文 献

- (1) 吉岡正三, 山本 久, 他: 金属表面技術, **21** (1970), 272; 細川一夫, 上田益造, 関 文男: 金属学会誌, **37** (1973), 611.
- (2) 河上 護: 金属学会会報, **4** (1965), 623.
- (3) H. Kunst und O. Schaaber: Härterei-Technische Mitteilungen, **22** (1967), 275.
- (4) T. Katagiri and N. Takamoto: Memoirs of Fac. of Tech. Metro. Univ., **17** (1967), 1469.
- (5) A. N. Minkevich: Izvest. VUS-Chern. Met., (1963), No. 5, 162.
- (6) L. G. Voroshin, L. S. Lyakhovich et al.: Metal Sci. & Heat Treat., (1966), No. 11/12, 1035.
- (7) JIS G 2318 (1969).
- (8) 高本信次郎, 片桐敏夫, 藤井京子, 他: 金属学会誌, **31** (1967), 338.
- (9) 牟田明德, 戸田亮三, 他: 金属学会誌, **31** (1967), 296; **32** (1968), 440.
- (10) M. Levin et al.: Phase diagrams for ceramists, Ed. by The American Ceramic Society, INC, (1961), 332.
- (11) 化学大辞典編集委員会編: 化学大辞典 No. 5, 共立出版, 722, 731, 735.

Fe-Cr, Fe-Ni 合金の $(\alpha+\gamma)$ 2 相共存領域 における超塑性について*

平 野 敏 幸** 山 口 正 治***
三 崎 晴 夫**** 山 根 寿 己***

Toshiyuki Hirano, Masaharu Yamaguchi, Haruo Misaki and Toshimi Yamane: On the Superplasticity of Fe-Cr and Fe-Ni Alloys in the Ferrite + Austenite Region. Tensile tests of Fe-Cr and Fe-Ni alloys have been carried out in the ferrite, ferrite+austenite, and austenite regions over a range of strain rates 10^{-4} to 10^{-1} min^{-1} . Fe-Cr alloy have shown the typical superplastic behaviour in the two-phase region at the strain rates lower than $3 \times 10^{-4} \text{ min}^{-1}$. The role of the two-phase structure in the superplastic behaviour of these alloys has been discussed. The results obtained are as follows:

- (1) The minimum in flow stress of Fe-Cr and Fe-Ni alloys was observed in the ferrite+austenite two-phase region.
- (2) For both alloys, the maximum in strain rate sensitivity, m , is observed in the two-phase region.
- (3) A good correlation was found between m -value and elongation in Fe-Cr alloys. The maximum elongation is obtained in the two-phase region where the m -value is largest.

(Received August 21, 1973)

I. 緒 言

近年, 多くの合金系について超塑性に関する研究がなされており, 超塑性は純金属や単相金属でもみられるが, 共晶合金や共析型の合金をはじめとし, 2 相共存組織を有する合金に多く観察されている. このように 2 相共存組織を有する合金で超塑性が多くみられるのは一般に微細結晶粒が得られやすいこと, および変形中に微細結晶粒の成長が抑制されるためと考えられている^{(1)~(3)}. しかしながら 2 相共存組織を有する合金の超塑性, なかでも鋼の場合, 変態が重要な寄与をなしていることを示す実験結果が多数報告されている. たとえば A_1 - A_3 変態温度区間を上下する

温度サイクルをかけてクリープ試験を行なったとき異常に大きい伸びを示すこと^{(4)~(7)}, あるいは $(\alpha+\gamma)$ 2 相共存領域で一定温度に保って引張試験を行なったときにみられる超塑性現象^{(3) (8) (9)}などを挙げるができる.

本研究では, このような 2 相共存組織の超塑性におよぼす影響について更に明らかにすることを目的とし, 合金系として耐熱性に富み, 種々の合金鋼の基礎をなす Fe-Cr および Fe-Ni 合金をとりあげた. 2 種の合金について α 単相, $(\alpha+\gamma)$ 2 相共存, および γ 単相領域において一定温度で歪速度を変えて引張試験を行ない, 3 領域で求められた歪速度感受性 m 値を比較対照しながら, 2 相合金の超塑性におよぼす 2 相共存組織の効果を検討した.

** 大阪大学大学院 (Graduate School, Osaka University, Suita)

*** 大阪大学工学部冶金・金属材料工学科 (Department of Metallurgy, Faculty of Engineering, Osaka University, Suita)

**** 大阪大学大学院, 現在: 住友金属工業株式会社 (Graduate School, Osaka University, Suita). Present address: Sumitomo Metal Industries, Ltd., Kitakyushu

* 1971 年 4 月金属学会東京大会に一部発表

II. 実 験 方 法

本実験に用いた合金は Fe-Cr 合金が 2 種類, Fe-Ni 合金が 2 種類の計 4 種類で, その化学組成ならびに $\alpha \rightleftharpoons \gamma$ 変態温度を Table 1 に示す. これらの合金は高周波真空溶解炉にて溶製後, アルゴンガス雰囲気中, 1000°C で 5 hr の焼鈍を行ない, 熱間鍛造, 熱間圧延を経て厚さ 2 mm の板材とし, この板材から Fig. 1 に示す寸法の引張試験片を切り出した. 引張試験は純化されたアルゴンガス雰囲気中で一定温度に保持しながら電気炉中で行なった. この電気炉は中央部 15 cm にわたって $\pm 1.5^\circ\text{C}$ 以内に温度制御されている. 所定の歪速度に対応する定常流動応力を求めるために Backofen ら⁽¹⁰⁾ が用いた方法と同様に, 同一試験片についてクロスヘッド速度を $2.5 \times 10^{-3} \sim 2.5 \text{ mm/min}$ の範囲で低速度から高速度に段階的に変化させ, 各歪速度に対応する定常流動応力を測定する方法を用いた.

Table 1 Chemical composition and transformation temperature of alloys used (wt%).

Specimen	Cr	C	Si	Mn	P	S	Transformation Temperature ($^\circ\text{C}$)	
							$\alpha \rightleftharpoons \alpha + \gamma$	$\alpha + \gamma \rightleftharpoons \gamma$
Fe-5 Cr	4.90	0.003	0.01	0.01	—	—	830	855
Fe-10 Cr	9.68	0.002	0.01	0.01	0.010	0.009	830	870
Specimen	Ni	C	Si	Mn	P	S	Transformation Temperature ($^\circ\text{C}$)	
							$\alpha \rightleftharpoons \alpha + \gamma$	$\alpha + \gamma \rightleftharpoons \gamma$
Fe-3 Ni	2.90	0.003	0.01	0.01	—	—	720	800
Fe-6 Ni	5.96	0.003	0.01	0.01	—	—	620	740

Fig. 1 Tensile specimen (mm).

引張試験開始前の試験片の結晶粒の大きさは, 各引張試験温度にて引張試験開始までに炉中で保持される時間 (約 1 hr) 保持した後, 焼入れした試料を Linear Intercept 法にて測定した. その結果, ほぼ試験温度全域にわたって Fe-Cr 合金は 2 種とも $50 \sim 70 \mu$, Fe-Ni 合金の場合は Fe-3 Ni が $30 \sim 40 \mu$, Fe-6 Ni が $20 \sim 25 \mu$ の範囲にあった.

III. 実験結果とその考察

引張試験を行なう前に, 本実験に用いた試料の α - γ 変態温度を示差熱分析 (昇温および降温速度 5°C/min) により求めた. Table 1 に示した α - γ 変態温度はこのようにして

求めたものである. さらに, この示差熱分析により得られた変態温度を組織観察上から確認するために上記分析による α 単相領域, $(\alpha + \gamma)$ 2 相共存領域, および γ 単相領域で 1 hr 保持後, 水焼入れし, その組織を光学顕微鏡により観察した. Fe-10 Cr 合金の一例を Photo. 1 に示す. $(\alpha + \gamma)$ 2 相共存領域から焼入れた試料には Hunzler⁽¹¹⁾ が Fe-Cr 合金の $(\alpha + \gamma)$ 2 相共存領域から焼入れて得た組織と同様に, 焼入れ前は γ 相であったと思われる組織 (矢印で示す部分) を含んでいる. α 単相領域あるいは γ 単相領域から焼入れた試料にはこのような組織がみられなかった. 以上の組織観察から Table 1 に示した $(\alpha + \gamma)$ 2 相共存領域の上限と下限は妥当なものであると判断した. Fe-Ni 合金についても同様の方法により, 上記変態温度が妥当であることを確認した. 以下, 慣例に従って $(\alpha + \gamma)$ 2 相共存領域の下限を α -transus, 上限を γ -transus と称して検討する.

1. Fe-Cr 合金

始めに歪速度と定常流動応力との関係を求めるために行なった Fe-10 Cr 合金の測定例を Fig. 2 に示す. 図から明らかに歪速度を変化させると, ただちに応力が増加し, その後一定応力で変形が進行する. この一定に達した応力をここで定常流動応力と称することにする. このようにして Fe-Cr 合金の α 単相, $(\alpha + \gamma)$ 2 相共存, および γ 単相領域において歪速度とそれに対応する定常流動応力を求め, それぞれ対数でプロットすると歪速度 $\dot{\epsilon} = 10^{-4} \sim 10^{-1} \text{ min}^{-1}$ の範囲で Fig. 3 に示すような曲線を描く. この曲線の勾配 ($d \log \sigma / d \log \dot{\epsilon}$) に相当する値, 即ち m 値は歪速度に依存し, Fig. 4 に示すように 2 合金とも歪速度 $\dot{\epsilon} = 10^{-4} \sim 10^{-1} \text{ min}^{-1}$ の範囲ではほぼ一定の値を示し, 歪速度の増加とともに減少する. このような m 値と歪速度の関係は低合金鋼⁽⁸⁾ (12) やマンガン鋼⁽⁹⁾ についても認められている. 本実験の結果, Fe-Cr 合金では $(\alpha + \gamma)$ 2 相共存領域における歪速度感受性 m 値は他の単相領域における値よりも大きく, かつ高歪速度まで大きい値を維持することが明らかとなった.

m 値におよぼす歪の影響をしらべるために大きな m 値

Photo.1 Microstructure of Fe-10Cr alloy annealed for 1hr at various temperatures and quenched. Etched in nital. The arrows indicate the grains used to be γ phase.

- (a) Quenched from the temperature of 820°C which was in the α single phase region
 (b) Quenched from the temperature of 850°C which was in the $(\alpha+\gamma)$ two-phase region
 (c) Quenched from the temperature of 880°C which was in the γ single phase region

Fig.2 A load vs. elongation curve of Fe-10Cr alloy plotted to obtain strain rate sensitivity, m .

が得られた歪速度 $\dot{\epsilon} = 3.0 \times 10^{-4} \text{ min}^{-1}$ における m 値と歪の関係を求めた。Fe-10Cr 合金を例にとると Fig.5 のように歪の増加に伴って m 値は減少してゆく。 m 値の減少する様相は α 単相領域において急激であるが $(\alpha+\gamma)$ 2 相共存領域においては徐々に変化し、最終的に α 単相領域における値に漸近してゆく。 γ 単相領域においては試料がわずかな歪で破断するので m 値におよぼす歪の影響を明らかにすることができなかった。

本実験で得られた m 値は歪 $\epsilon = 0 \sim 15\%$ 、歪速度 $\dot{\epsilon} = 10^{-4} \sim 3.0 \times 10^{-4} \text{ min}^{-1}$ の範囲ではほぼ一定、かつ最大となる。この条件における m 値の温度依存性は Fig.6 に示すように α 単相領域では温度の上昇とともにわずかに増大し、 $(\alpha+\gamma)$ 2 相共存領域になると急激に増加してピークを形成

Fig.3 Strain rate dependence of flow stress at various temperatures.

(a) Fe-5Cr alloy, (b) Fe-10Cr alloy

し、 γ -transus 近傍で極小となる。 γ 単相領域になると m 値は再び温度の上昇に伴って増加する。2 種の Fe-Cr 合金において $(\alpha+\gamma)$ 2 相共存領域で得られた m 値の最大値は 0.27~0.28 であり、本実験に用いた Fe-Cr 合金の引張試験開始前の初期結晶粒径が $50 \sim 60 \mu$ という大きさにもかかわらず、超塑性材料でみられる値(一般に m 値は 0.3 以上のときが多い、^{(12)~(14)})に近い値を示した。このような 2 相共存領域における m 値の温度依存性は Lee, Backofen ら⁽¹⁴⁾ がチタンおよびジルコニウム合金で報告しており、 m 値がピークを示すことについては拡散速度、結晶粒径、

および第2相の量の3因子によるものと指摘している。一般に m 値に影響をおよぼす因子としては歪速度が一定の場合、結晶粒度^{(9)(13)~(17)}、および拡散速度⁽⁹⁾⁽¹⁸⁾が重要な

Fig. 4 Strain rate dependence of strain rate sensitivity, m at various temperatures. (a) Fe-5Cr alloy, (b) Fe-10Cr alloy

Fig. 5 Variation of strain rate sensitivity, m with engineering strain at various temperatures for Fe-10Cr alloy.

Fig. 6 Temperature dependence of strain rate sensitivity, m at the strain rate of $3.0 \times 10^{-4} \text{ min}^{-1}$ for Fe-5Cr and Fe-10Cr alloys.

因子であり、微細結晶粒であるほど、また拡散速度が大なるほど大きな m 値が得られている。本実験で用いた Fe-Cr 合金の場合、引張変形開始前の初期結晶粒径は既に述べたように各試験温度において、ほぼ一定であり、また Fig. 5 に示すように歪 $\epsilon=0\sim 15\%$ の範囲で m 値におよぼす歪の影響は小さいので初期結晶粒径の差異、あるいは引張変形中の結晶粒径の変化等、結晶粒径に関する因子が本実験で求めた m 値におよぼす影響は小さいと考えられる。さらに、Hunzr⁽¹¹⁾により求められた Fe-Cr 合金の $\alpha+\gamma$ 変態温度近傍における拡散速度の温度依存性から推して、 $(\alpha+\gamma)$ 2 相共存領域で本合金の拡散速度が急激に上昇することは考えられない。しかしながら、一般に言われているように、結晶粒界および相境界において拡散速度が大きくなると考えられ、このような効果も含めて、 $(\alpha+\gamma)$ 2 相共存領域では α 相と γ 相とが共存することにより生ずる種々の効果が m 値にピークを生ぜしめる重要な因子となっていると推測される。

本実験では m 値がピークを示した温度は $(\alpha+\gamma)$ 2 相共存領域の中央に相当する温度から γ -transus に相当する温度の範囲にあった。超塑性を示す 2 相合金、例えば Cu-Al 合金⁽¹⁹⁾、Cu-Zn 合金⁽²⁰⁾ では 2 相の体積比が 1:1 のとき最も著しい超塑性が観測されている。本実験で用いた Fe-Cr 合金でも、 m 値がピークを示す温度では引張変形開始前の α 相と γ 相の体積比はほぼ 1:1 であった。

歪速度 $\dot{\epsilon}=3.0 \times 10^{-4} \text{ min}^{-1}$ 、 $\dot{\epsilon}=3.0 \times 10^{-1} \text{ min}^{-1}$ における定常流動応力は Fig. 7 に示すように、温度の上昇に伴って減少し、 m 値が大きな値を示す $(\alpha+\gamma)$ 2 相共存領域で極小値を示した。

Fig. 7 Temperature dependence of flow stress at various strain rates. (a) Fe-5Cr alloy, (b) Fe-10Cr alloy

試料の破断伸びは m 値の大きさとよく対応している。一例として **Photo.2** に示すように Fe-10Cr 合金では m 値が最も大きくなる (α + γ) 2 相共存領域の温度 (850°C, このとき $m=0.28$) で得られた破断伸びは 152% に達し、いわゆる超塑性を示した。次いで α 単相領域, γ 単相領域の順に破断伸びは m 値と対応して小さくなった。この傾向は Fe-5Cr 合金でも同様であった。

Photo.2 Appearance of fractured tensile specimens of Fe-10Cr alloy tested at various temperatures.

(a) 820°C; α single phase region (92% elongation), (b) 850°C; (α + γ) two phase region (152% elongation), (c) 880°C; γ single phase region (52% elongation)

2. Fe-Ni 合金

Fe-Cr 合金と同様に歪速度 $\dot{\epsilon} = 10^{-4} \sim 10^{-1} \text{ min}^{-1}$ の範囲で歪速度と定常流動応力との関係を α 単相, (α + γ) 2 相共存, および γ 単相領域において求めた。 m 値の歪速度依存性, および歪依存性は Fe-Cr 合金とほとんど同様であった。また, m 値の温度依存性は **Fig.8** に示すように, (α + γ) 2 相共存領域において Fe-Cr 合金で認められるほど明瞭なピークを示さず, m 値の最大値も 0.22~0.25 であり, Fe-Cr 合金に比し小さな値を示した。このような Fe-Ni 合金と Fe-Cr 合金の差異は, Fe-Ni 合金の 2 相共存領域が Fe-Cr 合金のそれよりも低温にあるため, α - γ 相境界の効果よりも拡散速度の低下がより強く影響し, m 値に明瞭なピークをもたらずに至らなかったことによると考えられる。このことは Fe-3Ni 合金よりも, さらに 2 相共存領域が低温にある Fe-6Ni 合金で, より不明瞭な m 値のピークが得られたことから推測される。

また, Fe-Ni 合金における試料の破断伸びは m 値の弱

Fig.8 Temperature dependence of strain rate sensitivity, m at the strain rate of $3.0 \times 10^{-4} \text{ min}^{-1}$ for Fe-3Ni and Fe-6Ni alloys.

い温度依存性に対応し, α 単相, (α + γ) 2 相共存, および γ 単相領域とも大きな差異は認められなかった。

IV. 結 言

Fe-Cr および Fe-Ni 合金を用いて α 単相, (α + γ) 2 相共存, および γ 単相領域において歪速度 $\dot{\epsilon} = 10^{-4} \sim 10^{-1} \text{ min}^{-1}$ の範囲で引張試験を行ない, 次の結果を得た。

(1) Fe-Cr, Fe-Ni 合金とも歪速度感受性 m 値は (α + γ) 2 相共存領域の中央に相当する温度から γ -transus の温度の範囲で極大となり, ピークを示した。この m 値のピークは測定された歪速度範囲で Fe-Cr 合金の場合 (結晶粒径 50~70 μ) 0.27~0.28, Fe-Ni 合金の場合 (結晶粒径 Fe-3Ni 合金; 30~40 μ , Fe-6Ni 合金; 20~25 μ) 0.22~0.25 であった。

(α + γ) 2 相共存領域で m 値がピークを示すことについては α - γ 相境界の存在による影響が大であるという推論を得た。

Fe-Ni 合金では m 値のピークが Fe-Cr 合金にくらべて不明瞭であった。一つの原因として, Fe-Ni 合金の 2 相共存温度が Fe-Cr 合金のそれに比して低いことによると考えられる。

(2) Fe-Cr, Fe-Ni 合金とも測定された歪速度範囲で定常流動応力は (α + γ) 2 相共存領域で極小値を示した。

(3) 試料の破断伸びは m 値とよく対応し, Fe-Cr 合金においては (α + γ) 2 相共存領域で最も大きな値 (152%) が得られ, 超塑性を示した。Fe-Ni 合金では α 単相, (α + γ) 2 相共存, および γ 単相領域においては破断伸びは小さく, 差異も小さかった。

最後に本研究の遂行にあたり, 引張試験装置の製作ならびに試料の加工に御協力下さいました日立造船株式会社技術研究所, 上田実彦氏に深く感謝致します。

文 献

- (1) D.H.Avery and W.A.Backofen : Trans.ASM, **59** (1966), 357.

- (2) H.E.Cline and T.H.Alden : Trans. Met. Soc. AIME, **239**(1967), 710.
- (3) H.W.Hayden, R.C.Gibson, H.F.Merrick and J. H.Brophy : Trans. ASM, **60**(1967), 3.
- (4) M.de Jong and G.W.Rathenau : Acta Met., **7** (1959), 246.
- (5) F.W.Clinard and O.D.Sherby : Acta Met., **12** (1964), 911.
- (6) D.Oelschlägel and V. Weiss : Trans. ASM, **59** (1966), 143.
- (7) 武井英雄, 中佐啓治郎 : 金属学会誌, **35**(1971), 1063.
- (8) W.B.Morrison : Trans. ASM, **61**(1968), 423.
- (9) H.W.Schadler : Trans. Met. Soc. AIME, **242**(1968), 1281.
- (10) W.A.Backofen, I.R.Turner and D.H.Avery : Trans. ASM, **57**(1964), 980.
- (11) A.M.Hunz, P.Guiraldenq, M.Aucouturier and P.Lacombe : Mém. Sci. Rev. Mét., **66**(1969), 85.
- (12) W.B.Morrison : Trans. Met. Soc. AIME, **239**(1969), 710.
- (13) D.H.Avery and W.A.Backofen : Trans. ASM, **58** (1965), 551.
- (14) D. Lee and W.A. Backofen : Trans. Met. Soc. AIME, **239**(1967), 1034.
- (15) D.L.Holt and W.A.Backofen : Trans. ASM, **59** (1966), 755.
- (16) S.W.Zehr and W.A.Backofen : Trans. ASM, **61** (1968), 300.
- (17) D.L.Holt : Trans. Met. Soc. AIME, **242**(1968), 25.
- (18) 竹岡健治, D.Oelschlägel, 和泉 修 : 金属学会誌, **35**(1971), 780.
- (19) D.M.R. Taplin and S.Sagat : Mater. Sci. Eng., **9** (1972), 53.
- (20) S. Sagat, P. Blenkinsop and D.M.R. Taplin : J. Inst. Metals, **100**(1972), 268.

Ni-Al α 相合金のクリープについて*

高 橋 仙之助**

Sennosuke Takahashi : On the Creep of Ni-Al α Phase Alloy. The experiments were carried out to study how the minimum creep rate of Ni-Al solid solution alloys depends on stress and temperature at temperatures of 600~750°C and a stress of 2~5 kg/mm². The minimum creep rate $\dot{\epsilon}$ can be well expressed by the equation

$$\dot{\epsilon} = A \sigma^n \exp(-Q/RT),$$

and the values of A , n and Q were obtained. Here σ is the applied stress, A the frequency factor, Q the activation energy, R the gas constant and T the absolute temperature. The apparent activation energies and n values for the Ni-2.1 at% Al alloy and Ni-6.0 at% Al alloy were 65.5(0.93) kcal/mol, 5.9(0.65) and 59.3(0.81) kcal/mol, 5.3(0.79), respectively (the values in parentheses express the standard deviations). The calculated A values were 1.9×10^9 (0.35×10^9) for Ni-2.1% Al and 5.6×10^6 (1.3×10^6) for Ni-6.0% Al alloy under the constant applied stress.

(Received September 12, 1973)

I. 緒 言

面心立方型固溶体合金のクリープについての研究は、堀内⁽¹⁾の報告にもみられるように、種々の合金について行なわれている。

ここでは Ni 系耐熱合金および Ni-Al₂O₃ 型分散強化合金の基材ともいえる Ni-Al 固溶体合金の高温度における最小クリープ速度の応力および温度依存性を求めるために行なったクリープ実験の結果について報告したい。

II. 実 験 方 法

試料は 99.95% の電解ニッケルと 99.995% のアルミニウムを用い、 10^{-4} mm Hg 程度の真空中で高周波溶解により約 5 kg のインゴットを溶製し、各インゴットを 1000~

1150°C で約 20 mm ϕ まで鍛造した後スエーjing加工し、8 mm ϕ の丸棒にし、1200°C, 5 hr 真空焼鈍したのちクリープ試験片として加工した。

ニッケル中のアルミニウムの濃度は、化学分析の結果、2.1 および 6.0 at% であった。試料の結晶粒の平均粒径は、Photo. 1 (a), (b) に示したように 1~2 mm であった。6.0 at% の試料には双晶がより多く認められた。

クリープ実験は、平行部の直径 4 mm ϕ , 長さ 40 mm の試験片を用いて、0.75 t のてこ型単式試験機により行なった。設定温度は $\pm 1^\circ\text{C}$ 以内に制御し、クリープ伸びは、試験機の左右のダイヤルゲージにより 10^{-4} mm まで読み、その平均をとった。

この実験では、一つの試料について温度、荷重を変えてクリープ変形を測定するようなことはしないで、一つの試

** 金属材料技術研究所 (National Research Institute for Metals, Tokyo)

* 1968 年 4 月金属学会東京大会に発表