

# 討13 Fe-1.5%Ni および Fe-1.5%Si 合金の脆性について

川崎製鉄 技術研究所

田中智夫 小沢竜司  
船越督己

## 1. 緒言

体心立方格子である $\alpha$ 鉄を低温で変形すると脆性破壊を起すことはよく知られており、この脆性破壊の挙動におよぼす合金元素の影響について数多くの報告が行なわれている<sup>1)</sup>。脆化を防止する元素の中で代表的なNiの添加は結晶粒、炭化物の微細化による間接的な効果<sup>1),2)</sup>の外にフェライト自体の韌性を増加させるといわれている<sup>3)</sup>。一方脆化を促進する元素の一つであるSiの添加により、双晶を発生する温度は高温側にずれることが報告されている<sup>4)</sup>。

この相反した特性を示すFe-Ni, Fe-Si合金に注目して、降伏応力の温度依存性を測定し、さらに結晶粒径の異なる試片を用い、77°Kで引張試験を行ない、変形および破壊の状態を調査した。

## 2. 材料および実験方法

真空溶解により溶製した20kg鋼塊を鍛造後熱間圧延し、焼準のあとさらに冷間圧延によって板厚0.8mmの薄板とした。これより幅7mm、標点距離40mmの引張試片を切削加工し、湿水素乾水素焼鈍により脱炭脱窒した。一部の試片はさらに加炭して試験に供した。なお冷間加工量および最終の焼鈍の変化により結晶粒を調整した。試料の化学成分を表1に示す。

オートグラフを用い、歪速度 $4.2 \times 10^{-4} \text{sec}^{-1}$ 、77°K~323°Kの温度範囲で引張試験を行なった。

表1 試料の化学成分 (wt%)

| 材料        | C      | Si    | Mn    | P      | S     | Cu    | Ni   | Al    | O      | N      |
|-----------|--------|-------|-------|--------|-------|-------|------|-------|--------|--------|
| Fe        | 0.0008 | 0.014 | 0.001 | 0.002  | 0.004 | 0.003 | tr   | 0.003 | 0.0021 | 0.0008 |
| Fe-1.5%Ni | 0.0011 | 0.01  | <0.01 | <0.001 | 0.003 | <0.01 | 1.43 | 0.002 | 0.0017 | 0.0011 |
| Fe-1.5%Si | 0.0010 | 1.48  | 0.001 | 0.001  | 0.004 | <0.01 | tr   | 0.002 | 0.0015 | 0.001  |

## 3. 実験結果および考察

結晶粒径( $d = 50 \sim 60 \mu$ )の等しい純鉄および合金における降伏応力の試験温度による変化を図1に示す。合金元素の添加によって常温付近の降伏応力は増加し、いわゆる固溶硬化現象がみとめられるが、低温になると降伏応力の増加率が減少し、固溶軟化現象を示す。この傾向はFe-Ni, Fe-Si合金のいずれにもみられ、しかも硬化および軟化の大きさはSiの添加により著しい。図2は77°Kにおける降伏応力、破壊応力、断面収縮率と $d^{-1/2}$ との関係を示す。純鉄の試片はすべて脆性破壊し、破壊に先立ち双晶が発生していることは荷重の落下あるいは音の発生によって確認された。Fe-Ni合金では $d^{-1/2}$ が $5.25 \text{mm}^{-1/2}$  ( $d = 36 \mu$ )より粗の試片は双晶を発生したのち脆性破壊した。 $d^{-1/2}$ が $5.85 \text{mm}^{-1/2}$  ( $d = 29 \mu$ )の試片は降伏後数%の塑性変形したのち脆性破壊した。さらに細粒の試片では降伏、加工硬化のあと延性破壊した。一方Fe-Si合金において降伏現象がみとめられたのは $d^{-1/2}$ が $6 \text{mm}^{-1/2}$  ( $d = 28 \mu$ )より細粒の試片であり、より粗粒の試片は純鉄あるいはFe-Ni合金同様双晶をともなう脆性破壊した。Fe-Ni合金に

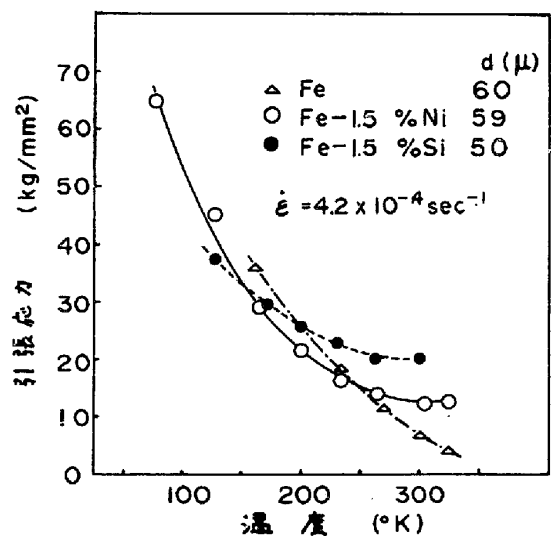


図1 Fe, Fe-1.5%Ni および Fe-1.5%Si 合金の降伏応力の試験温度による変化

あける双晶をともなう脆性破壊応力は Fe-Si 合金のものにくらべて大きく、また降伏バミらひの限界の粒径についても Fe-Ni 合金が大きく、Fe-Ni 合金は Fe-Si 合金にくらべ 77°K にあいて靱性に富んでいることがわかる。

脆性破壊発生条件として Ludwik<sup>5)</sup> は変形応力曲線と破壊応力曲線の交叉を考えた。これによると降伏応力の大きさが直接破壊発生条件を左右することになる。Fe-Si 合金は Fe-Ni 合金にくらべ低温で脆化するにもかかわらず、その降伏応力は低く、単純な応力の比較のみで破壊は論じらぬことになり明らである。

Cottrell<sup>6)</sup> はすべり帯の合体により粒々の核が発生するモデルをつくり、さらに粒々の伝播する条件を求め、靱性から脆性への遷移の条件式として (1) 式を得ている。

$$\sigma_k y d^{\frac{1}{2}} = \beta \mu \sigma' \quad (1)$$

ここで  $\sigma$  は外部応力、 $y$  は降伏応力の結晶粒度依存性を示す常数、 $d$  は結晶粒度、 $\beta$  は 1 に近い常数、 $\mu$  は剛性率、 $\sigma'$  は有効表面エネルギーである。

1.5 wt% を含有する Fe-Ni および Fe-Si 合金において  $\beta$  および  $\mu$  が多量に変化することは思われないので、結晶粒度の異なる合金では  $K_y$  が減少し、 $\sigma'$  が増加すると破壊応力は増加し、 $K_y$  および  $\sigma'$  による合金元素の影響は脆性におよぼす合金元素の効果としてあらわしてくる。

Fe-Ni および Fe-Si 合金における  $K_y$  の値の試験温度による変化を図 3 に示す。図中には他の研究者による測定結果をも併記している。Fe-Si 合金の  $K_y$  は Fe-Ni 合金にくらべて大きく、約 1.3 倍である。Fe-1.5%Si 合金の  $K_y$  は常温から 77°K の温度範囲で変化せず、Fe-3%Si 合金についての Hull<sup>7)</sup> の測定にみられる 77°K 付近の急激な増加はみとめられぬ。

(1) 式は外力が降伏応力のときには、

$$\sigma_y K_y d^{\frac{1}{2}} = \beta \mu \sigma' \quad (2)$$

$$K_y (\sigma_y d^{\frac{1}{2}} + K_y) = \beta \mu \sigma' \quad (3)$$

となり、左辺が右辺より小さい時には、粒々の伝播は発生しても特定の大きさ以上に伝播できず、軟鋼において伝播できぬ微小粒々が存在すること、破壊応力はすべて降伏応力を上回るという Low<sup>8)</sup> の実験結果をよく説明している。図 2 に示されるように結晶粒の大きな試片では降伏応力の粒度依存性より大きな勾配をもつ破壊応力曲線が存在し、破壊は降伏応力より低い応力でおこっている。この破壊応力と降伏応力の関係は Hull<sup>7)</sup> の結果にも認められ Low の結果とは異なる現象である。Hull は双晶を発生するとただちに脆性破壊に移行すると解釈して破壊応力曲線を双晶発生応力曲線とし、

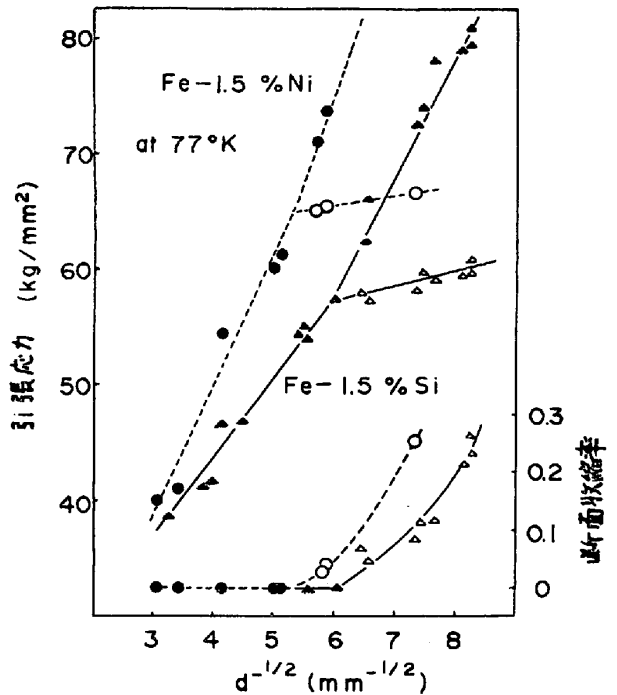


図 2 Fe-1.5%Ni および Fe-1.5%Si 合金の破壊応力、降伏応力および断面収縮率の結晶粒度との関係

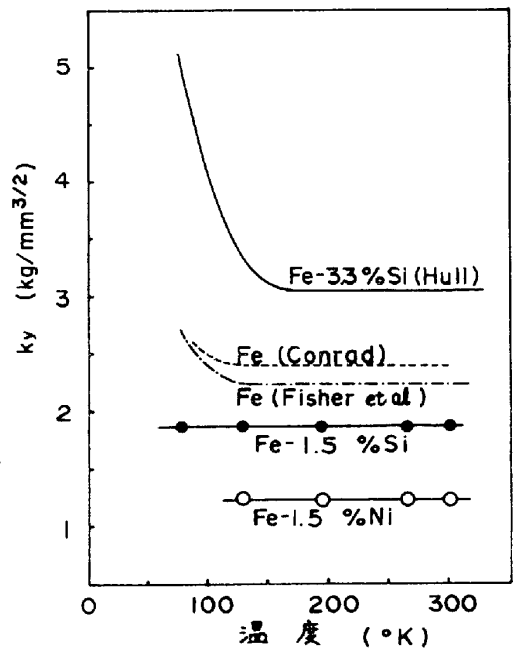


図 3 Fe, Fe-Ni および Fe-Si 合金の  $K_y$  の温度による変化

$$\sigma_c = \sigma_{ic} + k_y d^{-1/2} \quad (4)$$

を得ている。双晶が発生すると双晶同志の衝突あるいは双晶の粒界への衝突によりゆれを生じることが確認されており、双晶をすべり帯とみなせば同じ取扱いができるが、ゆれはあくまでゆれの発生に關する機構である。ゆれの伝播に關し Cottrell の条件式において  $k_y$  のかわりに  $k_c$  を用いることは可能であるが、 $k_c$  を求めると破壊応力が双晶発生応力と同一であるとするのに問題が残り、破壊応力のばらつきも大きいので正確な  $k_c$  の値を求めたうえで論議すべきであろう。Worthington と Smith<sup>9)</sup> によれば双晶の発生に先立ち Schmidt Factor の大きい結晶粒内にすべりのおこることが観察されている。したがって双晶変形に対してすべり変形が密接に關連していることが推察される。

すべり帯の先端から  $r$  の距離にある真に働く最大剪断応力は  $(\tau - \tau_c)(d/4r)^{1/2}$  で表わされる。<sup>10)</sup> この点に転位源があり、ゆれを活動させるに必要な応力を  $\tau_c$  とすると、すべり帯が伝播するには必要な応力は、

$$\tau = \tau_c + 2\tau_c r^{1/2} d^{-1/2} \quad (5)$$

で示される。すべり面およびすべり方向が引張軸に対して  $45^\circ$  の角をなすとすると降伏応力は(4)式と(5)式とを

$$\sigma = 2\tau_c + 4\tau_c r^{1/2} d^{-1/2} \quad (6)$$

しおしならば多結晶において各種の方位は乱雑であるから、すべり帯が全ての結晶粒を伝播するにはより高い外力が必要となり、また相隣れる結晶粒界がすべり帯の伝播後も連続性を保つには各結晶粒内で多数のすべり系が活動する必要がある。<sup>11)</sup> このような考えから多結晶の降伏応力は次のように表わされる。

$$\sigma = m\tau_c + m^2\tau_c r^{1/2} d^{-1/2} \quad (7)$$

$m$  は活動するすべり系の数に關する方位因子と呼ばれる値である。

外力が(6)式に示す値になると最も Schmidt Factor の大きい結晶粒内ではすべりが起り、結晶粒界に到達するが、他の粒内にすべりを伝達することはできない。しかしながら Worthington の報告のように隣接粒において双晶を発生しうる応力となり、さらには脆性破壊がみられると考えられる。

(5)式を Petch の式と対応させることにより  $k_y$  は  $m^2\tau_c r^{1/2}$  となり、Fe-Si 合金の  $m^2\tau_c r^{1/2}$  は Fe-Ni 合金のそれとくらべ大きいことになる。図3にみられるように  $k_y$  の温度依存性はほとんどみとめられないので、 $\tau_c$  は転位の unlocking に關する値ではなく、新しく転位を生成させる応力と考えれば、Ni 原子は Si を含有する Fe 合金で  $\tau_c$  が大きく変化する理由は考えられず、 $m$  の変化は重要になる。 $m$  は前述のように活動するすべり系の数に關する値であるが、有利な方向に向いていないすべり系の活動は独自に転位源が活動するよりもすでに活動しているすべり系からの交叉すべりによってより容易に達成される。このように交叉すべりの難易は  $m$  と密接に關連してくる。

Fe-Si 合金についてすべり帯の状態を観察すると、77°K の 5% 変形では、粒径が  $24\mu$  の試片のすべり帯はほとんど直線的であり、交叉すべりの困難なことを示している。粒径が  $14\mu$  になるとすべり線はすべて波形となる。Fe-Ni 合金についてはすべり線の顯出が困難であったが、Jolly<sup>3)</sup> によると Fe-Ni 合金のすべり線は 50°K でも波形であると報告しており、Fe-Ni 合金では Fe-Si 合金にくらべ交叉すべりが容易であると推定され、ゆいては  $m$ 、さらに  $k_y$  の値を小さくすると考えられる。

$\tau_c$  の値については Fe-3%Si 合金の単結晶を用い、(100)面のへき面強度を直接測定した Gilman の報告<sup>12)</sup> があり、20°K で  $1370 \text{ erg/cm}^2$  の値が、77°K では約  $25000 \text{ erg/cm}^2$  に増加し、この現象は通常の試験温度ではく離れたへき面表層部に塑性変形がみとめられることを裏書きしている。Fe-Ni 合金についての同様な測定は報告されておらず、図2において降伏後ただちに脆性破壊する粒径の試片について(1)式を用いて  $\sigma$ ,  $k_y$ ,  $d$  を代入して  $\mu\text{g}$  を計算すると、Fe-Ni, Fe-Si 合金の値はそれぞれ  $3.7 \times 10^{15} \text{ c.g.s.}$ ,  $4.1 \times 10^{15} \text{ c.g.s.}$  となり、測定値のばらつきを考慮すると差異があるとはみとめられない。

## 4. 総括

- (1) 低温における Fe-Ni および Fe-Si 合金の降伏応力は、いずれも純鉄より低く、固溶軟化現象がみられ、その傾向は Fe-Si 合金がより強い。
- (2) 粗粒の Fe-Ni および Fe-Si 合金を 77°K で変形すると、双晶を発生したのを脆性破壊をおこす。Fe-Ni 合金の破壊応力は Fe-Si 合金より大きく、また双晶を発生しないで降伏をおこす限界の結晶粒径に比べても Fe-Ni 合金が大きい。
- (3) Fe-Ni 合金の靱性を Cottrell による靱性から脆性への遷移の条件式を用いて検討した結果、 $k_y$  の値が小さいことは、すなわち交差すべりが容易ですべり系の数が多いことは重要な因子と考えられる。

## 文献

- 1) W.P.Rees, B.E.Hopkins and H.R.Tipler : J.I.S.I., 177(1954), 93.
- 2) G.T.Hahn, B.L.Averbach and M.Cohen : J.I.S.I., 200(1962), 634.
- 3) W.Jolley : Trans. AIME, 242(1968), 306.
- 4) C.S.Barrett, G.Ansel and R.F.Mehl : Trans. ASM, 25(1937), 702.
- 5) P.Ludwik and R.Shen : Stahl u. Eisen, 43(1923), 999.
- 6) A.H.Cottrell : Trans. AIME, 212(1958), 192.
- 7) D.Hull : Acta Met., 9(1961), 191.
- 8) J.R.Low : Symposium on Relation of Properties to Microstructure, ASM. (1954), 163.
- 9) P.J.Worthington and E.Smith : Acta Met., 14(1966), 35.
- 10) J.D.Eshelby, F.C.Frank and F.R.N.Nabarro : Phil. Mag., 42(1951), 351.
- 11) R.Armstrong, I.Codd, R.M.Douthwaite and N.J.Petch : Phil. Mag., 42(1951), 351.
- 12) J.J.Gilman : J. Appl. Phys., 31(1960), 2208.