この現象は、400°C 以下の時効ではゾーン・コンプレックスの凝集が反応の主過程であるのに対し、450°C 以上では析出量の増加も著しいことを推測させる。Fig. 8 において 1 分時効後の Q_0 の増加速度が、350, 400°C では小さく、450°C で大きいことは、この推測を裏付けている。

IV. 総 括

本報告においては、Cu-4% Ti 合金のスピンノードル温度 $T_s = 300 \sim 350^\circ\text{C}$ 以上における時効過程とスピンノードル分解終了 (t_s) 後の時効過程を X 線小角散乱法によって研究した。これらの過程では、時効に伴う散乱強度の変化は、Cahn の示したスピンノードル分解の理論と一致しない。またこれらの時効過程の散乱曲線はポロドの法則に従い、界面の明確な (角型の濃度分布をもった) 粒子の存在を示した。 T_s 以上の時効に対して、散乱曲線のギニエ近似か

ら求めた粒子の慣性半径 R_g は $\log t$ に比例して増加した。 R_g は別報に述べる結果と比較して、ゾーン・コンプレックスの中央ゾーンの大きさに対応すると考えられた。 T_s 以上で長時間時効した試料の粉末法 X 線回折写真にはサイドバンドが観察されるが、小角散乱曲線の最大値の位置はサイドバンドの位置と一致しなかった。この事実もサイドバンドに対して正弦的な濃度ゆらぎを仮定することが誤りであることを示しており、このような時効段階に対して粒界の明確なゾーン・コンプレックスの存在を考えることの正当さを支持している。積分強度 Q_0 は實際上ゾーン・コンプレックスの中央ゾーンの量を表わしていると考えた。 Q_0 の変化から、350 および 400°C では 1 分時効でゾーン・コンプレックスはほぼ全量生成し、この凝集が時効の主過程であることが判った。一方 450°C では 1 分時効後も析出量が増加した。

ベリリウムの引張り特性

諸 住 正 太 郎*

Shotaro Morozumi: Tensile Characteristics of Warm-Swaged Beryllium. Cast-billet extruded SR and CR grade beryllium were warm-swaged at about 550°C and annealed mainly at 700 to 800°C. Then they were tensile-tested at 25 to 550°C. The results obtained are as follows:

(1) Ultimate tensile strength (UTS), 0.2% proof stress (PS) and percent elongation (E) at 25°C are proportional to $d^{-1/2}$, where d is the average grain size in units of mm. UTS and PS at 300 to 550°C are also proportional to $d^{-1/2}$. In the case of PS, however, values of d should be corrected with those of subgrains instead of those of normal grain size measured by optical microscopy.

(2) Each of true stress (σ)-true plastic strain (ϵ_p) curves is divided into three stages: The first is associated with the yield point phenomenon. Second and third stages are expressed by equation $\sigma = \sigma_0 + K \epsilon_p^m$, where σ_0 , K and m are constants. The value of m in second stage is about 0.6 at 25°C and about 0.3 at 200 to 500°C. The value of K in the stage decreases with increase in temperature.

(3) The yield point phenomenon is most clearly observed in the SR annealed at 750°C and stretched at 500°C, whose structure consists of fine subgrains. It is deduced that this structure is a major factor contributory to the phenomenon.

(4) At 25 to 200°C, most fractures are brittle fractures. River pattern, twin formation and separation at grain boundary are observed in the fractured surfaces. At elevated temperatures, however, void formation at triple points of grain boundaries prevails and is frequently associated with transcrystalline cracks. Connection of voids leads the specimen to fracture and well-developed dimples of the order of grain size are observed at the fractured surface.

(Received August 29, 1972)

I. 緒 言

多結晶ベリリウムを変形したとき、室温付近においては非底面すべりの臨界剪断応力が底面での割れ伝播応力よりかはるかに高いため、底面すべりが主として活動しわずか

な変形後破壊してしまう。変形温度を上昇させると非底面すべりが容易となり、強度は低下するが延性を増し、400°C 前後でかなりの伸びがでるようになる。しかし、さらに温度をあげると延性は低下し、500~600°C 付近に極小を示し、ふたたび延性を回復する。これらの低温および高温における二つの脆性についてかなりの研究がなされている⁽¹⁾。それらによると、低温脆性は主として底面におけるへき開破壊が原因であり、一方高温脆性は結晶粒度、材料

* 東北大学金属材料研究所 (The Research Institute for Iron, Steel and Other Metals, Tohoku University, Sendai)

の前歴、変形速度、不純物の種類と量などの因子によって、その示す温度や脆化の度合が異なるが、その原因は粒界の弱体化にあって、粒界と粒内との相対的強度の差異によるとされており、熱処理によって延性の回復がみられ、鉄、アルミニウム、ケイ素などの不純物量との関係により説明されている^{(2)~(5)}。

これらの脆性についての研究のほか、多結晶ベリリウムの室温より高温にいたる引張性質の研究もかなり行われている^{(6)~(9)}。それらの引張試験においては、あるものにおいて降伏点現象が観察され⁽⁶⁾⁽¹⁰⁾⁽¹¹⁾、ひずみ時効現象との関連によって説明されているものもある。また、引張試験の結果から真応力-真ひずみ曲線を得⁽⁹⁾、さらにひずみ硬化指数を求めている⁽¹²⁾⁽¹³⁾。

さらに、破壊についても研究がなされており、割れの発生や介在物の挙動について前述の脆性の問題と関連して調べられている^{(14)~(17)}。

しかしながら、室温から高温にいたる多結晶ベリリウムの引張性質や破壊挙動について未知の点も多く、とくに鋳塊押出し材についての研究や、真応力-真ひずみ線図の解析などが不足していると思われる。それで著者は鋳塊押出し材を温間スエージ加工し、それをさらに各温度で再結晶させた多結晶ベリリウム試料を25~550°Cの間において引張試験を行い、得られた真応力-真塑性ひずみ曲線の解析、破面の光学および走査電子顕微鏡観察、組織の透過電子顕微鏡観察などを行って、本試料の引張り特性についての知見を得たので、ここに報告する。

II. 実験方法

鋳造ビレットを熱間押出し後、焼なましをした10 mm直径のSR級およびCR級のベリリウム棒〔ペンネー社(仏)製〕を入手し、これを軟鋼管に入れ溶接封入後、スエージングマシンを用い、中間加熱を行いながら約550°Cにおいて試料の直径が5.7 mmになるまで鍛伸した。その加工度は約68%である。これらの試料の化学成分はTable 1に示す。

Table 1 Chemical composition of specimens (ppm)

	SR grade	CR grade
BeO	1650	2800
C	<100	235
Cl	<30	<20
Fe	90	140
Al	55	50
Ni	25	90
Si	105	22
Cr	16	<10
Mg	<10	<10
Cu	10	7
Mn	6	5
Ca	40	<30
Na	100	30
Co	<5	<5
Mo	<15	<15

これらスエージした試料は、長さ20 mm、直径3 mmの平行部をもつネジ付き試験片に切削仕上げし、550~1000°Cの間で2または3時間焼なましを行った。CR級の試料はさらに650°C、20日間の過時効処理を行って、不純物の析出を行わせた。

引張試験はインストロン試験機を用い、25~550°Cにおいて、25°Cは大気中それ以外は約 10^{-3} Torrの真空中で、 4.2×10^{-3} /secのひずみ速度で行った。試験に先立って試験片は試験温度に昇温後、10分間保持された。所定の引張りを行った後放電加工機により切断し、エメリー紙で薄くし、さらに電解研摩した薄膜試料を透過電子顕微鏡で、また破断した試料の破面を走査電子顕微鏡で、さらに破面付近の試料表面および縦断面を光学顕微鏡で観察した。

III. 実験結果

1. 引張性質の結晶粒度依存性

最密六方金属の引張性質は非常に結晶粒度に依存するので、まずその依存性を調べるためスエージ加工したCR級試料の焼なまし温度を変え、いろいろな粒度の試験片を作った。通常、ベリリウムの再結晶開始温度は約650°Cであるが、ここでは600~1000°Cで3時間(1000°Cのみ2時間)加熱した。光学(偏光)顕微鏡により観察したところ、600°C焼なましではほとんど加工組織のままであり、650

(1) たとえば、A.J.Martin and G.C.Ellis : *The Metallurgy of Beryllium*, Institute of Metals, (1963), 3; M.Weisz et Y.Adda : *Bul.d'Informations Sci. et Tech.*, No.62(1962), 1.

(2) A.Moore : *J.Nuc.Mat.*, **3**(1961), 113.

(3) A.Moore, F.Morrow, V.D.Scott and D.A.Cheer : *The Metallurgy of Beryllium*, Institute of Metals, (1963), 112.

(4) J.E.Meredith and J.Sawkill : *ibid.*, 137.

(5) J.M.Mallen-Herrero : *Rapport CEA-R 2445*, (1964).

(6) W.J.Salmen and L.P.Gobble : *Proc.ASTM*, **62** (1962), 653.

(7) A.B.Brown, F.Morrow and A.J.Martin : *J.Less-Common Metals*, **3**(1961), 62.

(8) 佐藤千之助, 奥 達雄, 薄井 洸 : *材料*, **16**(1967), 194.

(9) 佐藤千之助, 奥 達雄, 相沢作衛, 薄井 洸 : *材料*, **16**(1967), 203.

(10) D.R.Mash : *Trans.AIME*, **203**(1955), 1235.

(11) A.K.Wolff, S.H.Gelles and L.R.Aronin : *The Metallurgy of Beryllium*, Institute of Metals, (1963), 150.

(12) S.R.Maloof : *Trans.Met.Soc.AIME*, **215**(1959), 872.

(13) A.G.Gross, Jr. : *Trans.ASM*, **57**(1964), 355.

(14) A.P.Green and J.Sawkill : *J.Nuc.Mat.*, **3**(1961), 101.

(15) D.Carpentier, R.Daumas et D.François : *J.Nuc.Mat.*, **23**(1967), 320.

(16) V.H.Thevenow, M.Herman and D.R.Betner : *J.Materials*, **5**(1970), 363.

(17) S.Koda and S.Morozumi : *J.Nuc.Mat.*, **6**(1962), 5.

℃では再結晶粒が局在した再結晶途中の組織を示したが、700℃では、光学顕微鏡的には再結晶粒から成っていた。さらに焼なまし温度が高くなると結晶粒成長がみられた。これらの試料のうち、700℃以上で再結晶させた試料を前述のように650℃で20日間過時効処理をなし、不純物の状態を整えた。

Fig.1は、このような試料の室温(25℃)における引張性質の結晶粒度依存性を示す。引張強さ(σ_u)、0.2%耐力(σ_y)および伸び(δ)のいずれもが $d^{-1/2}$ (d は結晶粒の平均直径)と直線関係にあるのがよくわかる。したがって、これらの性質はいずれも降伏応力に対するHall-Petchの式と類似の形で表わされる。すなわち、これらはそれぞれ

$$\sigma_u(\text{kg/mm}^2) = 13 + 5.3 d^{-1/2}$$

$$\sigma_y(\text{kg/mm}^2) = 13 + 1.5 d^{-1/2}$$

$$\delta(\%) = 0.2 + 0.5 d^{-1/2}$$

として対応する $d(\text{mm})$ から求められる。なお、Fig.1には750℃で焼なましたSR級試料の値を併記したが、CRのデータとよい一致を示している。

次に、Fig.2に示すように、750℃で焼なましたSR級試料を300~550℃で引張試験をしたときの引張強さおよび0.2%耐力の値を同じく $d^{-1/2}$ に対してプロットし

Fig.1 Grain-size dependence at room temperature of tensile properties

Fig.2 Grain-size dependence at 300 to 550°C of tensile properties

た。これをみると引張強さではかなり $d^{-1/2}$ と直線関係を保っているが、0.2%耐力では結晶粒の細かいところで直線性からずれており、0.2%耐力が対応する d の値に対して高くなっている。このことは組織と関連させて後に考察する。

2. 引張性質の温度依存性

次に、試験温度の上昇に伴う引張性質の変化をみる。すなわち、三つの温度、700、750および800℃で焼なました試料の25~500℃の間における引張性質をFig.3に示す。これをみると、すでに知られているように、200℃前後から伸びがよくなっており、400℃で極大となっている。また、それと対応して強さの温度による低下がみられ、さらに高温強さの粒度依存性もわかる。なお、断面収縮率も伸びと同様の傾向をもつ。

Fig.3 Tensile properties at elevated temperatures

3. 真応力-真塑性ひずみ曲線

700、750および800℃の各温度において3時間焼なましたSR級試料を25~550℃において引張試験したときの応力-伸び曲線から再計算して得た真応力(σ)-真塑性ひずみ(ϵ_p)曲線をFig.4(a)~(c)に示す。

これらの曲線はそれぞれ三つの段階に分けられる。図にはそれらの段階の遷移点(ϵ_1 および ϵ_2)を矢印で示した。第1段階では降伏点現象がみられ、降伏点伸びは、本実験の範囲では、750℃焼なまし後500℃引張りにおいて最大であった。

ところで、このような真応力-真ひずみ曲線を表わす式としては、降伏点を考えに入れないと、一般に $\sigma = K \epsilon_p^m$; K および m は定数、が用いられるが、ここでは著者とその

† これらの遷移点は次のようにして求めた。すなわちまずFig.4の各曲線において、各点の接線すなわち $d\sigma/d\epsilon_p$ を图的に求め、両対数座標上にその値を ϵ_p に対してプロットすると後掲のFig.5が得られる。第2段階と第3段階はそれぞれ直線として表わされ、それらの折れ点が ϵ_2 となり、第2段階を表わす直線が第1段階側において直線性から外れる点を ϵ_1 とした。

Fig.4 True stress(σ)-ture plastic strain(ϵ_p)curves of SR beryllium warm-swaged and annealed at : (a) 750°C; (b) 700°C; (c) 800°C

共同研究者がベリリウム⁽¹⁸⁾ および Zr-H 合金⁽¹⁹⁾ について行ったように、降伏点を考慮に入れた式、

$$\sigma = \sigma_0 + K \epsilon_p^m \quad (1)$$

を用いて曲線の解析を行った。ここで σ_0 は定数である。この式は次に示すように第1段階にはあてはまらず、第2および第3段階を表現する。第2段階での σ_0 は、この段階の機構によって変形が最初から起こったときの降伏点を意味するが、第3段階では単に定数としての意味のみである。

$$(1) \text{式は、} d(\log \frac{d\sigma}{d\epsilon_p})/d(\log \epsilon_p) = m-1, \text{となり、} \log \frac{d\sigma}{d\epsilon_p}$$

対 $\log \epsilon_p$ をとると直線関係が得られ、その傾斜から m が求まる。Fig.5(a)~(c)はFig.4(a)~(c)からこのようにして求めた対数プロットである。またTable 2に σ_0, K, m および遷移点ひずみの値を示す。

第2段階において求めた定数 σ_0 の温度依存性が、0.2%耐力のそれと類似していることから、この σ_0 を降伏点現象のないときの比例限とみなしうる。また第1の遷移点

(ϵ_1)は温度の高いほど、また降伏点伸びの大きいほど高ひずみ側に移り、第1段階で現われた降伏点現象に関連していることがわかる。

第2段階では、室温での m の値は約0.6と高い値を示しているが、非底面すべりが活動する200°C以上ではほぼ0.3に近い値をもち、変形しやすくなることがわかる。なお、この値は結晶組織に若干依存しているようである。

次に、第2段階における強さ係数 K の値をみると、これは温度に対してFig.6に示すような変化をする。これは σ_0 とは違って結晶粒度には関係せず、むしろ同図に併記した(1010)柱面すべりの臨界剪断応力の温度依存性⁽²⁰⁾に類似の傾向を示している。この K の値は、式の上では単位ひずみの変形をあたえたときの降伏点からの硬化度合ということになる。

変形は、第2の遷移点(ϵ_2)において第3段階に入るが、この遷移点は室温においては低ひずみ側にあるが、非底面すべりが活動する200°C以上では高ひずみ側に移る。第

Fig.5 $d\sigma/d\epsilon_p$ vs. ϵ_p curves of : (a) Fig.4(a); (b) Fig.4(b); (c) Fig.4(c)

(18) J.M.Mallen-Herrero, S.Morozumi et M.Weisz : Journées Métallurgiques d'Automne, Société Française de Métallurgie, Octobre, 1965.

(19) S.Morozumi, A.Kimura and S.Koda : Proc.Int. Conf.on Strength of Metals and Alloys, Supplement to Trans.JIM, Vol.9(1968), 636.

(20) G.Greetham and A.J.Martin : The Metallurgy of Beryllium, Institute of Metals, (1963), 47.

Table 2 Transition points, ϵ_1 and ϵ_2 , in true stress(σ)-true plastic strain(ϵ_p) curves, and constants in the equation $\sigma = \sigma_0 + K\epsilon_p^m$ at stage II and III

Annealing temperature after warm-swaged of specimen (°C)	Testing temperature (°C)	Stage II				Stage III			
		ϵ_1^* (%)	σ_0 (kg/mm ²)	K (kg/mm ²)	m	ϵ_2^* (%)	σ_0 (kg/mm ²)	K (kg/mm ²)	m
750	25	0.6	14.31	215	0.57	1.3	-70.0	165.1	0.11
	200	0.6	10.42	63.9	0.36	6.5	101.83	-49.3	-0.12
	300	0.85	7.79	42.1	0.34	7.7	39.13	-4.2	-0.46
	400	1.25	7.57	30.1	0.37	7.8	32.98	-6.5	-0.30
	500	1.7	7.04	20.1	0.38	7.8	—	—	—
700	300	1.1	11.63	48.7	0.34	5.8	97.49	-50.9	-0.1
	400	1.3	9.6	31.2	0.29	6.5	34.72	-3.8	-0.4
	500	1.4	11.16	12.9	0.30	6.5	—	—	—
800	300	0.5	2.16	39.3	0.26	8.4	48.75	-15.9	-0.2
	400	0.6	2.00	29.2	0.25	9.8	20.05	-2.7	-0.5
	500	0.8	0.41	22.3	0.25	15.0	—	—	—

* Strains ϵ_1 and ϵ_2 are transition points where the stage changes from I to II and II to III, respectively

Fig.6 Temperature dependence of K_I

3段階ではひずみ硬化の度合も少なくなり、その後にくびれ現象が起こり試料は破壊する。第3段階での σ_0 , K および m の値については系統的な傾向ははっきりしない。

第1段階は主として降伏点現象と関連をもつので、これについては次に述べる。

4. 降伏点現象

前述のように、本実験では750°C 3時間焼なました試料を500°Cで引張ったとき、降伏点現象が最もはっきりと認められた。室温における引張試験で認められるベリリウムの降伏点現象がひずみ時効によるものであるとして、特に粉末焼結材を用いて研究が行われているので⁽⁶⁾⁽¹⁰⁾⁽¹¹⁾、本実験においてもそのひずみ時効による再現を目指して、500°Cにおける引張りで降伏点現象を示した試料を約1%の引張り後荷重をはずし、たとえば500°C 2時間、500°C 15時間、600°C 2時間、700°C 1時間といった条件で時効させて、500°Cで再引張りを行ったところ、いずれの場合も最初の降伏点よりも低い降伏応力において塑性変形をはじめ、降伏点現象を示さなかった。これは後に考察するように、不純物の固着作用よりもむしろ当初の結晶組織に大

きく起因するものと考えられる。いずれにしろ、この現象が現われると真応力-真ひずみ曲線は数式的には表示できなく、 $d\sigma/d\epsilon_p$ 対 ϵ_p 曲線 (Fig.5 参照) も直線関係が得られない。しかし、これらの曲線を見ると、第2段階への遷移点やこの現象の生じている度合などがわかる。

5. 破壊

室温における引張試験によって破壊した試料の破面近くの表面を光学顕微鏡で観察した例を **Photo.1** に示す。これでは、室温における割れが粒界および粒内をつたわって進行しているのがわかる。また **Photo.2** (a) と (b) はそれぞれ粒内および粒界に孤立した割れの例を示す。これらの割れはその先端部でとなりの結晶粒に対してかなりの応力をあたえている。さらに **Photo.2** (c) はそれらの1次の微小割れが2次のへき開によって結合する様子を示す。このような様相は200°Cまでの引張りにおいてみられるが、その破面を走査電子顕微鏡で観察した例を **Photo.3** (a) ~ (c) に示す。すなわち (a) はリバーパターン、(b) は破面に形成された双晶および (c) は粒界割れを示す。これらのことから

【Photo.1 Example of crack propagation at 25°C
($\times 1600 \times \frac{1}{4}$)

わかるように、室温付近における脆性破壊は、粒内および粒界において割れの発生をみ、粒内においてはリバーパタ

ンや双晶の形成を伴いながら進行する。

300°C 付近以上になると、延性破壊が起こり破面によく発達したディンプルがみられる。その一例を **Photo.4** に示す。ディンプルの中にはさらにりん片状の破片がみられる。破面近くの地をみると、多くの空洞が形成されている。その一例を **Photo.5** に示す。このような空洞の形成およびその成長過程は **Photo.6** (a)~(d) から想像できるだろう。すなわち、粒界の三重点のところにまず小さな空洞ができる(a)。その空洞が成長するとともに粒内の変形流に沿って割れがみられ(b)、おそらくそれが合体した形でさらに成長を遂げ、空洞と空洞とが連続することによってディンプル状を呈し(c)、それらが長範囲にわたると試料を破断することになる(d)。それ故、ディンプルの大きさは結晶粒径のオーダーとなると考えられるが、実際に、この試料でのディンプルの大きさは20~30 μ のものが多かった。

Photo.2 Micro-cracks created at 25°C
(a) crack created in basal plane ($\times 530$)
(b) intergranular crack ($\times 1600$)
(c) connection of two cracks ($\times 1600$)

Photo.4 Example of ductile-fractured surface, 400°C ($\times 1000 \times \frac{2}{3}$)

Photo.3 Examples of brittle-fractured surface
(a) River pattern, 200°C ($\times 1000 \times \frac{2}{3}$)
(b) twin formation, 25°C ($\times 3000 \times \frac{2}{3}$)
(c) intergranular separation, 25°C ($\times 1000 \times \frac{2}{3}$)

Photo.5 Example of vertical section of fractured region, 500°C ($\times 130 \times \frac{1}{2}$)

Photo.6 Sequence of ductile fracture : 500°C
 (a) voids created at triple points of grain boundary ($\times 760$)
 (b) transgranular cracks associated with voids ($\times 530$)
 (c) grown-up void ($\times 530$)
 (d) fractured surface ($\times 530$)

IV. 考 察

1. 引張性質および破壊

一般に、最密六方金属は室温において結晶粒が細くなると、強さを著しく増す。ベリリウムにおいても引張強さ、降伏応力などが $d^{-1/2}$ に比例することはすでに報告されている^{(9) (21) (22)}。しかし、それらと本実験の結果とでは定数の値に差異がある。これは一つには多結晶とはいえ、粉末冶金工程によって作られたとか、加工法の差異による集合組織の差などが理由であろう。しかしながら、本実験においては、結晶粒が粗くなると、引張強さと 0.2% 耐力の値が接近して、それらの値が $d^{-1/2}=0$ のところで(単結晶の場合とみなす)、一致することになり、約 13 kg/mm² となる。これは、最大剪断応力面におけるすべり面での剪断応力に換算すると、 $\sigma_y/2 \approx 6.5$ kg/mm² となる。一方、ベリリウム単結晶における {10 $\bar{1}0$ } 面の室温における分解剪断応力は約 6 kg/mm² である⁽²⁰⁾。{0001} 底面におけるそれははるかに低い。それ故、いま室温において、無秩序な方位の結晶粒から成る多結晶試料に外力が加わると、最も都合よく配位している結晶粒の {0001} 面においてすべりが活動するだろう。それから他の結晶粒内での {0001} や {10 $\bar{1}0$ } 面ですべりが生じ、これらのすべりはとなりの結晶粒との境界においてとめられる。そのとなりの結晶粒の方位によっては比較的容易にすべりは伝播されるだろうが、阻止された底面すべりはその底面上で著しい転位の集積を起こし、ベリリウムでの底面割れ応力が比較的低いので、いわゆる bend plane mechanism によって割れを生ずるだろう⁽¹⁴⁾。このとき、たとえば介在物の存在も割れ発生に重要な役割りを果たさだろうし⁽¹⁷⁾、本実験で観察されたように粒界のはく離によっても割れが形成されるだろう。このようにしてできた割れは結晶粒大のものであるが、それが成長するかどうかは材料の延性に大きくきいてくる。

結晶粒が微細になると、引張強さや伸びが増すのは、初期割れが小さく、その進行がむずかしいためで、このようなときはむしろ 2 次のへき開 [{11 $\bar{2}0$ } 面や双晶と地との界面での割れなど]⁽²³⁾ によって、小さな孤立した割れが連結して成長するだろう。一方、耐力の上昇は、変形初期において増殖された転位がただちに粒界または亜粒界において阻止され、集積することによって back stress が高まり、さらに転位が増殖するための応力が増大しなければならず、その結果として起こる。なお、ここで強調しておきたいことは引張り温度が高くなると、前述のように、光学顕微鏡で測定された $d^{-1/2}$ に対して引張強さや耐力はほぼ比例するが、詳細にみれば 700 および 750°C で焼なまし

したときの耐力はその比例性からはずれて大きな値となっている。これは、後述するように亜結晶粒度を d としてとるとよく、この亜結晶組織が降伏点現象と密接な関係をもつと考えられた。

2. 真応力-真塑性ひずみ線図

この線図における第 1 段階は転位の急速な増殖過程が関与しているものとみられる。もし、試料を十分に再結晶させ、相当の大きさの結晶粒から成るものとすれば、Fig. 4 および 5 から類推して、そのような試料ではおそらくこの第 1 段階は消滅し、この付近の曲線の形は第 2 段階を逆に延長したようなものになるとみられる。すなわち、この第 1 段階では、第 2 段階におけるように次々とひずみ硬化を起こしながら変形するというよりも、阻止された一群の転位が急速に伝播する降伏点現象が生じているので、このことについては次節で考察する。

第 2 段階は面心立方金属単結晶の変形過程におけるいわゆるステージ II と類似の過程が主として起こっていると考えられ、このとき活動するすべり系は柱面すべりが主であるとみられる。また第 3 段階はいわゆるステージ III で動的回復の行われる領域とみられる。

3. 降伏点現象

スエージ加工して焼なまししたベリリウムにおける降伏点現象は、室温よりも温間における引張試験においてはっきりと現われ、スエージ加工のときの鍛伸度の大きいものにおいて降伏点伸びが大きい⁽¹⁸⁾。本実験では、たとえば 750°C 焼なましのもので、500°C 引張りにおいて、降伏点伸びが最も大きかった。この材料の電子顕微鏡写真の例を Photo. 7 に示す。この試料は 500°C にて約 1% の引

Photo. 7 Electron micrograph of specimen annealed at 750°C and stretched about 1% at 500°C ($\times 13000 \times \frac{3}{8}$)

(21) S. Gelles, V. Nerses and J. Siegiej : J. Metals, 15 (1963), 843.

(22) B. Allen and A. Moore : The Metallurgy of Beryllium, Institute of Metals, (1963), 193.

(23) G. L. Tuer and A. R. Kaufmann : The Metal Beryllium, ASM, (1955), 372.

張りを行ったものであり、スエージ加工後の焼なまし状態において光学顕微鏡により粒径が 34.4μ として測定されたものであるが、この写真をみると、引張試験前の焼なまし状態においてすでに平均としてはほぼ 10μ 以下の亜結晶粒が存在しており、その組織は引張りによってほとんど変化していない。700°C 焼なましのものもこの程度の亜結晶粒からできているが、750°C のものよりもそれら亜結晶粒内の転位密度が高い。

一方、800°C 焼なましのものは亜粒界組織は非常に少なく、直線的な再結晶粒よりできている。著者と共同研究者⁽²⁴⁾ は Al-Ti 合金の降伏点現象を観察したが、微細な亜結晶粒でしかもその内部の転位密度の少ない組織をもつものにこの現象がよくみられた。本実験における場合もそれと類似の組織のものにおいて現象が最もよく観察されたので、この現象は微細な亜結晶粒組織に起因するものと次のように考えた。すなわち、温間加工し適度な温度で焼なましを行った本試料では、その間接的な原因が、含まれる不純物によるものかどうかは不明であるが、結果的には非常に微細な亜結晶組織が得られた。これを室温で引張ったときは、各結晶粒の方位に依存してごく初期に底面すべり、つづいて柱面すべりが起こり、さらに転位間の反応、転位と介在物との反応、介在物からの転位の発生などがみられるだろう⁽²⁵⁾。しかし、いずれにしろ室温付近では粒界での転位の集積がある結晶粒内で急速に生じ、試料全体としてあまり変形しないうちに、一部の結晶粒において加工硬化を起こしてから破壊するだろう。

引張り温度が上昇すると、柱面すべりが容易となり、交差すべりもしやすくなる。そして単一結晶粒内でかなりの変形ができるようになる。そのようなとき、引張り変形をはじめるとまず試料の一部で転位が固着から外れて運動する。そして粒界付近において転位の集積が起ころうとする。しかし温度が高いので、すべり開始応力が低下するとともに、同一粒内において交差すべりや他のすべり系の活動により変形が起こりやすくなる。それ故、最初にすべりを開始した一連の結晶において、それらの結晶内でかなりの変形が生じたときにはじめて、それらの粒界での集中応力がとなりの結晶でのすべりを起こしうようになり、このような形ですべりの伝播が行われると、この集中応力単位の応力下で試料全体にある程度の伸びをあたえることができるであろう。これが降伏点伸びとなる。すなわち、本試料でみられたような降伏点現象は、結果的に適度な応力集中を起こさせ、粒内でかなりの変形が終るまで隣接結晶粒内での転位の活動をもちこたえうような亜結晶粒界の存在によるものと考えた。

(24) 矢野信三, 諸住正太郎: 金属学会誌, **36** (1972), 1252.

(25) W. Bonfield: Trans. Met. Soc. AIME, **233** (1965), 1719.

(26) P. E. Brookes, N. Kirby and W. T. Burke: J. Inst. Metals, **88** (1959-60), 500.

4. 高温脆性

最密六方金属中、マグネシウムやベリリウムは室温付近の低温においては底面すべりが優先し、温度の上昇に伴って非底面すべりが活動するようになる。それ故、温度の上昇につれて延性を増すが、やがて極大を経て延性は低下し、極小に達してからふたたび回復し、融点に近づくとまた低下する。このような傾向、とくに最初の極大と極小付近の現象は、マグネシウムについてよく研究されており、それらの温度および量は、材料の結晶粒度、含有する不純物や合金元素の種類と量、前歴、試験条件とくにひずみ速度、などによって変化する。この延性の尺度として、伸びおよび絞りの両方について同じ傾向がみられるが、純マグネシウムの場合⁽²⁶⁾、たとえば 1%/hr のひずみ速度のとき最初の伸びの極大は $0.5 T_m$ (T_m : °K: 融点) ($\sim 200^\circ\text{C}$)、極小は $0.6 T_m$ ($\sim 300^\circ\text{C}$) 付近にある。ベリリウムにおいても通常の引張りにおいて、伸びの極大が約 $0.45 T_m$ ($\sim 400^\circ\text{C}$)、極小が $0.55 T_m$ ($\sim 600^\circ\text{C}$) のところにある⁽²³⁾。

以上のことからベリリウムの 600°C 付近における延性低下の問題は、この温度付近において粒界すべりが活発となるといったことから、本質的な傾向として、粒界における空洞などの形成が容易となるため、粒界脆化現象が起こり、もしその粒界に低融点の相(たとえばアルミニウム相)が存在すると、その現象が一層強調されてくると解釈すべきであろう。

粒界に空洞が形成される機構については、いろいろと報告されているが^{(27)~(32)}、本実験においては、粒界三重点における空洞の形成がよく観察された。これは、粒界三重点における応力集中による Zener⁽²⁷⁾ の空洞形成機構が優先しているものとみられるが、たとえ高温とはいえ六方晶特有の、結晶の塑性異方性がこれを助長しているものと考えられる。さらに粒界の介在物も空洞の形成を促進させるが、一度空洞ができると、原子空孔が流れ込み成長を続けるとともに丸味を帯びてくる。本実験ではこれらの空洞が粒内での割れと連結しているのが観察されたが、おそらく各所でできた空洞はこのような割れによって結び付き最終的な破断を招くのだろうと考えた。

さらに温度が高くなると、粒界すべりは粒界移動を伴い空洞の形成が困難となり、延性が回復されるのだろうと考える。

(27) C. Zener: *Elasticity and Anelasticity of Metals*, Univ. of Chicago Press, (1948), 158.

(28) R. D. Gifkins: *Acta Met.*, **4** (1956), 98.

(29) E. S. Machlin: *Trans. AIME*, **206** (1956), 106.

(30) R. Resnick and L. Seigle: *Trans. AIME*, **209** (1957), 87.

(31) P. W. Davies and J. P. Dennison: *J. Inst. Metals*, **87** (1958-59), 119.

(32) J. N. Greenwood, D. R. Miller and J. W. Sutter: *Acta Met.*, **2** (1954), 250.

V. 総 括

鋳塊押出し法によって作られたベリリウム棒をさらに約 550°C の温間でスエージ加工し、主として 700~800°C に於いて焼なましを行ってから、25~550°C で引張試験を行い、次のような結果を得た。

(1) 室温 (25°C) での引張性質すなわち引張強さ、0.2% 耐力および伸びはいずれも結晶粒度依存性を持ち、 $d^{-1/2}$ (d は平均結晶粒径) に比例する。

(2) 300~500°C における引張強さおよび 0.2% 耐力も同様に $d^{-1/2}$ に依存するが、この場合、耐力については亜結晶粒度をもって d を補正する必要がある。

(3) 真応力 (σ) - 真塑性ひずみ (ϵ_p) 曲線は各温度とも三つの段階に分けられる。第 1 段階は降伏点現象を含み、第 2 および 3 段階は $\sigma = \sigma_0 + K\epsilon_p^m$ によって表現された。

(4) 第 2 段階においては、指数 m は室温では約 0.6 と高いが、200~500°C では約 0.3 であり、若干結晶粒度に依存するようである。

(5) 定数 K の値は結晶粒度依存性はなく、温度に依存し温度の上昇とともに減ずる。

(6) 降伏点現象は、本実験範囲では 750°C で焼なましし 500°C で引張ったものに、最も顕著に現われた。この

試料の組織は非常に微細な亜結晶粒よりできており、さらに、一度降伏点現象を起こさせたものを時効させてもこの現象を再現させることができなかったことから、この試料においては上記の微細組織がこの現象の支配的原因であると考えた。

(7) 引張試験で破断した試料の破面および付近の表面、ならびに縦断面において観察を行った。200°C 以下では脆性破壊が主であり、破面にはリバー・ボタン、双晶形成、粒界はく離などがみられた。低温の破壊ではまず粒内 (底面割れ) および粒界に結晶粒大の微小割れができ、これがさらに 2 次的な割れにより連結して成長し、破壊が進むものと考えた。高温になると延性破壊となるが、引張りにより粒界三重点に空洞ができ、それが原子空孔の流入により成長するとともに、粒内への割れを伴って大きくなる。これらが連結することによって破壊するが、その間材料は変形し破面には発達したディンプル組織がみられた。

終りに、本実験を遂行するにあたり、引張試験および組織観察にそれぞれご協力いただいた湯山良光 (当時東北大学工学部学生)、末永 裕 (東北大学金研) および菊地勉夫 (東北大学金研) の 3 氏に深甚の謝意を表するとともに、走査電子顕微鏡写真撮影の便宜を賜った日本電子光学株式会社に対して厚くお礼を申し上げるしだいである。