

(討24)

鉄中の炭素と加工による格子欠陥

京大工学部

高村仁一 高橋 功

さきに(1966年鉄鋼協会秋期大会), 冷間加工された低炭素鋼の等時焼鈍過程を電気抵抗的に測定して, 転位の消滅に対応する stage を見出し, この stage の大きさから加工により形成された転位密度を求めることができることを報告した. この方法の原理は, さわめて単純であって, 等時焼鈍温度から室温までゆっくり徐冷することである. いままでこのような転位の消滅に対応する stage が見出されなかったのは, 等時焼鈍温度からの冷却法を厳密に規制しなかったために, 等時焼鈍温度での固溶炭素が冷却過程で完全にマトリックスから追いつかれず, 試片内に過剰に固溶している炭素量がまちまちで, これが電気抵抗の値をバラつかせていたためである. また等時焼鈍温度から一回毎に急冷した場合には, 固溶炭素量の増加にともなう電気抵抗の急激な上昇にマスクされて, 転位の消滅に対応する電気抵抗の減少を見出すことが困難である. われわれの用いた電気抵抗法と変形応力の比較とから, Cuddy (1965)の主張とは異なり, Johnson-Matthey社製純鉄をさらに高純化した試片($C \approx 10^{-7}$ ppm)においてさえも, 5分間の等時焼鈍では 400°C までは転位は全く消滅しないことが明らかとなった. また変形による電気抵抗の増加量と等時焼鈍における転位の消滅に対応する抵抗変化量を知ることによって, 変形により形成される炭格子欠陥の量も求め得ることを示した. 本報告では, 加工によって導入される格子欠陥の量が固溶炭素量に依存することおよび同一炭素量であれば, 結晶粒度とともに変化することなどを報告しようとするものである.

用いた材料は, 電解鉄を高周波溶解後, 数回の消耗電極型真空溶解を行ない, 鍛造後 1mm に線引したもので, その分析成分はTable 1の#A(0.002% C)#E(0.031% C)#F(0.010% C)に示す通りである. また比較材として, Johnson-Matthey社製純鉄(Table 1の#JM)を 10^{-4} torr.程度の低真空中で数100時間の焼鈍($500 \sim 700^{\circ}\text{C}$)の後, 500°C 以下で乾水素還元して得られた高純度鉄#JM purified ($C \approx 10^{-7}$ ppm)をも用いた.

Table. 1

	Chemical Composition						
	(wt.%)						
	C	N	O	P	S	Mn	Si
# A	0.002	0.0041	0.0176	0.002	0.007	0.003	<0.001
# E	0.031	0.0020	0.0005	0.002	0.006	<0.001	0.005
# F	0.010	0.0012	0.0059	0.002	0.006	<0.001	0.001
#JM	0.004	0.0222	0.0042	<0.001	0.002	<0.001	0.001

Table 2は試片#E(0.031% C)および#JM purified ($C \approx 10^{-7}$ ppm)の結果を示したものである. 試片#Eは 800° および 700°C より急冷の後, -75°C で20%の伸びを与え, 20°C の間隔で5min.宛の等時焼鈍の各温度から徐冷して, 液体窒素温度(-195°C)で電気抵抗変化を測定した.

高純度比較材の変形温度は25°C, 歪量は試片#Eと同じ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 $3 \times 10^{-4} \text{sec}^{-1}$ である. Table 2中の $\Delta\rho(\text{total})$ は20%引張直後と引張前の抵抗の差, $\Delta\rho_d$ は等時焼鈍によって求められた転位の消滅による抵抗変化量である. 従って $\Delta\rho - \Delta\rho_d$ は変形により形成された点欠陥による抵抗増加量を意味する. いま転位ならびに点欠陥の電気抵抗への寄与をそれぞれ, $\rho_{\text{disloc.}} \approx 1 \times 10^{-18} \Omega \text{cm}^3$, $\rho_{\text{pt. def.}} \approx 2.5 \times 10^{-6} \Omega \text{cm/at.}\%$ とすれば, 20%変形により形成された転位ならびに点欠陥の量はTable 2の下段に示す通りである. この結果で注意を要することは, 焼入温度 $T_0 = 800^\circ\text{C}$ と 700°C とで転位密度がかなり異なることである. このことは加工により形成される転位密度が固溶炭素量によって異なることを示している.

Table. 2

Resistivity Increment ($\epsilon = 20\%$)

	#E (0.03%C)	#J Mpurified	
T_0 ($^\circ\text{C}$)	800	700	—
$\Delta\rho$ (total)	4.8	3.6	2.0 $\times 10^{-8} \Omega \text{cm}$
$\Delta\rho_d$ (disloc.)	3.7	2.7	1.0 $\times 10^{-8} \Omega \text{cm}$
$\Delta\rho - \Delta\rho_d$	1.1	0.9	1.0 $\times 10^{-8} \Omega \text{cm}$

Disloc. Density and Point Defect Conc.

Dislocation	3.7	2.7	1.0	$\times 10^{10} \text{cm}^{-2}$
Point Defect	4.4	3.6	4.0	$\times 10^5$

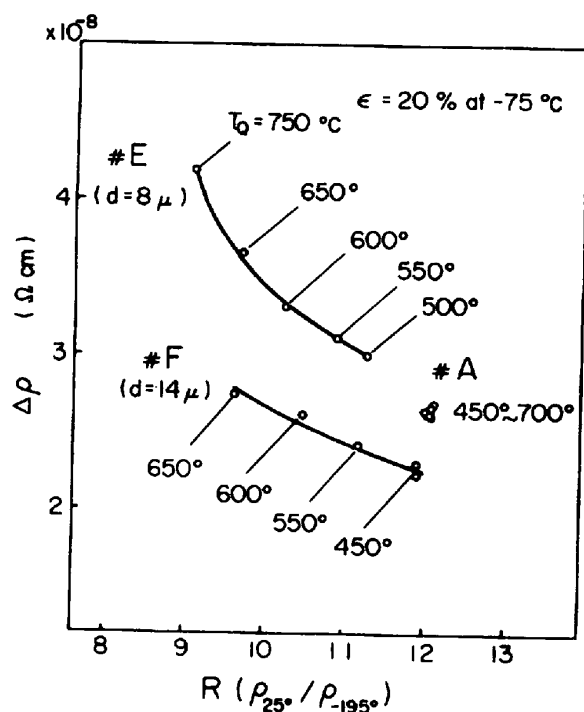
assuming $\rho_{\text{disloc.}} \approx 1.0 \times 10^{-18} \Omega \text{cm}^3$ $\rho_{\text{pt. def.}} \approx 2.5 \times 10^{-6} \Omega \text{cm/at.}\%$

このことをさらに確かめるために, 焼入温度を色々変えて固溶炭素量を変化させ -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.1である. この図で横軸は, 25°C と -195°C での電気抵抗の比 R であるが, これは固溶炭素量の目安であり, 実際に図から明らかたように焼入温度が低いほど R の値は大きい. 試片#A(0.002%C)では, 450°C から 50°C 間隔で 700°C まで色々焼入温度を変えてみたが, 図から明らかたように R の値はほぼ一定であり, 20ppmの炭素は 450°C 以上で完全に固溶していることを示している. なおTable.1から明らかたように, 試片#Aは少量の酸素を含有しているにも拘らず R の値が焼入温度によって変らないことは, $T_0 = 450 \sim 700^\circ\text{C}$ の範囲では酸素の固溶量は少なく殆ど変化しないことを示唆するものであろう.

Fig.1から分かることは, (1)試片#Eおよび#Fでは固溶炭素量の増大とともに変形による電気抵抗量 $\Delta\rho$ が増加していること (2)試片#Aでみられるように, 固溶炭素量が同じならば $\Delta\rho$ の値は殆ど変らないこと (3)同じ焼入温度を比較した場合結晶粒が細かいほど $\Delta\rho$ が大きいこと などである. 上記の項目(2)の事実は, 700°C 程度からの凍結原子空孔は変形による電気抵抗の増加には殆ど寄与していないことを示している. 試片#E(0.03%C)と#F(0.01%C)との $\Delta\rho$ の差が固溶炭素以外のセメントタイトの量の差によるものではないことは, 試片#Eまたは#Fの焼入温度の影響をみれば明らかである. すなわち, 焼入温度が低いほどセメントタイトの量は多い筈であるのに $\Delta\rho$ は小さいこと

から、 $\Delta\rho$ の増加によってセメントタイトの存在が大きな効果をもつとは考えられない。従って試片#Eと#Fとにおける $\Delta\rho$ の比較的大きい差は、これらの試片の結晶粒度に関連しているものと考えられる。

Fig. 1



この結晶粒度の差による電気抵抗変化量を調べるため、試片#Fについて最高加熱温度をかえて、粒度を $13\sim 30\mu$ の範囲に調整し、2種類の焼入温度(650° および 550°)で固溶炭素量を変え、 -75°C で20%の伸びによる抵抗増加量を求めたのがFig. 2である。図から明らかのように結晶粒が小さいほど、また固溶炭素量が多いほど抵抗増加量は大きい。

以上要するに低炭素鋼の冷間加工によって形成される格子欠陥の量は、固溶炭素量ならびに結晶粒度に着しく支配され、しかもその格子欠陥の大半は転位密度の増加によるものである。

最後に本実験に協力してくれた小野健史君に感謝する。

Fig. 2

