

討 18 鉄-13 at.% ベリリウム合金の時効と機械的性質

金属材料技術研究所 ○山縣敏博¹ 八木沢静²
吉田秀彦³

1. 緒言

鉄をベースとする置換型二元合金のうち析出硬化型のもの、すなわち Fe-Cu, Fe-Au, Fe-Mo, Fe-W, Fe-Ti, Fe-Be など殆んどすべてのものについて、すでにその析出の様相とそれに伴う機械的性質、特に主として硬度変化が調べられている。このうち Fe-Be 系については、時効におけるその複雑な構造変化についての 2, 3 の研究と同時に Bolling と Richman による Fe_3Be 規則合金の異常な変形モードの報告されている。我々は先に Fe-23 at.% Be について主として透過電子顕微鏡によりその相変化を調べたが、Be 濃度の高い合金は焼入れの際クラックを発生し易いので、今回は Fe-13 at.% Be 合金を用いて、透過電子顕微鏡観察と対応させ、時効による機械的性質の変化を調べた。

2. 実験方法

日本碍子株式会社より購入した約 25 at.% の Be を含む Fe-Be 母合金(不純物として、Si: 0.005%, Cu: 0.005%, C: 0.016%, Mn: 0.005%, P: 0.004%, S: 0.006% を含む)に昭和電工製再電解鉄を加えて 100 mm Hg の水素雰囲気中で高周波炉により溶解し 7 kg の ingot を作製した。この ingot を水素雰囲気炉中で 1200°C に加熱した後、鍛造、熱間圧延により 8 mm 厚の板にした。この板からサイズ 14 × 4 × 7.5 mm³ の圧縮試験用の試料を切り出し、均質化処理の為に石英管中に真空封入して 1000°C で一週間加熱した。13% Be 濃度の合金でも水中に焼入れると、試料中に焼入れ歪により micro-crack が生ずるので油焼入れを行った。焼入れ後の試料の結晶粒の大きさは 1~1.5 mm 中であった。時効は 300°C, 500°C, 600°C, 700°C で行い、時効時間が 20 時間以下のものは塩浴中で、それ以上のものは石英管中に真空封入して炉中で加熱した。各時効に際しては 3 ケの試料を用意して同時に時効し、そのうちの 2 ケをインストロン型試験機により歪速度 $2.5 \times 10^{-4} \text{ sec}^{-1}$ で圧縮試験し、残りの 1 ケから 0.5 mm 厚さの箔板を 4 枚切り出してエメリー研磨、化学研磨(弗酸 10% 加えた過酸化水素水による)、そして最後に電解研磨(80°C で無水クロム酸を飽和させた正磷酸)して箔膜にし、100 kV の電子顕微鏡で直接観察した。

3. 実験結果

この合金の種々の時効処理としたものの圧縮試験における応力-変位曲線を、その代表的なものについて図 1 から図 7 までに示す。図 1 は焼入れ状態の試料である。塑性変形はすべて双晶変形によつて

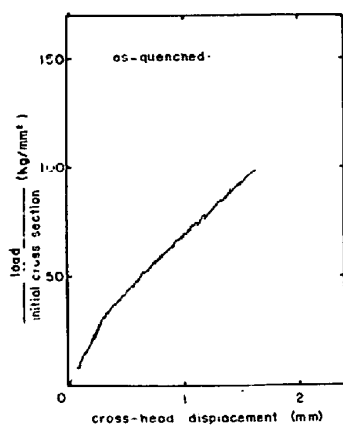


図 1

おこり、上にもとづく変形は図に示すように約 5% 歪までは認められなかった。変形以前の試料の透過電子顕微鏡観察によると、規則化による電子回折斑や析出粒子のようなものは観察されなかった。図 2 は 300°C で 125 時間時効した場合である。塑性変形はすべて双晶変形でおこるのは、焼入れ状態の場合と同じであるが、双晶の応力低下の大きさが歪量とともに僅に増加してゆく傾向が認められる。また双晶による

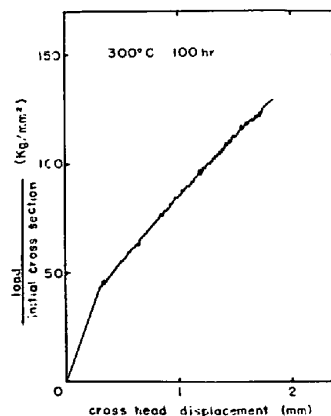


図 2

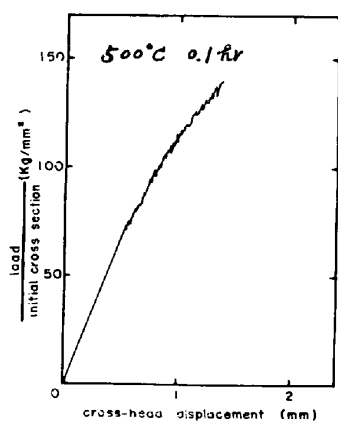


図 3

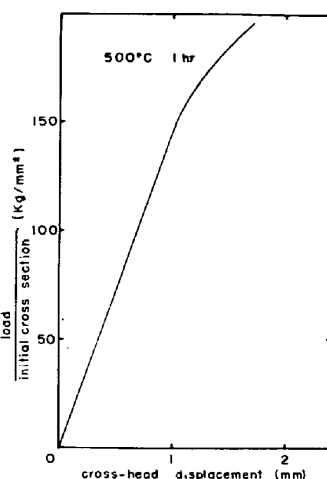


図 4

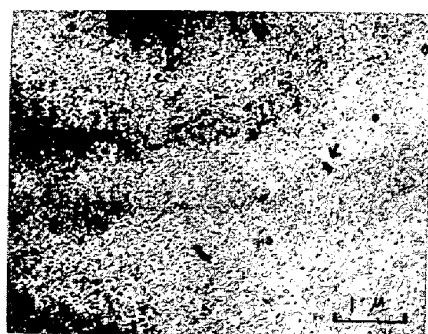


写真 1

か進んでゆく。それ以後の時刻は100 hr まで時刻時間に比例なく変形はすべて進んでおり、降伏応力も150 kg/mm² 程度の非常に高い値を示した。600°Cで時刻した場合には、0.1 hr 時刻ですでに双晶の発生が完全に押えられておりのみで変形し、その後100 hr までの時刻ではすべて進みによる変形であることには変わりなく、降伏応力も最初は500°C時刻における値とほぼ等しいが、時刻時間とともに減少した。

600°Cで時刻した場合の電顕像は、0.1 hr ですでに小さな中間相が試料全面にわたって析出しているが、安定析出相も中間相に

まじりて僅に観察された。時刻時間にとりあう以後の相の変化は無く、時間とともに中間相、安定相の大ききのみが増しているのが認められた。これは水の中間相、

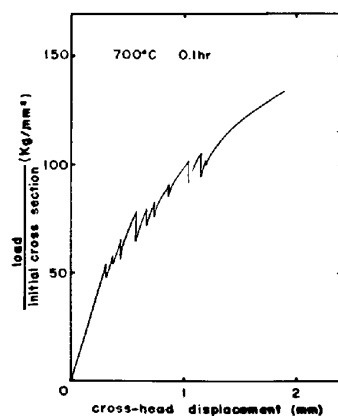


図 5

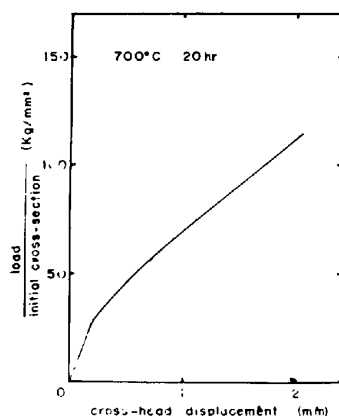


図 6

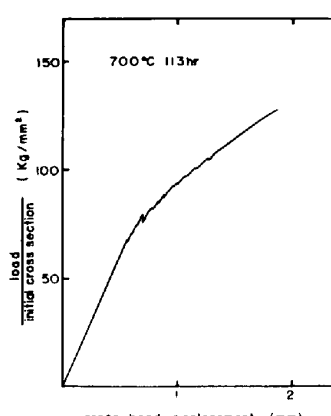


図 7

安定相の析出している場合の1例として写真1に600°C、20 hr 時刻した場合の電子顕微鏡写真を示す。小さな黒白の濃淡のようにみえるのが中間相で、矢印で示した形状のはっきりした黒または白の粒子が安定相である。700°Cで時刻した場合の変形曲線を図5、6、7に示す。図5は0.1 hr 時刻した場合であり、焼入状態と比べると双晶に基づく1回の応力低下が非常に大きくなり、双晶と双晶の間に進みがおこっているのが特徴である。その時の降伏応力は焼入状態より僅かに高い程度である。この時間での電子顕微鏡像は写真2である。全面にわたって黒い粒子が析出しているのが観察されたが、これは現在のところ530°C、600°Cにおける中間相の粗大化したものと考えている。図6は20 hr 時刻した場合で



写真 2

ある。2つで変形曲線からは、一見上りによって変形しているように見えるが、実際はこれは応力低下の非常に小さな双晶で変形がなっている上りは全く認められない場合である。降伏応力は焼入状態の時の大きさにもとっている。

この状態の電子顕微鏡観察



写真 3

は、粗大化した中間相が matrix に溶解し、最終安定相 FeBe_2 が析出し始める時期に相当しているようである。図7は更に時刻をすゝめ1/3に達した時の変形曲線であるが、初期は双晶変形、ある歪量以上になると上り変形に移行してくる。1か所降伏応力は20分時刻の値より大きくなった。この時の写真写真2と写真3に示してあるが、安定相 FeBe_2 (Laves 相) の析出が観察された。

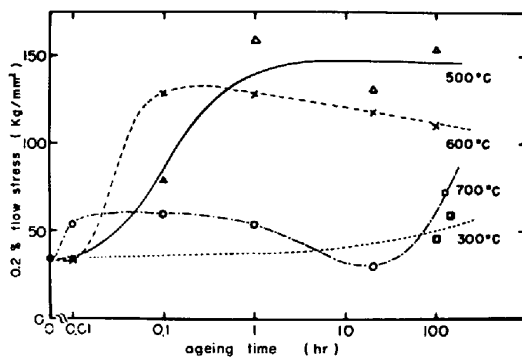


図 8

以上のような時刻温度、時間とともに変化する応力-変位曲線から0.2% flow stressを求め、時刻時間に対してplotしたものが図8である。図に記入した温度は時刻温度をあらわす。これらの4本の時刻硬化曲線は flow stress の値から2つのグループに分類される。1つは 50 kg/mm^2 程度の値をもっており、300°C、700°C時刻がそれに対応する。他の1つは $120 \sim 150 \text{ kg/mm}^2$ という高い値を示すもので500°C、600°C時刻がそれに対応する。後者は両温度とも上り変形が支配しているもので、上で述べたように、中間相が全面にわたって析出してきている状態に相当する。

600°Cで flow stressが減少している過程では中間相の粗大化が認められた。他方、前者は両温度共に焼入状態と同じく双晶変形が支配的であるが、時刻処理によって双晶形成にもなう応力低下の大きさと、混在する上り変形の量が変ってくる。

以上主要な観測結果のみについて述べたが、これらに対する機構についても報告したい。