

金屬および合金の捩り抵抗に伴う諸性質の變化に
ついて(第4報)クリープにおける飛躍實驗***

橋本 宇一* 松田 正一** 鹽田 信雄**

Uichi Hashimoto, Shoichi Matsuda and Nobuo Shiota : Studies on the Changes of Various Properties of Metals and Alloys Due to Twisting (4th Report) Discontinuous Jump in the Creep Test. One of the authors reported in the second paper on the study of the mechanism of recrystallization in metallic crystals that there are

* 科學研究所

** 茨城大學工學部

*** 昭和24年11月本會名古屋大會に發表

discontinuous jumps in the process of deformation of crystals of pure iron at temperature of 650°C, pure nickel at 745°C, magnesium at 600°C and zinc at 300°C.

Then, the nature of such discontinuous jump in the creep process of single crystal of pure iron is studied under the following cases ;

- (1) Influence of temperature to the magnitude and frequency of jumps.
- (2) Influence of the existence of oxidized surface layer.
- (3) Polycrystalline state.

The results are as follows ;

- (1) The discontinuous jump occurs above the recrystallization temperature.
- (2) The frequency of jump decreases with time at constant temperature and the magnitude of a jump increases with the rise of temperature.
- (3) The oxidized surface layer prevents the presence of discontinuous jump.
- (4) In the polycrystalline state, the discontinuous jump does not occur apparently.

(Received December 10, 1949)

I. 緒 言

著者の一人は第 2 報⁽¹⁾において冷間加工度の變化に伴ふ單體金屬および合金の再結晶温度前後の機構について報告した際に純鐵の 650°, 高純度 Ni の 745°, Mg の 600° および Zn の 300° 近邊の温度においてそれぞれ不連続的な伸びの移動が認められた。塑性變形に於ける飛躍的伸びの實驗については、古く Obreimou⁽²⁾, Joffe⁽³⁾ 等に依つて 250° 以上の温度において岩鹽の脆性的な流れが不連続的に起り、その個々の伸びは μ 程度のものであることが始めて觀測せられた。その後 Classen⁽⁴⁾, Orowan⁽⁵⁾ 等の人々に依つて Al, Zn 等についての此種の實驗が繰返されて來てゐる。著者等は今回、純鐵の單および多結晶試料について再結晶温度前後の範圍に涉つて、時間的な経過に伴ふ一定荷重下の伸び、即ちクリープにおいて生ずる不連続の飛躍と温度の關係を検討した結果について報告する。

II. 實驗方法およびその装置

實驗装置は前報⁽¹⁾に報告した縦型捩り試験機であるが、その平面鏡の前方に焦點距離 1m の凸レンズを取付けその前方 320mm にある光源の光を 0.2mm 巾のスリットを通して鏡に投射させ、その反射光線の焦點を前方 1250mm の距離にあるオシログラフ用ドラムのスリットに結ばせる様にした。ドラムの 1 廻轉所要時間は 60~100 sec であり、且つドラムの圓周即ち全長は 330mm である。それ故ドラムの廻轉時間が 70 sec の場合には、 $330/70=4.7$ mm の距離が 1 sec 間の時間的な経過に相當し、伸び 1 mm は試料の實際の伸び 0.8 μ に相當する。即ち 1250 倍程度の擴大率にしてある。

III. 實驗材料

單結晶試料は軸方向と [100] の爲す角度が 17°50' の直

- (1) 鹽田, 本誌, 13(1949), No. 10, p. 22.
- (2) J. W. Obreimou, u. L. W. Schubnikoff, Z. Phys., 41(1927), 907.
- (3) A. Joffe, The Physics of Crystals, New York, (1928), 50.
- (4) M. Classen-Nekudowa, Z. Phys., 55(1929), 555
- (5) E. Orowan, Proc. Phys. So. c, 52 (1940), 8.

徑 2mm ϕ の丸棒であり、多結晶試料は Table 1 に示す如き組成の直徑 4.2mm ϕ の丸棒である。尙この多結晶試

Table 1 Chemical Composition of the Polycrystalline Specimen.

| C | Mn | Si | Al | P | S | Cu | Fe |
|------|------|-------|------|-------|-------|-------|-------|
| 0.03 | 0.06 | 0.045 | 0.03 | 0.043 | 0.025 | 0.024 | 99.74 |

料を 4mm ϕ 迄冷間加工を施した後焼鈍して、2.7% の加工度を與へ 850° 空氣中にて 4 日間保持した試料、即ち充分に酸化被膜を形成せしめ而も内部の結晶が可及的に單結晶の近く迄成長した試料について實驗を行つた。これは表面の酸化被膜の形成がクリープにおける不連続の飛躍におよぼす影響を見んが爲である。チャック間の試料の長さは總て 17 ± 0.5 mm であり荷重は後述する如く略々 50g/mm² 前後である。尙爐内は常に水素瓦斯を吹込み酸化を防いで實驗を行つた。

IV. 實驗結果

a-1 : 單結晶試料についての實驗

前述した如き鐵單結晶試料につき、始めに温度 650°, 荷重を 28g/mm² とした場合の時間對伸びの曲線を Photo. 1 (a) (b) に示し、更に同荷重および同温度における 3 回目の曲線を Photo. 2 に示した。何れも横軸は伸びを、縦軸は時間を表はす。またこの三曲線を整理した結果を、Photo. 1 (a)(b) および Photo. 2 に對稱して Fig. 1 (a) (b) および (c) に示した。縦軸には飛躍の大きさを横軸には時間を採つてある。

(a) 曲線の飛躍は甚だ明確であり、且つ飛躍は時間と共に増大する。即ち 4~5 sec 附近の飛躍は 2~3 μ 程度の大きさであるが、10 sec 附近の飛躍は 8~12 μ 程度に増加する。また斯かる飛躍を生ずる寸前に所謂飛躍前驅現象とも云ふべき微小飛躍を數回繰返して居り、これも亦時間の経過と共にその大きさを増大する。ドラムのスリットを光が Scale Out した後、直ちに第 2 回目の荷重を附加した曲線 (b) の飛躍は全體的にその大きさは (b) よりも稍々減少し、20 sec 前後で (a) 曲線の伸びと略々 10 μ 程度の差を生ずる。また飛躍状態も時間的に瞬間的なものから數秒を経過して飛躍が完成するもの、即ち時間依存性を有

する飛躍が出現し始める。次に第3回目の荷重を加えて実験を行つた曲線(c)は著しく伸びが減少すると共に飛躍

伸びの變化を示すのみで、飛躍は表面状態の變化に可成左右されることが知られる。

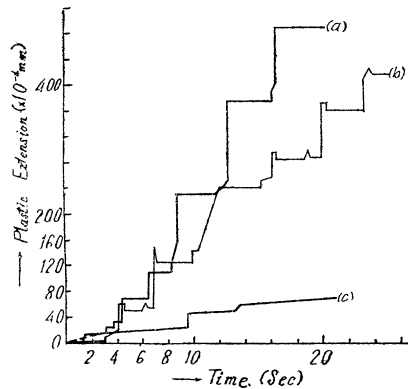
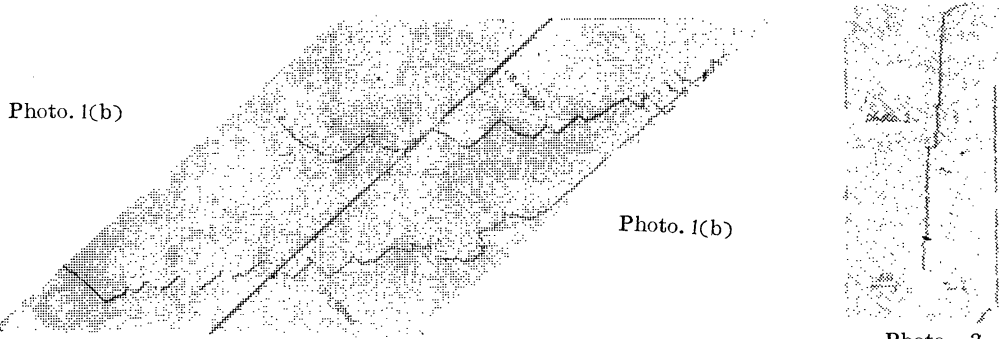
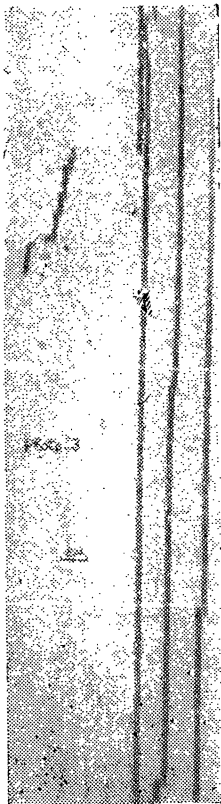


Fig. 1 Relation between the Discontinuous Jump and the Holding Time at 650°.



回数も少くなる。且つ飛躍の時間依存性が増加し同時に飛躍前驅現象たる微小飛躍と眞飛躍との時間間隔が甚しく増大する。即ちそれに伴つて飛躍の完全停止期間に相當するものが消滅し大凡 0.2~0.3 μ の伸びの漸増後に飛躍が起る割合になる。繰返し荷重を加へる度にこの傾向は顯著となり、飛躍の時間間隔は著しく増加し飛躍の大きさは激減する。Photo. 3 は第5回目の荷重を加へた場合の伸び對時間曲線であり、縦軸は時間を、横軸は伸びを示す。この寫真からも上述した飛躍傾向のあることが認められる。尚1回毎の飛躍後に現はれる 0.1 μ 程度の伸びの減少は測定装置の慣性に依るものと考えられる。

a-2: 酸化被膜形成熱處理試料 荷重 28g/mm², 温度 650° における実験結果は殆ど連続的な

a-3: 再結晶前後の温度における実験 前述同様に荷重 28g/mm² を附加して単結晶試料につき 700°, 620°, 500° および 300° の温度におけるクリープの飛躍的伸びの相違について実験を行い、飛躍の温度依存性についての検討を試みた。

Fig. 2 はその実験結果を示す曲線である。700° にお

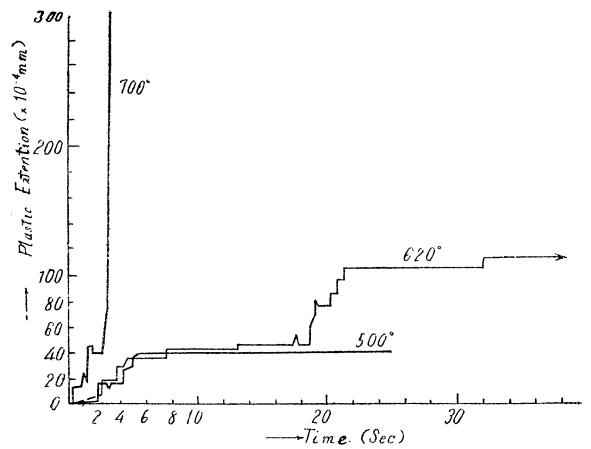


Fig. 2 Relation between the Discontinuous Jump and the Holding Time at Various Temperatures.

る飛躍的伸びの量は最大であり 3.5 sec 前後で Scale Out してふ。即ちその際の伸びの程度は 0 μ 以上のものである。飛躍前驅現象である微小變化の数は 650° のそれに比して約2倍程度多く出現してゐる。620° においては著しく伸びが減少し、それに伴つて飛躍の停止期間は増加する。即ち例へば 32 sec の後に起つた約 1 μ の飛躍の後には 40 sec の飛躍停止期間が存在する。500° の温度においては一層伸びの量は減少し、且つ 4~5 sec より 1/10 μ 以下の程度の伸びが連続性を帯びて出現する様になる。300° においては伸びの飛躍性は認められない。一般的に云つて繰返し荷重を附加しない純粋な単結晶のクリープ中に生ずる飛躍は時間的な依存性は認められず瞬間的に飛躍は完了する。

b: 多結晶試料についての實驗

多結晶試料においては結晶粒界を形成する點において自から單結晶體とはそのクリープにおける飛躍曲線に相違を

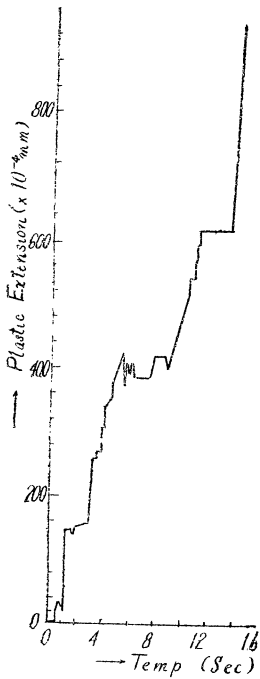


Fig.3 Results of the Experiments Relating to the Polycrystal of Iron at 650°.

示すものと想はれる。荷重も単結晶におけるかごとく $28\text{g}/\text{mm}^2$ では飛躍または連続的伸びは認められない。依つて試料直径 4.2mm のものに荷重 $60\text{g}/\text{mm}^2$ を附加し 650° において行つた伸び対時間曲線を Fig. 3 に示す。Fig. 1 および 2 の単結晶試料の飛躍と比較して明らかな様に多結晶試料の飛躍には微視的に見て一定の規則性は認められない。而も単結晶に繰返し荷重を加へた時の様に大凡、個々の飛躍は時間の依存性を示してゐる。大局的に見ればこの場合も飛躍前驅現象を複雑な仕方で重疊したものと見ても差支へないと思ふ。

V. 實驗結果の考察

伸びの過程記録に現はれ

る飛躍現象は再結晶温度以上において現はれる。この機構についての明確な説は定立されてゐないが、結晶の缺陷部分(轉位、モザイクブロック、間隙)にエネルギーの蓄積が行はれ、その中の一部がこゝろとエネルギーの移動が起り、そのエネルギーが他の部分の再結晶を促す爲に雪崩の様に引續いて一群が動き、これが巨視的に飛躍して記録されると考へられよう。その場合に飛躍前驅現象は飛躍と飛躍の間のエネルギー蓄積期間における飛躍開始の刺戟的なこゝろと解せられる。

再結晶は (1) 加工に依る再結晶-(a) 核の發生および (b) その核の生長。

(2) 表面再結晶-(1). (a) において發生した核の生長、に分類される⁽⁶⁾。金屬の表面に酸化被膜を生ぜしめて表面における變位を阻止すると、この場合には飛躍現象は現われないことが實驗 a-2 に依つて實證されるが、こゝろが表面から起り易いと云ふ事實と考へ併せて飛躍現象に與る再結晶現象は表面再結晶であると考えられる。尙飛躍的伸びの大きさがモザイク・ブロックの邊長 $1 \sim 10\mu$ 程度であることは、こゝろ現象の機構に關する轉位説とモザイク・ブロック説の二つの檢證に何らかの意味を有する様に想はれる。終りに臨み、鐵單結晶を提供せられた東京大學教授、茅博士、伴野雄三氏の御厚意に對して深謝致します。

(6) L. Graf, Z. Metallk., 30 (1938), 103.