

UDC 669.1 : 669-15'71-192 : 669.15'782-192 : 669.15'295-192 : 669.15'26-192 :  
669.15'74-192 : 669.15'24-192 : 669.15'28-192 : 548.53 : 539.4

論 文

## ポリゴン化した超微細粒組織を有する置換型固溶鉄合金の不安定変形挙動と機械的性質\*

榎本正人\*\*・古林英一\*\*\*

### Unstable Plastic Flow and Mechanical Properties of Substitutional Iron Alloys with Polygonized Ultrafine Grain Microstructure

Masato ENOMOTO and Ei-ichi FURUBAYASHI

#### Synopsis :

A study was made of the strength-ductility relation-ship at ambient and low temperatures in substitutional iron alloys with about 2 at% Al, Si, Ti, Cr, Mn, Ni or Mo which were cold rolled and subsequently annealed to attain recovered and/or partially recrystallized structure composed largely of polygonized subgrains of 1  $\mu\text{m}$  or less. The deformation behavior in tension of these ultrafine-grained iron alloys was shown to be characterized by very small elongation owing to plastic instability, which caused necking immediately after the yielding or during the propagation of the Lüders bands. It was found, however, that some of solute elements manifested a remarkable effect of improving the ductility and that the effect was fully maintained in the presence of the third element, such as Nb, which was added to retain high strength pertaining to recovered state as a result of a well-known retarding effect on recrystallization.

The occurrence of plastic instability was considered to be intimately related to the change in the Lüders strain with the deformation temperature and grain size of material. Accordingly, various factors which may affect the Lüders strain, i.e. the mode of slip, dislocation structure and distribution of interstitial atoms, were investigated in terms of the influence of substitutional solutes. A high dislocation multiplication rate was found to be the most distinctive feature of the alloys which exhibited large elongation at low temperature.

#### 1. 緒 言

最近、通常の結晶粒の中に、亜粒界や転位のセル組織などのサブストラクチャが存在する金属材料の機械的性質が関心を集めている<sup>1)2)</sup>。アイソフォームング (Isoforming)あるいは制御圧延はそのような下部組織の導入によつて強度と靱性を向上させようという試みである。実際、これらのサブグレイン、あるいは転位セルによる強化への寄与は、亜粒径あるいは、セルの大きさの逆数に比例するものが多く<sup>3)4)</sup>、したがつて、単純な外挿では、これらの大きさがミクロン以下になると、通常の結晶粒よりも強化には有効な役割を果たすであろうと考え

られている<sup>5)</sup>。靱性についても、回復組織に含まれる亜粒界がフェライトの靱性を損わないで、強度を向上させる働きがあるという報告がある<sup>6)</sup>。また、軟鋼では温間加工をほどこし、降伏点を除去することによつて、ストレッチャーストレインなどの不均一変形を抑制しようという試みもあるが<sup>7)</sup>、これもサブストラクチャの利用法の一つと考えることもできる。

前報で<sup>8)9)</sup>、部分再結晶状態をはじめ、種々の回復、あるいは再結晶の段階にある純鉄、およびその置換型固溶合金の強度と延性について述べた。その結果、粒径の大きな ( $\sim 20 \mu\text{m}$  以上) 再結晶状態では、低温で粒界破壊、あるいは変形双晶の発生によつて、歪初期で脆性破

\* 昭和 52 年 10 月金属学会シンポジウム 昭和 53 年 8 月 7 日受付 (Received Aug. 7, 1978)

\*\* 金属材料技術研究所 (National Research Institute for Metals, 2-3-12 Nakameguro Meguro-ku Tokyo 153)

\*\*\* 金属材料技術研究所 工博 (National Research Institute for Metals)

断を起こすものが多かつたのに対し、粒径の細かい再結晶組織、および部分再結晶組織のものでは、このような脆性破断は起こさないが、降伏直後の局所的なくびれの発生によつて破断し、延性がほとんどゼロに近いものが多く見られた。

粒界脆性に関しては、一般に粒径を小さくして粒界部分の占める体積比率を多くするほど、不純物の粒界での濃度が“稀釈”されて粒界脆性が起こりにくくなると考えられている。また、鉄合金を低温で変形すると、変形双晶がひんぱんに現われるが、粒径が細かくなると、引張曲線上に兆候が全く現われないほどに双晶発生の規模が小さくなり<sup>10)</sup>、したがつて、破断の直接の原因になりにくいことが考えられる。

部分再結晶組織は超微細粒組織であることから、強度はもとより、延性についても上に述べたような利点を有するが、反面、降伏直後のくびれの発生という不安定塑性による延性の劣化という問題を有する。本報ではまず、添加する置換型固溶元素の種類を前報より追加し、部分再結晶状態を中心にして、その変形挙動、および強

度と延性の関係を詳細に検討した。

不安定塑性現象は試験片のリュース帯歪が一樣のびより大きくなつた場合に発生すると考えられており<sup>11)</sup>、リュース帯の発生要因、あるいはリュース帯の大きさを支配する因子と密接な関係があると考えられる。そこで、リュース帯表面のすべり線、および帯内の転位組織の観察を行つて、添加した置換型固溶原子が鉄中のすべりの性質、転位の配列、侵入の存在状態などにおよぼす影響を通して、不安定塑性の発生、あるいはその抑制にどのように寄与しているかを考察した。

## 2. 実験方法

### 2.1 試料

本実験で試料として使用した合金の化学組成を Table 1 に示す。新しく溶解した合金の脱酸の手続き、および固溶元素の添加量 (wt% で示してあるが 2 at% に近くなるように調整) は前報と同様にした。ただし、Nb は再結晶を遅滞させ、部分再結晶状態の得られる焼純温度の領域を広くする目的で添加しており、添加量は ~0.1

Table 1. Chemical composition (ppm, or % with underline).

Alloy	Al	Si	Ti	Cr	Mn	Ni	Mo	Nb	S	C	N	O
Fe	50	90	20	—	40	50	—	—	80	100	20	17
Fe-1%Al	<u>1.06</u>	100	20	—	30	100	—	—	<u>50</u>	70	20	7
Fe-1%Si	50	<u>1.01</u>	20	—	30	100	—	—	<u>50</u>	50	10	20
Fe-2%Ti	50	100	<u>1.96</u>	—	30	100	—	—	50	90	20	24
Fe-2%Cr	30	20	—	<u>1.99</u>	150	—	—	—	50	50	50	94
Fe-2%Mn	30	20	—	—	<u>1.95</u>	—	—	—	50	50	50	62
Fe-2%Ni	50	100	20	—	30	<u>2.05</u>	—	—	50	100	20	15
Fe-3.5%Mo	30	20	—	—	150	—	<u>3.49</u>	—	50	20	50	12
Fe-0.1%Nb	30	20	—	—	150	—	—	<u>0.14</u>	50	140	50	66
Fe-0.1%Nb-1%Si	30	<u>1.03</u>	—	—	150	—	—	<u>0.12</u>	50	90	50	62

Table 2. Temperatures of change in microstructure in iron alloys 90% cold rolled and annealed 1h. Annealing was conducted at intervals of one hundred degrees with a few exceptions.

Alloying element (~2 at%, *~0.1 wt%)	Unalloyed iron	Al	Si	Ti	Cr	Mn	Ni	Mo	Nb*	Nb*Si
Maximum annealing temperature at which no obvious subgrains were observed: $T_1$ °C	400	400	400	500	400	400	400	600	600	500
Annealing temperature at which areal fraction recrystallized exceeded ~0.9: $T_2$ °C	700	600	650	700	600	600	500	900	900	800
Average recrystallized grain size at $T_2$ in $\mu\text{m}$	13.5	12.6	8.9	14.2	8.2	7.7	4.6	10.3	88.5	56.3

%である。

各合金のリュース帯表面のすべり線や帯内の転位配列の観察は、高温で焼鈍して、十分結晶粒径の大きい再結晶組織の試験片を用いて行つた。使用した電顕は島津 SMH-5B 透過型電顕で、動作電圧は 500 kV である。

引張試験は、インストロン型試験機により、平行部の長さ 30 mm、幅 4 mm の板状試験片を用い、歪速度  $3 \times 10^{-4} \text{sec}^{-1}$  で行つた。試験片の厚さは少数のものを除き、0.35 mm とした。また、試験機のバネ定数は  $3.8 \times 10^5 \text{MN/m}^2$  である。

### 2.2 部分再結晶組織の得られる焼鈍温度

Table 2 に各合金について、90% 冷延後、1 h の焼鈍によつて得られる組織の概観が変化する温度を示す。すなわち、 $T_1$  は電顕観察で明瞭なサブグレインの認められない最高温度（ただし、焼鈍温度は原則として 100 °C おき）を示す。 $T_2$  は再結晶分率が  $\sim 0.9$  以上であり、光学顕微鏡で粒径を測定できるようになる温度である。また、Table 2 には、 $T_2$  における平均再結晶粒径も示してある。通常、部分再結晶状態とは核生成を終えて、成長しつつある再結晶粒と、核生成の前段階と考えられるサブグレインが混在している組織を指すものと考えられるが、本論文ではサブグレインのみから構成されていると見られる組織も含め、Table 2 の  $T_1 \sim T_2$  の温度で得られる組織をすべて部分再結晶組織と呼ぶことにする。

Table 2 から、Mo と Nb の添加による再結晶抑制の効果が著しいと考えられるが、Photo. 1 (a) および (b) に見られるように、双方の組織には大きな相違がある。すなわち、Fe-3.5%Mo 合金ではいまだ再結晶の核生成の前段階であるサブグレインの形成が進んでいるのに対し、Fe-0.1%Nb ではほとんど加工状態のままと見

られるマトリックスの中に大きな再結晶粒が見られ、再結晶核生成の頻度が小さいことを示している。このような事実は、双方の平均粒径の差となつて表われている。他の合金では、Photo. 1(c) の Fe-1%Si のように(a)の型に近いものが多く見られた。また、Mo, Nb, および Ti 以外の元素では、再結晶終了の温度を低下させる傾向が見られる。

## 3. 実験結果

### 3.1 変形挙動

Fig. 1 に、450°C で焼鈍した Fe の破断試験片の模式図とそれに対応する引張曲線を示す。23°C と -78°C で引張つた試験片には、帯状の不均一変形領域が現われている (Fig. 1(a)) が、これに対応して、引張曲線にも上降伏後、しばらく荷重一定の部分が存在している (Fig. 1(b))。このことから、不均一変形領域はリュース帯であり、これらの試験片は、リュース帯の伝播途中、帯内にくびれを生じて破断したと考えられる。これに対し、-196°C の場合は、降伏後、直ちにくびれを生じたものと見られる。このように、引張曲線上に加工硬化領域が現われず、降伏後、荷重が一定のまま、あるいは単調に減少して破断に到る変形挙動は不安定塑性挙動と呼ばれるが、これは微細粒組織を有する材料でしばしば現われ、また変形温度が低下するほど現われやすいことが知られている<sup>11)12)</sup>。

合金によつては、再結晶分率が増加するにつれ、再結晶完了状態とよく似た上降伏点、リュース帯変形、および加工硬化領域の存在する通常の引張変形挙動が現われた。逆に、焼鈍温度が低くなるほど、また、変形温度が低下するほど、破断が早期に起こり、不安定性の度合が“強く”なる傾向が見られた。

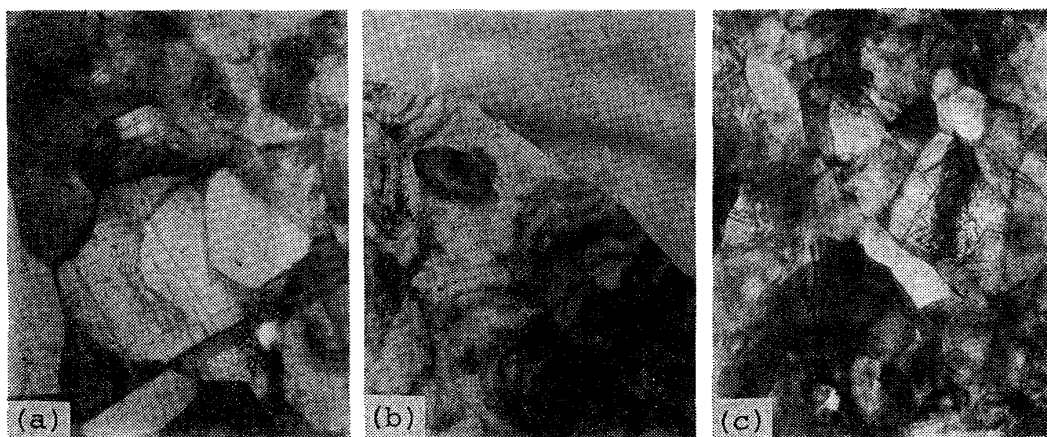


Photo. 1. Transmission electron micrographs of partially recrystallized structure. (a) Fe-3.5%Mo 90% cold rolled, annealed 1 h at 700°C, (b) Fe-0.1%Nb treated in the same way as (a), (c) Fe-1%Si 90% cold rolled, annealed 1 h at 450°C.  $\times 10\,000$ .

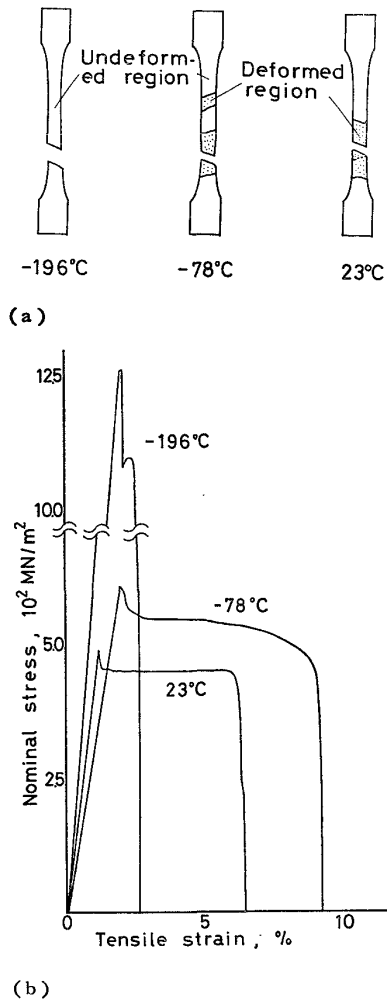


Fig. 1. Examples of (a) an appearance of fractured Fe specimen 90% cold, annealed 1 h at 450°C, and (b) tensile curve. In (b), the slopes of the elastic part are not equal on account of the difference in specimen thickness.

3.2 各合金の強度と延性

Fig. 2~5 に各合金の 23°C と -196°C における引張りによる強度と延性の関係を示す。前報と同様、強度の指標としては下降伏応力、すなわちリュウダース帯の伝播応力を取り、延性の指標としては荷重の降下が始まる点の伸びをとった。リュウダース変形の完了後、加工硬化によつて荷重が増加する通常の引張変形挙動を示したのものについてはこれは、一様の伸びと一致する。図中、伸びが ~20% 以上の試験片は、ほぼ通常の引張変形挙動を示し、~1% 以下のものは強い不安定性塑性によつて、降伏後直ちに破断したものと考えられる。

図には、焼鈍温度が 400~700°C のものをプロットしてあり、合金によつては、Table 2 で  $T_1 \sim T_2$  の範囲

に入っていないものも含まれているが、そのような場合には、 $T_2$  以上には実線、 $T_1$  以下には点線をつけて区別した。ただし、Fe-3.5% Mo, Fe-0.1% Nb, および Fe-0.1% Nb-1% Si の 3 合金については、400~900°C の範囲をプロットした。

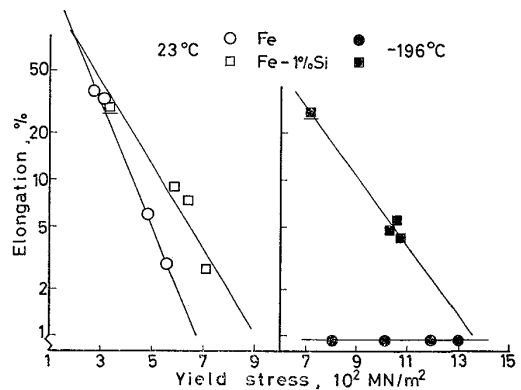


Fig. 2. Strength-ductility relationship in Fe and Fe-1%Si with partially recrystallized microstructure. Specimens annealed at temperatures above  $T_2$  are marked by underline, and those below  $T_1$ , by dotted underline.

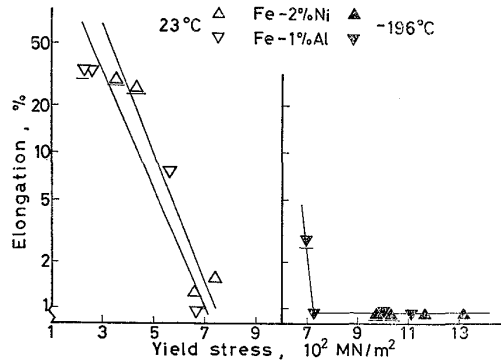


Fig. 3. Strength-ductility relationship in Fe-2% Ni and Fe-1%Al.

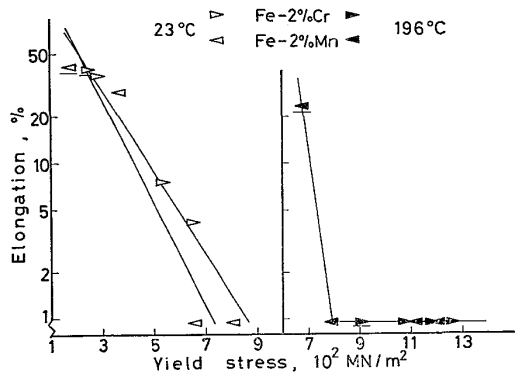


Fig. 4. Strength-ductility relationship in  $^5_6$ Fe-2% Cr and Fe-2%Mn.

Fig. 2 から明らかなように、Fe および Fe-1Si 合金の間には、23°C ではそれほど大きな差はないが、-196°C では、延性に大きな差がある。Si のこのような大幅な延性改善の効果については、その Si 濃度、および C 含有量に対する依存性ととも、すでに前報でも触れた。

Fig. 3 に見られるように、Ni あるいは Al を添加しても、強度と延性の関係は Fe の場合と余り変らなかつた。特に低温ではいずれの試験片も強い不安定塑性を示した。Fig. 4 の Cr および Mn の両元素もほとんど延性改善の効果はない。しかしながら、700°C で焼鈍した Fe-2%Mn 合金が、-196°C で大きな延びを示したことが注目される。このときの引張曲線は、試験片が均一変形を起こしていることを示していた。同じ試験片は、23°C でも荷重が単調に増加する均一変形を起こしたが、これらの引張変形挙動は次に述べる Fe-2%Ti のそれと酷似していた。

Fig. 5 の Fe-2%Ti は両変形温度ですべての試験片が均一に変形した。-196°C での延性は、Fe-1%Si と異なり、勾配は緩やかであるが、高水準にある。のび値には双晶発生によると見られるばらつきが見られたが、全体としては、焼鈍温度と共に増加する傾向にあつた。Fe-3.5% Mo 合金の強度とのびの関係は複雑に変化している。23°C での引張りでは焼鈍温度が 600°C 以下では、上降伏点が現われず、応力が単調に増加して破断したが、700°C 以上では鋭い上降伏点が現われた。強度とのびの関係は 600°C と 500°C 焼鈍の点で折れ曲がつている。一方、-196°C では 900°C 焼鈍のをぞき、いずれも不安定塑性を起こして破断したが、700°C 焼鈍の試験片が不安定性が最も強く、のびがゼロになつた。23°C での 500~600°C 付近、及び -196°C での 700°C 前後の温度で焼鈍した組織を観察しても、機械的性質

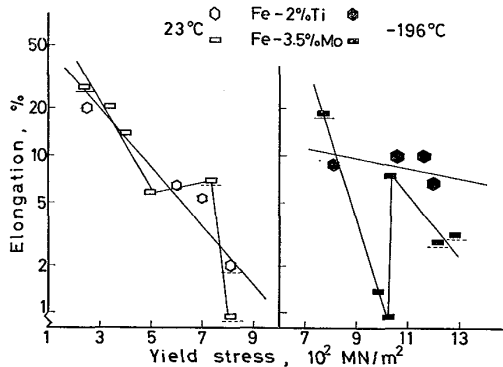


Fig. 5. Strength-ductility relationship in Fe-2%Ti and Fe-3.5%Mo.

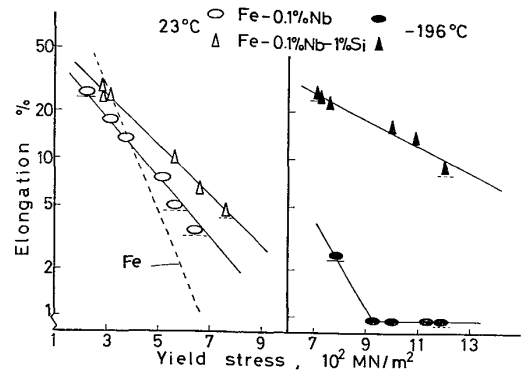


Fig. 6. Strength-ductility relationship in Fe-0.1%Nb and Fe-0.1%Nb-1%Si.

質のこのような大きな屈曲に相当すると見られるような組織上の変化は認められなかつた。

### 3.3 複合添加

鋼に Nb を 0.01~0.1% 添加すると、回復および再結晶が大幅に抑制されることが知られている<sup>13)</sup>。実際、Table 2 にも示されているように、Nb を Fe に 0.1% 添加すると、部分再結晶組織の得られる温度領域が拡大され、高強度を高温の焼鈍まで保持することができる。そこで、延性改善の効果の著しい Si と Nb を同時に添加したとき、どのような強度と延性のくみ合せが得られるか検討した。

Fig. 6 に Fe-0.1%Nb、および Fe-0.1%Nb-1%Si の下降伏応力とのびの関係を示す。まず、常温では強度とのびの関係を示す直線の勾配が Fe に比べ、両合金とも緩やかになつている。この傾向は Fe-1%Si あるいは Fe-2%Ti にも見られ、わずかながら、常温における延性を改善していると考えられる。低温では、Fe-0.1%Nb は、すべて強い不安定塑性を示し、Fe と同じように延性はほとんどゼロに近い。しかしながら、Si を添加すると飛躍的にのびが向上しているのがわかる。組織的には、Fe-0.1%Nb-1%Si の方が、サブグレインの形成がやや進んでいる程度で、余り大きな差は認められなかつた。

このように、組織調整のための元素との複合添加によつても、Si などの添加固溶元素はその効果を独立に発揮すると見られる。

## 4. 考 察

Fig. 7 に本報および前報に現われた、種々の回復、再結晶状態にある鉄合金の引張曲線の型を模式的に示す。図は、降伏応力と一様のび ( $\epsilon_U$ ) を共通にして描いてある。各々の曲線には、図中に示したようなリュウダース歪 ( $\epsilon_L$ ) と  $\epsilon_U$  の大小関係が対応していると考えられ

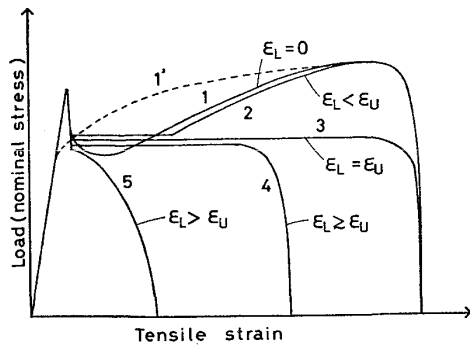


Fig. 7. Schematic diagram of tensile curves exhibited in tension of iron alloy at various stages of recovery and recrystallization, classified according to the relation between  $\epsilon_L$  and  $\epsilon_U$ .

る<sup>11)12)</sup>.

まず、2の型がよく焼鈍された完全再結晶組織の鉄合金で最も普通に現われるが、この場合には、 $\epsilon_U > \epsilon_L > 0$ が成立していると考えられる。1の型は均一変形を表わしており、 $\epsilon_L = 0$ に相当すると考えられるが、均一変形には応力が単調に増加する1'の型もFe-2%Tiで多く見られた。4と5の型が不安定塑性挙動に相当している。5の型では降伏直後にくびれを発生して破断する。4の型では、 $\epsilon_L$ と $\epsilon_U$ の値が接近しており、リュードース帯が伝播を始めたものの、伝播の途中、何らかの理由で帯内の一部、あるいは数ヶ所で変形が進行し、くびれを生じて破断することによると考えられる。 $\epsilon_L$ と $\epsilon_U$ の値が等しく、帯内でのくびれの発生が起こらない理想的な場合には、3の型のように、荷重一定のまま、伸び歪が $\epsilon_U$ に等しくなり、破断すると考えられる。部分再結晶状態の引張曲線は、大部分3~5の型に属している。

このように、 $\epsilon_L$ と $\epsilon_U$ の大小関係により、いろいろな型の引張変形挙動が現われると考えられるが、 $\epsilon_U$ が合金の種類や試験条件で余り変化しないと考えられる<sup>9)</sup>のに対し、 $\epsilon_L$ は試料の結晶粒径、変形温度、あるいは変形速度に大きく依存することが知られている<sup>14)</sup>。したがって、不安定塑性の発生は主に、 $\epsilon_L$ の大きさとその変化に左右されることが予測される。以下で、 $\epsilon_L$ の大きさを支配する因子について考察を進める。

#### 4.1 リュードース帯表面のすべり線の形状

一般に、すべり線の形状などに現われるすべりの性質の変化がリュードース帯の発生、あるいはその歪の大きさにどのような影響をおよぼすかについては余り論じられていない。しかしながら、鈴木<sup>15)16)</sup>による次のような考察はこの問題に関して示唆を与えている。鈴木によれば、リュードース帯が作られるためには、結晶境界に

堆積した転位群による応力集中によつて隣接する結晶にすべり起こさせる前に、もとの結晶粒内を単一に変形させる必要があるが、そのさい、交差すべり、あるいは転位間の反応などによつて新しい転位源を作り、粒内に望み通りのすべりを起こして、周囲の拘束に従つて自己を変形しやすいものほど、リュードース帯が現われやすくなると考えている。

bcc鉄合金では、一般に、すべり系によつて臨界剪断応力が異なることが知られているが<sup>17)</sup>、竹内<sup>18)</sup>は各種の置換型固溶合金の単結晶のすべり線観察から、低温では{112}すべりが活動しにくくなり、すべり線が主に{110}すべり面のトレースから構成されるようになること、および、このような傾向が、置換型固溶元素の存在によつ

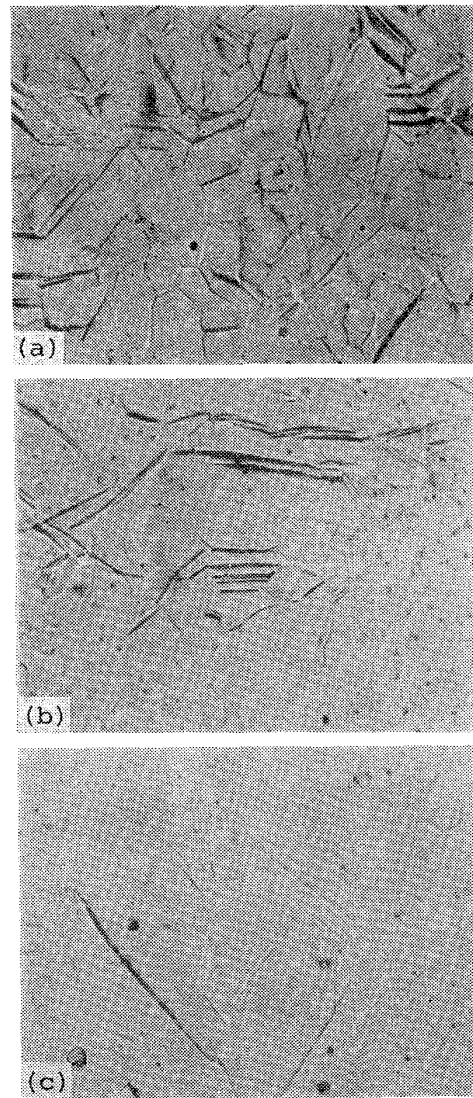


Photo. 2. Optical micrographs of the specimen surface within the Lüders band formed in tension at  $-196^{\circ}\text{C}$ .

て、より顕著になることを報告している。

したがって、添加された置換型固溶元素のうち、鉄中で一部のすべり系の活動を制限する働きの強いものが存在すると、その合金では個々の結晶粒は自己の形を容易に変えることができなくなり、歪の初期に隣接粒にすべりを誘起するようになって、リューダース帯が現われな  
いか、あるいは現われても、歪が減少することが考えられる。すでに報告したように<sup>9)</sup>、現実にも固溶合金のリュ  
ーダース歪は純鉄よりも小さくなつており、しかも、変形温度が低下すると、その差が大きくなる傾向が見られる。

Photo. 2 は  $-196^{\circ}\text{C}$  で変形した Fe, Fe-1%Si, および Fe-2%Ti のリューダース帯表面の光顕写真である(ただし、Fe-2%Ti は 5% 均一変形後)。Fe と Fe-1%Si の間には、すべり線の直線性、折れ曲がり、あるいは分岐の数などに、上に述べたような定性的な考察の直接の証拠となるような有意差は認められない。

しかしながら、Fe-2%Ti ではすべり線が隣接粒間で

連続しているのが多く見られる。均一変形は、先にも触れたように、 $\epsilon_L \rightarrow 0$  の極限と見なすことができ、数多くの箇所に生じた歪の小さい変形領域がきわめて短時間に試験片全域をおおうことによつて起こると考えることができる。上のようなすべり線の形状は隣接粒への歪の伝達が比較的容易に行われたことを示すと見られるが、このことは同合金が均一変形を起こした事実と定性的に合習する。

なお、すべりと同時に粒内に双晶が発生しているのが見られるが、双晶発生頻度も  $\epsilon_L$  の大きさに影響を与え  
ると考えられる。

#### 4.2 リューダース帯内の転位配列

Photo. 3 に  $23^{\circ}\text{C}$ 、および  $-196^{\circ}\text{C}$  で引張つた試験片のリュ  
ーダース帯内の転位配列を示す。 $23^{\circ}\text{C}$  では転位の分布は不均一で、ところどころタングルを起こしているのが見られるが、 $-196^{\circ}\text{C}$  では分布は一様になつて  
いる。集団としての転位の配列の様子、あるいは個々の転位の直線性などには、観察の方位が大きく影響するた

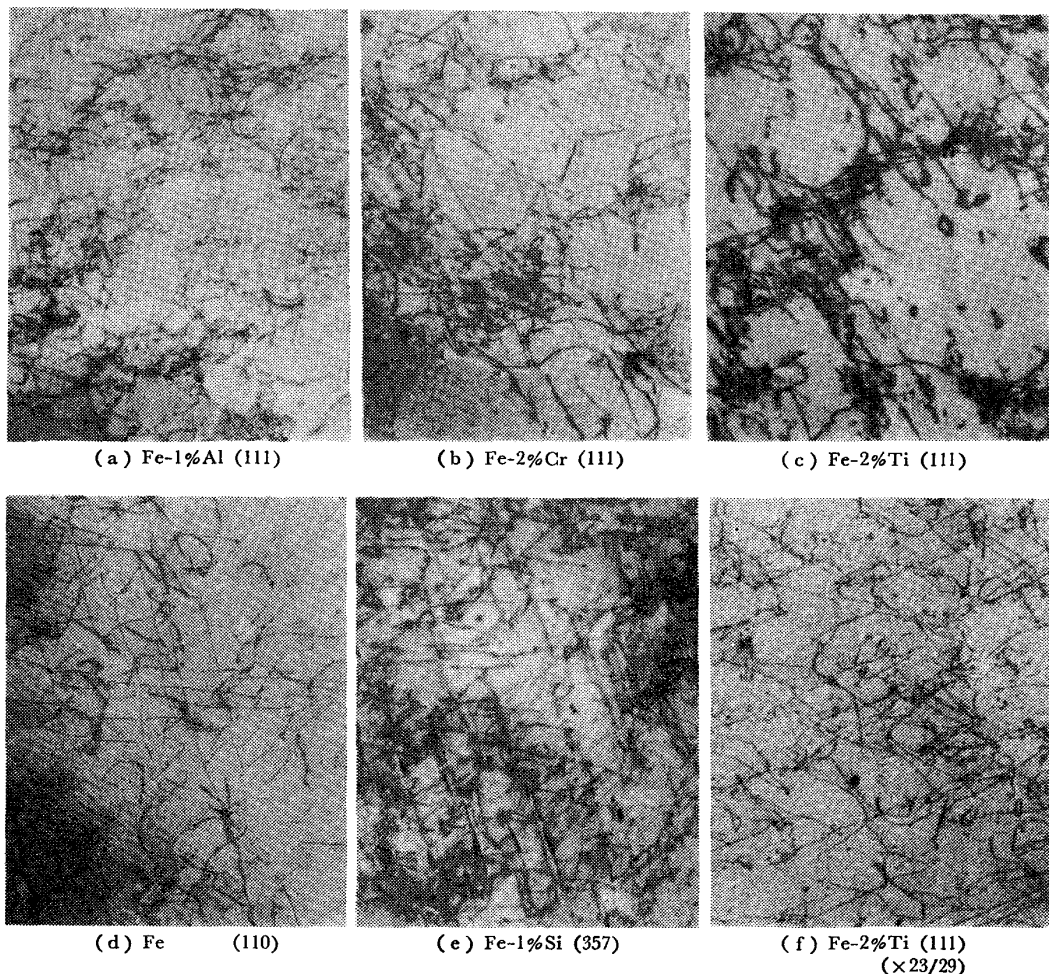


Photo. 3. Dislocations in iron alloys deformed at (a)~(c)  $23^{\circ}\text{C}$  and (d)~(f)  $-196^{\circ}\text{C}$ . The indices of the foil plane were determined by electron diffraction. ( $\times 15\,000$ )



Table 3. Measured dislocation density and multiplication constant.

Alloy	Grain size ( $\mu\text{m}$ )	Deformation temperature ( $^{\circ}\text{C}$ )	Measured dislocation density ( $10^9 \text{cm}^{-2}$ ) error: $\pm 70\%$	Tensile strain (%)	Multiplication constant $C = \rho/\epsilon$ ( $10^{10} \text{cm}^{-2}$ )
Fe	19	23	2.7	1.9	14
	50	-78	1.4	3.3	4.2
	44	-196	1.6	15	1.1
Fe-1%Al	67	23	3.0	2.0	15
		-78	2.2	5.3	4.2
		-196	5.4	15	3.6
Fe-2%Cr	18	23	1.6	3.3	4.8
		-78	1.3	3.8	3.4
		-196	—	—	—
Fe-1%Si	22	23	2.5	3.3	7.6
		-78	3.0	5.0	6.0
		-196	6.3	11	5.7
Fe-2%Ti	42	23	2.2	3.3*	6.7
		-78	3.6	3.3*	11
		-196	2.6	3.3*	7.9

\* Deformed homogeneously

め、同じ方位で比較する必要がある上に、これらの特徴を正しく定量化することは容易ではない。そこで、本報では定量化が比較的簡単に行える転位密度を各合金で比較してみた。

Table 3 に各合金の転位密度  $\rho$ 、および、 $\rho = \rho_0 + C\epsilon$  と書いたときの転位の増殖率  $C$  の値を示す。 $\rho_0$  は初期転位密度で、よく焼鈍された状態では、 $\rho_0 \leq 10^6 \sim 10^8 \text{cm}^{-2}$ 、本実験の測定結果では  $\rho \geq 10^9 \text{cm}^{-2}$  であることから、 $\rho \sim C\epsilon$  と考えることができる。

転位密度の測定は、HAM の方法<sup>19)</sup>によつた。カウント数の誤差、試料の厚さなどの誤差から、表中の値には  $\sim 70\%$  の相対誤差が見込まれる。合金間の転位密度の比較は同じ粒径に調整して行うことが望ましい。実際、多結晶鉄による測定では、同じ歪量で比較した場合、粒径の小さい方が転位密度が大きくなつて<sup>20)</sup>いる。転位密度、歪量、および転位の平均自由行程  $M$  の間には、よく知られた、 $\rho = \epsilon/bM$  ( $b$  はバーガース・ベクトル) の関係がある (したがつて、 $C = (bM)^{-1}$ ) が、この式から Fe の単結晶<sup>21)</sup> では、 $M < 5 \sim 10 \mu\text{m}$  と求められる。Table 3 に示した各合金の粒径はいずれもこの値を上回つており、転位密度に対する粒径の効果は余り大きくないと考えられる。

Table 3 に認められるように、Fe、Fe-1%Al、および Fe-2%Cr では変形温度の低下とともに、増殖率  $C$  が低下しているのに対し、Fe-1%Si、および Fe-2%Ti では常温とあまりかわらない値になつており、このため、低温で後者の方が  $C$  の値が大きくなつて<sup>いる</sup>。

ところで、鉄およびその合金における、リュウダース帯の生成原因については以前から種々の考察<sup>22)~29)</sup> がな

されている。それらのなかで、B. JAOUŁ は変形に伴う結晶粒の回転による活動すべり系のシュミット因子の変化が見かけ上の結晶の軟化をひきおこす、いわゆる“geometrical softening”の理論によつて、リュウダース変形に付随する荷重の降下、あるいは歪の不連続分布などの特徴を説明しようとした。

一方、JOHNSTON-GILMAN<sup>30)31)</sup> による転位の増殖と転位速度の応力依存性とのかね合いによつて起こる結晶の歪軟化が鉄合金のリュウダース帯生成の本質的な原因とする立場がある。多結晶のリュウダース帯と類似の不均一変形と考えられる鉄合金単結晶のすべり帯に関して、竹内<sup>32)</sup> は帯内の転位密度が内部応力と、一定の歪速度を与えるのに必要な有効応力の和が最少という条件で決定されるとしている。また、著者ら<sup>33)</sup> は G. T. HAHN の応力-歪<sup>34)</sup> 式を引張試験における安定、不安定条件 (荷重の極小、極大) に適用して、鉄のリュウダース変形と不安定塑性を論じた。この観点に立てば、転位の増殖率が大きい合金では、内部応力への影響を無視すれば、より小さな歪で所要の転位密度が実現されることになり、低温でリュウダース歪の小さい合金は転位の増殖率が大きいという本実験の測定結果と少なくとも定性的に合致している。

添加元素によつて、合金間に転位密度の相異を生ずる原因については、まだあまり論じられていない。ところで、bcc 金属の転位の増殖にはらせん転位上に生成するスーパージョグ (superjog) が主要な転位源として働くことが指摘されている<sup>35)</sup>。本実験では転位配列などの詳細な検討は行つていないが、低温では Fe-1%Si、および Fe-2%Ti では転位の直線的な配列が多く、スーパ-



ジョグが形成されやすく<sup>36)</sup>、このことが転位の増殖率に差異を生じせしめるとも考えられる。しかしながら、各々の置換型固溶合金についての転位配列、および侵入型固溶原子の影響などについて不明な点が多い。

#### 4.3 侵入型固溶原子の存在状態の変化

従来、侵入型固溶原子の存在はリュース帯の発生にとって重要な要因と考えられてきた。J-G の理論においても、C や N による転位の固着は可動な初期転位密度を減少させる効果を有する。

本実験で用いた試料の C および N の含有量はそれぞれ ~100 ppm, および ~50 ppm であり、これらの原子による析出などの金相学的な因子への効果は余り大きくないと見られる。実際、電顕による観察ではセメントイト (あるいは鉄窒化物) および金属炭 (窒) 化物等の析出はほとんど見られなかった。

しかしながら、降伏点の有無など引張曲線の形状には 2, 3 の変化が認められる。まず、Fe をはじめ、大部分の合金が明瞭な上降伏点を示すことはすでに述べた。Fe-2%Ti が Fig. 7 の 1' の型で変形するのは、よく知られた原子のスカベンジャ (scavenger) としての働き<sup>37)</sup> によるところが大きいと考えられる。Nb および Mo にも、Ti ほどではないにしても、NbC などに見られるように、侵入型原子と強い親和性があると考えられているが、Fe-3.5%Mo および Fe-0.1%Nb には、400 °C および 500 °C で焼鈍した一部の試験片を除き、いずれも鋭い上降伏点が現われた。

Si は鉄中の炭化物の析出を遅延させる働きがあるといわれている<sup>38)</sup> が、変形挙動に与える効果は、上降伏点が多少低くなる程度で余り大きくはない。また、N と強い親和性を有するとされている Al の添加も、これといった影響をおよぼしていない。

3.2 節で高温で焼鈍した Fe-2%Mn 合金では上降伏点が消失し、均一変形が起こることを述べた。Mn は Si とは逆に炭化物の析出を促進することが知られている<sup>38)</sup> が、この促進作用は高温だけのものではない。Photo. 4 は、同合金を 800 °C で焼鈍したときの組織を示すが、再結晶したフェライト粒内に (あるいは他の視野では粒界にも)  $\gamma$  粒が析出しているのが見られる。これは焼鈍が Fe-Mn 系の ( $\alpha + \gamma$ ) 2相領域で行われたため、二相分離が起こったことによると考えられる。ただし、 $\gamma$  粒は室温に冷却中に  $\alpha'$  に変態している。これらの  $\gamma$  粒は焼鈍中に侵入型溶原子のシンクとして働き、その結果、フェライトのマトリックスから、これらの原子が除去されることが考えられる。同じような二相領域を有する Fe-2%Ni 合金では、このような  $\gamma$  粒の析出

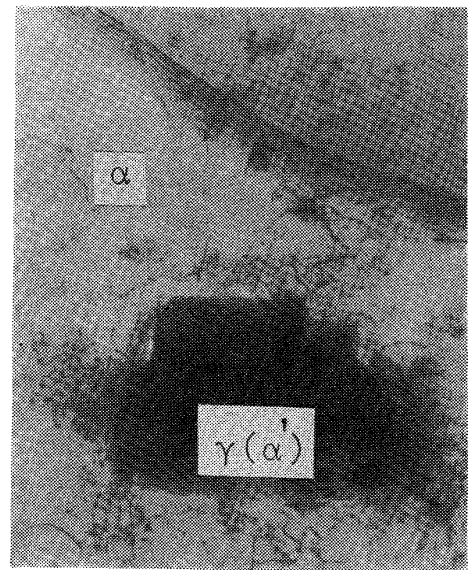


Photo. 4.  $\gamma$  particle precipitated in the interior of recrystallized grain in Fe-2%Mn alloy 90% cold rolled, annealed 1 h at 800 °C. ( $\times 12\,000$ )

は認められなかった。

## 5. 結 言

- 1) 粒径  $\sim 1\mu\text{m}$ , あるいはそれ以下のポリゴン化したサブグレインと、数  $\mu\text{m}$  の再結晶粒からなる超微細粒の回復、あるいは部分再結晶組織を有する置換型固溶鉄合金は、常温および低温で、降伏直後、あるいはリュース帯の伝播途中でくびれを生ずる不安定塑性によつて破断するものが多い。
- 2) ある種の置換型固溶元素は、不安定塑性の発生を抑制し、低温で著しい延性改善の効果を示す。常温でも同じ効果を有するが、低温ほど顕著ではない。
- 3) この効果は、Nb などの第 3 元素が存在する場合でも、損われることはない。第 3 元素の添加により、よりすぐれた強度と延性の組合せが期待される。
- 4) 侵入型固溶元素と親和性が強いなどの理由でこれらの原子をマトリックスから除去する働きのある元素を添加すると、不均一変形が起こりにくくなる。しかしながら、これだけでは延性改善には十分ではないと考えられる。
- 5) 延性改善の効果の著しい合金では、転位の増殖率が Fe に比べ大きくなつていことが見いだされた。これらの合金では、低温で転位の直線性がよく、bcc 鉄合金の変形のさいに有効な転位源になると考えられている。らせん転位上のスーパージョグが形成されやすいと考えられる。

## 文 献

- 1) J. D. EMBURY: Strengthening Methods in Crystals, ed. by A. KELLY and R. B. NICHOLSON, (1971), P. 331, [Elsevier Publishing Company] [New York]
- 2) H. J. MCQUEEN: Met. Trans., 8A (1977), p. 807
- 3) G. LANGFORD and M. COHEN: Trans. ASM, 62 (1969), p. 623, Met. Trans., 1 (1970), p. 1478
- 4) A. W. THOMPSON: Met. Trans., 8A (1977), p. 833
- 5) C. M. YOUNG and O. D. SHERBY: JISI, 211 (1973), p. 640
- 6) M. J. ROBERTS and W. JOLLEY: Met. Trans., 1 (1970), p. 1389
- 7) C. M. YOUNG, B. WALSER, E. P. ABRAHAMSON, and O. D. SHERBY: Scripta Met., 9 (1975), p. 35
- 8) M. ENOMOTO and E. FURUBAYASHI: Scripta Met., 10 (1976), p. 717
- 9) 榎本正人, 古林英一: 鉄と鋼, 63 (1977), p. 469
- 10) 榎本正人, 古林英一: 未発表
- 11) W. B. MORRISON and R. L. MILLER: Ultrafine Grain Metals, ed. by J. J. BURKE and V. WEISS, (1970), p. 183, [Syracuse University Press] [New York]
- 12) R. H. GOODENOW and J. H. BUCHER: Trans. ASME, 91 (1969), p. 603
- 13) R. M. F. JONES and D. R. F. WEST: JISI, 208 (1970), p. 387
- 14) 周藤悦郎: ストレッチャーストレイン, (1970), [日本金属学会]
- 15) 鈴木秀次: 鉄と鋼, 50 (1964), p. 2351
- 16) 鈴木秀次: 金属の強さ, 鈴木秀次監修, (1972), p. 202 [アグネ]
- 17) 松田明教, 中島耕一: 鉄と鋼, 62 (1976), p. 652
- 18) S. TAKEUCHI, T. TAOKA, and H. YOSHIDA: Trans. ISIJ, 9 (1969), p. 105
- 19) R. K. HAM: Phil. Mag., 6 (1961), p. 1183
- 20) D. J. DINGLEY and D. McLEAN: Acta Met., 15 (1967), p. 885
- 21) 山下忠美, 種田庸二: Trans. ISIJ., 10 (1970), p. 197
- 22) B. JAOUJ: J. Mech. Phys. Solids, 9 (1961), p. 69
- 23) J. F. BUTLER: J. Mech. Phys. Solids, 10 (1962), p. 313
- 24) F. GAROFALO: Met. Trans., 2 (1971), p. 2315
- 25) J. IMAMURA, H. HAYAKAWA, and T. TAOKA: Trans. ISIJ, 11 (1971), p. 192
- 26) K. PREWO, J. C. M. LI, and M. GENSAMER: Met. Trans., 3 (1972), p. 2261
- 27) R. SANDSTROM and R. LAGNEBORG: Scand. J. Met., 3 (1974), p. 205
- 28) R. IRICIBAR, J. MAZZA, and A. CABO: Acta Met., 25 (1977), p. 1163
- 29) H. FUJITA and S. MIYAZAKI: Acta Met., 26 (1978), p. 1273
- 30) W. G. JOHNSTON and J. J. GILMAN: Appl. Phys., 30 (1959), p. 129
- 31) W. G. JOHNSTON: J. Appl. Phys., 33 (1962), p. 2716
- 32) S. TAKEUCHI: J. Phys. Soc. Japan, 27 (1969), p. 929
- 33) 榎本正人, 古林英一: Scr. Met., 13(1979), No. 2.
- 34) G. T. HAHN: Acta Met., 10 (1962) p. 727
- 35) E. FURUBAYASHI: J. Phys. Soc. Japan, 27 (1969), p. 130
- 36) S. IKENO and E. FURUBAYASHI: phys. stat. sol. (a), 12 (1972), p. 611
- 37) W. C. LESLIE and R. J. SOBER: Trans. ASM, 60 (1967), p. 99
- 38) W. C. LESLIE: Acta Met., 9 (1961), p. 1004