

Fe-Ni 合金の低温域における流動応力と硬さの関連性について

迎 静 雄* 藤 原 諒**

Shizuo Mukai and Makoto Fujiwara : Relationship between Flow Stress and Hardness in Fe-Ni Alloys in a Low Temperature Range. In order to make clear the relationship between flow stress and hardness in Fe, Fe-2% Ni and Fe-3% Ni alloys with grain sizes of 13~69 μ were studied using the tensile and Vickers hardness tests in a low temperature range. The results obtained are as follows :

(1) In linear H_{Vf} vs $\epsilon^{1/2}$ diagrams, the difference between H_V and $H_{0\epsilon}$, obtained by extrapolating ϵ to zero, is large and H_V equals H_{Vf} at 1~2% strain in Fe, but the difference is smaller in Fe-2% Ni and Fe-3% Ni than in Fe.

(2) K_f and K_H , Hall-Petch parameters in flow stress and hardness are large in Fe and

* 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, Kitakyushu. Present address: Takada Industries, Ltd., Kitakyushu)

decrease with increase in Ni content. But those are independent of temperature.

(3) σ_{0f} and H_{0V} are small in Fe and increase with increase in Ni content and decrease in temperature.

(4) The following approximate equation is held with regard to the specimens used :

$$K_H/K_f \approx H_{0V}/\sigma_{0f} \approx H_V/\sigma_f \approx C.$$

Parameter C decreases with increase in strain, but it is almost independent of Ni content, grain size and temperature.

(5) The above-mentioned equality are not valid for the relation between H_V and σ_f .

Instead, the following inequality holds :

$$K_{Hf}/K_f < H_V/\sigma_f < H_{0f}/\sigma_{0f}.$$

(Received February 19, 1975)

I. 緒 言

II. 実験方法

Tabor は塑性力学的解を利用して硬さと応力との関連性を明らかにした⁽¹⁾⁽²⁾. その結果によると, ブリネル, ビッカースなどの押し込み硬さについては, 硬さはおおよそ降伏応力の 3 倍であり, 材料の加工硬化を考慮する場合は, $H_B \approx 3\sigma_{(20D'/D)\%}$, $H_V \approx 3\sigma_{(8\sim 10)\%}$ と算定した. ここで H_B はブリネル硬さ, H_V はビッカース硬さ, D は球圧子の直径, D' はくぼみの直径である. σ_f は流動応力であり, $\sigma_{(20D'/D)\%}$, $\sigma_{(8\sim 10)\%}$ はそれぞれ $(20D'/D)\%$, $8\sim 10\%$ 歪時の応力を示す.

H_V や σ_f の温度依存性については, Al, Cu, Fe などについて Nunes ら⁽³⁾によると $H_V = Ae^{-BT}$, $\sigma_f = De^{-ET}$ として示され, 佐藤⁽⁴⁾は $H_V = A'e^{-B'/T}$, $\sigma_f = D'e^{-E'/T}$ として示している. また迎ら⁽⁵⁾は軟鋼, 高張力鋼などについて $H_V = A'e^{-B'/T}$ が成立することを確かめている. ここで A , B , A' , B' , D , E , D' , E' は定数であり, T は絶対温度を示す.

しかしながら, H_V と σ_f はともに温度, 組成, 組織, 歪量, 歪速度ならびに結晶粒径などの諸因子に依存するものと考えられる. したがって, これらの諸因子を含むパラメーター C で H_V と σ_f を関連させ, C 値に及ぼす諸因子の影響を明らかにすることは硬さ試験の利用の上からも重要である.

すなわち, H_V と σ_f との間には次式が成立するものと仮定する.

$$H_V = C(T, C_i, S_i, \epsilon, \dot{\epsilon}, d)\sigma_f \quad (1)$$

ここで σ_f は流動応力, T は温度, C_i は組成, S_i は組織, ϵ は歪量, $\dot{\epsilon}$ は歪速度, d は結晶粒径である.

また別途に材料にあらかじめ塑性歪を与えた時の硬さ H_{Vf} (以下これを流動硬さとして示す) と σ_f との間にも前述の諸因子を含むパラメーター C_1 を用いて, 次式が成立するものと仮定する.

$$H_{Vf} = C_1(T, C_i, S_i, \epsilon, \dot{\epsilon}, d)\sigma_f \quad (2)$$

本研究では Fe および Fe-Ni 合金 ($Ni \leq 3\%$) を用い, 組織と歪速度を一定として, パラメーター C 値および C_1 値の温度, 組成, 歪量および結晶粒径の各依存性について検討を行なった.

1. 試験片の作製

電解鉄にモンドニッケル ($Ni 99.94\%$) を配合後, 真空溶解し, 铸造後, 鍛造, 熱間圧延して約 4 mm 厚の Fe, 2% Ni, 3% Ni の圧延材を得た. この圧延材より機械加工により硬さ試験片として約 1 mm 厚 \times 20 mm 幅 \times 20 mm 長さ, 流動硬さ試験片および引張試験片として約 1 mm 厚 \times 4 mm 幅 \times 50 mm 長さの板状試験片を作製した.

結晶粒径の調整は真空焼鈍炉で 770°C から 1000°C までの種々の温度域まで昇温し, 5 min から 30 min 間保温後, 炉冷して 13 μ から 69 μ までの平均結晶粒径を有する試験片を得た. その後, エメリー紙およびバフ研磨して硬さ試験と引張試験に供した. 試験片の化学組成を Table 1 に示す.

Table 1 Chemical compositions of specimens (wt%).

	C	Si	Mn	P	S	Cu	Ni
Fe	0.005	0.005	0.005	0.004	0.005	0.004	—
Fe-2% Ni	0.005	0.005	0.005	0.004	0.005	0.004	2.00
Fe-3% Ni	0.005	0.005	0.005	0.004	0.005	0.004	2.89

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て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 で行ない, 20, -40, -80°C の各試験温度で 3~4 回硬さ試験を行ない平均して硬さ値を求めた. 低温槽用冷媒としては液体窒素とイソペンタンを使用した.

3. 流動硬さ試験および引張試験

流動硬さ試験として, 各試験温度で引張歪速度 $\dot{\epsilon} \approx 3.3 \times 10^{-4} \text{ sec}^{-1}$ で, 約 4, 7, 10% の塑性歪をあらかじめ試験片に与えた後, ただちに硬さ試験を行なった.

引張試験は島津オートグラフ (IS-5000) を用い, 低温槽内で歪速度 $\dot{\epsilon} \approx 3.3 \times 10^{-4} \text{ sec}^{-1}$ の単純引張試験を行ない, 上記流動硬さ試験に供した試料に与えた塑性ひずみに対応する流動応力を求めた.

流動硬さ試験および引張試験とも試験温度は 20, -40, -80°C とし, 冷媒として前者には液体窒素とイソペンタン, 後者には液体窒素とエチルアルコールを用いた.

III. 実験結果および考察

1. σ_f , H_{Vf} の歪量または結晶粒径依存性

Hall-Petch 式に従って σ_f は次式で示される⁽⁶⁾.

$$\sigma_f \approx \sigma_0 + A\epsilon^n + K_f d^{-1/2} = \sigma_{0f} + K_f d^{-1/2} \quad (3)$$

ここで, σ_0 は抵抗応力, A は定数, n は加工硬化指数, ϵ は歪量, K_f は Hall-Petch 係数, d は結晶粒径, $\sigma_{0f} = \sigma_0 + A\epsilon^n$ である.

bcc 金属では加工硬化指数 n は約 0.25 程度といわれており⁽⁷⁾, 本研究でも Fe, 2% Ni, 3% Ni において $n \approx 0.24 \sim 0.28$ となった. Fig.1 にその結果を示す. それ故, 式(3)

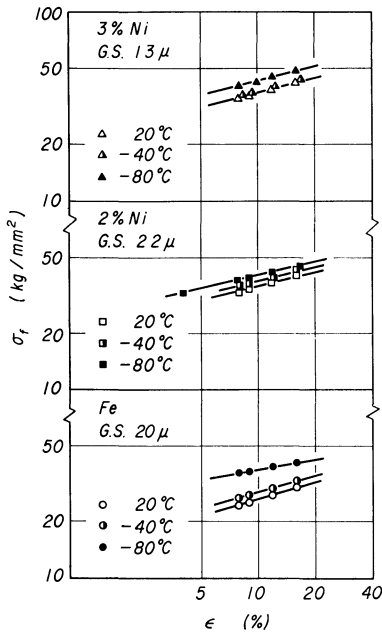


Fig.1 Log-Log plot of true flow stress-strain curve.

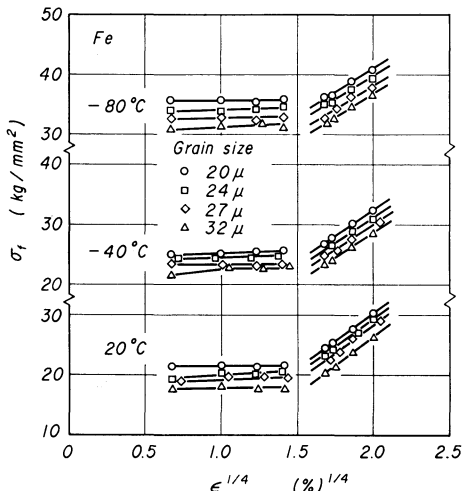


Fig.2 The flow stress versus the fourth root of strain for Fe

において $n=1/4$ として Fe, 2% Ni, 3% Ni について求めた σ_f 対 $\epsilon^{1/4}$ 曲線を Fig.2, Fig.3 および Fig.4 に示す.

いっぽう H_V , H_{Vf} についても式(1)と(3), 式(2)と(3)より式(4), (5)が成立するものと考えられる.

$$H_V \approx H_{0V} + K_H d^{-1/2} \quad (4)$$

$$H_{Vf} \approx H_0 + B\epsilon^n + K_{Hf} d^{-1/2} = H_{0f} + K_{Hf} d^{-1/2} \quad (5)$$

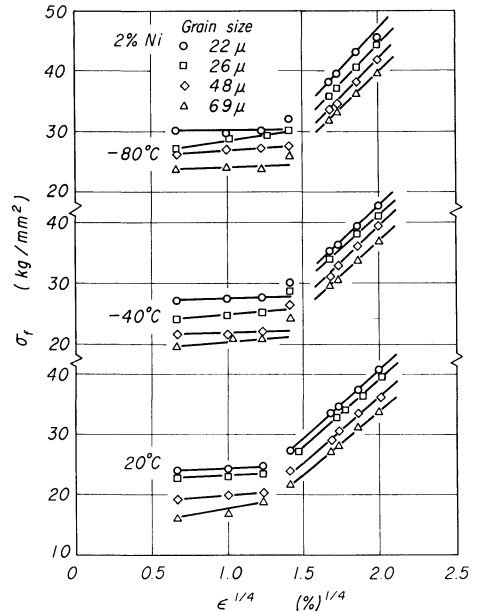


Fig.3 The flow stress versus the fourth root of strain for Fe-2% Ni.

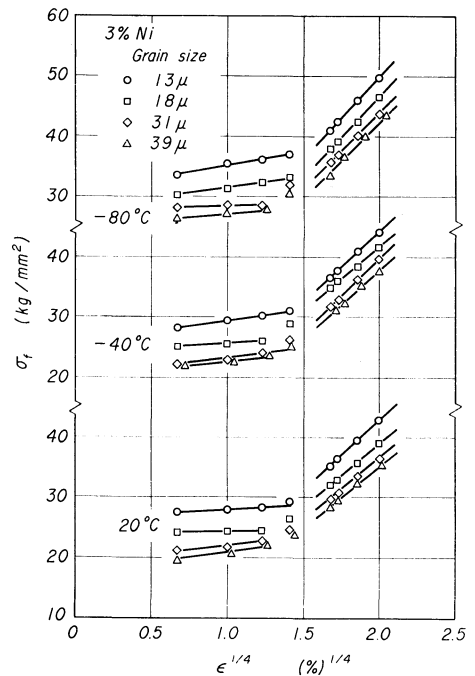


Fig.4 The flow stress versus the fourth root of strain for Fe-3% Ni.

ここで、 H_{0V} , H_0 は抵抗硬さ, $H_{0f} = H_0 + B\epsilon^n$, B は定数, n は硬さの加工硬化指数, K_H は硬さの Hall-Petch 係数, K_{Hf} は流動硬さの Hall-Petch 係数を示す。

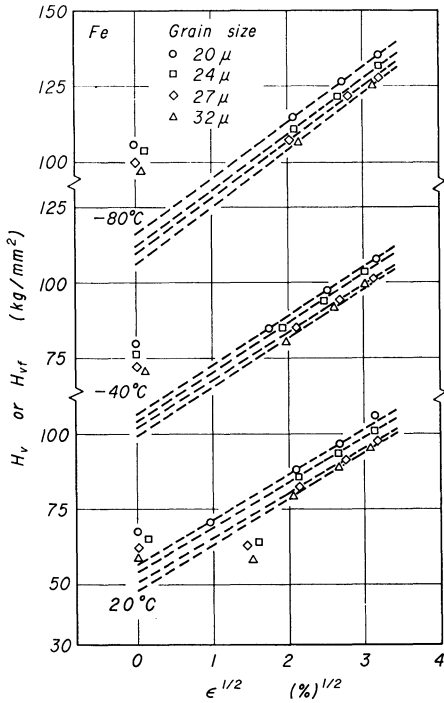


Fig.5 Vickers hardness or Vickers flow hardness versus the square root of strain for Fe.

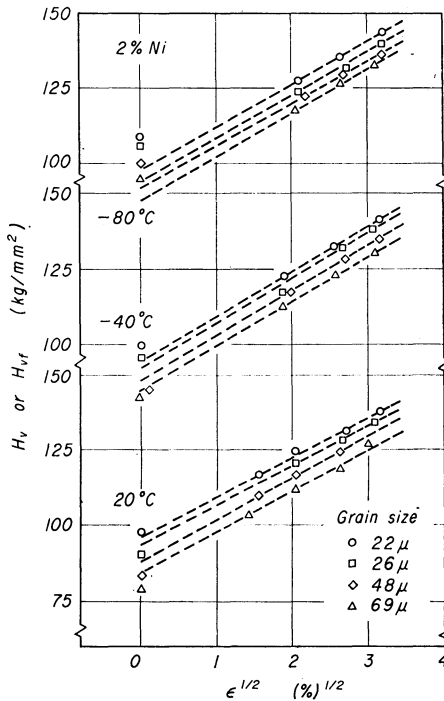


Fig.6 Vickers hardness or Vickers flow hardness versus the square root of strain for Fe-2% Ni.

Fe, 2% Ni, 3% Ni について求めた H_V または H_{Vf} 対 $\epsilon^{1/2}$ 曲線を Fig.5, Fig.6, Fig.7 に示す。これらの曲線上で、 ϵ を零に外挿して求めた値 H_{0e} を $H_{0e} = H_0 + K_{Hf} d^{-1/2}$ として示すと、次のことがいえる。

(i) H_V と H_{0e} の差は Fe において大きく、 H_V は $\epsilon \approx 1 \sim 2\%$ 時の H_{Vf} に相当する。すなわち、Fe の場合、 $1 \sim 2\%$ の塑性歪では硬さ値に影響しないと考えられる。

(ii) 定数 B は本研究における試験温度 $20 \sim -80^\circ\text{C}$ の範囲内においてほぼ一定である。

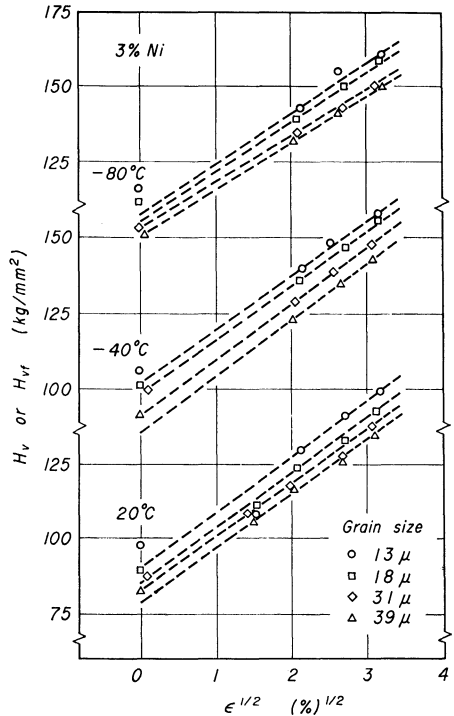


Fig.7 Vickers hardness or Vickers flow hardness versus the square root of strain for Fe-3% Ni.

次に $\sigma_{8\%}$ 対 $d^{-1/2}$ 曲線および H_V 対 $d^{-1/2}$ 曲線を Fig.8, Fig.9 に示す。ここで、 $\sigma_{8\%}$ とは塑性歪が 8% 時の応力を示す。 $\sigma_{8\%}$ 対 $d^{-1/2}$ 曲線と H_V 対 $d^{-1/2}$ 曲線の傾きおよび $d^{-1/2}$ を零に外挿することにより、 K_f , σ_{0f} , K_H , H_{0V} を求めた結果を Table 2 に示す。また、Table 2 には、 H_{Vf} 対 $d^{-1/2}$ 曲線より求めた K_{Hf} 値および H_{0f} 値も併せ示した。これらの結果より次のことが判明した。

† 式(1)と(2)および式(2)と(3)より H_V , H_{Vf} 対 $\epsilon^{1/4}$ 曲線も直線性を示すものと考えられる。しかし σ_f 対 $\epsilon^{1/2}$ 曲線でも実験値を用いてプロットすると誤差範囲内で直線性を示したことから、ここでは H_{Vf} 対 $\epsilon^{1/2}$ 曲線として示した。ことに流動硬さ試験では $\epsilon \approx 4 \sim 10\%$ の範囲内で実験したので、data 整理上からも H_{Vf} 対 $\epsilon^{1/2}$ 曲線が適すると思われる。以後の考察では、 σ_f 対 $d^{-1/2}$, H_V 対 $d^{-1/2}$, H_{Vf} 対 $d^{-1/2}$ 曲線より、 H_V/σ_f , H_{Vf}/σ_f , K_H/K_f , K_{Hf}/K_f , H_{0V}/σ_{0f} , H_{0f}/σ_{0f} 値を検討しているので、このことが問題になるとは考えられない。

(i) K_f 値は $\sigma_{0.2\%}$ 対 $d^{-1/2}$ 曲線における Hall-Petch 係数と顕著な差異は認められなかったが, K_H 値は K_{Hf} 値と異なり, 若干大きい値を示す。

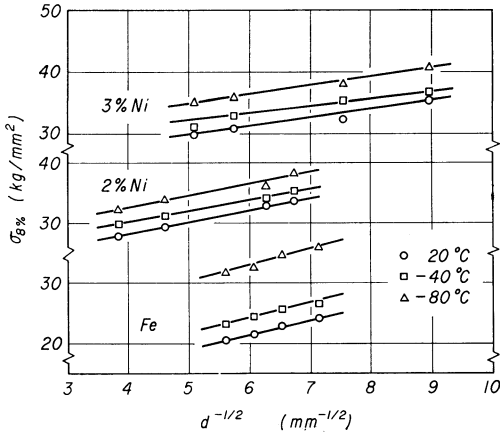


Fig. 8 $\sigma_{8\%}$ the flow stress at 8% strain versus the reciprocal of square root of grain sizes for Fe, Fe-2% Ni and Fe-3% Ni.

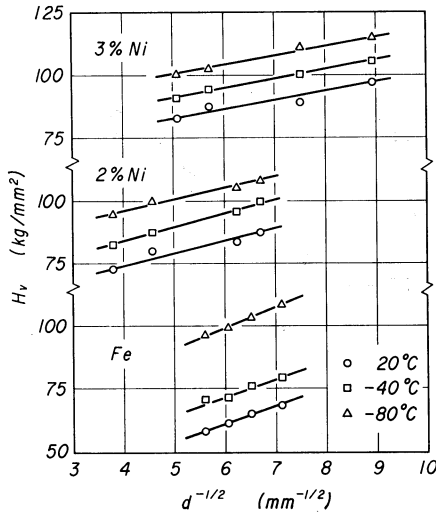


Fig. 9 Vickers hardness H_V versus the reciprocal of square root of grain sizes for Fe, Fe-2% Ni and Fe-3% Ni.

(ii) K_f および K_H は Fe において大きく, Ni 量が増加するともない減少するが, 温度の影響はあまり認められない。

(iii) σ_{0f} および H_{0V} は Fe において小さく, Ni 量が増すともない増大し, 温度の低下につれて増加する傾向が認められる。

2. C, C_1 値と $K_H/K_f, H_{0V}/\sigma_{0f}, K_{Hf}/K_f, H_{0f}/\sigma_{0f}$ の 相関性

式(1), (3), (4) および式(2), (3), (5) より C, C_1 は次式で示される。

$$C = H_V/\sigma_f = (H_{0V} + K_H d^{-1/2}) / (\sigma_{0f} + K_f d^{-1/2}) \quad (6)$$

$$C_1 = H_{Vf}/\sigma_f = (H_{0f} + K_{Hf} d^{-1/2}) / (\sigma_{0f} + K_f d^{-1/2}) \quad (7)$$

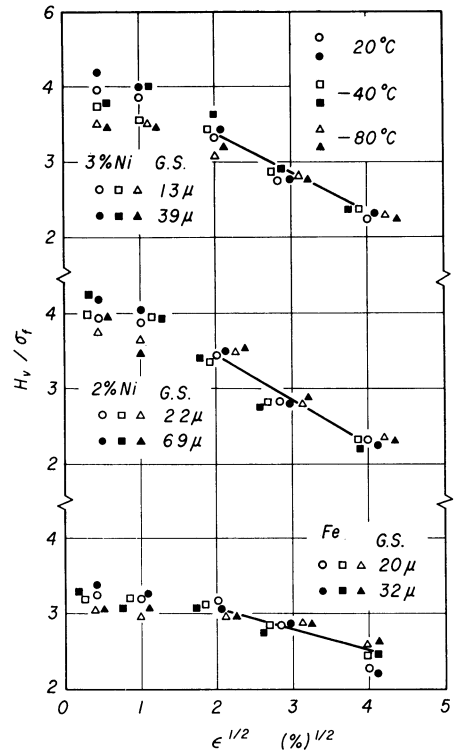


Fig. 10 $C = H_V/\sigma_f$ versus the square root of strain for Fe, Fe-2% Ni and Fe-3% Ni.

Table 2 The value of $K_H, H_{0V}, K_f, \sigma_{0f}, H_V/\sigma_{8\%}, K_H/K_f$ and H_{0V}/σ_{0f} for Fe, Fe-2% Ni and Fe-3% Ni.

Materials	Hardness		Flow hardness (8%)		Flow stress (8%)		Ratio			Flow ratio (8%)			
	K_H	H_{0V}	K_{Hf}	H_{0f}	K_f	σ_{0f}	$H_V/\sigma_{8\%}$	K_H/K_f	H_{0V}/σ_{0f}	H_{Vf}/σ_f	K_{Hf}/K_f	H_{0f}/σ_{0f}	
Fe (20 μ)	20°C	6.96	19.0	5.33	65.0	2.47	7.0	2.84	2.81	2.71	3.55	2.15	9.28
	-40°C	7.29	29.0	4.67	69.3	2.47	9.7	2.86	2.95	2.99	3.86	1.89	7.14
	-80°C	8.70	47.5	5.33	90.4	3.00	15.2	2.90	2.90	3.13	4.28	1.78	5.94
2% Ni (22 μ)	20°C	5.17	53.7	3.50	110	1.86	20.5	2.84	2.78	2.62	3.99	1.88	5.37
	-40°C	5.31	63.0	3.20	116	1.79	22.6	2.83	2.97	2.79	3.81	1.79	5.13
	-80°C	4.83	77.3	3.20	118	1.86	24.9	2.83	2.60	3.10	3.61	1.72	4.74
3% Ni (13 μ)	20°C	3.74	64.5	3.03	115	1.44	22.5	2.76	2.60	2.87	4.01	2.10	5.11
	-40°C	3.79	71.9	2.80	128	1.31	25.6	2.89	2.89	2.81	4.11	2.14	5.00
	-80°C	3.87	82.6	2.83	129	1.55	27.5	2.83	2.41	3.00	3.78	1.83	4.69

Fig. 10 に H_V/σ_f 対 $\epsilon^{1/2}$ 曲線を示す。 $\epsilon=0.2\%$ 時における $C=H_V/\sigma_f$ 値は Fe に比して 2% Ni, 3% Ni の場合、少なからず結晶粒径や温度の影響が見られるが、歪量の増加にともない減少し、組成、結晶粒径、温度に依存しなくなり、 $\epsilon=8\%$ 時においては $C \approx 2.8 \sim 2.9$ と一定値を示す。この値は Tabor⁽¹⁾ が提示した 3 に近似している。

Fig. 11 には 20, -40, -80°C の各温度における H_V/σ_f ,

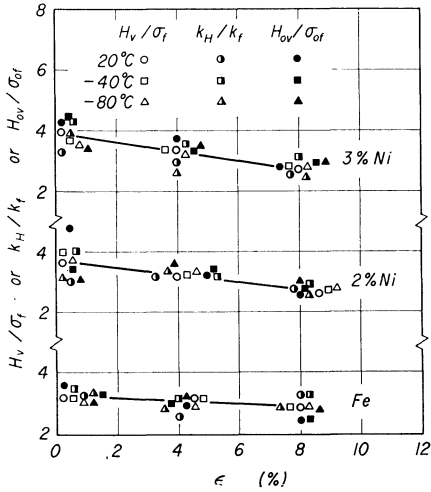


Fig. 11 H_V/σ_f or K_H/K_f or H_{0V}/σ_{0f} versus strain for Fe, Fe-2%Ni and Fe-3%Ni.

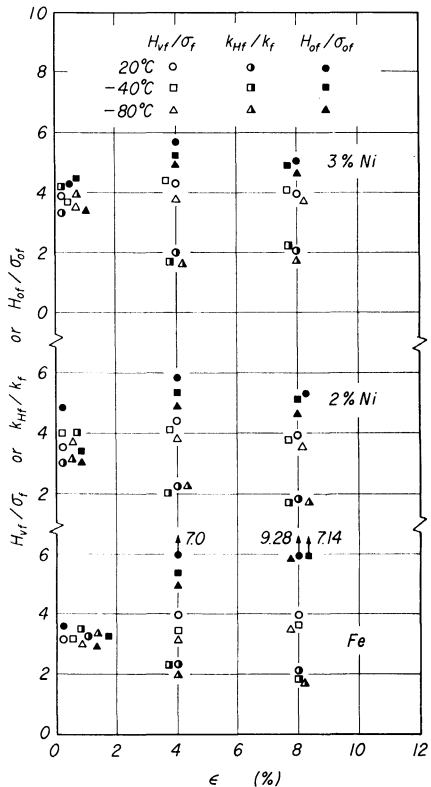


Fig. 12 H_{Vf}/σ_f or K_{Hf}/K_f or H_{0f}/σ_{0f} versus strain for Fe, Fe-2%Ni and Fe-3%Ni.

K_H/K_f および H_{0V}/σ_{0f} の歪量依存性を示す。また、Table 2 の中に 8% 歪時における $H_V/\sigma_{8\%}$, K_H/K_f , H_{0V}/σ_{0V} 値を示す。これらのことより次の事柄が成立するものと考えられる。

(i) $C=H_V/\sigma_f$ 値は結晶粒径、温度にあまり依存せず、歪量の増加につれて減少する。

(ii) $H_V/\sigma_f \approx K_H/K_f \approx H_{0V}/\sigma_{0f} \approx C$ が成立するものと考えられる。換言すると、 $\epsilon \approx 0.2 \sim 8\%$ 内で $K_H/K_f \approx H_{0V}/\sigma_{0f} \approx C$ となることより式(6)において $H_V/\sigma_f \approx C = \text{一定}$ とも考えられる。

(iii) 8% 歪時においては、 $H_V/\sigma_f \approx 2.8 \sim 2.9$, $K_H/K_f \approx 2.6 \sim 3.0$, $H_{0V}/\sigma_{0f} \approx 2.7 \sim 3.1$ となり、温度および Ni 量にあまり依存しない。

Fig. 12 に $C_1=H_{Vf}/\sigma_f$ と K_{Hf}/K_f , H_{0f}/σ_{0f} の歪量依存性を示す。各数値は Table 2 の中に示した。

$K_{Hf}/K_f < H_{Vf}/\sigma_f < H_{0f}/\sigma_{0f}$ の関係となり、Fig. 10, Fig. 11 における (i), (ii), (iii) の結果が成立しない。この理由は、流動硬さの測定に際し、あらかじめ試験片に引張歪を与えることによる塑性歪と硬さ測定時の圧子による塑性歪および歪時効が作用しあって、複雑な結果を示したものと考えられる。

IV. 結 論

20, -40, -80°C の各温度下で、13~69 μ の各種平均結晶粒径を有する Fe, 2% Ni および 3% Ni-Fe 合金を用いて、流動応力 σ_f と硬さ H_V および 4~10% の塑性歪における流動硬さ H_{Vf} との相関性を検討した結果、次の結論を得た。

(1) H_{Vf} 対 $\epsilon^{1/2}$ 曲線は直線性を示し、 H_V と H_0 の差は Fe において大きく、 H_V は 1~2% 歪時の H_{Vf} に相当する。しかし、2% Ni, 3% Ni の場合、その差は顕著でない。

(2) K_f および K_H は Fe において大きく、Ni 量の増加にともない減少するが、温度の影響はあまり認められない。また K_f 値は K_y 値とほとんど差異は認められなかったが、 K_H 値は K_{Hf} 値より若干大きい値を示す。

(3) σ_{0f} および H_{0V} は Fe において小さく、Ni 量が増加するにしたがつて増大し、温度の低下につれて増大する傾向が認められる。

(4) $K_H/K_f \approx H_{0V}/\sigma_{0f} \approx H_V/\sigma_f = C$ の関係が成立し、 C 値は歪量の増加にともない減少するが、本実験の温度範囲 (20~ -80°C), Ni 含有量 (0~3%) および結晶粒径 (20~70 μ) にあまり依存しない。

(5) H_{Vf} と σ_f との間には、上記(4)項は成立しない。すなわち、 $K_{Hf}/K_f < H_{Vf}/\sigma_f < H_{0f}/\sigma_{0f}$ となる。

最後に本研究を遂行するにあたって実験に協力された高森 徹工学士に感謝いたします。

文 献

- (1) D. Tabor : *Hardness of Metals*, Clarendon Press, Oxford (1951).
 - (2) D. Tabor : *Pro. Roy. Soc.*, **192** (1948), 247.
 - (3) J. Nunes and F. R. Larson : *J. Inst. Metals*, **91** (1962-63), 114.
 - (4) 佐藤千之助 : 金属のかたさの性質, 金属学会第III, 第IV総合分科会 (1973), 17.
 - (5) 迎 静雄, 藤原 諒, 芹野正幸 : 溶接学会全国大会講演概要第15集, (1974), 448.
 - (6) N. J. Petch : *J. Iron Steel Inst.*, **174** (1953), 25.
 - (7) G. E. Dieter, Jr. : *Mechanical Metallurgy*, McGraw-Hill, New York, (1961), 248.
-