

## 論 文

UDC 669.12 : 539.377 : 539.6 : 620.186.4

低炭素-鉄合金の変形応力ならびに組織におよぼす  
変形温度の影響\*

竹 山 太 郎\*\*・高 橋 平七郎\*\*\*

Effect of Deformation Temperatures on Flow Stress and Dislocation  
Structures of Low Carbon Steels

Taro TAKEYAMA and Heishichiro TAKAHASHI

## Synopsis:

The relation between dislocation structures and tensile properties have been investigated in the temperature range from room temperature to 400°C using four kind of  $\alpha$ -irons with different carbon concentration. The grain size dependence of the yield and flow stress have also been studied in the same temperature range.

The specimens showed serrated flow curves with high flow stress and high work-hardening rate. The higher the solute carbon content was the higher the flow stress and work-hardening rate became, and the temperatures of serrated flow being observable moved to a slightly higher temperature by decreasing the carbon content of the specimens.

The flow stresses of the specimens were analyzed in term of the Petch parameters  $k$  and  $\sigma_i$ . It was found that  $k_f$  at the temperatures of blue brittleness region was identical with  $k_y$ , but  $\sigma_i$  showed higher value than the value at room temperature. These high values of frictional stress well corresponded to high work-hardening rates. The change of flow stress component, therefore, was almost related to the frictional stress ( $\sigma_i$ ). In the temperature range of serrated flow, deformed structures showed high dislocation densities and very small cell structures. Rapid increase in flow stress and high work-hardening rates were closely related with high rate of dislocation-multiplication.

(Received Aug. 6, 1971)

## 1. 緒 言

軟鋼をはじめタンタル、ニオブなど体心立方型金属の塑性変形挙動は微量の侵入型溶質原子の存在によつて大きく影響をうける。とくにこれら金属合金を室温以上の温度で変形した場合、溶質原子と変形中に生ずる運動転位との相互作用は顕著になり特定の温度範囲では多重降伏現象(セレーション)を示し<sup>1)~5)</sup>材料の機械的性質におよぼす影響は大きい。この現象は軟鋼では青熱脆性として知られており 100°~300°C の温度領域で変形したとき変形強度を増大させ伸びを減少させる。このような青熱温度領域での変形過程で生ずる複雑な現象についてすでに多くの研究<sup>6)~10)</sup>がなされているが、強化機構についてはまだ十分明らかにされていない。

鉄中の炭素および窒素原子は転位に対し強い固着作用

を有しており<sup>11)</sup>、変形によつて増殖される転位と溶質原子との相互作用は変形強度の重要な支配因子となつている。とくに軟鋼の青熱温度領域での変形は動的な歪時効を伴う塑性変形過程で強化されると考えられるが、溶質原子と運動転位の挙動によつてどのように強化が進行するのかとくに変形組織としての転位密度、転位分布ならびに溶質濃度との関係についてはほとんど明らかにされていない。本研究では主として青熱温度領域での変形による応力-歪曲線に示される特有な強度の温度依存性を溶質濃度のことなる $\alpha$ -鉄を用い溶質濃度および変形温度と内部組織変化との関係から強化機構を明らかにする

\* 昭和46年9月鉄鋼科学技術国際会議にて発表  
昭和46年8月6日受付

\*\* 北海道大学工学部 工博

\*\*\* 北海道大学工学部

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

Specimen	C	N	Mn	Si	S	O	Al
A	0.025	0.0014	0.001	0.001	0.004	0.006	—
B	0.006	0.0007	0.005	0.015	0.006	0.0013	0.001
C	0.003	0.0007	—	—	—	—	—
D	0.0007	0.00002	0.00005	0.0010	0.0005	0.00024	0.0020

Remarks: Specimen A, B and C: Re-electrolytic pure iron made by Showa Denko K.K., D: Zone-refined pure iron made by Battelle Memorial Institute

ことを目的とした。

## 2. 実験方法

本実験ではおもな溶質原子として炭素量 0.025 wt% の試料Aと 0.006 wt% の試料Bのほか試料Bを湿水素雰囲気中で 800°C 48hr, さらに乾水素中で 700°C 24 hr焼鈍し脱炭, 脱窒処理したもの(試料C)ならびに帯溶融精製した高純度鉄(試料D)の4種類を使用した。その化学組成を Table 1 に示す。

試料A, B, Cについては冷間圧延による圧延率, 焼鈍温度ならびに焼鈍時間を種々変化させて結晶粒度の大きさが約 20  $\mu$  から 500  $\mu$  まで結晶粒度のことなる試料を調製した。この結晶粒度測定は単位面積あたりの結晶粒数から平均結晶粒径を求めた。

試料の最終厚さは 0.5 mm である。試料は放電加工法によつてゲージ長さ 20 mm, 幅 4 mm の引張り試験片に作成し不透明石英管に真空度約  $5 \times 10^{-6}$  mmHg で封入した。試料は 730°C で 1 hr 溶体化処理後 0°C の氷水中へ破管急冷し, インストロン型引張り試験機を用い歪速度約  $4.2 \times 10^{-4}$  /sec で引張り変形した。変形温度は室温から 50°C 間隔で, 400°C までの範囲である。50°C から 200°C までは市販の油を 250°C から 400°C までは塩浴を使用した。引張り変形した試料は同時に透過電子顕微鏡観察用として使用し, 化学研磨, 噴射研磨法を用い薄膜に作成した。

## 3. 結果および考察

### 3.1 応力-歪曲線図

本研究で使用した各試料は室温以上 400°C までの温度で引張り変形すると, ある特定の温度範囲でセレーションが観察される。その一例を Fig. 1 に示す。Fig. 1 (a)は結晶粒径が約 35  $\mu$  の試料Aを変形したときの応力-歪曲線図である。50°C の温度ですでにセレーションが発生し 200°C まで観察される。とくに 100°C の温度で非常に顕著なセレーションが認められる。200°C まで温度が上昇するに伴いセレーションの一時的応力降下はしだいに大きくなる。しかし, 250°C で変形したときは

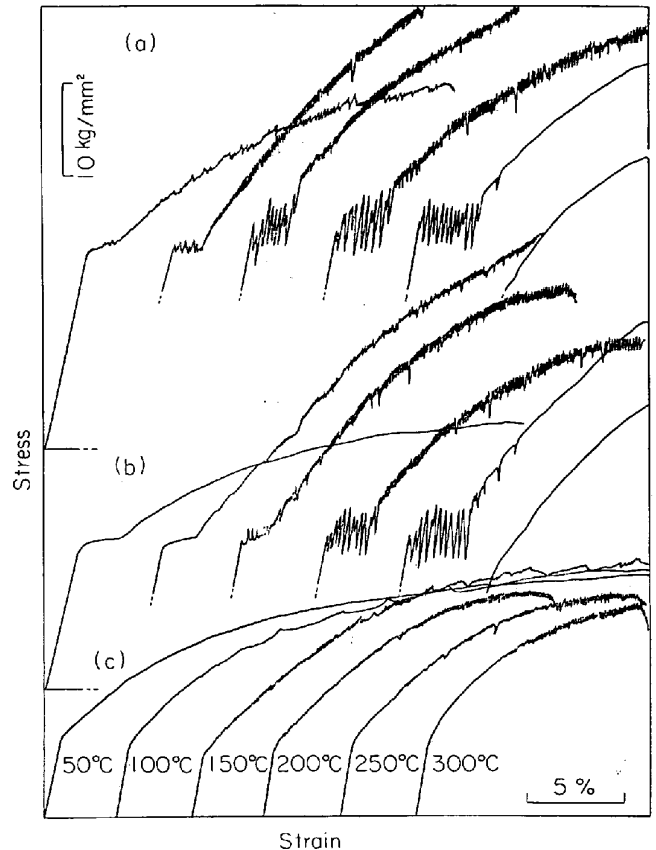


Fig. 1. Typical stress-strain curves observed during tensile testing; (a) specimen A (grain dia. 20-25  $\mu$ ), (b) specimen B (grain dia. 35  $\mu$ ) and (c) specimen C (grain dia. 90  $\mu$ ).

リユードス伝播のみセレーションが認められ加工硬化領域ではなめらかな応力-歪曲線図をえがく。300°C 以上では降伏直後からリユードス伝播なしになめらかな曲線となる。炭素濃度の低い試料B(結晶粒径約25  $\mu$ )においても同様な応力-歪曲線が得られる (Fig. 1-b)。この場合, 最初のセレーションは 100°C から観察される。すなわち, 炭素濃度の低下によつてセレーションの発生温度は高温側に移行する傾向を示している。もつとも顕著なセレーションは 150°C の温度で変形したとき観察される。さらに高温で変形した場合には試料Aと同じ挙動を示す。溶質濃度のさらに低い試料C(結晶粒径約90  $\mu$ )では 100°C でもわずかに不連続曲線が認められる

が明りようなセレーションは 150°C から観察される。この場合、セレーションは 300°C の高温においても認められる。しかし、このセレーションの一時的応力降下の大きさは試料 A および B のときよりも小さい。このように応力-歪曲線図に示されるセレーションは固溶炭素濃度によつてその発生温度がことなり、Fig. 1 に示したごとく高い炭素濃度の試料ほど低温度の変形でセレーションが発生することを示している。セレーションの発生は固溶している溶質原子と運動転位との相互作用による固着効果に原因するもので、溶質濃度が高いほどその相互作用は強く運動転位の溶質原子による捕捉の機会が低温度側においても十分に行なわれていることを意味している。

KEH ら<sup>9)</sup>はこのセレーション発生温度の濃度依存性の効果を窒素濃度のことなる試料について示し、溶質濃度の増加は変形温度を高くすることと等価な効果であることを指摘している。セレーションの一時的応力降下 ( $\Delta\sigma$ ) は Fig. 1 に示したごとく各試料とも変形量とともに大きくなる。また、セレーションの発生する温度範囲での  $\Delta\sigma$  の値は変形温度の上昇とともにしだいに大きくなる。

Fig. 2 は応力-歪曲線図から求めたセレーションの繰り返し頻度数 ( $n$ ) および一時的応力降下 ( $\Delta\sigma$ ) を変形温度との関係で示した。すなわち変形量 2.5% から 7.5% の間での伸び 1% あたりで生じたセレーションの繰り返し数および約 5% 伸びでの  $\Delta\sigma$  の値を示す。  $n$  の最高値は固溶炭素濃度の増大とともに低温度側に移動して

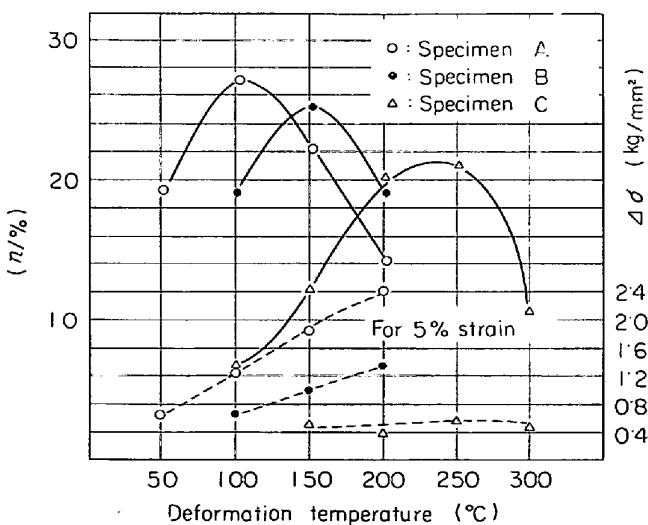


Fig. 2. Effect of deformation temperature on the stress amplitude at 5% strain and the frequency of serration per 1% strain during 2.5-7.5% straining.

おり、試料 A では 100°C、試料 B では 150°C においてそして試料 C の場合は 200~250°C の温度で認められる。

一方、このようなセレーションの発生頻度とは無関係に各試料とも  $\Delta\sigma$  は変形量の増大とともに増加する。また、固溶炭素濃度の高い試料ほど  $\Delta\sigma$  の値は大きい。たとえば 200°C の温度で変形した場合、試料 A, B, C はそれぞれ 2.4, 1.3 および 0.6 kg/mm<sup>2</sup> の値を示す。これら  $\Delta\sigma$  の大きさについては、GILMAN-JOHNSTON による降伏現象に対する説明<sup>10)</sup>と同様に転位の急激な増殖に関係するものとして定性的に説明されるが、定量的には内部の応力分布状態や転位の分布形態などの考慮を必要とするためなお一層の検討が大切である。

### 3.2 変形強度の温度ならびに濃度依存性

結晶粒度のことなる A, B および C の各試料はいずれも青熱脆性温度領域で高い変形強度を示す。Fig. 3 は結晶粒度のことなる試料を室温から 400°C の温度範囲で引張り変形し 5% および 10% 変形後に得られた変形応力から降伏応力を差し引いた値 ( $\sigma_T - \sigma_Y$ ) と変形温度との関係を示す。

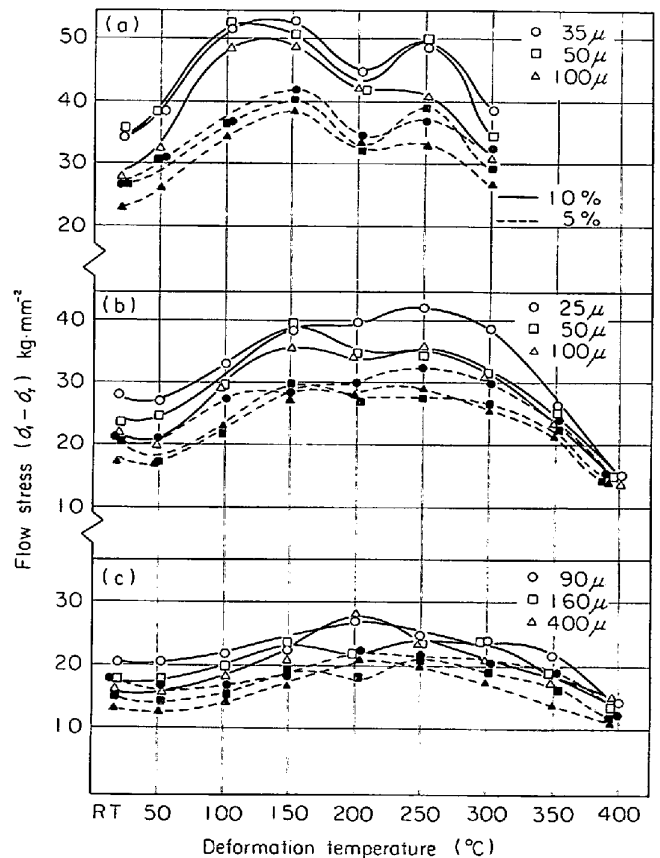


Fig. 3. Flow stress of  $\alpha$ -irons with different grain sizes at various temperature after 5 and 10% strain; (a) specimen A, (b) specimen B and (c) specimen C.

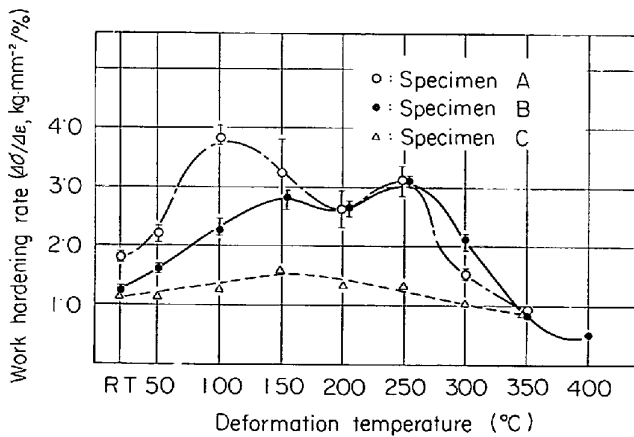


Fig. 4. A change of work-hardening rate as a function of deformation temperature.

$\sigma_f$  は各変形応力,  $\sigma_y$  は降伏応力を示す. ( $\sigma_f - \sigma_y$ ) は結晶粒度の差によつて多少のばらつきが認められるが, 一般に細粒の方がいく分高い値を示し, 試料A, Bでは 100~150°C および 200~250°C 付近に硬化の極大値が認められるが試料Cでは 200~250°C に最高値を示す. 変形応力は炭素濃度の高い試料ほど高い. これら3種の試料の加工硬化率 ( $d\sigma/d\varepsilon$ ) は変形応力と同様に変形温度に強く依存し青熱温度領域でとくに高い. Fig. 4に示すごとく試料A, Bはそれぞれ 100°C, 150°C 付近で最初の硬化率の山が認められ, また, 250°C で両試料とも第2の硬化率の山が現われる. 一方, 低炭素含有量の試料Cは全変形温度領域で加工硬化率は小さい. このような機械的性質の変化は試料Dについても試料Cと類似している. この変形応力または加工硬化率で示す第1の山の現われる温度はセレーシ ョンの頻度数が最大となる温度と一致しており, この加工硬化は動的歪時効と密接な関係にある. 250°C 付近で認められる極大値については, この温度で安定なセメントの析出が急に生ずるため, 析出物による転位の発生および運動転位の障害効果などに依存するためと考えられる. これは後述の

高い転位密度を示すことと関連している.

3.3 変形強度と結晶粒度の関係

金属の種類によらず多結晶試料は結晶粒の大小によつて降伏応力や変形応力が変化することは知られている. この結晶粒径と強度の間には HALL-PETCH の関係が成立する<sup>14)15)</sup>.

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

$\sigma$ : 降伏応力,  $\sigma_0$ : 摩擦応力,  $K_y$ : 定数,  $d$ : 結晶粒直径でこの関係式は降伏応力のみならず変形応力についても満足することが認められている<sup>16~18)</sup>. すなわち,

$$\sigma_f = \sigma_i + K_f \cdot d^{1/2} \dots\dots\dots (2)$$

$\sigma_f$ : 変形応力,  $\sigma_i$ : 変形摩擦応力,  $K_f$ : 定数である. 本研究では降伏応力ならびに変形応力に対し PETCH の関係式を適用した結果を Fig. 5(a~c) に示す. 各試料とも降伏応力に関してはよく満足している. 10%変形後の応力に対しては多少のばらつきが認められるがほぼこの関係を満足している. (1)式および(2)式の勾配と  $d^{-1/2}=0$  への外挿応力から各試料について各温度で求めた  $K_y, K_f$  および  $\sigma_0, \sigma_i$  の値を Table 2 ならびに Fig. 6 に示す.

3.4  $K_y, K_f$  について

$K_y$  の値についてはすでに多くの報告がありその値は 1.0~2.9 kg/mm<sup>3/2</sup> の間にある<sup>19~22)</sup>. 本研究において試料Aで  $K_y$  は Table 2 にみられるごとく比較的大きい値を示すが一般に各試料ともほとんどの変形温度で 1.0~2.5 kg/mm<sup>3/2</sup> の値であり試料中の溶質濃度ならびに変形温度による変化はあまりない. 一方, 変形後の応力と結晶粒径の関係から求めた  $K_f$  の値は各変形温度でことなるが変形量 5% および 10% での  $K_f$  をそれぞれ  $K_f^5$  および  $K_f^{10}$  とするとその値は 0.3~3.1 kg/mm<sup>3/2</sup> である. Table 2 から明らかなきごとく試料A, Bでは  $K_f^5$  より  $K_f^{10}$  は高い値を示すが試料Cで  $K_f^5$  のほうが  $K_f^{10}$  よりも高い. このように溶質濃度の高い試料では変形過程で転位固着作用が強くなり, 転位の増殖する割合は変

Table 2. The values of  $K_y$  and  $K_f$  at various temperatures.

Specimen	K	R-T	50°C	100°C	150°C	200°C	250°C	300°C	350°C	400°C
A	$K_y$	1.89	1.29	1.24	2.52	1.95	2.23	0.56	—	—
	$K_f$	2.00	1.87	1.44	1.25	0.19	0.64	1.57	—	—
	$K_f^{10}$	2.79	3.08	2.09	2.07	1.11	2.21	2.00	—	—
B	$K_y$	1.43	1.10	0.97	1.01	1.60	1.05	0.68	0.06	0.07
	$K_f^5$	0.74	0.66	0.91	0.41	0.03	0.45	1.01	0.30	-0.05
	$K_f^{10}$	1.06	1.10	0.86	0.81	1.07	1.46	1.49	0.39	—
C	$K_y$	2.10	0.88	1.14	0.79	1.60	2.10	1.96	2.33	1.60
	$K_f^5$	2.29	1.76	1.94	0.50	1.29	1.21	1.36	2.72	0.27
	$K_f^{10}$	2.13	2.05	1.71	0.61	0.62	0.52	1.00	2.22	-0.25

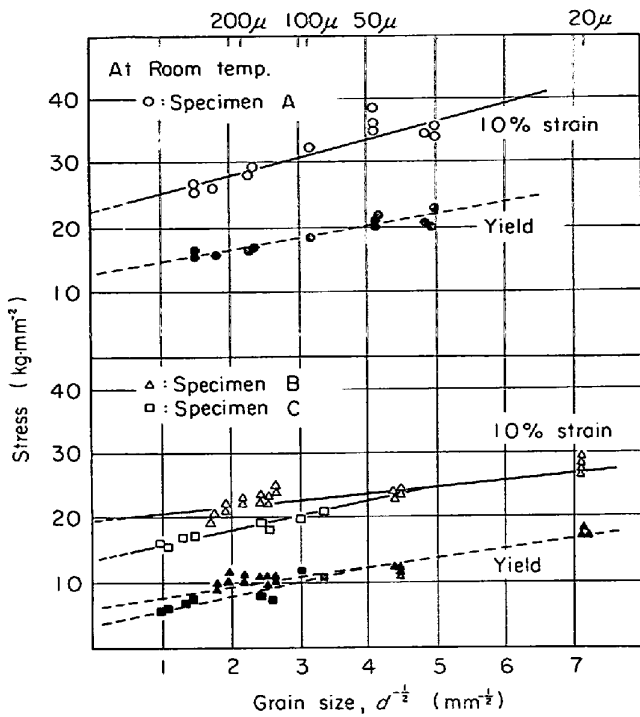


Fig. 5(a). The effect of grain size on the yield and flow stresses after 10% strain of  $\alpha$ -irons at room temperature.

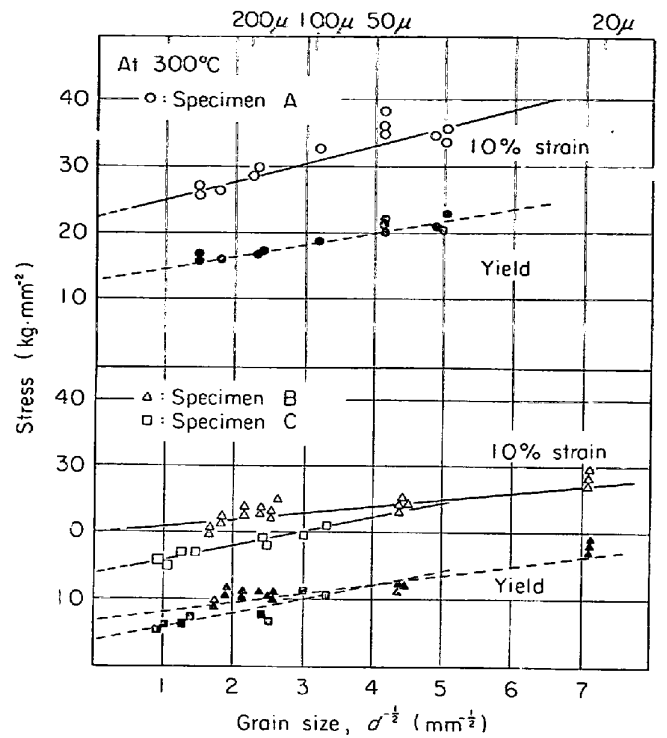


Fig. 5(c). The effect of grain size on the yield and flow stresses after 10% strain of  $\alpha$ -irons at 300°C.

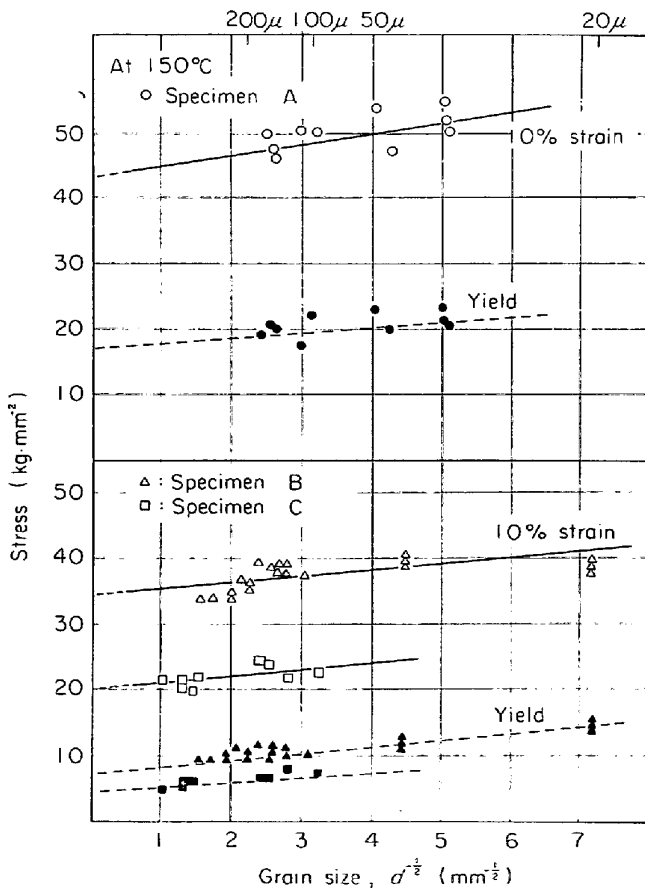


Fig. 5(b). The effect of grain size on the yield and flow stresses after 10% strain of  $\alpha$ -irons at 150°C.

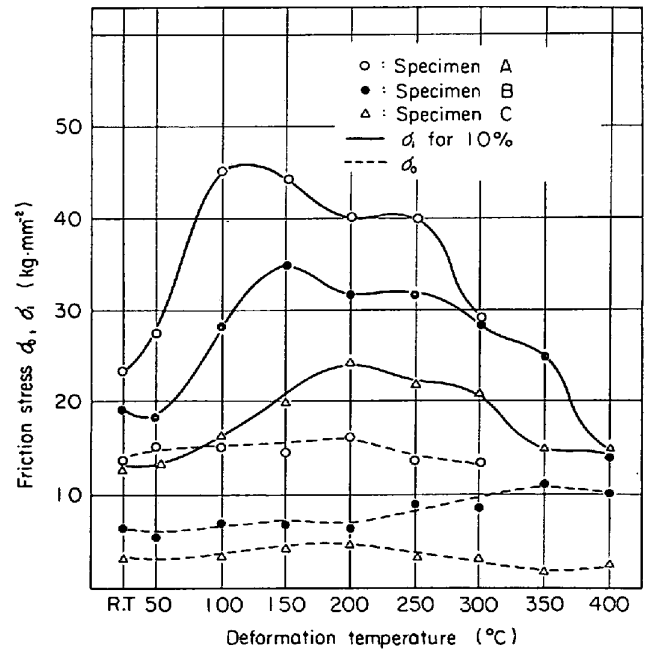


Fig. 6. Temperature dependence of frictional stress  $\sigma_0$  and  $\sigma_1$  after 10% strain.

形量の増加とともに一層顕著になり、セル構造などの形成にもなう内部応力の増大によつて加工硬化率もしだいに上昇し運動転位や転位源の活動が抑制されるだろう。すなわち、動的歪時効の顕著な温度や高炭素濃度の試料では変形の進行につれさらに素地が強化される結果、

変形の伝播に必要な応力集中の大きさを示す  $K_f$  は大きくなる<sup>20)</sup>. しかし, 溶質濃度の非常に低い場合は変形によつて増加した転位を十分に固着し得ないため変形量の増大とともに運動転位は増加するが, 全体として転位密度の増加は少なく, 素地の強化も小さいので  $K_f$  は大きくなる。

BRINDLEY ら<sup>23)</sup>が 100°C から 200°C の温度で変形したとき  $K_y$  と  $K_f$  がほぼ等しい値を示していることからわかるように, 変形中に溶質原子によつて転位の固着が十分強く行なわれるにつれ  $K_y$  と  $K_f$  の値は同じになる. 上述のごとく,  $K_y$  および  $K_f$  は一定値の範囲内で溶質濃度, 歪量に依存する傾向にあるがこれら値の正確な決定は困難である.

(2)式について変形応力におよぼす変形温度の効果を考慮すると結晶粒度に関する応力変化は変形応力全体のわずか 10% 前後であり, 変形応力の溶質濃度や変形温度依存性を律するための重要な因子になるとは考えられない.

### 3.5 $\sigma_o$ , $\sigma_i$ について

Fig. 6 は各試料について降伏ならびに 10% 変形応力に関して(1)式および(2)式から得られた  $\sigma_o$  と  $\sigma_i$  を室温から, 400°C の温度に対し示した.  $\sigma_o$  は固溶炭素量によつてことなり高濃度ほど高い値を示し, 室温変形で試料 A, B および C の摩擦応力はそれぞれ 13 kg/mm<sup>2</sup>, 6.8 kg/mm<sup>2</sup> および 3.6 kg/mm<sup>2</sup> を示している. この炭素濃度差による応力の変化は HESLOP ら<sup>24)</sup>によつて示されたごとく溶質濃度 (炭素, 窒素) の固溶体硬化にもとづく摩擦効果によつて説明されるであろう. 摩擦応力  $\sigma_o$  が室温以上で変形したときも室温変形とみかけ上, 同程度の応力値となるのは変形過程で形成する析出物の分散硬化によるあらたな変形抵抗の発生によると考えられる.

10%歪を加えた後に得られる変形摩擦応力  $\sigma_i$  は変形温度によつて大きく変化し青熱温度領域内でとくに高くなる. 試料 A および B はそれぞれ 100°C と 150°C の温度で最高値を示している. 溶質濃度のもつとも低い試料 C の場合はさらに高温側に移行し 200°C で最大となる. この変形摩擦応力  $\sigma_i$  から摩擦応力  $\sigma_o$  を差し引いた ( $\sigma_i - \sigma_o$ ) 値を加工硬化領域での変形により増大した変形摩擦応力とし各変形温度との関係を Fig. 7 に示す. 変形摩擦応力の温度依存性は前述の変形応力および加工硬化率と同様に強い温度依存性を示す. また, この変形摩擦応力の値は溶質濃度の高い試料ほど高い. この変化は 10%歪以外の種々の歪量における変形摩擦応力についてもまったく同じである.

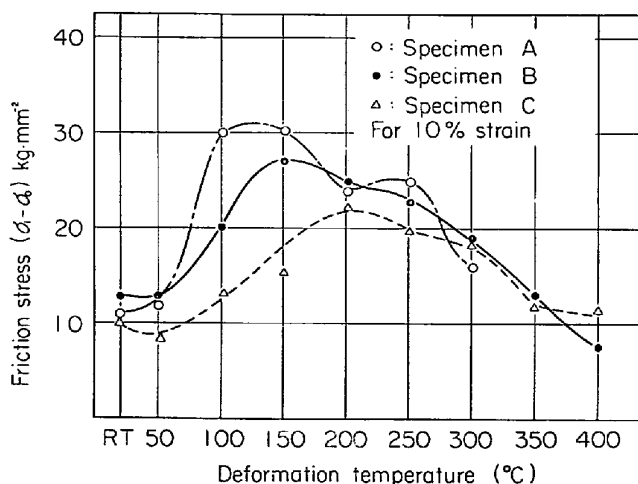


Fig. 7. The relationship between the deformation temperature and the increment of frictional stress after 10% strain.

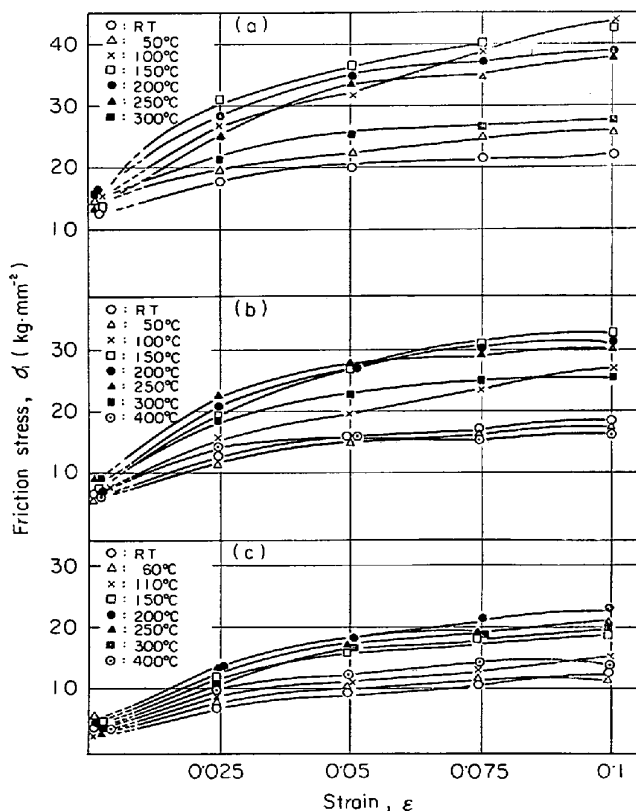


Fig. 8. A change of frictional stress as a function of strain at various temperature.

以上, 変形応力や加工硬化率の上昇は変形にともなう変形摩擦応力の増大と密接な関係をもつことが明らかである. この応力は濃度, 温度に強く依存することを考慮すると, 変形中に生ずる転位と溶質原子との動的歪時効は青熱温度領域である 100~150°C でとくに顕著であり高い溶質濃度ほど一層強い固着作用を示す. この結果, 後述のように歪時効によつて転位の増殖が頻繁に行なわれ変形摩擦応力が一段と増加する.

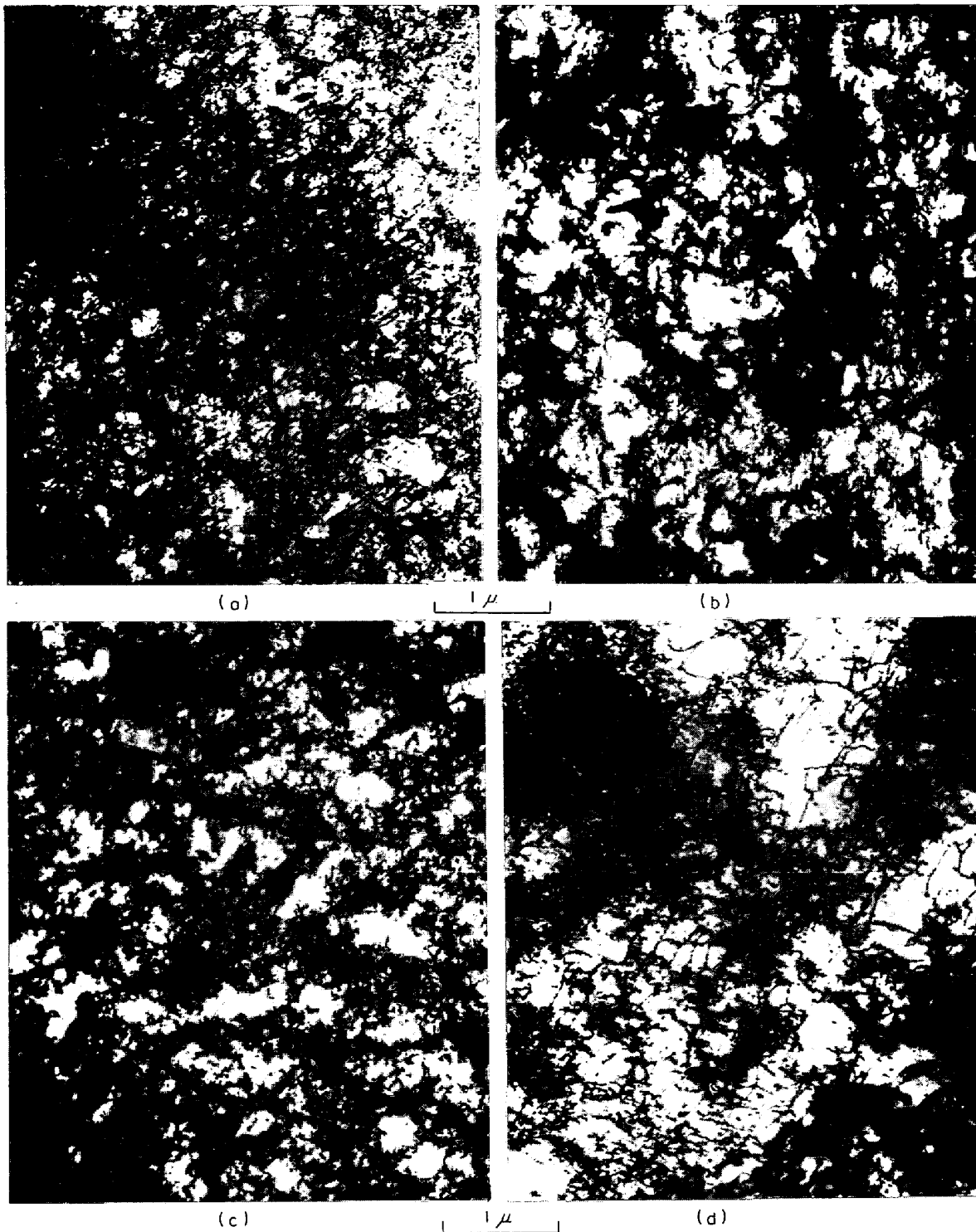


Photo. 1. Some examples of transmission electron micrographs of specimen A after 10% strain, (a) at 100°C, (b) at 200°C, (c) at 250°C and (d) at 300°C.

Fig. 8は変形摩擦応力  $\sigma_i$  を変形量に対して示したものである。  $\sigma_i$  は各試料とも最初の 2.5% 歪までは急な増大を示しその後の変形で徐々に大きくなり一定値に近づく。  $\sigma_i$  の増加の程度は青熱温度領域でもつとも大きく溶質濃度の高い試料ほど  $\sigma_i$  の増大も著しい。以上

(1), (2)式による HALL-PETCH の関係によつて変形強度の温度ならびに溶質濃度依存性について考察した結果、変形強度は(2)式の第一項の変形摩擦応力に支配されていると考えられる。したがつて(2)式は次のごとく表現する。

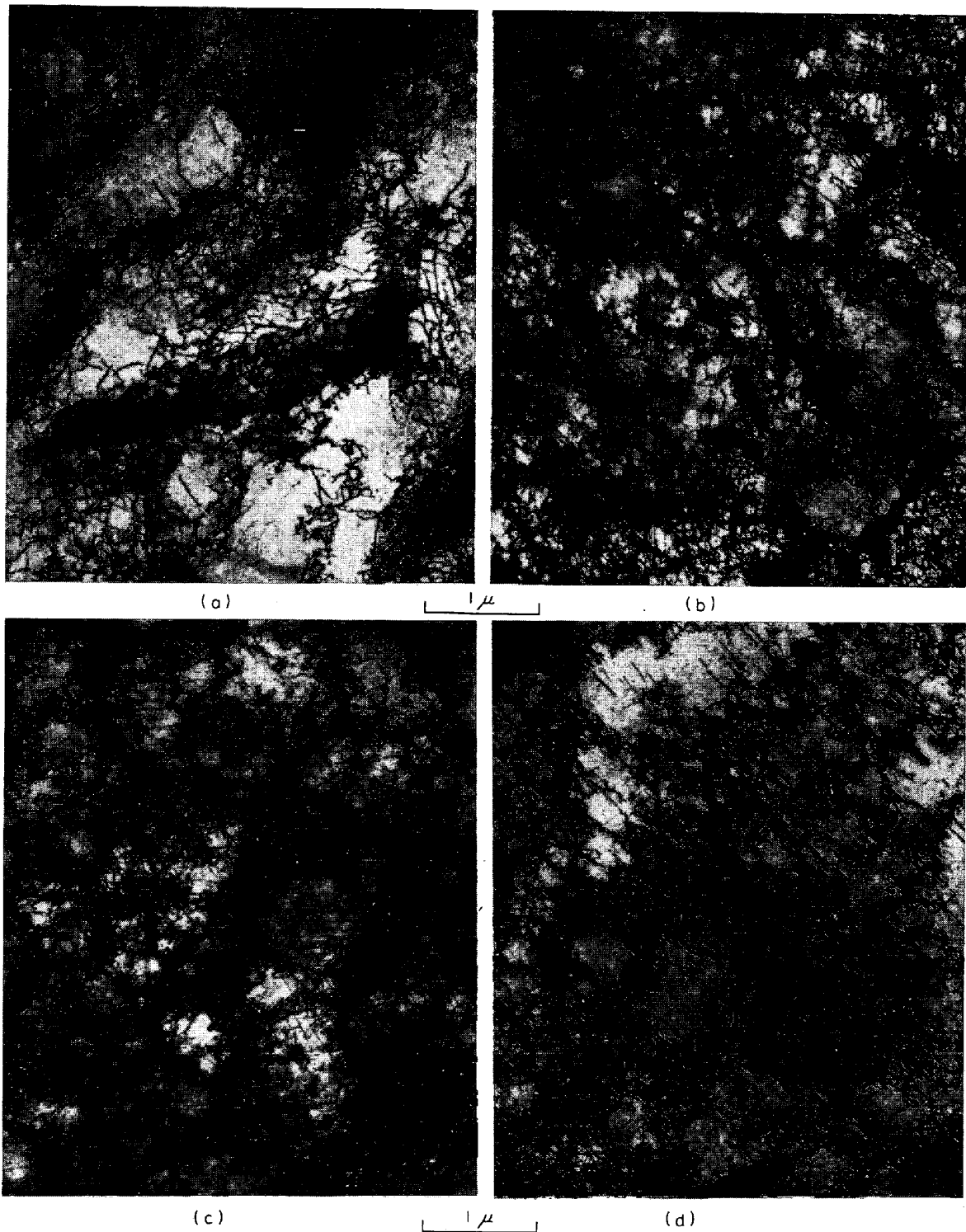


Photo. 2. Some examples of transmission electron micrographs of specimen B after 10% strain, (a) at 50°C, (b) at 150°C, (c) at 250°C and (d) at 300°C.

$$\sigma_f(T, c, \epsilon) = \sigma_i(T, c, \epsilon) + K_f \cdot d^{-1/2} \dots\dots\dots (3)$$

ここで  $\sigma_i$  は変形応力,  $T$  は変形温度,  $c$  は溶質濃度,  $\epsilon$  は歪量を示し  $\sigma_f$ ,  $\sigma_i$  はそれぞれの因子に依存することを示す. 溶質濃度依存性は鉄-炭素合金のような時効性合金のときもつとも有効となる. また前述のように本

研究での変形温度内では  $K_f \approx K_y$  であるから (1), (2) より

$$\sigma_f - \sigma_y \approx \sigma_i - \sigma_0 \dots\dots\dots (4)$$

で与えられる. すなわち, 加工硬化領域の強化は降伏以後の変形とともに変化する素地の摩擦応力の増大に強く



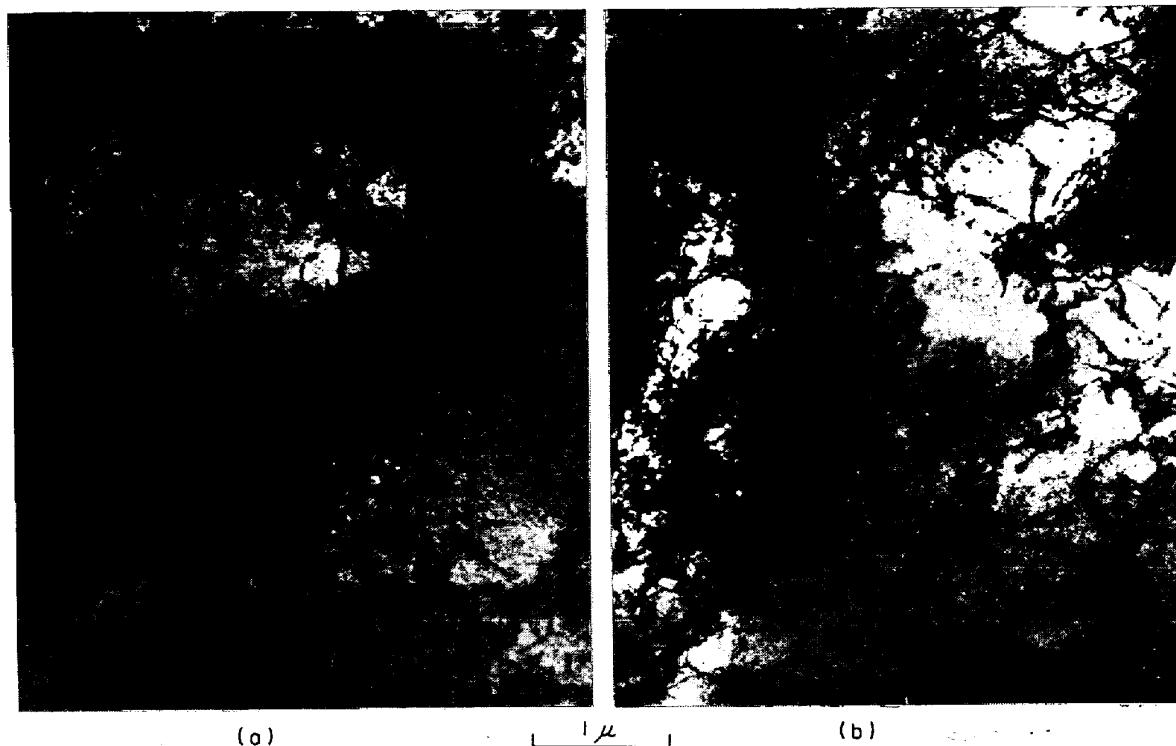


Photo. 3. Two examples of transmission electron micrographs of specimen D after 10% strain, (a) at 150°C, (b) at 250°C.

依存することが理解される。それゆえ  $\sigma_i$  の値の変形温度、溶質濃度および歪量による変化は内部組織とくに転位構造との関係で説明されるだろう。

### 3.6 変形組織

変形強度は結晶粒度ならびに変形摩擦応力に依存して表わされる。とくに青熱温度領域における変形強度は主として変形摩擦応力に依存していることが明らかである。

この変形摩擦応力の増大は変形中に増殖される転位と溶質原子との相互作用に関連しており<sup>25)</sup>強度変化にともなう内部組織変化について透過電子顕微鏡による詳細な観察をこころみた。

Photo. 1 (a~d)は試料Aを 100~300°C の温度領域で 10% 変形したときの代表的な組織である。Photo. 1 (a)は 100°C で変形したときの組織で高い転位密度(約  $3.4 \times 10^{10}/\text{cm}^2$ )と細かいセル構造が観察される。さらに転位上に非常に微細な析出粒子が多数形成しているのが認められる。この 100°C の変形温度はもつとも顕著なセレーションを示し加工硬化が最大となる温度に相当する。(Fig. 2, 4)。200°C の温度で変形すると Photo. 1 (b)に示すごとく転位はやや少なくなっているが変形中に形成する析出物は 100°C のときよりも大きく板状に析出している。これら析出物は変形されればしばしば細かな

粒状析出物として観察される。Photo. 1 (c)は 250°C で変形したときの組織である。素地中には成長したセメントタイトが観察されその周囲に多数の転位がタングルし微細なセル構造を形成している。セレーションの生じない変形温度にもかかわらず再び変形応力や加工硬化率が増加し転位密度が高くなっているのはこれら析出物が運動転位に対する障害となつているほかに析出物自体が転位の発生源として作用しているためと推察される。300°C で変形すると Photo. 1 (d)に示すごとく析出物は非常に大きくなりセル構造の一部は回復し転位密度も減少しその分布もしだいに均一化される。炭素濃度の低い試料Bを 10% 変形した組織を Photo. 2 (a~d)に示す。Photo. 2 (a)は 50°C で変形した組織である。転位密度は約  $1.7 \times 10^{10}/\text{cm}^2$  でありタングルしたセル構造を示している。150°C で変形した組織を Photo. 2 (b)に示す。これは応力歪曲線図上でもつとも顕著なセレーションを示し、50°C の変形に比して転位密度(約  $2.9 \times 10^{10}/\text{cm}^2$ )は高くセル構造の微細化が顕著となる。このような高い転位密度と発達したセル構造は Photo. 2 (c)に示すように 250°C にも観察される。さらに変形温度が上昇すると Photo. 2 (d)のごとく転位密度は低下し、セル構造は大きくなる。Photo. 3 (a)(b)は溶質濃度の非常に少ない試料 D を 10% 変形したときの組織であ

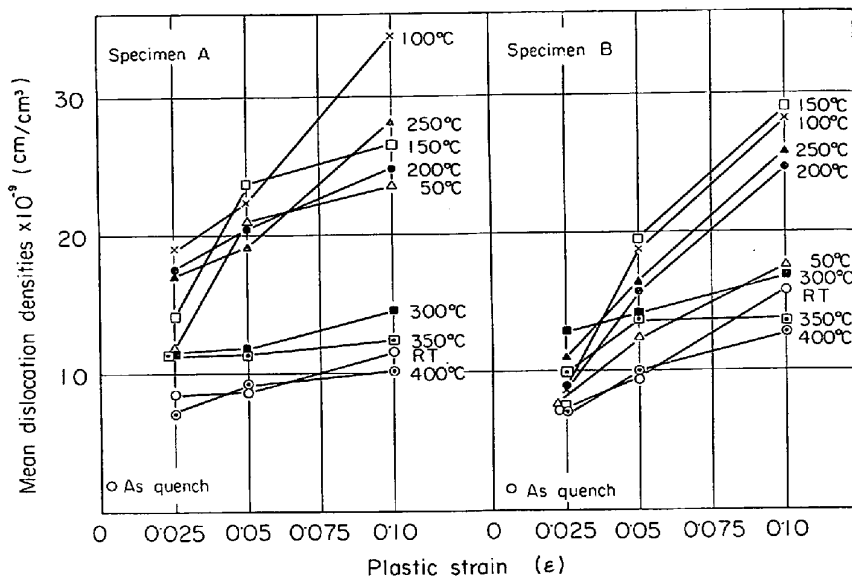


Fig. 9. A change of the mean dislocation density as a function of strain at various temperature for the specimen A and B.

る。変形温度が 150°C, 250°C の青熱温度領域にもかかわらず試料 A, B のときと比較し転位分布は大きなセル構造となる。以上の組織変化から明らかなように同一の変形量でも変形温度および溶質濃度の差は変形組織に対し著しく影響しており機械的性質の変化が転位密度ならびに分布状態に大きく左右されることを示している。変形組織から HAM の方法<sup>26)</sup>によつて転位密度を測定した。試料の厚さは干涉縞法<sup>27)</sup>により求め約 2000 Å を得た。変形組織の観察は多数の結晶粒について行ない転位密度はことなる結晶粒の数点について代表的組織から測定した。Fig. 9 は青熱温度領域で変形強度変化がとくに著しい試料 A, B について、各変形温度において 2.5, 5 および 10% 変形したときの転位密度の変化を示した。試料 A では 2.5% 歪量での転位密度変化は変形温度によつて非常にことなり、とくに青熱温度領域で高い転位密度を生ずる。また、変形量の増加とともに転位の増加も大きい。しかし、試料 B については各変形温度で 2.5% 変形したときの転位密度はいずれも低いが、変形量の増加とともに増加し試料 A と同様に青熱温度領域でとくに高い。2.5% 歪で試料 A の転位密度が B よりも高い値を示すのは固溶炭素が変形初期から動的歪時効が強く作用し転位が増殖したためである。

歪量と転位密度の関係から変形温度の転位密度におよぼす影響について各試料の 10% 変形後の平均転位密度を Fig. 10 に示す。変形温度が室温以上になると試料 A, B の転位密度は急に高くなり試料 A は 50°C において約  $2.3 \times 10^{10}/\text{cm}^2$  であり 100°C で最高の転位密度となる。また、試料 B は 150°C で最高の転位密度を

示す。このような高い転位密度は両試料とも 250°C の変形温度まで持続している。しかし、高純度試料 D の転位密度は 150~250°C でいく分増大しているが試料 A, B に比較し非常に低い。各温度で 10% 変形した場合の転位密度の増殖割合  $(N_{10} - N_0)_T / (N_{10} - N_0)_{R-T}$  と変形温度との関係を Fig. 11 に示す。 $(N_{10} - N_0)_{R-T}$  は室温で 10% 変形したときの転位密度 ( $N_{10}$ ) から急冷状態で存在している転位密度 ( $N_0$ ) を差し引いた値であり  $(N_{10} - N_0)_T$  は種々の変形温度で 10% 変形したときの転位増加量である。転位の増殖は青熱温度領域で著しく、その大きさは溶質(炭素)濃度の高い試料ほど大きく、試料 A は 100°C で約 3.4 倍、試料 B では 150°C で約 2 倍で最高の増殖比を示し、これらの温度以上では

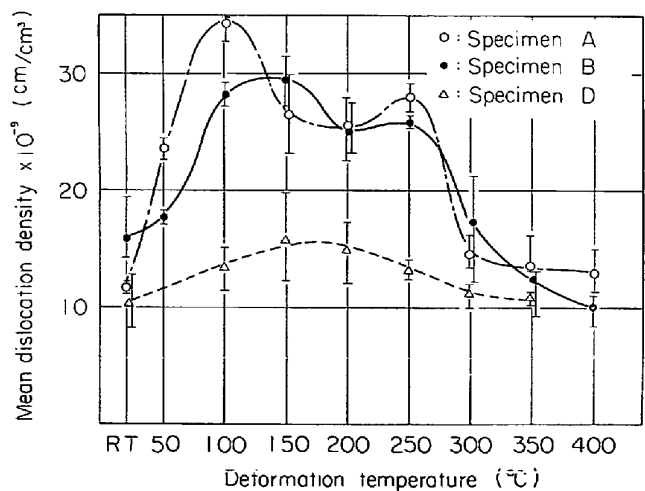


Fig. 10. The relationship between the deformation and the mean dislocation density after 10% strain.

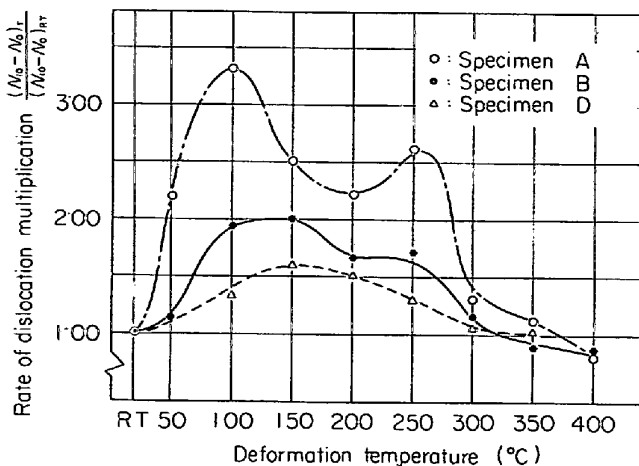


Fig. 11. The relationship between the deformation temperature and the rate of dislocation multiplication after 10% strain.

転位密度の増殖割合はしだいに減少する。すなわちこの増殖比の温度による変化の傾向は Fig. 2 に示したセレーションの頻度数の温度による変化とよく一致している。しかし、応力降下は歪量ならびに温度上昇とともに増加しているがこの増殖の変化とは対応していない。したがって応力降下量が転位増殖の割合に寄与していることも考えられる<sup>29)</sup>がセレーションの顕著な合金の場合に一定歪中での応力降下の繰り返し数 ( $n$ ) が転位密度の増加により大きな影響を与えていることを示している。いま1回の応力降下 ( $\Delta\sigma$ ) による転位増加量を  $\Delta N$  とすると一定歪量のみかけ上の転位増加量 ( $N$ ) は次のように表わすことができる。

$$N = K \cdot n \cdot \Delta N \dots\dots\dots (4)$$

$K$  は定数である。

このように転位密度の増加は変形温度と溶質濃度に依存した転位の固着と増殖の繰り返しの結果である。溶質濃度が高いほど固着作用は強くなり転位増殖は頻繁になされ、また可動転位の移動も抑制されるため転位消滅の割合は小さくなり転位密度はいつそう高くなる。

試料AおよびBはいずれも 250°C で高い転位密度を示す。これは前述のごとくセレーションとは関係なく析出したセメントが転位源ならびに障害物として働くためであり、炭素濃度の高いほど析出物は増加し転位源も多くなるため Fig. 11 のごとき高い転位増殖が認められる。

Fig. 12 は変形による転位組織で著しくタングルしたセル壁の間隔からセル構造の平均寸法を求めこれを変形温度との関係で示したものである。転位密度とは反対に 100~250°C の温度で変形したときセルの平均寸法は小さくなる。また、溶質濃度の高い試料ほどその値は小さ

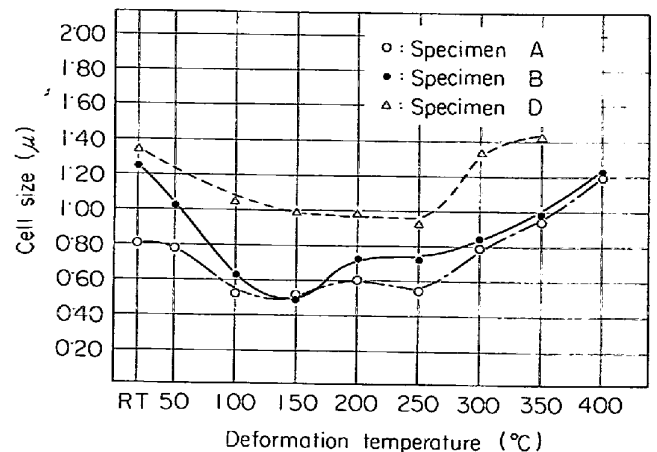


Fig. 12. The effect of the deformation temperature on the mean cell size after 10% strain.

く、転位密度が最大の温度で最小のセル寸法を示している。すなわち試料AおよびBでセル寸法は約 0.5 μm で試料Dでは約 1 μm である。これは報告されているセル寸法<sup>29)</sup>より小さい。セル寸法の変化は転位密度とともに強度を支配する重要な因子と考えられこのセル構造と変形強度との関係についてもいくつか報告されている<sup>30)</sup><sup>31)</sup>。本研究においては転位分布の定量的な解釈にいたらなかつたが定性的に温度、炭素濃度に強く依存した素地の変形強化機構は内部組織に示される転位密度の高低と密接に関連している。また、変形によるセル構造の形成過程ならびにその微細化は溶質元素の転位の固着作用とならんで重要な支配因子となつている。

転位の増殖割合は動的歪時効の生ずる温度領域での固着機構と増殖の繰り返して説明される。転位密度の変化に対する結晶粒度の影響について重要視しない報告もある<sup>32)</sup>が結晶粒界の転位源としての役割を考慮するならば無視できないであろう<sup>33)</sup>。とくに変形初期の降伏点近傍では結晶粒界が応力集中の場であるため転位発生源として作用すると考えられることから結晶粒度は重要となる。しかし、変形の進行とともに結晶粒界のほかにも素地中に形成される。セル壁や析出物が二次的に転位源として作用すると考えられるから結晶粒界の役割は軽減される。

このように変形試料の内部組織観察や結晶粒度変化から変形強度の強化機構を考えると強度は転位密度やセル寸法などと関係する素地の変形摩擦応力  $\sigma_i$  の強化によつて説明され、さらにこれら素地の変化は時効性の溶質濃度にも大きく依存することが明らかである。

#### 4. 結 言

以上、炭素量のことなる純鉄を用い室温から青熱温度

領域で変形したときの変形挙動について研究し変形強度の温度ならびに溶質濃度依存性を明らかにした。また、HALL-PETCH の関係から変形応力は変形摩擦応力の大きさに律せられることを明らかにし内部組織の透過電子顕微鏡観察から変形強度と転位密度ならびに転位分布の関係を明らかにした。得られた結果を要約すると次のようになる。

(1) 炭素含有量の多い試料Aは 50°C からセレーションが認められ 100°C でもつとも著しい。低炭素濃度の試料Bは 100°C で最初にセレーションが観察され、150°C でもつとも顕著となる。すなわち、セレーションの発生は炭素濃度が高いほど低温度側に移行する。

(2) 変形強度は各試料とも 100°C から 250°C で高く、炭素量の多いほど変形応力、加工硬化率は高い。また、応力-歪曲線上でもつとも顕著なセレーションを示す温度に対応して強度も最大となり試料Aは 100°C、試料Bは 150°C、試料Cは 200~250°C で加工硬化率が高い。なお、試料A、Bではセメント析出の著しい 250°C においても高い硬化率を示す。

(3) 変形応力におよぼす結晶粒度の影響は HALL-PETCH の関係に従い一定の寄与がある。しかし変形温度、炭素濃度の結晶粒界での応力集中の程度を示す  $K_f$  の値に対する効果は小さい。そして変形応力の変形温度、炭素濃度依存性はおもに素地の変形摩擦応力による。

(4) 青熱温度領域での変形組織は室温変形より高い転位密度を示す。試料AおよびBはそれぞれ 100°C、150°C で高転位密度をとまら著しくタンゲルした転位分布となり炭素濃度の高いほうがより高い転位密度でセル構造も良く発達している。なお、試料Aでは変形過程で細い析出物が形成され転位上にも多数観察される。

(5) 変形摩擦応力となる高い転位密度と小さいセル構造が形成される温度で変形すると変形強度はもつとも大きくなり、変形摩擦応力は固溶炭素濃度の高いほど顕著である。

終わりに本研究に用いた試料Aは金属材料技術研究所故本多竜吉氏のご好意により、試料Bは鉄鋼基礎共同研究会純鉄部会によつて作製した試料であることを付記し、深く感謝する。また、本実験にご協力下さいました出野正、石岡信雄および杉山裕の各工学士に謝意を表する。

#### 文 献

- 1) J. W. EDINGTON and R. E. SMALLMAN: Acta Met., 12(1964), p. 1313
- 2) 高村, 三浦, 山下: 水曜会誌, 16(1967), p. 395
- 3) 高橋, 竹山: 日本金属学会概要, (1968.9), p. 266
- 4) 当摩, 吉永, 諸住: 日本金属学会概要, (1970.10) p. 61
- 5) E. O. HALL: JISI, 195(1952), p. 331
- 6) J. S. BLAKEMORE and E. O. HALL: JISI, 204 (1966), p. 817
- 7) S. KINOSHITA, P. J. WARY, and G. T. HORNE: Trans. AIME, 233(1955), p. 1902
- 8) A. S. KEH, Y. NAKADA, and W. C. LESLIE: "Dislocation Dynamics", ed. by Rosenfield, Hahn, Bement and Jaffee, (1968), p. 381 McGraw Hill Co.
- 9) J. E. BAIRD: Iron and Steel, 36(1963), p. 450
- 10) T. TAKEYAMA and H. TAKAHASHI: International Conf. on the Science and Technology of Iron and Steel. PART 11 (1971), p. 1307, The Iron Steel Inst. of Japan
- 11) A. H. COTTRELL: "Dislocations and Plastic Flow in Crystals", (1953), Oxford University Press
- 12) T. TAKEYAMA, M. HACHINOHE, and Y. SATO: J. ELECTRON Microscopy, 15(1966), p. 269
- 13) W. G. JOHNSTON and J. J. GILMAN: J. Appl. Phys., 30(1959), p. 129
- 14) E. O. HALL: Proc. Phys. Soc., London, B64 (1951), p. 747
- 15) N. J. PETCH: JISI, 174(1953), p. 25
- 16) D. V. WILSON: Acta Met., 9(1961), p. 618
- 17) A. S. WRONSKI and A. A. JOHNSON: Phil. Mag., 7(1962), p. 213
- 18) 西野, 本間: 鉄と鋼, 49(1963), p. 996
- 19) A. H. COTTRELL and R. M. FISHER: quoted by Cottrell in Symposium on Relation between the structure and Mechanical Properties of Metals, (1963), p. 456, H.M.S.O.
- 20) R. ARMSTRONG, I. CODD, R. M. DOUTHWAITE and N. J. PETCH: Phil. Mag., 7(1962), p. 45
- 21) A. CRACHNELL and N. J. PETCH: Acta Met., 3(1955), p. 186
- 22) D. HULL and I. L. MOGFORD: Phil. Mag., 3 (1958), p. 1213
- 23) B. J. BRINDLEY and J. T. BARNBY: Acta Met., 14(1966), p. 1765
- 24) J. HESLOP and N. J. PETCH: Phil. Mag., 1 (1956), p. 866
- 25) H. CONRAD and G. SCHOECK: Acta Met., 8 (1960), p. 791
- 26) R. K. HAM: Phil. Mag., 4(1959), p. 1183
- 27) P. B. HIRSCH, A. HOWIE, P. B. NICHOLSON, D. W. PASHLEY and M. J. WHEIEN: Electron Microscopy of Thin Crystals, (1955), p. 263, Butter Worths
- 28) 田村, 時実, 芦田: 鉄と鋼, 55(1969), p. 27
- 29) A. S. KEH and S. WEISSMANN: Electron Micro-

- 
- scopy and Strength of Crystals, ed. by G. Thomas and J. Washburn, (1969), P. 231,
- 30) *J. D. EMBERT, A. S. KEH and R. W. FISHER:* TRANS. AIME, 235(1966), P. 1252
- 31) *J. D. BAIRD, and C. R. MACTENGIE:* JISI, 202 (1964), P. 427
- 32) 井形, 瀬戸: 鉄と鋼, 56(1970), P. S173
- 33) *D. J. DINGLEY and D. MCLEAN:* Acta Met., 15(1967), P. 885
-