

(討16) α -Feの高温クリープにおける応力依存性

東北大学工学部

○及川 洪、辛島誠一
飯久保知人、前田正浩

I. はじめに

高温におけるクリープ変形に影響をもつ因子として、これまで極めて多くのものが考えられている。ここでは、それらのうち特に熱活性化に密接な関係がある活性化エネルギー Q_c 、活性化面積 A^* 、有効応力 σ^* と、組織的因子としてサブグレイン内の転位密度 ρ などに注目し、それらがクリープ(外部)応力 σ_c によってどのように変化するかを調べた結果について述べる。

ところで、高温におけるクリープ変形速度 $\dot{\epsilon}$ は、可動転位密度 ρ_m と転位の平均運動速度 \bar{v} を用いて、 $\dot{\epsilon} = \rho_m b \bar{v}$ [1] で表わされることが多い。熱活性化過程としてとらえれば、純金属の回復型クリープでは $\bar{v} \propto \exp\{-(4H_c - A^* b \tau^*)/kT\}$ [2] と考えられる。そこで、実験的に求められた ρ 、 A^* 、 τ^* などを用いて、 $\dot{\epsilon}$ の変化を見積り、これと実測される $\dot{\epsilon}$ の変化とを比較してみた。

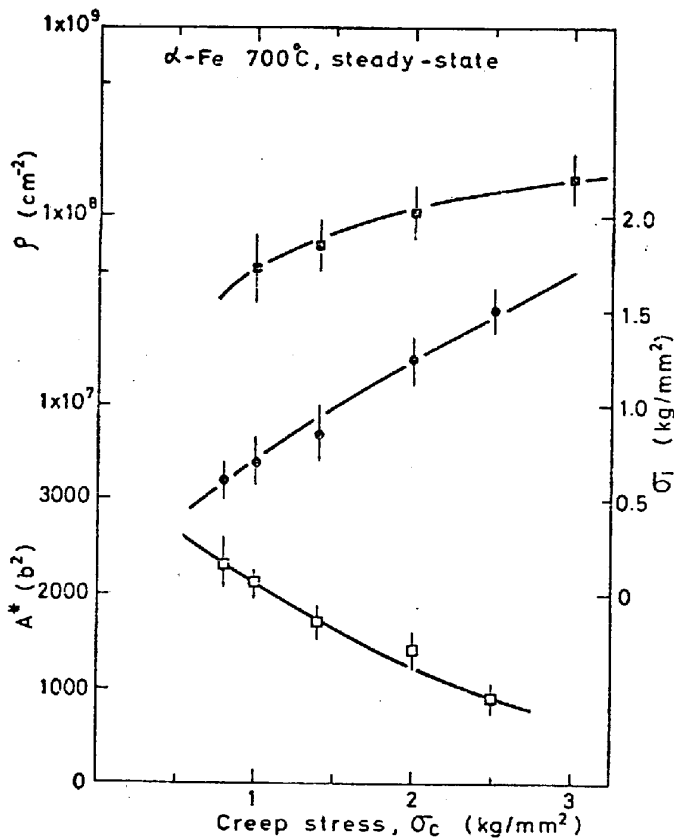


図2 α -Feの700°Cにおけるクリープの定常段階における ρ 、 σ^* 、 A^* の外部応力依存性

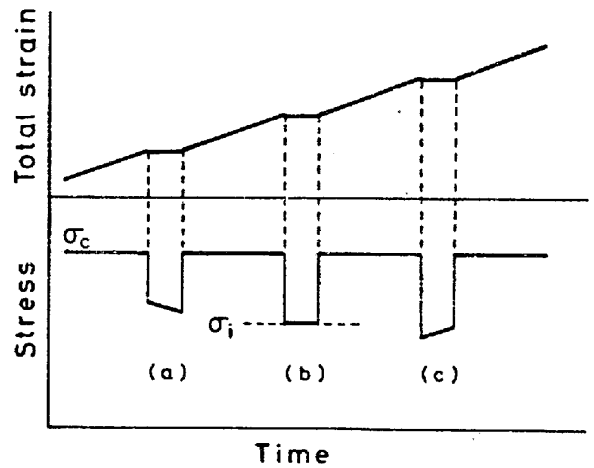


図1 短時間 stress-transient dip test の模式図

II. 実験方法

試料は、特に断わらないかぎり、引張軸 $\langle 110 \rangle$ 板面(001)の電解鉄単結晶(厚さ約1mm)である。クリープ試験はAr中で $T = 650 \sim 800^\circ\text{C}$ ($T/T_m = 0.51 \sim 0.60$)クリープ(外部)応力 $\sigma_c = 0.8 \sim 3.0 \text{ kg/mm}^2$ の条件で行なった。

組織は500kVの電顕で観察し、転位密度 ρ は端点計数法によって求めた。クリープの活性化面積 A^* は、クリープ途中の応力緩和試験によって求めた。また、有効応力 σ^* は $\sigma_c - \sigma_i$ と考えて求めた。

内部応力 σ_i は図1に示すような stress-transient dip test 法によって決定した。

III. 定常クリープ段階における各因子の応力依存性

実験を行なった応力範囲では、クリープ曲線は全て正せん移、定常、加速の3段階を示す。定常段階では、各種の因子は殆んどひずみ量に依存しない。

図2に定常段階における ρ, σ_i, A^* の外部応力依存性を示す。これらの値は、試験温度が変わっても殆んど変化しない。得られた結果を外部応力 σ_c のべき関数として表わすと、 $\rho \propto \sigma_c^{1.0}$ となる。また[2]式において、 $\tau^* = \tau_c - \tau_i$, $\tau = \sigma/2$ とすれば、見かけ上 $\bar{v} \propto \sigma_c^{2.4}$ と整理できる。図3に $\dot{\epsilon}_s$ の外部応力依存性を $\dot{\epsilon} \propto \rho \bar{v}$ と仮定して求めた計算値 $\dot{\epsilon}_s^{calc}$ （相対値）を示す。実験値 $\dot{\epsilon}_s^{obs}$ と比較すれば、中応力範囲では両者の変化の傾向は極めてよく一致していることがわかる。ただし、 $\sigma_c \geq 2.5 \text{ kg/mm}^2$ では $\dot{\epsilon}_s^{calc}$ よりも $\dot{\epsilon}_s^{obs}$ の方が、その変化は著しい。

α 結晶試料においても、ここに示した単結晶の場合と殆んど同じ結果が得られている。計算値と実測値の応力依存性が一致する応力範囲は、 α 結晶の場合の方がむしろ広い。

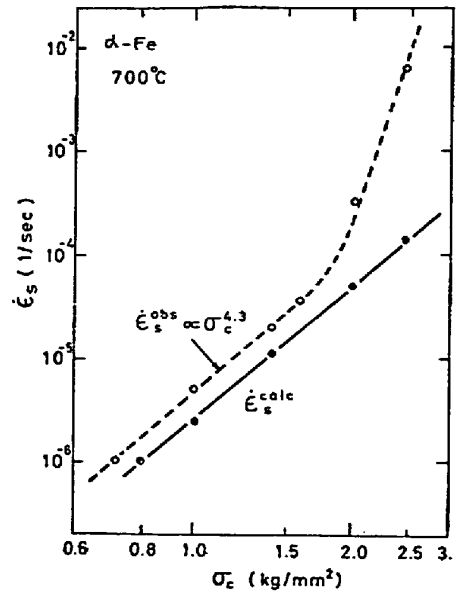


図3 式[1]によって見積られる定常クリープ速度の外部応力依存性

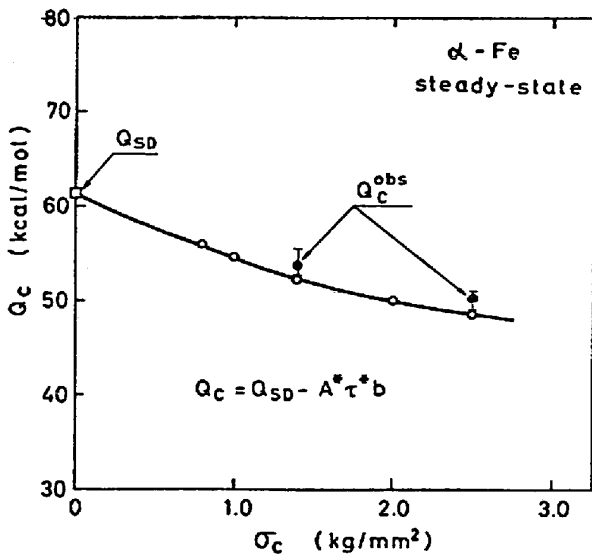


図4 α -Feの定常クリープに対する見かけの活性化エネルギーの外部応力依存性

IV. 活性化エネルギーの応力依存性

定常クリープ速度の温度依存性から、見かけの活性化エネルギー Q_c を $\sigma_c/E(T)$ 一定の条件で調べた。 $\sigma_c/E = 0.9 \times 10^{-4}$ (700°Cで $\sigma_c = 1.4 \text{ kg/mm}^2$ に相当)では $Q_c = 53.6 \text{ kcal/mol}$, $\sigma_c/E = 1.61 \times 10^{-4}$ (700°Cで $\sigma_c = 2.5 \text{ kg/mm}^2$ に相当)では $Q_c = 50.2 \text{ kcal/mol}$ が得られた。

定常段階における ρ は温度に殆んど依存しない。そこで、 $\dot{\epsilon}_s$ の温度依存性は \bar{v} のみによるものと仮定し、[2]式の ΔH_c は自己拡散の活性化エネルギー Q_{SD} に等しいと置いて、 Q_c を見積ってみる。 A^*, τ^* ともに温度依存性は殆んどないので、 $A^*b\tau^{*b}$ 項の値(応力の寄与)は温度によって変らないものと考えてよい。図4に $\Delta H_c = Q_{SD} = 60.7 \text{ kcal/mol}$ (強磁性温度域での値)とした場合の計算値と実験値とを示す。図からわかるように、両者はよい一致を示している。

V. 定常クリープ速度の方位依存性

引張軸を[110]-[100]間の種々の方位に選んだ単結晶試料を用い、 $T=700^\circ\text{C}$, $\sigma_c = 1.4 \text{ kg/mm}^2$ でクリープ変形させ、定常クリープ速度の引張方位による変化を調べた。引張軸が[110]に近い場合には、IIIでも述べたように、約30%の

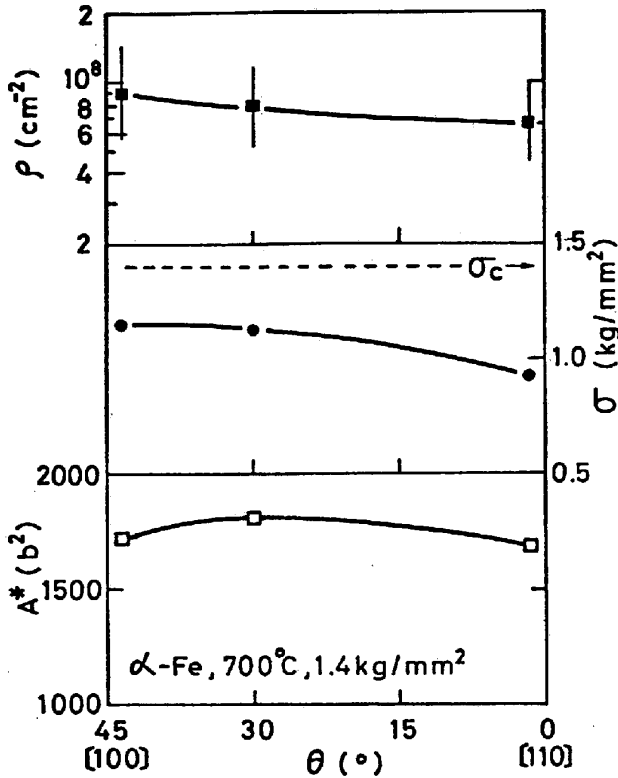


図5 ひずみ量30%における ρ, σ, A^* の引張軸方位依存性

引張軸が [100] に近いもので $\dot{\epsilon}$ の計算値と実測値がかなり違う原因は必ずしも明らかではないが、両者が著しく異なる試料では $\epsilon = 0.30$ では定常状態に入っていないことと関係があるかもしれない。

VI. せん移段階におけるクリープ速度の変化

通常のクリープ曲線を描く場合のせん移段階 ($d\epsilon/dt < 0$) における各因子のひずみによる変化を調べてみた。試料としては多結晶 (結晶粒の大きさ約 0.17mm) を用い、 $T = 700^\circ\text{C}$, $\sigma_c = 1.4 \text{ kg/mm}^2$ で実験を行なった。

図7に得られた結果を示す。 ρ, A^* とともにひずみの増加に伴って減少する。変形初期では σ_c の測定は困難であって、その変化は明瞭ではないが、少なくともせん移段階中期以後は σ_c のひずみによる変化は比較的小さい。

定常初期 ($\epsilon = 20\%$) における値を基準として、 $\dot{\epsilon}$ のひずみによる変化を見積った。 $\dot{\epsilon}$ に及ぼす影響としては、

変形で定常状態に達する。しかし、[100] に近い場合には30%以上変形しても完全な定常状態には達せず、クリープ速度は減少し続ける。以下では、 $\epsilon = 0.30$ における各因子の引張方位による変化について示す。図5に ρ, σ, A^* の方位依存性を示す。 ρ, A^* は引張方位によってあまり変らない。一方、 σ_c は引張軸が [100] に近づくにつれて大きくなり、 $\sigma_c - \sigma_c$ として求められる σ_c は [100] に近づくとかなり小さくなり、[110] 試料の 1/2 程度となる。したがって、 \bar{v} の変化 ($\exp(A^*b^2\sigma_c/kT)$ の変化) はかなり大きく、[100] 試料における値は [110] 試料の約 1/50 となる。

図6に、上で求められた各因子の変化を基にして、[1]式によって求めた $\dot{\epsilon}(\epsilon = 0.30)$ の引張方位依存性が示してある。 $\dot{\epsilon}_{30}^{calc}$ は [110] 方位から遠ざかるにつれて単調に減少している。実際に観測される $\dot{\epsilon}_{30}^{obs}$ は [110] 方位からはずれるにつれて減少しており、その変化の程度も計算値とよく一致している。しかし、 $\theta > 30^\circ$ では、[100] に近づくにつれて $\dot{\epsilon}_{30}^{obs}$ は再び増加する。各試料の活動いり系の幾何学的係数は、いずれの場合も 0.45~0.49 であって、試料方位による著しい差異はない。またサブグレインの大きさなども殆んど変わらない。

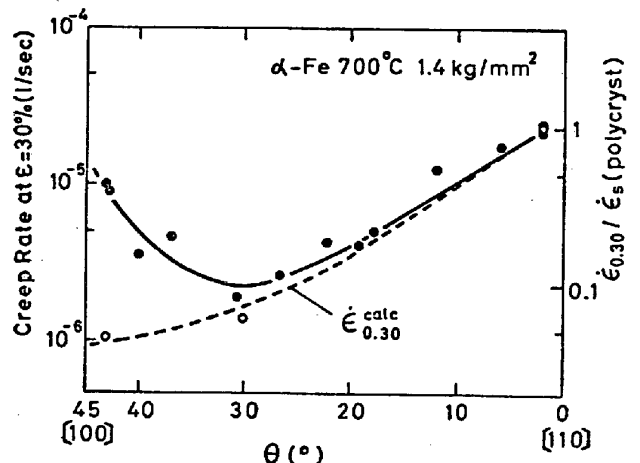


図6 [1]式で見積られるクリープ速度 (ひずみ量30%) の引張軸方位依存性

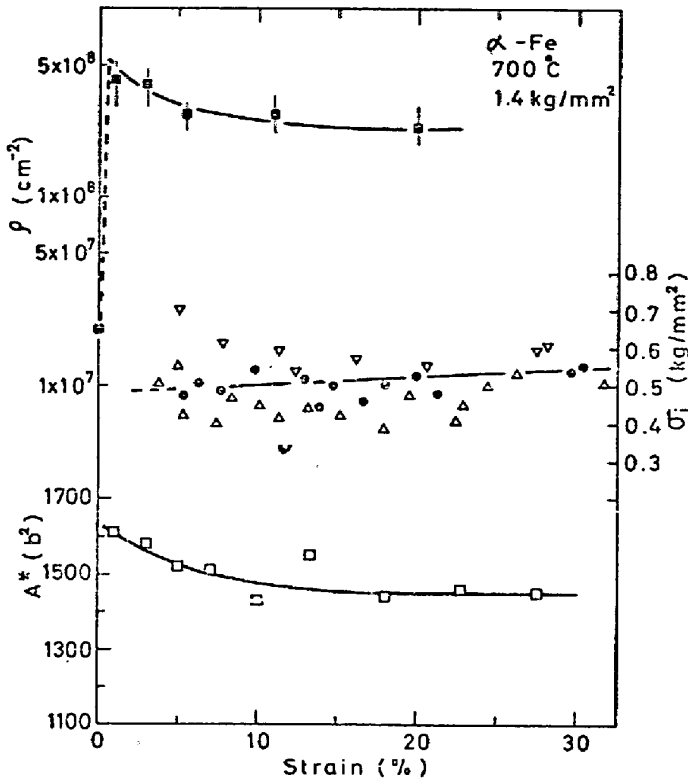


図7 多結晶Feのせん移クリープ段階における ρ, σ_e, A^* のひずみ依存性

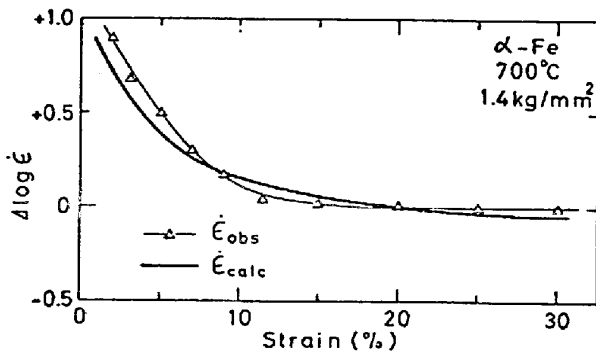


図8 [1]式によって見積られるクリープ速度のひずみ依存性(正せん移段階)

ρ の変化よりも \bar{v} の変化の方が約2倍大きい。図8に計算値と実測値のひずみによる変化を示す。両者の変化の仕方はほぼ一致しているが見なしてよいであろう。

Ⅶ. おわりに

クリープ速度 $\dot{\epsilon}$ は可動転位密度 ρ_m と平均転位速度 \bar{v} との積に比例すると考え、 $\rho_m \propto \rho$, $\bar{v} \propto \exp\{-(Q_{SD} - A^*b^2)/kT\}$ と仮定し、 ρ, A^*, σ_e などの実験値を用いて $\dot{\epsilon}$ の変化を見積った。α-Feの高温クリープにおける $\dot{\epsilon}$ のせん移段階における変化、定常クリープ速度の外部応力依存性、同じく温度依存性、および引張方位依存性などは実験的に求められた上記因子の変化によってほぼ説明できた。

純金属型の高温変形に対して Orowan 流の式を適用することの可否、あるいは A^*, σ_e の測定法についての疑問など、なお多くの問題はあるが、市販純度の電解鉄の高温クリープ挙動は、通常の測定法によって得られる ρ, A^*, σ_e によって現象論的には記述できることが明らかとなった。今後はこれら因子の応力依存性、ひずみ依存性あるいはその発生原因などについて詳細な研究を進める必要がある。