

総 説

70-30 黄銅の温度 673 K における破断伸びと変形組織の関係

武 藤 侃,* 川 岸 秀一朗,** 田 上 道 弘*

Relation between fractured elongation and deformation structures on
the Cu-30 mass% Zn alloy at 673 K.

by

Akira MUTO† Shuichiro KAWAGISHI†† and Michihiro TAGAMI†

Abstract

For a further understanding of high temperature tensile-deformation behavior of a Cu-30 mass% Zn binary alloy depending on the strain rate, the structure and the stress-strain curves were investigated in detail, at 673 K, using a salt bath ($\text{NaNO}_3 : \text{KNO}_3 = 1 : 1$) under a strain rate range from 3.3×10^{-5} to $2.0 \times 10^{-1} \text{s}^{-1}$. Specimens with three grain sizes ranging from 0.012 to 0.045 mm diameter were used. When dynamic recrystallization occurred at 673 K, the stress decreased. After the initial grain shape changed to dynamic recrystallization, the stress-strain curves showed a steady state, and did not depend on the occurrence or the growth of voids. The peak strain, which is the strain at maximum stress, was hardly dependent on the size of the initial grain, but dependent on the strain rate. Thus, the peak strain increases with strain rate. At this time, the dynamic recrystallization form is a bulging mechanism and simultaneously, a nucleation mechanism. This occurrence happened at about 20~30% peak strain. Initial void formation depended on the strain rate. And the strain appearing void increased with increased in strain rate. Cavities of fractured specimens showed 4 different shapes in three dimensions which corresponded to initial grain size and strain rate. Fractured elongation reveals a tendency to become smaller, when cavities start to combine and grow into a 45 degree angle in relate to the tensile direction. On the other hand, the specimens exhibit large elongation, when cavities combine and grow in the tensile direction.

Key Words : α -brass, high temperature deformation, grain size, strain rate, cavity, intermediate temperature embrittlement, high ductility, dynamic recrystallization

平成 11 年 3 月 8 日受付

* 秋田大学工学資源学部材料工学科

** 秋田大学大学院、現在：昭和真空（株）〒010-8502 秋田市手形学園町 1-1

† Department of Materials Science and Engineering, Faculty of Engineering Resource Science, Akita University

†† Akita University Akita, Graduate Student, Present address: Showa Shinku Co. LTD, 1-1 Tegata Gakuenncho, Akita 010-8502, Japan

I. 緒言

70-30黄銅は中間温度脆性⁽¹⁾⁻⁽⁶⁾や初期粒径の細粒化による延性の増大⁽²⁾など特異な挙動を示す材料である。これは変形中に生じる動的再結晶やボイドの発生と密接な関係がある。一方、変形中に生じるボイドは成形後の機械的強度を減少させるなどの悪影響を及ぼすことが知られており⁽⁷⁾⁽⁹⁾、その発生時期を知ることが工業的にも重要な問題である。また試料の変形中に生じるボイドの形状は延性に大きな影響を与えられ、多くの研究者たちの間でこのボイドの形状やその発生、成長機構について活発な議論がなされている⁽⁵⁾⁻⁽⁸⁾。すなわち、高温変形における破壊については結晶粒界における空洞の核形成、成長、合体さらに最終破断の一連の過程が考えられている。そのため、空洞の核形成が粒界のどこで発生するのか、またこの起こり方は均一であるのか不均一であるのか、さらには変形の過程でどの段階で生ずるのかが問題となる。そのため、破壊過程における空洞の成長機構が議論されてきた⁽⁶⁾。

ここで、以下にこれまでの研究について総括する。キャビティの生成、成長機構について丸山⁽¹¹⁾⁽¹²⁾、Ashby⁽¹³⁾、Rice⁽¹⁴⁾は、キャビティは応力軸に垂直な初期結晶粒界から生じ、粒界拡散により空洞が供給され成長し、またこのときキャビティ表面での表面拡散が著しい時、キャビティはこの粒界に対して垂直方向に成長し、結果として応力軸方向にもキャビティは成長すると報告している。太田⁽¹⁵⁾、松木⁽⁹⁾らはキャビティには低温、高応力側での楔型と高温、低応力側での空洞型の2種類があり、中間の実験条件では両者の混合した破壊が起きると述べており、さらにこの両者のキャビティの核生成には粒界すべりによる応力集中を必要とするのが一般的で、空洞の凝集のみでは説明できないとしている。また、ここで観察されたキャビティの中には結晶粒のファセットが観察でき、キャビティが空洞の凝集よりむしろ粒界すべりにより粒界が分離した結果、生ずるものも存在すると報告している。PavinichとRajは、キャビティはまず粒界拡散、体積拡散を経て、最後にマトリックスのクリープや塑性変形により成長すると考え、さらにキャビティの形成、成長が条件により拡散支配から塑性変形支配へ遷移すると報告している⁽³⁾⁽¹⁶⁾⁻⁽¹⁸⁾。このようにキャビティの

生成、成長機構についてはさまざまな見解があり、いづれもキャビティの生成、成長には何らかの拡散による空洞の凝集と粒界すべりなどの塑性流動の二つの機構が考えられている⁽⁵⁾⁽⁶⁾。

一方、和泉と山縣らは⁽³⁾⁽⁴⁾⁽⁶⁾純銅、 α 黄銅について延性の温度変化を系統的に調べた結果、約473 K (0.4 T_m)の低温でも粒界割れが観察されたことと、粒界すべりによって粒界破壊が誘起されるのなら単純に高温のほうが破断伸びは小さくなるはずであるが、そうはならないことから粒界すべりによるキャビティの発生機構は疑問だと述べている。また大森⁽¹⁰⁾らは α 黄銅の多結晶試料の引張において、低速引張で見られた脆化は高速引張ではその拡散過程がより活発になる高温側で観察されることが期待されるが、実際にはそのようにはならないことから、 α 黄銅の中間温度脆性の原因はある種の拡散過程には求めにくく、むしろ粒界の変形特性によるものではないかと言っている。

以上のように、キャビティの発生成長機構についての研究は多く見られるが、初期結晶粒の大きさ、ならびに変形条件の違いによるボイドの形状やその発生、成長機構について論じたものは少ない。そこで、本報告では変形中に動的再結晶の発生を伴うことが知られている⁽¹⁾70-30黄銅について試験温度673 K、初期粒径0.012 mm~0.045 mm、ひずみ速度 $3.3 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ ~ $2.0 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ の条件で引張試験を行い、ボイドや動的再結晶の発生時期とその挙動、及びボイドを三方向から観察し、ボイドの形状を立体的にとらえ検討する。

II. 実験方法

1. 供試材

実験に供した試料は同和金属工業(株)製の70-30黄銅の市販材(厚さ1.6 mm)で、化学分析を行った結果、その組成はCu:70.67, Fe:0.001, Pb \leq 0.001, Ag \leq 0.001, Sn \leq 0.001, S:0.001, O:0.001 mass%, As, Bi, In, Se, Sb, Te, Tl各1 ppm以下、その他Znを含む単一相合金であった。この素材を厚さ1.0 mmまで冷間圧延し、圧延方向と平行にゲージ部25.0 mm \times 5.0 mm \times 1.0 mm(肩部の曲率半径3.0 mm)、全長59 mmの引張試験片を打ち抜き加工によって作成した。試験片の結晶粒径の調整は、各試験片を723, 773, 823 Kの各温度で3.6 ks間アルゴン雰囲気中で焼なましすることにより行った。その結果、双晶境界を

粒界と見なさずに0.012, 0.022および0.045 mm の3種類の粒径を有する試験片を得た。

2. 高温引張試験

引張試験には島津オートグラフ IS-10T を用い、673 K の温度で $3.3 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ から $2.0 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ までの初期ひずみ速度の条件で行った。加熱には NaNO_3 と KNO_3 とを1対1の組成で配合した塩浴を用い、試験前に試験片を600 s 間浴に保持して、チャック部周辺の温度が均一になった後に試験を開始した。各試験片は引張変形後5 s 以内に水冷し、組織が変化するのを極力抑えた。

III. 実験結果

初期結晶粒径0.012, 0.045 mm の試料についてひずみ速度 $3.3 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$, $6.7 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, $2.0 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$, 試験温度673 K の条件でそれぞれ破断するまで引張り、真応力-真ひずみ曲線を得た。その結果の一例を Fig. 1, Fig. 2 に示す。その結果、真応力-真ひずみ曲線は初期結晶粒径0.012 mm の試料ではひずみ速度によってそれぞれ異なったカーブを描き、初期結晶粒径0.045 mm の試料ではひずみ速度が大きくなるほどピーク応力は大きくなっていくが、真応力-真ひずみ曲線の形状そのものはほとんど同じような形のカーブを描い

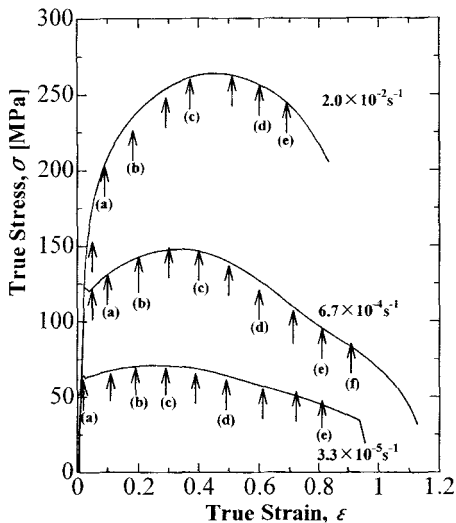


Fig. 1 True stress-true strain curves of 70-30 brass specimen with a initial grain size of 0.012 mm, tested at 673 K under various strain rate.

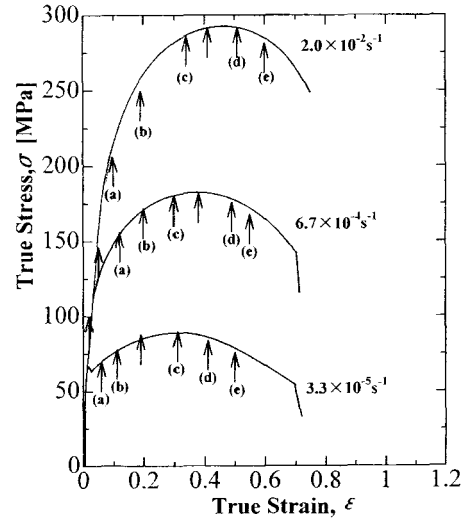


Fig. 2 True stress-true strain curves of 70-30 brass specimen with a initial grain size of 0.045 mm, tested at 673 K under various strain rate.

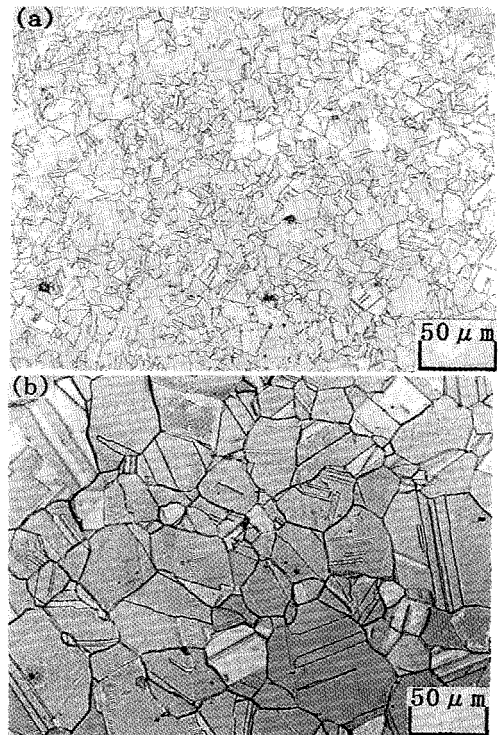


Fig. 3 Microstructures of the specimen with initial grain sizes of (a) 0.012 mm and (b) 0.045 mm.

た。この真応力-真ひずみ曲線の形状変化の違いと変形中に生じる動的再結晶やポイドが真応力-真ひずみ曲線のどの辺りから発生し、どのような挙動を示すかを調べるため、試料を複数用意し、それぞれのひずみ速度で真ひずみ $\varepsilon_t = 0.1, 0.2, 0.3 \dots$ と順次、試料を真ひずみ約0.1づつ大きくして引張試験を行った。なお、Fig. 3に引張前の組織を初期結晶粒径 (a) 0.012 mm,

(b) 0.045 mmについて示した。初期粒径0.012 mmの試料をひずみ速度 $3.3 \times 10^{-6} \text{ s}^{-1}$ で引張試験した時の光学顕微鏡組織を Fig. 4に示す。ここで (a) ~ (e) はそれぞれ Fig. 1に欠印で示した真ひずみの組織に対応している。尚、この表示の仕方は以下も同様にして示した。Fig. 4によると (a) $\varepsilon_t = 0.04$ と極めて小さなひずみで、特に高倍の右側 (a) の写真中にそれぞ

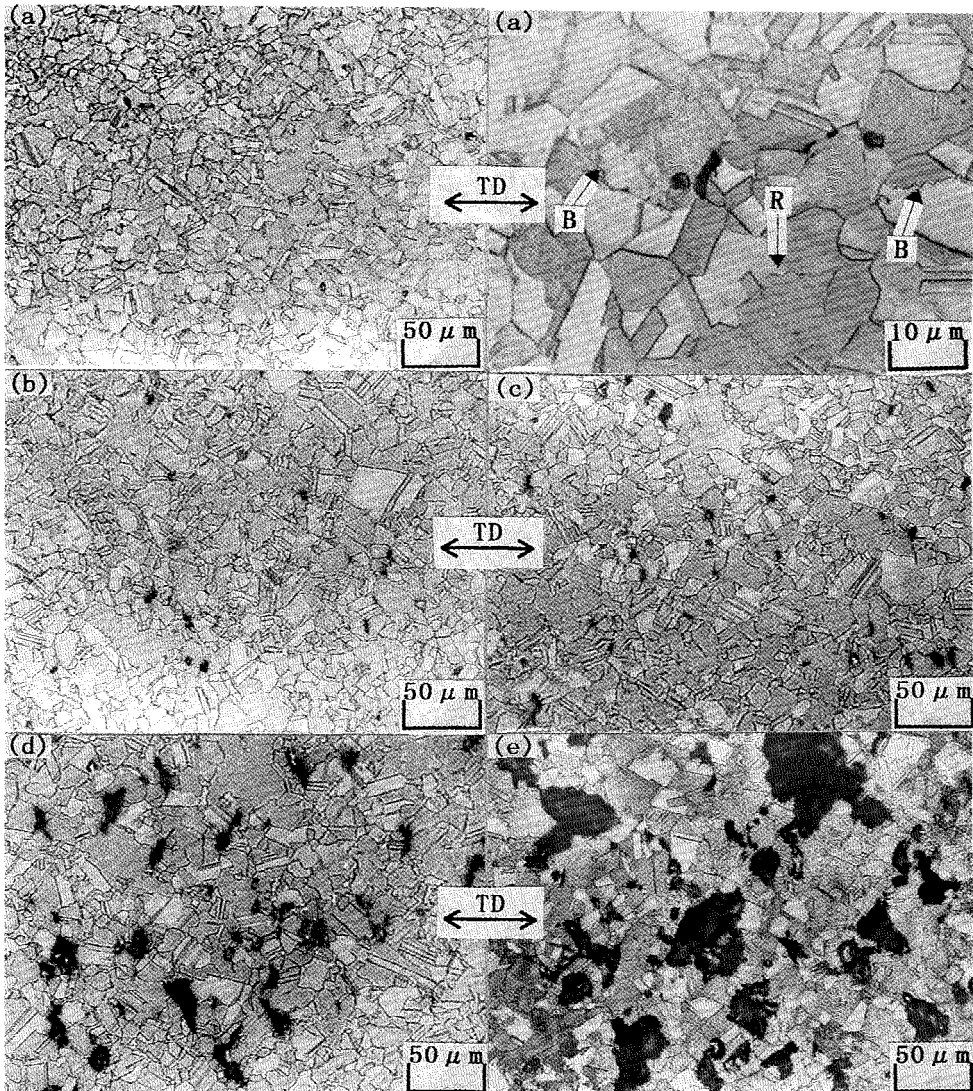


Fig. 4 Microstructures of the specimen with initial grain size of 0.012 mm, tested at 673 K under strain rate of $3.3 \times 10^{-6} \text{ s}^{-1}$.

(a) $\varepsilon_t = 0.04$ (b) $\varepsilon_t = 0.20$ (c) $\varepsilon_t = 0.30$ (d) $\varepsilon_t = 0.50$ (e) $\varepsilon_t = 0.82$

れB, R と示したように、粒界の張出しや動的再結晶粒が観察される。また粒界にポイドの発生がこの時すでに観察された。真応力-真ひずみ曲線は(c)~(e)にかけて単純に緩やかな下降を描いており、組織の面ではこのとき試料の結晶粒の大きさにはほとんど変化は見られず、ただポイドの発生、成長の程度が加速している状態を示している。すなわち、ポイドの発生、

成長は応力状態にそれほど大きな影響を与えている様子は見られない。但し破断は急激なポイドの成長合体によって起こっている。また、この時ポイドの形状は変形が進むにつれて球状から引張軸に対して直角方向に成長していくように観察される。次にひずみ速度 $6.7 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ で引張試験した時の組織の様子を Fig. 5 に示す。(a) $\epsilon_t = 0.10$ で粒界の張出し、動的再結晶

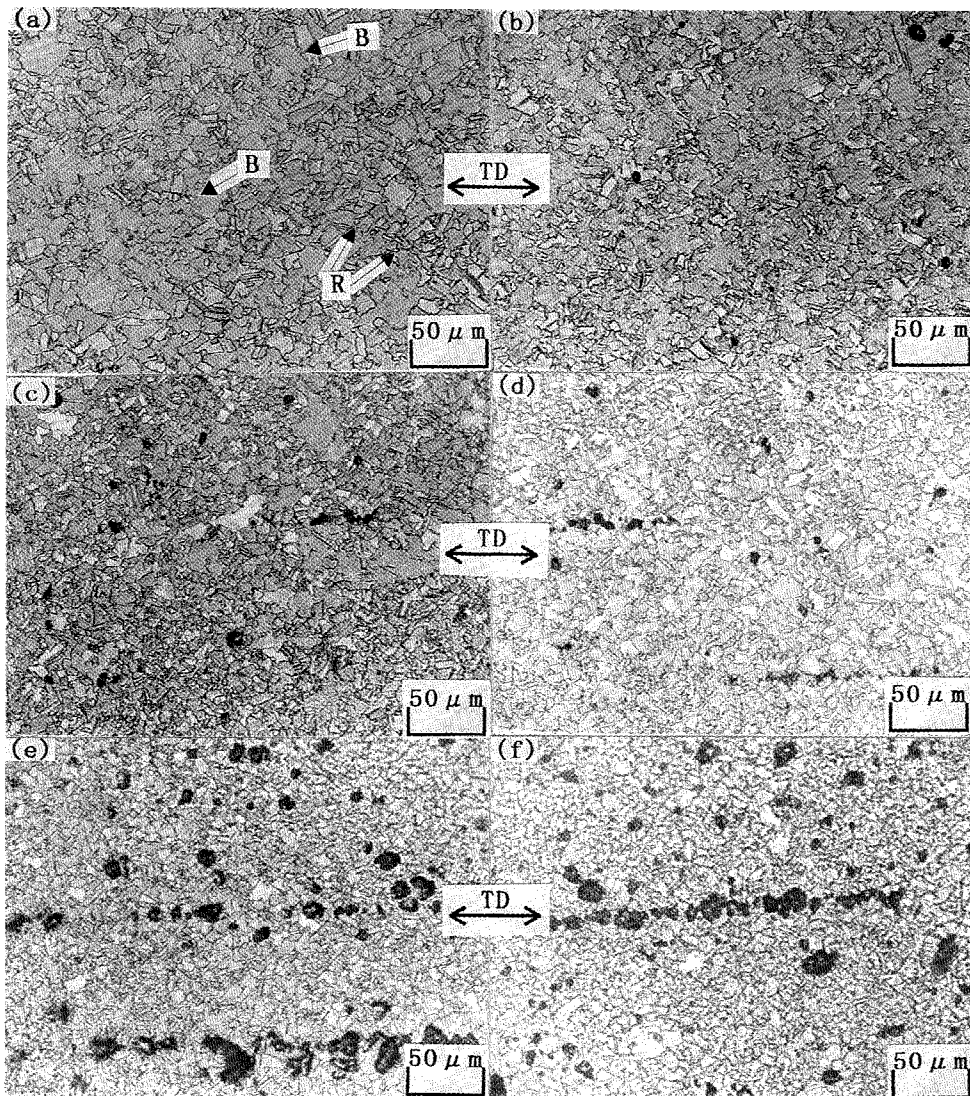


Fig. 5 Microstructures of the specimen with initial grain size of 0.012 mm, tested at 673 K under strain rate of $6.7 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$.

(a) $\epsilon_t = 0.10$ (b) $\epsilon_t = 0.22$ (c) $\epsilon_t = 0.40$ (d) $\epsilon_t = 0.61$ (e) $\epsilon_t = 0.83$ (f) $\epsilon_t = 0.92$

核が観察され、次いで (b) $\epsilon_t=0.22$ でポイドが発生しているのが分かる。その後、ひずみの増加と共に動的再結晶粒はその数を増やし、(d) $\epsilon_t=0.61$ では組織の大部分が微細な動的再結晶におき変わっている。ここで (d) ~ (f) にかけて真応力-真ひずみ曲線は (c) ~ (d) にかけてよりも緩やかに下降して、この時の結晶粒の形状にはそれほど大きな変化は見られ

ない。しかし、ポイドの発生、成長は著しく、ここでも真応力-真ひずみ曲線の単純な軟化傾向とはポイドの様相はあまり関係ない様に見られる。なお、ポイドの形状は発生した時は球状であり、変形が進むに連れて引張軸方向に向かって合体、連鎖していく様子を示している。

ひずみ速度の大きな $2.0 \times 10^{-2} \text{s}^{-1}$ で引張試験した時

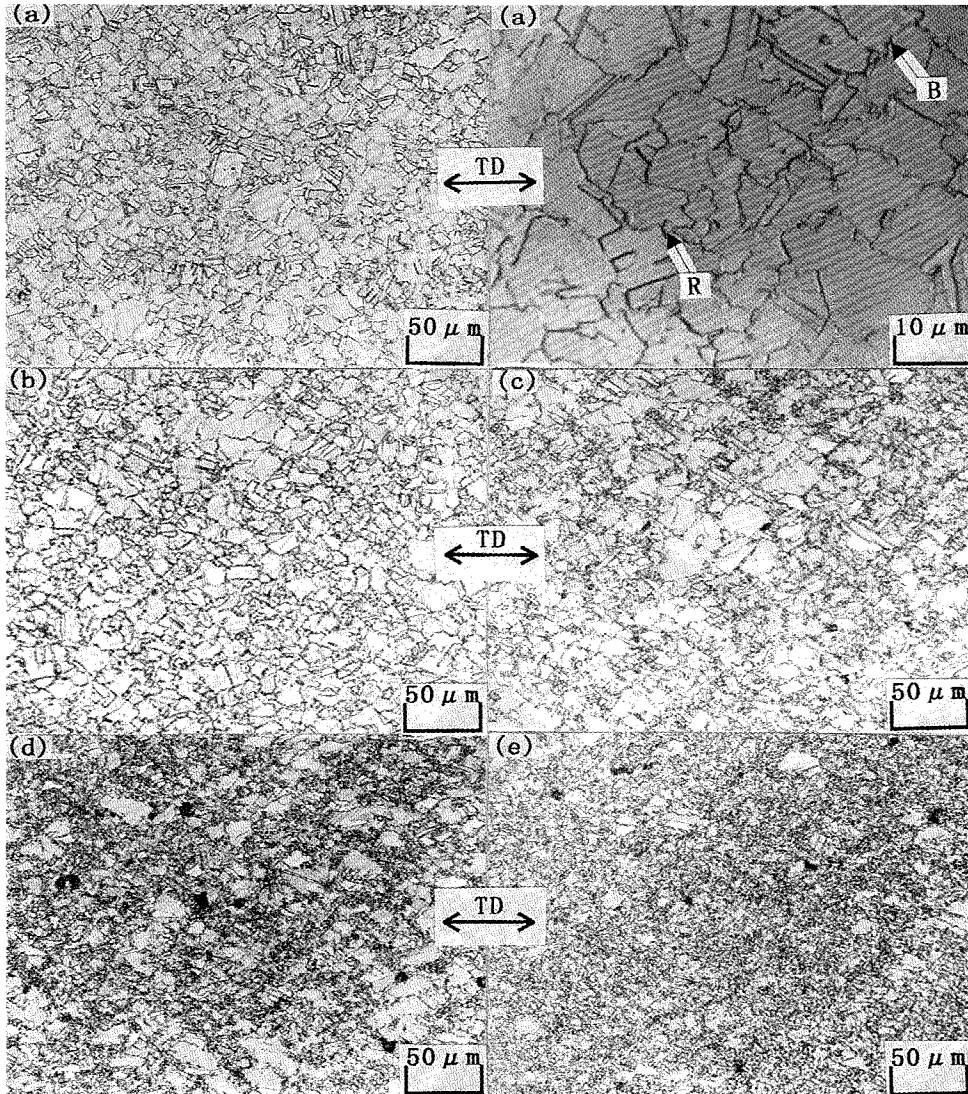


Fig. 6 Microstructures of the specimen with initial grain size of 0.012 mm, tested at 673 K under strain rate of $2.0 \times 10^{-2} \text{s}^{-1}$.

(a) $\epsilon_t=0.11$ (b) $\epsilon_t=0.18$ (c) $\epsilon_t=0.39$ (d) $\epsilon_t=0.62$ (e) $\epsilon_t=0.70$

の組織を Fig. 6 に示す。動的再結晶核，粒界の張出しは (a) $\epsilon_t=0.11$ ですでに始まっているが，ポイドの発生はひずみ速度 $3.3 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ ， $6.7 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ の時と比べて遅く，(c) $\epsilon_t=0.39$ にいたって生じている。ここで真応力-真ひずみ曲線は引張り始めてから急激に上昇して極大を示したあと急激に下降しており，定常状態は示さない。このとき組織は (a) ~ (e) まで常

に変化しており，破断寸前の (e) $\epsilon_t=0.70$ においても組織は未再結晶粒と微細な動的再結晶粒が入り交った混粒である。すなわち，以上のことから動的再結晶粒の発生により，結晶粒が細粒化する段階が真応力-真ひずみ曲線の軟化傾向と対応している。尚，ポイドは応力レベルとはあまり相関関係がない様に見られる。同様に初期結晶粒がより大きな 0.045 mm の試料に

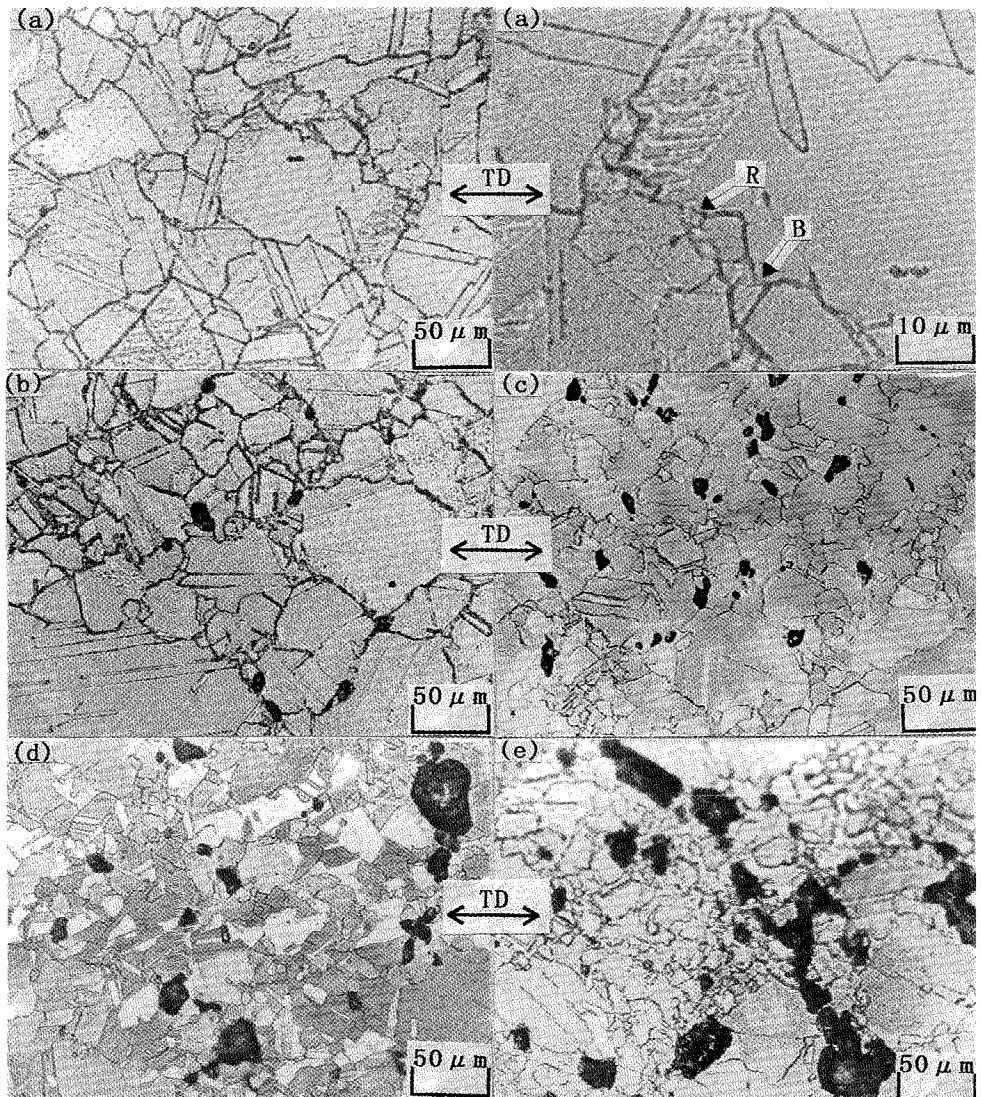


Fig. 7 Microstructures of the specimen with initial grain size of 0.045 mm , tested at 673 K under strain rate of $3.3 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$.

(a) $\epsilon_t=0.07$ (b) $\epsilon_t=0.12$ (c) $\epsilon_t=0.31$ (d) $\epsilon_t=0.40$ (e) $\epsilon_t=0.51$

ついてひずみ速度 $3.3 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$, $6.7 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, $2.0 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ で引張試験した時の組織を Fig. 7~Fig. 9 に示す。Fig. 7 は初期結晶粒径 0.045 mm , ひずみ速度 $3.3 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ で引張試験した時の組織の様子を示している。これによると (a) $\epsilon_t = 0.07$ と極めて小さいひずみでポイドと粒界の張出し、動的再結晶が観察され、変形が進むに連れ動的再結晶粒はその数を増やしてい

く。特に (c) では動的再結晶粒の存在割合が大きくなっていて、真応力-真ひずみ曲線の軟化傾向と対応している。ポイドは (a) で発生してから変形が進むに連れ、その数と大きさを増加させていく。この時ポイドの形状は、発生当初は球状であるが変形が進むに連れ引張方向に対して直角方向に成長していく。Fig. 8 は初期結晶粒径 0.045 mm , ひずみ速度 $6.7 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$

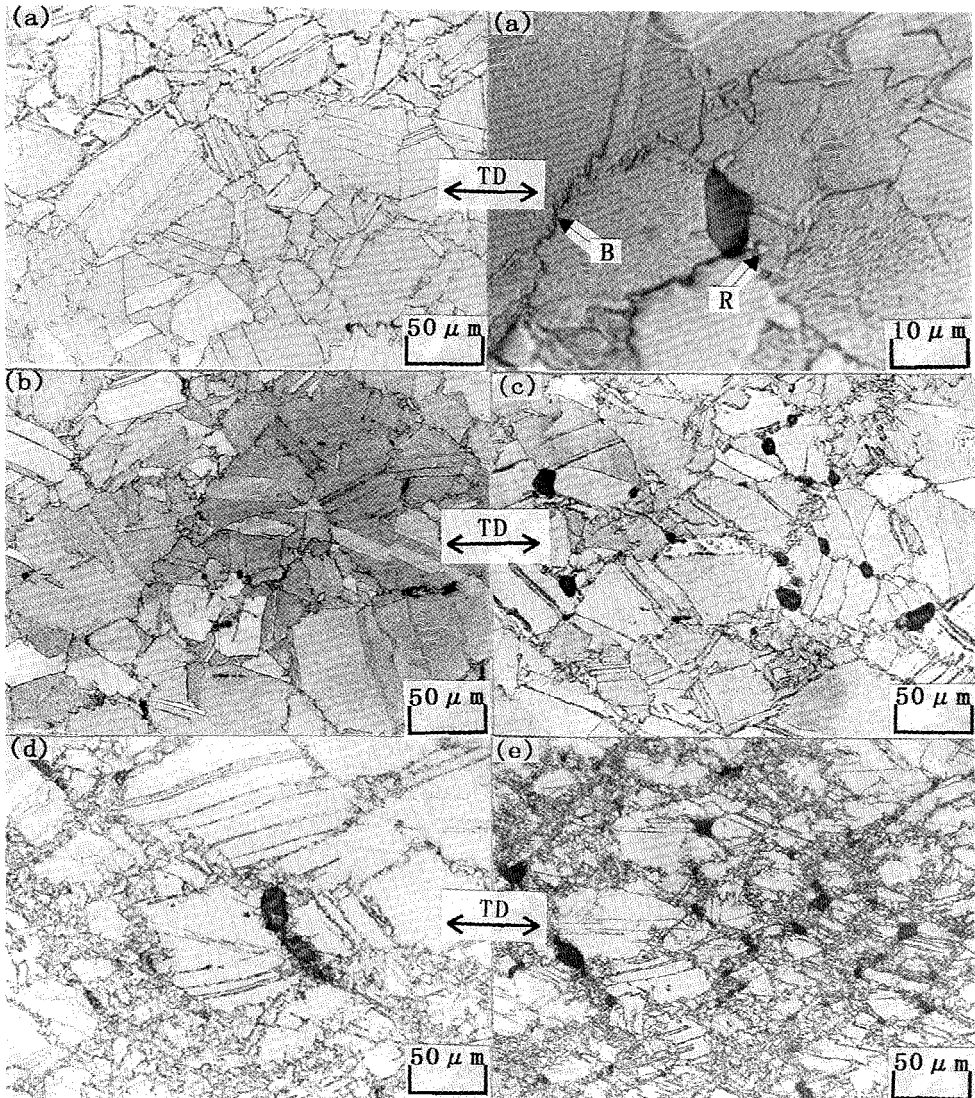


Fig. 8 Microstructures of the specimen with initial grain size of 0.045 mm , tested at 673 K under strain rate of $6.7 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$.

(a) $\epsilon_t = 0.13$ (b) $\epsilon_t = 0.21$ (c) $\epsilon_t = 0.30$ (d) $\epsilon_t = 0.50$ (e) $\epsilon_t = 0.58$

で引張試験した時の組織の様子である。これを見ると (a) $\epsilon_t=0.13$ でポイドと粒界の張出し、動的再結晶が観察され、(e) $\epsilon_t=0.58$ において組織は未再結晶粒と微細な動的再結晶粒の著しい混粒の様相を示し、ポイドの形状は球状ないし、もしくは引張り軸方向に対して45度方向に合体、成長しているように見える。ここでも (d) から動的再結晶粒による細粒化がめだち

始め、真応力-真ひずみ曲線の軟化状態と対応している。Fig. 9は初期結晶粒径0.045 mm、ひずみ速度 $2.0 \times 10^{-2} \text{s}^{-1}$ で引張試験した時の組織である。動的再結晶核、粒界の張出しは (a) $\epsilon_t=0.09$ ですでに生じており、ポイドの発生は (b) $\epsilon_t=0.20$ で生じ始めている。この時の組織を Fig. 8のひずみ速度 $6.7 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$ で引張試験した時の組織の様子と比べると、未再結晶粒の

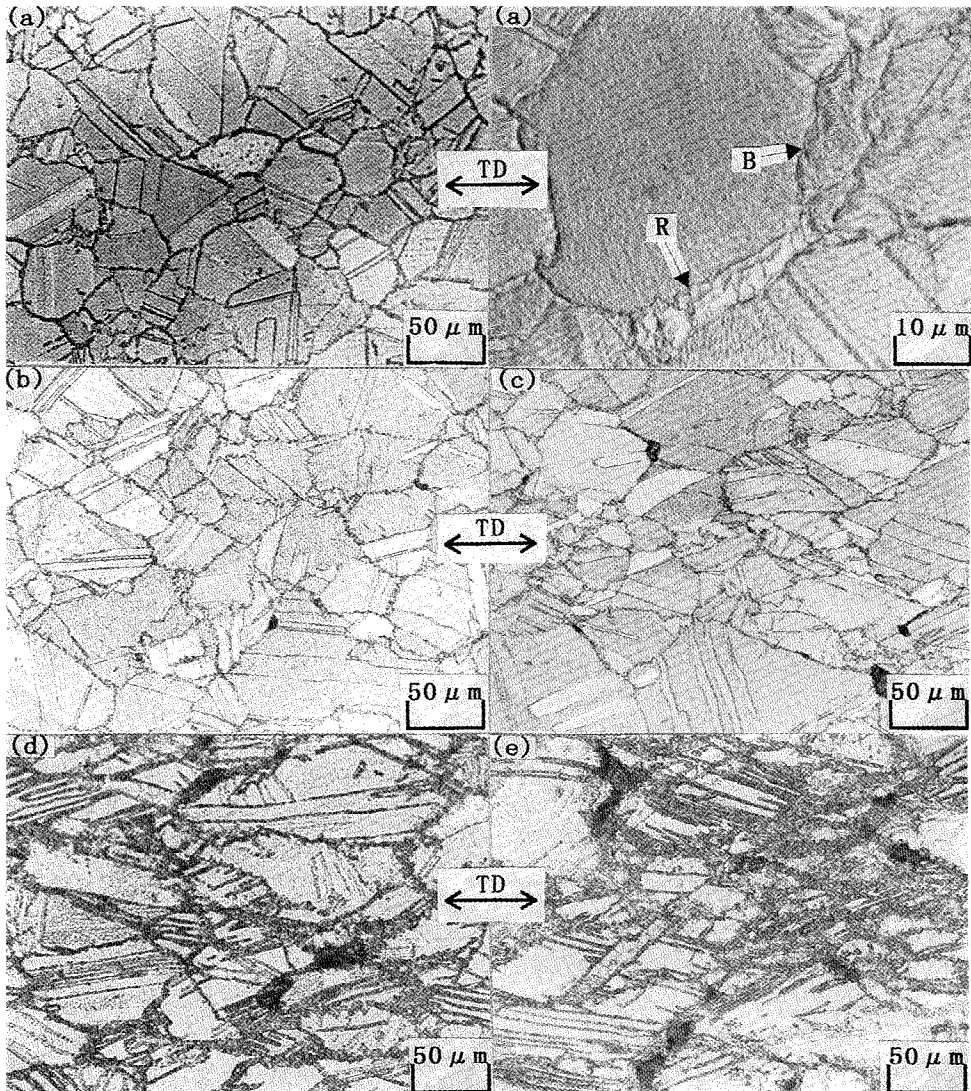


Fig. 9 Microstructures of the specimen with initial grain size of 0.045 mm, tested at 673 K under strain rate of $2.0 \times 10^{-2} \text{s}^{-1}$.

(a) $\epsilon_t=0.09$ (b) $\epsilon_t=0.20$ (c) $\epsilon_t=0.34$ (d) $\epsilon_t=0.52$ (e) $\epsilon_t=0.60$

引張方向への変形の度合いが大きく、その粒界部の45度方向にボイドの成長が見られる。またここでも粒界の動的再結晶粒の発生と真応力-真ひずみ曲線の軟化が対応している。ここで、初期結晶粒径0.045 mmで引張試験した時の組織はどのひずみ速度で引張試験した時でも、変形が進むとその組織は未再結晶粒と動的再結晶粒の著しい混粒となり、このとき真応力-真ひずみ曲線はいずれも定常状態を示さなかった。

IV. 考察

以上の結果より、70-30黄銅材の初期結晶粒径の大きさや変形条件によって動的再結晶粒の生じかたの様子が異なり、このことにより真応力-真ひずみ曲線の

形状に差異を示すことが分かった。例えば、初期結晶粒径0.012 mm、ひずみ速度 $3.3 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ の場合、組織は変形の早い時期に均一になりその後、真応力-真ひずみ曲線は定常状態を示して変形している。ひずみ速度 $6.7 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ で変形すると組織が均一になるのはひずみがさらに大きくなってからで、その後ピークを示し定常状態が現れる。このように真応力-真ひずみ曲線が定常状態を示すのは組織の結晶粒の大きさがほぼ均一になってからであり、ボイドの数やその大きさは変形が進むに連れ単調にその数と大きさを増加させるだけで、真応力-真ひずみ曲線上の定常状態とは破断時の急激な変化の時をのぞいて、何の関係も見られなかった。一方、ひずみ速度 $2.0 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ の時、むしろ

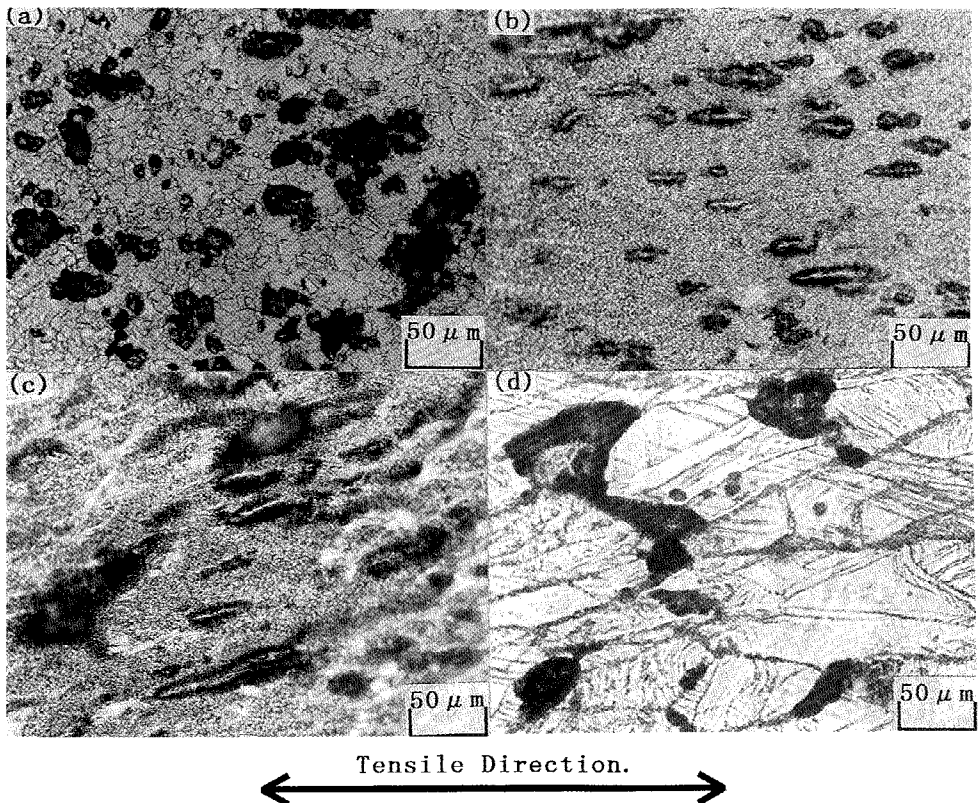


Fig. 10 Microstructures of the 70-30 brass specimen close to the fracture surface, tested at 673 K.

- (a) Initial grain size of 0.012 mm under strain rate $3.3 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$.
- (b) Initial grain size of 0.012 mm under strain rate $6.7 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$.
- (c) Initial grain size of 0.012 mm under strain rate $2.0 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$.
- (d) Initial grain size of 0.045 mm under strain rate $2.0 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$.

は初期結晶粒径が0.045 mmの時、組織は破断にいたるまで未再結晶粒と動的再結晶粒の混粒であり、真応力-真ひずみ曲線は定常状態を示していない。このように70-30黄銅の高温における変形は動的再結晶の生成過程が加工硬化から軟化過程を経て、組織の結晶粒がほぼ全て動的再結晶粒に置き換わると真応力-真ひずみ曲線は定常状態を示し、これは動的再結晶が変形中に繰り返し起き、組織が均一化されることによる。このときポイドの発生、成長はある段階（破断時）までは真応力-真ひずみ曲線の形状にほとんど影響を与えてない様に見える。このことは高温での変形は粒内変形より粒界変形が大きく奇与していることと関係している。すなわち粒内強度より粒界強度は小さく、結晶粒径が小さくなり、すべり得る粒界の量が多くなると、ポイドの数も少なくそのポイドの形状は球状である時には、粒界ポイドによる粒界弱化的程度よりも粒界のすべり易さの度合いの寄与の方が勝り、定常状態が維持されるものと考えられる。

しかしながら、ポイドの形態は破断には大きな影響を与えることが知られている。そこで破断部近傍のポイドの成長状態をキャビティの変化過程として、あらためて考えてみた。そこで Fig. 10 に本実験で観察された代表的なキャビティの光学顕微鏡写真を示す。(a) はひずみ速度 $3.3 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ の試料でよく見られる引張方向に対して90度方向に合体、成長したものであり、(b) は初期結晶粒径0.012 mm、ひずみ速度 $6.7 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ の試料で見られる引張方向に細長く合体、成長したもの、(c) は初期結晶粒径0.012 mm、ひずみ速度 $2.0 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ で見られる引張方向に対して45度方向

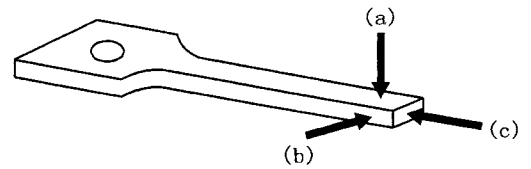


Fig. 11 Observed sites.

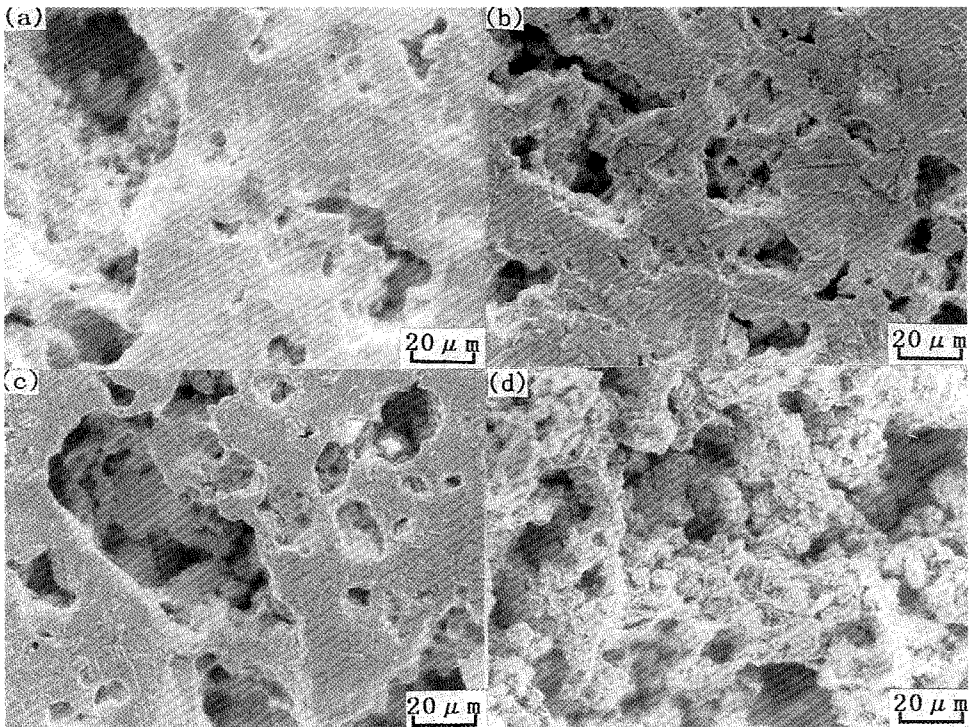


Fig. 12 SEM microstructures of the specimen with initial grain size of 0.012 mm, tested at 673 K under a strain rate of $3.3 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$.

に合体成長したもの、(d) はひずみ速度 $2.0 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ 、初期結晶粒径 0.045 mm で見られる楔型ポイドである。なおここで示した組織写真は全て試料を破断するまで引張試験した破断部近傍の組織写真である。

ここでキャビティの立体的な形状を観察するため Fig. 11 に試料の観察部分を示し、Fig. 12~Fig. 15 に SEM による観察結果を示す。ここで Fig. 12~Fig. 15 の (a)~(c) は Fig. 10 の (a)~(c) 部分に対応しており、(c) は破断表面を研磨、腐食させたものを、(d) は破断表面そのものを撮影したものである。これらの SEM 写真の結果からキャビティの形状を模式的に Fig. 16~Fig. 19 に示した。その結果、初期結晶粒径 0.012 mm 、ひずみ速度 $3.3 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ の実験条件の試料では、当初試料表面を平面的に観察した時は、引張方向に対して直角方向に成長している様に見えたが、試料を3方向から立体的に観察してみると、キャビティはあらゆる方向に不規則に成長していることが分かる。初期結晶粒径 0.012 mm 、ひずみ速度 $6.7 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ の実

験条件の試料では、キャビティは引張方向に向かって長く合体、成長しているのが分かる。また、初期結晶粒径 0.012 mm 、ひずみ速度 $2.0 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ の試料については、キャビティは (a), (b) の部分で引張方向に対して約 45° の方向に成長している様子を示している。さらに初期結晶粒径 0.045 mm 、ひずみ速度 $2.0 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ の試料では、キャビティは初期結晶粒界に沿って生じており、クラックのような様相を呈していた。このように破断部近傍のキャビティの様相は変形前の初期結晶粒径の大きさと変形条件によって大きく異なっていた。そしてこの中で Fig. 17 のようにキャビティが引張方向に向かって成長している場合が破断し難く、破断伸びも大きかった。また、Fig. 16 のようにキャビティがあらゆる方向に不規則に成長している時、試料は比較的破断し難かった。ところが、Fig. 18, Fig. 19 のようにキャビティが引張軸方向に対し 45° 方向に成長した時、試料は破断しやすく、またその破断伸びは小さかった。

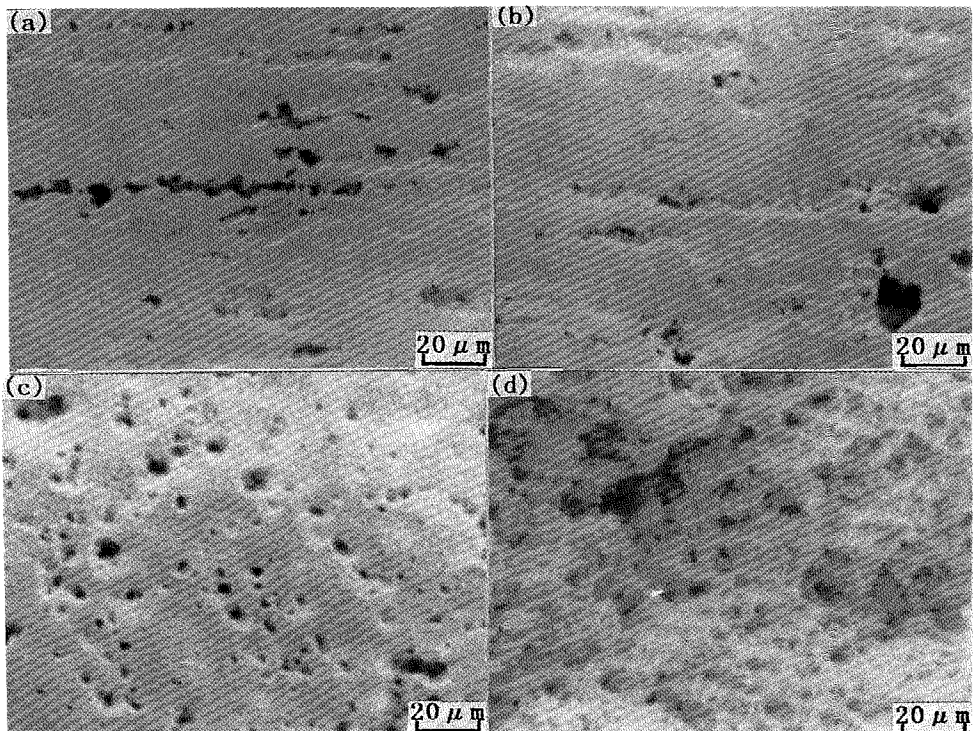


Fig. 13 SEM microstructures of the specimen with initial grain size of 0.012 mm , tested at 673 K under a strain rate of $6.7 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$.

ところで、一般にポイドが生じるとその材料の成形後の機械的性質は悪くなると言われている^{(7)~(9)}。また変形中に生じる動的再結晶は材料の延性と密接な関係があった。そこで Table. 1 に本実験におけるピークひずみ（応力値が最大を示す時のひずみ） ϵ_p 、バルジング、再結晶核、ポイドがそれぞれ発生し始めた時のひずみを示した。Table 中の () 内にはピークひずみ ϵ_p に対する割合をパーセンテージで示している。ここでピークひずみ ϵ_p は初期結晶粒径 0.012 mm、ひずみ速度 $3.3 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ の試料で若干低くなっていたが、一般に初期粒径にはあまり依存せず、ひずみ速度が大きくなるにつれピークひずみも大きくなっていった。動的再結晶過程は核生成機構と、もう一つひずみ誘起粒界移動により張出しひずみのない領域が形成され、それが再結晶粒となるバルジング機構が考えられる⁽¹⁹⁾。従来、動的再結晶が生じるひずみは約 70% ϵ_p と考えられていたが⁽²⁰⁾、牧ら⁽¹⁹⁾はこのような報告は核生成機構により生成した再結晶核の出現に注目して

決定されているのではないかと言っている。そして Fe-31%Ni-0.3%C オーステナイトを試験温度 727 K、ひずみ速度 $1.7 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ の実験条件で試験した結果、約 40% ϵ_p の早い時期にすでにバルジング機構により、動的再結晶が生じていると報告している。本実験では Table. 1 に示されているように、どの実験条件でもバルジング機構と核生成機構がほぼ同時に起こっており、その発生時期は牧らの報告よりさらに早く 20~30% ϵ_p で生じている。また、ポイドの発生時期については大森ら⁽¹⁰⁾によると極めて早く 90-10 黄銅及び 70-30 黄銅試料を試験温度 723 K、ひずみ速度 $2.0 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ の実験条件のもとで、真ひずみ 0.03 以下で既に欠陥が生じていると報告している。本実験でもひずみ速度が $3.3 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ の時、ポイドは真ひずみ 0.04 ないし 0.07 の極めて早い時期に生じていて、ひずみ速度が大きくなるにつれポイドの発生時機は遅くなる傾向にある。

以上のように、ポイドや動的再結晶の発生時期は変形条件や個々の材料により異なる。緒言で詳述したよ

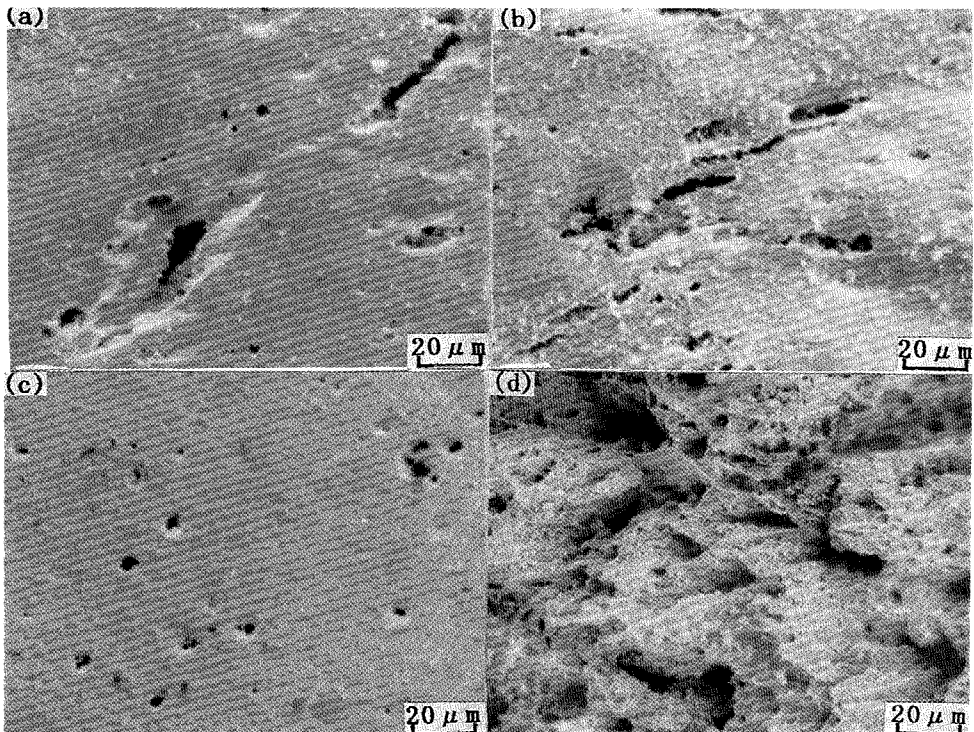


Fig. 14 SEM microstructures of the specimen with initial grain size of 0.012 mm, tested at 673 K under a strain rate of $2.0 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$.

うに、キャビティの生成機構には所論が数多くあり、その合金それぞれについて詳細な検討が必要である⁽¹⁸⁾。特に、本実験に供した α 黄銅などは中間温度脆性のような特異な挙動を示すこともあることが知られて、その実験条件によりキャビティの生成、成長過程も大きく異なってくる。本実験において破断部近傍

のキャビティは Fig. 10, Fig. 12~Fig. 19に見られるように試験条件により4種類の形状を示した。このように、キャビティがこの4種類の形状に成長する過程は初期結晶粒径の大きさ、変形条件によって異なることを報告した例は過去には見られない。すなわち変形条件によりキャビティの形状は異なり、これが延性

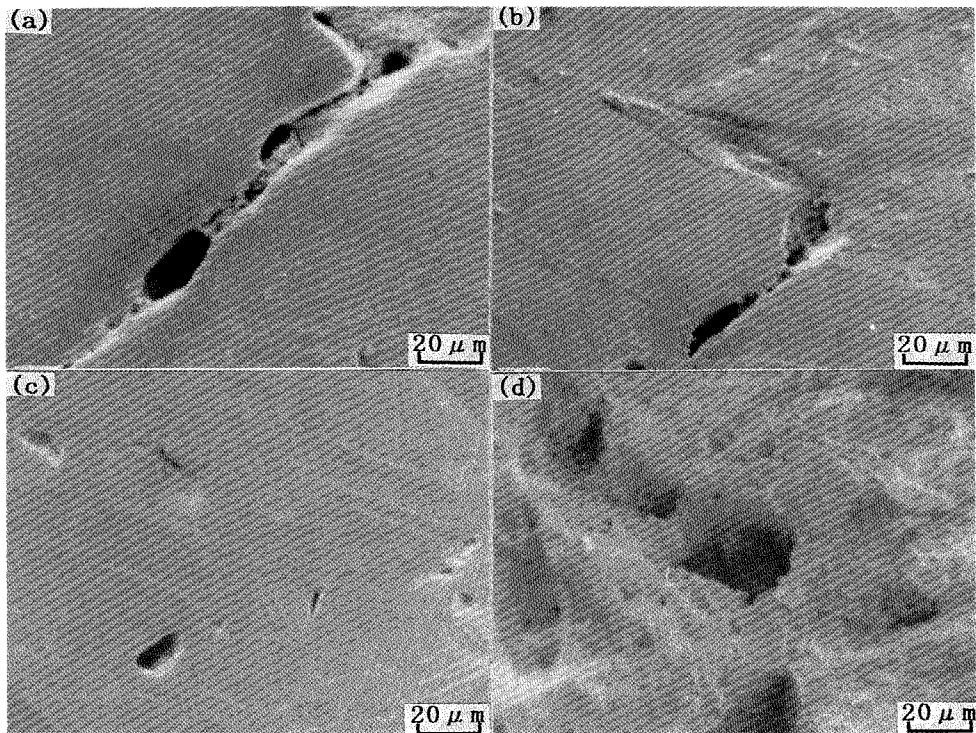


Fig. 15 SEM microstructures of the specimen with initial grain size of 0.045 mm, tested at 673 K under a strain rate of $2.0 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$.

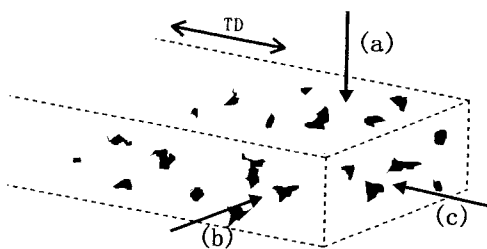


Fig. 16 Schematic figure of the cavity for the specimen of initial grain size of 0.012 mm, tested at 673 K under a strain rate of $3.3 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$.

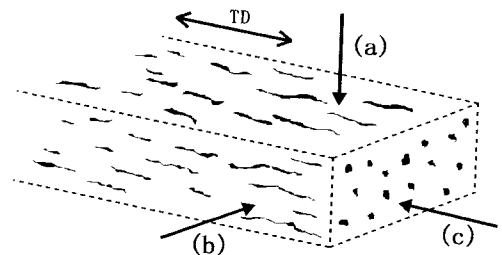


Fig. 17 Schematic figure of the cavity for the specimen initial grain size of 0.012 mm, tested at 673 K under a strain rate of $6.7 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$.

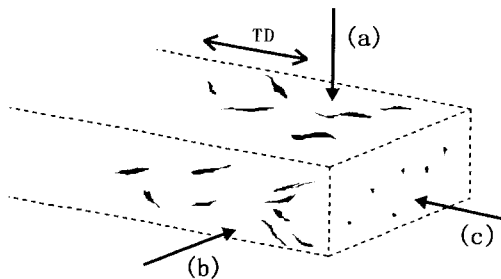


Fig. 18 Schematic figure of the cavity for the specimen initial grain size of 0.012 mm, tested at 673 K under a strain rate of $2.0 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$.

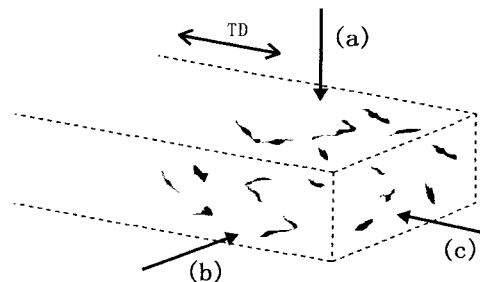


Fig. 19 Schematic figure of the cavity for the specimen initial grain size of 0.045 mm, tested at 673 K under a strain rate of $2.0 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$.

Table. 1 Formated strain of bulging, nucleation and void.

Initial grain size	0.012mm		
Strain rate $\dot{\epsilon}$	$3.3 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$	$6.7 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$	$2.0 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$
Peak strain ϵ_p	0.19	0.34	0.49
Bulging	$\leq 0.04 (21\% \epsilon_p)$	$\leq 0.10 (29\% \epsilon_p)$	$\leq 0.11 (22\% \epsilon_p)$
Nucleation	$\leq 0.04 (21\% \epsilon_p)$	$\leq 0.10 (29\% \epsilon_p)$	$\leq 0.11 (22\% \epsilon_p)$
Void	$\leq 0.04 (21\% \epsilon_p)$	$\leq 0.22 (65\% \epsilon_p)$	$\leq 0.39 (80\% \epsilon_p)$
Initial grain size	0.045mm		
Strain rate $\dot{\epsilon}$	$3.3 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$	$6.7 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$	$2.0 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$
Peak strain ϵ_p	0.30	0.38	0.47
Bulging	$\leq 0.07 (23\% \epsilon_p)$	$\leq 0.13 (34\% \epsilon_p)$	$\leq 0.09 (19\% \epsilon_p)$
Nucleation	$\leq 0.07 (23\% \epsilon_p)$	$\leq 0.13 (34\% \epsilon_p)$	$\leq 0.09 (19\% \epsilon_p)$
Void	$\leq 0.07 (23\% \epsilon_p)$	$\leq 0.13 (34\% \epsilon_p)$	$\leq 0.20 (43\% \epsilon_p)$

に参与していた。これらのことから考えると、材料を加工する場合はそれぞれの材料について、変形条件をコントロールすることにより、延性の制御が可能となるものと考えられる。

V. 結論

焼なまし温度を変えることによって結晶粒径を0.012, 0.022, 0.045 mm と調整した70-30黄銅材を、673 K の温度でひずみ速度を $3.3 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ から $2.0 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ まで変えて、ソルトバス中で引張試験を行い、真応力-真ひずみ曲線と組織の関係、キャビティの立体的な形状、ボイドと動的再結晶の発生時期について調べた結果、

以下の結論が得られた。

- (1) 真応力-真ひずみ曲線の形状は動的再結晶の程度に大きく依存し、動的再結晶が生じはじめると軟化し、組織全体が動的再結晶に置き換わると真応力-真ひずみ曲線に定常状態が現れる。この時、真応力-真ひずみ曲線とボイドの発生、成長との間には相関関係は見られなかった。
- (2) 破断時のキャビティの形状は初期粒の大きさとひずみ速度の違いにより、4種類の形態を示した。
- (3) 応力値が最大を示す時のひずみ（ピークひずみ）は初期粒径には依存せず、ひずみ速度が大きくなるにつれピークひずみも大きくなっていった。

- (4) 動的再結晶はバルジング機構と核生成機構がほぼ同時に起こっており、その発生時期は20~30% ϵ_p である。
- (5) ボイドの発生時期はひずみ速度に依存しており、ひずみ速度 $3.3 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ の時、ボイドは真ひずみ0.04ないし0.07の極めて早い時期生じるが、ひずみ速度が大きくなるにつれボイドの発生時期は遅くなっていく傾向にある。
- (6) 変形条件を制御することにより、延性を増加させることができる。

文献

- 1) 武藤 侃, 後藤正治, 田上道弘, 麻生節夫: 日本金属学会誌, **58**, 146 (1994).
- 2) 武藤 侃, 後藤正治, 田上道弘, 麻生節夫: 日本金属学会誌, **59**, 23 (1995).
- 3) 和泉 修: 日本金属学会会報, **18**, 15 (1979).
- 4) 和泉 修, 山縣 裕: 伸銅技術研究会, **17**, 165 (1978).
- 5) 高温変形と破壊シンポジウム, 日本金属学会, 24 (1978, 1月).
- 6) 山縣 裕, 和泉 修: 日本金属学会誌, **42**, 1012, 1096, 1167, 1173 (1978).
- 7) 東 健司: 軽金属, **39**, 751 (1989).
- 8) 松木賢司: 日本金属学会報, **26**, 263 (1987).
- 9) 松木賢司, 山田正夫, 上埜安英, 村上陽太郎: 日本金属学会誌, **41**, 1136 (1977).
- 10) 大森正信, 若狭邦男, 吉永芳豊: 日本金属学会, **37**, 1188 (1973).
- 11) 丸山公一, 中島英治: 高温強度の材料科学, 内田老干鶴圃, 142 (1997).
- 12) 丸山公一: 金属学会セミナーテキスト, 高温材料の開発と応用, 1 (1996).
- 13) M. F. Ashby, C. Gandhi and D. M. R. Taplin: Acta Met., **27**, 699 (1979).
- 14) J. R. Rice: Acta Met., **29**, 675 (1981).
- 15) 太田定雄: 材料, **23**, 167 (1974).
- 16) W. Pavinich and R. Raj: Met. Trans, **8A**, 1917 (1977).
- 17) R. Raj: Acta Met., **26**, 341 (1978).
- 18) R. Raj and M. F. Ashby: Acta Met., **23**, 653 (1975).
- 19) 牧 正志, 田村今男: 高温変形と高温破壊 [鉄銅基礎共同研究会] 53 (1981).
- 20) 酒井 拓: 日本金属学会会報, **17**, 195 (1978).