
鉄－3 wt%ニッケル多結晶体のリュース変形

Luders Deformation in Iron－3wt% Nickel Polycrystals

田中 智夫(Tomoo Tanaka)

要旨：

鉄－3 wt%ニッケル多結晶体を用いて Luders band の発生，伝播，加工硬化域での変形の挙動を調べた。Pre-yield 領域での応力緩和テストの結果 delayed yield が起こり，それに伴って試験片の応力集中部に Luders band が発生することがわかった。定歪速度試験から得られる活性化パラメータは Luders band の伝播，均一変形の領域で単一の熱活性化過程が支配的であることを示す。応力緩和テストから得られる転位速度－応力指数 m^* は Luders 変形，加工硬化の領域で同一の値を示す。これらの結果は Luders band の発生に関しては固着雰囲気からの転位の解放の過程が律速段階であろうことを示すが，band の伝播と加工硬化域での変形は転位の動的な性質に支配されるであろうことを示す。

Synopsis：

An investigation was made on the initiation and propagation of Luders band and flow in the region of work hardening in annealed iron－3wt% nickel polycrystals. Stress relaxation test in pre-yield region showed delayed yield, accompanied by the formation of Luders band which was triggered at the stress-concentrated region. Activation analysis showed that a single thermally activated dislocation mechanism may be rate controlling during the propagation of Luders band and flow in work hardening region. By means of relaxation test, the same value for dislocation velocity-stress exponent m^* was obtained over the whole range of strain including Luders and work hardening region. These observations strongly suggest that Luders band is initiated by release of dislocation from Cottrell atmosphere as proposed by Fisher, whereas, its propagation and flow in work hardening region are controlled by the dynamical behavior of dislocations.

(c)JFE Steel Corporation, 2003

本文は次のページから閲覧できます。

鉄—3wt% ニッケル多結晶体のリュードース変形

Lüders Deformation in Iron—3wt% Nickel Polycrystals

田 中 智 夫*

Tomoo Tanaka

Synopsis :

An investigation was made on the initiation and propagation of Lüders band and flow in the region of work hardening in annealed iron—3wt% nickel polycrystals. Stress relaxation test in pre-yield region showed delayed yield, accompanied by the formation of Lüders band which was triggered at the stress-concentrated region.

Activation analysis showed that a single thermally activated dislocation mechanism may be rate-controlling during the propagation of Lüders band and flow in work hardening region. By means of relaxation test, the same value for dislocation velocity-stress exponent m^* was obtained over the whole range of strain including Lüders and work hardening region.

These observations strongly suggest that Lüders band is initiated by release of dislocation from Cottrell atmosphere as proposed by Fisher, whereas, its propagation and flow in work hardening region are controlled by the dynamical behavior of dislocations.

1. 諸 言

bcc 多結晶体の代表的な応力—歪曲線を Fig. 1 に示す。

上降伏点 B に続いて降伏点降下がおり、この時に 1 本以上の deformation band が現われる。この deformation band は発見者の名前を冠して Piobert band (1842年) または、Lüders band (1860年) と呼ばれる。Lüders band の通過した領域ではかなりの変形がおこっているが、band 外の領域は実質的には未変形である。Lüders band が試験片全面を覆ったときが Lüders 変形の終了 (Fig. 1 の D 点) であり、これ以後は均一加工硬化領域に入る。Lüders band は通常グリッ

プの両端から各 1 本発生し、相手方に向かって進行し、試験片の中央で合体消滅する。しかし試験片の他の箇所に応力集中部があると、そのような

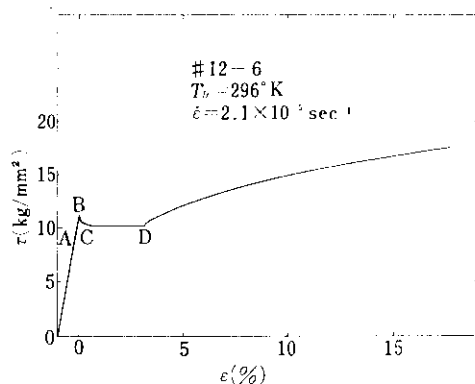


Fig. 1 A typical stress-strain curve for Fe—3wt% Ni polycrystal

* 技術研究所厚板研究室主任研究員

箇所でも Lüders band が発生し、Lüders band の伝播応力は変動する。Lüders band が試験片全体に無数に発生した場合が一般に見られる bcc 多結晶体の降伏であり、ここでは下降伏点後直ちに均一加工硬化域に入る。したがって Lüders 変形は通常の降伏現象の特別な場合となり、変形機構の本質は両者に共通と考えられる。

Clark と Wood^{1,2,3)} は軟鋼の降伏が遅れ現象 delayed yielding を伴うことを示した。Fisher⁴⁾ は転位が外部応力の作用下で固着雰囲気から解放される、解放された転位ループの数が臨界値に達すると降伏がおこると仮定して、delayed yield における delay time と応力、温度との関係を定式化した。このことは Lüders band の伝播速度は delay time に逆比例するので、伝播速度と応力、温度の間に一定の関係式が成立することを意味する。Fisher と Rogers⁵⁾ は SAE-1010 焼鈍材を用いてこの関係式が成立することを示した。また Clark らのデータがこの式にしたがうと報告した。Butler³³⁾ は、多結晶鉄の Lüders band の伝播速度を常温で測定し、侵入型不純物の多寡、結晶粒の大小にかかわらず Fisher と Rogers の式が成立することを示した。

上述の説明は降伏現象を転位の静的状態から動的状態への遷移としてとらえたものである。このような固着説に対して、転位の動的効果すなわち運動転位の数と応力依存性だけで降伏現象を巧みに説明したのは、Johnston と Gilman^{6,7)} である。Hahn⁸⁾ は彼らのこのような考えを鉄を含めて bcc 金属の降伏、Lüders 変形に適用した。そして Lüders band の伝播速度が effective stress の指数関数で表現できること、また delayed yield についても転位の動的効果で説明できることを主張した。Prewé^{9,10)} らは Lüders band の伝播速度の測定と応力緩和法による内部応力の測定から、Lüders band の伝播速度が effective stress の指数関数でよく表わされうることを確認した。またこの応力指数 m^* が運動する転位の直接観察から得た値によく一致することを報告した。この一致は Lüders band の伝播速度と Lüders band 先端の転位の速度との間に比例関係があることによるものである。すなわち Lüders band の伝播

は運動転位と同一の法則によって記述できるものであり、Lüders 変形は Johnston と Gilman^{6,7)}、Hahn⁸⁾ が主張するように、転位の動的効果によっておこるものと考ええる。Prewé^{9,10)} らの実験では、Lüders band 伝播のメカニズムを決めるパラメーターとして応力指数 m^* を用いた。

Conrad^{11,12)} は、らせん転位が Peierls ポテンシャルを熱活性的に乗り越えていく過程が塑性変形の律速過程であること、Lüders 変形もこの機構によるものであろうことを報告した。彼は Nb 多結晶を用いて、Lüders band の伝播速度を応力の関数として求めた。速度の応力依存性から活性化体積が求められるが、このようにして求められる活性化体積は、塑性変形の歪速度依存性から求められた値とよく一致する。したがって Lüders 変形と塑性変形では同一のメカニズムが律速段階になっていると考えた。したがって彼は Lüders band の伝播速度も塑性変形と同様に Arrhenius 型の熱活性化式で表現できると主張した。Conrad の実験では、変形のメカニズムを決めるパラメーターとして活性化体積を用いたわけである。

以上に述べたごとく、Lüders 変形については 3 つの考えが今日までに提案されている。後の章で述べるつもりであるが、Lüders band 伝播についての Hahn の式は熱活性化式の特別な場合と考えられる。したがって、Lüders 変形についての実験とそれに基づく理論は 2 つに大別される。すなわち

(i) 不純物あるいは微細な析出物によって固着された転位ループが Cottrell 雰囲気から解放される過程が降伏と Lüders band の開始であり、したがって delayed yield は降伏なる特性に本質的に付随した現象である。

(ii) Lüders band の伝播には塑性変形時とまったく同一の機構が律速段階になっていること、その機構とは多分 Peierls mechanism であろう。

Lüders 変形についての今日までの実験は delayed yield のように降伏の発生のみに着目するか、あるいはその逆に Lüders band 発生後の伝播にのみ着目するかであって両者を包括するような実験は報告されていない。本実験では Lüders

band の発生と伝播の双方に注意をはらい、どちらが Lüders 変形全体の律速段階になるものかを調べようとしたものである。

目的にしたがって実験を2段階に分けた。第1段階では降伏応力以下の外部応力を負荷させた状態で delayed yield をおこさせ、それに伴う応力低下、Lüders band 発生時点、発生場所を観察した。第2段階では Lüders band の伝播時(Lüders 変形時)と均一加工硬化域で、変形の機構が同一であるかどうかの解明に力点をおいた。すなわち、変形の途中で温度を変え、Lüders 応力、塑性変形応力の温度依存性を求めた。また、各段階で歪速度サイクル法と応力緩和法により活性化パラメーター、応力指数 m^* を求めた。考察のところで触れるが、変形機構の異同を調べるには活性化体積よりも応力指数 m^* の方がより直接的であると思われるのでこの方法を多用した。

2. 実験方法

2-1 材 料

用いた材料は Fe-3wt% Ni 多結晶体である。高純度電解鉄と金属ニッケルを原料に用いて、高周波真空溶解炉で 30kg のインゴットを溶製した。インゴットをアルゴン雰囲気中で $1200^{\circ}\text{C} \times 4\text{h}$ の均一化焼鈍したのち、鍛造と熱間圧延によって板厚 3mm の母板を得た。これに $930^{\circ}\text{C} \times 40\text{m}$ の焼準を施したのち、冷間圧延によって 0.8mm のシートに仕上げた。この状態から幅 8mm、ゲージ長さ 40mm、肩の半径 10mm の平板引張試験片を採取した。切削した引張試験片をクロム酸-酢酸溶液中で $50 \sim 80^{\circ}\text{C}$ の温度下で電解研磨して、表面に存在する応力集中部の除去につとめた。研磨した引張試験片を湿水素雰囲気中(露点 $= 50^{\circ}\text{C}$)で 650°C 、40h の脱炭処理をしたのち、雰囲気乾水素に切り替え、引き続きこの温度で

20h 保持して脱炭処理をしたのち、炉冷により常温にもってきた。

このように処理した材料の化学成分を Table 1 に示す。

焼鈍状態での侵入型不純物の濃度を測定するため、幅 3mm、グリッパ間の距離 100mm の試験片を用いて、内部摩擦を測定した。内部摩擦を温度の関数としてプロットしたのが Fig. 2 である。

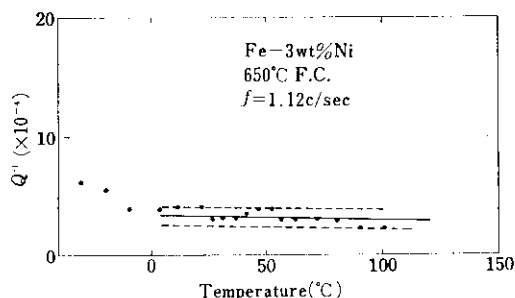


Fig. 2 A result of internal friction test

この図で実線は各温度での Q^{-1} の平均値をとったもの、破線はデータの変動幅を示す。25°C における N ピーク、45°C における C ピークともに明確に現われないので、侵入型 C, N の濃度は変動幅以内に相当することがわかる。平均変動幅を 0.8×10^{-4} とし、また比例定数として 3 を用いれば、最大可能な C, N の固溶量は 2.4ppm である。

650°C で焼鈍した状態での光学顕微鏡組織を Photo. 1 に示す。結晶粒径は 19μ である。

冷間加工材を再結晶させると、優先方位が成長しやすいことはよく知られている。そして優先方位の存在は、Lüders 変形にも当然影響を与えるはずである。再結晶集合組織の有無を inverse pole figure でチェックした。板面に平行に (111) がやや強く発達している。各反射面の強度を Table 2 に示す。

Table 1 Chemical composition of the material used (wt%)

Si	Mn	P	S	Ni	Cr	sol Al	C	N	O
0.006	0.001	0.002	0.003	2.99	<0.01	<0.001	0.002	<0.0005	0.0035

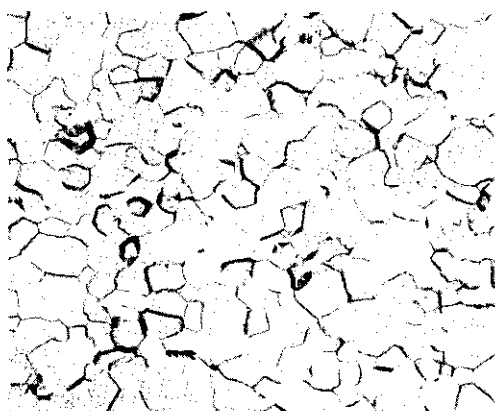


Photo. 1 Metallograph of Fe-3wt% Ni
annealed at 650°C ($\times 200$)

Table 2 Recrystallization texture measured by
inverse pole figure technique

Plane	Intensity
(110)	0.86
(200)	1.1
(211)	1.1
(310)	0.6
(222)	2.7
(420)	0.6

2.2 引張試験方法

平板引張試験片をチャックにかませる方法は Fig. 3 に示すごとくである。Aは試験片の平行部に直接チャックが接触する方法であり、Bは試験片のつかみ部をチャックにかませる方法である。前者はチャック部から積極的に Lüders band を発生させ、この Lüders band の伝播を観察する場合に用いた。後者は外部からの応力集中を排除した状態で Lüders band の発生、伝播を観察

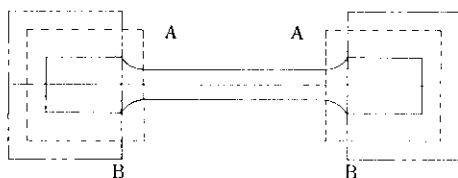


Fig. 3 Gripping of specimens: A for macroscopic deformation and B for relaxation test in pre-yield region

する場合に用いた。Delayed yield を調べるためにはBのグリップ法をもっぱら用いたが、他の目的にはすべてAのグリップ法を用いている。

引張試験温度は77~343°Kの範囲である。定点温度として、液体窒素(77°K)、液体酸素(90°K)、ドライアイス-エチルアルコール混合溶液(198°K)を用いた。Lüders band 伝播応力(以下 Lüders 応力と書く)の温度依存性測定のためには、歪速度 $\dot{\epsilon} = 3.97 \times 10^{-5} \text{sec}^{-1}$ を用いた。活性化パラメーターを求めるための歪速度サイクルテストには $3.97 \times 10^{-4} \text{sec}^{-1}$ も用いた。

3. 実験結果

3.1 Delayed yield

試験片を Fig. 3 のBのようにチャックにかませ、 $\dot{\epsilon} = 7.94 \times 10^{-5} \text{sec}^{-1}$ の速度で荷重を与え、一定値に達したところでクロスヘッドを停止して応力緩和をおこさせる。10~30min の緩和ののち、荷重を Lüders 応力の1/2程度まで下げ、再び荷重を加え、前回より $0.5 \sim 1 \text{kg/mm}^2$ 高い応力から緩和テストをする。このような操作を繰り返すといつには一定の待ち時間の後に Lüders band の発生による応力緩和がおこる。

Fig. 4 に delayed yield の代表例を示す。図中の(1), (2)は Lüders band の形成によって応力緩和がいちじるしくおこった場合である。また(3), (4), (5)は発生した Lüders band が非常に小さく、それに応じて緩和量も少ない場合である。応力緩和テスト中に発生した Lüders band を Photo. 2 に示す。(A), (B)は Lüders band の芽が発生した場合であり、応力緩和量の小さい場合に相当する。(C), (D)は緩和テスト中に Lüders band が試験片を横断した場合であって、応力緩和量は大きい。応力緩和テストの結果を要約すると、

(i) Lüders band の発生による大きな応力緩和がおこるまでは試験機の緩和がおこるのみで試験片の緩和は零である。

(ii) 一定応力に到達後緩和テストをすると、ある潜伏期の後に試験片の応力緩和がおこる。緩

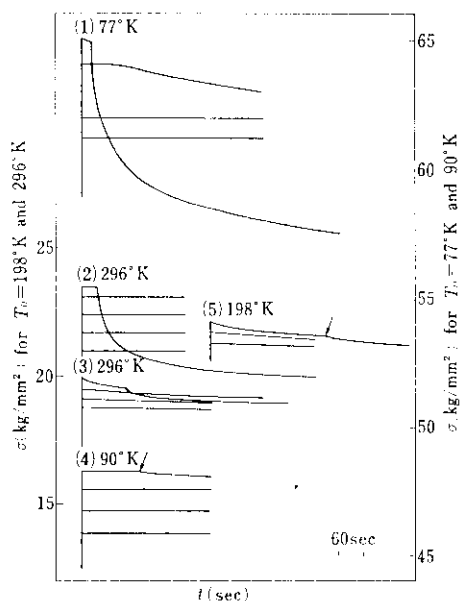


Fig. 4 Typical relaxation curves obtained at different load in the pre-yield region

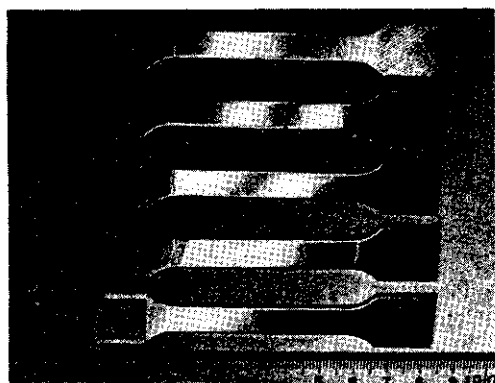


Photo. 2 Initiation and propagation of Lüders band: (i) a small Lüders band was initiated during relaxation test in pre-yield region in (A) and (B), (ii) a large Lüders band traversed a specimen in (C) and (D), and (iii) a Lüders band propagated under applied stress in (E)

和の開始と時を同じくして Lüders band の発生が観察される。

(iii) Lüders band の発生位置は、平行部の終端であり応力集中の最もおこりやすいところである。

3.2 リュードース応力の温度依存性

Lüders 応力、変形応力の温度依存性を1本の試験片から求めるための手順は Fig. 5 に示すとおりである。

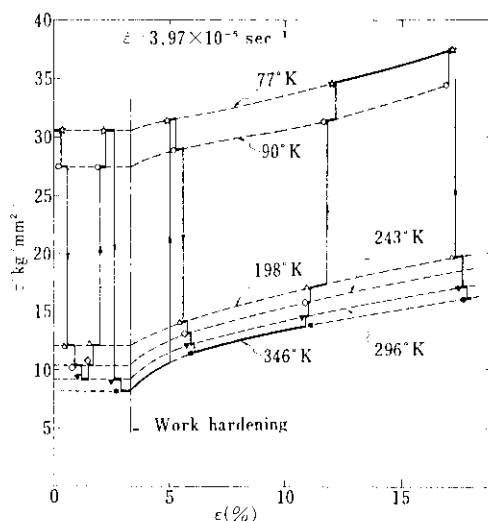


Fig. 5 Stress-strain curves for Fe-3wt% Ni polycrystals deformed over the temperature range of 77°K to 345°K

各温度で若干の変形をさせた後、応力を低レベルまで下げ引張軸を維持した状態で温度を変え、熱的な定常状態が得られるのを待って引張試験を続行した。

温度変化法によって Lüders 応力の温度依存性を求める場合には、温度の変化に伴う Lüders band 内の転位密度、転位配列に変化のないことが前提になる。Fig. 5 にみられるように、Lüders 応力は前履歴に関係なく各温度で一定の値を示すので、この前提は満足されているとみてよい。均一加工硬化域での応力-歪曲線は 198~343°K の範囲で相似性を示し、ここでも前履歴の影響は現われない。変形応力は温度、歪量、歪速度によって一義的に定まる。77, 90°K での応力-歪曲線は高温でのそれとは異なるように見えるが、これは変形応力（弾性域から塑性域への遷移点を変形応力とした）の定義が低温で不鮮明になるための誤差が反映されたものと考えられる。

Fig. 5 のデータを用いて Lüders 応力、変形

応力の温度依存性をプロットしたのが Fig. 6 である。

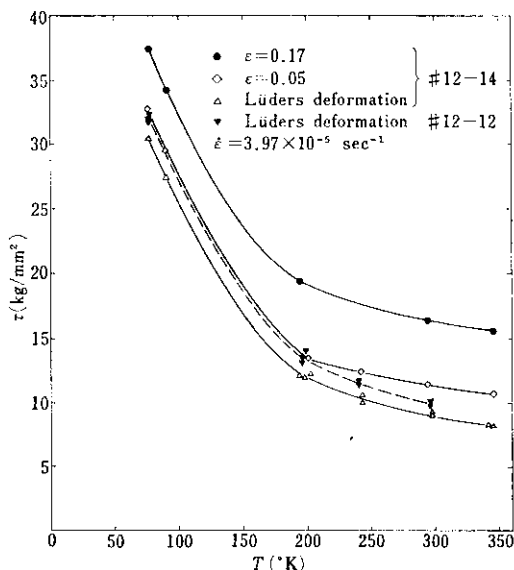


Fig. 6 Temperature dependence of the Lüders stress and flow stress in Fe 3wt% Ni alloy

加工硬化域での変形応力は、温度変化に伴う応力変化 $\Delta\tau$ の和として求めた。Lüders 応力の温度依存曲線と加工硬化域での変形応力の温度依存曲線はよい相似を示す。データの再現性をみるために、他の試験片を用いて同様の試験をした。その結果は Fig. 6 に併記されている。#12-14 では 77°K から引張試験を開始したが、#12-12 では 297°K からスタートし 77°K まで順次温度を低下させたのち反転して温度を上昇させた。応力レベルは全体に #12-12 が #12-14 よりやや高い。しかし曲線の形は全く類似している。応力レベルに相違がでたのは、Lüders 歪、すなわち Lüders band 内の転位密度が両試料間でことなるためである。

3.3 活性化パラメーター

応力-歪曲線の各所で応力緩和と歪速度変化をおこなわせ活性化パラメーターを求めた。strain rate sensitivity ($\partial\tau/\partial\ln\dot{\epsilon}$) を各温度について歪の関数としてプロットしたのが Fig. 7 である。

Lüders 変形、均一加工硬化の各域で $\Delta\tau$ は一

定の値を持つ。しかし Lüders 変形域の $\Delta\tau$ が加工硬化域でのそれよりも大きい値を示す。これは要するに、Lüders band 先端における応力集中の寄与いかんにかかわる問題である。

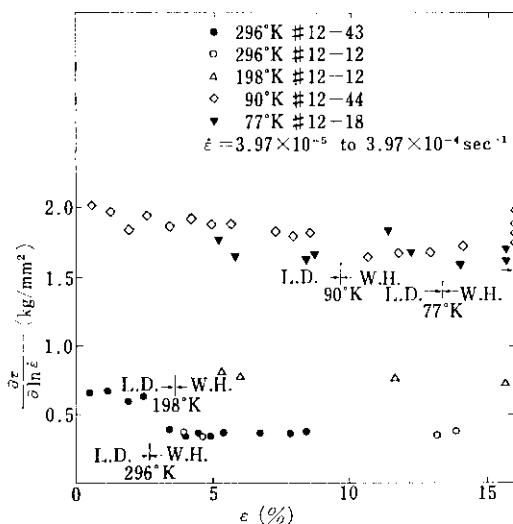


Fig. 7 Strain rate sensitivity versus strain for Lüders and uniform deformation: L.D. stands for Lüders deformation and W.H. work hardening

活性化体積 v^* は次式から求められる。

$$v^* = kT \left(\frac{\partial \ln \dot{\epsilon}}{\partial \tau} \right) T \quad (1)$$

ここで

k : ボルツマン常数

T : 絶対温度

この式によって求めた v^* を歪の関数としてプロットしたのが、Fig. 8 である。

Lüders 変形域での v^* は、加工硬化域での v^* よりも小さい値を示す。 v^* を T の関数として図示すると Fig. 9 のようになる。

活性化エンタルピー、 H^* は次式から求められる。

$$\begin{aligned} H^* &= -kT^2 \left(\frac{\partial \ln \dot{\epsilon}}{\partial T} \right)_\tau \left(\frac{\partial \tau}{\partial T} \right)_\epsilon \\ &= -Tv^* \left(\frac{\partial \tau}{\partial T} \right)_\epsilon \quad (2) \end{aligned}$$

この式によって求めた H^* を温度、 T の関数として図示したものが Fig. 10 である。

77~297°K の範囲で H^* と T とは直線関係にある。ただし直線の勾配は Lüders 変形域と加工

硬化域で若干ことなる。

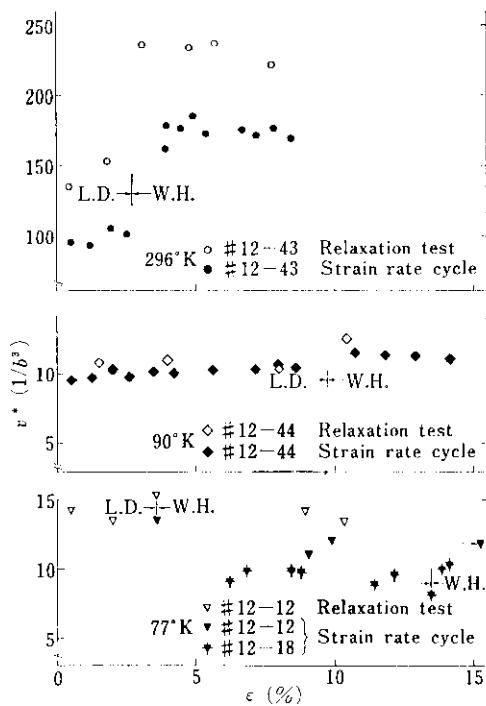


Fig. 8 Activation volume for Lüders and uniform deformation versus strain

3.4 応力緩和テスト

Lüders 変形, 均一加工硬化の両域で応力緩和テストを行なった。変形温度は一定にして, 歪のみを変えて応力緩和の歪依存性を主に調べた。各緩和テストの直後に歪速度変化を行ない, 双方から求められる活性化体積 v^* の一致性も調べた。試験機の応力緩和はブロック状のダミー試験片を用いて求め, これを用いてデータの補正を行なった。

応力緩和テストから得られる $\Delta p / \Delta t$ (Δp : 荷重減少量) 対 $\log t$ (t : 時間) プロットの一例を Fig. 11 に示す。長時間側では両者は直線関係にある。

Li^{13,14)}によれば, 応力指数 m^* ($v = \left(\frac{\tau^*}{\tau_0}\right)^{m^*}$, v : 転位速度, τ^* : effective stress, τ_0 : 定数) は,

$$m^* = \text{slope} / (\text{slope} + 1) \quad (3)$$

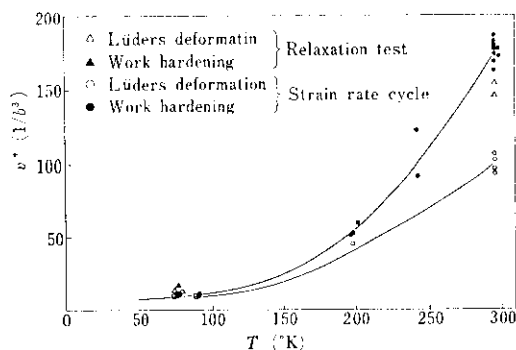


Fig. 9 Effect of temperature on activation volume for Lüders and uniform deformation

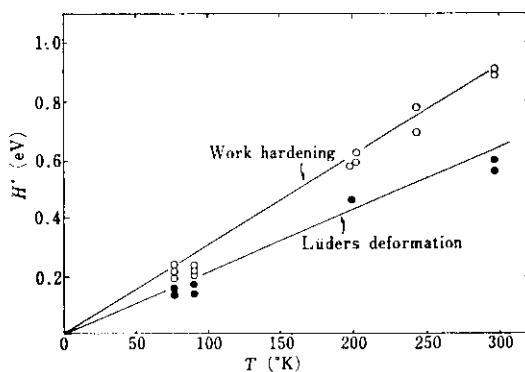


Fig. 10 Effect of temperature on the activation enthalpy for Lüders and uniform deformation

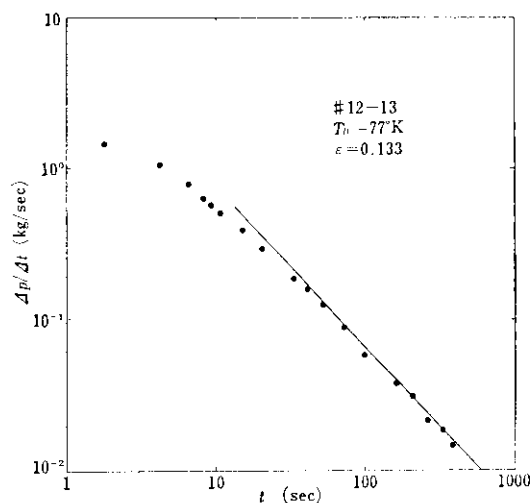


Fig. 11 Determination of m^* in the stress relaxation in the region of uniform deformation

で与えられる。このようにして求めた m^* を Fig. 12 に示す。

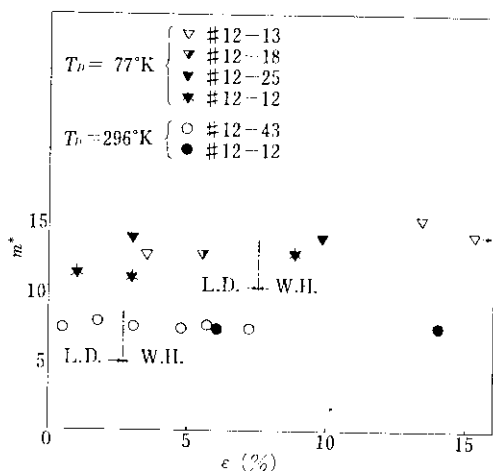


Fig. 12 m^* for Lüders and uniform deformation plotted against strain

m^* は Lüders 変形, 均一加工硬化領域で同一の値を持つ。

応力歪曲線から v^* を求めることができる。Feltham¹⁵⁾, Sargent^{16,17)} によれば, 緩和曲線の長時間側では,

$$-\Delta\sigma = -(\sigma - \sigma_0) = S \ln(C + t) \quad (4)$$

が成立する。ここで S は直線の勾配, C は常数である。この S から v^* が求まる。

$$v^* = \frac{(2.303)(kT)}{S} \quad (5)$$

$-\Delta\sigma$ 対 $\log t$ プロットの一例を Fig. 13 に示

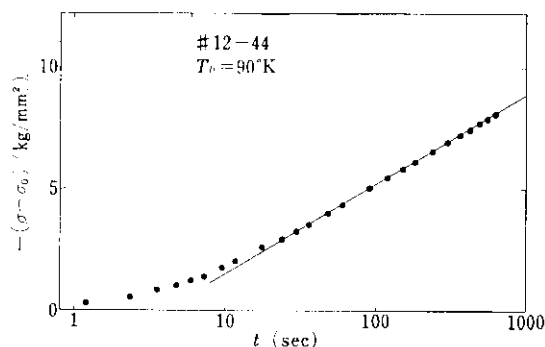


Fig. 13 $-(\sigma - \sigma_0)$ versus time plot obtained from relaxation test in the region of Lüders deformation

す。

(5)式によって求めた v^* を Fig. 8 に示す。応力緩和から求まる v^* ((5)式) は歪速度サイクルから求まる v^* ((1)式) よりもやや高い値を示す。

3.5 顕微鏡観測

焼鈍状態での電子顕微鏡組織を Photo. 3 に示す。

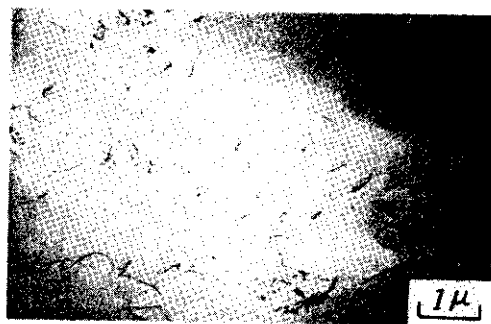
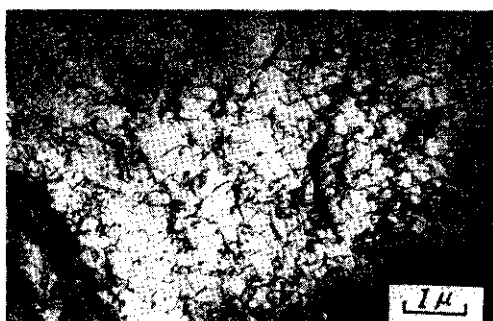
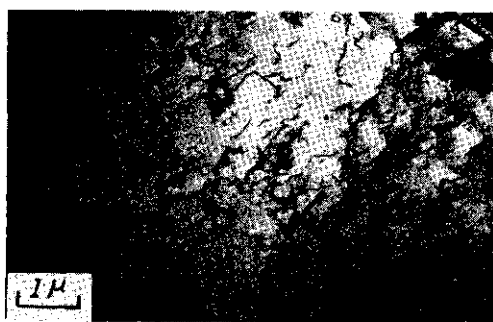


Photo. 3 Electron transmission micrograph in annealed specimen

写真は, 転位密度の最も高い視野を選んだのであるが, この領域で転位密度は, 10^8cm^{-2} である。多くの視野では転位の数は非常に少ないので, 試料の平均転位密度はこれよりもずっと低い。198°Kで変形して Lüders band が通過した領域と未通過の領域から薄膜を作って観察した結果が Photo. 4 である。Lüders band が通過した(a)では, 転位密度が高く($\rho = 3.8 \times 10^8 \text{cm}^{-2}$) 局部的に転位が密集してセル構造を持ち始めている。Lüders band がまだ走っていない(b)でも転位密度は高く($\rho = 1.8 \times 10^8 \text{cm}^{-2}$), 前者の1/2程度まで転位が増殖している。すなわち Lüders band が未通過の領域で, 巨視的には, 塑性歪の生じていない場所でも転位の増殖がおこなっていることがわかる。Photo. 5 は Photo. 4 と同一試料ですべり線をレプリカ法で観察したものである。すべり帯を注意深く観察すると, 結晶粒界で一対一の対応をしており一つの結晶粒から他の結晶粒へとすべりが連続していることがよくわかる。



(a) Region within Lüders band



(b) Region outside

Photo. 4 Electron transmission micrograph in a specimen loaded at 77°K

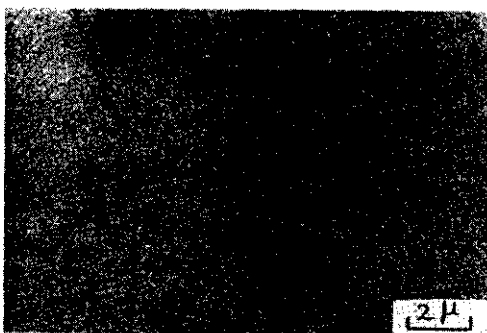


Photo. 5 Slip trace after passage of Lüders band at 77°K revealed by replica technique

4. 考 察

4.1 Lüders band の発生

Fisher⁴⁾ は不純物あるいは析出物によって固着された転位ループが Cottrell 雰囲気から解放さ

れる過程を熱活性的に取り扱った。直線的な転位ループが半円状の弧になるときの活性化エンタルピーを H^* とすればこのようなループの単位時間当たりの発生数 $\dot{n}$ は

$$\dot{n} = n_s \nu \exp\left(-\frac{H^*}{kT}\right) \quad (6)$$

ここで n_s : 円弧ループが形成される場所の数

ν : 転位の振動数

連続的に発生するループの平均待ち時間 Δt は $\dot{n}$ の逆数で与えられる。外部応力 σ のもとで Δt の間隔で発生した転位が一定数、 n_c に達したときに初めて降伏がおこると考えれば、降伏は一定の delay time の後におこる。また delayed yield は降伏に本質的に付随する現象である。

$$\log(\text{delay time}) = \log(n_c \Delta t) = -A + \frac{B\mu^2}{\sigma T} \quad (7)$$

ここで、 A, B : 常数

μ : 剛性率

Lüders band の伝播速度は delay time に逆比例すると考えて、Fisher は Lüders band の速度 v_L について次式を得た。

$$\log v_L = C - \frac{D}{\sigma T} \quad (8)$$

ここで、 C, D : 常数である。

Fig. 4 に示したように降伏以前の領域で応力緩和テストをすると、Lüders band の発生までは緩和は皆無か僅少である。ある応力レベルで潜伏期間の後に Lüders band の発生がおこり、これに相呼応して応力緩和が生じる。そこで delay time と、応力との関係を(7)式にしたがってプロットしてみたのが Fig. 14 である。剛性率の温度変化については $10^{-6}\mu = 13.30 - 0.0030T$ (psi) の関係式を用いた⁴⁾。

データポイントに若干の変動はあるが(7)式はほぼ満足されるようである。Fig. 4 および Photo. 2 に示すように緩和テスト時に発生する Lüders band は非常に小さい場合も大きく発達している場合もあるので、これを一律に取り扱ったことや、さらには Lüders band が発生する箇所での応力集中度が試験片間で相違することなどが重畳して、Fig. 14 に示されるようなバラツキとなって現われたものであろう。いずれにしても Lüders

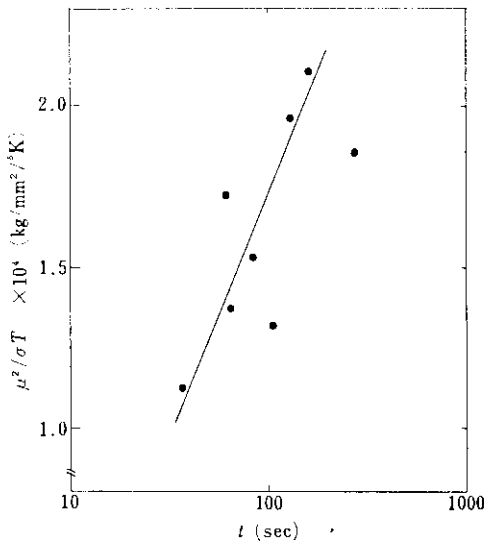


Fig. 14 ($\mu^2/\sigma T$) plotted against time for initiation of Lüders band

band の発生による降伏の開始については Fisher の unpinning process が成立しているようである。一定の潜伏期間後に大きく応力緩和がおこる場合について緩和曲線から m^* を求めると、この値は加工硬化領域で得られる m^* に近い値を示す。このことは発生した Lüders 核が伝播するときには塑性変形時と同一のメカニズムが働いていることを示唆する。この問題は後節で触れよう。

4.2 変形の機構

bcc 金属の低温変形では、らせん転位が障害を熱活性化に乗り越える素過程が律速段階であると一般に考えられている¹⁸⁻²¹⁾。そのとき歪速度 $\dot{\epsilon}$ は次式で与えられる。

$$\dot{\epsilon} = \rho b v = (\rho/l^*) A b v^* \exp \left(-\frac{H^*}{kT} \right) \quad (9)$$

ここで ρ : 運動にあずかる転位の密度

b : バーガースベクトル

v : 転位の平均速度

l^* : 熱活性化に關与する転位の長さ

A : 一回の熱活性化過程で転位のはく面積

v^* : 転位の振動数

H^* : 活性化エンタルピー

k : ボルツマン常数

T : 絶対温度

(9)式から直接的に次の諸式が導き出せる。

$$\left(\frac{\partial \tau^*}{\partial T} \right)_i = \frac{1}{T} \left(\frac{\partial \tau}{\partial \ln \dot{\epsilon}} \right)_r \ln \left(\frac{\dot{\epsilon}}{v} \right) \quad (10)$$

ここで $v = (\rho/l^*) A b v^*$

$$-\frac{\partial H^*}{\partial \tau} = v^* = kT \left(\frac{\partial \ln \dot{\epsilon}}{\partial \tau} \right)_r \quad (1)$$

$$H^* = -kT^2 \left(\frac{\partial \ln \dot{\epsilon}}{\partial \tau} \right)_r \left(\frac{\partial \tau^*}{\partial T} \right)_i \quad (2)$$

$$H^* = kT \ln (v/\dot{\epsilon}) \quad (11)$$

(9)式を実験データに適用できるかどうかをチェックするためには、(10)、(11)式がとくに重要である。

Lüders stress, flow stress の温度依存性が相似していること、したがって τ^* と T との関係は両者で同一であることは、Fig. 6 に示すとおりである。

Lüders band の先端部には、応力集中が働くので Lüders band 先端の転位に働く effective stress は外部応力と内部応力との差のほかにも上述の集中応力が重畳された値になる。したがって、strain rate sensitivity は Lüders 変形域と加工硬化域で異なるのが一般的な場合である。strain rate sensitivity が両者の間で同一でない場合には、必然的に Lüders 変形域と加工硬化域で v^* がことになってくる。このことは両者の間で変形機構が相違することを意味するのではなく、Lüders 変形域での事態が集中応力に相当する分だけ低温側（高応力側）に移行したことを意味する。

H^* と T との間には直線関係が成立し(11)式が成立することは Fig. 10 に示したとおりである。 $\left(\frac{\partial \tau^*}{\partial T} \right)_i$ と $\frac{1}{T} \left(\frac{\partial \tau}{\partial \ln \dot{\epsilon}} \right)_r$ との関係を図示したのが Fig. 15 である。この場合も両者は直線関係にあって(10)式は満足される。すなわち Lüders 変形域、加工硬化域で変形は(9)式に示すような熱活性化過程にしたがうものであることを示す。Fig. 10, Fig. 15 では Lüders 変形域と加工硬化域でことなる直線関係が得られたが、これは両者の変形機構の相違によるものでなく Lüders band 先端の集中応力の効果に由来するものと考えられる。

以上に述べたように strain rate sensitivity, 活

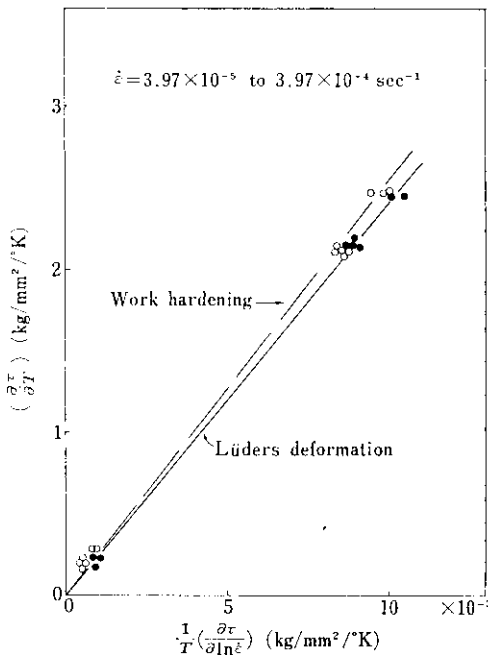


Fig. 15 $(1/T) (\partial\tau/\partial\ln\dot{\epsilon})$ versus $(\partial\tau/\partial T)$ for Lüders and uniform deformation

性化体積、活性化エンタルピーの考察は Lüders band の伝播時と加工硬化域で同一の変形機構が作用しているものであろうことを強く示唆する。

4.3 応力指数 m^*

Johnston と Gilman^{6,7)} は転位速度と effective stress τ^* との間に次に示すような経験式を見出した。

$$v = \left(\frac{\tau^*}{\tau_0} \right)^{m^*} \quad (12)$$

エッチピット法で求めた刃状転位の運動速度は v が 2～3 ケタの範囲で Fe-3.25% Si^{22,23)}, W²⁴⁾, Nb²⁵⁾, Mo^{26,27)}, 純鉄²⁸⁾ 中で成立することが確認されている。LiF⁶⁾ 中では刃状、らせん両転位の運動がこの式にしたがう。最近井村²⁹⁾ は拡大して行く転位ループを超高圧電子顕微鏡で直接観察することによって、Fe-3wt%Si 中の刃状、らせん両転位の運動が(12)式にしたがうことを報告した。Hahn は Lüders band 先端の転位速度が band の伝播速度をきめているとして次式を提案した。

$$v_L = kv = k \left(\frac{\tau^*}{\tau_0} \right)^{m^*} \quad (13)$$

ここで kv は v の Lüders band 進行方向への成分である。

Prewé ら^{9,10)} は鉄中のリューダース帯伝播速度を測定して、(13)式が成立することを示した。得られる m^* が個々の転位の運動を記述する(12)式とよく一致する^{28,30-32)}。このことから(12)式は成立し Lüders band の伝播は、band 内の転位の運動で規定されるものとした。すなわち m^* は転位の動的挙動を比較する場合の大切なパラメーターであることがわかる。

Li³³⁾ は転位の運動について(12)を仮定すれば応力緩和テストから m^* が求められることを示した。その実際的な求め方は(3)式による。本実験材の m^* については Fig. 12 に示すとおりである。すなわち m^* は Lüders 変形、加工硬化の両域で同一の値を示し、両域では同一のメカニズムが支配していることを示す。Conrad¹²⁾ は Lüders 変形と、塑性変形との間のメカニズムの同一性を立証するためのパラメーターとして、活性化体積 v^* を用いた。 v^* は(1)式から求められるが、歪速度の変化に付随する応力増分 $\Delta\tau$ は Lüders 変形域と加工硬化域でことなる場合がある。そこで両域での v^* を比較するためには、effective stress τ^* を正確に求めることが必要になる。 m^* の場合には応力集中の効果がほとんど反映されないので、データのより直接的な比較が可能になる。ともかく m^* の比較から Lüders 変形、加工硬化の両域では同一のメカニズムが支配的であろうことが推察される。 v^* の比較も部分的ながら同様の見解を支持している。

Fig. 4 に示すように delay time の後に Lüders band が発生すると、これに伴い応力緩和がおこる。Lüders 核が試験片を横断するほど大きく成長する場合には、緩和も大きく起きるのであるがこのような緩和曲線から m^* を求めると、77°K, 296°K で 15.8, 8.7 となる。この値は Lüders 変形、加工硬化域での m^* とほぼ同じ値である。すなわち Lüders band の発生以降の過程に注目すれば、いずれも同一のメカニズムで変形が進行していると考えられる。

転位の運動を記述する(12)式は経験式であって、速度を熱活性化式(9)で表現するのは全く異質のものである。しかし、もしも(9)式の H^* が

$$H^* = H_0 - \beta \ln \tau^* \quad (14)$$

H_0 : 絶対零度での活性化エンタルピー

$$\beta = m^* k T$$

であれば(9)式と(13)式は同じものになる。すなわち(13)式は(9)式の特別な場合である。それゆえこれまでに(9)の熱活性化式によって論を進めたり、(13)の指数関数式によって論を進めてきたりしたが両者は矛盾する事からではない。

4.4 Lüders band の発生と伝播

Fisher と Rogers⁵⁾ は SAE-1010 を用いて Lüders band の伝播速度を求め、それが(8)式にしたがうと報告した。Butler³³⁾も軟鋼試験材を用いて同様な結論を得た。ところで彼らのデータを(12)式にしたがってプロットし直すと Fig. 16 のようになる。この図によれば v_L 対応力の関係は(12)式でもよく表わせる。低温ではむしろ(12)式の方がよりよい直線性を示す。したがって Fisher と Rogers, Butler のデータから Lüders 変形について unpinning の代わりに dynamical effect 説を引き出すこともできる。Fisher の理論によれば(7)式と(8)式は全く同一のものである。しかるに本実験結果は(7)式を支持するが(8)式を支持しないようである。Fisher は Lüders band が伝播する段階でも unpinning が絶えず律速段階であるとする考えから(8)式を得たが、実際には(7)式による Lüders band の形成後には、他の過程が律速になるために(8)式が成立しなくなるのであろう。

以上述べたことを要約すると Lüders band の発生までは delayed yield 現象が確かに存在して、unpinning process 説の妥当性を支持するが、一たん Lüders band が発生するとそれ以降の過程では(12)式に示される転位の動的性質によって規定されていると考えるのが妥当である。発生と伝播についてのこのような不一致はどこにあるのであろうか？

Lüders band の通過していない領域でも転位

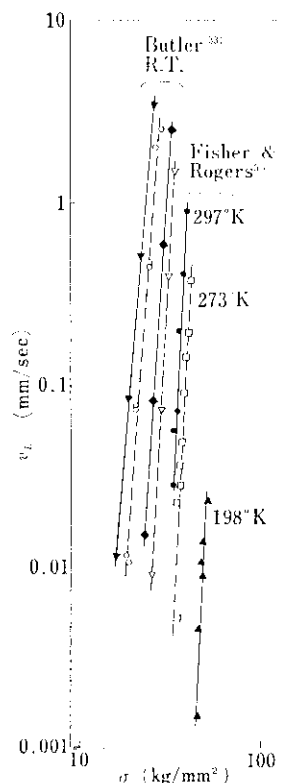


Fig. 16 Lüders band velocity as a function of applied stress: replotted from Butler's and Fisher and Rogers' data

の増殖がおこり転位密度が高くなっている(Photo. 4 (a)参照)。数少ない視野からの計算であるが Lüders band の通過した領域、未通過領域の転位密度はそれぞれ $3.8 \times 10^9 \text{cm}^{-2}$, $1.8 \times 10^9 \text{cm}^{-2}$ である。すなわち外部応力の作用下で試験片全体に転位の増殖がおこり降伏への準備運動をするわけである。一方試験片には応力集中部が存在する。本実験の応力緩和テストの場合平行部終端に応力集中部があり Lüders band が発生する。外部応力に集中応力が重疊した部分に優先的に Lüders band が発生し、これが周辺部に伝播していく。Lüders band の先端には応力集中が働くのでこの部分の転位が優先的に運動する。そして変形応力は Lüders band 先端の転位の運動抵抗によってきまる。なお応力集中部で Lüders band が形成されるまでは、unpin された転位の数がある臨界数に達するまでの delay time を必要とする

であろう。また delay time は応力集中度に大きく依存することが予想される。

このように考えると Lüders band 発生までとそれ以降の過程での変形のメカニズムの相違の由来を理解することができる。したがって delayed yield は材料の形状、不均一度に依存するような extrinsic な性質を多分に含むものであるが、しかしまた材料内には、不均一部分が必ず存在し、これが Lüders 核発生の引き金の役割をしている。

5. 結 び

Fe-3wt%Ni 多結晶を用いて Lüders 変形機構

を調べた。その結果を要約すると次のとおりである。

(1) delayed yield は固着転位の unpinning 説に基づく Fisher の式 ((7)式)にしたがう。

(2) 一たん Lüders band が発生すると、その伝播は加工硬化域での変形と同一のメカニズムにしたがう。

(3) Lüders 変形と加工硬化域での変形は同一の熱活性化過程によって進行する。

(4) Lüders band の発生と伝播とはその機構が異なるのであるから、両方に注目した実験、理論が必要であり一方だけを考慮した実験から全体の結論を引き出すのは危険である。

参 考 文 献

- 1) D. S. Clark and D. S. Wood : Proc. Amer. Soc. Testing Materials, **49** (1949), 717
- 2) D. S. Wood and D. S. Clark : Trans. ASM, **43** (1951), 571
- 3) D. S. Wood and D. S. Clark : Trans. ASM, **44** (1952) 726
- 4) J. C. Fisher : Trans. ASM, **47** (1955), 451
- 5) J. C. Fisher and H. G. Rogers : Acta Met., **4** (1956), 180
- 6) W. G. Johnston and J. J. Gilman : J. A. P., **30** (1959), 129
- 7) W. G. Johnston and J. J. Gilman : Solid State Physics, Vol. 13 ed. by F. Seitz and D. Turner [Academic Press, New York (1962)]
- 8) G. T. Hahn : Acta Met., **10** (1962), 727
- 9) K. Prewo, J. C. M. Li and M. Gensamer : Scripta Met., **4** (1970), 777
- 10) K. Prewo, J. C. M. Li and M. Gensamer : 2nd Inter. Conf. on the Strength of Metals and Alloys, **1** (1970), 163 [ASM]
- 11) H. Conrad : J. I. S. I., **198** (1961), 364
- 12) H. Conrad : J. Mech. Phys. Solids, **12** (1964) 139
- 13) J. C. M. Li : Canrad. Jnl Phys., **45** (1967), 493
- 14) I. Gupta and J. C. M. Li : Met. Trans., **1** (1970), 2323
- 15) P. Feltham : Phil. Mag., **8** (1963), 989
- 16) G. A. Sargent : Acta Met., **13** (1965), 633
- 17) G. A. Sargent and H. Conrad : Scripta Met., **3** (1969), 43
- 18) J. E. Dorn and S. Rajnak : Trans. AIME, **230** (1964), 1052
- 19) P. Guyot and J. E. Dorn : Canrad. J. Phys., **45** (1967), 983
- 20) F. Kroupa and V. Vitek : Canrad. J. Phys., **45** (1967), 945
- 21) R. J. Arsenault : Acta Met., **15** (1967), 501
- 22) D. F. Stein and J. R. Low, Jr : J. Appl. Phys., **31** (1960), 362
- 23) J. S. Erickson : J. Appl. Phys., **33** (1962), 2499
- 24) H. W. Schadler : Acta Met., **12** (1964), 861
- 25) H. D. Guberman : Acta Met., **16** (1968), 713
- 26) H. L. Prekel, A. Lawley and H. Conrad : Acta Met., **16** (1968) 337

- 27) H. L. Prekel and H. Conrad : Dislocation Dynamics, (1968), 431 [McGraw Hill, New York]
- 28) A. P. L. Turner and T. Vreeland : Acta Met., 18 (1970), 1225
- 29) T. Imura : Fifth Int'l Materials Symposium, the structure and Properties of Materials-Techniques and Application of Electron Microscopy (1971) 1 [University of California]
- 30) T. Altschuler and J. Christian : Phil. Trans. Royal Soc., 261A (1967), 253
- 31) H. Yada : Acta Met., 15 (1967), 1255
- 32) I. Bernstein : Acta Met., 17 (1969), 249
- 33) J. F. Butler : J. Mech. Phys. Solids, 10 (1962), 313

