

鉄鋼基礎共同研究会 純鉄部会報告  
(2) 純鉄の性質

純鉄部会幹事 中村 正久\*

純鉄部会の性質関係の報告は16篇の多数にのぼった。共通試料を含む多くの種類の純鉄、およびそれらをゾーン精製した純鉄について、Hall-Petch 関係を使った降伏強さ、変形応力の温度依存性、ひずみ速度依存性の解析、変形組織の電子顕微鏡直接観察、ひげ結晶の塑性変形の温度による変化、内部摩擦測定によるブリック・アウェイ応力に及ぼす純度の影響、高純度鉄の50K附近の転位にもとづく内部摩擦ピーク、結晶粒界内部摩擦など強度に関係の深い性質が測定された。さらに、Fe-Ag多層体の強度、電解腐食による腐食孔密度と転位密度の関連性、各種鉄のAr<sup>n</sup>変態、ゾーン精製鉄のサブ粒界の観察の観の特殊な問題も実験された。また、鉄の純度は再結晶に大きな影響を及ぼすことがわかっており、この点に関しても3篇の報告があった。これらの多数の結果を短い時間では報告することはできないので、今回は(1)降伏強さおよび変形応力(2)内部摩擦によって知られた性質および(3)再結晶に関係した報告をまとめた。

1. 降伏強度 (1) Hall-Petch の関係 多結晶鉄の降伏強度や変形応力はつきに示すような関係で表わされることについてはすでによく知られており、

$$\sigma = \sigma_i + Kd^{-\frac{1}{2}} \tag{1}$$

今回の報告においてもこの関係を用いた解析が多数行なわれた。ここで、 $\sigma$ は降伏応力または変形応力、 $\sigma_i$ とKは結晶粒度によらない数、dは結晶粒直径である。共通試料#950(真空溶解C脱酸)については、測定の温度域が異なるが2機関で測定された。また、ほとんど同様の試料についての測定がもう1機関で行なわれた。この3者の結果を表1に示す。とくにKの値については多くの測定結果があるが、

表1 真空溶解C脱酸純鉄のHall-Petch 関係における $\sigma_i$  およびky(ひずみ速度 $10^{-4} \text{sec}^{-1}$ )

試料	機関	ひずみ速度	温度 °K	$d^{-\frac{1}{2}}$	$\sigma_i \text{ kg/mm}^2$	$K \text{ kg/mm}^{\frac{3}{2}}$
#950 C:60, O:13 ppm	A	$10^{-4} \text{sec}^{-1}$	393~290	3~7	1~2	2.0
			77		1.4	2.7
	B	$4 \times 10^{-4}$	293~323		5.8~6.0	1.0~1.2
C:30, O:30	C		293		1.8	2.8
#950 C:60, O:13 ppm	A	$10^{-4}$	393	>7	-	5
			290		-	5.5~6.0
			195~77		-	6.5

結晶粒径が20ないし100 $\mu$ の普通よく測定されている範囲の数値はこれまでの測定にほぼ等しい $2.0 \text{ kg/mm}^{\frac{3}{2}}$ 程度の値を得ているが、とくに作井らは結晶粒径が10 $\mu$ 程度の細粒の鉄を作り、この値は $d^{-\frac{1}{2}}$ にして7以上の範囲にあり、異常なKの値を求めている。そして、この部分の傾斜を外挿すると、 $\sigma_i$ は負の値を示すことによりPetchの関係は成立しないことを結論している。この細粒試料は焼入れすると、すべての結晶粒にわたって(1)式を満足するとともにKは $1.5 \text{ kg/mm}^{\frac{3}{2}}$ と小さくなり、焼入と焼なましでは可逆性があることから、 $d^{-\frac{1}{2}}$ が $7 \text{ mm}^{-\frac{1}{2}}$ より大きい試料が組織上の相異があることの可能性を多くの場合について詳しい考察を行なっているが、それらを確認できる事実は今のところ何もわかっていないことを述べている。

(2) 降伏強度と純度 本研究がゾーン精製を含む鉄の精製と性質との関係を求めることを一つの目

\* 東京工業大学工学部金属工学科

的としているので、精製鉄の降伏強度は興味ある対象であった。しかし、ゾーン精製を大きい試料について行なうことができる機関は目下のところはほとんどなく、したがって今回の研究期間のなかでは、多くの試料が前報にある純度測定に使用され、強度を系統的に測った報告は少数に止まったのは残念であった。純度測定を少量の試料で行なうことができるような方法の確立が強く望まれる。

鉄の降伏強度は結晶粒度の影響が大きいので、結晶粒度を揃える手間を省いて Petch の関係を用いて脱酸鉄、電子ビーム溶解鉄、および脱酸鉄のゾーン精製鉄について中村らが、#950 脱酸鉄、真空溶解鉄およびその脱炭材間の比較は竹山らが行なった。草川らは酸素の影響をできるだけ純粋に見いだすために、電解鉄を脱炭処理し、さらに酸化鉄を加えて真空溶解し、タップ前に熔融鉄に酸素を吹きつけた方法によって、 $C < 10 \text{ ppm}$ 、 $N \approx 7 \text{ ppm}$ 、その他の不純物の総量が約  $100 \text{ ppm}$  の試料を作り、これをゾーン精製することによって種々の  $O$  含有量の鉄を作り強度の測定を行なった。結果を図 1 に示す。

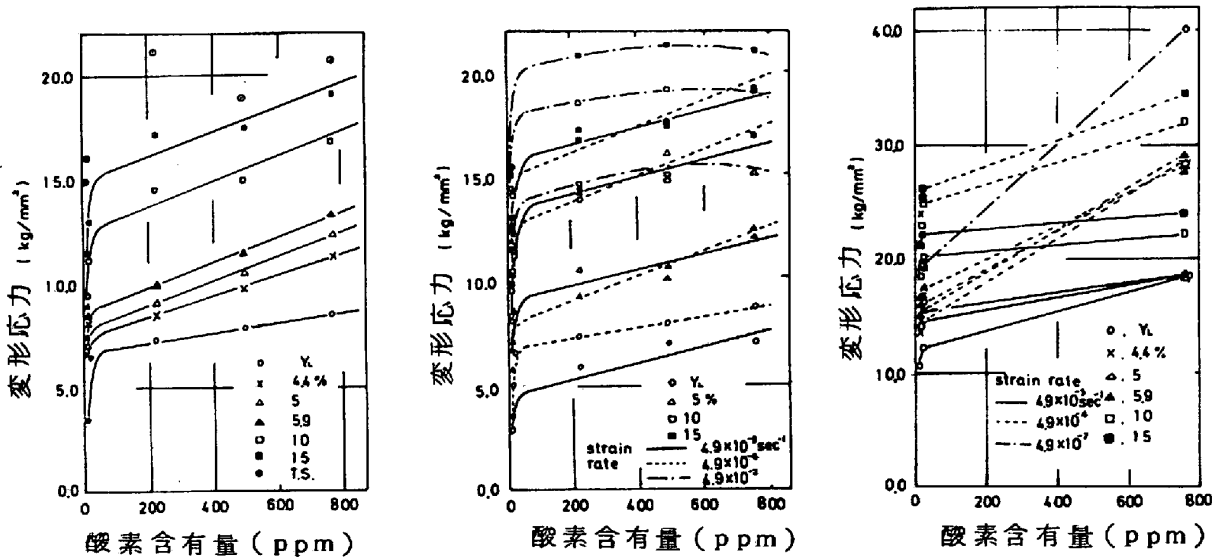


図 1 強度に及ぼす  $O$  の影響。(a)  $2960^\circ\text{K}$ ,  $4.9 \times 10^{-4} \text{ sec}^{-1}$ , (b)  $2960^\circ\text{K}$ , (c)  $1950^\circ\text{K}$  の実験。  
 図中  $Y_i$  降伏強度,  $\delta$  はひずみを表わす。(草川ら)

$O$  の影響は降伏強さ、変形応力とも約  $10 \text{ ppm}$  までで強い影響を持っている。しかもその効果はひずみ硬化に影響を及ぼしている。 $O$  はゾーン精製によって除去できる可能性は高いが、いっぽう一般の溶解では  $10 \text{ ppm}$  程度にすることすらきわめて困難であるので、ゾーン精製はこの意味から有効な方法であるといえることができる。

(3) ひずみ硬化 図 1 にもよく表われているが、鉄の純度は、ひずみ硬化に影響を及ぼすところが多い。ひずみ硬化は結晶粒度と摩擦力の両方で起こり、とくに摩擦力の効果がきいていることは降伏強度と同様である。摩擦力は変形中に導入される転位と溶質原子の相互作用によるところが多いのは  $bcc$  金属の特長の一つになっている。この点に着目して竹山らはその相互作用が大きい青熱せい性範囲の変形を中心に報告している。とくに、この報告のなかには高純度鉄として有名な Battelle Memorial 研究所純鉄との比較を行なって、変形組織を示している。写真 1 および 2 に結果の一例を示す。写真 1 は共通試料 #950 の、2 は Battelle 鉄の、ともに  $150^\circ\text{C}$  で  $10\%$  変形した組織である。前者は顕著なセレーション変形を示し、 $2.9 \times 10^{10}/\text{cm}^2$  という高い転位密度になり、発達したセル構造を示す。またより高温の変形組織と比較して、この段階でも転位に沿って微細な炭化物の折出も類推される。いっぽう写真 2 は同じ変形温度と量の組織にもかかわらず、非常に少ない転位密度と大きいセル構造を示しており、純鉄のひずみ硬化には格子間不純物原子の影響が非常に大きいことがわかる。同じことを転

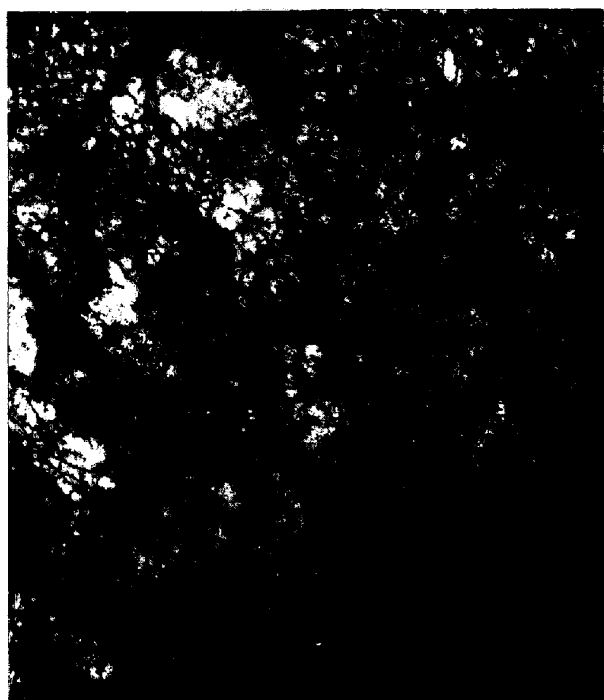


写真1 共通試料#950, 150°C, 10%  
変形試料。 竹山ら

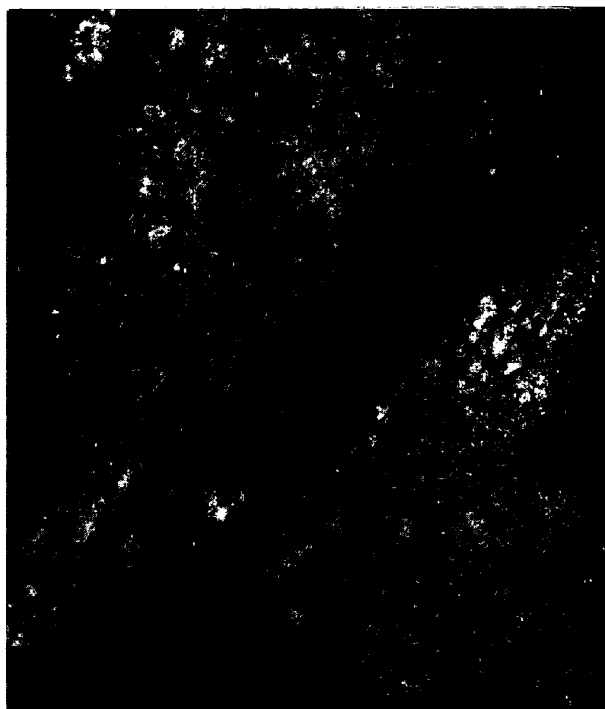


写真2 Battelle Memorial Inst. ゾーン精製鉄  
C : 7ppm, O : 24ppm, Al : 20ppm  
Si : 10ppm, S : 5ppm (竹山ら)

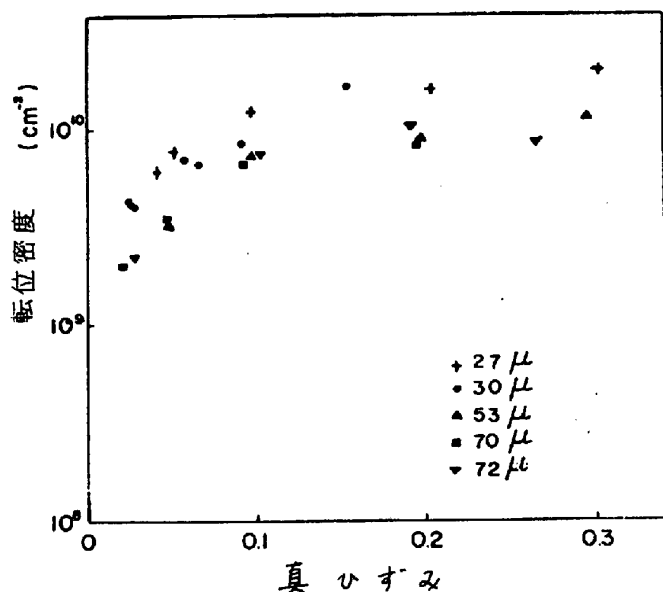


図2 Puron およびゾーン精製Puronの  
ひずみ硬化と転位密度の関係  
(井形ら)

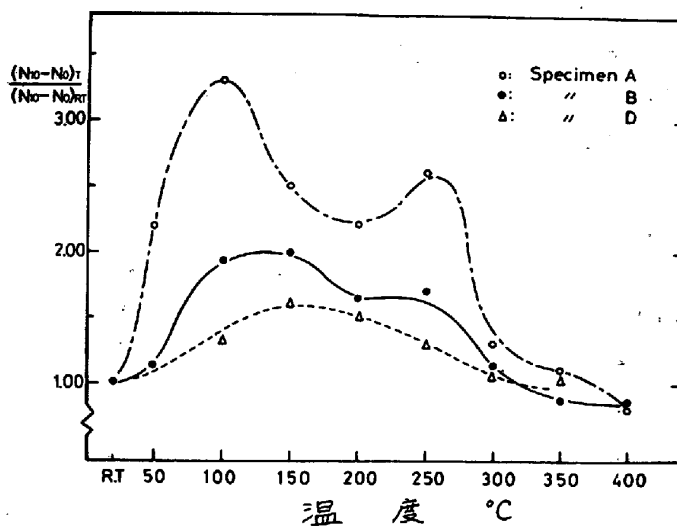


図3 250 ppm C (A), #950 (B), およびAを脱炭し  
た鉄(C)の転位密度の増加と変形温度の関係  
(竹山ら)

位密度とひずみ、転位密度の増加の割合と変形温度の関係として表わした結果を図2および図3に示す。

## 2. 内部摩擦

内部摩擦に関しては3篇の報告があった。それぞれ別の性質が測られた。図4に共通試料#953の室温内部摩擦の振幅依存性を測定した木下らの結果を示す。実験はこのほかに非脱酸#958についても行なっている。試料0は供試材のまま冷間加工し、60.0°焼入れ、2, 4は数字の回数だけ純水素または湿水素中でゾーン精製し、冷間加工焼入れした試料である。鉄の純度がよくなると、磁気機械的内部摩擦のうち、低振幅内部摩擦は増加するが、高振幅内部摩擦はかえって減少するという新しい知見を

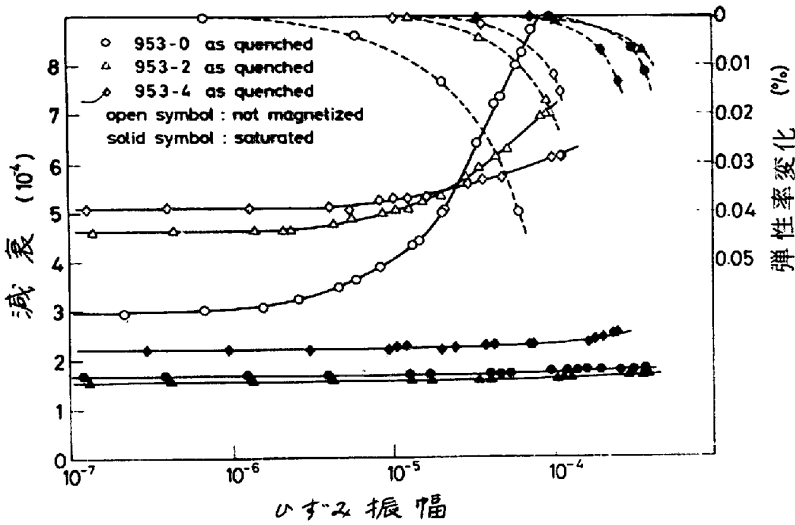


図4 共通試料#953の室温内部摩擦のひずみ振幅による変化。-2, -4はゾーン精製の回数を示す。(木下ら)

ルギは非脱酸鉄のほうが低く、結晶粒界の強度に関係しているものと考えられる。

3. 再結晶

再結晶は純度に敏感な性質であるので本研究においても興味ある対象であ

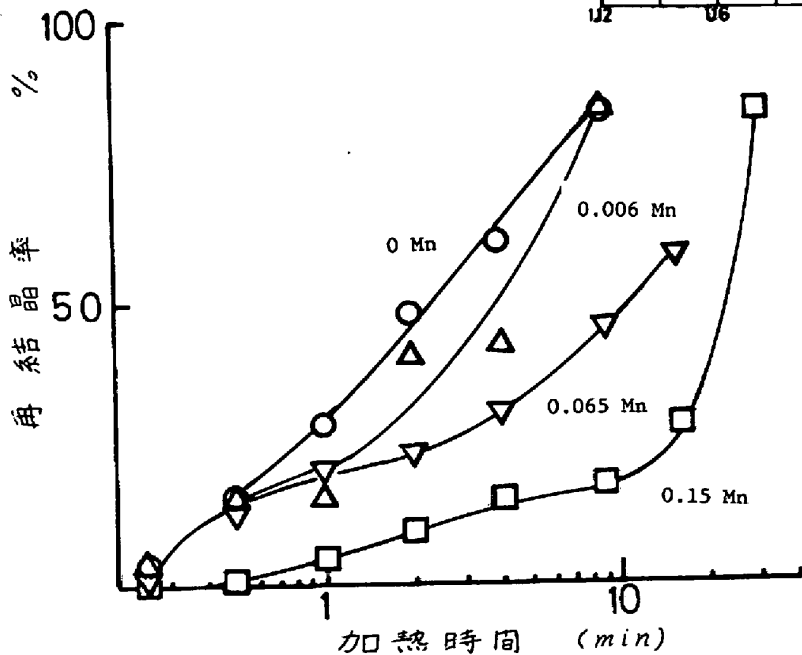


図6 高純度鉄の再結晶速度に及ぼすMnの影響(市山ら)

得ている。また、非脱酸鉄との比較の結果では、このようなひずみ振幅の現象では変化がないとしている。

結晶粒界にもとづく内部摩擦は500°~600°にピークを示すことが知られている。中村らはそれらに注目して図5に示す結果を得ている。結晶粒界内部摩擦のピーク温度は結晶粒度によって変化するの、結晶直径とピーク温度の逆数との関係を求めたものである。この結果から得られる結晶粒界すべりの活性化エネ

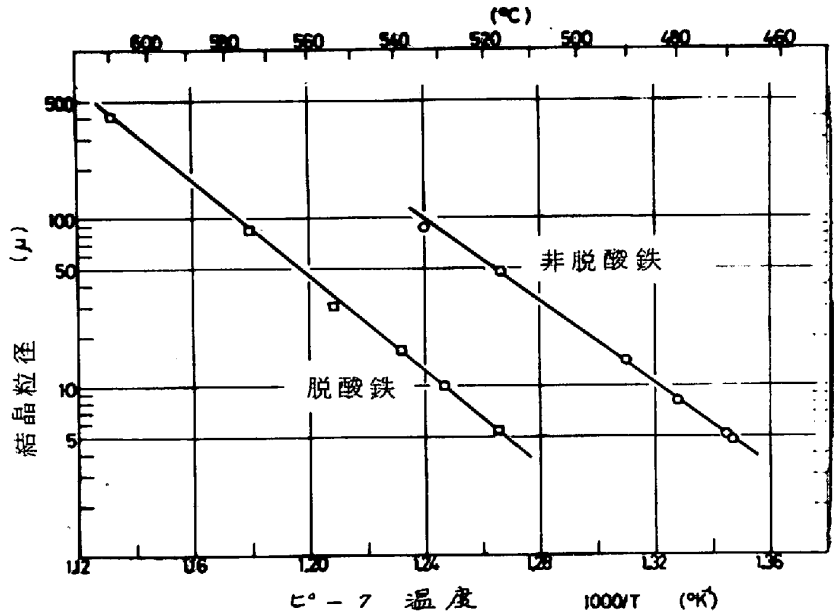


図5 非脱酸鉄#958と脱酸鉄(O:38, C:80ppm)の結晶粒界内部摩擦のピーク温度と結晶粒径との関係(中村ら)

り、本報告書には、3篇が寄せられた。おもに純度と再結晶集合組織との関係を論じている。紙面に余裕がないので記載できなかった。図6はJohnson Mathey純鉄のゾーン精製したものゝMnを添加して、再結晶速度の変化を比較した結果である。最終焼なましは600°C、その後70%冷間圧延したものを550°Cで再結晶させたときの結果である。純度のよい鉄ほど再結晶速度が大きくなっており、純度に敏感な性質をよく表している。