

669.112.227.342: 669.15'24-194.5: 548.4
Fe-Ni-C マルテンサイトの引張における

serrated flow と Lüders 帯*

Serrated Flow and Lüders Bands Observed in Fe-Ni-C Martensite during Tensile Test

田村今男**・時実正治**・芦田喜郎***

Imao TAMURA, Masaharu TOKIZANE and Yoshio ASHIDA

Synopsis:

The serrated flow, the Lüders bands and flow stress observed in Fe-23%Ni-0.24%C martensite during tensile test were studied at various temperatures between -196 and 220°C. The results obtained were as follows:

(1) Temperature dependence of flow stress of the Fe-Ni-C martensite was explained in terms of the rearrangement of carbon atoms due to Snoek type or Cottrell type pinning, or of the clustering of carbon atoms or the precipitation of fine carbide particles on dislocations. The strain hardening at the early stage of deformation was remarkable in the martensite.

(2) Serrated flow was found at a certain range of the test temperature. The temperature range varied with the strain rate. For example, the serration appeared between 1 and 170°C for the strain rate of 5.6×10^{-4} /sec. At this temperature range, the increment in 0.2%-flow-stress was observed, but the strain hardening during serrated region was not so much.

(3) The distinct Lüders bands were observed during serrated flow. One Lüders band corresponded to one stress drop of the serration. The characteristic of Lüders bands in the martensite differed from that of annealed mild steel. The finer Lüders bands were uniformly distributed in the martensite, the larger total elongation was observed.

(4) From the analysis of the critical condition for the serration, it was found that (a) a certain degree of plastic strain was necessary for the serrated flow to occur and (b) each step of yielding during serrated flow was an independent process of dynamic strain aging and was associated with the occurrence of one Lüders band.

(Received Feb. 12, 1969)

1. 緒 言

一般に α -鉄において侵入型固溶原子が転位との相互作用によって歪時効硬化をおこすことはよく知られており鉄系マルテンサイトにおいてもその歪時効硬化現象を検討した報告^{1)~4)}はある。しかしながら焼もどし第1段階あるいはその以前の段階において、侵入型不純物原子としての炭素の拡散が始まり、炭化物を析出するにいたるまでの温度域で固溶炭素がマルテンサイトの引張性質にどのような役割をするかは明らかではなく、軟鋼の青熱脆性温度領域でおこるような Portevin-LeChatelier効果についてはマルテンサイト鋼ではあまり知られていない。

そこで本研究では引張性質の測定を主たる手段として、Fe-Ni-Cマルテンサイトにおける固溶炭素の挙動、とくにその動的な歪時効におよぼす役割を明らかにしようとしたものである。

2. 供試材および実験方法

実験に用いた合金は電解鉄、モンドニッケルおよびグラファイトを高周波誘導加熱炉で真空溶解することにより、実験室的に溶製したものであり、その化学成分をTable 1に示してある。この合金を均一化拡散焼鈍の

Table 1. Chemical composition (wt%) of sample used.

C	Ni	Fe	Ms temp.	R.A.*
0.24	23.09	bal.	50°C	4.7%

* Residual austenite after deep cooling at the boiling point of liquid nitrogen.

* 昭和43年9月本会講演大会にて発表
昭和44年2月12日受付

** 京都大学工学部 工博

*** (株)神戸製鋼所中央研究所

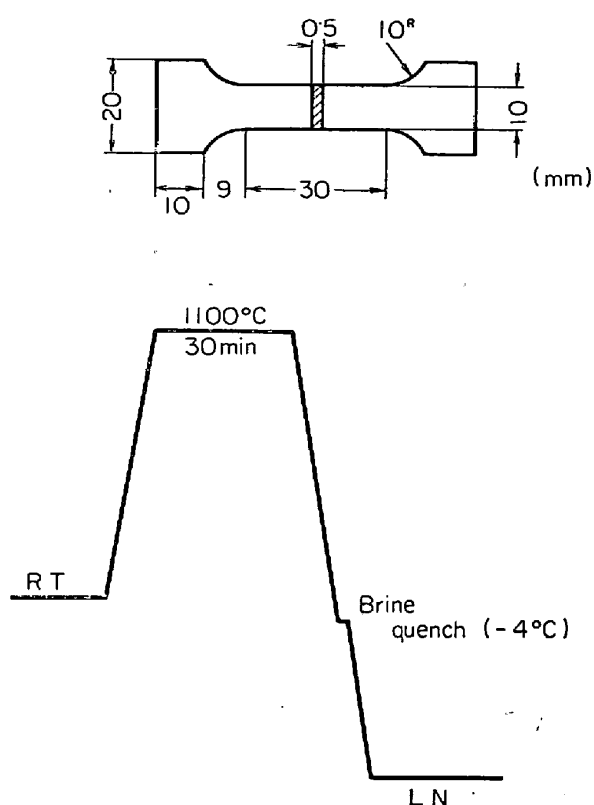


Fig. 1. Tensile specimen and schedule of heat treatment.

ち、熱間鍛造で約 10 mm 厚の板とし、その後真空焼鈍と冷間圧延をくりかえすことにより厚さ 0.5 mm の板材を作製した。この板材より Fig. 1 に示すような平行部 30 mm の引張試験片を作製した。こうして得られた試料を真空中で $1100^{\circ}\text{C} \times 30 \text{ min}$ 、オーステナイト化したあと、氷食塩水中に焼入を行ない、直ちに液体窒素中に深冷しそのまま保管した。なお、この Fe-Ni-C 合金の Ms 点は約 50°C であり、液体窒素温度に深冷後、X 線により定量した残留オーステナイトは約 4.7% であった。

Fe-Ni-C マルテンサイトは C 量、Ni 量によりマルテンサイト組織は変化する。本研究に用いたマルテンサイトの組織を知るために透過電子顕微鏡で観察したところ Photo. 1 のようであった。Photo. 1 (b) にみられるように変態双晶がごくわずかに存在する部分もあるが全体的にみると Photo. 1 (a) のように転位密度の高い典型的な低炭素マルテンサイト組織であった。したがって、今回の実験で用いた Fe-Ni-C マルテンサイトの主要な格子欠陥は転位であると考えてよい。

実験はインストロン型引張試験機を用いて引張試験を行なった。その歪速度範囲は $5.6 \times 10^{-4} / \text{sec} \sim 5.6 \times 10^{-3} / \text{sec}$ であったが多くの場合 $5.6 \times 10^{-4} / \text{sec}$ を用いた。試験温度は -196°C から 220°C までの範囲で、 -196°C



Photo. 1. Two examples of transmission electron micrographs of Fe-23%Ni-0.24%C martensite.

は液体窒素、 $-80^{\circ}\text{C} \sim 0^{\circ}\text{C}$ は液体窒素—エチルアルコールまたはドライアイス—アセトン、 $\text{R.T.} \sim 80^{\circ}\text{C}$ は温水、 $80 \sim 220^{\circ}\text{C}$ はオイルバスを用いることによつて変えた。

3. 実験結果

3.1 引張性質

(1) 試験温度依存性

引張試験により Fe-23%Ni-0.24%C マルテンサイトの引張性質の温度依存性を調べた結果が Fig. 2 である。歪速度を $5.6 \times 10^{-4} / \text{sec}$ にし試験温度を変えた場合の結果であるまず、注目されるのは 0.2% 耐力が $-50^{\circ}\text{C} \sim 50^{\circ}\text{C}$ 付近および $70 \sim 90^{\circ}\text{C}$ 付近で二段の変化をしていることである。次に 8% 耐力と引張強度は $0 \sim 120^{\circ}\text{C}$ 付近で高い応力水準を保っているが、0.2% 耐力は比較的低く 0.2~8% 変形の間の加工硬化が大であることがわかる。しかし、8% 以上の変形による加工硬化はそれほど大きくない。全伸びは 60°C 付近で 28% とかなり大で

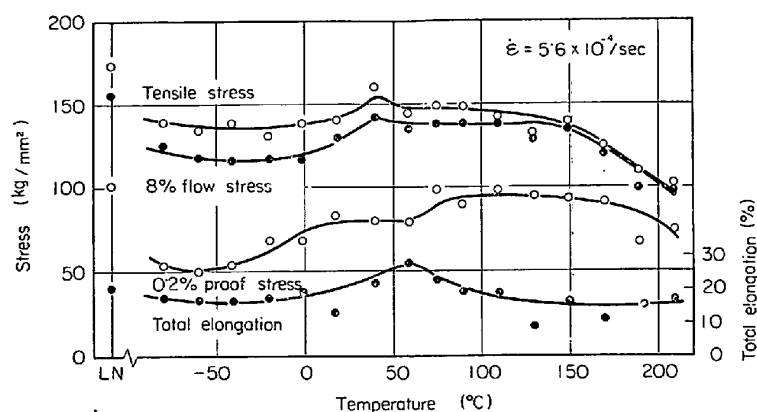


Fig. 2. Temperature dependency of tensile properties of Fe-23%Ni-0.24% martensite.

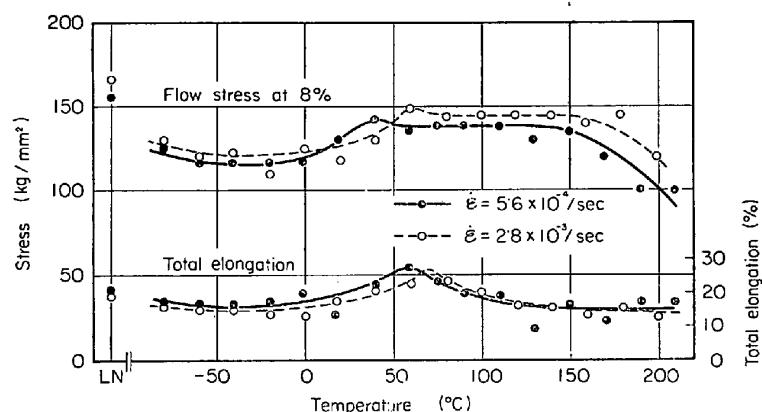


Fig. 3. Strain rate dependency of tensile properties of Fe-23%Ni-0.24%C martensite.

あることが注目される。0.2% 耐力の変化において -50°C 付近での連続的な耐力の増加は固溶炭素原子と転位との相互作用であろうと思われる。次の $70\sim 90^{\circ}\text{C}$ 付近以上ではマルテンサイトの焼もどし過程の第1段階に対応したものであろう。

また $5.6 \times 10^{-4}/\text{sec}$ の歪速度では 0°C 付近より 170°C 付近の温度範囲で顕著な serration が認められたことは注目すべきことである。serration は約8%変形以上で認められ破断するまでつづく。この serration をおこす範囲内での応力上昇（加工硬化）はあまり小さくなく特に温度が上昇すると非常に小さくなる。

(2) 歪速度依存性

歪速度が $5.6 \times 10^{-4}/\text{sec}$ および $2.8 \times 10^{-3}/\text{sec}$ の場合について試験温度をかえたところ、Fig. 3 のような結果を得た。歪速度が大になると耐力が大となり曲線全体が高温側にずれる。また、その結果として、 $20\sim 50^{\circ}\text{C}$ 付近で inverse strain rate effect がみられる。この効果は BOWEN⁵⁾, KELLY⁶⁾ らによってもマルテンサイトで認められている。

3.2 Serration と Lüders band

(1) 荷重—伸び曲線

Fe-23%Ni-0.24%Cマルテンサイトを $5.6 \times 10^{-4}/\text{sec}$ で引張試験を行なった場合、特定の温度範囲で serration が起こることが認められた。その例を Fig. 4 に示す。 1°C より serration があらわれ、変形温度の上昇とともに serration の振幅が大となり、加工硬化をとまなう。また serration の続く間の伸びは温度の上昇とともに増加する。変形温度が $90\sim 190^{\circ}\text{C}$ になるとさらに serration の振幅は大となる。serration の続く間の伸びは 75°C 以上となると小となり、加工硬化は小さく、むしろ軟化するような傾向をもつようになることがわかる。温度 190°C では serration はもはやみられない。次に、Fig. 4 の荷重—伸び曲線および Fig. 6 を観察すると、約8%以上の変形をしなれば serration がおこらず、そして変形様式が 100°C 付近を境にして変化していることに気がつく。注意すべきことは、軟鋼の青熱脆性温度範囲でしばしばみられる PORTEVIN-LECHAT-ELIER 効果の serration とは違って、Fe-23%Ni-0.24%C マルテンサイトでみられる serration は大きな加工硬化を伴わないことである。

(2) Lüders band

軟鋼では降伏後、明確な Lüders region が認められ、Lüders band の発生とその伝播が特徴としてよく観察されるが、青熱脆性温度範囲で P-L 効果が起こる際に明確な Lüders band が認められ難い。また他の b. c. c 金属の P-L 効果が起こる際も、マルテンサイトを含めて、Lüders band の発生についての報告は少ない。本実験では顕著な serration が観察されると同時に Fig. 5 に示すように明確な Lüders band が試料表面で観察された。しかも観察される Lüders band は serration の数とほぼ一致していることは注目すべきことである。Fig. 5 は一例として歪速度 $5.6 \times 10^{-4}/\text{sec}$ 、温度 75°C の場合であるが、図中Aにおいて Lüders band が1本発生すると、荷重—伸び曲線には1つの yielding がみられる。同様に、Bでは Lüders band が3本、yielding が3回、Cでは Lüders band 8本、yielding 8回、Dでは約28本の Lüders band と約28回の yielding がみられる。このように Lüders band の数と yielding の数とがほぼ一致していることがわかる。

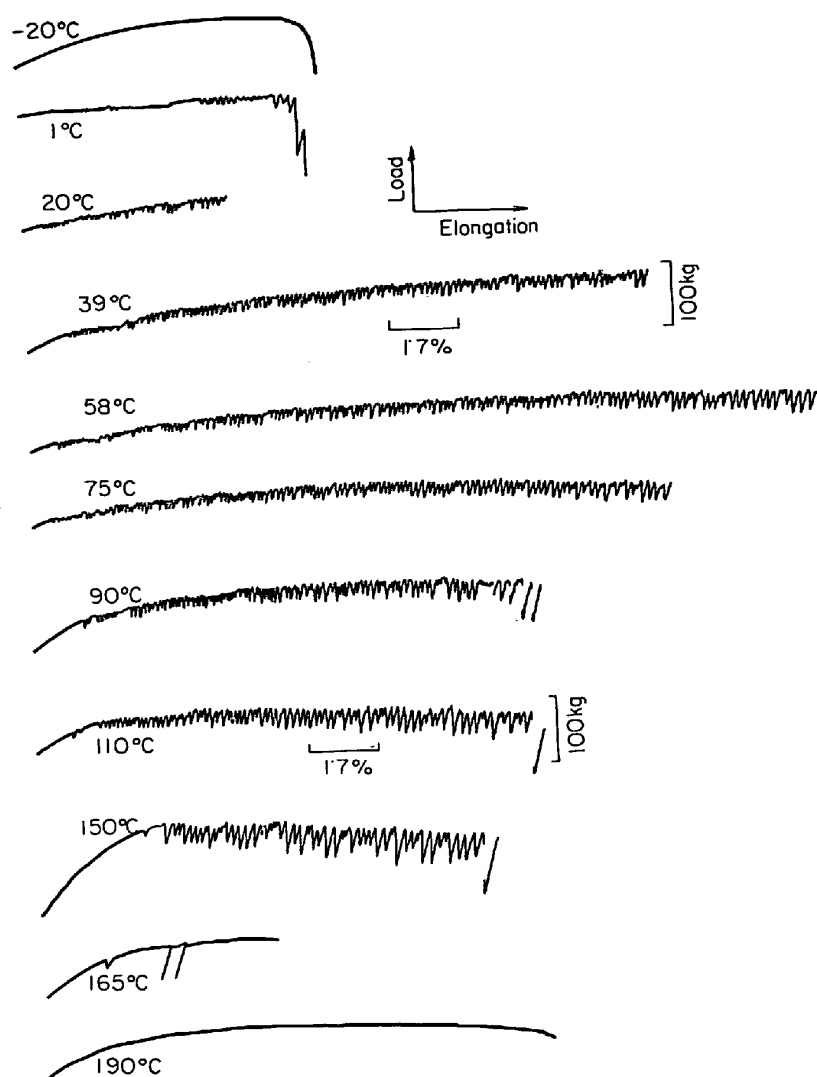


Fig. 4. Serrated flow of Fe-23%Ni-0.24%C martensite at strain rate of 5.6×10^{-4} /sec.

次に、この Lüders band の発生状況をくわしく観察してみると Photo. 2 のようであった。(a)は 40°C、(b)は 100°C、(c)は 150°Cでの Lüders band の様相である。温度が上昇すると Lüders band の発生は 75°C 付近までは均一性をますが、それ以上となると不均一で局部的になつてくる。すなわち 40°Cでは一方向に細かく分布しており、100°Cでは2方向に発生して不均一となり、150°Cでは局部的に Lüders band が発生して一層不均一となる。Lüders band の典型的な発生として、全伸び量が大きい 75°Cでの変形の場合についてみると、Photo. 3 のようである。非常にこまかい Lüders band が試料の全面にわたって均一に分布していることがわかる。serrationが認められても全伸びが大きい原因はこのような Lüders band の発生にあると考えられる。

軟鋼での降伏後にみられる Lüders band は連続的に

広がってゆくことによりその変形が進んでゆくが、本研究にみられる Lüders bandはserrationとの対応性およびPhoto. 2にみられる形態より考えて、軟鋼の Lüders band と本質的に異なっていることを示唆している。すなわちある場所で Lüders band が発生すると、その場所が硬化しもはやその場所は変形に寄与せず、他の場所で次の Lüders band 発生をまつて変形が進むことを示している。

(3) Serration があらわれるときの伸びと serration の振幅

ある温度範囲で顕著な serration が認められ、全伸びが serration の非常に顕著に認められる温度範囲で大きいことがわかつたので、serration をさらにくわしく調べてみたのが Fig. 6 である。

Fig. 6には serration が始めてあらわれるまでの変形量(ϵ_0)、serrationの続く間の伸び(ϵ_s)および serration の振幅の平均値($4\bar{\sigma}$)と試験温度との関係を示してある。第1に注目すべきことは試験温度に依存せず、serrationが生じるためにある一定量の変形量(約8%)が必要であるということである。このことは歪速度を変えても変わらない。このことはマルテンサイトに認められる serration にはある特定の条件、たとえば転位配列が必要であることを暗示するものとして重要である。

この特定の転位配列の必要性は Ta, Nb での serrated flow においても強調されている。

次に serration の振幅($4\bar{\sigma}$)は図のように 0~60°C、70~120°C、120~170°C の3段階に変化しているのがわかる。serration の続く間の伸び ϵ_s の変化は温度が 60°C 付近で最大となる。Fig. 2で 60°C 付近で全伸びが最大となることがわかつたが、 ϵ_s が 60°C 付近で最大となることが全伸びの大きくなる要因であることは明らかである。

(4) Fe-Ni マルテンサイトとの比較

用いた Fe-23%Ni-0.24%C マルテンサイトで認められる serration が Fe-32.8%Ni マルテンサイト (0.002 %C) でも認められるかどうかを調べてみた。その結果が Fig. 7 である。歪速度 5.6×10^{-4} /sec、試験温度 75°C の条件は Fe-Ni-C マルテンサイトでは非常に顕著な serration の認められた条件であつた。Fe-Ni マルテ

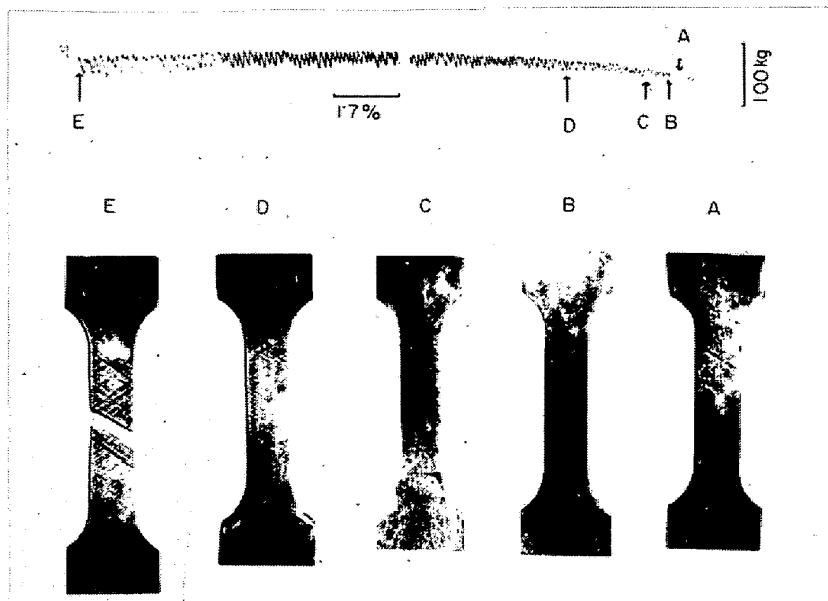
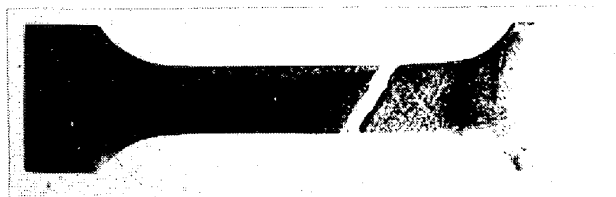
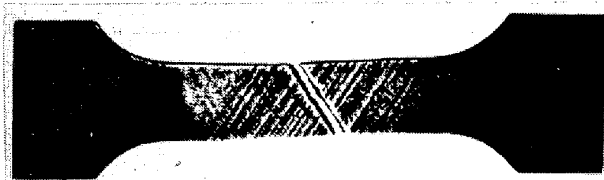


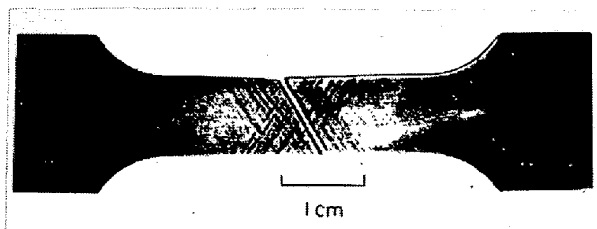
Fig. 5. Serrated curve and Lüders bands in the Fe-23%Ni-0.24%C martensite during tensile test at 75°C. (Strain rate was 5.6×10^{-4} /sec.)



(a)



(b)



(c)

Photo. 2. Lüders bands in tensile specimens at strain rate of 5.6×10^{-4} /sec. Tested (a) at 40°C, (b) at 100°C, (c) at 150°C.

ンサイトの場合は図でわかるようにserrationは認められない。この両者の相異についてその原因として、マルテ

ンサイトの内部組織の違いも考えられるが、炭素の存在が最大の原因であろう。すなわちマルテンサイトに現われる serration には炭素の存在が必要であることを示している。

(5) Serration の活性化過程

serrationの活性化過程を検討するため歪速度を 5.6×10^{-4} /sec, 2.8×10^{-3} /sec, 5.6×10^{-3} /sec と変化させ、おのおのの歪速度のもとで温度を低温から高温へ順次かえてserrationのあらわれる温度および serration の消える温度を調べると Fig. 8 のようである。

SLEESWYK⁹⁾ によると 溶質原子の 移動速度は EINSTEIN の関係式で

$$V_i = (FD_0/kT) \exp(-Q/kT) \dots (1)$$

V_i : 溶質原子の移動速度

F : 転位と溶質原子との相互作用力

D_0 : 溶質原子の拡散定数

Q : 溶質原子の拡散のための活性化エネルギー

k : ボルツマンの定数, T : 絶対温度

また歪速度 $\dot{\epsilon}$ は運動する転位の数を N , その平均速度 $\bar{V}_d$ とすると, JOHNSTON-GILMAN¹⁰⁾ により

$$\dot{\epsilon} = Nb \cdot \bar{V}_d \dots (2)$$

で与えられる。 b はバーガースベクトルの大きさである。今、溶質原子の拡散速度がある大きさになって、運動する転位と相互作用を持つときに serration があらわれる。そのとき

$$\bar{V}_d = \alpha V_i \dots (3)$$

α : 常数

なる関係を満たす。このとき(1), (2), (3)式より,

$$\dot{\epsilon} = C/T_c \cdot \exp(-Q/kT_c) \dots (4)$$

$$C \equiv \alpha Nb D_0 F / k$$

となる。

そこで $\log(T \cdot \dot{\epsilon})$ と $1/T$ との関係を求め、そのプロットから直線が得られるなら Q が求まるはずである。



Photo. 3. Lüders bands in tensile specimen at 75°C. (Strain rate was 5.6×10^{-4} /sec.)

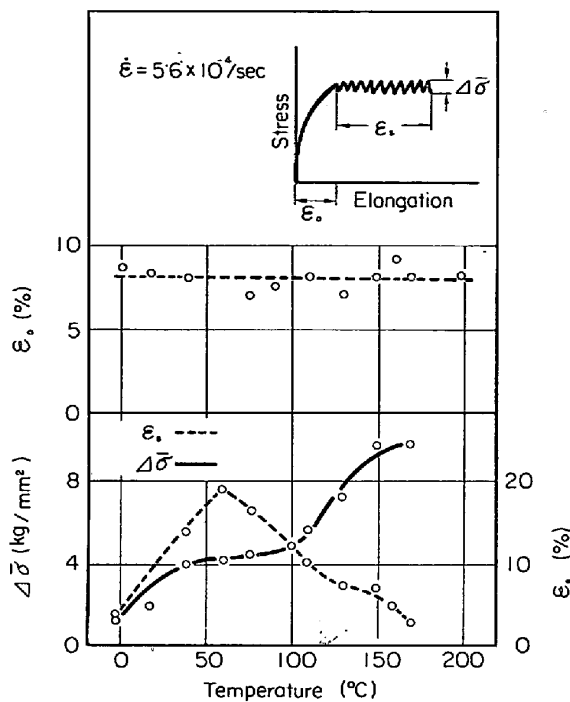


Fig. 6. Effect of test temperature on ϵ_0 , ϵ_s and $\Delta\bar{\sigma}$ in the serrated curve of Fe-23%Ni-0.24%C martensite.

ϵ_0 : elongation at which the serration firstly appeared.

ϵ_s : elongation during serrated region in stress-strain curve.

$\Delta\bar{\sigma}$: mean amplitude of serrated flow.

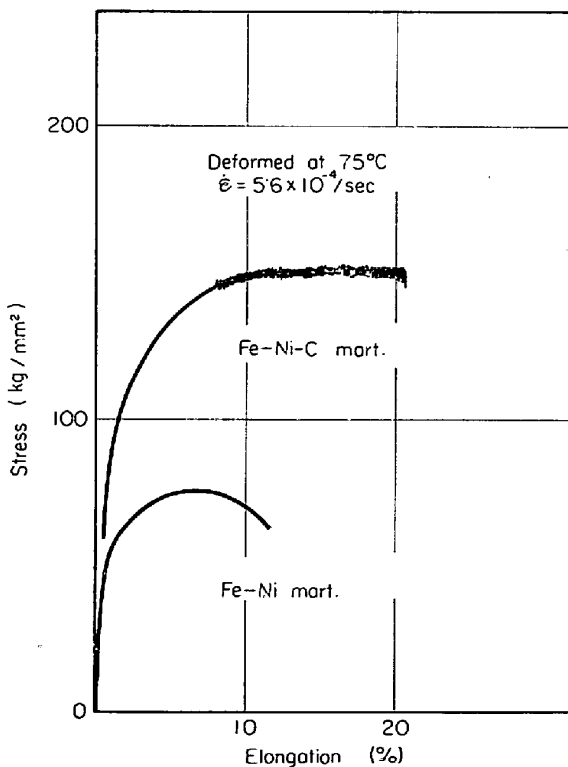


Fig. 7. Stress-strain curves of Fe-23%Ni-0.24%C and Fe-33%Ni martensites tested at 75°C. (Strain rate was 5.6×10^{-4} /sec.)

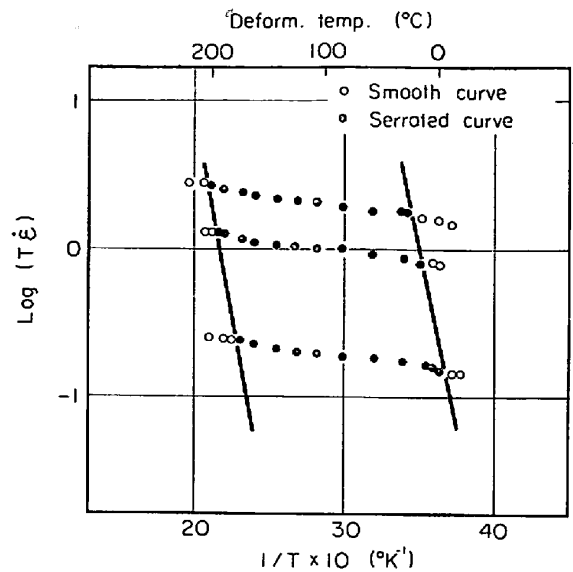


Fig. 8. Critical conditions of test temperature and strain rate required for occurrence of serration in Fe-23%Ni-0.24%C martensite.

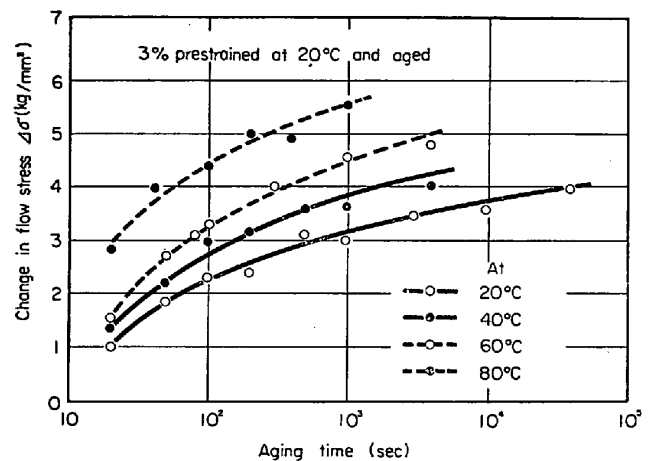


Fig. 9. Increment of flow stress by static strain aging in Fe-23%Ni-0.24%C martensite.

Fig. 8 において黒丸で示した条件の試験温度と歪速度で serration が起こることを示している。図中の黒丸と白丸との間での境界線は良好な直線を与え、この臨界条件では (3), (4) 式が成立する。この直線の勾配より活性化エネルギー Q を求めると低温側では 21.8 kcal/mol, 高温側では 25.9 kcal/mol となった。

ここで求めた serration の活性化エネルギーと静的な歪時効の活性化エネルギーとの関連を検討するために 20°C で 3% の予歪を与え、20°C, 40°C, 60°C, 80°C で時効させた場合の時効硬化量の時間的変化を調べた。その結果が Fig. 9 である。最大硬化量がわからなかったので HILLERT model¹⁰⁾ を用いてこの歪時効を解析することはできなかった。そこで、時効硬化量 ($\Delta\sigma$) が単一過程で変化していると考え、cross-cut 法を用いて

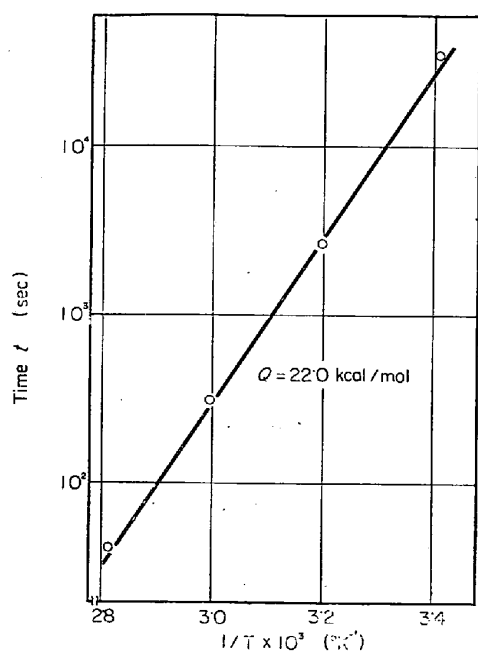


Fig. 10. Relation between aging time and aging temperature at $\Delta\sigma = 4 \text{ kg/mm}^2$ in the case of Fig. 9.

$\Delta\sigma = 4 \text{ kg/mm}^2$ に対応する Fig. 10 を得た。そして、静的歪時効の活性化エネルギーとして 22.0 kcal/mol の値を得た。この値は KING と GLOVER¹¹⁾, HILLERT¹⁰⁾, WILSON と OWEN¹²⁾, BREYER¹³⁾ あるいは著者ら¹³⁾ がマルテンサイト中の固溶炭素の拡散のための活性化エネルギーとして発表した値に近いので、この 22.0 kcal/mol も Fe-23%Ni-0.24%C マルテンサイト中の固溶炭素の拡散のための活性化エネルギーと考えられる。(マルテンサイト中では、 α -鉄中でより少し高い値を示す。)したがって serration の活性化過程を検討することによって求められた、serration のあらわれるための活性化エネルギー 21.8 kcal/mol は静的歪時効より求めた固溶炭素の拡散のための活性化エネルギーによく一致していることがわかる。BONISZEWSKI¹⁴⁾ も serration のあらわれるための活性化エネルギーは静的歪時効より求めた溶質原子の拡散のための活性化エネルギーに一致すると報告している。

このようなことから上記の serration のあらわれるための活性化エネルギー 21.8 kcal/mol は Fe-23%Ni-0.24%C マルテンサイト中の固溶炭素の拡散のための活性化エネルギーと考えてよい。また、高温側で得られた serration の消失する際の活性化エネルギーは 25.9 kcal/mol と高くなっているが、この温度範囲では炭化物の析出と何らかの関連性がありそうである。しかし、いずれにしても、これらの値は単なる目安である。

4. 考 察

4.1 変形応力の温度依存性

Fe-23%Ni-0.24%C マルテンサイトを $5.6 \times 10^{-4} / \text{sec}$ の歪速度のもとで液体窒素温度および $-80^\circ\text{C} \sim 220^\circ\text{C}$ の各温度で引張試験を行ない Fig. 2 のような効果を得た。まず 0.2% 耐力の試験温度依存性が 2 段の変化をすることについて考えてみる。前に、著者ら¹⁵⁾ は Fe-Ni-C マルテンサイトの応力緩和の温度依存性を検討して Fe-Ni-C マルテンサイト中の固溶炭素の拡散は $-50 \sim -40^\circ\text{C}$ 付近より以上の温度で可能(測定にかかる程度に速い)であることを報告した。また M. COHEN¹⁶⁾ も Fe-Ni-C マルテンサイト中の固溶炭素は -60°C 付近より拡散が可能であると報告している。したがって、 -50°C 付近以上では炭素の拡散が可能になり転位と炭素との相互作用が起こることが推測できる。

この炭素原子と転位との相互作用として考えられるものには Snoek type pinning や Cottrell type pinning などが考えられる。 $-50^\circ\text{C} \sim 30^\circ\text{C}$ 付近での歪時効は Snoek pinning によるものとして説明した報告が多いが^{15,17)} Snoek pinning と Cottrell pinning はおのこの別個の寄与をするものとして考えるよりは固溶炭素はこれらの寄与を合わせた rearrangement をするものと考えたほうが妥当であろう。炭素原子と転位との相互作用もこの付近の温度範囲では Snoek pinning, Cottrell pinning あるいは JOHNSON¹⁸⁾ のいうマルテンサイト格子の中で C-C の対と転位の相互作用を含めて、C 原子の rearrangement による歪時効が^{19,20)} 起こるものと考えられる。このように考えると 0.2% 耐力が $-50^\circ\text{C} \sim 50^\circ\text{C}$ 付近で連続的に増加するのは固溶炭素原子の rearrangement による結果であると説明できる。

マルテンサイトの焼きもどし過程は 1950 年頃から X 線回折によつて検討され始め、現在も種々な方法で研究されているがその第 1 段階については混沌としている状態である。一般に第 1 段階は $80 \sim 150^\circ\text{C}$ の温度範囲でみられ、マルテンサイトが ϵ -炭化物と低炭素マルテンサイト ($0.23 \sim 0.25\% \text{C}$) になる反応が進むとされている^{21,22)}。そして、 $0.23\% \text{C} \sim 0.25\% \text{C}$ 以下のマルテンサイトでは ϵ -炭化物は析出しなると一般的に考えられている。一方この考えとは逆に M. COHEN¹⁶⁾ は低炭素 Fe-Ni-C マルテンサイトの第 1 段階を電気抵抗の測定により検討したところ、 60°C 付近より電気抵抗の大きな増加が認められ、これは ϵ -炭化物の析出前段階の C 原子の clustering によるものと報告している。また ALSTETTER²³⁾ は低炭素マルテンサイトで ϵ -炭化物の析

出を認めている。

70°C ~ 90°C にかけて 0.2% 耐力が増加し、150°C 付近まで高い応力水準を保っている段階は第 I 段階に対応していることが容易に考えられる。本実験では 0.2% 変形を与えるまでに 200 sec ほどの時間その温度に保持されることになるので、この間に第 I 段階あるいはその前段階が起こっているものと考えられる。130°C で引張試験を終えたあと電顕観察を行なったところ、不明確ではあるが微細な析出物が転位線に沿って多数認められた。したがって、70°C ~ 90°C で 0.2% 耐力が増加するのはマルテンサイトの焼もどしの第 I 段階に対応した析出挙動と関係があらう。すなわち、析出の前段階としての cluster および転位に沿った非常に微細な析出物と転位との相互作用の結果 0.2% 耐力が増加するのであらう。またこの微細な析出物はおそらく ϵ -炭化物であらう。

次に 8% 耐力、引張強度ともに同様な傾向を示しているが、0.2% 耐力の変化とは違つて 50°C 付近まで上昇し、その後一定値を示し 150°C 付近以上で低下する。これは加工硬化と炭化物の析出とが重複するためであらう。さらに全伸びが 60°C 付近で最大値を持つのは Lüders band の発生と関係しており、このことについては後で述べる。

このほか、Fig. 2 において注目すべきことは 0.2% 耐力が比較的 low 8% 耐力との差が非常に大きいことである。POLAKOWSKI²⁴⁾, McEVILY²⁵⁾ et al, LESLIE²⁰⁾, MAGEE²⁰⁾らはマルテンサイトは本質的に “soft” であると考えている。特に LESLIE らは²⁰⁾マルテンサイトは本質的に “soft” であり、C 原子による動的歪時効を伴った大きな加工硬化が変形の初期に起こることを強調している。本研究結果はこれらの主張と関係があると考えられるが、一般にマルテンサイトは加工硬化度が大きい。

4.2 動的歪時効と serration

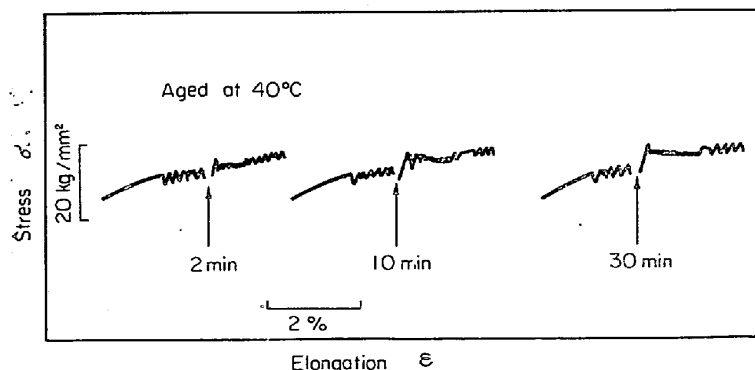


Fig. 11. Effect of static strain aging at 40°C interrupted during tensile test on the occurrence of serration and its amplitude.

(1) serration の機構

これまで serration は各種の結晶構造を持つ金属において認められておりその機構は溶質原子と運動している転位との相互作用、変形双晶、変形中の相変態などによるものと解釈されている。そのうち溶質原子と運動している転位との相互作用によると一般に解釈されている機構は必ずしも同一ではない。f. c. c 金属ではその機構は Cottrell の model²⁷⁾として広く認められている。しかし最近 BAILY ら²⁸⁾は JOHNSTON-GILMAN や HANN ら²⁹⁾の考え方から、転位の増殖と転位速度の応力依存性を Cottrell model に組合わせて考えるべきだと強調している。b. c. c 金属では、ほとんどの金属が侵入型不純物原子によつて serration を起こすと報告されている。軟鋼においてはいわゆる青熱脆性温度範囲において serration がみられ、これが変形中に起こるいわゆる P-L 効果である。すなわち動的歪時効(炭素原子による)によるものとして検討されている^{30)~32)}。さらに KEH と LESLIE³³⁾は serration が起こる場合には転位密度は高くなることを電子顕微鏡観察で認めている。

マルテンサイトにおける serration についてはこれに注目した報告は OWEN ら³⁴⁾の報告以外に見当たらない。しかしその機構については明らかにされたとはいえない。本研究で認められた serration は

- ① 巨視的な応力の低下が変形中繰り返して起こる。
- ② 軟鋼の P-L 効果と似ているが加工硬化が大でなく、また脆性は起こらない。
- ③ Lüders band の発生が serration に対応してみられる。

が特色であつた。Fe-33%Ni マルテンサイトでは serration が認められなかつたことは固溶炭素原子の存在が必須条件である。さらに serration のあらわれるための活性化エネルギーはマルテンサイト中の固溶炭素の拡散

のための活性化エネルギーとほぼ同一であつたことより、serration はマルテンサイト中の固溶炭素の移動に関係していること、すなわち、歪時効の過程で serration があらわれることを示している。また serration が試験温度と歪速度とのかねあいで、ある条件を満たす範囲内であらわれることは変形中に炭素原子による動的な歪時効が進行していることを示唆している。

Fig. 11 は 40°C で引張つて serration があらわれているところで変形を中断し除荷重して時効硬化を調べたものである。この温度では 2 min, 10 min, 30 min と時間が経つにつれて静的な歪時効硬化が起こることを示している。一

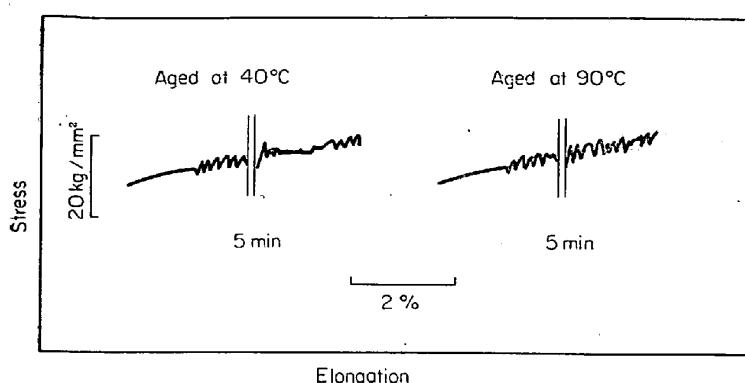


Fig. 12. Effect of strain aging interrupted for 5 min during tensile test on the occurrence of serration and its amplitude.

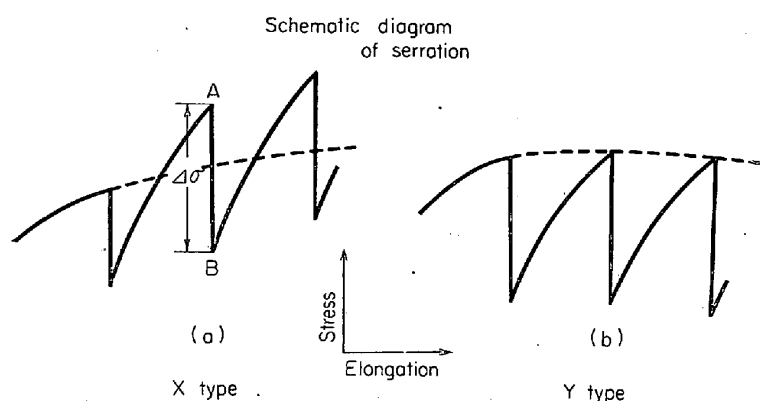


Fig. 13. Schematic diagrams of two types of appearance of serration in Fe-23%Ni-0.24%C martensite.

方 Fig. 12 は試験温度を serration が非常に顕著にあらわれる 90°C に選び、変形を中断して時効硬化を調べそれを 40°C の場合と比較したものである。40°C では時効硬化が認められるのに対して 90°C ではもはや認められない。このことは最も顕著な serration を示す温度および歪速度の条件では歪時効が変形中に十分に進行して除荷時効してもそれ以上硬化しないことを示すものである。

一般に P-L 効果による serration は、転位群が固着された状態で応力がかかると、ある応力に達したとき、急に転位を多数増殖して応力が下がる。これらの転位ははじめ速く動くが、析出物³⁵⁾やセル壁³⁶⁾などの障害物により速度をおとし、C 原子によつて捕捉され固着され、あるいは障害物に集積固着される。そして応力を増す。ある応力に達すると再び転位を増殖する。このようなことを繰り返して serration が現われると考えられている。マルテンサイトの場合は応力がかかつて急にある場所で転位を増殖してすべり、1つの Lüders band を作りそして再び固着されると、そこは強化し、次の場所で同じ

ことがおこることによつて Lüders band を生成しながら serration を示すことになる。そして1つの Lüders band が生成されるのが動的歪時効過程があると考えられる。そして高温になるほどC原子による捕捉釘付け作用が小さくなり、主として析出物の障害作用に依存するようになる。

ここでこの serration には急激な転位密度の増加があるかどうかについて serration の振幅 $\Delta\sigma$ から概算してみる。JOHNSTON-GILMAN の model⁹⁾ と転位速度の応力依存性は³⁷⁾(2)式であらわされ、 σ_0 を 1cm/sec で転位を動かすに要する応力、 σ を負荷応力とすると転位速度 V_d は

$$V_d = (\sigma/\sigma_0)^m \quad (5)$$

であらわされる。ここに m は定数である。Fig. 13 (a) に serration の図式的な表示をしてある。A, B における転位の平均速度を $\bar{V}_A$, $\bar{V}_B$, 自由に動きうる転位の密度を N_A , N_B , また A, B における応力を σ_A , σ_B とすると (2), (5) 式より

$$N_A/N_B = (\sigma_B/\sigma_A)^m = \{\sigma_A - \Delta\sigma/\sigma_A\}^m \quad (6)$$

変形温度が 75°C の場合、 $\sigma_A = 145 \text{ kg/mm}^2$; $\Delta\sigma = 4 \sim 5 \text{ kg/mm}^2$ であり、また前に著者ら¹³⁾ が同じ試料を用いて応力緩和試験より求めた m

の値はこの温度では $m = 140$ であった。これらの値を (6) 式に代入することにより $N_B \approx 10^2 N_A$ が求まる。明らかに転位の増殖が Lüders band 内でおこつて、硬化していることが、うかがわれる。

本研究における serration のような巨視的な不連続変形は転位の集団的な運動に基づくものと考えられる。転位の増殖が集団運動であることはもちろんであるが、その前段階である歪時効も集団の転位が拘束されることによつて起こると思われる。このことを示唆するものが Fig. 6 の結果であった。Fig. 6 からわかるように serration があらわれる条件は試験温度によらず一定の変形量をへて始めて、具備されることである。すなわち、マルテンサイトの serration ではそれぞれの yielding そのものが動的歪時効の過程であると同時に、serrated flow をおこす前に特定の転位構造、たとえばセル構造や堆積転位群の存在を必要とすることを意味している。そして、ひとつひとつの yielding はそれぞれ独立した、動的歪時効の過程で、各過程で1つの Lüders band を発生してゆく。

(2) serration の型

上述の serration の形を観察すると2つの型があることがわかった。Fig. 13(a), (b) に示すように変形荷重がスムーズに曲線を延長した場合よりも高くなつてから荷重の急激な低下が起こる場合 (X型) と変形荷重がそれほど高くならぬうちに急激に荷重の低下が起こる場合 (Y型) の2種の形がみられた。この2つの形は試験温度の違いによつて現われる。Fig. 4 の serration をみるとわかるように X 型のものは試験温度が 90°C 以下でよくみられ、比較的大きな硬化をともない、Y 型のものは 110°C 以上の温度で多くみられ、硬化をともなわない。前述のように、0.2% 耐力の温度依存性を検討した結果、0.2% 耐力は $-50^{\circ}\text{C} \sim 50^{\circ}\text{C}$ 付近では C の rearrangement により、 $70^{\circ}\text{C} \sim 80^{\circ}\text{C}$ 以上の温度では非常に微細な ϵ -炭化物と転位との相互作用によつて上昇すると考えて来た。serration は当然のことながら、このような挙動と密接な関連を持っている。

そこで X 型の serration では、C 原子の雰囲気 (Snoek または Cottrell 型) あるいは cluster または微細炭化物によつて集団の転位が固着され、応力が上がつて、突然局所的な多数の転位を増殖して Lüders band を発生して変形し、応力 (荷重) が下がる。この過程を繰り返して serration をおこす。Y 型のものは炭化物がかなり大きく析出しており、集団の転位は X 型ほどの固着をうけないため、はじめの応力上昇はそれほど高くなれず、炭化物が転位源となつて多数の転位を局所的に増殖して Lüders band を発生する。炭化物が大きくなると固着力が低下することは衆知の事実であり、実際、 200°C で 1 hr 焼もどし処理を行なつた試片では、この処理をしないマルテンサイトで顕著に serration のみられる 74°C 、 $5.6 \times 10^{-4}/\text{sec}$ の条件のもとで試験しても、serration は全然認めることはできなかった。

(3) Lüders band の発生と加工硬化

歪時効をうけて固着された転位群がナグレ現象を起こし応力の急激な低下が起こることによつて serration が起こるわけで、転位の増殖については概算してみたところ他の報告と同様³⁵⁾³⁹⁾大きく起こっていることがわかった。しかし転位の増殖が起こっているにもかかわらず、実際荷重-伸び曲線で serration のおこるところで顕著な加工硬化は認められなかった。それは本実験の場合 serration に対応して Lüders band の発生が認められたことに原因がある。すなわち試料のある場所で固着された転位群が解放された場合、Lüders band が発生し、局所的な変形が起こっている。この Lüders band の領域では転位の増殖は大であろう。この Lüders band の領

域では加工硬化をおこしてもはやこの場所は変形に寄与せず他の場所で Lüders band の発生が起こることによつて変形が進むために、全体として著しい加工硬化を伴わないであろう。それと同時に脆化 (伸びの著しい減少) が認められなかった点については、やはり Lüders band の発生と密接な関係を持つており、試料全面に均一にこまかく Lüders band の発生することが良好な伸びを与えた要因である。

5. 総 括

Fe-23%Ni-0.24%C マルテンサイトの引張性質についてその動的歪時効硬化現象を主に検討した結果以下のことを明らかにした。

(1) Fe-Ni-C マルテンサイトの変形応力 (耐力) の温度依存性を明らかにし、それが C 原子の rearrangement および焼もどしの第1段階と密接な関係を持つことを明らかにした。

(2) Fe-Ni-C マルテンサイトは試験温度、歪速度のかねあいで、ある条件のもとで顕著な serration が起こること、そしてこの serration に対応して Lüders band の発生が認められる。また、この serration に対応して変形応力の増大が認められたが、普通の Portevin-Le Chaterier 効果にみられるような大きな加工硬化や著しい伸びの減少は認められなかった。逆に serration の著しくみられる温度範囲では全伸びの増加を認めた、これは均一でしかも細かい Lüders band の発生によることを明らかにした。

(3) serration 機構を明らかにするため、発生条件を検討した結果、serration をおこしはじめる前にある程度塑性変形をおこすことが必要であり、ひとつひとつの yielding はそれぞれ独立した動的歪時効過程で、各過程で1つあての Lüders band を発生する。

文 献

- 1) N. N. BREYER: Trans. ASM., 55 (1962), p. 667
- 2) E. T. STEPHENSON and M. COHEN: Trans. ASM., 54 (1961), p. 72
- 3) J. E. PAVLICK: Trans. ASM., 60 (1967), p. 194
- 4) 浅田, 福井, 渡辺: 鉄と鋼, 52(1966), p. 724
- 5) D. K. BOWEN, J. M. CAPUS and C. E. SILVERSTONE: Phil. Mag., 15 (1967), p. 1041
- 6) A. KELLY and R. B. NICHOLSON: Prog. Mat. Sci., 10 (1963), p. 151
- 7) 高村, 三浦, 山下: 水曜会誌, 16(1967), p. 395
- 8) A. W. SLEESWYK: Acta Met., 8 (1960), p. 131
- 9) W. G. JOHNSTON and J. J. GILMAN: J. Appl. Phys., 30 (1959), p. 129
- 10) M. HILLERT: Acta Met., 7 (1959), p. 653
- 11) H. W. KING and S. G. GLOVER: J. Iron Steel

- Inst., 193 (1959), p. 123
- 12) F. G. WILSON and W. S. OWEN: J. Iron Steel Inst., 203 (1965), p. 590
- 13) 田村, 芦田: 日本金属学会第59回講演大会予稿集
- 14) T. BENISZEWSKI and G. C. SMITH: Acta Met., 11 (1963), p. 165
- 15) 田村, 時実, 芦田, 土居, 南: 水曜会誌, 16 (1968), p. 450
- 16) D. G. WINCHELL and M. COHEN: Trans. ASM, 55 (1962), p. 347
- 17) 三村, 青木: Proc. Int. Conf. Strength Metal Alloy (1967), p. 908, 日本金属学会
- 18) R. A. JOHNSON: Acta Met., 13 (1965), p. 1259
- 19) W. C. LESLIE: Strengthening Mechanism, Metals and Alloys, (1966), p. 43, Syracuse Univ. Press
- 20) W. C. LESLIE and R. J. SOBER: Trans. ASM, 60 (1967), p. 459
- 21) C. S. ROBERTS, B. L. AVERBACH and M. COHEN: Trans. ASM, 45 (1953), p. 851
- 22) B. S. LEMENT, B. L. AVERBACH and M. COHEN: Trans. ASM, 46 (1954), p. 851
- 23) C. ALSTETTER: Trans. AIME, 224 (1962), p. 394
- 24) N. H. POLAKOWSKI: J. Iron Steel Inst., 195 (1957), p. 67
- 25) A. J. McEVILY, R. C. KU and T. L. JOHNSTON: Trans. AIME, 236 (1966), p. 108
- 26) C. L. MAGEE and H. W. PAXTON: Transformation Kinetics, Microplasticity and Aging of Martensite in Fe-31%Ni., Sept. 1, 1966, Metallurgy Branch, Office of Naval Research, Contract Nonr 760 (14) NRO 36-029
- 27) A. H. COTTRELL: Phil. Mag., 44 (1953), p. 829
- 28) D. J. BAILY and W. F. FLANAGAN: Acta Met., 13 (1965), p. 436
- 29) G. T. HANN: Acta Met., 10 (1962), p. 727
- 30) E. O. HALL: J. Iron Steel Inst., 170 (1952), p. 331
- 31) J. S. BLAKEMORE and E. O. HALL: J. Iron Steel Inst., 8 (1966), p. 817
- 32) S. KINOSHITA, P. J. WRAY and G. H. HORNE: Acta Met., 233 (1962), p. 1902
- 33) A. S. KEH and W. C. LESSLIE: Met. Sci. Res., 1 (1963), p. 208
- 34) W. S. OWEN and M. T. ROBERTS: Proc. Int. Conf. Strength Metals Alloys (1967), p. 911, 日本金属学会
- 35) H. J. HARDING and R. W. K. HONEYCOMBE: J. Iron Steel Inst., 196 (1966), p. 259
- 36) F. P. BULLEN: Phil. Mag., 17 (1962), p. 133
- 37) D. F. STEIN and J. R. LOW: J. Appl. phys., 31 (1960), p. 362
- 38) B. A. WILCOX and G. C. SMITH: Acta Met., 12 (1964), p. 371
- 39) J. W. EDINGTON, J. C. LINDLEY and R. E. SMALLMAN: Acta Met., 12 (1964), p. 1025