

温度を変えて試験を行ない、次の一般的な結論を得た。焼入硬さが低いほど引張強さ、降伏比および室温衝撃値は低下し、焼入硬さに対して一定の関係がある。合金元素の種類による値の差はみられなかった。焼もどし温度が高くなると、焼入硬さの高いもののほど引張強さは低下し、衝撃値は向上する。降伏比はいくぶん低下するがほとんど影響しないといえる。

4. 研究の目的である鋼材寸法と機械的性質の関係を表わす表を供試材について作成することを試みた。これらの値は今まで行なってきた本体付試験とよく一致していることを確認した。

おわりに、この研究に協力をいただいた熱処理関係の方々、実験にたずさわった末松岩男、佐藤道雄の両君および発表を許可された石川島播磨重工業(株)に感謝の意を表する。

文 献

- 1) 金属熱処理技術便覧 S 曲線集 (1961) 日刊工業新聞社
- 2) 中島, 荒木: 鉄と鋼, 52 (1966) 7, p. 1061
- 3) W. STEVEN and A. G. HAYNES: Iron Steel, (U.K.), 29 (1956), p. 634

- 4) C. L. KOBRIN: Iron Age Metalworking International, (1964) 1, p. 18
- 5) 邦武: 鉄と鋼, 50 (1964) 10, p. 1432
- 6) 石塚: 日本製鋼技報, No. 14 p. 1524~No. 18 p. 1998
- 7) G. K. MANNING, 他: Trans. AIME, 167(1946), p. 442
- 8) Metals Handbook, vol. 2, 2nd Edd., (1964), p. 29
- 9) V. H. BÜHLER and F. J. SCHMIDT: Stahl u. Eisen, 78 (1958) 10, p. 663
- 10) V. G. BANDEL and H. C. HAUMER: ibid, 84 (1964) 15, p. 932
- 11) A. KRISCH and A. ROSE: International Conference on the strength of metals and alloys, Sep. 4-8 (1967) The Japan Institute of Metals p. 97
- 12) JIS 解説 (1962) 日本規格協会
- 13) H. J. FRENCH: J. of Metals, (1956) 6, p. 770
- 14) 小野寺: 鋼材の疲れ強さと寸法効果に関するシンポジウム (1967) p. 157, 学振129委第2分科会
- 15) DIN 17200
- 16) VDEh wbl 550-57
- 17) BS 970

各種溶解法で作った純鉄の引張性質*

中 村 正 久**・坂 木 庸 晃***

Tensile Properties of Pure Irons Made by Various Melting Methods

Tadahisa NAKAMURA and Tsuneaki SAKAKI

Synopsis:

Pure irons made by three kinds of melting methods, i. e. vacuum melting, electron-beam melting and zone refining, were studied on their tensile properties, at several temperatures from room temperature down to liquid nitrogen temperature, and at strain rates from 10^{-4} to 8 per second. The purity of iron affected to the friction term in Petch's grain size dependence equation on yield stress, and there were no changes in the coefficient of grain size term. The stress for brittle fracture due to the intergranular type fracture was not almostly dependent upon strain rate and temperature, but markedly upon grain size. For the electron-beam melted iron which was materially fractured brittly in intergranular mode, brittle fracture strength of about 16 kg/mm² per unit grain boundary area was obtained when coarse grain specimens were failed intergranularly at low temperature.

(Received 15 Dec. 1967)

1. 緒 言

純鉄の脆性や塑性変形の研究は基礎的な性質であるので、研究例はきわめて多数にのぼっている。多くの実験の結論はおよその傾向としては一致しているが、細部に

おいては必ずしも揃った測定値が得られているわけでは

* 昭和42年10月本会講演大会にて発表

昭和42年12月15日受付

** 東京工業大学 工博

*** 東京工業大学

ない。したがって、純鉄の研究には用いた試料の商品名を付して、報告されているのが普通である。著者らもかなり前から純鉄に関する実験を行なっているが、わが国では純鉄といえば電解鉄がおもな原料であり、その溶解方法によつて性質がかなり相異し、なかなか自信のある試料を得ることができないのが現状である。

このような疑問点を多少とも明らかにする目的をもつて、昭和電工製電解鉄を用いて3通りの溶解法を行なつた試料について、引張試験を行ない破壊の挙動などについて2、3の興味ある結果を得たので報告する。

2. 試料の溶解および加工方法

2.1 真空溶解方法

電解鉄をアルミナるつぽを使用して、真空度 $\sim 10^{-3}$ mmHg で真空溶解を行なつた。脱酸などの処理はまったく行なわず、鑄鉄製の金型に鑄込んだ。一回の溶解量は10 kg であつた。インゴットを熱間鍛造および熱間圧延(約650°C)し、続いて冷間圧延(途中で中間焼鈍あり)、1 mm 厚さの板に仕上げた。最終冷間圧延率は50%であつた。

2.2 電子ビーム溶解方法

電解鉄を2~4 mm 程度の大きさに砕いて、湿水素焼鈍をほどこし脱炭脱窒を行なつた。しかし、処理時間が短かつたので、その効果は疑しい。湿水素焼鈍を終つた電解鉄粒を電子ビーム溶解した。るつぽは内径30 mm の水冷銅るつぽである。できたインゴットには大きな巣が多数みられたので、再度電子ビーム溶解を行なつた。るつぽは内径45 mm の水冷銅るつぽである。約1.8 kg のインゴットには、大きな巣はみられなかつたが、少数の小さなピンホールが肉眼で認められた。このインゴットのマクロ組織はデンドライトであり、インゴットの成長方向に伸びていた。インゴットはタップ鍛造(600°C, Ar 雰囲気中)、熱間鍛造、熱間圧延、冷間圧延を施し(途中で中間焼鈍あり)、1 mm 厚さの板に仕上げた。最終冷間圧延率は80%、50% および 20% である。

2.3 浮遊帯溶融精製法

2.1 で述べた真空溶解鉄のインゴットの一部を熱間鍛造して棒を作り、機械加工して10 mm ϕ の丸棒に仕上げた。この丸棒を浮遊帯溶融精製(以下帯精製と略す)した。帯精製装置は外熱式、精製雰囲気は H_2 , 1 atm (市販の H_2 をそのまま使用)、流量は100~200 cc/min、精製速度は4.8 mm/min、精製回数は1ないし2回であつた。精製試料のマクロ組織はデンドライトであり、精製方向に長く伸びていた。精製した試料に、Ar 雰囲気圧延(1200°C)および冷間圧延を施し(途中で中間

Table 1. Chemical compositions of vacuum melted, electronbeam melted and zone refined irons. (in wt%)

	Vacuum melted iron	Electron-beam melted iron	Zone refined iron	
			1 pass	2 pass
C	0.016	0.003	0.002	0.001
Si	0.025	0.020	tr.	tr.
P	0.013	0.007	0.004	0.004
S	0.007	0.005	0.003	0.003
O	0.020	0.048	0.008	0.003
N	0.004	0.006	0.003	0.001

焼鈍あり)、0.5 mm 厚さの板に仕上げた。最終冷間圧延率は75%、50% および 20% であつた。

2.4 化学分析

上に述べた方法で作つた板に、3.1において述べるような熱処理を施した後に引張試験を行なつた。引張試験が済んだ試験片を化学分析した。その結果をTable 1に示す。真空溶解鉄はC=160ppm, O=200ppmである。電子ビーム溶解鉄はC=20ppm, O=480ppmで、Cは少なくOはきわめて多い。帯精製鉄ではC, Oともに少ない。

2.5 介在物

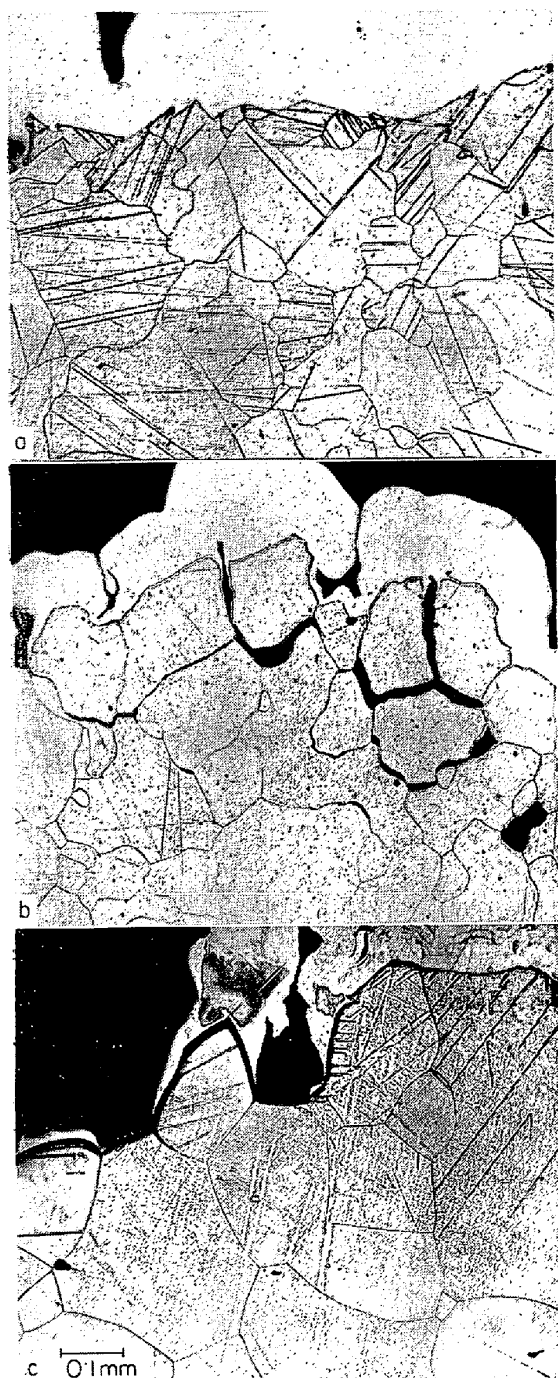
Photo. 1(a)~(c)に介在物の状態を示す。本実験の真空溶解鉄には、介在物は比較的少なかつた。電子ビーム溶解鉄には介在物が多い。帯精製鉄には前2者に比べて介在物が少ない。介在物は場所によつて、分布にかなりのばらつきがあり、写真はそれらの平均的な分布状態を示す。

3. 引張性質の測定

3.1 引張試験片の作成

2.1~2.3で述べた冷間圧延試料から短冊状の引張試験片を切り出した。その寸法は、真空溶解鉄と電子ビーム溶解鉄では平行部長さ45 mm, 幅5 mm, 厚さ1 mm, 帯精製鉄では平行部の長さ30 mm, 幅5 mm, 厚さ0.5 mmである。試験片の長さ方向は圧延方向にとつた。引張試験片は600~900°Cで焼鈍して結晶粒度を調節した。得られた結晶粒の直径は35~340 μ であつた。粒度の粗い試料のなかには表面と内部とで粒度に多少の相異があつたが、このような場合には内部の結晶粒度を採用した。帯精製鉄は混粒になりやすかつた。結晶粒径は顕微鏡の視野のなかの一直線上に乗っている粒の数をかぞえて、見かけの粒径を求め、この値に1.5をかけて、真の粒径を推定した。

3.2 引張試験の条件と結果



a) Vacuum melted specimen. Testing temperature -196°C . Strain rate 8/sec.
 b) Electron beam melted specimen. Testing temperature -196°C . Strain rate $10^{-4}/\text{sec}$.
 c) Zone refined specimen. Testing temperature -196°C . Strain rate 8/sec.

Photo. 1. Microstructures showing feature of non-metallic inclusions and fracture appearance.

引張温度は室温、 -78° および -196°C とし、引張歪速度は $10^{-4}/\text{sec}$ 、 $10^{-1}/\text{sec}$ および 8/sec (引張速度にして、0.3, 300 および $2.3 \times 10^4 \text{ mm/min}$) とした。引張試験機はインストロン型またはそれに準じるものを

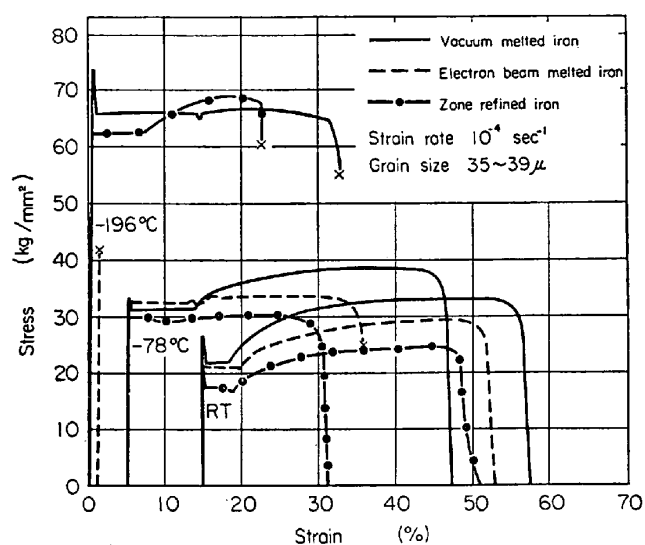


Fig. 1. Tensile stress-strain curves of vacuum melted, electron beam melted and zone refined irons, mark $\times$ shows brittle fracture point.

使用した。帯精製鉄は精製回数が1回のもものと2回のもものがあつて、化学分析の値には Table 1 のような相異があるが、引張試験の結果には有意差が認められなかつたので、以後一括して取り扱う。

Fig. 1 に3種類の鉄の応力-歪曲線の一部を示す。歪速度は $10^{-4}/\text{sec}$ 、引張温度は室温、 -78° および -196°C 、結晶粒径は $35 \sim 39 \mu$ である。室温引張では真空溶解鉄の流れ応力が一番高く、電子ビーム溶解鉄がこれにつぎ、帯精製鉄は降伏応力および流れ応力ともに前2者に比べて低くかつた。 -78°C の結果も同様であつた。図中の $\times$ 印で示す点において、試料はぜい性破断を示した。真空溶解鉄および帯精製鉄はこの条件では大きい塑性ひずみ、局部収縮を経て脆性破断した。真空溶解鉄はこのような破壊においても結晶粒内、劈開破壊であるのに比し、他の試料は大部分が結晶粒界破壊であつた。とくに電子ビーム溶解試料は -196°C において、降伏応力に達しないきわめて低い応力で結晶粒界脆性破壊した。 $\times$ 印を付していない試料は非常に低い応力まで分離が起こらない延性破壊であつた。

Fig. 2 に3種類の鉄の降伏応力、双晶発生応力および脆性破壊応力(降伏またはそれ以前に双晶発生一劈開または結晶粒界破壊する応力)の結晶粒度依存性を示す。歪速度は $10^{-4}/\text{sec}$ で比較したものである。降伏応力を $\sigma_{1y}(\text{kg/mm}^2)$ 、結晶粒の直径を $d \text{ mm}$ とすれば、両者の間にはいわゆる PETCH¹⁾の関係式が成り立つことが広く認められている。すなわち、 $\sigma_{1y} = \sigma_i + kd^{-1/2}$ と表わされている。ここで、 $\sigma_i(\text{kg/mm}^2)$ は転位の運動に対する摩擦力¹⁾²⁾、 $k(\text{kg/mm}^{3/2})$ は焼鈍材の場合に

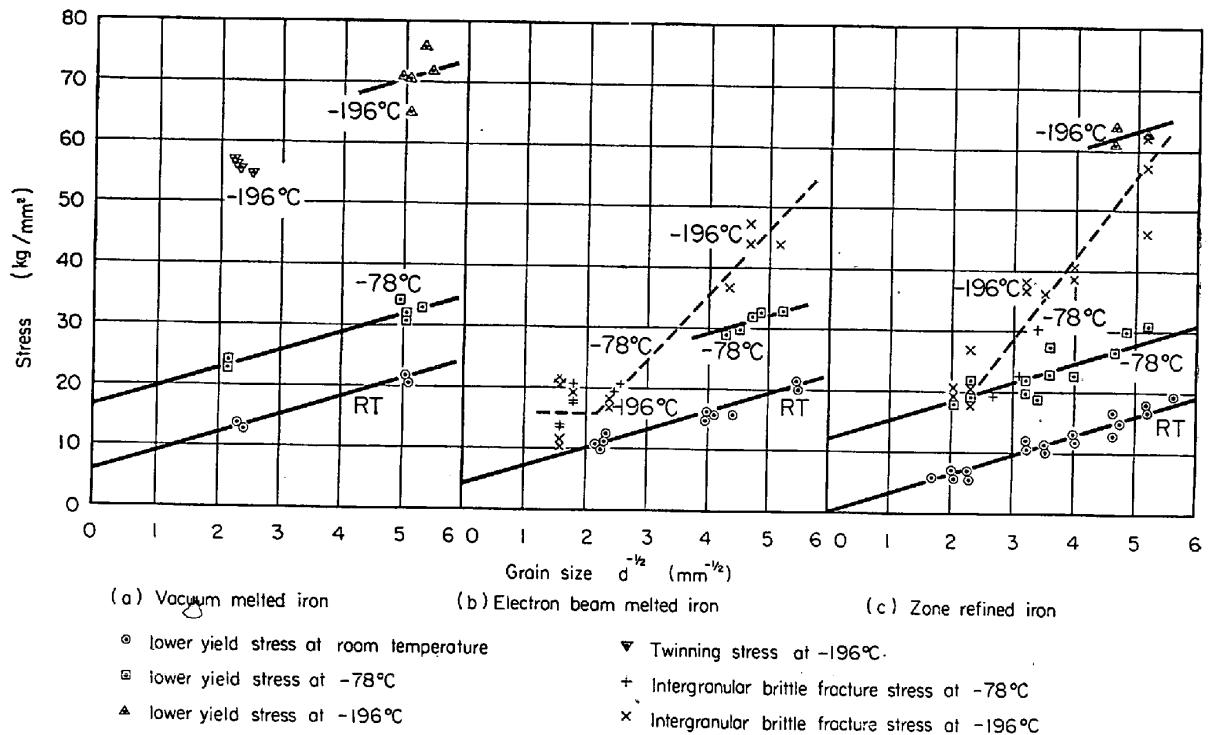


Fig. 2. Lower yield stress, twinning stress and intergranular brittle fracture stress as the functions of grain size and tensile temperature, at the strain rate of 10^{-4} /sec.

Table 2. Values of σ_i and k of vacuum-melted, electron-beam-melted and zone-refined irons.

Specimens	Strain rate sec ⁻¹	Temperature °C	σ_i kg/mm ²	k kg/mm ^{3/2}
Vacuum-melted iron	10^{-4}	RT	6.0	3.0
		-78°	15.5	3.3
Electron-beam-melted iron	10^{-4}	RT	4.0	3.1
		-78°	12.0	3.2
Zone-refined irons	10^{-4}	RT	0.3	3.1
		-78°	12.0	3.2

は、結晶粒界近傍に新たに転位を作るために必要な応力の σ_i に関係した係数である。各試料の σ_i および k の値をTable 2に示す。真空溶解鉄を歪速度 10^{-4} /sec, -196°C で引張った場合、粗粒(平均粒径 190μ)の試験片には降伏が起らずに双晶が発生した。したがって -196°C では σ_i および k の値を求めることはできなかった。

3種類の鉄の加工硬化を比較するために、10%歪に対応する流れ応力の結晶粒度依存性をFig. 3に示す。帯精製鉄、電子ビーム溶解鉄、真空溶解鉄の順に流れ応力が低い。

Photo. 1について脆性破壊の様相について述べる。真

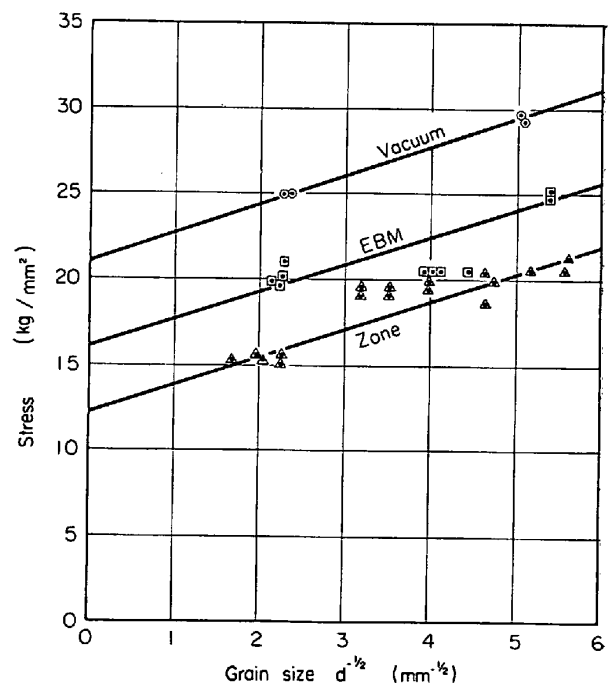


Fig. 3. 10% flow stress as a function of the grain-size, at the strain rate of 10^{-4} /sec and at room temperature for vacuum melted, electron beam melted and zone refined irons.

空溶解鉄では、歪速度 8/sec, 引張温度 -196°C の場合のみ粒内劈開破壊を起こした(Photo. 1(a))電子ビーム溶解鉄および帯精製鉄は温度が低いほど、歪速度がはやいほど粒界脆性破壊を起こしやすかった。(Photo. 1(b),

(c)) 粒界脆性破壊応力と結晶粒度との関係は Fig. 2(b) および (c) に示す。粒界脆性破壊は応力結晶粒度に強く依存するが、引張速度と引張温度にはあまり影響を受けないという結果になった。

つぎに、3種類の鉄の破壊の様相と引張温度および歪速度との関係を、結晶粒径 $35\sim 39\mu$ および $190\sim 340\mu$ の場合について Fig. 4 に示す。靱性-脆性遷移温度は図の破線で示すようになっている。遷移温度は歪速度の影響が大きく、歪速度が大きいほど遷移温度は高い。真空溶解鉄では、とくに結晶粒度が小さい場合、擬脆化現象の発生が顕著であつて、遷移温度（延性がある値に低下することによって定義する場合）はこれに支配されることが多かつた。電子ビーム溶解鉄および帯精製鉄では、粒界脆性破壊が遷移温度を支配する場合のほうが多く、擬脆化現象出現の範囲は小さかつた。

4. 考 察

4.1 降伏応力について

降伏強さはすべての試料とも Petch の降伏応力の結晶粒度依存式にしたがつて変化した。試料の化学分析によつてもわかるように、真空溶解鉄、電子ビーム溶解鉄、帯精製鉄の順に純度がよくなつていく。この純度の変化に対し上式の摩擦係数 σ_i の低下が著しく、 k の項には変化がなかつた。今回の実験においては化学分析については自信のあるデータが得られていないので、定量的には比較ができないが、純度が転位の運動の摩擦係数に大きい影響を与えていることは、多くの研究結果と一致している^{5,6)}。また結晶粒度依存項の k の値は今回の実験の範囲では変化がなかつたが純度がよい材料では幾分大きくなるという結論などがあり⁵⁾、今後の研究にまちたいと考えている。

4.2 破壊について

3種類の純鉄の破壊においては、結晶粒界破壊が多く観察された。高純度鉄の結晶粒界破壊にはかなりの研究があり、その原因は結晶粒界に偏析したOによるものとされ、Cの存在によつて阻止されるといわれている。こ

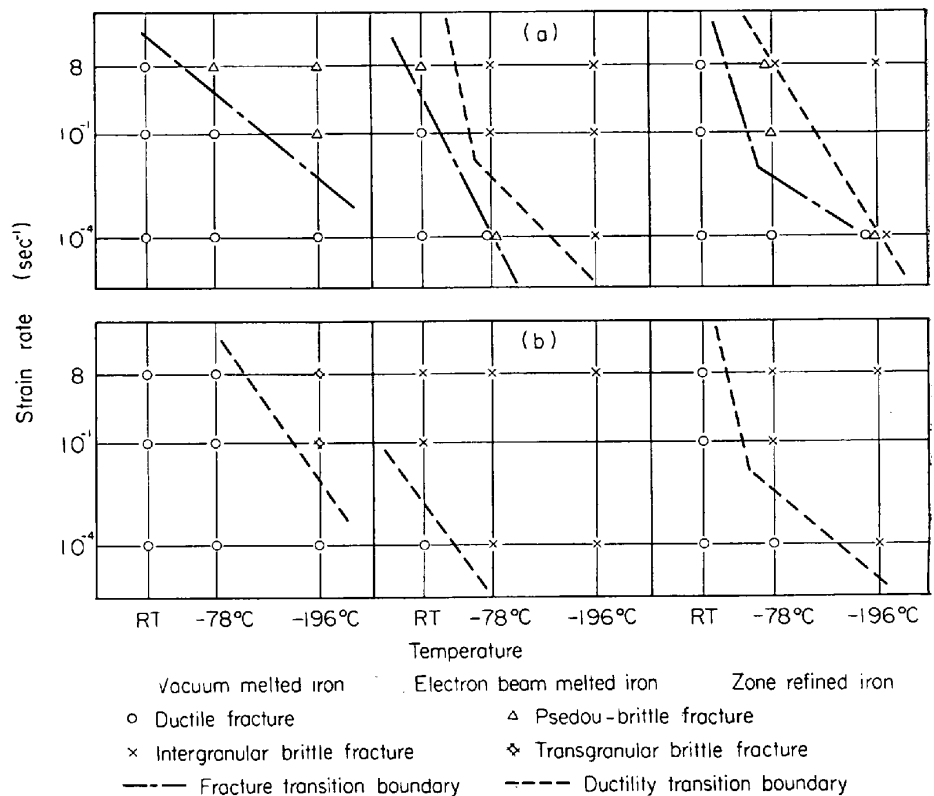


Fig. 4. Fracture appearance of vacuum melted, electron beam melted and zone refined irons as the functions of the tensile temperature and the strain rate.

(a) Fine grain specimens ($35\sim 39\mu$)

(b) Coarse grain specimens ($190\sim 340\mu$)

の報告では、いまだ実験の数が多いので示していないが、粒界脆性破壊を示した試料を炭素すれば粒界破壊が少なくなり、粒界破壊を示さない試料を湿水素中で脱炭すれば結晶粒界破壊が多くなる傾向にあつた。したがつて、本実験における電子ビーム溶解鉄がもつとも結晶粒界脆性破壊を起こしやすいのは、この試料がO含有量が大きくC含有量が低かつたためである。

結晶粒界破壊強度は、Fig. 2 に示すように、温度および歪速度にはよらず、結晶粒径に強く依存し Petch 型の関係が成立している。さらに、 $d=0.2\text{ mm}$ 以上の粗大結晶についての破壊強度の測定値にかなりのばらつきはあるが、ほぼ一定の応力である約 16 kg/mm^2 で破壊するものと思われる (Fig. 2 (b))。脆性破壊は破壊面に対する垂直応力によつて生じるものと考えられる。結晶粒が粗大化し試料の断面にわたつて引張軸に対し垂直方向に存在する結晶粒界が増加すれば、引張応力は直接破壊面に作用し粒界脆性破壊を容易にするとともに、ある結晶粒度の範囲から粗大な結晶粒の試料では一定応力において粒界脆性破壊が生じるものと考えられる。Fig. 2 (b) に求まつている約 16 kg/mm^2 という破壊応力はこの試料のおよその結晶粒界破壊単位面積当たりの破壊応

力になっているものと思われる。

5. 結 言

電解鉄を原料とし、真空溶解、電子ビーム溶解および浮遊帯融精製を行なった純鉄について、温度：常温～196°C，歪速度： 10^{-4} ～8/sec の引張試験を行なった結果、およそつぎのような実験結果を得た。

(1) 降伏強さはすべて Petch の結晶粒度依存式にしたがって変化し、鉄の純度は摩擦項の大きさを著しく低下するが、結晶粒度依存項係数はほとんど変化しなかった。

(2) 炭素含有量が高かった真空溶解試料には、靱性脆性遷移範囲中に擬脆性現象が多く現われ、かつ劈開脆性破壊をした。

(3) 炭素含有量が低く、酸素含有量が高い電子ビーム溶解試料には結晶粒界脆性破壊がもつとも顕著であった。

(4) 結晶粒界脆性破壊のときの破壊応力は、温度や歪速度にはほとんど影響をうけず、結晶粒の大きさに強く依存した。またそれは Petch 型の結晶粒度依存性を

示すが、粗大結晶の試料ではきわめて小さい。ほとんど一定の破壊応力が存在し、引張軸に垂直に存在する結晶粒界が増加するためであり、その破壊応力の値はほぼ結晶粒界の破壊強さであろうと推論した。

終りに本実験の試料の分析、加工などをお引き受け下さった、日立中央研究所、石井満、矢島正美、日本冶金工業株式会社、佐藤洋太、および日本鉱業株式会社、有泉仁勇の諸氏に深甚なる謝意を表します。また研究費の一部は昭和41年度文部省科学研究費によつたものであることを付記しておく。

文 献

- 1) N. J. PETCH: J. Iron Steel Inst., 173 (1953), p. 25
- 2) N. J. PETCH: Acta Met., 12 (1964), p. 59
- 3) A. H. COTTRELL: Relation between Structure and Strength in Metals and Alloys, (1963) Her Majesty's Stationary Office, London, p.455
- 4) 作井, 森: 日本金属学会誌, 28 (1964), p. 537
- 5) 大庭: 日本金属学会誌, 30 (1966), p. 958
- 6) J. HESLOP and N. J. PETCH, Phil. Mag., 1 (1956), p. 866