



HOKKAIDO UNIVERSITY

Title	高速変形による珪素鋼板の結晶組織の変化について (I) : 単結晶及び多結晶の引張りについて
Author(s)	中江, 仁; Nakae, Hitoshi; 田頭, 孝介 他
Citation	北海道大學工學部研究報告, 41, 85-93
Issue Date	1966-08-20
Doc URL	https://hdl.handle.net/2115/40803
Type	departmental bulletin paper
File Information	41_85-94.pdf



高速変形による珪素鋼板の結晶組織の 変化について (I)

単結晶及び多結晶の引張りについて

中 江 仁

田 頭 孝 介

(昭和41年4月28日受理)

On the high velocity deformation of Fe-Si steel sheets

Hitoshi NAKAE

Kōsuke TAGASHIRA

Abstract

High velocity deformation of Fe-Si steel sheets was studied on both single crystal and polycrystal specimens.

Under a deformation velocity of 20 m/sec, no mechanical twins were observed in fine grained specimens, whereas these were always found in both coarse grained and single crystal specimens.

At the grain boundaries, the twins were often branched or decomposed into many short parallel line twins. As the velocity increased, the hardness of specimens decreased. The dislocations formed a cell structure at static deformation, and random clusters at high velocity deformation.

In recrystallization, the nuclei often originated at the cross point of twins.

1. 緒 言

近年金属材料の高速変形又は衝撃変形が、工業的応用の見地から注目されている。例えば米国などでは、宇宙開発の進展に伴い慣用法では加工困難な耐熱金属の成形に、又航空機部品の成形に爆発成形、放電成形などの加工法が研究され又実用化されてきた¹⁾。又もっと身近かな例でも鋼帯の熱間、冷間における圧延速度は 30 m/sec (歪速度 100/sec) を越える場合が多くなってきている²⁾。以上のような材料加工の分野の外にも、その材料力学的な面、例えば鉄鋼の脆性破壊時の亀裂の伝播、宇宙飛行体への流星の衝撃などの解明等への応用範囲も広い。

しかし材料物性の立場からも、極めて興味深い問題がある。例えば、衝撃圧縮試験で報告されている圧力変態の問題^{3),4)}、破壊の問題、双晶の発生⁵⁾、転位に関する問題^{6),7)}、変形の際の歪速度依存性と温度依存性の関係、変形した金属の電子顕微鏡観察^{8),9),10)}などの問題である。

筆者らは、次節に述べる高速成形機を用いて、Fe-Si 合金の単結晶及び多結晶の高速引張

試験を行い、主に、変形機構、硬さ、再結晶現象の歪速度依存性を現象論的に調べた。

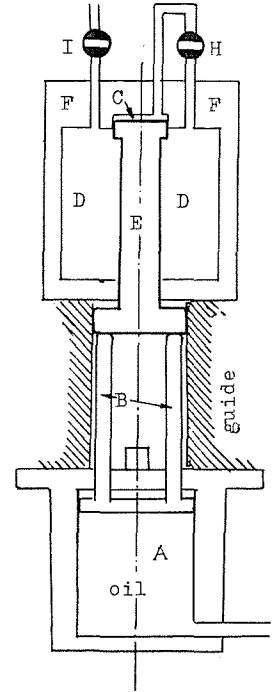
2. 実験方法

2.1 実験装置

高速引張り試験機として、回転円板式、落錘式、火薬爆圧を利用したピストン式などの方法が用いられているが、われわれは高圧窒素ガスをエネルギー源とするガス圧式高速鍛造機を用いた。本機は東芝機械 K.K. 製の高速成形機 (Shibaura HSF 60/200) でその原理図及び定格はそれぞれ第 1 図及び第 1 表に示す様なものである。第 1 図において、E はラムピストン、F は機械の本体 B は油圧ジャッキである。D のシリンダには高圧の窒素ガス (最高 300 kg/cm^2) が、A には油が入っていて B を上下させる。まずバルブ H は開いておく、次に A 中の油圧によりジャッキ B が上ることによりラムピストン E がシリンダ D 内を押し上げられる。最上点に達したとき、バルブ H を閉じるとシリンダ内はラムピストン頭部に境に低圧室 C と高圧室 D に分けられる。このあとジャッキ B のみ降下させる。この時ラムピストン E は自重と圧力の関係によりまだ落下しない。次にバルブ H を開くと D の高圧ガスが C の低圧室に流入し、ラムピストン E が高速で落下する。この落下速度を利用して引張破断試験が行なわれる。

さてラム E の落下速度は、バルブ I より高圧ガスを流入したり、又は流出したりすることによりコントロールすることができる。第 1 図からも分るように本機の特長は高圧ガスを繰返して利用できる点にある。

これに対して、比較のため静的引張試験も行ったが、それにはインストロン形試験機を用いた。



第 1 図 高速成形機 Shibaura HSF 60/200 の概略図

A 油室, B 油圧ジャッキ, C 低圧室, D 高圧室, E ラムピストン, F ガスシリンダ, H バルブ, I バルブ H は低圧室と高圧室を結ぶバルブ, I は窒素ポンプ又は大気中と高圧室を結ぶバルブ

表 1 Shibaura HSF 60/200 の定格

型 格	HSF-60/200	型 格	HSF-60/200
最大エネルギー	15 m-ton	最大ダイス寸法	$200 \times 200 \text{ mm}^2$
最高ラム速度	60 m/sec	機械総重量	約 2 ton
最大作動ガス圧	300 kg/cm^2	機械高さ	2088 mm
最大ストローク	250 mm	機械部床面積	$800 \times 960 \text{ mm}^2$
ラム部重量	80 kg		

表 2 Fe-Si 試料の成分表 (wt%)

Si	Mn	S	C	P
3.18	0.06	0.12	0.002	0.06

2.2 試験片及び変形速度

試料は Fe-3.18% Si でその詳しい化学成分は第 2 表に示す様なものである。試験片は、厚さ 0.35 mm, 巾 5 mm, ゲージ長さ 20 mm を有する板状試片である。

結晶粒の大きさは 3 種類あり, 単結晶, 平均 0.035 mm の微細結晶粒, 及び 0.5 mm の粗大結晶粒である。単結晶は, 試料移動式の歪焼鈍法によるもので試料面及び引張方向に (110) [001] を有する。

この三種類の試料を静的変形から高速変形まで七段階の速度, 即ち 0.8×10^{-6} , 2.5, 7, 9, 13.5, 17, 及び 20 m/sec の変形速度で破断させた。

3. 実験結果および考察

3.1. 全体伸びおよび変形機構の速度依存性

各結晶粒の大きさにおける全体伸びと変形速度の関係は, 第 2 図に示す。図より微細結晶粒の試料では, 静的変形以外は 25% 程度で変形速度依存性を示していない。それに対し粗大結晶粒および単結晶試料では, 変形速度の増加と共に全体伸びは減少しているのが分る。

さて常温で変形させるとき, 低速ではすべり, 高速では変形双晶が支配的に起ると考えられているが, 今回の実験でもその様な傾向が認められ微細結晶粒試料を除き, 高速変形ではすべてに変形双晶を観察することができた。しかし高速変形の場合でも当然予想されるすべり線

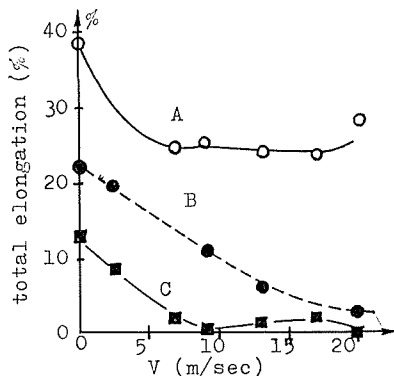


図 2 Fe-Si 合金の各種結晶粒度による全体伸びの変形速度依存性
A: 微細結晶粒試料 (0.035 mm)
B: 単結晶 (110) 面で引張方向 [001]
C: 粗大結晶粒試料 (0.5 mm)

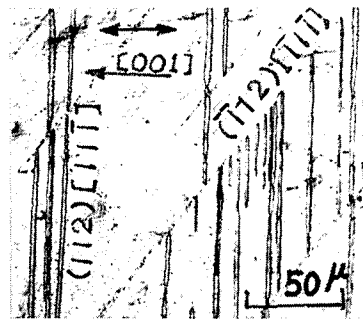


図 3 Fe-Si 板状単結晶を 7 m/sec で引張試験したとき発生した変形双晶。↔印は引張方向である。

が観察できなかった。これは変形前に試料の表面研磨をしなかったためであろう。

微細結晶粒の試料では、20 m/sec の高速引張でも変形双晶の発生は見られず、変形はすべりによって行われたものと考えられる。又破断のマクロな観察では、変形速度に関係なく局部収縮を起し、延性破壊を示していた。さらに破断線は、各変形速度を通じて引張方向に対して $30\sim 45^\circ$ の角度を有していた。

次に結晶粒が0.5 mmの粗大結晶粒試料及び単結晶では、静的変形以外の全ての変形速度で変形双晶が発生した。粗大結晶粒試料では、2.5 m/secの変形速度で全体伸びは約8%であるので、変形が総て双晶で行われたと考えるのはむりで、すべりの寄与もかなりあると考えられる。これは平らな試料表面が、変形後かなりの凹凸を生ずることからも、予想することができる。第3図は(110)面を有する単結晶を7 m/secで変形させた時発生した双晶の写真である。図のように、変形双晶は $\{112\}\langle 111\rangle$ で発生したことが光学的な方法でたしかめられた。

最後に、変形双晶が結晶粒界又は他の系の双晶に遭遇すると、そこで応力緩和のためと解

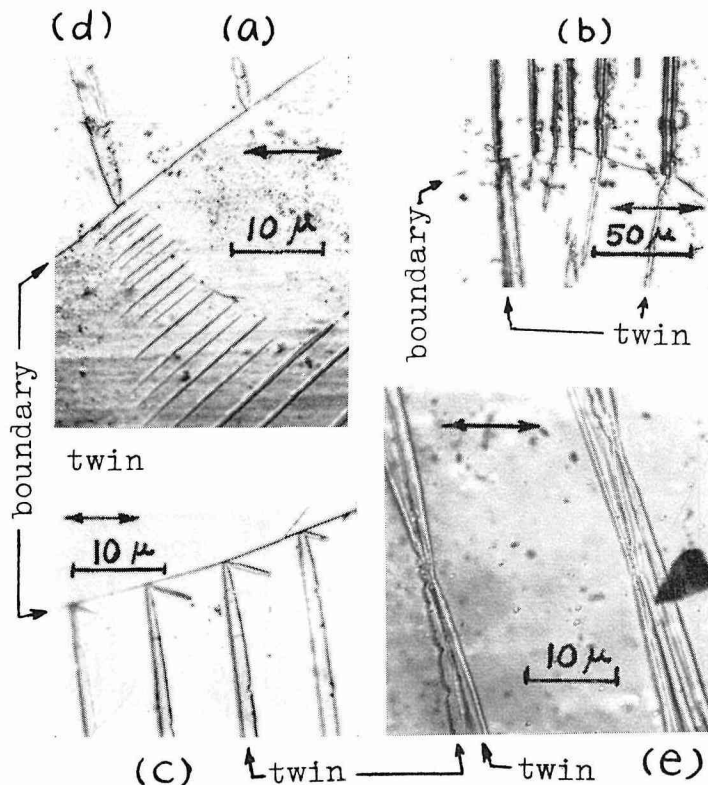


図4 結晶粒界と変形双晶の相互作用と交差した変形双晶の屈曲
 ↳印は引張方向

(a) 双晶の停止 (b) 双晶の屈折 (c) 双晶の反射 (d) 双晶の散乱
 (e) 二方向の双晶が交差して互いに屈曲する場合

試料は (a)-(d) が粗大結晶粒試料 (e) は単結晶。変形速度は (a)
 2.5 m/sec (b) 7 m/sec (c) 9 m/sec (e) 20 m/sec.

積される種々の挙動を示した。今回の実験で第4図のように (a) 双晶の停止, (b) 双晶の屈折, (c) 双晶の反射, (d) 双晶の散乱の現象が観察された。図中で矢印は引張方向を示す。このうち停止と屈折はしばしば観察されるが、これは、その2つの隣り合った結晶粒の方位差が比較的小さい場合に起るものと考えられるが、反射、散乱の現象を含め詳細については現在解析中である。第4図は結晶粒界に於る双晶の挙動を示しているが、双晶が他の系の双晶に遭遇すると、しばしばそこで止められるか、既に存在した双晶をわずかに屈曲させてさらに発達する場合もある(第4図(e))。この現象については、Reed¹¹⁾らによりタングステンについて研究されている。双晶が結晶粒界又は他の系の双晶に止められる時、かなりの応力があるまわりに歪となって吸収されるものと予想される。これは、後に示す転位のエッチ・ピットの観察によっても理解できる。

3.2. 硬さの変形速度依存性

微細結晶粒の全体伸びは、2.5~20 m/sec の変形速度では比較的一定であったことはすでに述べた。硬さは微細結晶粒の試料について、第5図に示すように、破断点近傍とチャック近傍の二ヶ所について調べた。第5図から分かるように、破断点近傍の硬さは、変形速度の増加と共に減少している。又チャック近傍の硬さは、変形速度であまり変化していない。これは、転位のセル組織にも関係があると思われる。Fe-Si合金の圧縮試験の結果では、静的変形ではセルを作り、高速変形ならセル組織を形成しないと考えられている¹²⁾。

さて静的な引張試験では、変形が進むにつれて、試料は局部収縮(いわゆるくびれ)を起し、その箇所転位は、はげしくもつれ合い1~3 μ の細いセルを形成する。一方高速引張りでもやはり局部収縮が観測される。しかし圧縮変形の結果であるが、歪速度が増すと、セルが形成されにくくなる。従って、高速引張りに於ける局部収縮部分では他の試片の部分より更に歪速度が大きいと考えられるので、セル形成は困難であろう。

転位のセル組織が形成されると、転位の動きは困難となるため、例えばダイヤモンドピラミッドの圧入による硬さは高くなる。一方セル組織が形成されていない場合は転位の動きは比較的容易であるため、ダイヤモンドピラミッドによる硬さは低い。

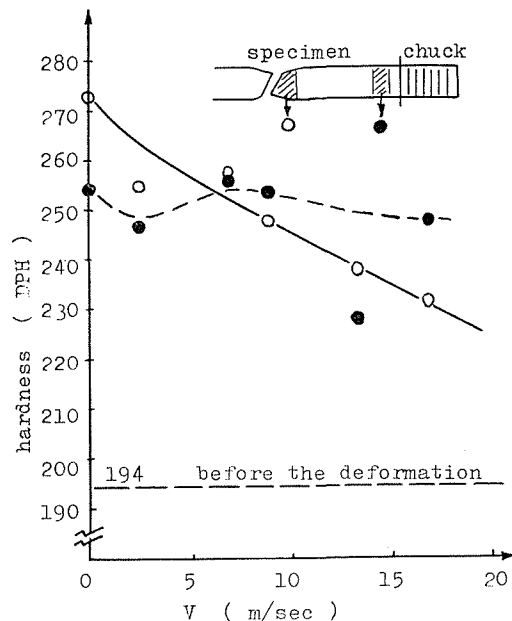


図5 かたさの変形速度依存性
試料は微細結晶粒試料(明石製作所 マイクロピッカース: 500 g)

高速加工試料の硬さが低い理由には以上の様なセル組織の役割の他に、試験片内の歪分布も影響しているものと考えられる。

さて転位のセル組織は静的変形と高速変形について透過電子顕微鏡による観察から証明するべきであるが、次節に示すエッチ・ピットによる転位の観察からも、或程度認めることができよう。

3.3. 再結晶現象の歪速度依存性

変形後試料を真空中で 700 °C 30 分 焼鈍し、同時にベンゼンで浸炭し徐冷後、転位エッチングを行ない、主にその組織のポリゴン化および核発生について観察した。

結晶粒の大きさにより、再結晶の進捗には大きな差が認められ、微細結晶粒試料では再結晶は約 80% 程度進行しているのに対し、粗大結晶粒試料では、ほとんど再結晶の進行は認められず、只核発生が明確に観察されたにすぎない。

さて転位エッチ・ピットの観察で最も特徴的なことは、第 6 図のように結晶粒の

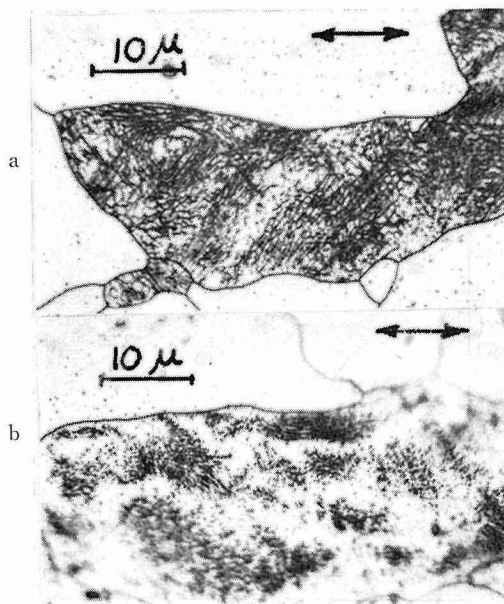


図 6 微細結晶粒試料の転位エッチ・ピット
(a) 静的変形
(b) 高速変形 (17 m/sec)
変形後 700°C 30 分の焼鈍後エッチングをする。図で白地の結晶粒は再結晶した結晶粒である。矢印は引張方向。

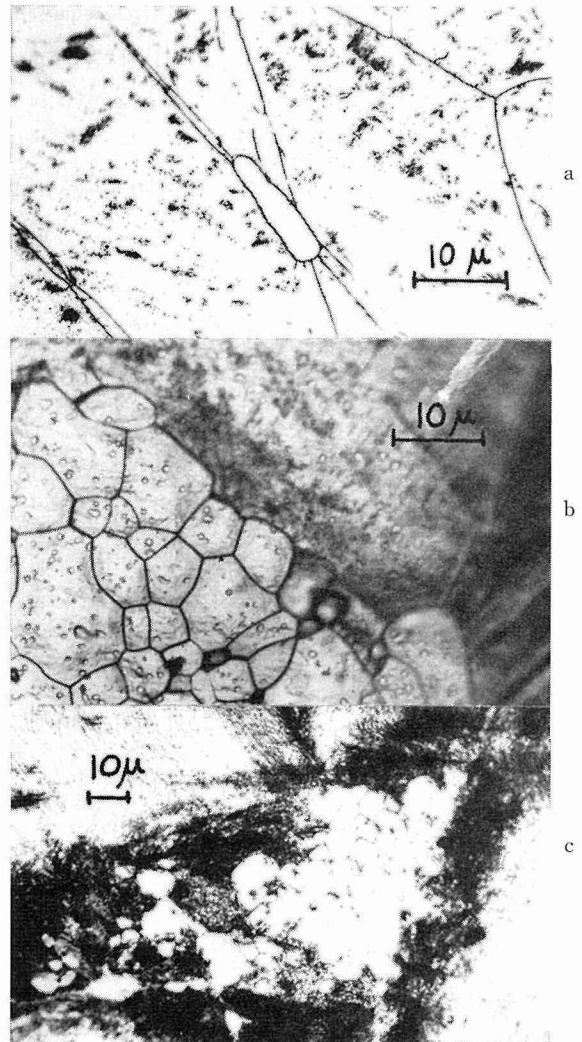


図 7 変形後焼鈍 (700°C 30 分) したときの核発生 (転位エッチングによる) (a) 変形双晶の交差した点 粗大結晶粒試料 7 m/sec. (b) 3~10 数 μ の集団的な核発生 粗大結晶粒試料 2.5 m/sec. (c) 3~10 数 μ の集団的な核発生 単結晶試料 9 m/sec.

大きさに関係なく、(a) 静的変形では $0.5\sim 3\ \mu$ の綱目状であり、(b) 高速になるにつれ綱目状から点群状になることである。これは $Hu^{12)}$ らによって報告されているようにセル組織と関係があると考えられる。なお第6図で白地の結晶粒が、再結晶した結晶粒である。

次に二系統の変形双晶の交差点が、再結晶核の発生点になることが報告されているが今回の高速引張試験においても、第7図(a)のように粗大結晶粒および単結晶の試料では、変形双晶が発生し、その交差点が有力な核発生点となることが分った。

第7図(b),(c)は粗大結晶粒および単結晶の試料をそれぞれ $2.5\ \text{m/sec}$ 、 $9\ \text{m/sec}$ で変形後、焼鈍し転位エッチングしたものであるが、 $3\sim 10$ 数 μ の多数の極微細結晶粒の発生が観察された。

次に、試料中に発生していた変形双晶は、焼鈍によって種々の挙動を示した。第8図において(a)は双晶と結晶粒界の転位が焼鈍により、より安定に再配列された場合で、双晶の先端が粒界を引いたような形になる。(b)は、双晶が消失してしまう場合であり、(c)は双晶がちぎれ鈍化してしまう場合である。定性的に云うと、変形速度のより大きい時発生した双晶の方が消失しやすい傾向にある。(d)は前に述べた第4図(d)の散乱形の双晶の場合で、完全に消失し転位の群となってしまっている。第8図はすべて $0.5\ \text{mm}$ の結晶粒の粗大結晶粒試料である。

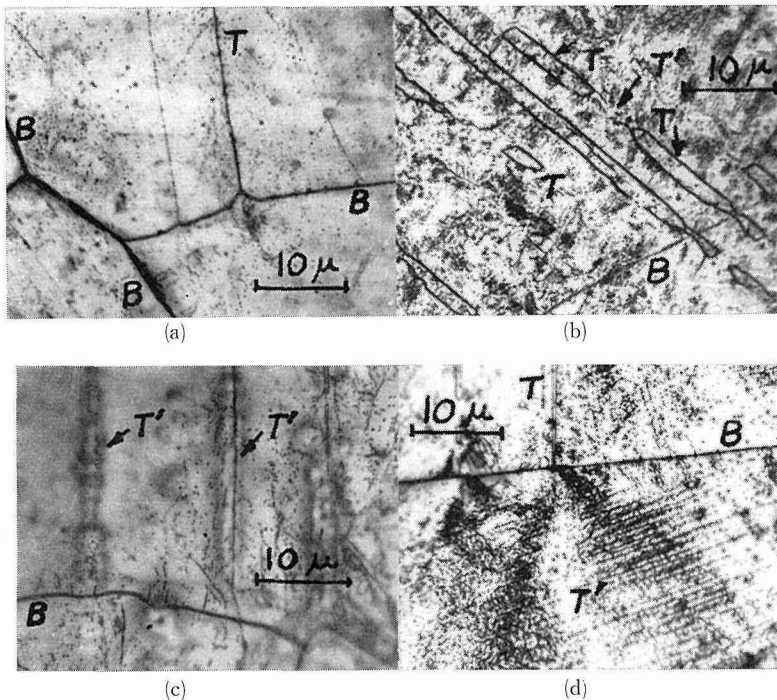


図8 変形双晶の焼鈍後の状態

(a) 双晶が粒界を引いた場合、変形速度は $7\ \text{m/sec}$ 。

(b) 双晶のちぎれと消失、 $2.5\ \text{m/sec}$ 。

(c) 双晶の消失、 $20\ \text{m/sec}$ 。

(d) 散乱形双晶の消失、 $13.5\ \text{m/sec}$ 。

B: 結晶粒界 T: 変形双晶 T': 消失した変形双晶

双晶が消失するかどうかということとは、双晶境界の転位の密度とか整合 (coherent)、不整合 (incoherent) の問題と関連してくるであろう。第9図(a)は双晶による結晶粒界の移動を図示し

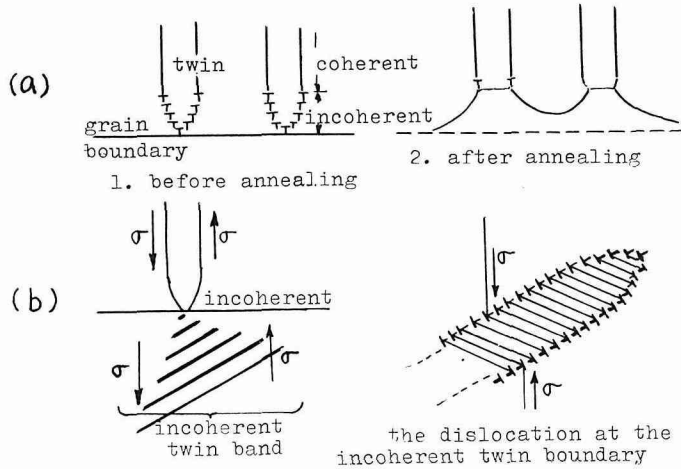


図9 焼鈍により消失する変形双晶境界の転位の分布

(a) 図4-a および図8-a 参照

(b) 図4-d および図8-d 参照

たもので、図のような転位分布が応力により発生したあと、焼鈍によって粒界中の転位と相互作用し、より安定に配列するため、粒界が双晶の整合境界近くまで移動することは考えられる。第9図(b)は散乱形双晶の整合、不整合の想像図で、焼鈍により当然不整合な変形双晶は消失すると考えられる。又粒界に出会った双晶の先端には一般には当然不整合と考えられるので、第9図(a)のようにこの部分も焼鈍により消失する可能性がある。この時は(a)のように粒界を引っぱる場合と第8図(b)のように単に消失するのみの場合がある。

さて、双晶が粒界又は他の系の双晶に遭遇しそこで止められる場合、そのまわりの広い範囲に歪を与えていることが第10図より分る。第10図は双晶に遭遇した場合であるが、粒界の場合でも同じ現象が観察された。

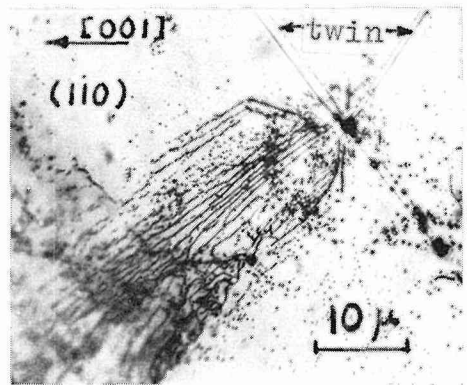


図10 双晶が他の系の双晶に止められたときまわりの結晶に及ぼす影響
単結晶を13.5 m/secで変形後焼鈍し転位エッチングしたもの。

4. 結 言

今回の実験では、結晶学的な立場で bcc 系の Fe-Si 合金について現象論的に研究したが、

次の事が結論づけられた。

(1) 微細結晶粒試料 (0.035 mm) では、全体伸びは変形速度に依存せず、変形は、速度に関係なくすべりで行われた。しかし硬さは変形速度の増加と共に減少した。一方粗大結晶粒試料 (0.5 mm) および単結晶では、変形速度上昇と共に、全体伸びは減少し、変形はすべりから $\{112\} \langle 111 \rangle$ の変形双晶へ移行した。

(2) 変形双晶が結晶粒界に遭遇すると、応力緩和のため、第4図のように双晶の停止、屈折、反射、散乱の現象が観察された。又他の系の双晶に遭遇すると、その双晶を屈曲させてさらに進むか、または停止する。停止するとき、まわりの広い範囲にわたって結晶を歪ませる。

(3) 変形後 700°C 30 分で焼鈍し、未再結晶部分の転位エッチ・ピットを観察すると結晶粒の大きさに関係なく静的引張変形なら網目状の分布、変形速度が増加するにつれ点群状に移行する。

(4) 変形双晶は、焼鈍により消失したり、ちぎれたり、鈍化したり、又粒界を引っぱりながら消失することがある。

(5) 二系統の双晶の交差点が再結晶核の発生点になることが多い。

この実験では、高速変形、殊に引張りによる金属結晶組織の変化について一連の定性的 Survey を試みたものである。今後他の異った金属、合金について、又圧縮試験についても計画している。

終りにのぞんで、高速成形機の使用を悦んで許され、御指示下さった、東芝機械株式会社技師長佐藤薫、開発研究部長八木博、開発研究部楠井直樹の諸氏に心から感謝する。

参 考 文 献

- 1) 桜井, 金本: マシナリー 27, 1529 (1964).
- 2) 加藤: 日本金属学会会報, 3, 177 (1965).
- 3) Fowler, C. M., Minshall, F. S., Zukas, E. G.: Response of Metals to High Velocity Deformation, Interscience Publ. New York (1961), 以下 RMHVD と略す.
- 4) Zukas, E. G., Fowler, C. M., Minshall, F. S., O'Rorke, J.: Trans of AIME, 227, 746 (1963) など.
- 5) Smith, C. S., Fowler, C. M.: RMHVD, 309 (1961) など.
- 6) 鈴木, 井村: 精密機械, 31, 533 (1965).
- 7) Weertman, J.: RMHVD, 205 (1961).
- 8) Lesslie, W. C., Hombogen, E., Dieter, G. E.: J. Iron and Steel Inst., 200, 622 (1962).
- 9) 河田, 井村, 鈴木, 清野: 昭和40年春物理学学会講演.
- 10) Thomas, G., Johari, O.: Acta Met, 12, 1153 (1964).
- 11) Reel-Hill, R. E.: Trans of AIME, 230, 809 (1964).
- 12) Hu, H., Cline, R. S.: Trans of AIME, 233, 310 (1965).