Zr-2.5%Nb-Ru 合金の焼き入れ材の組織と機械的性質について

上 原 重 昭* 木 村 啓 造*

Shigeaki Uehara and Hirozo Kimura : On the Structure and Mechanical Properties of Quenched Zr-2.5%Nb-Ru Alloys. Effects of the quenching temperature on the structures and mechanical properties of Zr-2.5%Nb alloys containing up to 0.3% Ru were studied by optical and electron microscopy, tensile tests and vickers hardness tests.

In the specimens quenched from the β range or higher temperatures in the $\alpha+\beta$ range, a martensitic structure was observed. In the twinned martensite plate, $(10\bar{1}1)$ internal-twins were mainly observed with a portion of $(10\bar{1}2)$ internal-twins and dislocations. But in the untwinned martensite plate, internal-twins could not be observed.

In the structure quenched from the temperatures in the $\alpha+\beta$ range, it was observed that as the quenching temperature decreases, the amount of the α phase increases and the retained β or ω phase occurs at the specified temperatures.

In specimens of furnace-cooled and air-cooled from the β range, parallel plate-like α and basketweave α structures were observed, respectively.

Quenching from the β range or higher temperatures in the $\alpha+\beta$ range, the tensile strength shows almost a constant value. Further, the decreasing of quenching temperatures shows complicated changes in tensile properties. The minimum and maximum values of tensile strength were observed in relation to the quenched structures of the α with the retained β phase and of the α phase with the quenched ω phase, respectively. In a specimen quenched below 780~790°C, yield phenomenon was observed in the stress-strain curve.

(Received October 21, 1974)

I. 緒 言

Nb を含む Zr 合金は熱処理性があり、焼き入れ-時効処理によってその機械的性質の改善ができるので、実用合金としては既に Zr-2.5%Nb 合金が開発されている^{(1)~(3)}。

また 1at% 以下の微量の Ru を含む Zr-Ru 合金においても同様な熱処理性がある⁽⁴⁾。いずれの Zr 合金も高温では β 相 (*bcc*) が、変態温度以下では α 相 (*cph*) が安定相であるため、熱処理材の金属組織は焼き入れ温度条件により変化するが、高温の β 相は焼き入れによりマルテンサイト組織となり、これらのマルテンサイト晶中には $(10\bar{1}1)$ 内部双晶、 $(10\bar{1}2)$ 内部双晶および転位などの格子欠陥が観察されている^{(4)~(6)}。Zr-2.5%Nb 合金の熱処理材の機械的性質⁽¹⁾⁽²⁾および耐食性⁽³⁾⁽⁷⁾などの材料特性は焼き入れ温度によって影響を受けることが知られている。

この報告は Zr-2.5%Nb 合金を基として Ru を微量添加した Zr-2.5%Nb-Ru 合金に関し、焼き入れ材について焼き入れ条件とその金属組織および機械的性質について検討したものである。

II. 実験方法

1. 試料の作成

実験試料は真空ダブルアーク溶解による 50 kg または 300 kg インゴットより作った。配合に用いた原料として、

Zr は原子炉級スポンジ Zr (>99.7%, 日本鉱業 K.K. 製), Nb は 50 kg 溶解の場合は Nb ペレット (>99.7%) を、300 kg 溶解の場合には Nb 板の切断片 (99.85%) を用い、Ru は粉末状 (99.9%) を用いた。Ru 粉末はその散逸を防ぐため、あらかじめボタンアーク溶解により塊状としたのち約 5 mm 以下の粗粒に破碎して用いた。

Nb および Ru の添加は、あらかじめ高濃度の Zr-Nb-Ru 母合金をボタンアーク溶解でつくり、これをスポンジ Zr に添加して行なった。母合金の組成は目的とする合金中の Nb および Ru 量に応じて変化させ、Nb は 20% の一定としてさらに Ru を 0.8, 1.2, 1.6 および 2.4% を含むようにした。これらの母合金に対し、7 倍量のスポンジ Zr を加えて Table 1 の配合組成とした。

アーク溶解の 1 次消耗電極は所定の寸法に圧縮成形したブリケットを溶接して作ったが、各々のブリケットはスポンジ Zr で母合金をその中心部に包み込むように配慮して圧縮成形を行なって作った。

ダブルアーク溶解後のインゴットの径は 50 kg 溶解では約 180 mm, 300 kg では約 300 mm で、表面を黒皮むきしたのち予熱された電気マuffle 炉を用いて 950°C まで加熱し、油圧プレス (500 t) を用いて分塊鍛造を行ない、60 mm 角のピレットまたは 25 mm 厚の板用スラブとした。ただし最終仕上げ加工の際の予熱温度は 850°C とした。

棒材への加工は、60 mm 角ピレットを 800°C に加熱し、

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

Table 1 Chemical analyses of Zr-2.5% Nb-Ru alloys.

Specimen	Nominal composition		Chemical analyses		
	Nb wt%	Ru wt%	Nb wt%	Ru wt%	O ppm
Zr-2.5% Nb	2.5	—	2.77	—	870
Zr-2.5% Nb-0.1% Ru	2.5	0.1	2.59	0.11	870
Zr-2.5% Nb-0.15% Ru	2.5	0.15	2.50	0.15	1000
Zr-2.5% Nb-0.2% Ru	2.5	0.2	2.46	0.18	960
Zr-2.5% Nb-0.3% Ru	2.5	0.3	2.54	0.33	1000

溝ロールを用いて熱間圧延により 16 mm ϕ としたのち、常温のスエーシング加工により 10 mm ϕ とした。板材への加工は熱間シース圧延を行なった。板用スラブ (25 mm) の表面を 2~3 mm 面削して熱間プレス鍛造の際の酸化汚染層を除去したのち、1 mm 厚さの銅板をはさんで 4 mm 厚さの鉄板製のシースに収め、周囲を溶接して密封したのち、加熱温度 700°C で熱間圧延を行なった。密封された Zr 合金の厚さが約 4 mm となるまで熱間加工したのち、シースの周辺部を切断除去し、少量のフッ酸を含んだ希硝酸 (45%) で酸洗いでシース材を取り除き⁽⁸⁾、以後は冷間圧延により所定の厚さの板材とした。電子顕微鏡観察試料作成のための薄板は板材の小片をさらに冷間圧延を重ねて 0.3 mm 以下の厚さのものとした。

2. 熱処理条件および試験

Zr 合金は空气中で高温に加熱すると表面汚染を受けるが、この実験に用いた合金を 1000°C $\times$ 1 hr 大気中で加熱し、その断面の組織ならびに硬さ測定により検討した結果、酸化汚染の影響を受ける層の厚さは 1 mm 以下であった。したがってこの実験に用いた平行部 4 mm ϕ の引張り試験片を 10 mm ϕ の丸棒より削り出す場合には試験片の切削加工の過程で酸化汚染層が完全に除去できるため、棒材の熱処理は大気中で行なった。薄板の高温熱処理は酸化汚染を防ぐため、石英カプセル中に真空封入して行なった。

熱処理条件は 750~1000°C の所定の温度に 1 hr 加熱保持したのち水焼き入れを行なった。石英カプセル中に封入した薄板試料では、水中でカプセルを碎いて急冷した。なお一部の試料については冷却速度を変えるため、加熱保持した後炉冷または空冷した。

上述の熱処理を行なった 10 mm ϕ の丸棒より Fig.1 に示すような引張り試験片を削り出し、残部より硬さ試験片、

Fig.1 The size of specimen used for the tensile test (mm).

光学顕微鏡試験片および電子顕微鏡試験片を採取した。光学顕微鏡観察のための腐食液は硝酸：フッ酸：水が 45：10：45 の混酸を用いた。透過電子顕微鏡用の薄膜試料は約 0.3 mm の薄板または丸棒試験片より薄く切り出した薄板をエメリー紙で研摩して薄くしたのち、電解研摩によって作った。電解液は焼き入れ条件に基づく金属組織の差異によって変える必要があり、この実験条件では焼き入れ温度が高い場合には過塩素酸：無水酢酸が 5：95 の混酸を、低い場合にはメチルアルコール：n-ブチルアルコール：過塩素酸が 295：175：30 の混液を用いた。

引張り試験は室温で行ない、使用した機種はテンシロン (5 t) で、歪速度は約 5.5×10^{-4} /sec とした。硬さ測定はビッカース硬さ計によって行なった。

III. 実験結果および考察

1. 熱処理条件と金属組織

供試材の $\beta/\alpha + \beta$ 境界の温度を求めるため、予測される温度範囲で 10°C 毎に焼き入れ温度を変えて光学顕微鏡観察を行なった結果、いずれの合金も $\beta/\alpha + \beta$ 境界温度は 880~890°C であった。Zr-2.5% Nb-0.3% Ru 合金を β 単相領域の 1000°C より水焼き入れした場合の光学顕微鏡組織は、Photo.1 に示すように全面がウィッドマンステッテン状のマルテンサイト組織である。 $\alpha + \beta$ 2 相領域内の 850°C および 790°C より水焼き入れした Zr-2.5% Nb-0.3% Ru 合金の光学顕微鏡組織はそれぞれ Photo.2(a) および (b) に示す。焼き入れ温度の低下に対応して初析 α 相 (Photo.2 中の丸味を帯びた白色の部分) の量が増加してい

Photo.1 Microstructure of a Zr-2.5% Nb-0.3% Ru alloy quenched from 1000°C.

Photo.2 Microstructures of Zr-2.5% Nb-0.3% Ru alloy.

(a) Quenched from 850°C, (b) Quenched from 790°C.

る様子が認められる。850°Cより水焼き入れした場合の地はマルテンサイト組織であり、790°Cより水焼き入れした場合は後述の電子顕微鏡観察の結果から明らかに ω 相を含んでいる。Ru含有量が若干異っている他の試料においても同様な傾向の組織が観察された。

β 単相領域の1000°Cよりの冷却速度が組織におよぼす影響を観察した結果、水焼き入れの場合(初期冷却速度; 300~400°C/sec)には前述のように全面がマルテンサイト組織であったが、より冷却速度の遅い空冷および炉冷の場合には異なった組織が観察された。1000°Cより空冷(初期冷却速度; 約10°C/sec)および炉冷(平均冷却速度; 約8°C/min)した場合のZr-2.5% Nb-0.15% Ru合金の光学顕微鏡組織はそれぞれPhoto.3(a)および(b)に示され、いずれもウィッドマンステッテン組織である。空冷材においてはバスケットウィーブ状 α 組織が全面に観察される結晶粒と、Photo.3(a)のようにバスケットウィーブ状 α 組織ともの β 粒界附近には粒界より成長したパラレルプレート状 α 組織⁽⁹⁾と考えられるものが観察される結晶粒もあった。炉冷材ではPhoto.3(b)に示すような均一な組織で、パラレルプレート状 α 組織が観察される。Holt⁽¹⁰⁾⁽¹¹⁾によると組成のわずかに異なった2種類のジルカロイ-4を1000~

Photo.3 Microstructures of Zr-2.5% Nb-0.15% Ru alloy in polarized light.

(a) Air-cooled from 1000°C, (b) Furnace-cooled from 1000°C.

1100°Cより冷却速度を5~400°C/secに変えて冷却したとき、実験条件内では冷却速度に関係なく、同一組成のジルカロイ-4においては同じ組織を観察しており、これは主に β 相中に固溶しない第2相の数の変化、 β 粒界の大きさの変化等の構造の変化が影響しているとしている。また、Ökvistら⁽⁹⁾はジルカロイ-2について β 相中に固溶しない第2相が存在する場合、冷却によってバスケットウィーブ状 α 組織を観察している。Zr-2.5% Nb-0.15% Ru合金の冷却組織においては上記のジルカロイ-4およびジルカロイ-2の場合と異なり、冷却速度の影響をより強く受けることが観察された。この場合、冷却速度が早い程過冷度が大きくなり、 $\beta \rightarrow \alpha$ 変態のための核が多数形成され、 β 相中に固溶しない第2相が存在する場合と同様にバスケットウィーブ状の α 組織が観察されるものと考えられる。冷却速度が遅い場合は核の形成が少なく、もとの β 粒界より生じた α 相が生長してパラレルプレート状の α 組織になるもの⁽⁹⁾と考えられる。

β 単相の1000°Cより水焼き入れしたZr-2.5% Nb-0.15% Ru合金の電子顕微鏡観察によると twinned マルテンサイト晶中の下部組織として(10 $\bar{1}$ 1)内部双晶が主として観察され、このほか(10 $\bar{1}$ 2)内部双晶および転位も観察される。これらの下部組織はZr-2.5% Nb合金⁽⁵⁾⁽⁶⁾およびZr-Ru系合金⁽⁴⁾においても観察されている。

$\alpha + \beta$ 2相領域の850°Cより水焼き入れした場合もRu含有量にかかわらず、いずれの合金もほぼ同様な組織が観察された。850°Cより水焼き入れしたZr-2.5% Nb-0.15% Ru合金の組織はPhoto.4に示すようなマルテンサイト組織と初析 α 相よりなっている。Photo.4から明らかにマルテンサイト組織の中に twinned マルテンサイト晶と untwinned マルテンサイト晶があり、twinned マルテンサイト晶の中には(10 $\bar{1}$ 1)内部双晶が観察される。また他の下部組織と思われる組織も観察され、 β 単相より水焼き入れした場合とほとんど同じ組織である。twinned マルテンサイト晶の大きさは β 単相の1000°Cより水焼き入れした場合に比べて、より低温の850°Cより水焼き入れし

Photo.4 Transmission electron micrograph of martensite in Zr-2.5% Nb-0.15% Ru alloy quenched from 850°C, showing the twinned martensite at A and untwinned martensite at B.

た場合の方が一般に小さく、焼き入れ時の β 粒の大きさが twinned マルテンサイト晶の大きさに影響を与えているものと考えられる。untwinned マルテンサイト晶の中には内部双晶は観察されなかった。

$\alpha + \beta$ 2 相領域の高温領域より水焼き入れした場合では初析 α 相とマルテンサイト相が観察されるが、 $\alpha + \beta$ 2 相領域の低温領域に移行するに伴って α 相と平衡する β 相中の Nb および Ru 量が大きくなって、 β 相が室温まで残留するようになる。Zr-2.5% Nb-0.15% Ru 合金では 810°C より水焼き入れした場合マルテンサイト相の他に β 相が残留しているのが観察された。Ru を添加しない Zr-2.5% Nb 合金の場合には 800°C より水焼き入れした場合に残留 β 相が観察され、この結果は Winton ら⁽²⁾ の観察結果とも一致している。

790°C および 780°C より水焼き入れした場合の Zr-2.5% Nb-0.15% Ru 合金の組織は **Photo. 5(a)** に一例を示すように、明瞭ではないが、やや引伸ばされた粒状の析出物

Photo. 5 (a) Transmission electron micrograph of Zr-2.5% Nb-0.15% Ru alloy quenched from 790°C.
(b) Selected area diffraction pattern from Photo. 5(a).

が観察され、この析出物の制限視野電子回折像は **Photo. 5(b)** に示すようであり、これらの指数づけを行うと **Fig. 2** のようである。これらは ω 相による回折像を示し、 β 相の 4 方位に ω 相が析出していること⁽¹²⁾ が観察された。一方 Zr-2.5% Nb 合金では 790°C より水焼き入れを行なった場合には ω 相は観察されなかったが、この温度より低い 780°C または 770°C より水焼き入れを行なった場合には ω 相が明らかに観察された。

これらのことから Zr-2.5% Nb 合金へ Ru を微量添加することにより、残留 β 相および焼き入れ ω 相を生ずる焼き入れ温度がやや高くなるとともにこの合金の Ms 点を下げるものと考えられる。

Fig. 2 Key diagram of Photo. 5(b).
a, b, c and d showing glib diffraction.

2. 焼き入れ材の機械的性質

Zr-2.5% Nb およびこれに Ru を添加した合金を 750~1000°C より水焼き入れした場合の引張り性質と焼き入れ温度との関係を検討した結果は **Fig. 3** に示すようで、焼き入れ温度の僅かの変化により強さは変動し、極小および極大をもつ複雑な変化をする。Ru 含量を 0~0.3% の範囲内で変えてもこの傾向はほとんど同様で、**Fig. 3** には代表例として Ru を含まない Zr-2.5% Nb および Zr-2.5% Nb-0.15% Ru 合金の結果を示した。

Zr-2.5% Nb-0.15% Ru 合金において β 単相領域および $\alpha + \beta$ 2 相領域の高温領域の 850°C 以上の温度より水焼き入れした場合、強さはほぼ一定の値を示すが、焼き入れ温度が 850°C 以下になると強さは約 10% 低下し、810°C で極小値を示す。さらに焼き入れ温度を下げると強さは急激に上昇して 780°C で極大値を示したのち焼き入れ温度を下げるにつれて再び減少する。強さが極小値および極大値を示す焼き入れ温度は Ru の添加によって高温側に移り、Zr-2.5% Nb-0.2% Ru 合金ではそれぞれ 820°C および

Fig. 3 Effects of the various quenching temperatures on the mechanical properties of Zr-2.5% Nb-Ru alloys.

790°C となるが、一方 Zr-2.5% Nb 合金ではそれぞれ 790°C および 770°C で、極小および極大の変動幅は Ru 添加した合金とは差がある。硬さの変化も強さとはほぼ同様な挙動を示している。 $\alpha + \beta$ 2 相領域の高温領域から焼き入れた場合の組織は初析 α 相とマルテンサイト相である。これらの相の硬さを検討するために、純 Zr および析出する α 粒子の組成に対応する⁽¹³⁾ Zr-0.1% Nb 合金をボタンーク溶解で作った。これらを 840°C より水焼き入れを行なったときの硬さはそれぞれ 134 および 152 (V.H.N.) で、これらの値は 840°C より水焼き入れした Zr-2.5% Nb 合金の硬さの 240 (V.H.N.) に比較して非常に軟らかい。Zr-0.1% Nb 合金は 840°C より水焼き入れした場合は α 単相であり、Zr-2.5% Nb 合金はマルテンサイト相と初析 α 相よりなるので、初析 α 相はマルテンサイト相に比較して軟らかいことが実証される。Zr-2.5% Nb-0.15% Ru 合金の伸び β は単相よりの水焼き入れ材では小さいが、焼き入れ温度を下げて $\alpha + \beta$ 2 相領域に入ると伸びは比較的高くなる。前述の強さが極大値を示す条件では伸びは極小値となるが、さらに焼き入れ温度を下げると再び伸びは回復する。強さの極小が観察されるとき組織は軟らかい多量の α 相と残留 β 相が観察されるので、この極小はこれらの相が関係しているものと考えられる。強さの極大が現われる場合は焼き入れ ω 相の存在が観察されているので、強さの極大および伸びの極小は焼き入れ ω 相の生成によるものと考えられる。

Zr-2.5% Nb-0.15% Ru 合金の焼き入れ温度を 790°C 以下とした場合、応力-歪線図において Fig. 4 中に矢印で示すような屈曲点が観察された。これらの屈曲点はいずれも U.T.S. の 80% 附近に現われ、焼き入れ温度が低くなる程明瞭になる。これらの屈曲点の出現する原因としては、降伏現象または加工誘起マルテンサイト生成の 2 つが考

Fig. 4 Stress-strain curves of a Zr-2.5% Nb-0.15% Ru alloy quenched from a temperatures in the $\alpha + \beta$ range.

られる。Fig. 4 に示したように焼き入れ ω 相が観察される 790°C より焼き入れ材においても屈曲点が観察されていること⁽¹⁴⁾ および焼き入れ温度を下げるにつれてその温度で平衡な β 相中の Nb および Ru 濃度が増加する結果、残留する β 相が安定性を増すにもかかわらず屈曲点が明瞭になることより上記の屈曲点は加工誘起マルテンサイト生成によるものとは考え難く、降伏現象によるものと考えられる。また $\alpha + \beta$ 2 相領域では焼き入れ温度を下げるにつれて初析 α 相の量が増加していることより、初析 α 相の量が降伏現象の出現に関連があるものと考えられる。同様な降伏現象の出現は Ti-6 Al-4 V 合金において 800°C ($\alpha + \beta$ 2 相領域) 附近よりの焼き入れ材でも観察されている⁽¹⁵⁾。Zr-2.5% Nb および Zr-2.5% Nb-0.1% Ru 合金は 780°C より焼き入れ材から、他の Zr-2.5% Nb-Ru 合金は 790°C より焼き入れ材から降伏現象が観察される。 β 単相の 1000°C より空冷材および炉冷材はウィッドマンステッテン α 組織であるが降伏現象は観察されなかった。

IV. 結 言

(1) Zr-2.5% Nb 合金を基として 0.3% までの Ru を加えた合金を β 相または $\alpha + \beta$ 2 相領域の高温領域より焼き入れた場合の組織はマルテンサイト組織で、twinned マルテンサイト晶はその下部組織として (10 $\bar{1}$ 1) 内部双晶が主として観察されるが、ほかに (10 $\bar{1}$ 2) 内部双晶および転位も観察された。untwinned マルテンサイト晶の中には内部双晶が観察されなかった。

(2) $\alpha + \beta$ 2 相領域においては焼き入れ温度の低下に伴って初析 α 相の量が増えるが、この低温領域より焼き入れた場合には残留 β 相が観察される。残留 β 相が認められる焼き入れ温度は Zr-2.5% Nb 合金では 800°C 以下であるが、微量の Ru の添加によりこの上限の温度は約 10~20°C 高くなる。

(3) $\alpha + \beta$ 2 相領域において焼き入れ ω 相が明らかに観察される狭い温度範囲があり、Zr-2.5% Nb 合金ではほぼ 770~780°C であるが、微量の Ru の添加により焼き入れ ω の生ずる温度は高温側に移る。

(4) 焼き入れ組織に及ぼす冷却速度の影響は他の Zr 合金よりも大きく、 β 領域からの焼き入れ材はマルテンサイ

ト組織, 空冷材はほとんど全面がバスケットウイブ状 α 組織, 炉冷材はパラレルプレート状 α 組織を示す.

(5) 本系合金の焼き入れ材の引張り性質は焼き入れ温度に対応して複雑な挙動を示す. Ru を含む場合は焼き入れ温度を β 単相領域から $\alpha + \beta$ 2 相領域の高温領域まで低下させても引張り強さはほぼ一定であるが, さらに低下させると焼き入れ温度の僅かの変化により引張り強さは 10% 以上の変動幅で極小および極大を示す. これらの極小および極大はそれぞれ焼き入れ温度の低下に伴う初析 α 相の増加ならびに残留 β 相の出現および焼き入れ ω 相の出現に対応している. また初析 α 相の量が多くなる 780~790°C 以下の温度より焼き入れた場合には, 応力-歪曲線に降伏現象が観察される.

終りにあたり本研究に御討論を頂いた当所辻本得蔵博士, 笹野久興技官に, また試料の溶製に御協力頂いた日本鉱業 K.K. 川崎工場ならびに K.K. 神戸製鋼所中央研究所および試料の加工ならびに分析を担当して頂いた当所溶注室の本多均一技官ならびに分析室の佐藤幸一技官に感謝致します.

文 献

- (1) C.E.Ells, S.B.Dalgaard, W.Evans and W.R.Thomas : AECL-2022, (1964).
- (2) J.Winton and R.A.Murgatroyd : TRG-Report 1049, (1965).
- (3) W.Evans, J.E.LeSurf and W.R.Thomas : AECL-2890, (1967).
- (4) 木村啓造, 上原重昭 : 金属学会誌, **37** (1973), 247.
- (5) C.D.Williams and R.W.Gilbert : *Proc.Int. Conf. on Strength of Metals and Alloys*, Supplement to Trans.JIM Vol. **9** (1968), 625.
- (6) S.Banerjee and R.Krishnan : *Acta Met.*, **19** (1971), 1317.
- (7) D.G.Lees : *Corros. Sci.*, **5** (1965), 565.
- (8) 木村啓造, 美濃部行雄, 上原重昭, 本間一広, 木村隆 : 金属学会誌, **37** (1973), 552.
- (9) G.Ökvist and K.Källström : *J. Nucl. Mat.*, **35** (1970), 316.
- (10) R.A.Holt : *J. Nucl. Mat.*, **35** (1970), 322.
- (11) R.A.Holt : *J. Nucl. Mat.*, **47** (1973), 262.
- (12) 井川 博, 新 成夫, 宮城政和, 森川正樹 : 金属学会誌, **34** (1970), 673.
- (13) R.P.Elliott : *Constitution of Binary Alloys*, First Supplement, (1965), 742.
- (14) 足立正雄, 辻本得蔵 : 金属学会誌, **25** (1961), 568 ; **26** (1962), 21, 527 ; 材技研報告, **5** (1962), 16.
- (15) 木村啓造, 小森進一, 笹野久興, 中野 理 : 軽金属協会春期大会予稿集, (1971), 16.

鉄-窒素合金からの α'' の析出におよぼす外力付加効果

森 勉* 堀 江 正 明**

Tsutomu Mori and Masaaki Horie : Effect of Applied Stress on α'' Precipitation in Fe-N Alloys. Two step aging (stress aging and free aging) has been carried out on single crystals of iron-nitrogen solid solutions. It has been confirmed that the stress orienting effect of α'' precipitates (Fe_{16}N_2) is due to preferential nucleation on a particular habit plane of α'' which is favored by the stress. A critical nucleus of α'' which can grow spontaneously at 100°C is estimated to have not more than 30 nitrogen atoms. Growth kinetics of α'' has been determined by measurement of length change which is induced by growth of preferentially nucleated α'' during the stress aging and has been shown to have the time exponent 2.

(Received October 29, 1974)

I. 緒 論

外部応力または内部応力の存在が, 析出物や変態生成物の結晶方位, 形態に影響することがある^{(1)~(3)}. 過飽和窒素原子を含む鉄から比較的低温で析出する α'' (Fe_{16}N_2) 相の場合にも, 外力が存在すると特定の方位(形態)のものが出やすいという配列効果がある⁽³⁾. α'' は正方晶であって, その中の鉄原子の並び方は, 原子間距離の違いを無視すれ

ば, BCC 鉄の鉄原子の並び方とまったく同じである. しかし, 窒素原子の規則的配列のために, a 軸方向に比べて c 軸方向の母相に対するミスフィット歪が特に大きく, その値は正である⁽⁴⁾. このため, たとえば母相の [001] 方向にミスフィット歪の大きい α'' は, 母相の (001) 面に平行な板状析出形態をとる. そして, たとえば [001] 方向に引張応力をかけて α'' を析出させると, (001) 面に平行な α'' が, (100), (010) 面に平行な α'' より数多く出ることになる⁽³⁾.

* 東京工業大学工学部金属工学科 (Department of Metallurgical Engineering, Tokyo Institute of Technology, Tokyo)

** 東京工業大学大学院, 現在: 株式会社神戸製鋼所高砂工場 (Graduate School, Tokyo Institute of Technology, Tokyo. Present address: Takasago Works, Kobe Steel Ltd., Takasago)