
内部摩擦による冷延鋼板の歪時効の研究

Study of Strain Ageing of Mild Steel Sheet Using Internal Friction Technique

志賀 千晃(Chiaki Shiga) 佐々木 徹(Tooru Sasaki) 松村 治(Ko Matsumura)

要旨：

商用の Al キルド，リムド冷延鋼板を用い，Snoek damping を測定した結果，AlN が析出していると，固溶炭素量が減少することがわかった。加工後，固溶している，C，N原子が転位へ固着していく過程，また，その固着が試料に弾性限内の再付加応力を加えると，はずれる現象を dislocation damping の測定により検討した。固着過程の速度は，Granato-Lucke の理論と Koehler の分布を用いると説明できる。また，この固着過程の時間則として $t^{1/3}$ を見出し，その活性化エネルギーは，C，Nの拡散の活性化エネルギーの約6～7割に相当することがわかった。

Synopsis：

It was found by the measurements of the Snoek damping that the precipitation AlN decreases the amount of carbon atoms in solution, in the specimens quenched from 700°C. The increase in yield strength $\Delta\sigma$ was compared with the decrease of the amplitude independent dislocation damping, during the strain-ageing for the commercial Al-killed and rimmed steel. It was found that the increase in yield strength was observed only for the rimmed steel, in spite of decrease in the dislocation damping of both steels. The phenomenon that no increase in yield strength is observed for Al-killed steel aged for a long time, is due to the breakaway of dislocations from the pinning points by the application of a static stress below the flow stress. This breakaway could well be followed by the immediate increase in the damping due to the applied stress. The damping after the immediate increase due to the applied stress usually decreased faster than that pre-strain. This difference in the kinetics can be explained by the Koehler-Granato-Lucke theory, on the basis of the new distribution of the pinning lengths with longer average loop length produced by the applied stress.

The kinetics of the recovery obeys a $t^{1/3}$ ageing law rather than the more familiar $t^{2/3}$ ageing law. The recovery process obeying a $t^{1/3}$ ageing law had activation energies of approximately 11.8 kcal/mole and 14.0 kcal/mole in the rimmed and Al-killed steel, respectively, the values of which are from 60 to 70% of those normally associated with bulk interstitial diffusion in a strain free lattice.

本文は次のページから閲覧できます。

内部摩擦による冷延鋼板の歪時効の研究

Study of Strain Ageing of Mild Steel Sheet Using Internal Friction Technique

志 賀 千 晃*

Chiaki Shiga

佐 々 木 徹**

Tooru Sasaki

松 村 治***

Ko Matsumura

Synopsis:

It was found by the measurements of the Snoek damping that the precipitation AlN decreases the amount of carbon atoms in solution, in the specimens quenched from 700°C.

The increase in yield strength $\Delta\sigma$ was compared with the decrease of the amplitude independent dislocation damping, during the strain-ageing for the commercial Al-killed and rimmed steel. It was found that the increase in yield strength was observed only for the rimmed steel, in spite of decrease in the dislocation damping of both steels. The phenomenon that no increase in yield strength is observed for Al-killed steel aged for a long time, is due to the breakaway of dislocations from the pinning points by the application of a static stress below the flow stress. This breakaway could well be followed by the immediate increase in the damping due to the applied stress.

The damping after the immediate increase due to the applied stress usually decreased faster than that pre-strain. This difference in the kinetics can be explained by the Koehler-Granato-Lucke theory, on the basis of the new distribution of the pinning lengths with longer average loop length produced by the applied stress.

The kinetics of the recovery obeys a $t^{1/2}$ ageing law rather than the more familiar t ageing law. The recovery process obeying a $t^{1/2}$ ageing law had activation energies of approximately 11.8 kcal/mole and 14.0 kcal/mole in the rimmed and Al-killed steel, respectively, the values of which are from 60 to 70% of those normally associated with bulk interstitial diffusion in a strain free lattice.

1. ま え が き

軟鋼の歪時効は加工によって生じた自由な転位のところへ、マトリックスに固溶しているC、N原子が拡散していき、転位の動きを妨げるため起きると考えられている。歪時効でまず問題になる

のは、マトリックスに固溶しているC、N原子の絶対量である。商用冷延鋼板では、Alキルド鋼はリムド鋼に比べ、Nの固溶量は著しく少なく、時効現象を示さないことがよく知られている。その理由としてAlキルド鋼では、Alにより固溶N原子がAlNとして析出しているからだといわれている。確かに、これがAlキルド鋼の非時効性

* 技術研究所物理研究室主任研究員
*** 技術研究所珪素鋼研究室主任研究員

** 技術研究所水島研究室主任研究員

の主因ではあるが、このほか細かく分散析出している AlN が、固溶 C 量にも多大な影響をおよぼしていると考えられる。

従来時効過程を追跡した多くの実験事実があるが、そのうち多くのものが電気抵抗あるいは内部摩擦の Snoek ピークを用いて、マトリックスに残留する固溶 C, N 原子量の変化を観察している。しかし、時効初期における、特に転位線上 C, N の原子の分布についての知見を得るには、これらの測定では十分ではない。ところで加工によって急上昇した転位による歪振幅非依存的内部摩擦は、時効初期に大きく減少する。これは内部摩擦が固着点間隔の 4 乗に比例するからだと解釈されている。時効初期の自由な転位が C, N 原子によって固着される様子をとらえるには、転位による内部摩擦の観察が良き手段であると思われる。

この報告は商用の Al キルド、リムド冷延鋼板を用いて

- (1) Snoek damping の測定により AlN が固溶 C 量におよぼす影響
- (2) 歪振幅非依存的 dislocation damping を測定し、歪時効における降伏応力の増加および転位による内部摩擦の変化に対する固溶量の影響
- (3) 固溶量が少ない場合または時効初期において時効後弾性限内の付加応力を与えると、C 原子による転位の固着がはずれ内部摩擦が上昇する現象、上昇後の時効速度
- (4) 内部摩擦の減少過程の活性化エネルギーに

ついて実験事実を述べ、降伏応力の増加の機構ならびに転位による内部摩擦の減少機構について、Granato-Lucke の理論を中心として考察を行なったものである。

2. 実験方法

実験に用いた試料は商用のリムド冷延鋼板(R)と Al キルド冷延鋼板(K)の 2 鋼種の as-received 材、脱窒材、固溶化熱処理材およびリムド冷延鋼板の脱炭脱窒材である。Table 1 に各試料の化学成分、Table 2 に両鋼の固溶化熱処理ならびに脱炭脱窒処理条件を示す。リムド鋼板(R-REC)の平均粒径は 0.018mm で、これを脱炭脱窒したもの(R-DCN)は 0.020mm である。Al キルド鋼板(K-REC)は 0.013×0.030mm (C 方向×L 方向)であり、その脱窒したもの(K-DN)は 0.060mm である。他の熱処理条件ではあまり粒径は変わらない。

Snoek ピークの測定には、当社で新たに製作したコレット型振り振動内部摩擦測定装置を用い、約 2 Hz の周波数で振動させ、100 個の波高から対数減衰率を求めた。磁気起因する内部摩擦を消すため 280 Oe の均一磁場をかけ、真空中で温度を上昇 (1°C/min) させながら測定した。試料形状は 0.83×10×120mm である。C, N ピーク $Q^{-1}_{\max, C}$, $Q^{-1}_{\max, N}$ の分離は本装置を用い他の実験から導き出した測定周波数 f_c , f_N とピーク温度 T_{PC} , T_{PN} の関係式

Table 1 Chemical compositions of specimens (wt %)

| Material | C | N | Mn | P | S | O | Al |
|----------|-------|--------|------|-------|-------|--------|-------|
| R | 0.021 | 0.0019 | 0.28 | 0.008 | 0.017 | 0.0393 | 0.001 |
| R-DN | 0.026 | 0.0005 | 0.30 | 0.009 | 0.022 | | 0.001 |
| R-DCN | 0.001 | 0.0007 | | | | | |
| K | 0.041 | 0.0049 | 0.32 | 0.006 | 0.020 | 0.0038 | 0.048 |
| K-DN | 0.036 | 0.0007 | 0.33 | 0.007 | 0.021 | | 0.052 |

R...rimmed steel, R-DN...denitrided rimmed steel,
R-DCN...decarburised and denitrided rimmed steel,
K...Al-killed steel, K-DN...denitrided Al-killed steel.

Table 2 Conditions of heat treatment

| Treatment | Mark (R- or K-) | Condition | |
|-----------------------------|--------------------|--|---|
| | | Rimmed steel (R) | Al-killed steel (K) |
| Decarburized and denitrided | DCN | R-REC→700°C×30hr in wet H ₂ →Furnace cooled | |
| Denitrided | DN | R-REC→670°C×10hr in dry H ₂ +CH ₄ (little) | K-REC→1 350°C×3hr in dry H ₂ →700°C×3hr in dry H ₂ +CH ₄ |
| As received | REC | As box annealed in factory | As box annealed in factory |
| Precipitated at 200°C | PPD | | K-REC→600°C×2hr in Ar →Furnace cooled→200°C×50hr →Quenched in ice water |
| Furnace cooled | FC | | K-REC→600°C×2hr in Ar →Furnace cooled |
| Air cooled | AC | R-REC→685°C×5hr in Ar →Air cooled | K-REC→710°C×5hr in Ar →Air cooled |
| Quenched | Q | R-REC→600°C×5hr in Ar →Quenched in ice water | K-REC→600°C×5hr in Ar →Quenched in ice water |

$$13.37 - \log f_c = 4193.95 / T_{PC} \dots \dots \dots (1)$$

$$13.48 - \log f_N = 4016.64 / T_{PN} \dots \dots \dots (2)$$

から T_{PC} , T_{PN} を決め、次式

$$Q^{-1} = Q^{-1}_{\max,C} \cdot \text{sech} \{ (E_C/R) (1/T - 1/T_{PC}) \} \\ + Q^{-1}_{\max,N} \cdot \text{sech} \{ (E_N/R) (1/T - 1/T_{PN}) \} \dots \dots \dots (3)$$

E_C , E_N : C, N の拡散の活性化エネルギー

に最も満足する $Q^{-1}_{\max,C}$, $Q^{-1}_{\max,N}$ を決めた。

引張試験による降伏応力の増加 $\Delta\sigma$ の測定は島津製オートグラフを用いた。0.8×10×120mm の短ざく試片を、 $2.0 \times 10^{-4} \text{ sec}^{-1}$ の歪速度 ($\dot{\epsilon}$) で 10 % の予歪を室温で与え、付加荷重を零にもどし室温時効または 80°C×40min の時効を与え、再引張りしたときの降伏応力の増加 $\Delta\sigma$ を測定した。 $\Delta\sigma$ の定義は Fig. 1 のとおりである。転位による内部摩擦の測定は横振動型の装置を用い、降伏応力の増加 $\Delta\sigma$ を測定したときと同形状の試料を、同条件で 10% の引張り予歪を与え、長さ 100mm に剪断し試料とした。試片を引張り試験機からはずし、剪断し終えるまでドライアイスアルコール

中で冷却し時効が起こらないようにした。強磁性材の内部摩擦を測定する際、問題になる磁気起因する内部摩擦¹⁾を、コンデンサー型横振動方式で磁場を変え調べた結果、加工した試料を低振幅

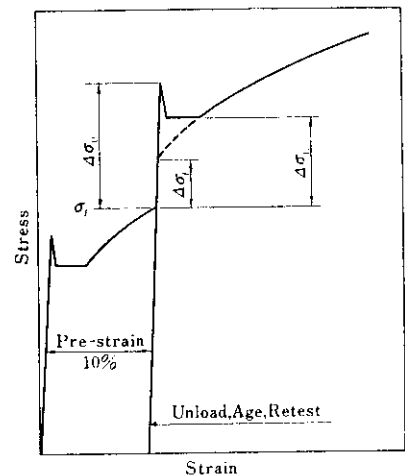


Fig. 1 Schematic stress-strain curve for a pre-strain, age and retest sequence

(4×10^{-6}) で振動を与えた場合、磁気—機械的静履歴による内部摩擦は 5×10^{-5} 以下であることを確認した。この事実は杉本²⁾らの実験事実とよく一致し、十分小さいことがわかった。そこで時効初期を追跡するうえに加工直後、迅速な測定が必要であるため、この実験では電磁型横振動方式を用い室温、空气中、無磁場で測定した。測定周波数約 400 Hz、最大歪振幅 4×10^{-6} である。

3. 実験結果

3.1 固溶C量の決定

Fig. 2 はリムド冷延鋼板の as-received 材 (R-REC) について Snoek ピークを測定したものである。試料形状が悪いため少しバラついているが、C ピーク値として $Q^{-1}_{\max, C} = 3.5 \times 10^{-4}$ 、N ピーク値として $Q^{-1}_{\max, N} = 5.5 \times 10^{-4}$ が得られた。なお Al キルド鋼の as-received 材 (K-REC) の Snoek ピークはほとんど観察されなかった。これら 2 つの試料は同じ冷却過程を経ているにもかかわらず、リムド鋼のみ C ピークが観察されるのは注目される。

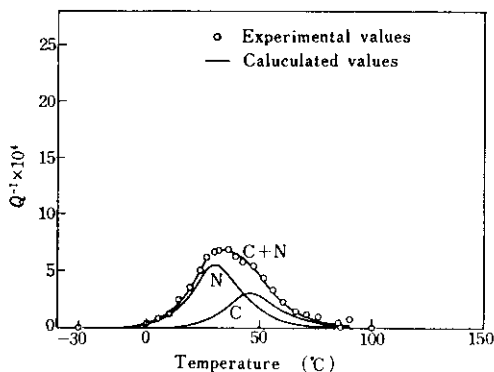


Fig. 2 Log dec. vs. temperature curve for as-received rimmed steel (R-REC)

Fig. 3, 4 は、リムド鋼を脱窒処理したものとして as-received の Al キルド鋼、両試料を同時に 700°C で 3hr 焼鈍し油焼入れしたものについて、Snoek ピークを測定したものである。N ピークから試料 K では内耗値にして 3×10^{-4} だけ N が AIN として固定されず残存しており、また試料 R-DN では

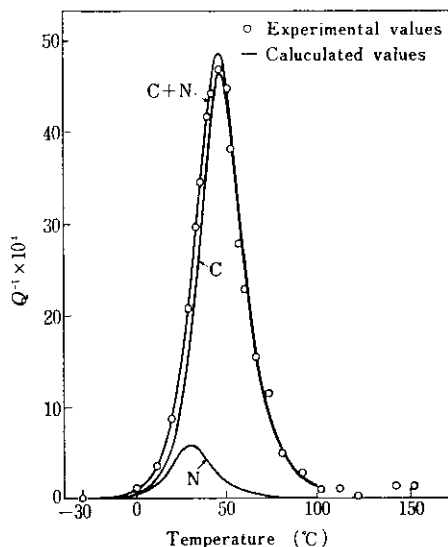


Fig. 3 Log dec. vs. temperature curve for denitrified rimmed steel quenched in oil from 700°C (R-DN)

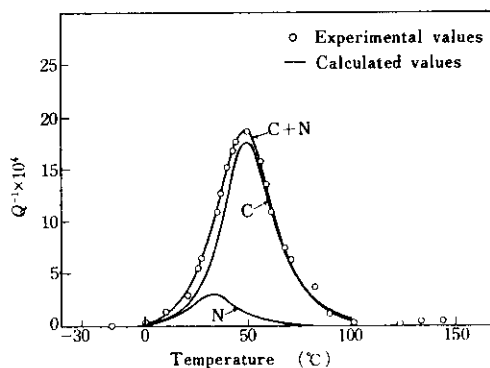


Fig. 4 Log dec. vs. temperature curve for Al-killed steel quenched in oil from 700°C (K)

5.8×10^{-4} まだ脱窒されず残っていることがわかる。一方、C ピーク値は試料 R-DN で 46.2×10^{-4} であるのに対し、試料 K は 17.5×10^{-4} であり、試料 R-DN の約 38% に相当する。Fig. 5 はこの Al キルド鋼を 1350°C で AIN を分解脱窒し、さらに加炭した試料 K-DN を Fig. 4 の試料と同様の 700°C の固溶化熱処理をほどこし Snoek ピークを測定したものである。明らかに C ピーク値が Fig. 4 の試料 K より増加していることがわかる。

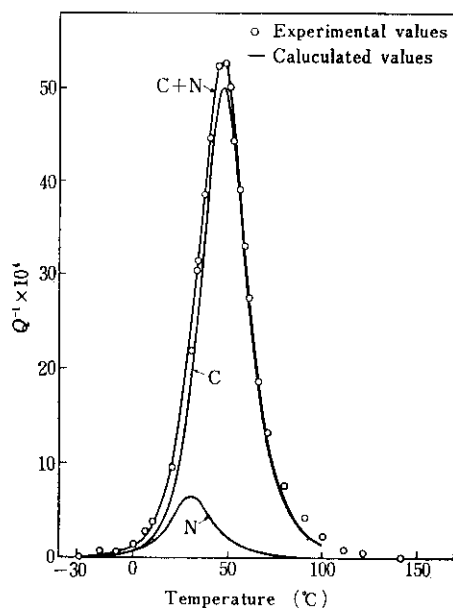


Fig. 5 Log dec. vs. temperature curve for denitrified Al-killed steel quenched in oil from 700°C (K-DN)

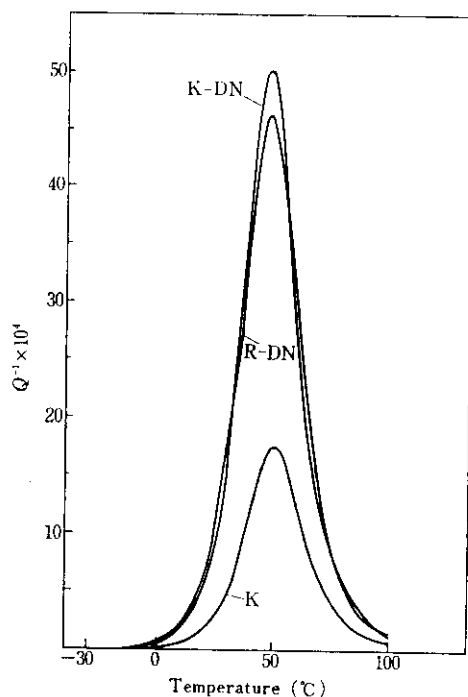


Fig. 6 Comparison of peak heights due to carbon for specimens quenched in oil from 700°C (R-DN, K, K-DN)

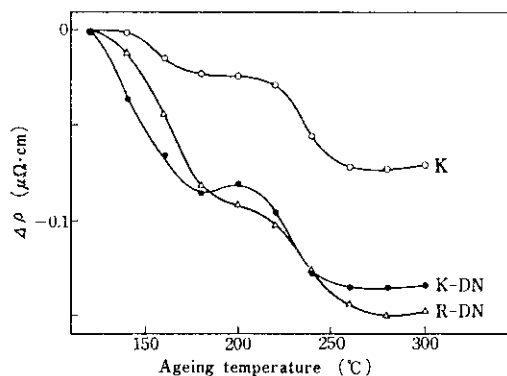


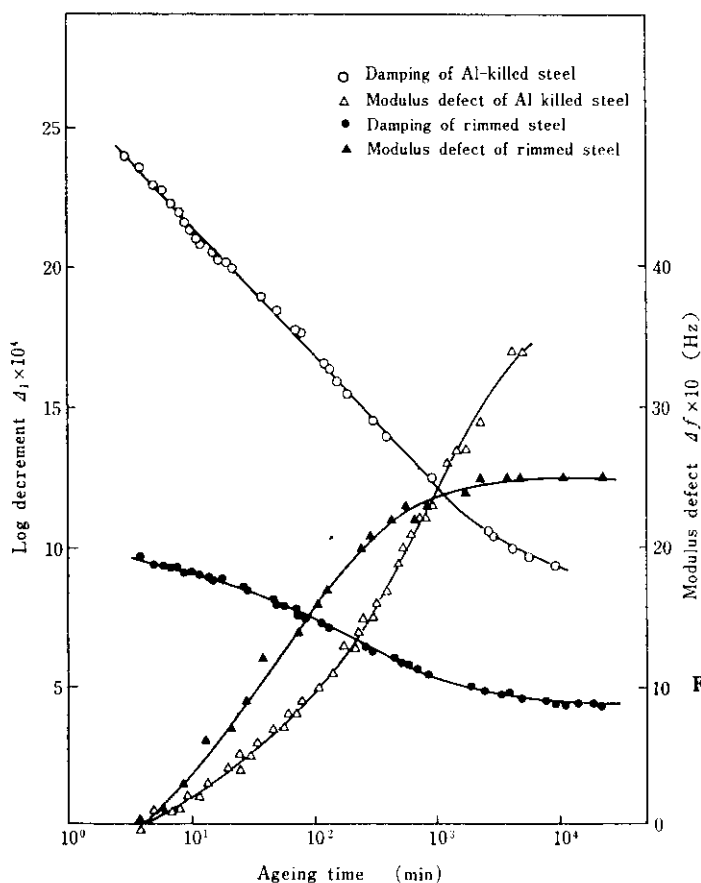
Fig. 7 The isochronal annealing curves of electrical resistivities for specimens quenched in oil from 700°C (R-DN, K, K-DN). The annealing period is 15min

Fig. 6 は、Fig. 3, 4, 5 のCピークだけを取り出し比較したものである。析出物 AlN があるのとないのとで焼入れ材の固溶C量に、はっきりと差がある。この事実を確認するため、3つの試料K, K-DN, R-DNを120°Cから20°Cおきに各15minずつ等時焼鈍して電気抵抗の変化を調べた。その結果をFig. 7に示す。試料KおよびK-DNの電気抵抗の変化量は、試料R-DNの変化量の48%および90%に相当し、電気抵抗の変化からも、焼入れ後の固溶C量に差のあることが裏付けられる。

3.2 転位による内部摩擦 Δ_1 および降伏応力の増加 $\Delta\sigma$

Fig. 8はリムドおよびAlキルド鋼のas-received材、(R-REC, K-REC)に10%の予歪を与え室温時効させた場合の転位による内部摩擦と剛性率の変化曲線である。剛性率の変化は共鳴周波数の変化を示す。加工後(4min)の転位による内部摩擦は、Alキルド鋼のほうがリムド鋼に比べ約2.5倍大きく、時効時間10⁴minまでの変化量も大きい。また剛性率の変化量もこれに対応している。両鋼の内部摩擦および剛性率の変化曲線は約10³minからゆるやかに始め、リムド鋼が時間10⁴minまでに飽和するのに対し、Alキルド鋼は時間10⁴minまでに飽和せず、減少し続ける。

転位による内部摩擦 Δ_1 に対応する降伏応力の増加 $\Delta\sigma$ の変化を比較しまとめたものがFig. 9で



ある。縦軸（左側）は、Fig. 8 の内部摩擦の測定値から $(\Delta I)^{-1/2}$ と $t^{1/2}$ の関係をプロットし、加工直後 ($t=0$) の内部摩擦 (ΔI_0) を求め、その値で測定値 (ΔI) を割った量 ($\Delta I/\Delta I_0$) を示す。転位による内部摩擦の変化は両鋼とも時効初期から大きく減少しているが、降伏応力の増加が測定されるのはリムド鋼のみであり、Al キルド鋼に関しては 10^3 min 室温時効させても認められない。さらに $80^\circ\text{C} \times 40$ min の時効条件でさえも降伏応力の増加は観察されない。またリムド鋼の内部摩擦は時効初期においても大きく変化しているが、降伏応力

Fig. 8 Recovery of amplitude independent damping and resonant frequency at room temperature, as a function of time after deformation, for as-received Al-killed and rimmed steels

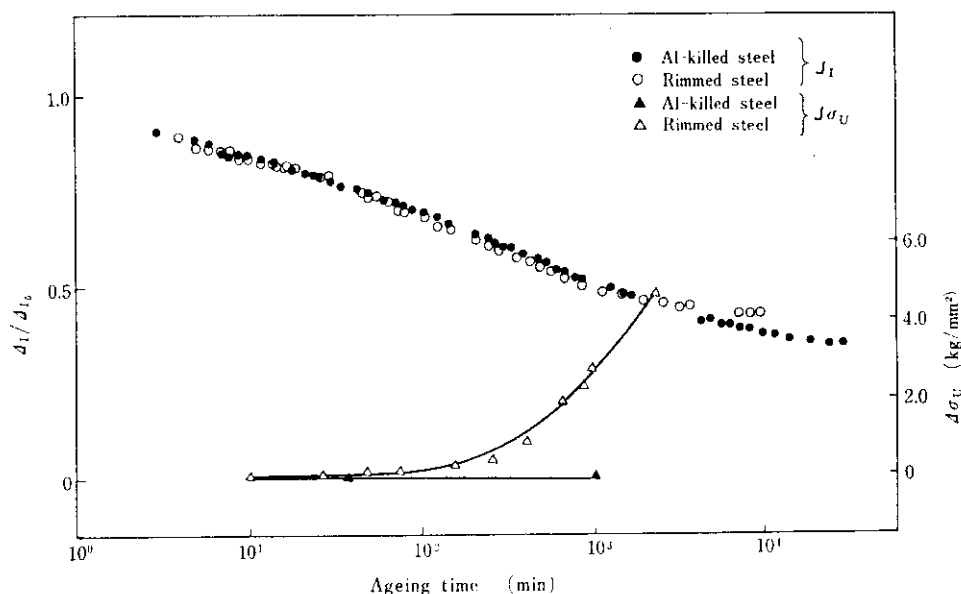


Fig. 9 Change of $\Delta I/\Delta I_0$ and $\Delta \sigma_u$ of as-received Al-killed and rimmed steels as a function of ageing time

の増加 $\Delta\sigma_u$ は時間 10^2 min まで非常にゆるやかな挙動をすることがわかる。

以上の実験は両鋼の as-received 材についてのものであるが、両鋼の 7 種の固容量を変えた試料についても加工後の転位による内部摩擦を、室温時効させて測定し、as-received 材と比較してみた。その結果を Fig. 10 に示す。Table 3 は、この実験に用いた両鋼の as-received 材と C, N 固容量を変えた 7 種の試料の升降伏応力 (U.Y.S.), 下降伏応力 (L.Y.S.), および降伏伸び (Y.El.) と $80^\circ\text{C} \times 40$ min の時効処理にともなう降伏応力の増加 $\Delta\sigma_u$, $\Delta\sigma_L$, $\Delta\sigma_t$ などの機械的諸性質を示す。7 種の試料の熱処理条件については Table 2 に示したとおりである。C, N 固容量の大きい材料ほど時効後の降伏応力の増加は大きく測定されると解釈し、Table 3 からこれらの試料の C, N 固容量の大小を推定すると、加工後の転位による内部摩擦は固容量の最も少ないリムド鋼の脱炭脱窒材 (R-DCN) がいちばん大きく、固容量の最も多いリムド鋼の 600°C 焼入れ材 (R-Q) がいちばん小さく観察される、他の試料についても固溶されている C, N 原子量に対応していることは明らかである。

3.3 再付加応力による内部摩擦の上昇および剛性率の回復

1.3×10^4 min 室温時効させた Al キルド鋼 (K-RC) について、引張試験機で弾性限内での再付加応力を与えると、付加応力に比例して転位による内部摩擦が上昇する現象をはっきり観察することができた。その挙動を Fig. 11 に示す。Fig. 12 は両鋼の as-received 材 (K-RC, R-RC) について、いろいろの時効時点で再付加応力を加え内部摩擦の上昇度を調べたものである。再付加応力を加えるまでに減少した内部摩擦の変化量 a に対する再付加応力によって上昇した内部摩擦の大きさ b の比 (b/a) が縦軸である (Fig. 11 参照)。横軸

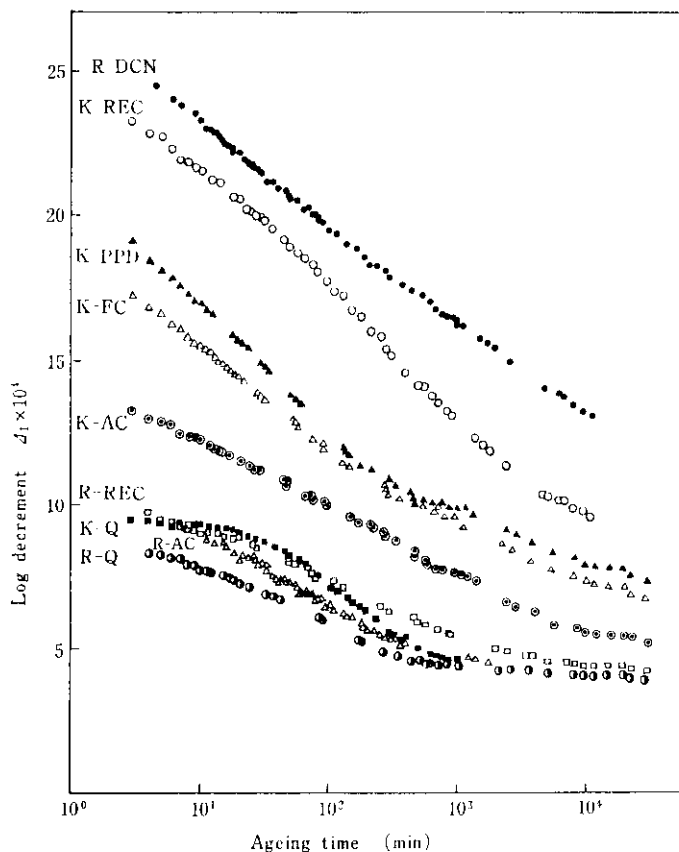


Fig. 10 Recovery of amplitude independent damping at room temperature as a function of time after deformation, for both as-received specimens and seven groups of specimens having different dissolved solute contents. Each mark is indicated in Table 2

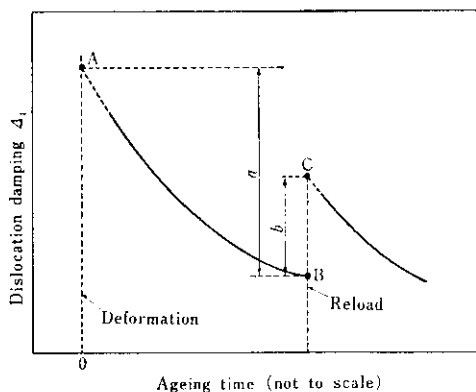
Table 3 Mechanical properties with strain-ageing index of as-received specimens and seven groups of specimens which contain various amount of dissolved carbon and nitrogen

| | Sample mark | U.Y.S. kg/mm ² | L.Y.S. kg/mm ² | | Y.El. % | σ_f 10% kg/mm ² | $\Delta\sigma_u$ kg/mm ² | $\Delta\sigma_L$ kg/mm ² | $\Delta\sigma_f$ kg/mm ² |
|-----------------|-------------|------------------------------|---------------------------|------|------------|--------------------------------------|--|--|--|
| | | | max. | min. | | | | | |
| Rimmed steel | DCN | 7.6 | — | 7.4 | 0.1 | 24.4 | 0 | 0 | 0 |
| | REC | 23.3 | 22.4 | 22.2 | 4.0 | 27.4 | 6.5 | 4.5 | 3.6 |
| | AC | 23.4 | 22.0 | 21.1 | 3.6 | 27.7 | 6.8 | 5.7 | 4.3 |
| | Q | 23.8 ☆ | 24.1 | 23.8 | 3.2 | 32.1 | 6.2 | 6.2 | 4.3 |
| Al-killed steel | REC | 20.7 | 20.5 | 20.4 | 2.6 | 27.9 | 0 | 0 | 0 |
| | PPD | 22.5 | 22.5 | 20.3 | 3.2 | 27.7 | 1.5 | 0.9 | 0.5 |
| | FC | 20.9 ☆ | 21.2 | 20.8 | 3.4 | 27.7 | 2.3 | 1.6 | 0.9 |
| | AC | 24.0 | 22.7 | 22.2 | 3.4 | 28.6 | 4.6 | 4.2 | 4.1 |
| | Q | 23.6 | 23.4 | 23.1 | 3.2 | 31.6 | 5.9 | 5.9 | 4.3 |

Note

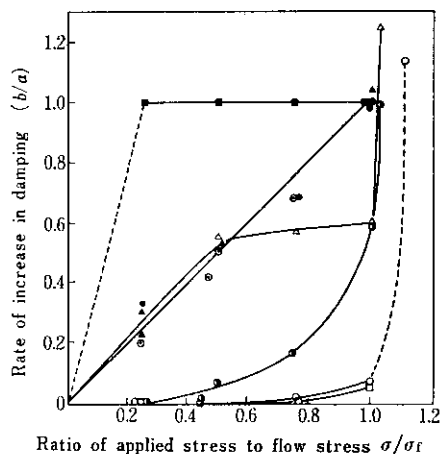
• Strain rate
 2×10^{-4} /sec• Test temperature
20°C• Ageing condition
80°C × 40min☆ Stress when plastic
deformation started

は10%予歪における flow stress (σ_f) に対する再付加応力 (σ) の比 (σ/σ_f) を表す。Al キルド鋼の場合、室温時効 200min の時点で flow stress の $1/4$ の大きさの再付加応力 ($0.25 \sigma_f$ と表示する) を与えると内部摩擦は10%予歪直後の値まで上昇する。この試料に続いて再付加応力を $0.50 \sigma_f$, $0.75 \sigma_f$, σ_f と漸次増しても内部摩擦は上昇せず一定の値を示す。flow stress を越し塑性域にはいると内部摩擦は急激に上昇する。室温時効を

**Fig. 11** Schematic representation of deformation, ageing and reload sequence

Al-killed steel
 ■ Aged for 200min at r.t.
 ● Aged for 10⁴min at r.t.
 ▲ Aged for 1.3 × 10⁴min at r.t.
 ⊙ Aged for 10⁴min at r.t. then 660min at 100°C

Rimmed steel
 △ Aged for 70min at r.t.
 ○ Aged for 150min at r.t.
 ○ Aged for 10³min at r.t.
 □ Aged for 10⁴min at r.t.

**Fig. 12** The rate of increase in dislocation damping (b/a), as a function of the applied stress ratio (σ/σ_f) after various ageing times. a is the damping value decaying till reload after deformation and b , the damping value increased immediately after applying stress. σ is applied stress and σ_f , flow stress

10⁴min および 1.3×10⁴min 与えたもの、室温時効10⁴min与えさらに80°C×11hr焼鈍したもの、これら3つの試料の内部摩擦の上昇度は付加応力に比例して大きくなり、 σ_f に相当する荷重で予歪直後の値にまで上昇する。

リムド鋼の場合、室温で70min時効させた時点で0.25 σ_f の再付加応力を加えると内部摩擦は上昇するが、その上昇度はAlキルド鋼に比べ時効時間の長さにもかかわらず小さい、そのうえ付加応力を σ_f の大きさまで増しても10%予歪直後の値までは上昇しない。時効時間が150minになるとその上昇度はますます小さくなり、10³min, 10⁴minの時点ではほとんど上昇しない。flow stressより4 σ だけ付加応力を与えて塑性域にはいると急激に上昇する。弾性限内の付加荷重は、内部摩擦の上昇ばかりでなく共鳴周波数の回復をももたらす。Fig. 13は種々の時効時点で付加応力を与えることにより生じた剛性率の回復率である。この図から内部摩擦の上昇度と全く対応した挙動をとることがわかる。

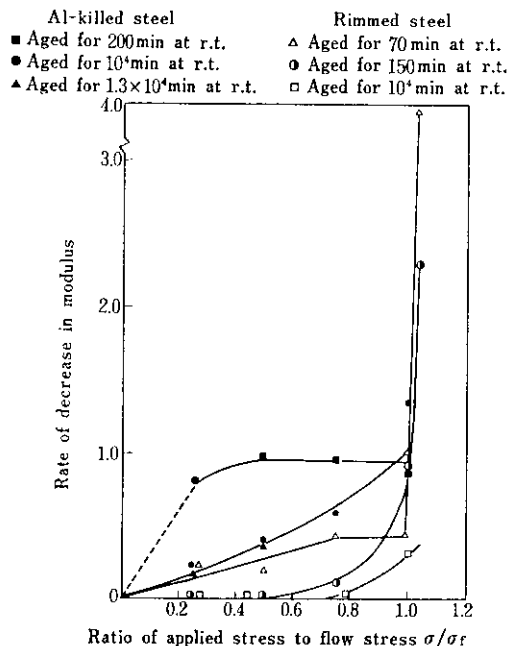


Fig. 13 The rate of decrease in modulus as a function of the applied stress ratio, after various ageing times

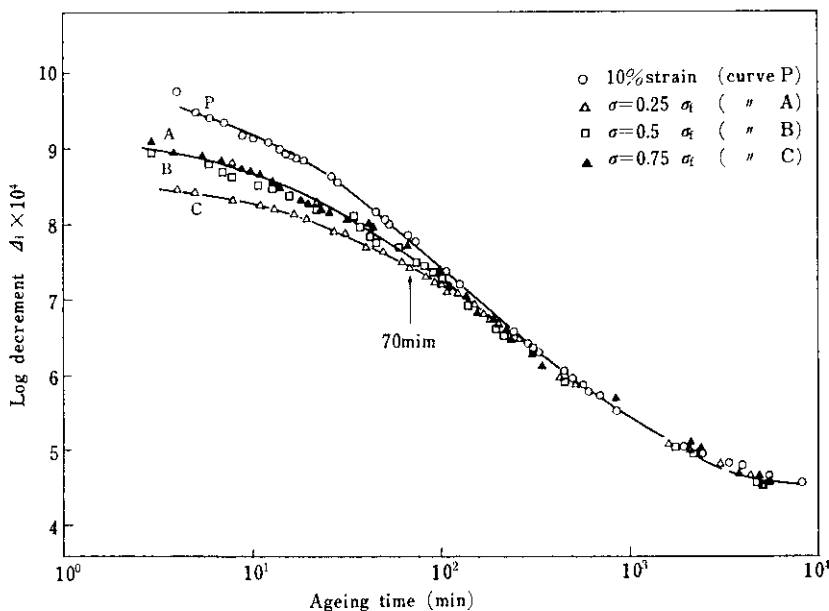


Fig. 14 Amplitude independent damping of as-received rimmed specimens, as a function of time after the immediate increase due to the static stress, which was applied to specimen aged for 70 min at room temperature

時効後試料に付加応力を加えると、転位による内部摩擦が上昇する現象を観察することができたが、その上昇後の時効速度を調べ予歪後の時効速度と比較してみる。リムド鋼の場合、Fig. 12 からわかるように内部摩擦の上昇がはっきり測定されるのは時効初期である。室温で 70min 時効させた時点で、 $0.25 \sigma_f$ 、 $0.50 \sigma_f$ 、 $0.75 \sigma_f$ 、 σ_f 4 種類の再付加応力を与え内部摩擦を上昇させ、その後の時効曲線を追跡した。その結果が Fig. 14 である。上昇後の時効曲線から再付加応力直後 ($t=0$) の内部摩擦の値を外挿して求め、その値が予歪後の曲線上で等しくなる時間を見つけ、そこを時効開始時点としてプロットしてみた。その時効曲線が Fig. 15 である。上昇後の時効曲線は予歪後の曲線に比べ異なることがわかる。

この時効速度のずれは Al キルド鋼の場合いっそう顕著になる。Fig. 16 は 1.3×10^4 min 室温時効させた Al キルド鋼に、 $0.25 \sigma_f$ 、 $0.50 \sigma_f$ 、 $0.81 \sigma_f$ 、 σ_f の 4 つの再付加応力を与え内部摩擦を上昇させた後の時効曲線である。Fig. 15 のリムド鋼の場合と同様、予歪後の時効曲線と対応させ再びプロットした結果を Fig. 17 に示す。再付加応力を σ_f の大きさまで与え内部摩擦を予歪直後の値まで上昇させた場合は、予歪後の時効曲線と一致して減少するが、 σ_f より小さい再付加応力のとき、すなわち $0.81 \sigma_f$ 、 $0.50 \sigma_f$ 、 $0.25 \sigma_f$ の付加応力のとき、上昇後の時効速度は予歪後の時効曲線に比べ速く減少する。また上昇度が小さいほど速く減少していく。共鳴周波数の変化も内部摩擦の変化に対応していることがわかった。

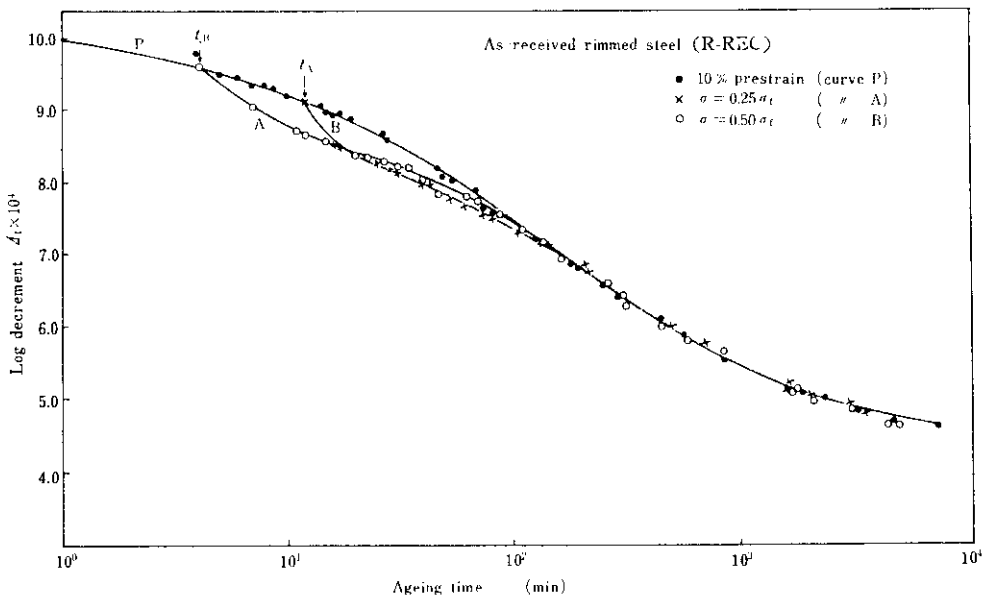


Fig. 15 Comparison of the damping curves after the immediate increase and the curve after prestrain in Fig. 14, where curve A and B are the damping changes after the immediate increase due to the applied stress, $0.25 \sigma_f$ and $0.50 \sigma_f$, respectively. Curve A and B are replotted as a function of time starting from arrow t_A and t_B , respectively. Each arrow t_A and t_B represents the ageing time corresponding to the value on the damping curve after prestrain equal to the value obtained by extrapolating the damping curves after the immediate increase to zero time

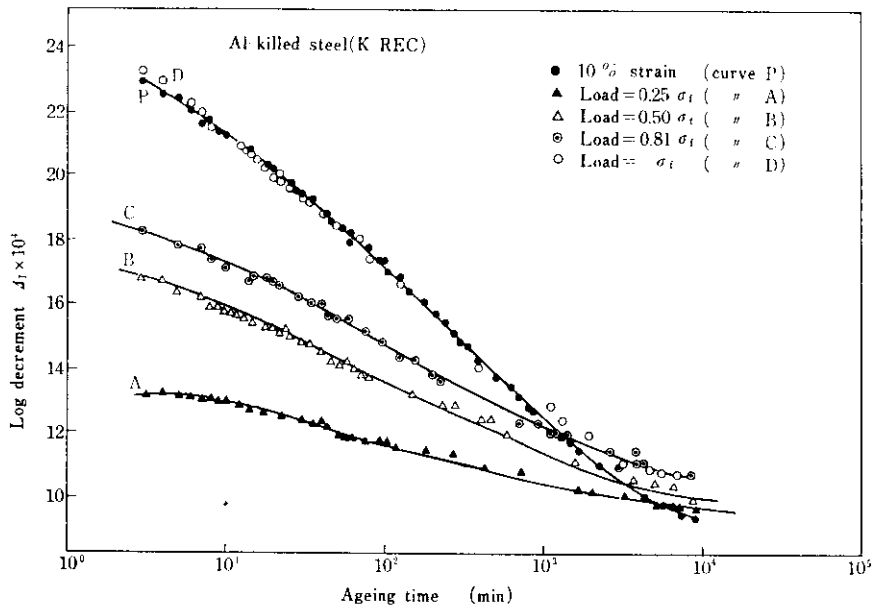


Fig. 16 The damping behaviours after the immediate increase, as a function of time after reload. Each stress $0.25 \sigma_t$, $0.50 \sigma_t$, $0.81 \sigma_t$ and σ_t was applied to four specimens of as-received Al-killed steel aged for 1.3×10^4 min

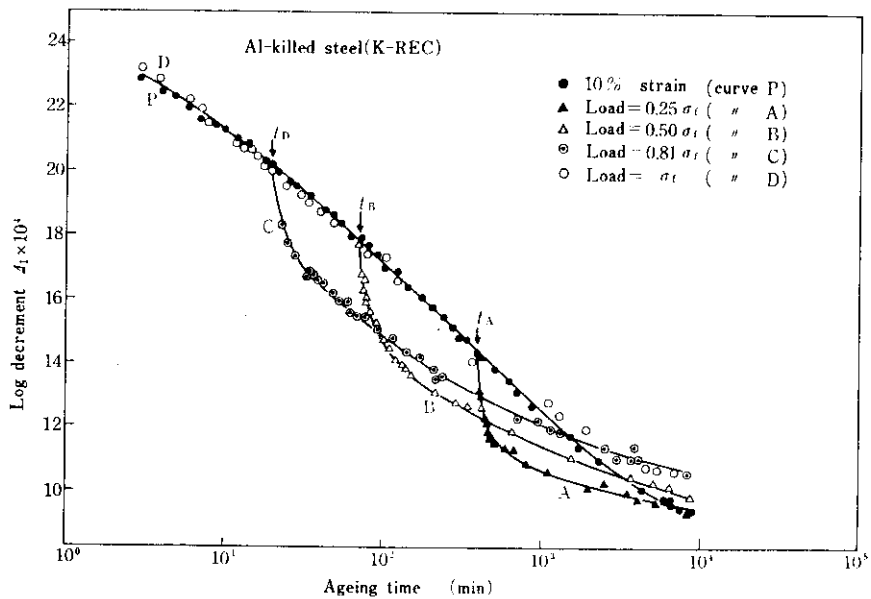


Fig. 17 Comparison of the damping change after prestrain and after the immediate increase due to the applied stress (replot of Fig. 16). Curve A, B and C are replotted as a function of time starting from arrow t_A , t_B and t_C , which indicate the same meaning with the arrows in Fig. 15

3.4 内部摩擦による時効の時間則と 活性化エネルギー

加工後の内部摩擦の減少について Granato^{3,4)}らは、加工によってできた自由な転位へ点欠陥が集まり、転位を固着し平均の固着点間隔を短くするからだとして解釈している。また彼らによると転位への点欠陥の集合則として Cottrell and Bilby の $t^{1/2}$ 則を用いているが、ここでは $t^{1/2}$ のほか $t^{2/3}$ についても検討してみる。

歪振幅非依存の内部摩擦 (Δ_I) の時間依存性は次のように書き表わされる。

$$\Delta_I = \Delta(t) = \alpha \cdot A / (1 + \beta t^n) \quad (4)$$

$$\alpha = t_1 \Omega B \omega L_A^4 / \pi^3 C \quad (5)$$

$$\beta = (n_0 L_A / A) (A D_0 / k T) \cdot \exp(-n G / k T) \quad (6)$$

$\Delta(t)$: 時刻 t における内部摩擦

A : 転位密度

n : $2/3$ あるいは $1/2$

t_1 : 転位の固着点間隔の分布によって定まる定数

Ω : 方向係数

B : 転位の動きに対する摩擦係数

ω : 測定周波数

L_A : $t=0$ における転位の平均固着点間隔

C : 転位の張力

A : 転位と侵入溶質との相互作用係数

n_0 : マトリックスに固溶している C, N 濃度

D_0 : 侵入型溶質原子の拡散定数

G : 固着過程の活性化エネルギー

(4)式においては次式

$$\Delta_I = t_1 \Omega B \omega A L_A^4 / \pi^3 C \quad (7)$$

が導入され、加工後の内部摩擦の減少が平均固着点間隔のみに依存すると仮定している。この測定周波数は共鳴周波数より小さいこと、摩擦係数 B は温度依存が小さく C, N 固溶量にほとんど依存しない⁵⁾ ことから(4)式は成立する。

n の値を決めるため(4)式を次のように書きなおす。

$$(1/\Delta_I)^{1/n} = (1/\alpha A) \cdot (1 + \beta t^n) \quad (8)$$

すなわち $(1/\Delta_I)^{1/n}$ は t^n との間に直線関係がある。

Fig. 18, 19はリムドおよび Al キルド鋼について n として $1/2$, $2/3$ とした場合のものである。内部摩擦は両鋼とも $n=1/2$ のほうがより長時間直線関係が満たされ、リムド鋼については 470min まで、Al キルド鋼は 640min まで $t^{1/2}$ の間に直線関係がなりたつことがわかる。この $t^{1/2}$ に対し直線関係が

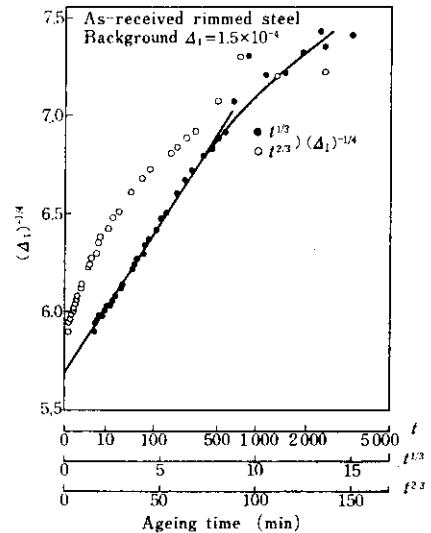


Fig. 18 Plot of $(\Delta_I)^{-1/2}$ vs. $t^{1/2}$ for as-received rimmed steel according to equation (8). (replot of Fig. 8)

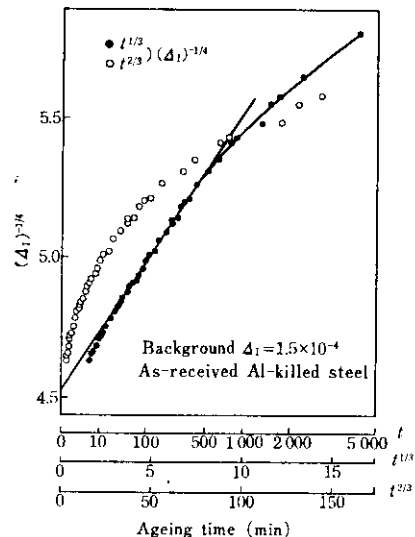


Fig. 19 Plot of $(\Delta_I)^{-1/2}$ vs. $t^{1/2}$ for as-received Al-killed steel according to equation (8) (replot of Fig. 8)

なりたつ過程の活性化エネルギーを求めるため(6)式を次のように表わす。

$$\beta = (K/T^{1/2}) \cdot \exp(-G/3kT) \dots\dots\dots (9)$$

$$\therefore \log(\beta T^{1/2}) = \log K - G/3kT \dots\dots\dots (10)$$

$\log \beta T^{1/2}$ を $1/T$ に対してプロットすると、その勾配から活性化エネルギーが求まる。Fig. 20, 21 はリムドおよび Al キルド鋼について測定温度を変え求めた $\log \beta T^{1/2}$ と $1/T$ の関係である。その結果 $1/2$ 過程の活性化エネルギーはリムド鋼で $G=11.8$ kcal/mole, Al キルド鋼で $G=14.0$ kcal/mole が得られた。

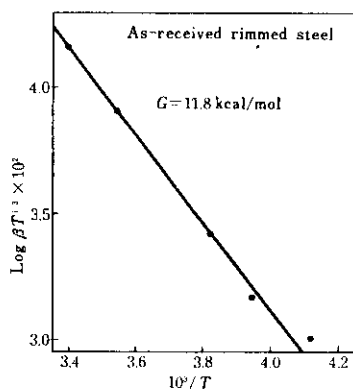


Fig. 20 Plot of $\log(\beta T \times 10^2)$ vs. $10^3/T$ for as-received rimmed steel

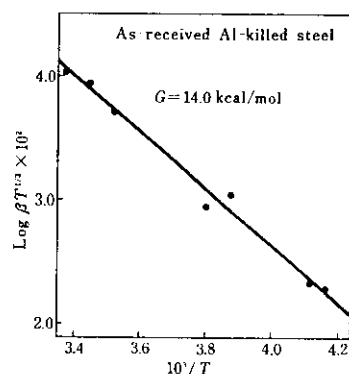


Fig. 21 Plot of $\log(\beta T \times 10^2)$ vs. $10^3/T$ for as-received Al-killed steel

4. 考 察

4.1 AlN が固溶炭素量におよぼす影響

試料 K-DN は, R-DN, K の 2 試料に比べ結晶粒が約 3 倍大きい。そのため試料 K-DN の Snoek ピークは大きく観察されている。従来の報告をもとに補正すると、測定ピークの 75% の値が他のピークと比較されるべき値である。700°C から焼入れた試料 R-DN, K-DN および K の Snoek ピークから求めた固溶 C 量の比は、1 : 0.81 : 0.38 の大きさになる。比抵抗の変化量から求めたこれらの 3 種の試料の固溶 C 量比は、1 : 0.90 : 0.48 である。電気抵抗の変化から固溶 N の寄与を独立に分離をすることができないので、Snoek ピークから求めた比とこの程度誤差があるのはやむをえない。

一般に、Al 添加による非時効化は、固溶 N 原子を AlN として固定してしまうためであるとされているが、本実験により AlN が固溶 C 量をも減少させることがわかった。AlN が分解する高温で脱窒処理をすると固溶 C 量が増大することから考え、固溶 C 量を減少させる原因は、Al 単独でなく AlN であることがわかる。微細な AlN が分散している場合、焼入れ途中に析出する C 量はもちろん多くなると考えられるが、固溶 C がある程度存在しないと AlN が析出し難いといわれている点から、700°C の固溶状態においても AlN と固溶 C の間には何らかの相互作用があると思われる。

4.2 再付加応力による内部摩擦の上昇とその後の時効速度

加工後の内部摩擦の減少を最も簡単に平均固着点間隔の変化で図式的に画くと Fig. 22 になる。時間とともに固着点間隔は L_1, L_2, \dots, L_6 と小さくなり、その固着点の数はふえる。両鋼について(7)式の物理定数 Ω, A, B, C は同じだとし、 L_A でもって検討すると、Fig. 22 において Al キルド鋼およびリムド鋼の加工直後 ($t=0$) の間隔 L_0, L_9 は、それぞれ L_1, L_3 に相当し、両鋼の飽和しかけた時点 ($t=1.3 \times 10^4 \text{ min}, 10^4 \text{ min}$) の間

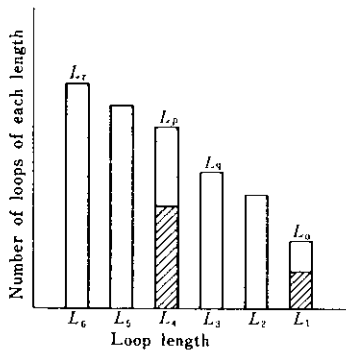


Fig. 22 Schematic distribution of average loop length. Shaded area corresponds to distribution at the immediate increase due to the applied stress

隔 L_p , L_r は, L_4 , L_6 に相当する。ところで, 外部から剪断応力 σ をかけたとき, l_1 , l_2 の長さで隣接している固着点にかかる力 F は,

$$F = 4b\sigma(l_1 + l_2)/\pi \quad (11)$$

b : パーガスベクトル

で表わせる。だから時間が経ち平均固着間隔が小さい L_6 の方向に近づくにつれ, 固着ははずれにくくなる。また転位が一つの固着点よりはずれると, 隣接の固着点には長くなった間隔だけ余分の力がかかり連鎖反应的に固着ははずれ, 節点か, また非常に強い固着点のところで止まると考えられる。Al キルド鋼の場合, 1.3×10^4 min の時点で $0.25 \sigma_f$ の再付加応力を与えると, L_p の長さの数が減少し L_0 の長さのものがふえ斜線を施した分布になる。付加応力を増すにつれ L_p の斜線の部分が減少し L_0 の部分がふえ, σ_f の付加応力で, すべて L_0 の長さになったと考えられる。時効 200 min の時点では, 固着点間隔は L_p より長く L_2 に相当する, $0.25 \sigma_f$ の付加応力ですでに L_1 の長さになるため, 弾性限内で $0.50 \sigma_f$, σ_f と付加応力を増しても, これ以上の長さにはなれず内部摩擦は一定の値を示すと考えられる。一方, リムド鋼の場合, 室温時効 10^4 min の時点の固着点間隔 L_r は, Al キルド鋼の L_p に比べ短いので付加応力を与えてもほとんどはずれない。時効時間が 150 min, 70 min と短くなるにつれ, 固着点間隔が長くなるのではずれやすくなり, 内部摩擦はよ

り大きく上昇するが, リムド鋼では固溶 C, N 量が多いため加工直後の間隔がすでに L_q と短く, 弾性限内の応力では L_1 の長さにするには不可能である。flow stress σ_f を越えると急上昇するのは, 転位が増殖するためと解釈される。

内部摩擦が同じ値であっても固着点間隔の分布状態が大きく異なるとその後の時効速度が大きく変わる。Al キルド鋼を室温時効 1.3×10^4 min させた時点で再付加応力を与え, 内部摩擦を上昇させ, その後の時効速度を調べた Fig. 17 は, この現象を顕著に捕えた例である。この時効速度について計算を試み実測値と対応させてみる。内部摩擦の時間則については(4)式, 固着点間隔の分布として Koehler⁶⁾ の指数関数分布を用いる。Fig. 22 と対応させて解釈すると, 加工直後 ($t=0$) の時点は L_0 を平均値とする指数関数分布をしているが, 時効時間が経過するにつれ平均固着点間隔は小さい値になり, $t=1.3 \times 10^4$ min の時点では平均の長さを L_p とする指数関数分布になる。この時点で再付加応力を与えると, 固着ははずれ, 長い固着点間隔がふえるため L_p を平均とする指数関数分布はくずれ, L_p より長い固着点間隔を平

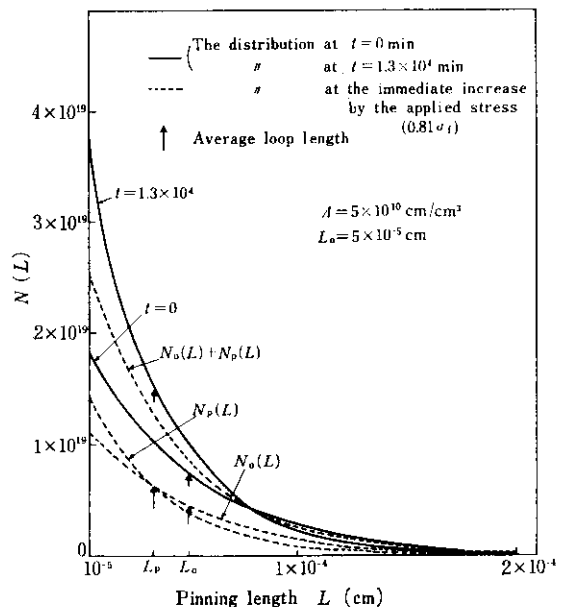


Fig. 23 Distribution of pinning loop lengths before and after the applied stress ($0.81 \sigma_f$)

均値とする新しい分布になる。この新しい分布を L_p を平均とする指数関数分布と L_o を平均とする指数関数分布の和と考え計算してみる。これらの分布を Fig. 23 に示す。

平均値として L_p , L_o をもつ2つの分布の転位密度を A_p , A_o とし、その比を δ とすると

$$\delta = A_p / A_o \quad \dots\dots\dots (12)$$

$$A = A_p + A_o \quad \dots\dots\dots (13)$$

がなりたつ。

再付加応力を与えた直後の内部摩擦は

$$\begin{aligned} \Delta_1 &= (t_1 \Omega B \omega / \pi^3 C) (A_p L_p^4 + A_o L_o^4) \\ &= A_p \{ \delta / (1 + \delta) \} \quad \dots\dots\dots (14) \end{aligned}$$

で表わされる。ここで A_p は $t = 1.3 \times 10^4 \text{ min}$ の内耗値で $A_p = 8.11 \times 10^{-4}$ であり、 A_o は $t = 0$ の内耗値で $A_o = 24.17 \times 10^{-4}$ である (実測値からバックグラウンドとして 1.5×10^{-4} を差し引いた値)。この式で第1項は L_p を平均とする分布によるものであり、第2項は L_o を平均とする分布によるものである。

その後の時効速度は次式で表わされる。

$$\Delta_1(t) = \delta \cdot A_p / \{ (\delta + 1) \cdot (1 + \beta_o t^{1/2})^4 \}$$

$$+ A_o / \{ (\delta + 1) \cdot (1 + \beta_o t^{1/2})^4 \} \quad \dots\dots\dots (15)$$

再付加後 10^3 min の時効時間において、第1項の時間変化は第2項に比べ非常に小さい。ゆえに (15) 式は

$$\Delta_1(t) = \delta \cdot A_p / (\delta + 1) + A_o / \{ (\delta + 1) (1 + \beta_o t^{1/2})^4 \} \quad \dots\dots\dots (16)$$

で近似される。この式は次式に変形される。

$$\{ A_o / \Delta_1(t) \cdot (\delta + 1) - \beta A_p \}^{1/4} = 1 + \beta_o t^{1/2} \quad \dots\dots\dots (17)$$

Fig. 16 に示した実測値を代入し左辺を $t^{1/2}$ に対しプロットすると約 700 min まで良い直線関係が満たされた。Fig. 24 はこの直線関係の勾配から β_o を決め (16) 式より計算した上昇後の内部摩擦の時間変化を示す。この実測と計算値との一致は上の考え方を支持するものである。固溶 C, N 量の少ない Al キルド鋼は十分時効させても弾性限内の付加応力により固着ははずれ、固着点間隔の分布は大きく変化する。そのため内部摩擦は大きく上昇し時効速度も予歪後の時効速度に比べ速くなる。付加応力を増し内部摩擦を加工直後の大ききまで上昇させたときは、その固着点間隔の分布は予歪直後の分布と同じになるから、時効速度

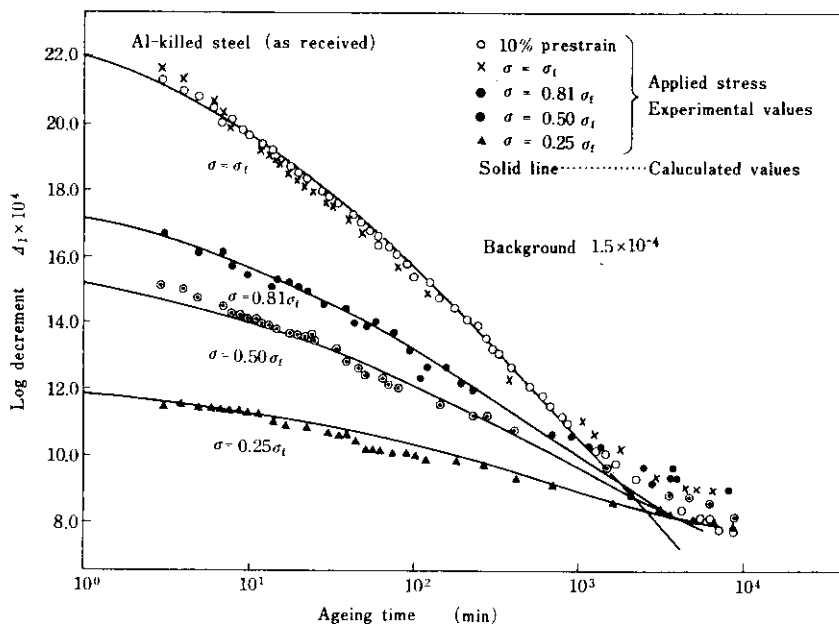


Fig. 24 Comparison of the experimental values with the calculated values according to equation (16)

は一致すると考えられる。一方、固溶C, N量の多いリムド鋼材は加工直後からすでに固着点間隔が短いため、固着ははずれ難い。そのため時効後付加応力を与えても固着点間隔の分布は大きく変わらず上昇度も小さく、またその後の時効速度も予歪後の時効速度に比べ、Alキルド鋼のような顕著な差が現われないと考えられる。

4.3 加工後の内部摩擦の減少過程と活性化エネルギー

$(1/d_1)^{1/2}$ と $t^{1/2}$ のプロットにおいて、両鋼とも直線関係がなりたつ時間領域がある。リムド鋼では時効初期から直線関係がなりたつが、固溶C, Nの少ないAlキルド鋼では時効初期では直線からはずれる。この時効初期において $t^{1/2}$ がなりたない領域は、両鋼について測定温度が低いほど大きく観察される⁷⁾。最近、Humphreysら⁸⁾、またRosingerら⁹⁾は、超音波測定装置を用いて零度以下の測定温度で加工後約17minまでに $t^{1/2}$ 領域と $t^{1/2}$ 領域を観察し、 $t^{1/2}$ 領域がSchoeck and Seeger¹⁰⁾が述べているところのSnoek reorganizationであると報告している。今回の測定方式で、加工直後の時効を精度よく追跡することはむずかしいが、 $t^{1/2}$ 則以外の領域が前段階にあると考えられる。

$t^{1/2}$ がなりたつ過程の活性化エネルギーを求めると、リムド鋼で $G=11.8$ kcal/mole, Alキルド鋼で $G=14.0$ kcal/moleであった。Lord and Beshers¹²⁾がSnoekピークから、測定した焼鈍試料のC, Nの拡散の活性化エネルギーは、19 160 cal/moleと18 350 cal/moleであると報告している。Alキルド鋼の固溶原子は、主としてCであり、リムド鋼の固溶原子はN, Cであると考ええると、両鋼の求められた $t^{1/2}$ 過程の活性化エネルギーはこれらの値の約60~70%であることがわかる。

Carpenter¹³⁾は、LiFの加工後のdislocation dampingの回復過程について、やはり $t^{1/2}$ 過程を観察し、その過程の活性化エネルギーがbulkの中の点欠陥の拡散の活性化エネルギーの約1/2であることを述べている。また、Oren and Bauer¹⁴⁾はいくつかの銅の希薄合金について、高振幅振動

後の回復過程の活性化エネルギーを求めた。そして各不純溶質原子が、bulkの中での拡散の活性化エネルギーの約1/2であること、また、これが、転位線にそった不純溶質原子の拡散であることを指適している。さらに、藤元^{15,16)}らは、低炭素鋼の歪時効を調べ、 $t^{1/2}$ 法則過程を見出し、その機構について、刃状転位かららせん転位への転位心にそってのC原子の流れを示唆している。ゆえに、この $t^{1/2}$ の過程を転位のところへ、マトリックスからC, N原子が、拡散していく過程であるとは思えない。むしろ $t^{1/2}$ 過程の前段階の過程がこの拡散過程であり、 $t^{1/2}$ 過程は転位にそった流れの過程であると解釈したほうが妥当である。詳細は今後の研究を待たねばならない。

4.4 加工後、転位に集まるC, N原子数

加工後の内部摩擦の減少について、Granato-Luckeの理論を用い、平均固着点間隔が短くなるからだと考えてきた。また、Alキルド鋼とリムド鋼の内部摩擦の大きさが異なるのは、C, Nの固容量の違いのため、加工直後の平均固着点間隔 (L_0, L_p) が違うからだと解釈した。Granato-Luckeの式において、問題になる定数は摩擦係数 B と転位密度 A である。これらの定数が、これまでに報告されている値に満足するように加工直後の固着点間隔 L_0 を定め、両鋼について飽和するまでに (L_p, L_r の長さになるまで) 転位へ集まるC, N原子数を計算した。

4.4.1 B と L_0 の関係

Alキルド鋼の $(d_1)^{-1/2} - t^{1/2}$ のグラフから $t=0$ へ外そうして求められる内部摩擦 $d_1 = 24.17 \times 10^{-4}$ は、 L_0 と次の関係がある。

$$t_1 \Omega B \omega A L_0^4 / \pi^3 C = 24.17 \times 10^{-4} \quad (18)$$

ここで

ω は測定値で $420 \times 2\pi$ であり Ω, C, t_1 に次の値を用いる。 $\Omega = 1/25^{17,18)}$, $C = 2.55 \times 10^{-4} (\text{g} \cdot \text{cm} / \text{sec}^2)^{19)}$, $t_1 = 120^{17)}$ 。

(18)式より B は

$$B = 1.478 \times 10^{-9} / A L_0^4 \quad (19)$$

で与えられる。10%加工の転位密度 A として、いくつかの報告があるが、 $10^{10} \text{cm} / \text{cm}^2$, $5 \times 10^{10} \text{cm} /$

Table 4 Relation between B and L_0 , according to equation (19), B (g/sec·cm), L_0 (cm), A (cm/cm³)

| A (cm/cm ³) L_0 (cm) | 1.0×10^{10} | 5.0×10^{10} | 3.3×10^{11} |
|---|-----------------------|-----------------------|-----------------------|
| 1×10^{-5} | | | 4.48×10^{-1} |
| 2×10^{-5} | 9.24×10^{-1} | 1.85×10^{-1} | 2.79×10^{-2} |
| 3×10^{-5} | 1.82×10^{-1} | 3.65×10^{-2} | 5.53×10^{-3} |
| 5×10^{-5} | 2.36×10^{-2} | 4.73×10^{-3} | 7.17×10^{-4} |
| 7×10^{-5} | 6.16×10^{-3} | 1.23×10^{-3} | 1.87×10^{-4} |
| 9×10^{-5} | 2.25×10^{-3} | 4.51×10^{-4} | 6.83×10^{-5} |

cm³, 3×10^{11} cm/cm³²⁰⁾ と仮定し B と L_0 の関係を求めると **Table 4** になる。これまでの実験報告によると, B の大きさとして $10^{-6} \sim 10^{-5}$ (dyn·sec·cm⁵,^{17, 21, 22)} の値が, 節点間隔 L_N として約 10^{-4} cm が適当である。

4.4.2 転位へ集まる C, N 原子数

α -Fe の場合, B の値は少量の不純原子にも固溶 C, N 量にもほとんど依存しない⁵⁾ といわれている。そこで両鋼の定数 B , Ω , C は同じだとすると, Al キルド鋼の飽和しかけた時点 ($t=1.3 \times 10^4$ min) の平均固着点間隔 L_p とリムド鋼の加

工直後 ($t=0$) の平均固着点間隔 L_q , 飽和しかけた時点 ($t=10^4$ min) の平均固着点間隔 L_r の各長さは, 内部摩擦の実測値から L_0 で表わされる。

$$L_p = 0.7611 L_0 \quad (20)$$

$$L_q = 0.7928 L_0 \quad (21)$$

$$L_r = 0.6532 L_0 \quad (22)$$

一般に平均固着点間隔 L と C, N による固着点間隔 L_C , L_N との間には, 次式がなりたつ。

$$1/L = 1/L_C + 1/L_N \quad (23)$$

平均固着点間隔 L_0 , L_p , L_r から, C, N による固着点間隔 L_{0C} , L_{pC} , L_{qC} , L_{rC} が求まる。その計算結果を **Table 5** に示す。

両鋼の加工直後転位へ集まっている原子数 n_0 , n_q , 飽和しかけるまでに集まった原子数 n_p , n_r は次式により計算できる。

$$n_0 = A/L_{0C} \quad (24)$$

$$n_p = A/L_{pC} \quad (25)$$

$$n_q = A/L_{qC} \quad (26)$$

$$n_r = A/L_{rC} \quad (27)$$

この結果を **Table 6** に示す。

Table 5 Values of L_{0C} , L_p , L_{pC} , L_q , L_{qC} , L_r and L_{rC} for five different values of L_0 (cm)

| L_0 | 2×10^{-5} | 3×10^{-5} | 5×10^{-5} | 7×10^{-5} | 9×10^{-5} |
|----------|-----------------------|-----------------------|-----------------------|-----------------------|-----------------------|
| L_{0C} | 2.53×10^{-5} | 4.31×10^{-5} | 1.02×10^{-4} | 2.28×10^{-4} | 9.01×10^{-4} |
| L_p | 1.52×10^{-5} | 2.28×10^{-5} | 3.81×10^{-5} | 5.33×10^{-5} | 6.85×10^{-5} |
| L_{pC} | 1.80×10^{-5} | 2.96×10^{-5} | 6.14×10^{-5} | 1.14×10^{-4} | 2.17×10^{-4} |
| L_q | 1.59×10^{-5} | 2.38×10^{-5} | 3.96×10^{-5} | 5.55×10^{-5} | 7.14×10^{-5} |
| L_{qC} | 1.88×10^{-5} | 3.12×10^{-5} | 6.57×10^{-5} | 1.25×10^{-4} | 2.49×10^{-4} |
| L_r | 1.31×10^{-5} | 1.96×10^{-5} | 3.27×10^{-5} | 4.57×10^{-5} | 5.88×10^{-5} |
| L_{rC} | 1.50×10^{-5} | 2.44×10^{-5} | 4.85×10^{-5} | 8.42×10^{-5} | 1.43×10^{-4} |

L_0 ...Average loop length of as-received Al-killed steel at $t=0$

L_p ...That of as-received Al-killed steel at $t=1.3 \times 10^4$ min

L_q ...That of as-received rimmed steel at $t=0$

L_r ...That of as-received rimmed steel at $t=1 \times 10^4$ min

Table 6 The number of pinning points, n_o , n_p , n_q and n_r for three different values of A and five different values of L_o (point/cm³)

| A | L_o n | 2×10^{-5} | 3×10^{-5} | 5×10^{-5} | 7×10^{-5} | 9×10^{-5} |
|---|--------------|-----------------------|-----------------------|-----------------------|-----------------------|-----------------------|
| | | | | | | |
| $A = 1.0 \times 10^{10}$ cm/cm ³ | n_o | 4.01×10^{14} | 2.31×10^{14} | 1.03×10^{14} | 4.28×10^{13} | 1.13×10^{13} |
| | n_p | 5.57×10^{14} | 3.38×10^{14} | 1.63×10^{14} | 8.77×10^{13} | 4.60×10^{13} |
| | n_q | 5.31×10^{14} | 3.20×10^{14} | 1.52×10^{14} | 8.02×10^{13} | 4.02×10^{13} |
| | n_r | 6.65×10^{14} | 4.10×10^{14} | 2.06×10^{14} | 1.19×10^{14} | 7.01×10^{13} |
| $A = 5.0 \times 10^{10}$ cm/cm ³ | n_o | 2.02×10^{15} | 1.21×10^{15} | 5.03×10^{14} | 2.24×10^{14} | 5.61×10^{13} |
| | n_p | 2.78×10^{15} | 1.69×10^{15} | 8.14×10^{14} | 4.38×10^{14} | 2.30×10^{14} |
| | n_q | 2.65×10^{15} | 1.60×10^{15} | 7.60×10^{14} | 4.01×10^{14} | 2.00×10^{14} |
| | n_r | 3.33×10^{15} | 2.05×10^{15} | 1.03×10^{15} | 5.94×10^{14} | 3.51×10^{14} |
| $A = 3.3 \times 10^{11}$ cm/cm ³ | n_o | 1.32×10^{16} | 7.68×10^{15} | 3.28×10^{15} | 1.41×10^{15} | 3.71×10^{14} |
| | n_p | 1.84×10^{16} | 1.12×10^{16} | 5.37×10^{15} | 2.89×10^{15} | 1.52×10^{15} |
| | n_q | 1.75×10^{16} | 1.06×10^{16} | 5.01×10^{15} | 2.65×10^{15} | 1.32×10^{15} |
| | n_r | 2.20×10^{16} | 1.35×10^{16} | 6.80×10^{15} | 3.92×10^{15} | 2.31×10^{15} |

5. ま と め

(1) Alキルド鋼でAl添加による非時効化は、固溶N原子をAlNとして固定してしまうためばかりでなく、AlNが固溶C量を下げたためでもある。

(2) C, N固溶量差の著しいAlキルド、リムド冷延鋼板の歪時効について、降伏応力の増加 $\Delta\sigma$ と内部摩擦の変化を比較対応させて調べてみると、加工後両鋼とも内部摩擦は減少するのに対し、降伏応力の増加 $\Delta\sigma$ が観察されるのは固溶量の多いリムド鋼だけである。両鋼とも新しくできた転位のところへ固溶C, N原子が拡散していき固着するが、Alキルド鋼は弾性限内の力で固着がはずれてしまうのに対し、リムド鋼は、はずれない。これがリムド鋼だけ降伏応力の増加 $\Delta\sigma$ が観察される原因である。また、この固着がはずれる現象を、種々の時効時点で弾性限内の再付加応力を与えることにより、転位による内部摩擦の観察から捕えることができる。

(3) 加工後時効時間が経過し一度内部摩擦が減

少した試料に再付加応力を与えることにより内部摩擦を上昇させると、もとの時効速度に比べ、その時効速度は、一般には速くなる。これは、C, N原子による転位の固着点間隔の分布を考えた場合、再付加応力により、転位の固着点間隔の長いものが増え、平均固着点間隔が大きくなり、分布が異なるからである。Granato-Luckeの理論とKoehlerの分布を用いると、上昇後の時効速度は説明できる。

(4) 加工後の転位による内部摩擦の減少は $(\Delta I)^{-1/2}$ と $t^{1/2}$ の間に、時効初期において、かなりよい直線関係が成立する。この $t^{1/2}$ 過程の活性化エネルギーを求めると、リムド鋼で、 $G=11.8$ kcal/mole Alキルド鋼では、 $G=14.0$ kcal/mole となり、C, Nの拡散の活性化エネルギーの約6~7割に相当する。

(5) 内部摩擦が飽和する時点までに転位に集合したC, N原子数を計算した。10%引張りの転位密度を $A=5 \times 10^{10}$ cm/cm³ 転位の運動に対する摩擦係数を、 $B=4.73 \times 10^{-3}$ (dyn·sec·cm) とすると、Alキルド鋼で $n_p=8.14 \times 10^{14}$ atoms/cm³ リムド鋼で $n_r=1.03 \times 10^{15}$ atoms/cm³ である。

参 考 文 献

- 1) R. M. Bozorth : Ferromagnetism, (1951), 699 [D. Van Nostrand, Inc. Princeton, Jersey]
- 2) K. Sugimoto and M. Ibaraki : J. Japan Inst. Metals, 31 (1967), 67
- 3) A. Granato and K. Lucke : J. Appl. Phys., 27 (1955), 583
- 4) A. Granato, A. Hikata and K. Lucke : Acta Met., 6 (1958), 470
- 5) R. R. Hasiguti, N. Igata and M. Shimotomai : Trans. Japan Inst. Metals (supp.), 9 (1968), 42
- 6) J. S. Koehler : Imperfection in Nearly Perfect Crystals, (1952), 197 [John Wiley and Sons, Inc., New York]
- 7) C. Shiga : Unpublished work
- 8) J. H. Humphreys, A. Plumtree and W. J. Bratina : Acta Met., 17 (1969), 775
- 9) H. E. Rosinger, G. B. Craig and W. J. Bratina : Phil. Mag., 23 (1972), 1331
- 10) G. Schoeck and A. Seeger : Acta Met., 7 (1959), 469
- 11) A. H. Cottrell and B. A. Bilby : Proc. Phys. Soc., 62A (1949), 49
- 12) A. E. Lord and D. N. Beshers : Acta Met., 14 (1966), 1659
- 13) S. H. Carpenter : Acta Met., 16 (1968), 73
- 14) E. C. Oren and C. L. Bauer : Acta Met., 15 (1967), 773
- 15) K. Fujimoto, T. Imanaka and M. Konishi : Trans. Japan Inst. Metals, 8 (1967), 208
- 16) K. Fujimoto, T. Imanaka, K. Mine and K. Matumura : Kawasaki Steel Technical Report, 1 (1969), 1
- 17) A. Granato and K. Lucke : J. Appl. Phys., 27 (1956), 789
- 18) J. Weertman : J. Appl. Phys., 26 (1955), 202
- 19) F. R. N. Nabarro : Theory of Crystal Dislocations, (1967), 85 [Clarendon Press, Oxford]
- 20) A. S. Keh and S. Weissman : Electron Microscopy and Strength of Crystals, (1963), 255 [John Wiley and Sons, Inc., New York]
- 21) R. M. Stern and A. V. Granato : Acta Met., 10 (1962), 358
- 22) T. Suzuki, A. Ikushima and M. Aoki : Acta Met., 12 (1964), 1231