

論 文

UDC 669.15'782-194 : 669.782 : 539.4.01

Fe-Si 合金の高温塑性変形におよぼす結晶粒径と Si 含有量の影響*

酒 井 拓** · 大 橋 正 幸**

香 西 雅 文*** · 作 井 誠 太****

The Effect of Grain Size and Si Content on High-Temperature Plastic Deformation of Fe-Si Alloys

Taku SAKAI, Masayuki ÔHASHI,

Masahumi KÔZAI, and Seita SAKUI

Synopsis:

The effect of grain size on the tensile deformation behaviour of 1 and 3 wt% Si-Fe alloys was studied over the temperature range from 25° to 800°C at strain rates of 10⁻⁵ and 1 1/sec. The relations between the grain size and yield stress or flow stress at a given strain in both alloys were approximately represented by the Hall-Petch equation over the experimental range. The yield behaviour in both alloys was discussed to be separated into the following four temperature regions; (1) the low temperature deformation region below 300°C, (2) the athermal deformation region between 300° and 500°C, (3) the region of yielding phenomenon between 500° and 700°C, and (4) the high-temperature deformation region above 700°C.

The value of friction stress for yielding, σ_0 , and its temperature and strain rate sensitivities in the region (3) increased with increasing Si content. For both alloys was also observed a new yielding phenomenon in the region (3). The apparent activation energy for this yielding was unchanged with Si content and about 93 kcal/mol, and the activation area was changed with it, i. e. 170-200 b² in 1% Si alloy and 70-100 b² in 3% Si alloy.

The grain size dependence of flow stress in the regions (3) and (4) was complicated with the change of temperature and strain. This behaviour was explained qualitatively in terms of the modified work hardening model. The change in steady-state or maximum flow stress, σ_M , with Si content was almost the same to that of σ_0 , and then the internal stress developed during deformation, σ_i ($\approx \sigma_M - \sigma_0$) was considered to be nearly constant regardless of the Si content.

These results indicated that the high-temperature deformation mechanism in the two Si alloys was different from that of pure iron, and during the deformation the dislocation glide was considered to play an important role.

1. 結 言

金属・合金多結晶体の降伏応力 σ_y または変形応力 σ_f と結晶粒径 D との間には、一般に次に示す Hall-Petch の関係と呼ばれる経験式(1)が成立する^{1)~4)7)8)12)13)27)}。

$$\sigma_y(\text{or } \sigma_f) = \sigma_0(\text{or } \sigma_{0f}) + K_y(\text{or } K_f) \cdot D^{-1/2} \dots (1)$$

ここで σ_0 , σ_{0f} , K_y , K_f は実験定数である。この関係式は室温を含む低温度領域だけでなく、高温領域でも十分成立することが報告されている^{2)~4)}。結晶粒径によ

る強化の程度を示す定数 K_y または K_f は温度の上昇に伴い減少しほとんど無視しうるほど小さくなるか、またはある一定温度(等結合温度)以上で負となること、すなわち結晶粒径の減少に伴い σ_y や σ_f が減少することがある³⁾⁵⁾。

著者らは先に純鉄の高温変形挙動に対する結晶粒径の影響を調べ、その結果を(1)式の各定数(σ_0 , σ_{0f} , K_y , K_f)の変化として整理し検討した⁴⁾。本報告はこれらの結果が純鉄にわずかな置換型溶質原子 Si を加えたとき

* 昭和 51 年 11 月 12 日受付 (Received Nov. 12, 1976)

** 電気通信大学 (The University of Electrocommunications, 1-5-1 Chôfugaoka Chôfu Tokyo 182)

*** 電気通信大学大学院 (Graduate School, The University of Electrocommunications)

**** 東京理科大学工博 (The Science University of Tokyo)

どのように変化するかを調べたものであり、かつ Si 鉄合金と純鉄の高温変形を支配しているそれぞれの機構の違いについて検討を加えた。

2. 実験方法

試料の素材は厚さ 2.0 mm と 2.3 mm に熱延された 1 wt%Si と 3 wt%Si の鉄板（これらを 1 Si 合金、3 Si 合金と呼ぶことにする）であり、それらの主要な化学組成は Table 1 に示すとおりである。これらの素材を冷間圧延によつて 0.25 mm 厚さの薄板とし、これより平行部寸法が $25 \times 3 \times 0.25$ mm の肩付試験片を圧延方向に切り出した。続いて 1 Si 合金は $750 \sim 950^\circ\text{C}$ α 領域内の各温度で 60~720 min 間真空焼鈍し、その平均結晶粒径を $17.6 \sim 62.5 \mu$ に調節した。また 3 Si 合金は $710 \sim 1060^\circ\text{C}$ の温度範囲で 30~180 min 間焼鈍して、 13.6μ から 80.9μ までの平均結晶粒径を有する数種類の試験片を製作した。

実験は設計試作したねじ駆動方式の可変負荷速度試験機（負荷速度は 36 mm/s から $8.1 \times 10^{-6} \text{ mm/s}$ まで変化できる）を用い、水素ガス急冷装置を備えた真空容器中で高温引張試験を行なった。実験装置と実験方法に関する説明は他で報告してある⁴⁾。各試験片を室温から 800°C までの目的温度に達してから約 10 min 間保持後、主に初期ひずみ速度 $2.0 \times 10^{-3} \cdot 1/s$ で、また 500°C 以上では $1.43 \cdot 1/s$ から $2.73 \times 10^{-5} \cdot 1/s$ まで初期ひずみ速度を変えて引張試験を行なった。

3. 実験結果と検討

3.1 真応力-真ひずみ曲線

Fig. 1 は室温より 800°C の温度領域における 1 Si, 3 Si 両合金の代表的真応力-真ひずみ ($\sigma - \epsilon$)* 曲線である。* $\sigma - \epsilon$ 曲線の温度上昇に伴う変化は合金の種類によらずほぼ同じようである。温度を上げていくと 400°C 付近で降伏現象が消え、 500°C では完全になめらかな降伏変形を示すようになる。 $100 \sim 400^\circ\text{C}$ の領域の降伏応力は温度の上昇に伴いわずかな減少を示すが、一方最

Table 1. Chemical compositions of the specimens (wt%).

Designation	Si	C	S	Mn	Sol. Al
1% Si-Fe	1.15	0.004	0.014	0.35	0.19
3% Si-Fe	2.91	0.035	0.005	0.25	0.15

* 真応力の計算は試験片の断面積減少がゲージ長さにわたりほぼ均一と認められるひずみ領域で行ない、それ以後の拡散くびれがおきるひずみ領域 (Fig. 1 における破線) では行なわなかつた。

** 各試験片の上限の試験温度はそれらの最終焼鈍温度の 10 deg (C) 以下である。

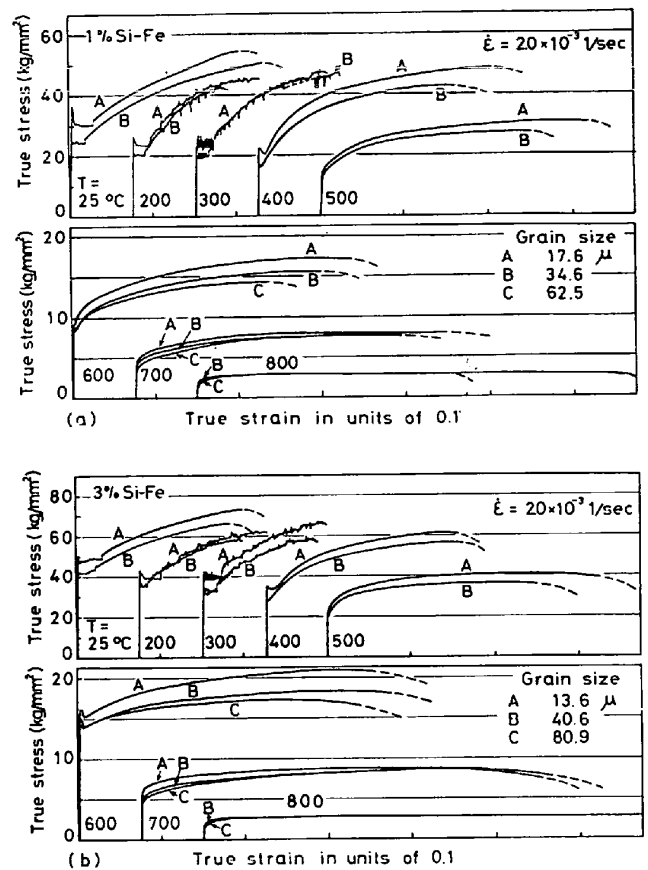


Fig. 1. Typical true stress-true strain curves in 1% Si-Fe (a) and 3% Si-Fe (b) over a temperature range 25 to 800°C at a strain rate of $2.0 \times 10^{-3} \cdot 1/s$.

大真応力は 1 Si, 3 Si 両合金の A 試料でそれぞれ $47 \pm 2 \text{ kg/mm}^2$, $63.5 \pm 2.5 \text{ kg/mm}^2$ であり、温度に対しほとんど変化しない。

600°C では室温付近の降伏とは異なる新たな降伏変形が現われる。Fig. 2 は 600°C でひずみ速度を $1.43 \cdot 1/s$

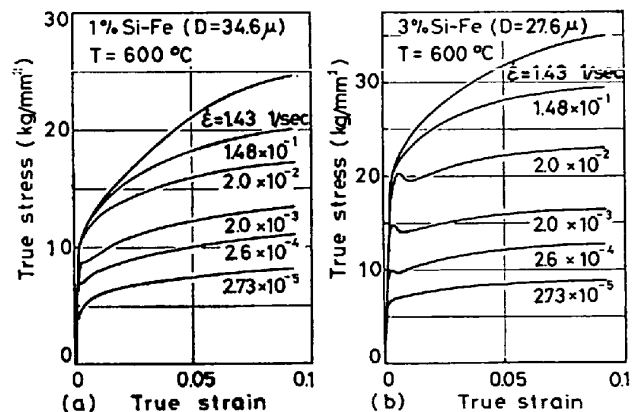


Fig. 2. Effect of strain rate on true stress-true strain curves at 600°C . (a) 1% Si-Fe with grain size of 34.6μ and (b) 3% Si-Fe with grain size of 27.6μ .

から $2.73 \times 10^{-5} \text{ 1/s}$ まで変えたときの両 Si 合金が示す σ - ϵ 曲線である。高温降伏現象は純鉄や極軟鋼では認められず²⁾⁴⁾²³⁾, また 3Si 合金の方が 1Si 合金より明瞭な降伏挙動を示すことから, これは Si 合金に特有な現象であり, かつ Si 量に依存して現われる現象であると考えられる。ただし, 両 Si 合金の組成は Table 1 に示すように Si の他に C 含有量もかなり異なっていることに注意せねばならない。問題の③, ④のような高温下(3.2節参照)では, 侵入型溶質原子 C や N の拡散速度はきわめて大きく, したがってそれらは転位とほとんど無関係に存在するだろうから, いわゆる Cottrell 効果に基づく降伏現象は起きにくいと考えられる^{1)2)6)24)~27)}。これはそれが 1つの原因で起こると考えられる低温領域の降伏現象や σ - ϵ 曲線上のセレーションが 400°C 付近で消えていることから確認される^{1)2)6)24)~27)}。また同じ理由から両 Si 合金における C 量差がそれらの③, ④変形領域における機械的性質におよぼす影響は十分小さいと推測される²⁷⁾。これは C を 0.035% 含む 1.63% Si-Fe 合金の③領域における降伏挙動を調べたところ¹⁶⁾, この合金の降伏挙動は 1Si, 3Si 両合金が示す挙動の中間に入るか, むしろ降伏現象の現われる応力範囲や降伏応力のひずみ速度依存性などは C 量が 1桁ほど少ない 1Si 合金のそれらに近いことから, 妥当な考えであると判断される。なお, Table 1 より Al の添加によつて, もう一つの侵入型溶質原子である N 原子の影響はほとんど無視してよいであろう。

700°C 以上になると降伏現象は消えて再びなめらかな降伏変形を示し, 高ひずみ領域の変形応力は結晶粒径とひずみによらずほぼ一定値を示し, いわゆる定常状態変形を示すようになる*。

3.2 降伏応力の結晶粒径依存性

Fig. 3 は 1Si, 3Si 両合金の室温から 800°C の各温度における降伏応力 σ_y ** と結晶粒径 D の平方根の逆数との関係を示している。これより, σ_y と D との関係は試験した温度範囲では (1) 式によつてほぼ表わせることがわかる。Fig. 3 から求まる定数 σ_0 と K_y の試験温度による変化を, 先に報告した純鉄の結果***⁴⁾ とともに Fig. 4 に示す。図では, 低温度における不均一降伏

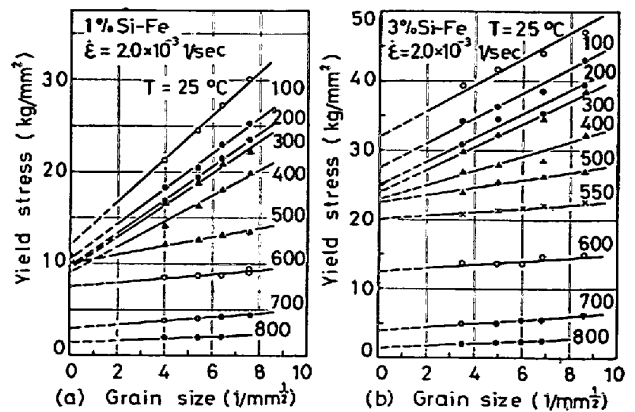


Fig. 3. Grain size dependence of yield stress in 1% Si-Fe (a) and 3% Si-Fe (b) over a temperature range 25 to 800°C at a strain rate of $2.0 \times 10^{-3} \text{ 1/s}$.

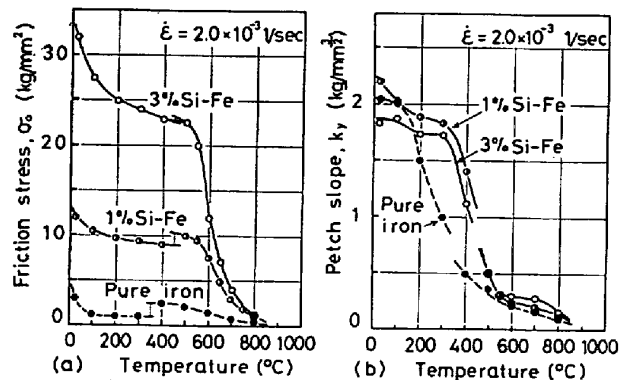


Fig. 4. The changes in (a) friction stress for yielding, σ_0 , and (b) Petch slope, K_y , with temperatures at a strain rate of $2.0 \times 10^{-3} \text{ 1/s}$ in 1 and 3% Si-Fe alloys and pure iron (4).

変形に対する結果とそれ以上の温度領域における均一降伏変形に対する結果⁶⁾とを一応それぞれ別の曲線で示してある⁴⁾。

Fig. 4 より, Si 合金の降伏変形挙動は室温から 800°C までを次の 4つの領域に分けてその特徴を記述できよう。①室温から 300°C 付近までは両合金の K_y はほぼ一定であり, したがってこの領域の σ_y の温度依存性は結晶格子自身の性質に基づくと考えられる摩擦応力 σ_0 のそれとほぼ等しいと考えられる⁷⁾。このことは室温以下の温度領域でもほぼ成立することから⁷⁾, ①領域は低温型変形領域といえるだろう。②ほぼ $300 \sim 500^\circ\text{C}$ の領域では K_y が大きな温度依存性を示す結果, σ_y の温度依存性は結晶粒径によつて変化する。しかし σ_0 はほぼ一定とみなせるから②領域は非熱的変形領域といえよう⁶⁾。③. ほぼ $500 \sim 700^\circ\text{C}$ の領域では 3Si 合金の K_y

* 1Si, 3Si 両合金の 500°C における σ - ϵ 曲線は, 高ひずみではほぼ一定応力状態の変形を示しているようにみえる。しかしそこでの変形応力は結晶粒径依存性を明瞭に示すことから (Fig. 7), この一定応力状態とみられる変形はさらに高温で現われる定常状態変形とは異なると考えられる。

** 降伏現象が現われる低温度と高温度領域では下部降伏応力を, なめらかな σ - ϵ 曲線を示すときは 0.002 真ひずみにおける応力をそれぞれの降伏応力とした。

*** 純鉄の主要不純物は, C: 0.002, N: 0.0012, Si: 0.0025, O: 0.0069 各 wt% であり, 実験で用いた結晶粒径の範囲は 13.5μ から 104.8μ である⁴⁾。

はほぼ一定値 $0.28 \pm 0.02 \text{ kg/mm}^{3/2}$ を示し、したがってこの領域の σ_y と σ_0 の温度依存性はほとんど等しいと考えられる。3Si 合金はこの領域で高温降伏現象を現わす。しかし 1Si 合金の③領域は 3Si 合金ほどに明らかでない。④. 700°C 以上では σ_0 と K_y は温度上昇に伴いともに減少する。

純鉄の降伏挙動を上記の各変形領域に分けるとすれば、①領域は 100°C 付近まで、②領域は 100°C から 400°C の範囲に対応すると考えられ、いずれも Si 合金の場合より低温側にずれており、そして③領域は認められず、④領域が 400°C 以上で現われているとみることができる。①領域における両 Si 合金と純鉄の低温型降伏挙動については他で詳しく検討している⁷⁾。②領域での K_y の減少開始温度は Si 添加により高温側へ移動している。 K_y は侵入型固溶原子 C による転位の固着の程度に依存するものと考えれば⁸⁾、 K_y の減少開始は転位の固着応力の減少開始とほぼ一致しよう。ところで藤田らは⁹⁾ Fe 中の C 拡散は固溶 Si 原子による一時捕獲作用により遅れることを実験と理論によつて明らかにしている。したがつて C 原子による転位の固着効果は Si 添加によつてより高温側まで存在する可能性が考えられよう。この考えは Si 合金における上記の K_y 挙動とともにそれらのリュースラー帯を伴う低温型降伏挙動が純鉄のそれより高温側まで存在する結果 (Fig. 4) の説明にも適用できるだろう。 500°C における σ_0 は Si 量に対しほぼ直線的な増加を示しており、その直線の傾きで示される固溶体硬化率は $\Delta\sigma_0/\Delta C \approx 3.42 \times 10^2 \text{ kg/mm}^2$ (ΔC は Si 量の増分で原子%で表わす) と大きい、それ以上の温度領域では温度上昇に伴い硬化率は急速に減少する。

3.3 高温降伏変形挙動

③領域で現われる Si 合金の高温降伏現象に関する実験結果とその検討は他で述べている⁶⁾。その結果、3Si 合金の高温降伏特性はいくつかの fcc 合金におけるそれらとはかなり異なるが、しかしいずれの場合もそれらの降伏現象は JOHNSTON の提唱している機構¹⁰⁾ によつて説明できるようである⁶⁾¹¹⁾ 3Si 合金の高温降伏変形は転位のすべり過程によつて支配されると仮定し、その実験結果の解析を試みた結果、③領域における摩擦応力 σ_0 と温度 T (K) とひずみ速度 $\dot{\epsilon}$ (1/s) との間には次の変形方程式がほぼ成立することがわかつた⁶⁾。

$$\dot{\epsilon} = \Phi \cdot \exp\left(-\frac{\Delta H}{kT}\right) = \Phi_0 \cdot \tau_0^m \cdot \exp\left(-\frac{\Delta H_0}{kT}\right) \dots (2)$$

ここで Φ と Φ_0 は定数、 $\tau_0 = 1/2 \cdot \sigma_0$ 、 $m = 4.0 \sim 5.1$ 、 $\Delta H_0 = 93.5 \text{ kcal/mol}$ 、 k はボルツマン定数である。変

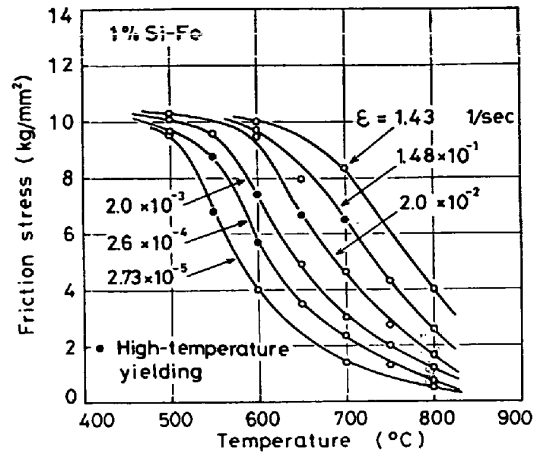


Fig. 5. Variation of the friction stress for yielding at various strain rates with temperature in 1% Si-Fe alloy. Solid symbols indicate the data in the region where the high-temperature yielding occurs.

形のための活性化エネルギー ΔH は τ_0 が 1 kg/mm^2 から 9 kg/mm^2 まで増加するに伴い 93.5 kcal/mol から 79.5 kcal/mol まで減少し、また上式から求まる活性化面積は τ_0 が 2 kg/mm^2 のときの約 $140b^2$ から 9 kg/mm^2 の $35b^2$ まで減少し、ともに大きな応力依存性を示した。これより、3Si 合金の高温降伏変形は運動転位と局所的障害との比較的短範囲な相互作用に基づく過程によつて律速されると推定される⁶⁾。

Fig. 5 は 1Si 合金の③、④領域における σ_0 の温度とひずみ速度による変化を示している。高温降伏現象はほぼ $5.7 \sim 8.7 \text{ kg/mm}^2$ の σ_0 範囲内で現われるが、これは 3Si 合金のそれが $6.9 \sim 19.8 \text{ kg/mm}^2$ であるのと比べてかなり小さい。また σ_0 の温度とひずみ速度の各依存性も 3Si 合金のそれらと比べて小さくなっている。これらの結果より、1Si 合金では Johnston 型の降伏現象はあまり明瞭に現われないこと (Fig. 2) が説明される¹⁰⁾。Fig. 5 から求まるある一定の σ_0 における $\log \dot{\epsilon}$ と $1/T$ との関係はほぼ直線で近似でき、その傾きから求まる変形のための見かけの活性化エネルギーは σ_0 の値によつて変化せず、 $\Delta H_0 = 92.5 \pm 1.5 \text{ kcal/mol}$ である*。これは 3Si 合金における 93.5 kcal/mol とほぼ等しい値である。Fig. 6 に示すように、この ΔH_0 を用いて計算した温度補償ひずみ速度因子 Z と σ_0 との関係は、高温降伏現象が現われる Z 領域では次式によつて

* 3Si 合金の場合と同じく⁶⁾、 $\log \dot{\epsilon}$ と $1/T$ との関係はほぼキュリー点を境として 2本の異なる直線で近似された。データは少ないが、1Si 合金の常磁性領域で永めた活性化エネルギーは $68.5 \pm 2 \text{ kcal/mol}$ であつた。

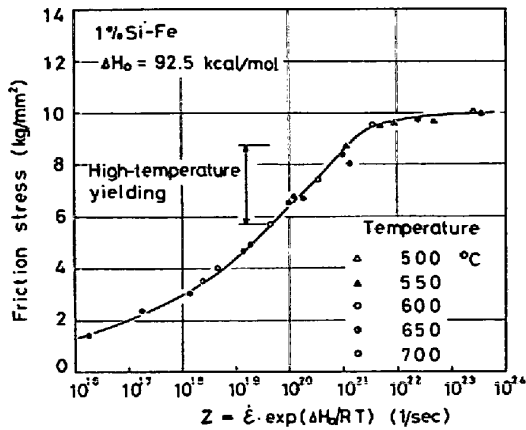


Fig. 6. The relation between the friction stress for yielding and the Zener-Hollomon parameter in 1% Si-Fe alloy.

ほぼ表わせるだろう*.

$$Z = \Phi' \cdot \exp(a\sigma_0) \dots\dots\dots (3)$$

したがって,

$$\dot{\epsilon} = \Phi' \cdot \exp\left(-\frac{\Delta H_0}{kT}\right) \cdot \exp(a\sigma_0) \dots\dots\dots (4)$$

ここで $\Phi' \approx 0.8 \times 10^{17} (1/s)$, $a = 1.146 \times 10^{-3} (cgs)$ である。(4) 式を 3Si 合金の場合に用いた変形方程式(2)と比較すると, 定数 a は活性化面積 A^* と次のような関係にある。

$$a = \frac{A^* b}{MkT} \dots\dots\dots (5)$$

ここで M は方位因子で 2 とする。(5) 式に(4) 式の a 値を代入して計算した A^* は若干の温度依存性を示し, $170 \sim 200 b^2$ の間の値を示す。この値はほぼ同じ σ_0 範囲における 3Si 合金の $A^* = 70 \sim 100 b^2$ に比べて大きい。

以上の検討によつて, 1Si 合金と 3Si 合金の高温降伏挙動はかなり異なることがわかる。両合金の降伏挙動の違いが, それらの高温変形中に働く機構のいかなる因子の変化によつて生ずるかを検討するには, さらに Si 量を系統的に変えた合金について追加実験し, それらの結果を比較検討することが必要であろう。

3.4 高温変形応力の結晶粒径依存性

③, ④領域での任意ひずみにおける変形応力 σ_f と $D^{-1/2}$ との関係は, Fig. 7 に示すように(1)式により近似的に表わすことができる。本報で省略した 1Si 合金の結果についてもほぼ同じことがいえる。Fig. 7 から求まる(1)式の定数 σ_{0f} と K_f のひずみに伴う変化を,

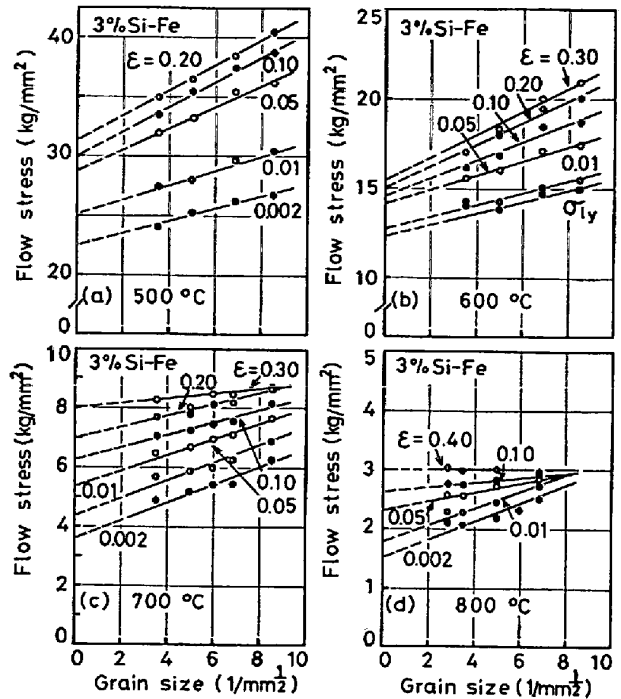


Fig. 7. Grain size dependence of flow stress at a given strain in 3% Si-Fe alloy over a temperature range 500 to 800°C at a strain rate of $2.0 \times 10^{-3} 1/s$.

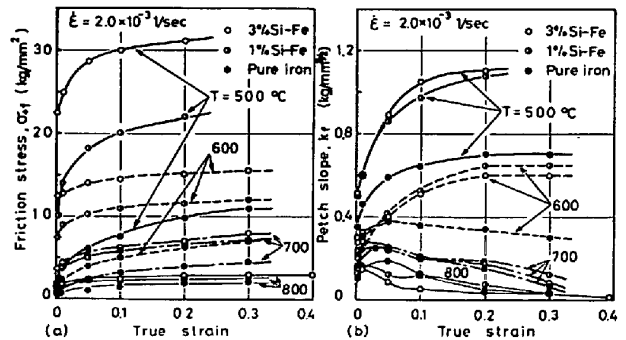


Fig. 8. The changes in (a) friction stress (σ_{of}) and (b) Petch slope (k_f) with strains at temperatures of 500 to 800°C and a strain rate of $2.0 \times 10^{-3} 1/s$ in 1 and 3% Si-Fe alloys and pure iron (4).

省略した 1Si 合金の結果ならびに純鉄の結果⁴⁾をも含めて Fig. 8 に示す。Fig. 9 は両 Si 合金と純鉄の 0.1 ひずみにおける定数 $\sigma_{0.1}$ と $K_{0.1}$ の室温から 800°C までの間の温度に伴う変化を示す。両図より, σ_{of} に対する合金化の影響は低温度領域で大きい, それは温度上昇に伴い減少して 800°C では極めて小さくなるのに対し (Fig. 10 参照), K_f に対する合金化の影響は 400°C 付近までの①, ②領域では不明瞭であり, ③領域の 500, 600°C では大きく現われるが, 700°C 以上で再

* 高温降伏現象が消滅する低 Z 領域での Z と σ_0 との関係は次のべき関数で近似できる。
 $Z = C_0 \cdot \sigma_0^m$
 ここで $C_0 = 2 \times 10^{15} (1/s \cdot (kg/mm^2)^{5.80})$, $m = 5.80$ である。

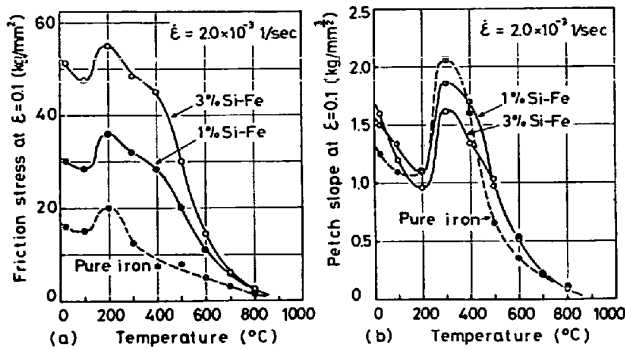


Fig. 9. The changes in friction stress and Petch slope at a strain of 0.1 with temperature at a strain rate of 2.0×10^{-3} 1/s in 1 and 3% Si-Fe alloys and pure iron (4).

びほとんど認められぬほど小さくなる。

純鉄の高温領域における σ_{of} と K_f のひずみと温度に伴う変化は、転位堆積モデル¹⁸⁾ よりむしろ加工硬化モデル¹²⁾¹³⁾ によつて定性的に説明できることを著者らは他で示している⁴⁾。加工硬化モデルによれば、任意の D を有する試験片の変形応力は次式のように表わせる。

$$\sigma_f = \sigma_0 + C \cdot \mu \cdot b \{ \rho_0 + (\alpha + \beta/D) \cdot \epsilon \}^{1/2} \dots (6)$$

ここで C は 0.5 程度の定数、 μ は剛性率、 ρ_0 は初期転位密度、 α と β は転位増殖率の程度を示す定数である。 $\rho_0 \ll (\alpha + \beta/D) \cdot \epsilon$ でしかも $\alpha < \beta/D$ と仮定できる場合は、変形摩擦応力 σ_{of} と定数 K_f は次式により近似的に表わせる⁴⁾。

$$\sigma_{of} \approx \sigma_0 + C \cdot \mu \cdot b \cdot \alpha^{1/2} \cdot \epsilon^{1/2} \dots (7)$$

$$K_f \approx C \mu \cdot b \cdot \beta^{1/2} \cdot \epsilon^{1/2} \dots (8)$$

(7)式が Si 合金の結果に適用できるとすれば、 σ_{of} の合金化に伴う大きな変化は、後述するようにそのほとんどは降伏摩擦応力 σ_0 のそれによることが理解される。しかし K_f の合金化に伴う変化は (8) 式では表わせな



Photo. 1. Microstructure of 3% Si-Fe alloy deformed to strain of 0.01 at 500°C and 2.0×10^{-3} 1/s, followed by quenching.

いようである。Photo. 1 は 3Si 合金を 500°C、 2.0×10^{-3} 1/s で 0.01 ひずみだけ変形後急冷して得た試験片について、Morris 液¹⁴⁾ で電解研磨後電解腐蝕して現わした変形組織である。写真より、転位に対応すると考えられるエッチピット¹⁵⁾ が粒界に堆積しているかまたは粒界から発生している様子がわかる。これより、高温領域でもかなり大きな σ_0 が存在するときの K_f については、加工硬化に基づく効果とともに結晶粒界の転位運動に対する障害としての効果¹⁸⁾ に基づく K 成分、すなわち次式の K_y は無視できないと考えられる。

$$K_f \approx K_y + C \cdot \mu \cdot b \cdot \beta^{1/2} \cdot \epsilon^{1/2} \dots (9)$$

セル境界や副結晶粒界が生ずる高ひずみ領域では、後述するように、上記の粒界の障害としての効果は消滅するだろうから、 K_y はひずみの増加に伴い零に近づくであろう。

ところで③、④のような高温領域では変形中に動的回復が起こりやすくなるため、転位の増殖率の程度を示す定数 α と β とは温度の上昇に伴い減少し²⁾⁴⁾、また転位密度は比較的低いひずみで変形応力のみによつて決まるある一定値 (したがつて結晶粒径依存性を示さぬ) に近づく¹⁵⁾¹⁶⁾。したがつて、 σ_{of} と K_f は温度上昇に伴い減少し、また高温高ひずみ領域では σ_{of} はほぼ一定値を示し、 K_f は零に近づくことが (7) 式、(9) から推定される*。しかし上記の加工硬化モデルは転位のセル組織または副結晶粒が形成される高ひずみ領域には適用できない¹³⁾。高温変形中に形成した副結晶粒径は用いた温度やひずみ速度や結晶粒径に関係なく変形応力のみ関数として整理できることから^{16)~18)}、変形応力を決める組織因子は変形前の結晶粒径ではなく副結晶粒径であると考えられよう¹⁷⁾。したがつて定数 K_f は高温高ひずみ領域ではほとんど零に近づくと考えられる。

Fig. 8, Fig. 9 が示す σ_{of} と K_f の温度とひずみに伴う変化は、以上の検討結果によつて定性的に説明できよう。Fig. 9 における $\sigma_{0.01}$ と $K_{0.1}$ は材料の種類によらずそれぞれ 200°C と 300°C 付近で極大値を示すが、これらの温度は各材料が青熱脆性現象を顕著に示す温度領域に入る⁴⁾。この温度領域では転位の増殖率の程度を示す定数 α と β とがともに極大値を示す可能性があり²⁾⁴⁾、したがつて (7)、(8) 式または (9) 式からここでは σ_{of} と K_f とが極大値を示すことが推定される。高温領域における σ_{of} の大きさは Si 量に伴い大きな変化を示すが、しかし σ_{of} のひずみに伴う変化は Si 量によつてそれほど違わぬようである。(Fig. 8) Fig.

* 600°C における純鉄の K_f は 0.05 ひずみ以後減少するのに対し、両 Si 合金の K_f はそのひずみ附近では増加している。これは合金化による動的回復速度の遅れ¹⁹⁾ が原因していると考えられる。

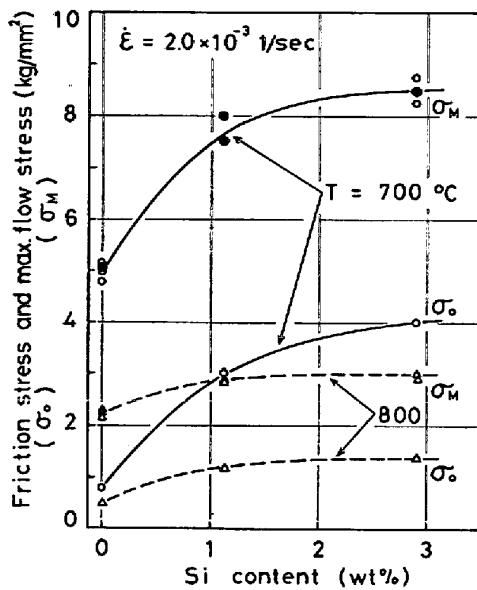


Fig. 10. The changes in friction stress for yielding, σ_0 , and steady-state or maximum flow stress, σ_M , with Si content at temperatures of 700 and 800°C and a strain rate of 2.0×10^{-3} 1/s.

10は700, 800°Cでの定常状態応力または最大真応力 σ_M (Fig. 1, Fig. 7より, σ_M は σ_{of} の最大値とほとんど等しい)と降伏摩擦応力 σ_0 のSi量に伴う変化を示す。これより, 各材料の加工硬化量 $\Delta\sigma_H (= \sigma_M - \sigma_0)$ は実験誤差内でほぼ等しいといえるだろう。したがって, σ_M のSi量に伴う変化はその大部分が σ_0 のそれによることがわかる。

変形応力 σ を転位運動に逆らう長範囲の障害に基づく内部応力 σ_i と短範囲の障害に基づく逆応力(または摩擦応力) σ^* とに分けて考え, $\sigma = \sigma_i + \sigma^*$ とすると, これまでの議論から $\sigma^* \approx \sigma_0$, したがって $\sigma_i \approx \Delta\sigma_H$ と置けるだろう。著者らは先に純鉄の高温変形応力 σ は転位組織を表わす1因子である副結晶粒径 d (または副結晶粒界密度 $\propto 1/d$)と一義的關係を示し, さらに d または $1/d$ は σ ではなく σ_i と密接に關係することを指摘した¹⁷⁾。Table 2は3Si合金¹⁶⁾と純鉄¹⁷⁾の同じ試験条件(T と $\dot{\epsilon}$)における高ひずみ領域での平均副結晶粒径を示す。これより試験条件が同じであれば, d はSi量によらずほぼ等しいといえる。したがって純鉄に関する上記の考察をSi合金に適用できるとすれば, σ_i と d または $1/d$ との關係はSi量により変化しないと考えられる。これはFig. 10の結果と一致する。Fig. 10に関する以上の検討により, 純鉄の高温変形応力はその大部分を σ_i が占めるのに対し, Si合金の変形応力を占める σ_i はSi量の増加に伴い相対的に減少し, 逆に σ^*

Table 2. Subgrain sizes of 3% Si-Fe(16) and pure iron(17) deformed to high strain at 700° and 800°C and 2.0×10^{-3} 1/s. (μ)

Temperature (°C)	3% Si-Fe	Pure iron
700	5.7 ± 0.9	5.1 ± 0.7
800	11.2 ± 0.3	10.5 ± 1.5

の存在は無視できなくなることがわかる。したがって, 純鉄の高温変形は動的回復が支配的に律速すると考えられるのに対し¹⁷⁾²⁰⁾²³⁾, Si合金の高温変形は動的回復律速と同時に転位のすべり運動を十分考慮に入れる必要があると考えられる。

従来Fe-Si合金の高温変形は純鉄と同じく主に動的回復により律速されると考えられ, またその変形挙動はクラスII型に分類されている²¹⁾。しかし以上の実験と検討結果ならびに3.1節における高温降伏現象の出現や3.3節の検討結果は, Fe-Si合金の高温変形挙動は純鉄のそれとは異なり, 合金特有のものであると考えるべきことを示していよう⁶⁾²²⁾。

4. 結 言

1wt% Si-, 3wt% Si-Fe合金の高温引張変形挙動に対する結晶粒径の影響を調査し, 次に示す諸結果を得た。

- (1) 両Si合金の降伏応力並びに任意ひずみでの変形応力と結晶粒径との關係は, いずれも本実験の範囲内でHall-Petchの關係式により近似的に表わせた。
- (2) 両Si合金の降伏変形挙動は(1)で得られる定数 σ_0 と K_y の温度に伴う変化から, 次に示す4つの温度領域に分けてその特徴を記述できる。①300°C以下の低温型変形領域($K_y \approx$ 一定, $\sigma_0(T, \dot{\epsilon}) \propto \sigma_y(T, \dot{\epsilon})$), ②300~500°Cの非熱的変形領域($\sigma_0 \approx$ 一定, $K_y(T, \dot{\epsilon}) \cdot D^{-1/2} \propto \sigma_y(T, \dot{\epsilon})$), ③500~700°Cの降伏現象領域(①に同じ), ④700°C以上の高温変形領域($\sigma_0(T, \dot{\epsilon}) + K_y(T, \dot{\epsilon}) \cdot D^{-1/2} = \sigma_y(T, \dot{\epsilon})$)。
- (3) ③領域での σ_0 の大きさとその温度とひずみ速度の依存性はSi量に伴い増加し, ここでは両Si合金ともに新たな降伏現象を現わす。この降伏変形が単一の熱的活性化による律速過程に支配されると仮定して求めた活性化エネルギーはSi量によらずほぼ同じだが(約93 kcal/mol), 活性化面積はSi量依存性を示し, 1% Si合金の170~200 μ^2 に対し3Si合金のそれは70~100 μ^2 である。
- (4) 高温変形応力の結晶粒径依存性は温度とひずみに伴い複雑な変化を示すが, その挙動は加工硬化モデルを

一部修正することにより定性的に説明できる。

(5) 定常状態応力または最大真応力 σ_M の Si 量に伴う変化はその大部分が σ_0 の変化によるものであり、したがって変形に伴い生ずる内部応力 σ_i ($\approx \sigma_M - \sigma_0$) は Si 量によらずほぼ一定である。

(3), (5) の結果は, Si 合金の高温変形機構は純鉄のそれとは異なり, 動的回復と同時に転位のすべり運動を十分考慮に入れる必要があることを示している。

最後に本論文について有益なご討論をいただいた井形直弘東京大学教授ならびに実験にご協力いただいた泉兼一, 新藤猛夫の各工学士に感謝致します。

文 献

- 1) E. O. HALL: Yield point Phenomena in Metals and Alloys, Macmillan, London, (1970)
- 2) D. J. DINGLEY and D. MCLEAN: Acta Met., 15 (1967), p. 885
- 3) V. KUTUMBA RAO, D. M. R. TAPLIN and P. RAMA RAO: Met. Trans., 6A (1975), p. 77
- 4) 作井誠太, 酒井 拓: 日本金属学会誌, 49 (1976), p. 263
- 5) C. CRUSSARD and R. TAMHANKER: Trans. Met. Soc. AIME, 212 (1958), p. 718
- 6) 酒井 拓, 香西雅文, 大橋正幸, 作井誠太: 日本金属学会誌, 41 (1977), p. 298
- 7) S. SAKUI, T. SAKAI, and K. SATO: Trans. ISIJ, 11 (1971), Suppl., p. 991
作井誠太, 佐藤公子, 酒井 拓: 鉄と鋼, 58 (1972), p. 842
- 8) R. ARMSTRONG, I. CODD, R. M. DOTHWAITE, and N. J. PETCH: Phil. Mag., 7 (1962), p. 45
- 9) 藤田英一, 小野 寛, 井口征夫: 日本金属学会誌, 32 (1968), p. 328
- 10) W. G. JOHNSTON: J. Appl. Phys., 33 (1962), p. 2716
- 11) 堀内 良, 吉永日出男, 浜 葆夫: 日本金属学会誌, 29 (1965), p. 85
- 12) H. CONRAD, S. FEUERSTEIN and L. A. RICE: Trans. JIM, 9 (1968), Suppl., p. 481
- 13) M. F. ASHBY: Phil. Mag., 21 (1970), p. 399
- 14) C. E. MORRIS: Metal Progress, 56 (1949), p. 696
- 15) C. R. BARRETT, W. D. NIX, and O. D. SHERBY: Trans. ASM, 59 (1966), p. 3
- 16) 酒井 拓, 大橋正幸, 香西雅文: 電気通信大学未発表データ
- 17) 作井誠太, 酒井 拓, 沢田裕治: 日本金属学会誌, 40 (1976), p. 1284
- 18) J. J. JONAS, C. M. SELLARS and W. J. MCG. TEGART: Met. Rev., 14 (1969), p. 1
- 19) Y. ISHIDA and D. MCLEAN: JISI, 205 (1967), p. 88
- 20) 吉永日出男, 当摩 建, 諸住正太郎: 日本金属学会誌, 39 (1975), p. 626
- 21) O. D. SHERBY and P. BURKE: Prog. Mater. Sci., 13 (1968), p. 325
- 22) 及川 洪: 私信
- 23) 作井誠太, 酒井 拓, 村瀬曄生: 日本金属学会誌, 39 (1975), 535
- 23) A. H. COTTRELL: Dislocation and Plastic Flow in Crystals, Oxford, (1953), p. 99
- 25) 五弓勇雄, 木原諄二: 塑性と加工, 6 (1965), p. 403
- 26) 吉永日出男: 日本金属学会報, 10 (1971), p. 519
- 27) 竹山太郎, 高橋平七郎: 鉄と鋼, 58 (1972), p. 1054