

加工硬化材の応力付加加熱による変形挙動

堀内 良・三浦 康弘

Deformation in Work-hardened Materials by Heating under Small Stress

By

Ryo HORIUCHI and Yasuhiro MIURA

Abstract: The deformation behaviors of materials on heating under small stress less than 200 g/mm^2 were investigated with special reference to work-hardened or fully-annealed aluminum. The measurements were performed by use of a new type of dilatometer which is devised to be able to apply various levels of stress to the specimen. It was found that the work-hardened materials, the yield stress of which should be high, showed an anomalously large strain of up to 0.5% by heating under small stress, while the fully-annealed one showed no detectable deformation under the same conditions. The difference can be satisfactorily explained by taking account of the mechanism of dislocation annihilation during recovery process.

1. はじめに

試料に応力を付加して加熱・冷却の熱サイクルを与えた場合の変形挙動を明らかにするため、任意の荷重下で急速な加熱・冷却ができる熱膨張計を試作した。この装置の主な目的はMロケットに用いられている超高張力鋼やチタン合金の変態超塑性の解析にあるが、この種の実験は現在進行中であるので、ここでは装置の概略と精度試験をかねて、加工硬化材の荷重下の加熱による変形挙動を測定した結果を報告する。

金属材料は冷間加工により硬化し、焼鈍材に比して著しく強度が高いことはよく知られている。また、加工硬化材は加熱により回復、再結晶の過程を経て軟化し、焼鈍材となることもよく知られ、加熱温度の上昇あるいは加熱時間の経過と共に軟化が進行する。しかし、このようなよく知られた事実は無負荷で加熱された材料の性質に関するもので、荷重を付加された状態で加熱された場合の変形挙動に注目された例はない。これに対し、著者らは加工硬化材を荷重下で加熱した場合、強力なはずの加工硬化材が焼鈍材でもほとんど変形しない低い荷重の下で、かなりの変形を生じ得る可能性があることを変形および回復の微視的機構の考察から予測した。この報告での実験は、この予測を実証するものであった。

2. 試作装置の概要

装置を試作するにあたって、

- (i) 伸びの測定に際し、装置の熱膨張の影響を出来得る限り小さくすること。
- (ii) 試験片に荷重を付加出来ること。
- (iii) 高速の加熱冷却が可能であること。
- (iv) 任意のプログラムによる熱サイクルが出来ること。
- (v) 測定雰囲気は空气中、不活性ガス中、真空中が可能なこと。

について特に配慮した。このため真空理工(株)製の赤外線加熱炉を用いた縦型熱膨張計(DLYT-1500-RH)を原型として、変位検出棒(透明石英ガラス製)を介して試料に圧縮荷重を付加出来るようにし、更に任意の冷却速度を得るためにガス冷却用ノズルを取付ける等の改造を施した。装置外観を図1に示す。図2は装置のブロックダイヤグラムである。又、この装置の仕様を表1に示す。

表1 応力付加急速加熱冷却熱膨張計の仕様

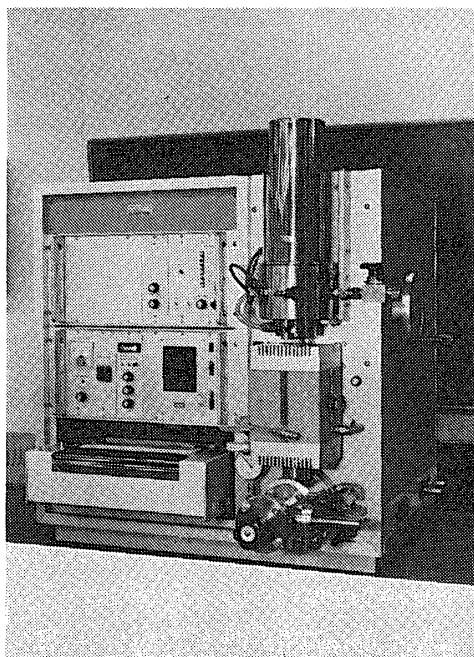
1. 構成

- ① 加熱部 : 赤外線イメージ炉
- ② 冷却部 : 石英ガラスノズル(電磁弁の開閉によりガス冷却)
- ③ 熱膨張検出部 : 透明石英ガラス管
- ④ 変位検出器 : 差動トランス
- ⑤ 熱膨張測定回路 : 20~5000 μm
- ⑥ 温度測定 : CA熱電対
- ⑦ 温度制御部 : デジタルプログラム温度制御器
- ⑧ 荷重調節機構 : 試料上部より分銅を付加
- ⑨ 記録計 : 自動平衡型記録計

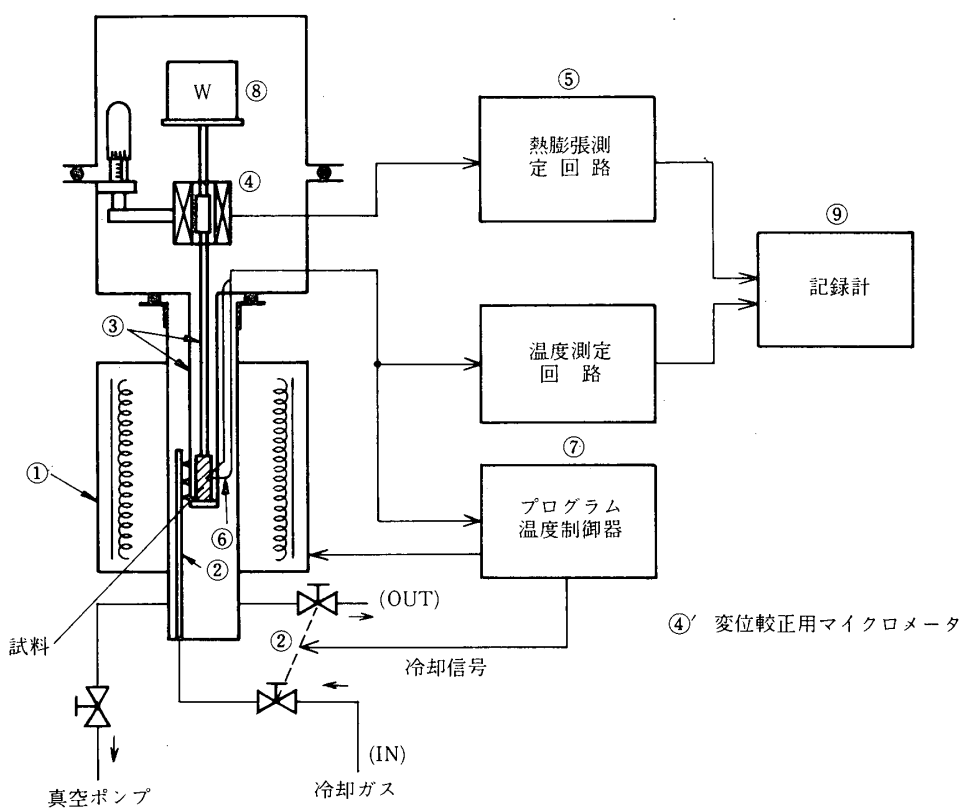
(①~⑨)の番号はブロックダイヤグラムと対応)

2. 性能

- 測定温度範囲 : 室温~1,200°C
- 測定雰囲気 : 空气中, 真空中, 不活性ガス中
- 熱膨張検出感度 : $\pm 0.1 \mu\text{m}$
- 昇温速度 : 1°C/h~20°C/s
- 冷却速度 : 1°C/h~100°C/s
- 荷重調節範囲 : 0~10 kg
- 試料寸法 : 標準 6 ϕ ×15~20 ℓ
6 ϕ ×5 ϕ ×15~20 ℓ
- 温度プログラム設定 : 昇降温速度 1°C/h~999°C/s
一定保持
台形プログラム及びそのくり返し



第1図 応力付加急速加熱冷却熱膨張計の外観



第2図 応力付加急速加熱冷却熱膨張計のブロックダイアグラム

3. 加工硬化材の応力付加加熱に対する考察

加工硬化と回復について転位の挙動として微視的に考えると、加工硬化は冷間加工によって結晶内に導入された多数の転位の相互作用による内部応力の上昇に由来し、回復に伴う軟化は転位密度の減少によると考えられる。

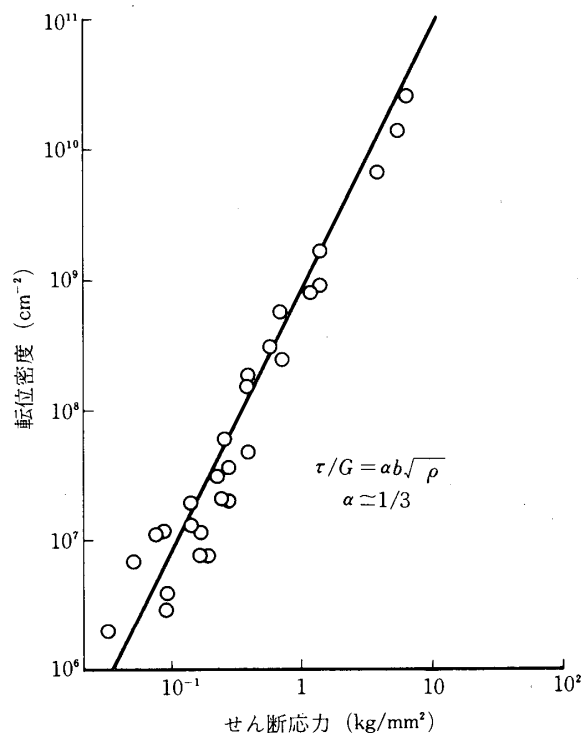
転位密度 (ρ) と変形応力 (τ) の間には

$$\tau = \alpha G b \sqrt{\rho} \quad (1)$$

の関係があることが知られている。 α は定数、 G は剛性率、 b はバガース・ベクトルの大きさである。(1)式は転位の相互作用を考えたモデルから容易に導出されるが、実験的にも図3に示すように、この関係が確かめられている。 α は転位の相互作用の種類により定まる定数で、実験的には0.2程度とされている。

今、アルミニウムの多結晶体を考え、加工硬化により $2 \times 10^{11} / \text{cm}^2$ の転位密度となったとすると、引張応力としての変形応力 (σ) は方位因子 (M) を2として

$$\sigma = M \alpha G b \sqrt{\rho}$$



第3図 銅単結晶における転位密度 (ρ) とせん断応力 (τ) の関係
 G : 剛性率, b : バーカーズ・ベクトル (Livingston による)

$$= 2 \times 0.2 \times 2600 (\text{kg} / \text{mm}^2) \times 3 \times 10^{-8} (\text{cm}) \times \sqrt{2 \times 10^{11} (/ \text{cm}^2)}$$

$$\doteq 14 (\text{kg} / \text{mm}^2)$$

となる。

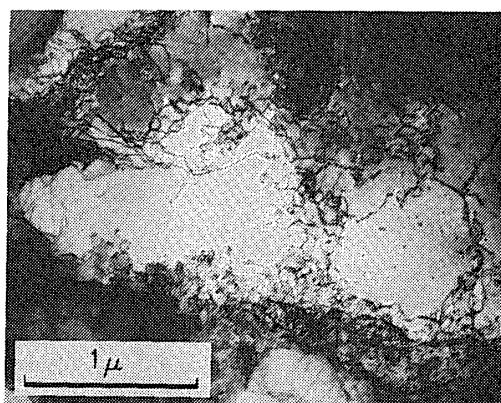
回復により $1 \times 10^{11} / \text{cm}^2$ に転位密度が低下したとすると、その場合の変形応力は、 $\sigma = 10 \text{ kg} / \text{mm}^2$ になる。

アルミニウムの場合、図4に示すように加工硬化状態における転位はセル組織を形成し、セルの直径は 1μ 程度、セル境界の転位が高密度に集積した巾は 0.1μ 程度である。図5は 200°C 、 10 min の加熱により回復が進行してサブ・グレインが形成された組織の一例を示した。

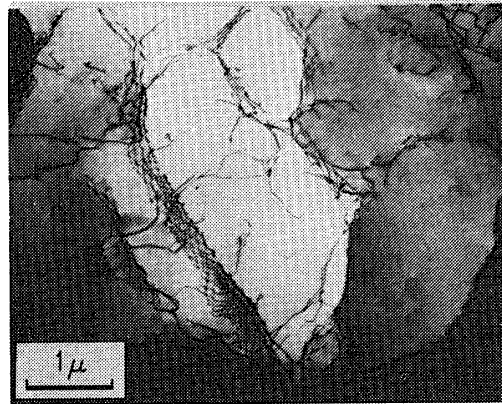
セル境界は転位同士が結びあって構成されていると考えられる。これ等の転位は転位芯拡散等が活発になる温度に加熱されると、上昇運動などにより結び目をはずし、異符号同士の引力によって運動して合体消滅する。

荷重が付加されていない通常の加熱では図6のA、A'のように加工を受けた際の運動方向と逆方向に動くものとB、B'のような加工の際と同方向に動くもの大別して2種の合体消滅が考えられ、それぞれの転位の運動によって生じる歪がほぼ等しければ互いに相殺されて焼鈍による変形はほとんど観察されない。しかし、応力を付加してA、A'の転位のような逆方向運動を阻止すると、回復の際の転位の消滅時に生じる転位の運動は全て方向がそろって加工の際と同方向の歪を生じることになる。転位の移動距離 (x) をセル壁の厚さ程度の 0.1μ とし、 $1 \times 10^{11} / \text{cm}^2$ の密度の転位が消滅したとすると伸び歪 (ϵ) は

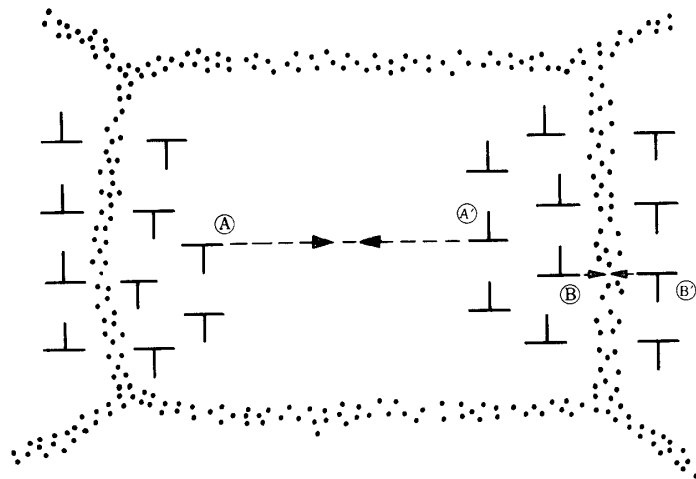
$$\epsilon = \frac{1}{M} \frac{\rho}{2} b x \quad (2)$$



第4図 転位のセル構造を示すアルミニウムの冷間加工組織
(加工度70%)



第5図 サブグレインを形成したアルミニウムの回復組織 (200 °C, 10 min)



第6図 セル構造の模式図

AA' のような転位の消滅は加工の際の転位の運動と逆方向になり, BB' のような転位対の消滅は正方向の歪を生じる

から

$$\begin{aligned}\epsilon &= \frac{1}{2} \times \frac{1}{2} \times 10^{11} (/ \text{cm}^2) \times 3 \times 10^{-8} (\text{cm}) \times 1 \times 10^{-5} (\text{cm}) \\ &= 0.75 \times 10^{-2}\end{aligned}$$

となり, 0.75 %の伸びが出現することになる.

転位の逆方向運動を阻止するのに必要な応力 σ は, 転位の相互作用の力を f とすれば,

$$\sigma = M\tau = Mf/b$$

f は同一すべり面上の刃状転位については

$$f = \frac{Gb^2}{2\pi(1-\nu)} \cdot \frac{1}{x} \quad (3)$$

ただし、 x は転位間の距離である。したがって、図6における A 、 A' のような転位対の消滅を阻止するのに必要な応力 (σ) は $x = 1 \mu$ として、 $\sigma = 0.6 \text{ kg/mm}^2$ となる。

したがって、 0.6 kg/mm^2 程度の応力を加えると、転位の逆方向運動は阻止され、 $1 \times 10^{11} / \text{cm}^2$ 程度の転位密度の低下により 0.7% 程度の変形が生じることになる。 0.6 kg/mm^2 という応力はこの材料 (純アルミニウム) の焼鈍材の 0.2% 耐力 3 kg/mm^2 の $1/5$ にあたり、焼鈍材に対してこの程度の応力を付加して加熱してもほとんど検出できるような変形は生じないはずである。したがって、常温で強い加工硬化材と弱い焼鈍材に小さな荷重を加えて 200°C 程度に加熱すると、強いはずの加工硬化材が回復に伴う転位の消滅過程で 0.7% 変形し、弱い焼鈍材では変形は認められないということが予想されることになる。

4. 実験方法

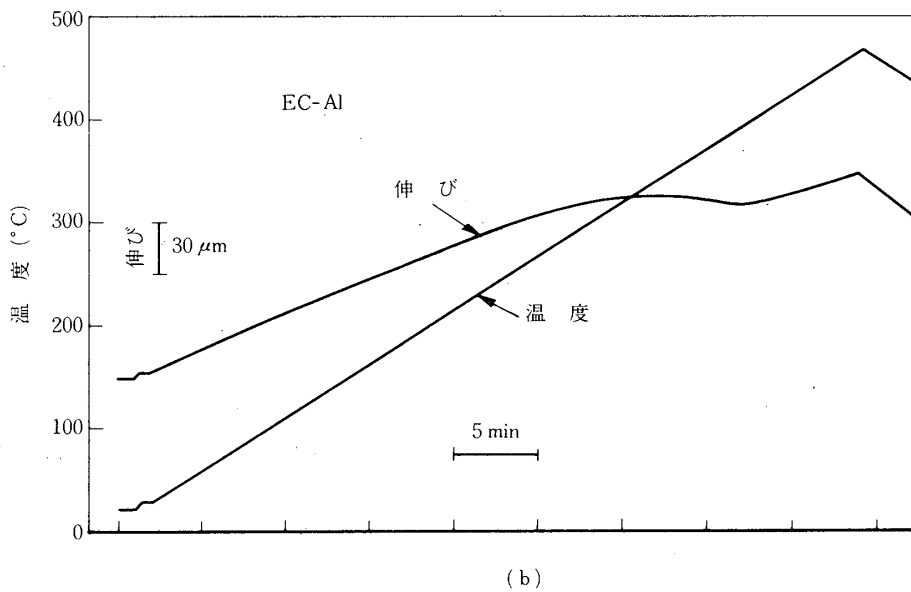
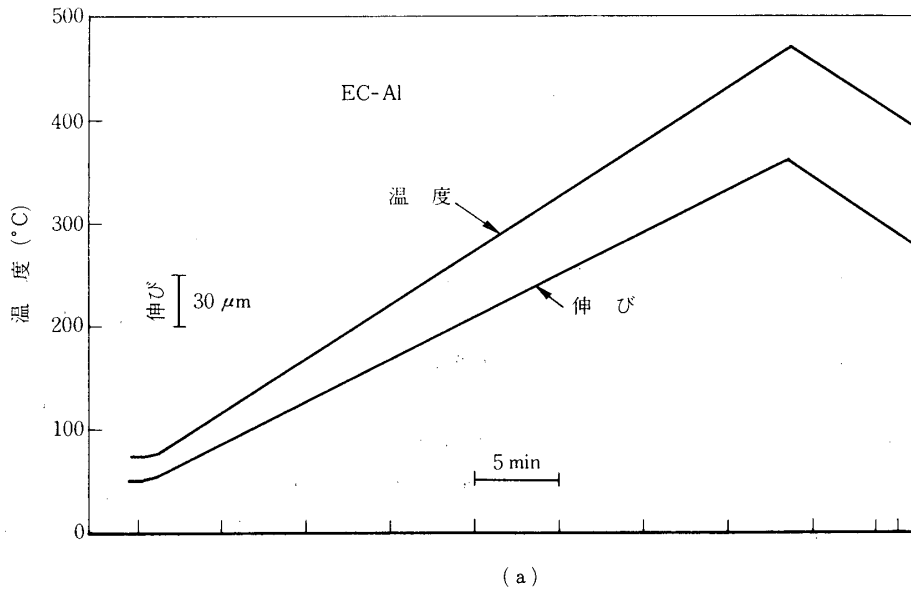
通常行なわれている寸法の試験片による高温引張試験や高温プリーブ試験では加熱時に試験片の温度を均一に上昇させることは難しい。不均一な温度分布は不均一な熱膨張となり、試験片の熱膨張による変形と塑性変形とを分離することは困難になる。このため、通常の高温試験では試験温度に長時間保持して温度の均一化をはかっている。しかし、このような方法では、加工硬化材の転位構造も加熱保持の間に変化してしまっており、荷重下の回復過程における転位の運動についての情報を得ることはできない。このため、本実験では試験片を熱容量の小さい小型の薄肉円筒とし、試料に対して大容量の加熱装置を用いることによって試料全体が均一な温度で上昇するように配慮した。試料寸法は外径 7 mm ϕ 、肉厚 1 mm 、長さ 20 mm で、送電線として用いられている純アルミニウムの引抜棒 (加工度 52.2%) より作成した。試料の化学組成は表2に示す如くである。又、加熱・冷却制御および温度測定は試料表面に熱電対 ($0.3 \text{ mm}^{\phi} \text{ CA}$) をスポット溶接して行った。

表2 試料の化学組成 (%)

Fe	Si	Cu	Mn	Ti + V	Al
0.20	0.04	0.004	< 0.005	< 0.005	bal.

5. 実験結果

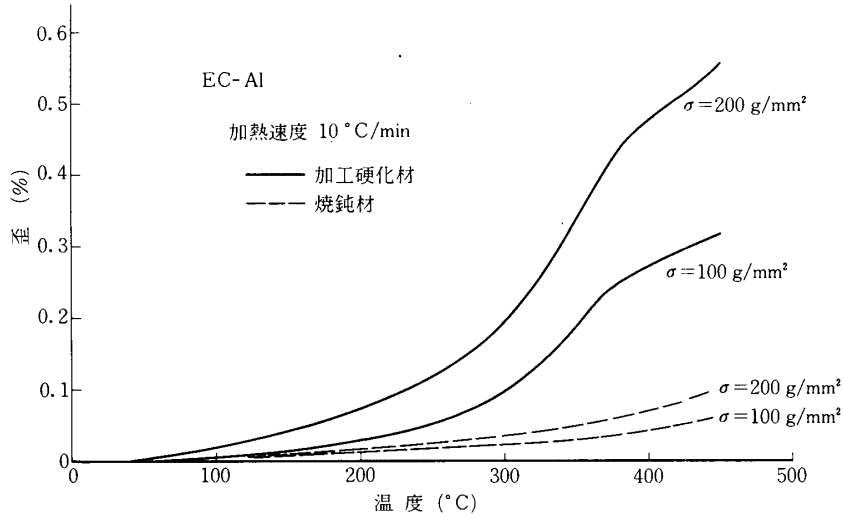
図7は測定記録の一例を示したもので、(a)は焼鈍した試料に圧縮応力 200 g/mm^2 を付加して加熱速度 10°C/min で加熱した場合の温度と試料の寸法変化を示したもので、この場合の試料の伸びは荷重を付加しない場合の熱膨張曲線とほとんど一致し、加熱により塑性



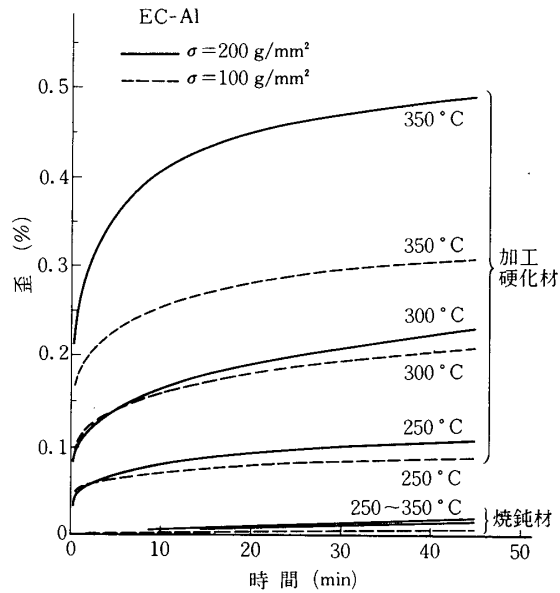
第7図 焼鈍材 (a) と加工硬化材 (b) の加熱による伸び変化。
加熱速度 $10\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$, 圧縮応力 $200\text{ g}/\text{mm}^2$

変形が生じていないことを示している。(b)は加工硬化材の試料について(a)と同一の条件で加熱した場合の試料寸法変化曲線で、熱膨張による伸びに圧縮荷重による変形が重畳したため、伸びが小さく記録されている。

図8は、前述のような測定結果から熱膨張による寸法変化を差し引き、塑性変形量のみを加熱温度に対しプロットしたもので、圧縮応力 $100\text{ g}/\text{mm}^2$, $200\text{ g}/\text{mm}^2$ の場合を加工



第8図 加工硬化材と焼鈍材の加熱による歪変化



第9図 加工硬化材と焼鈍材のクリープ曲線

硬化材と焼鈍材について示した。予測したように、焼鈍材ではほとんど変形が生じないのに対し、加工硬化材では塑性変形が認められ、特に再結晶開始温度の300℃附近から大きな変形が生じている。

図9は、この種の変形の時間依存性を知るため、所定の温度に急速に加熱保持した場合の歪の変化曲線で、歪の大部分が加熱中に生じ、以後、熱活性化過程で進行する変形は活性化される転位の数の減少に応じて小さくなっている。

6. 結 語

応力付加急速加熱冷却熱膨張計を試作し、これにより加工硬化材の応力付加加熱による変形挙動を精度よく測定することができ、回復過程の転位論的考察から予測した異常な変形を実証することができた。このような変形は構造物の加熱による狂い、切削加工時の昇温による狂いなどの原因となるもので、加工硬化材の高い強度を期待した使用に対して注意する必要があることを示している。

1980年11月27日 材料部