

## 論 文

UDC 669.15'295-194 : 546.48 : 539.52 : 546.821'171.1 : 539.219.3

## 鉄の低温延性におよぼす TiN 分散相の影響\*

浜野 隆一\*\*・津谷 和男\*\*\*

## The Effect of TiN Dispersion Particles on the Ductility of Iron

Ryuichi HAMANO and Kazuo TSUYA

## Synopsis;

The effects of fine dispersion particles on the ductility of irons with various grain sizes were investigated at  $-196^{\circ}\text{C}$ . The fine dispersion particles of TiN were obtained by internal nitriding of Fe-0.1% Ti alloy. The specimens were treated in hydrogen for 72 hr at  $680^{\circ}\text{C}$ , and annealed for 48 hr at  $850^{\circ}\text{C}$ . The tensile tests were carried out at strain rate of  $5.5 \times 10^{-4} \text{ sec}^{-1}$  and at  $-196^{\circ}\text{C}$ .

The results were obtained as follows;

- 1) TiN particles are uniformly precipitated within grains in the recrystallized structure of Fe-0.1% Ti alloy by internal nitriding.
- 2) TiN particles improve the ductility of iron in the region of coarse grain size of matrix.
- 3) TiN particles increase the cleavage fracture stress, and make the initiation of fracture of iron difficult.
- 4) TiN particles don't change the fracture mode of iron.

(Received Sept. 29, 1971)

## 1. 結 言

鉄鋼中に存在する微細な分散相が鉄の強度を高めることはよく知られており報告も多い。しかし、鉄の低温延性および靱性におよぼす微細な分散相の効果についてはまだ、不明の点が多い。

D. H. HODGESON ら<sup>1)</sup>の結果によれば、 $1\mu$ より大きな炭化物粒子は外力を受けると破壊してグリフィスクラックとして作用する。しかし、地鉄中に均一に微細な球状炭化物を分散させれば、数個の大きな炭化物 ( $1\mu$ 以上)があつてもグリフィスクラックとしての作用が軽減される。また、微細な分散相が鉄の低温延性に好影響を与える実験結果が、G. T. HAHN ら<sup>2)</sup>により報告されている。彼らは、鉄中に微細なトリア ( $\sim 380 \text{ \AA}$ )を均一に分散させ、液体窒素温度までの引張試験を行ない、純鉄の絞り値より 30~40% 大きな値を得ている。このように、微細な粒子を地鉄中に均一に分散せうれば鉄の低温延性および靱性を高める可能性が考えられる。しかし、地鉄中に存在する第2分散相の影響を一概に論ずることはできない。それは、分散粒子の大きさ、形状、分布および界面強度などの因子が複雑に作用するためである。また同時に、鉄の低温延性におよぼす分散相の効果は、地鉄の結晶粒の大きさによつても影響を受けると考

えられる。

本実験では、地鉄中の固溶元素の濃度変化などの影響を受けずに分散粒子の効果だけを取りだせる方法として、鉄-チタン合金を内部窒化し、微細な TiN を地鉄中に分散させ、地鉄の結晶粒度を変えて、鉄の液体窒素温度での引張延性におよぼす TiN 分散粒子の影響を検討した。

## 2. 実験方法

再電解鉄と鉄-チタン母合金を高周波真空溶解炉でそ

Table 1. Chemical composition of specimens (wt %).

	Ti	Mn	Si	C	O	N
Fe	0.0002	0.001	0.005	0.005* 0.018	0.0006	
Fe-Ti	0.100	0.001	0.001	0.003	0.003	0.030** 0.028***

\* After removing of soluble carbon.

\*\* After internal nitriding.

\*\*\* After removing of soluble nitrogen.

\* 昭和45年4月、10月本会講演大会にて発表  
昭和46年9月29日受付

\*\* 金属材料技術研究所

\*\*\* 金属材料技術研究所 工博

Table 2. Heat treatments for obtaining various grain sizes.

Heat treatments	Grain size obtained	(Grain radius) <sup>-1/2</sup> mm <sup>-1/2</sup>
600°C × 1 hr, Air cooling	20 μ	10.0
800°C × 1 hr	34.8 μ	8.6
890°C × 10hr	52.9 μ	6.1
900°C × 1/2hr	60.0 μ	5.8
900°C × 13hr	90.4 μ	4.7
1 100°C × 1 hr, Cooling rate : 100°C/hr	154.0 μ	3.6
1 200°C × 1 hr	170.0 μ	3.4
1 200°C × 4 hr, Furnace cooling	327.0 μ	2.5

れぞれ 7 kg 溶製し, 1 200°C × 30 min 加熱後熱間圧延と冷間圧延を施して 1.5 mm 厚の板とした. Table 1 に供試材の化学組成を示す.

冷延材から平行部の長さ 30 mm, 幅 4 mm, 厚さ 1.0 mm の引張試験片を採取した. Table 2 に示す条件で熱処理して結晶粒度を調整したのち, 内部窒化<sup>3)</sup>を行なった.

内部窒化を行なう前に, 上記の引張試験片をエメリー研磨および化学研磨(研磨液組成: HF; 5cc, H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>; 80cc, H<sub>2</sub>O; 15cc)で鏡面に仕上げた.

Fig. 1 に内部窒化装置の略図を示す. 窒化にさきだつてまず酸化カルシウムで脱水したアンモニアガスをドライアイス-エチルアルコールで-78°C に冷却して液状のアンモニアとして貯える. つぎに図に示すように, その上に精製水素ガスを吹きつけアンモニアガスと水素の混合ガスを作り, さらに精製水素で希釈して内部窒化用ガスとした. 引張試験片を石英ボートにのせ, 精製水素を流しながら加熱し, 所定温度に達してから混合ガスに切り換えて内部窒化を行なった. 内部窒化が完了すると, 精製水素中で室温まで炉冷した. 内部窒化条件を検討するため, 試験片の断面の硬度分布測定と顕微鏡観察を行なった.

内部窒化温度が 590°C の場合には断面内部まで均一に窒化されない. しかし, 700°C × 4 hr で内部窒化した

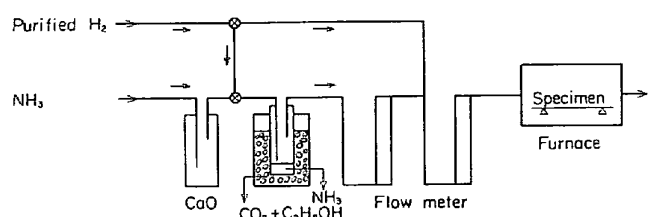


Fig. 1. Internal nitriding apparatus.

場合に均一な硬度分布が得られた. また, Ti 含有量が多いほど結晶粒界に窒化物が析出しやすいので, 本実験では Ti の添加量を 0.1% に限定した.

内部窒化後, 鉄の延性をそこなう地鉄中の固溶窒素を除去するために 680°C × 72 hr<sup>3)</sup> 精製水素を流して脱窒処理を行なった. 脱窒処理したままの引張試験片は, 分散相が非常に微細で強度は高いが延性が低いので, 850°C × 48 hr の焼鈍を行ない TiN 分散粒子を成長させた. また, 比較試料として用いた純鉄は, 炭素濃度を内部窒化試料と同一水準にするために 700°C で湿水素中 1 hr および乾水素中 1 hr の脱炭処理を行なった.

析出粒子の同定と分布状態は 150kV 電子顕微鏡により検討した. 内部窒化した試料を無水クロム酸 94 g, 氷酢酸 500cc および水 15cc の溶液中で電解研磨した後, 1% ナイタルで 1~2 sec 腐食し, 腐食面にカーボン蒸着し, 5% 臭素メタノール液にてカーボン抽出レプリカを作成した.

引張試験はインストロン型の引張試験機を用い, 歪速度 5.5 × 10<sup>-4</sup> sec<sup>-1</sup> で液体窒素温度に冷却して行なった.

### 3. 実験結果

#### 3.1 TiN 分散相の同定とその分布

内部窒化後と脱窒後の化学分析結果を Table 1 に示す. 脱窒処理後の全窒素量は 0.028% である. 本実験に使用した 0.10% Ti が TiN の形で窒素を固定しているとすれば, 全窒素量は 0.029% となり, 分析値とよく一致する. この結果から, 700°C × 4 hr の内部窒化処理により, 添加した Ti はほとんど窒素と結合し, 窒化物の分散相を形成しているものと考えられる.

Photo. 1 は Fe-0.10% Ti 合金を 700°C × 4 hr の内部窒化後, 850°C × 48 hr 焼鈍した試料のカーボン抽出

レプリカの電子顕微鏡写真と回折結果を示す。内部窒化して得られる窒化物分散粒子は TiN であることがわかる。F. R. H. CHEN<sup>3)</sup>によれば、TiN は地鉄中にウィドマンステッテン状に析出し、 $(001)_{\text{TiN}} \parallel (001)_{\alpha\text{-Fe}}$ 、 $\langle 011 \rangle_{\text{TiN}} \parallel \langle 001 \rangle_{\alpha\text{-Fe}}$  の方位関係がある。

本実験で使用した引張試験片中の TiN の平均大きさ



Photo. 1. Electron micrograph and electron diffraction pattern of carbon extraction replica of TiN in Fe-0.1% Ti alloy internally nitrified at 700°C × 4 hr and annealed at 850°C × 48 hr.

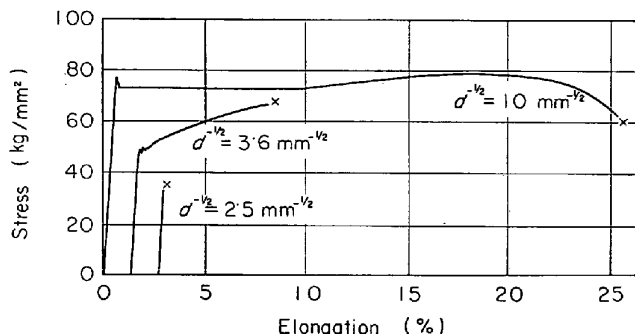


Fig. 2. Typical stress-elongation curves for iron tested at -196°C.

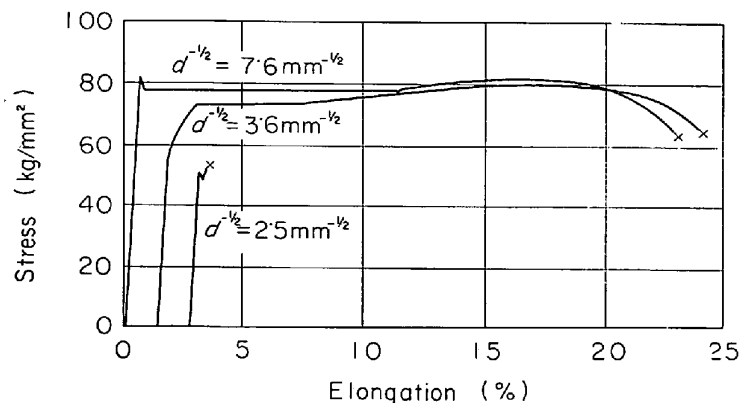


Fig. 3. Typical stress-elongation curves for internally nitrified Fe-0.1% Ti alloy tested at -196°C.

は線分法 (line-intercept method) で求めると 1523 Å である。平均粒子間距離は 9962 Å である。また TiN の体積百分率は計算で求めると 0.22 Vol% である。

700°C × 4 hr の内部窒化処理では TiN 分散粒子は結晶粒界に優先析出する現象は見られず、粒内に連続析出する。

### 3.2 引張変形および破壊挙動

Fig. 2 および 3 は、それぞれ純鉄および分散相を含む鉄の応力-伸び曲線を示す。Fig. 4 は純鉄と TiN 分散相を含む鉄の降伏応力または 0.2% 耐力と結晶粒の大きさとの関係を示す。ただし塑性変形を示さずに破断した結晶粒度領域 (黒印) では破断応力に等しくとつた。鉄の引張試験における降伏応力を  $\sigma_y$  であらわすと結晶粒度の影響は (1) 式の PETCH の関係式<sup>4)</sup>であらわせる。

$$\sigma_y = \sigma_0 + k_y d^{-1/2} \dots \dots \dots (1)$$

ここで、 $\sigma_0$  は摩擦力、 $2d$  は結晶粒の直径、 $k_y$  は常数である。Fig. 4 からわかるように純鉄の降伏応力の粒度依存性は  $d^{-1/2} \approx 4.2 \text{ mm}^{-1/2}$  を境にして変化する。結晶粒度が  $d^{-1/2} \geq 4.2 \text{ mm}^{-1/2}$  のときはすべりにより降伏し、 $d^{-1/2} < 4.2 \text{ mm}^{-1/2}$  では降伏は双晶変形による。TiN 分散粒子を含む鉄では、降伏応力のすべり-双晶遷移の結晶粒度は  $d^{-1/2} \leq 3.6 \text{ mm}^{-1/2}$  程度に相当し、純鉄に比べてやや粗な結晶粒側にある。

PETCH による (1) 式は双晶で降伏変形する場合にも成立する。すなわち

$$\sigma_t = \sigma_{0t} + k_t d^{-1/2} \dots \dots \dots (2)$$

ここで  $\sigma_{0t}$  および  $k_t$  は (1) 式と同様な意味を持っている。

常数  $k_y$  (または  $k_t$ ) は粒界に推積する転位によつて生ずる応力集中の程度をあらわすと考えられる。純鉄の場合、 $k_y = 4.7 \text{ kg} \cdot \text{mm}^{-3/2}$ 、 $k_t = 13.6 \text{ kg} \cdot \text{mm}^{-3/2}$  で、TiN 分散粒子を含む鉄では  $k_y = 4.9 \text{ kg} \cdot \text{mm}^{-3/2}$ 、 $k_t = 14.6 \text{ kg} \cdot \text{mm}^{-3/2}$  である。ただし、 $k_y$  および  $k_t$  の値は  $d$  を結晶粒の直径としたときの値である。

このように、内部窒化をして微細な TiN 粒子を分散させたとしても、純鉄の  $k_y$  値とほぼ同一の値を示す。これに対して、摩擦力  $\sigma_0$  は TiN 分散相の存在により  $53 \text{ kg} \cdot \text{mm}^{-2}$  に増加する。双晶変形で降伏する場合にも、TiN 分散粒子を含む鉄の降伏応力は摩擦力が増加するだけで、結晶粒度依存性は純鉄と同一の傾向を示す。

Fig. 5 は純鉄と TiN 分散粒子を含む鉄の伸び値と結晶粒度との関係を示す。結晶粒度の細かい領域では、両試験片ともくびれを生じてから破断する。そして粗大な結晶粒側 (鉄では  $d^{-1/2} = 4.2$

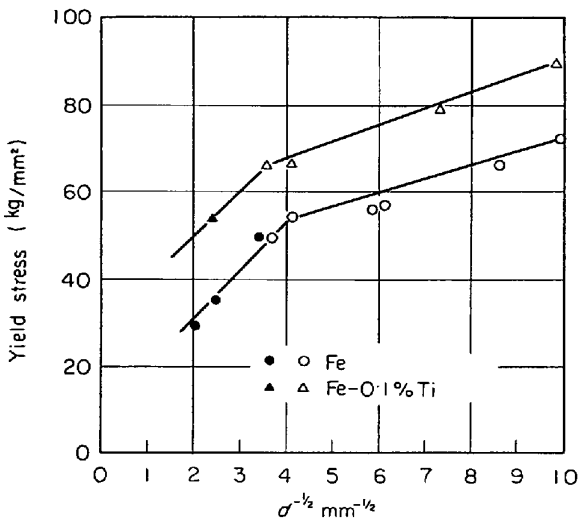


Fig. 4. Variation of lower yield stress or 0.2% yield stress with grain size for iron and internally nitrated iron-0.1% titanium alloy, tested at -196°C. Yield stress of closed mark which didn't show the plastic deformation is fracture stress.

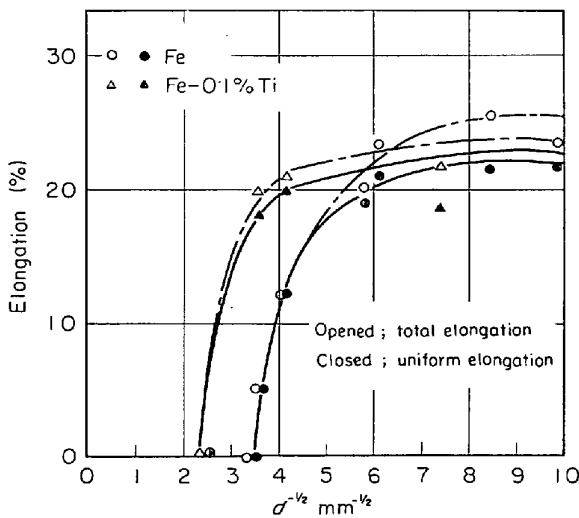


Fig. 5. Variation of elongation with grain size for iron and internally nitrated iron-0.1% titanium alloy, tested at -196°C.

$mm^{-1/2}$  以下, TiN 分散粒子を含む鉄では  $d^{-1/2} = 3.6 mm^{-1/2}$  以下) では, くびれを起こさず一様伸びの範囲内で破断する. さらに, 粗大な結晶粒ではほとんど塑性変形を示さずに破断するが, TiN 分散粒子を含む鉄では塑性変形を示さずに破断する結晶粒度は  $d^{-1/2} = 2.4 mm^{-1/2}$  で, 純鉄の場合は  $d^{-1/2} = 3.4 mm^{-1/2}$  である. すなわち, 結晶粒の大きい領域ほど TiN 分散粒子は地鉄の引張延性を高める. これに反して, 結晶粒の小さい領域では地鉄の伸び値を大きくする効果はない.

Fig. 6 に, 純鉄と TiN 分散粒子を含む鉄の絞り値と

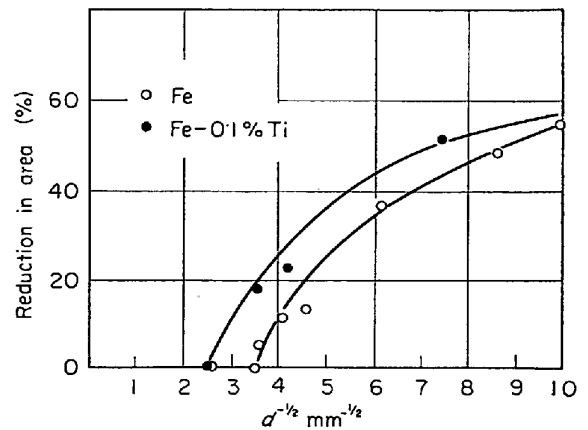


Fig. 6. Variation of reduction in area with grain size for iron and internally nitrated iron-0.1% titanium alloy, tested at -196°C.

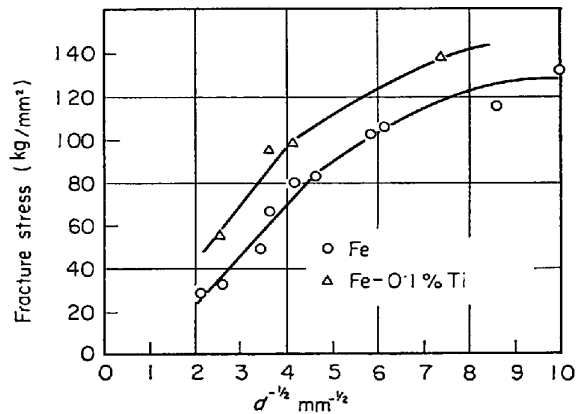


Fig. 7. Variation of fracture stress with grain size for iron and internally nitrated iron-0.1% titanium alloy, tested at -196°C.

結晶粒度との関係を示した. その傾向は前述の伸び値の結果と同様であり, TiN 分散粒子を含む鉄は純鉄に比べて粗大な結晶粒度領域ほど大きな絞り値を示す.

Fig. 7 に, 破断応力と結晶粒度の関係を示した. TiN 分散粒子を含む鉄は, 純鉄に比べて高い破断応力を示す. そして, 降伏と同時に破断する脆性領域は TiN 分散粒子により粗大な結晶粒度へ移行し, TiN 分散粒子を含む鉄では  $d^{-1/2} = 2.4 mm^{-1/2}$ , 純鉄では  $d^{-1/2} = 3.4 mm^{-1/2}$  の結晶粒度に相当する. また, 結晶粒度の小さい領域では, 一様伸びまたはくびれを生じて破断するが, くびれの少ない結晶粒度領域の破断応力は  $d^{-1/2}$  と直線関係にある. しかし, 局所伸びが大きい細かな結晶粒度領域の破断応力は直線からずれ, 小さくなる傾向を示す.

### 3.3 変形双晶の分布

結晶粒度の等しい ( $d^{-1/2} = 3.6 mm^{-1/2}$ ) 鉄と TiN 分散粒子を含む鉄を引張破断後に試験片の表面を板厚中心部まで研磨し, 腐蝕後検鏡して, 全結晶粒に対する双晶

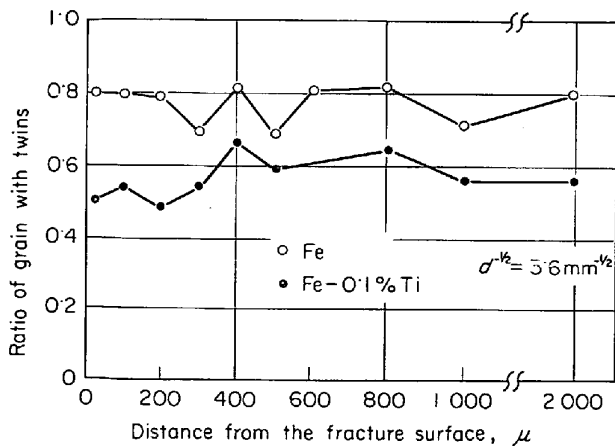


Fig. 8. Variation of ratio of grain containing twins on the mechanically polished surface with distance from the fracture surface for iron and internally nitrated iron-0.1% titanium alloy, after tensile tested at  $-196^{\circ}\text{C}$ .

を含む結晶粒の割合と破断面からの試験片軸方向にとつた距離との関係を調べた (Fig. 8). ここで、 $d^{-1/2} = 3.6 \text{ mm}^{-1/2}$  の結晶粒度では鉄の伸びは 5.1% で、TiN 分散粒子を含む鉄の伸び値は 20.1% である。したがって、Fig. 8 は TiN 分散粒子により地鉄の延性が増加する結晶粒度領域における双晶発生頻度の違いを示している。そして、この図からわかるように双晶を含む結晶粒の割合は破断面からの位置に関係がないので、双晶は割れの進行とともに発生したのではなく、破断前までの引張変形中に発生したものと考えられる。さらに、TiN 分散粒子を含む鉄では純鉄と比べて双晶粒の割合は少ないことがわかる。

Fig. 9 は、破断面から  $20 \mu$  および  $5000 \mu$  の位置における双晶を含む結晶粒の割合と結晶粒度との関係を示している。この場合の測定方法は Fig. 8 と同様である。TiN 分散粒子を含む鉄でも結晶粒が大きくなるほど双晶粒の割合は多くなるが、純鉄と比べて結晶粒度全般にわたって双晶粒の割合は少ないことがわかる。一方、双晶変形で降伏する  $d^{-1/2} = 3.4 \text{ mm}^{-1/2}$  の純鉄は、延性を示さずに破断するが、破断面近傍の結晶粒にはほとんど双晶が見られる。これに対して、破断面から  $5000 \mu$  の位置の結晶粒は双晶を含んでいない。また、TiN 分散粒子を含む鉄でも結晶粒度が  $d^{-1/2} = 2.5 \text{ mm}^{-1/2}$  の場合には破断面近傍のみに双晶が観察された。

Photo. 2 は結晶粒度  $d^{-1/2} = 3.6 \text{ mm}^{-1/2}$  の鉄試料を引張破断後に表面を電解研磨し、再び同一個所を化学腐蝕した組織の光学顕微鏡写真である。これから鉄試験片の表面に見られた直線的な surface marking は、双晶変形

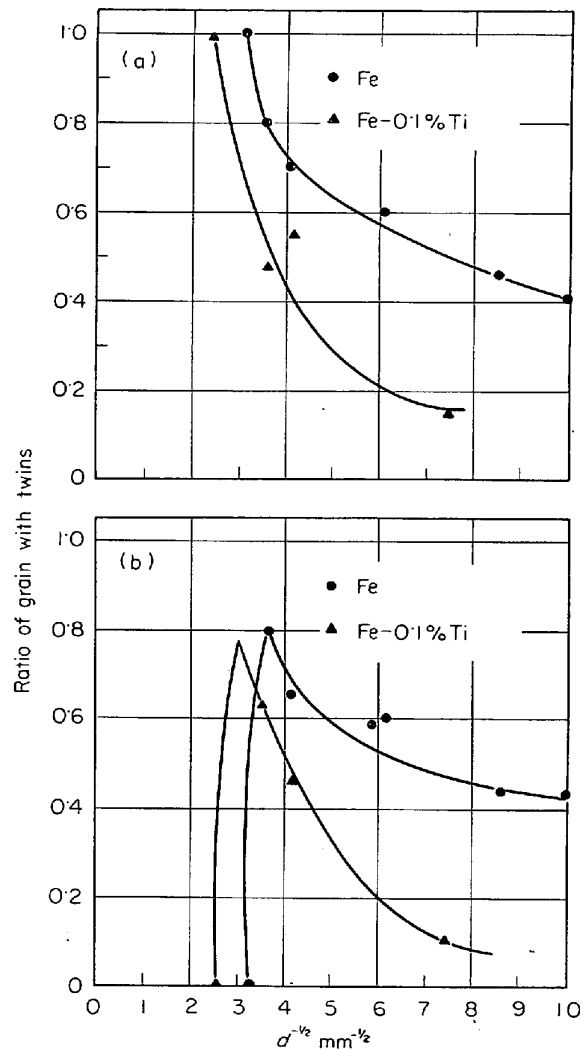
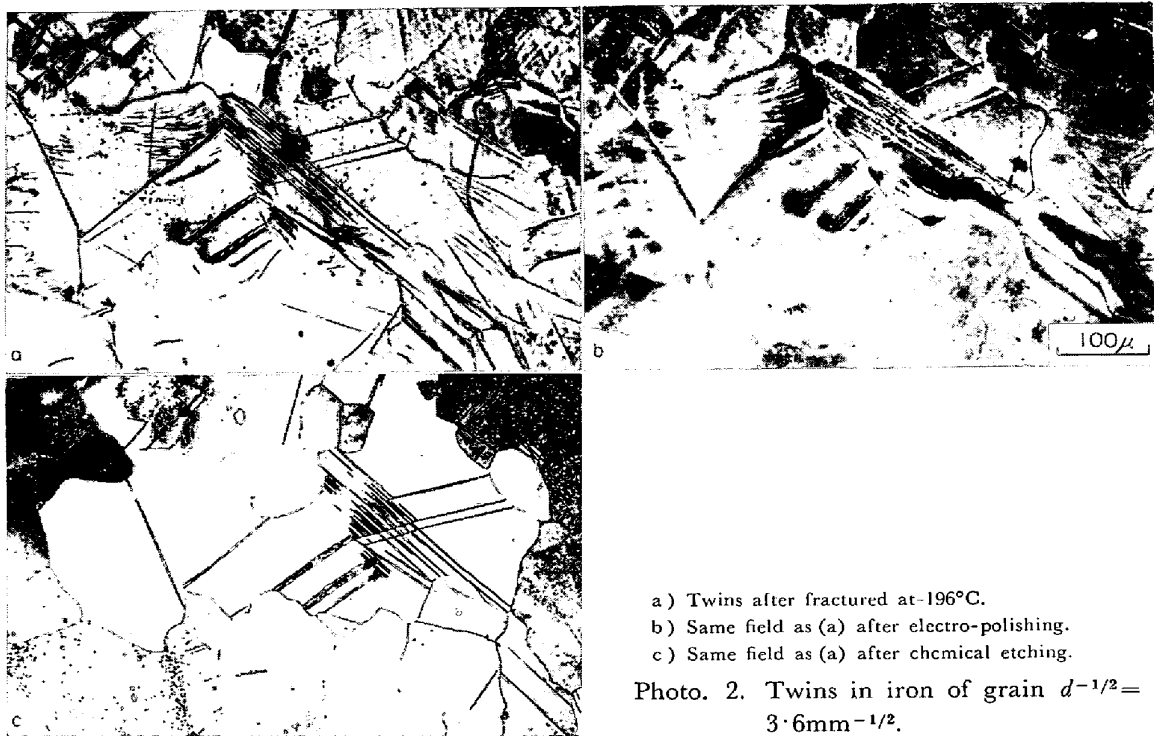


Fig. 9. Variation of ratio of grain containing twins on the mechanically polished surface (a) at  $20 \mu$  and (b) at  $5000 \mu$  from the fracture surface with grain size for iron and internally nitrated iron-0.1% titanium alloy, after tensile tested at  $-196^{\circ}\text{C}$ .

によって生じたものであることがわかる。

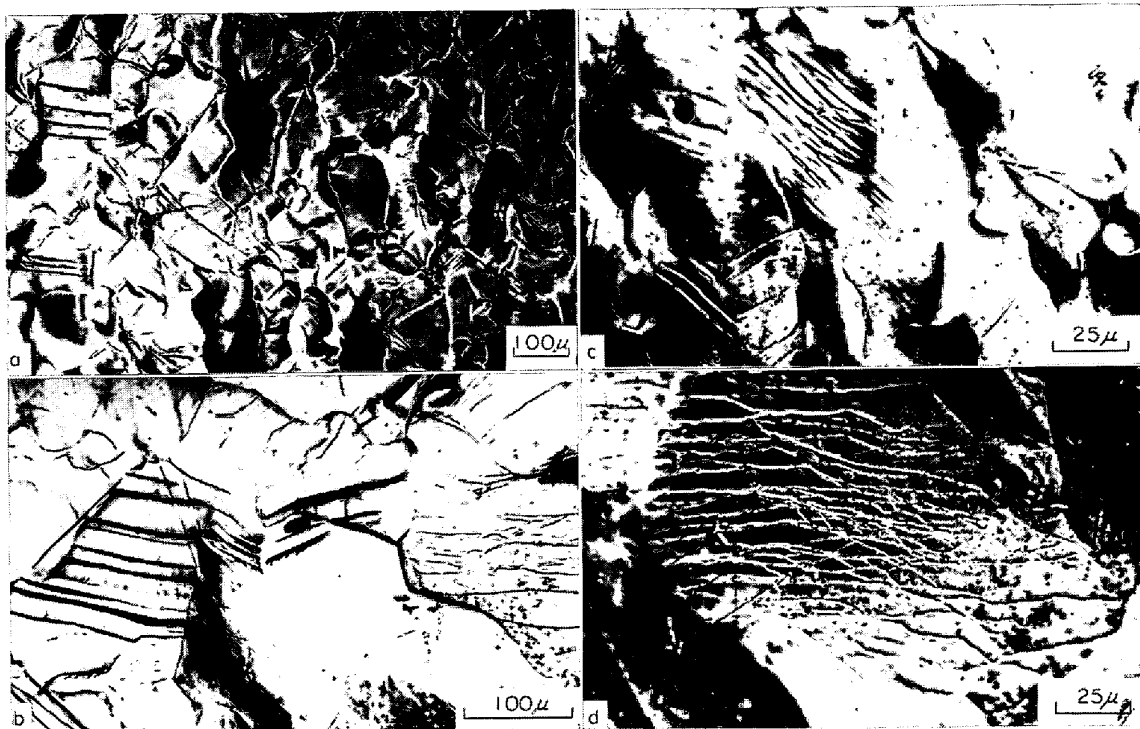
Photo. 3 は純鉄および TiN 分散粒子を含む鉄の引張破断後の表面組織を示す。TiN 分散粒子を含む鉄では細粒および粗粒でも wavy なすべり線が主体であるが、鉄の場合粗粒になると wavy なすべり線のほかに、双晶変形による直線的な surface marking がめだつてくる。

Photo. 4 と 5 は純鉄および TiN 分散粒子を含む鉄の引張破面を走査型電子顕微鏡で観察した結果を示す。局部収縮後破断する結晶粒度でも、一樣伸びで破断する結晶粒度でもへき開破壊を主体とする破面を呈している。延性を示す結晶粒度領域ではへき開破面以外に一部繊維状の破面を見ることができ、その量と延性との間に



a) Twins after fractured at  $-196^{\circ}\text{C}$ .  
 b) Same field as (a) after electro-polishing.  
 c) Same field as (a) after chemical etching.

Photo. 2. Twins in iron of grain  $d^{-1/2} = 3.6 \text{ mm}^{-1/2}$ .

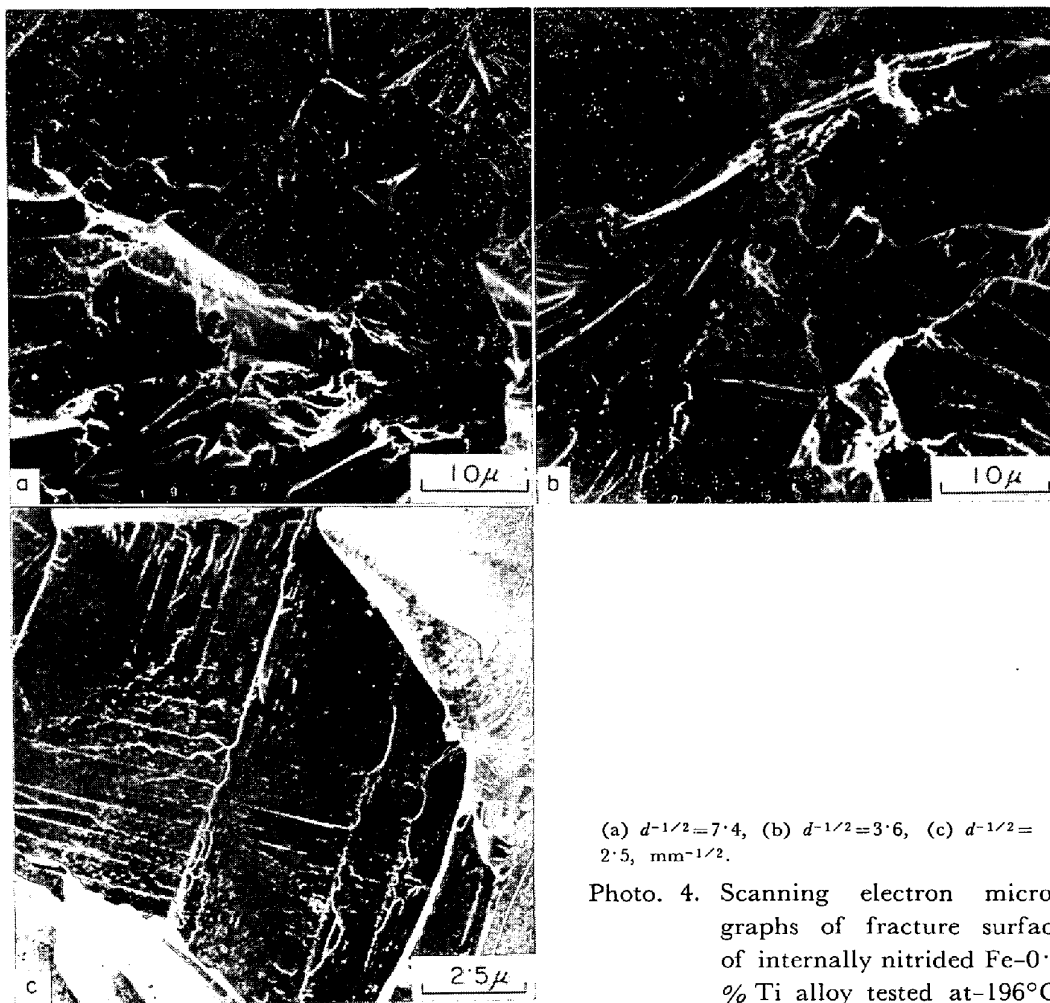


(a) Fe  $d^{-1/2} = 8.6$ , (b) Fe  $d^{-1/2} = 3.6$ , (c) Fe-0.1%Ti  $d^{-1/2} = 7.4$ , (d) Fe-0.1%Ti  $d^{-1/2} = 3.6$ ,  $\text{mm}^{-1/2}$

Photo. 3. Slip bands and twins after fractured at  $-196^{\circ}\text{C}$  in iron and internally nitrided Fe-0.1% Ti alloy.

関係は認められない。また、破面組織に関しては純鉄と TiN 分散粒子を含む鉄との間に差異は認められなかった。ただ、 $d^{-1/2} = 3.6 \text{ mm}^{-1/2}$  の純鉄では破面組織に双晶によるへき開破面のブロック化が認められる。その傾

向は結晶粒が大きくなるほど顕著になる。また、内部窒化試料においても延性を示さなくなる結晶粒度を持つ試料の破面には、双晶によるへき開破面のブロック化が観察される。



(a)  $d^{-1/2}=7.4$ , (b)  $d^{-1/2}=3.6$ , (c)  $d^{-1/2}=2.5$ ,  $\text{mm}^{-1/2}$ .

Photo. 4. Scanning electron micrographs of fracture surface of internally nitrided Fe-0.1% Ti alloy tested at  $-196^{\circ}\text{C}$ .

## 4. 考 察

### 4.1 細かな結晶粒度領域における鉄の低温延性と TiN 分散粒子

結晶粒の小さな領域では鉄はすべりにより変形する。Fig. 5 と 6 に示すように、TiN 分散粒子はこの結晶粒度領域では純鉄の延性を高める作用は少ない。しかし、G. T. HAHN<sup>2)</sup>は微細なトリア ( $\sim 380\text{\AA}$ ) が鉄のへき開抵抗を高め断面減少率を大きくする実験結果を得ている。その際に用いた試料の地鉄の結晶粒度は  $23\mu$  であり、すべりで変形する結晶粒度であると考えられるので本実験結果とは異なっている。以下この差異について考察する。

Table 3 は従来得られた各鋼種の  $k_y$  (または  $k_t$ ) 値を示し、あわせて本実験結果も示した。TiN 分散粒子は純鉄の  $k_y$  値を変えないことがわかる。

D. V. WILSON<sup>10)</sup>は鉄-炭素合金の歪時効の初期段階(コットレル雰囲気を作られ転位が固着される段階)と歪時効の後期段階(溶質原子がさらに偏析し、溶質原子

のクラスターまたは析出物を作る段階)の下降伏応力の粒度依存性を調べ、常数  $k_y$  値はこの両者で不変であると報告している。また、H. CONRAD<sup>11)12)</sup>が指摘しているように、析出物は長範囲の応力場を有する障害物と考えられ、摩擦力を高めるが、常数  $k_y$  値には影響を与えない。このように TiN 分散粒子を含む場合でも、純鉄の場合と同様に、結晶粒界は転位運動の障害物と考えてよいことを示している。すなわち、TiN 分散粒子が存在しても、地鉄の結晶粒の微細化と同等な効果を期待することはできない。したがって、TiN 分散粒子を含む鉄では、地鉄の延性を大きくする機構として、G. T. HAHN<sup>2)</sup>らの主張している slip-blockage は主たる因子として作用していないと考えられる。

また、TiN 分散粒子を含む鉄の破面は、G. T. HAHN<sup>2)</sup>らの実験結果、すなわちトリアを分散した試料がディンプルパターンの破面を示したのと異なり、主としてへき開破面を呈している。また、へき開破面のファセットの大きさは TiN 分散粒子の粒子間距離に比べてはるかに大きく、結晶粒径にほぼ等しい。したがって、鉄-トリ

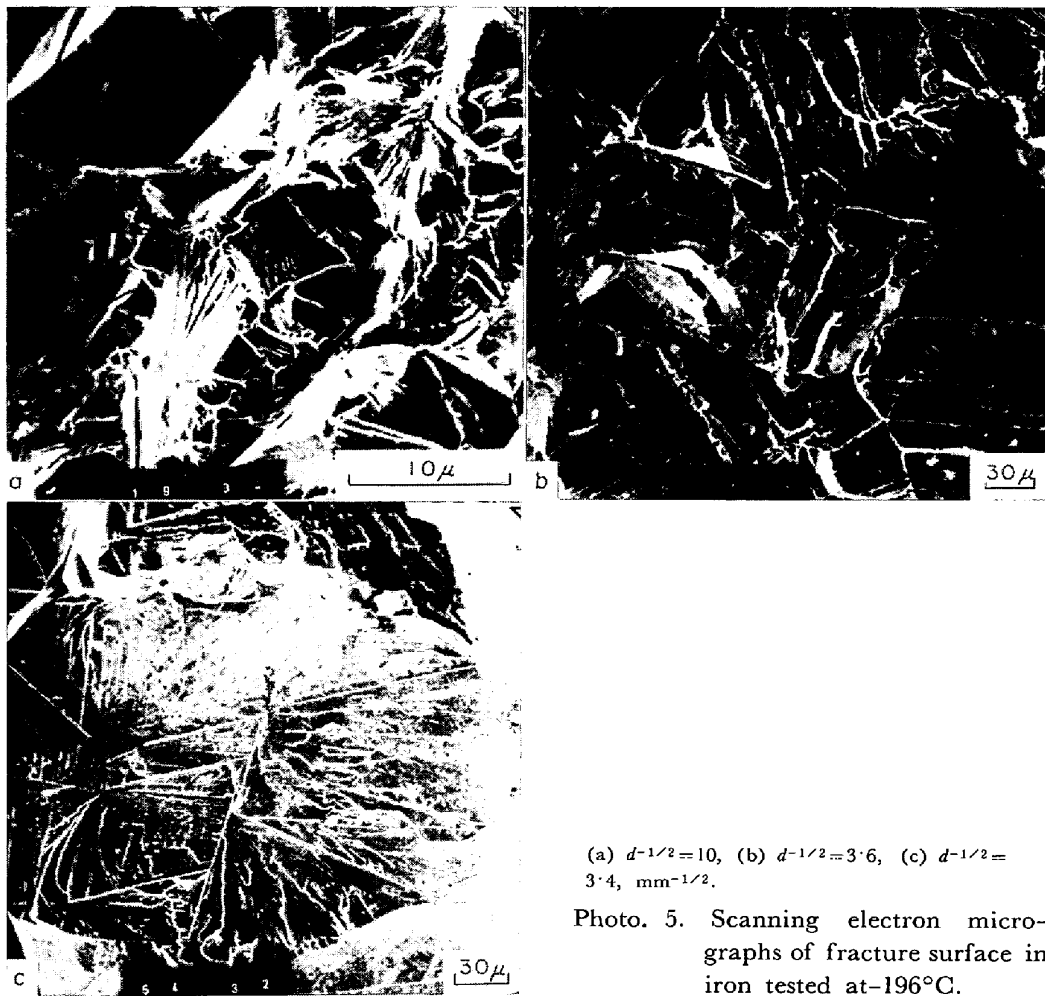


Photo. 5. Scanning electron micrographs of fracture surface in iron tested at  $-196^{\circ}\text{C}$ .

Table 3. Comparison of  $k_y$  (or  $k_t$ ) values of present work with those reported.

	Present work		<i>D. HULL</i> <sup>5)</sup>	<i>G. T. HAHN</i> <sup>6)</sup> et al.	<i>R. M. FISHER</i> <sup>7)</sup>	<i>J. HELSHOP</i> <sup>8)</sup> et al.	<i>NISHINO</i> <sup>9)</sup> et al.
	Iron	Internally nitrided Fe-0.1%Ti	Fe-3%Si	Fe-0.2%C	Fe-0.001% (C+N)	Fe-(0-0.4%) Mn	Fe-0.10%C
20°C	—	—	3.3	2.5	2.2	2.4—2.3	2.0
-78°C	—	—	3.3	—	2.2	—	—
-140°C	—	—	—	—	2.2	—	—
-196°C	4.7 (13.6)*	4.9 (14.6)*	5.6 (12.2)*	(10.6)*	2.6	5.2—4.7	4.6
-200°C	—	—	11.4*	—	—	—	—

\*  $k_t$  of twinning

ア系のディンプル・パターンの大きさがトリア粒子間距離に対応する結果とは著しく異なっている。そのうえ、Photo. 4 と 5 に示したように、TiN 分散粒子を含む鉄と純鉄との破面様相の間に相違は認められない。このように TiN 分散粒子を含む鉄では *G. T. HAHN*<sup>2)</sup> らの鉄

-トリア系と異なり、ディンプル破壊が起こらない。それゆえ *G. T. HAHN*<sup>2)</sup> らの認めたトリア粒子の延性改善の効果は、このようなへき開破壊からディンプル破壊への破壊形式の変化によるものと考えられる。



#### 4.2 粗な結晶粒度領域における鉄の低温延性と TiN 分散粒子

前述の実験結果に示されるように、TiN 分散粒子は基地鉄の結晶粒度の大きな領域で鉄の延性を著しく高める。また伸び値が零になる延性-脆性遷移結晶粒度は、純鉄では  $d^{-1/2} = 3.4 \text{ mm}^{-1/2}$  であるが、TiN 分散粒子を含むことにより  $d^{-1/2} = 2.5 \text{ mm}^{-1/2}$  に移行する。

一般に、鉄は結晶粒が大きくなるにしたがってすべり変形が押えられ、双晶変形が容易になる。Fig. 9 に示されているように本実験で用いた鉄では、結晶粒度が  $d^{-1/2} = 4.2 \text{ mm}^{-1/2}$  より大きくなると著しく双晶が発生しやすくなる。しかし TiN 分散粒子は、粗大結晶粒度領域でも鉄の双晶発生を押える作用をする。E. HORNBOGEN<sup>13)</sup> は Fe-0.9% Cu 合金についての実験で、均一固溶体または時効初期段階では双晶で変形するが、Cu 粒子が均一に粒内析出する過時効の段階では双晶が押えられすべり変形が主となると報告している。また、W. D. BRENTNALL<sup>14)</sup> および E. HORNBOGEN<sup>13)</sup> は、粒内に均一に析出している粒子は転位源として働き、応力を緩和すると述べている。それゆえ、TiN 分散粒子も地鉄の結晶粒度が粗な領域で双晶の発生を困難にすると考えられる。

以上のことから TiN 分散粒子による鉄の延性改善は、双晶の発生が困難になることと関連しているものと考えられる。そして、TiN 分散粒子による鉄の延性-脆性遷移結晶粒度の変化は、双晶発生の容易さとよく対応している。しかし、双晶発生の容易さと延性との関係についての報告は少ない。単結晶の場合、室温で予歪を与え双晶化を押えると低温延性が改善される<sup>15)</sup>。多結晶鉄の予歪効果は不明である。一方 E. ANDERSON<sup>16)</sup> らは、多結晶鉄に Mn を添加し双晶化を押えると、鉄の低温延性(破断までの伸び値)は増加すると報告している。しかし、双晶の発生が多結晶鉄の延性におよぼす効果については不明な点も多いので、さらに検討することが必要と考えられる。

#### 5. 結 論

本実験では、地鉄中の固溶元素の濃度変化などの影響を受けずに分散粒子の効果だけを取りだせる方法として、鉄-チタン合金を内部窒化し微細な TiN 相を地鉄中

に分散させ、地鉄の結晶粒度を変えて、鉄の液体窒素温度での引張延性におよぼす TiN 分散相の影響を検討し、つぎの結論を得た。

1) Fe-0.1% Ti 合金の再結晶組織でも 700°C×4 hr の内部窒化で、窒化物 TiN を粒内に均一に析出させることができる。

2) 大きさ 1523 Å, 体積率 0.22% の均一に分布した TiN 粒子は、結晶粒の大きな領域では地鉄の延性を改善する。これは微細な窒化物が、地鉄の双晶発生を押える作用をするためである。

3) 微細な TiN は鉄のへき開破断応力を高め脆性破壊の発生を困難にする。

4) 微細な TiN は鉄の破断形式に影響をおよぼさない。

#### 文 献

- 1) D. H. HODGESON and A. S. TETELMAN: "Fracture" Proc. Second International Congress, Brighton, (April 1969).
- 2) G. T. HAHN and A. R. ROSENFELD: Trans. Met. Soc. AIME, 239 (1967) 5, p. 668
- 3) F. R. H. CHEN: "Dispersion Strengthening of Iron Alloys by Internal Nitriding.", Rensselaer Polytechnic, Ph. D. Thesis., (1965)
- 4) N. J. PETCH: JISI, 173(1953), p. 25
- 5) D. HULL: Acta Met., 9 (1961) 3, p. 191
- 6) G. T. HAHN, M. COHEN, and B. L. AVERBACH: JISI, 201(1963), p. 634
- 7) R. M. FISHER: "Deformation of Iron", Cambridge Univ., Ph. D. Thesis, (1962)
- 8) J. HELSHOP and N. J. PETCH: Phil. Mag., 2 (1957) 17, p. 649
- 9) 西野, 本間: 鉄と鋼, 56 (1970) 7, p. 859
- 10) D. V. WILSON and B. RUSSELL: Acta Met., 8 (1960) 1, p. 36
- 11) H. CONRAD: J. Metals, 16 (1964) 7, p. 582
- 12) H. CONRAD and G. SCHOECK: Acta Met., 8(1960) 11, p. 791
- 13) E. HORNBOGEN: Trans. ASM, 57 (1964) March, p. 120
- 14) W. D. BRENTNALL and W. ROSTOKER: Acta Met., 13 (1965) 3, p. 187
- 15) W. D. BIGGS and P. L. PRATT: Acta Met., 6 (1958), p. 694
- 16) E. ANDERSON and J. SPREADBOROUGH: JISI, 206 (1968) 12, p. 1223