タングステンの低温ぜい性

Low Temperature Brittleness of Tungsten

矢島正美*前田五二*鴨下源一** Masami Yajima Itsuji Maeda Gen'ichi Kamoshita 山本博司*伊地山 昇*** Hiroshi Yamamoto Noboru Ichiyama

内 容 梗 概

タングステンの降伏現象を観察し、粗大結晶組織をもつ材料において明確な上,下降伏現象を認めることが できた。降伏強度の温度およびひずみ速度依存性は炭素鋼、モリブデンに比較して非常に強い。明確な上,下 降伏現象は非常に狭い温度範囲で現われる。これは、Cottrell locking に寄与する溶質原子の濃度が低いため であろう。ぜい塑性遷移現象は非常に急激に起こり、シャルピー衝撃試験を行なった場合再結晶材料のぜい塑 性遷移温度は 300~400℃ である。遷移温度に与えるひずみ速度の影響は炭素鋼に比較して小さい。一方結晶粒 度の影響ははるかに大きい。これは粉末治金材料の特質であろう。線引あるいはスエージャー加工材のぜい塑 性遷移温度は、加工組織すなわち Fibre density に強く依存し、ほぼ対数関数的に低下する。これは抗張力と 同様な関係にある。タングステンの低温ぜい塑性破壊は最近の転位論的理論が適応できる。すなわち降伏まで のひずみ量はぜい塑性遷移温度のところで最大となり、伸びあるいは断面収縮率は、その温度で急激に変化す る。

第1表	高溶融点金属元素の週期率表における位置	
		-

Sc	Ti	V	Cr	Mn	Fe	Co	Ni
v	7r	Nb	Mo	Тс	Ru	Rh	Pd

1. 緒

言

電子衝撃溶解法の発達により,各種高溶融点金属の溶製が可能と なり金属本来の機械的性質が漸次解明せられつつあるが、まだ実用 金属の多くは粉末冶金法により製造されており,特異な機械的性質 を示すといわれるものもある。ここでいう高溶融点金属材料とは第 1表に示した6種の金属を指し、表に示すとおり週期率表では、互 に隣合った第5,6族の遷移元素である。これらは多くの点で、類 似の性質をもっているが,材料の破壊とか,そのほか機械的性質に おいては必ずしも一様でなく、一般的なことはいえない。これら6 種の材料は、体心立方結晶構造をもち、鉄と同様に、その機械的性 質は,ある温度範囲で強く温度に依存する。すなわち,これら金属 の降伏強度は、鉄と同様に、温度が下がると急激に大きくなる。こ の現象のゆえに,温度があるところまで下がると、材料はすべり変 形を起こすことができず、微小クラック(micro cracks)が発生し、 それが伝搬、成長してぜい性破壊を起こすと思われる。これがいわ ゆる低温ぜい性破壊と呼ばれるもので、構造用材料の場合、とりわ け重要な問題となるから,これまで鉄鋼については詳細な研究が行 なわれてきた。第1表にあげた材料のうちでは、モリブデンに関し ては比較的多くの研究報告がある。前述したことから、高溶融点金 属材料を取り扱う場合,降伏強度が温度に強く依存する温度範囲な らびに、その依存の度合を知ることが重要であるが、現在では、そ れを説明する理論は一つではなく, またそれを左右する材料学的因 子も単純ではない。 Cottrell-Bilby の理論⁽¹⁾では, 侵入形溶質原子 による転位の固着作用でそれを説明しており、また Heslop, Petch 両氏⁽²⁾は Peierls force でそれを説明している。

ここでは粉末冶金法で製造されたタングステンを取り上げるが, これは低温ぜい性破壊においてタンタルと並んで特長的な位置にあ るのみならず,その再結晶挙動,再結晶組織は一般の金属と非常に 異なる。タングステンについては,これまで J. H. Becktold 氏^{(3).(4)} の報告があり,多くの文献には,この報告が引用されてきた。かれ は静的引張試験を行ない,降伏強度のひずみ速度ならびに,試験温 度の影響を調べた。





第1図 シャルピー衝撃試験装置

しかしかれは明確な上,下降伏点を認めていない。また使用した 材料は約8¢のスエージャー加工材であり、この状態のものは多く の空孔欠陥 (voids)を残存している。われわれは、おもに細線を実 験試料として選び、二、三の材料について、そのぜいそ性遷移温度 を測定し、遷移温度に与える引張速度、結晶粒度の影響を調べた。 また焼結の際に持ち込まれる空孔欠陥 (voids)のぜいそ性遷移現象 に与える影響を調べた。試験方法としては高性能自動記録装置を使 用して降伏現象を詳細に観察し、さらにシャルピー衝撃試験を行な った。

* 日立製作所中央研究所 ** 日立製作所中央研究所 工博 ***日立製作所中央研究所 理博 2. 実験の試料

使用した材料は粉末冶金法で製造されたタングステンである。シャルピー衝撃試験には20×601の試料を使用した。これはスエージャー加工材であり、表面はセンターレス・グラインダにより鏡面 仕上げしてある。結晶粒度は、中間焼鈍の位置を変えることにより加工度の異なる試料を作り、最終状態でこれに同一の焼鈍

日立製作所中央研究所創立二十周年記念論文集





→加工方向 20 ø 焼鈍材 (×25) (第14 図の試料Aに相当)

→加工方向 0.4 ø 焼鈍材 (×100)



----- 86 -----



Strain Rate 1.25x10" min"

Elongation

第3図 降伏現象の自動記録, 試験温度の影響

(2,000℃×10 min)を施して調整した。また空孔欠陥の量は、中間 加工サイズ 4.5 Ø, 3.5 Ø, 2.2 Ø で試料をとり、これを 2.0 Ø までセン ターレス・グラインダで研摩して調製した。ここで使用したシャル ピー衝撃試験機は第1図のようなもので、試料の加熱方法が従来の ものと異なる。容量は約0.2 kg-m である。

撃試験片とともに、その代表的顕微鏡組織を第2図に示した。いず れも equiaxial な焼鈍組織をもち、 0.4ϕ の場合は、粉末冶金で製造 されたタングステンに特有な粗大結晶組織に近い。

3. 降伏現象

3.1 上,下降伏点の観察

第3,4図はひずみ速度あるいは試験温度を変えた場合の応力対ひ ずみ曲線の自動記録結果である。試験温度200℃前後で明確な上, 下降伏点が現われる。またひずみ速度1.25×10⁻¹ min⁻¹~2.50 min⁻¹ (試験温度230℃)の範囲で明確な上,下降伏点が現われひずみ速度 は温度と同様な効果をもつ。緒言で述べたように、これまでタング ステンの降伏現象に関する報告はほとんどなく、 J. H. Becktold 氏 (3)(4)の文献でも、降伏強度としては、比例限を使用している。われ われは 0.4 ¢ 焼鈍材について明確な上, 下降伏点を認めることができ た。しかしそれが現われる温度範囲は、鉄、モリブデンが、それぞ れぜい塑性遷移温度から400℃ および 800℃ の広い範囲で観察され るのに比べて非常に狭い。 J. H. Becktold 氏が使用した材料とわれ われが使用したものとは焼鈍組織において非常に異なり、また前者 は焼結の際持ち込まれた空孔欠陥を多く残存している。J. H. Becktold 氏は上,下降伏点の現われない理由として, 試料製作の際の急 冷効果をあげている。すなわち降伏現象に寄与する溶質原子(炭素, 窒素)が、急冷のために、Cottrell ふん囲気を転位の回りに形成で



きないためであり、徐冷材ならば現われるであろうと述べている。 この点を考慮して徐冷材を試験したが、明確な降伏現象の現われる 温度範囲は変わりなかった。

次節で述べるように, タングステンの降伏現象は, その強い温度 依存性から, Cottrell 形の転位の固着作用によると考えねばならな いが,一般に降伏現象が現われにくい原因として,本質的に,溶質 原子の濃度が少ないためであろうと思われる。このことは従来、タ ングステンの場合, 侵入形溶質原子による Snoek peaks が観察され ないことと符合する。J. H. Becktold 氏は Cottrell locking に寄与 する主要不純物は炭素と窒素であるとし、原論文にはそれぞれ 0.02,



0.008%という分析値が出ている。しかしこの値には、明らかに疑

問があり,通常,炭素,窒素の固溶度はこの値よりも,はるかに低 この状態のものはゲージ長さの範囲でほとんど単結晶に近く、せい ぜい2あるいは3個の長い結晶からなっている。これは粉末冶金の 際に, 微量不純物 (ドープ剤) を調整添加することにより得られる ものである。このように単結晶に近い組織のものであると常温で明 確な上、下降伏点を示し、ぜいそ性遷移温度は常温以下になる。 これらのことから,以下のことが結論される。通常タングステンは Cottrell locking に寄与する侵入形溶質原子の固溶濃度が低く,明 確な降伏現象は認めにくい。しかし単結晶組織あるいは粗大結晶組 織をもつものは非常に狭い温度範囲で、上、下降伏点を示す。J.H. Becktold氏がこれを認めなかったのは結晶組織が細かい材料を使用 したためであろう。

なお第13,14図から、タングステンの加工硬化は高温ほどあるい はひずみ速度が小さいほど大きいようである。これはひずみ時効硬 化現象と密接な関係があると思われる。

3.2 降伏現象の温度依存性

第6図は0.4 ø 焼鈍材について,降伏強度の温度依存性を示す。こ のような鋭い温度依存性を説明するには、現在では Cottrell 形の転 位の固着作用を考えねばならない。N. Lcuat, H. L. Wain両氏⁽⁵⁾⁽⁶⁾ 降伏強度はぜい性破壊強度と等しくなる。



抗張力のひずみ速度依存性 第8図

の欠陥の有無, すなわち非金属介在物, ガス不純物などの有無など の、よりマクロ的な要因に支配されるので定性的な傾向を述べるに すぎない。

一方依存の度合を示す直線の傾斜は W, σ₀, 1/A に比例する。こ は Cottrell-Bilby の理論も改良して降伏強度は、温度に依存する部 のうち W, σ_0 のほうが重要であり、転位と溶質原子との固着作用の 分と依存しない部分とからなり、依存する部分では(1),(1)'式で 大きさがきくことになる。図中, 点線は前出 J. H. Becktold 氏のデ 表わされることを示した。(1)'式のToは依存領域の限界を決める ータである。両者を比較して依存温度範囲、依存の度合はほとんど 温度である。Toより低温側では材料は、ぜい性破壊を行なうので、 差がない。しかし降伏強度ならびにぜい性破壊強度は 0.4 φ 焼鈍材 $\sigma_{y} = (2 \sigma_{0}/A) (W/kT) + C \dots (1)$ のほうがはるかに大きく、これは前述したとおり J. H. Becktold 氏 $T_o = W / \{k \ln[\beta/(1-\theta)]\}$ (1)' が使用した材料は非常に多くの欠陥をもっているためであろう。依 存の度合を示すパラメーター $(2\sigma_0/A)(W/k)$ は炭素鋼,合金鋼の $6\times$ σ₀: 溶質原子が転位に及ぼすせん断応力 ここに 10²~12×10² (10³ psi. °K) に対し 38×10³ で 31~63 倍であり非常に W: 固作作用のポテンシャルエネルギーに関係する量 A: 転位密度などによって決まる定数 大きい。 β: 溶質原子のエネルギー分布を決める項 3.3 降伏強度のひずみ速度依存性 クリープが問題となる温度よりも低温では、一般に金属の機械的 *θ*: 溶質原子のふん囲気濃度 性質はひずみ速度に鈍感であるが、鉄、モリブデンなどの体心立方 これから溶質原子の濃度が大きいと、ぜい塑性遷移温度は低くな 結晶構造をもつ金属では敏感になる。 タングステンに関して J.H. り、破壊強度は大きくなることが予想される。しかしこれは、材料 — 87 —



日立製作所中央研究所創立二十周年記念論文集

第2表 加工材焼鈍材のぜいそ性遷移温度

$2.0 \text{ mm}\phi$ As worked 210°C $\sim 10^{6} \text{ min}^{-1}$ Charpy Test $1.5 \text{ mm}\phi$ As worked 210°C $\sim 10^{6} \text{ min}^{-1}$ Charpy Test $1.5 \text{ mm}\phi$ As worked 150°C $\sim 10^{\circ} \text{ min}^{-1}$ Tensile Test $1.0 \text{ mm}\phi$ As worked 60°C $\sim 10^{\circ} \text{ min}^{-1}$ Tensile Test $0.55 \text{ mm}\phi$ As worked -40°C ?Bend Test $0.4 \text{ mm}\phi$ As worked $-70^{\circ}\text{C}\text{LV}\text{F}$?Bend Test $\sim 8 \text{ mm}\phi$ Annealed 200°C $1.68 \times 10^{-2}\text{min}^{-1}$ Tensile Test $2.0 \text{ mm}\phi$ Annealed 200°C $1.68 \times 10^{-2}\text{min}^{-1}$ Tensile Test $2.0 \text{ mm}\phi$ Annealed 200°C $1.68 \times 10^{-2}\text{min}^{-1}$ Tensile Test $1.5 \text{ mm}\phi$ Annealed 200°C $\sim 10^{\circ}\text{min}^{-1}$ Tensile Test $1.0 \text{ mm}\phi$ Annealed 240°C $\sim 10^{\circ}\text{min}^{-1}$ Tensile Test $1.0 \text{ mm}\phi$ Annealed 210°C $\sim 10^{\circ}\text{min}^{-1}$ Tensile Test $0.55 \text{ mm}\phi$ Annealed 180°C $1.25 \times 10^{-1}\text{min}^{-1}$ Tensile Test $0.4 \text{ mm}\phi$ Annealed 120°C $1.25 \times 10^{-1}\text{min}^{-1}$ Tensile Test $0.2 \text{ mm}\phi$ Annealed 90°C $1.25 \times 10^{-1}\text{min}^{-1}$ Tensile Test	Size	Treatment	Transition Tempera- ture	Strain Rate	Test Methd
$1.5 \text{ mm}\phi$ As worked 210°C $\sim 10^{6} \text{ min}^{-1}$ Charpy Test $1.5 \text{ mm}\phi$ As worked 150°C $\sim 10 \text{ min}^{-1}$ Tensile Test $1.0 \text{ mm}\phi$ As worked 60°C $\sim 10 \text{ min}^{-1}$ Tensile Test $0.55 \text{ mm}\phi$ As worked -40°C ?Bend Test $0.4 \text{ mm}\phi$ As worked $-70^{\circ}\text{C}\text{L}\text{J}\text{F}$?Bend Test $\sim 8 \text{ mm}\phi$ Annealed 200°C $1.68 \times 10^{-2}\text{min}^{-1}$ Tensile Test $2.0 \text{ mm}\phi$ Annealed 200°C $1.68 \times 10^{-2}\text{min}^{-1}$ Tensile Test $1.5 \text{ mm}\phi$ Annealed 200°C $1.68 \times 10^{-2}\text{min}^{-1}$ Tensile Test $1.5 \text{ mm}\phi$ Annealed 240°C $\sim 10^{\circ}\text{min}^{-1}$ Tensile Test $1.0 \text{ mm}\phi$ Annealed 210°C $\sim 10^{\circ}\text{min}^{-1}$ Tensile Test $0.55 \text{ mm}\phi$ Annealed 180°C $1.25 \times 10^{-1}\text{min}^{-1}$ Tensile Test $0.4 \text{ mm}\phi$ Annealed 120°C $1.25 \times 10^{-1}\text{min}^{-1}$ Tensile Test $0.2 \text{ mm}\phi$ Annealed 90°C $1.25 \times 10^{-1}\text{min}^{-1}$ Tensile Test	2.0 mmø	As worked	210°C	$\sim \! 10^6 \min^{-1}$	Charpy Test
$1.5 \text{ mm}\phi$ As worked 150°C $\sim 10 \text{ min}^{-1}$ Tensile Test $1.0 \text{ mm}\phi$ As worked 60°C $\sim 10 \text{ min}^{-1}$ Tensile Test $0.55 \text{ mm}\phi$ As worked -40°C ?Bend Test $0.4 \text{ mm}\phi$ As worked $-70^{\circ}\text{C}\text{L}\text{L}\text{F}$?Bend Test $\sim 8 \text{ mm}\phi$ Annealed 200°C $1.68 \times 10^{-2}\text{min}^{-1}$ Tensile Test $\sim 0 \text{ mm}\phi$ Annealed 200°C $1.68 \times 10^{-2}\text{min}^{-1}$ Tensile Test $1.5 \text{ mm}\phi$ Annealed 200°C $\sim 10^{\circ}\text{min}^{-1}$ Tensile Test $1.5 \text{ mm}\phi$ Annealed 240°C $\sim 10^{\circ}\text{min}^{-1}$ Tensile Test $1.0 \text{ mm}\phi$ Annealed 210°C $\sim 10 \text{ min}^{-1}$ Tensile Test $0.55 \text{ mm}\phi$ Annealed 180°C $1.25 \times 10^{-1}\text{min}^{-1}$ Tensile Test $0.4 \text{ mm}\phi$ Annealed 120°C $1.25 \times 10^{-1}\text{min}^{-1}$ Tensile Test $0.2 \text{ mm}\phi$ Annealed 90°C $1.25 \times 10^{-1}\text{min}^{-1}$ Tensile Test	$1.5 \text{ mm}\phi$	As worked	210°C	$\sim 10^{6} \mathrm{min^{-1}}$	Charpy Test
$1.0 \text{ mm}\phi$ As worked 60°C $\sim 10 \text{ min}^{-1}$ Tensile Test $0.55 \text{ mm}\phi$ As worked -40°C ?Bend Test $0.4 \text{ mm}\phi$ As worked $-70^{\circ}\text{C}\text{L}\text{L}\text{F}$?Bend Test $\sim 8 \text{ mm}\phi$ Annealed 200°C $1.68 \times 10^{-2}\text{min}^{-1}$ Tensile Test $2.0 \text{ mm}\phi$ Annealed 200°C $1.68 \times 10^{-2}\text{min}^{-1}$ Tensile Test $2.0 \text{ mm}\phi$ Annealed 400°C $\sim 10^{6}\text{min}^{-1}$ Charpy Test $1.5 \text{ mm}\phi$ Annealed 240°C $\sim 10 \text{min}^{-1}$ Tensile Test $1.0 \text{ mm}\phi$ Annealed 210°C $\sim 10 \text{min}^{-1}$ Tensile Test $0.55 \text{ mm}\phi$ Annealed 180°C $1.25 \times 10^{-1}\text{min}^{-1}$ Tensile Test $0.4 \text{ mm}\phi$ Annealed 120°C $1.25 \times 10^{-1}\text{min}^{-1}$ Tensile Test $0.2 \text{ mm}\phi$ Annealed 90°C $1.25 \times 10^{-1}\text{min}^{-1}$ Tensile Test	$1.5 \text{ mm}\phi$	As worked	150℃	$\sim 10 \ \mathrm{min^{-1}}$	Tensile Test
$0.55 \text{ mm}\phi$ As worked -40°C ?Bend Test $0.4 \text{ mm}\phi$ As worked -70°C L/F?Bend Test $\sim 8 \text{ mm}\phi$ Annealed 200°C $1.68 \times 10^{-2} \text{min}^{-1}$ Tensile Test $2.0 \text{ mm}\phi$ Annealed 400°C $\sim 10^{6} \text{ min}^{-1}$ Charpy Test $1.5 \text{ mm}\phi$ Annealed 240°C $\sim 10 \text{ min}^{-1}$ Tensile Test $1.0 \text{ mm}\phi$ Annealed 210°C $\sim 10 \text{ min}^{-1}$ Tensile Test $0.55 \text{ mm}\phi$ Annealed 180°C $1.25 \times 10^{-1} \text{min}^{-1}$ Tensile Test $0.4 \text{ mm}\phi$ Annealed 120°C $1.25 \times 10^{-1} \text{min}^{-1}$ Tensile Test $0.2 \text{ mm}\phi$ Annealed 90°C $1.25 \times 10^{-1} \text{min}^{-1}$ Tensile Test	$1.0 \text{ mm}\phi$	As worked	60°C	$\sim 10 \ \mathrm{min^{-1}}$	Tensile Test
$0.4 \text{ mm}\phi$ As worked $-70^{\circ}\text{C}\mb$	$0.55 \text{ mm}\phi$	As worked	-40° C	?	Bend Test
$\sim 8 \text{ mm}\phi$ Annealed 200° C $1.68 \times 10^{-2} \text{min}^{-1}$ Tensile Test $2.0 \text{ mm}\phi$ Annealed 400° C $\sim 10^{6} \text{ min}^{-1}$ Charpy Test $1.5 \text{ mm}\phi$ Annealed 240° C $\sim 10 \text{ min}^{-1}$ Tensile Test $1.0 \text{ mm}\phi$ Annealed 210° C $\sim 10 \text{ min}^{-1}$ Tensile Test $0.55 \text{ mm}\phi$ Annealed 180° C $1.25 \times 10^{-1} \text{min}^{-1}$ Tensile Test $0.4 \text{ mm}\phi$ Annealed 120° C $1.25 \times 10^{-1} \text{min}^{-1}$ Tensile Test $0.2 \text{ mm}\phi$ Annealed 90° C $1.25 \times 10^{-1} \text{min}^{-1}$ Tensile Test	$0.4 \text{ mm}\phi$	As worked	-70℃以下	3	Bend Test
$2.0 \text{ mm}\phi$ Annealed 400° C $\sim 10^{6} \text{ min}^{-1}$ Charpy Test $1.5 \text{ mm}\phi$ Annealed 240° C $\sim 10 \text{ min}^{-1}$ Tensile Test $1.0 \text{ mm}\phi$ Annealed 210° C $\sim 10 \text{ min}^{-1}$ Tensile Test $0.55 \text{ mm}\phi$ Annealed 180° C $1.25 \times 10^{-1} \text{min}^{-1}$ Tensile Test $0.4 \text{ mm}\phi$ Annealed 120° C $1.25 \times 10^{-1} \text{min}^{-1}$ Tensile Test $0.2 \text{ mm}\phi$ Annealed 90° C $1.25 \times 10^{-1} \text{min}^{-1}$ Tensile Test	$\sim 8~{ m mm}\phi$	Annealed	200°C	$1.68 \times 10^{-2} \text{min}^{-1}$	Tensile Test
$1.5 \text{ mm}\phi$ Annealed 240°C $\sim 10 \text{ min}^{-1}$ Tensile Test $1.0 \text{ mm}\phi$ Annealed 210°C $\sim 10 \text{ min}^{-1}$ Tensile Test $0.55 \text{ mm}\phi$ Annealed 180°C $1.25 \times 10^{-1}\text{min}^{-1}$ Tensile Test $0.4 \text{ mm}\phi$ Annealed 120°C $1.25 \times 10^{-1}\text{min}^{-1}$ Tensile Test $0.2 \text{ mm}\phi$ Annealed 90°C $1.25 \times 10^{-1}\text{min}^{-1}$ Tensile Test	2.0 mmø	Annealed	400℃	${\sim}10^{6}~{\rm min^{-1}}$	Charpy Test
$1.0 \text{ mm}\phi$ Annealed 210° C $\sim 10 \text{ min}^{-1}$ Tensile Test $0.55 \text{ mm}\phi$ Annealed 180° C $1.25 \times 10^{-1} \text{min}^{-1}$ Tensile Test $0.4 \text{ mm}\phi$ Annealed 120° C $1.25 \times 10^{-1} \text{min}^{-1}$ Tensile Test $0.2 \text{ mm}\phi$ Annealed 90° C $1.25 \times 10^{-1} \text{min}^{-1}$ Tensile Test	1.5 mm¢	Annealed	240°C	$\sim 10 \ \mathrm{min^{-1}}$	Tensile Test
$0.55 \text{ mm}\phi$ Annealed 180° C $1.25 \times 10^{-1} \text{min}^{-1}$ Tensile Test $0.4 \text{ mm}\phi$ Annealed 120° C $1.25 \times 10^{-1} \text{min}^{-1}$ Tensile Test $0.2 \text{ mm}\phi$ Annealed 90° C $1.25 \times 10^{-1} \text{min}^{-1}$ Tensile Test	$1.0 \text{ mm}\phi$	Annealed	210°C	$\sim 10 \text{ min}^{-1}$	Tensile Test
$0.4 \text{ mm}\phi$ Annealed 120° $1.25 \times 10^{-1} \text{min}^{-1}$ Tensile Tes $0.2 \text{ mm}\phi$ Annealed 90° $1.25 \times 10^{-1} \text{min}^{-1}$ Tensile Tes	$0.55 \text{ mm}\phi$	Annealed	180°C	$1.25 \times 10^{-1} min^{-1}$	Tensile Test
0.2 mm ϕ Annealed 90°C 1.25×10 ⁻¹ min ⁻¹ Tensile Tes	$0.4 \text{ mm}\phi$	Annealed	120°C	$1.25 \times 10^{-1} min^{-1}$	Tensile Test
	$0.2 \text{ mm}\phi$	Annealed	90°C	$1.25\!\times\!10^{-1}{\rm min^{-1}}$	Tensile Test

第9図 応 力 緩 和 現 象

Becktold 氏⁽⁴⁾の報告があり、ひずみ速度依存性は非常に大きいことがわかった。

その場合の測定範囲は $9.8 \times 10^{-6} \sim 9.8 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ である。われわれ は 0.4ϕ 焼鈍材について $1.7 \times 10^{-3} \sim 2.0 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ の範囲で測定した。 **第7**図に結果を示す。 $1.0 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ のところに遷移点があり、それ ぞれの速度範囲で Zener-Hollomon の(2)式がなりたつ。

 $\sigma_y \propto k \dot{arepsilon}^r$ (2)

4. ぜい塑性遷移温度

4.1 静的引張試験

ある材料のぜい塑性遷移温度という場合,試験の方法,試験片の 形状寸法,試料の状態などが厳密に定義,選択されておらねば意味 がない。引張試験は試験片の形状寸法が相似であれば形状効果がき いてこない利点がある。しかしぜい性破壊はひずみ速度が大きいと きに問題となる場合が多いから実際と結びつかないおそれはある。 ここでは各種中間加工サイズで加工材および焼鈍材のぜい塑性遷移 温度を測定する目的で引張試験を行なった。第2表には,あとで述 べるシャルピー衝撃試験結果とともに,引張試験の結果をまとめて おいた。引張試験で決めたぜい塑性遷移温度は,伸びあるいは断面 収縮率が急激に変わる温度とした。なお遷移温度が常温以下になる 強加工材の場合,実験装置の関係から簡便法として曲げ試験を行な

- ここに : ひずみ速度
 - **k**:定数
 - r: Strain rate exponent

Strain rate exponent(r) は 1.0×10^{-2} s⁻¹ を境に高速,低速側で それぞれ 6.5×10^{-2} , 9.6×10^{-2} である。低速側の値は前出 J. H. Becktold の結果と一致しており, Zener および Hollomon氏⁽⁷⁾が炭 素鋼についてだした値 1.25×10^{-2} の約8倍となる。高速側ではやや 小さい。**第8**図は破断力についてひずみ速度依存性を測定した結果 であり,高温になると依存性は小さくなる。これは,鉄モリブデン に関する二,三の報告にも見られる現象で,これも体心立方構造を もつ金属に共通のものであろう。

140

120-

100

80

60

40

20

01

-20

(0.)

Temperature

Transition

Zener-Hollomonの式に従って降伏 現象に関与する活性化エネルギーを計 算すると,ひずみ速度 1.0×10⁻² s⁻¹を 境に,それぞれ32,47 kcal/mol であ る。

3.4 応力緩和現象

前節で、200°C 前後での降伏応力の 速度依存性はかなり大きいことがわか るが、これから、この温度近辺での大 きな応力緩和現象が期待される。われ われは 0.4 ϕ 焼鈍材を使用して 230°C でこれを見た。 ひずみ速度を 1.25× 10^{-1} min⁻¹に選び、弾性限界内に応力 を設定して、引張試験機の cross head を停止し、応力を時間とともに測定し た。 5 分後に応力を 0 にもどし、ふた



たび別な値に設定して同じことをくり 返した。第9図はその結果を示す。こ れによると応力緩和現象はかなり大き い。この程度の大きさは実際に重要な 問題であることを暗示し、今後の研究 が必要であろうと思われる。

---- 88 -----

0.2 0.5 1.0 1.5 Specimen Size (Diameter)(mm) 第11 図 抗張力の加工度(加工線径) による変化 タングステンの低温ぜい性



いだいたいの目安とした。 第10図 は加工材について,加工線径と 遷移温度の関係を示した。 遷移温度は加工が進むとだいたい対数関 数的に下がることがわかる。 第11図 は加工線径と抗張力との同様 な関係を示すものであるが,同様に対数関数的に抗張力が大きくな る。これからぜい塑性遷移温度は,抗張力と同様,加工材の繊維組 織のつまり方,すなわち fibre density に強く依存している。 第12 図に二,三の試料の引張試験の代表的結果をあげた。

加工材、焼鈍材についてぜい塑性遷移減度を測定した結果を第

4.2 シャルピー衝撃試験



13, 14 図および第2表に示した。第13 図には 1.5 ϕ 加工材の結果が あるが、これは引張試験によって求めた値との比較を目的としてお り同図の 2.0 ϕ 標準試験片 (D) との比較は、形状効果がきいてく るから不可能である。通常のシャルピー衝撃試験の場合と静的引張 の場合では、ひずみ速度がだいたい 10⁷ オーダー異なるとされてお り、この実験の場合遷移温度で約 50°C 上昇した。第13,14 図から、 試料 E, F を除くと、いずれもぜい塑性遷移は非常に急激に起こり、 遷移温度の幅はたかだか 20°C である。これは一般に純金属の特長 であるが、前述したとおり、タングステンに固溶する溶質原子の濃 度は低いから、特に、その挙動は鋭くなるのであろう。なお Rinebolt, Harris 両氏⁽⁸⁾は炭素鋼について実験し、炭素濃度が 0.01% か ら 0.67% に変わると遷移温度の幅は広くなると報告している。

次に第13図の試料 E, F は 2 段のぜい塑性遷移を行なうことが観察される。

このような現象は、キルド鋼でアルミが多くなると現われるという報告があるが、いずれにしても非常に例外的なものであろう。

試料 E, Fは 4.5, 3.5 ø からセンターレス・グラインダで研摩し て 2.0 ø に仕上げたものであり, 第15 図 に示すとおり, 多くの空 孔欠陥を含んでいる。2 段のぜい塑性遷移は, それぞれのステップ で破壊の機構が異なることを暗示している。その相違が微小クラッ クの発生段階にあるか, 伝搬の過程にあるかが問題となろう。いず れにしても, これは焼結時にもち込まれた空孔欠陥が原因であろ う。

この現象は金属のぜい性破壊の機構を知るうえで良い実験例とな ると思われるので、今後顕微鏡的な方法を使い詳細に研究せねばな らない。試料 E, F の遷移温度の上昇は結晶粒度も影響しているが、 2 段の低温側に現われるものが本来のものであり、高温側に現われ るものが空孔欠陥による見かけの遷移温度上昇であろう。 第14 図は焼鈍材の実験結果であり、ぜい塑性遷移温度は上昇す る。 これまで外国の文献に引用されているタングステンの遷移温度は だいたいわれわれの試料Aに相当するものである。この状態のもの は、他の機械的性質などのデータから相当量の微小空孔欠陥を含む ものと思われ、完全に sound な材料とはいいにくい。われわれが第



3部で電子衝撃溶解法によって製造した材料は,かなり sound なものと思われ,じん性も向上しているが,遷移温度は常温以上であり,

日立製作所中央研究所創立二十周年記念論文集





試験片 F: 4.5→2.0 Ø Ground (×300) 試験片 E: 3.5→2.0 Ø Ground (×300) 第 15 図 シャルピー衝撃試験片 E, Fの顕微鏡写真 (焼結時にもち込まれた室孔欠陥がみられる)







第16図 再結晶材料の粒内(写真左)および粒界破壊(写真右)

まだ十分とはいえない。最近 B.C. Allen, etal⁽⁹⁾は帯域溶融法によって精製した材料についての曲げ試験結果を報告しているが、それによってもじん性の向上は遷移温度で300℃であり常温ではもろい。これらから、純タングステンは本質的に常温でぜい性領域にあるのであろう。じん性の向上は合金でなければ望めないと思われる。

これまで述べたタングステン焼鈍材の常温におけるモロサは,通 常再結晶ぜい性と呼ばれておるもので,焼鈍による組織の粗大化と, ガス不純物の粒界析出によりぜい化すると思われる。粉末冶金材料 の場合,材料の特質として,焼鈍組織の粗大化が極度に進んで単結 晶に近いものが得られるが,このものは逆に非常にじん性をもつ。 しかし一般の多結晶材料としては,粉末冶金材料は,多くのガス不 純物などを含んでいるために特にもろいといえる。不純物の粒界析 出によるぜい化は,鉄,モリブデンに関しても報告されている。こ の場合破壊の様相は粒界破壊を示す。第16 図 はタングステンの粒 界および粒内破壊を示し 0.4 ∮ 焼鈍材のような, equiaxial な粗大 組織のものに限り,粒内破壊をする。

4.3 荷重速度の影響(静的引張試験)

3. 章で述べたように体心立方格子金属の強度は,一般にひずみ速度に敏感であり,特にタングステンは鉄,モリブデンよりもひずみ速度依存性が強い。また前節で述べたように,粉末冶金法で製造されるタングステンはガス不純物が多く,そのぜい性破壊の特長は粒界破壊を行なうことである。したがって粒界の粘性的挙動も問題となり,ぜいそ性遷移温度に与えるひずみ速度の影響が他の金属よりも大きいであろう。これらの示唆のもとにひずみ速度の影響を測定し,第17図の結果を得た。 $2.1 \times 10^{-2} s^{-1}$ のところに遷移点があり, $2.1 \times 10^{-2} s^{-1}$ 以上のところではひずみ速度の影響が大きい。それぞれの領域でひずみ速度依存性は(3),(4)式で表わされる。ま



第17図 ぜい塑性遷移温度に与えるひずみ速度の影響



タングステンの低温ぜい性



第14図の試料Bに相当(×25)



第14図の試料Cに相当(×25)

第19図 シャルピー衝撃試験片(焼鈍材)の顕微鏡写真

た Witman, Stepanov 氏⁽¹⁰⁾の実験結果 (軟鋼, 引張試験)を(5)式 で示した。 $\ln \frac{d\varepsilon}{dt} = 53 - \frac{5,760}{T} \quad (領域 B) \qquad(3)$ $\ln \frac{d\varepsilon}{dt} = 80 - \frac{30,800}{T} \quad (領域 A) \qquad(4)$ $\ln \frac{d\varepsilon}{dt} = 13 - \frac{2,770}{T} \quad (학鋼, Witman, Stepanov による)$



.....(5)

ここに $\frac{d\varepsilon}{dt}$: ひずみ速度 T: ぜいそ性遷移温度

これらの結果をみると、一般に strain rate exponent が大きいものは、遷移温度の変化が小さいようである。降伏強度のひずみ速度依存性は、 1.0×10^{-2} s⁻¹ のところで遷移があるが、ぜいそ遷移温度の場合も 2.1×10^{-2} s⁻¹ のところ遷移点があり、両者のこの一致は当然予想されるべきであった。しかしその解釈はむずかしい。

4.4 結晶粒度の影響(シャルピー衝撃試験)

低温ぜい性の理論から,ぜい塑性遷移温度は結晶粒度が大きくな ると高温側にズレることが予想される。 第18 図 はタングステンに 関してわれわれが得た結果である。ただしこの場合,結晶組織は equiaxial であり,粒度の測り方は,軸に直角な方向の長さを選ん だ。なお測定点が少ないのは,一般に結晶粒度の調節がいたって困 難なためである。それぞれの試料の顕微鏡組織を第19 図に示した。 結晶粒度依存性は炭素鋼の場合いろいろと提出されているが,この 結果では(6)式で表わされる。

 $d^{\frac{1}{2}} = AT + B....(6)$

ここに d: 結 晶 粒 度

T: ぜい塑性遷移温度

A,B: 常 数

依存の度合を示す常数Aはこの場 3.1×10⁻⁴ であり,鉄の場合と 比較して約 1/2.5 であり,依存の度合はかなり強いことがわかる。

5. タングステンの低温ぜい性破壊

鉄そのほかの体心立方格子金属の低温ぜい性破壊に関する最近の 転位論的解釈を総括すると,金属の場合完全なぜい性破壊は起こり 第20図 降伏強度,伸び Pre-yield Strainの関係

させるための応力を計算したので Strohの概念と呼ばれる。

このモデルで最も本質的なところは固着作用であり、急激な遷移 現象を説明するには、固着作用の急激な温度依存性がなければなら ない。現在では固着作用として Cottrell 形の転位の固着作用が最も 妥当であり広く受け入れられている。この考え方によれば転位の Pile-up はぜい塑性遷移温度のところで最も多い。すなわち高温側 では固着作用が弱まるからすべり変形を起こし降伏現象が見られる が、温度が下がると固着作用は強くなり Pile-up する転位群の数は 多くなる。ある臨界温度に達すると、それ以下の温度では、Pile-up した転位は容易に微小クラックを発生するゆえ、臨界温度のところ で Pile-up する転位群の数は最も多くなければならない。このこと は実験的には、降伏点までのひずみ量を測定すれば、この臨界温度 のところで最大になることを暗示する。またその温度で材料はぜい 塑性遷移を行なうはずである。

B. L. Averbach氏⁽¹¹⁾などは鉄, 鋼について詳細に実験し上記の現

にくく,むしろ塑性変形の結果として微小クラック(micro-crack	(s) 象を確かめることができた。また最近鉄以外の体心立方格子金属に			
が発生しそれが成長して Griffith の条件を満足すると微小クラッ	ク ついても二,三の実験が行なわれ上記の現象は認められた。しかし			
は伝搬し,破壊を起こす。すなわち結晶粒界などの障がい物のと	こ タングステンに関しては前述したように、降伏現象を認めることが			
ろで転位が pile-up する。Pile-up した転位が, なんらかの固着作	※用 できなかったから上記のことは確かめることができなかった。われ			
により固着されると、そこに応力集中が生じそれによって微小ク	ラ われは 0.4 φ 焼鈍材について降伏現象を認め,降伏までの伸びを測			
ッラが発生するという考え方で、これは初め Zener により考えら	れ 定することができた。第20図はその結果であり、タングステンも他			
たモデルであり、Stroh がこれを定量的に扱って、クラックを発	生の金属と同じく低温ぜい性の転位論的モデルが適用されることを知			
<u> </u>				

った。現象の特質としては降伏までのひずみ量が鉄、モリブデンな どに比較して小さいことがあげられる。

6. 結 言

2 Ø および 0.4 Ø のタングステンについてシャルピー衝撃試験お よび静的引張試験を行なった。試験温度範囲は常温~600℃,引張試 験のひずみ速度は 1.25×10⁻²~2.0×10 min⁻¹ とした。おもにぜい 塑性遷移温度,降伏現象を測定,観察し次の結果を得た。

(1) 0.4 Ø 焼鈍材について実験し,明確な上,下降伏点を認める ことができた。しかし現象の現われる温度範囲は非常に狭く120℃ ~250℃(ひずみ速度1.25×10⁻¹min⁻¹)である。これは降伏現象に 寄与する溶質原子の濃度が非常に薄いためであろう。

(2) 降伏強度の温度依存性は炭素鋼,モリブデンなどよりも強 く、依存の度合を示すパラメータは炭素鋼の約30~60倍となる。

(3) 降伏強度のひずみ速度依存性は一般に非常に大きい。1.0× 10⁻² s⁻¹ を境に高速,低速側で依存度は異なり, Strain rate exponent はそれぞれ 0.065, 0.096 で軟鋼の約5 および8 倍であ る(試験温度約200℃)。

(4) 200℃ 前後でタングステンは顕著な応力緩和現象を示す。

(5) 加工材のぜい塑性遷移温度は加工線径とともに対数関数的 に低下する。

(6) 再結晶材料ぜい塑性遷移温度は20のもののシャルピー衝

炭素鋼に比較して, 前者は小さく, 後者は大きい。

(8) タングステンはぜいそ性遷移は非常に急激に起こる。また 焼結時にもち込まれた空孔欠陥を多く残存する材料は2段のぜい 塑性遷移を行なう。

最後に有益な討論をいただいた日立製作所茂原工場の高橋,萩原, 渡辺,湯川,広瀬の諸氏,日立中央研究所の福元,大原両氏,日立 究所研の奥本氏ならびに, 試料製作実験に協力いただいた当研究室 の松本, 植木両氏に深謝する。

参 考 文 献

- (1) A. H. Cottrell and B. A. Bilby: Proc. Phy. Soc. (London)., A, 62, 49 (1949)
- (2) J. Heslop. and N. Petch: Phil. Mag., 1, 866 (1958)
- (3) J. H. Becktold and P. G. Shewmon: Trans. A. S. M., 46, 397 (1954)
- J. H. Becktold: Trans. A. I. M. E., 206, 142 (1956) (4)
- (5) N. Louat and H. L. Wain: Proc. Phys. Soc. (London), B., 69, 459 (1956)
- (6) N. Louat and H. L. Wain: Proc. Phys. Soc. (London), B., 71, 444 (1958)
- J. H. Hollomon: Welding J., 25, 534 (1946) (7)
- J. A. Rinebolt and W. J. Harris: Trans. A. S. M., 43, 1175 (8)(1951)
- (9) B. C. Allen, D. J. Maykuth and R. I. Jaffe: J. Inst. of metals., 90, 120 (1961)
- (10) F. Witman and V. Stepanov: J. Tech Phys., (U. S. S. R) 9, 1070 (1939)

撃試験結果によれば400℃, 0.4 φのものの静的引張試験結果によ れば120℃である。

(7) ぜい塑性遷移温度に与えるひずみ速度,結晶粒度の影響は,

(11) B. L. Averbach etal: Fracture (Swampscott International Conference) 1959



細な格子構体の工作法 微

一般にクライストロン管などにおける格子構体は,使用波長が短 くなるに伴いきわめて微細な寸法のものを使用するようになり、工 作がはなはだ困難であった。本発明は、これら微細な寸法の格子構 体を容易に製作しうるようにしたもので,第1図に示すように,た とえば鉄とタングステンそれぞれのリボン状部材を交互に積み重ね たのち,わん曲すると同時に溶着固化して作られた累積体から,ま ず円盤状格子素体を切り出し、次いでこの格子素体をあらかじめホ

ルダに取り付けられたリングにはめ合わせたのち溶着し、最後に前 記リボン状鉄片およびホルダを食除して希望の格子構体を作るので ある。なお、別な方法として、前記累積体から第3図に示すような 円柱状格子素材を切り出し,これに白金メッキを施したのち切断し て円盤状の格子素体を作り,最後にこの格子素体の間隔構成用リボ ン状鉄片の一部を除去するようにしても希望の格子構体を容易に作 ることができる。 (水 本)

