静水圧力下における亜鉛単結晶の引張変形* (C 軸と引張軸が接近する場合の変形と破壊)

中 島 孝 慈** 藤 城 郁 哉**
栗 田 康 二*** 三 井 寿 雄****

Plastic Deformation of Zinc Single Crystals under Hydrostatic Pressure (Cleavage and Plastic Deformation of Specimens Having C-Axis Almost Consistent with Pulling Direction)

by

Takayoshi NAKAJIMA, Ikuya FUJISHIRO, Koji KURITA and Hisao MII
(Faculty of Engineering, Nagoya University, Nagoya)

In the preceding study the tensile tests were made of the specimens of zinc single crystals with their angle ϕ larger than 30° of the tensile axis and the c-axis of the crystal under hydrostatic pressure up to 2000 kg/cm^2 .

In the present study the specimens having the angle ϕ less than 30° have been subjected to the same experiment.

The results are summarized as follows:

- (1) The specimen is cleaved on its basal plane when the environmental hydrostatic pressure is below the critical value.
- (2) While the hydrostatic pressure enacts the part of compressive stress component to suppress the breakage of the crystal, the extent to which the breaking stress is enhanced varies diversely with the value of ϕ , the mode of plastic deformation, and the manner of chucking the specimen.
- (3) No cleavage takes place in the crystal when the environmental pressure exceeds the critical value, and most of the specimens tend to slip on their basal planes. As the angle ϕ decreases, however, this primary slip is accompanied by such additional deformations as kink, twin and the secondary basal slip within the twin, and a necking is developed in the specimen.
- (4) When the angle ϕ is extremely low such as less than 5° , the necking is developed without an active slip on the basal plane and the specimen is broken in a shear-type mode.

(Received Apr. 1, 1971)

1 緒 言

材料がぜい性的に破壊するか、塑性変形するかを決めるものは、その材料のもつ破壊応力すなわちへき開強度と、塑性変形に必要な臨界せん断応力の相対的な大小関係であるが、巨視的な自然ひずみの大小でぜい性、延性を区別する場合には、加工硬化率の大小をもあわせて議論しなければならない。

静水圧力による金属材料の延性化の機構を検討する場合、破壊応力、臨界せん断応力、加工硬化率など材料自体の性質におよぼす圧力の影響と、静水圧力が単に外力の圧縮成分として重畳される効果を分けて考え

ることができれば、理解がより容易になる。

すでに多結晶亜鉛については圧力によって延性化するという実験事実があるが、すべり系の少ない亜鉛に、高い静水圧力のもとでどのような機構で塑性変形が介入して延性変形を可能にするかを検証することはきわめて重要である。われわれはこのような線に沿うことを目的とし静水圧力下で種々の方位をもつ亜鉛単結晶の単軸引張試験を行なっている。

前報ではおもに C 軸と引張軸のなす角 ϕ が比較的大きい試験片について実験をおこない、(1)単結晶においても、ぜい性-延性遷移が存在すること。(2)塑性変形としては、一次の底面すべりのほかに、双晶、二次すべり、kink などが観察されたことなどを明らかにした。また同一方位の試験片について、各種の静水圧力

* 原稿受理 昭和46年4月1日

** 正 会 員 名古屋大学工学部 名古屋市千種区不老町

*** 名古屋大学工学部 名古屋市千種区不老町

**** 正 会 員 名古屋大学工学部 名古屋市千種区不老町

下での荷重-伸び曲線を比較し、すべり変形や双晶変形に対する臨界せん断応力や加工硬化率などに実験誤差以上の圧力依存性が認められないことを報告した。

しかし ϕ の大きいこれらの試験片においては、単一の面でへき開することがなく、へき開面は双晶内の底面と母結晶内の $\{10\bar{1}0\}$ 柱面からなっているため、へき開応力に対する圧力の効果を論ずることは困難であった。

本論はとくに ϕ の小さい試験片を準備して同種の実験をこころみ、へき開応力に対する圧力の効果を調べると同時に応力-ひずみ関係および変形後の試験片の観察等により圧力下の変形挙動について論じたものである。

2 実験方法および試験片

実験装置、試料の純度(99.97%)、試験片の形状寸法ならびに実験条件は前報に述べたものと同様である。ただし ϕ が小さい試験片の破壊は、試験片の形状とくにチャック部分の影響を受けやすく、破断箇所や破壊応力がそれに応じて変わってくるので、これを確かめるために標点間の有効部分の直径を2.0~2.5 mmと細くしたものを用いた。この試験片をこれまでのものと区別するためb形試験片と呼ぶ。

なお今回は単結晶の製法をかえたので、つぎにその概略を述べる。

ブリッジマン法では、単結晶の方位を任意に選べず、 ϕ が30°以下のものを得ることが困難であった。任意の方位の単結晶を得るためには、種結晶を成長させる方法がもっとも確実である。これにはパイレックスガラスのろつぼの中で、種結晶に多結晶のロッドを熔着し、同時にこの部分でろつぼを適当な角度だけ曲げておく。これを成長させれば種結晶の方位と異なる単結晶を得ることができる。

ろつぼの大きさに制限があるので、種結晶と方位を変え得る範囲は、一回の操作で約±10°であるが、こうして得られた結晶を種として、上の操作を繰り返せばさらに ϕ の小さな結晶が得られるわけである。

供試した単結晶の方位をこれまでのものとあわせてFig. 1およびTable Iに示す。ここで λ は引張軸とすべり方向すなわち $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ のなす角である。このうち試験片B, D, E, G, H, J, Kは種結晶から成長させたものである。またD, E, G, Hは試験片形状がb形のものである。

Fig. 1. Stereographic projection of crystal orientation of specimens tested.

前報では類似の変形挙動をとりまとめるために、便宜上それぞれの試験片の属する領域を、 ϕ の小さい順にI, II, IIIと区分して論議をしたが、今回はさらに ϕ の小さい方位の試験片が加わっており、これがまた今までと異なった挙動を示すので、その領域をI_aと呼んで従来の区分に加えることにした。この領域に属する試験片のなかでも、こまかい変形挙動の異なるものがあるが、圧力が高くなると巨視的なくびれを発生するということから、同一区分に含めてあつかっている。

領域Iについては、前回試験片Aの結果を報告済みであるが、実験数が少なかったため、今回は試験片J, Kを加えて従来の結果を確認した。

3 実験結果

3・1 領域I

試験片Kの荷重-伸び曲線をFig. 2に示す。図中×印はへき開破壊をしたことを、○印は試験をそこで中断したことをあらわしている。

試験片Kは $\phi=28^\circ$ で、前回の試験片A($\phi=27.5^\circ$)とほぼ同じ方位をもっている。Fig. 2によれば常圧力で20%程度の伸びを示したものが、500 kg/cm²では60%も伸びている。破壊は底面でのへき開であるが、破断時の応力はいずれも1 kg/mm²以下で、周囲圧力の影響をうけているとはいいたい。圧力が800 kg/cm²を越えるとへき開破壊は起こらず、底面すべりによる変形が続く。実験後の試験片はだ円形の断面をもったリボン状を呈し、すべり変形による結晶面の回転を可能にするために、チャック部近傍にbend planeが形成されている。

試験片Aにおいても常圧力下と300 kg/cm²の静水圧力のもとでは底面でへき開し、1500 kg/cm²ではbend planeを形成してリボン状に変形した。

Table I. Crystal orientation of specimens tested.

Specimen	B	D	E	G	H	J	A	K	L	M	N	W	Z	Y
$\phi(^{\circ})$	4.0	5.0	7.5	11.5	12.0	19.0	27.5	28.0	45.5	46.5	46.5	72.5	81.5	85.5
$\lambda(^{\circ})$	86.0	85.0	83.5	79.0	80.5	72.0	63.0	62.5	44.5	45.0	45.5	34.0	18.0	11.0

Fig. 2. Nominal stress-relative strain curves for specimens K tested under pressures.

3・2 領域 I_a

この領域にある試験片は ϕ が小さく、したがって底面における引張応力の垂直成分は大きく、せん断成分は小さい。この領域に属する試験片のうちD, E, G, Hの形状はこれまでのものとちがうので、ここではまずBの挙動について述べ、他については次章で考察する。

Bにおける ϕ は 4° で、供試したもののなかではもっとも小さい。Fig. 3はBの荷重-伸び曲線を示したものである。500 kg/cm²までの圧力範囲ではいずれも底面でへき開破壊している。圧力が1000 kg/cm²を越えると、くびれを生じたのち、せん断形に破壊して

Fig. 3. Nominal stress-relative strain curves for specimens B tested under pressures.

Fig. 4. Micrograph showing the cleavage fracture surface of B 6.

おり、この時の伸びは40%以上に達している。

Fig. 4はB6のへき開面の顕微鏡写真を示したものであるが、これにはへき開面特有の河川状模様と双晶がみられる。これらの双晶は分離した二つの面での対応がつかず、そのほとんどがへき開時の局所的な応力集中によって形成されたものと考えられるので、破面は底面だけから成るものとしてよい。

4 考 察

4・1 破壊応力

室温近くの温度領域では亜鉛の底面でのへき開応力は臨界せん断応力にくらべて高いので、へき開破壊に関する情報は低温で実施された実験で得られることが多い。しかし室温でも方位によっては底面でへき開破壊する。

本実験では領域 I_a および I に属する試験片のへき開破壊が底面でおこっている。つまりこの場合には、破壊とはこの面で結晶を二つに分離することを意味するので、外力をこの面で分解して考えることができる。

F を軸荷重、供試した試験片の断面積を S_0 、 c 軸と引張軸のなす角を ϕ_0 とし、 e をすべりにより生じた伸びとすれば、垂直応力成分 σ_N は次式であらわされる。

$$\sigma_N = F/S_0 \cdot \cos^2 \phi_0 \cdot 1/(1+e) - P \quad (1)$$

(1)式の右辺の第一項は軸荷重による引張成分であり、第二項は重畳された静水圧力で、圧縮成分としてはたらいっている。この σ_N が底面の破壊応力(へき開応力) σ_0 に達したときにへき開破壊する。荷重計では軸荷重 F を測定しているが、これで測定した破断時応力の垂直成分は $(\sigma_0 + P)$ をあらわしていることになる。便宜上この応力を破断応力と略記する。この破断応力から静水圧力 P をさし引いたものが破壊応力 σ_0 となるはずのものである。

実際にはチャック部付近で破壊することが多く、 S_0 も一定でないので、荷重計で測定した軸荷重の垂直成分を破面の実面積で割った値を破断応力とみなし、Bについて、それぞれの圧力のもとでの破断応力を示したものが Table II である。これによると破断応力はほぼ重畳された静水圧力だけ増加していることがわかる。

Table II. Normal stress at fracture in basal plane (B).

Specimen	No	Pressure (kg/cm ²)	Normal stress at fracture in basal plane (g/mm ²)
B	4	1	4960
	6	1	5060
	7	1	6400
	16	1	5500
B	5	250	8550
	8	250	5350
	18	250	7000
B	2	500	12600
	9	500	12300

このようなBの破断応力とJやKのそれとは二つの大きな相違点がある。

まず第一に常圧力下のBの破断応力すなわち破壊応力が、これより ϕ が大きいJやKのそれより格段に高いことである。この傾向は Bullen や Deruyttere³⁾の研究における破壊応力の方位依存性と同一の傾向にあり、破壊応力一定の法則は成り立たないという主張を支持する材料となるものである。

破壊応力は試験片表面の仕上げの程度や結晶内部の欠陥等の影響をうけやすく、またこれらの誤差要因はつねに破壊応力を低下させる。このような破壊現象の性質上、破壊応力は本来その値がばらつくものである。試験片Bの破壊応力として常圧力下の破断応力の平均値をとれば 5 500 g/mm² で、最高値をとれば 6 400 g/mm² である。これらの値は Gilman⁴⁾がBと似た方位の結晶を使って、常温、常圧力下で求めた破壊応力、6 400 g/mm² と同程度となっている。

第二の相違点は、Bでは破断応力がほぼ重量された圧力分だけ増加することである。いいかえれば破壊応力は圧力の影響を受けていない。これに対しKでは圧力による破断応力の変化が顕著でなく、破壊応力が圧力によって減少するかのように見える。

上の相違を説明するものとして曲げモーメントの効果が考えられる。本実験の場合には試験片の軸方向が固定されており、単一のすべり系が活動することによる引張軸の回転あるいは結晶面の回転がゆるされていないので、すべりが進行するにつれて曲げモーメントを生ずる。JやKでは底面すべりだけで変形するので、圧力が破壊をおさえる効果と、その結果すべりが増し、同時に曲げモーメントも大きくなって破壊をはやめる効果が相殺するものと考えられる。

一方Bにおいても破壊の前に底面すべりがみられるが、多くの系をもった二次のすべりや双晶などが活動することによって、発生した曲げモーメントもある一定量以上には増加しないものと思われる。

4・2 試験片形状の影響

試験片Bの破壊の挙動とKのそれとは定量的にも定性的にも相違があったが、へき開破壊する場合にはいずれもチャック部であるハンダ付け部分で破壊が起こるという点では違いはなかった。ここでは破壊挙動におよぼすチャック部の影響について考察を加える。

チャック部の近傍で破壊する要因としては、(1) Gilman⁴⁾の述べているように、引張り前の熱応力や、引張中の軸応力によって活動した底面上の転位が結晶とハンダの境界に集積して micro-crack が発生すること、(2)チャック部近傍の縁取り部分では応力が公称応力より高くなること、(3)変形によって生ずる曲げモーメントが頭部やねじ部で最大になること、などが考えられる。

本実験で用いてきた試験片は直径 4 mm の単結晶から有効部分の直径を 3.5 mm に仕上げたものであった。これをさらに 2.5 mm まで細めたJと同じ方位をもつ試験片は常圧力下ですでに底面すべりによる大きな変形を示し、へき開することはなかった。

G, E, D, Hについて、同じように化学研摩により標点部の直径を順次縮小してゆき、破断箇所がチャック部から標点部に移行する直径を調べた。これによれば直径を 2 mm 程度にすればチャック部での破断がさけられる。この場合標点部の応力はそれだけ縁取り部より高くなるわけであるから、破壊前の変形はおもにこの部分でおこる。この部分の表面は良好で転位はなめらかに表面にぬけることができ、集積することが少ない。Micro-crack の発生がおさえられれば(2)や(3)の効果も軽減され破壊応力は高められるわけである。事実Eにおいてはへき開破壊したもののでも破壊までに20%以上の伸びを示し、破面はだ円形を呈している。

4・3 塑性変形の様式

今回は ϕ が30°以下の試験片を引張変形させたわけであるが、底面すべり以外の機構が介入するのは領域I_aにある試験片の場合であった。これらの変形を確認する手段としてエッチピット法による転位の観察も試みたが、現在のところおもに金属顕微鏡によって結晶表面を観察している。

この領域に属する試験片のなかでも G($\phi=10.5^\circ$)とB($\phi=4^\circ$)では変形挙動にちがいがみられるが、ここではまずGの挙動について簡単に説明する。

Fig. 5 はGの荷重-伸び曲線の一例を示したものである。変形を中断したG8の外観や表面に残る変形の跡は破断に至る過程を示している。その外観を示したものがFig. 6であるが、このくびれは前報でも述べた特定のすべり、この場合は底面すべりのあとに起こるkinkの形成によるものであろう。くびれたあとは母結晶内の底面すべり、双晶変形、双晶内の底面すべり

Fig. 5. Nominal stress-strain curves for specimens G tested under pressures.

Fig. 6. Photograph showing the appearance of G 8 deformed under 3000 kg/cm².

Fig. 7. Micrograph showing the basal slip, twin and double slip of specimen G 8 pulled under 3000 kg/cm².

などがからみあいながらこの部分だけで変形が進むものと思われる。この部分の顕微鏡組織であるFig. 7には上に述べたような変形の模様が示されている。

これに対してBでは変形の特徴をあらわす模様が明らかでなく、現段階では変形の過程を論じがたいので、特異な現象をつぎに列挙するにとどめる。なおBとGの中間の ϕ をもつEやDは両者の中間的な挙動をとるというよりB、Gいずれかの挙動をとるようである。

(1) 大きな変形をした試験片の表面にもすべり線が

Fig. 8. Fracture of B 11 pulled under 3000 kg/cm².

Fig. 9. Micrograph showing the deformation pattern of B 3 pulled under 1000 kg/cm².

あまり観察されない。わずかに底面すべりによるものがチャック部近傍にみられるだけである。

(2) くびれの外観はGや領域Ⅲのように大きなkinkをとまう急激なものでなく、チャック部近傍から破断部までわずかつつ断面が減少している。なかにも二つの傾向があり、B 3, B 11は断面がだ円形で先端部は側面に二つのedgeをもつのみ状を呈している。Fig. 8はB 11の破断後の状況を示したものである。これに対してB 1, B 10の断面は三角形に近く、先端部に三つのedgeをもっている。

(3) Fig. 9はB 3のへんべいな側面の顕微鏡写真である。せん断形に破壊した試験片の側面にはこのような引張軸に対してある方向性をもった模様がみられる。へき開破壊したもので、25%ほど伸びたE 4の側面にはやはりこの種の模様がではじめている。

(4) 数10%の伸びを示した試験片でも結晶面はほとんど回転していない。これは破面が方位的に変形前の底面とほぼ等しく、この面が底面であることはつぎのようにして確認した。Fig. 10は20%近く伸びたのちにへき開したE 8の破面の顕微鏡写真であるが、この面上の3方向のtwin lamellaeがたがい60°あるいは120°の角をなして交わっていることからこの面は底面であるといえる。

(5) 破面にみられる双晶とは別に、B 2, 3, 9, 10, 12などの表面に引張変形中に形成されたと思われる双晶がみられるが、これらの双晶は領域Ⅲの試験片にみられるものよりtwin lamellaeは小さく、数も多く

Fig. 10. Micrograph showing the cleavage fracture surface of E 8 pulled under 250 kg/cm².

ない。なお双晶形成による応力の変動はほとんど装置に吸収され、荷重-伸び曲線上では検知されにくいものと考えられる。

試験片 B について、上述した変形挙動の特徴から考えられる可能な変形機構としては、多くの系をもつ二次のすべりの活動が考えられるが、これを証拠づけるすべり線などは観察されていない。少なくとも底面すべりの役割が他の方位のものほど大きくないと推定される。

5 ま と め

3 000 kg/cm² までの静水圧力下で、*c* 軸と引張軸のなす角 ϕ が 30° 以下の亜鉛単結晶について引張試験を行ない、つぎのような結果を得た。

(1) ϕ がこの範囲にある結晶は臨界の周囲圧力以下では底面でへき開破壊する。

(2) 静水圧力は圧縮成分として破断を押えるはたらしきをするが、破断点の上昇する度合いは結晶方位、塑性変形の様式、チャックの方法などにより異なる。

(3) 圧力が臨界値を越えるとへき開せず、ほとんどの結晶はおもに底面すべりで変形するが、 ϕ が小さくなるとともに、これに、kink、双晶、双晶内の底面すべりが加わり、くびれを生ずるようになる。

(4) ただし ϕ が 5° 以下になると底面すべりの活動なくくびれを発生してせん断形に破断する。

(昭和46年1月29日 高圧を利用した塑性加工シンポジウムにて講演)

参 考 文 献

- 1) 中島孝慈, 藤城郁哉, 栗田康二, 三井寿雄, 材料, **20**, 956 (1971).
- 2) Bullen, F. P., Trans. of Met. Soc. of AIME, **227**, 1 069 (1963).
- 3) Deruyttere, A., and G. B. Greenough, J. Inst. Met., **84**, 337 (1956).
- 4) Gilman, J. J., Trans. of Met. Soc. of AIME, **212**, 783 (1958).