硬さ試験による Fe-Ni 合金の低温域における 変形特性について*

迎 静 雄** 藤 原 諒***
芹 野 正 幸**** 河 野 隆 之*****

Shizuo Mukai, Makoto Fujiwara, Masayuki Serino and Takayuki Kawano: Flow in Fe-Ni Alloys in the Low Temperature Range by the Hardness Test. From the hardness test, the effects of composition and temperature on the flow stress in Fe-Ni alloys have been studied to ascertain the deformation controlling mechanism and the correspondence between micro-crack transition temperature, T_m and $T_{V^*=0}$, the temperature at which the activation volume, V^* apparently equals zero. $T_{V^*=0}$ was obtained from extrapolating V^* to zero in the V^*/kA vs $T^{1/2}$ curve. V^* is considered not to be zero except 0°K, but it can be taken as zero apparently in the micro-crack transition temperature range in the tensile test. The results obtained are as follows:

(1) Considering $\ln(\nu/\dot{\gamma})$ to be constant, the V^*/kA vs τ^* curve can be obtained, where kA is constant.

(2) The deformation controlling mechanism in Fe, Fe-3.3% Ni and Fe-6.9% Ni is found to be identical from the V^*/kA vs τ^* curve.

(3) $T_{V^*=0}$ corresponds well to T_m in Fe and Fe-3.3% Ni.

(Received July 2, 1973)

I. 緒 言

今日、硬さ値は材料の引張強さ、展延性など実用上重要な機械的性質と密接な関係を持っていることから広い分野にわたって使用されている。

1951年 Tabor は塑性力学による剛体の平面への押込みに関する近似解より、硬さ値は降伏応力の約3倍になることを明らかにした⁽¹⁾。その後、多くの研究者により硬さと降伏応力との間には次式が成立することが示されている⁽²⁾⁽³⁾。

$$H = B \sigma_y \quad (1)$$

ここで H は硬さ値、 B は実数、 σ_y は降伏応力である。

また Fe, Al, Cu, Ti, 軟鋼, 合金鋼の8% 塑性歪時の応力とビッカース硬さとの間にも次式が成立する⁽¹⁾⁽⁴⁾。

$$H_v = C \sigma_{8\%} \quad (2)$$

ここで H_v はビッカース硬さ、 C は定数、 $\sigma_{8\%}$ は8% 歪時の応力である。

引張試験と硬さ試験を比較すると、前者では各種温度下で数多くの試験片が必要であるのに対して、後者では小試

験片1枚で、しかも短時間に各種温度下における硬さ、したがって応力を求めることが可能である。

著者らはこの点に留意して Fe-Ni 合金の硬さの温度依存性を求めることにより低温域での変形特性を検討した。

II. 実験方法

1. 試験片の作製

電解鉄と、これにモンドニッケル(Ni 99.94%)を配合後、真空溶解して Fe, Fe-3.3% Ni, Fe-6.9% Ni(以下 Fe, 3% Ni, 7% Ni とし示す)棒 13 mm ϕ × 210 mm の素材を得た。この素材を熱間鍛造後、熱間および冷間圧延して約 1 mm 厚の板状試験片を作製した。試験片中の酸素量の低減のため 610°C, 95 hr 乾水素処理を行い残留する酸素量を 200 ppm 前後にした。結晶粒径の調整は 340°C から 850°C まで種々の温度域で 5~10 hr の真空焼鈍を施したのち、炉冷して 20 μ から 45 μ までの平均結晶粒径を有する試験片を得た。その後およそ幅 10 mm, 長さ 20 mm に切断し、エメリー紙およびバフ研磨して硬さ試験に供し

** 九州工業大学金属工学科 (Department of Metallurgy, Kyushu Institute of Technology, Kitakyushu)

*** 九州工業大学金属工学科, 現在: 株式会社高田工業所 (Department of Metallurgy, Kyushu Institute of Technology. Present address: Takada Industries, Ltd., Kitakyushu)

**** 九州工業大学, 現在: 久留米工業学園短期大学 (Kyushu Institute of Technology, Kitakyushu. Present address: Kurume Technical Junior Colledge, Kurume)

***** 九州工業大学大学院, 現在: 三菱重工業株式会社長崎研究所 (Graduate School, Kyushu Institute of Technology, Kitakyushu. Present address: Mitsubishi Heavy Industries, Ltd., Nagasaki)

* 1973年6月第31回日本金属学会, 日本鉄鋼協会九州合同講演会に一部発表。

Table 1 Chemical compositions of specimens. (wt%)

	C	S	Si	P	Cu	Mn	Ni
Fe	0.005	0.005	0.005	0.004	0.004	0.005	0
Fe-3.3% Ni	0.005	0.005	0.005	0.004	0.004	0.005	3.33
Fe-6.9% Ni	0.005	0.005	0.005	0.004	0.004	0.005	6.85

Table 2 Heat treatment conditions.

	Grain sizes (μ)	Annealing temp. ($^{\circ}$ C)	Annealing time (hr)
Fe	45	700	10
Fe-3.3% Ni	43	850	5
Fe-6.9% Ni	21	340	5

た. 試験片の化学組成を Table 1 に, 熱処理条件を Table 2 に示す.

2. 硬さ試験

硬さ試験は市販のビッカース硬さ試験機を用い低温槽内において圧こんをつくるため圧子軸を延長した. 試験荷重は 30 kg で行い, 各試験温度で 3~4 回硬さ試験を行い平均して硬さ値を求めた. この結果を歪速度 $3.3 \times 10^{-4} \text{ sec}^{-1}$ の単純引張試験による結果⁽⁵⁾と対比して検討した. 低温槽用冷媒としては液体窒素とイソペンタンを用いた.

III. 実験結果

Fe, 3% Ni, 7% Ni について, 塑性歪 8% 時の応力 $\sigma_{8\%}$ と Hv より式 (2) にしたがって定数 C を求めた結果を Fig. 1 に示す. C の値は Ni の添加量が増すにしたがって大きくなるが, ほとんど温度に依存しない. すなわち

$$\text{Fe} : C \approx 2.88$$

$$3\% \text{ Ni} : C \approx 3.35$$

$$7\% \text{ Ni} : C \approx 3.55$$

多結晶体については次式が成立する^{(6)~(8)}.

$$\sigma_f \approx 2\tau_f \quad (3)$$

ここで τ_f は剪断流動応力である.

Fig. 1 Variation of C with temperature.

式 (2), (3) より塑性歪 8% 時の応力 $\tau_{8\%}$ は次式で与えられる.

$$\tau_{8\%} = Hv/2C \quad (4)$$

Fig. 2 に $\tau_{8\%}$ または $Hv/2C$ 対温度曲線を示す. 同一試験料について別途著者が行なった引張試験結果より, 応力の熱的成分 τ^* が零になる温度, すなわち応力場変移温度 T_0 は応力対 (温度)^{1/2} 曲線より求まる⁽⁵⁾. その結果は下記のようにであった.

$$\text{Fe} : T_0 \approx 324^{\circ}\text{K}$$

$$3\% \text{ Ni} : T_0 \approx 343^{\circ}\text{K}$$

$$7\% \text{ Ni} : T_0 \approx 343^{\circ}\text{K}$$

したがって τ^* または $Hv^*/2C$ の値は次式より求められる.

$$\begin{aligned} \tau^* &= Hv^*/2C = (\tau_{8\%})T - (\tau_{8\%})T_0 \\ &= [(Hv/2C)_{8\%}]T - [(Hv/2C)_{8\%}]T_0 \quad (5) \end{aligned}$$

ここで Hv^* はビッカース硬さの熱的成分である.

Fig. 2 Temperature dependence of $\tau_{8\%}$ or $Hv/2C$.

IV. 考 察

低温変形においては単一な熱活性化過程が支配していると仮定すると変形式は次式で与えられる⁽⁶⁾.

$$\dot{\gamma} = \nu \exp(-H/kT) \quad (6)$$

ここで $\dot{\gamma}$ は歪速度, ν は振動因子, H は活性化エネルギー, k はボルツマン定数, T は温度である.

また活性化体積 V^* は次式で与えられる⁽⁷⁾.

$$V^* = -k \ln(\nu/\dot{\gamma}) \partial T / \partial \tau^* \quad (7)$$

式 (7) における $\ln(\nu/\dot{\gamma})$ の値は次式より求められる⁽⁸⁾.

$$\ln(\nu/\dot{\gamma}) = -(\partial \tau^* / \partial T) \dot{\gamma} / (1/T \times (\Delta \tau / \Delta \ln \dot{\gamma})) \quad (8)$$

ここで $\Delta \tau$ は歪速度の変化にともなう応力の変化量である.

Fig. 3 $-(\partial\tau^*/\partial T)$ vs $(1/T) (\Delta\tau/\Delta \ln \dot{\gamma})$ for Fe-Ni alloys.

同一試料について著者らが行なった歪速度変化試験により $-(\partial\tau^*/\partial T)$ 対 $1/T \times (\Delta\tau/\Delta \ln \dot{\gamma})$ 曲線を求めた結果を Fig. 3 に示す⁽⁵⁾。式(8)より Fig. 3 における直線の傾きは $\ln(\nu/\dot{\gamma})$ を与える。この結果、 $\ln(\nu/\dot{\gamma}) \approx 30$ となり成分、歪量、温度に依存せず、ほぼ一定とみなすことが出来る。したがって次式が成立する。

$$\ln(\nu/\dot{\gamma}) \approx A = \text{一定} \quad (9)$$

式(5), (7), (9)より次式を得る。

$$V^* = -kA \partial T / \partial \tau^* = -kA 2C \partial T / \partial H_v^*$$

したがって、 $V^*/kA \approx -\partial T / \partial \tau^* \approx -2C \partial T / \partial H_v^*$ (10) 式(10)より求めた V^*/kA と $H_v^*/2C$ または τ^* の関係を Fig. 4 に示す。

Fig. 4 において低温域では同一の τ^* 値に対して V^*/kA 値は Ni 量によらず、おおよそ一定とみなすことが出来る。このことより Fe, 3% Ni, 7% Ni の低温域での変形機構は同一なものと考えられる。これまでの Fe および Fe 合金の低温域における変形特性の研究より⁽⁵⁾⁽⁸⁾, Fe, 3% Ni, 7% Ni においても変形機構はパイエルス-ナバロ応力を転位が乗り越える段階と考えられる。

Fig. 4 Variation of V^*/kA with thermal stress component.

いっぽう τ^* は $T^{1/2}$ の関数となり次式で示される⁽⁵⁾。

$$\tau^* = a T^{1/2} + b \quad (11)$$

ここで a, b は定数である。式(11)を T で微分すると次式を得る。

$$\partial \tau^* / \partial T = 1/2 \cdot a T^{-1/2} \quad (12)$$

式(7)と式(12)より式(13)を得る。

$$V^* = -2k \ln(\nu/\dot{\gamma}) / a \cdot T^{1/2} \quad (13)$$

式(13)より V^* は $T^{1/2}$ の関数となることが予想される。

Fig. 5 に V^*/kA を温度の平方根に対してプロットした結果を示す。

V^*/kA 対 $T^{1/2}$ 曲線は直線性を示し†, V^* を零に外挿した温度 $T_{V^*=0}$ は見掛け活性化体積が零になる温度であることより、断面収縮率が零になる温度すなわちマイクロラック遷移温度 T_m ⁽⁹⁾ に対応するものと考えられる。Fig. 6

Fig. 5 V^*/kA versus the square root of temperature for Fe-Ni alloys.

Fig. 6 Correspondence between micro-crack transition temperature, T_m and the temperature at which the activation volume, V^* apparently equals zero, $T_{V^*=0}$.

† 実験データより V^* を $T^{1/2}$ に対してプロットすると、 $0^\circ K \sim T_{V^*=0}$ の温度域では $V^* \approx CT$ (C は定数) となり、 $T_{V^*=0} \sim T_0$ の温度域では $V^* \approx a T^{1/2} + b$ となる。ここで T_0 は応力場変移温度⁽⁵⁾ ($\tau^* = 0$ となる温度)である。 T_0 附近より高温側では V^* は $a T^{1/2} + b$ 曲線よりはるされる。このことは変形機構の変化に起因するものと考えられる。

に $T_{V^*=0}$ 対 T_m 曲線を示す。Fe, 3% Ni の場合, $T_{V^*=0}$ と T_m の間には比較的良好な対応性をみた。なお Fig. 6 には 7% Ni の T_m として 77°K 以下と推定して破線で示している (7% Ni の場合で, 77°K でも 10~30% の断面収縮率を示した)。

次に硬さ試験より求めた $T_{V^*=0}$ すなわち $(T_{V^*=0})_H$ と歪速度変化試験より求めた $T_{V^*=0}$ すなわち $(T_{V^*=0})_T$ との関係を Fig. 7 に示す。 $(T_{V^*=0})_H$ と $(T_{V^*=0})_T$ の間には良い対応性をみた。

Fig. 7 $(T_{V^*=0})_T$ vs $(T_{V^*=0})_H$ curve.

V. 結 言

硬さ試験と引張試験の結果を対比することによって、硬さ試験による Fe-Ni 合金の低温域における変形特性の解

明の可能性を検討した。その結果、 $\ln(\dot{\nu}/\dot{\gamma}) \approx$ 一定とみなすことにより V^*/kA 対 τ^* 曲線を求めることが出来る。 V^*/kA 対 τ^* 曲線は Fe, 3% Ni, 7% Ni については、およそ一致することにより同一な変形機構が律速しているものと考えられる。

V^*/kA 対 $T^{1/2}$ 曲線より求めた $T_{V^*=0}$ 値も歪速度変化試験より求めた $T_{V^*=0}$ 値と良好な対応性をみた。また $T_{V^*=0}$ 値と断面収縮率から求めたマイクロクラック遷移温度 T_m との対応性を検討した結果、Fe, 3% Ni においてはおよそその一致をみた。

文 献

- (1) D. Tabor : *The Hardness of Metals*, Clarendon Press, Oxford (1951).
- (2) P.C. Jindal and R.W. Armstrong : *Trans. Met. Soc. AIME*, **239** (1967), 1856.
- (3) G.R. Speich and H. Warlimont : *J. Iron Steel Inst.*, **206** (1968), 385.
- (4) J. Nunes and F.R. Larson : *J. Inst. Metals*, **91** (1962-63), 114.
- (5) 迎 静雄, 藤原 諒 : 金属学会誌, **38** (1974), 885.
- (6) H. Conrad : *J. Metals*, July (1964), 582.
- (7) H. Conrad and S. Frederick : *Acta Met.*, **10** (1962), 1013.
- (8) H. Conrad : *J. Iron Steel Inst.*, **198** (1961), 364.
- (9) G.T. Hahn, M. Cohen and B.L. Averbach : *J. Iron Steel Inst.*, August (1962), 634.

炭素を含む Fe-12% Ni-6% Mn 合金のマルテンサイトとオーステナイトの混合組織の強靱性について*

山 本 襄**

Jo Yamamoto : On the Strength, Ductility and Toughness of the Age-hardenable Fe-12% Ni-6% Mn-0.15% C Alloy Composed of Martensite and Austenite. The mechanical properties and fracture behaviors of the martensite and austenite two-phase structures in the age-hardenable Fe-12% Ni-6% Mn alloy containing 0.15% C were studied. The results obtained in this study are summarized as follows :

(1) The mixed structures containing 20~30 vol% of the relatively stable austenite obtained by both air-cooling from 1000°C, followed by subzero-treatment at -196°C and over-aging at 525°C for 1 hr, show a good combination of strength, ductility and toughness, such as 95~102 kg/mm² in 0.2% proof strength, 135~118 kg/mm² in tensile strength, 21~22% in elongation, 41~47% in reduction of area and 8.2~2.7 kg·m in Charpy shelf energy. It is found that the strength, ductility and toughness of the Fe-12% Ni-6% Mn alloy are improved effectively by the addition of 0.15% carbon.

(2) Without regard to the differences in the amount and stability of austenite, the brittle fracture caused by the hardened martensite is found in the mixed structures aged at 450°C for 1 hr.

** 東京工業大学精密工学研究所 (Research Laboratory of Precision Machinery and Electronics, Tokyo Institute of Technology, Tokyo)

* 1972 年 10 月金属学会名古屋大会に発表