

日立製作所 日立研究所 赤野浩 ○黒田哲郎

1. 緒言: α -FeからのCuの析出については、均質化温度から急冷した試料を比較的高温の400°~600°Cに時効した場合の析出速度、析出のmorphologyについては詳細な研究が行われている。しかし、析出におよぼす冷間加工の影響についての研究はほとんどない。そこで本報告では、急冷した試料を冷間加工して250°C以下の温度で時効した場合の析出挙動について検討した結果を報告する。

2. 方法: 表1に示すFe-1%Cu合金を使用した。Cuの析出を明確に把握するため試料は時効前に650°C×48hr 湿水素焼鈍してC, Nを除去した。Cuの析出挙動は0.6mmφ×80lの試料を時効温度に所定時間時効させてから液体窒素中に入れ、電気抵抗の測定、時効した試料の引張試験、薄膜の透過電子顕微鏡観察から検討した。

表1. 試料の化学組成(%)

Element					
%		%			
Fe	Cu	C	N	H	O
Bal.	1.0	<0.0005	<0.0005	0.00033	0.0256

3. 結果: 図1に等時焼鈍にともなう電気抵抗変化とその温度微分曲線を示す。800°Cから急冷した試料は450°Cまで徐々に電気抵抗は減少し、500°C~600°Cの時効で急速に減少している。(温度微分曲線ピークP₂に相当) 冷間引抜材は200°C~300°C間で急速に減少し(温度微分曲線ピークP₁に相当)、さらに急冷材と同じ温度範囲でも減少している。従来、多くの研究者で検討されたのはP₂に相当する析出現象であり、P₁に相当する現象はほとんど考慮されていない。P₁の機構を検討する必要がある。加工純鉄の電気抵抗変化も測定したが、ほぼP₁に相当する温度範囲で最も大きい抵抗減少が認められる。この電気抵抗減少の主な原因として、加工により形成された原子空孔の回復によるものと推定される。従って、加工材のP₁に相当する大きな電気抵抗減少は過剰原子空孔により拡散を促進させたCuの析出によるものと考えられる。P₂に相当する電気抵抗減少は体拡散によるCuの析出によるものである。

等時焼鈍による機械的性質を検討したが、最大の硬化を示す温度は加工試料で約550°C、急冷試料では約550°Cである。P₁に相当する析出挙動を検討するため、52.4%冷間引抜材を150°C~200°Cの温度範囲で時効による電気抵抗変化を図2に示す。各温度における最終電気抵抗減少値はほぼ一定と仮定して、ある一定の抵抗減少値に到達するための時間と時効温度の逆数(K^{-1})との関係から、析出の活性化エネルギーを算出すると32±1 Kcal/molとなる。この値は α -Fe中のCuの拡散の活性化エネルギーの大体60%に相当するものであり、冷間加工により導入された過剰原子空孔がCuの拡散を促進して析出を容易にしているためと考えられる。なお、薄膜の透過電子顕微鏡観察によると、Cuは転位線へはほとんど析出しないので大部分マトリックス中に析出していると思われる結果が得られた。

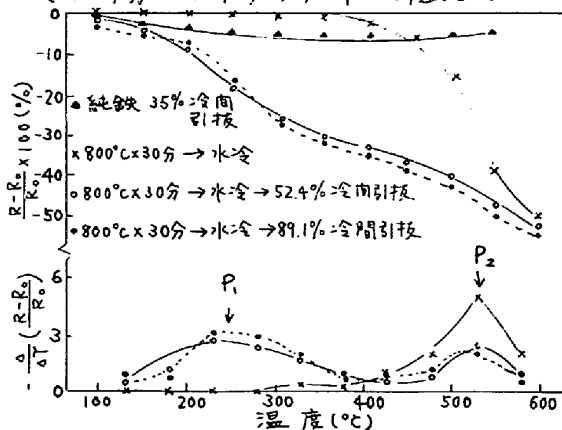


図1. 等時焼鈍による電気抵抗変化(各温度30分)

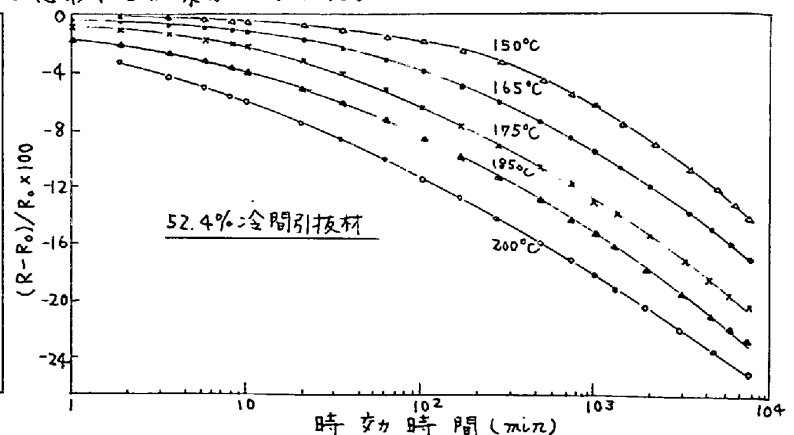


図2. 等温焼鈍による電気抵抗変化