べき乗則クリープにおける逆応力の概念*

ヨセフ・チャデック** 訳 及 川 洪†

1. はじめに

金属材料の高温クリープにおいて工学的に重要な特徴の1つは、クリープ速度が温度や応力に著しく影響されることである。現在、その温度依存性は比較的良く理解されている。しかし、応力依存性に関しては、複雑な挙動を示す工業材料のみではなく、純金属や純金属型挙動を示す固溶体合金の場合でもまだ説明されていない⁽¹⁾。

定常クリープ速度 $\dot{\epsilon}_s$ の温度および(外部)応力依存性は Dorn クリープ式と呼ばれる現象論的方程式で表示されるのが普通である。すなわち

$$\frac{\dot{\epsilon}_s b^2 k T}{D G \Omega} = A_n \left[\frac{\sigma_a}{G} \right]^n \quad (1)$$

ここで D は拡散係数、 A_n は無次元定数、 G は剛性率、 Ω は原子容、 b は Burgers ベクトルの長さ、 k は Boltzmann 定数、 T は(絶対)温度、 σ_a は外部応力、 n は外部応力指数である。融点で規格化された温度 T/T_m が 0.5 以上の場合には、 $\dot{\epsilon}_s$ は格子拡散に支配され、 D は格子拡散係数 D_L に一致する。 n は典型的には 5 となる。

低温で転位芯拡散が格子拡散よりも優勢になると、 $\dot{\epsilon}_s$ は転位芯拡散に支配され、式(1)の D は転位芯拡散係数 D_C に一致し、 n は 7 となる。 $\dot{\epsilon}_s$ は応力の n 乗に比例するので、この種のクリープをべき乗則クリープ

(power-law creep)と呼びクリープ速度が外部応力に(直接)比例する粘性クリープと区別されることが多い。

Weertman⁽²⁾ は、自然な仮定の下では、すべての理論的モデルは 3 乗則を導くことを 1975 年に示した。すなわち格子拡散支配の場合なら

$$\frac{\dot{\epsilon}_s b^2 k T}{D_L G \Omega} = A_3 \left[\frac{\sigma_a}{G} \right]^3 \quad (2)$$

となる。この 3 乗則はクリープ速度を Orowan の式、

$$\dot{\epsilon} = \phi \rho b v \quad (3)$$

で示すことができるとすれば、以下のようにごく自然に導かれる(ϕ は定数)。転位密度 ρ は σ_a の 2 乗に比例するので

$$\rho = (\alpha/b)^2 (\sigma_a/G)^2 \quad (4)$$

となり(α は定数)、さらに平均転位速度 v はどのモデルでも σ_a に比例する。したがって、 $\dot{\epsilon}_s$ は σ_a の 3 乗に比例することになる。

転位芯拡散の方が格子拡散より優勢であれば、 ρ は σ_a^2 に、また v は $\sigma_a \rho \propto \sigma_a^3$ に比例する。したがって、式(3)から自然な 5 乗則が成立する。すなわち、

$$\frac{\dot{\epsilon}_s b^2 k T}{D_C G \Omega} = A_5 \left[\frac{\sigma_a}{G} \right]^5 \quad (5)$$

クリープの転位機構を理解するためには、 $\dot{\epsilon}_s$ の理想的な(自然な)応力依存性と実際に観察される応力依存性との差を説明する必要がある。この種の説明として、結晶体の塑性変型では外部応力 σ_a の内の一部のみが働いているとする考えが広く受け入れられている。そこでは実際に作用している応力は外部応力 σ_a と逆応力 σ_B (back stress)との差として処理される。この逆応力 σ_B は温度、変形履歴の他に外部応力やひずみ速度にも依存するが、いつでも転位がすべり運動する際に遭遇する応力として解釈できるわけではない。

この逆応力の概念に従うと、 $\dot{\epsilon}_s$ は次式で表現される。すなわち

$$\frac{\dot{\epsilon}_s b^2 k T}{D G \Omega} = A_m \left[\frac{\sigma_a}{G} - \frac{\sigma_B}{G} \right]^m \quad (6)$$

ここで、 A_m は無次元定数である。 m は応力指数であるが、式(1)における現象論的外部応力指数 n とは一

* The Back-Stress Concept in Power-Law Creep of Metals.

この論文は J.Čadek 博士が日本学術振興会招へい研究者として来日し、1986 年 10 月日本金属学会名古屋大会において特別講演として報告される予定であったが、同博士の訪日は入国査証が発行されないために不可能となり、発表取消しとなったものである。

** Josef Čadek, チェコスロバキア科学アカデミー、物理冶金研究所副所長(ブルノ)。

† 東北大学教授; 工学部材料物性学科

Hiroshi Oikawa (Faculty of Eng., Tohoku Univ., Sendai)

Keywords: power-law creep, high temperature, pure metals, solid-solution alloys, internal stress, creep mechanism, steady-state creep behavior

1986 年 12 月 24 日受理

般に異なった値をとる。

以下では格子拡散支配条件下における逆応力概念のいくつかの様相について検討するが、まず逆応力の内に含まれる限界応力 threshold stress, 摩擦応力 frictional stress および内部応力 internal stress について述べる。

2. 限界応力, 摩擦応力および内部応力

今 $\dot{\epsilon}_s$ の外部応力感受性パラメータを

$$m' = \left[\frac{\partial \ln \dot{\epsilon}_s}{\partial \ln \sigma_a} \right]_T \quad (7)$$

と定義すると、式(6)との組合せで

$$m' = \frac{m\sigma_a}{\sigma_a - \sigma_B} \left[1 - \frac{\partial \sigma_B}{\partial \sigma_a} \right] \quad (8)$$

が得られる。ただし、指数 m は外部応力 σ_a には依存しないと仮定する。

もし逆応力 σ_B が外部応力に依存しなければ、それは真の限界応力 σ_{TH} として説明される。外部応力が σ_{TH} よりも低ければ、クリープはまったく生じない。あるいは少なくとも同じ機構によるクリープは生じない。指数 m' は $\sigma \rightarrow \sigma_{TH}$ で無限大に近づき、 $\sigma \gg \sigma_{TH}$ ならば m に近づくので、 $\log(\dot{\epsilon}_s/D) - \log(\sigma/G)$ の関係は図1に示すような曲線となる。真の σ_{TH} は析出強化あるいは分散強化合金のクリープで認められることがある。純金属のべき乗則クリープにおける限界応力の存在は自然な3乗則を説明するために Derby-Ashby⁽³⁾によって考えられたが、実験的な証拠はほとんど見当たらない。

Wilshire 達⁽⁴⁾に代表される多数の研究においては、逆応力 σ_B は摩擦応力 σ_0 と見なされている。この σ_0 は外部応力を微小量だけ順次減少させる手法によって測定される(図2)。 σ_0 は潜伏期間 $\sum_k \Delta t_k$ が理論的に無限と

図1 式(6)において逆応力 σ_B が外部応力 σ_a に依存しない限界応力 σ_{TH} である場合の $\dot{\epsilon}_s/D$ と σ/G との関係(模式図)。

図2 無限大潜伏時間法による摩擦応力 σ_0 の測定。外部応力の微小量 $\Delta\sigma$ の順次減少に伴うひずみ-時間曲線の模式図。

なる状態での残留応力 $(\sigma - \sum_k \Delta\sigma_k)$ である。ここで $\Delta\sigma_k$ は k 番目の応力減少量であって、その後 Δt_k だけ潜伏期間が続く。Wilshire 達⁽⁴⁾⁽⁵⁾はこの σ_0 をサブバウンダリーとサブグレイン内3次元転位網との両者を含む転位組織の特性であると考えている。すなわち、応力 σ_0 はサブグレイン寸法と全転位密度、したがって σ_a に依存している。ただし、 σ_0 は転位網の個々の転位連結長さには依存しない⁽⁶⁾。この σ_0 の解釈によれば、転位の各連結(links)は回復によって解放されないかぎり移動しないので、個々の連結に作用している全内部応力は外部応力に等しいことになる。転位は結合から解放されると、急速に次の障害物まで移動する。この意味では、変形それ自身は非熱活性なものである。

細心の注意を払った我々の実験では、わずかな外部応力減少に伴う潜伏期間はまったく認められていない。実際には、図3に示すように、ある臨界値 $\Delta\sigma = \Delta\sigma_c$ の応力減少を行った時にのみ潜伏期間が認められる⁽⁷⁾。同様の観察が多数の研究者⁽⁸⁾によって報告されている。各研究グループによる観察結果の差異はまだ未解決のままであり、以下では σ_B と σ_0 との対比は考えないことにする[†]。

逆応力 σ_B はしばしば応力急減法** dip test technique で測定される内部応力と理解される⁽⁷⁾⁽¹⁰⁾⁽¹¹⁾。内部応力

† Wilshire 達は最近⁽⁹⁾この摩擦応力概念を放棄したように思われる。

** (訳者注) dip test(応力急減試験法)は、応力急減後に測定するものによって2種に区別される。応力急減後に(試料)全長を一定に保ちつづけるために必要な(外部)応力の時間変化を追跡するものが stress-transient dip test(応力せん移-応力急減法)であり、応力急減の後に一定外部応力のままで保持して(試料)の変形の時間変化を追跡するものが strain-transient dip test(ひずみせん移-応力急減法)である。

内部応力とその測定法についての一般的説明に関しては下記文献が参考となる。

長谷川 正, 及川 洪: 日本金属学会会報, 11 (1972), 192.

吉永日出男: 日本金属学会会報, 16(1977), 197.

図3 ひずみせん移応力急減法による内部応力 σ_i の測定．応力急減直後に $\dot{\epsilon}_0 = 0$ となる応力限量を $\Delta\sigma_c$ とすれば，内部応力は $\sigma_i = \sigma - \Delta\sigma_c$ ．平均有効応力は $\sigma^* = \sigma - \sigma_i = \Delta\sigma_c$ ．

σ_i は応力減少直後に応力緩和速度(応力せん移-応力急減法 stress-transient dip test)⁽¹²⁾あるいはひずみ速度(ひずみせん移-応力急減法 strain-transient dip test)⁽¹³⁾が零となるような応力値($\sigma - \Delta\sigma_c$)として定義されている．臨界の外部応力削減量 $\Delta\sigma_c$ は平均有効応力 σ^* と定義されるので，結局外部応力 σ_a は次式で表現されることになる．

$$\sigma_a = \sigma_i + \sigma^* \quad (9)$$

この内部応力 σ_i は転位がすべり運動する際に他の転位の存在に基づいて受ける逆応力であるとして説明される⁽¹⁴⁾．測定される σ_i に関する考察はすべて転位の運動に対して適用されるものである．これは応力急減法の原理から直接的に導かれる．

定常クリープでは σ_i は一般に σ_a および T の関数である．もし定常状態でなければ， σ_i はひずみにも依存する⁽⁷⁾．内部応力が存在するために，もし外部応力 σ_a を $\Delta\sigma > (\sigma_a - \sigma_i)$ だけ減少させると，ある転位は外部応力に対抗する内部応力の作用によって移動し，逆方向のひずみを生じる(図3)．

塑性変形の確率過程論に基づいて，Dobeš⁽¹⁵⁾はひずみせん移応力急減試験法に良く適用できるモデルを提出した．このモデルにより求められる有効応力値は応力急減法によって実験的に得られる値と良い一致を示す．しかし，この応力急減法には測定中に転位過程が介入するので，何人かの研究者^{(16)~(18)}によって改良法が提案されている．当摩たち⁽¹⁶⁾はこの応力急減法が原理的に適用できる条件を明確にし，本法の誤差を最小とすために外挿法を提案した．この改良法で得られる内部応力値は，当初の単純法よりも高い値であるが，その温度および応力依存性は本質的には変わらない．Blum-Finkel⁽¹⁸⁾によって提案された改良法についても同様のことが言える．

以下の解析では内部応力あるいは有効応力の温度および外部応力依存性のみを問題とし，次節ではひずみせん

移応力急減試験⁽⁷⁾によって得られた σ_i 測定結果について論じる．

3. 測定された内部応力によるクリープの解釈

ひずみせん移応力急減法によって得られた内部応力 σ_i と外部応力 σ_a との関係の一例を図4⁽¹⁹⁾に示す．図からわかるように Fe-21Cr-37Ni 固溶体合金†の 873 K ~ 1023 K における定常クリープの場合には，測定された σ_i は σ_a 増加に伴って非直線的に増加し，温度上昇に伴って減少する．

図4 Fe-21Cr-37Ni 固溶体合金の定常クリープにおける内部応力 σ_i (ひずみせん移応力急減法による)の外部応力および温度依存性⁽¹⁹⁾．

図5 Fe-21Cr-37Ni 固溶体合金の 873~1023 K における定常クリープ速度 $\dot{\epsilon}_0$ と外部応力 σ_a との関係⁽¹⁹⁾．

† この合金は本報で議論しているような実験条件では良く発達したセル組織を示す．第4節で取扱う 18Cr-10Ni(304)や 16Cr-13Ni-2.5Mo(316) オーステナイト系ステンレス鋼も同様である．

この合金では $\dot{\epsilon}_s$ は $(\sigma_a/G)^{5.4 \pm 0.1}$ に比例し、また明らかに格子拡散支配である⁽¹⁹⁾。このことは $\dot{\epsilon}_s b^2 kT / \bar{D}_L G \Omega$ と σ_a/G の関係を示した図 5 から明らかである。ここで $\bar{D}_L$ は固溶体の全構成元素 Fe, Cr, Ni の格子自己拡散が関与する格子拡散係数を示し、 $\bar{D}_L = \bar{D}_{L0} \exp(-\Delta \bar{H}_L / RT)$ において、 $\bar{D}_{L0} = 5.12 \times 10^{-4} \text{ m}^2/\text{s}$, $\Delta \bar{H}_L = 298.7 \text{ kJ/mol}$ である⁽²⁰⁾⁽²¹⁾。

Argon-Takeuchi⁽²²⁾ に従えば、自然な 3 乗則は σ_i を導入することによって変わる。すなわち式 (2) において σ_a を差 $(\sigma_a - \sigma_i)$ に代えれば

$$\frac{\dot{\epsilon}_s b^2 kT}{\bar{D}_L G \Omega} = A_3' \left[\frac{\sigma_a}{G} - \frac{\sigma_i}{G} \right]^3 \quad (10)$$

となる。式 (10) は式 (6) で $D = D_L$, $\sigma_B = \sigma_i$, $m = 3$ としたものと同じ。クリープの見かけの活性化エネルギー Q_C を

$$Q_C = \left[\frac{\partial \ln \dot{\epsilon}_s}{\partial (-1/RT)} \right]_{\sigma_a} \quad (11)$$

と定義すると、式 (10) から次式が導かれる。すなわち

$$Q_C = \Delta \bar{H}_L - RT - \frac{3RT^2}{G} \left[\frac{G}{\sigma_a - \sigma_i} \left(\frac{\partial \sigma_i}{\partial T} \right) + \frac{2}{3} \frac{dG}{dT} \right]. \quad (12)$$

右辺括弧内の 2 項は、 G も σ_i も T 上昇に伴って減少するので、負である。したがって、クリープの真の活性化エンタルピー $\Delta H_C \equiv \Delta \bar{H}_L$ を得るためには、 Q_C に対し G の温度依存性 (図 5) のみでなく σ_i の温度依存性に関する補正も行う必要がある。しかし図 5 からわかるように実験点はほぼ 1 本の直線上に乗っており、 σ_i の温度依存性に基づく Q_C に対する補正はごく小さい。たとえば、図 4 に示す条件では $dG/dT = -30.9 \text{ MPa/K}$ であるのに対し、 $d\sigma_i/dT = -0.5 \text{ MPa/K}$ ($\sigma_a = 250 \text{ MPa}$) でしかない。そこで以下では σ_i の温度依存性は無視することにする。

式 (10) と式 (1) の対比から、

$$\frac{\sigma_i}{G} = \frac{\sigma_a}{G} - C \left[\frac{\sigma_a}{G} \right]^\beta \quad (13)$$

が得られる。ここで $C = (A_n/A_3)^{1/3}$, $\beta = n/3$ である。いま σ_i のわずかな温度依存性を無視して、図 4 に示したデータ点を $\sigma_i/G - \sigma_a/G$ 図に描き (図 6), $\beta = 5.4/3 = 1.8$ として C を求めると、 $C = 12.1$ が得られる。図 7 にこのようにして求めた有効応力 $C(\sigma_a/G)^\beta$ と規格化クリープ速度との関係を示す。図から $A_3 = 2.57 \times 10^2$ † および有効応力指数 3.01 ± 0.05 が得られる。

以上の手法は $[(\sigma_a/G) - (\sigma_i/G)]$ が $(\sigma_a/G)^\beta$ ($\beta > 1$) に比例して増加する場合に成立し、Al⁽²³⁾, α -Fe⁽²⁴⁾, α Cu-Zn 合金⁽²⁵⁾, Ni-Cr オーステナイト系ステンレス

図 6 剛性率で規格化した σ_i と σ_a の関係 (図 4 と同じ実験データ)。実線は式 (13) において $C = 12.1$, $\beta = 1.8$ とした場合の曲線。

図 7 Fe-21Cr-37Ni 合金における規格化クリープ速度と規格化有効応力 $(\sigma_a - \sigma_i)/G = C(\sigma_a/G)^\beta$ との関係。

鋼⁽¹⁰⁾⁽¹¹⁾⁽²⁶⁾などに適用されている。この処理は現象論的なものであるが、自然な 3 乗則クリープ式において外部応力 σ_a を単純に外部応力と内部応力との差 $(\sigma_a - \sigma_i)$ によって置換えたものではない。ここでは、 σ_i は式 (1) における外部応力指数 n によって σ_a に関係付けることができるという条件を満たしている必要がある。

上記解析結果は測定される内部応力の本性についてのより深い考察を行うことによって実体化させることが可能である。最近多数のグループで、クリープ中に形成される転位組織の定量的特性と測定される σ_i とを結び付ける研究が行われている。以下ではひずみせん移応力急減法によって求められる内部応力を転位組織の軟い領域と硬い領域のモデルに基づいて検討することにする。

† この A_3 の値と図 5 で得られる $A_n = 5.02 \times 10^6$ とからは $C = (A_n/A_3)^{1/3} = 12.5$ となる。この値は図 6 から求められた $C = 12.1$ と良い一致を示す。

4. 転位組織の硬軟 2 領域モデルと観測される内部応力

Nix-Ilschner⁽²⁷⁾は純金属とサブグレイン形成(純金属型挙動)固溶体合金の高温クリープを説明するために、転位組織の硬・軟 2 領域モデルを 1979 年に提案した。単純化して言えば、このモデルは単相系を転位密度の極端に異なる領域の複合材と見なし得ると言う立場に基づいている。このモデルは最近 Mughrabi⁽²⁸⁾によってさらに進展させられ、純金属および固溶体合金の塑性挙動に関する多くの現象の説明に極めて有用であることが示されている。

純金属によって代表される純金属型クリープ挙動では、1 次クリープ中に生じる転位分布の 3 次元的不均一化が特徴的なものである。この過程によって最終的にはセルあるいはサブグレイン組織が形成される。定常状態はこのセルあるいはサブグレイン組織が完全に発達した時点から開始されるものと一般に信じられている。セル壁内では転位密度は高いが、セル内部では転位密度は普通 1/10 以下である。したがって、セル壁に働くせん断応力 τ_w とセル内部に働くせん断応力 τ_c とは異なっており、 τ_w は外部応力より高く(硬い領域)、 τ_c は逆に外部応力より低い(軟い領域)。この様子は図 8 に模式的に描かれている。Gibeling-Nix⁽²⁹⁾は $\alpha \approx 0$ すなわちサブバウンダリーの場合にも類似の状況となることを示した。すなわち、サブバウンダリー近辺の局部応力は外部応力によるサブバウンダリーの張り出しに関係している。

Morris-Martin⁽³⁰⁾は Al-11Zn 固溶体合金のクリープで形成されるサブグレイン組織について局部応力を測

図 8 転位組織の硬・軟 2 領域モデルにおけるセルとセル壁(幅 a)にわたる局部応力分布の模式図。外部せん断応力 τ_a の下でセル壁内(硬い領域)では $\tau_w > \tau_a$ 、またセル内部(軟い領域)では $\tau_c < \tau_a$ の局部せん断応力が働く。外部応力が急激に除かれると、軟い領域では逆方向内部せん断応力 τ_{iB} が、また硬い領域では順方向内部せん断応力 τ_{iF} が働く。

定した。サブバウンダリー(硬い領域)近くでは局部応力は外部応力の 10 倍に達するが、サブグレイン内部(軟い領域)では局部応力は外部応力よりもかなり低い。

硬い領域では局部応力は順方向(外部応力と同じ方向)の内部応力であり、その大きさはセル壁あるいはサブバウンダリーを形成している転位の密度、ひいては外部応力および温度の関数である。一方、軟い領域では外部応力と局部応力との差は逆方向(外部応力に対抗する方向)の内部応力であり、その大きさはサブバウンダリーと無関係な(自由)転位の密度の関数である。したがって軟い領域の局部応力も外部応力および温度の関数となる。

この硬軟 2 領域モデルは我々の研究室で行われた定常クリープ中の完全除荷試験の結果と良い一致を示す。完全除荷試験では、 σ_a で定常状態まで変形させて転位組織をその応力、温度にふさわしいものまで発達させた後、外部応力を $\sigma_r \ll \sigma_a$ まで低下し、その後のひずみの変化を記録する(図 9)。除荷直後に極めて速い逆方向ひずみ(試片の収縮)を生じ、その後時間に依存する遅い逆方向ひずみを生じる。ある時間経過後、逆方向ひずみ速度は零となり、続いて順方向ひずみ(試片伸長)を生じる。順方向ひずみ速度は一度最大値を取った後ゆっくりと減少し、ついには測定できない値となる。ここで注目すべきことは、 σ_r はほとんど零であるにもかかわらず、順方向(除荷前のクリープと同じ符号)のひずみを生じることである。

逆方向ひずみ ϵ_B の時間依存性の例として図 10(a)に低炭素 18Cr-10Ni (AISI 304) ステンレス鋼について得られた結果⁽³¹⁾を示す。図ではヤング率から求められる弾性的な縮みは除いてある。黒丸は $\dot{\epsilon}_B = 0$ つまり順方向ひずみ開始点を示す。逆三角はクリープ応力に相当する弾性ひずみ ϵ_e を示しているが、 ϵ_B はほぼこの値に匹敵する量であることがわかる。

図 10(b)にはひずみ速度零となった時点を基準にして、順方向ひずみ ϵ_F の時間依存性を示してある。 ϵ_F の最大値は ϵ_B 最大値の約 1/4 であり、同様の結果が α -Zr⁽³²⁾ や α Fe⁽³³⁾ でも得られている。

図 9 定常クリープにおける完全除荷に伴うひずみ変化の模式図。

図10 18Cr-10Ni オーステナイト系ステンレス鋼の 973 K 定常クリープにおける外部応力完全除荷後 ($\sigma_a - \Delta\sigma = 0$) における非弾性変形⁽³¹⁾ (a) 逆方向ひずみ ε_B (ヤング率から計算される弾性ひずみを除いた値) の時間 t_B による変化. ε_e は各外部応力に相当する弾性収縮に相当するひずみ量. (b) 最大逆方向ひずみ ($\dot{\varepsilon}_i = 0$) となった時間以後 (t_F) の順方向ひずみ ε_F .

順方向変形は外部応力がほぼ零の状態で生じるので、除荷試片中で作用する順方向内部応力によるものとして理解される。

逆方向のひずみに対しては少なくとも 2 つの過程が寄与している。すなわち、(i) 外部応力 σ_a の下での定常変形時に張り出していた 3 次元転位網のリンクが直線にもどる。この過程によって逆方向擬弾性ひずみを生じる。(ii) 軟い領域中の転位が硬い領域へ逆方向に移動し、逆方向クリープを生じる。この二者は現象論的には区別することは難しい。後者(逆方向クリープ)は軟い領域に作用している逆方向内部応力によって生じている。この説明は、Hausselt-Blum⁽³⁴⁾ によっても支持されている。彼らは Al-11Zn 固溶体合金において、サブグレイン内の転位密度は応力減少後 100~200 s たつと減少後の応力(零ではない)での定常状態における値に到達することを示した。しかし、平均サブグレイン径やサブバウンダリーを形成している転位の密度は、この時間内では検出可能なほどの変化を示さない。

この説明は、定常状態で完全除荷した後の逆方向変形中における内部応力測定結果によっても支持される。この種の測定は適当に改良されたひずみせん移応力急減

図11 16Cr-13Ni-2.5Mo オーステナイト系ステンレス鋼の定常クリープにおける完全除荷後の観測内部応力 σ_i と経過時間の関係。

法⁽³⁵⁾で行われているが、たとえば図 11 に示す低炭素 16Cr-12Ni-2.5Mo 鋼の場合のように、内部応力は時間経過と共に急激に減少する。応力除去後 100 s の間に内部応力値は除荷前定常値の 1/10 に低下する。この時間中にサブグレイン内(軟い領域)の転位密度は著しく減少するが、サブバウンダリー構造の変化は認められない。したがって、観測された内部応力の減少は軟い領域における転位密度減少に帰されることになる。

改良法によって測定された逆方向変形中の内部応力に関する結果から、応力急減法で測定される内部応力は軟い領域に作用している内部応力レベルであることがわかる。この指摘は測定される内部応力は自由転位(サブグレイン内転位)の密度に密接に関連している⁽³⁶⁾ というよく知られた事実によっても裏付けられる。

最近 Nix-Gibeling-Hughes⁽³⁷⁾ によって提案された複合領域モデルに従えば、純金属およびサブグレイン形成固溶体合金の高温変形を支配しているのは、軟い領域ではなく、硬い領域の方であるように思われる。そうすると、この予想と、実際のクリープは軟い領域に作用している逆方向内部応力によって現象論的に良く説明できるという事実とをどのように調和させるかという問題を生じる。この問題に対する答えは、多分、硬い領域で働いている高い順方向内部応力と軟い領域で働いている逆方向内部応力との間に単純な関係があるということにある。

硬、軟各領域で作用している局部せん断応力 τ_w, τ_c は次式で表現される⁽²⁸⁾。

$$\tau_w = \tau_a + f_c G(\gamma_c - \gamma_w) \quad (14a)$$

$$\tau_c = \tau_a - f_w G(\gamma_c - \gamma_w) \quad (14b)$$

ここで τ_a は外部せん断応力、 f_c と f_w はそれぞれ軟い領域(セル)と硬い領域(セル壁)とのすべり面上での面積分率($f_c + f_w = 1$)、また $(\gamma_c - \gamma_w) > 1$ はセル/セル壁境界における塑性ひずみ不一致量である。式(14a)と式(14b)から

$$\tau_a - \tau_c = (\tau_w - \tau_a)(f_w / f_c) \quad (15)$$

であるので、測定される有効応力を τ_c と見なせば

$$\tau_i = (\tau_w - \tau_a)(f_w/f_c) \quad (16)$$

が得られる。ここで τ_i は測定される内部せん断応力である。このように、セルあるいはサブグレイン内部の逆方向内部応力を現わしている観測された内部応力というのは、一定外部応力の下での順方向内部応力と、 f_w/f_c を決定しているセル壁あるいはサブバウンダリー組織とに密接に関係している。

上記の考察はすべて現象論であり、クリープにおける内部応力に対する合理的な理論が望まれることは明らかである。次節では、Argon-Takeuchi⁽²²⁾によって提出された理論について簡単に触れ、先に示した Fe-21Cr-37Ni 固溶体合金に対する $\dot{\epsilon}_s$, σ_i の測定結果と比較してみる。

5. Argon-Takeuchi の理論

Argon-Takeuchi による内部応力の理論では、クリープにおける σ_i の起源は σ_a によって生じるサブバウンダリーの張り出しであるとされている。この仮定の下で、彼らは σ_i として

$$\sigma_i = \kappa K G \theta \frac{1-\nu}{\pi} \left[\frac{\sigma_a}{K G \theta} \right]^{2/3} \quad (17)$$

を導いた。ここで κ は定数(0.317), θ はサブバウンダリーの平均方位差角度, K はサブグレイン粒径 d_s と外部応力 σ_a との関係をつなぐ式, $(d_s/b) = K(G/\sigma_a)$, における係数である。彼らによれば、この理論から導かれる σ_i の σ_a 依存性は 8 種の純金属および固溶体合金について得られている実験値(我々の研究室で得られた結果⁽⁷⁾⁽²³⁾⁽²⁴⁾⁽³⁸⁾を含む)の σ_a 依存性とほぼ一致している。

式(10)と式(17)から定常クリープ速度として次式が得られる。

$$\frac{\dot{\epsilon}_s b^2 k T}{D_L G \Omega} = A_{AT} \left[\frac{\sigma_a}{G} - \frac{\kappa(1-\nu)}{\pi} (K \theta)^{1/3} \left[\frac{\sigma_a}{G} \right]^{2/3} \right]^3 \quad (18)$$

この式と式(7)から、定常クリープ速度の外部応力指数 m' は

$$m' = \frac{3\sigma_a}{\sigma_a - \sigma_i} \left[1 + \frac{2}{3} \frac{\sigma_i}{\sigma_a} \right] \quad (19)$$

となる。この m' と σ_i/σ_a の関係は図 12 で“理論値”と書かれている曲線のようになる。 m' は $\sigma_i = 0$ における値 3 (式(8)と比較)から σ_i/σ_a の増加と共に増加し、 $\sigma_i/\sigma_a = 0.90$ では ~ 14 となる。図 12 中には Fe-21Cr-37Ni 固溶体合金について実験的に得られた m' (実験値)と観測された σ_i/σ_a との関係も示してある($m' = n = 5.4$ (図 4, 5))。図からわかるように、Argon-Takeuchi の理論と実験結果は満足できるほど一致しているわけで

図12 式(7)の m' (定常クリープ速度の外部応力感受性パラメータ)と σ_i/σ_a との関係。理論曲線は Argon-Takeuchi の理論(式(18))によるもの。実験値(Fe-21Cr-37Ni 固溶体合金)は図 5 から得られる $m' = n = 5.4$ と図 4 から得られる σ_i/σ_a の範囲。

はない。純金属や純金属型挙動を示す固溶体について報告されている他のデータ⁽¹⁰⁾⁽²⁶⁾を用いても同様の結論となる。

Argon-Takeuchi は彼らの理論を $\sigma_a = (10^{-4} \sim 10^{-3}) G$ の範囲の実験結果と比較し、両者はほぼ一致としている。しかし、この結論は内部応力の実測値について得られたものでなく、上記応力範囲に対して理論から導かれる平均 m' 値と通常認められる応力指数 $n = 4 \sim 5$ との単純な比較によって得られたものである。以上のように理論と実測の一致は必ずしも良いわけではないが、この理論によって純金属および純金属型挙動を示す固溶体合金のクリープにおける内部応力についての理解が深められたことは明らかである。

6. お わ り に

1. 純金属および純金属型挙動を示す固溶体合金の定常クリープにおける(観測内部応力/外部応力)の値は合金型挙動を示す固溶体合金の場合よりも著しく高いということは良く知られている。このことを最も良く立証したのは 1972 年に報告された長谷川-池内-辛島の研究⁽³⁹⁾である。彼らは Cu-16Al 固溶体のクリープにおける合金型挙動から純金属型挙動へのせん移がセル組織形成のみではなく、同時に σ_i/σ_a 比の増加にも関連していることを示した。クリープにおける内部応力の理論では、応力急減法で測定される高い内部応力レベルはク

リープ中におけるセルあるいはサブグレイン組織の発達に伴うものであるという事実を必ず取り入れていなければならない。この意味で、Argon-Takeuchi の理論⁽²²⁾は、限界はあるものの、著しい進歩を示すものである。

本報で示したように、純金属およびサブグレイン形成固溶体合金のクリープは観測される内部応力によって比較的良く説明される。しかし、この説明は現象論的なものであって、高温クリープ機構の理解にはほとんど寄与しない。観測される内部応力は多分軟い領域で働いている逆向き内部応力レベルを示すものである。しかしクリープ速度の温度および応力依存性を支配している転位過程は、おそらく高い順方向内部応力が作用している硬い領域で働くものである。このことは最近発表された Nix-Gibeling-Hughes⁽³⁷⁾による純金属の時間依存塑性変形のモデルに完全に合致する。Martin 達⁽⁴⁰⁾の優れた研究のようなセル壁、サブバウンダリーの構造やクリープ中にそこで生じる過程についての詳細な研究が強く望まれる。

2. 応力急減試験法には、明らかに原理的な制約がある。この条件については Toma 達⁽¹⁶⁾, Dobeš⁽¹⁷⁾, Blum-Finkel⁽¹⁸⁾ その他⁽⁴¹⁾によって論じられたが、観測される内部応力あるいは有効応力による純金属のクリープを説明する試みがこの制約によってすべて無効になるわけではない。それにしても、純金属や純金属型挙動を示す固溶体合金の高温クリープ機構の理解をさらに進めるためには、第 1 に合理的な内部応力に関する理論が望まれる。硬・軟 2 領域モデルは単純ではあるが、その種の理論の発展のための有望な原点であろうと思われる。

3. Stoker-Ashby⁽⁴²⁾は式(1)の定数 A_n と n とは独立ではないことに気付き、次の実験的関係式を提唱した。すなわち

$$\ln A_n = B_1(n - B_2). \quad (20)$$

定数 B_1 , B_2 はその後 Brown-Ashby⁽⁴³⁾によって修正された。Derby-Ashby⁽³⁾は逆応力をクリープ式に導入し、 $A_n \sim 1$, $n = 3$ として式(20)を説明できることを示した。これに従って、式(7)で定義される見かけの応力指数あるいは応力感受性パラメータ m' が求められる。式(20)で示される関係が存在することは、逆応力を含んだ自然な 3 乗則の普遍的クリープ則を支持する証拠と考えられる。

Derby-Ashby⁽³⁾は逆応力 σ_B は (a)一定の限界応力 σ_{TH} あるいは (b)回復可能な内部応力 σ_i と限界応力 σ_{TH} との和で表される逆応力のいずれかであると考えた。いずれの場合でも、 σ_{TH} , σ_i/σ_a 共に外部応力の関数であるから、 m' は外部応力に依存するような解析結果となる。これは純金属および固溶体合金に関する実験結果に反する。

自然な 3 乗則クリープについて Horita-Langdon⁽⁴⁴⁾

は別の説明を試みた。これは Walser-Sherby⁽⁴⁵⁾の組織的要請と対比できるものである。Horita-Langdon は逆応力の代わりに転位分布の均一度に関連する基準応力というものを導入したが、この現象論的アプローチについては他で議論する⁽⁴⁶⁾。

4. 最後に、Weertman⁽⁴⁷⁾は最近格子拡散支配条件の下における純金属のクリープに対して自然な 5 乗則を提案していることを指摘しておきたい。Weertman の解析で用いられている転位モデルは高温クリープ中の転位網の挙動に関する高圧電子顕微鏡観察⁽⁴⁰⁾に基づいている。この解析は純金属の高温クリープ機構の理解について疑いなく進歩をもたらしたものであるが、それに関する議論は別の機会に譲る。

この報告に対して有益な意見を寄せられた本研究の共同研究者 F.Dobeš, K.Milička, A.Orlová 各博士に感謝いたします。

文 献

- (1) H.Oikawa and T.G.Langdon : in "Creep Behaviour of Crystalline Solids", B.Wilshire and R.W.Evans (Eds.), Pineridge Press, Swansea, (1985), p.33.
- (2) J.Weertman : in "Rate Processes in Plastic Deformation of Materials", J.C.M.Li and A.K.Mukherjee (Eds.), ASM, Metals Park, (1975), p.315.
- (3) B.Derby and M.F.Ashby : Scr. Metall., 18(1984), 1079.
- (4) J.D.Parker and B.Wilshire : Met. Sci., 12(1978), 453.
- (5) H.Burt, J.P.Dannison and B.Wilshire : Met. Sci., 13(1979), 295.
- (6) J.C.Gibeling and W.D.Nix : Mater. Sci. Eng., 45(1980), 123.
- (7) M.Pahutová and J.Čadek : Mater. Sci. Eng., 11(1973), 151.
- (8) W.R.Torpe and J.O.Smith : Acta Metall., 26(1978), 835.
- (9) R.W.Evans, W.J.F.Roach and B.Wilshire : Scr. Metall., 19(1985), 999.
- (10) M.Polesná, M.Pahutová and J.Čadek : Res Mech., 15(1985), 129.
- (11) K.Milička : D. Sc. Thesis, Inst. Phys. Metall., Brno, (1985).
- (12) G.B.Gibbs : Philos. Mag., 13(1966), 317.
- (13) C.N.Ahlquist and W.D.Nix : Scr. Metall., 3(1969), 679.
- (14) I.Saxl and F.Kroupa : Phys. Stat. Solidi(a), 11(1972), 167.
- (15) F.Dobeš : Acta Metall., 28(1980), 337.
- (16) K.Toma, H.Yoshinaga and S.Morozumi : Trans. JIM, 17(1976), 112.
- (17) F.Dobeš : Scr. Metall., 14(1980), 215.
- (18) W.Blum and A.Finkel : Acta Metall., 30(1982), 1705.
- (19) E.Hajná, M.Pahutová and J.Čadek : Kov. Mater., 23(1985), 174.
- (20) B.Million, J.Růžicková and J.Vřešťál : Mater.Sci. Eng., 72(1985), 85.
- (21) B.Million : Inst. Phys. Metall., Brno, (1983).
- (22) A.S.Argon and S.Takeuchi : Acta Metall., 29(1981), 1877.
- (23) Z.Tobolová and J.Čadek : Philos. Mag., 26(1972), 1419.
- (24) M.Pahutová, A.Orlová, K.Kuchařová and J.Čadek : Philos. Mag., 28(1973), 1099.
- (25) T.Hostinský and J.Čadek : Philos.Mag., 31(1975), 1177.
- (26) J.V.Dyomina, L.J.Ivanov M.Pahutová, A.Orlová and J.Čadek : Acta Tech. ČSAV (Czech. Acad. Sci.), in press.

- (27) W.D.Nix and B.Ilschner: in "Strength of Metals and Alloys", P.Haasen, *et al.*, (Eds.), Pergamon Press, Oxford, (1979), p.1503.
- (28) H.Mughrabi: Acta Metall., 31(1983), 1367.
- (29) J.C.Gibeling and W.D.Nix: Acta Metall., 28(1980), 1743.
- (30) M.A.Morris and J.-L.Martin: Acta Metall., 32(1984), 549, 1609.
- (31) M.Pahutová, J.Čadek and P.Ryš: Scr. Metall., 11 (1977), 1061.
- (32) M.Pahutová, J.Čadek and P.Ryš: Mater. Sci. Eng., 39 (1979), 169.
- (33) E.Konečná, M.Pahutová and J.Čadek: Kov.Mater., 19 (1981), 123.
- (34) J.Hauselt and W.Blum: Acta Metall., 24(1976), 27.
- (35) M.Pahutová, K.Kuchařová, J.Čadek and V.Černý: Mater. Sci. Eng., 62(1983), 25.
- (36) A.Orlová: KoV. Mater., 24(1986), 305.
- (37) W. D. Nix, J. C. Gibeling and D. A. Hughes: Metall. Trans., 16A (1985), 2215.
- (38) M.Pahutová, T.Hostinský and J.Čadek: Acta Metall., 20(1972), 693.
- (39) T.Hasegawa, Y.Ikeuchi and S.Karashima: Met. Sci. J., 6(1972), 78.
- (40) D.Caillard and J.-L.Martin: Acta Metall., 30(1982), 437, 791; 31(1983), 813.
- (41) G.J.Lloyd and R.J.McElroy: Acta Metall., 22(1974), 339.
- (42) R.L.Stoker and M.F.Ashby: Scr. Metall., 7(1973), 115.
- (43) A.M.Brown and M.F.Ashby: Scr. Metall., 14(1980), 1297.
- (44) Z.Horita and T.G.Langdon: Scr. Metall., 17(1983), 665.
- (45) B.Walser and O.D.Sherby: Scr. Metall., 16(1982), 213.
- (46) J.Čadek: *Creep in Metallic Materials*, Elsevier Amsterdam, in press.
- (47) J.Weertman: in "Creep and Fracture in Engineering Materials and Structures", B.Wilshire and D.R.J.Owen (Eds.), Pineridge Press, Swansea, (1984), p.1.

日本金属学会会報 第 26 卷 第 6 号予告

〔解説〕

金属粉・セラミックス粉の射出成形……荒木田 豊

〔最近の研究〕

アモルファス金属の部分構造……福永俊晴
鋼の包晶反応と δ/γ 変態に伴う溶質元素
の再分配……溝口庄三

〔講義〕

金属酸化物中の拡散—エレクトロニクス材
料を中心として—第 4 回拡散におけるカッ
プリング現象……永田和宏 後藤和弘

〔トピックス〕

球晶と対応格子——胆石形成過程のスペキ
ュレーション……小松 啓

〔談話室〕

中小企業における人材開発……栗田澄彦
先端技術の難関に直面する金属系工学科の
独創性に期待する……佐野幸吉
高温超電導材料……野口精一郎
——創立 50 周年記念特別講演会要旨——

主題：材料研究の現状と将来への展望

技術革新におけるエレクトロニクス

材料……西澤潤一

技術革新における高温材料……雑賀喜規

ステンレス鋼の将来展望……甲斐 幹

日本金属学会誌 第 51 卷 第 5 号目次

50%Cr 近傍の組成を持つ Fe-Cr 合金のス ピノーダル分解 桑野 寿 飯岡淳弘 濱口由和… 385	転位ループ導入による FCC 金属の塑性変 形の不均一化促進 徳納一成 北島貞吉 中村祐三 木下智見 篠原和敏… 390
Ni ₃ (Al, Ti) 単結晶の流動応力におよぼす 歪速度の影響 大矢義博 三浦誠司 落合鍾一 三島良直 鈴木朝夫… 400	電子ビーム溶接したモリブデン単結晶の引 張特性 平岡 裕 岡田雅年 入江宏定 藤井忠行… 407
極低温におけるオーステナイト系ステンレ ス鋼の引張変形挙動 石川圭介 緒形俊夫 長井 寿 由利哲美… 413	PVD 窒化チタン被覆材の耐キャビテーション ・エロージョン性の評価 松村昌信 岡 良則 尾土平俊彦 江原隆一郎 和田哲義 中嶋 宏… 419
液体金属の融点近傍の物性値の次元解析 吉田秋登… 425	

酸化・還元浸出法の適用によるマンガンノ ジュールの湿式処理 岩井正雄 奥井典子 新井甲一 位崎敏男 栗倉泰弘 真嶋 宏… 432	CaO-SiO ₂ -Cr ₂ O ₃ 系スラグの固体炭素に よる還元 下尾聰夫 安藤 繁 木村 弘… 439
Li ₂ O-B ₂ O ₃ 系酸化物の蒸発および蒸着過 程の機構 張 力偉 須佐匡裕 後藤和弘… 446	微量酸素を含む水素下における Ca-Ni 系 合金の耐久性におよぼすアルミニウムお よびミッシュメタル添加の影響 伊藤秀明 小川孝寿 大西敬三… 452
Sm(Co, Fe, Cu, Ni, Zr) _{7.6} 磁石の磁気特 性に及ぼす繰返し時効処理の効果 森本耕一郎 渡辺宗明 武下拓夫… 458	電子ビーム照射により作製した Nb ₃ Al お よび Nb ₃ (Al, Ge) 複合テープの組織と 超電導特性 熊倉浩明 戸叶一正 塚本 進 入江宏定 太刀川恭治… 465
高い電気抵抗の温度係数を有する Cu-Mn- Al 系合金 中村直司 増本 量… 472	