

高圧高速試験装置の試作と二、三の実験

大森正信* 伊藤 操*
吉田 総仁* 井上 美智正**

J. Japan Inst. Metals, Vol. 48, No. 3 (1984), pp. 302-307

A Testing Apparatus for Materials Deformed under High Hydrostatic Pressure and with High Deformation Speed

Masanobu Ohmori*, Misao Itoh*, Fusahito Yoshida* and Michimasa Inoue**

The present paper describes a testing apparatus in which some deformations such as tension and blanking can be given to metals at ambient temperature under hydrostatic pressure up to 700 MPa and with deformation speed up to $1 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$.

Using this apparatus, tensile tests of a high purity polycrystalline zinc were carried out in a wide range of deformation speed. The finding of increase in the brittle-to-ductile transition pressure with increasing strain rate is discussed on the basis of rate dependence of fracture stress.

(Received September 6, 1983)

Keywords : testing apparatus, high hydrostatic pressure, high deformation speed, zinc, brittle-to-ductile transition

I. 緒 言

金属の力学的特性や加工特性が温度、変形(加工)速度、圧力の強い影響をうけることはよく知られているが⁽¹⁾⁻⁽⁶⁾, それら三つの外的因子の重畳効果を調査した研究はもちろんのこと、二つの因子, すなわち, 高温と高圧力⁽⁷⁾⁻⁽⁹⁾または高圧力と高変形速度⁽¹⁰⁾⁻⁽¹³⁾を重畳したときの材料の変形挙動を系統的に追究した研究もきわめて少ない。切削や多くの塑性加工では, 材料は高い静水圧応力が作用している条件下で高速変形をうけ, 場合によっては破壊にいたるので, それらの加工特性をよりよく理解するには高圧下における材料の変形や破壊挙動に及ぼす変形速度の影響に関する知識を蓄積しておく必要がある。

著者らは, 上述の要請にしたがって研究をはじめ, すでに水中で雷管を爆発させることによって作りだした衝撃圧を鋼円管に作用させながら高速で押し上げるときの変形挙動の特徴を明らかにし⁽¹³⁾, 並行して高静水圧力中におかれた材料に高速引張り変形を与えることのできる高圧高速試験機の試作を進めてきた。本論文では, 試作試験機の詳細を紹介するとともに, それを用いて多結晶亜鉛の引張り試験を行った結果, とくにぜい性・延性遷移圧力の変形速度依存性について報告する。

II. 試作した高圧高速試験機

本試験機は, Fig. 1 に示したその概要図にみられるように, 四つの部分, すなわち, 試験機本体, 試験機駆動用油圧ユニット, 油圧ユニット制御系および荷重と変位の計測系から構成されている。以下に油圧ユニット制御系を除く各部分の構造と動作を説明する。

1. 試験機本体

試験機本体は, Fig. 1 に示したように, フレーム①, 高圧容器②, 上および下プランジャー③, 上下のはり④と 2本の支持棒⑤からできているプランジャー固定枠, その固定枠が上下に運動するときの案内棒⑥ならびに高圧ポンプ⑦などからなっている。高圧容器と案内棒が固定されているフレームは床に据えつけられている。なお, フレーム上部にはプランジャー固定枠を介してプランジャーを下方に駆動させるための油圧シリンダー⑧とプランジャーの変位測定用の差動トランス(DT)がとりつけられている。プランジャーとプランジャー固定枠の接触面には球面座を用いてプランジャーに偏心荷重が加わらないように配慮した。高圧容器は, 内径 30 mm, 内筒外径 120 mm, 外筒外径 240 mm, 高さ 415 mm で, 焼ばめと圧入を併用して作った複合 2 層円筒である。高圧容器は, ニッケル・クロム・

* 広島大学工学部 (Faculty of Engineering, Hiroshima University, Higashi-Hiroshima)

** 広島大学大学院生 (Graduate Student, Hiroshima University, Higashi-Hiroshima)

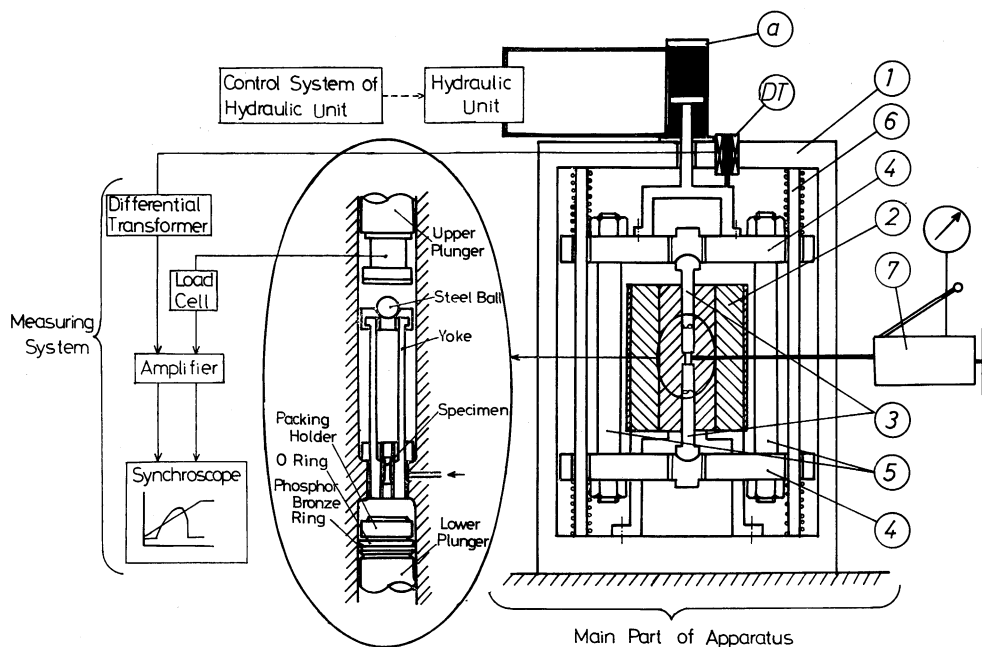


Fig. 1 Arrangement of the apparatus.

モリブデン鋼 8 種 (SNCM 439) の焼入れ焼戻し材で作られており、設計値である 700 MPa の圧力まで内壁を降伏させることなく内圧を加えることができる。また、万一の破壊に備えて外筒の周囲を厚さ 10 mm の軟鋼円筒でおおった。

プランジャーと高圧容器内壁の焼付防止のためプランジャーにはタフトライド処理をほどこした。プランジャーとその固定枠も高圧容器と同じくニッケル・クロム・モリブデン鋼 8 種の調質材で作った。

高圧ポンプは 1180 MPa まで昇圧可能なハンド・スクリュー両用型の手動ポンプである。低圧室のピストン直径と高圧室のその比は 2 : 1 (ピストンの断面積比は 4 : 1) であるので、低圧室側の 4 倍の圧力が高圧室側に生じ、その圧力が直接高圧容器内に加えられる。低圧室にブルドン管式圧力計が連結されているので、高圧側の圧力は圧力計の読みを 4 倍することによって知ることができる。高圧容器内の圧力媒体には燈油を用いた。

高圧容器とプランジャー間のシールの方法として、従来著者らが用いていた高圧塑性変形装置⁽¹⁴⁾ではリン青銅、テフロン、リン青銅の順に 3 個の四角断面リングを重ね、低圧時にはテフロンリングの変形により、高圧時にはリン青銅リングの塑性変形により圧力をシールした。しかし、本試験機にその方法を用いたところ高圧容器内壁とパッキンの間の摩擦が大きすぎてプランジャーはスムーズに動かなかった。そこで今回はフッ素 O リングとリン青銅リングの 2 個のリングを用いることによって摩擦力を減少させた。その結果、700 MPa に 30 分間保持してもほとんどリークによる圧力低下はみられず、かつプランジャーの運動もきわめてスムーズになった。

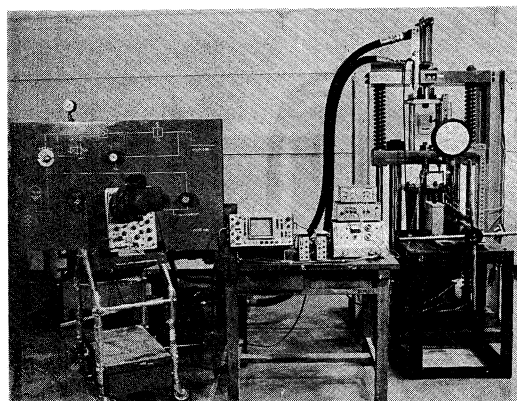


Fig. 2 View of the apparatus.

Fig. 1 には試験片を装填した高圧容器内部の詳細も示してあるが、これは既存の高圧塑性変形装置⁽¹⁴⁾で用いた方式を踏襲している。Fig. 2 に本試験機の外観写真を示した。

2. 試験機駆動用油圧ユニット

Fig. 3 に試験機本体を駆動する油圧ユニットの回路図を示す。油圧シリンダー③により高速で試験機本体のプランジャー固定枠 (Fig. 1) を下方に運動させるためには、短時間に大量の油を油圧シリンダーに送りこまねばならない。そのため本試験機では油圧源として大量の油を吐出しても圧力変動の少ないアキュムレーター⑥を用い、このアキュムレーター内の油を、パイロットチェックバルブ④を短時間開放することにより油圧シリンダーに供給してプランジャー固定枠を駆動している。パイロットチェックバルブ③、④の開閉は電気信号により制御されたソレノイドバルブ

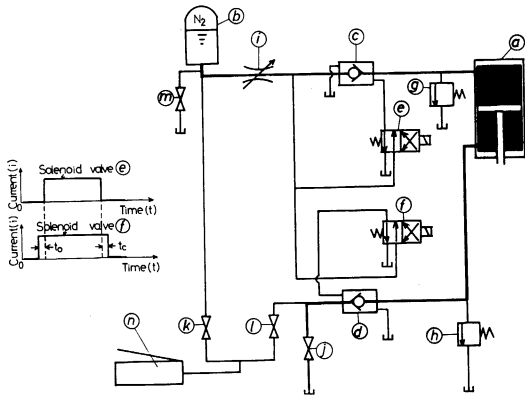


Fig.3 Layout of hydraulic unit. (a): hydraulic cylinder; (b): accumulator; (c), (d): pilot check valves; (e), (f): solenoid valves; (g), (h): relief valves; (i): throttle valve; (j), (k), (l), (m): stop valves; (n): hand pump.

ブ(c), (f)で行われる。ただし、油圧シリンダーのピストンロッド側のパイロットチェックバルブ(d)を閉じたまま他方のチェックバルブ(c)を開くと油圧管路や油圧シリンダー内に衝撃圧が発生してそれらを破損するおそれがあるので、そのような事態が生じないように Fig.3 の付図に示す信号をソレノイドバルブに与えてパイロットチェックバルブの開閉を制御している。すなわち、試験開始のスイッチを入れるとまずソレノイドバルブ(f)に電流が流れ、アクキュレーター内の圧力がパイロット圧力として働いてパイロットチェックバルブ(d)を開き油圧シリンダーのピストンロッド側の圧力を逃がす。その後微小時間 t_0 だけ遅れてソレノイドバルブ(c)に電流を流してパイロットチェックバルブ(c)を開き、アクキュレーター内の油を油圧シリンダーヘッド側へ送ることによりピストンを動かして Fig.1 に示したプランジャー固定棒とプランジャーを下方に押し下げる。所定のストロークに達すると高圧容器外部にとりつけたリミットスイッチが作動することによりソレノイドバルブ(c)に流れている電流を切ってパイロットチェックバルブ(c)を閉じ、アクキュレーターから油圧シリンダーヘッド側への給油を停止する。さらに t_c 時間遅れてソレノイドバルブ(f)の電流を切ることによりパイロットチェックバルブ(d)を閉じて試験を完了する。ここで、 t_0 と t_c は 0.02~0.5 秒の間で任意に変えることができる。また、万一管路内に衝撃圧が発生した場合に備え、リリーフバルブ(g)と(h)を設けて油圧回路系の破損をひき起すような過大圧力が作用しないようにしてある。試験速度、すなわち油圧シリンダー内ピストンの下降速度 (Fig.1 のプランジャーが高圧容器に進入する速さ) は、アクキュレーターから吐出する油量をスロートバルブ(i)で調節することにより、500~1000 mm \cdot s $^{-1}$ の範囲で変えられる。油圧シリンダー (最高使用圧力 13.8 MPa) 内のピストンの直径は 63 mm であり、今回の実験ではアクキュレーター (最高作動圧力 34 MPa) 内の N $_2$ ガス圧力を 9.8 MPa としているので約 30 kN までの力をだすことができる。

3. 計測系

試験片に加わる荷重は上プランジャー先端のロードセルに貼ったひずみゲージからの出力を容器外にとりだして測定しているが、その方式は既報の高圧塑性変形装置の場合と全く同じである。一方、試験片に与える変位は上プランジャーの変位を試験機本体のフレーム上部にとりつけた差動トランスの出力によって検出している。荷重と変位はデュアルビームシンクロスコープまたはデジタルメモリスコープを用いて荷重-時間および変位-時間曲線として記録される。

実際に実験を行う手順は以下のようである。まず Fig.3 に示すストップバルブ(k)を開いて手動ポンプ(m)で所定の圧力になるまでアクキュレーター(b)内に油を送ってからストップバルブを閉じる。つぎに上プランジャー (Fig.1) を外しておいて別のストップバルブ(j)を開き同じ手動ポンプで油圧シリンダー(a)のピストンロッド側に油を送って Fig.1 に示すプランジャー固定棒と下プランジャーを所定の位置までもち上げてからストップバルブを閉じてのち、試験片を組みこんだヨークを高圧容器内部に装填する。ついで上プランジャーを高圧容器に挿入して容器高圧室を高圧ポンプ (Fig.1 の(7)) で試験圧力まで昇圧する。以上の操作を終えたあと試験開始のスイッチを入れると、アクキュレーターから油圧シリンダーヘッド側へ油が流入し、プランジャー固定棒を介して上下プランジャーが押し下げられる結果ヨーク上部におかれた鋼球が上プランジャーに押されて試験片に引張り変形が与えられる。プランジャーのストロークが設定位置に達すると油圧シリンダーヘッド側への油の流入が止まり、その微小時間後パイロット・チェックバルブ(d) (Fig.3) を閉じてシリンダーロッド側の油の流出を止めて試験を完了する。

著者らの知るかぎり高圧高速試験機を用いた材料の変形挙動研究の公表例は 3 件にすぎず、その一つは高純度銅のホプキンソン棒による圧縮⁽¹⁰⁾、第 2 は鉛入黄銅の圧縮⁽¹⁵⁾、第 3 は各種の鋼と非鉄金属のねじり⁽¹²⁾ についての研究であって、高速引張り変形を与える装置としては本試験機が最初のものである。本試験機はまた高速せん断や高速液圧押し出し⁽¹⁵⁾ などにも利用することができる。

III. 多結晶亜鉛試料と実験条件

用いた試料は高純度亜鉛 (99.99%) で、125 mm 直径の鍛造材ピレットを 473 \pm 20 K で 25 mm 直径まで押出し後 403~433 K で 17 mm 直径まで溝ロール圧延したものである。これから直径 4 mm、平行部長さ 17 mm の引張り試験片を旋削し、その後 493 および 613 K の 2 温度で焼鈍して平均結晶粒直径をそれぞれ 40 および 300 μ m に調整した。採用した引張り速度は 4.7 \times 10 $^{-3}$ 、4.7 \times 10 $^{-1}$ および 750 mm \cdot s $^{-1}$ の 3 種 (以後、これらを低速、中速および高速とよぶ) で、ひずみ速度 (変形初期) で表わすと 2.7 \times 10 $^{-4}$ 、2.7 \times 10 $^{-2}$ および 4.4 \times 10 $^{-1}$ になる。前二者の速度

の実験は既報の高圧塑性変形製造を用い、 $750 \text{ mm} \cdot \text{s}^{-1}$ の速度の実験には本試作試験機を用いた。

IV. 実験結果と考察

低速と中速の実験では X-T レコーダを用いて荷重 - 時間曲線を記録し、高速実験では、さきへのべたように、デュアルビームシンクロスコープに画かせた荷重 - 時間および変位 - 時間曲線をポラロイドカメラで撮影した。Fig. 4 は圧力 150 MPa, 引張り速度 $700 \text{ mm} \cdot \text{s}^{-1}$ で試験したときの撮影結果の一例で、変形速度は試験片に荷重が加わってもほとんど減少することなく、本試験機が設計目標通りに働くことを示している。

Fig. 5 は、3 種のひずみ速度で試験したときの断面収縮率、破断伸びおよび引張り強さを、結晶粒直径をパラメータとして試験圧力に対して示したものである。断面収縮率はいずれのひずみ速度においてもそれぞれある圧力を越すと低い値から急増してほぼ 100% になり、いわゆるぜい性 - 延性遷移現象が認められた。また、遷移圧力以下では

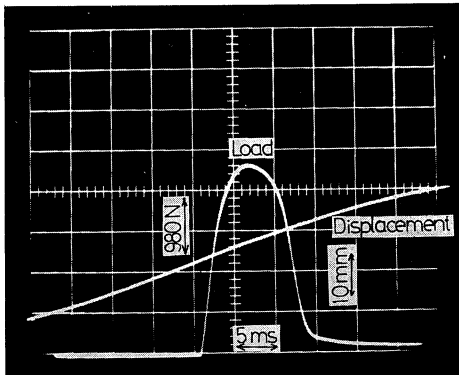


Fig. 4 Load and displacement-time curves recorded for the fine grained specimen. Tested at $700 \text{ mm} \cdot \text{s}^{-1}$ under 150 MPa.

試験片はくびれずに破壊し、破面はぜい性的であった。結晶粒直径 40 および $300 \mu\text{m}$ の試験片の遷移圧力は、低速で 5 および 90 MPa, 中速で 50 および 140 MPa, 高速で 160 および 300 MPa である。遷移圧力が結晶粒直径とひずみ速度が増すほど高圧側へ移行するのはすでに報告されているとおりである⁽¹⁶⁾⁽¹⁷⁾。

破断伸びも遷移圧力を過ぎると急増して以後圧力に関係なくほぼ一定値を示し、断面収縮率の圧力変化と類似の変化を示した。ただし、遷移圧力を過ぎてからの破断伸びは、細粒、粗粒いずれの試験片の場合も、低速および中速の場合に比べて高速引張りではかなり小さい。このことは、細粒試験片を遷移圧力以上の圧力下で低速および高速破断させたのちの破断部プロフィールを示した Fig. 6 から知られるように、高速引張りでは均一伸び(くびれ部から離れたところの伸び)が小さく、かつ局部伸びも小さいこと、すなわち、くびれがせまい領域で起ることを反映している。液体窒素温度でアルミニウム丸棒試験片を引張り破断させたときにも同様の現象がみられ、その理由が著者らによって明らかにされている⁽¹⁸⁾。今回の現象もアルミニウムの場合と同じように解釈できる。すなわち、低速引張りでは等温変形とみなせるが、高速ではほぼ断熱変形となるので塑性仕事の熱への変換による試験片の温度上昇が起こり、くびれ発生以後は均一変形部に比べて塑性ひずみ

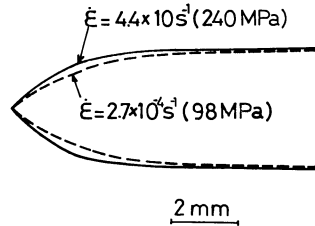


Fig. 6 Profiles of fine grained specimens fractured at strain rate of 2.7×10^{-4} and $4.4 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, respectively.

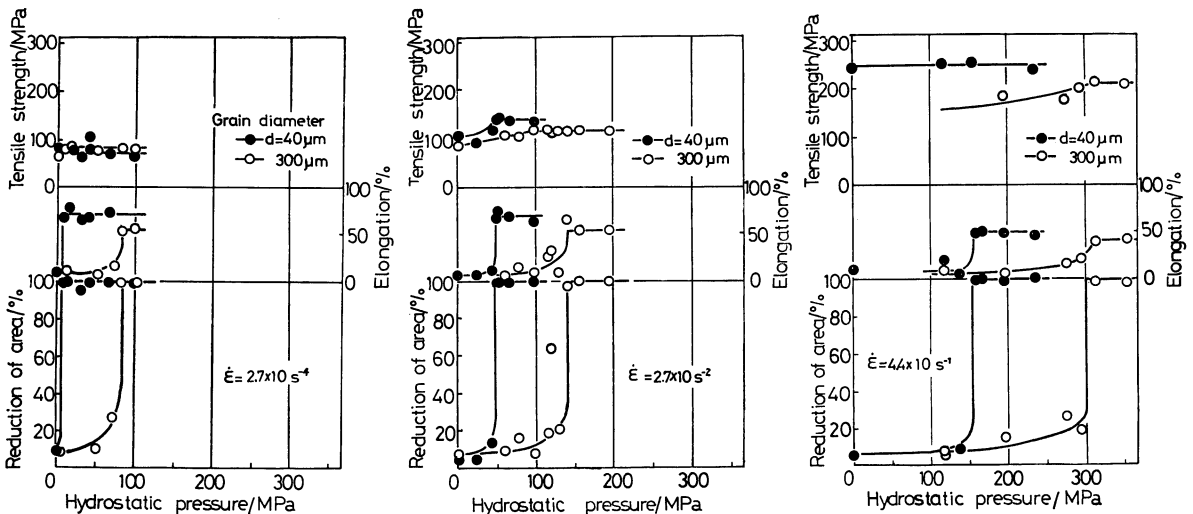


Fig. 5 Reduction of area, elongation and tensile strength as a function of hydrostatic pressure.

の大きいくびれ部で一層温度上昇が大きくなる(軟化がすすむ)。その結果、高速変形ではくびれがより局所化するとともにくびれ部軟化による引張り力低下が均一変形部の引張り応力を高め得ないために均一伸びを小さくし、結局 Fig.6 に示すような破断部プロフィールのちがいをもたすものと考えられる。

引張り強さは、断面収縮率や破断伸びのように圧力による急激な変化を示さず、遷移圧力までは漸増するがそれ以上の圧力ではほぼ一定になった。

従来、ぜい性-延性遷移が起こる理由⁽¹⁹⁾や遷移圧力の結晶粒度ならびに温度依存性⁽¹⁶⁾については考察されているが、遷移圧力のひずみ速度による変化についてはせまいひずみ速度域における若干のデータがある⁽²⁰⁾のみでたち入った議論はいままでなされていない。今回の実験で広いひずみ速度域のデータが得られたので、以下に遷移圧力のひずみ速度依存性を考察する。Fig.5 で求められたぜい性-延性遷移圧力をひずみ速度の対数に対して示すと Fig.7 のようになる。これからわかることの第1は曲線が下に凸であること、第2は粗粒試験片と細粒試験片の遷移圧力の差が5桁ほどのひずみ速度変化に対しても100~140 MPa で大略一定とみなせることである。第1の特徴は亜鉛鋳造材を $4.7 \times 10^{-4} \sim 4.7 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ のひずみ速度域で引張り実験した前報でも認められている。亜鉛のぜい性-延性遷移をぜい性クラックの不安定伝播としてエネルギー的に論じた Dower⁽¹⁶⁾によれば、遷移圧力 p_c は

$$p_c = \alpha \sigma - [16G\gamma' / \{\pi(1-\nu)k\}]d^{-1/2} \quad (1)$$

で与えられる。ここで、 α : 定数、 σ : 遷移圧力直下の破壊応力、 G と ν : 剛性率とポアソン比、 γ' : クラックの有効表面エネルギー、 d : 結晶粒直径、 k : 定数で、Hall-Petch の式⁽²¹⁾⁽²²⁾

$$\sigma = \sigma_i + kd^{-1/2} \quad (2)$$

中の $d^{-1/2}$ にかかる係数である。式(1)右辺の σ はひずみ速度の増加関数であるが、 γ' と k がひずみ速度の関数かどうか不明である。もし、 γ' がひずみ速度によらず、かつ、 k も鋼の場合⁽²³⁾のようにひずみ速度の影響をうけないと仮定すると、式(1)によれば σ のひずみ速度依存性は Fig.6 にみた遷移圧力のそれと類似にならなければならない。そこで、 σ 、すなわち遷移圧力直下の破壊真応力を Fig.5 から求めてひずみ速度の対数に対して示したところ Fig.8 が得られた。これによれば破壊応力も下に凸の形をしており、また粗粒および細粒試験片の曲線はほぼ平行とみなせる。したがって、式(1)から考えるとさきにもみた遷移圧力のひずみ速度による変化の二つの特徴は破壊応力のひずみ速度依存性によって規定されるようにおもえる。

V. 結 論

最高試験圧力 700 MPa、最高試験速度 $1 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$ の高静水圧力と高ひずみ速度を重畳させて材料の変形特性を調査することのできる高圧高速試験装置を試作し、その詳細を紹介した。本試験機では、引張り試験、せん断打抜き、押し出し加工などが行える。また、本試験機を用いて高純度多結晶亜鉛の引張り試験を広範なひずみ速度域にわたり行い、ぜい性-延性遷移圧力のひずみ速度増大による高圧側への移行を明らかにし、その現象を破壊応力のひずみ速度依存性と関連づけて考察した。

おわりに、卒業研究の一環として本試験機的设计・試作に熱心にとりくまれた本学学生 林 晶二君(現在:住友ゴム工業株)、ならびに試験機の製作にあたって多大なご協力をいただいた光高圧機製造株社長 小泉光男氏に厚くお礼申し上げる。

文 献

- (1) P.G.Shewmon and V.F.Zackay: *Response of Metals to High Velocity Deformation*, Interscience, (1961).
- (2) 日本金属学会会報, 4(1965), No.3「特集・金属材料の高速変形」.
- (3) H.Ll.D.Pugh: *Mechanical Behaviour of Materials under Pressure*, Elsevier, (1970).
- (4) P.W.Bridgman: *Studies in Large Plastic Flow and Fracture*, McGraw-Hill, (1952).
- (5) B.I.Beresnev, L.F.Verschagin, Yu. N.Ryabinin and L.D.Livshits: *Some Problems of Large Plastic Deformation of Metals at High Pressure*, Pergamon Press, (1963).
- (6) 大森正信: 日本機械学会誌, 76(1973), 555.
- (7) 西原正夫, 田中吉之助, 山本俊二, 山口喜弘: 材料, 16(1967), 169.

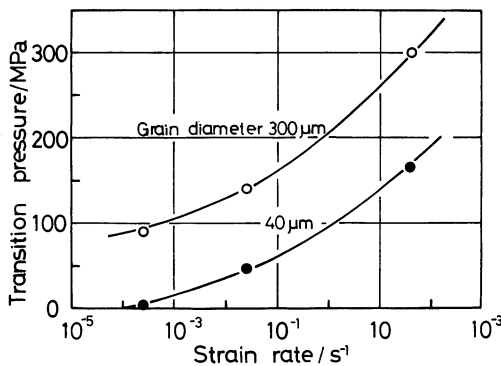


Fig.7 Variation of brittle-to-ductile transition pressure with strain rate.

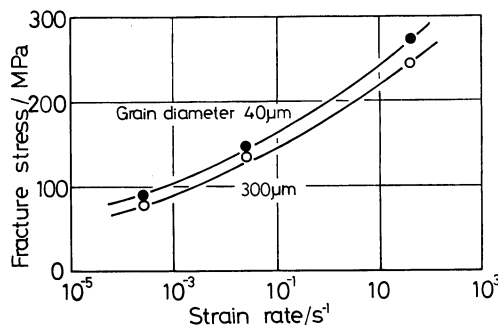


Fig.8 Variation of true fracture stress immediately below the transition pressure with strain rate.

- (8) M.Nishihara and K.Izawa : Sci. Eng. Rev. Doshisha Univ., **9**(1968), 41.
- (9) 小口 醇, 信木 稔, 太田口 稔, 海江田義也 : 日本金属学会誌, **42**(1978), 573.
- (10) J.D.Chalupnik and E.A.Ripperger : Proc. 2nd Intern. Congr. Experimental Mech., Washington D.C.,(1965), 421.
- (11) E.E.Banks : J.Inst. Metals, **96**(1968), 375.
- (12) J.L.Sturges, B.Parsons and B.N.Cole : *Mechanical Properties at High Rates of Strain*, Ed. by J.Harding, Inst. Physics, Bristol and London, (1979), 35.
- (13) 大森正信, 伊藤 操, 藤田昌大 : 日本金属学会誌, **47**(1983), 521.
- (14) 大森正信, 吉永芳豊, 川畑 武, 実升義彦 : 日本金属学会誌, **33**(1969), 509.
- (15) 大矢根守哉, 阿部武治, 加藤昭悟, 山田建夫, 西原信義 : 日本機械学会誌, **71**(1968), 1045.
- (16) R.J.Dower : Acta Met., **15**(1967), 497.
- (17) 大森正信, 橋本啓壮 : 日本金属学会誌, **42**(1978), 499.
- (18) 大森正信, 沖本繁之, 吉永芳豊 : 日本金属学会誌, **36**(1972), 803.
- (19) 中島孝慈, 藤城郁哉, 栗田康二, 三井寿雄 : 材料, **20**(1971), 962.
- (20) 大森正信, 吉永芳豊, 実升義彦, 助川一弥 : 日本金属学会誌, **35**(1971), 770.
- (21) E.O.Hall : Proc. Phys. Soc., **B64**(1951), 747.
- (22) N.J.Petch : J.Iron Steel Inst., **174**(1953), 25.
- (23) J.D.Campbell and J.H.Harding : *Response of Metals to High Velocity Deformation*, Ed. by P.G. Shewmon and V.F.Zakay, Interscience, (1961), 93.