

静的塑性変形を与えた α -黄銅の微視的構造変化に関する研究

上 田 益 造* 関 文 男*
北 川 和 夫* 安 田 正 二**

The Study on the Changes of Micro Structure of α -Brass Given a Static Plastic Deformation

by

MASUZÔ UEDA, FUMIO SEKI, KAZUO KITAGAWA and SHÔJI YASUDA

Abstract

In the study of deformation behavior of metals, it is a very important problem to know the changes of its micro structure.

There are many studies about the analysis of X-ray profile for the plastically deformed metals in fatigue test, but little in static test. Then in this paper the changes of micro structure of plastically deformed α -brass with two kinds of grain size was studied using the method by Warren and Averbach.

The results obtained are summarized as follows.

- 1) The micro strain is increased with increase of the tensile strain and in fine grain size the degree of increase is higher than that for coarse grain size. The distribution of micro strain is more ununiform in fine grain size.
- 2) The particle size is decreased rapidly in the beginning of deformation and gradually after that. Also, the particle size is approached to about 200 Å in the diameter without any effects of grain size.
- 3) The dislocation density is increased from 10^{10} cm^{-2} to 10^{11} cm^{-2} , then in fine grain size the degree of increase is higher than in coarse grain size.

1. 緒 言

結晶性物質に外力を与えると、内部応力が弾性限内にあれば転位の増殖はおきず、力を取り除くと再び元の形状に復帰するが、内部応力がある大きき以上になると可動転位は動き出し、結晶粒界あるいはフランク・リード源などの転位源より転位の増殖がおき、すべり変形をおこして物質はいわゆる塑性挙動を呈す。X線的には前者の場合は原子間距離の拡大、あるいは縮小の程度、すなわち回折線ピーク位置のシフト量をもって定量的に評価されるが、後者の場合一般的には原子間距離の確率密度関数の形状、すなわち回折線の広がりをもって評価される。それゆえ従来より冷間加工した金属の回折線の広がりを正確に測定して、その微視的加工構造を明らかにしようとする

*機械工学科 **大学院学生 機械工学専攻(現 波谷工業KK勤務)

る試みはなされているが、まだ実在結晶に現われる複雑な様相を完全に説明する理論が立てられる域に達していない。

Warren および Averbach¹⁾ は微小結晶の回折および微視的ひずみをもつ結晶の回折理論をもとに、回折線の解析を行ない、その結果回折線の広がりを測定することによって、可干渉的に回折に寄与する粒子の大きさ (particle size) と、その粒子内の微視的ひずみ (micro strain) を半定量的に測定しうることを明らかにし、やすりがけした粉末の微視的構造を解明した。

一方平ら²⁾ は積分幅の測定により金属多結晶体の疲労現象を微視的構造変化からのアプローチを試みかなりの成果をあげているが、静的な塑性現象に関するこの種の研究は極めて少ない。そこで本研究では実験材料として α -黄銅を用い、静的引張試験を行ない、Warren らの方法により塑性域における材料内部の微視的構造変化を考察した。

2. 実験方法

2.1 X線回折プロファイルの測定法

Warren らは多結晶体からの X 線反射強度がフーリエ級数であらわされることを示し、さらに Garrod ら³⁾ はその余弦係数より結晶の 1 次の面だけで粒子の大きさと微視的ひずみが測定できる近似式を導いた。すなわち

$$-\frac{\log A_n}{|n|} \approx \frac{1}{\bar{N}_s} + \left(-\frac{1}{2\bar{N}_s^2} + 2\pi^2 \epsilon_0^2 \langle \epsilon^2 \rangle \right) |n| \quad (1)$$

$$\langle \epsilon^2 \rangle \approx -\frac{\log A_n}{2\pi^2 |n|^2 \epsilon_0^2} \quad (2)$$

ここで、 A_n は X 線回折プロファイルをフーリエ展開して得られた余弦係数、 $|n|$ は格子対間距離、 ϵ_0 は立方晶の (hkl) 面を斜方晶軸の ($00\epsilon_0$) 面に変換したときの指数、 \bar{N}_s は粒子の大きさをあらわしている。本実験では (1) 式より粒子の大きさを、(2) 式より微視的ひずみを計算した。

Table 1 Conditions of X-ray diffraction

Diffraction plane	(200)	(311)
Characteristic X-ray	Co K α	Cu K α
Filter	Fe	Ni
Tube voltage	35 KVP	40 KVP
Tube current	8 mA	15 mA
Scale factor	8	16
Multiplier	0.6	0.6
Time constant	16 sec	16 sec
Scanning speed	$\frac{1}{16}$ °/min	$\frac{1}{16}$ °/min
Chart speed	10mm/min	10mm/min
Divergency slit	$2\frac{1}{2}$ °	1°
Receiving slit	0.1mm	0.1mm

X線回折は理学電機製ディフラクトメータ D-3F を用い Table 1. に示す測定条件によって自動記録させた。測定された X 線回折図形すなわち X 線強度曲線は測定条件や装置の特性などに起因する機械的な拡がりを含んでいるため、X 線強度曲線からフーリエ係数 A_n を求めて (1), (2) 式によって粒子の大きさ、微視的ひずみを計算するには、その機械的拡がりを取り除く必要がある。本実験では、関数のコンボリューションによって X 線強度曲線から機械的拡がりを取り除くため (3) 式で示す Stokes⁴⁾ の方法を用いて計算を行なった。

$$F_r(n) = \frac{H_r(n) \cdot G_r(n) + H_i(n) \cdot G_i(n)}{G_r^2(n) + G_i^2(n)} \quad (3)$$

ここで、 $F_r(n)$ は真のX線強度曲線をフーリエ展開した時のフーリエ余弦係数で Warren らの解析に必要な係数 A_n に相当するものである。 H_r, H_i, G_r, G_i はそれぞれ加工を受けた材料のX線強度曲線と十分焼鈍された材料のX線強度曲線をフーリエ展開した時の標準化されたフーリエ余弦係数とフーリエ正弦係数である。

本実験では、焼鈍された試料と加工された試料について、測定されたX線強度曲線を強度曲線のピーク中心を原点にとり、そこから $\pm 3^\circ$ の範囲を 80 等分して強度を測定し、それぞれをフーリエ変換して $F_r(n)$ の値を求めた。

つぎに、粒子の大きさと微視的ひずみの値から転位密度を導出するには、Williamson Smallman の⁵⁾提案した次式を採用した。

$$\rho = \left(\frac{18\pi E}{4\mu} \right)^{1/2} \frac{\langle \epsilon_L^2 \rangle^{1/2}}{D \cdot b} \quad (4)$$

ここに

ρ : 転位密度 (cm^{-2})

b : バーガスベクトルの大きさ (cm)

E : 縦弾性率

μ : 横弾性率

D : 粒子の大きさ (cm)

$\langle \epsilon_L^2 \rangle^{1/2}$: 格子間距離 L における微視的ひずみ

2.2 引張試験

引張試験片は 1 mm 厚に冷間圧延された α -黄銅板を放電加工によって、Fig. 1 に示すような

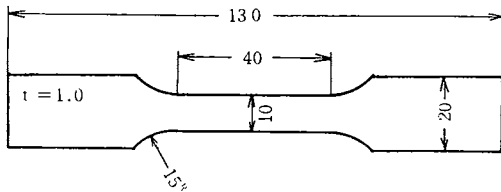


Fig. 1 Dimension of test piece (mm)

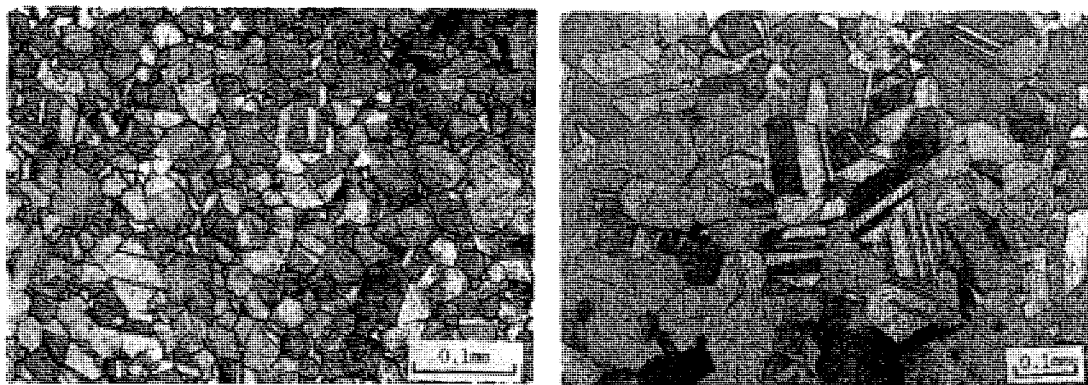
Table 2 Chemical composition of test piece (wt%)

Cu	Zn	Pb	Fe
65.7	34.0	0.018	0.26

寸法に切り出したものを使用した。Table 2 に試験片の化学成分を示す。また、試験片は切り出し後結晶粒度の調整を行なうため粒度調整と焼なましを同時に行なった。ここで、A系列試験片というのは 350°C で 5 時間、B系列試験片というのは 650°C で 20 時

間焼なましを行なったものである。そしてそれぞれの試験片は所定の温度に所定時間保持した後 30°C/hr の速度で冷却した。Photo. 1 に試験片の組織写真を示す。またそれぞれの試験片は作製後引張試験を行なってX線回折に供するため表面を電解研磨した。

引張試験は、島津製万能試験機 (オートグラフ IS-500) によって 5 mm/min の速度で A 系列試験片には 1.75, 5.5, 12.0, 19.5, 26.25, 35.0%, B 系列試験片には 1.75, 5.25, 10.75, 15.5, 22.5, 27.0, 33.75% の引張塑性ひずみを与えた。



Series A (Average grain diameter is 0.04mm)

Series B (Average grain diameter is 0.11mm)

Photo. 1 Opticalmicrograph of test pieces

3. 結果および考察

3.1 実験結果

Fig. 2 はA系列試験片の(200)面について測定し、 $n=0$ にて標準化したフーリエ余弦係数 A_n と反射面に垂直方向にある格子対間距離 n との関係を示している。このグラフを見ると n の増加につれて A_n が減少していることがわかる。この形は結晶格子に応力を内在する場合の減衰の典型的なものであって、各塑性変形過程に内部応力が発生することを示している。

Fig. 3 は Fig. 2 の n と A_n との関係により、各 n に対する $-\log A_n/n$ の値を示す。 n の小さいところでは(1)式で与えたごとく近似的に直線関係が得られることが

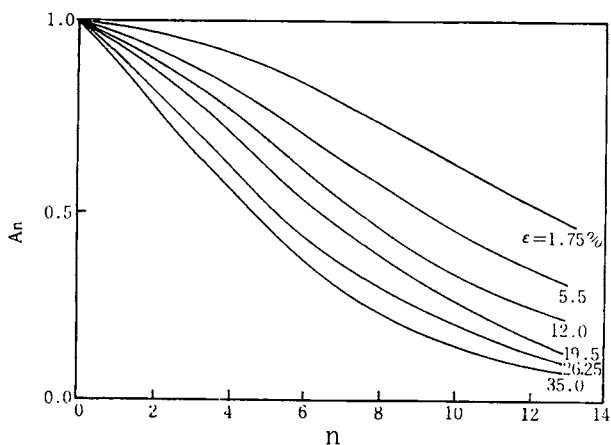


Fig. 2 Relation between Fourier cosine coefficient A_n and n for (200) plane in series A

わかる。このグラフでは内部応力による減衰傾向が直線の傾斜の増加となっておりあらわれている。またこの直線の $n=0$ の値はX線の干渉性有効回折範囲の大きさ、つまり粒子の大きさ \bar{N}_s に依存するわけであるが、塑性変形程度により変化していることがわかる。

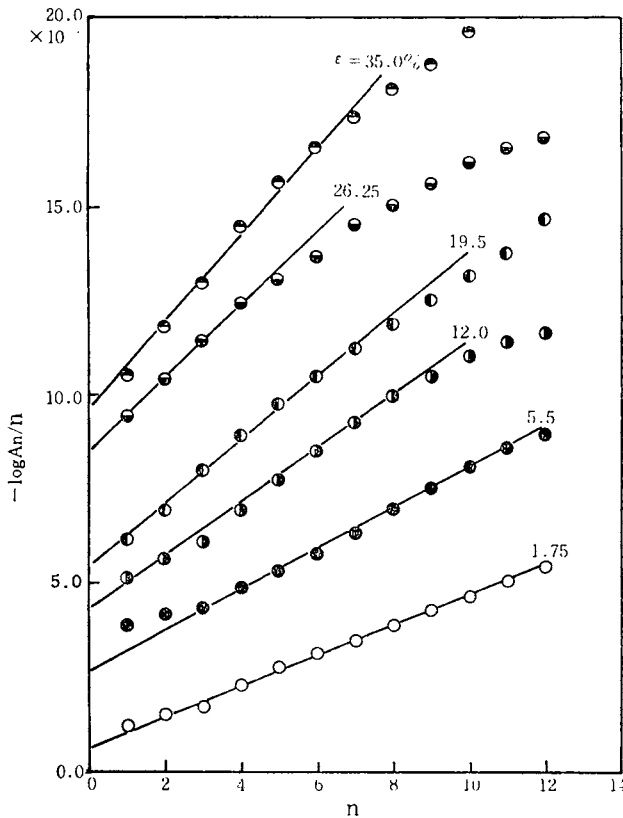


Fig. 3 Relation between $-\log A_n/n$ and n for (200) plane in series A

Fig. 4 は結晶格子ひずみが n に依存して変化するとして Fig. 2 の係数 A_n より (1) 式によって計算した反射面に垂直方向の領域内での微視的ひずみを、反射面に垂直方向の距離 L に対して示したものである。これより α -黄銅の引張変形により生ずる格子ひずみは 10^{-3} の範囲である。これは他の変形機構、たとえば疲労などの場合²⁾よりも 2 桁程大きい。

また変形が進むに従って微視的ひずみが次第に大きくなり、しかも L の増加につれて微視的ひずみの減少傾向がみられることより、変形の進行にともなって領域内ではひずみが不均一になっていることを示している。

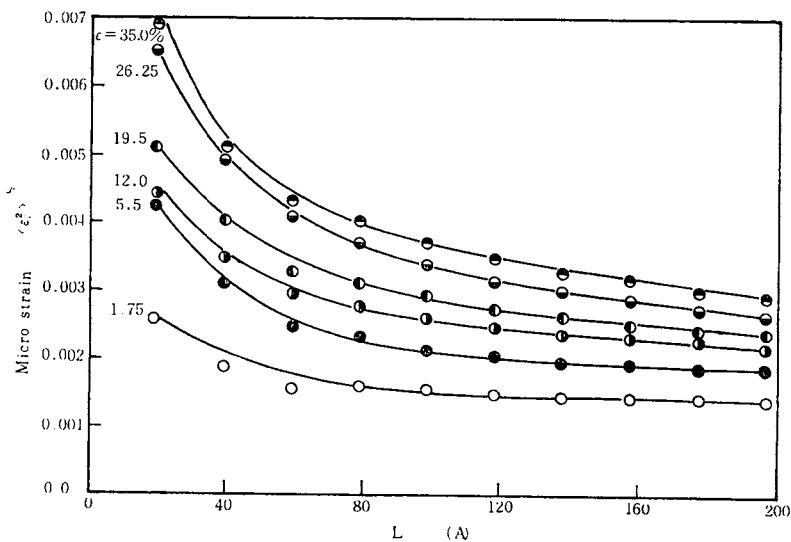


Fig. 4 Relation between micro strain and L for (200) plane in series A

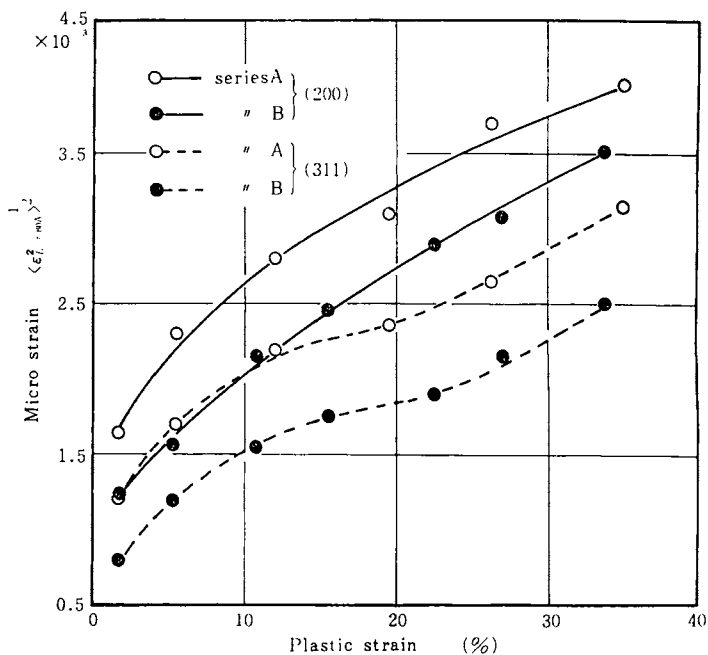


Fig. 5 Relation between micro strain for $L=80\text{\AA}$ and plastic strain in series A and B

Fig. 5 は $L=80\text{\AA}$ における微視的ひずみを、本実験全体について引張塑性変形量に対して示したもので、微視的ひずみの引張変形量の増加にともなって増大していく傾向は試料の結晶粒度の違いにかかわらず定性的に似かよった傾向を示している。また (200) 面と (311) 面とでは多少異なった変化を示している。

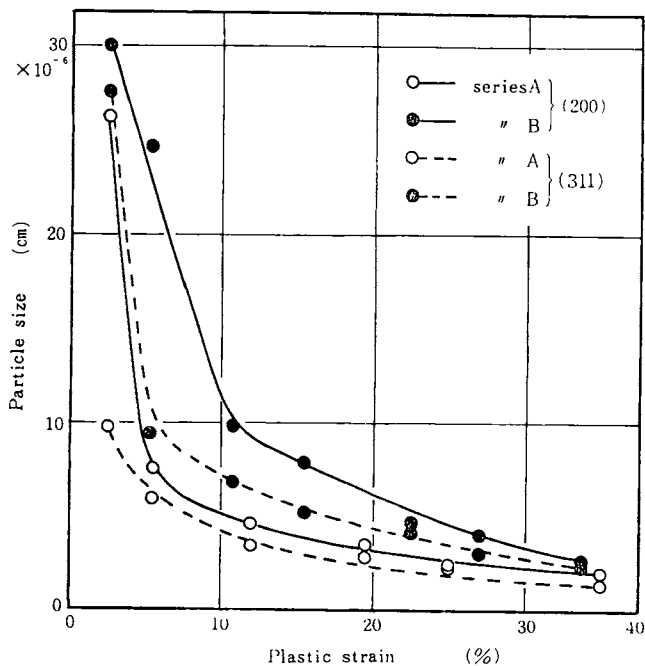


Fig. 6 Relation between particle size and plastic strain in series A and B

にかかわらず定性的に似かよった傾向を示している。また (200) 面と (311) 面とでは多少異なった変化を示している。

Fig. 6 は Fig. 3 の直線の $n=0$ に対する値より得られた干渉性有効回折範囲の大きさ \bar{N}_v より計算された粒子の大きさの形を、引張塑性変形量に対してプロットしたたものである。変形が進むにつれて粒子の大きさの減少傾向が見られ、塑性変形初期でその減少が著しく、変形量が 10 % を過ぎるあたりから漸減するのがみられる。そして、さらに変形量が大きくなると粒子の大きさは約 200\AA の一定値に近づくことがわかるが、それには結晶粒度の影響がみられない。

3.2 考 察

材料の変形機構と、微視的構造変化との関連を知るには、X線回折により得られる結果が、その変形機構といかに結びついているかを知る必要がある。そこで以下に引張塑性変形過程の微視的構造の変化をX線回折より得られた結果により考察した。

粒子の大きさは金属組織学的な定義の明確なものであるとはいえないが、それを副結晶粒と関連づける試み、あるいはそれを転位で囲まれた領域と考え、その大きさから全転位密度を測定する試みは数多くなされている。本実験では Fig. 6 よりわかるように、粒子の大きさは変形量の増加とともに減少する傾向がみられる。しかし一方では引張変形量の増加にもなって転位の密集した境界、いわゆるセル構造ができてはじめて粒子の大きさがむしろ増大するような場合も認められている⁶⁾。本実験ではそのような傾向は見られず、結晶粒度に関係なく変形量の増加とともに漸減し一定値に飽和していくことから、セル構造は形成されていないと思われる。セル構造を形成するのは転位がひずみエネルギー的に安定な配列をする場合で、これは引張りなどにより塑性変形された試料を高温に保持することによって生ずる場合、回復の過程、あるいは交差すべりによって形成されるということが報告されている⁷⁾。本実験の試料である α -黄銅は積層欠陥エネルギーが低く ($10\text{erg}/\text{cm}^2$)、⁷⁾交差すべりを生ずるのは積層欠陥エネルギーの高い ($100\text{erg}/\text{cm}^2$ 以上) 金属である⁷⁾ことから上記三者のいずれにもあてはまらない。しかも Fig. 14 よりわかるように micro strain が引張変形量の増加にもなって増大する傾向が見られることから、転位はひずみエネルギー的に不安定な状態であると考えられる。そして、particle size の減少はすべり面上の転位の異常な堆積により生じたものと考えられるほうが妥当のように思われる。また、Fig. 6 の変形量 10% ぐらいまで粒子の大きさの減少がいちじるしく、その後漸減するということは転位の増殖割合と関係があるが、本実験の結果のみからそれを考察することは困難なように思われる。

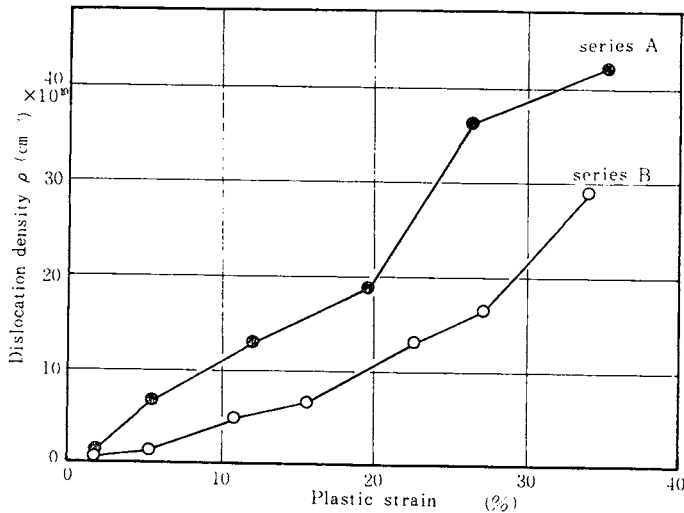


Fig. 7 Relation between dislocation density and plastic strain

Fig. 7 に各引張塑性変形量に対する転位密度の変化を示す。これによれば転位密度は $10^{10} \sim 10^{11} \text{cm}^{-2}$ の間で増加し、結晶粒の大きさによりその増加率は異なっている。この差は結晶粒が小さければ単位体積中に占める粒界面積が大きいから、粒界による転位の堆積がそれだけ多く生じ、さらに堆積による応力集中のため 2 次すべりの活動が必然的に生ずるためと考えられる。

4. 結 言

塑性ひずみを与えた α -黄銅のX線回折プロフィールを、Warren - Averbach の式を用いて解析した結果、以下のことが明らかとなった。

1. 微視的ひずみは変形量とともに増加し、微細結晶の場合の方がその増加率は高く、またひずみの分布は不均一になる。
2. 粒子の大きさは変形の初期に急減し、その後はゆるやかとなる。また粒子の大きさは、約200 Åの一定値に近づくが、それには結晶粒径の影響はみられない。
3. $L=80$ Å における転位密度は 10^{10} から 10^{11} cm⁻² まで変化し、微細結晶の場合の方がその増加率は高い。

最後に本研究について懇切な御援助をいただきました精密工学科田中研究室に対し、感謝の意を表します。

参 考 文 献

- 1) B. E. Warren and B. L. Averbach, J. Appl. Phys., 21 (1950), 595.
- 2) 平・後藤, 材料, 18 (1969), 385.
- 3) R. I. Garrod and J. H. Auld, Acta Met., 3 (1955), 190.
- 4) A. R. Stokes, Proc. Phys. Soc. (London), 61 (1948), 382.
- 5) G. K. Williamson and R. E. Smallman, Phil. Mag., 1 (1956), 34.
- 6) P. Gay and A. Kelly, Acta Cryst., 6 (1953), 172.
- 7) スモールマン (川崎雄雄訳), 金属材料学の基礎, (昭43), コロナ社

(昭和48年5月19日受理)