

# 純アルミニウム材の引張試験ならびにクリープ試験による レビンダー効果の有無

金枝 敏明・野口 浩二\*

岡山理科大学工学部機械システム工学科

\*森合精機株式会社

(2002年11月1日 受理)

## 1. 緒言

固体表面の雰囲気、それ自体の機械的性質に大きく影響を及ぼす現象の代表的なものにレビンダー効果がある。レビンダー効果とは、後述するように引張試験や疲労試験等の材料試験で、試料表面に有機極性物質を塗布すると機械的性質が低下するもの<sup>1)</sup>である。この現象は発見以来、材料学研究者のみならずその他の分野の研究者にも注目されている。特に機械加工やトライボロジーの分野では、切削油剤や潤滑剤の影響をレビンダー効果として説明するケースが一部で見受けられる。前者の代表的な例に、切削加工で切削油剤を前加工面に極少量塗布するだけで被削性が向上する現象をレビンダー効果と解釈している場合がある。ちなみに、著者はこの現象がレビンダー効果でなく、塗布効果であることを示し<sup>2)</sup>、その機構をすでに明かにしている。<sup>3)</sup>

一方、材料試験のレビンダー効果も一部の研究者の追実験でその発見が認められない等、効果の存在すら疑問視する傾向があるのも事実である。さらに、これとは逆に試料表面に塗布することにより材料強度が上昇する効果、ロスコー効果もレビンダーの実験とほぼ同時期に雑誌「Nature」に発表されている<sup>4)</sup>。それでは一般によく知られているレビンダー効果は存在しないのか?という疑問も湧く。また、レビンダー効果そのものの存在はよく知られているものの、その事実が明らかとなった実験の詳しい状況などを正確に把握している研究者が少ないのも事実である。

そこで、まず後者の疑問に対する回答を見つけるために、レビンダー効果について発見の状況などを文献で詳しく調査した。これは元々レビンダー博士がロシア人のため、彼の文献の一部が雑誌「Zeitschrift fur Physik」、 「Nature」などに記載されているものの(確かに一部は英訳されているが)ロシア語の文献が多いこと、最初に西側諸国に発表された文献<sup>1)</sup>(ドイツ語で記述)の発表が1931年と古いこと、などが影響し、文献が入手困難なこと、また現象そのものが大変興味深く、そのユニークさが評判を呼び、結果のみが一人

歩きした形跡があることなどによる。そこで、その発生条件を文献で十分に把握するとともに、通常の延性金属材料でレビンダー効果が存在するかどうかを調査するため、それらを使って引張試験ならびにクリープ試験を実施したので、ここに報告する。なお、ここで通常の延性金属材料として、切削実験でレビンダー効果と誤解されやすい塗布効果が顕著に出現する多結晶の純アルミニウム材<sup>2)</sup>を選択した。

## 2. レビンダー効果

レビンダー博士は、1931年「有機極性物質を含む溶液中で材料試験を行うと材料表面が雰囲気の影響を受け、降伏応力、加工硬化速度、クリープ速度等の機械的性質が低下する」現象を雑誌「Zeitschrift fur Physik」で発表した<sup>1)</sup>。彼はその後も多くの実験を実

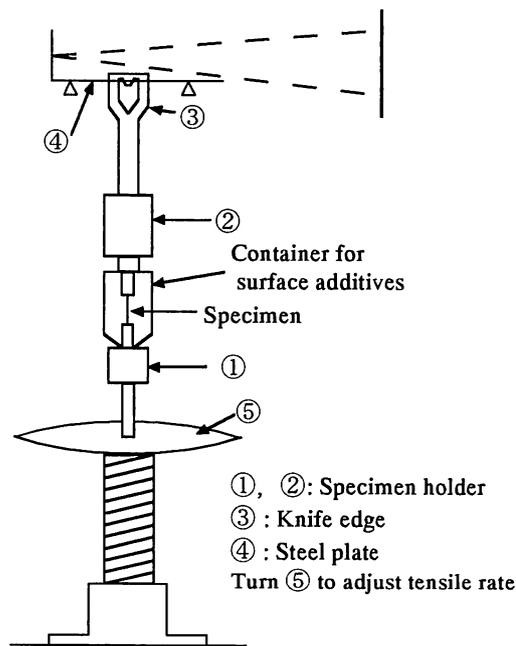


Fig. 1 Rebinde's experiment<sup>5)</sup>

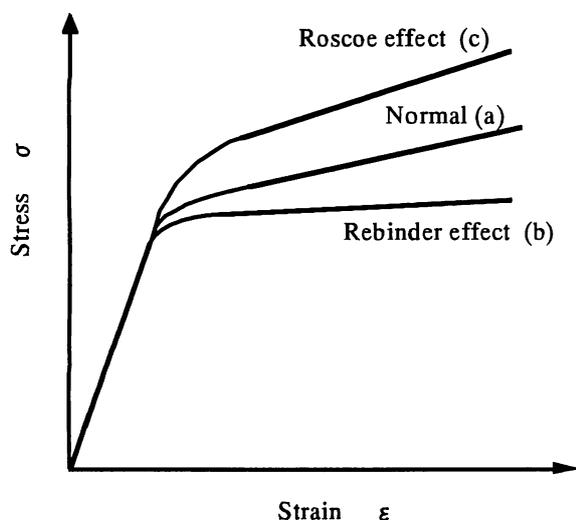


Fig. 2 Surface additive effects in tensile test<sup>6)</sup>

施するが、上記の結果を端的に表している実験方法ならびに結果を図1ならびに図2<sup>5)</sup>で説明する。すなわち、図1に示す実験装置を用いてSn, Pb, Zn, Alなどの純金属単結晶の線材に界面極性物質を吸着させ、引張速度が一定になるように引張応力を加えた。この際試験片の線材は溶液槽に浸かっており、ここに有機極性物質などを注入している。そして図2で表されるような結果を得ている。本来なら図中の(a)のような応力-ひずみ曲線となるが、有機極性物質により同図(b)のような曲線になり、その結果上記の値が低下することを見出したのである。同図にロスコー効果の概念を表す曲線も記した。レビンダー効果については、特に単結晶金属について研究が数多く報告されている。しかしこの効果を否定する論文もかなりあり、それらは多結晶金属の場合に集中している<sup>5)</sup>とされている。

また、レビンダー博士は機械加工でこのような現象が生じているのではないかと予想して、ドリルによる穴開け実験を実施し<sup>6)</sup>、その効果の存在を確かめた。すなわち $\phi = 4.5 \text{ mm}$ のドリルによるCu, Al, ジュラルミン, 快削鋼の加工実験で、常に空気, ワセリン, 灯油, オレイン酸等の有機極性物質などの潤滑剤を供給しながら一定の荷重下でのドリルの送り速度(結局能率)を測定し、それをもってレビンダー効果の出現を判断した。しかし、この方法では、ドリル切削実験での切削油剤の潤滑能力を求めているのに過ぎないことになる。

これが、機械加工の分野の研究者に広まり、M.C.Shawといった著名な研究者もこの効果について研究するに到った。UsuiやShaw, らは、レビンダー効果が切削でも生じているとし、そのメカニズムを究明す

るために特殊な切削実験法を考案し、その原因に油剤が毛細管現象によりせん断面に到達し、材料を脆化させる機構を提案した<sup>7)</sup>。

一方、国内でも榊田らがこの現象に着目し、本格的な究明に乗り出し、各種切削条件でのレビンダー効果の存在を調査した。その結果レビンダー効果と同様な現象を見出したものの、切削過程での被削性改善現象は、レビンダー効果とはまったく異なるもの、すなわち材料自身の強度低下ではない<sup>8)</sup>、と著者らと同じ結論に達した。

### 3. 試験装置および方法

#### 3.1 引張試験

被塗布効果の被削材である板厚3mmの市販の純アルミニウム材A1050-H24を用いて、引張試験を行った。試験片の形状はJIS 5号試験片の規格に則り、NCフライス盤で作成した。試験片の表面はラッピングならびにポリシングが施され、最大粗さ $Ry = 1.0 \mu\text{m}$ 以下に抑えた。

実験時の試験片は、塗布効果の大小に影響する加工変質層の厚いものと薄いものに対応させて<sup>2)</sup>機械加工後、焼鈍を施したものと施さないものを用意し、それぞれ焼鈍材と硬化材とした。焼鈍は400℃, 2時間加熱後、炉中冷却する。各々のピッカース硬度は測定の結果31.8, 38.1となった。

試験機にはインストロン社製1185形を用いた。最大荷重10kN, 最小荷重0.1Nまで幅広いレンジで荷重測定が可能である。

塗布剤は塗布効果実験で効果が大きく現れ、かつ塗布効果切削実験と対応させるためにオレイン酸およびJIS 2種極圧油を選択し、切削実験と同様に紙製の産業用ワイパーで試験片表面に薄く塗布する。

試験は、クロスヘッドの移動速度2.0mm/minで実施した。

#### 3.2 クリープ試験

##### 3.2.1 クリープ試験機

試験に使用した装置は、図3に示す東伸工業(株)製のクリープ試験装置である。本試験装置の機構は、てこの原理を使用したものであり、重り⑩を重り受け皿に載せると、試験片③に荷重が負荷される仕組になっている。その最大負荷荷重容量は $2 \times 10^4 \text{ N}$ である。レバー比は1:10であり、したがって使用する重りの10倍の荷重が、試験片に負荷される。その荷重精度は±0.5%である。

試験片③は、上部プルロッド⑥と下部プルロッド⑦の間に取り付けられ、なおかつ溶液槽②の中に入るように設置される。溶液槽内には、今回使用するオレイ

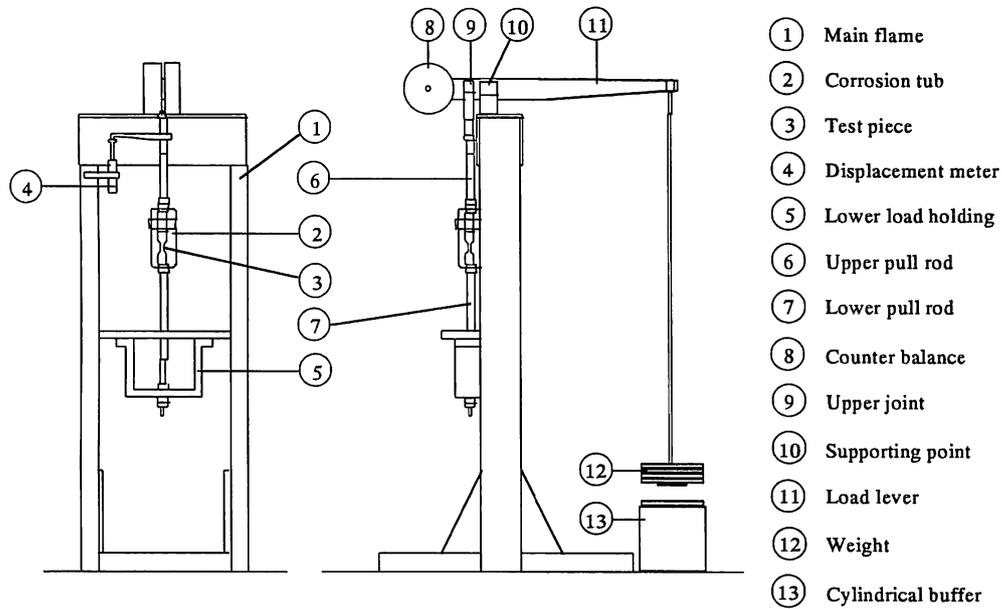


Fig. 3 Creep test machine

ン酸等の液体を入れることにより、様々な雰囲気での実験が可能である。さらに溶液槽の中には、付属品のヒータが温度制御装置（理工工業㈱製：REX-C72）を介して取り付けられており、それにより溶液槽内の温度を20～400℃の範囲で制御できる。しかし、溶液槽はガラス製で、その耐熱最高温度が200℃であるため、実際に可能な制御範囲は20～200℃となる。また、あくまでヒータによる温度制御であるので、室温よりは低くできない。

実験中の試験片の変位測定は、高感度（ $500 \times 10^{-6} / \text{mm}$ ）のカンチレバー型ひずみゲージ変換方式変位計④を用いて行う。測定した変位は、変位-時間線図としてチャートレコーダに出力される。しかし、試験装置ならびに試験片は、日中の温度変化にともなった膨張、

収縮をし、本質的な変位以外の値が測定される数値に含まれる。したがって、試験片自体の変位を試験中に測定することは、実際には困難である。これは、変位計が上部プルロッドの上方に取り付けられているという試験装置の構造上の問題に起因するが、後述するように試験機の温度変化による膨張ならびに収縮を測定し、それらを勘案したこと、ならびに同じ試験装置を2台使用し、比較実験を実施することでそのような試験上の問題を極力取り除くようにした。また、試験データの信頼性を得るために、試験後の試験片のひずみを算出し、それについても検討する。

### 3.2.2 クリープ試験片

試験片の材質は、引張試験ならびに塗布効果切削実験で使用したのと同じ純アルミニウム材 A1050-

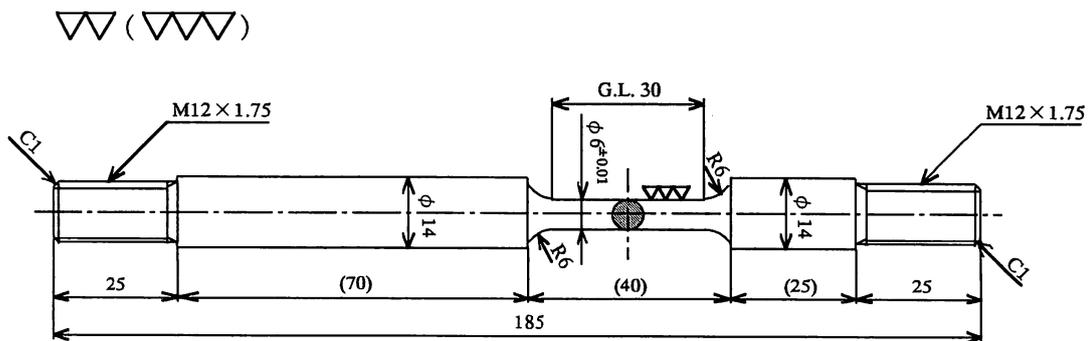


Fig. 4 Creep test specimen

Table 1 Creep test conditions

Specimen	Pure Al A1050-O	
Applied stress $\sigma_a$ MPa	40	
Environment	Oleic acid, Distilled water	Air
Temperature $\theta$ °C	40	No control
Time $t$ hr	168	

Table 2 Tensile test results

Specimen	Annealed		Hardened	
	None	Applied	None	Applied
Proof stress $\sigma_{0.2}$ MPa	19.6	18.6	121.5	121.5
Tensile strength $\sigma_B$ MPa	70.6	70.6	111.7	114.6
Fracture strain $\epsilon$ %	46.5	48.0	15.7	15.7
Young's modulus $E$ GPa	58.2	56.8	69.6	67.5

H24である。直径 $\phi=15\text{mm}$ の丸棒を使用する。これを図4に示す形状に切削加工する。引張試験片の保持部分だけクリープ試験機に合うように変更したものと考えればよい。加工後の試験片には、 $400^\circ\text{C}$ 、2時間のひずみ取り焼鈍を実施する。すなわち、試験片切り出し時ならびに加工時の加工硬化の影響と、塗布効果切削実験では切削予定領域の加工硬化度が低いほど、塗布硬化が大きく現れるということを考慮に入れた。

### 3.2.3 雰囲気

試験中の雰囲気は、オレイン酸、蒸留水および大気の3種類である。レビンダーらが行った実験<sup>6)</sup>では、0.2%オレイン酸ワセリン溶液中でレビンダー効果が最も大きく、材料の機械的性質が低下するとしているが、今回の実験では塗布効果切削実験との関連性を持たせるために、オレイン酸のみを使用する。蒸留水を用いるのは、オレイン酸との比較実験を行う際の両雰囲気の温度を制御し、日中の温度変化にともなう試験機ならびに試験片の膨張ならびに収縮量をオレイン酸の場合と合わせるためである。なお、蒸留水の化学的な影響はほとんどないと考えている。

### 3.2.4 クリープ試験方法

試験片を上部プルロッドと下部プルロッドとの間に取り付け、溶液槽内に入れる。溶液槽内に所定の溶液を注入し、試験中は温度が $40^\circ\text{C}$ 一定になるように制御する。また、試験片に負荷応力値 $\sigma_a=40\text{MPa}$ を衝撃を加えないように、二つの試験機同時に負荷する。この応力値は、第一に、一般にA1050の焼鈍材の0.2%耐力が、 $19.6\text{MPa}$ 以上であり、今回予備的に引張試験を実施し、同様な結果が得られたことや、第二に、逆に $40\text{MPa}$ 以上の負荷応力では、試験片が大きく塑性変形してしまうおそれがあり、レビンダー効果の存在の判断ができない可能性があるためである。そして数回の予備実験を行った結果、今回使用した試験片の塑性域の応力として上記の値を採用した。また試験時間は168時間(1週間)とする。表1に試験条件をまとめて示す。

## 4. 試験結果および考察

### 4.1 引張試験

表2に、引張試験の結果を示す。焼鈍材の場合、塗布した試験片では耐力、破断ひずみ、ヤング率ともに塗布しない通常の試験片と値が若干異なり、いずれも延性が増したような傾向となるが破断強さはまったく同一の値になっている。

一方硬化材の場合も、焼鈍材のような傾向も見られるが、塗布の影響がより少ない結果となっている。これらの結果には、塗布効果切削に見られるような塗布剤の大幅な影響は認め難く、塗布材の影響がほとんどないと見てよい結果になっている。

### 4.2 クリープ試験

#### 4.2.1 試験機に及ぼす室温変化の影響

試験装置ならびに試験片には、日中の温度変化にともなう膨張、収縮が生じ、これを変位計が試験片の変位として検出する。そこで、2台の試験機を使う比較試験で、そのような影響が、各々の試験装置にどの程度発生するか調べる必要があり、以下の実験を実施した。A1050の焼鈍材を試験片と同様にプルロッドに取り付け、溶液槽には溶液を入れずに大気のみとし、弾性域内の応力である $4.9\text{MPa}$ を負荷する。要するに試験片を試験装置の膨張、収縮を測定をするための一種の治

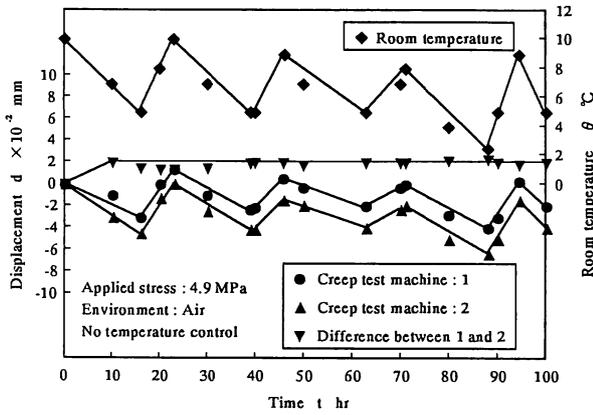


Fig. 5 Room temperature effects on displacement of creep test machine 1 and 2

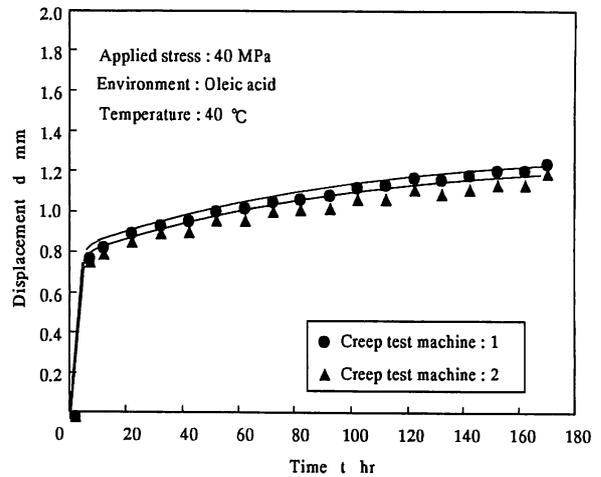


Fig. 7 Creep behavior of pure aluminum in oleic acid

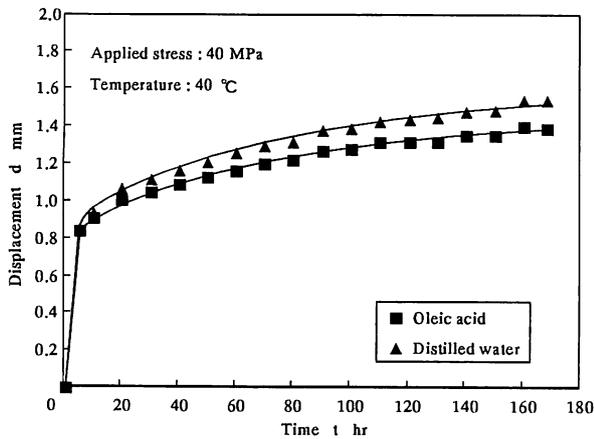


Fig. 6 Creep behavior of pure aluminum in oleic acid and distilled water

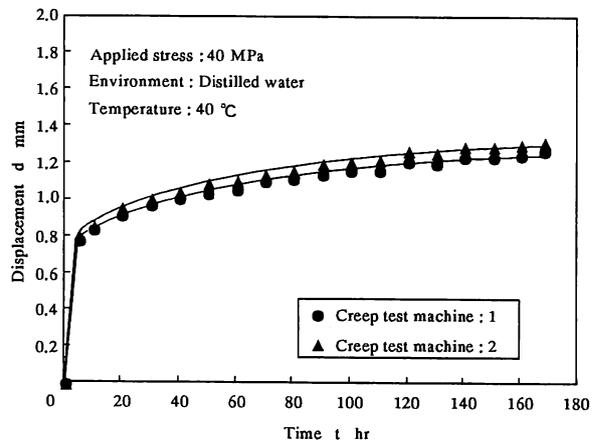


Fig. 8 Creep behavior of pure aluminum by test machine 1 and 2

具とした。

図5に、2台の試験機の変位計で検出された膨張ならびに収縮を示す。測定時間は100時間である。図中には室温の変化も合わせて表示する。室温の上下に追従して試験機1、2が変位しており、両者間で何ら位相の差なども見られない。また試験機1、2の変位計で読み取られた値の差も図中に示すように開始当初には若干の差があるものの、それ以後はほぼない状態となっている。実験開始当初の20  $\mu\text{m}$ の差は以下の理由によると思われる。今回使用した実験装置は、構造が単純ではあるが、ジョイント部分が多く、実験開始時に荷重が負荷されると、そのジョイント部分の遊びが消滅し、変位計があたかも試験片が伸びたように検出してしまふ。その量は、すべての機械で同一とは考え難い。つまり今回の結果

は、セッティング時の微妙な差によって生じたと思われる。したがって、室温変化に対する試験機の変位はほぼ同じと考えてよいように思われる。

#### 4.2.2 オレイン酸中と蒸留水中での比較試験

図6にオレイン酸中と蒸留水中で同時に行った試験の結果を示す。図の2曲線が開始直後に0から急増しているのは、それまで無負荷で伸びがなかったものが荷重を負荷したことにより伸びが検出されたためである。蒸留水中の場合、オレイン酸中のものに比べ60~100  $\mu\text{m}$ 大きくなっている。しかし、両者の変化率、すなわち曲線の傾きにはほとんど差がない。また、試験後測定したひずみは、オレイン酸中では4.5%、蒸留水中では4.8%となったものの雰囲気の違いが材料の機械的性質に影響を及ぼし、その結果差が現

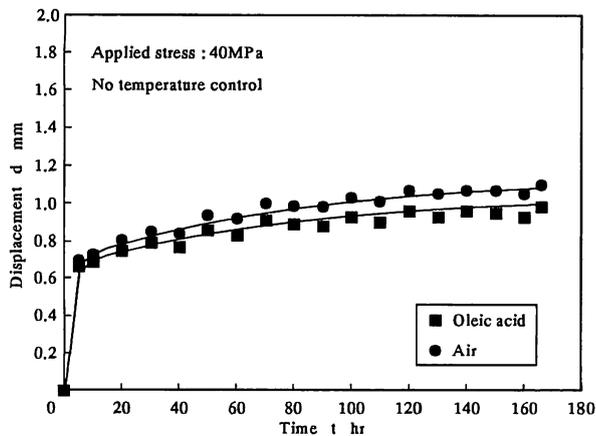


Fig. 9 Creep behavior of pure aluminum in oleic acid and air

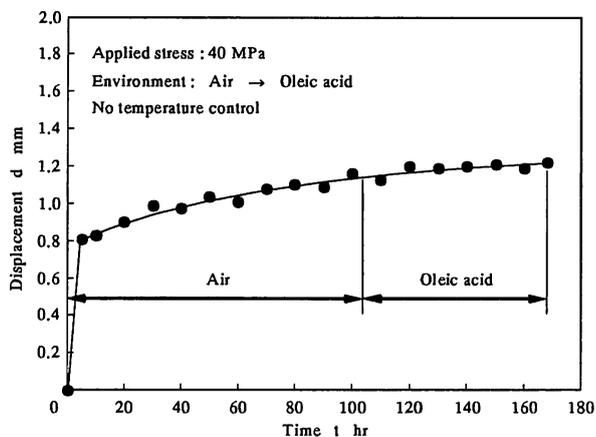


Fig. 10 Creep test behaviour of pure aluminum in air and oleic acid

われたとは考えにくい。もしレビンダー効果が現われたのであれば、有機極性物質であるオレイン酸中の方が、変位は大きくなると思われる。しかし、全体的な変位が蒸留水中のほうが大きくなっているのは、個々の試験機の差によるものと考えられる。

#### 4.2.3 オレイン酸中ならびに蒸留水中での試験

前項での見解の信頼性を得るために、両方の試験機にオレイン酸、蒸留水を入れ試験した結果を図7、8に示す。同じ雰囲気にもかかわらず試験装置1の変位のほうが、試験装置2のそれよりも約60 $\mu$ m大きいのに、逆に蒸留水中では試験装置2のほうが同程度大きくなっており、同一の雰囲気でも2試験装置間では変位に差が生じ、さらに試験装置によって変位が入れ替わっているのがわかる。したがって図7ならびに

図8での変位の差は、図6のオレイン酸中と蒸留水中との比較試験でもほぼ同様の差が見られることから、間接的ではあるが、オレイン酸中ならびに蒸留水中での純アルミニウムのクリープ挙動には、差が生じなかったことを示していることになる。

#### 4.2.4 オレイン酸中と大気中との比較試験

図9に試験装置1で大気中、試験装置2でオレイン酸中での比較試験を実施した結果を示す。大気中の温度はこの装置では制御できないので、オレイン酸も温度制御なしで実施した。その結果、両者間での結果に大きな差異はなく、試験後のひずみも2.4、2.1%となり、有機極性物質の明確な影響は認められないことがわかった。

#### 4.2.5 オレイン酸添加試験

図10は、試験開始から100時間までは大気中で試験を行い、その後オレイン酸を溶液槽に注入し、雰囲気を試験途中で変化させた結果である。温度制御は実施していない。図からわかるように変位の変化率はオレイン酸注入前後ともほぼ同じである。Harperら<sup>9)</sup>はこの種の試験を亜鉛単結晶の酸化材を用いて行っており、それによれば0.2%オレイン酸パラフィン溶液を注入することで、大気中に比べ、ひずみ速度が約2倍という結果を得ている。

以上の一連の結果は、一般に市販されている多結晶の純アルミニウム材を試料として通常の引張試験ならびにクリープ試験した場合、その試験片表面の雰囲気によって機械的性質が低下するような現象、いわゆるレビンダー効果が現われないということになる。

## 5. 結論

切削試験で塗布効果が得られた試料の純アルミニウム材を用いて、通常の引張試験ならびにクリープ試験を行い、レビンダー効果の存在を調査した。その結果、以下のことが明らかとなった。

- (1) 引張試験では、焼鈍材ならびに加工硬化材とも表面に塗布したオレイン酸の耐力、破断ひずみへの影響はほとんど認められない。
- (2) クリープ試験を、空気中、オレイン酸中、蒸留水中で行った結果、試験片の周囲の雰囲気がクリープ試験に明確な影響を与えるような結果は得られなかった。
- (3) (1)、(2)の結果から、一般の純アルミニウム材では、レビンダー効果の出現を認めにくい。

最後に実験実施時に岡山理科大学工学部機械工学科金枝研究室に在籍し、協力された当時の学部学生桜木要、餅一樹両氏に深く感謝します。

## 参考文献

- 1) Rebinder, P. A. : Verminderung der Ritzharte bei Adsorption grenzflächenaktiver Stoffe-Sklerometrie und Physik disperser Systeme, *Zeitschrift für Physik*, **72** (1931)191- 204 .
- 2) 金枝敏明・河坂博文：軟質金属切削における塗布効果（第1報）－発生条件と塗布剤の境界潤滑特性の影響，精密工学会誌，**61**, 5 (1995) 702-706.
- 3) 金枝敏明・野口浩二：軟質金属切削における塗布効果（第2報）－切込みならびに切削速度の影響と塗布効果機構，精密工学会誌，**66**, 1 (2000) 74-79.
- 4) Roscoe, R : Strength of Metal Single Crystals, *Nature*, (1934) 912-913.
- 5) 中島耕一：表面科学と潤滑，潤滑，**31**-6(1986) 363-368.
- 6) Lihkhtman, V.I., Rebinder, P., A., and Karpenko, G., V. : Effect of Surface-Active Media on the Deformation of Metals, Chemical Publishing Company(1960) 25, .
- 7) Usui, E., Gujral, A., and Shaw, M. C. :An Experimental Study of the Action of CCl<sub>4</sub> in Cutting and the Other Processes Involving Plastic Flow, *International Journal of Machine Tool and Design Research*, 1(1961)187.
- 8) 榎田勝実，渡部善次郎，益子正己：被削材表面環境の切削現象に及ぼす影響(第1報)－銅の切削における切削力，切削比，仕上げ面粗さについて，日本機械学会論文集(第3部) 38, 316(1972) 3246.
- 9) Harper, S. and Cottrell, A. H. : Surface Effects and the Plasticity of Zinc Crystals, *Proc. of the Phys. Soc.*, **63 B** (1950) 331-338.

# Investigation of Rebinder Effect in Pure Aluminum by Tensile and Creep Test

**Toshiaki KANEEDA, Koji NOGUCHI\***

*Department of Mechanical System Engineering*

*Faculty of Engineering*

*Okayama University of Science*

*Ridai-cho1-1, Okayama 700-0005, Japan*

*\* Morigou Seiki Co. Ltd.*

*Minamifutami 10-2, Futami, Akashi 674-0093, Japan*

(Received November 1, 2002)

Tensile and creep tests were conducted in order to examine appearance of Rebinder effect using commercial pure aluminum. The experimental results revealed that no obvious effects of surface additives such as oleic acid, distilled water on mechanical properties of the specimen were recognized. These results indicated that Rebinder effect could not be found in the commercial pure aluminum specimens.

**Key Words** : Rebinder effect, surface additives, creep test, tensile test, plasticity, pure aluminum, oleic acid, lubricant applying effect