

(討22) 低炭素鋼の加工による格子欠陥とその消滅過程

京大工学部 高村仁一, 高橋 功, 天野宗幸

本研究は、冷間加工された低炭素鋼の等時焼鈍過程における格子欠陥の消滅過程をらびに炭素の状態変化を、電気抵抗、変形応力および電子顕微鏡法観察などを利用して明らかにしようとしたものである。低炭素鋼冷間加工材の電気抵抗による等時焼鈍の研究は色々行われており(例えば吉川ら1964;菅野ら1965; Cuddy 1965),炭素原子の転位への凝集による 100°C 附近のstageと、 200°C 以上でのセメントイトの析出によるstageのあることは、かなりよく知られている。しかし乍ら加工された低炭素鋼の 400°C 以上の焼鈍で起ると考えられる転位の消滅については、いままで一度も報告されていない。これは恐らく、温度の上昇と共に増加してゆく炭素の固溶度のおかげにかくれて、転位の消滅に起因する電気抵抗の減少を見出すことが困難であったためと考えられる。ここでは、等時焼鈍温度からの冷却速度を注意することによって、転位の消滅過程に対応するstageを見出せること、またその温度は試片の純度に依存すること、および加工により形成される格子欠陥の量は固溶炭素量と共に変化すること、などを報告しようとするものである。

主として用いた材料は、電解鉄を高周波溶解後、数回のコンセルワーク溶解を行ない、鍛造後1mm中に線引したもので、電顕観察用には1mm厚の板状試片を用いた。その分析成分は次のTableにおける試片#Eに示される。また比較材としてJohnson-Matthey社製純鉄(下表の試片#JM)を、 10^{-7}torr 程度の低真空中で数100時間焼鈍($500\sim 700^{\circ}\text{C}$)の後、 500°C 以下で乾水素還元して得られた高純度鉄をも用いた。この純化鉄の純度の目安として、 25°C と -195°C の電気抵抗比 R で示せば、#JMの乗数で $R \approx 9$ のものが、 $R = 17.0 \sim 17.3$ 程度まで純化される。また $R = 17.3$ の試片における 25°C と液体ヘリウム(4.2°K)の電気抵抗比は215であった。また高純比較材の(C+N)の総量は、その電気抵抗への寄与を $25 \times 10^{-6} \Omega \text{cm} / \text{wt} \%$ (藤田ら1964; Cuddy 1965)とすれば、 10^{-1}ppm 程度である。

Specimen	C	N	O	P	S	Mn	Si	Al	Cu	Ni	Cr
# E	0.031	0.002	0.0005	0.002	0.006	<0.001	0.005	0.005	<0.001	0.007	0.003
# JM	0.004	0.0222	0.0042	<0.001	0.002	<0.001	0.001	<0.001	<0.001	<0.001	<0.001

(wt %)

試片#Eは液体化処理(真空中にて 800°C より急冷)の後、 -75°C で20%の伸びをよえ、 $-75^{\circ}\text{C} \sim 800^{\circ}\text{C}$ の温度範囲で 20° の间隔で5min. 宛の等時焼鈍を行い、その電気抵抗変化は液体窒素中(-195°C)において、変形応力(下降伏桌)は 25°C で測定した。但し高純比較材の変形温度としては -75°C の外に 25°C も選んだが、その歪量は試片#Eと同じく20%である。変形はインストロン型引張試験機を用い、その歪速度は $3 \times 10^{-4} / \text{sec}$ である。

Fig. 1

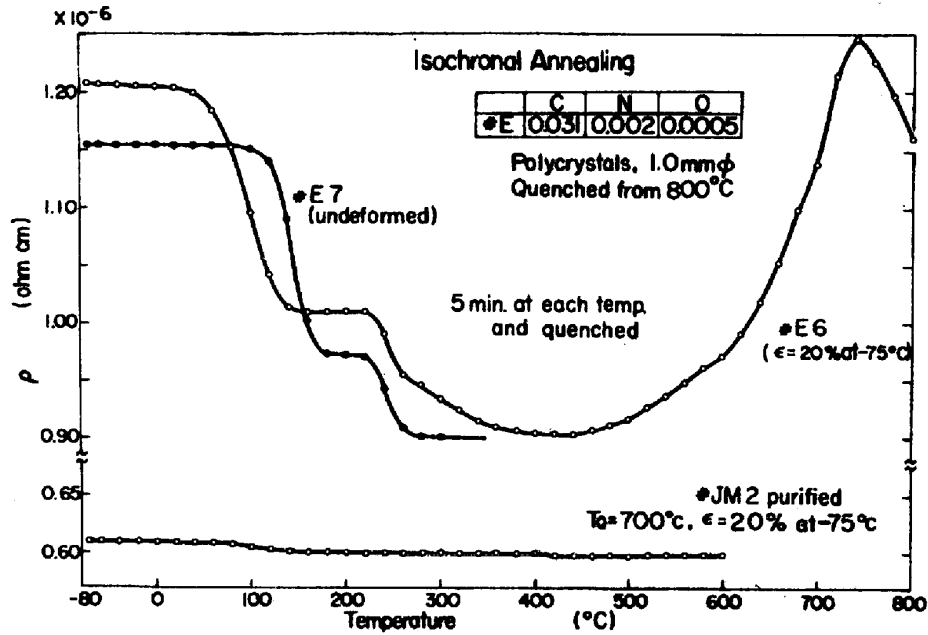


Fig. 2

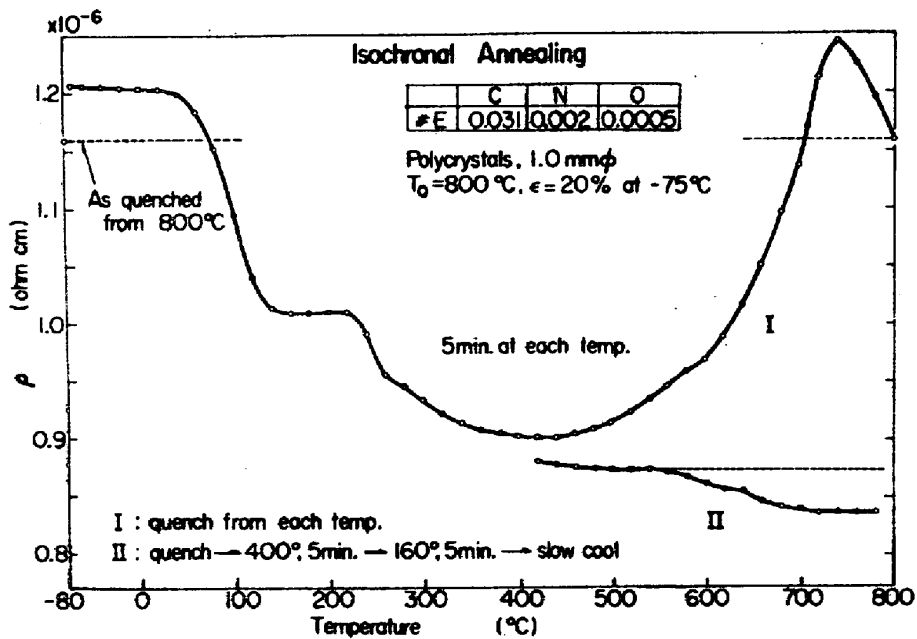


Fig. 1 は、試片 #E を 800°C から急冷しただけのもの（黒丸）と急冷後 -75°C で 20% 伸びを与えたもの（白丸）、および高純比較材 #JM を、模型炉中で等時焼鈍し、それぞれの温度から 0°C の真空油中に焼入した場合の電気抵抗変化を示したものである。試片 #E の二つの曲線から明らかのように、250°C を中心とする stage は加工の有無にかかわらずその温度が定まっているのに対して、100°C 前後の stage は加工により低温側にずれる。250°C の stage はセメントの析出、100°C 前後の stage は転位への炭素の凝集によるものであるが、後者の過程は加工により導入された転位の存在によって促進されることが合符する。また転位の存在は 300°C 附近での析出に影響を与えることも明らかである。なお Fig. 1 から明瞭ではないが、加工材だけに現われる -20°C 附近の小さい stage がある。これはおそらく藤田ら (1964) が指摘しているように、奥変形の回復に関連するものである。

Fig. 1 を注意してみると、高純比較材 #JM には 400°C 附近に電気抵抗の減少がみられるにもかかわらず、低炭素鋼 #E にはこのような stage は全くみられないばかりでなく、^{温度と共に}抵抗の急激な増加がみられるのみである。これは等時焼鈍温度から急冷したための固溶炭素量の急増によるものと考えられる。この点を考慮して Fig. 2 では、固溶炭素の影響を除去するために、等時焼鈍の各温度から急冷する代わりに徐冷した場合の抵抗変化（曲線 II）を、Fig. 1 の急冷した場合（曲線 I）と対比させたものである。このように処理によつてはじめて、新しい二つの stage が図のように明らかにされたのである。これらの stage に関連して電子顕微鏡観察の結果、550°C から始まる stage は転位の回復による亜粒界の形成、650°C からの stage は固結晶による転位の完全消滅によることが明らかにされた。

このことは変形能力（下降伏兵）と電気抵抗変化とを対比させた Fig. 3（低炭素鋼 #E）と Fig. 4（高純比較材 #JM）とみれば、一層明瞭である。ただし高純比較材

Fig. 3

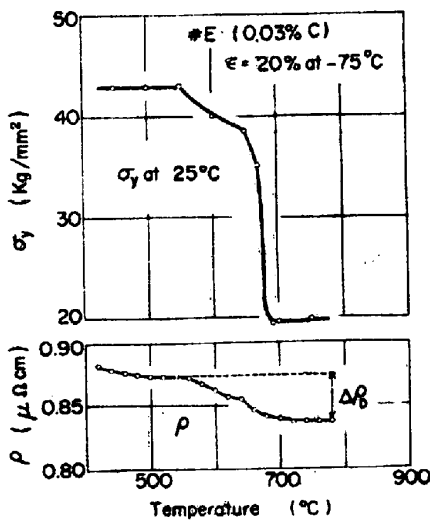
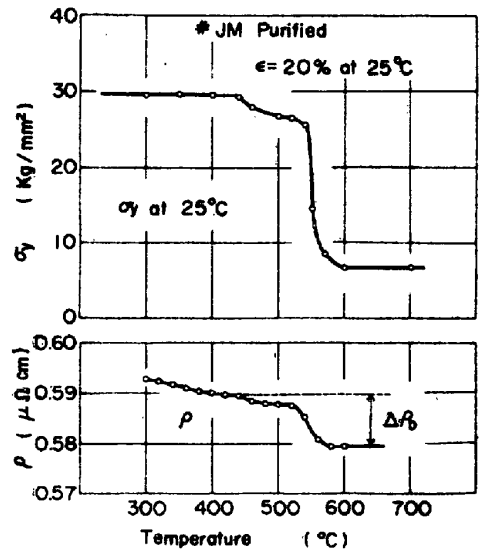


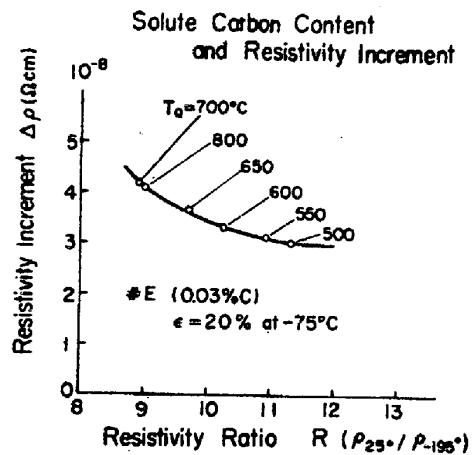
Fig. 4



#JMでは、転位の回復ならびに再結晶温度は、試片#Eよりほぼ100°だけ低温側にずれている。いづれの試片においても、しかし乍ら、転位の回復の始まる直前の変形応力 σ_y (例えば#Eでは500°C, #JMでは400°Cでの σ_y) は、等時焼鈍開始の際の σ_y と殆んど変わらない。すなわち等時焼鈍による軟化はおこらない。このことは Cuddy (1965) の指摘とは異なり、高純比較材でさえも400°Cまでは転位の消滅が殆んど起らないことを示している。

このような加工材の回復および再結晶に伴う電気抵抗の減少量から、変形により形成される転位密度を求めることが出来る。いま転位の電気抵抗への寄与をほぼ $1 \times 10^{-18} \Omega \text{ cm}^3$ (但し N は転位密度) とすれば、低炭素鋼 #E では $N \approx 4 \times 10^{10} / \text{cm}^2$ 、高純比較材 #JM では $N \approx 1 \times 10^{10} / \text{cm}^2$ の転位密度が得られる。この事は、加工により形成される格子欠陥の量が炭素量によって異なることを示唆する。このことを確かめるため、試片#Eを用いて溶体化処理温度を色々変えて(500~800°C), -75°Cで20%の伸びを与えた場合の抵抗増加量を示したのが Fig. 5 である。但し最高加熱温度を800°Cに定めたので、結晶粒度は各試片の間では全く同じである。この図の横軸は固溶炭素量の目安としての抵抗比 R である。この図から固溶炭素量が多いほど、形成される格子欠陥の量が多いことが分かる。一方、変形による全抵抗増加量から、転位の消滅による電気抵抗変化量を差引いた値は、炭素欠陥の形成量と与える筈である。いま炭素欠陥の電気抵抗への寄与を大まかに $2.5 \times 10^{-6} \Omega \text{ cm} / \text{atomic \%}$ とすると(藤田ら1964), 本研究に用いた試片(20%伸び)における炭素欠陥の濃度として、 $(4 \sim 8) \times 10^{-5}$ を得る。

Fig. 5



以上を要するに、本実験温度範囲内で見出された低炭素鋼試片#Eの等時焼鈍における主な stage は、-20°, 100°, 250°, 300°, 600°および700°Cを中心にした6つである。これらのうち-20°Cのは炭素欠陥、600°Cは転位の回復、700°Cのは転位の完全消滅によるものであり、250°Cおよび300°Cの変化の大部分はセメントタイトの形成によるものである。100°Cの stage は炭素の転位への凝集のほかに、原子空孔の消滅を含むと思われるが、炭素原子との相互作用のためその分離は困難である。もう一つの結論は、固溶炭素量が多いほど加工によって形成される格子欠陥の量が多くなることである。