

Fig. 5. Typical curve showing the weight-increase observed after decarburization.

(140) 低炭素鋼における引張荷重下の転位挙動に関する電子顕微鏡観察 (鋼材の疲労に関する研究—I)

富士製鉄, 広畑製鉄所研究所

工博 中西 昭一・武政 明雄
○土師 利昭

Some Electronmicroscopic Observations of Dislocations in Low Carbon Mild Steels under Tension.

(A study of fatigue properties in steels—I)

Dr. Syōichi NAKANISHI, Akio TAKEMASA and Toshiaki HAZE.

1. 緒 言

最近鋼材の強度の上昇はめざましいもので、とくに構造用鋼では 200 kg/mm^2 の引張強さを有する超高張力鋼が出現してきた。これらはすべて合金元素の検討ならびに熱処理技術の高度な発展によつて達成されたものである。しかし今後、増々強度を上昇させるためには根本的な強度の解明が必要である。鉄鋼材料の強度に関する研究はいままでにかなり多数行なわれている。とくに巨視的な立場での研究は多いが、微視的な立場での研究は少ないようである。微視的な研究の手段として透過電子顕微鏡観察が多く使用され始めた。

現在一般に使用されている高張力鋼は引張強さおよび降伏点は高くなるが、疲労強度は前者ほど高くならない欠点を有している。そこで著者らは疲労強度に関する微視的研究手段として透過電子顕微鏡観察を行なつた。

まず最初に予備実験として、合金元素が無く、焼入焼戻しのような熱処理を行なっていない低炭素鋼板に引張荷重を与えた時、転位がどのようになるか電子顕微鏡で観察した。

今までに H. G. F. WILSDORF¹⁾ は Al, 辛島ら²⁾ は

Mo, P. R. SWANN³⁾ は Cu はついて等、非鉄金属の引張変形について透過電子顕微鏡を用いていろいろな実験がなされている。鉄では種田等⁴⁾、その他わずかの研究者によつてなされているだけである。しかしそれらの研究はすべて大きい塑性変後の観察で、いわゆる弾性挙動を示す場合の研究は少ないようである。疲労強度を問題にする時は弾性挙動を示す応力の場合が多いので、著者らは降伏点以下の荷重附加の場合の転位挙動についても観密を行なつたのでここに報告する。

2. 試料および実験方法

2.1 試 料

本実験に用いた試料は冷間圧延を施した 0.32 mm の低炭素鋼板で、その化学成分およびその機械的性質は、Table 1 に示す通りである。

この鋼板は焼なまし後 1% 程度の調質圧延が施されているので、実験室において 750°C で 2 hr 真空焼なましを行なつて試料とした。このまま透過電子顕微鏡観察すると、散在するわずかな転位ループが観察されるだけであつた。

2.2 引張荷重付与

試料の鋼板より JIS 5 号引張試験片を取り出し 5 t アムスラー式引張試験機でいろいろの荷重を与えた。荷重—伸び曲線は X-Y レコーダーにより記録せしめた。伸びは図より読み取つたが、降伏点以下の応力を与えた場合の伸びは読み取るのが困難なため、鋼板の弾性率を内部摩擦測定装置により測定し、応力と弾性率より計算で求めた。

2.3 透過電子顕微鏡観察

引張荷重を与えた試験片の平行部より、 $25 \text{ mm} \times 35 \text{ mm}$ の板を切り出して、両面中央部 $20 \text{ mm} \times 20 \text{ mm}$ の面積を除く他の部分にポリスチレン樹脂を塗布した。この試片を液組成、フッ化水素：過酸化水素：水が 1:16:2 の溶液中で約 150 秒間腐蝕研磨を行なつた。ポリスチレンの溶液樹脂を塗布した部分はほとんどおかさねず、塗布していない部分は均一な厚さに腐蝕を受け、 $50 \sim 100 \mu$ 程度の厚さとなつた。なお試料表面は光沢を有した面で、腐蝕されていない周囲の厚い部分は、水洗の場

Table 1. Chemical contents and mechanical properties of specimen.

Chemical content (wt.%)				
C	Si	Mn	P	S
0.08	0.01	0.32	0.008	0.013
Yield point			17.4 kg/mm ²	
Tensile strength			28.2 kg/mm ²	
Elongation			7.4%	
Young's modulus			20500 kg/mm ²	

合に試料に曲げ変形を与えるのを防いでくれた。

次に腐蝕研磨した試料を、BOLLMANN⁵⁾ の尖端陰極電解法を用いて電解を行なった。電解研磨液はリン酸 200 cc, 無水クロム酸 100g の溶液を使用した。電解条件は電圧 20V, 電流密度 0.8~1.0A/cm² である。

でき上った試料は水およびアルコールでよく洗った後透過電子顕微鏡観察を行なった。使用した電子顕微鏡は日本電子製 JEM-6A 型で、加速電圧 100KV で観察を行なった。

3. 実験結果および考察

応力が降伏点以上で、かなりの永久歪が残る場合の透過電子顕微鏡観察は割合多数行なわれている。種田らは、降伏後変形量が増加するにつれて転位のからみ合が増加すること、また cell structure の形成を指摘している。しかし降伏以前にも、材料の不均一性によつて部分的には転位が増殖しているはずである。これが全体としての巨視的な降伏現象としてとらえられないだけである。

降伏点以下の荷重を加えた場合の透過電子顕微鏡写真の 1 例は Photo. 1~4 に示すとおりである。荷重を加えていない焼なましのままのものは単独な転位ループがわずかに観察されるのみであつたが、示した写真にはか



Photo. 1. Electronmicrograph of a low carbon mild steel which was deformed in tension (stress; 3.32 kg/mm², strain; 0.02%).

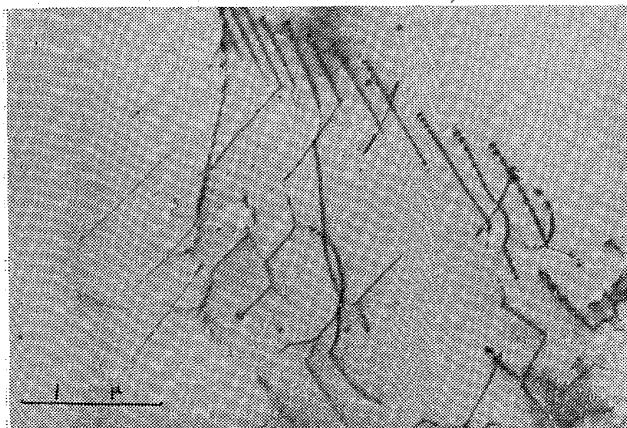


Photo. 2. Electronmicrograph of a low carbon mild steel which was deformed in tension (stress; 4.25 kg/mm², strain; 0.03%).

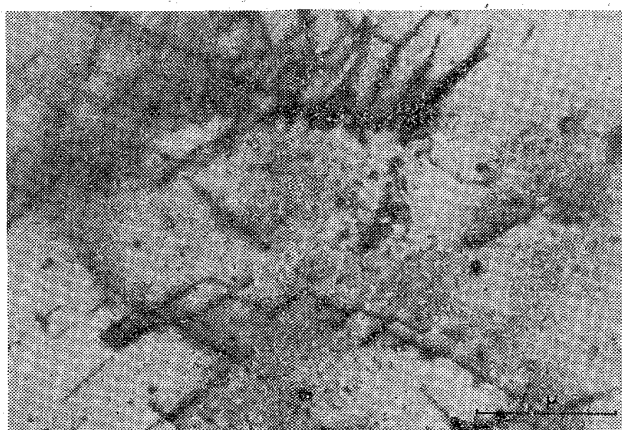


Photo. 3. Electronmicrograph of a low carbon mild steel which was deformed in tension (stress; 8.50 kg/mm², strain; 0.04%).

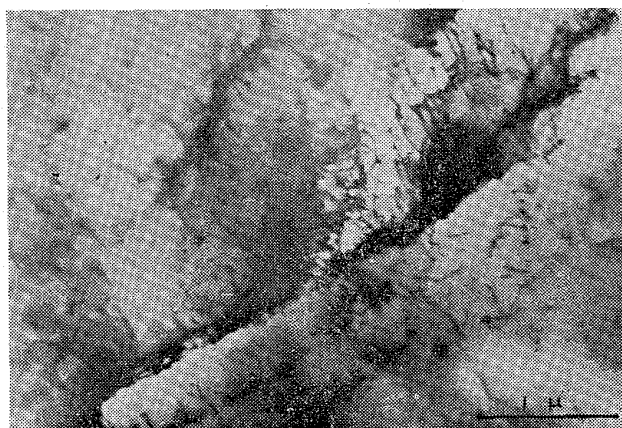


Photo. 4. Electronmicrograph of a low carbon mild steel which was deformed in tension (stress; 12.75 kg/mm², strain; 0.06%).

りの転位線が観察される。もちろん焼なましのままの状態では観察されたのと同じような個所も多数見受けられた。

Photo. 1 は応力 3.32 kg/mm², 歪み 0.02% の場合の写真である。一部に転位が交叉し帯状に分布している。また散在する転位ループも多数見受けられる。

Photo. 2 は応力 4.25 kg/mm², 歪み 0.03% の場合の写真である。粒界から出た転位が結晶の内部に少し入った所で多数の転位を増殖している。他の部分では折れ曲つた転位が network を形成し出している。

Photo. 3 は応力 8.50 kg/mm², 歪み 0.04% の場合の写真である。一部ではすでに network の形成が見られるが、未だ不完全なものである。また他の部分では観察される軸位線が非常に折れ曲つている。

Photo. 4 は応力 12.75 kg/mm², 歪み 0.06% の場合の写真である。この写真は荷重一伸び曲線の勾配が少し小さくなりかけた時のもので、転位が集中的に非常にからみ合い sub-boundary を形成しかけている。

Photo. 1~4 に示さなかつた他の写真も総合して全体的にみると、観察される転位線の数は荷重が増加するにつれて増加する傾向がある。転位の配列は写真によつて

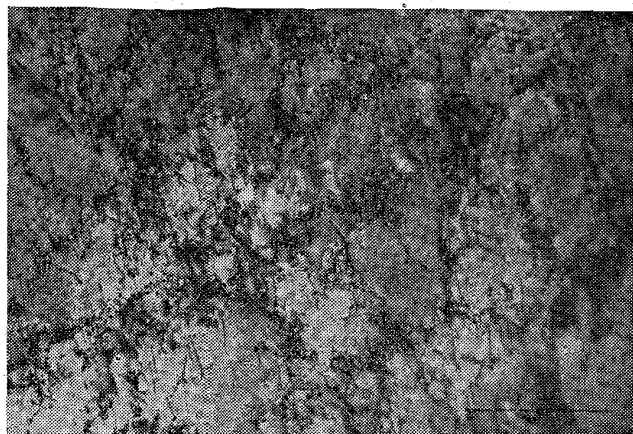


Photo. 5. Electronmicrograph of a low carbon mild steel which was deformed in tension (stress; 21.25 kg/mm^2 , strain; 1.51%).

まちまちであるが、転位のからみ合いの度合や network の形成は荷重が増すにつれて多くなる傾向にある。

Photo. 1 に示されたような交叉する転位が帯状に分布する転位の配列は、かなり荷重の低い場合から観察されるが、その間隔は荷重が増すにつれて広がるようである。降伏点に近くなると転位がからみ合つて subboundary を形成し出す部分が観察される。

巨視的な降伏を起した後の写真の 1 例は Photo. 5 である。これは荷重が 21.25 kg/mm^2 、伸びが 1.15% の場合であつて、Photo. 1~4 に示したものと異なり、転位線の長さが短く、しかもからみ合つて、Subboundary を形成している。また低倍率でみると、ある方向に Subgrain は伸びたような形をしている。さらに変形を増すと配列の形態は変わらないが転位密度が増加する。

4. 結 言

以上各写真より次のことが認められた。

- 1 降伏点以下でも荷重が増加するにしたがつて転位密度を増す。
- 2 交叉する転位の帯がかなり低い荷重でも観察される。その間隔は荷重が増すにつれて広がる。
- 3 network の形成および転位のからみ合いは荷重の増加につれて多くなる。
- 4 降伏以後は小さな転位のからみ合いが subboundary を形成する。

などである。

文 献

- 1) H. G. F. WILSDORF: Amer. Soc. Test. Mat. Special Publication, (1958), 243, p. 43
- 2) 辛島, 及川: 日本金属学会誌, 28(1964) p. 426
- 3) P. R. SWANN, J. Nutting: J. Inst. Metals, 50 (1961~62), p. 133
- 4) Y. TANEDA, T. YAMASHITA: J. of Electron microscopy, 10 (1961) 3, p. 186
- 5) W. Bollmann: Phys. Rev., 103(1956), p. 1588

(141) 低炭素鋼における繰返し応力下の転位挙動に関する電子顕微鏡観察 (鋼材の疲労に関する研究—Ⅱ)

富士製鉄, 広畑製鉄所研究所

工博 ○中西 昭一・武政 明雄

土師 利昭

Some Electronmicroscopic Observations of Dislocations in Low Carbon Mild Steels under Tensile Repeated Stress.

(A study of fatigue properties in steels—Ⅱ)

Dr. Syōichi NAKANISHI, Akio TAKEMASA and Toshiaki HAZE.

1. 緒 言

現在市販されている高張力鋼は低温における特性に多くの研究が行なわれているが、引張強さおよび降伏点が高くなっている割に疲労強度は上昇していない。そのために橋などの繰返し荷重のかかる構造物には、その長所を生かしきれない現状である。現在市販の高張力鋼は合金元素を含み、その上大部分は焼入焼戻しの熱処理によつて製造されている。筆者らは高張力鋼の疲労挙動の研究の手始めに合金元素を含まず、熱処理を施していない低炭素鋼板について透過電子顕微鏡を使用して転位の挙動を観察した。

M. A. VILKOV²⁾ は表面レプリカ法を使つて鉄の初期亀裂 (initial crack) 発生を段階的に観察している。J. C. GROSSKREUTY³⁾ らはプラスチックの板の上に 0.005 in の Al を張付け、繰返し曲荷重を与えて透過電子顕微鏡観察を行なつている。この方法は電子顕微鏡試料を作成する上で非常に良い方法と考えられ、著者らはこれと類似した実験方法を採用した。

疲労強度を解明する上で重要なことは、静荷重で破断する応力より低い応力で疲労破断し、また繰返し荷重が材質をどのように変えて破断にいたるかを調べることである。それにはまず静荷重の場合と比較して、その相違点を見出すことが第一歩である。著者らは第 1 報で静的引張荷重を与えた場合の透過電子顕微鏡観察について述べたが、本報告では比較もあわせて報告する。

2. 試料および実験方法

2.1 試 料

冷間圧延を施した 0.32 mm 厚さの低炭素鋼板で第 1 報に使用した材料と同一なものである。この板を 750°C 2 hr の直空焼なましを行なつた。化学成分および機械的性質は第 1 報 Table 1 に示す通りである。

2.2 繰返し荷重の附与

本実験に使用した試験機は東京衡機製造所製の 10 t 共振型万能疲労試験機である。この試験機の最小目盛荷重は 100 kg であるため、 0.32 mm 厚さの板をそのまま試験片として使用すれば、希望する荷重を与えることは不可能である。そこで次のような方法を採用した。Fig. 1 に示す通り中心に 5.5 mm の補助板を用い、その両側に 0.32 mm 厚さの板を接着剤ではりつけて試験を行なつた。補助板の引張強さおよび降伏点は 0.32 mm 厚さの薄板より高く、かつ実験荷重が降伏点以下になる