

.....
論 文

20~230°C における鉄ひげ結晶の塑性*

金子 恭二郎**・大蔵 明光***

The Plastic Deformation of Iron Whiskers in the Temperature Range 20~230°C

Kyojiro KANEKO and Akimitsu OKURA

Synopsis:

Iron whiskers were examined by tensile test in the temperature range from 20°C to 230°C, and the stress-strain curves were obtained. In those curves serrations appeared, this being affected by the diameter of whiskers and test temperature. Microscopic observations of deformed whiskers showed that the serrations corresponded to the slip steps. The upper and lower yield stresses were also obtained with regard to the diameter and the temperature. The upper yield stress showed a linear relation to the logarithm of the reciprocal of the absolute temperature, and the lower yield stress presented a strong temperature dependence in the temperature range 20~75°C and a weak one in the range 120~230°C. From those results it was concluded that the serrations might be due to the formation of the simplified slip bands.

(Received Oct. 6, 1970)

1. 緒 言

鉄ひげ結晶の機械的な性質に関する研究は 1956 年の BRENNER¹⁾の実験によつて注目された。COLEMAN²⁾は曲げ変形 PIOTROWSKI³⁾らは剛性に関してそれぞれ実験を行ない、吉田ら⁴⁾ははじめて連続記録計による応力-ひずみ曲線を得た。著者らは 20~230°C の温度範囲で引張り試験を行ない、鉄ひげ結晶が直径および温度の変化によつて、応力-ひずみ曲線でセレーションを起こすという結果を得た。

鉄が少量の炭素あるいは窒素などの侵入型固溶元素によつて、100~300°C の温度範囲でセレーションを起こすことが BRINDLEY⁵⁾および KEH⁶⁾によつて報告されている。しかし彼らの実験が示す変形の現象は著者らの結果と異なる点がある。吉田ら⁴⁾は銅ひげ結晶の引張り試験を行なつており、鉄ひげ結晶の塑性の現象はそれといくらか類似していると思われる。

本報文は鉄ひげ結晶の引張り試験の結果から、直径および温度の関数としてセレーションを起こした応力-ひずみ曲線、上降伏点および下降伏点の温度に対する依存性の相違、そして変形後のひげ結晶の金属顕微鏡による観察を示す。ひげ結晶の強度に関する実験値は、試料が小さいことによつて、内部あるいは表面にある小さな欠

陥でも大きなばらつきを生じると考えられる。著者らの結果は吉田ら⁴⁾の報告が示す室温における応力-ひずみ曲線とよく一致している。

2. 実験方法

鉄ひげ結晶は水素還元法⁷⁾によつて得た。市販の特級試薬 FeCl₂·nH₂O を温度範囲 670~750°C で還元した。ステンレス・鋼のボート (100×35×10 mm) に試薬を約 20 g 入れ水素量 350cc/min 流し約 3 hr でよく成長する¹⁰⁾。成長した鉄ひげ結晶中に含まれる不純物は、分光分析によれば、Cu; 13.0 ppm, Cr; 2.0 ppm, Sn; 0.5 ppm, Ti; 0.1 ppm であつた。還元炉を徐冷したのちに試料をボートから切りとり、インストロン型の引張り試験機に Fig. 1 のように設置した。引張り試験機は東洋測器株式会社製の TENSILON UTM-II 型、連続記録計は SS-105 型を用い、引張り速度の変換と昇温時の実験のために装置を加えた。接着剤はセルロイド系の樹脂をアセトンで溶かして作り、厚さ 0.25 mm, 幅 5 mm のニッケル板の上に試料の両端を 5 mm 以上接着させ

* 昭和45年10月本会講演大会にて発表
 昭和45年10月6日受付

** 東京大学生産技術研究所

*** 東京大学生産技術研究所 工博

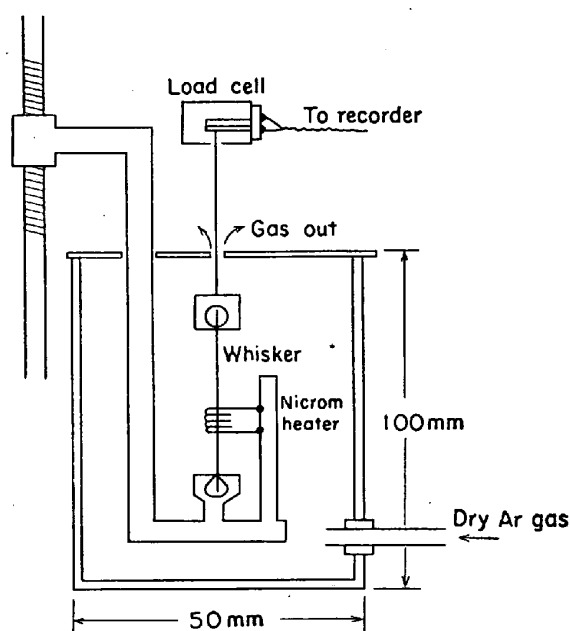


Fig. 1. The schematic apparatus of the tensile machine for elevated temperature:

た. $\langle 100 \rangle$ の成長方向と 4 個の $\{100\}$ の側面をもつひげ結晶を限定的に試料として使用した. 直径は 750 倍の金属顕微鏡によつて測定し, 断面形状が長方形の場合は断面積の平方根を直径とした. 試料のゲージ部は直径 $10 \sim 30 \mu$ がもつとも多く, 長さは $2 \sim 30 \text{ mm}$ であつた. ひずみ速度は $0.002 \sim 0.016 \text{ sec}^{-1}$ の範囲で行なつた. 昇温時 ($75 \sim 230^\circ\text{C}$) の実験は接着剤が熱に弱いため試料を局部的にニクロム線でアルゴン雰囲気中で加熱した. 温度は実験の前後に熱電対で測定し, $3 \sim 4 \text{ mm}$ の均熱部があつた. ロードセルは最高荷重 $\pm 15 \text{ g}$ および $\pm 300 \text{ g}$ の 2 種類を使用した. 連続記録計の感度は応力の上昇を十分よく追つたが, 急激な応力落下には追いつ

れなかつた.

3. 実験結果

3.1 応力-ひずみ曲線

3.1.1 室温

応力-ひずみ曲線は試料の直径の変化にしたがつて質的に変化した. 変形の過程を顕微鏡観察した結果, リューダース帯の伝播が確認された. Fig. 2 に直径とともに変化する応力-ひずみ曲線の代表的な 3 個の例を示した. 応力およびひずみは見かけの値として示した. 4.9μ (a) の直径の場合は降伏後にセレーションが破断するまで続いている. 9.4μ (b) は前半に上に凸なセレーションが起こり, 後半は一定した応力で変形している. 13.4μ (c) の場合は約 1% で上降伏点に達し, 変形は一定した応力で 20% 前後まで続いている. 直径がこれよりも大きいときの曲線は定性的に (c) の場合と同様であつた.

室温における応力-ひずみ曲線は上降伏点を顕著に示した後に, リューダース帯の伝播による塑性変形領域が 20% 前後まで続き, 直径が 10μ を境にそれ以下ではセレーションを起こし, 以上では静かな一定した応力を示した.

3.1.2 昇温時

$75 \sim 230^\circ\text{C}$ の温度範囲で実験を行なつた. しかし変形過程は観察できなかつた. Photo. 1 に直径が 20μ の場合の $75, 120, 170$ および 230°C の応力-ひずみ曲線をそれぞれ示した. 温度の上昇にともなつて塑性変形領域で応力の変動が起こり, 120°C 以上では上に凸なセレーションとなつている. またセレーションの周期性が 230°C であらわれ, 周期的に大きな波が多く微細な波を含むようになつている.

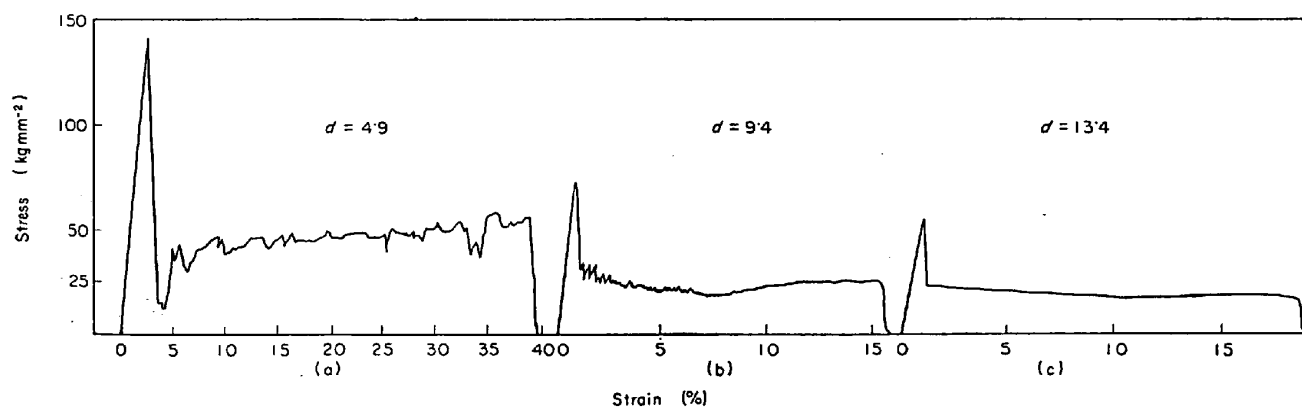


Fig. 2. The stress-strain curves at room temperature changing with the diameter of the whiskers. The tensile direction was $\langle 100 \rangle$, the strain rate was $0.1 \sim 1.0$ per minute. It was confirmed by the microscope during tests that the deformation was the Luders nature. d is the diameter in micron.

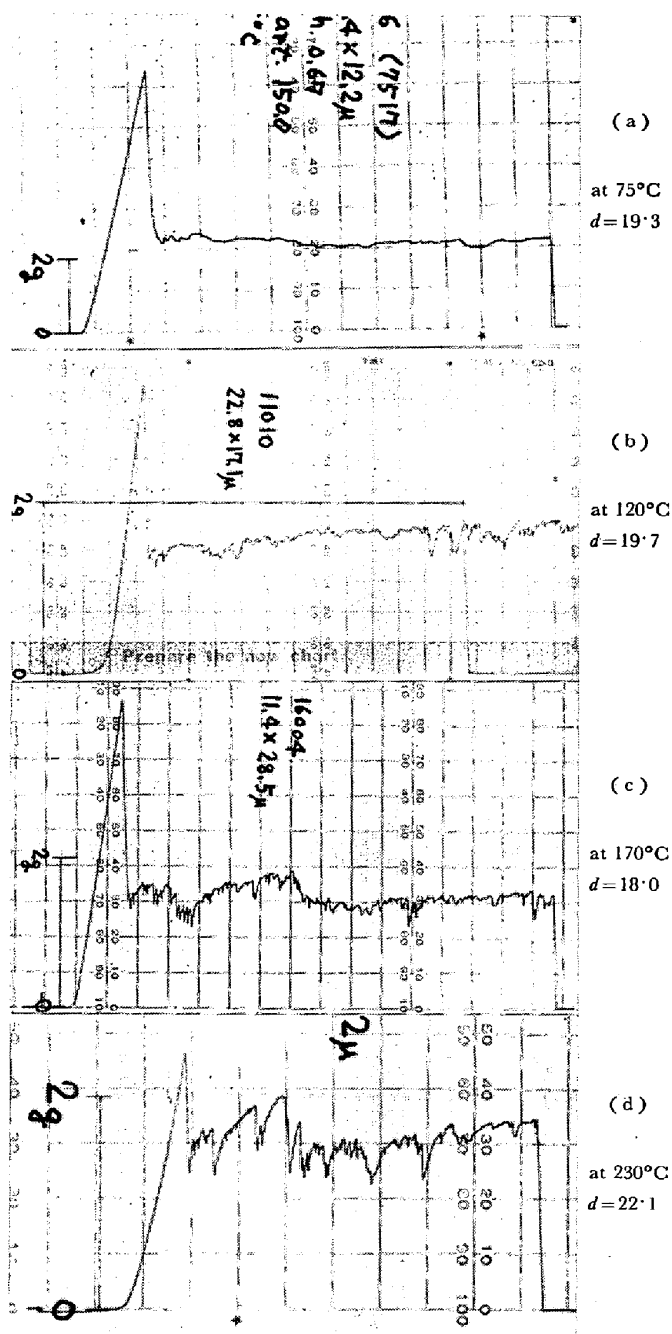


Photo. 1. The stress-strain curves of the diameter about 20 micron varied with the atmospheric temperature. Each curve is photographed from the chart in experiments. After the sharp yield drop, the stress fluctuation appears as the temperature increases and becomes the serration. d is the diameter in micron, and the stress can be calculated for each temperature.

しかし、これらのセレーションは室温の場合と同様に直径が大きくなるにしたがって消え、静かで一定した応力になる傾向を示した。

3.2 顕微鏡観察

200°C で引張り変形したひげ結晶を Photo. 2 および Photo. 3 に示した。Photo. 2 は破断後のすべり段、Photo. 3 は破断した先端である。すべり段は1個だけのすべり系でなく複雑なすべり変形の結果を示しているが、巨視的には変形方向が一定している。破断後の試料をX線によつて引張り方向が $\langle 100 \rangle$ 、4個の側面が $\{100\}$ であることを確認したのちに、すべり段およびすべり線を観察して Photo. 4 に示した。その結果、巨視的に見たすべり方向が $\langle 111 \rangle$ 、すべり面が $\{112\}$ であった。大きなすべり段は昇温時の応力-ひずみ曲線で周期的に大きな波のセレーションを示すときに観察され、Photo. 4 のすべり線の観察の結果から類推して、巨視的に見てすべて $\langle 111 \rangle$ 方向と $\{112\}$ 面の方位であった。

3.3 急激な応力の落下とすべり段の対応

170°C で変形し、破断するまえにクロス・ヘッドを止

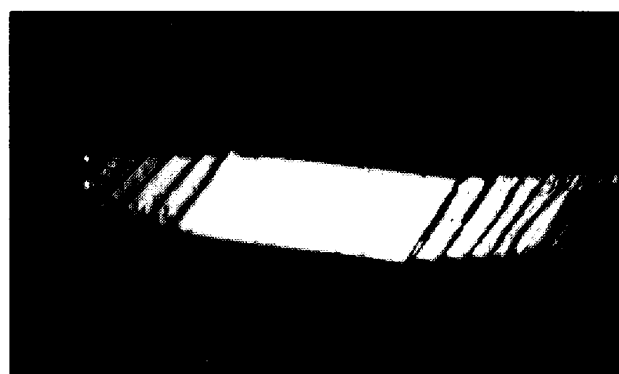
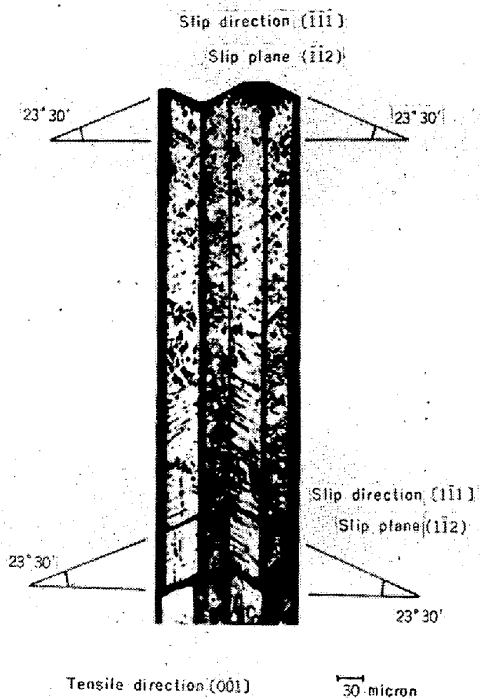


Photo. 2. The deformed whisker at 200°C after rupture. The large deformation steps are formed when the periodic serrations appear on the stress-strain curve. The steps do not consist of a single slip system, but rather of complicated systems. The diameter is 30 micron:



Photo. 3. The tip of the ruptured whisker by tension at 200°C.



($\times 110$ 9/10)

Photo. 4. The heavy deformation steps and slip lines deformed at 200°C. When the cross section is rectangular, the growth direction is $\langle 100 \rangle$, and the four lateral faces are $\{100\}$. When macroscopically observed, the slip directions and planes are equivalent to $\langle 111 \rangle$ and $\{112\}$.

めた。そのときの応力-ひずみ曲線と顕微鏡によつて観察した試料を対応させた。その結果を Photo. 5 および Photo. 6 に示した。直径は 29.3μ であつた。Photo. 5 の応力-ひずみ曲線には降伏後に記録装置の追うことのできない急激な応力落下が6回あらわれ、それに対応する周期的な大きい波を見ることができる。また、この

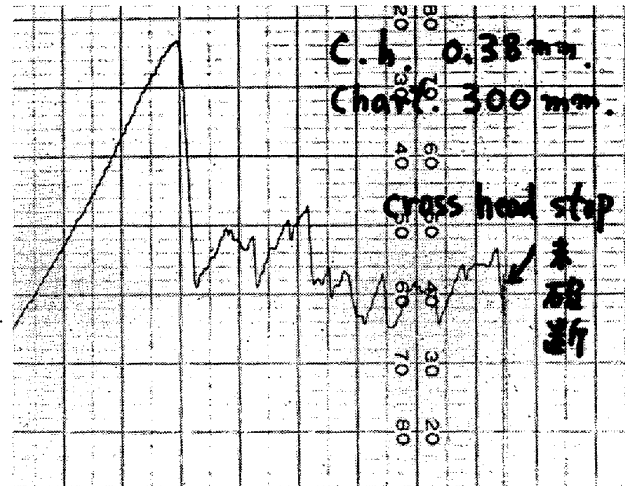
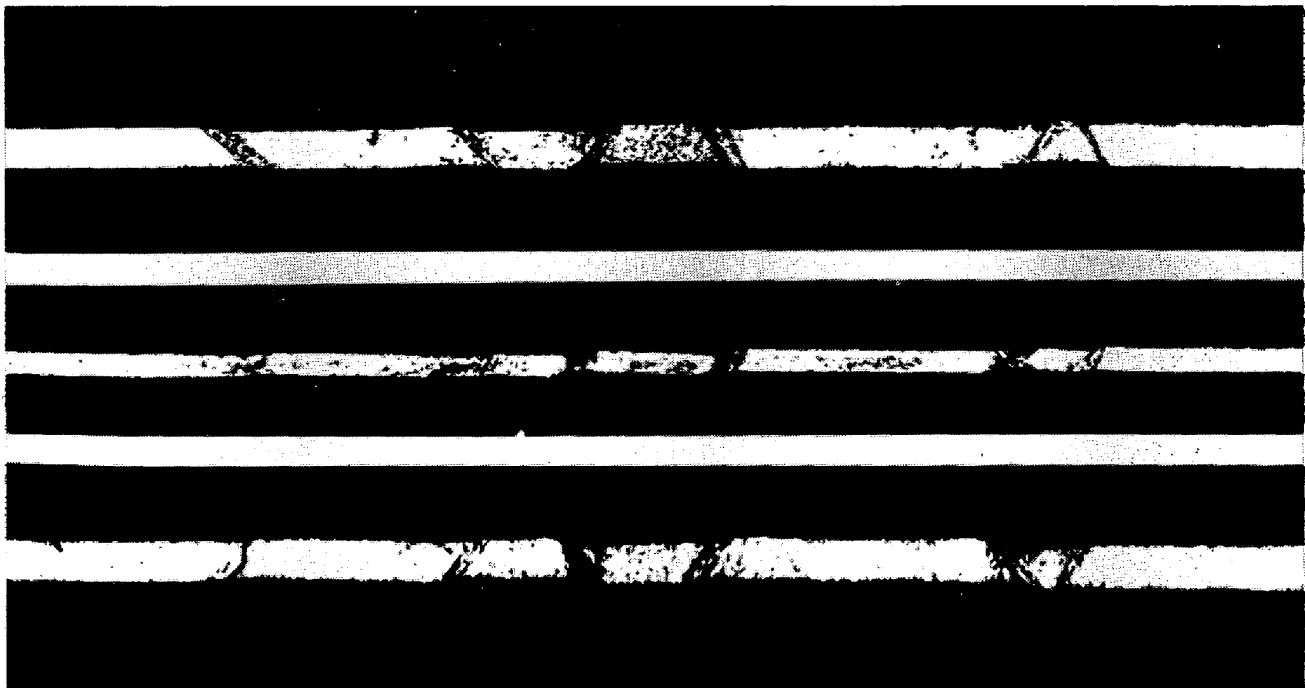


Photo. 5. The stress-strain curve of a specimen in Photo. 6. A whisker was tensiled at 200°C, and stopped before the rupture occurred. Six abrupt stress drops occurred after yield, and six periodic serrations are shown. The diameter is 28.4 micron, the upper yield stress is 3.9 kg/mm², and the lower yield stress is 2.1 kg/mm².



($\times 130$ 7/8)

Photo. 6. Three lateral faces of the specimen correspond to the stress-strain curve in Photo. 5. Six largely deformed places can be observed. Such a large deformation step was not observed on specimen immediately after the yield drop before the first serration.

線に対応する試料には (Photo. 6), 大きなすべり段が 6 個あらわれている。

3.4 温度と応力の関係

ひげ結晶に特有の上降伏応力および降伏直後の下降伏応力 (変形応力) を, 引張り試験によつて得た応力-ひずみ曲線からそれぞれ求め, Fig. 3 および Fig. 4 に直径の逆数に関して示した。セレーションが起きたときの下降伏応力は降伏直後の応力上昇が開始する前の点から求めた。いくらかのばらつきはあるが, 各温度においてよい直線関係があることから, 平均値を求め Fig. 5 および Fig. 6 にそれぞれ示した。実験に供した試料の直

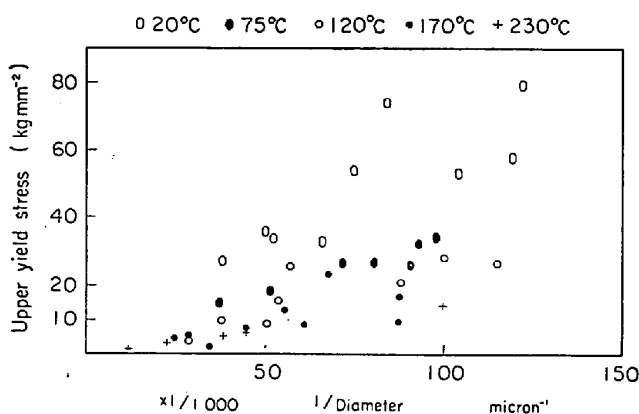


Fig. 3. The upper yield points represented as a function of the reciprocal of the diameter at each temperature. The diameter is the square-root of the cross sectional area.

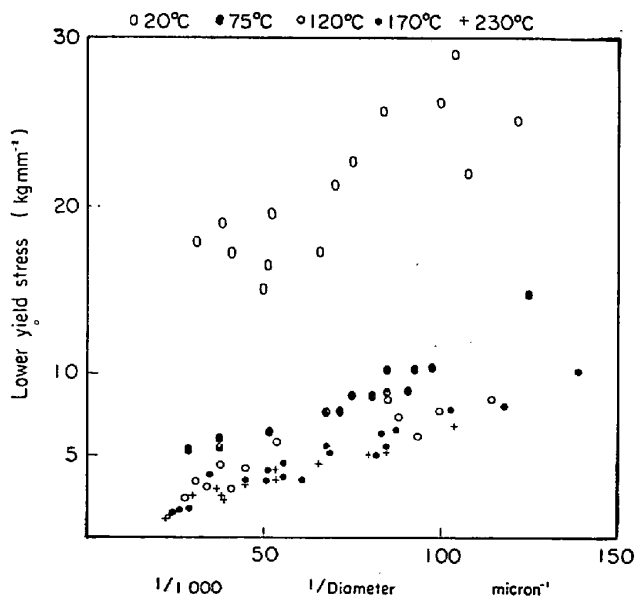


Fig. 4. The lower yield points represented as a function of the reciprocal of the diameter at each temperature. The diameter is the square-root of the cross sectional area.

径の平均が約 20μ であることから, 20μ の降伏応力の平均値の対数と絶対温度の逆数の関係を Fig. 7 に示した。上降伏応力はよい直線関係を示し, 下降伏応力はセレーションが起り始める 120°C を境に 2 本の直線で結ばれている。

4. 考 察

鉄ひげ結晶の応力-ひずみ曲線において降伏直後から起こつたセレーションには二つの要素が含まれていると考えられる。一つは応力が漸増しながら急激で大きな落下によつて周期をつくる大きな振幅の波であり, もう一つはその大きな波の上にある微細な応力振動である。本実験では大きな振幅をつくる波が変形後の大きなすべり段に対応することが明らかになった。

ここでは微細な応力振動について考察する。

結晶の変形応力は温度に依存する応力と温度に依存しない応力の和で与えられることが知られている¹¹⁾。前者は転位の運動過程で生じる転位の切り合い, あるいはジヨグの形成と運動など転位運動の複雑さによるものであり, 後者は転位の弾性的な相互作用などによると考えられている。

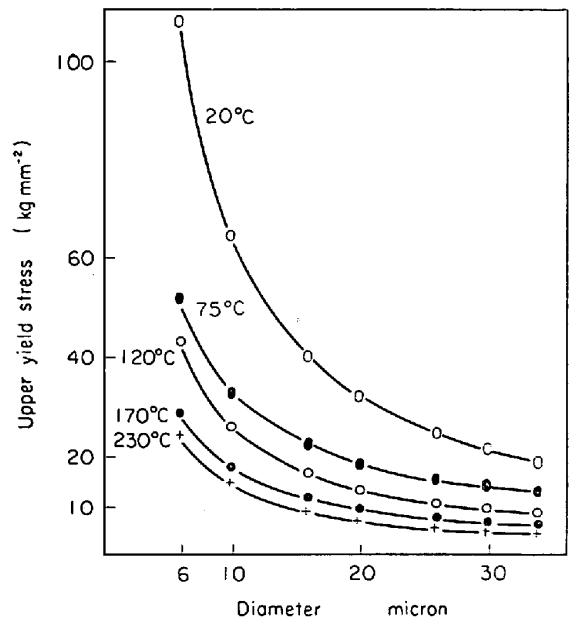


Fig. 5. The average upper yield stresses against the diameter at each temperature. Each value is calculated from Fig. 3 using the equation $\sigma = a/d + b$, where σ is the average upper yield stress, d the diameter, a and b are the constants evaluated as follows; 20°C ; 650.3 & -0.6, 75°C ; 280.9 & 4.9, 120°C ; 259.0 & 0.4, 170°C ; 165.1 & 1.0, 230°C ; 149.1 & -0.6.

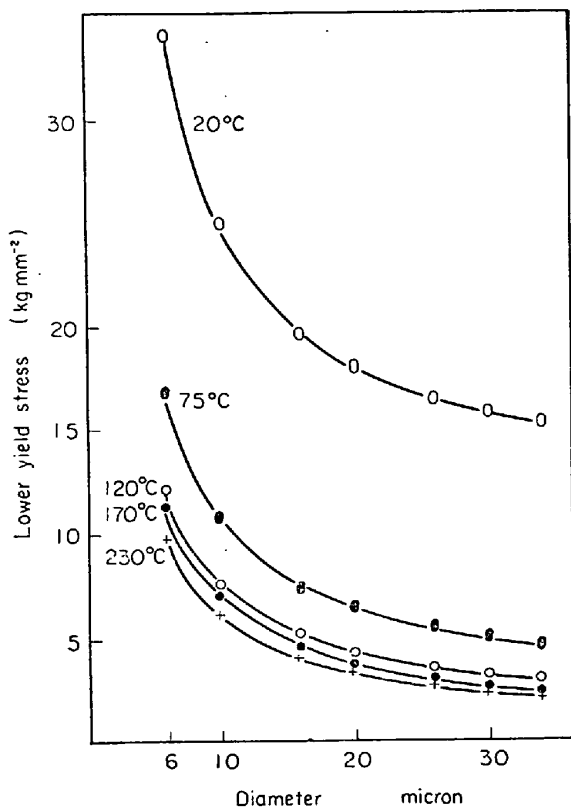


Fig. 6. The average lower yield stresses against the diameter at each temperature. Each value is calculated from Fig. 4 using the equation $\sigma = a/d + b$, where σ is the average lower yield stress, d the diameter, a and b are the constants evaluated as follows; 20°C; 137.3 & 11.2, 75°C; 88.7 & 2.0, 120°C; 67.6 & 0.9, 170°C; 68.9 & 0.3, 230°C; 55.2 & 0.6.

鉄ひげ結晶の変形応力と温度の関係は直径 20μ において、20~75°Cの間では温度に大きく依存し、120~230°Cの間ではあまり温度に依存しないことを示している。それらの結果は120~230°Cの間の変形過程で転位の運動が熱による活性化によつて活発になり、運動のための複雑な相互作用をまぬがれ、比較的単純なすべり帯の形成が行なわれることを示していると考えられる。

また、これらの温度領域ではすべり線やすべり段が観察できることから、単純なすべり帯の形成が比較的容易であることをうらづけている。それとともに、これらの条件が満たされているときに、応力-ひずみ曲線のセレーションがあらわれている。

吉田ら⁹⁾は銅ひげ結晶の室温における応力-ひずみ曲線を得て、直径の変化によつてあらわれ方の異なるセレーションを説明している。すなわち、新しいすべり帯の形成がリュウダース帯の先端で起こると、その中の転位は高速度で運動し、それとともに転位の増殖が急激に起

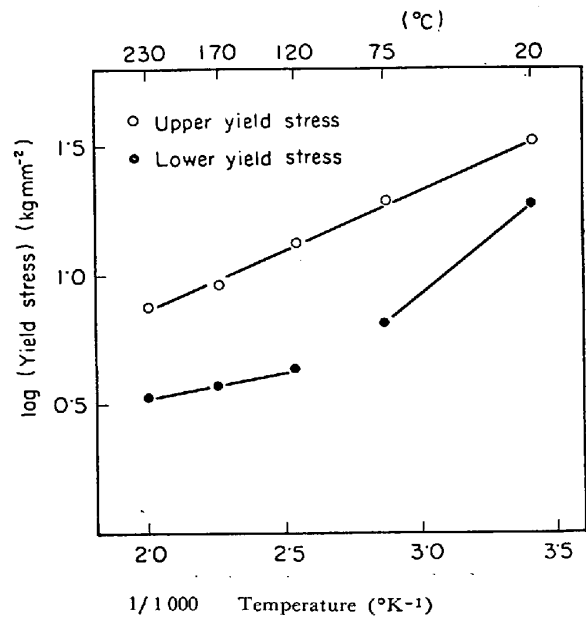


Fig. 7. The diagram of the logarithm of the yield stresses vs. the reciprocal of the absolute temperature at the diameter of 20 micron. The upper yield stress represents the linear relationship and the lower yield stress changes the gradient at the temperature from which the serration appeared as was shown in Photo. 1.

こるために応力は落下する。しかし、そのすべり帯はしだいに加工硬化し、つぎのすべり帯が形成されるまで応力は高くなる。

鉄ひげ結晶の室温における応力-ひずみ曲線にあらわれたセレーションは、試料の直径に関係することおよび微細な波を示すことなど、銅ひげ結晶の場合と類似している。しかし鉄ひげ結晶は 10μ 以上の直径ではセレーションを起こさず、その場合でもリュウダース帯の伝播による変形を示し、加工硬化を起こすまえに破断している。すなわち、鉄ひげ結晶のセレーションはリュウダース帯の伝播とともに試料の大きさにも関係している。

体心立方金属の塑性は面心立方金属と比較して、結晶面の垂直分離応力とせん断応力の比率のちがいが、あるいはすべり面の複雑さなどによつて異なつた挙動を示すと考えられている¹²⁾。体心立方金属では応力が掛けられるとせん断応力のもつとも高いすべり面において最初にすべり変形が起こる。しかし、それとともに他のすべり系の面においても比較的小さなすべり変形が進行する。また、それらの過程では交差すべりが重要な役割を果たす。それらの結果として、単一でない複雑なすべり系からなるすべり帯が形成される。しかし、変形する領域が

小さいときには、すべり帯は大きなときの複雑な相互作用からまぬがれることができると考えられ、比較的単純になると推論される。

これらの議論から、直径が 20μ で温度範囲 $120\sim 230^\circ\text{C}$ であらわれたセレーションが熱的な活性化による単純なすべり帯の形成の結果であるとともに、室温において直径が 10μ 以下であらわれたセレーションもひげ結晶の大きさの効果によつて単純なすべり帯が形成された現象であると考えられる。

一方、大きなすべり帯に対応する大きな振幅の波については、すべり帯の発生にともなうひずみ速度の変化と引張り方向からの折れ曲りなどが考えられるが、詳細な機構については明らかでない。しかし、実験の結果はこれまで論じた熱による転位運動の活性化が一つの大きな原因であることを示していると考えられる。

5. 結 論

(1) 鉄ひげ結晶は室温において直径 10μ 以下で、また 20μ では $120\sim 230^\circ\text{C}$ の温度範囲でセレーションを起こした。

(2) 応力と温度の関係において、上降伏応力は温度依存性が直線関係になり、下降伏応力はセレーションを起こす範囲では比較的強い温度依存性を起こさない範囲では弱い温度依存性を示した。

(3) 本実験にあらわれたセレーションは鉄ひげ結晶の大きさの効果と転位運動の熱的な活性化による現象であると考えられる。

6. 謝 辞

著者らは実験結果について東京大学物性研究所の鈴木平、竹内伸の方がたと討論した。有益なご教示を感謝いたします。

文 献

- 1) S. S. BRENNER: J. Appl. Phys., 27 (1956), p. 1484
- 2) R. V. COLEMAN: Growth and Perfection of Crystals, edited by R. H. Doremus et al., John Wiley and Sons Inc., New York, 1958, p. 239
- 3) W. L. PIOTROWSKI, D. C. LARSON, and J. W. BEAM: J. Appl. Phys., 37 (1966), p. 3153

- 4) K. YOSHIDA, M. YAMAMOTO, and T. ONOZUKA: J. Phys. Soc. Japan, 22 (1967), p. 668
- 5) B. J. BRINDLEY and J. T. BARNBY: Acta Met. 14 (1966), p. 1765
- 6) B. J. BRINDLEY and J. T. BARNBY: Acta Met., 16 (1968), p. 41
- 7) A. S. KEH, Y. NAKADA, and W. C. LESLIE: Dislocation Dynamics, edited by A. R. Rosenfield et al., McGraw-Hill, New York, 1968, p. 381
- 8) K. YOSHIDA, Y. GOTOH, and M. YAMAMOTO: J. Phys. Soc. Japan, 24 (1968), p. 1099
- 9) S. S. BRENNER: Acta Met. 4 (1956), p. 62
- 10) 大蔵と金子; 鉄と鋼に投稿
- 11) 井村 徹; 結晶の強度 (昭43) p. 3, [朝倉書店]
- 12) 北島一徳; 鉄鋼の強度と靱性 (昭45) p. 3, [鉄鋼基礎共同研究会]

討 論

【質問】 日立中研 岩田誠一

1. 細い試料でギザギザがあらわれて、太い試料であらわれない理由はなにか。不純物の影響はないか。
2. 欠陥の観察は行なつたか。

【質問】 阪大工 山根寿巳

3. 20μ の試料の上部降伏点と下部降伏点の温度依存性で、下部降伏点の対数と絶対温度の逆数 $1/T$ の関係は、上部降伏点が直線関係を示すのに比して、2つの折線になつているがこの両者の違いはなぜ生じているのであろうか。

【回答】

200°C で直径が約 40μ の場合には、すべり線は細いものと同様にあらわれるが、すべり帯はあまり明確ではなくなる。また 応力-ひずみ曲線は明確にはセレーションをかかず、Photo. 1 の (a) の曲線に類似しながらも、ときどき小さな応力落下をあらわす。同温度の 70μ の応力-ひずみ曲線は一定した静かな応力を示した。

以上の結果からセレーションがあらわれるには、試料を素すべり面的に横切るすべり帯の形成が必要と考えられ、そのためには、本文で述べたように、試料が小さいこと、あるいは熱を加えて転位の運動を活発にしてジョグの形成の防止やジョグの通過したあとの転位を残さないようにすることなどが関係すると考えられる。素すべり面的なすべり帯の大きさは上に述べた二つの要因の相関によつて決定され、セレーションは試料の大きさと温度の関係によつてあらわれると考えられる。

文 献

- 1) P. B. HIRCH and D. H. WARRINGTON: Phil. Mag., 6 (1961), p. 735