variation in the thermally surmountable obstacle dislocation density, which increased during annealing and temporarily decreased on retesting to an appropriate value which balanced with the thermally unsurmountable obstacle dislocation density given by the Cottrell-Stokes ratio.

From these results, it was suggested that in the anneal hardening process the thermally surmountable obstacle dislocation density mainly varies during annealing, while in the work-hardening process both the thermally surmountable and the thermally unsurmountable obstacle density vary with tensile strain.

(Received December 11, 1985)

Keywords : anneal-hardening, thermally surmountable obstacle dislocation, work hardening, yield stress, oscillation, stress-strain curve, stress relaxation, annealing, upper yield point, recovery, dynamic recrystallization, copper alloy

I. 目 的

焼鈍硬化時の転位の再配列とそれに伴う新たな障害転位の形成および消滅を考えた連立微分方程式で表わされるモデルを立て⁽¹⁾, モデル中の数個の定数値を適切に選ぶと焼鈍時間に対し強度の振動の現れることが前報で説明できた。焼鈍硬化には、強度の経時振動の他に特異な挙動が見られる⁽²⁾。それは、焼鈍硬化を引張り試験にて測定した場合に上降伏点現象が現れること。予ひずみと焼鈍または応力緩和を交互に与え、引張り試験にて変形応力を繰り返し測定すると、焼鈍および応力緩和後に強度上昇が見られ、ひずみ量に対しその強度を表示すると振動的に変化することなどである。

本報告では前報の可動転位および障害転位の2種の転位密度の増減を考慮した焼鈍硬化モデルが、一般的な加工硬化のシステムモデルとしても有効であることを示し、同モデルの立場より焼鈍硬化の予ひずみ依存性および時間依存性がともに統一して説明できることを実験結果を交え検討する。

II. 実験方法および結果

試料の作製方法および試験方法は既報⁽²⁾と同様である。用いた α 黄銅単結晶の試料方位をFig.1に示す。本報告では次の2種の引張り試験を行なった。以下、既報のTest 1, Test 2⁽²⁾と区別するためTest 3, Test 4と称し結果を交え説明する。

* ヤマハ発動機株式会社研究部 (Yamaha Motor Co., Ltd., Iwata)

Fig.1 Orientations of α -brass single crystals examined.

Fig.2 Interrupted stress vs elongation curve for the specimen A in Fig.1, showing upper yield points after stress relaxations. The tensile test at the initial strain rate of $1.67 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ and the intermediate stress relaxation for 600 s was alternatively performed at 293 K using a single specimen.

Fig.3 (a) Stress vs elongation curve continuously deformed, showing a typical three stage work-hardening behavior.

(b) Variation of yield stress increase with elongation, showing two hardening maxima measured in a cyclic unloading-loading test using a single specimen.

$\Delta\sigma_u$: The yield stress increase on reloading.

σ_p : The flow stress immediately before unloading.

(c) Two maxima of hardening, measured in the stress relaxation test in Fig.2. Two curves (a) and (c) are quoted from the previous data⁽²⁾.

Test 3: 室温 (293 K) で引張り試験を行ないひずみを少し与えた後、クロスヘッドを停止して所定の時間室温で応力緩和を行なう。次に再び同じ引張り速度で変形し、ひずみを少し与えた後、また応力緩和するという様に、1本の試料で高ひずみ量までこれを多数回繰り返す。Fig.2にこの様な荷重-伸び線図の一例を示した。図は加工硬化曲線のステージ2領域の始め付近に相当する15.9%伸びひずみからの荷重-伸び線図を直接写し取ったものである。各

応力緩和の時間はすべて600 sとし試料方位はFig.1 Aとした。応力緩和による荷重低下と再変形時の上降伏点およびそれに続くやや一定の変形応力で変形する遷移領域が現れた後、元の加工硬化曲線とはほぼ同様の傾きで変形する。

この様にして室温で数パーセントの変形をはさみ600 sの応力緩和を繰り返し、再変形時の上降伏応力の上昇分 ($\Delta\sigma_u$) を応力緩和前の到達応力 (σ_p) に対する比 $100 \Delta\sigma_u / \sigma_p$ として測定したのが Fig.3 中の曲線 (c) である。Fig.2 中に $\Delta\sigma_u$, σ_p の測定方法を図示してある。Fig.3 (c) より13% および27% 伸びひずみ付近に $100 \Delta\sigma_u / \sigma_p$ は極大を示し振動する。図中 (a) は試験を中断しない場合の応力ひずみ曲線であり、(b) は応力緩和ではなく単に荷重0までの除荷と再負荷をFig.2の右端の unloading-loading 曲線に示した様に繰り返し、 $100 \Delta\sigma_u / \sigma_p$ を測定したものである。曲線 (b) でも50%と75% 伸び付近に極大が現れている。

Test 4: 既報 Test 2 と類似の方法で、1本の試料で段階的に焼鈍をはさみながら予ひずみを増加させつつ硬化を測定する。ただし、Test 2 では中間にはさむ焼鈍の条件 (T, t) はすべて一定としたが、ここでは焼鈍時間 (t) も段階的にさらに Δt ずつ増加させた。すなわち、まず、 ϵ_{P1} の予ひずみで除荷、焼鈍処理 (T_1, t_1) し再変形時に ϵ_{P2} の予ひずみまで変形後、今度は ($T_1, t_1 + \Delta t$) の焼鈍処理を行ない、以下、同様に焼鈍時間を増加させつつ何%かごとに変形焼鈍を繰り返し高ひずみまで測定する。ここでは、焼鈍温度 T_1 を473 K、 Δt を600 sとし伸びひずみは約8%ずつ加え測定した。試料方位はFig.1 Bである。測定値の表示方法はTest 3と同じであり、Fig.4に測定結果を示す。この様に、ひずみも焼鈍時間も増加させる、一見、意味のなさそうな実験でも振動硬化挙動は現れ、振動周期は長時間側で長くなり $100 \Delta\sigma_u / \sigma_p$ は時間の経過につれ減少してゆく。この実験は振動硬化挙動の再現性を調べるために行なったもので前報 Test 2 も含め1本の試料で連続して硬化を測定する方法の再現性は良い。

Fig.4 Ratio of the yield stress increase after annealing ($\Delta\sigma_u$) to the flow stress immediately before unloading (σ_p) vs annealing time, showing a time dependent decaying oscillation.

III. 考 察

焼鈍硬化は加工硬化と密接な関係があり、変形応力の温度依存性に関与する障害の増減と関係していると考えられ

る。本章では、まず焼鈍硬化モデル⁽¹⁾を加工硬化モデルの立場より見直し、モデルが実際の結晶の変形と良く対応することを見る。そして応力緩和および焼鈍硬化のひずみ依存性を測定した結果について、モデルに基づき考察する。

1. 加工硬化モデル

焼鈍硬化モデルは加工硬化のモデルとも考えられる。時間とともに外部より強制変位が進む結晶中の転位密度の変化を考える。変形開始時より時間が経過するにつれて結晶の転位密度は増加する。結晶中の転位密度を既報⁽¹⁾と同様、可動転位密度 ρ_m と障害転位密度 ρ_{obs} (変形抵抗の温度依存性を決める障害だけでなくすべての障害を考え ρ_{obs} とする、後述)に分け、可動転位の密度は時間とともに増加すると考え、その速度を a とすると式(1)が成り立つ。

$$\frac{d\rho_m}{dt} = a \quad (1)$$

転位密度はひずみ量の増加とともに増加すると考えられ、同じ値の転位密度にはひずみ速度が速いほど短時間で到達する。そこでこれを表わすのに速度定数 a がひずみ速度に比例する性質を持っていると考え(後述)、ひずみ速度が10倍になれば a も10倍になるとする。既報で焼鈍硬化モデルの導出時には a の値は熱活性化過程に支配されたと考えた。結晶中に障害転位 ρ_{obs} が形成されるので ρ_m は実際は式(1)に従うことはない。ここで ρ_{obs} の形成速度を示す定数 b および ρ_{obs} が増加することで ρ_m の移動増加を阻止する効果を示す定数 d を用い、さらに ρ_{obs} の回復消滅効果を示す定数 c を用いると ρ_m, ρ_{obs} は式(2)の様に表わせる。

$$\left. \begin{aligned} \frac{d\rho_{obs}}{dt} &= -c\rho_{obs} + b\rho_m^2 \\ \frac{d\rho_m}{dt} &= a - d\rho_{obs} - b\rho_m^2 \end{aligned} \right\} \quad (2)$$

式中の定数 a, b, c, d は変形速度や温度および組織学的因子の影響を受ける。この内、ひずみ速度の変化は転位の増加速度 a に、変形温度の影響は回復速度 c の変化に現われ、変形速度が速いほど a は大きく、温度が高く回復がきかんとすると c は大きいと考えられる。また c で特徴づけられる ρ_{obs} の消滅過程としては動的再結晶の様なものを考えても良い。

以上の様に考え式(2)の様に表示するとこれは焼鈍硬化モデルと全く同じ形である。式(2)には a, b, c, d が定まった時、 ρ_m, ρ_{obs} が定常状態となるような平衡解 $(\rho_{obs})_e, (\rho_m)_e$ が存在し、 ρ_{obs}, ρ_m はこの値に向かって時間的に変化してゆく。平衡解は、前報⁽¹⁾式(4)と同様式(3)となり、

$$\left. \begin{aligned} (\rho_{obs})_e &= \frac{a}{c+d} \\ (\rho_m)_e &= \sqrt{\frac{ac}{b(c+d)}} \end{aligned} \right\} \quad (3)$$

平衡解への接近⁽¹⁾のしかたが転位密度の時間変化については

現実の応力-ひずみ挙動と関係していると考えられる。変形応力 σ は障害転位の密度 (ρ_{obs}) と $\sigma \propto \sqrt{\rho_{obs}}$ の関係で対応づけられ、またひずみ速度 $(\dot{\epsilon})$ 一定の引張り試験の場合には $\dot{\epsilon} = \dot{\epsilon} \cdot t$ ゆえ変形時間の経過 (t) がひずみ量の増加 (ϵ) に比例することになる。ひずみ速度一定の試験の場合、 $\dot{\epsilon} = b \cdot v \cdot \rho_m$ の関係より、ここで b はバーガースベクトル、可動転位の密度と転位速度 (v) の積が一定である必要があるが、転位速度は ρ_m が小さい時は大きく ρ_m が大の時は小さくなる様に式(2)で表わされる系では調節されると考える。そして以下の考察では本モデルで最も簡単に扱える転位密度だけが変形の律速量と考えられる場合を検討する。またここで、ひずみ速度に対して、 a が決まるので式(2)の解の時間変化によりひずみを定量することができ、逆に ρ_{obs} および ρ_m のひずみ依存性が求まれば a, b, c, d は決定できるはずである。

次にこの様な考え方でどの程度加工硬化現象を表現できるか式(2)の定数値を変化させ ρ_{obs} および ρ_m の時間変化の様子で検討してみる。一例としてまず $a = 3.55 \times 10^{-1}$, $b = 5 \times 10^{-3}$, $c = 10^{-3}$, $d = 2.94 \times 10^{-1}$ として計算したのが Fig. 5 である。Fig. 5(a) には ρ_{obs} の変化を示した。Fig. 5 以下の図中に示したスケールは時間であり、計算のタイムステップは0.01 とし前報と同様 Adams-Moulton 法によって計算した。タイムステップの単位を秒とし $a(\text{cm}^{-2} \cdot \text{s}^{-1})$, $b(\text{cm}^2 \cdot \text{s}^{-1})$, $c(\text{s}^{-1})$, $d(\text{s}^{-1})$ とすると時間スケールは s , ρ_{obs} および ρ_m は cm^{-2} の単位である。

前述した様に変形応力と対応づけるため縦軸は $\sqrt{\rho_{obs}}$ で示してあり、以下の図でも同様な表示をしてある。

$\sqrt{\rho_{obs}}$ は初期に増加率が低く、中間で急増し、その後、

Fig. 5 Theoretical variation of the square root of the obstacle dislocation density, $\sqrt{\rho_{obs}}$, with time based on eq. (2), where $a = 3.55 \times 10^{-1}$, $b = 5 \times 10^{-3}$, $c = 10^{-3}$, and $d = 2.94 \times 10^{-1}$.

† ここで選んだ定数の値は加工硬化モデルの定性的性質を見るためにたまたま用いた値であるが、以下の計算結果は本モデルに一般的に見られる性質を代表していると考え、また、当然のことであるが式(2)は塑性変形領域のみを扱う。

序々に増加率が減少する。これは、単結晶などの低温変形で応力-ひずみ曲線に見られる3段階硬化挙動の特徴であり、式(2)の持つ本質的な性質である。図中に破線で第2段階に相当する傾斜を延長して示してある。 ρ_m の変化をFig.5(b)に示す。 ρ_m は、初期に急増しその後減少し0になっている。これは、式(2)より、初期に ρ_m が急増すると位相的に遅れ ρ_{obs} も増加し ρ_m の増加を阻止する d の項が大きくなって、結局 ρ_m は減少することを示している。この図では $t=44.4$ で0になった所で計算は終了させているが、計算を続けるとこの後長時間側で ρ_m は負の値を示し増減を繰り返しながら平衡解に近づいてゆく。本計算では負の ρ_m は物理的に意味がないので計算を打ち切っている。 ρ_m が0となる事は、この時間より先では変形が継続しないことを意味し、引張り変形などではこの時間で破断することに関係するものと考えられる†。

Fig.5より加工硬化の3段階は次の様にして現われると考えられる。まず、変形初期には、結晶中の可動転位密度も少ないので障害転位の形成される量も少なく、従って加工硬化係数も低いステージ1が現れる。しかし、障害転位密度はある量に達した後、急増し、ステージ2が現れる。さらに障害転位密度が増加すると可動転位密度は減少し、そのため障害転位密度の増加率は下がり、回復による障害転位密度の減少もあってステージ3が現れる。

次に a, b, d の値はFig.5と同じとし ρ_{obs} の減少に関する c の値をFig.5から変化させ $\sqrt{\rho_{obs}}$ の時間変化を見たのがFig.6である。 c の値を 10^{-6} から 10^2 まで変化さ

Fig.6 Theoretical variations of $\sqrt{\rho_{obs}}$ with time in relation to the annihilation rates of obstacle dislocations (c) ranging from 10^{-6} to 10^2 , calculated from eq. (2) where $a=3.55 \times 10^{-1}$, $b=5 \times 10^{-3}$, and $d=2.94 \times 10^{-1}$.

† 実際の引張り変形では、可動転位密度が0に近づくとき障害転位の増加は止まる。そうすると加工硬化で局所的な塑性不安定現象を阻止⁽³⁾することが不可能となり破断が生じるものと考えられる。従って破断の条件は必ずしも可動転位密度が全く0になることには対応しない。変形に伴う ρ_m と ρ_{obs} の減少の程度と位相差は文献⁽¹⁰⁾で確認される。また引張り試験と異なり塑性不安定の生じ難い圧延変形ではすべりが生じ難くなる結果として変形帯による変形などが次のステージとして現れると考えられる。

せた。図中には c の値とFig.5の様に $\rho_m=0$ となる t の値を示してある。図より c が 10^{-2} 以下では、式(3)から予測される平衡値を取る前に ρ_m は0になるので、この場合そこまでの $\sqrt{\rho_{obs}}$ の変化を示してある。一方、 c が 10^{-1} 以上では $\sqrt{\rho_{obs}}$ は平衡値となりいつまでも0とはならずこの時の曲線の末端を矢印で示してある。図が応力-ひずみ曲線を表わすと見ると c が 10^{-2} 以下では、3段階の硬化が見られ、 c が 10^{-1} では加工軟化後定常値に近づき、 c が1以上では加工軟化は見られなくなる。このような特徴は、低温から高温に変形温度が上昇する時しばしば現れる傾向である。Fig.6より高温変形に見られる定常状態変形は、障害転位の回復消滅速度が高温で早くなり、そのため可動転位が十分運動できる状態で変形速度にみあった一定の障害転位密度を取れることと理解される。また、ステージ2に相当する硬化段階は回復速度 c にほとんど依存しないことが $c=10^{-2}$ 以下の曲線から分かる。これは c が0に近づくときステージ2に相当する部分の傾斜が c によらずほぼ一定値に近づくという式(2)の性質のためである。

Fig.7は、 b, c, d はFig.5と同じとし、ひずみ速度に関係すると考えられる a を 3.55×10^{-1} より2倍ずつ増加させ11.36までの変化を比較した。Fig.7も $\rho_m=0$ となるまでの $\sqrt{\rho_{obs}}$ の変化を示す。前述の様に a はひずみ速度が2倍になれば2倍になるという様にひずみ速度に関係すると考えると、同一変形時間ではひずみ速度が大きいほどそれに比例してひずみ量は大きい。従ってFig.7では a の値の変化した曲線の時間変化をひずみ量と対応づけるため、 $a=3.55 \times 10^{-1}$ の曲線を基準として $a=7.1 \times 10^{-1}$ の場合は横方向を2倍に伸ばして描いてあり、 $a=1.42$ の場合には $a=3.55 \times 10^{-1}$ の4倍として描いてある。以下同様である。従ってこれらの図は応力-ひずみ曲線と考えることができる。図中に a の値と $\rho_m=0$ となるまでの時間 t を示してある。この時間も $a=3.55 \times 10^{-1}$ を基準にして横軸を伸ばした分の a の倍数ずつを掛けた値である。Fig.7は a の大きいほど $\rho_m=0$ となるまでのひずみが大きいこと、すなわち伸びの大きいことを表わしていることになる。これらの曲線はいずれも3段階の変化を示し、 a が大きいほど $\sqrt{\rho_{obs}}$ は大きい、ステージ2に対応する所の $\sqrt{\rho_{obs}}$ の

Fig.7 Theoretical variations of $\sqrt{\rho_{obs}}$ with time in relation to the increasing rates of mobile dislocations (a) ranging from 0.355 to 11.36, calculated from eq. (2) where $b=5 \times 10^{-3}$, $c=10^{-3}$, and $d=2.94 \times 10^{-1}$.

変化は a の値にあまり影響を受けないことが示されている。

次に Fig. 6 中の $c=10^{-1}$ の曲線すなわち高温変形に相当すると思われるものを基準に a を変化させ、ひずみ速度急変試験に対応する $\sqrt{\rho_{\text{obs}}}$ の変化を見る。 $a=8.9 \times 10^{-2}$, $b=5 \times 10^{-3}$, $c=10^{-1}$, $d=2.94 \times 10^{-1}$ として $\sqrt{\rho_{\text{obs}}}$ および ρ_m の変化を見ると、加工軟化後、定常値を示すので (Fig. 6) この値を基準にして a を増減変化させたのが Fig. 8 である。まず $a=8.9 \times 10^{-2}$ として計算を始める。図中に a の値を示してある。この値で定常値に達すると定常値を初期値として $a=1.78 \times 10^{-1}$ と 2 倍に増加させ計算する。定常値に達した後、 $a=8.9 \times 10^{-2}$ の一度元の値に戻しさらに $a=4.45 \times 10^{-2}$ と半減させる。 $\sqrt{\rho_{\text{obs}}}$ を Fig. 8(a) に ρ_m を Fig. 8(b) に示してある。 Fig. 7 同様 a はひずみ速度に関連するので $a=8.9 \times 10^{-2}$ の基準値に対し $a=1.78 \times 10^{-1}$ の場合は横方向を 2 倍に伸ばし、 $a=4.45 \times 10^{-2}$ の場合は $\frac{1}{2}$ に縮め、ひずみ量に比例すると考えられる様に表示してある。いずれも過渡現象として加工軟化を示した後、各々の定常値に達している。式 (3) で a が 2 倍になれば ρ_{obs} は 2 倍となるので変形応力が $\sqrt{\rho_{\text{obs}}}$ に比例するものと考えるといわゆるひずみ速度感受性指数 (m 値) は 0.5 となる。そして Fig. 7 より高温変形では、そのひずみ速度に応じた平衡転位密度が結晶中に実現されることを示している。

以上限られた計算ではあるが、これらの曲線は実際に加工硬化曲線に見られる 3 段階硬化や加工軟化挙動等の定性的な性質を良く表わしていると考えられる。このほかにも定数値として他の硬化、軟化を特徴づける値を用いると、例えば動的再結晶を伴う変形ではしばしば見られる応力-ひずみ曲線上の振動現象⁽⁴⁾も式 (2) で扱える。これは、前報の計算結果よりもうかがえる。実測される応力ひずみ曲線は $\sqrt{\rho_{\text{obs}}}$ -時間曲線と関係づけられるので例えば、その温

Fig. 8 Theoretical variations of $\sqrt{\rho_{\text{obs}}}$ (a) and ρ_m (b) with time corresponding to a strain rate change test at high temperatures, calculated from eq. (2) where $b=5 \times 10^{-3}$, $c=10^{-1}$, $d=2.94 \times 10^{-1}$.

度変化から前報で考察した線形化による式 (2) の近似解で a, b, c, d の値を推定することは可能であると考えられる。しかし、近似解の形も複雑で計算が難しい。従って式 (2) 中の定数値と実際の応力-ひずみ挙動の間の定量的対応づけは重要な課題であるが、本報告では ρ_{obs} および ρ_m から加工硬化するシステムの挙動の定性的な考察に留めたい。

2. 応力緩和試験

以上見た様に応力-ひずみ曲線自体は、式 (2) で示されるシステムが動的安定な転位密度 (式 (3)) に変化する途中経過を示したのと考えられ、ひずみ速度一定の変形の場合などでは式 (2) において時間経過とひずみ量の増大は同じ意味を持つ。以下、これらの考え方により応力緩和における硬化や焼鈍硬化のひずみ依存性について検討する。

応力緩和によってもひずみに依存した強度の振動変化が現れた (Fig. 3(c))。焼鈍硬化を意図した研究ではないが、類似した挙動が純銅の単結晶の報告⁽⁵⁾でも見受けられる。また α 黄銅多結晶⁽⁶⁾でも低ひずみ領域で少なくとも一つの極大値を示す応力緩和後の硬化が報告されており、著者も複数の極大値を持つ振動硬化挙動を確認している。これらにはいずれも応力緩和後、上降伏点現象を伴う硬化が現れており、類似した原因に由来すると考えられる。さらに応力緩和の代りに低温焼鈍をはさんでもひずみ量に対し振動硬化が現れる。従って既報の結果と併せると焼鈍時間に対してもひずみ量に対してもいずれも振動硬化が現れることになり、原因は複雑に見えるが式 (2) のモデルで次の様に考えられる。

加工硬化による変形抵抗は温度に依存する成分 (σ_s) と温度に依存しない成分 (σ_G) の和として式 (4) の様に表わされるとされる。

$$\sigma = \sigma_s + \sigma_G \quad (4)$$

σ_s と σ_G の比はほとんどひずみに依存せずほぼ一定値を取るとされ Cottrell-Stokes の関係⁽⁸⁾と呼ばれて式 (5) で示される。

$$\frac{\sigma_s}{\sigma_G} = k \quad (5)$$

ここで k は比例定数である。

式 (4)、式 (5) より式 (6) が成り立つ。

$$\sigma_s, \sigma_G \propto \sigma \quad (6)$$

変形抵抗 σ は障害転位密度 ρ_{obs} と $\sigma \propto \sqrt{\rho_{\text{obs}}}$ の関係⁽¹⁾にあり可動転位密度 ρ_m とは Fig. 9(a) の様に位相平面上で示される。図では $\sigma : \sigma_s : \sigma_G = 3 : 1 : 2$ とし、 σ_s, σ_G の変化を見易い様に模式的に示してある。

Fig. 9(a) でまず予ひずみ O1 点まで ρ_{obs} が増加した試料を応力緩和すると熱活性化によって予ひずみ時に導入された転位が動き、その転位の反応で新たに障害が形成される。ここで駆動力は負加応力であり、これは外部より強制変位を加えるほど大きくはないので、この転位の反応では

Fig.9 (a) Flow stress (σ) vs mobile dislocation density (ρ_m) space calculated from eq. (2), schematically illustrated. σ is a sum of thermally unsurmountable stress (σ_G) and thermally surmountable stress (σ_S).

(b) Schematic illustration of a stress-elongation curve having upper yield points after stress relaxation tests. The numbers shown above or below the curve indicate the corresponding points in Fig.9(a).

変形応力中の温度に依存する部分のみが変化すると考えられる。そして平衡解[†]に近づこうと曲線 σ_S 上を $S1 \rightarrow S2$ と硬化し、時間の長い程 σ_S 曲線上を図中大きく左回りする。一方、温度に依存しない抵抗 $G1$ は応力緩和中変化せず、 $G2=G1$ 、総和の変形抵抗は $O1 \rightarrow O2$ と変化する。次

† 転位密度が式(3)で示される平衡値に向うとして、強制変位を加えている変形時とそれを中断し応力緩和する時ではひずみ速度差のため定数値が異なる可能性がある(特に a) 平衡値は異なると思われる。しかし、銅合金の場合、室温付近の変形時の応力-ひずみ曲線はひずみ速度による差異も小さいことから推測して、Fig.9(a)では平衡値が同じであるとして表示してある。また前報の低温焼鈍硬化モデルの計算では、予ひずみを一定とした場合の経時変化の変化量だけを簡単に比較するため、本節で考えている σ_S は0としてその後の変化量のみを考えた。しかし、実際は予ひずみを与えた後の σ_S は0ではないので、予ひずみ量を変化させ硬化を比較した時には、 σ_S の初期値がここで述べている様に変化していることを考える必要がある。

にこの状態で再び変形すると Cottrell-Stokes の関係より予測される $S1$ が $G1$ に対する最適値ゆえ変形につれ $O2 \rightarrow O1$ と変化し、再び $O1$ 点に接近した後は元の加工硬化曲線 $O1 \rightarrow O3$ 上を移動変化する。ここで $O2 \rightarrow O1$ の現象は過渡現象として現れ、必ずしも明瞭に $O1$ 点まで応力が低下するのが見られるわけではないと考えられる。従って Fig.9(b)にある様にわずかな加工軟化とほとんど加工硬化しない変形する領域を示した後、硬化が現れる。以下 $O3$ 点に到達後再び応力緩和すると温度依存の成分は、 $S3 \rightarrow S4$ と変化し、全変形抵抗は $O4$ 点となるので再変形時は $O4 \rightarrow O3 \rightarrow O5$ と変化し Fig.9(b)の $O4 \rightarrow O5$ のようになる。すなわち、引張り変形時には温度に依存する成分もしない成分もともに変化するが、応力緩和中には温度に依存する成分の変化しか起きず、再変形時には過渡現象として、一時的に、元の温度に依存しない成分とつり合う温度依存の成分量に変化し、その後は元の加工硬化曲線の外挿上に来るようになる。結局、ひずみを増やしながら応力緩和を繰り返し変形してゆくことは、増加した予ひずみにより σ_S の初期条件を変えながら Fig.9(a)の位相曲線上を焼鈍時間とともに平衡解に接近するよう、回ることと同じ意味を持ち、中間にはさむ応力緩和時間が長いほど位相曲線を大きく回った現象が現れる。ゆえに、応力緩和でひずみ量の変化に対し硬化分を表示しても、時間変化に対し焼鈍硬化量を表示したのと同様、振動硬化挙動が現れるのである。従来の応力緩和の解析⁽⁹⁾には応力緩和中の回復は考慮されていない様に見受けられる。Fig.3(c)を測定した際の応力緩和量は、ひずみ量の増大に従って減少するが、単調にただ減少するのではなく中間のひずみ量で複数の極大、極小を示す。このような挙動も位相平面を用い解析できるが別途報告したい。

3. 焼鈍硬化量の予ひずみ依存性

次に焼鈍硬化量のひずみ依存性について Test 3, Test 4 の順に検討する。

(1) 焼鈍時間一定でひずみを少しずつ与えた場合 (Test 3)

この場合も前節の検討がそのまま適用できる。ただ相違点として応力緩和の場合、試験片および試験機に蓄えられた弾性エネルギーを駆動力として変化するのに対し、除荷後の焼鈍硬化は加工時に導入された転位集積等による逆応力を駆動力とする現象であると考えられる点である。さらに加工温度と焼鈍温度が異なるため ρ_{obs} と ρ_m の変化を表わす加工時の位相平面と焼鈍時の位相平面の形が異なると考えられる。しかし、焼鈍硬化は σ_S の変化に由来すると考えられ σ_G は変化しないので再変形時には元の加工硬化曲線が外挿された σ_S/σ_G の比を取る。従ってひずみ量を増加させつつ焼鈍硬化を測定した硬化量は、焼鈍温度での位相平面で考えられるが、本質的には前節の応力緩和と変わらない。これがひずみに対し、振動硬化が出る理由である。

(2) ひずみも時間も少しずつ増加させた時 (Test 4)

ひずみも焼鈍時間も少しずつ増加させた試験は、一見、無意味で何の系統的結果も得られない様に考えられるが、位相平面ではひずみ量と焼鈍時間は等価であり、Test 2 と同様に振動硬化が出る理由がわかる。位相平面で焼鈍時間の長いほど ρ_{obs} , ρ_m は平衡点に近づくのでピーク間の周期および硬化量ともに変化は緩慢になってゆくの予測され、これは実験データと良く一致している。また硬化の表示 $100\Delta\sigma_u/\sigma_p$ は Fig. 9(a) においては $(\sigma_{02}-\sigma_{01})/\sigma_{01}$ や $(\sigma_{04}-\sigma_{03})/\sigma_{03}$ を示していることになる。従って曲線が左回りに進行するほど平衡解に近づき、同一時間の焼鈍に対する $\sqrt{\rho_{\text{obs}}}$ の変化量は小さくなる。ゆえに $100\Delta\sigma_u/\sigma_p$ の様に表示した値は振動しながらも全体として長時間側で減少してゆくことになる。Fig. 4 および既報⁽²⁾ Fig. 6, Fig. 9 にその傾向が良く出ている。

以上、ひずみおよび時間に依存する強度変化について検討を進めた。既報⁽²⁾では単結晶の3段階加工硬化ステージによる内部応力の変化と関係づけ焼鈍硬化とひずみ量の関係について検討したが、本研究の結果、焼鈍硬化は加工硬化も含め統一的に考察した方がより本質に近いと思われた。さらに合金の場合、純金属との差として、ひずみ時効現象や短範囲規則による硬化が本報告で述べた機構に重なって現れるとも考えられる。振動硬化は純金属合金を問わず現れると考えられるので、これらの固溶硬化機構との関係はさらに検討が必要である。また、本研究では特定できなかった転位反応や障害転位の種類の詳細については、今後の課題としたい。

IV. 結 言

ひずみ量を変え α 黄銅単結晶の応力緩和および焼鈍硬化の測定を行ない、前報で提案したモデルを用いて低温焼鈍硬化と加工硬化の関係を考察した。その結果は、次の様に要約される。

(1) 前報で提案した焼鈍硬化のモデルは一般的な加工硬化のシステムを示すモデルとしても拡大解釈ができ、3段階硬化、加工軟化現象等の応力ひずみ挙動の定性的特徴を良く表現する。また、同モデルで応力ひずみ曲線は、強制変位や変形温度等の外的境界条件と結晶自体の持つ転位挙動に対する組織学的条件、の両者によって決まる特定の動的に安定な平衡転位密度に結晶が経時遷移変化する途中経過を示したものとして理解される。

(2) 応力緩和をはさみながらひずみを少しずつ加えると、応力緩和後の再変形時の変形応力がひずみ量に対し振動する。

(3) 中間焼鈍をはさみ、その焼鈍時間を少しずつ増加させ、ひずみを加えると再変形時の変形応力がひずみ量に対し振動する。

(4) 障害転位と可動転位の密度の増減関係を示す焼鈍硬化モデルの位相平面解析を用いると、これらの結果は、位相平面上で焼鈍時間とひずみが等価な関係にあるため、ひずみ量に対しても振動硬化することより理解される。また焼鈍時に変形応力中の温度に依存する成分のみが変化すると考えると焼鈍硬化後、上降伏点現象の現れることが理解される。

文 献

- (1) 山縣 裕：日本金属学会誌，**50**(1986)，267.
- (2) 山縣 裕，和泉 修：日本金属学会誌，**44**(1980)，782.
- (3) 山縣 裕，和泉 修：日本金属学会誌，**42**(1978)，1012.
- (4) 酒井 拓：日本金属学会会報，**22**(1983)，1036.
- (5) H.K. Birnbaum：J. Appl. Phys., **34**(1963)，2175.
- (6) G.F. Bolling：Phil. Mag., **4**(1959)，537.
- (7) 例えば、丸川健三郎：新版転位論，日本金属学会編，丸善，(1971)，72.
- (8) A.H. Cottrell and R.J. Stokes：Proc. Roy. Soc. London, A **233**(1955)，17.
- (9) V.I. Dotsenko：Phys. Status Solidi, **93**(1979)，11.
- (10) J.M. Galligan：Phys. Acoust., **XVI**(1982)，173.