低炭素鋼の引張り変形に伴う転位構造変化の直接観察*

大 井 澈** 佐 藤 喜久治**

Tetsu Oi and Kikuji Sato: Direct Observation of the Changes in the Dislocation Structure in a Low Carbon Steel after Tensile Deformation. A normalized commercial low carbon steel containing 0.24% carbon was subjected to the tensile test at strain rates ($\dot{\epsilon}$) of 1.7×10^{-4} , 1.0×10^{-3} , 1.0×10^{-2} and $1.0 \times 10^{-1} \text{ sec}^{-1}$ for $5.0 \pm 0.2\%$ of plastic deformation (ϵ) to investigate the strain rate dependence of dislocation density and its distribution, and was strained at $\dot{\epsilon} = 1.0 \times 10^{-3} \text{ sec}^{-1}$ for $\epsilon = 20\%$ to investigate the cell structure.

The results are as follows:

(1) The average dislocation density is $1.9 \times 10^{10} \text{ cm}^{-2}$ after 5% deformation, independent of the range of strain rates examined.

(2) The faster the strain rate, the less frequently are found grains which contain cell structures. A cell structure is found almost in every grain when $\dot{\epsilon} = 1.7 \times 10^{-4} \text{ sec}^{-1}$, while only a uniform distribution of dislocations is observed when $\dot{\epsilon} = 1.0 \times 10^{-1} \text{ sec}^{-1}$. At the intermediate strain rate, cell structures are observed in the grains as frequently as uniform distribution of dislocations.

(3) The cell walls are arranged into a grid-like pattern after 20% deformation, and their planes seem to correspond to one of $\{110\}$, $\{112\}$ and $\{123\}$ crystallographic planes.

(Received October 25, 1967)

I. 緒 言

最近、純鉄の加工後の転位構造の直接観察はよく行なわれており⁽¹⁾、加工度または加工温度による転位構造の変化はよくわかっている。しかし、実用低炭素鋼について加工後の転位構造を調べた結果は未だ報告されていない。また、通常の試験機で得られる範囲ないしその近傍で歪速度を変えた場合の転位構造の変化に関する報告も例が少なく、純鉄に関する Michalak ら⁽²⁾および作井ら⁽³⁾の報告がある程度である。そこで、本報では、0.24%C を含む実用低炭素鋼の焼準材を試料に用いて、歪速度を $1.7 \times 10^{-4} \text{ sec}^{-1}$ から $1.0 \times 10^{-1} \text{ sec}^{-1}$ まで変えてそれぞれ5%の永久変形を与えたときの転位密度および転位分布を調べた。また、 $1.0 \times 10^{-3} \text{ sec}^{-1}$ の歪速度で試験片を破断させたのちのセル構造をも調べた。

II. 実 験 方 法

用いた試料は市販の機械構造用炭素鋼である。その化学組成を Table 1 に示す。入手状態は87%冷間圧延による0.12 mm 厚さの薄板であり、これから幅8.0 mm、平行部長さ50 mmの引張り試験片を打ち抜いた。この試験片を

$\sim 2 \times 10^{-5} \text{ mmHg}$ の真空中で $880 \pm 5^\circ \text{C} \times 30 \text{ min}$ 加熱後真空炉芯管とともに空冷して焼準処理とした。

Table 1 Chemical composition of the material (wt%).

C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Cu	sol. N	insol. N
0.24	0.18	0.45	0.023	0.014	0.08	0.07	0.23	0.007	nil

引張り試験には容量2.5 tのインストロン型試験機を用い、クロスヘッド速度がそれぞれ300, 30, 3および0.5 mm/minで、かつ永久伸びが $2.5 \pm 0.1 \text{ mm}$ になるように行なつた。試験温度は室温(24°C)とした。上記のクロスヘッド速度および永久変形量は試験片平行部当りに換算するとそれぞれ歪速度 $\dot{\epsilon} = 1.0 \times 10^{-1}$, $\times 10^{-2}$, $\times 10^{-3}$ および $1.7 \times 10^{-4} \text{ sec}^{-1}$ 、および歪量 $\epsilon = 0.050 \pm 0.002$ に相当する。また、一部の試験片は $\dot{\epsilon} = 1.0 \times 10^{-3} \text{ sec}^{-1}$ で通常の延性破断に至るまで引張つた。

つぎに引張り変形を与えた試験片の平行部(破断させた試料においては、破断部になるべく近く、しかも均一に変形した部分、 $\epsilon = 20\%$)を切り取り、ボールマン法によつて電子顕微鏡透過観察用薄膜試料を作製した。電解液はクロム酸飽和のリン酸液を用い、液温は 80°C とした。直接観察はHU 11 C型電子顕微鏡を100 kVで作動させて行なつた。試料傾斜装置は用いなかつた。

III. 実 験 結 果

1. 引 張 り 試 験

引張り応力-歪線図の一例を Fig. 1 に示す。上降伏点はこのように明瞭に現われる場合もあるが、試験片によつては全然現われないこともある。 $10^{-4} \sim 10^{-3} \text{ sec}^{-1}$ の歪速度の場合には、約3%の降伏点伸びに引き続いて加工硬化がは

** 株式会社日立製作所中央研究所 (Central Research Laboratory, Hitachi Ltd., Tokyo)

* 1966年4月本会東京大会に発表

(1) たとえば, A. S. Keh and S. Weissmann: *Electron Microscopy and Strength of Crystals*, (1963), p. 231, Interscience.

(2) J. T. Michalak and L. J. Cuddy: *Symposium on the Role of Substructure in the Mechanical Behavior of Metals*, USAF Aeronautical Systems Division Technical Documentary Report, (1963).

(3) 作井, 子安: 鉄と鋼, 52(1966), 1001.

† すべて試験機のクロスヘッド速度を直接換算した。

じまり、永久変形量が5%に達すると試験機のカrossヘッドを停止する。この場合、試験片の平行部は全長にわたって均一に変形している。他方、 10^{-1} sec^{-1} の歪速度の場合には、記録計が歪速度に追従できないので確定的な応力-歪曲線はわからないが、永久変形量5%を与えた後の試験片を観察すると、2本以上のリュースダース帯が試験片平行部を横切っており、それらの間には未変形部分が残っている (Fig. 2)。したがって、 $\dot{\epsilon} = 10^{-1} \text{ sec}^{-1}$ の場合、平行部全体の平均の歪量は5%でも、すでに変形した部分は5%以上の変形をしており、また、リュースダース伸びの範囲は5%以上にわたっており、加工硬化はまだはじまっていないと思われる。なお、少なくとも

Fig. 1 A typical stress-strain curve.

Fig. 2 Sketches representing the difference of the aspects of Lüders band propagation due to the difference of strain rate. Total strain in gauge length is 5.0% for each case.

10^{-3} または $1.7 \times 10^{-4} \text{ sec}^{-1}$ の歪速度の場合には、引張り変形の途中においてリュースダース帯は1個しか発生しない。

このようにして5%の永久歪を与えたときの下降伏応力 σ_{ly} および5%変形応力 $\sigma_{0.05}$ を歪速度 $\dot{\epsilon}$ についてプロットすると Fig. 3(a), (b) のようになり、 σ_{ly} および $\sigma_{0.05}$ が $\dot{\epsilon}$ とともにわずかに増加するというよく知られた結果が得られる。

2. 転位分布および転位密度の歪速度依存性

はじめに、 $880^\circ\text{C} \times 30 \text{ min}$ 焼準材の透過電子顕微鏡組織を Photo. 1 に示す。このようにフェライト結晶粒はほとんど転位線を含まない。この他には部分的に層状パーライトが観察されるのみである。

つぎに、 $1.0 \times 10^{-1} \sim 1.7 \times 10^{-4} \text{ sec}^{-1}$ の歪速度で室温において5.0%引張り変形を与えた試料の転位分布を Photo. 2

(a) strain rate dependence of the lower yield stress σ_{ly} .

(b) strain rate dependence of the 5% flow stress $\sigma_{0.05}$.

Fig. 3 Strain rate dependence of the lower yield stress σ_{ly} and the 5% flow stress $\sigma_{0.05}$. Numbers refer to number of specimens.

Photo. 1 Ferrite grains normalized at 880°C for 30 min.

(a)~(d) に示す。Photo. 2(a) は 10^{-1} sec^{-1} で引張った試料の転位分布で、転位は結晶粒内においてはほぼ均一に分布しており、セル形成のはじまっている結晶粒はあまり見られない。Photo. 2(b) は 10^{-2} sec^{-1} で引張った試料の転位分布の一例で、この写真では転位は粒内にはほぼ均一に分布している。しかし、この歪速度においては転位のもつれないセル形成のはじまっていると判断される結晶粒もかなり頻繁に観察され、均一に分布した転位の見出される結晶粒の数とセルの見出される結晶粒の数の比はほぼ1:1である。Photo. 2(c) は 10^{-3} sec^{-1} で引張った試料の転位分布の一例

で、この写真では転位のセル形成がはじまっていることが分る。しかし、この歪速度においても転位がほぼ均一に分

(a)

(b)

(c)

(d)

Photo.2 Change in distribution of dislocation after 5% room temperature deformation at various strain rate ($\dot{\epsilon}$).

- (a) $\dot{\epsilon} = 10^{-1} \text{ sec}^{-1}$, showing uniform distribution of dislocation.
- (b) $\dot{\epsilon} = 10^{-2} \text{ sec}^{-1}$, showing uniform distribution of dislocation.
- (c) $\dot{\epsilon} = 10^{-3} \text{ sec}^{-1}$, showing the cell structure.
- (d) $\dot{\epsilon} = 1.7 \times 10^{-4} \text{ sec}^{-1}$, showing the cell structure.

布している結晶粒も頻繁に観察され、それらの比は 10^{-2} sec^{-1} の歪速度の場合と同様にほぼ 1 : 1 である。つぎに Photo.2(d) は $1.7 \times 10^{-4} \text{ sec}^{-1}$ で引張った試料における転位分布を示し、この場合には大部分の結晶粒がセル壁を含むようになる。

つぎに、各歪速度に対する転位密度 N を求めた。 N の求め方は Keh⁽⁴⁾ の方法にしたがつた。すなわち写真上で縦横 2 方向に格子状に直線を描き、それぞれの方向の全長を L_1 および L_2 とし、それらの直線と転位線との交点の数 n_1 および n_2 を数え、次式

$$N = \left(\frac{n_1}{L_1} + \frac{n_2}{L_2} \right) \frac{1}{t} \quad (1)$$

によつて N を求めた。 t は試料の厚さであり、正確な値は不明であるが、一応 $t = 2000 \text{ \AA}$ と仮定した。各歪速度につき約 $3 \times 2 \mu^2$ の面積を 6 視野選んで式 (1) によつて N を求め、その平均を歪速度についてプロットすると Fig.4 のよ

Fig.4 Strain rate dependence of the average dislocation density after 5% strain.

うになる。転位密度が $1.5 \times 10^{10} \text{ cm}^{-2}$ 程度以上になると、視野ごとのばらつきが大きくなり、しかも 5% 程度の小さい変形量では結晶粒ごとの転位密度の差がおそらくまだ大きいであろうから、測定値の範囲は図のように大きく分散する。4 個の平均値間相互で有意水準 0.05 で t 検定を行なつた結果、歪速度の相違による転位密度の有意差は認められなかつた。したがつて、各歪速度における値を平均して、5% 変形後の転位密度の値として $1.9 \times 10^{10} \text{ cm}^{-2}$ が得られた。

3. 引張り破断後におけるセル構造

引張り破断部分の近傍で、歪量が 20% の部分のセル構造の例を Photo.3 に示す。この写真に示すようなセル壁の格子状配列が頻繁に観察された。また、格子の 1 方向のみがよく発達する例も見られた。他方、パーライト近傍ではセルの形がかなりくずれ、また、セメントライトもかなり歪むらしいことが観察された (Photo.4, Fig.5)。

つぎに、Photo.3 に示したような規則的な配列をとるセル壁面が存在する結晶面を制限視野電子回折法によつて調べた。この方法によるとある 1 方向を向いたセル壁の方位は一義的には定まらず、その結晶面の属する晶帯軸のみが

(4) A. S. Keh: *Direct Observation of Imperfections in Crystals*, (1962), p.213, Interscience.

決定される。Michalak ら⁽²⁾ は引張り変形した純鉄についてセル壁の存在する結晶面を同じ方法を用いて調べたとこ

Photo.3 The cell structure after 20% deformation at $\dot{\epsilon}=10^{-3} \text{ sec}^{-1}$, showing gride-like arrangement of cell walls.

Photo.4 The cell structure after 20% deformation at $\dot{\epsilon}=10^{-3} \text{ sec}^{-1}$, showing the aspect around pearlite.

Fig.5 A schematic drawing of Photo.4.

ろ、わずかの例外を除いては得られた可能な結晶面のうち少なくとも1個は $\{110\}$, $\{112\}$ または $\{123\}$ のいずれかに属しており、これら以外の低指数面が同様の高い頻度で現われることはなかったという。著者らの解析結果も Michalak らの結果と矛盾せず、調べた13例すべてがセル

壁の方位が $\{110\}$, $\{112\}$ または $\{123\}$ 結晶面のいずれかと一致すると考えても妥当であった。

IV. 考 察

BCC 金属の変形応力は本来大きい歪速度依存性を示し、高歪速度による変形は低温変形と同等であつて、転位は均一分布となる⁽⁴⁾。一方、通常行なわれる低歪速度による変形によつてはセルが形成されやすくなる⁽⁴⁾。ところが、少なくとも軟鋼の場合には、室温変形の場合 10^{-1} sec^{-1} 以下の歪速度においては降伏応力および変形応力の歪速度依存性は非常に小さくなつてゐる⁽⁵⁾。この原因は固溶炭素のスネーク効果にあると説明されている⁽⁶⁾⁽⁷⁾。本実験で用いた歪速度範囲においても Fig.3 に示したように降伏応力および変形応力の歪速度依存性は小さい。

ところで、可動転位の降伏理論⁽⁸⁾によれば、歪速度 $\dot{\epsilon}$ と可動転位密度 n および転位速度 v との間に

$$\dot{\epsilon} = n b v \quad (2)$$

の関係がある。ただし b はバーガースベクトルである。この関係式は降伏点近傍のみならず、加工硬化領域の少なくとも初期においては定性的に成立するものとする。

Mimura ら⁽⁷⁾ によれば転位がスネーク効果で規定された運動をするときは、可動転位は運動速度の十分速いものと十分遅いものとに分れる。また、彼らの仮定から全可動転位密度は歪速度によらず一定であるから、結局、歪速度が大きくなるとともに十分速い転位の密度は大きくなり、十分遅い転位の密度は小さくなることが結論される。ところが、転位が十分速い運動速度を持つためにはその転位が少なくとも他の転位と反応している確率が小さくなければならない。したがつて、十分速い転位の集団は均一分布した転位群として観察されることが期待される。一方、本実験結果によれば歪速度が $1.7 \times 10^{-4} \sim 1.0 \times 10^{-2} \text{ sec}^{-1}$ の範囲では5%変形を与えた後の転位分布は歪速度が大なるほど均一分布の傾向をとることが認められる。この事実は上述の考察から運動速度の十分速い転位の密度が歪速度の増大とともに大きくなるためと解釈することができる。

上述の説明は加工硬化領域についてのものであつた。しかし本実験では全永久変形量(5%)のうちの60%はリュウダース伸びによるものであり、とくに $\dot{\epsilon}=10^{-1} \text{ sec}^{-1}$ の変形の場合は全部がリュウダース伸びである。したがつてリュウダース変形の際の転位分布についても考察しておく必要がある。リュウダース変形を行なつてゐる間は変形はリュウダース帯先端のみで行なわれるから、そのときの実際の歪速度は与えられた歪速度の1000倍程度になつてゐる

(5) H. Conrad: J. Iron Steel Inst., **198** (1961), 364.

(6) G. T. Hahn, C. N. Reid and A. Gilbert: Acta Met., **10** (1962), 747.

(7) H. Mimura, S. Kiritani and T. Sugai: J. Phys. Soc. Japan, **21** (1966), 194.

(8) W. G. Johnston and J. J. Gilman: J. Appl. Phys., **30** (1959), 129.

ものと考えられる⁽⁹⁾。したがって、 10^{-3} sec^{-1} 以上の歪速度で引張った試料においては、リュエダース帯先端の歪速度は 10^0 sec^{-1} 以上になり、下降伏応力が歪速度とともに急激に増加する⁽⁵⁾ 可能性が考えられる。しかし Fig. 3 はそのような傾向を示さない。すなわち、式 (2) において大きい歪速度に対応した転位速度の増加 (したがって降伏応力の増加⁽¹⁰⁾) は起こっていない。したがって見かけの歪速度が 10^{-3} sec^{-1} 以上のときのリュエダース変形においては加工硬化領域においてよりも可動転位密度 (その運動速度は当然歪速度の大きさに適応するに必要な程度に大きい) が増大し、かつ、歪速度とともに増大することが期待される。したがってリュエダース伸びの範囲内のみに限つても歪速度の増大とともに均一分布の転位群がより頻繁に観察されることが期待される。したがって上述の実験結果の一部はリュエダース変形のときの歪速度と転位分布との関係を反映しているかもしれない。とくに、 10^{-1} sec^{-1} で引張った試料における観察結果はリュエダース変形のみに関するものであるから、当然い述べた関係のみを表わしていると考えられる。

ところで、以上のように種々の歪速度で 5% の引張り歪を与えた後の転位密度は歪速度にはよらず、 $1.9 \times 10^{10} \text{ cm}^{-2}$ の値をとる。しかしこの値はいままでに多数求められている純鉄についての値⁽¹⁾⁽³⁾ よりもはるかに大きい。Fig. 6 に Keh 氏による純鉄における転位密度の歪依存性を

Fig. 6 Relationship between average dislocation density and plastic strain of pure iron (Keh et al.⁽¹⁾). The result of the present experiment is also plotted. All data points are provided with upper and lower limits equal to two standard deviations on either side.

示したが、図中 ■ 印で示した値は本実験で得た値である。このような結果の得られる原因はおそらく合金元素として含まれる Mn による転位の増殖率の増加⁽¹¹⁾、Mn などの合

金元素および不純物を含むことによる転位源 (粒界) および障害物 (粒内) の増加、およびパーライトを含むことによる応力集中による転位の増殖率の増加によるものであろう。このように転位密度が大きいことはつぎに述べるようにセルの大きさが純鉄よりもはるかに小さいことと直接の関係があると思われる。すなわち、本実験においてはセルの大きさはセル形成のごく初期 (5% 歪) においても、十分発達したのち (20% 歪) においてもほとんど変わらず、直径 $0.7 \sim 1.2 \mu$ 、平均 1.0μ である。この値は純鉄における値 ($\sim 1.5 \mu$ 、ただし変形の初期には $\sim 2.5 \mu$)⁽¹²⁾ とくらべるとかなり小さい値をとる。すなわち、仮にセル壁内転位密度およびセル壁厚さが一定であるとすれば、全転位密度の増加に適合するためには当然セル壁面積が大、すなわちセルの大きさが小でなければならない。

最後に 20% 変形後のセル構造に見られるセル壁の方位性を検討する。Li⁽¹²⁾ は BCC 金属における転位反応の考察から、結晶中に長距離応力場を持つセル壁が形成されたと仮定すると、このようなセル壁は $\{110\}$ 、 $\{112\}$ および $\{123\}$ 面上にそれぞれ 1 : 1 : 2 の割合で存在し得ることを示した。Michalak ら⁽²⁾ の引張り変形を与えた純鉄についての研究結果、および実用低炭素鋼についての本実験結果はいずれも Li の考えと矛盾はしない。ただし、制限視野電子回折法による方位決定法ではセル壁面の属する晶帯軸が実験的に決定されるのみである。しかもいまの場合証明すべき結晶面が 3 種類あるから、多数のデータをもつてしても極点図上に収束する晶帯面を得ることは不可能である。したがって、現在のところの方法による以上は決定的な判断は下しにくい。

V. 総括

0.24% C を含む実用低炭素鋼の $880^\circ \text{C} \times 30 \text{ min}$ 焼準材を歪速度 $\dot{\epsilon} = 10^{-1} \sim 1.7 \times 10^{-4} \text{ sec}^{-1}$ の範囲で常温で 5% 引張り、転位密度およびその分布状態を電子顕微鏡透過法によつて調べた。また、 10^{-3} sec^{-1} の歪速度で室温で 20% 引張った後のセル構造をも調べた。それらの結果はつぎのとおりである。

(1) 5% 変形後の転位分布は歪速度が大きいほど均一になる。すなわち、 $\dot{\epsilon} = 10^{-1} \text{ sec}^{-1}$ のときは均一分布の転位のみが観察され、 $\dot{\epsilon} = 1.7 \times 10^{-4} \text{ sec}^{-1}$ のときはセル形成の傾向のみが認められる。これらの中間の歪速度のときは転位の均一分布が観察される結晶粒とセルが観察される結晶粒との比はほぼ 1 : 1 である。

(2) 5% 変形後の転位密度は $1.9 \times 10^{10} \text{ cm}^{-2}$ で、歪速度依存性は認められない。この転位密度の値は他の研究者によつて求められた、同一加工度の純鉄における値よりもか

(9) 武内：金属学会会報，3 (1965)，136。

(10) D.F. Stein and J.R. Low, Jr.: J. Appl. Phys., 31 (1960)，362。

(11) W.C. Leslie, J.T. Michalak and F.W. Aul: Iron and its Dilute Solid Solutions, (1963)，p.119, Interscience.

(12) J.C.M. Li: J. Australian Inst. Met., 8 (1963)，206。

なり大きい。

(3) セルの直径は、5%変形および20%変形の時いずれも $0.7\sim 1.2\mu$ であり、他の研究者によつて求められた純鉄における値よりも小さい。

(4) 20%引張り後のセル壁は格子状に配列し、その面は $\{110\}$ 、 $\{112\}$ または $\{123\}$ 結晶面のいずれかと一致すると

考えることができる。

最後に、本研究を遂行するにあたり多大の御援助と御協力を賜つた日立金属株式会社安来工場中村信夫博士および木村 伸氏に深甚の謝意を表明する。また、御指導を賜つた当所伊地山 昇博士、大原秀晴博士、ならびに実験の一部を担当された中川 進君、秋本 実君に感謝する。