

た。図のように、繰返し数依存型き裂伝播の下限界の存在のため、下限界領域では時間依存型き裂伝播が現れる。このことより、応力拡大係数範囲 ΔK あるいは J 積分範囲 ΔJ_I が疲労き裂伝播の下限界値より低い値であつても、時間依存型成分の存在により、たとえ遅くはあつてもき裂は伝播することになる。したがつて、時間が経過すると ΔK (または ΔJ_I) がそれらの下限界値を上回り (たとえば図中 B 点)、このため比較的急速な繰返し数依存型き裂伝播が現れると予想される。このように、高温クリープ条件下では時間依存型き裂伝播速度成分の存在によりき裂伝播が生じる。このため下限界が事実上消失し、これがその後の急激なき裂伝播の引金となる可能性がある。したがつて、クリープ条件下では時間依存型き裂伝播の寄与を評価しておく必要があるものと考えられる。

“鉄鋼中の水素同位体の固溶状態と拡散係数”に関する研究報告

羽木 秀樹 (九州大学工学部)

本研究では (1) 純鉄中における水素同位体 (水素, 重水素, トリチウム) の拡散係数の測定, (2) 純鉄中の水素同位体の拡散挙動に影響を与える格子欠陥の決定, (3) その格子欠陥と水素同位体との結合エネルギーを求めること, (4) 純鉄中の水素同位体の拡散係数に対する侵入型不純物の影響を調べること, (5) 純鉄と炭素鋼における電解水素吸収による微小クラックの発生過程の解明を行つた。

(1) は、電気化学的透過法によつて測定が行われた。硫酸水溶液、重硫酸重水溶液、硫酸トリチウム水溶液を用いて測定された十分に焼鈍した純鉄中の水素と重水素の拡散係数の温度依存性は、 $D_H(m^2/s) = ((0.6-2.1) \times 10^{-7}) \exp(-(4.9-8.0) (kJ/mol)/RT)$, $D_D(m^2/s) = ((0.5-1.9) \times 10^{-7}) \exp(-(5.6-9.0) (kJ/mol)/RT)$ で表され、286 K におけるトリチウムの拡散係数は $D_T = 9 \times 10^{-10} m^2/s$ であつた。冷間加工した場合には、それらの温度依存性は単一のアレニウス式では表すことができない。284 K における 9% 冷間加工試料では $D_H = 4 \times 10^{-9} m^2/s$, $D_D = 2 \times 10^{-10} m^2/s$, $D_T = 3 \times 10^{-10} m^2/s$ であつた。これらの拡散係数における同位元素依存性は、焼鈍試料では $D_H > D_D > D_T$ であり、従来他の bcc 金属で知られている順序と一致する。しかし冷間加工試料ではその順序と異なる。この原因については今後検討する。

さらにアルコール溶液を用いた電気化学的透過法によつて 273 K 以下での測定を行つた。このような低温では、高温で焼鈍した試料であつても、拡散係数の測定値は格子欠陥の影響を受けて高温での測定値からの外挿値

よりも小さくなる。

(2) においては、種々の冷間加工と熱処理を施した鉄試料中の水素と重水素の拡散係数を電気化学的透過法によつて測定した。冷間加工によつてこれらの拡散係数は著しく減少し、再結晶温度以上での熱処理によつて回復することから、これらの拡散係数に最も大きな影響を持つ格子欠陥は、転位であることがわかつた。拡散係数の温度依存性をトラップモデルで解析してトラップサイトの数を算出し、転位密度の実測値と比較したところ、これらは比例することが確かめられた。

(3) においては、水素と重水素の拡散係数の温度依存性をトラップモデルで解析して、格子欠陥 (転位) との結合エネルギーを算出するとともに、従来報告されているその値を検討した。その結果、結合エネルギーは水素と重水素とで同じ値であり、約 27 kJ/mol であることがわかつた。また転位のトラップ効果に対する同位元素効果はないことがわかつた。

(4) では、侵入型不純物量の異なる鉄試料を冷間加工した後、種々の熱処理を施して、水素の拡散係数の変化を調べた。転位密度の小さな試料では、従来報告されている高純度鉄中での値とほぼ同じであり、転位の影響を受けていない水素の拡散係数に対しては、侵入型不純物の影響は認められなかつた。しかし侵入型不純物量の多い試料では、冷間加工後侵入型不純物の拡散の起こる温度に長時間放置すると、転位密度が変化しなくても水素の拡散係数はわずかに回復する。このことから、転位のトラップ効果は侵入型不純物によつて弱められることがわかつた。

(5) においては、純鉄および組織の異なる各種の炭素鋼にカソード電解法で水素を吸収させた場合に認められる微小クラックの発生過程を、試料の透過電顕観察、走査電顕観察、アコースティックエミッションの検出、水素吸収量の測定などから次のように推定した: (i) 水素のトラップ位置である析出物界面や結晶粒界に偏析した水素が析出して、大きな内部応力を発生し、転位を放出する。(ii) この内部応力は長範囲にはおよばないので、転位の運動は短範囲に限られる。(iii) 発生した転位は発生源の近傍で面状に集積して、その転位が転位壁を形成し、そこに水素が偏析する。(iv) 転位壁に偏析した水素の析出による内部応力の発生によつて、転位壁の場所に微小クラックが生じる。

高純度鉄の変形および破壊に対する極微量酸素の影響

丸山 公一 (東北大学工学部)

目的: 侵入型元素が鉄の機械的性質に大きな影響を及

ばすことは広く知られている。炭素と窒素は水素中焼鈍で容易に取り除くことができ、その影響は詳細に調べられてきた。しかし、酸素は必ずしも容易には取り除かれないため、酸素の影響に関しては十分な研究はなされていない。本研究では水素中で帯溶解して酸素を取り除いた試料と酸素を含む試料の挙動を比較することにより、侵入型元素、特に酸素が鉄の機械的性質にどのような影響を及ぼすかを調べた。

試料：本研究で用いた素材は、公称 99.9% の MRC 社製 VP 鉄と、Johnson-Matthey 社製公称 99.99% の鉄である。試料の処理方法などを以下の表に示す。

試料	素 材	水 素 中 帯 溶 融	焼 鈍	RRR	濃 度 (at. ppm) C N O		
1	MRC-VP	な し	真 空 中	—	30	56	(>120)
2	MRC-VP	な し	水 素 中	30	(2.6)	(2.3)	120
3	MRC-VP	> 3 回	水 素 中	100	2.6	2.3	3.5
4	J-M	5 回	水 素 中	960	(2.6)	(2.3)	(3.5)

帯溶解は水素プラズマ中で行った。濃度は放射化分析による値で、カッコ内のものは他の試料の測定値からの予想値である。試料 1 はすべての侵入型元素を含み、試料 2 は酸素のみを含んでいる。試料 3 と 4 はいずれも極低濃度の侵入型元素しか含まないが、残留抵抗比 RRR の値からすると、試料 4 は 3 より 1 桁少ない置換型不純物を含んでいる。

結果：本研究によつて、以下のことが明らかになった。

A) 非熱活性化応力

鉄の降伏応力は温度の上昇と共に低下し、室温付近で温度依存性を示さなくなる。この応力レベルすなわち非熱活性化応力は転位に対する障害物の数が少ないほど低くなる。水素中で帯溶解鉄の非熱活性化応力は、真空中帯溶解した高純度鉄 (RRR > 5 000 ではあるが、酸素を含むと考えられる) の報告値の半分しかない。この結果は、水素中で帯溶解した鉄の方が、転位運動の障害物の数が少ないことを示しており、これは水素中で帯溶解することにより、有効に酸素が取り除かれたためと考えられる。

B) 降伏応力の温度依存性

鉄の低温における降伏応力の温度依存性の特徴として、200-300 K に“こぶ”があることが真空中帯溶解した高純度鉄を用いた実験で報告されている。水素中で帯溶解鉄の降伏応力は RRR によらない。また 180 K 以下では真空中帯溶解高純度鉄の値とも一致する。しかし、180 K 以上では差異が見られ、水素中で帯溶解鉄には“こぶ”は見られない。このことは、真空中で帯溶解した高純度鉄で見られたこぶが酸素の存在と関係している可能性を示唆する。

C) 低温での粒界破壊

すべての侵入型不純物を含む試料 1 では、炭素による粒界強化のために、大きな延性を示す。これに対して酸素のみを含み、炭素が取り除かれた試料 2 は、脆く粒界

破壊する。しかし、更に酸素も取り除いた試料 3、4 では、延性が回復し 100% の断面収縮を示す試料も見られるようになる。従つて、酸素は重要な粒界脆化元素であると考えられる。

D) 中間温度域での繰返し硬化

鉄鋼材料を中間温度域 (300°C 付近) で低サイクル疲労 (歪み制御) すると大きな繰返し硬化を示し、破断繰返し数の低下を引き起こす。これは侵入型元素による動的歪み時効のためである。炭素と窒素を取り除いた試料 2 では、まだ動的歪み時効現象が見られる。しかし酸素も取り除くと、侵入型元素による動的歪み時効はまったく消失する。このことは、炭素や窒素と同様に酸素も動的歪み時効に寄与することを示している。

F) 再結晶

水素中で帯溶解した試料 3 と 4 では、酸化物粒子を含まない清浄な材料となる。このような材料では、試料 2 に比べて、再結晶温度の低下が見られた。また、粒成長速度も増大した。これらの結果から、微量の残留酸素のためにできる微細な酸化物粒子が再結晶に大きな影響を及ぼしていることがわかる。ただし、粒成長は試料 3 より 4 の方が大きく、置換型不純物の粒界移動に対する抵抗も無視できない。

以上の結果から、数 10 at. ppm 程度の酸素の存在は、鉄の機械的性質に大きな影響を及ぼすこと、および、その酸素を取り除くと鉄の機械的性質が大きく変化することが結論された。

気-液混相系を含む高温融体中における超音波の挙動

石垣 政裕 (東北大学選鉱製錬研究所)

製錬過程にある熔融金属の内部を直接観察することは製錬プロセスの制御あるいは反応解析上極めて多くの情報をもたらす得る。

特に、熔融金属中にガスまたは粉体を吹き込むインジェクションメタラジの技術には吹き込まれたガスや粉体の動的状態の解明が不可欠である。このためには、より適切なプローブ、センサーの適用、新しい実験方法の検討が必要である。

本研究はこのような内部観察に超音波パルス法を適用でき、しかも定量的測定も同時に行い得る可能性があるという観点から、必要な基礎的実験を行い、その適用の可能性について考察を行った。

実験は以下の三点について行った。

(1) 単一超音波プローブを用いて水、液体金属 (水銀)、熔融金属 (鉛) 内に吹き込まれる気体の分散の挙動について調べた。