

討 24 変形した鉄の室温以上の回復過程

○ 吉 川 明 静
岡 本 昌 明
金属材料技術研究所

加工した鉄の室温以上の回復を次の3つの面から調べる目的で実験を行った。

- (1) 鉄の stage III といわれる $50^{\circ}\sim 80^{\circ}\text{C}$ 附近の回復は何によるのか？
- (2) 転位の回復のはじまる温度？
- (3) 室温以上の回復過程に及ぼすC原子の影響？

試料は適当な脱炭処理によってC量を約 $20\text{ ppm}\sim 1\text{ ppm}$ (N は $< 1\text{ ppm}$) 迄下げた Johnson, Matthey 社の鉄(以後 J-M 鉄)で、これを室温で変形し、その後等時焼鈍を行って、(1), (3) については電気抵抗の変化(液体酸素温度で測定)を、(2)については flow stress の変化を測定した。

その結果次のことが明らかになった。

(1) 鉄の stage III は C 原子の移動による¹⁾といわれてきたが、その他に、変形によって生じた点欠陥による回復が確かに含まれている。この点欠陥による回復は C 原子の少ない鉄で明瞭に認められた。

(2) C 量が $< 10\text{ ppm}$ の鉄では flow stress の回復が 200°C ではじまった。転位密度でいうと 400°C 以上でその減少が顕著になる。従って、 400°C 以下の電気抵抗の減少は殆んど侵入型不純物の析出を含む点欠陥の集合、消滅によると結論される。

(3) C 原子を $\sim 20\text{ ppm}$ 含むものでは stage III のほかに 130°C および 250°C に中心をもつ電気抵抗の顕著な減少が測定された。これらはそれぞれ Fe 炭化物および Fe_3C の析出によるもので、これらが変形によって生じた点欠陥の回復過程に重畳していた。

(1) の結論に対する実験的裏づけ： 次の3点があげられる。

i) 図1は J-M 鉄を $< 5\text{ ppm}$ と $\sim 10\text{ ppm}$ 迄脱炭した2種類の試料を、室温で、0, 1, 5, 10% 引張り歪を与えた後、室温から 300°C まで等時焼鈍 ($10\text{ min}-10^{\circ}\text{C}$) した時の電気抵抗変化を示したものである。これらの試料は引張り前に、 700°C から徐冷し、更に地から固溶C原子を除くため $100^{\circ}\text{C}\times 62\text{ hr}$ の時効処理を行っている。図にみられるように、stage III の温度範囲で急激な抵抗減少がある。この $40^{\circ}\sim 130^{\circ}\text{C}$ の間の抵抗の減少量 (A) を歪量に対して示したのが図の上の表である。A は変形量とともにふえ、変形量が小さい間は $< 5\text{ ppm}$ の方が $\sim 10\text{ ppm}$ のより小さいが、歪5%以上ではAの値はC量によるなくなっている。

このような性質をもつ stage III の電気抵抗変化をC原子の移動と結びつけることは難しく、変形によって生じた点欠陥の回復と結びつける方が無理のない説明とあみわれる。

ii) 図2は全部で約 20 ppm C を含む試料を次の2種類の熱処理をして固溶C量をかせ、それぞれ、室温で繰返し引張り変形してできるだけ多くの点欠陥を導入し、その後等時焼鈍をした場合の電気抵抗変化を示している。[I-1], [II-1] に行った熱処理は、ともに 850°C から室温まで炉冷、その後 [II-1] は固溶C原子をなくすため $270^{\circ}\text{C}\times 3.5\text{ hr} + 60^{\circ}\text{C}\times 100\text{ hr}$ の時効処理、である。図にみるように、stage III に相当する R.T. $\sim 100^{\circ}\text{C}$ の抵抗減少量は [I-1] と [II-1] とであまり違っていない。[I-1] は炉冷したものであり、この状態では可成りのCが固溶した状態にあ

ると考えられる〔3〕で述べるように、この後の ϵ -炭化物、 Fe_3C の析出による抵抗減少量が大きいことがこれを裏づけている)が、固溶C量が少いと考えられる〔II-1〕(上と同じ理由で)における抵抗減少量と〔I-1〕でのそれとが殆んど差がないことは、この抵抗減少が主として固溶C原子の移動によって生じたものでないことを示している。

iii) Stage III が試料中に脱炭されずに残っている微量Cによって生じると主張した Cuddy¹⁾はその実験的証拠として0.8 wt ppm C迄脱炭した試料ではStage III が現われなかったといっている。しかし、彼らのデータを詳細にみると、この試料でもStage III の温度範囲で小さいが、 $3 \times 10^{-9} \Omega\text{-cm}$ の電気抵抗の減少が判然と認められる。しかし、0.8 wt ppmの固溶C原子が与える電気抵抗は $1.6 \times 10^{-9} \Omega\text{-cm}$ (固溶C原子 1 wt % 当り $20 \mu\Omega\text{-cm}$ ^{2),3)}といて)にすぎず、この試料で0.8 wt ppmのC原子全部が固溶にいて、Stage III の等温焼鈍で全部が抵抗に寄与しない状態になったとしても、データに示された $3 \times 10^{-9} \Omega\text{-cm}$ の抵抗減少は約半分しか説明できない。

〔2〕の結論に対する実験的裏づけ:

転位の回復が電気抵抗の減少に寄与する温度範囲を次のようにして評価した。まず、10 ppm C以下に脱炭したJ-M鉄を室温で15%変形した後種々の温度で焼鈍し、flow stressの回復を測定した(試料は引張り変形を行う前、700°Cから室温迄徐冷、270°C×125 秒の时效処理をした)。flow stressから転位密度の変化を求めるには加工硬化が転位密度の平方根に比例する^{4),5)}と仮定した。こうして求めたflow stress および、転位密度の焼鈍温度に対する回復率の変化(焼鈍時間は各温度1 秒)を図3に示す。図にみるように、flow stress は200°Cで回復にはじめ、転位密度は400°C以上でその減少が顕著になる。今試みに400°Cでの転位密度の減少によってもたらされる電気抵抗の減少量を計算してみると $6.3 \times 10^{-10} \Omega\text{-cm}$ がえられる(15%の引張り変形によって転位密度は $1 \times 10^{10}/\text{cm}^2$ になり、転位の電気抵抗寄与は $2.4 \times 10^{-8} \Omega\text{-cm}/\text{cm}^2$ ⁶⁾と仮定)。 $6.3 \times 10^{-10} \Omega\text{-cm}$ は図1、図2の縦軸で $\sim 0.1\%$ の電気抵抗比($R(a.t.)/R(25^\circ\text{C})$)の変化に相当しない。このことから、図1、図2に示しては400°C迄は殆んど転位の消滅による寄与は考えなくてよいといえる。

〔3〕の結論に対する実験的裏づけ:

固溶C量が少い場合、図1にみられるようにStage IIIの後に連続的な電気抵抗の徐々の減少がみられ、特に顕著な抵抗のドロップは認められなかった。これに反し固溶C量が多い場合には、図2の〔I-1〕または〔II-1〕にみられるように、130°Cと250°Cに中心をもつ顕著な抵抗のドロップが測定された。この2つのstageのキネティクスを調べるため、等温焼鈍を行い cross-cut 法によってその活性化エネルギーと反応の次数(γ)を求めた。その結果、130°Cのstageについては活性化エネルギー 20 Kcal/mole、 γ が1.3~1.7、250°Cのstageについては27 Kcal/mole、 γ が1.0~1.5 という値が⁷⁾えられた。これら2つのstageがC量の多い場合にみられること、活性化エネルギーおよび温度範囲が ϵ -炭化物および Fe_3C の析出のそれらとほぼ同じことから考えて、130°Cのstageは ϵ -炭化物の析出、250°Cのstageは Fe_3C の析出に対応しているものとおもわれる。このように固溶C原子を含む鉄では ϵ -炭化物、 Fe_3C の析出による電気抵抗の減少が変形によって生じた欠陥の回復のstageをマスキ、その観測を困難にしている。この事情はStage IIIについても同様である。

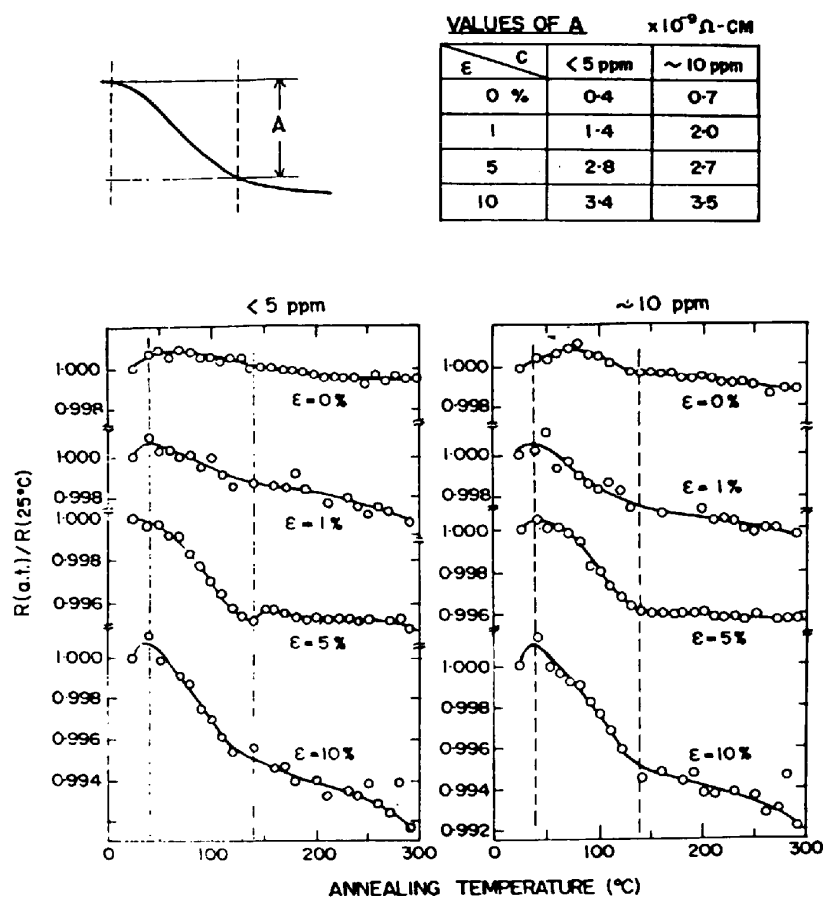


図1 室温で引張り変形したJ.M.鉄の等時焼鈍曲線。(10 min-10°C)。左側の曲線はC, 5 ppm以下の試料についてえたもの。右側の曲線はC, 約10 ppmの試料についてえたもの。

文献

- 1) L. J. Cuddy & J. C. Raley : Acta Met., 14 ('66) 440.
- 2) J. Volger : Philips Tech. Rev., 22 ('60/'61) 226.
- 3) F. E. Fujita & A. C. Damask : Acta Met., 12 ('64) 331.
- 4) J. E. Bailey & P. B. Hirsch : Phil. Mag., 5 (1960) 485.
- 5) A. S. Keh & S. Weissman : "Electron Microscopy and Strength of Crystals" Intersc. Pub., (1963) p. 231
- 6) A. Yoshikawa & M. Okamoto : J. Phys. Soc. Japan, 22 (1967) 996
- 7) A. Yoshikawa : Trans. Natio. Reser. Inst. for Metals, 10 (1968) 17.

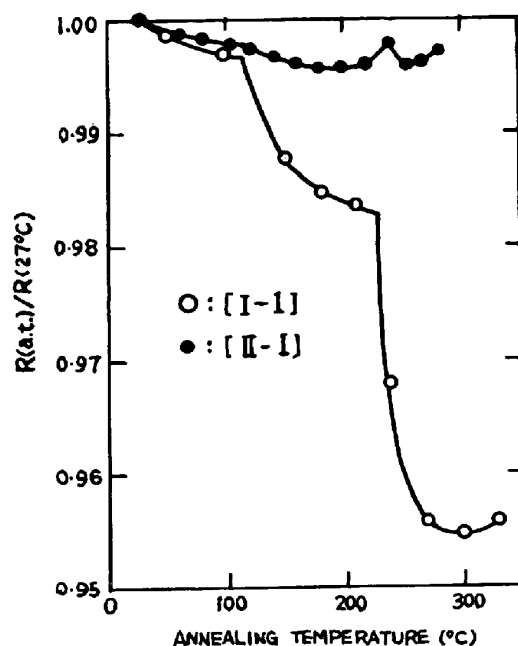


図2 室温で $+8 \text{ Kg/mm}^2 \leftrightarrow 0 \text{ Kg/mm}^2$, 1000 回の繰返し引張り変形をした約 20 ppm C を含む J.M. 鉄の等時焼鈍曲線。[I-1] は 850°C から炉冷したまゝ, [II-1] は 850°C から炉冷後 270°C × 13.5 hr + 60°C × 100 hr の時効処理をしたもの。

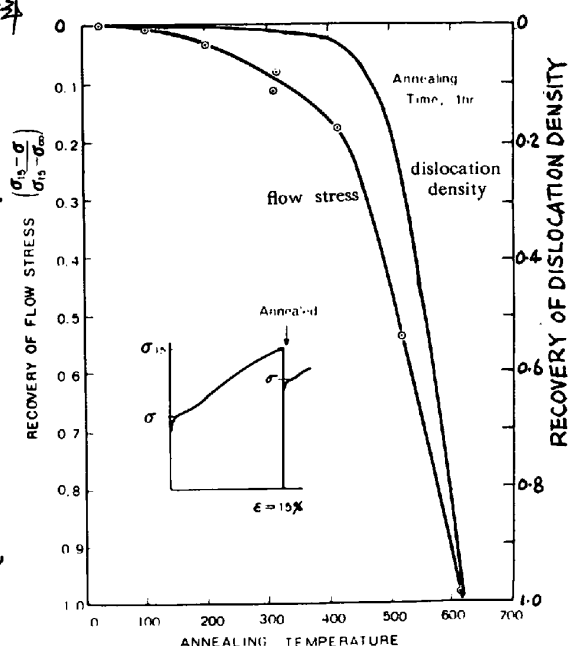


図3 室温で15%引張り変形したJ.M.鉄(< 10 ppm C)のflow stressの回復と転位密度の回復(計算値)。