鉄の低温脆性に関する一考察*

渡辺正紀** 蒲地一義** 向井喜彦** 岡田東一**

Some Consideration on the Low Temperature Brittleness of Iron Crystals*

By M. Watanabe,** K. Kamachi,** Y. Mukai** and T. Okada**

Abstract

The plastic behaviour of iron crystals fractured at low temperature have been observed using X-ray as an aid of consideration about "Transition Temperature".

Iron single crystals were made by strain-recrystallization method and Laue photographs were taken before and after the crystals were fractured at low temperature from -180°C to room temperature.

The macroscopic morphology of fractured part of the specimen are shear type and shrink locally, and the direction of incident X-ray beam for Laue photographs were normal and parallel to the edge of sheared plane.

The Laue photographs from one shows obvious Central streaks following Debye ring from (110). The latter produces severely deformed spots which have fine structures and Debye ring as well as former. The Debye ring have assymetric intense accumulation.

The Laue photographs taken from another direction show strange and fine streaks as photo. IV (a)~(c). We report here the Consideration from these characteristic Laue photographs.

1. 緒 言

前年度において、脆性遷移現象をX線的に考察したのであって、シャルピー引張衝撃試験片の破面およびその近傍についてX線および顕微鏡による観察を行ったが、低温度における結晶の塑性挙動について詳細なことは判明しなかった。この辺の状況を調べる目的で粗大結晶(単結晶と考える)を作成してX線的に考察した。

粒界および隣接結晶の干渉を詳しく観察したい目的を有したが、結晶の粒界が低温度では脆弱となり、すべて粒界で破壊が起った為に、この目的は完遂されなかった。しかしながら単結晶を破断した場合のX線像は非常に興味深い変化を示したので、その結果を報告する。

2. 実 験

(i) 試験片：—

比較的純度のよい鉄の引拔きの針金を用いて、歪一加熱法によって単結晶を作成した。この針金の化学成分は次の如くである。

Table 1 Chemical Composition of the Specimen Wire

Component.	C	Mn	Si	P	Cr	Cu	S	Fe
% wt.	0.03	0.18	trace	0.01	0.04	0.18	0.017	Rest.

* 原稿受付 昭和32年5月2日(昭和32年度溶接学会春季学術講演会において発表)

** 正員 大阪大学工学部 Member, Faculty of Engineering, Osaka University

作成した単結晶は macro etch を施して確めた後、すべて Laue 写真をとった。そして結晶方位を決定すると共にX線束が[001]と平行になるように結晶を回転して対称またはこれに近い写真をとった。これは結晶方位を決定する外に bicrystal または tricrystal でないことを確かめる目的によってである。何となれば、macro etch しても orientation の近い単結晶が Fig. 1 の如く、あるときは、判別できぬことがしばしばあるからであり、またこのような bicrystal ができることが極めて多いからである。bicrystal の場合は結晶を goniometer の上で回転すれば standard photo. にないような多くの spots が現われるか

Fig. 1 Bicrystal

Fig. 2 Orientation of single crystal wires before test

Fig. 3 Apparatus

ら判定できる。このようにして決定した単結晶の結晶方位は Fig. 2 に示す如くである。

(ii) 破断：—

かくの如くして得た単結晶は -180°C から室温までの範囲内で大体 20°C 宛の温度間隔で引張り破断した。破断の要領は Fig. 3 に示す如くである。すなわち -180°C 破断は液体空気中で行った。 -160°C ～ -180°C 破断は熱絶縁物で図のように包み、液体空気に数十分浸してから液より引上げ、所定温度になった時に破断した。因みにこの時の温度上昇の仕方は、 1°C 上昇するのに数分かかった。

-60°C ～ -20°C の試験はドライアイス・アルコールを用い、 -75°C 前後に温度を下げ、そのままの状態で放置し液温が所定温度になった時破断した。

上下のチャックは各温度共すべて液体に浸して試験片と同じ温度にしてある。またその熱容量は試験片に比して充分大きいものである。

(iii) 破断部の観察

破断した単結晶は各温度での試験片共破断部分が局部収縮を起している。この収縮の仕方は向き面と向き方向によって限定されて Fig. 4 のようになっている。また顕微鏡で観察したところ引抜きの際の疵が大きく良好な写真は得られなかったが、局部収縮部分は 2～3 種の向きが起り wavy 状の slip band を示しており、deformation band も見られた。局部収縮部以外の単結晶部分でも、やはり wavy slip が見られるが deformation band もやはり存在する。

Fig. 4

(iv) X線による観察

破断した結晶の主として局部収縮部分に X 線束を入射して Laue 写真をとった。用いた X 線は Co 対陰極を使用して得た特性線と白色線の混合したものである。露出条件は 40KV, 10mA, 2.5hr の露出である。またフィルム、試料間の距離は 30mm とし 0.5mmφ の円形平行スリットを用いた。

また破断部以外の部分に X 線を当てた場合も写真をと

り、破断部表面を電解研磨してとり去った場合も写真をとって観察した。

3. 実験結果

前節で述べたようにして得た Laue 写真を次に示す。

Plate I (a), -180°C で破断した試験片に、Ⅱの方向より X 線を入射したものの写真である。

Plate I (b), -160°C } で破断したものの、破断部の X
Plate I (c), -80°C } 線写真。 -80°C と -40°C で
Plate I (d), -40°C } 破断したものは破断部の極先端
Plate I (e), 0°C } のみが X 線束中に透された。
Plate I (f), Room Temp.

Plate II (a), (b), はそれぞれ -180°C と Room temp. で破断した試験片の、Ⅱ方向から X 線束を入射して得た写真であり、

Plate III (a), は -140°C 破断試料のⅠの方向から X 線を入射した写真であるが、粒界破断した場合の例である。

Plate III (b), (c), はそれぞれ -120°C で破断した試験片の破断部のⅠとⅡの方向よりの写真であるが表面より 0.01 mm 電解研磨して表面をとり去ったものである。

Plate IV (a), (b), (c), はそれぞれⅠとⅡ以外の方向から X 線を入射した場合の Laue 写真であって、(a) -80°C , (b) -160°C , (c) -180°C の試験片である。極めて鮮明に複雑な streak が現われている。

Plate V (a), (b), は (a) は破断後にとった破断部以外の写真であり、(b) は破断以前の orientation 決定の為の写真である。

Fig. 5～Fig. 8 はそれぞれ -180°C , -80°C , -40°C , 0°C において破断した試験片のⅠの方向よりとった Laue 写真のステレオ投影図である。また Fig. 9, Fig. 10 は -180°C と室温において破断した試験片のⅡの方向よりとった写真のステレオ投影図である。

Fig. 5

Fig. 6

Fig. 7

Fig. 8

Fig. 9

Fig. 10

4. 考 察

(i) 結果の整理

前節に述べた結果をまず整理すれば次のようである。

(a) この種 Laue 写真の特徴として、I の方向から X 線を入射した場合 Laue 写真は、spots の外に Debye ring を伴っている。

(b) この spots は甚だしい diffused streak を伴っている。

(c) 現われた Debye ring は著しい集積点を有し、しかも I series の写真においては非対称の位置にある。II series の写真においては I に比して強度は弱いが対称に出ている。

(d) II series では spots はすべて極端な Central streak となっている。

(e) II streaks および I 以外の方向よりとった写真は特異な streaks を現わしている。

Vogel および Brick によると、鉄の結晶を加工した時 Laue の変化は甚だしくないと述べている。この実験結果においても局部収縮を起す寸前までは、極端な変形はないが局部収縮が始まると極めて著しい如上の変形が起る。

ii) 写真の解析

まず個々の場合について考えるに、I series の写真については、

(a) -180°C 破断試料については、Laue spots は比較的鮮明な、しかし、長大な diffused streak を伴っている。streak 中には fine structure が判然と見られ diffuse に重なって見られる。また streak の末端は 2 つに分れているが、この streak の主体をなす部分は、1 つの晶帯階円に属する spots がのるべきステレオ投影図の大円上にある。Plate I (a) Fig. 5 -160°C のものは fine structure は少々認め難い。この場合 spots の main part は大円上にあり、その diffuse streak はこの大円とある角度をなしてこれに交わり、同一の極点をもつ大円群上にあるようである。

-140°C 破断の試料は、gauge 間に結晶粒界が存在したため粒界で破断した。 -80°C 前後からこれ以下の温度では粒界の方が脆弱であって、すべて粒界で破壊が起る。こういう事実は、Vogel & Brick など述べている²⁾。この場合の Laue 写真は Photo III (a) の如くである。すなわち結晶は小さい結晶に split 各々は塑性変形を起している。

-80°C で破断した場合は、X 線照射部分が破断部の極先端のみであって、Debye ring は極めて弱く spots のみが強く出て居り、その diffused streak は甚しいものである。fine structure は認め得る。 -60°C 、 -40°C 、 -20°C 、 0°C において破断した試片の写真は大体において類似した傾向を示している。すなわち spots の diffuse は著しく面積的な拡がり呈し、あるいは連続带状となって、fine structure は全々見ることができない。強度は次第に弱くなっている。

室温の場合は完全に面積的な拡がりのみとなってしまうて、带状の streak もボケてくる。これ以上の温度では spots の存在も見分け難くなる。

(b) この写真に伴って現われる Debye ring は単結晶が破断に際して fragment した表面部分よりの回折によって起るものである。このことは Debye ring と Laue spots が同時に現われることを考察する為に各温度破断の試料を電解研磨し、表面より 0.01 mm 毎に写真をとったので明らかとなった。この fragmented part は破壊温度が高くなるほど多く深くなる。すなわち -120°C 破断の試料は 0.01mm の電解研磨で Debye ring が消失した。また -60°C 試料は 0.04mm で、室温破断試料は 0.05mm 取り去って消失した。Plate III (b), (c), は -120°C 破断試料を 0.01mm etch してとった局部収縮部の I および II の方向からとった写真である。この場合は結晶内部が甚しい変形をしており、各 spots が判然としないほどである。また多数の spots が現われているようであって、2~3 ケの部分に split したかのようである。

fragment して生じた部分は、Debye ring 上の集積点

より明らかなように結晶軸が揃った、いわゆる繊維構造をとっているが、集積点が非対称であって、普通の引張り繊維構造とは異なった特異な texture である。

Polany の式から (110) の垂線が、引張軸となす角度を計算すれば Table 2 のようである。但し、フィルム上、引張軸と平行な垂直線を基準として(+)は右に(-)は左に測った角度である。

Table 2

Tested Temp.	ρ	Angular deviation	Intensity
-180°	0	20°	weak
	-18°	25°	
-60°	+46°	40°	very strong
	-39°	30°	〃
	-72°	25°	strong
Room Temp.	+48°	50°	strong
	-69°	43°	very strong
	-80°	40°	〃

ρ : angle between tensile axis and normal of (110)

次に II series について考えるに、

(C) 現われるべき spots はすべて著しい Central streak となっている。Plate II (a), (b), に -180°C と室温破断試料との写真を比較して示してあるように、破断温度が高いほど streaks の数は増え、その鋭さを減じてくる。ステレオ投影図を見れば明らかであるが、この streak は反射面垂線が、迂り面内で、引張り軸に直角な方向を軸として数度の範囲に廻転していることを示している。大体 10° 前後の範囲に拡がっている。Taylor type の回転であると考えられるが、一般に asterism の原因といわれているものである。

(d) II series の Debye ring は極めて弱く、殆んど集積点のみが現われているようである。しかも対称である。

(iii) 総 括

以上に述べたようなことから鉄の結晶を低温で破断する

場合、その変形の機構が温度と共に変化して行く状態が推察できる。I と II の series の写真から推察される結晶の破壊部の状況は Fig. 11 の如くである。

-180°C において破断による spots の変化状況は不連続な斑点が、長く尾を引いた元来の spots のボケと重なっており、-80°C 位までではこのような傾向にあるが、それより高い温度で破断した場合にはこの fine structure はボケの中に隠れてしまって、連続帯状の強度の高いボケとなっている。これはちょうど塑性変形せしめた結晶を焼鈍して行く過程と良く似た現象であって、Fig. 12 のように説明される。すなわち(a)は、spots が polygonization によって判然とした fine structure を表わす場合に相当し、(b)は長くのびたボケに相当する。(c)はこの中間の場合である。II series の Central streak のステレオ投影図から見ると面垂線の角度範囲は 10° 位であるからこの面の彎曲の程度は、dislocation density よりほぼ推察することができる³⁾。

もう一ついえる重要なことは、初めの orientation にかかわらず、破断後の orientation がほぼ同様であることと (ステレオ投影図から) Debye ring の集積点の位置が同様な角度位置にあることから、-180°C までの温度範囲内では、塑性変形はその最後まで行なわれているのであって、温度の影響によっては本質的な脆性破壊は起っていない。もし温度の影響でこの間に脆性破壊が起るとすれば、このように最終状態まで塑性変形が起り得ないで破壊する筈である。従って遷移曲線は温度をパラメーターとしてとっているけれども、切欠脆性に及ぼす温度の影響を現わしているにすぎないと思われる。試験方法によって遷移温度が異なる所以である。しかしながら温度の低下と共に迂り難く従って回転し難くなることは事実であって、さらに低温度において実験を行えば完全な脆性破壊が起るかもしれない。

5. 結 論

以上の考察でのべた中に重要なことが二つ含まれている。一つは粒界が低温で脆弱であるということ、二つめは遷移曲線は切欠脆性に及ぼす温度の影響であるということである。

粒界と粒内の強度については諸説あり、equicohesive temp. 説もあるが、これは高温脆性を問題にするときのみに限られてよいと考えられる。一般には粒界の方が強度的に弱く、実験的にも粒界が先に大きい変形を受けていることが判明している。二つめの問題については理論的な展開を行う予定であって今後の機会に報告する所存である。

文 献

- 1) F.L. Vogel, Jr and R. M. Brick. "Jour. of metals" May (1953) 700
+ "Progress in metal Physics" vol. 4. 5. 6.
+ "Imperfection in nearly perfect crystals."

Fig. 11 [Schematically view of necking part]

Fig. 12

Plate I (a) Fractured at -1800°C

Plate I (b) Fractured at -160°C

Plate I (c) Fractured at -80°C

Plate I (d) Fractured at -40°C

Plate I (e) Fractured 0°C

Plate I (f) Fractured at room temp.

Plate II (a)

Plate II (b)

Plate III (a)

Plate IV (a) -80°C

Plate IV (b) -160°C

Plate IV (c) -180°C

Plate IV (b) -160°C

plate IV (c) -180°C

Plate V (a)

Plate V (b)