

実用機械材料の結晶粒分布と塑性変形挙動について

瀧本 昭夫* ・ 峠 睦* ・ 山口 守衛**
内 正美*** ・ 吉村 繁光**** ・ 棚野 隆文*****

Grain Size Distribution and the Related Plastic Flow in Engineering Metallic Materials

Akio TAKIMOTO, Mutsumi TOUGE, Morie YAMAGUCHI, Masami NAI,
Shigemitsu YOSHIMURA and Takafumi TOCHINO

Abstract

The distribution functions of grain sizes are determined for engineering sheet materials of 6-4 brass, copper, SS-41 and aluminum with a sufficient accuracy. Statistical variables of a mode, a median and a standard deviation are determined in addition to a mean.

Flow stress is found not necessarily to obey the Hall-Petch relationship in all ranges of plastic strain and the mean grain size employed here except the results in 6-4 brass. The strain hardening exponent (n) increases in a parabolic way as the mean grain diameter increases. The dependence of strength and ductility on the strain rate is shown and the n -value increases as the strain rate increases in SS-41. Variation of the n -value with respect to the width to thickness ratio of a specimen is also discussed for copper.

1. 緒 言

固体材料は結晶質と非晶質に分かれ、後者の秀れた機械的性質の研究も活発に行なわれているが、実用機械材料のうち金属材料と称するものは殆んど結晶質材料である。これらの機械的性質や物理的性質を論じる時、実際の結晶粒分布を配慮したものは少なく、混粒の事実を知りながら、JISの結晶粒度決定法に基づく表示をするのが常である。この報告の前半では、実用材の結晶粒分布に関して調べ、極微細粒ならば正規分布、実用の範囲ならばむしろ対数正規分布が適切である事を結論した。

降伏応力 (σ_y) は結晶粒径 (d) の1/2乗に逆比例するというHall-Petch^{1)~3)}の関係は一般に認められたものであり、事実多くの材料に適用し得る理論である。しかし、この関係は、それ以上の流動応力に適用し得

るかとの疑問に対しては賛否両論のあるところである⁴⁾。そこで上記のごとく、結晶粒径が対数正規分布を有する6-4黄銅、銅、SS-41及びアルミニウムの薄板材試片を用いてこれらの関係を吟味し、6-4黄銅は実験した全ひずみ域及び全結晶粒域でHall-Petchの関係式を満足させるが、他の材料では部分的な満足に過ぎない事を示した。また、分布の平均結晶粒径と加工硬化指数の関係についても報告した。

次に流動応力と引張ひずみ速度についてSS-41について調べた。流動応力のひずみ速度依存性は $\sigma_f = A\dot{\epsilon}^m$ (A, m は定数) で表示されるが、ここでは上、下降伏点及び抗張力に対する m 値を求めると共に、 $\epsilon_f = B\dot{\epsilon}^{-l}$ (B, l は定数) の関係の成立を吟味し、靱性値(全吸収エネルギー)及び加工硬化指数のひずみ速度依存性を検討した。また、一般に、塑性流動曲線は、脆性材料の破壊強度ほどは試片形状に依存しないと考えられ、特に厚幅比の影響については定量的な報告は少ない。ここでは銅の薄板材を用いて、厚幅比の変形拘束を知るべく、流動応力及び加工硬化指数の関係を求め、面ひずみ状態から面応力状態に到る変化の様子を検討した。

* 生産機械工学科

** 大学院生産機械工学専攻(現・東芝)

*** 大学院生産機械工学専攻(現・新日鉄)

**** 生産機械工学科(現・山産)

***** 生産機械工学科(現・日産自動車)

2. 実験方法

2.1 試験片

供試材は、6-4黄銅、銅、軟鋼(SS-41)及びアルミニウムの工業用圧延材である。引張り試験片は形削り盤及びフライス盤等による機械加工の後、エメリー紙により Fig. 1 に示す形状に仕上げた。仕上げ精度は $\pm 25 \mu\text{m}$ である。Fig. 1 におけるタイプ A 試験片は小型試験片であり、タイプ B 試験片は標準試験片である。本研究の目的上、試験片の平行部における結晶粒径は、そのばらつきの少ない均一なものが望ましいが、大きな試験片では平行部の粒径を均一にすることは困難なため、変形挙動を、その結晶粒径をパラメーターとして観察する実験にはすべてタイプ A 試験片を用いた。タイプ B 試験片は、ひずみ速度及び試験片形状の影響について調べる実験に用いた。

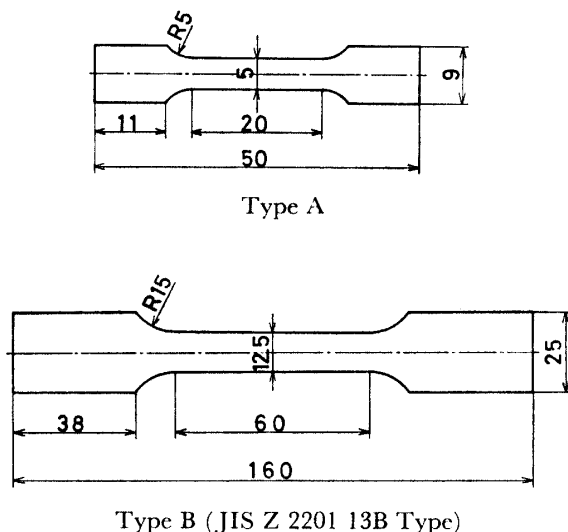


Fig. 1 Tensile specimens employed.

各試験片は実験に供する前に、ひずみ取り焼鈍及び粒調整焼鈍を施した。ひずみ取り焼鈍の温度は、6-4黄銅及び銅は 400°C 、SS-41 は 600°C 、アルミニウムの場合 350°C であり、それぞれ60分間保持したのち炉冷した。粒調整焼鈍は、前ひずみ量、保持温度及び保持時間を適宜変えて行なった。これらの熱処理により、試験片の平均結晶粒径は、6-4黄銅の場合 $25\sim 125 \mu\text{m}$ 、銅の場合 $30\sim 200 \mu\text{m}$ 、SS-41 の場合 $10\sim 250 \mu\text{m}$ 、アルミニウムの場合 $28\sim 670 \mu\text{m}$ の範囲のものが得られた。

2.2 引張試験

引張試験は、改良アダムス型引張試験機 (500 kgf Vol. 32 No. 1 (1981)

容量) 及びインストロン型引張試験機 (5000 kgf 容量) を用いた。材料の変形挙動を調べる実験 (改良アダムス型) におけるひずみ速度は $9.54 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ であり、ひずみ速度の影響について調べる実験では、そのひずみ速度の範囲を $1.67 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ から $6.67 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ まで11段階に変化させた。なお、本実験に入る前にタイプ A 試験片とタイプ B 試験片との引張試験の結果を比較検討して、それらがほぼ一致することを確認した。

2.3 結晶粒径の測定

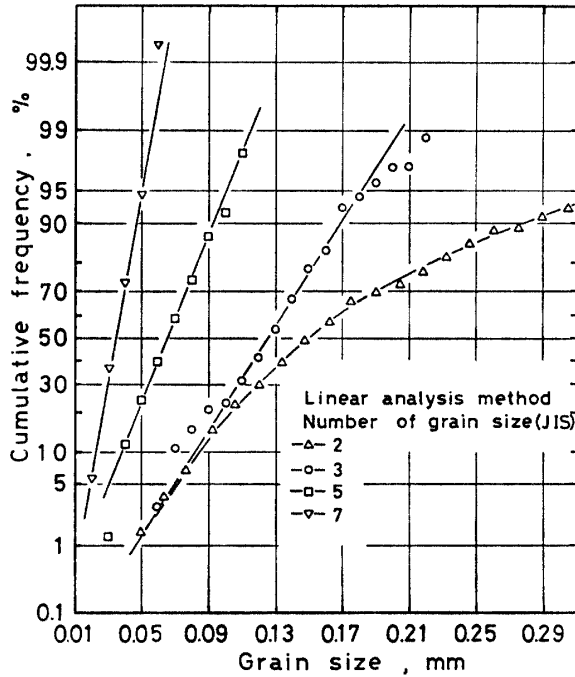
Fig. 1 に示す形状に仕上げた後、各材料にバフ研磨及び電解研磨を施した後、6-4黄銅及び銅は塩化第二鉄水溶液、SS-41 はナイトール (4%硝酸アルコール溶液)、及びアルミニウムは5%フッ化水素水溶液を用いて表面を腐蝕し、光学顕微鏡により結晶粒径の測定を行なった。100倍あるいは400倍で撮影した各材料の表面結晶粒径のネガを拡大投影機により更に拡大し、リニアアナリシス法により平均結晶粒径を算出した。この際、従来の方法では、混粒の度合の大きい場合も粒径が一義的に決定されるため、その混粒の度合を表示するため、リニアアナリシス法で使用する一本の格子線を横切る一つ一つの結晶粒径の大きさをその格子線上で測定し、統計的に処理する方法を採用した。この方法を用いることにより、混粒の度合は標準偏差 (Standard Deviation) で表わし、材料の平均結晶粒径は最頻値、中央値、平均値の分布における各特性値のうち、平均値で表示することとした。また、参考のため、JIS のフェライト結晶粒度試験方法の規準写真⁵⁾より、粒度番号2, 3, 5及び7のものをとり出し、合わせて測定した。この時、結晶粒度の大きさをもっとも適切に表示すると考えられる各結晶粒の面積をプランメーターを用いてそれぞれ測定し、本研究で採用したリニアアナリシス法との精度の差について検討を加えた。

3. 実験結果及び考察

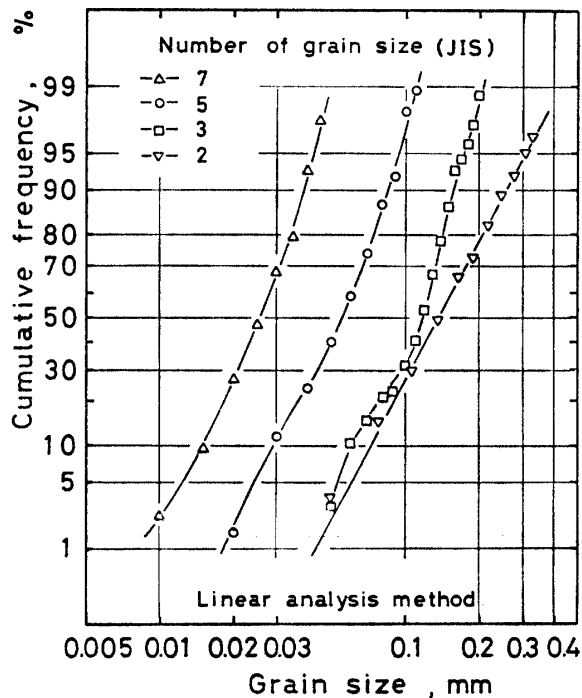
3.1 結晶粒径の測定結果

Fig. 2 (a) (b) (c) は、JIS のフェライト結晶粒度試験方法の基準写真を、粒径分布 (リニアアナリシス法より求めた分布) 及び粒面積分布 (プランメーターを用いて各結晶粒の面積を求め、その分布を描いたもの) を示したものである。一般にこれらの分布は、正規分布、あるいは対数正規分布で説明できると考えられる。また、測定精度を考慮すれば、明らかに面積法の方が秀れている。Fig. 2 (a) は、リニアアナリシス

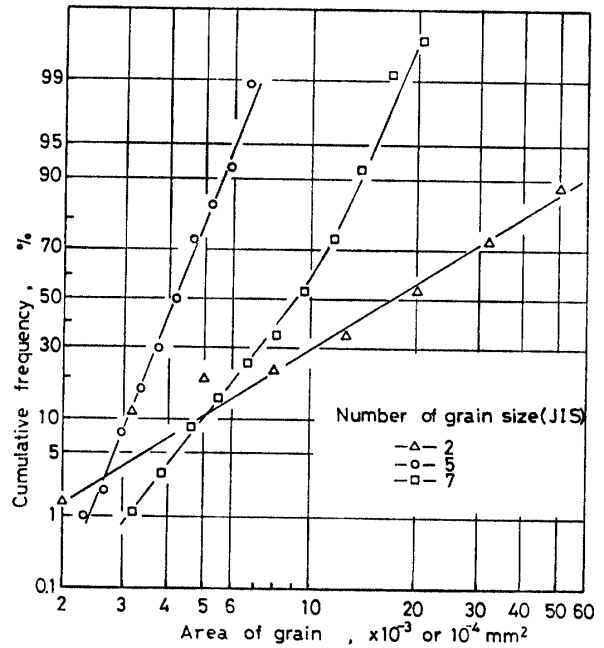
法により求めた粒径分布を、正規確率紙を用いて表わしたもので、縦軸は累積度数の値を、横軸は測定された結晶粒径の大きさを示している。この図において、直線に近似、またはそれに近いと考えられれば正規分布として良く、No. 7 ($d_{mean} = 32.0 \mu m$), No. 5 ($d_{mean} = 62.0 \mu m$) はほぼ直線に近似できることから正規分布と考えられる。Fig. 2 (b) は同様の結果を対



(a)



(b)



(c)

Fig. 2 JIS standard grain size (number) is expressed in the cumulative frequency of the normal distribution (a) or the logarithmic normal distribution (b, c). Four different grain sizes (numbers) are examined in the measure of the linear analysis method if they fit properly or not (a, b). Three different grain sizes (numbers) are examined in the area measurement of grains if they fit properly or not ($\times 10^{-3}$ for the JIS numbers 2 and 5, $\times 10^{-4}$ for the number 7), (c).

数正規確率紙を用いて表わしたもので、No. 2 ($d_{mean} = 180.0 \mu m$) は対数正規と考えられる。Fig. 2 (c) は粒面積分布の結果を対数正規確率紙にプロットしたもので、No. 2 は明らかに直線に近似でき、対数正規分布と考えて良く、粒径分布と粒面積分布の結果は一致することがわかった。以上のことから、JIS のフェライト標準試料では粒径の小さい領域では正規分布で説明でき、ある程度粒径が大きくなると対数正規分布で説明できると考えられる。従って、以後の測定では、測定の簡便なりニアナリシス法（分布を求める方法）を使用し、対数正規表示をした。これらの事は、粒成長機構を考えてみると、粒径がある程度小さい場合は混粒の度合いも少ないこともあって正規分布で表示できるが、粒径が大きくなると、熱処理等の影響を受けて混粒の度合いが高くなるため対数正規分布となることがわかる。

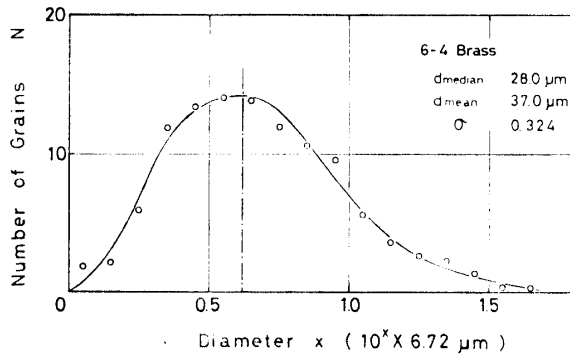
Fig. 3 (a)~(d) は、用いた各材料の対数正規分布

の一例を示したもので、縦軸は結晶粒数、横軸は測定された粒径の対数値を示している。いずれの場合も対数正規分布でよく説明できることがわかる。ここで、対数正規分布の場合、最頻値 (mode), 中央値 (median), 平均値 (mean) の値は、標準偏差の大きさによって大きさが異なってくる。すなわち、

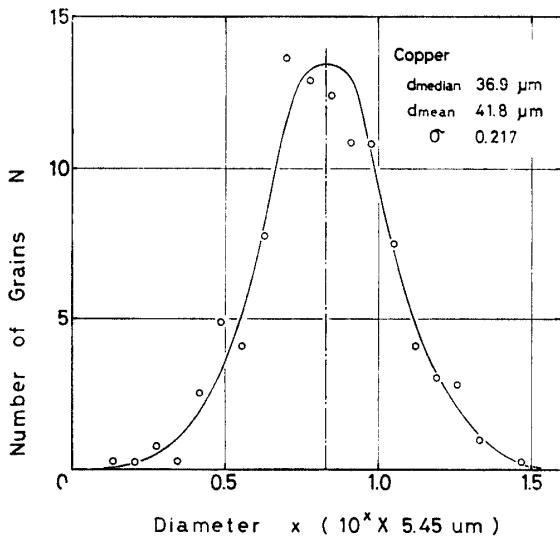
$$\log d_{mode} = \log d_{median} - 2.3026 \sigma^2$$

$$\log d_{mean} = \log d_{median} + 1.1513 \sigma^2$$

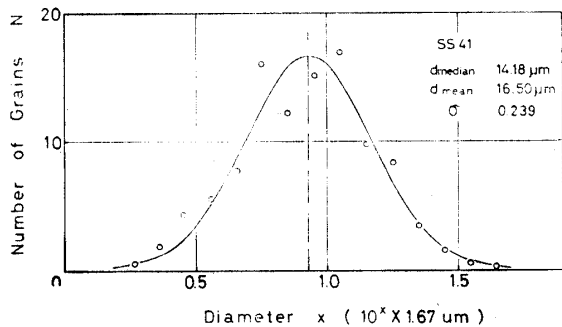
であり、 d_{mode} , d_{median} , d_{mean} はそれぞれ最頻値、



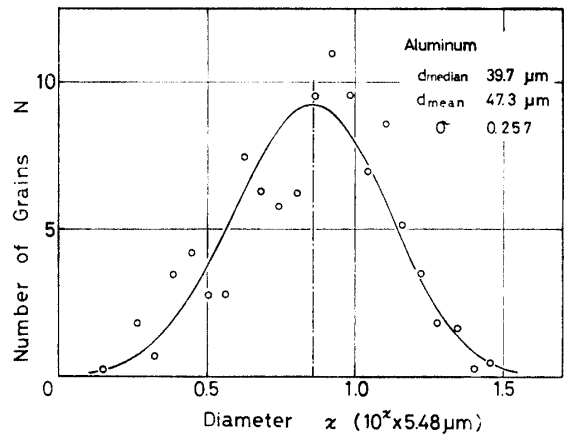
(a)



(b)



(c)



(d)

Fig. 3 Grain size distributions of four different engineering materials.

中央値及び平均値に相当する粒径の大きさを、 σ は標準偏差である⁶⁾。本研究では、確率密度関数の最頻値より少し大きな平均値 (mean) を、その材料の結晶粒径を代表させる値として使用した。

2.2 引張変形挙動と結晶粒径

6-4 黄銅、銅、軟鋼 (SS-41) 及びアルミニウムを用いて引張試験を行なった結果を Figs. 4~10 に示す。Figs. 4, 5 は結晶粒径をパラメーターとした真応力-

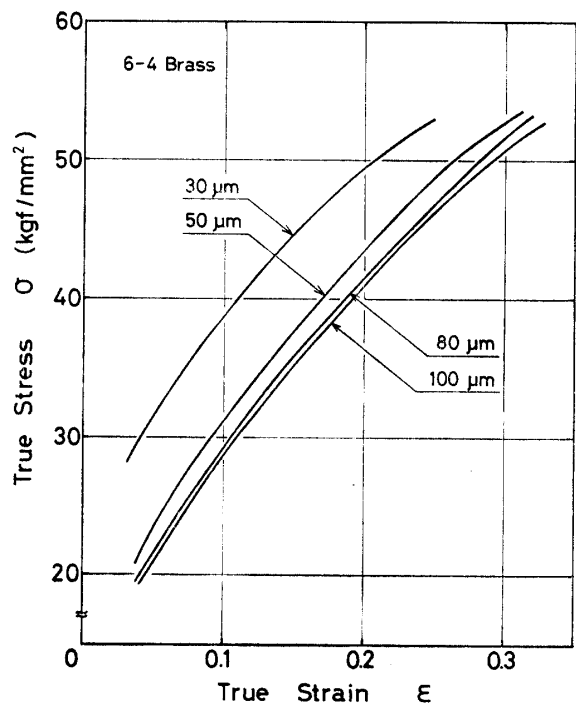


Fig. 4 True stress and true strain curves in 6-4 brass.

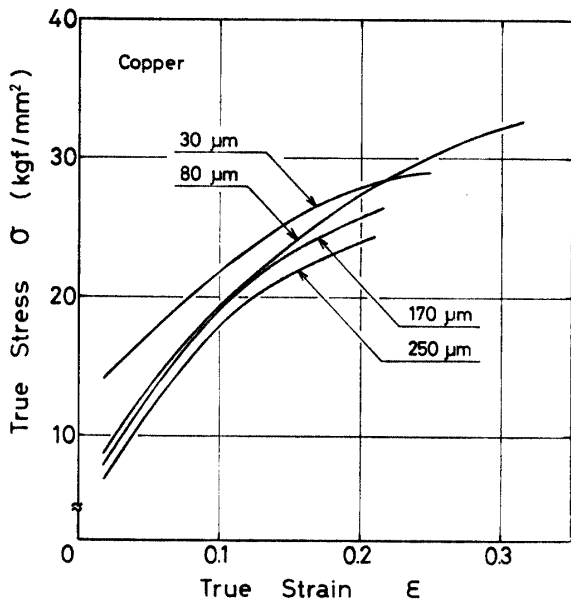


Fig. 5 True stress and true strain curves in copper.

真ひずみ曲線であり, Figs. 6~9 は真ひずみをパラメーターとした真応力-結晶粒径の $-1/2$ 乗の関係を示したものである。

Fig. 4 において, 6-4 黄銅の結晶粒径が大きくなるに従って, 流動応力 (Flow Stress) は減少しており, Hall-Petch の関係

$$\sigma_f = \sigma_0 + kd^{-1/2}$$

σ_f : 流動応力

d : 平均結晶粒径

σ_0, k : 定数

は成立していると考えられる。一方 Fig. 5 に示す銅の場合, 全体としては 6-4 黄銅におけるように, Hall-Petch の関係は成立しているように見えるが, 30 μm と 80 μm の流動曲線 (Flow Curve) が交差しており, ここには示していないが他の大きさの結晶粒における流動曲線においても, 一部分交差している。これらの様子を真ひずみをパラメーターとして調べたのが Figs. 6 及び 7 である。Fig. 6 の 6-4 黄銅の場合, Fig. 4 から予想されるように, 各ひずみ域における真応力と $d^{-1/2}$ との間には, ほぼ同一の傾きを持つ直線関係が成立しており, 約 30% の塑性ひずみ範囲まで Hall-Petch の関係を満足し, 結晶粒径が増加すると (すなわち $d^{-1/2}$ の値が小さくなると) 流動応力が減少することがわかる。一方, 銅の場合には Fig. 7 に示すように, 真応力と $d^{-1/2}$ との間には直線関係が成立しておらず, 従って, 銅の場合にはある限られた結

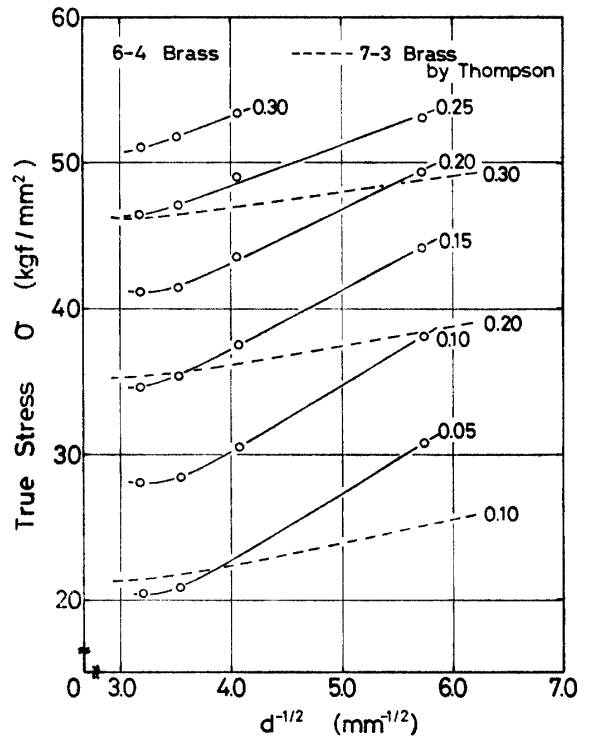


Fig. 6 Variation of true stress as a function of $d^{-1/2}$ in 6-4 brass. The corresponding plastic strain is specified for each curve. Computer-plotted results by Thompson for 7-3 brass are shown for a comparison.

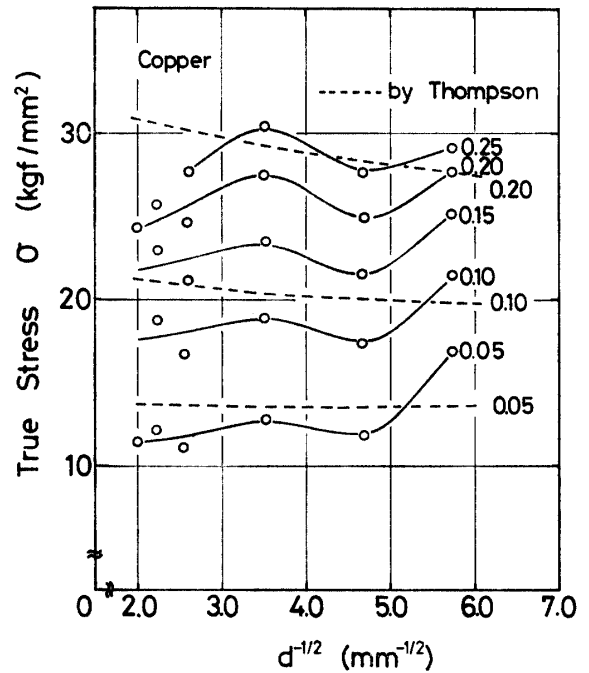


Fig. 7 Variation of true stress as a function of $d^{-1/2}$ in copper. The corresponding plastic strain is specified for each curve. Computer-plotted results by Thompson for copper are shown for a comparison.

晶粒径及びひずみ範囲以内では Hall-Petch の関係は成立していると考えられる。他の SS-41 及びアルミニウムの場合も、それぞれ Figs. 8 及び 9 に示した。

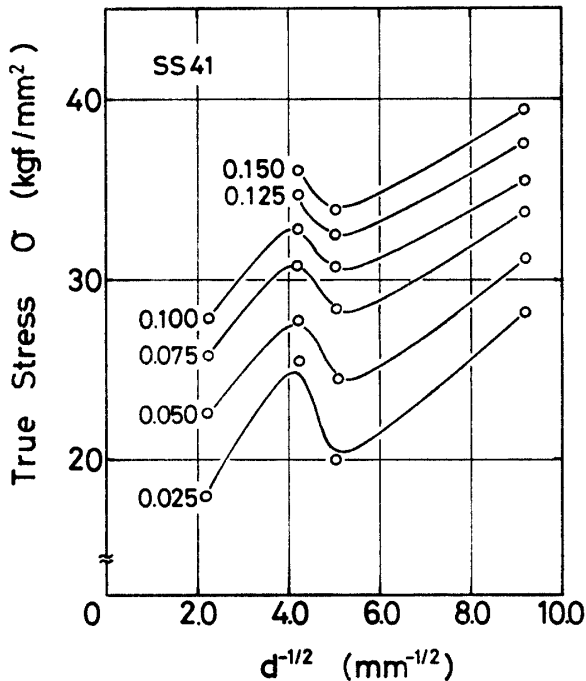


Fig. 8 Variation of true stress as a function of $d^{-1/2}$ in SS-41. The corresponding plastic strain is specified for each curve.

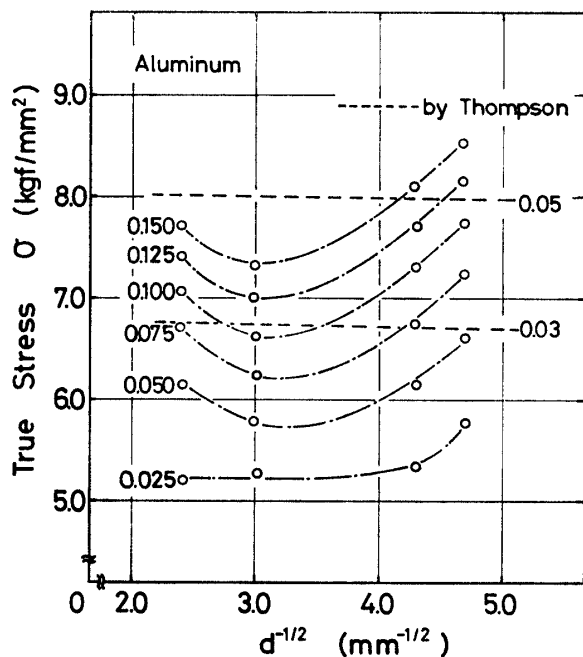


Fig. 9 Variation of true stress as a function of $d^{-1/2}$ in aluminum. The corresponding plastic strain is specified for each curve. Computer-plotted results by Thompson are shown for a comparison.

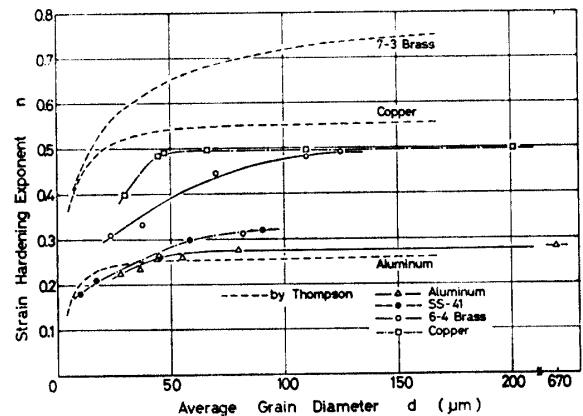


Fig. 10 Experimental and recalculated (from Thompson's results) relationships between the strain hardening exponent and the mean grain diameter are shown for four different materials.

前者の曲線の乱れは脱炭他によると思われる。またアルミニウムの流動曲線も一部分交差することから、Hall-Petch の関係は部分的に成立することがわかる。

各材料における加工硬化指数 (n 値) と結晶粒径の関係について求めたのが Fig. 10 である。SS4-1 を除く他の材料は結晶粒径の大きい領域ではほぼ一定値をとるものの、粒径が小さくなるとある値を境にして加工硬化指数は急激に減少している。図中点線は Thompson⁷⁾ の解析値より算出した加工硬化指数と結晶粒径の関係であり、本研究と若干数値に差はみられるものの傾向は一致している。従って、加工硬化指数に影響を及ぼす因子 (小粒で敏感、大粒で鈍感) が存在するのではないかと考えられる。その一つとして⁸⁾、変形にともない発生する転位には、粒内にそのまま留まる転位、すなわち粒界の影響をほとんど受けない部分での転位と、粒界近傍に蓄積される転位とがあり、今、前者の密度を ρ^s 、後者の密度を ρ^g とする。粒径が大きくなると当然のことながら粒界は減少するのであり、 ρ^g の占める割合は減少することが予想され、変形挙動に及ぼす転位としては ρ^s がその重要性を増す。従って、ある程度粒径が大きくなってしまふと、変形挙動、すなわち加工硬化指数は粒径に依存しなくなる。事実、アルミニウムの場合、670 μm の結果を見ると、ほぼ一定値をとっていることがわかる。一方、粒径が小さくなると、それだけ粒界が増加することになり、加工硬化指数に及ぼす ρ^g の影響が顕著になり、放物線的に関与して来ると考えられる。

3.3 引張変形挙動とひずみ速度

引張変形挙動に及ぼす結晶粒径の影響については上

述の通りであるが、それら以外の因子を検討する目的で、ひずみ速度について調べたのが Figs. 11~13 である。材料は SS-41 であり、2 枚の工業用薄板材を使用し、それぞれ No. 1 及び No. 2 にシートとよんだ。Fig. 11 (a), (b) は、上降伏点、下降伏点及び最高荷重点における公称応力値に及ぼすひずみ速度の影響について示したものである。両図よりわかるように、各応力値はひずみ速度の増加にともなって大きくなるが、これらの 3 本の直線のうち、上降伏点を示す直線の傾きがもっとも大きく、予想通り、上降伏点は強くひずみ速度に左右される。一般に変形抵抗 Y は

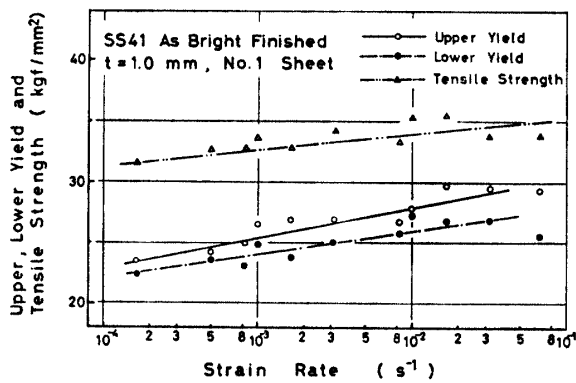


Fig. 11(a) Variations in yield and tensile strength are shown as functions of the strain rate in tension on SS-41 (No. 1 sheet).

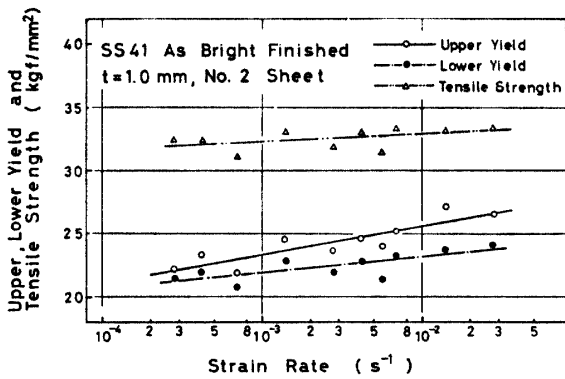


Fig. 11(b) Variations in yield and tensile strength are shown as functions of the strain rate in tension on SS-41 (No. 2 sheet).

$$Y = k \cdot \epsilon^n \cdot \dot{\epsilon}^m \cdot \exp [A/T]$$

(k, n, m, A : 定数
 T : 温度

で表示され⁹⁾、この場合各流動応力のひずみ速度依存性を m 値で表記すると、上降伏点、下降伏点、及び抗張力はそれぞれ 2.8, 1.9, 及び 1.0 (No. 1 sheet)

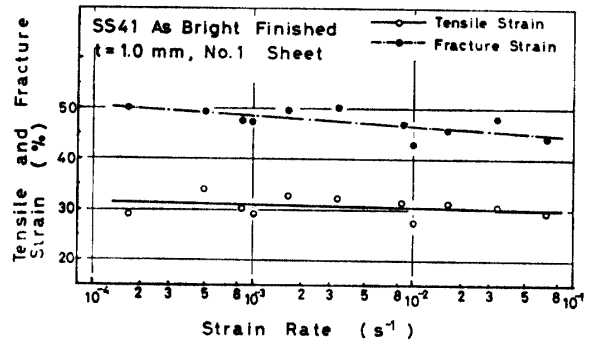


Fig. 12(a) Variations in tensile and fracture strain are shown as functions of the strain rate in tension on SS-41 (No. 1 sheet).

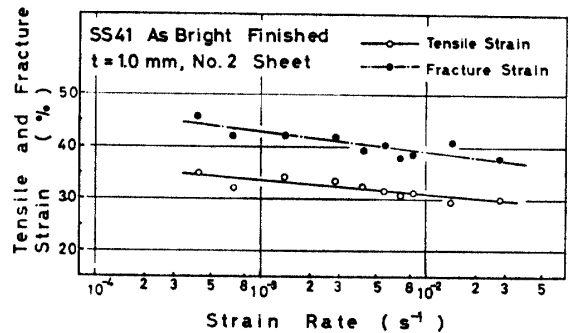


Fig. 12(b) Variations in tensile and fracture strain are shown as functions of the strain rate in tension on SS-41 (No. 2 sheet).

2.3, 1.3, 及び 0.6 (No. 2 sheet) となる。

Fig. 12 (a), (b) は、抗張力相当ひずみ ϵ_u と破断ひずみ ϵ_f とひずみ速度の関係を示しており、当然 Fig. 11 とは逆に負の傾きを示し、 $\epsilon \propto \dot{\epsilon}^{-l}$ で表示すると、 ϵ_f に対する l の値の方が ϵ_u に対するものよりも大きいことになる。

Fig. 13 (a), (b) は全吸収エネルギー及び加工硬化指数について調べたもので、加工硬化指数はひずみ速度

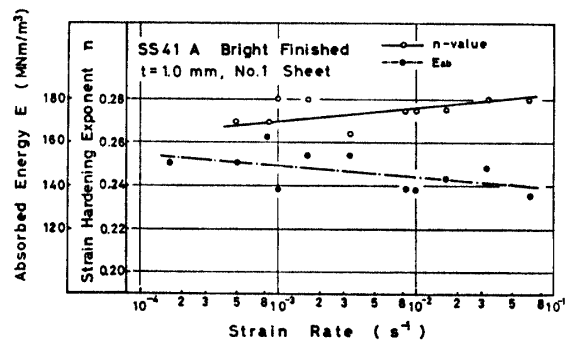


Fig. 13(a) Variations in fracture energy and the strain hardening exponent are shown as functions of the strain rate in tension on SS-41 (No. 1 sheet).

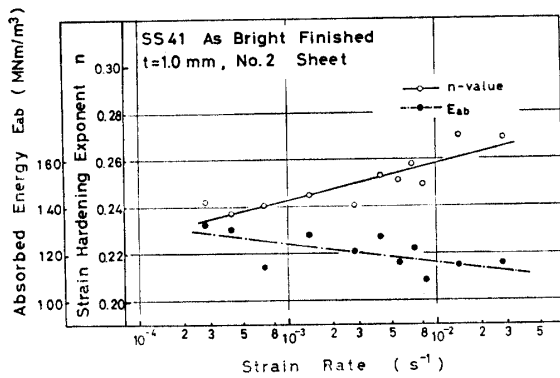


Fig. 13(b) Variations in fracture energy and the strain hardening exponent are shown as functions of the strain rate in tension on SS-41 (No. 2 sheet).

の増大と共に大きくなり、 $dn/d\dot{\epsilon} = +6.4 \times 10^{-3}$ (No. 1), $+1.6 \times 10^{-2}$ (No. 2) の値を示している。このことは Figs. 11 及び 12 の結果より容易に説明できる。また全吸収エネルギーはひずみ速度の増加により減少しており、ひずみ速度の増大自体脆化の一つの因子であり、 $dE_{ab}/d\dot{\epsilon} = -5.2$ (No. 1), -8.4 (No. 2) の値を示した。

3.4 引張変形挙動と試片厚幅比 (w/t)

Fig. 14 は、Fig. 1 に示すタイプ A 試片の幅 5 mm を一定にして板厚を変化させた時の、銅板材における流動応力を各ひずみについて調べたものである。縦軸は流動応力、横軸は試片幅と厚さの比 w/t (試片厚さと結晶粒径の比 t/d は大より小に変化する) をとっている。図より、 w/t が大きくなると、流動応力はひずみの小さい領域では影響を受け、若干増加しているが、

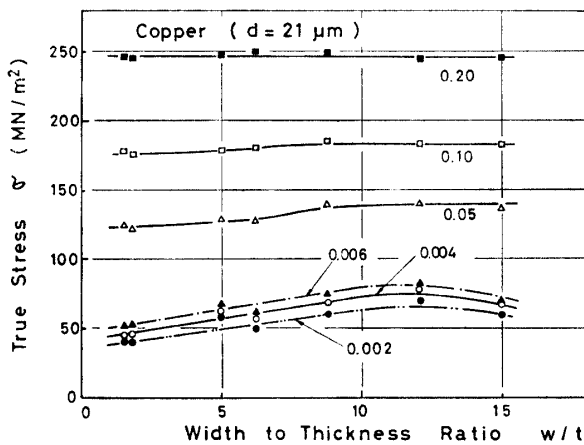


Fig. 14 Relationships between flow stress and the width to thickness ratio (w/t) of a tensile specimen are given for copper.

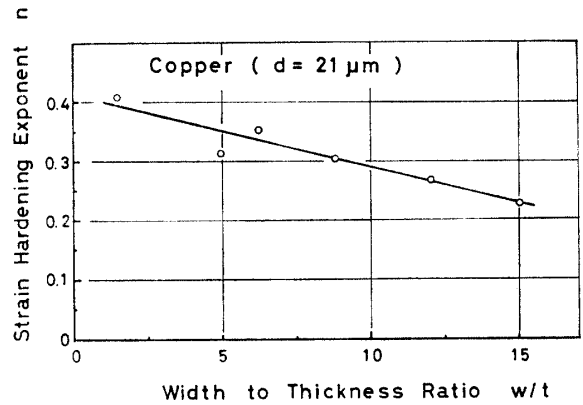


Fig. 15 Relationship between the strain hardening exponent and the width to thickness ratio (w/t) of a tensile specimen is given for copper.

塑性ひずみ10~20%の範囲では大きな変化は見られない。これらの結果を用いて加工硬化指数について調べたものが Fig. 15 である。図において縦軸は加工硬化指数、横軸は試片幅と厚さの比 w/t であり、各測定点を結ぶ直線の傾きは明らかに負を示しており、 w/t の増加、すなわち板厚が小さくなることによる完全な面応力条件への移行のため、容易すべり現象がみられ、加工硬化指数は減少することがわかる。

4. 結 言

- (1) 本研究で用いたリニアアナリシス法により結晶粒径分布を求める方法は、面積分布法と精度的によく一致し、満足できるものである。
- (2) 実用機械材料のうち、6-4黄銅、銅、SS-41 及びアルミニウムの結晶粒径分布は対数正規分布に近似できる。
- (3) 6-4黄銅の流動応力は Hall-Petch の関係を満足するが、他の銅及びアルミニウムはこの関係を満足しない。
- (4) 加工硬化指数と結晶粒径の関係は、粒径の増加と共に加工硬化指数は増加するが、特定の結晶粒径を越えると一定値に近づく。
- (5) ひずみ速度が増加すると、上降伏点、下降伏点及び最高荷重点の応力値はいずれも増加傾向を示し、抗張力相当ひずみ及び破断ひずみは減少する。また、加工硬化指数は増加し、全吸収エネルギーは減少する。
- (6) 試片厚幅比の影響は、板厚が小さくなると面応力状態に移行し、流動応力の変化幅は小さくなり、加工硬化指数も小さくなる。

参 考 文 献

- 1) E.O. Hall: Proc Phys. Soc. (London), **B 64**, 747 (1951)
- 2) N. J. Petch: J. Iron Steel Inst., **174**, 25 (1953)
- 3) R.W. Armstrong: Adv. Mater. Res., **4**, 101 (1970)
- 4) 瀧本昭夫, 山口守衛, 稲男健: 日本機械学会講論集 No. 788-3, 7 (1978)
- 5) 日本鉄鋼協会編: 鉄鋼便覧, 丸善 (1960) p. 797
- 6) A. Hald: Statistical Theory with Engineering Applications, John Wiley & Sons, Inc. N.Y (1965) p.159
- 7) A. W. Thompson, M. I. Baskes and W. F. Flanagan: Acta Met., **21**, 1017 (1973)
- 8) M.F. Ashby: Phil Mag., **21**, 399 (1970)
- 9) 井上勝郎: 日本機械学会誌, **58**, 178 (1955)

(昭和56年4月15日 受理)