

ケーブル鉛被用合金のクリープに関する金相学的検討

Metallurgical Study on Creep of Lead Alloys for Cable Sheathing

大 島 芳 昭*
Yoshiaki Ohata

内 容 梗 概

鉛被用合金のクリープを金相学的に検討するため代表的な合金として、純鉛、Pb-Sn合金、F-3合金、Pb-Te-Cu合金の4種をとりあげ定応力クリープでのひずみ測定および定荷重クリープ中における顕微鏡組織を調査検討した。その結果純鉛のクリープの活性化エネルギーは応力依存性をもっており、これは高応力クリープでは著しい再結晶が起こるためである。またF-3合金、Pb-Te-Cu合金のクリープ中の顕微鏡組織を観察した結果、いずれの応力でも再結晶は起こらず、組織変化は少ない。これはマトリックス中に緻密に分散している粒子が転位の移動や上昇を阻止し、さらに粒界のすべり、Migrationなども阻止しているためと考えられる。これがクリープ速度が小さく高いクリープの活性化エネルギーを示す原因と考えられる。

1. 緒 言

鉛被用鉛合金のクリープについては、他の金属の場合とはいちじるしく異なった現象が認められている。すなわち純鉛よりも通常の機械的強さ(引張強さ、かたさ)や疲れ強さなどの大きいPb-Sn合金、Pb-Sb合金、E合金などは、高応力クリープの場合には純鉛よりすぐれた耐クリープ性を示すが、低応力では逆に純鉛よりも劣ることが明らかとなった⁽¹⁾⁻⁽⁴⁾。一方Pb-Cu合金Pb-As系合金、Pb-Te-Cu合金は、純鉛や上述の合金などより結晶粒度は小さいが、耐クリープ性は非常にすぐれている。

しかしこれらの現象を金相学的に説明するためには、従来発表されている資料では不可能なように思われる。このため本論文では鉛被用合金のクリープを金相学的に検討するため代表的な合金として純鉛、高応力クリープではクリープ速度が純鉛より小さいが、低応力では逆に大きくなる合金としてPb-2%Sn合金、いずれの応力でも純鉛よりすぐれているF-3合金およびPb-0.065%Cu-0.064%Te合金をとりあげて下記の実験を行なった。

(1) 試験温度20, 45, 70°C、応力20~70 kg/cm²の条件で定応力クリープ試験を行なって、そのクリープ曲線を求め各合金のクリープの活性化エネルギーを計算して検討した。

(2) 低応力クリープと高応力クリープでの組織変化を比較検討するため、化学研磨した後シリコン油中に浸漬した試料を、試験温度20°Cで初応力20および40 kg/cm²でクリープ試験を行ない、所定時間ごとに取り出して検鏡し組織変化を観察した。

最後に両者の検討結果を総括して各合金のクリープ機構の相違を論じた。

2. 試料および実験方法

(1) 試 料

第1表は使用した鉛地金の分析結果である。この表からわかるように、供試鉛は日本標準規格第1種鉛に相当する純度99.98%のものである。添加元素にはすべて高純度のもを使用した。Te, Cu, SbおよびAsはそれぞれPb-1%Te, Pb-0.98%Cu, およびPb-1%Asの各母合金として使用した。試料はヒドロリック社製2,400 t被鉛機を使用して外径56.5 mm, 肉厚3.1 mmの鉛管として押し出した。また試験片の作成は、鉛管を押し出し方向に切開し大きな加工ひずみを加えないように注意しながら平板状に成形した後、第1図に示す寸法のもの押し出し方向に打ち抜いた。なお加工ひずみを除去するため室温に1週間放置した後試験に供した。

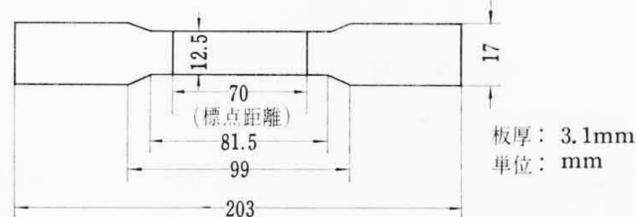
* 日立電線株式会社日高工場

第1表 使用鉛地金の分析結果

種 類	分 析 結 果 (%)						
	As	Cu	Fe	Ag	Bi	Zn	Sn+Sb
供 試 鉛	0.002	0.002	0.003	0.001	0.001	0.002	0.005
第1種鉛	<0.005	<0.003	<0.004	<0.002	<0.01	<0.002	<0.007

第2表 供試合金の分析結果

合 金 鉛	分 析 結 果 (%)						引張強さ (kg/cm ²)		伸 び (%)		結晶粒平均直径 (mm)
	Te	Sn	Bi	Cu	As	Sb	常温	70°C	常温	70°C	
純 鉛	—	—	—	—	—	—	139.4	85.3	30.0	32.3	0.420
Pb-Sn 合金	—	2.06	—	—	—	—	245.6	102.2	45.9	48.5	0.098
F-3 合金	—	0.09	0.09	—	0.17	—	239.6	170.1	40.1	24.7	0.082
Pb-Cu-Te合金	0.064	—	—	0.065	—	—	270.0	190.9	39.5	29.0	0.075



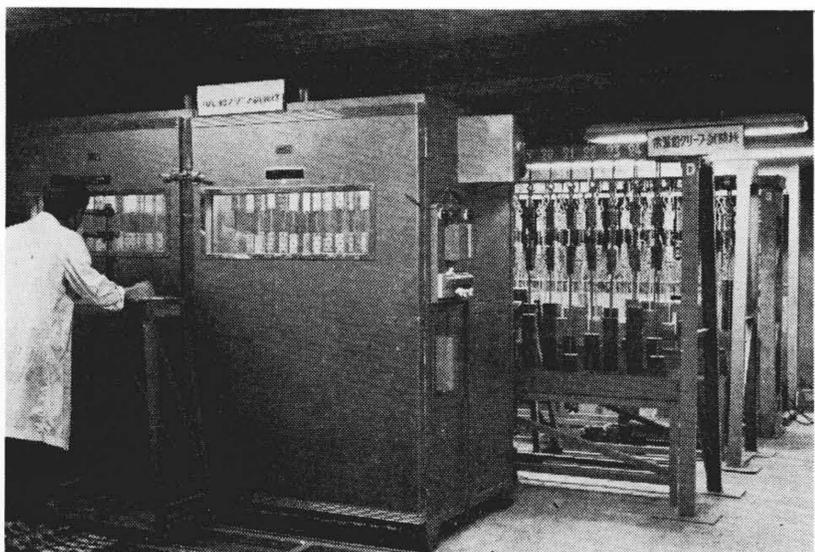
第1図 試験片の寸法

供試合金の分析結果とその機械的性質および結晶粒度は第2表に示すとおりである。

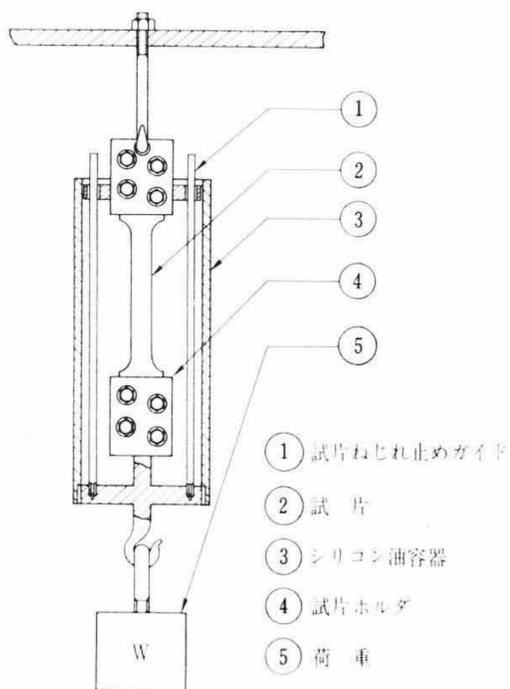
(2) 実験方法

試験方法は試片に一定荷重を加え標点間の伸びを読み取り顕微鏡(読取精度1/100)で測定した。なお試験中一定応力に保持するため伸びの測定後、断面積をその都度計算して荷重を0.1 kgの単位で補正した。

測定は試験開始時より1ヶ月間は毎日行ない、2ヶ月目より3日間隔、3ヶ月目より週1回行なった。20°Cクリープは20°C±0.5°Cに保持された恒温室内で行ない、45および70°Cクリープには、それぞれ一連50個試験できる恒温槽を作成し測定を行なった。なお槽内の温度調整にはセンサー温度調節計を用い温度差を±0.5°Cに保つようにした。その試験状況を第2図に示す。なおクリープ中の組織変化を観察するために、第3図に示すようなシリコン油容器付の試片チャックを作成して、化学研磨した試料を表面が酸化変色しないようシリコン油中に浸漬して試験し、所定時間ごとに取り出して検鏡しクリープ中の組織変化を観察した。



第2図 クリープ試験機



第3図 シリコン容器付の試験片チャック

3. 実験結果

(1) 純鉛のクリープ曲線

第4~6図は純鉛のクリープ試験結果である。この結果からわかるように応力の小さい場合には時間の対数とクリープによる伸びの対数との間にはほぼ直線関係があるが、応力が大きくなるとほぼ下に凹状の曲線となる。また同一応力では温度の高いほどその伸びは大きい。なお次章で述べる定常クリープ速度は変形率 $d\varepsilon/dt$ が最小となるようなクリープ速度を求めこれを $\dot{\varepsilon}$ とした。

(2) Pb-2% Sn 合金のクリープ曲線

Pb-2% Sn 合金のクリープ曲線を第7~9図に示す。一般的傾向は純鉛とほぼ同一であるがその伸びは純鉛より大きい。

(3) F-3 合金のクリープ曲線

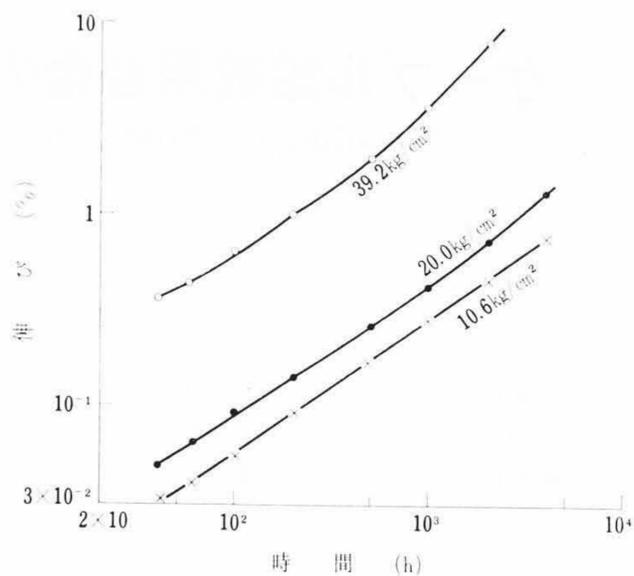
F-3 合金のクリープ曲線を第10~12図に示す。このクリープ曲線の特長は75°Cの場合を除き他はきわめて良い直線関係を示していることである。なお応力 11.6 kg/cm² ではクリープ速度が小さく伸びの測定が不正確となるので省略した。

(4) Pb-0.065% Cu-0.064% Te 合金のクリープ曲線

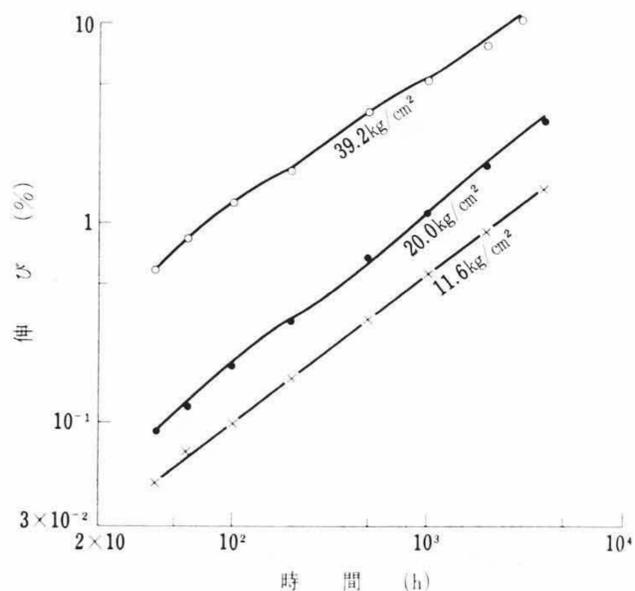
Pb-0.065% Cu-0.064% Te 合金のクリープ曲線を第13~15図に示す。この合金もほぼ F-3 合金と同様な傾向をもつことがわかる。この合金の場合も低応力ではクリープ速度が小さいので応力 11.6 kg/cm² の場合は省略した。

4. クリープ速度に関する考察

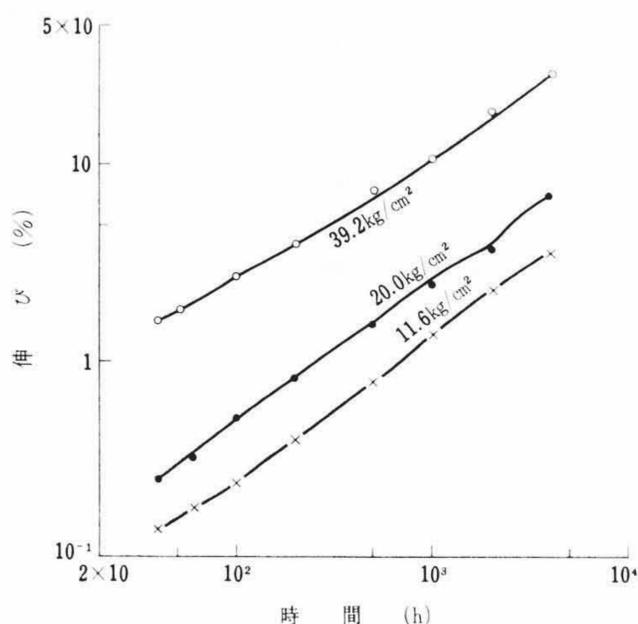
定常クリープにおいて、その応力 σ 、温度 T 、ひずみ速度 $\dot{\varepsilon}$ が理論



第4図 純鉛のクリープ曲線 (20°C)

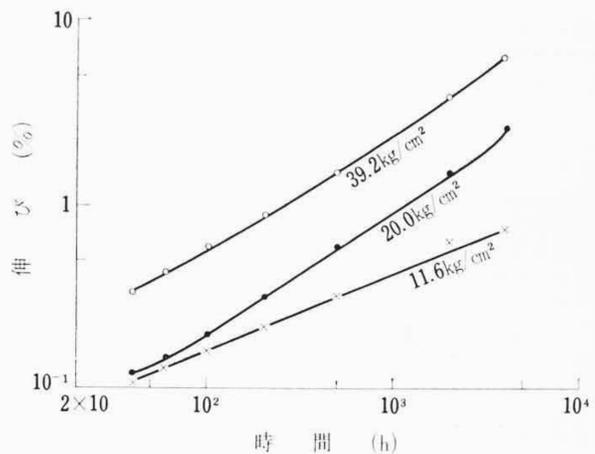


第5図 純鉛のクリープ曲線 (45°C)

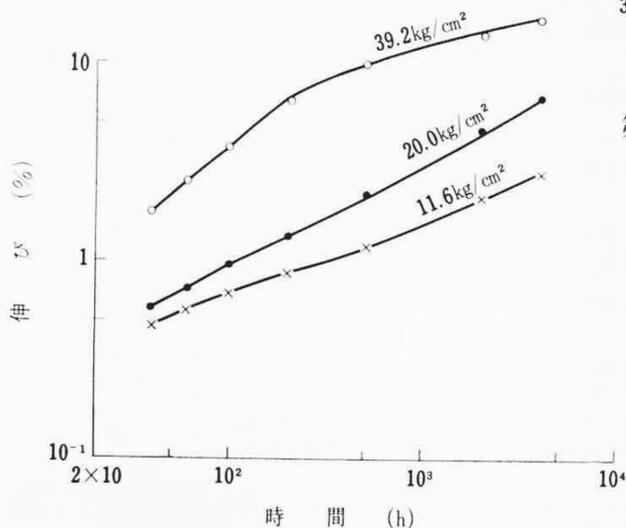


第6図 純鉛のクリープ曲線 (75°C)

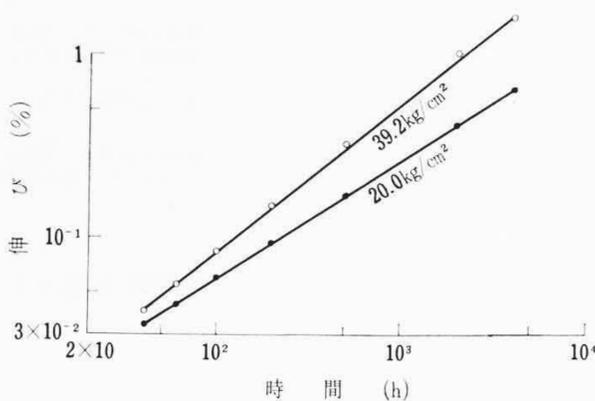
的、実験的にどのような関係を有するかについては多くの説がある。そのおもなものをあげると、J. H. Hollomon 氏⁽⁵⁾、大原氏⁽⁶⁾らはクリープの活性化エネルギーは応力によって変化すると報告しているが、一方 J. E. Dorn 氏⁽⁷⁾は種々の研究者のクリープ試験結果を詳細に検討し、さらに彼自身も Al について詳細な実験を行ない純金属のクリープの活性化エネルギーはほぼ自己拡散の活性化エネルギーに等しいこと、したがって応力に依存しないことを報告している。さらに彼は比較的応力の低い場合にはクリープ速度は $\dot{\varepsilon} = C\sigma^n \exp(-Q/RT)$ で表わされると述べている。このため著者は上述の実験結果から定常クリープ速度を求め、その対数と試験温度の逆数とを



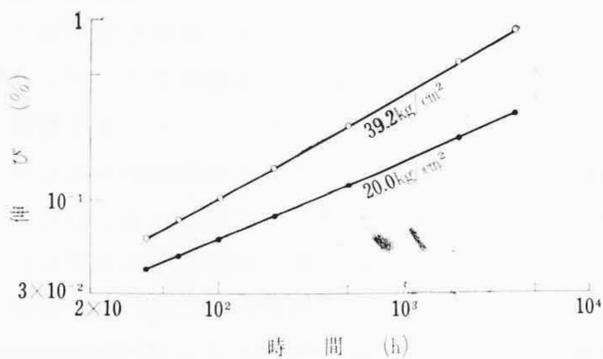
第7図 Pb-2% Sn 合金のクリープ曲線 (20°C)



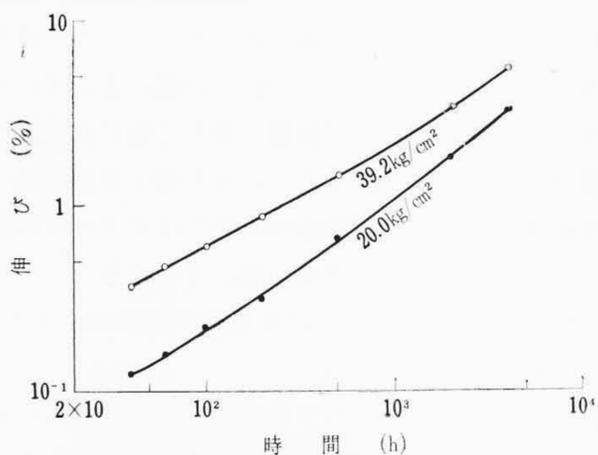
第9図 Pb-2% Sn 合金のクリープ曲線 (75°C)



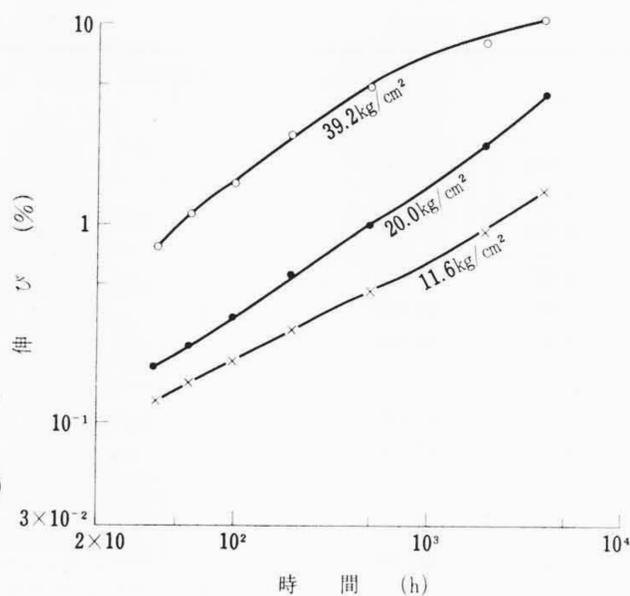
第11図 F-3 合金のクリープ曲線 (45°C)



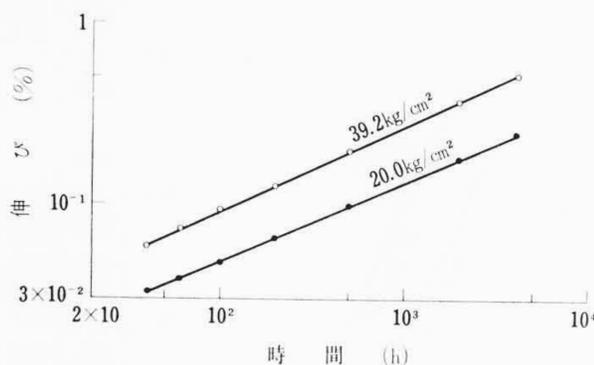
第13図 Pb-0.065% Cu-0.064% Te 合金のクリープ曲線 (20°C)



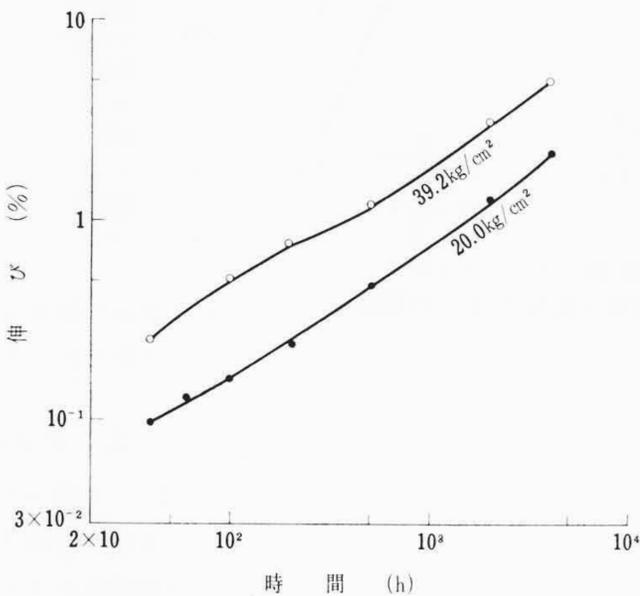
第15図 Pb-0.065% Cu-0.064% Te 合金のクリープ曲線 (75°C)



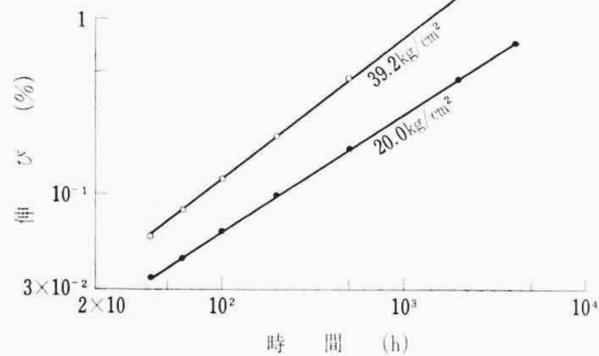
第8図 Pb-2% Sn 合金のクリープ曲線 (45°C)



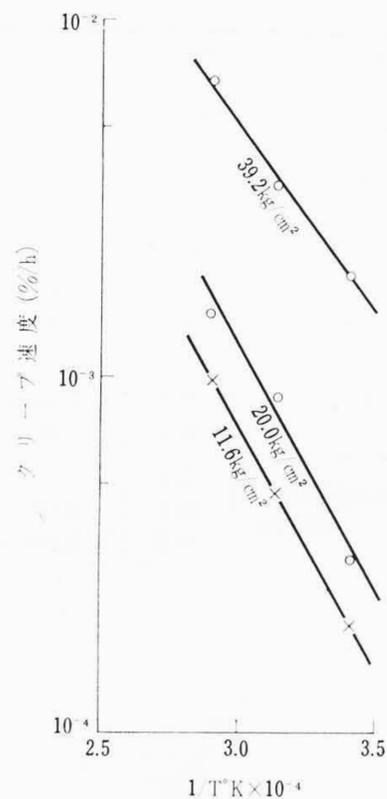
第10図 F-3 合金のクリープ曲線 (20°C)



第12図 F-3 合金のクリープ曲線 (75°C)



第14図 Pb-0.065% Cu-0.064% Te 合金のクリープ曲線 (45°C)



第16図 純鉛のクリープ速度と試験温度との関係

グラフに記入して各応力の場合の両者の関係を求めて検討した。純鉛の場合について述べると、第16図の直線のこの配から Q を計算すると応力11.6および20.0 kg/cm²の場合は第3表に示すようにそれぞれ34,480, 34,570 cal/molではほぼ一定である。これはJ. E. Dorn氏⁽⁷⁾の計算結果より若干大きい鉛の自己拡散の活性化エネルギー28,000 cal/molに近似している。

ただし応力39.2 kg/cm²の場合は $Q=26,600$ cal/molとなり応力11.6, 20.0 kg/cm²の場合より著しく小さくなるが、これは後述するように純鉛の場合は高応力のクリープ過程には再結晶、セルの形成などが著しく転位の運動を容易にするためと考えられ、金属組織的な変化とクリープの活性化エネルギーとの間には相関性があることを示すものと考えられる。

Pb-2% Sn 合金の場合について考察すると、第17図からわかるようにいずれの応力の場合も直線の傾斜は一定であり $Q=24,980$ cal/molをえた。したがってPb-2% Sn 合金のクリープの活性化エネルギーは純鉛の場合より低く、かつ純鉛の場合のような応力依存性はない。これは後述するクリープ過程の顕微鏡組織の観察結果からもわかるように、Pb-2% Sn 合金は高応力

の場合でも低応力のクリープでも組織変化の過程に本質的な相違がないことと一致している。

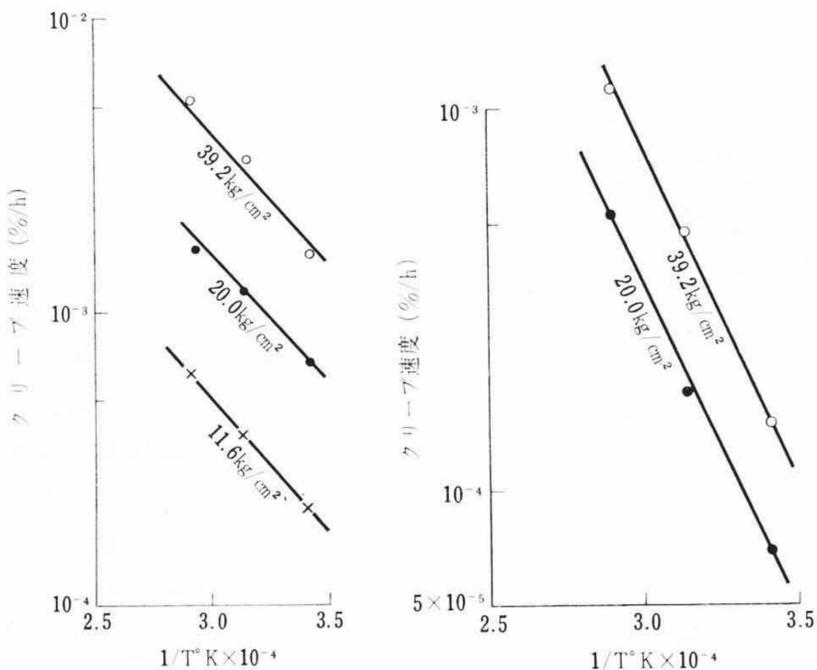
F-3 合金について考察すると第18図からわかるようにPb-2% Sn 合金の場合と同様に直線の傾斜は応力に関係なく $Q=43,080$ cal/molをえた。F-3 合金の場合は純鉛やPb-2% Sn 合金に比較し

第3表 鉛合金のクリープの活性化エネルギー

種別	応力 kg/cm ²	C	n	Q cal/mol
Pb	11.6	3.0545 × 10 ²³	0.948	34.480
	20.0	3.0545 × 10 ²³	0.948	34.570
	39.2	3.0545 × 10 ²³	0.948	26.600
Pb-2%Sn	11.6	7.404 × 10 ¹⁶	2.07	24.980
	20.0	7.404 × 10 ¹⁶	2.07	24.980
	39.2	7.404 × 10 ¹⁶	2.07	24.980
F-3	11.6	—	—	—
	20.0	1.341 × 10 ³⁰	4.55	43.080
	39.2	1.341 × 10 ³⁰	4.55	43.080
Pb-0.065Cu-0.064Te	11.6	—	—	—
	20.0	2.114 × 10 ²⁵	5.03	36.100
	39.2	2.114 × 10 ²⁵	5.03	36.100

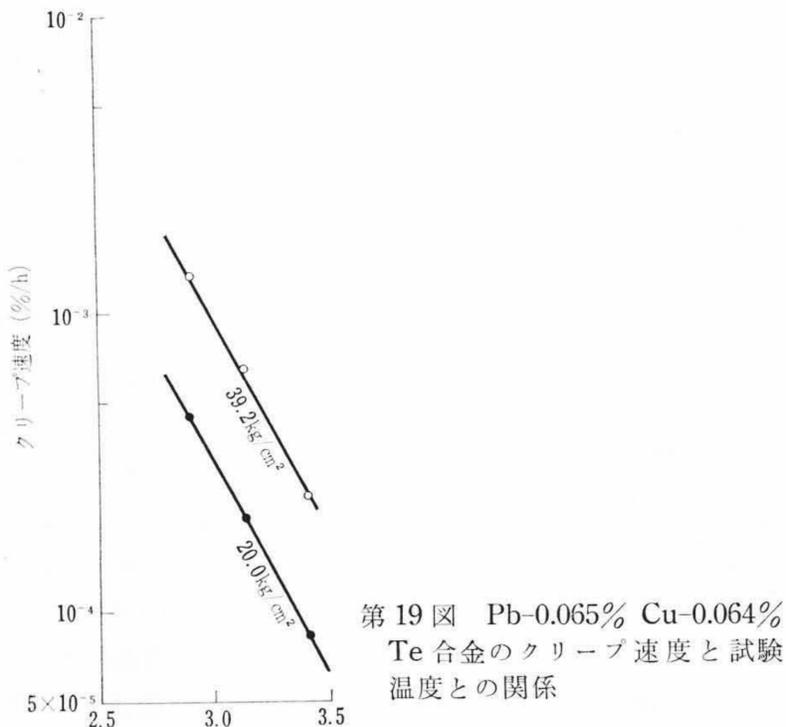
第4表 純鉛のクリープ中の組織変化

経過時間 (h)	初 応 力 40 kg/cm ²	初 応 力 20 kg/cm ²	
1	粒内	スリップバンドが認められる。クロススリップも発生。	若干スリップバンドが認められる。
	粒界	粒界の Migration は少ないが結晶粒相互の動きによる粒界のすべりひずみが認められる。Kink band も発生している。	粒界のすべり, Migration とともに少ない。
3	粒内	スリップバンドが増加する。クロススリップも増加する。	スリップバンドがやや増加する。
	粒界	粒界のすべりが増加する。粒界の Migration も増加する。粒界の3重点, 粒界の Migration した個所などに再結晶粒が発生する。	ほとんど変化しない。
5	粒内	粒界の近くからセルの形成が認められる。粒界の3重点からの Fold が著しくなる。	ほとんど変化しない。
	粒界	ある程度進行した粒界 Migration はそのまま停止し結晶粒相互の移動が著しいため粒界の陰影は深くなる。	粒界の Migration が起こる。粒界の一部で再結晶が発生する。
8	粒内	セルの形成が進行する。スリップバンドは増加しない。	ほとんど変化しない。
	粒界	5hの粒界と大差ない。	ほとんど変化しない。
19.5	粒内	再結晶が著しい。ただし双晶スリップバンドは変化しない。セルの形成は進行しない。	ほとんど変化しない。
	粒界	著しく粒界の Migration が進行するものもある。陰影はますます深くなる。	ほとんど変化しない。
42.2	粒内	セルが粒内全面に形成される。	ほとんど変化しない。
	粒界	粒界近傍に微細な再結晶粒が著しく発生するが粒界の Migration は進行しない。	著しく粒界の Migration を起こす部分が認められる。
70	粒内	再結晶の進行著しくほとんど原形を留めず。結晶粒度は微細となる。セルは全面に形成されたままである。	ほとんど変化しない。
	粒界	粒界全面に微細な再結晶粒が発生している。陰影が深く粒界が判別しがたい。	局部的に粒界の Migration を起こす部分が増加する。
319	粒内	—	スリップバンドが増加する。
	粒界	—	粒界のすべり, Migration が増加する。
465	粒内	—	ほとんど変化しない。
	粒界	—	粒界のすべり, Migration がさらに進行する。



第17図 Pb-2% Sn 合金のクリープ速度と試験温度との関係

第18図 F-3 合金のクリープ速度と試験温度との関係



第19図 Pb-0.065% Cu-0.064% Te 合金のクリープ速度と試験温度との関係

てクリープの活性化エネルギーが著しく高いが、それはその顕微鏡組織からもわかるように微細な第2相が緻密に分布しているため N. F. Moff 氏⁽⁸⁾らの説のように転位の移動および Climb (上昇)を阻止するためであろう。Pb-0.065% Cu-0.064% Te 合金の場合も第19図からわかるように F-3合金と同様な傾向を示し Q=36,100 cal/mol をえた。ただし F-3合金ほどクリープの活性化エネルギーは大きくない。これは第2相の分散密度も F-3合金ほど緻密でないためと考えられる。また各合金について J. E. Dorn の式から常数 c

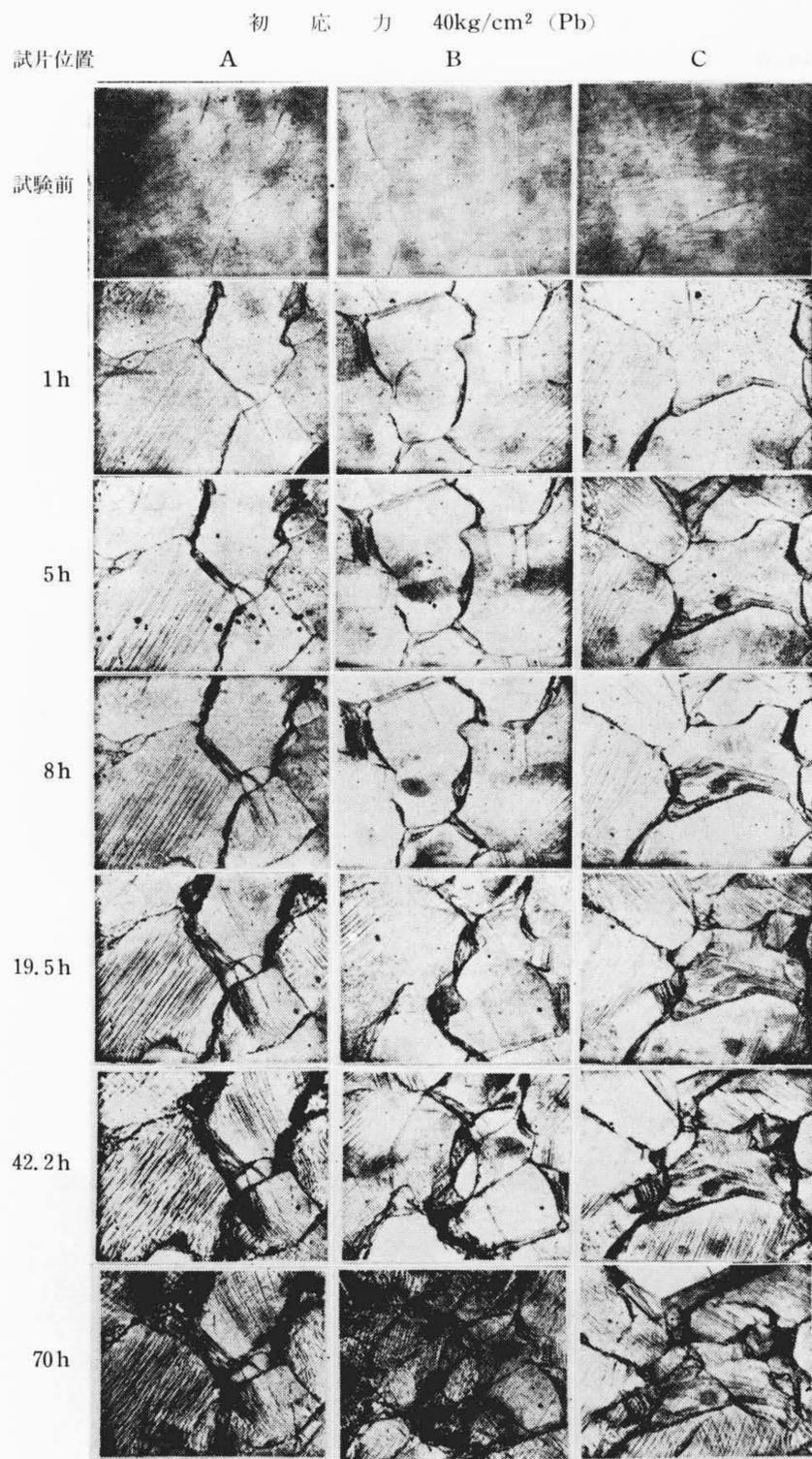
および n の値を計算して求めたが首肯しうような関係を見出すことができなかった。

5. クリープ中の組織変化の金属組織学的考察

(1) クリープ過程中の組織変化に関する従来の研究結果の概略

本章で考察する前提として従来の研究結果の概略を述べると、一般的なクリープ変形中における組織変化は遷移クリープとその後に起こる定常クリープ過程とに分けて考えられる。まず遷移クリープの期間は転位の移動と増殖および空孔の発生がおもな現象でこのほかに粒界における粒相互のすべりが含まれる。したがって組織的な変化としては、すべり帯の発生が認められるがしだいに転位の増殖による加工硬化によって飽和状態に近づく。定常クリープ過程では増加した転位と空孔の作用によって Polygonization が始まる。そして結晶は漸次クリープ条件によって定まる Sub-Structure をもつようになる。さらに Sub-Boundary は定常的に流れこむ転位のために相互の傾角を増していく。このほか粒界をはさむ両側の Sub-grain の内在ひずみの差によっていずれか一方が侵食され、その結果粒界が移動し新しく生じた粒界は環境に応じて粒界すべりを起こす。さらにこれら個々の現象については多くの研究結果があるが D. McLean 氏⁽⁹⁾はクリープに際してあらわれるすべり帯を二つに分けている。すなわち

- (i) Prominent slip-band と名づけたものでおのおの 3/4 μ の変位で間隔が平均 30 μ くらいのもの
- (ii) Fin slip-line と名づけたものでおのおの 50~500 Å の変位で間隔が 1 μ より小さく (i) のすべり帯間隔を満たしている。そしてこの slip はクリープひずみの 1/2 を示していると述



第20図 純鉛のクリープ過程における顕微鏡組織の変化 (×25)

べている。
また Sub-Structure については W. A. Wood 氏^{(10)~(12)}をはじめ多くの研究が、Sub-Structure は粒界や粒界三重点などは発生しやすいこと、Sub-boundary を顕微鏡で観察すると白く光って見えることなどが報告されている。

しかし上述の研究結果は純金属に関するものが多く、複雑な組織をもつ実用合金の金属組織の変化には未知の点が多い。

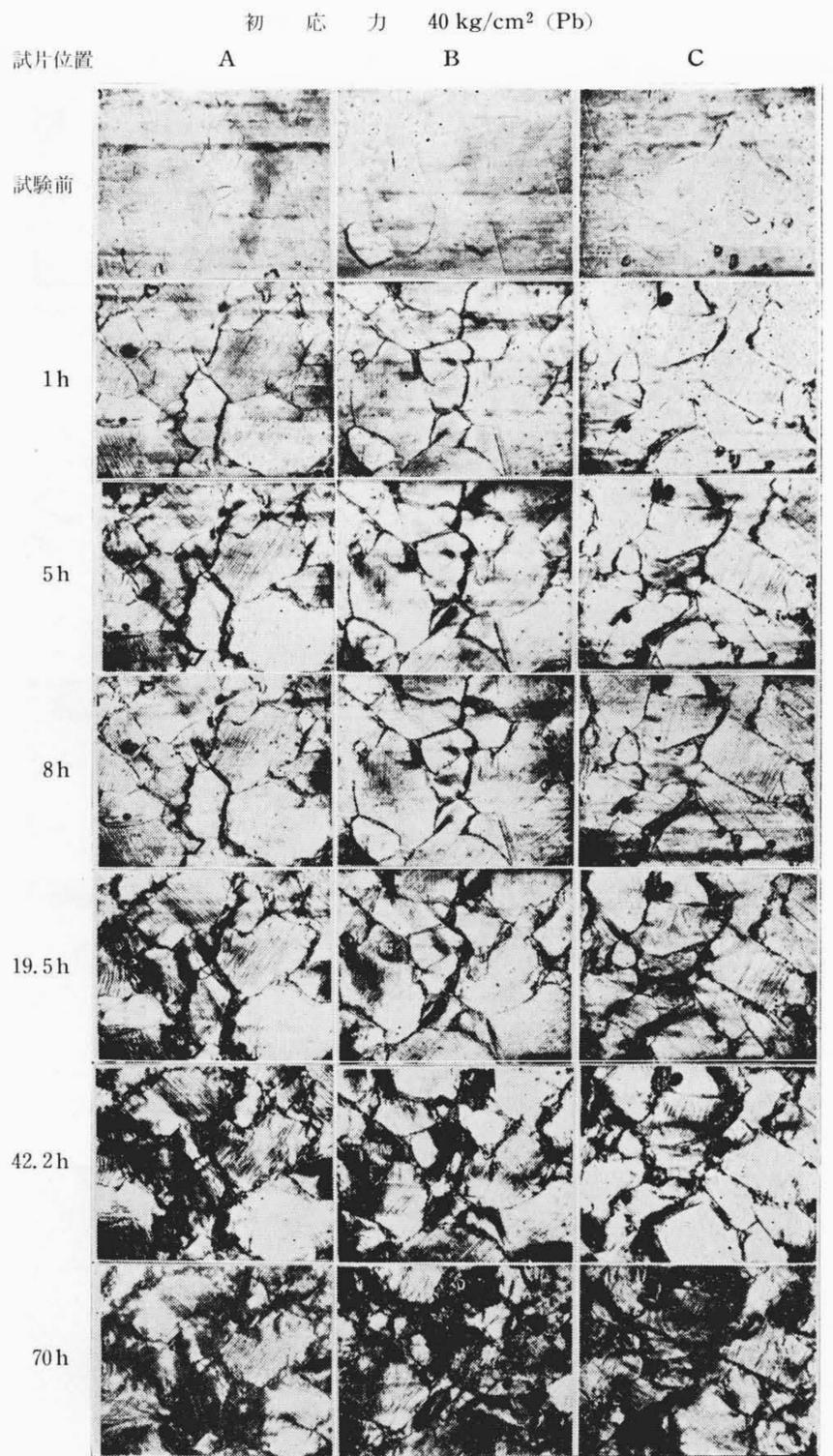
このため著者は供試料のクリープ過程中的組織変化を系統的に観察して各合金のクリープ機構の相違を解明しようとした。

(2) 観察結果

実験方法はすでに述べたように初応力 20 および 40 kg/cm² の一定荷重クリープ試験法を採用したが、これは試料をシリコン油中に浸漬したため荷重を定応力に調節することができなかったためである。

純鉛の観察結果を第4表に、顕微鏡組織を第20~22図に示す。初応力 40 kg/cm² の場合について考察するとクリープの初期にはスリップバンドの発生が認められるが、これらの現象はクリープ過程に連続的に起こるのではなく、断続的に起こっており、この観察結果からもクリープ変形が Rate-process をとっていることが示される。

また純鉛の高応力クリープの著しい特長はある程度クリープが

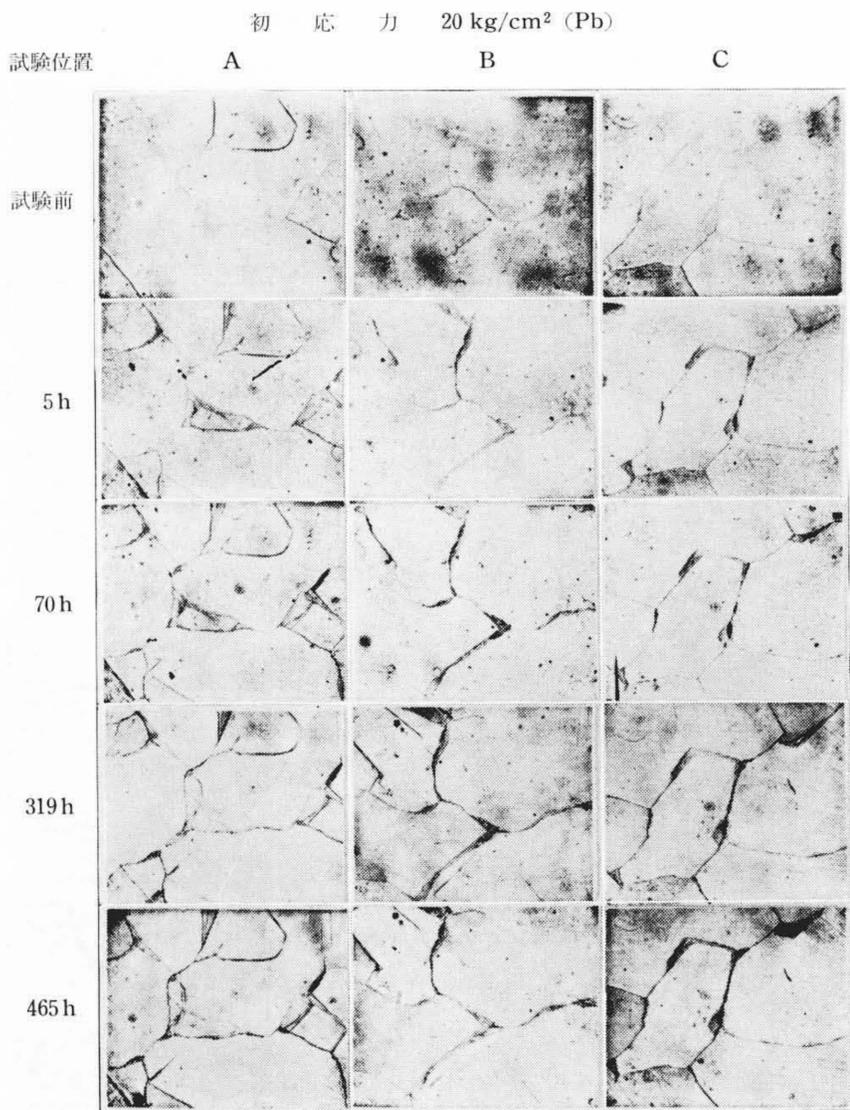


第21図 純鉛のクリープ過程における顕微鏡組織の変化 (×13)

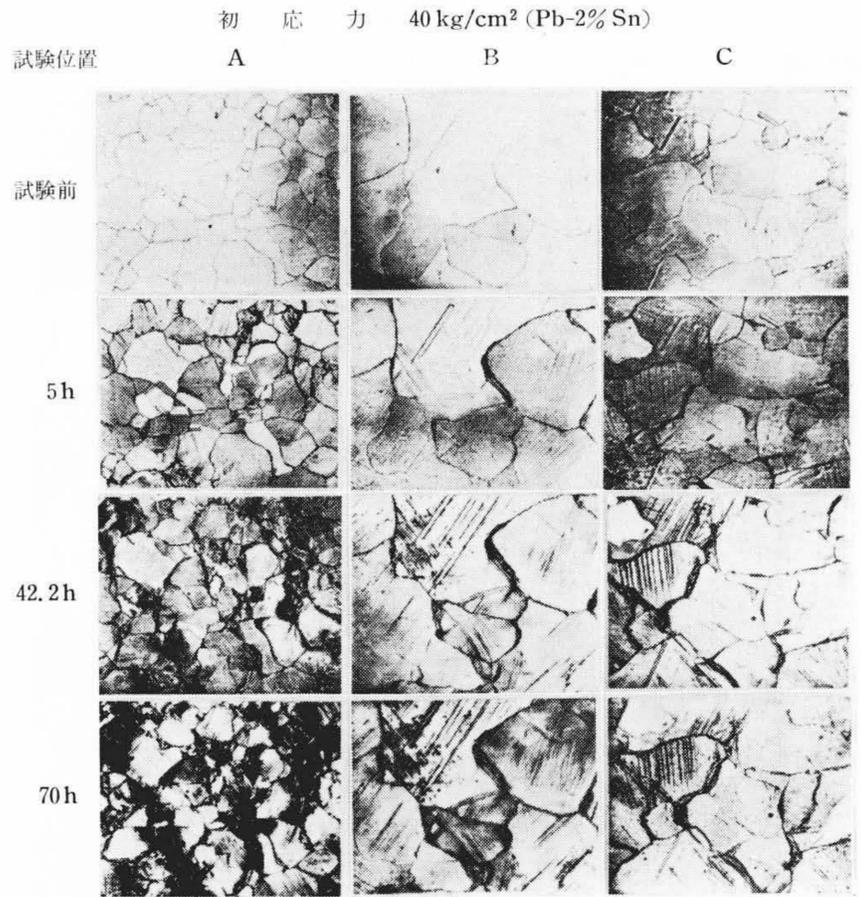
進行すると粒界の近傍に著しく微細な再結晶粒が形成されることである。その顕著な例を第23図に示す。したがって結晶粒の粗大な純鉛の場合でも、高応力クリープでは再結晶が起こって微細結晶となるため、クリープひずみの中に占める粒界ひずみの割合が増加すると考えられる。このため定常クリープ速度も増加し低応力の場合とは異なった活性化エネルギーを有するようになるも

第5表 Pb-2%Sn 合金のクリープ中の組織変化

経過時間 (h)	初 応 力 40 kg/cm ²	初 応 力 20 kg/cm ²	
19.5	粒内	スリップバンド発生、クロススリップも発生。再結晶は認められない。	ほとんど変化しない。
	粒界	結晶粒相互の移動による粒界のすべりが認められる。粒界の Migration も認められる。	ほとんど変化しない。
42.2	粒内	スリップバンドが増加する。	—
	粒界	粒界のすべり、Migration が進行する。	—
70	粒内	ほとんど変化しない。	—
	粒界	ほとんど変化しない。	—
319	粒内	スリップバンドが増加する。	ほとんど変化しない。
	粒界	粒界のすべり、Migration が増加し粒界の陰影が深くなる。	粒界のすべりが増加する。



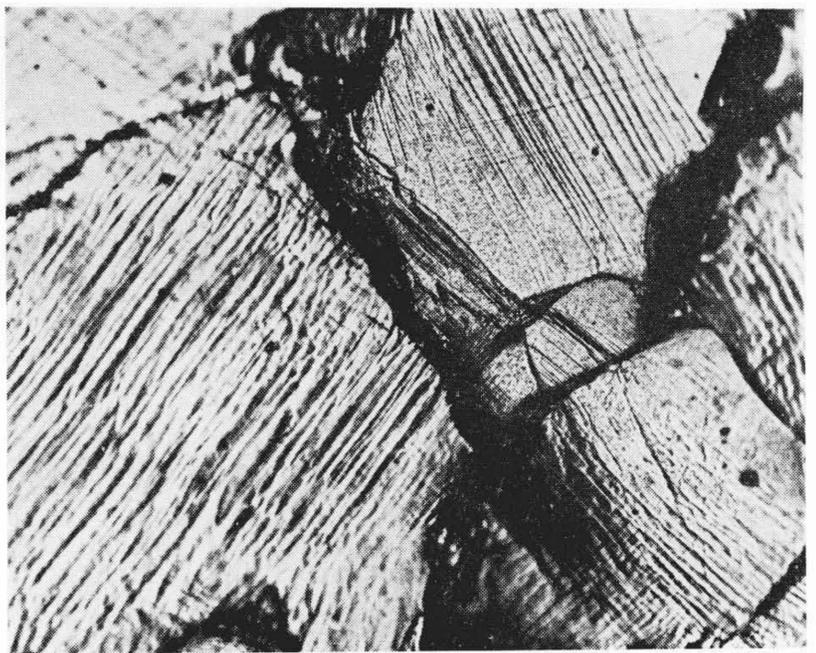
第22図 純鉛のクリープ過程における顕微鏡組織の変化 (×25)



第24図 Pb-2% Sn合金のクリープ過程における顕微鏡組織の変化 (×25)



粒界における再結晶の著しい部分



粒内におけるサブグレインの生成の著しい部分

第23図 Pbのクリープ過程での顕微鏡組織 (初応力 40 kg/cm² クリープ時間 42.2 h) (×100)

のと考えられる。

初応力 20 kg/cm² の場合について考察するとスリップバンドの発生も少なく、クリープの進行につれて粒界の Migration, すべりが増加するが再結晶はほとんど認められなかった。

このことは低応力クリープでは純鉛のように結晶粒の比較的粗大なものは、かなり高いクリープ抵抗を示し合金よりもすぐれていることが理解できる。

Pb-2% Sn合金の観察結果を第5表に、その顕微鏡組織を第24, 25図に示す。初応力 40 kg/cm² の場合について考察すると、クリープの初期にはスリップバンドの発生に続いて粒界のすべり, Migration が認められる。ただし純鉛のようなスリップバンドの発生, セルの形成は認められないが、これは固溶体合金であるから Cottrell 効果や鈴木効果のため転位の移動が阻止されるためで

あろう。

初応力 20 kg/cm² の場合について考察すると、この場合は、スリップバンドはほとんど認められず、粒界すべり Migration のみが観察された。これはクリープの場合、粒内変形は応力の依存性が大きく、応力の低下とともに急激に減少するが、粒界ひずみは応力依存性が小さく、低応力クリープではクリープひずみはほとんど粒界ひずみによって決定されるとの説を支持している。したがって低応力クリープの場合、Pb-2% Sn合金のクリープ速度が純鉛の場合より大きいのは、その結晶粒が小さいため粒界ひずみの総和が純鉛より大きくなるためと考えられる。

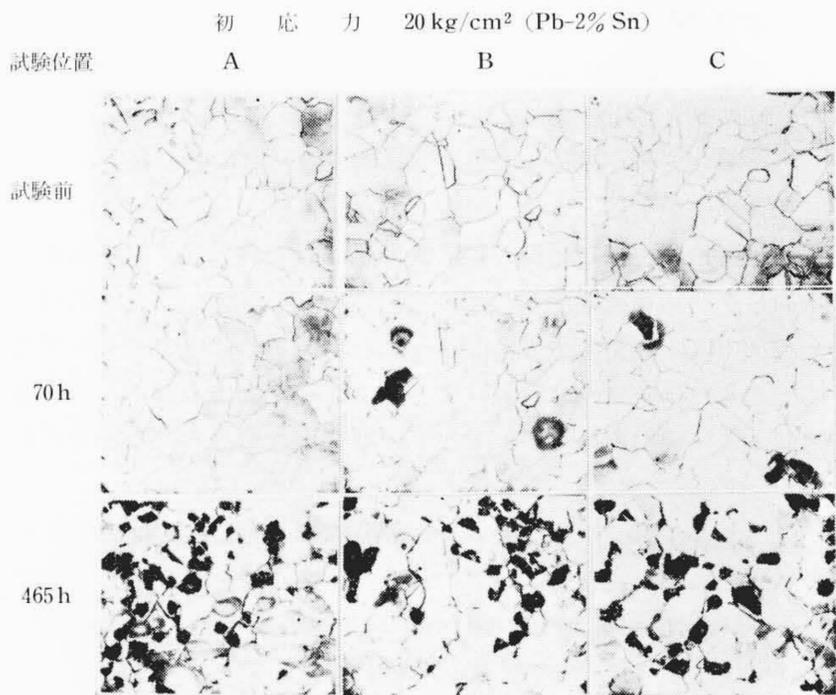
また高応力のクリープでは純鉛のクリープ速度が逆に大きくなるのは、クリープ中に再結晶が起こって粒界ひずみが増大するためと思われる。

第6表 F-3合金のクリープ中の組織変化

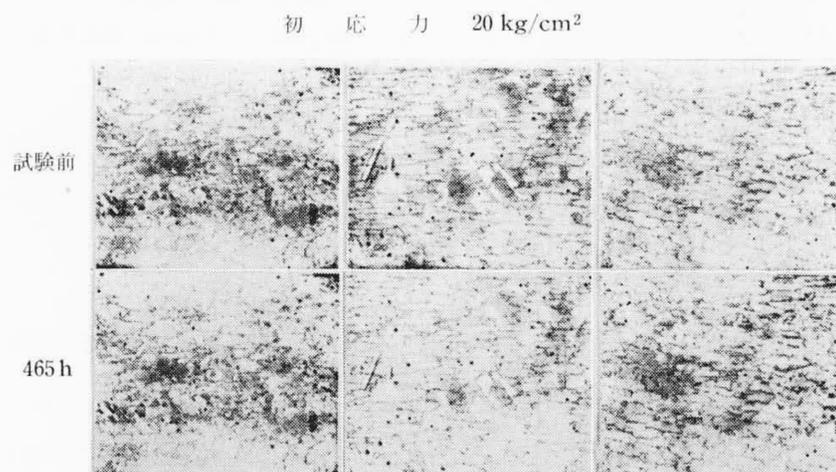
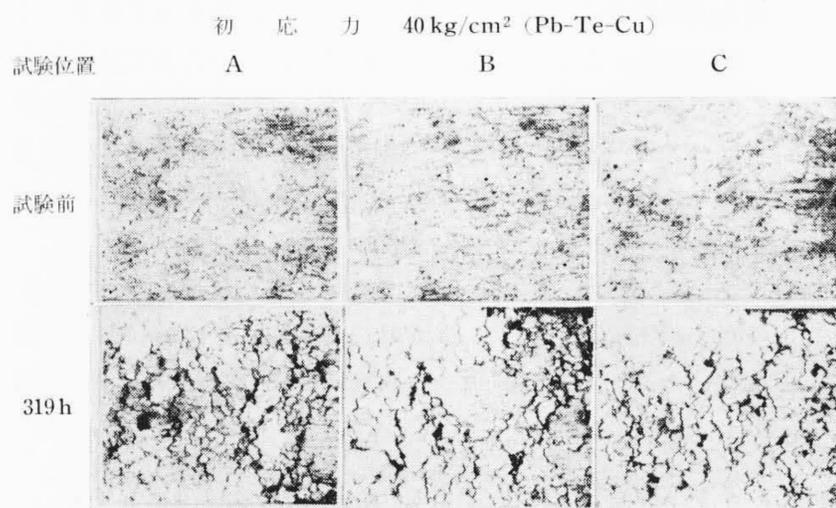
経過時間 (h)	初 応 力 40 kg/cm ²	初 応 力 20 kg/cm ²
19.5	粒内	ほとんど変化しない。
	粒界	ほとんど変化しない。
42.2	粒内	ほとんど変化しない。
	粒界	ほとんど変化しない。
70	粒内	ほとんど変化しない。
	粒界	ほとんど変化しない。
319	粒内	スリップバンドが若干認められる。
	粒界	結晶粒相互の移動による粒界のせん断ひずみが認められる。

第7表 Pb-0.065% Te-0.064% Cu合金のクリープ中の組織変化

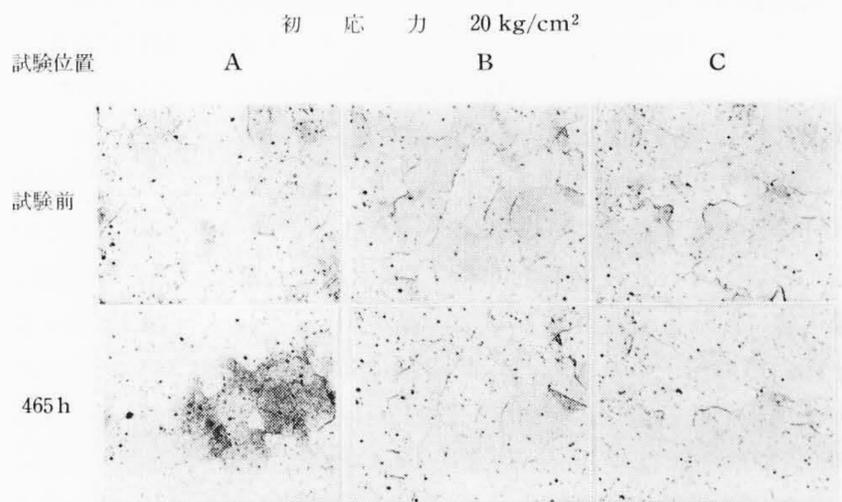
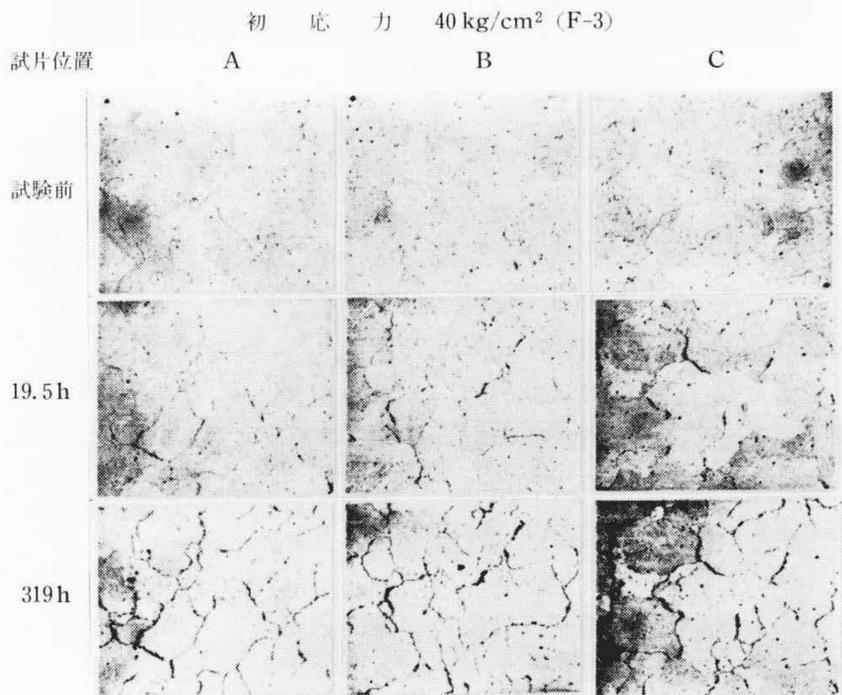
経過時間 (h)	初 応 力 40 kg/cm ²	初 応 力 20 kg/cm ²
19.5	粒内	ほとんど変化しない。
	粒界	ほとんど変化しない。
22.2	粒内	ほとんど変化しない。
	粒界	ほとんど変化しない。
70	粒内	ほとんど変化しない。
	粒界	ほとんど変化しない。
319	粒内	スリップバンドが若干認められる。
	粒界	結晶粒相互の移動による粒界のせん断ひずみが認められる。



第25図 Pb-2% Sn合金のクリープ過程における顕微鏡組織の変化 (×25)



第27図 Pb-0.065% Cu-0.064% Te合金のクリープ過程における顕微鏡組織の変化 (×25)



第26図 F-3合金のクリープ過程における顕微鏡組織の変化 (×25)

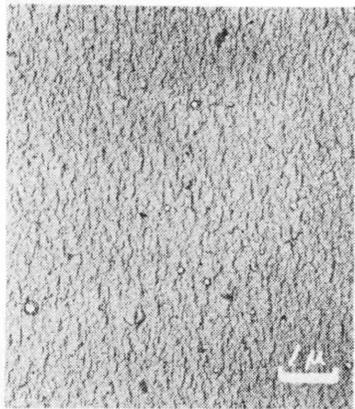
F-3合金およびPb-0.065% Cu-0.064% Te合金の観察結果をそれぞれ第6, 7表に顕微鏡組織を第26, 27図に示す。これらの結果について考察すると初応力40, 20 kg/cm²いずれの場合でも、スリップバンドはほとんど認められず、また粒界のすべり、Migrationも少ない。これはこれら合金系は、微細な第2相が全面に緻密に分布しているため転位の移動、上昇運動を阻止しさらに粒界のすべりも阻止されるため組織変化は小さく、したがって高いクリープ抵抗を示しクリープの活性化エネルギーも高い値を示すものと考えられる。

6. 電子顕微鏡による分散粒子の間隔の測定

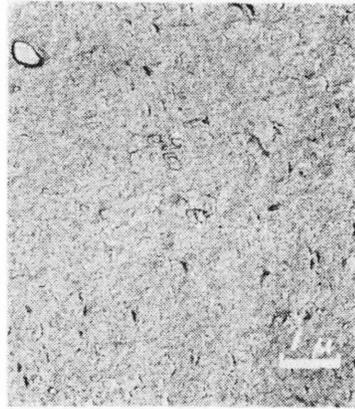
前章の考察からクリープ速度の小さい合金は第2相が地に細密に

第8表 分散粒子の間隔と直径の測定結果

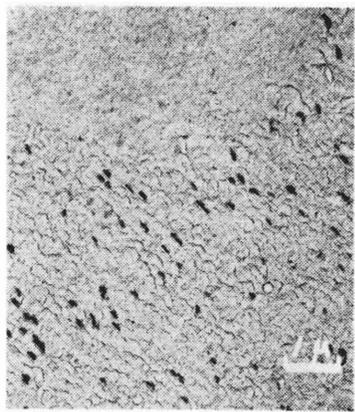
合金名	平均粒子間隔 (μ)		粒子直径 (μ)	
	黒色粒子	白色粒子	黒色粒子	白色粒子
Pb-Cu合金	—	1.36	—	最大 0.26 最小 0.04
F-3合金	0.73	2.48	測定せず	最大 0.19 最小 0.08
Pb-Te-Cu合金	1.71	大粒子の間隔 5.94 小粒子の間隔 1.34	測定せず	最大 0.75 最小 0.08



Pb-Cu合金



Pb-Te-Cu合金



F-3合金

第28図 分散形鉛合金の電子顕微鏡組織

分散しているものであることがわかった。一方分散強化形合金の理論として種々の仮説が提唱されているが⁽¹³⁾⁽¹⁴⁾, N. J. Grant氏は分散粒子の相互間隔の逆数と引張り強さとの間には比例関係があるとする説, 降伏点 $=k/d+c$ (k : 分散粒子の大きさによる定数, d : 分散粒子の間隔, c : 定数) が成立するという説などがある。このため著者は分散粒子の間隔を電子顕微鏡によって測定し, クリープの活性化エネルギーとの相関を検討してみた。なおクリープ試験は行なわなかったがクリープ速度が純鉛に近似しており分散層が存在するPb-0.06% Cu合金についても比較のため検討した。第28図は試片を化学研摩後, アセチルセルローズレプリカを取り, カーボン蒸着, カーボンシャドウを施して日立製HM-2形電子顕微鏡にて撮影(倍率5,000倍)したものである。この図から各試片の分散粒子の間隔および直径を測定したがその結果は第8表に示すとおりである。この結果からわかるようにPb-Cu合金は白色の粒子のみであるがF-3合金は粒子間隔0.73 μ で黒色の粒子が細密に分布しその間に比較的直径の大きい白色粒子が2.48 μ の間隔で点在している。一方Pb-Te-Cu合金はF-3合金と同様に白色粒子と黒色粒子が混在しているが, その粒子間隔はF-3合金より大きいようである。また各合金のクリープの活性化エネルギーとの関係を求めようとしたが, 各粒子の化学組成も明確でなく首肯しうるような関係を見いだすことができなかったため, ここでは電子顕微鏡によって測定しておくに止める。

7. 結 言

鉛被用合金の中でクリープ特性の異なった傾向を示す三つの鉛合金をとりあげて, 定応力クリープでのひずみ測定および定荷重クリープ中における顕微鏡組織を調査研究し, Pb-0.065% Cu-0.064% Te合金およびF-3合金が高い耐クリープ性を示す原因を検討した。

調査および研究結果を要約するとつぎのようになる。

(1) 純鉛の定応力クリープ試験結果から, Dornの式を用いて定常クリープの活性化エネルギーを計算し応力11.6および20.0 kg/cm²の場合はそれぞれ34,480, 34,570 cal/mol, 応力39.2 kg/cm²

の場合には26,600 cal/molをえた。これはDornの計算結果よりやや大きい拡散の活性化エネルギー28,000 cal/molにほぼ近い値を示している。また上述の計算結果からわかるように純鉛の場合にはクリープの活性化エネルギーが応力依存性を示しており, J. H. Hollomon氏らの説を支持するように思われる。

(2) 純鉛のクリープ中の顕微鏡組織を観察した結果, 初応力40 kg/cm²の場合には, クリープ過程中に著しい再結晶が認められた。一方応力20 kg/cm²の場合には再結晶は認められず, これが純鉛のクリープの活性化エネルギーが応力依存性をもつ一因とも推定された。

(3) Pb-2% Sn合金の定応力クリープ試験結果から, 定常クリープの活性化エネルギーを算出し, いずれの応力でもその値は一定であり24,980 cal/molをえた。

(4) Pb-2% Sn合金のクリープ中の顕微鏡組織を観察した結果, いずれの応力でも再結晶は起こらないことが明らかとなった。また応力40 kg/cm²の場合でも粒内スリップの発生は純鉛より少ないがこれは固溶体合金であるためCottrell効果や鈴木効果のため転位の動きが阻止されるためと考えられる。

したがってPb-2% Sn合金が高応力クリープの場合純鉛よりクリープ速度が小さいのは, 粒内ひずみが純鉛より小さくなるのと, 純鉛が再結晶を起こし結晶粒度が微細化して粒界ひずみの総和が増加しクリープ速度が増大するためと考えられる。一方低応力クリープでは, 純鉛でも再結晶は起こらず, また低応力クリープでは, クリープひずみは粒界ひずみの割合が増加するので, 結晶粒度の大きい純鉛のほうがクリープ速度が小さくなるものと考えられる。

(5) F-3合金, Pb-0.065% Cu-0.064% Te合金の定応力クリープ試験結果から定常クリープの活性化エネルギーを算出し, それぞれ43,080および36,100 cal/molをえた。これらの合金においては活性化エネルギーの応力依存性はなく一定の値である。

(6) F-3合金, Pb-0.065% Cu-0.064% Te合金のクリープ中の顕微鏡組織を観察した結果, いずれの応力でも再結晶は起こらず, また高応力の場合でもほとんど粒内スリップは発生せず粒界のすべり, Migrationなども少ない。これはこれらの合金では微細な第2相が組織全面に細密に分散しているため, 転位の移動や上昇を阻止し, さらに粒界のすべり, Migrationなども阻止しているためと考えられる。これがクリープ速度が小さく, 高いクリープの活性化エネルギーを示す原因と考えられる。

本論文を終わるに当たり終始ご指導を賜わった日立電線株式会社日高工場水上副工場長, 山本, 星両部長, 山路主任研究員および実験にご援助いただいた大内, 川上の諸氏に深甚の謝意を表する次第である。

参 考 文 献

- (1) G.R. Gohn, S.M. Arnold, G.M. Bouton: Proc. of A.S.T.M., 46, 990 (1946)
- (2) L.F. Hickernell, A.A. Jones, C.J. Snyder: Trans. A.I.E.E., 70, 1273 (1951)
- (3) 山路, 大内: 日立評論 39, 70 (昭 32-1)
- (4) 山路, 大内: 日立評論 42, 83 (昭 35-1)
- (5) J. H. Hollomon, J. D. Lubahn: G. E. Review, Feb & April (1947)
- (6) 大原: 日立評論 別冊 16, 110 (1956)
- (7) J. E. Dorn: J. Mech. Phys. Solid, 3, 85 (1954)
- (8) N. F. Mott: Phil. Mag., 44, 742 (1953)
- (9) D. Mc Lean: J. Inst. of Metals, 81, 133 (1952)
- (10) W. A. Wood, G. R. Wilms: J. Inst. of Metals, 75, 693 (1948)
- (11) W. A. Wood, W. A. Ruchinger: J. Inst. of Metals, 76, 237 (1949)
- (12) W. A. Wood, R. F. Scrutton: J. Inst. of Metals, 77, 423 (1950)
- (13) N. J. Grant, O. Preston: Trans. A.L.M.E., 209, 349 (1957)
- (14) C. G. Goetzl: J. of Metals, 211, 276 (1959)