

1. はじめに

結晶中の転位の運動の研究については、エッチピットによる観察やクリープ実験と共に、応力緩和法がよく用いられている。応力緩和の解析に関しては、Gupta-Liの方法がよく知られているが、この方法によると応力指数 m を容易に求めることができる。この場合、緩和中は内部応力 σ_i および易動転位密度 ρ_m が一定であると仮定されている。積分定数 A に関しては、緩和の初期条件により決まり、試料変形中のひずみ速度の増加に伴って小さくなることが報告されているが、それらの関係については、我々の知る限り、言及した報告はない。我々は応力緩和のひずみ速度依存性と応力緩和の繰返しによる影響を調べ、定数 A と初期の有効応力および内部応力の関係について考察を行った。

2. 実験

実験に供した試料は Kyropoulos 法により、大気中で作製した NaCl 単結晶を約 $5 \times 5 \times 10 \text{ mm}^3$ の大きさに劈開してつくった。試料は劈開後、約 700°C で 24 時間以上焼なましを行った後、約 40°C/hr の冷却速度で炉冷したものを使用した。焼なましをした試料は、島津製作所製インストロン型万能材料試験機オートグラフ DSS-500 に装着し、一定のひずみ速度で圧縮変形を行った後、所定のひずみ値でクロスヘッドを停止させ、応力の変化をレコーダーおよびマイコンに記録し解析を行った。解析に関しては、最小二乗近似法により計算機で計算を行った。ひずみ速度は $8.33 \times 10^{-6}/\text{sec}$ から $3.33 \times 10^{-4}/\text{sec}$ まで 4 段階に変えた。緩和までのひずみは 3% である。

応力緩和の繰返し実験は、応力緩和の実験と同様に一定ひずみ速度で 3% 変形した後一定時間緩和させ、その後再負荷を行ない初期応力値までもっていき、また緩和を行うという過程を繰返して行った。ひずみ速度は $3.33 \times 10^{-4}/\text{sec}$ であり、緩和させた時間は 60 sec, 120 sec, 180 sec である。なお、実験はすべて室温中であり、緩和中の温度変化は $\pm 0.1^\circ\text{C}$ 以内であった。

3. 結果

Fig. 1 は、初期のひずみ速度を色々変えた場合の緩和中における応力率（緩和中の応力の時間微分）と時間の関係を示したものである。数秒以降は若干の誤差はあるもののすべての測定点は直線にのっているといえる。しかし、数秒以前に関しては、ひずみ速度が小さくなるに従って直線からのずれは大きくなっている。この直線からのずれが Gupta-Li の式における積分定数 A を表わしている。なお、直線の傾きから応力指

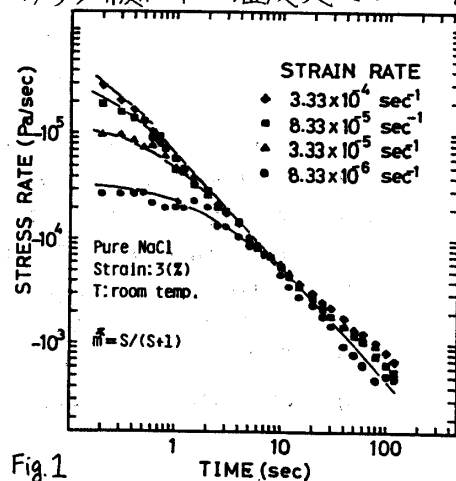


Fig. 1

数 m^* が求められるが、その値は $m^* \approx 9$ である。Fig.2 は、 a と初期ひずみ速度のグラフであり、ひずみ速度が大きくなるに従って a の値は小さくなっている。すなわち、Fig.1 における直線からのずれが小さくなっていることを示している。Fig.3 は、Gupta-Li の式から内部応力を求め、緩和の初期の応力値からそれを引いた初期の有効応力 σ_{eff} を縦軸に、 a を横軸にとって示したものである。有効応力は a の増加と共に小さくなっていることを示しており、このことは初期のひずみ速度が小さいと、 a は大きくなるため、有効応力は小さくなっていることを示している。Gupta-Li の式に初期条件を代入すると $\log(\sigma_{eff}) = \log(K) - \log(a)/(m^*-1)$ となり、図に示してある直線はこの関係を表わしている。測定点はこの式とかなりよい一致を示している。なお、この場合 m^* として平均値を用いた。

Fig.4 は、応力緩和繰返し実験における結果を応力率

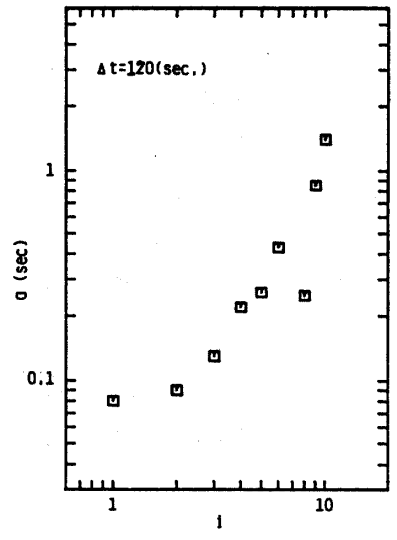


Fig.5

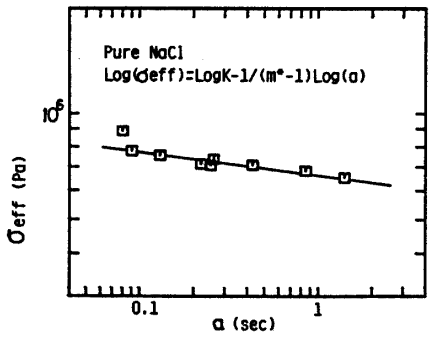


Fig.6

対時間で示したものである。応力緩和の実験と同様に、数秒以降は測定点は近似的に直線にのっているが、それ以前は繰返し回数が多くなるに従って、その直線からのずれが大きくなっている。この場合も直線の傾きから応力指数 m^* が求められ $m^* \approx 9$ である。Fig.5 は、横軸に繰返し回数、縦軸に a の値をプロットしたものである。回数が多くなるに従って a の値が大きくなっていることを示している。なお、図のものは緩和させた時間が120秒であるが、この緩和させた時間が大きくなるに従って、 a の増加率が大きくなる傾向が認められた。このことは、それだけ加工硬化が進むためと考えられる。Fig.6 に、初期の有効応力と a の関係を示した。この場合も応力緩和のひ

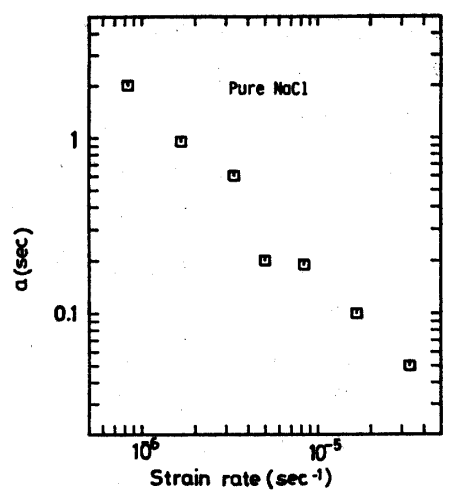


Fig.2

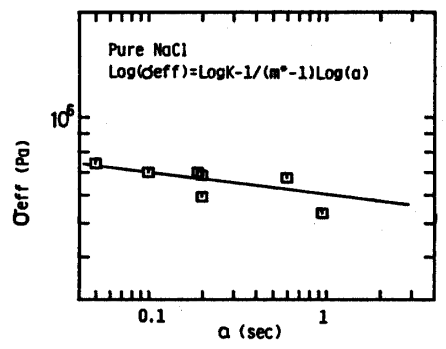


Fig.3

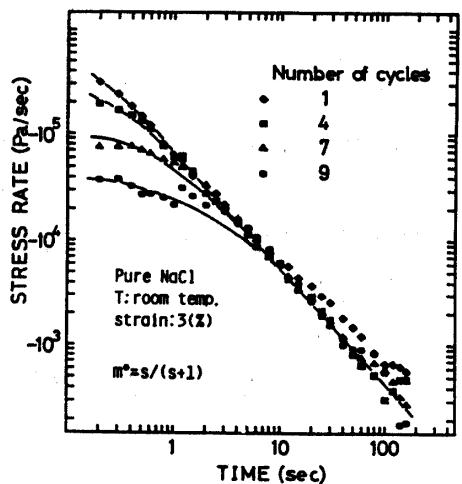


Fig.4

を

ずみ速度による依存性の場合と同様に、 α の増加と共に有効応力の減少が示されている。そして、直線は Gupta-Li の式から導びかれる初期値を代入した場合のものであり、それぞれの測定点はこの理論式によく合っているものと思われる。この場合についても m^* として平均値を用いた。

Table 1, 2 は、それぞれの結果を表にしたものである。Table 1 における内部応力の変動は初期応力値が若干変動するためである。しかし、この場合においても有効応力は小さくなる傾向を示している。Table 2 では内部応力の増大も示されている。

4. 考察

応力緩和の解析として Gupta-Li の方法を用いたが、この方法にある積分定数 α は初期ひずみ速度の減少に伴って大きくなる傾向がはっきりした。初期条件によって $\alpha = \sigma_{eff}^{(1-m^*)}$ という式が導びかれ、 $m^* > 1$ であるため、有効応力の減少が α の増加を示しており、結果は Fig. 3 に見られるように、よい一致をみている。したがって、変形過程におけるひずみ速度の減少は、有効応力の減少をまねく。逆にいうならば、内部応力の増加を引き起こす。すなわち加工硬化を進行させていると考えられる。また、Table 1 から見られるように、 $K' = (E/A) l \phi p_m b B$ (E : ヤング率, A : 試料の断面積, l : 試料の長さ, ϕ : 幾何学的定数, b : バーガースベクトル, B : 単位有効応力当りの平均速度) は傾向をもっているとは考えにくい。したがって、内部応力の増加は易動転位密度には変化がないと考えられるため、転位間の相互作用の増大またはそれを結果する不動転位の増加によるものと考えられる。応力緩和の繰返し実験において、我々は繰返し過程に起る加工硬化は、二つの過程からなるものであることを報告したが²⁾、この場合も K' は一定の傾向をもっているとは考えにくい。したがって、易動転位密度は余り変化しないものと考えられ、内部応力の増加または有効応力の減少は不動転位の増加とそれらの相互作用の増加が原因であると考えられる。

1) I. Gupta and J.C.M. Li, Mater. Sci. Eng., 6 (1970) 20

2) 大角富康, 冨田修, 竹内望, 材料, 30 (1981) 268

Table 1

Strain rate (1/sec.)	K'	Internal stress (kg/mm ²)	m^*	effective stress (kg/mm ²)	α
3.33E-04	2.271E09	0.3676	9.198	7.38E-02	0.05
1.67E-04	3.687E09	0.3705	9.214	6.95E-02	0.10
8.33E-05	6.641E08	0.3680	8.901	6.94E-02	0.19
5.00E-05	6.709E08	0.4080	8.875	6.80E-02	0.20
3.33E-05	3.052E08	0.3749	8.814	6.70E-02	0.60
1.67E-05	5.626E08	0.3880	8.756	5.29E-02	0.95
8.33E-06	6.153E08	0.3851	9.183	5.90E-02	2.00

Table 2

$\Delta t = 120$ (sec.)					
Number of cycles	K'	Internal stress (kg/mm ²)	m^*	effective stress (kg/mm ²)	α
1	4.297E08	0.3314	9.167	8.86E-02	0.08
2	9.789E08	0.3437	9.073	7.77E-02	0.09
3	1.146E09	0.3485	9.065	7.54E-02	0.13
4	1.037E09	0.3495	9.190	7.13E-02	0.22
5	4.373E08	0.3495	9.034	7.36E-02	0.26
6	3.803E08	0.3515	8.995	7.08E-02	0.43
7	-----	-----	-----	-----	-----
8	6.188E08	0.3553	8.985	7.05E-02	0.25
9	1.344E08	0.3539	8.731	6.80E-02	0.85
10	3.043E08	0.3549	8.993	6.51E-02	1.40