



Title	青熱脆性温度域における鉄単結晶の変形
Author(s)	高橋, 平七郎; Takahashi, Heishichiro; 高橋, 邦一 他
Citation	北海道大學工學部研究報告, 80, 103-112
Issue Date	1976-06-30
Doc URL	https://hdl.handle.net/2115/41367
Type	departmental bulletin paper
File Information	80_103-112.pdf



青熱脆性温度域における鉄単結晶の変形

高橋平七郎* 高橋邦一** 竹山太郎*

(昭和50年12月27日受理)

Deformation of Iron Single Crystal in the Blue-brittleness Temperature Range

Heishichiro TAKAHASHI Kunikazu TAKAHASHI Taro TAKEYAMA

(Received December 27, 1975)

Abstract

In order to study the effect of dislocation structures on the temperature dependence of mechanical properties of iron, a single crystal with a [110] axis was extended in a temperature range from room temperature to 300°C and deformation structures were observed by transmission electron microscopy. Serration phenomenon is observed in the stress-strain curves at 200 to 250°C, where a high work-hardening rate is shown. In the same temperature range dislocations are multiplied remarkably and the intervals of slip lines as well as those of cell walls which are approximately parallel to the slip plane {112} become smaller than at other temperatures.

These results suggest that the temperature dependence of the work-hardening rate is due mainly to that of dislocation distribution and its multiplication rate, that is, small cell size and high dislocation density give rise to high work-hardening rate in the blue-brittleness temperature range where dynamical strain aging occurs remarkably.

1. 緒 言

鉄をはじめとするニオブニウム、タンタル、モリブデンなど体心立方型金属単結晶の変形挙動、とくに加工硬化機構に関する転位論的研究と変形組織との関係については詳細に研究^{1~5)}されてきている。しかし、これら研究はほとんど室温以下の温度に限られており、金属中に含有する侵入型原子の影響の大きい比較的高温域における研究は少ない⁶⁾。とくに軟鋼の場合、青熱温度域として知られている100~300°Cの温度で溶質原子(または不純物原子)と転位との相互作用は著しく、内部組織に大きく影響するにもかかわらず、十分な検討が単結晶の研究においてなされていない。

すでに報告したごとく^{1,2)}、多結晶鉄の強度は炭素濃度および変形温度に依存し、100~250°Cで高い強度を示すのは主として素地中の転位密度増加、微細なセル組織に強く支配されることを明らかにしてきた。このような素地の強化機構をさらに明確にするため、結晶粒界効果のない単結晶を用い、変形挙動を研究することは重要である。このような観点から、鉄単結晶を用い高温

* 金属化学研究施設金属物理部門

** 朝日工業社

変形抵抗におよぼす内部転位組織の影響を明らかにする目的で研究した。

2. 実験方法

2.1 試料作製

単結晶作製に用いた試料は **Table 1** に示す組成である。この試料を最初 90% 冷間圧延し、850°C で 2 時間水素雰囲気中で焼鈍後炉冷し、結晶粒径を約 200 μm とした。次にこの焼鈍試料を 5~7% 引張変形し、ひずみ焼鈍法⁷⁾によって単結晶を作製した。単結晶作製後の炭素および窒素量はそれぞれ 0.002 および 0.0007 wt % まで減少していた。

Table 1. Chemical compositions of specimen (wt %)

C	N	O	Si	Mn	P	S	H	Cr
0.025	0.0015	0.006	0.001	0.001	0.002	0.004	0.0001	0.001

単結晶の方位は **Fig. 1** に示すごとく [110] から約 12° 以内の引張軸方向にあり、板状試料面はほぼ (001) 面である。作製した単結晶 (試料 A 1) をさらに湿水素中で 700°C × 48 時間、乾水素中で 700°C × 24 時間焼鈍し、脱炭脱窒処理 (試料 A 2) して用いた。

2.2 引張変形

引張試料は **Fig. 2** に示す寸法に放電加工した。その後、表面の加工層除去のため化学研磨により約 30 μm 研削し、最終厚さ 0.4 mm とした。これら試料は不透明石英管中に真空度 5×10^{-5} mmHg で封入し、730°C、30 分間溶体化処理後 0°C の氷水中へ急冷した。引張変形はインストロン型引張試験機を用い、ひずみ速度 8.3×10^{-4} /sec (0.5 mm/min) で行った。変形温度は室温から 300°C の温度範囲である。変形後の試料表面のすべり観察を光学顕微鏡で、また内部組織を透過電子顕微鏡 (650 kV) によって観察した。

3. 実験結果

3.1 引張変形挙動

試料 A 1 の応力-ひずみ曲線の代表例を **Fig. 3** に示す。室温では 3 段階の加工硬化曲線を示し、変形温度上昇に伴い、放物線型の加工硬化曲線となる^{8,9)}。150°C 以上の温度で不連続変形 (セレーション) が現われる。200~300°C におけるこの現象は変形初期には明瞭でないが、ひずみ量の増加とともに顕著になる。このセレーション中の一時的応力降下量 ($\Delta\sigma$) は非常に小さく、8~9% ひずみ量で 40~50 g/mm²、さらに 2.0% ひずみ量で最大 100 g/mm² であり、純鉄多結晶に比較²⁾ (2.5~7.5% ひずみ量で約 0.5 kg/mm²) しても非常

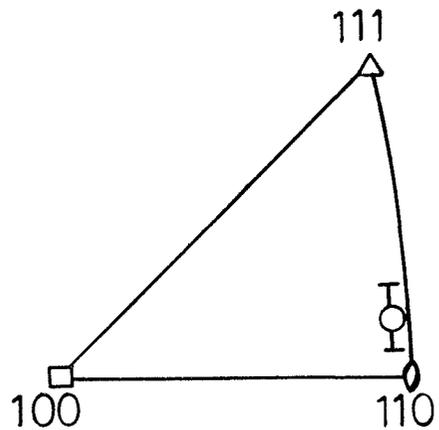


Fig. 1. The axial orientation of the iron single crystals used in this investigation.

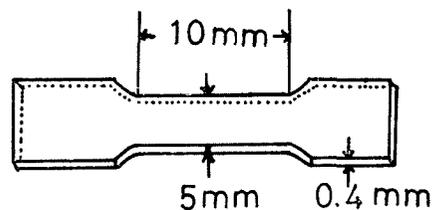


Fig. 2. The dimension of specimen used in this investigation.

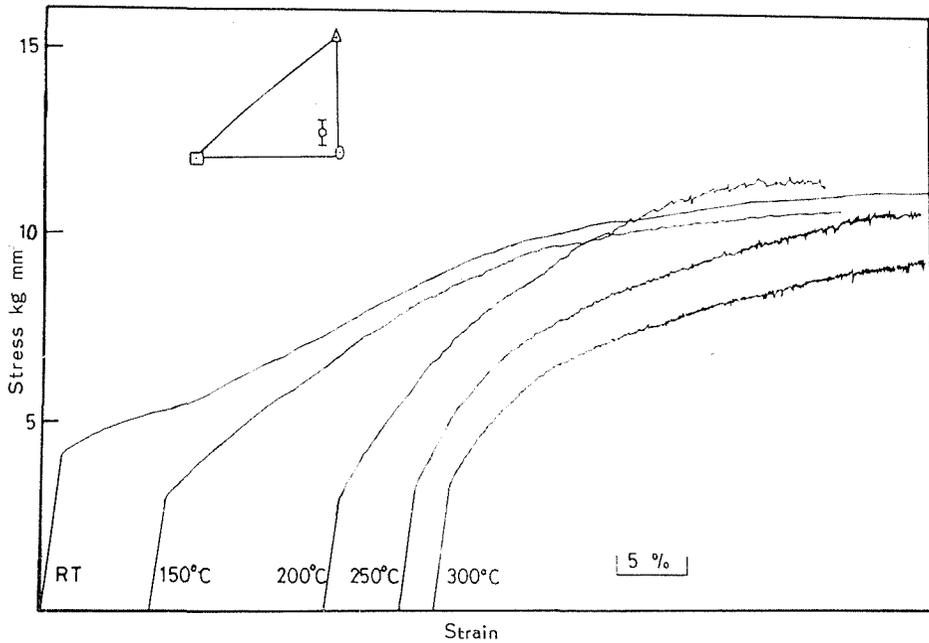


Fig. 3. Typical stress-strain curves obtained during tensile test of iron single crystals.

に小さい。また、セレーションの応力降下の繰り返し頻度は15~50%ひずみ間の1%ひずみ当りの平均回数11回/%で、純鉄多結晶の300°C変形における場合と同程度である。

一方、水素焼鈍試料A2の応力-ひずみ曲線の形態は試料A1と類似しているが、セレーション発生は200°C以上の温度から認められる。一時的応力降下量および繰り返し頻度は、試料A1とほとんど差はない。Fig. 4は試料A1, A2の両試料について加工硬化率(約5%ひずみまで)と変形温度の関係を示す。室温以上150°Cまでの加工硬化は緩やかであるが、200~250°Cでその値は急に上昇する。試料A1, A2とも加工硬化率の温度依存は同じ傾向を示しているが、試料A1は試料A2よりも高い硬化を示す。これは脱炭脱窒処理によってひずみ時効をもたらす炭素、窒素量の減少によると思われる。また、両試料ともセレーションの顕著となる温度に対応して加工硬化率は高くなっている。従って、多結晶と同様に動的ひずみ時効効果の顕著に生ずる温度域で鉄単結晶は大きく強化されていると考えられる。

3.2 すべり線観察

Photo 1は変形により生じたすべり線の表面組織である。Photo 1(a-b)は試料A1の場合で(a)は室温で6%変形したもので、すべり線はほぼ直線的であり、識別可能な範囲ですべり線間隔は比較的広い。(b)は150°Cで9%

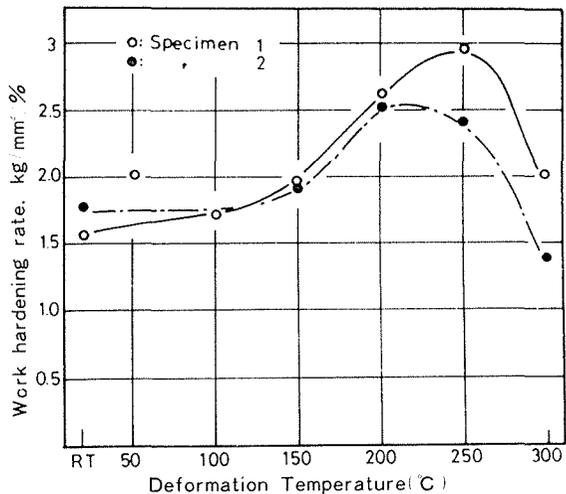


Fig. 4. The work-hardening rate in the temperature range between room temperature and 300°C.

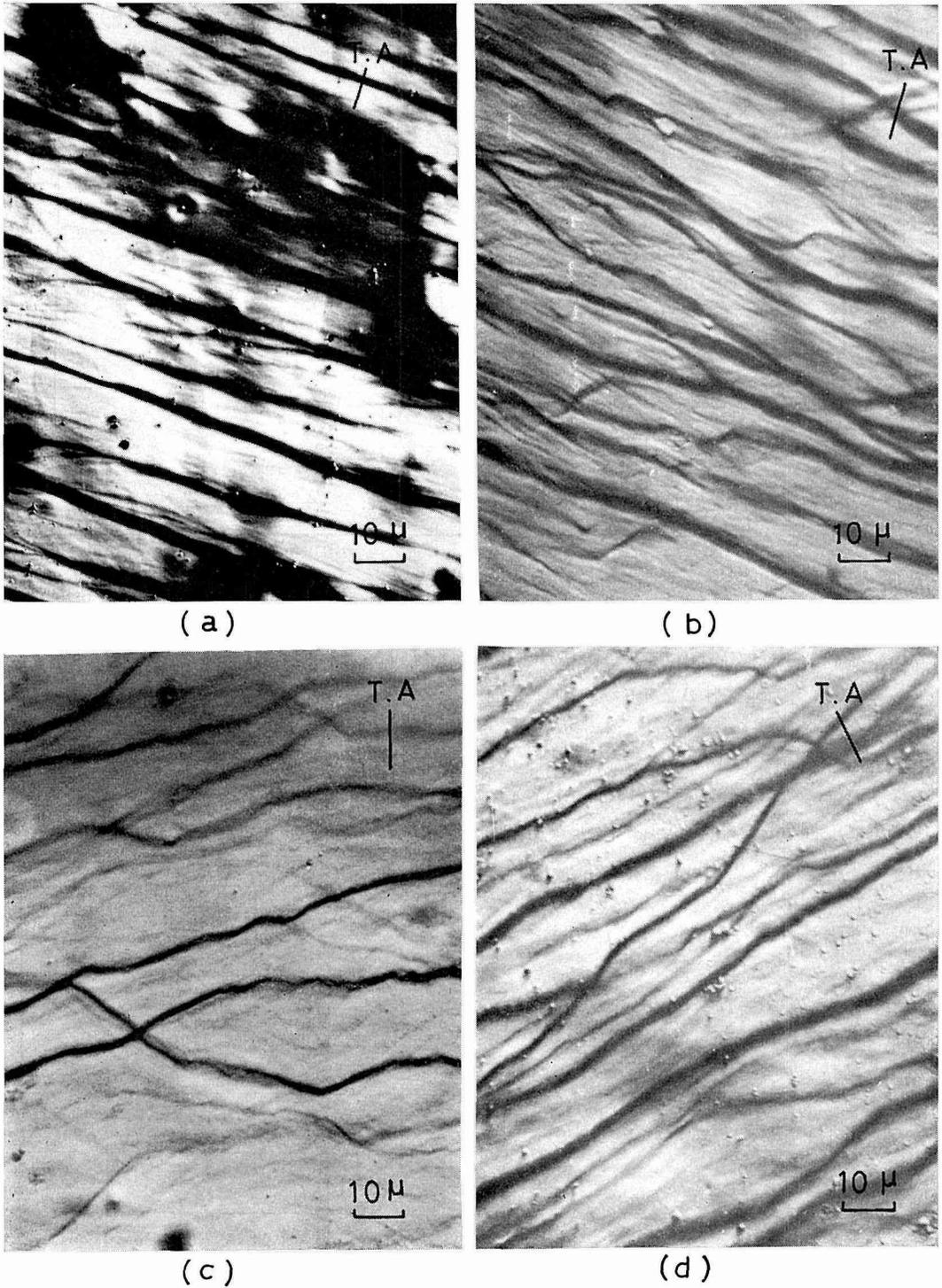


Photo 1. (a-d); Slip line pattern at the top face of a $[110]$ crystal strained by (a) 6% at room temperature in the specimen A1, (b) 9% at 150°C in the specimen A1, (c) 3% at 250°C in the specimen A2 and (d) 5.6% at 250°C in the specimen A2. T.A indicates the tensile axis.

変形したもので、室温の場合とことなり波状のすべり線を生じその間隔は狭くなっている。これらすべり線は引張軸方向にほぼ直角に現われている。波状のすべり線形成は転位の交叉すべりに原因するから、高温ほど交叉すべりが顕著であることを示している。同様のすべり線形状は試料 A 2 の変形においても観察される。Photo 1 (c-d) は 250°C で 3% および 5% 変形したとき生じたすべり線である。高温のため顕著な波状すべりが認められ、ひずみ量の増加によってその間隔は狭くなっている。試料 A 1 および A 2 について、すべり線間隔とひずみ量および温度との関係を Fig. 5, 6 に示す。試料 A 1 において多少のばらつきはあるが、250°C 変形で最も狭くなり約 2 μm である。逆にその間隔は低温ほど広くなる。すべり線間隔の温度依存性は試料 A 2 についても同様であり、200~250°C の 6% ひずみで約 3 μm 、18% ひずみ後に約 2 μm の狭い間隔になっている。このように動的ひずみ時効が顕著となる温度域のすべり線は微細となり加工硬化率も高くなる。

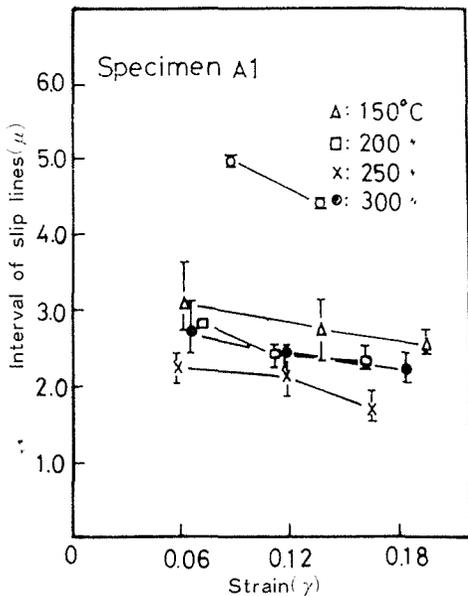


Fig. 5. The relationship between interval of slip lines and strain in the specimen A 1.

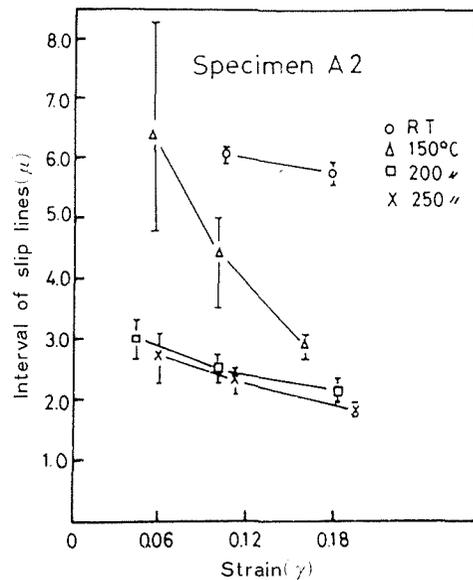


Fig. 6. The relationship between interval of slip lines and strain in the specimen A 2.

3.3 転位組織

試料 A 1 を種々の温度で変形したときの透過電子顕微鏡組織を Photo 2 に示す。Photo 2 (a) は室温で 3.7% ひずみ後の組織である。局部的であるが転位はタングルしている。Photo 2 (b) は 150°C で 3% 変形したときの組織である。試料面はほぼ (001) 面で引張軸は [110] 方向から約 10° ずれている。室温におけるより一層顕著にタングルセル組織を示す。この組織は引張軸 (T. A) に対しほぼ垂直方向に長く伸び、セル壁間に孤立した直線状転位が均一に分布し、これら転位の多くは [110] 方向に平行である。200°C の高温度で変形したときの組織を Photo 2 (c) に示す。150°C 変形と同様に、セル組織は引張軸とほぼ直交し転位は密はタングルしている。Photo 2 (d) は 250°C で 2.9% ひずみ後の変形組織である。この温度の転位タングルは顕著で、セル組織は良く発達して、セル間隔は一層狭くなっている。また、セル壁中に [110] 方向に平行な転位が観察される。次にひずみ量変化に伴う転位分布を試料 A 2 について Photo 3 (a-d) に示した。ひずみ量の増加に伴い、セル組織は発達し、その間隔は狭くなる。

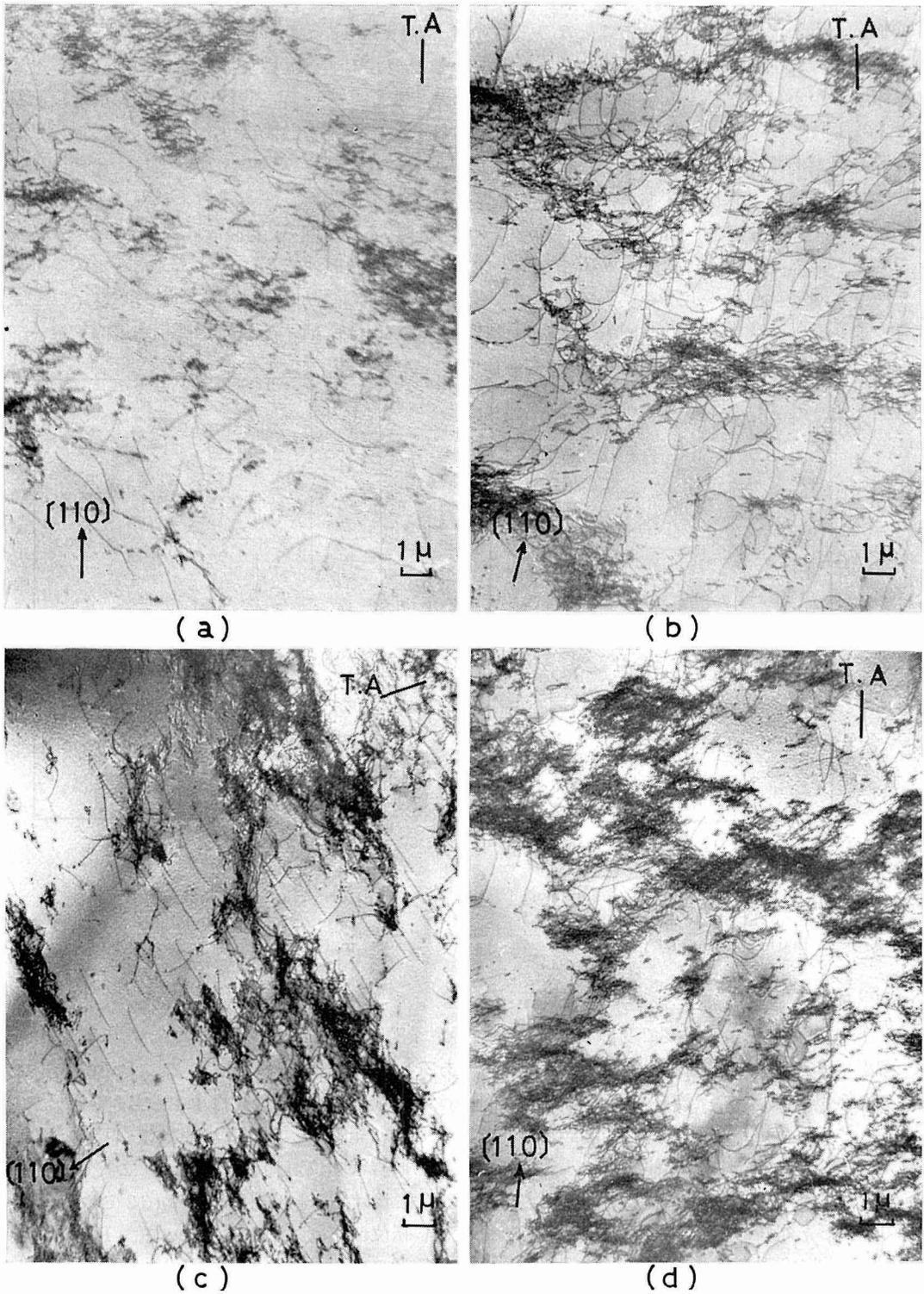


Photo 2 (a-d). Dislocation structures in iron single crystals (A 1) strained at the temperature range between room temperature and 250°C; (a) 3% at room temperature, (b) 3% at 150°C, (c) 5% at 200°C and (d) 3% at 250°C.
The face of specimen is near (001) plane and tensile axis (T. A) is [110].

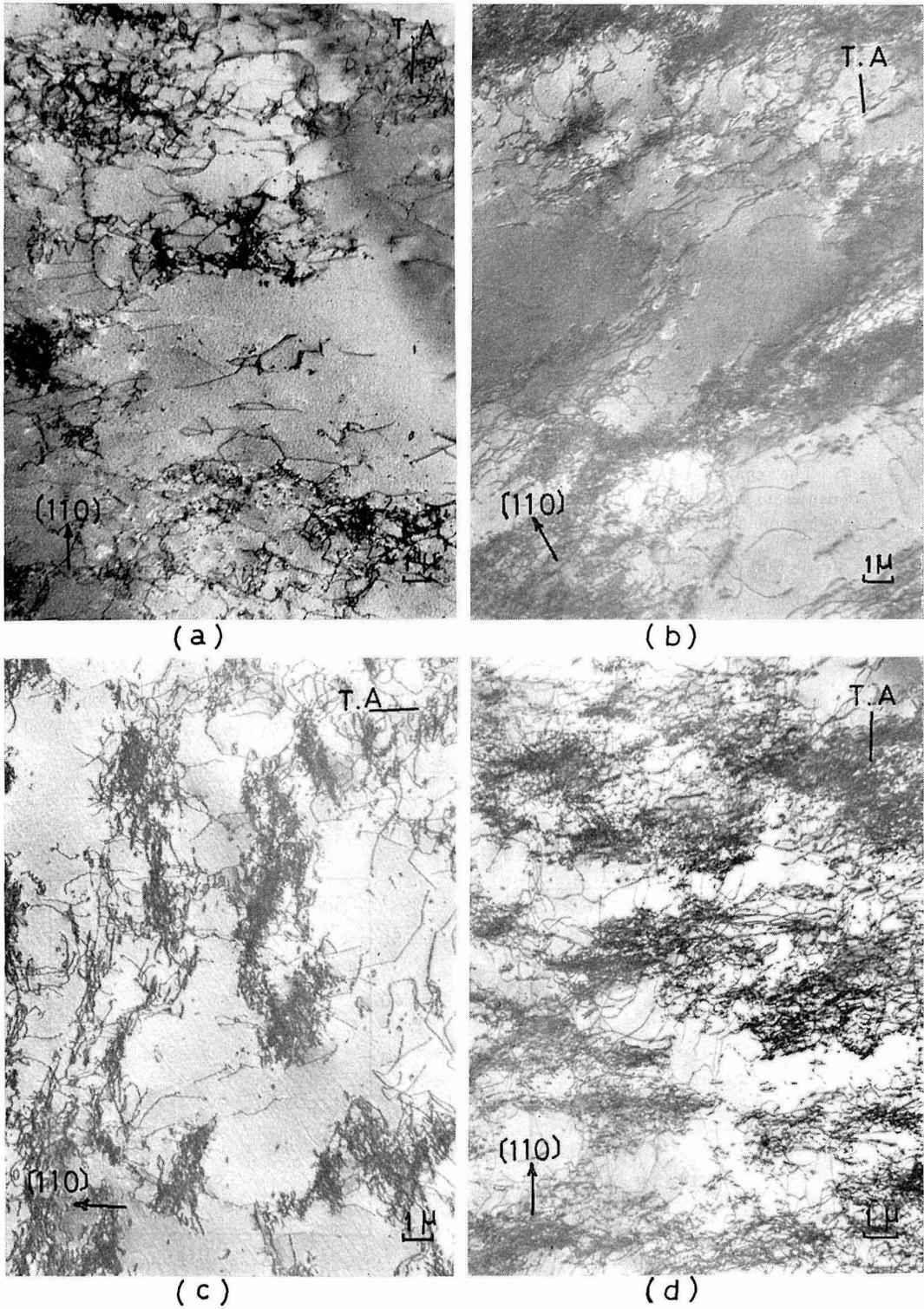


Photo 3 (a-d). Dislocation structures in iron single crystals (A 2) strained by (a) 2.7% at 150°C, (b) 5% at 150°C, (c) 3% at 250°C and (d) 5.6% at 250°C. The face of specimen is near (001) plane and tensile axis (T. A) is [110].

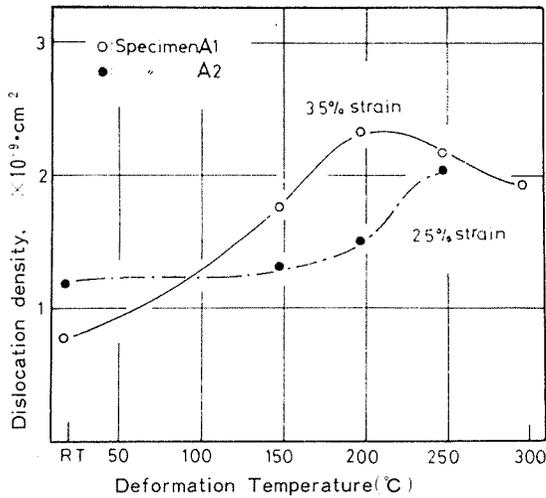


Fig. 7. The change of total dislocation densities in the temperature range between room temperature and 300°C.

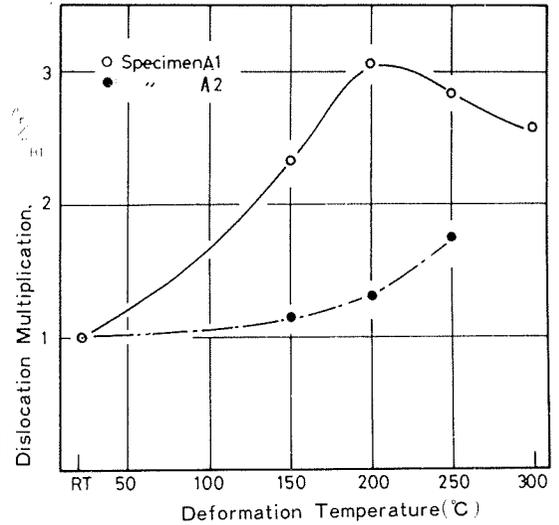


Fig. 8. The change of the dislocation multiplication rate in the temperature range between room temperature and 300°C.

室温から 300°C の間の変形で生じた転位密度を Fig. 7 に示す。試料 A 1 では、ひずみ量が試料 A 2 より多いため転位密度も全般的に高い値を示すが 200°C で特に高い。これに対して、試料 A 2 の転位密度は 250°C で最も高くなっている。Fig. 8 は転位の増殖割合と温度との関係を示す。この増殖割合は室温の転位密度 (ρ_{RT}) に対する各温度での転位密度 (ρ_T) の比として表現した。図に明らかごとく、動的ひずみ時効の顕著となる青熱温度域で転位増殖は高い。また両試料を比較すると、炭素濃度の高い試料 A 1 の方が脱炭脱窒試料 A 2 より高い増殖を生ずることが明らかである。このように増殖割合も加工硬化の高くなる温度と良く対応して顕著に高くなる。

さらに転位密度の変化に伴い、転位のタンブルからなるセル組織はその平均間隔を変える。これらセル間隔とひずみ量との関係を Fig. 9 および 10 に示す。それぞれの図に示した両試料の

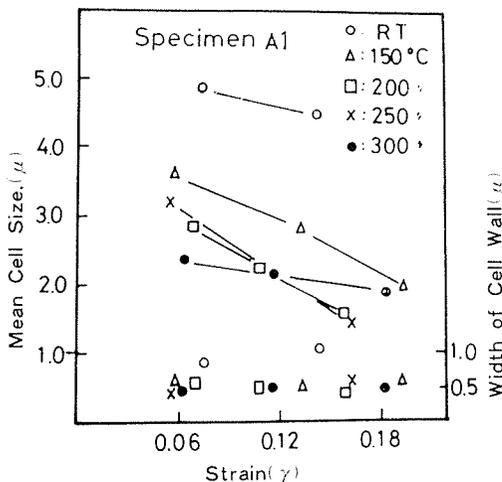


Fig. 9. The strain dependence of the cell size and the width of cell wall in the specimen A 1.

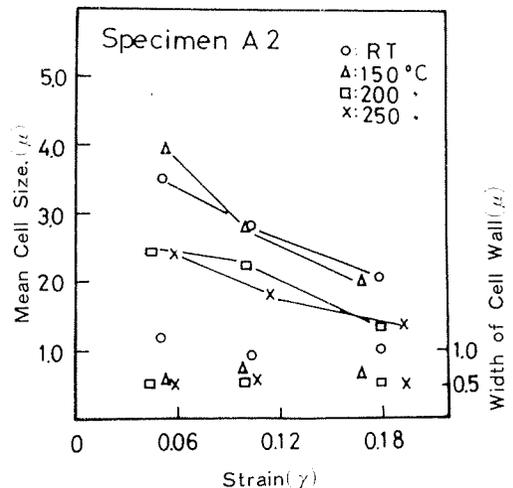


Fig. 10. The strain dependence of the cell size and the width of cell wall in the specimen A 2.

平均セル間隔はひずみの増大とともに小さくなり、18% ひずみ量で $1.5\sim 2\ \mu\text{m}$ である。また室温におけるより $200\sim 250^\circ\text{C}$ で、その間隔は狭くなっている。一方、セル壁の幅は変形温度に依存せず、約 $0.5\sim 1.0\ \mu\text{m}$ であり、さらにひずみ量が増大してもほとんど影響されない。これらセル間隔の変化はすべり線間隔におけると同様な温度変化を示し互いに良い一致を示している。以上のような事実を考慮すると、試料内部に形成するセル組織と試料表面に現われるすべり線とは互いに密接に関係していることがわかる。すなわち、セル組織を形成している転位の一部が、試料面にすべり出る結果、すべり線が生ずるものとみられる。

4. 考 察

鉄の主なるすべり面は $\{110\}$, $\{112\}$ で、転位の^{8,9)} バーガースベクトルは $a/2 [111]$ である。ここで a は格子定数である。 $[110]$ 方向を引張軸とする場合は $\{112\}$ 面が容易に活動できるから、この場合のすべり系は Fig. 11 に示す通りである。すなわち、主として $(112) [11\bar{1}]$ または $(1\bar{1}2) [111]$ の2つのすべり系が考えられる。 (001) 面を試料面とし、この方向から活動できる前記のすべり系にある転位を観察すると、転位線が $[110]$ 引張軸に平行に横たわっているときは $a/2 [111]$ または $a/2 [11\bar{1}]$ のバーガースベクトルのらせん転位であり、その軸と直交する転位は刃状転位に相当することになる。以上のごとき結晶学的方位関係から推察して、Photo 2 および 3 に観察した転位のほとんどが刃状転位でその中の一部にらせん転位が混在していることを示している。従って、層状セル組織が $[110]$ 方向と直交して形成されていることから、これらセル組織は大部分刃状転位の集合から成っているとみられる。

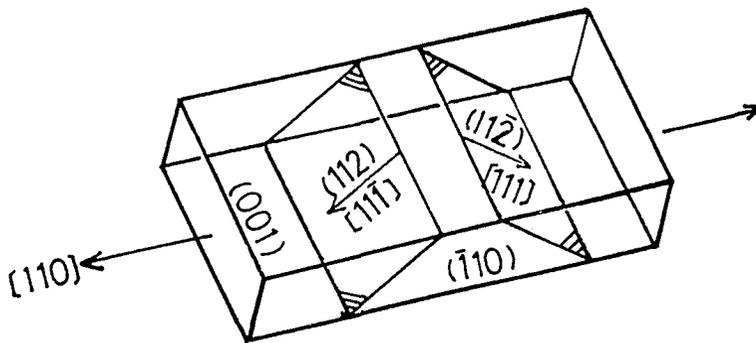


Fig. 11. Crystal orientation and operative slip systems. Tensile axis is $[110]$.

単結晶の引張変形中のすべり線の研究¹⁰⁾、さらにすべり線と層状セル組織の関係について、竹内の詳細な研究がある¹¹⁾。これによると、セル境界(壁)位置は実際には $\{112\} \langle 111 \rangle$ すべり系から $3\sim 4^\circ$ ずれて形成される。また、変形初期に形成する一次すべり系の刃状転位の多重極の層がセル境界の層の核として作用することを指摘している。本研究に観察されたセル組織の特徴から推察して、層状セル組織は上述の機構が働いて形成したと考えられる。さらに、セル組織とすべり線形成との関連について、表面近傍でセル境界を形成している一部転位が集团的に表面に出る結果、すべり線になるとするならば¹²⁾、セル間隔とすべり線間隔の変化の相関性は対応づけられる。また、セル間で運動する転位が表面に抜けた場合は微細なすべり線となる。変形に関与する運動転位の大部分はセルを形成している転位群に影響され、さらにひずみ量の増加とともにセル間隔が狭くなると転位運動は一層抑制され、変形に対する抵抗が大きくなる。それ故、単結

晶においてもこれら間隔の減少が加工硬化の上昇に寄与していることは明らかである。すなわちセル境界が多結晶粒界と同様な作用を変形抵抗に対して生ずるならば、抵抗増大を結晶粒度と同じ関係でセル間隔に適用して取扱うことが^{13,14)}可能と思われる。一方、転位密度の関数で変形抵抗を考慮する^{5,15)}場合は、転位分布の形態より全転位密度の変化が重要となる。

本研究では転位密度およびセル間隔の変化に基づいた強度に対する寄与を定量的に検討していないが、加工硬化率の高くなる200~250°Cの温度での変形によって転位密度は高く、セルは微細化することから、両因子が強化を律速している重要な働きをしていることは明白である。さらに、溶質炭素濃度が高く、転位との相互作用が顕著になると転位増殖は著しくなり、その結果、内部応力が上昇するようになり、素地強化はますます進行することになる。

以上のことから、鉄単結晶の変形抵抗または加工硬化率の温度依存は変形中の転位と炭素原子の相互作用に起因するひずみ時効によって増加する転位密度およびセル組織の微細化に直接依存していることが明らかである。

5. ま と め

鉄単結晶を種々の温度で変形したときの強度、組織変化は次のようになる。

- 1) 150~300°Cの温度で動的ひずみ時効によるセレーションが発生し、加工硬化率は顕著となる。
- 2) 変形で導入される転位は刃状転位群からなる層状セルを形成し、セルの微細化はセレーション発生温度でとくに顕著となる。
- 3) セルおよびすべり線間隔の変形温度依存性は良い対応を示している。
- 4) 巨視的な強度とくに加工硬化は微視的な内部の転位組織に依存し、転位密度の増加および微細セルの形成とともに高い硬化率を生ずる。溶質炭素濃度の増大は転位の増殖を促進する。

References

- 1) 竹山太郎・高橋平七郎：鉄と鋼，**52** (1966)，p. 95.
- 2) Takeyama, T. and Takahashi, H.: Trans. ISIJ, **13** (1973), p. 293.
- 3) Bressers, J. and Heerschap, M.: J. Less-common Metals, **22** (1970), p. 321.
- 4) Luft, A. and Kaun, L.: Phys. Stat. Sol., (a) **18** (1973), p. 109.
- 5) Ikeda, S.: J. Phys. Soc. Japan, **27** (1969), p. 1564.
- 6) Takeuchi, T.: J. Phys. Soc. Japan, **26** (1969), p. 354.
- 7) 田岡忠美・武内朋之・竹内 伸：鉄と鋼，**52** (1966)，p. 95.
- 8) Mitchell, T. E. and Spitzig, W. A.: Acta Met., **18** (1970), p. 1169.
- 9) Spitzig, W. A. and Keh, A. S.: Acta Met., **18** (1970), p. 611.
- 10) Takeuchi, T.: J. Phys. Soc. Japan, **20** (1965), p. 942.
- 11) Takeuchi, T.: J. Phys. Soc. Japan, **28** (1970), p. 955.
- 12) 小沼 稔：日本金属学会誌，**28** (1964)，p. 781.
- 13) Embury, J. D., Keh, A. S. and Fisher, R. M.: Trans. AIME, **236** (1966), p. 1252.
- 14) Staker, M. R. and Holt, D. L.: Acta Met., **20** (1972), p. 569.
- 15) Yamashita, T. and Taneda, Y.: Trans. ISIJ, **10** (1970), p. 197.