

論 文

UDC 669.12 : 621.771.016.3 : 621.785.3 : 621.3.028 : 537.32 : 537.312

純鉄の冷間圧延および等時焼鈍過程における
熱電能と電気抵抗率の変化*

阿部 秀夫**・鈴木 竹四**・保科 博***

Changes in Thermoelectric Power and Electrical Resistivity in the
Processes of Cold Rolling and Isochronal Annealing in Pure Iron

Hideo ABE, Takeshi SUZUKI, and Hiroshi HOSHINA

Synopsis:

Changes in thermoelectric power, electrical resistivity and Vickers hardness in the processes of cold rolling and isochronal annealing at 30 min/20°C step were observed in J.M. pure iron and electrolytic iron decarburized and denitrided. The cold rolling and isochronal annealing processes could be separated into different regions by plotting the observed values on absolute thermoelectric power ($S_0^\circ\text{C}$)-conductivity ($1/\rho_0^\circ\text{C}$) diagrams.

From the $S_0^\circ\text{C}-1/\rho_0^\circ\text{C}$ diagram for J. M. pure iron, the average gradient of the lines corresponding to increase and decrease of dislocation density was found to be $500 \pm 100 \mu\text{V} \cdot \mu\Omega \cdot \text{cm}/\text{deg}$. The cold rolling process in electrolytic iron could be separated into three regions. The 1st region which was confined within about 10% reduction was considered to be influenced by segregation of nitrogen and carbon atoms onto dislocations. The onset of 3rd region above 40% reduction was explained as due to vacancy formation. On annealing over 500°C, dissolution of nitrogen and carbon atoms took place in both the specimens, and the gradient of the lines on $S_0^\circ\text{C}-1/\rho_0^\circ\text{C}$ diagram was $130 \pm 50 \mu\text{V} \cdot \mu\Omega \cdot \text{cm}/\text{deg}$.

1. 結 言

著者らの研究室では、鉄および鉄合金における析出、再結晶、相変態などの諸過程を研究するさいの熱電能測定の有効性を調べるためいくつかの実験を行ない¹⁾²⁾、さきに低炭素アルミニウムキルド鋼における炭化物、窒化物の析出過程についての実験結果を報告した。今回は純鉄および電解鉄の冷間圧延および焼鈍過程について調査した結果を報告する。

電子拡散熱電能と電気伝導度を理論的に関連づける式としては、Nordheim-Gorter の関係式³⁾⁴⁾がある。それは金属中の伝導電子がフォノンのほかに微量の溶質原子または格子欠陥によつて散乱される場合、その電子拡散熱電能 S^e は

$$S^e = S_i^e + (S_0^e - S_i^e) \rho_0 / (\rho_0 + \Delta\rho) \dots\dots\dots (1)$$

の式で表わせるということである。ここで ρ_0 および S_0^e は格子欠陥をまったく含まない純金属の電気抵抗率

および電子拡散熱電能、 $\Delta\rho$ および S_i^e は1種の溶質原子あるいは格子欠陥による電気抵抗率増加量およびそれに固有の電子拡散熱電能である。鉄を主成分とする合金で問題になるのは、その絶対熱電能に phonon drag 成分と magnon drag 成分がどの程度寄与しているかということである。phonon drag 熱電能の寄与は Debye 特性温度 θ よりも高い温度域においては見られず、 $\theta/2$ よりも低い温度域では大きな割合を占めている。鉄の Debye 特性温度は 467K (194°C) であり、この実験での熱電能測定の温度範囲は 273K (0°C) ~ 297K (24°C) であるから phonon drag 熱電能の寄与は比較的小さいと考える。magnon drag 熱電能は、BLATT ら⁵⁾ および MARKOV⁶⁾ によれば約 200K (-73°C) で極大を示し、常温においてもかなりの割合を占めることが報告されている。しかし一方、RÖSLER⁷⁾ は magnon drag 熱電能の寄与はあまり大きくないと主張しており、まだ確実な結論は得られていない。したがつ

* 昭和 52 年 10 月本会講演大会にて発表 昭和 53 年 8 月 21 日受付 (Received Aug. 21, 1978)

** 東京大学工学部 工博 (Faculty of Engineering, The University of Tokyo, 7-3-1 Hongo Bunkyo-ku Tokyo 113)

*** 東京大学大学院 (現 三菱商事) (Graduate School, The University of Tokyo, Now Mitsubishi Corporation)

て鉄および鉄合金において、上記式(1)の関係式が成立するかどうかは明らかでない。しかし希薄固溶体で格子欠陥濃度も小さい範囲では、熱電能は固溶原子濃度または格子欠陥濃度に対して近似的に直線的に変化するとみなせるから、熱電能 S と電気伝導度 $1/\rho = 1/(\rho_0 + \Delta\rho)$ のプロット (以後これを $S-1/\rho$ 図と呼ぶことにする) は1種の溶質原子あるいは格子欠陥の濃度変化に対して、それに特有の勾配をもつ直線になるといえる。

実際の反応過程では、複数の反応が同時に起こることが考えられ、そのような場合には一般に $S-1/\rho$ 図上で曲線上を移動する。しかし次のような場合にはプロット点は近似的に一つの線分上を移動すると考えられる。すなわち

1. 複数の反応が起こつていても、電気抵抗率および熱電能に与える影響として一つの反応の占める比率が非常に大きい場合
2. 複数の反応がほぼ同じ比率で起こる場合
3. 各反応に特有の勾配が非常に接近している場合

このようなことから $S-1/\rho$ 図上で各プロット点が近似的に一つの線分上に乗っている場合、その勾配から反応の種類を同定するためには多数の実験データの集積を必要とする。しかし各プロット点列が近似的にいくつかの線分上に乗っている場合、それぞれの線分上で異なる反応が起こっているという情報は得ることができる。すなわち $S-1/\rho$ プロット法は種々の反応を分離するのに一つの有効な方法と考える。

本研究ではこのようなプロット法に関する基礎的な知識を得る目的で、純鉄の格子欠陥、とくに転位密度の増加および減少過程に注目して熱電能と電気抵抗を測定した。また結晶粒度および不純物の存在は格子欠陥の形成過程に大きな影響を及ぼすと考えられるので、Johnson Matthey 高純鉄と比較する目的で電解鉄についても測定を行なった。

2. 実験方法

2.1 実験試料

Table 1 に示す化学組成の Johnson Matthey 社製高純鉄および電解鉄をそれぞれ最終厚さ約 0.53mm およ

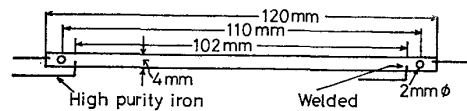


Fig. 1. Test piece.

び約 0.58mm まで冷間圧延した。これらの圧延板から Fig. 1 に示すように幅 4mm 長さ 120mm の電気抵抗および熱電能測定用試片を作製した。つづいて Johnson Matthey 社製高純鉄は 700°C × 62h の湿水素焼鈍で炭素および窒素を除き、さらに 700°C × 48h の乾水素焼鈍により酸素を除き炉冷した (以後これを J. M. 純鉄と呼ぶことにする)。電解鉄は 860°C × 2h つづいて 700°C × 44h の湿水素焼鈍を行ない、さらに 700°C × 40h の乾水素焼鈍を行なった後炉冷した。ここで湿水素とは Pd 触媒を通した水素ガスを 30°C の水蒸気中に通したものであり、乾水素とは Pd 触媒および液体窒素中に浸した銅管中を通したものである。

炉冷後の両試片の光学顕微鏡組織を Photo. 1 に示す。平均結晶粒径は J. M. 純鉄が 172 μ 、電解鉄が 34 μ であつた。0°C と液体窒素温度における電気抵抗率の比 ($\rho_{0^\circ\text{C}}/\rho_{\text{liq. N}_2}$) は J. M. 純鉄が 14.9、電解鉄が 13.8 であつた。

上記試片と同時に脱炭・脱窒焼鈍した他の試片を 300°C から 50°C の間で長時間時効し、電気抵抗測定⁸⁾⁹⁾により調べた結果、本実験で用いた試料は脱炭・脱窒炉冷後の状態として、J. M. 純鉄は約 0.5ppm の (炭素+窒素) を、電解鉄は約 2.8ppm の (炭素+窒素) を固溶していることが推定された。

2.2 実験方法

実験は冷間圧延および等時焼鈍の工程からなる。まず脱炭・脱窒焼鈍後の各試片を常温で約 85% まで段階的に冷間圧延した。つづいて最終圧延試片を常温に約 1ヶ月放置した後 40°C から 540°C まで 30min/20°C の等時焼鈍を行なった。等時焼鈍は試片をパイレックスガラス管中に真空封入 (10⁻³Torr 以下) し、管状電気炉中で行ない、各焼鈍後試片を氷水中に急冷した。

上記二つの工程の各段階において、一条件について 10 点のビッカース硬さ測定、液体窒素温度および 0°C

Table 1. Chemical compositions of materials (wt%).

Specimen (as received)	C	N	O	Si	Mn	P	S	Cu
J. M. iron	0.005	0.0202	0.0084	0.0003	0.0001	—	—	0.0001
Electrolytic iron	0.005			0.005	0.005	0.004	0.005	0.004

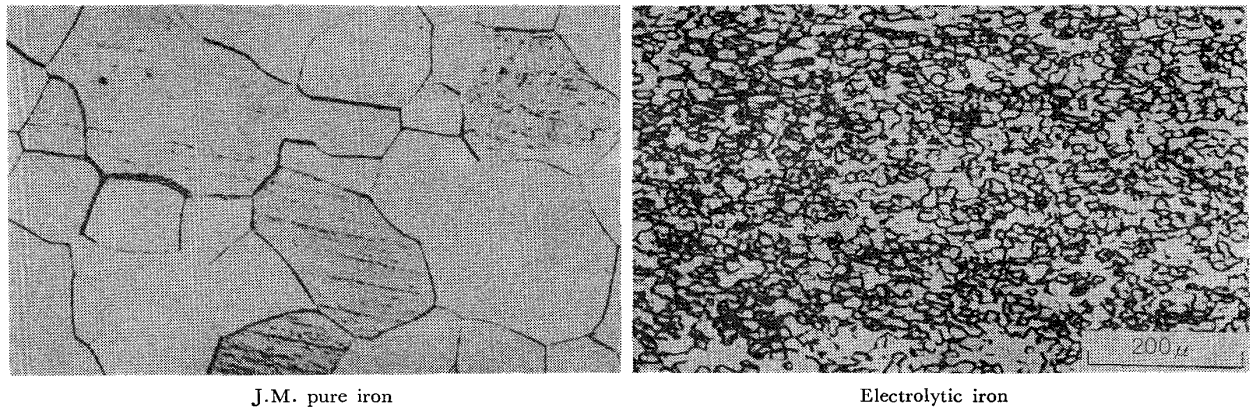


Photo. 1. Microstructures of J.M. pure iron and electrolytic iron after treatments for decarburization and denitriding.

における電気抵抗測定および 0°C における熱電能測定を行なった。さらにいくつかの段階については加速電圧 150 kV にて透過電顕観察を行なった。電気抵抗率を求めるさいの寸法因子の補正は Matthiessen 則が近似的に成立っているものと仮定して行なった。電気抵抗測定は四端子ポテンショメーター法で行ない、各測定毎の温度変動および電流値（液体窒素温度では 0.5 A 、 0°C では 0.3 A ）の変動は基準試片の電圧降下を常に一定になるように調節することにより補正した。したがって冷間圧延試片においては圧延率によつて電流密度は異なる。そのためジュール熱による電気抵抗率上昇は高圧延率試片でわずかに認められたが、本実験の範囲内では結果への影響はほとんど無視できる。

熱電能測定装置の概略図を Fig. 2 に示す。上部が高温部（約 24°C ）、下部が低温部（約 0°C ）である。測定

試片と基準試片の上端は、絶縁され、銅板に固定され、 0.1°C の範囲内で均一温度に保たれるようにした。下端では測定試片と基準試片をネジ止めして絶縁された銅ブロックの筒の中に入れた。両端間の温度差は、上部の銅板の中央部と下部のネジ止め部分とに樹脂接着した銅—コンスタンタン熱電対により測定した。基準試片は約 0.58 mm まで圧延した電解鉄を 50°C で 7 日間時効したものをを用いた。熱起電力は、測定系が十分に熱平衡に達した後、入力抵抗の大きい（ $2\text{ M}\Omega$ ）高感度直流電圧計で測定した。測定試片の基準試片に対する熱電能 ΔS は、測定した熱起電力 ΔE を温度差 ΔT で割ることにより求めた。基準試片を純度 99.999% の鉛に対して熱電能測定を行なったところ、 0°C におけるその絶対熱電能は $+14.5\mu\text{V}/\text{deg}$ であつた。これを用いて測定値を絶対熱電能に換算した。

3. 実験結果および考察

3.1 J.M. 純鉄および電解鉄の段階的な冷間圧延過程

Fig. 3 に J.M. 純鉄および電解鉄を常温にて約 85% まで段階的に冷間圧延した場合のビッカース硬度変化を示す。横軸には冷間圧延後の試片の長さ L ともとの長さ L_0 との比を対数目盛で示し、図の上側に冷間圧延率の値を示した。J.M. 純鉄は圧延率の増加とともに硬度のパラッキが大きくなり、圧延率 50% 前後からほとんど硬化しなくなる。電解鉄は J.M. 純鉄にくらべて、圧延率の増加による硬度上昇が大きく硬度のパラッキは小さい。両者のこのような加工硬化様式の相違は結晶粒の大きさおよび不純物濃度の違いによると考えられる。

Fig. 4 には J.M. 純鉄を段階的に冷間圧延した場合の熱電能 S および液体窒素温度における電気抵抗率 $\rho_{\text{liq. N}_2}$ の変化を示す。熱電能と電気抵抗率とは対応した変化を示している。約 85% までの圧延により電気抵

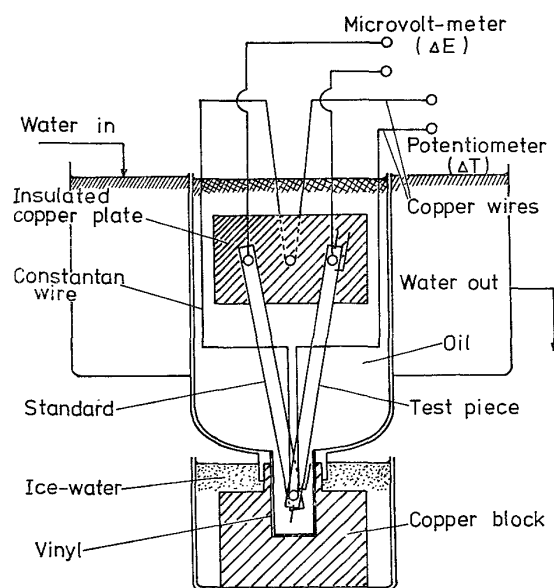


Fig. 2. Apparatus for measurement of thermo-electric power ΔS . $\Delta S = \Delta E / \Delta T$

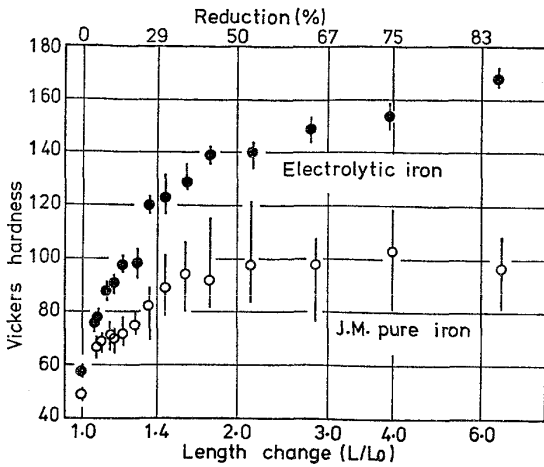


Fig. 3. Variations in hardness by cold rolling in steps.

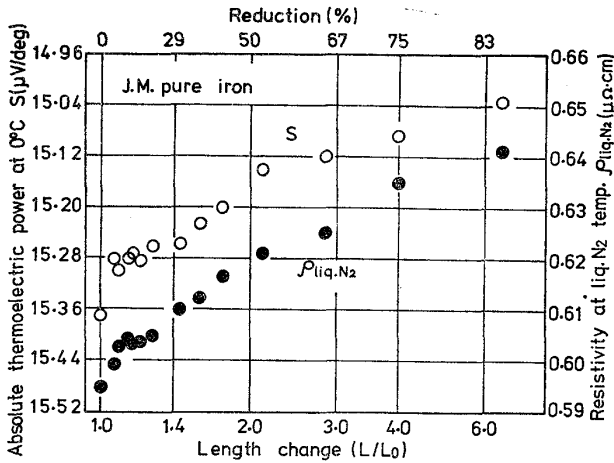


Fig. 4. Changes in absolute thermoelectric power and resistivity by cold rolling in steps for J. M. pure iron.

抗率は約 $0.05 \mu\Omega \cdot \text{cm}$ 増加するが、この増加をすべて転位密度の増加によると仮定して転位密度を求めると¹⁰⁾ 約 $5 \times 10^{10}/\text{cm}^2$ という値が得られる。Fig. 4 によると圧延率約 50% 以上においても熱電能および電気抵抗率は変化しているので転位密度は増加していると考えられる。Fig. 3 の J. M. 純鉄の硬度測定結果によれば、圧延率約 50% 以上ではほとんど加工硬化が見られず、Fig. 4 の結果による転位密度の増加と対応していない。

Fig. 5 は電解鉄を段階的に冷間圧延した場合の熱電能 S および電気抵抗率 $\rho_{\text{liq. N}_2}$ の変化である。J. M. 純鉄と同様に 85% 圧延による電気抵抗率の全変化量を転位密度増加に対応させて考えると、転位密度は約 $1.1 \times 10^{11}/\text{cm}^2$ と推定され、J. M. 純鉄の 2 倍以上の値となる。Fig. 5 の熱電能測定結果によると、電解鉄の冷間圧

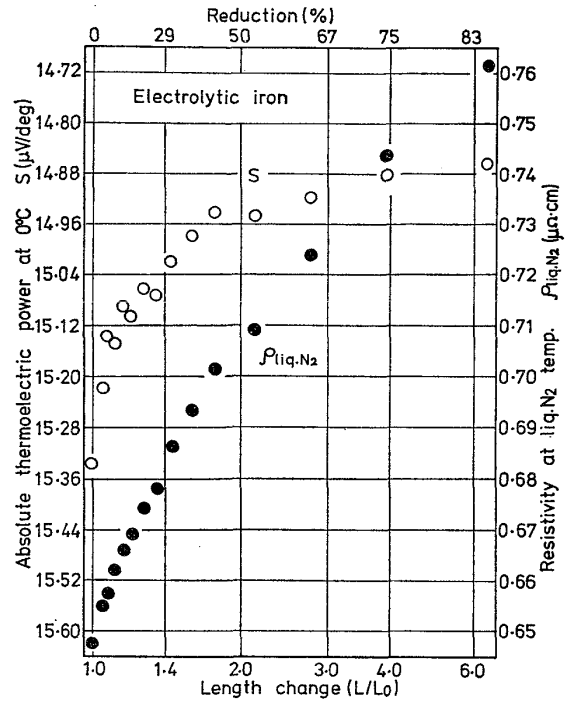


Fig. 5. Changes in absolute thermoelectric power and resistivity by cold rolling in steps for electrolytic iron.

延過程は三つの領域に分離される。各領域の意味についてはいまの段階で明確なことはいえないが、圧延加工による転位密度増加のほか、原子空孔の形成および試料中にわずかに残存している窒素および炭素等の不純物原子の挙動が関与していると推定される。第二領域から第三領域への移行は圧延率 40% 前後で起こっているが、これに対応する変化は硬度変化 (Fig. 3) にも認められる。

3.2 最終圧延試片の等時焼鈍過程

85% まで冷間圧延した最終圧延試片を常温に約 1 ケ

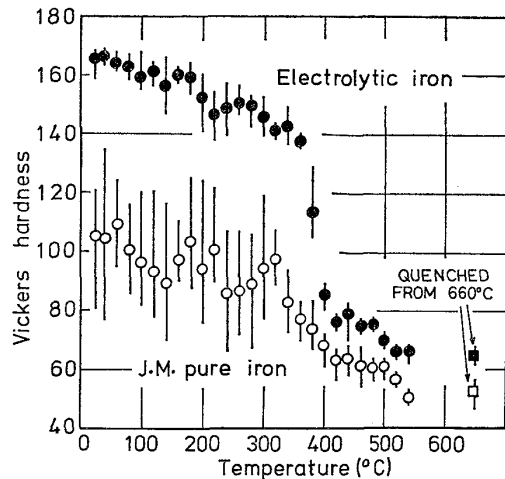


Fig. 6. Variations in hardness on isochronal annealing at 30 min/20°C.

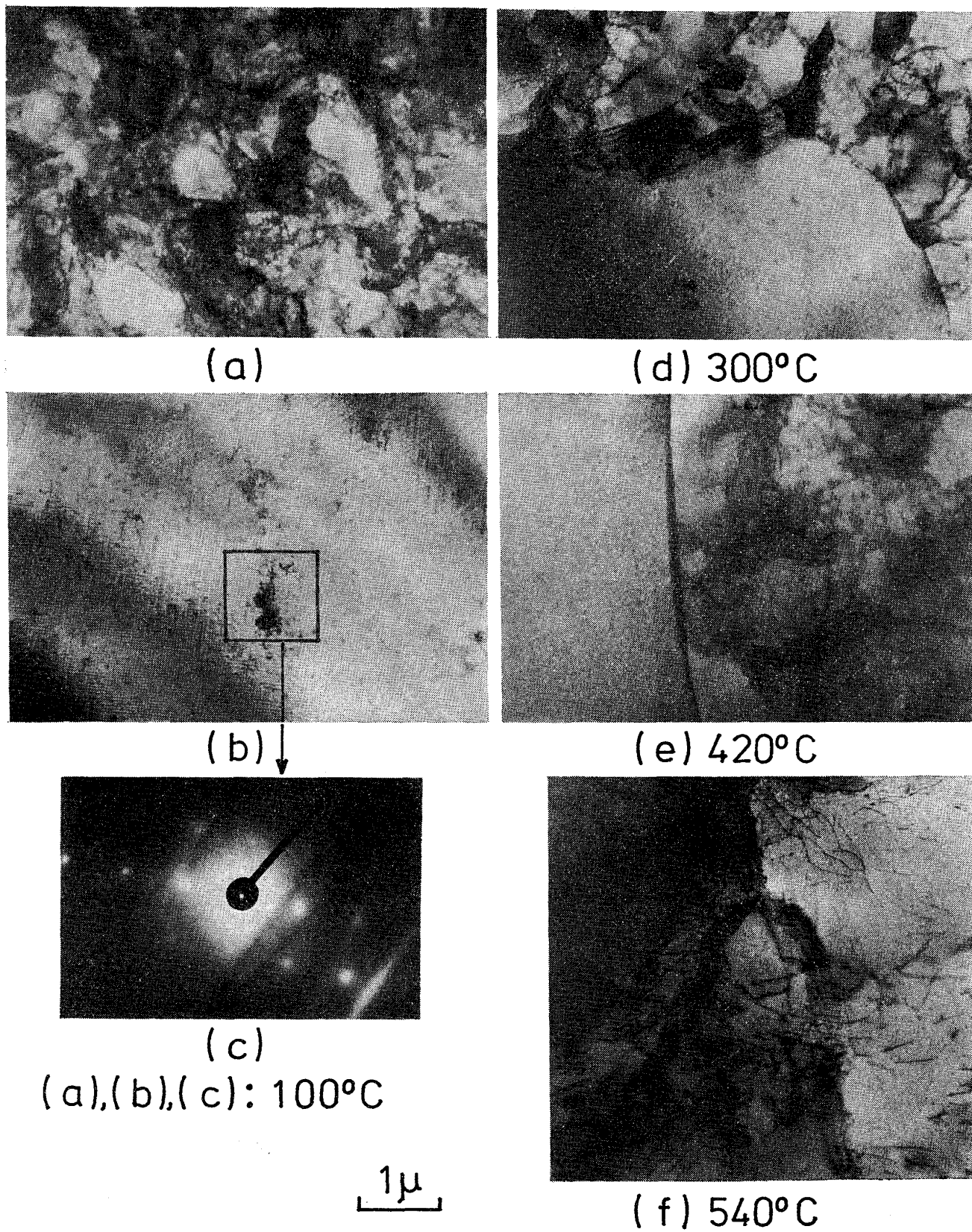


Photo. 2. Transmission electron micrographs and the diffraction pattern of J. M. pure iron after annealing isochronally at 30 min/20°C up to each temperature.

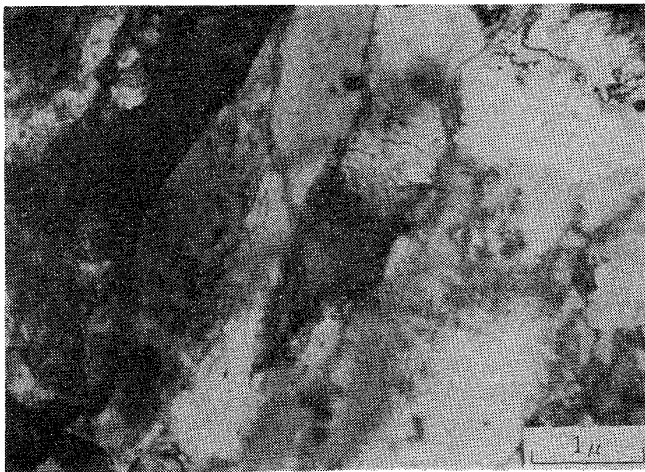
月放置した後、40°C から 540°C まで 30min/20°C の等時焼鈍を行なった。

Fig. 6 は J. M. 純鉄および電解鉄の等時焼鈍過程におけるピッカース硬さ変化である。J. M. 純鉄は約 300°C まで硬度のバラツキが大きい、340°C 付近から軟化が起こり、それに伴って硬度のバラツキも小さくなる。電解鉄では 380°C 付近から再結晶が起こっている。

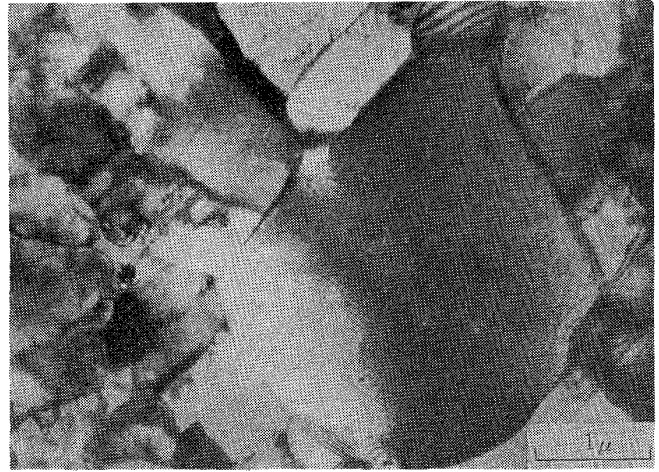
Photo. 2 は J. M. 純鉄をそれぞれ (a), (b)・(c) 100°C, (d) 300°C, (e) 420°C, (f) 540°C まで等時焼鈍した状態の透過電顕観察例である。100°C ではほぼ冷間圧延状態に近いと考えられるが、場所によつて組織が非常に異なる。(b) のように広い範囲にわたつて転位密度の低いところがあり、このような領域では (c) に示すように菊池線が見られた。(d) の 300°C では転位密度が高い領域の中に再結晶粒が形成されているのが観察

された。Fig. 6 によると 420°C で硬度減少が一段落するが、この状態でも (e) に示すように未再結晶粒が見られた。さらに 540°C においても (f) に示すように粒内に転位のネットワーク組織が観察された。

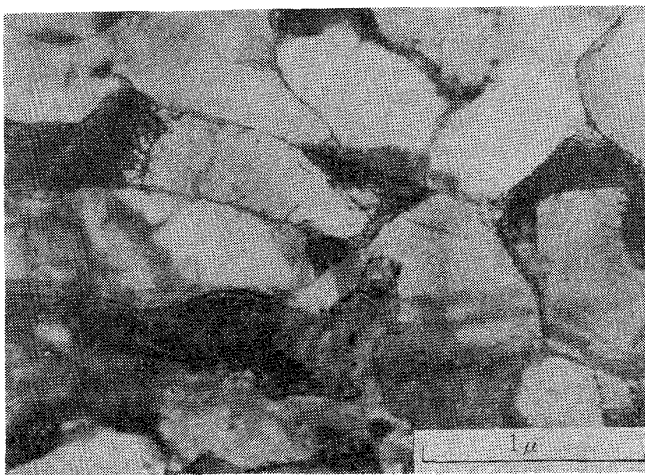
Photo. 3 は電解鉄をそれぞれ (a) 100°C, (b) 200°C, (c) 300°C, (d) 420°C まで等時焼鈍した状態の透過電顕観察例である。100°C では (a) に示すように転位密度の比較的低い領域があつても J. M. 純鉄のように広い範囲にわたることはない。200°C では (b) に一例を示すように、場所によつて subgrain 境界のはつきりした回復組織が観察された。したがつて 200°C までの等時焼鈍により、一部転位の移動・消滅が起こっていると考えられる。300°C では (c) に示すように明確な再結晶粒が観察された。J. M. 純鉄と同様に硬度減少が一段落する 420°C においても (d) に示すように未再結晶領域が観察された。



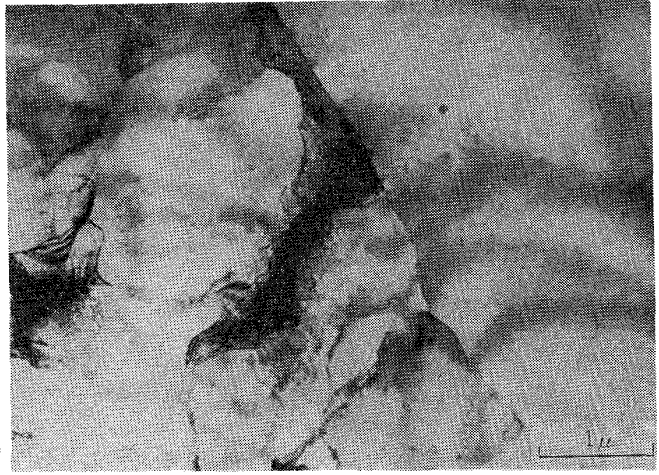
(a) 100°C



(c) 300°C



(b) 200°C



(d) 420°C

Photo. 3. Transmission electron micrographs of electrolytic iron after annealing isochronally at 30 min/20°C up to each temperature.

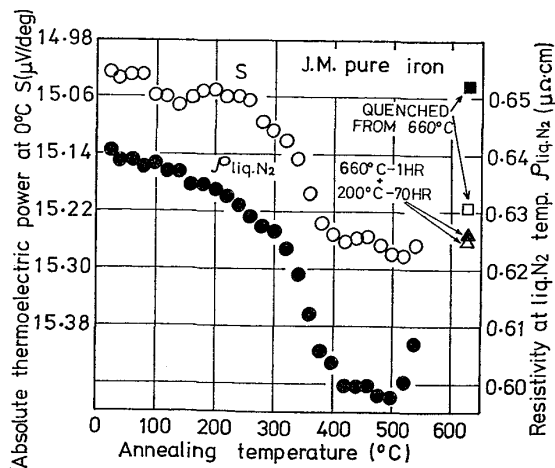


Fig. 7. Changes in absolute thermoelectric power and resistivity on isochronal annealing at 30 min/20°C for J. M. pure iron.

Fig. 7 は J. M. 純鉄の等時焼鈍過程について、熱電能および電気抵抗率を測定した結果である。約 100°C から 200°C にかけて、電気抵抗率は減少するが、熱電能はいつたん増加した後減少 (Fig. 7 の熱電能のスケールは下方に向かって大きい値をとっていることに注意) している。このような熱電能変化と電気抵抗率変化の関係は、転位の消滅や窒素および炭素原子の転位への偏析あるいは析出物の形成だけからは説明できない。原子空孔に関しては、鉄についてその熱電能への寄与は知られていない。銅に関する研究によれば¹¹⁾¹²⁾、原子空孔濃度の増加と転位密度の増加は熱電能に対する寄与が逆であることが知られている。したがってこの場合、常温加工により形成された原子空孔の消滅現象が関係しているのかも知れない。鉄中の原子空孔の移動温度に関しては、220K (-53°C) 付近とするもの¹³⁾¹⁴⁾、室温付近とするもの (純鉄の場合)¹⁵⁾、700K (427°C) 付近とするもの¹⁶⁾¹⁷⁾ 等種々の意見がありまだ確定されていない。またそれらの研究は高速中性子照射や電子線照射により原子空孔を導入した試料についてのものであり、高加工度の冷間加工により導入された原子空孔の挙動についての議論は非常に少ない。したがってこの現象は今後さらに詳細に追究すべき問題と考える。

約 280°C から 420°C にかけての熱電能および電気抵抗率の変化は回復および再結晶にともなう転位密度の減少に対応していると考えられる。約 420°C 以上で熱電能および電気抵抗率変化の停滞が起こるが、このような停滞は硬度測定結果 (Fig. 6) とも対応しており、再結晶の進行が一時中断していることを示している。約 500°C から 540°C まで等時焼鈍し、さらにそれを 660°C で

1h 焼鈍後水中に焼入れすると電気抵抗率は大幅に増加し、熱電能は減少する。また 660°C から焼入れた試片を 200°C で 70h 焼鈍することにより電気抵抗率は減少し、熱電能は増加する。したがってこのような 500°C 以降の現象にはおもに焼鈍途中の試料汚染により侵入した不純元素 (おそらく窒素および炭素) の挙動が関与していると推定される。

Fig. 8 は電解鉄の等時焼鈍過程について、熱電能および電気抵抗率を測定した結果である。約 160°C から 200°C にかけて J. M. 純鉄ほどではないが、やはり熱電能と電気抵抗率で変化の様子が異なっている。約 300°C 以上の変化については、おもに再結晶にともなう転位の消滅が寄与していると考えられるがこの場合も硬度測定結果と対応して 2 段の変化が起こっている。約 500°C 以上の変化についてはおもに炭素および窒素原子の固溶が寄与していると考えられる。

3.3 冷間圧延および等時焼鈍過程に対する熱電能 ($S_{0^\circ\text{C}}$)-電気伝導度 ($1/\rho_{0^\circ\text{C}}$) プロット

Fig. 9 は J. M. 純鉄の冷間圧延および等時焼鈍過程について、縦軸に 0°C における絶対熱電能、横軸に 0°C における電気伝導度をとってプロットした図である*。冷間圧延過程および約 500°C までの等時焼鈍過程

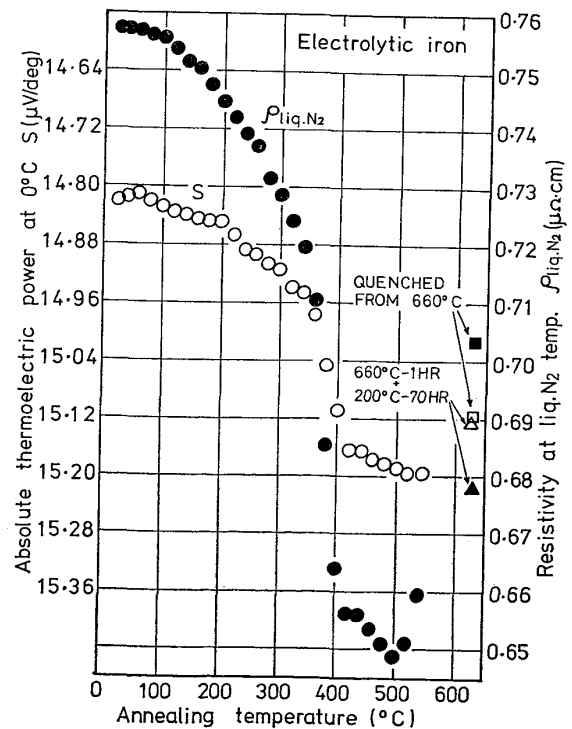


Fig. 8. Changes in absolute thermoelectric power and resistivity on isochronal annealing at 30 min/20°C for electrolytic iron.

* 鉄と鋼, 63 (1977), S 870 の講演概要では 0% 圧延状態を誤ってプロットしたので, Fig 9 に示すように訂正する。

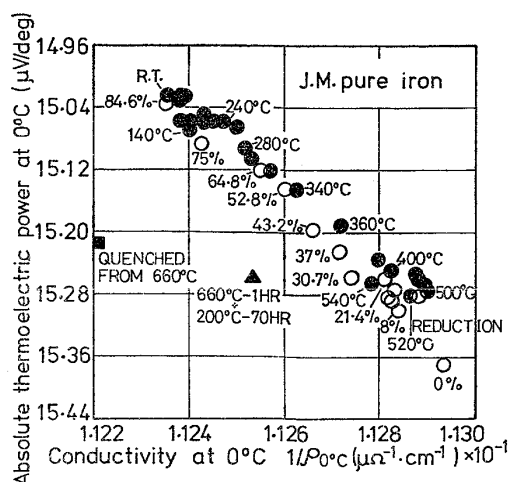


Fig. 9. Absolute thermoelectric power ($S_{0^{\circ}\text{C}}$)-conductivity ($1/\rho_{0^{\circ}\text{C}}$) plots for J. M. pure iron. The open circles and filled circles are for the processes of cold rolling and 30 min/ 20°C isochronal annealing, respectively.

におけるプロット点の変化は完全には一致していないが、これらのプロット点の集合は一つの帯領域内にありその勾配 $500 \pm 100 \mu\text{V} \cdot \mu\Omega \cdot \text{cm}/\text{deg}$ は転位密度の増加(圧延過程)および減少(焼鈍過程)に対応していると考えられる。さらに詳細に見れば、圧延過程では約 30% から 50% にかけてほぼ 1 つの線分上に乗る、それ以上の圧延率で勾配が少し小さくなる。焼鈍過程では、原子空孔の消滅が関与すると思われる約 140°C から 240°C にかけて各プロット点は非常に小さな勾配で変化し、おもに転位の消滅が関与していると考えられる 280°C から 500°C にかけてはほぼ一つの線分上に乗る。約 500°C 以上では各プロット点は勾配の小さい別の線分に沿って変化する。

Fig. 10 には電解鉄の冷間圧延および等時焼鈍過程について、熱電能—電気伝導度プロットを示す。冷間圧延過程はほぼ三つの領域に分けられる。第一の領域は圧延率とともに比較的大きな勾配の線分上を変化する。この場合転位密度の増加と同時に窒素あるいは炭素原子の転位線上へのわずかな偏析を仮定すると大きな勾配を説明できる。圧延率 10% 前後からの第二の領域は J. M. 純鉄のプロット点の集合 (Fig. 9) に近い勾配の線分上を変化しおもに転位密度の増加に相当すると考えられる。圧延率 40% 前後から第三の領域に入り、プロット点は J. M. 純鉄のそれにくらべて少しゆるやかな勾配で変化する。第三の領域の考察は困難であるが、転位密度の増加のほかに原子空孔の形成を仮定すると説明が可能のように思われる。冷間圧延過程で原子空孔が多く形

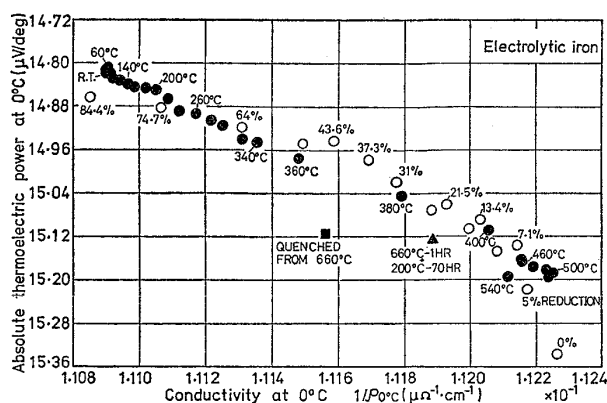


Fig. 10. Absolute thermoelectric power ($S_{0^{\circ}\text{C}}$)-conductivity ($1/\rho_{0^{\circ}\text{C}}$) plots for electrolytic iron. The open circles and filled circles are for the processes of cold rolling and 30 min/ 20°C isochronal annealing, respectively.

成されるようになれば硬化の様式も変わつてくると考えられるが、この点は Fig. 3 に示した硬度測定結果とも対応している。また原子空孔の形成により、第三領域に示されるように $S_{0^{\circ}\text{C}}-1/\rho_{0^{\circ}\text{C}}$ プロット上での勾配が転位密度の増加のみに相当する勾配よりも小さくなるとすれば、逆に転位密度の減少過程と並行して原子空孔の消滅が起こる場合もそのプロット上での勾配は小さくなるといえる。この点は等時焼鈍過程において、転位の消滅のほかに原子空孔の消滅が関与していると推定される J. M. 純鉄 (Fig. 9) の約 140°C から 240°C の間および電解鉄 (Fig. 10) の 160°C から 200°C の間でプロット上での勾配が小さくなっていることと矛盾しない。電解鉄の場合、最終圧延試片を常温に約 1 ヶ月放置することにより、プロット点は負の勾配の変化を示す。この現象の理由に関してはいまのところ明らかでない。転位密度が最も大幅に減少する約 340°C から 400°C の間では J. M. 純鉄の転位消滅過程にくらべて少し勾配が小さい。これは転位の消滅と並行して窒化物あるいは炭化物の析出が起こっているためと思われる。約 400°C から 500°C の間の変化は J. M. 純鉄の転位消滅過程とほぼ類似した勾配を示す。約 500°C 以上では、J. M. 純鉄の場合と同様に小さい勾配を示しており、これは窒素および炭素原子の固溶過程に相当すると考える。この場合の近似的な線分の勾配 $130 \pm 50 \mu\text{V} \cdot \mu\Omega \cdot \text{cm}/\text{deg}$ は永倉の測定結果¹⁸⁾を参考にして求めた窒化物の析出過程に相当する勾配 $90 \pm 30 \mu\text{V} \cdot \mu\Omega \cdot \text{cm}/\text{deg}$ と前報¹⁾の測定結果を参考にして求めた炭素原子の固溶過程に相当する勾配 $270 \pm 50 \mu\text{V} \cdot \mu\Omega \cdot \text{cm}/\text{deg}$ の中間の値である。

4. 結 論

Johnson Matthey 社製高純度鉄および電解鉄を脱炭・脱窒焼鈍後炉冷した試料について、常温で約 85% まで段階的に冷間圧延した。つづいて最終圧延試片を常温に約 1 ヶ月放置した後、40°C から 540°C まで 30 min/20°C の等時焼鈍を行なった。冷間圧延過程および等時焼鈍過程の各段階について硬度、電気抵抗および熱電能の測定を行なった。いくつかの段階については透過電顕観察も行なった。得られた測定値について、縦軸に絶対熱電能 ($S_0^{\circ}\text{C}$)、横軸に電気伝導度 ($1/\rho_0^{\circ}\text{C}$) をとるプロット (Nordheim-Gorter plot) を行ない、冷間圧延および焼鈍の過程をいくつかの領域に分離し考察した。おもな結果はつぎのとおりである。

- 1) 硬さ測定によれば J. M. 純鉄は圧延率約 50% 以上からほとんど硬化しない。
- 2) J. M. 純鉄は 100°C まで等時焼鈍した状態で、広い範囲にわたり転位密度の非常に低い領域が観察され、一方 540°C まで等時焼鈍した状態においても、転位のネットワーク組織が観察された。
- 3) J. M. 純鉄の冷間圧延過程と焼鈍過程の $S_0^{\circ}\text{C}-1/\rho_0^{\circ}\text{C}$ 図上へのプロット点は、転位密度の増加および減少過程に相当する一つの帯領域内にある。その帯領域の勾配は $500 \pm 100 \mu\text{V} \cdot \mu\Omega \cdot \text{cm}/\text{deg}$ である。
- 4) 電解鉄の冷間圧延過程は $S_0^{\circ}\text{C}-1/\rho_0^{\circ}\text{C}$ 図上で 3 つの領域に分けられる。圧延初期の第一領域は、J. M. 純鉄の転位密度の増加過程よりも勾配が大きく、窒素および炭素原子の転位への偏析が関与していると説明した。圧延率約 40% 以上の第三の領域は硬度測定結果とも対応しており、転位密度の増加のほかに原子空孔形成の寄与が含まれると考えた。
- 5) 電解鉄を 200°C まで等時焼鈍した状態において、部分的に境界のはつきりした subgrain が観察された。したがって 200°C までに一部の転位の移動・消滅が起

こつていると判断された。

6) J. M. 純鉄および電解鉄を約 500°C 以上に焼鈍すると窒素および炭素原子の固溶が認められた。これに相当する $S_0^{\circ}\text{C}-1/\rho_0^{\circ}\text{C}$ 図上での勾配は $130 \pm 50 \mu\text{V} \cdot \mu\Omega \cdot \text{cm}/\text{deg}$ であつた。

文 献

- 1) 阿部秀夫, 鈴木竹四, 古君 修: 鉄と鋼, 63 (1977), p. 971
- 2) 阿部秀夫, 鈴木竹四, 保科 博: 鉄と鋼, 63 (1977), S 331
- 3) L. NORDHEIM and C. J. GORTER: *Physica*, 2 (1935), p. 283
- 4) R. P. HUEBENER: *Solid St. Phys.*, 27 (1972), p. 63
- 5) F. J. BLATT, D. J. FLOOD, V. ROWE, and P. A. SCHROEDER: *Phys. Rev. Lett.*, 18 (1967), p. 395
- 6) P. A. MARKOV: *Phys. Metals Metallog.*, 25 (1965), p. 86
- 7) M. RÖSLER: *Phys. Stat. Solidi*, 7 (1964), K75
- 8) G. R. SPEICH: *Trans. Met. Soc. AIME*, 245 (1969), p. 2553
- 9) H. WAGENBLAST and S. ARAJS: *Phys. Stat. Solidi.*, 26 (1968), p. 409
- 10) L. J. CUDDY: *Phil. Mag.*, 12 (1965), p. 855
- 11) F. J. BLATT: *Phys. Rev.*, 100 (1955), p. 666
- 12) 阿部秀夫, 戸川史江, 大橋芳枝: 日本金属学会誌, 40 (1976), p. 201
- 13) L. J. CUDDY: *Acta Met.*, (1968), p. 23
- 14) 谷川庄一郎, 日野出憲治, 熊倉浩明, 堂山昌男, 奥田重雄: 日本金属学会 (1977) 秋季講演会, p. 58
- 15) 蔵元英一, 北島一徳, 千葉利信, 津田惟雄: 日本金属学会 (1978) 春季講演会, p. 177
- 16) M. KIRITANI and T. TAKATA: *Proc. Int. Conf. on the Properties of Atomic Defects in Metals*, Argonne 1976 (*J. Nuclear Materials*, in press).
- 17) 山川浩二: 日本金属学会会報, 16 (1977), p. 400
- 18) 永倉和郎: 私信 (1975 年 2 月 24 日)