

# $\alpha$ -Feの強度・再結晶温度・Snoek ピークにおよぼす

## 7055 / As, Sb, Sn の影響\*

添野 浩\*\*・土屋 正利\*\*\*

### Effects of Arsenic, Antimony and Tin on Strength, Recrystallization Temperature and Snoek Peak of Alpha Iron

Kō SOENO and Masatoshi TSUCHIYA

#### Synopsis:

Effects of arsenic, antimony and tin on strength, recrystallization temperature and Snoek peaks of alpha iron were investigated. It was found that the increase in tensile strength caused by cold drawing became larger in the order, arsenic, tin and antimony addition. Effect of arsenic on the recrystallization temperature of alpha iron was not observed, on the contrary, antimony and tin affected the recrystallization temperature and it rose about 90°C. Changes in tensile strength and in electrical resistivity at liquid nitrogen temperature after aging the alloys quenched from 950°C were also investigated. The changes assumed to be due to precipitation were found in the alloys bearing more than about 0.25 atomic per cent antimony and tin, but were not found in the alloys containing less than 0.045 atomic per cent of antimony and 0.094 atomic per cent of tin, and less than 0.38 atomic per cent of arsenic.

The internal friction peaks owing to carbon and nitrogen were investigated by using the alloys containing about 0.25 atomic per cent arsenic, antimony and tin. In addition to the usual carbon and nitrogen peaks, abnormal peaks were observed on high temperature side of the usual peaks. Activation energies of the abnormal peaks were determined as 19.1 kcal/mol in Fe-As-N, 19.2 kcal/mol in Fe-Sb-N, 20.0 kcal/mol in Fe-As-C, 21.5 kcal/mol in Fe-Sb-C, 21.2 kcal/mol in Fe-Sb-C, and 22.5 kcal/mol in Fe-Sn-C.

(Received Aug. 26, 1969)

## 1. 緒 言

As, Sb, Snなどは鉄鋼に有害な不純物とみられ、鋼におよぼす影響については多くの研究がなされている<sup>1)~9)</sup>。しかしこれら不純物の影響を基礎的に検討した研究は比較的少ないので、本報告では純鉄に上記の不純物元素を添加して強度、再結晶温度、CおよびNのSnoekピークにおよぼす影響、さらに時効にともなう比抵抗、引張り強さなどの変化から析出の有無を調べた結果などについて述べる。

## 2. 実験方法

### 2.1 試料

試料の溶解に用いた純鉄は、電解鉄(純度99.9%)を約5mm角に砕き、パラジウムはくを通して浄化したH<sub>2</sub>中で650°~700°Cで8hr還元後、950°~1000°Cで8hr真空焼鈍して、これを電子線衝撃溶解炉の水冷銅るつぼ(Fig. 1)に約2kg装入し、10<sup>-5</sup>mmHgの真空中で電子ビームを照射してくり返し溶解したもので

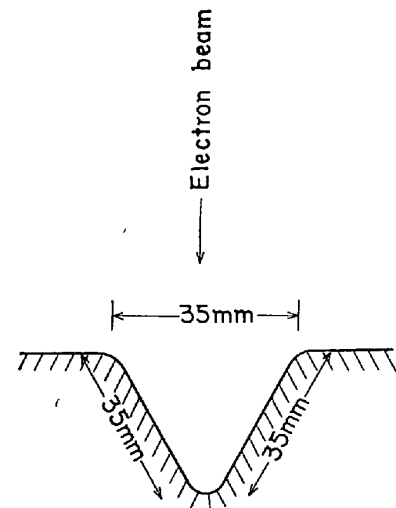


Fig. 1. Cross section of water-cooled copper crucible for hearth-melting method (Length: 300 mm).

\* 昭和44年8月26日受付

\*\* (株)日立製作所 日立研究所 工博

\*\*\* (株)日立製作所 日立研究所

Table 1. Hydrogen, nitrogen and oxygen contents of iron used.

H ppm	N ppm	O ppm
1.2~2.4	12~53	460~650

ある。いわゆるハース溶解とよばれる方法で、電子ビームを 30cm/hr の割合でつぼの長さ方向にそつてゆつくり移動させ、6 回くり返した後インゴットを裏返して再び前と同様 6 回くり返した。くり返し溶解によつて鉄が蒸発し、約 0.8~1.0 kg に減少する。なおこの溶解方法で Cu が不純物として含有されないことは分光分析で確認しており、またインゴットの 1 部を真空溶融法でガス分析した結果を Table 1 に示すが、酸素成分がかなり高い。

上記の純鉄に As(99.5%), Sb(99.9%), Sn(99.9%) P(99.99%), S(99.9%) などそれぞれ単独に添加して非消耗電極型アーク炉で母合金 Fe-1.34 wt% As,

Fe-23.1 wt% Sb, Fe-23 wt% Sn, Fe-0.5 wt% P, Fe-0.2 wt% S を作成した。母合金の化学分析を行なつた後、目的とする合金成分になるようハース溶解純鉄と母合金とを秤量配合(総量約 50 g)し、非消耗電極型アーク炉で Table 2 に示す試料を溶製した。P, S を添加した試料を作成したのは、As, Sb, Sn の影響を P, S のそれと比較するためである。鍛造によつて 10 mm  $\phi$  丸棒を作成し、1000°C で 24hr 真空焼鈍を行ない、冷間加工で 2 mm  $\phi$  の丸棒にして、C および N を除去するため 650°C で 48~60hr 湿水素焼鈍した。C および N 量は内部摩擦の測定によつてチェックした。すなわち 2 mm  $\phi$   $\times$  110 mm  $l$  に切断した試料を  $\alpha \rightleftharpoons \gamma$  変態を行なわせて集合組織をランダム化した後、700°C から水冷して約 630 c/s の横振動で内部摩擦を測定し、N による Snoek ピークの高さが  $Q^{-1} (= \delta / \pi, \delta$  は対数減衰率) であらわして  $(3 \pm 1) \times 10^{-4}$  の範囲に減少したものをういた (C のピークは測定されない)。このピークに相当する N の濃度を、青木らの研究結果<sup>10)</sup>から推定すると  $6 \pm 2$  ppm である。以上のように調整した試料を適当

Table 2. Chemical compositions of alloys used.

Alloy system	Mark	Element (at%) Analysed value	Note
Fe-As	Fe-0.4 at% As	0.38	Diluted Fe-0.1 at% As with iron
	Fe-0.25 at% As	0.22	
	Fe-0.1 at% As	0.075	
	Fe-0.0075 at% As	0.053	
	Fe-0.05 at% As	0.032	
	Fe-0.0075 at% As		
Fe-P	Fe-0.135 at% P	0.105	
	Fe-0.09 at% P	0.064	
	Fe-0.018 at% P	0.018	
	Fe-0.002 at% P	0.01	
Fe-Sb	Fe-0.35 at% Sb	0.31	Diluted Fe-0.1 at% Sb with iron Diluted Fe-0.05 at% Sb with iron
	Fe-0.25 at% Sb	0.23	
	Fe-0.1 at% Sb	0.06	
	Fe-0.075 at% Sb	0.045	
	Fe-0.05 at% Sb	0.035	
	Fe-0.025 at% Sb	0.018	
	Fe-0.006 at% Sb		
Fe-0.0035 at% Sb			
Fe-Sn	Fe-0.4 at% Sn	0.39	Diluted Fe-0.1 at% Sn with iron Diluted Fe-0.05 at% Sn with iron
	Fe-0.25 at% Sn	0.25	
	Fe-0.1 at% Sn	0.094	
	Fe-0.075 at% Sn	0.075	
	Fe-0.05 at% Sn	0.054	
	Fe-0.025 at% Sn	0.025	
	Fe-0.0094 at% Sn		
Fe-0.0054 at% Sn			
Fe-S	Fe-0.035 at% S	0.035	
	Fe-0.017 at% S	0.017	
	Fe-0.013 at% S	0.013	
	Fe-0.009 at% S	0.009	

な線径に線引きして各種の実験に用いた。

## 2.2 引張り試験

アムスラー社製微小万能試験機を用いた。試験片の寸法は  $0.5 \text{ mm } \phi \times 20 \text{ mm } l$  で、cross head 間の距離  $10 \text{ mm}$  にして試験片を固定し、一方の cross head を  $16 \text{ mm/min}$  の速さで移動させて試験を行なった。荷重と伸びが光学でこで拡大されて写真乾板上に記録されるので、これから引張強さ、cross head 間の距離  $10 \text{ mm}$  当たりの伸び率などを求めた。

## 2.3 比抵抗および内部摩擦の測定

不純物元素の析出を調べるため、通常の電位差計法で液体窒素温度 ( $-196^\circ\text{C}$ ) における比抵抗変化を測定した。すなわち  $0.01 \Omega$  の標準抵抗を用いて、 $0.5 \text{ mm } \phi \times 80 \text{ mm } l$  の試料に  $0.1 \text{ A}$  の定常電流を流し、試料上の規定寸法間の電位差を測定して比抵抗を求めた。

Snoek ピークの測定は  $5 \text{ c/s}$  (試料寸法、 $1.5 \text{ mm } \phi \times 60 \text{ mm } l$ )、 $1 \text{ c/s}$  ( $0.7 \text{ mm } \phi \times 160 \text{ mm } l$ ) および  $0.5 \text{ c/s}$  ( $0.5 \text{ mm } \phi \times 160 \text{ mm } l$ ) の振り振動と約  $550 \text{ c/s}$  ( $1.5 \text{ mm } \phi \times 110 \text{ mm } l$ ) の横振動で行なった。 $1 \text{ c/s}$  と  $0.5 \text{ c/s}$  の測定に用いた装置は  $\text{K}\hat{\epsilon}$  の振り振子で試料に約  $380 \text{ g/mm}^2$  の重量がかかり、 $5 \text{ c/s}$  の測定に用いた装置は逆吊り型の振子である。いずれの場合も  $200 \text{ Oe}$  の磁場中で測定を行ない、また横振動では  $120 \text{ Oe}$  の磁場中で測定した。なお装置の詳細は別に報告してあるので<sup>11)12)</sup>ここでは省略する。測定に用いる試料をあらかじめ  $650^\circ\text{C}$  で  $24 \text{ hr}$  湿水素焼鈍して  $\text{C}$  と  $\text{N}$  を除去し、これを  $420^\circ\text{C}$  で  $5 \text{ min}$   $\text{NH}_3$  ガスで窒化あるいは  $20\%$  のメチルアルコール水溶液を通した  $\text{H}_2$  雰囲気中で  $850^\circ\text{C}$  で  $1 \text{ hr}$  滲炭した試料をいずれも真空中に排気した石英管中に封じ、 $950^\circ\text{C}$  で  $8 \text{ hr}$  均質化し、そのまま水中に急冷するかあるいはいつたん  $850^\circ\text{C}$  まで冷却してその温度から急冷して測定を行なった。測定に用いた試料の  $\text{C}$  および  $\text{N}$  量はそれぞれ  $70 \sim 180 \text{ ppm}$  および  $80 \sim 160 \text{ ppm}$  の範囲である。

## 3. 実験結果および検討

### 3.1 加工硬化・固溶強化

$\text{N}$  の Snoek ピークを  $Q^{-1}$  であらわして  $(3 \pm 1) \times 10^{-4}$  に減少させた  $2 \text{ mm } \phi$  の試料をそれぞれ  $1.45$ ,  $1.15$ ,  $0.78$ ,  $0.64$ ,  $0.58 \text{ mm } \phi$  に冷間線引きし、純鉄および  $\text{Fe-As}$  は  $750^\circ\text{C} \times 2 \text{ hr}$ ,  $\text{Fe-P}$ ,  $\text{Fe-Sb}$ ,  $\text{Fe-Sn}$  は  $850^\circ\text{C} \times 2 \text{ hr}$  焼鈍後水冷して、これらの試料の直径を1回のパスで約  $5/100 \text{ mm}$  ずつ減少させ、最終線径を  $0.5 \text{ mm } \phi$  にして引張り試験を行なった。引抜き前の水冷試料の結晶粒度は  $\text{No } 2.5 \sim 4$  で、金属組織の観察では析

出相は認められない。なお合金の均質化温度は HANSEN の著書<sup>13)</sup>を参考にして定めた。結果の一部を Fig. 2 に示す。不純物量による引張り強さの差は加工度が増加するほど明確になるが、伸びは加工度が比較的小さい範囲で不純物量による差があらわれている。そこで各試料について Fig. 2 のごとき結果を求め、これから  $80\%$  の加工度に相当する引張り強さと  $35\%$  の加工度に相当する伸びとをよみとり、これらを不純物量に対して示すと Fig. 3 のようになる。加工硬化は  $\text{As}$ ,  $\text{Sn}$ ,  $\text{P}$  および  $\text{Sb}$  の順序で著しく、また伸びもほぼ上記の順序で低下している。 $\text{Fe}$  原子とそれぞれの元素の原子直径との差は  $\text{As} : 10\%$ ,  $\text{P} : 13\%$ ,  $\text{Sn} : 24\%$ ,  $\text{Sb} : 27\%$  で<sup>14)</sup>、したがって加工硬化傾向は  $\text{P}$  を除いて原子直径の差に対応して

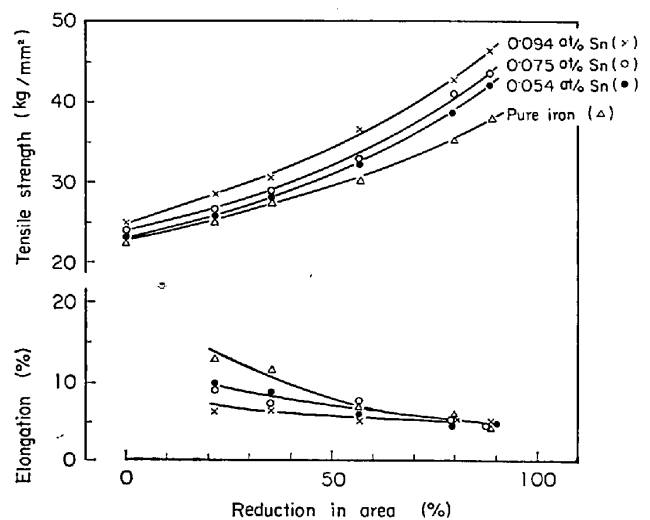


Fig. 2. Effect of cold drawing on tensile strength and elongation of Fe-Sn alloys.

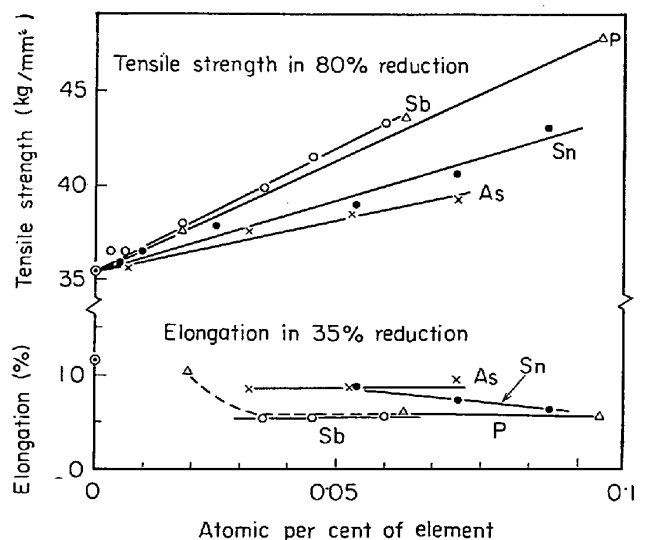


Fig. 3. Effects of impurity content on tensile strength in  $80\%$  reduction and on elongation in  $35\%$  reduction.

いる。なお Table 2 の Fe-S は、アーク溶解後 10 mm  $\phi$  の丸棒に熱間鍛造し、均質化焼鈍後ひんぱんに焼鈍をくり返しながらか冷間スエージして約 2~3 mm  $\phi$  までは加工しえたが、これを焼鈍して冷間引抜きを行なうと、湿水素焼鈍の有無にかかわらずいずれも 1~3 パスで破断し、引張り試験片を作成できなかつた。

Fig. 4 は湿水素焼鈍を十分に行なつて N の Snoek ピークが  $(3 \pm 1) \times 10^{-4}$  (推定 N 量:  $6 \pm 2$  ppm) のものと不十分な湿水素焼鈍で N のピークが  $(13.5 \pm 2) \times 10^{-4}$  (推定 N 量:  $30 \pm 5$  ppm) の試料とを用いて加工硬化を測定した結果を比較したもので、侵入型原子の濃度差に留意して測定を行なわないと不純物の影響を明らかにしえないことを示すものである。

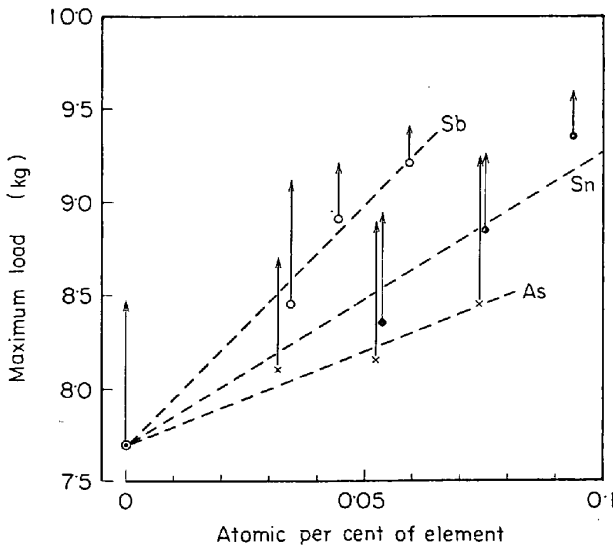


Fig. 4. Maximum load in tensile test of specimens, cold drawn 78%. Open circles, dots and crosses represent the values of specimens containing  $6 \pm 2$  ppm nitrogen. Pointed ends of arrows represent the values of specimens containing  $30 \pm 5$  ppm nitrogen.

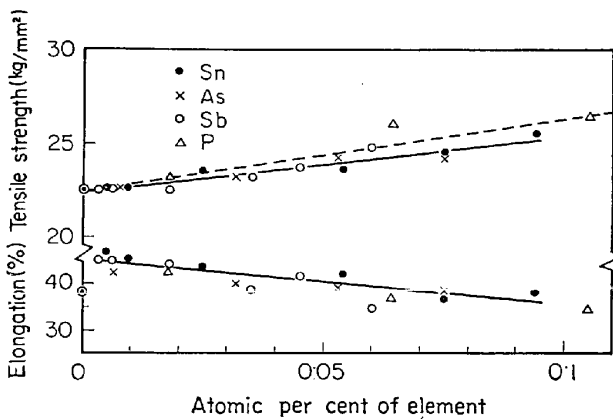


Fig. 5. Effects of impurity content on tensile strength and elongation of specimens quenched from  $650^\circ\text{C}$ .

Fig. 5 は結晶粒度を  $No. 6.5 \pm 0.5$  の範囲に調整した試料の引張り試験結果で、不純物の種類による差はあらわれていないが、引張り強さ、伸びとも不純物の増加にともなつて直線的に変化している。なお試料の侵入型原子濃度が小さいため、荷重-伸び曲線に Lüders strain はあらわれない。固溶強化量としては、引張り強さより降伏応力をとるのが妥当と考えられるが、伸びの記録倍率が 5.48 倍で小さく、降伏応力が正確に定められないため引張り強さのみを示した。

### 3.2 再結晶濃度

加工硬化の測定に用いた 78% の冷間引抜き線について焼鈍温度による引張り強さの変化を測定し、再結晶温度を調べた。結果の一部を Fig. 6 に示す。再結晶が最も顕著に進行する温度範囲で引張り強さが急減し、伸びが急増する。たとえば Fe-0.054 at% Sn の場合、焼鈍温度が  $550^\circ$  と  $575^\circ\text{C}$  の間でそのような急な変化がおこっているため、便宜上再結晶温度として  $550^\circ$  と  $575^\circ\text{C}$  の中間温度をとることにして、添加元素量と再結晶温度との関係を示すと Fig. 7 のようになる。なお比較

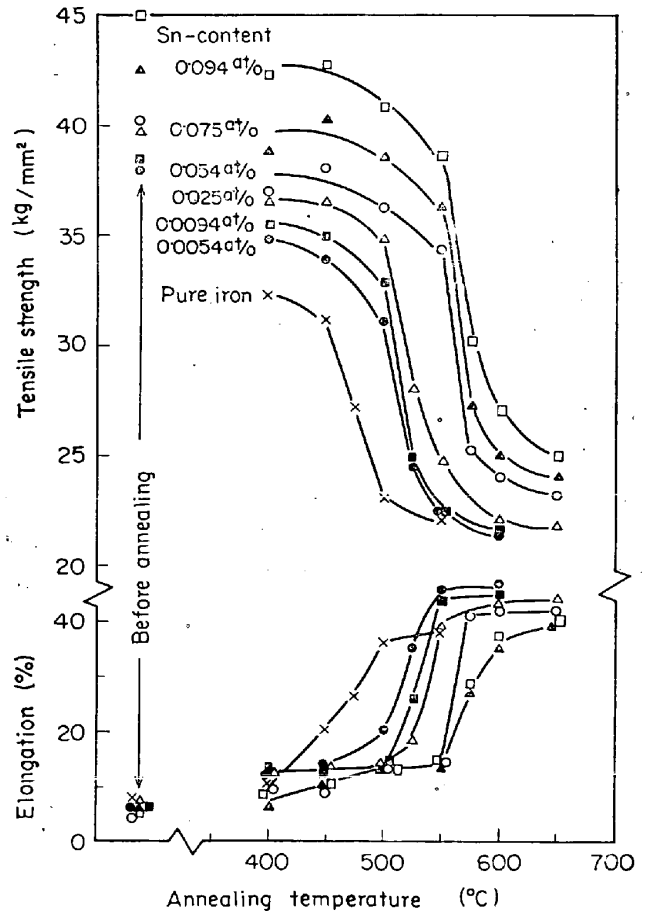


Fig. 6. Annealing curves of Fe-Sn alloys. All alloys were cold drawn 78% and annealed for 30 min at temperature.

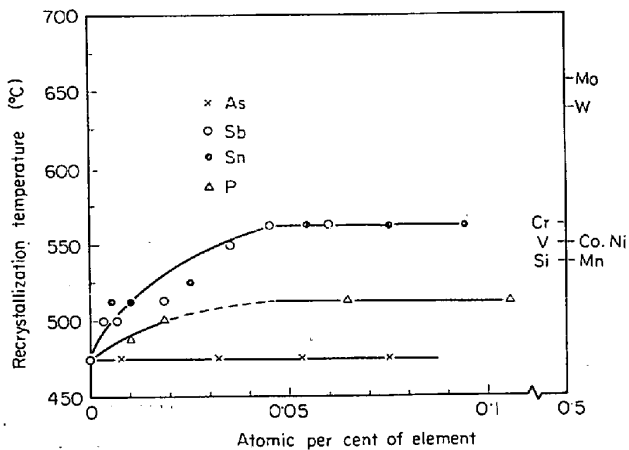


Fig. 7. Recrystallization temperature, compared with that of some iron alloys containing 0.5 atomic pct alloying element.

のために、湿水素焼鈍した Johnson-Matthey 社製分光分析標準用純鉄 (C および N の Snoek ピークは  $Q^{-1}$  であらわしてそれぞれ  $12.1 \times 10^{-4}$  および  $5.4 \times 10^{-4}$ ) で実験した結果も Fig. 6 に示したが、再結晶温度は本報のハース溶解純鉄と同様である。再結晶温度が微量の置換型不純物元素の影響を受けやすい<sup>15)16)</sup>ことを考慮すると、ハース溶解純鉄の純度がかかなり高いことが推定される。

再結晶温度は少量の添加元素によって顕著に影響され、さらに添加量を増しても再結晶温度の変化が緩慢であることが知られている<sup>15)16)</sup>。そこで本報と同じ方法で純鉄の再結晶温度におよぼす各種合金元素の影響を調べた結果<sup>17)</sup>から、0.5 at% の合金元素量に相当する再結晶温度をとってこれを Fig. 7 に比較して示したが、Sb および Sn は純鉄の再結晶温度をかなり上昇させる元素であることがわかる。

3.3 時効による引張り強さおよび比抵抗変化

不純物の析出を調べるため、950°C から水冷した試料を用い、焼戻し温度にともなう引張り強さおよび伸びの変化、等時々効にともなう比抵抗変化などを測定した。結果の一部を Fig. 8~Fig. 11 に示す\*。

Fe-As の場合、0.22 at% As が 350° から 550°C までの範囲でわずかに硬化しているが、これは 0.38 at% As の試料には認められず、また比抵抗変化 (Fig. 11) にもあらわれない。したがって 0.22 at% As に認められる上記の硬化が析出によるかどうか明らかでない。

Fe-Sb では 0.31 at% Sb と 0.23 at% Sb に析出に

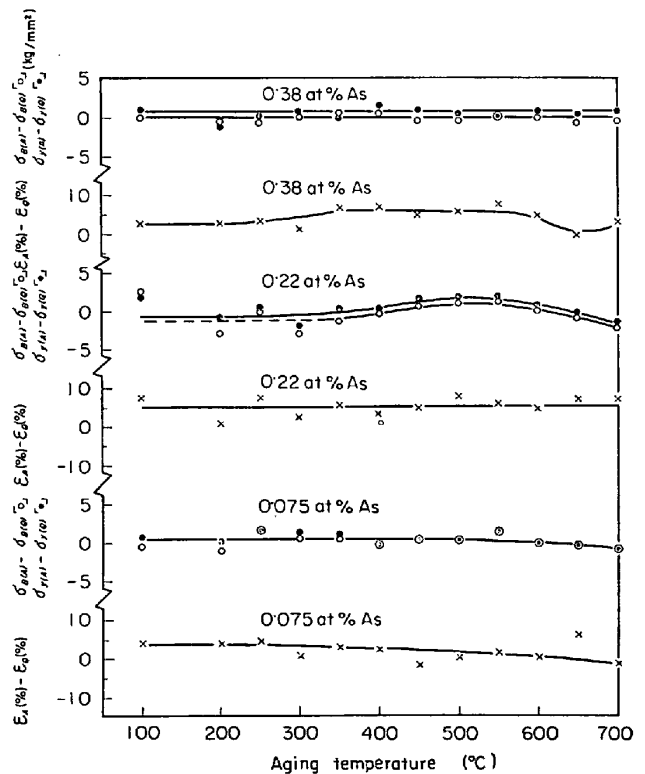
よる脆化が認められる (Fig. 9)。試料数の関係で 0.06 at% Sb については同様な引張り試験を行なえなかつたが、0.045 at% Sb 以下の試料には析出によるとみられる変化はあらわれなかつた。なお Fig. 11 に示すように、析出による比抵抗減少もわずかながら認められる。

Fe-Sn では、0.39 at% Sn に析出による著しい脆化が認められ (Fig. 10)、また比抵抗も減少する (Fig. 11)。0.25 at% Sn と 0.094 at% Sn も 550°C 以上で伸びが減少しているが、0.25 at% Sn は降伏応力もわずかに増加している傾向なので析出に対応する変化かもしれない。しかし 0.094 at% Sn の伸びの減少は析出によるかどうか明らかでない。

$\alpha$ -Fe に対する As, Sb, Sn などの固溶量は十分明らかにされていないが<sup>18)</sup>、引張り試験および比抵抗変化に関する限り、Fe-As は 0.38 at% As でも析出に対応する変化は認められず、また Fe-Sb, Fe-Sn も比較的高い濃度でないと析出による変化はあらわれない。したがって約 550°C 以上における固溶量が 0.1 at% より著しく小さいとは考えられない。

3.4 Snoek ピークにおよぼす影響

C あるいは N を固溶する  $\alpha$ -Fe に振動を与え、内部摩



\* Fig. 5 の場合と同様、侵入型原子濃度が小さいため、荷重-伸び曲線に Lüders strain があらわれず、荷重-伸び曲線が直線からはずれる点から降伏応力を求めたが、伸びの記録倍率 ( $\times 5.48$ ) が小さいため、引張り強さに比較して降伏応力の測定精度はおろる。

Fig. 8. Effect of aging temperature on strength and elongation.

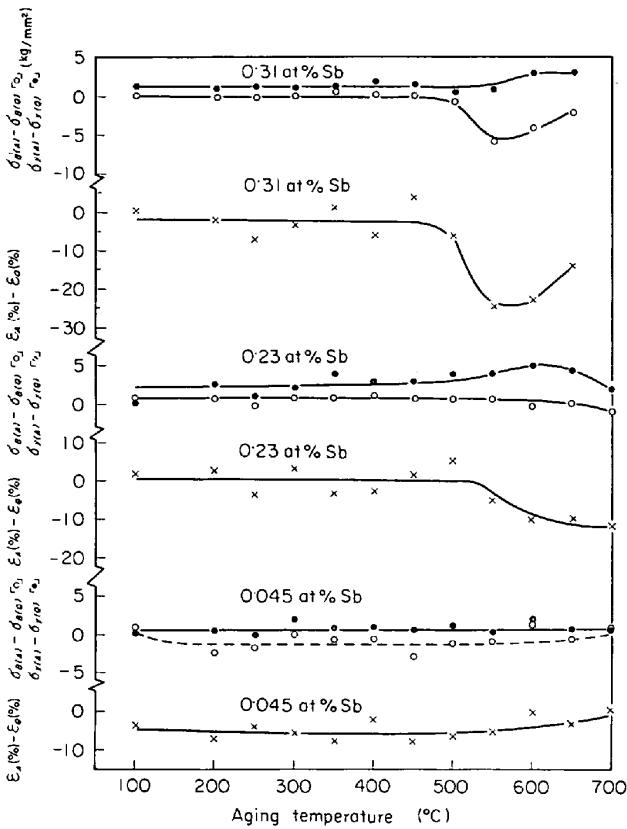


Fig. 9. Effect of aging temperature on strength and elongation marks in the figure are the same as Fig. 9.

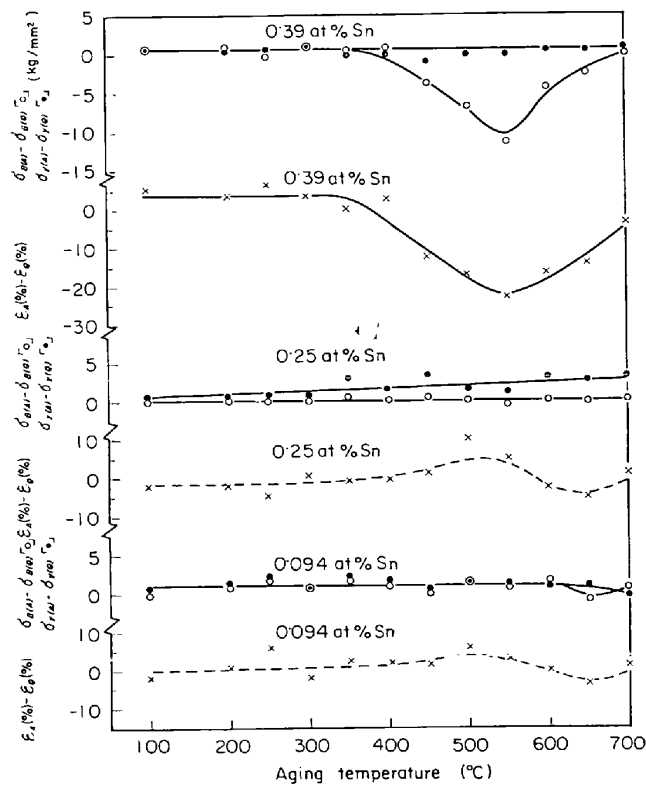


Fig. 10. Effect of aging temperature on strength and elongation marks in the figure are the same as Fig. 9.

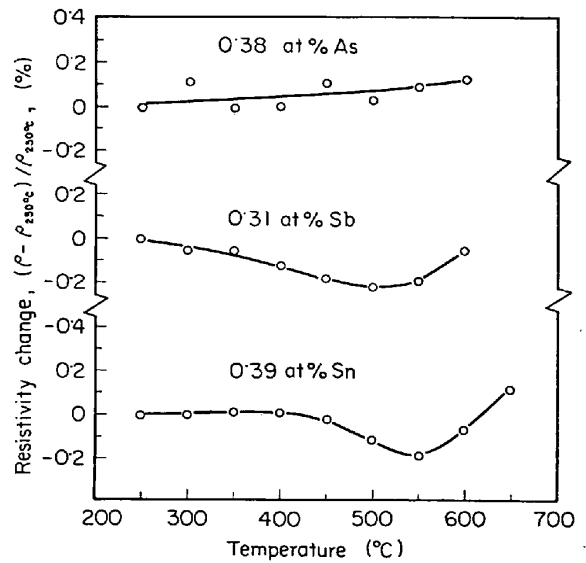


Fig. 11. Change in resistivity during isochronal aging (30 min at each temperature).

擦を温度の関数として測定すると、振動周波数によつて定まるある温度（以下これをピーク温度とよぶ）に最大値をもつ釣鐘型の曲線が得られる<sup>12)18)~20)</sup>。これを Snoek ピークとよび、振動周波数  $f$  (c/s) によるピーク温度  $T_p$  (°K) の移動から、C あるいは N が  $\alpha$ -Fe 中を移動するための活性化エネルギー  $H$  を求めることができる。すなわち、

$$\frac{H}{RT_p} = \ln \frac{1}{2\pi\tau_0} + \ln \frac{1}{f} \dots\dots\dots (1)$$

$R$  : ガス定数

$\tau_0$  : ピークの緩和時間  $\tau$  の頻度因子

$\alpha$ -Fe に異種原子を添加すると、 $\alpha$ -Fe の格子に歪を生じ、また異種原子と C あるいは N との間に相互作用があらわれるため、純鉄に比較して複雑なピークになる<sup>11)12), 21)~26)</sup>、この点を明らかにするため、As, Sb, Sn をそれぞれ約 0.25 at% 添加した試料に C, N を単独に添加して内部摩擦の測定を行なった。測定結果の一部を Fig. 12~Fig. 14 に示す。N の場合約 20°C, C の場合約 40°C に大きいピークがあらわれ、さらに高温側にもう 1 つ小さいピークが存在する。低温ピークのピーク温度と周波数との関係を測定した結果の一例を Fig. 15 に示す。同様な測定結果から低温ピークの活性化エネルギーを計算した結果を Table 3 に示すが、純鉄中の C および N の 20.5 kcal/mol<sup>20)27)</sup> および 18.2 kcal/mol<sup>20)27)</sup> と測定誤差範囲の差である。単一の緩和時間  $\tau = \tau_0 \exp(H/RT)$  で規定できるピークは、ピークの高さを  $Q^{-1}_{max}$  とすると、

$$Q^{-i} = Q^{-i}_{max} \operatorname{sech} \left\{ \frac{H}{R} \left( \frac{1}{T} - \frac{1}{T_p} \right) \right\} \dots\dots\dots (2)$$

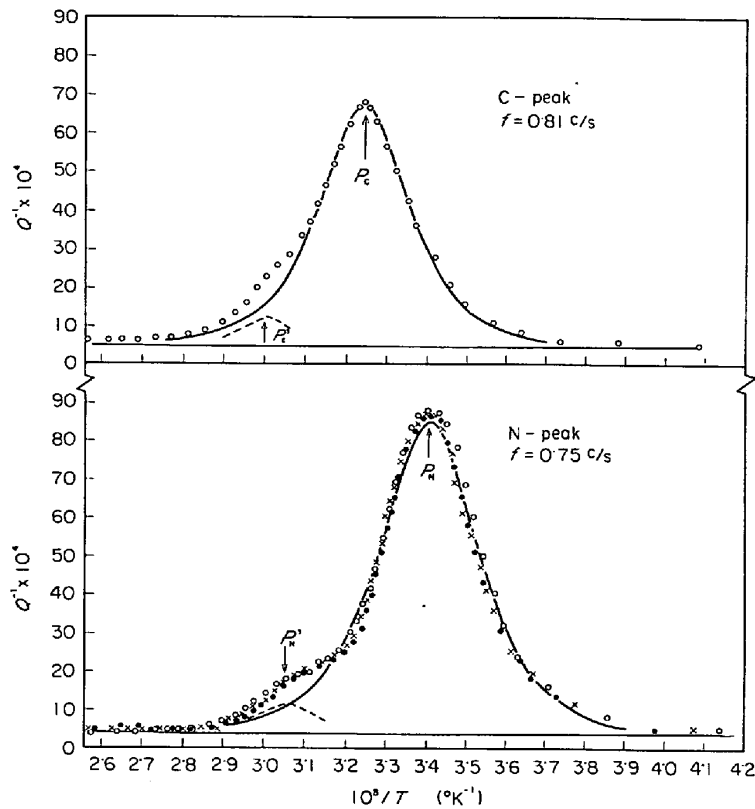


Fig. 12. Carbon and nitrogen damping peaks in Fe-0.22 at% As alloy.

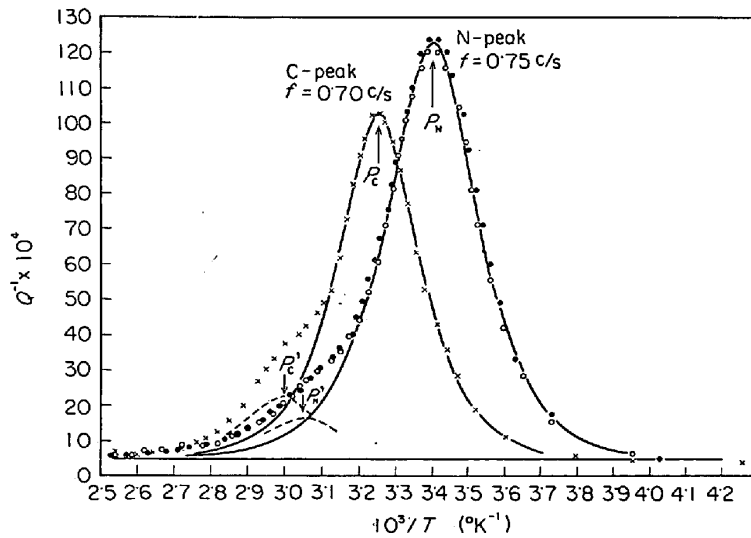


Fig. 13. Carbon and nitrogen damping peaks in Fe-0.23 at% Sb alloy.

の式から計算できる。Fig. 12~Fig. 14 に実線で示した曲線が(2)式による計算曲線で、破線で示した曲線は実測値から計算曲線を差引いた結果で、これによつて高温ピークのピーク温度が明らかになる。この方法で定めた高温ピークのピーク温度と周波数との関係を明らかにした結果の一部を Fig. 15 に示したが、Table 3 の高温ピークの活性化エネルギーは同様な結果から求めたものである。通例高温ピークは(2)式による計算曲線より幅の

ひろい曲線になるが<sup>11)12)28)</sup>、高温ピークが小さいため、幅ひろがりの問題は明らかにしえなかつた。

高温ピークは As, Sb, Snなどを添加するとあらわれるので、異種原子近傍のCあるいはNによるピーク、また低温ピークは異種原子の影響を受けないCあるいはNによるピークと考えられる。Table 3 から相互作用の大きさは Sn が最も大きく、As と Sb でほぼ同様な値である。相互作用の大きさは、単に原子の大きさだけに着

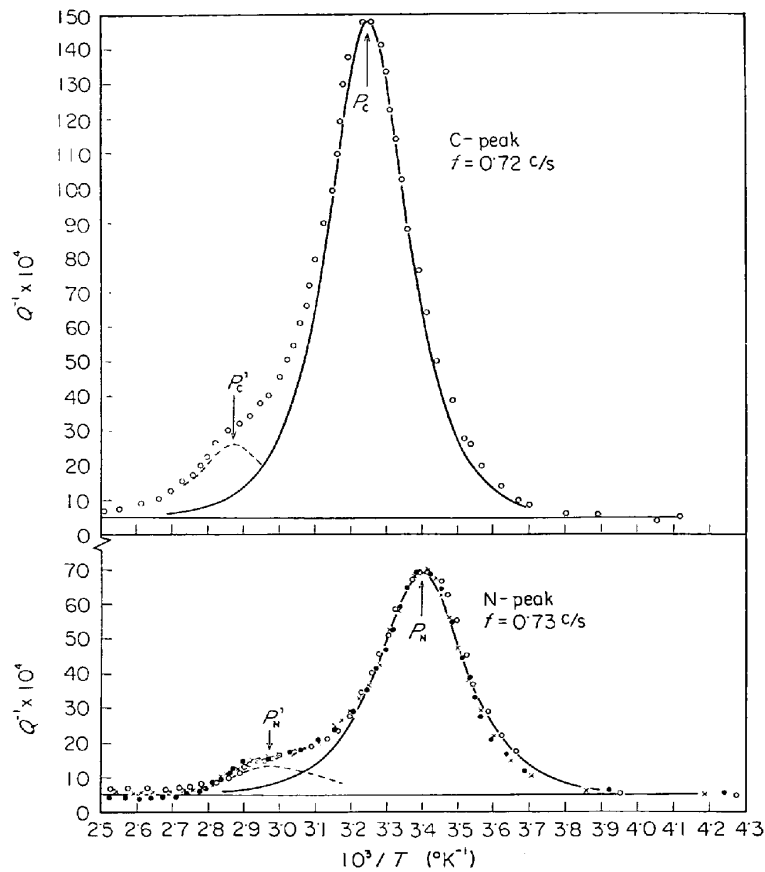


Fig. 14. Carbon and nitrogen damping peaks in Fe-0.25 at% Sn alloy.

Table 3. Activation energies of internal friction peaks.

	Nitrogen peaks		Carbon peaks	
	$P'_N$ kcal/mol	$P_N$ kcal/mol	$P_C$ kcal/mol	$P'_C$ kcal/mol
Fe-As	18.1	19.1	19.8	21.5
Fe-Sb	18.3	19.2	20.0	21.2
Fe-Sn	17.7	20.0	20.0	22.5
Mean value	18.0		19.9	

目した弾性論的な考え方では十分説明できないことが指摘されているが<sup>11)12)29)</sup>, Table 3 の結果もこの点を示唆している。

Fe-Sn-C の Snoek ピークはすでに岩間・堀田<sup>30)</sup>によって研究され、低温ピークの活性化エネルギーが 18kcal/mol に減少することが指摘されているが、本報の結果では低温ピークの活性化エネルギーの減少はいずれの場合も明らかに認められなかった。また以上の測定結果から、C, Nなどが As, Sb, Sn などの近傍に捕獲されることが明らかになったので、CやNの析出に対しても捕獲の影響があらわれることが考えられるが<sup>31)</sup>これに

関する研究は今後の問題である。

#### 4. 総括

本報告の要点をまとめると次のとおりである。

(1) 不純物量約 0.1 at% 以下の試料について、冷間引抜加工による加工硬化傾向をしらべた結果によると加工硬化は As, Sn, Sb の順序で著しく、Sb の加工硬化は P と同程度である。また S は 0.01 at% 程度の添加でも著しい脆化をひきおこし、その影響が最も大きい。

(2) 焼鈍試料では、引張り強さは不純物量の増加にともなつて増加し、伸びは減少するが、不純物の種類による差は認められなかった。しかし加工硬化傾向から推定して固溶強化も As, Sn, Sb の順序で大きいことが予想される。

(3) As は純鉄の再結晶温度にほとんど影響を与えないが、P は約 40°C, Sb, Sn は約 90°C 上昇させる。

(4) 950°C から水冷した試料の焼戻しにともなう引張り強さ、液体窒素温度における比抵抗変化などを測定したが、Fe-Sb, Fe-Sn はそれぞれ 0.23 at% および 0.25 at% 以上の試料に析出による変化が認められた。しかし 0.045 at% Sb および 0.094 at% Sn 以下の試料および Fe-As では 0.38 at% As の試料でも、明ら



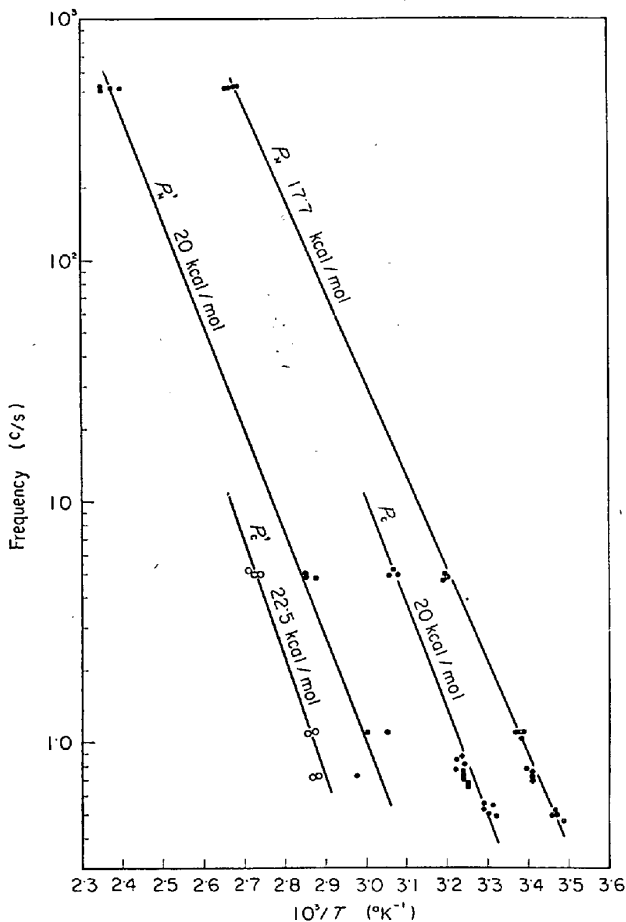


Fig. 15. Frequency dependence of peak temperature in Fe-0.25 at% Sn alloy.

かに析出によると思われる変化はあらわれなかつた。

(5) 約 0.25 at% の As, Sb, Sn を単独に含む  $\alpha$ -Fe の C および N の Snoek ピークを測定したが、純鉄と同じピークのほかに、高温側に不純物原子と C あるいは N との相互作用による第 2 のピークがあらわれる。相互作用の大きさは Sn が最も大きく、As と Sb はほぼ同程度である。

終わりに本研究を遂行するに当たり、熱心に測定に従事された坂本広志氏ならびに田口和夫氏に深甚なる謝意を表す。

#### 文 献

- 1) 学振第19委員会編: 鉄鋼と合金元素(上), p. 83, (下), (1966)335, 誠文堂新光社
- 2) G. W. AUSTIN, A. R. ENTWISLE, and C. G. SMITH: J. Iron Steel Inst., 173 (1953), p. 376
- 3) W. STEVEN and K. BALAJIVA: J. Iron Steel Inst., Jan. (1965), p. 141
- 4) A. B. SHELMERDINE and D. A. ROBIN: J. Iron Steel Inst., Jan. (1965), p. 40
- 5) J. M. CAPUS: Iron Steel (U.K.), Dec. (1965), p. 594
- 6) H. G. BARON and S. TURNER: J. Iron Steel Inst., Dec. (1965), p. 1229
- 7) P. A. RESTAINO and C. J. MCMAHON: Trans. Amer. Soc. Metals, 60 (1967), p. 699
- 8) J. K. LOW, D. F. STEIN, A. M. TURKALO, and R. P. LAFORCE: Trans. AIME, 242 (1968), p. 14
- 9) T. OI and K. SATO: Trans. Japan Inst. Metals, 10 (1969), p. 34, p. 39
- 10) 青木, 関野, 藤島: 金属学会誌, 26 (1962), p. 47
- 11) 添野, 土屋: 金属学会誌, 30 (1966), p. 1011, 31(1967), p. 305, 33(1967), p. 786
- 12) 添野, 土屋: 日立評論, 49(1967), p. 489, Hitachi Review, 16(1967), p. 314
- 13) M. HANSEN: Constitution of Binary Alloys (2nd ed.), (1958)
- 14) I. I. KORNILOV: News of the Academy of Sciences of the USSR, Division of Chemical Sciences, Nr. 2 (1945), p. 104~112
- 15) K. LUCKE and K. DETERT: Acta Met., 5(1957) p. 628
- 16) E. P. ABRAHAMSON, II and B. S. BLAKENEY: Trans. AIME, 218 (1960), p. 1101
- 17) 添野, 坂本, 土屋: 日立評論, 48(1966), p. 956
- 18) J. SNOEK: Physica, 8 (1941), p. 771
- 19) D. POLDER: Philips Res. Rep., 1 (1945), p. 5
- 20) 青木, 関野, 藤島: 鉄と鋼, 48(1962), p. 156
- 21) L. J. DIJKSTRA and R. J. SLADEK: J. Metals, 5(1953), p. 69
- 22) D. A. LEAK, W. R. THOMAS, and G. M. LEAK: Acta Met., 3 (1955), p. 501
- 23) J. F. ENRIETTO: Trans. AIME, 224 (1962), p. 1119
- 24) M. NACKEN and U. KUHLMANN: Arch. Eisenhüttenw., 37 (1966), S 235
- 25) W. JANICKE, J. BRAUNER, and W. HELLER: Arch. Eisenhüttenw., 37 (1966), S 719
- 26) J. G. RITCHIE and R. RAWLINGS: Acta Met., 15 (1967), p. 491
- 27) C. A. WERT and C. ZENER: Phys. Rev., 76 (1949), p. 1169
- 28) 堀田, 岩間: 金属学会誌, 30 (1966), p. 406
- 29) F. H. LAXAR, J. W. FRAME, and D. J. BLICKWEDE: Trans. Amer. Soc. Metals, 53 (1961), p. 683
- 30) 岩間, 堀田: 金属学会講演概要, 昭和39年度秋期 p. 35
- 31) 藤田, 小野, 井口: 金属学会誌, 32 (1968), p. 328