

論文

UDC 669.15'3-192 : 539.52 : 548.4

第2相粒子を含む α 鉄の低温延性と転位組織*

浜野 隆一**・津谷 和男***

Low Temperature Ductility and Dislocation Structure in α -Iron Containing Second Phase Particles

Ryuichi HAMANO and Kazuo TSUYA

Synopsis:

The relation between dislocation structures and low temperature ductility of ferritic irons containing two kinds of finely dispersed particles (ϵ -Cu and TiN) was investigated as a function of various prestraining conditions, i.e. prestraining temperature, quantity of prestrain, and annealing or strain aging after prestraining.

ϵ -Cu particles in Fe-1.83%Cu alloy were dispersed by aging for 96h at 700°C and TiN particles in Fe-0.1%Ti alloy were distributed by internal nitriding at 850°C.

Low temperature ductility (77 K) of aged Fe-Cu alloy increased about 3 times by 3% prestrain at room temperature and by prestrain up to 12% at 153 K followed by 2.5% strain at room temperature. The ductility, however, did not increase when the alloy was annealed for 1 h at 700°C or was strain aged for 20 min at 150°C after prestraining at room temperature. No change in low temperature ductility of ferritic iron containing TiN particles was observed after prestraining at room temperature.

In the ferritic iron with good ductility at low temperature such as internally nitrided Fe-Ti alloy or Fe-Cu alloy prestrained about 3% at room temperature, dislocation structures were found to be composed of tangles around particles or cell connecting particles.

1. 緒 言

一般に, b. c. c. 鉄の延性・靱性は 1) 冷間加工後回復処理によつて安定なサブストラクチャを作るか, 2) 冷間加工によつて結晶粒の大きさ, 形状を変化させることによつて改善される. ROBERTSら¹⁾によれば, Fe を 75% 冷間加工し, 600~900°F の回復処理を加えると遷移温度が再結晶鉄の場合よりも低下する. また, JELLISONら²⁾は 90% 冷間加工後, 回復処理によつて Fe-V の低温延性が改善されると報告している. 一方, RACKS³⁾は冷間線引き ($\epsilon=2\sim6$) のみで, Fe-Ti 合金の低温延性が改善できると報告している.

著者らは, 前報⁴⁾で Fe-Cu 合金を供試材とし, 第2相粒子を含む場合には, 上記のような強度の冷間加工を施すことなく, 室温でわずかなひずみを与えることによつて, 低温延性が改善されることを報告した. これは, 第2相粒子が存在すると, 室温予ひずみ付与が b. c. c.

鉄の低温変形に特有の転位組織を変化させることに関連していると推論した.

本研究では, 第2相粒子 (ϵ -Cu および TiN) を含む α -鉄の低温延性と転位組織の関係を明らかにするために, Fe-1.83%Cu 合金の時効材と内部窒化した Fe-0.1%Ti 合金に種々の予ひずみを与え, ただちに, 77K で引張試験を行ない, 低温延性と予ひずみの関係を検討した結果を報告する.

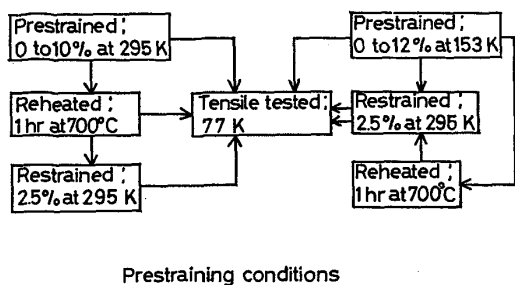
2. 実験方法

Fe-Cu 合金は電解鉄と無酸素銅を, Fe-Ti 合金は電解鉄と Ti-合金 (Fe 30%, Ti 70%) を高周波真空溶解炉で 17 kg 溶解し, それぞれ 1080°C $\times$ 2h および 1200°C $\times$ 30 min の加熱後, 熱間鍛造・圧延および冷間圧延を行ない, 1.2 mm 厚みの板とした. 供試材の化学組成は, Fe-Cu 合金; 1.83%Cu, 0.01%Mn, 0.002%Si, 0.005%S, 0.01%C, 残り Fe, Fe-Ti 合金; 0.10

* 昭和 52 年 10 月 14 日受付 (Received Oct. 14, 1977)

** 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)



Prestraining conditions

Fig. 1. Schematic diagram for various prestraining conditions.

%Ti, 0.001%Mn, 0.001%Si, 0.005%C 残り鉄である。冷延板から平行部の長さ 30 mm, 幅 4.0 mm, 厚さ 1.0 mm の引張試験片を採取した。

つぎに, Fe-Cu 合金については, 700°C に加熱した精製水素中で脱炭処理を行ない, 炭素量を 50ppm に調製した。脱炭処理後, Fe-Cu 合金の引張試験片を 840°C × 4 h の溶体化処理後 700°C で 0.5 h, 1 h, 25 h, 96 h および 200 h の時効を行ない, ε-Cu 粒子を析出させた。Fe-Ti 合金については, 前報⁵⁾で示した方法で, Fe-Ti 合金を水素とアンモニアの混合ガス中で内部窒化を行ない, 最終的に 850°C × 48 h の焼鈍をして TiN を分散させた。

地鉄中に, 第2相粒子 (ε-Cu および TiN) を分散させてから, 予ひずみを $3.3 \times 10^{-4} \text{ sec}^{-1}$ のひずみ速度で室温および 153 K で Fig. 1 に示すように与えた。予ひずみを与えた後, インストロン型引張試験機を用い, 主として, $3.3 \times 10^{-4} \text{ sec}^{-1}$ のひずみ速度, 77 K で引張試験を行なった。また, 一部, 3.3×10^{-5} , 3.3×10^{-3} , 3.3×10^{-2} および $1.6 \times 10^{-1} \text{ sec}^{-1}$ のひずみ速度で引張試験を行なった。

第2相粒子の分布および変形後の転位組織を 150kV 電子顕微鏡を用いて観察した。

3. 実験結果

Fig. 2 は溶体化処理後 700°C で過時効 (0.5, 1, 25, 96 および 200 h)⁶⁾ した Fe-Cu 合金に室温で 3 および 17% の予ひずみを与え, ただちに 77 K の引張試験で得られた全伸びと, 予ひずみを与えずに得られた全伸びとの差を示す。溶体化材の場合には, 3 および 17% の予ひずみ付与により, それぞれ約 4 および 17% 減少する。一方, 時効材の場合には, 予ひずみを与えると伸びは増加し, 25 h 時効材ではほぼ一定となる。予ひずみが 3% の場合の方が 17% の場合よりも低温延性の増加が大きい。

Fig. 3 は Fe-Cu 合金の時効材 (700°C × 96 h) に室温

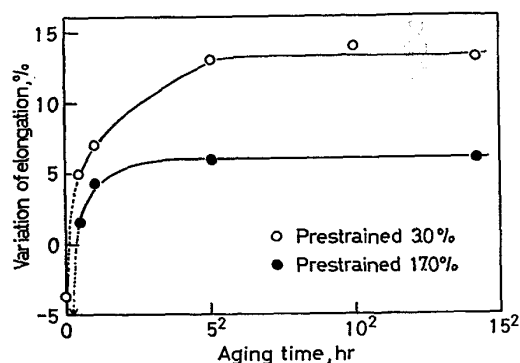


Fig. 2. Effect of 3.0% and 17.0% of prestrain at room temperature on elongation at 77 K of Fe-1.83%Cu alloy under different aging conditions.

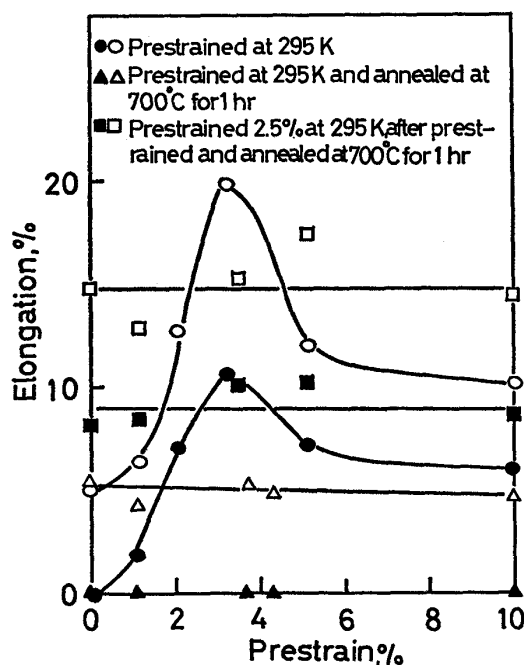


Fig. 3. Effect of various prestraining conditions at room temperature on elongation at 77 K of Fe-1.83%Cu alloy aged for 96 h at 700°C. Open marks: total elongation. Solid marks: uniform elongation.

予ひずみを Fig. 1 にしたがって与えた場合の 77 K における低温延性と予ひずみ量との関係を示す。室温予ひずみを与え, ただちに, 77 K で引張試験を行なうと, 供試材の低温延性は増加し, 約 3% の予ひずみで最大となる。また, 供試材に室温で予ひずみを与えてから, 700°C で 1 h 焼鈍すると, 供試材の低温延性は予ひずみを与えない場合にほぼ一致し, 室温予ひずみの延性改善効果は消失する。つぎに, 室温予ひずみ付与後, 700°C × 1 h 再加熱した供試材に, 再び, 室温で 2.5% の予ひずみを与えると, 低温延性が増加する。その増加量

は再加熱前の室温予ひずみ量には無関係で2.5%の室温予ひずみ付与後直ちに試験した場合の低温延性とほぼ同一の値を示した。

Fig. 4はFe-Cu合金の時効材(700°C×96h)に153Kで予ひずみをFig. 1にしたがつて与えた場合の77Kにおける低温延性と予ひずみ量との関係を示す。153Kの予ひずみ後、ただちに、77Kで引張試験を行なうと、予ひずみの増加とともに全伸び(破断伸び)、一様伸び(最大荷量までの伸び)ともに増加するが、その増加量は少ない。つぎに、153Kで予ひずみを与えてからさらに室温で2.5%の変形を行ない、ただちに、77Kで引張試験を行なう場合には、153Kでの予ひずみの場合に比べて、供試材の低温延性の増加が大きい。その増加量は室温で2.5%の予ひずみのみを与えた場合に近い値を示す。153Kで予ひずみを与え、700°C×1hの焼鈍をしてから室温で2.5%の予ひずみを与えた場合は室温で2.5%の予ひずみのみを与えた場合にほぼ一致する。

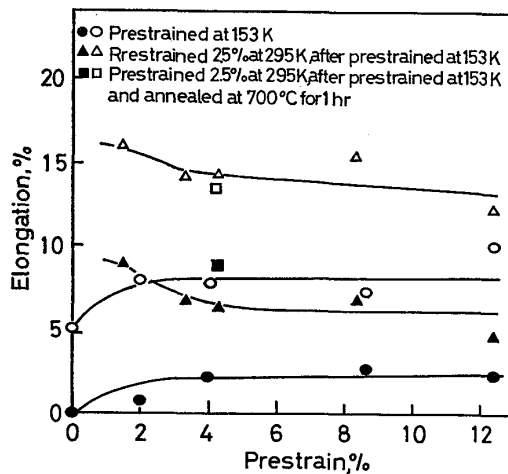


Fig. 4. Effect of various prestraining conditions at 153K on elongation at 77K of Fe-1.83% Cu alloy aged for 96 h at 700°C. Open marks : total elongation. Solid marks : uniform elongation.

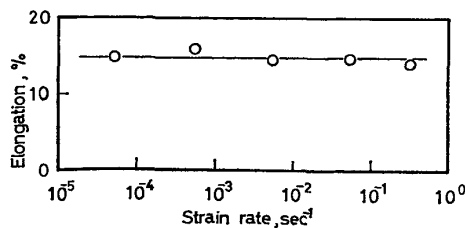


Fig. 5. Effect of strain rates on elongation at 77K of Fe-1.83% Cu alloy strained 3.0% at room temperature, after aged for 96 h at 700°C.

Fig. 5はFe-Cu合金の時効材(700°C×96h)に室温で2.5%の予ひずみを与え、ただちに、77Kで種々のひずみ速度($3.3 \times 10^{-5} \sim 1.7 \times 10^{-1} \text{ sec}^{-1}$)で引張試験した場合の全伸びとひずみ速度の関係を示す。室温予ひずみの低温延性改善効果は77Kのひずみ速度にほとんど依存しないと考えられる。

Fig. 6はFe-Cu合金の時効材(700°C×96h)に室温で予ひずみを与えた後、150°C×20minの加熱をしてから77Kで引張試験した場合の延性におよぼすひずみ時効の影響を示す。室温予ひずみの低温延性改善効果(点線)はひずみ時効処理によって消失する。

Fig. 7は77Kの低温延性におよぼす結晶粒度の影響をFe, Fe-Cu合金の溶体化処理材および時効材, Fe-

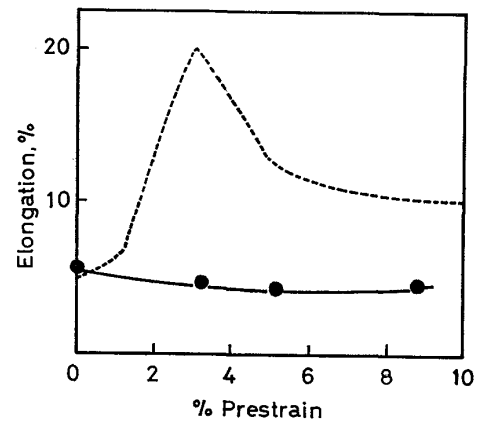


Fig. 6. Effect of strain aging (150°C × 20 min) on elongation at 77K of Fe-1.83% Cu alloy strained 2.5% at room temperature, after aged for 96 h at 700°C. Dotted line : not strain aged.

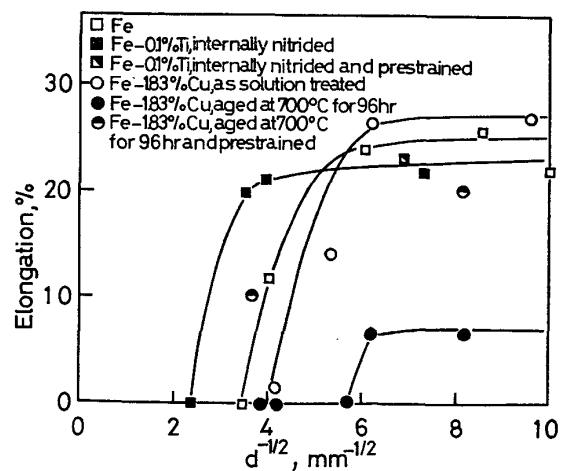


Fig. 7. Grain size dependence of elongation at 77K for Fe, internally nitrided Fe-0.1% Ti alloy, and Fe-1.83% Cu alloy. Some of these alloys were prestrained 3.0% at room temperature.

Ti 合金の $850^{\circ}\text{C} \times 48\text{ h}$ 処理材に室温で 3.0% の予ひずみを与えた場合と与えない場合⁶⁾ について示す. 結晶粒度 ($d^{-1/2}$) が 8.1 および $3.6\text{ mm}^{-1/2}$ の Fe-Cu 合金の時効材に室温予ひずみを付与すると低温延性が増加する. したがって, 結晶粒度とともに減少する Fe-Cu 合金時効材の低温延性は室温予ひずみの付与により改善さ

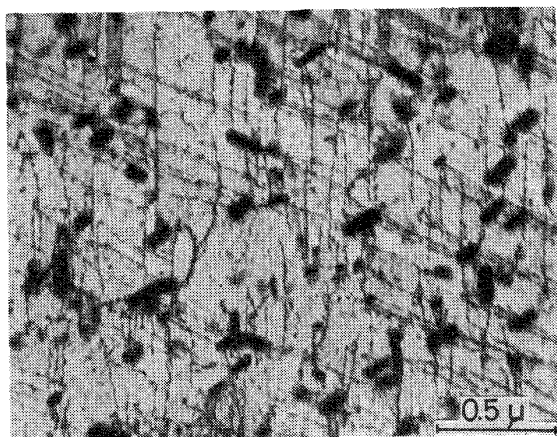


Photo. 1. Transmission electron micrograph of Fe-1.83%Cu alloy strained 5.0% at 77K after aged for 96 h at 700°C .

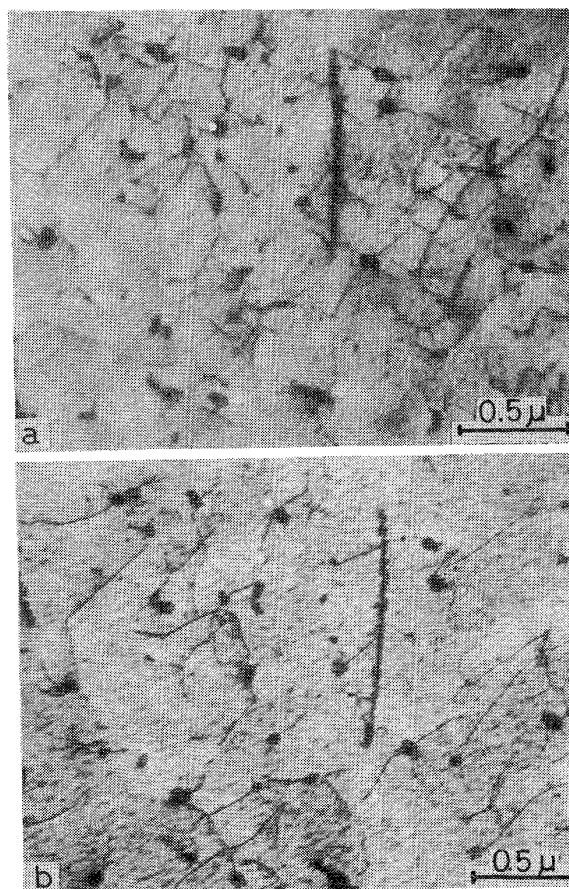


Photo. 2. Transmission electron micrographs of Fe-0.1%Ti alloy strained about 1.0% at 77K after internally nitrided. Foil plane $= 111$. (a) $g = 11\bar{2}$, (b) $g = 01\bar{1}$

れると考えられる. TiN 粒子を含む Fe-Ti 合金の場合, 室温予ひずみを与えても 77K の延性は増加しない.

予ひずみを与えずに 77K で 5% 変形した Fe-Cu 合金の時効材 ($700^{\circ}\text{C} \times 96\text{ h}$) の変形組織を Photo. 1 に示す. 前報⁶⁾ で示したように, 77K では, 変形は比較的まっすぐならせん転位の運動により行なわれ, ϵ -Cu 粒子は運動転位の強い抵抗になつていないように思われる. TiN 分散粒子を含む Fe-Ti 合金の場合には Photo. 2 に示すように, TiN 粒子はらせん転位の運動に対して大きな障害物として働き, らせん転位は大きくわん曲して TiN 粒子を通りぬける. そして, 刃状転位のディポールを作り, TiN 粒子のまわりに転位がタングルする傾向を示す.

Photo. 3 は Fe-Cu 合金の時効材 ($700^{\circ}\text{C} \times 96\text{ h}$) を室温で 5% 変形した場合の転位組織を示す. 室温では ϵ -Cu 粒子は転位の強い障害物として働き, 転位は ϵ -Cu 粒子のまわりにタングルし, ϵ -Cu 粒子を結び合うようにセル状組織を作っている.

Fe-Cu 合金の時効材 ($700^{\circ}\text{C} \times 96\text{ h}$) に室温で 2.4% の予ひずみを与え, 77K で約 5% 変形した場合の転位組織を Photo. 4 (a) に示す. 予ひずみを与えない場合の転位組織 (Photo. 1) と異なり, 転位は ϵ -Cu 粒子のまわりでタングルし, ϵ -Cu 粒子を結ぶようにセル状組織を形成している. Photo. 4 (b) は Fe-Cu 合金の時効材 ($700^{\circ}\text{C} \times 96\text{ h}$) に室温で 2.4% の予ひずみを与えてから, $700^{\circ}\text{C} \times 1\text{ h}$ の加熱をし, 77K で 5% 変形した場合の組織を示す. 700°C の加熱処理により, Photo. 4 (a) に見られる転位組織が消失する.

一方, TiN 粒子を含む Fe-Ti 合金を 77K で 5% 変

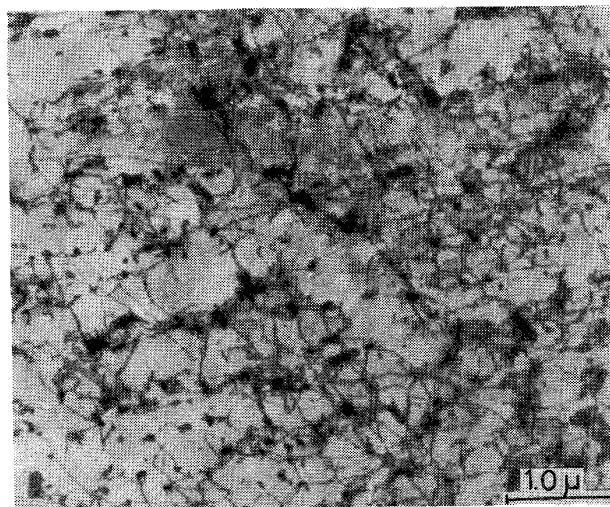


Photo. 3. Transmission electron micrograph of Fe-1.83%Cu alloy strained 5.0% at room temperature, after aged for 96 h at 700°C .

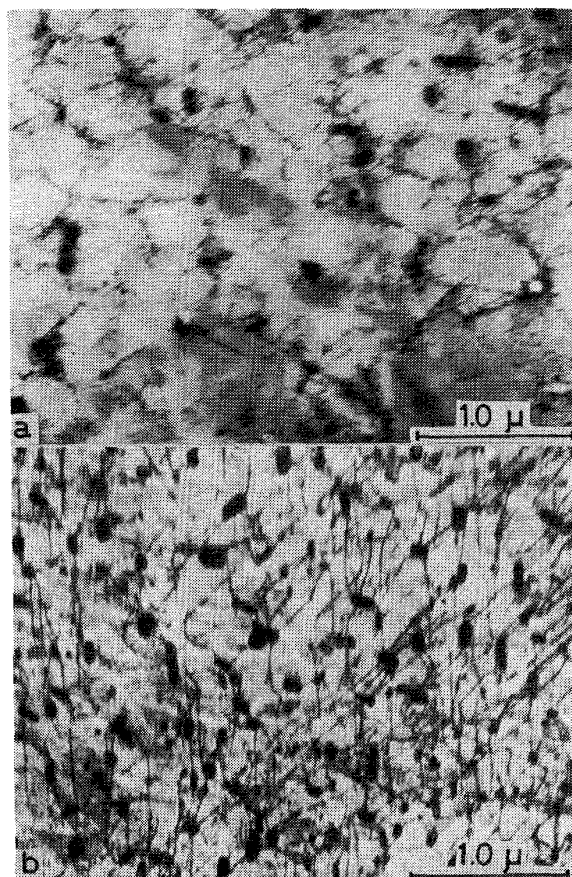


Photo. 4. Transmission electron micrographs of Fe-1.83%Cu alloy aged for 96 h at 700°C, (a) strained 5.0% at 77K after prestrained 2.4% at room temperature, (b) strained 5.0% at 77K after strained 2.4% at room temperature and annealed for 1 h at 700°C.

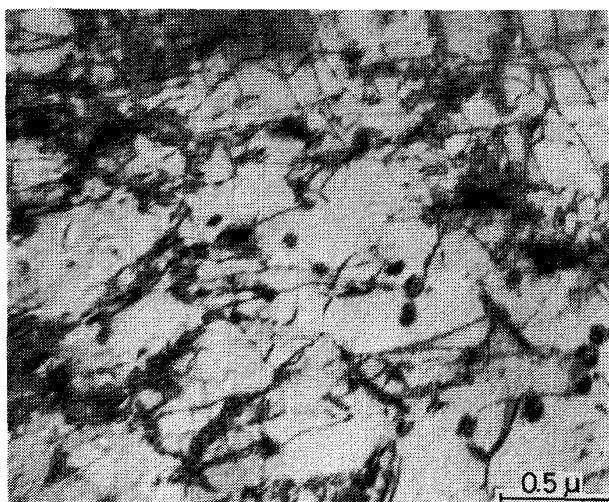


Photo. 5. Transmission electron micrograph of Fe-0.1%Ti alloy strained 5.0% at 77K, after internal nitriding.

形すると, Photo. 5に見られるように直線的ならせん転位以外に, TiN 粒子のまわりにタングルした転位, TiN

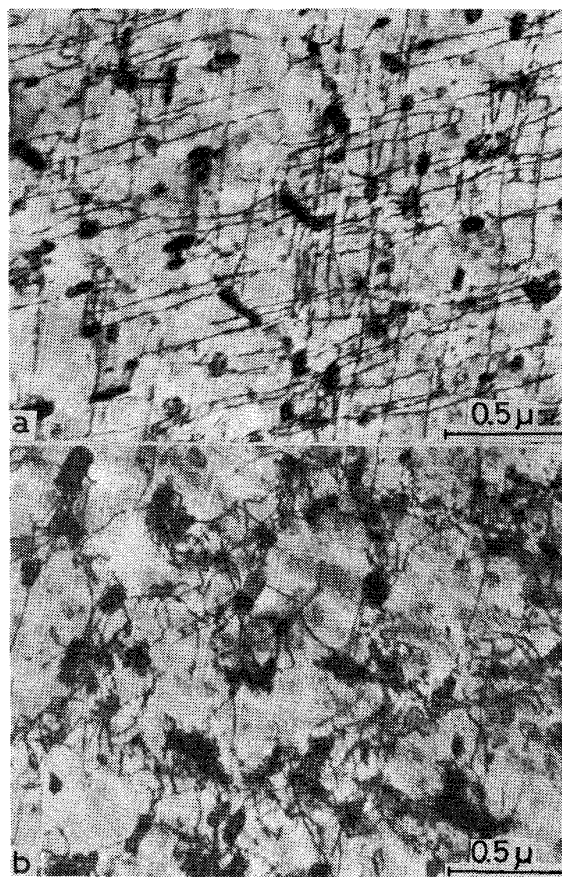


Photo. 6. Transmission electron micrographs of Fe-1.83%Cu alloy aged for 96 h at 700°C, (a) strained 4.0% at 153K, (b) strained 2.5% at room temperature after strained 4.0% at 153K.

粒子をとりこむようにしたセル状組織が認められる。

Photo. 6 は Fe-Cu 合金の時効材 (700°C × 96 h) に 153K で 4% 変形した場合, および, 153K で 4% 変形後, さらに室温で 2.5% 変形した場合の転位組織である. 153K で変形した場合の転位組織 (Photo. 6 (a)) は, 主として, まつすぐならせん転位よりなり, 77K で変形した場合の組織 (Photo. 1) に類似している. しかし, 153K で変形後, 室温で 2.5% 変形すると, Photo. 6 (b)に示すように, 直線的ならせん転位は消失し, 非ならせん成分を含む転位配列に変化し, 室温のみで変形した場合の転位組織 (Photo. 3) に類似する.

Photo. 7 は Fe-Cu 合金の時効材 (700°C × 96 h) を 153K で 4% 変形後, 77K で 2% 変形した場合の転位配列を示す. この転位組織は予ひずみを与えずに 77K で変形した場合の組織 Photo. 1 に類似している.

Photo. 8 は Fe-Cu 合金の時効材 (700°C × 96 h) を (a) 77K で引張変形した場合の破断部近傍の表面および (b) 3% の室温予ひずみの付与後, ただちに, 77K で 5% 変形した場合の平行部表面の光学顕微鏡組織を

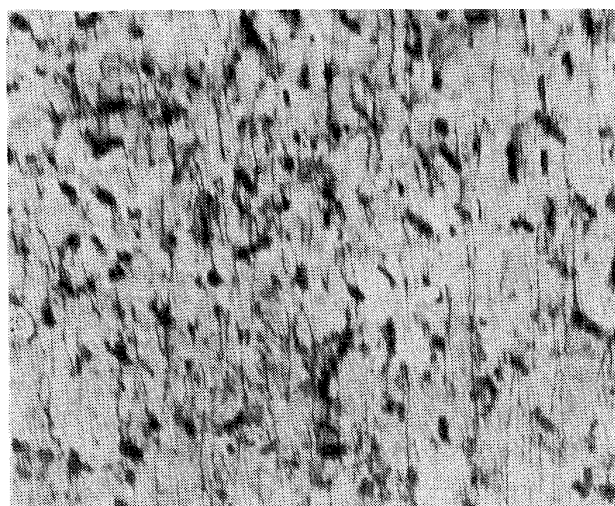


Photo. 7. Transmission electron micrograph of Fe-1.83%Cu alloy aged for 96 h at 700°C, and strained 5.0% at 77K after prestrained 4.0% at 153K.

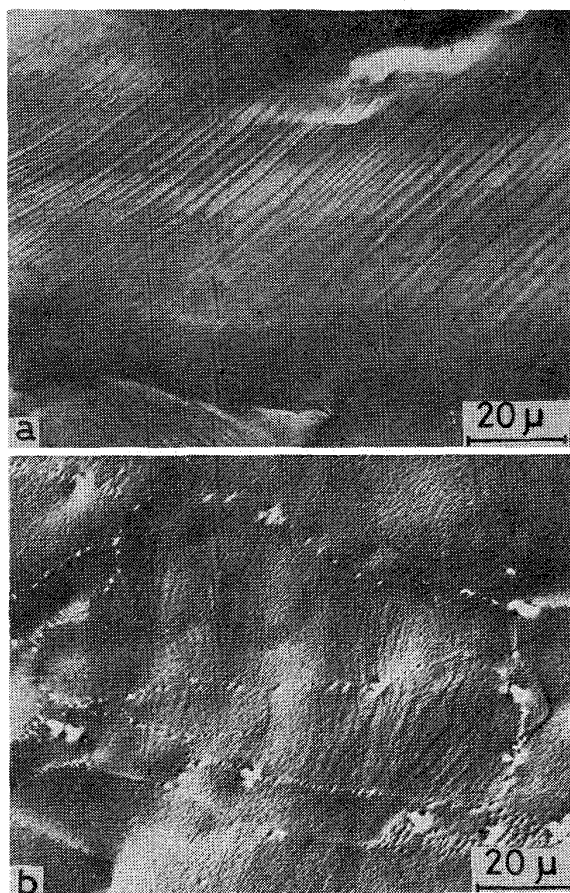


Photo. 8. Optical micrographs of Fe-1.83%Cu alloy aged for 96 h at 700°C, (a) fractured at 77K without prestrain, (b) strained 5.0% at 77K after prestrained 3.0% at room temperature. (a) and (b) show planar and wavy slip bands, respectively.

示す。室温予ひずみを与えない場合は主として、直線的なすべり帯が認められる。室温予ひずみを付与すると、波状 (wavy) のすべり帯が認められ、室温予ひずみの付与は供試材の交差すべり変形を容易にすると考えられる。

4. 考 察

第2相粒子 (ϵ -Cu および TiN) を含む α -鉄に Fig. 1 に示す条件で予ひずみを与え、77K で引張試験を行なった結果、供試材の低温延性と予ひずみ条件の間に次の関係のあることがわかった。すなわち、1) Fe-Cu 合金の時効材 (700°C $\times$ 96 h) について、153K の予ひずみ付与は低温延性をあまり増加させないが、室温で予ひずみ (約 3%) を与えるか、153K の予ひずみ後、室温で再変形 (2.5%) すると低温延性は増加する。室温予ひずみの低温延性改善効果はひずみ時効 (150°C $\times$ 20 min) または 700°C $\times$ 1 h の加熱処理によって消失する。しかし、700°C $\times$ 1 h の加熱後、再び、室温予ひずみを与えると低温延性は増加する。2) TiN 粒子を分散した Fe-Ti 合金の場合、室温予ひずみ付与により低温延性は変化しない。

以上のことから、Fe-Cu 合金の時効材の低温延性は77K の引張変形前のひずみ履歴に依存するものと考えられる。前報⁶⁾で報告したように、予ひずみを与えずに、Fe-Cu 合金の時効材を77K で約 5% 変形した場合、供試材の転位組織は主として直線的ならせん転位からなっている。そして、Fig. 2 に示すように、予ひずみを与えない場合の延性は低い。この時効材に、室温で約 3% の予ひずみを与えると、低温延性が改善される。本供試材を77K で 5% 変形した場合、前述の直線的ならせん転位の代りに、 ϵ -Cu 粒子のまわりにタングルした非ならせん成分を多く含む転位組織に変化しているのが認められる (Photo. 4)。前述のように、室温予ひずみの低温延性改善効果は可逆的であることから、室温予ひずみにより与えられる転位組織が Fe-Cu 合金時効材の低温延性と密接に関係していると考えられる。

このタングルした転位の組織は低温延性を改善する予ひずみ条件下では共通に認められる現象である。すなわち、Fe-Cu 合金の時効材に153K で予ひずみを与えた場合、前述のように77K の低温延性はほとんど改善されず、この際の転位組織は主として直線的ならせん転位からなっている (Photo. 6)。しかしながら、153K で予ひずみを付与後室温で再変形を行ない、直線的な転位配列を非ならせん成分を多く含む ϵ -Cu 粒子のまわりにタングルした転位組織に変化させると、低温延性が増加す

る。

一方、TiN 粒子を分散した Fe-Ti 合金の場合、室温予ひずみを与えても 77K の低温延性は増加しない。本供試材に予ひずみを与えずに 77K で変形させた場合、TiN 粒子は転位によつて変形しないので、Photo. 2 に示すように、転位は TiN 粒子のまわりからはりだし、交差すべりをし、刃状成分のダイポールを作り、セル状の転位組織が作られる。このように、Fe-Ti 合金の場合、77K の引張変形中に、TiN 粒子が、室温予ひずみを与えられた Fe-Cu 合金の時効材と類似の転位組織を作る。その結果、Fe-Ti 合金では、低温延性におよぼす室温予ひずみの効果が認められなかったものと考えられる。

b. c. c 鉄の場合、変形中にセル状組織が作られるのは、変形温度が比較的高い場合に認められる現象である。このセル状の転位組織が作られるためには、変形にあずかるすべり転位が交差すべりをする必要がある。

前報⁶⁾で、77K で、TiN 粒子はらせん転位の交差すべりを容易にすることを示した。TiN 粒子による鉄の低温延性の改善効果はらせん転位の交差すべりと密接に関係していることは明らかである。

変形温度が 77K の場合、 α -Fe のすべり転位は交差すべりを起こしにくく、塑性変形は直線的ならせん転位の運動によると考えられる。Fe-Cu 合金の時効材を 77K で変形する場合、基地鉄よりも剛性率の小さな ϵ -Cu 粒子は転位によつて切断されると考えられる⁶⁾。析出粒子が転位の通過に際し切断されと、HARKNESS⁸⁾らおよび LÜTJERING⁹⁾らが指摘しているように、後続転位のすべり面上での抵抗が弱められ、その結果、変形が不均一になり、延性が低下する傾向を示すと考えられる。予ひずみ温度が 153K の場合、予ひずみ付与により導入される転位は主として直線的ならせん転位であり、77K の変形温度では、このらせん転位は交差すべりを起こしにくいため ϵ -Cu 粒子を切断し、予ひずみ付与による低温延性改善効果が認められないものと考えられる。一方、室温予ひずみを与えるか、または、153K で変形後室温で再び予ひずみを与えた場合の転位組織は前述の直線的な転位の組織と異なり、TiN 粒子の分散した Fe-Ti 合金に認められる転位組織と類似していることから、Fe-Cu 合金の時効材の低温延性の増加は、室温予ひずみにより作られる転位組織が 77K の変形中の転位の交差すべりを容易にすることによると推定される (Photo. 8)。室温予ひずみ付与が 77K での変転位の交差すべりを促進する理由として、(1) 室温予ひずみ付与により、 ϵ -Cu 粒子のまわりに転位がタングルし、 ϵ -Cu 粒

子の見掛け上の強度を高めることによるのか (2) 予ひずみの転位自体が交差すべりをする事によるのかは現段階では明らかでない。しかしながら、室温予ひずみの付与後予ひずみ時効処理 (150°C × 20 min) を行なうと、供試材の低温延性が予ひずみを与えない場合とほぼ同一の値を示す (Fig. 6) ことは第2項の因子がより有効に作用しているものと考えられる。

5. 結 論

第2相粒子 (ϵ -Cu および TiN) を含む鉄の低温延性と転位組織の関係を種々の予ひずみ条件 (予ひずみ温度、予ひずみ量、予ひずみ後の熱処理) で検討した。

ϵ -Cu 粒子は Fe-1.83%Cu 合金を溶体化処理後 700°C × 96 h 時効することにより、また、TiN 粒子は Fe-0.1%Ti 合金を 850°C で内部窒化することにより得た。得られた結果をまとめると、

1) Fe-Cu 合金の時効材に室温で予ひずみ (約 3%) を与えるか、153K で予ひずみ (0~12%) を与えた後室温で再変形 (2.5%) すると 77K の低温延性は増加する。しかし、(イ) 153K で予ひずみを与えるか、または (ロ) 室温で予ひずみを与えた後に 700°C で加熱するか予ひずみ時効 (150°C × 20 min) すると低温延性は増加しない。

2) TiN を分散した Fe に室温で予ひずみ (約 3%) を与えても 77K の延性は変わらない。

3) TiN を含む鉄または予ひずみにより低温延性が増加する Fe-Cu 合金の時効材の場合、転位は第2相粒子のまわりでタングルし、そして、セル状組織の形成が認められる。

終りに、本研究に関し、有益な討論をいただいた非鉄材料研究部池田省三博士、川崎要蔵氏に深く感謝いたします。

文 献

- 1) M. J. ROBERTS and W. JOLLEY: Met. Trans., 1 (1970), p. 1389
- 2) J. L. JELLISON and N. S. STOLLOF: Mater. Sci. Eng., 12 (1973), p. 35
- 3) H. J. RACK: ibid, 9 (1972), p. 175
- 4) 浜野隆一、津谷和男: 投稿中
- 5) 浜野隆一、津谷和男: 鉄と鋼, 58 (1972), p. 1415
- 6) 浜野隆一、津谷和男: 鉄と鋼, 64 (1978), p. 105
- 7) 池田省三: J. Phys. Soc. Japan, 27 (1969), p. 1564
- 8) S. D. HARKNESS and J. J. HREN: Met. Trans., 1 (1970), p. 43
- 9) G. LÜTJERING and E. HORNBÖGEN: Z. Metallkunde., 59 (1968), p. 29