

1 緒 言

塑性変形機構を理解する基本的な問題は、外部応力を作用した時の試片内の転位挙動の性質を決定することである。塑性変形の活性化パラメーターの研究から、より広範囲な理解が転位の運動を妨げる障害について得ることができる。また、転位は熱エネルギーを与えられて熱振動を励起し、この熱振動が転位を動きやすい状態にしている。すなわち、一般に金属の塑性変形は熱活性化され、変形応力は熱成分と非熱成分とからなる。熱成分とは、短距離応力場を乗り越えるのに必要な応力で有効応力といい、ひずみ速度と温度に依存するものである。一方、非熱成分とは長距離応力場を超えるのに必要な応力で内部応力といい、温度、ひずみ速度には依存せず剛性率のみに依存するものである。この熱成分と非熱成分の分離の方法は、BCC 金属において多くの研究者たちにより個々に報告されている^{1)~8)}。

本研究は、Ta を以下の 4 種類の方法すなわち、extrapolation method¹⁾, incremental unloading method²⁾, single strain-rate cycling method³⁾, Stress relaxation method³⁾で分離し、それらの値を比較検討するとともに変形の律速機構を解明しようとするものである。

2 実験方法

2.1 試料 本研究には、主として酸素濃度の異なる 2 種類の Tantalum を用いた。その化学成分は Table1 に示す。Ta-0.0082wt.%O は直径 1.0mm に引き抜き、 $1.5 \times 10^{-5} \sim 8.7 \times 10^{-6}$ mmHg の真空度で 1473K、3.6ks 焼鈍した。Ta-0.0174wt.%O は直径 0.95mm に引き抜き、 $\sim 10^{-5}$ mmHg の真空度で 1523K、21.6ks 焼鈍した。

Table1 Chemical compositions of specimens used.

Specimen	Compositions (wt. ppm)						
	C	H	N	O	Cr	Cu	Fe
High pure Ta	15	9	15	82	<5	<1	<5
Low pure Ta	15	9	15	174	<5	<1	<5
	Mn	Mo	Ni	Nb	Si	Ti	Ta
High pure Ta	<1	10	<10	64	<1	<10	Bal.
Low pure Ta	<1	10	<10	64	<1	<10	Bal.

2.2 引張試験 引張試験には、インストロン型試験機島津 IM-100 を使用した。試験機に用いた試験片は、上記の Tantalum 線材を 50mm の長さで切断し標点間距離を 30mm とした。実験方法としては次の種類のものがある。

2.2.1 Single strain-rate cycling test すべての試験は温度を制御できる温度浴に試片を完全に浸して行った。まず試験温度を一定に保ち Fig. 1 に示すようにひずみ 1% まで単引張を行い、ひずみ速度を変化した後再び引張を行う。変化したひずみ速度でのひずみの量は基準ひずみ速度での

変形機構に影響が出ないように最小に押さえ、もとの基準ひずみ速度に戻す。基準ひずみ速度は $\dot{\epsilon} = 2.78 \times 10^{-4} \text{sec}^{-1}$ 、変化後のひずみ速度は $\dot{\epsilon} = 2.78 \times 10^{-3} \text{sec}^{-1}$ である。

2.2.2 Incremental unloading test 試験温度を一定に保ち、目的のひずみまで単引張を行い、そのひずみに達したところで引張りを中止し 30s 間応力を緩和させる。ついで荷重を約 0.5kg 除荷し、その後応力を再び 30s 間緩和させて除荷する。この操作を繰り返すと応力は時間とともに減少していくが、一定時間経過すると除荷後の応力が変化を示さなくなり、ついには応力が増加を示すようになる。増加が十分に確認されたときに実験を終了する。この実験は降伏点伸びをすぎたひずみ 8% に対して行われた(Fig.2)。

2.2.3 Stress relaxation test 降伏点伸びをすぎたひずみ 8% まで単引張を行い、そのひずみに達したところで直ちに引張りを中止して 15 分間応力を緩和させそのときの時間に対する応力変化を調べた。

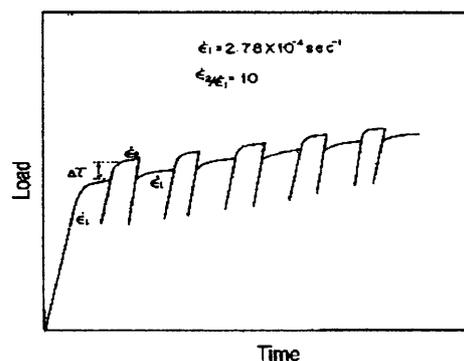


Fig.1 Schematic diagram of single strain-rate cycling method.

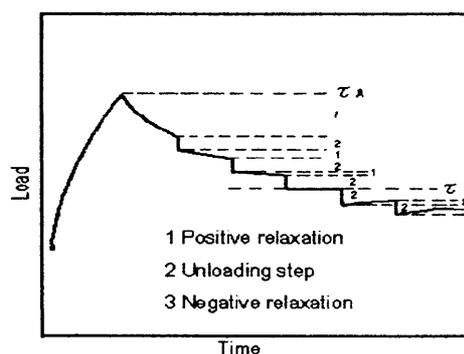


Fig.2 Schematic diagram showing incremental unloading method.

3 結果考察

高純度 Ta の relaxation curve より dv/dt を求めた結果を Fig.3 に示した。同様にして求めたひずみ速度感受性指数を Fig.4 に示した。温度の上昇とともに直線的に減少しており、温度の上昇とともに転位の可動性が増していることがわか

る。Fig.5は、293Kでの応力緩和試験から求めたひずみ速度感受性指数から有効応力、内部応力を求めた結果である。有効応力はひずみにあまり依存していないが、内部応力はひずみの増加とともに増している。このことから加工硬化は内部応力の増加によるものと考えられ、変形中の可動転位密度はほぼ一定と考えられる。Fig.6より有効応力が0になる温度は440Kであった。

4種の方法で求めた内部応力を比較すると誤差範囲内ではほぼ一致している(Fig.7)。

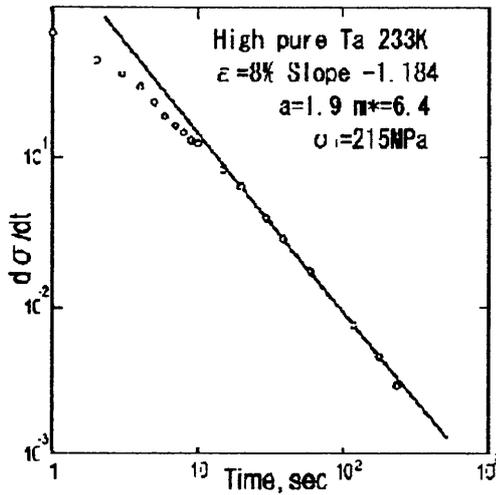


Fig.3 Rate of stress relaxation.

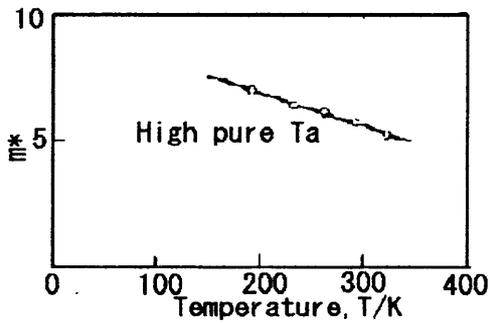


Fig.4 Temperature dependence of m^* for high pure tantalum.

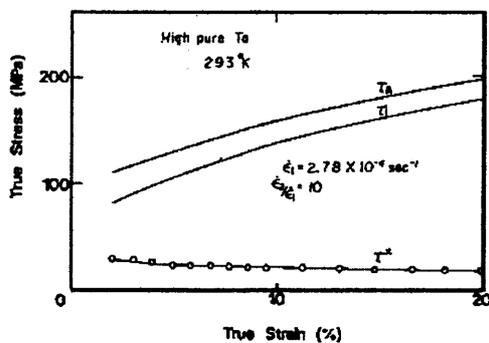


Fig.5 Applied stress, effective stress and internal stress evaluated from single strain-rate cycling method vs. strain for high pure tantalum at 293K.

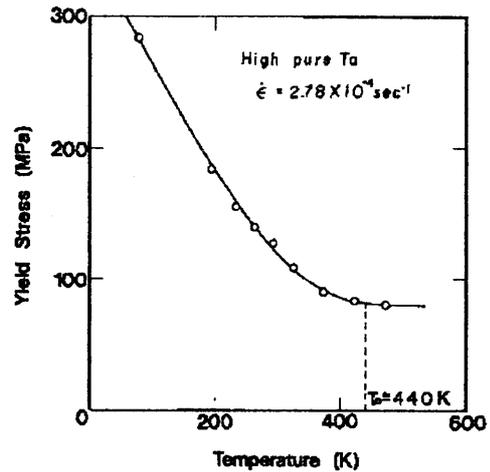


Fig.6 Temperature dependence of yield stress for high pure tantalum.

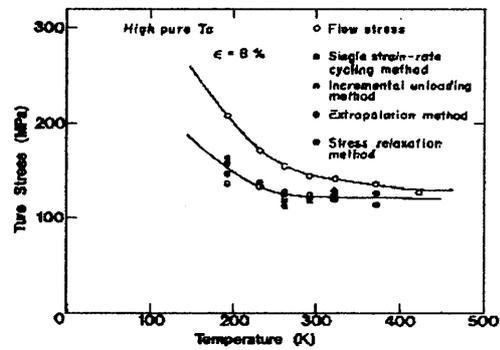


Fig.7 Temperature dependence of internal stresses in high pure tantalum evaluated from single strain-rate cycling, incremental unloading, stress relaxation and extrapolation methods for 8% plastic strain.

参考文献

- 1) A.Seeger, Z. Naturforsch, 9a, 758, 819, 856(1954).
- 2) J.C.M.Li and J.T.Michalak, Acta Met., 12, 1457(1964).
- 3) J.C.M.Li, Cand. J. Appl. Phys., 45, 493(1967).
- 4) G.Sargent and H.Conrad, Scripta Met., 3, 43(1969).
- 5) P.M.Kelley and J.M.Round, Scripta Met., 3, 85(1969).
- 6) J.T.Michalak, Acta Met., 13, 213(1965).
- 7) I.Gupta and J.C.M.Li, Met. Tarans., 1, 2323(1970).
- 8) W.A.Spitzig and A.S.Keh, Met. Tarans., 1, 3325(1970).
- 9) S.R.MacEwen, O.A.Kupers and B.Ramaswami, Scripta Met., 3, 441(1969).
- 10) W.G.Johnston and J.J.Gilman, J. Appl. Phys., 30, 129(1959).