673 K における Cu-30 mass%Zn 合金の 特異なクリープ変形挙動

武藤 侃 後藤正治
田上道弘 麻生節夫

秋田大学鉱山学部物質工学科

J. Japan Inst. Metals, Vol. 62, No. 4 (1998), pp. 343-350

Anomalous Creep-Deformation Behavior of Cu-30 mass%Zn Alloy at 673 K

Akira Muto, Shoji Goto,
Michihiro Tagami and Setuo Aso

Department of Materials Engineering and Applied Chemistry, Mining College, Akita University, Akita 010-8502

In order to clarify the feature of high temperature deformation in fine-grained α Brass, a Cu-30 mass%Zn specimen with a grain size of 0.012 mm diameter was prepared by annealing for 3.6 ks at 723 K. A constant stresses creep tests were conducted for the specimen under various stresses from 9.8 MPa to 39.2 MPa at 673 K. Their creep curves were compared with each other. The test under 39.2 MPa reveals a normal type of creep curve consisting of transient creep (the 1st creep stage), steady-state creep (the 2nd creep stage) and accelerating creep (the 3rd creep stage). On the other hand, the test under the stresses less than 29.4 MPa reveal an anomalous type of creep curve in which the strain rate at the 3rd creep stage increases with increasing strain in the beginning, attains peak value and then decrease. This decreasing stage in strain rate is called the 4th creep stage.

The amounts of strain to the 2nd creep stage, the peak strain rate and the creep fracture do not depend on the stress and correspond to 0.3, 0.6, and 0.7 in true strain, respectively.

The reason for the anomalous type of creep curve is discussed mainly from view points of grain growth during creep deformation, dynamic recrystallization, work hardening and grain boundary sliding.

(Received October 14, 1997; In Final Form January 28, 1998)

Keywords: copper-30 mass%zinc alloy, creep, dynamic recrystallization, void, work hardening, grain boundary sliding, high temperature

I. 緒 言

一般に、金属や合金のクリープ試験を行うと、そのクリープ曲線は遷移クリープ(一次)、定常クリープ(二次)および加速クリープ(三次)の三段階で経過するのが普通である⁽¹⁾。ところが、これから外れた経過をたどり、いわゆる不整なクリープ曲線⁽²⁾⁽³⁾を示すことがあることもまた知られている。この不整クリープ曲線はしばしば試験片内における不均質な変形や動的復旧過程等と関連するものと考えられている⁽¹⁾⁽⁴⁾。金属や合金の変形挙動を支配する主な因子は温度、応力および変形速度であって、クリープ試験ではこれらの因子の中の少なくとも二つを一定にして行うことができるので、クリープ変形挙動を解析することは金属や合金の変形機構を解明するうえで、有効な手段となる。

一方、著者らは、単一 α 相からなる70-30黄銅の高温変形挙動に関する研究を行い、結晶粒径の大きい試料では一般によく知られたいわゆる中間温度脆性を示すが、結晶粒径が微

細になるにつれて延性を増し、中間温度域の中の特に 673 K の温度においてはむしろ室温の場合よりも延性が高くなり、約200%もの高い破断伸びを示すことを報告した⁽⁵⁾⁽⁶⁾。また結晶粒径の微細化と延性の関係に対する不純物元素の効果などについても調べ、延性の増大は動的再結晶と密接な関係にあることを指摘した⁽⁷⁾。しかしこれまでの研究は変位速度一定型の引張試験によって行われ、かつ $6.7 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ から $2.0 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ と比較的速い速度で行われたものである。

ところで、上述のように低ひずみ速度で一定応力下のクリープ試験は変形機構の解明に有利であると考えられる。したがって、70-30黄銅材がこのようなクリープ変形条件ではどのような変形挙動を示すかということが興味深いものとして期待されてきた。

そこで著者らは、これまでの研究において、微細結晶粒材の70-30黄銅について、もっとも高延性を示した 673 K の温度で、種々の一定応力のもとでクリープ試験を行った。その結果、クリープ曲線の形状は通常のクリープ曲線とは異なり、不整クリープ挙動を示すことを見いだした。本報告では

その挙動について検討する。

II. 実験方法

1. 供試材

実験に供した試料は同和金属工業㈱製の70-30黄銅の市販材(厚さ1.6 mm)を素材としたもので、化学分析の結果その組成は Cu : 70.67, Fe : 0.001, Pb ≤ 0.001, Ag ≤ 0.001, Sn ≤ 0.001, S : 0.001, O : 0.001 mass%, As, Bi, In, Se, Sb, Te, Tl は各 1 ppm 以下, その他 Zn を含む単一相合金であった。この素材を厚さ 1.0 mm まで冷間圧延し、圧延方向と平行にゲージ部 25.0 mm × 5.0 mm × 1.0 mm, 肩部の曲率半径 3.0 mm 付きの全長 59 mm のクリープ試験用板状試験片を打ち抜き加工によって作成した。

このようにした試験片を温度 723 K で 3.6 ks 間アルゴン雰囲気中で焼きなましすることにより、平均結晶粒径 0.012 mm の試験片を得た。ただしこの値は平均値であって、実際にはそれより小さいものや大きいものを含んだいわゆる混粒組織であった。また結晶粒径の測定は、切断法によって行ったものであり、この際双晶境界を考慮していないものである。

2. クリープ試験

本試験に供したクリープ試験機は、著者らが試作したもので、その概略を Fig. 1 に示す。いわゆる天秤型の構造をしており、一端に試験片を装着し、他端には適当な質量となるように水を入れた容器を固定した。ただし、試験片の伸びに伴う断面積減少量に応じて荷重を減少させることにより負荷応力が一定となるように容器に取り付けたコックを回栓して水を排水することで荷重を調整した。そのため、先の排水と次の排水の間では正確に一定状態とはならなかったが、破断

伸びのように非常に大きな変位量に対してみれば近似的に一定の応力(およそ ±0.2 MPa)のクリープ試験を行えた。また、試験初期の変形状況を把握するためには、試験機系の剛性を高めて試験片のみの変形量を正確に測定する必要があるため試験片を試験機に硬く固定すべきであろうが、本研究では約100%もの大きなひずみ量に対するクリープ曲線の全体の形状を調べることに重点を置いたこと、かつ試験片のゲージ部長さが比較的長かったことのために、変形初期の弾性ひずみ等には余り注意を行わなかった。したがって本実験でも試験片の取り付けには、既報⁽⁵⁾⁽⁶⁾に示したものと同様に試作した、いわゆる引掛け型治具を使用した。

試験雰囲気も既報⁽⁵⁾⁽⁶⁾で示した引張試験の場合と同様に、NaNO₃ と KNO₃ を 1 対 1 で熔融した塩浴中とし、加熱には PID 制御した縦型電気炉を用いた。この結果、試験片部の温度の均一性は 673 K の設定温度に対して ±2 K 以内の範囲で制御することができた。なお試験片の温度測定はシース熱電対(K 型)を塩浴中の試験片近傍に固定して行った。また、負荷応力の測定には容量 4.9 MN の剪断型ロードセルを用い、変位測定には最大変位量 ±25 mm の差動変圧器を Fig. 1 に示すように試験片取り付け治具部の炉外上部に負荷応力軸を挟んで対称に 2 台取り付けを行った。試験中におけるこれらの応力、変位および温度の値をグラフテック社製 4 チャンネル型デジタルマルチコーダーを用いて記録した。この記録計では 7.2 ks (2 h) ごとにその時点のデジタル値を表示できるので、主としてそれらの値をもとにデータの解析処理を行った。なお、本実験の場合、測定した変位の値は直接試験片の標点間の変位のみを与えるものではなく、試験片と試験片装着治具部をも含んだものであるため、変位量の解析にあたっては、変形後の試験片の標点間の伸び量を実測することによって補正処理を施した。

またクリープ変形中の試験片の表面状態を観察する際には、試験片を試験機に取り付けて応力付加状態のまま塩浴炉を下方炉外に取り外して、試験片を約 5 s 以内に水焼き入れして、変形直後の組織の変化を極力抑えるように注意をはらった。しかし、破断材の組織観察においては、破断時を正確に予測できなかったために、破断直後の組織を観察することは困難であった。

クリープ試験の条件としては、予備実験の結果から 673 K, 19.6 MPa の応力のもとで比較的長範囲の定常クリープ状態が得られたので、本実験では試験温度を 673 K 一定とし、負荷応力を 9.8, 16.4, 19.6, 24.7, 29.4 および 39.2 MPa の 6 段階に変えて行った。

3. 組織観察

クリープ変形に伴う組織変化について検討するために、上記のようにしてクリープ試験を行ったのち、種々の変形状態の試験片に対してその表面組織または内部組織を光学顕微鏡を用いて観察した。

Fig. 1 A schematic diagram of creep test machine made on an experimental basis.

Ⅲ. 実験結果

1. クリープ曲線に及ぼす負荷応力の影響

Fig. 2 は本試験から得られたクリープ曲線を示したものである。図中には、負荷応力がそれぞれ9.8, 16.4, 19.6, 24.7, 29.4および39.2 MPa に対するクリープ曲線を示している。ただし、応力が9.8 MPa の場合の曲線は、試験片がまだ破断まで至っておらず、変形を中断した時点までのものを示したが、その他はすべて破断するまでの全変形過程を示したものである。また、各点は7.2 ks (2 h) 間隔で測定して得られた点を示している。これらの曲線から明らかなように、応力が大きい場合ほど破断までの時間が短くなる傾向があることがわかる。また、破断ひずみは9.8 MPa の場合については明らかでないが、その他の応力の場合には、応力によらず真ひずみ量が約0.7とほぼ同量のところで破断しているようである。

さらにクリープ曲線の形状について観察すると、9.8 MPa 以外の場合は一見、一次、二次、三次クリープを経て破断に至るように見られるが、三次クリープは時間とともにかたむきが小さくなる様子を示すという特異な現象が現れている。

次に、変形中のクリープ速度の変化を明瞭に示すために、Fig. 2 のグラフの縦軸をひずみ速度に置き換えて示したものがFig. 3 である。ここで示した各測定点はそれぞれ、その時点での7.2 ks (2 h) 間の時間間隔における平均値として示したものである。ひずみ速度の変化曲線は、いずれの負荷応力の場合とも時間の経過とともに最初は次第に減少し、極小値に至る傾向が認められる。このときの極小値を示すところは、いわゆる定常クリープ状態に相当しているものと考えられる。この定常クリープ状態を示す時間は負荷応力が小さくなるほど長時間側にずれると同時に、その範囲も広くなることがわかる。

Fig. 2 Creep curves of 70-30 brass with an initial grain size of 0.012 mm which were tested at various stresses and at 673 K.

もっとも負荷応力が高い39.2 MPa の場合は、54 ks (15 h) 付近に短い定常クリープ状態を示したのち、再びクリープ速度を増し、いわゆる一次、二次、三次と言った一般的なクリープ速度曲線の形状を示したのち破断に至っている。

ところが、中間応力である16.4, 19.6, 24.7および29.4 MPa の場合は一次、二次と言ったクリープ曲線を示したのち再びクリープ速度が増加して三次クリープを示すものの、それぞれ 1.7×10^3 ks (470 h), 1.2×10^3 ks (330 h), 5.0×10^2 ks (140 h) および 2.7×10^2 ks (75 h) のところから、すなわち負荷応力が大きくなるほど短時間側でクリープ速度が再び急激に減少して行く傾向を示している。このように三次クリープでは破断せずに、その後さらに四次クリープとも名付けられるような変形過程を経たのちに破断に至るといった特異な現象を示していることがわかる。本研究ではこの過程を四次クリープと定義することにする。もっとも低応力の9.8 MPa の場合にはクリープ試験を途中で中断しているので破断までのクリープ曲線の全体像を知ることはできないが、16.4, 19.6, 24.7および29.4 MPa の場合の曲線から類推すれば、この場合もさらに長時間まで試験を継続すれば上述の特異な現象が現れるものと推察される。Fig. 2 で示されたように同量のクリープひずみを生ずるためには応力が低い場合ほど長時間を要することが知られたので、特異な現象が発現する際のひずみ量と応力の関係を調べるために、次にクリープ速度とひずみ量の関係についてプロットし直してみた。その結果をFig. 4 に示す。この図から明らかなように、クリープ曲線上に特異な現象が生ずる時点でのひずみ量は16.4~29.4 MPa の範囲では負荷応力によらず約0.55とほぼ同一のひずみ量のところで生じていることがわかる。またこの場合、定常クリープ速度を示すひずみ量も負荷応力によらず約

Fig. 3 The strain rate-time curves of 70-30 brass with an initial grain size of 0.012 mm which were tested at various stresses and at 673 K.

Fig. 4 The strain rate-strain curves of 70-30 brass with an initial grain size of 0.012 mm which were tested at various stresses and at 673 K.

0.3とほぼ同一のひずみ量のところで発生していることもわかる。

2. クリープ変形過程における組織変化

負荷応力が16.4, 19.6, 24.7および29.4 MPaの場合はクリープ曲線上に四次クリープと言う特異な現象を示すことが知られた。そこでこの現象を組織との関係で調べるために、現象が明瞭に現れている負荷応力19.6 MPaの場合を例にとり、変形に伴う組織の変化について検討した。ところで本実験で用いた試験片は、クリープ変形中の試験時間が長いために試験片の組織が変化してしまうことが懸念される。

そこでまず、クリープ変形中に負荷応力の影響を受けないと考えられる試験片のつかみ部の組織を調べ、Fig. 5に示した。なお、これらの写真は図の右上に挿入したひずみ速度曲線図上の(a)~(d)点に対応した時点での試験片つかみ部の組織を示したものである。写真から知られるように、試験片つかみ部でも組織は不安定でクリープ変形に要した時間とともに結晶粒が成長している。すなわち、試験中時間とともに

Fig. 5 Microstructures of the gripped section of the specimen with an initial grain size of 0.012 mm tested at 673 K and a stress of 19.8 MPa. Photos (a) to (e) correspond to the alphabets on the strain rate vs strain curve.

に静的な結晶粒成長をしていることがわかる。

これに対して **Fig. 6** は試験片ゲージ部であって、クリープ変形を受けた部分での組織変化を示したものである。なお、写真(b)~(e)は Fig. 5 の右上に挿入したひずみ速度曲

線上の各点に対応している。Fig. 5 との比較から明らかなように、クリープ時間の経過に伴う結晶粒の成長はゲージ部でも生じており、かつこの場合も結晶粒の形状は等軸であって引張応力が負荷されているにもかかわらず特に負荷応力方向

Fig. 6 Microstructures of the gage part of the specimen with an initial grain size of 0.012 mm tested at 673 K and a stress of 19.8 MPa. Photos (b) to (e) correspond to the strain rate vs strain curve in Fig. 5.

Fig. 7 Microstructures of the specimen with an initial grain size of 0.012 mm tested at 673 K and a stress of 19.8 MPa. Photos (b) to (e) correspond to the strain rate vs strain curve in Fig. 5.

(図の上部に T.D. と示す)に伸長するような傾向は認められないようである。一方、ゲージ部での変形組織には、いたる所にボイドの形成が認められる(図中に V の記号で示す)。これらのボイドは変形後期には結晶粒径とほぼ同程度の大きさを示し、比較的球状で主に結晶粒界三重点に散在しており、かつひずみ量の増加とともにその数が増加する傾向が見られる。また、(c)時点から動的再結晶粒と思われる粒が記号 R として示したように結晶粒界に散在している様子も見られる。

さらに、これらのボイドの形態とクリープ変形挙動との関係について検討するために Fig. 7 に低倍率で撮影した組織写真を示した。この場合も写真(b)~(e)は Fig. 5 の右上に挿入したひずみ速度曲線上の各点に対応している。これを見ると、変形初期の(b)時点でボイドはすでに粒界三重点などに散在しており、(c)の時点でそれらの分散がはっきりしてきている。しかし、(d)の時点になると、これらのボイドは引張軸方向に対してほぼ垂直な方向での分布が多くなり、互いに連結していく様子を示している。その後さらに変形が進行するにつれてボイドは成長するとともに、試験片の割れへと発達する様子が推察される。

そこで、ボイドの発生数と成長挙動を調べるために、ボイド平均数密度およびボイド面積率とクリープ変形量との関係について調べてみた。ここで、ボイド平均数密度とは光学顕微鏡写真上でボイドの数を測定し、それを単位面積あたりの数として表したもので、実際には300個以上ボイド数を数えたものから算出した。また、ボイド面積率とは光学顕微鏡写真上で単位面積内に観察されるボイドについてそれぞれのボイドの面積を加算し、単位面積あたりのボイドの占める面積割合として示したものである。その結果を Fig. 8 に示す。図から明らかなようにボイド平均数密度およびボイド面積率の変化には Fig. 4 などに見られたような特異な挙動は認められず、ひずみ量の増加とともに単調に増加する傾向があることが確認される。なお、図中に示した破線はひずみ速度が極大点となるときのひずみ量を示している。Fig. 5 と 6 に示されたように本実験においてはクリープ変形時間の経過とともに、負荷応力の有無に関わらず結晶粒が成長することが知られたので、さらに詳しく調べるために、結晶粒の成長過程を変形量の関係として Fig. 9 に示した。図から明らかなように、引張応力が負荷されていない試験片つかみ部および応力が負荷されているゲージ部ともひずみ量の増加(時間の経過)とともに結晶粒は成長しているが、それらの相違は極めて小さいことがわかる。すなわち、変形中の結晶粒成長は、ほとんどがクリープ試験中の加熱の効果としての静的な結晶粒成長によるものであると推察される。

IV. 考 察

一般に、金属材料を高温の一定応力下に保持すると、そのときのひずみ-時間曲線においては一次(遷移クリープ)、二

Fig. 8 Effect of strain on the mean void number density and the total void area ratio for the specimen tested at 673 K and a stress of 19.8 MPa.

Fig. 9 Effect of strain on the mean grain size of the unstressed, or the stressed 70-30 brass, which were tested at 673 K and a stress of 19.8 MPa.

次(定常クリープ)および三次(加速クリープ)の過程で構成される、いわゆるクリープ曲線が得られることがよく知られている⁽¹⁾。このようなクリープ変形挙動は転位すべり、拡散すべり、さらには超塑性すべりなどの変形機構が、それぞれ単独またはそれらが複雑に組み合わさって生じていることも明らかにされてきている⁽⁸⁾⁽⁹⁾。しかし、これらのクリープ曲線が常に上述のような過程を経るとは限らず、しばしばクリープ曲線上に特異な形状を示すこともいくつか報告されている。たとえば、クリープ曲線の形状がS字あるいはS形状⁽²⁾⁽³⁾、周期的あるいは振動形⁽²⁾を示すことなどもZnやMg単結晶、Ag-Alのhcp γ 相の単結晶⁽³⁾などでは知られている。また、303~367 Kにおける α Fe⁽¹⁰⁾や室温におけるCu-Ag合金⁽¹¹⁾のクリープ変形では、いわゆる潜伏クリープの現象を示し、かつこれらの現象を支配する機構として α Fe

ではすべり変形に対するコットレル雰囲気的作用, Cu-Ag 合金では変形に対して析出現象が関与したことによるものと報告されている。さらに, 析出現象が関与する場合は, 負のクリープを示すという例も報告されている⁽¹²⁾。

ところで前章に述べたように, 本実験の場合も 70-30 黄銅のクリープ試験では三次クリープを示しはじめたのちに, クリープ速度が再び減少して, 四次クリープと定義される特異な現象を示すことが知られた。試験片は単一 α 相の fcc 固溶体合金であり, 上述のような析出反応等が原因となってクリープ曲線上に特異な現象が現れることは考えがたい。また固溶体であることを考えると, 固溶体化によるクリープ変形への影響⁽¹³⁾⁽¹⁴⁾を無視することは出来ない。しかし現時点ではこの特異なクリープ現象に対する具体的な固溶体化による効果について明らかにするためには, 情報が不足であるのでさらに詳細な実験的検証が必要である。

一方, Gifkins⁽¹⁵⁾は高純度の Pb を用い, また Richardson⁽⁴⁾は純 Ni を用いてクリープ実験を行った結果, クリープ変形中に再結晶が発生し, それと同時にクリープ曲線が通常とは異なる形状を示すことを報告している。本実験で得られた特異なクリープ曲線の形状は, 彼らが得た曲線の形状と類似の挙動をしているので, 本実験の場合も変形進行中に再結晶が発生したことによって生じたものとも考えられる。実際著者らがこれまでに報告してきたように, 本合金の高温引張試験では, 動的再結晶が発生することと粒界すべりが相まって, 中間温度域で異常に大きな破断伸びを示すことが明らかとなっている。さらにその際試験片には微細な多数のボイドの形成を伴うことも確認されている。

ところで, 本クリープ試験でも Fig. 8 に示したように変形に伴うボイドの発生と成長が認められた。しかし, クリープ曲線上に特異な極大点を生ずる前後でそれらの変化に何ら不連続性は認められていない。また, Fig. 9 に示したように変形途中で調べた結果粒径の大きさの変化は, 変形ひずみ量が皆無であるつかみ部と変形を受けているゲージ部でもほとんど同じであって, とともに時間とともに単調に増加しており, クリープ曲線上に特異な極大点を生ずる前後で結晶粒の変化に何ら不連続性は認められない。すなわち, 再結晶粒の発生によって平均結晶粒径が急激に減少するようなことは認められない。しかし実際 Fig. 6 の (d) に R の印で示したところでは, 動的再結晶粒が成長したと思われるような微細な結晶粒がいくつか観察されている。したがって本実験で得られたクリープ曲線上の特異な極大点はボイドの発生成長や静的な結晶粒成長のほか, 動的再結晶粒の発生成長とは一見無関係であるようにも思われる。ところで, 三次クリープの過程において, ボイドの発生成長, 静的な結晶粒成長, 動的再結晶粒の発生成長, および粒界すべりなどの現象は, それぞれ単独ではクリープ速度を増加させることはあっても, Fig. 4 などに見られるようなひずみ速度が極大を示した後に減少する原因とは考えがたい。すなわち, この時点でひずみ速度の減少を引き起こすためには, たとえば結晶粒成長によって粒

界すべりを困難にすることや, 結晶粒内の加工硬化が著しく進行するなどと言った, 何らかの硬化現象が生じていなければならない。そこでこの点を明らかにするために, Fig. 4 の曲線上の各変形状態における試験片について, (220) 格子面の X 線回折強度の積分幅および半価幅について調べてみた。その結果を Fig. 10 に示す。この図から明らかなように X 線の積分幅および半価幅ひずみ速度の極大値のひずみ量とは関係がなく, ひずみ量とともに連続的に増加する傾向が見られる。このことは三次クリープおよびそれ以降でも各結晶粒は塑性変形を伴い転位密度が増加して, 加工硬化を継続していることを意味するものである。

以上の事柄を総合すると, クリープ速度曲線の形状は, 変形中における結晶粒内のひずみの蓄積, 粒界すべり, 結晶粒の成長, ボイドの発生と成長および動的再結晶粒の発生の成長などが複雑に関連して生じたものと思われる。しかしながら, いまのところ主とした機構はどれであるのかを決定することは難しく, はっきりしたことはわからない。

それでも, 本実験で得られたデータとこれまでの報告⁽⁵⁾⁽⁶⁾とを元にすればクリープ過程の全容は以下のように推察される。すなわち, 一次クリープの領域では結晶粒内のひずみの蓄積による加工硬化と結晶粒成長によって粒界すべりが困難となることに伴ってクリープ速度は低下し, 一見通常のクリープ変形で見られるような挙動を示して, いわゆる二次クリープ状態に至るものと思われる。二次クリープ終了後は, ボイドの発生成長と動的再結晶粒の発生成長による軟化挙動が結晶粒内へのひずみの蓄積や結晶粒成長による粒界すべりの困難さの増加を上まわることによって, 三次クリープを発生させるが, その後長時間高温にさらされているために, 静的に成長しつつある結晶粒は加工硬化すると同時にサイズの増加によって粒界すべりを困難にし, 一方動的に発生した再結晶粒の方も成長とともに加工硬化することによって, 試験片全体は硬化状態に転じ, 一見クリープ速度の急激

Fig. 10 Effect of strain on the integral width and half value width of the X-ray-diffraction profile for (220) lattice plane.

な減少をまねいたものと推察される。特に70-30黄銅では積層欠陥エネルギーが小さいために特定のすべり面が優先して活動する傾向があることが知られているので、結晶粒の成長とともにその傾向が顕著となり、粒界に堆積した転位群が粒界と交差することによって、それまで活動していた粒界すべりを阻止することによって硬化状態に転ずることは十分考えられる。その結果、クリープ曲線上には特異な極大値を生じたものと推察される。しかし一方、ボイドの発生成長はひずみ量の極大点以降も連続して進行しているために、最終的にはボイド同士が合体して試験片の横断面に拡大することによって、破断に至ったものと考えられる。この場合 Fig. 6 に見られるようにボイドは比較的球状の形をしており応力集中が比較的小さいために、ボイド同士が容易に合体するようなことはなく、破断には長時間を要したものと思われる。

なお、次に70-30黄銅のクリープ挙動についてこれまでに報告されている結果について以下に整理してみる。Burghoff と Mathewson⁽¹⁶⁾は70-30黄銅の単結晶材について、室温から 644 K までの温度範囲でクリープ試験を行った結果、S 字形のクリープ曲線を生ずることを報告している。しかし、彼らの実験は一定荷重のもとでの変形量と時間の関係を示したものであって、時間の経過とともに変形速度は初めは小さいものの次第に増加し、最後には加工硬化によって減少して行き、結果として S 字形の曲線を示すというものである。したがって一定応力のもとで行った本実験の場合とは実験条件が異なるので彼らの結果を参考にはできない。また、Bonesteel と Sherby⁽¹⁷⁾も亜鉛濃度の異なる α 黄銅について圧縮クリープ実験を行っており、その中で70-30黄銅についても試験をしているが結晶粒径が 0.19 mm と本実験の場合より大きく、特異な四次クリープは観察されていない。同様に、Elliott と Wilshire⁽¹⁸⁾もクリープ実験でボイドの形成と破壊について観察しているが、しかし、これも結晶粒径が本実験の場合より大きいもので実験を行っていて、クリープ曲線を提示していない。さらに、Feltham と Copley⁽¹⁹⁾は Bonesteel らと同様に亜鉛濃度の異なる α 黄銅について定応力クリープ試験を行っているが、特異な挙動については触れていない。また、Evans と Wilshire⁽²⁰⁾も高温定応力クリープ試験を行いクリープ曲線の構成式を提起しているが、通常のクリープ曲線を得ており特に異常クリープには触れていない。このように、本実験で得られたような特異なクリープ現象を示した報告例は著者らが調査したかぎり皆無である。

V. 結 論

試作した定応力クリープ試験機を使用することにより、723 K の温度で焼きなましをすることによって、平均結晶粒径 0.012 mm に調整した70-30黄銅多結晶を 673 K の温度で

9.8, 16.4, 19.6, 24.7, 29.4 および 39.2 MPa の応力のもとで一定応力クリープ試験を行った。得られたクリープ曲線の形状について比較検討した結果、以下の結論が得られた。

(1) 16.4, 19.6, 24.7 および 29.4 MPa の応力のもとで得られたクリープ曲線上には、加速クリープ段階において、途中で再びクリープ速度が減少すると言った特異な現象を示す。すなわち、クリープ速度曲線上には極大値を示す。

(2) この特異な現象は、変形中における結晶粒の静的成長と加工硬化、ボイドの発生成長および動的再結晶粒の発生成長と加工硬化などが複雑に関連して生じたものと推察される。

(3) いずれの応力条件においても、クリープ速度曲線上における定常クリープ状態と極大点はひずみ量がそれぞれ0.3と0.6の近傍で発生する。

(4) クリープ破断ひずみ量は荷重応力の大きさには依存せず、ほぼ0.7程度である。したがって破断までに要する時間は応力が大きいほど短い。

おわりに、本研究を行うに当たって、実験に協力いただいた本学学生の修士課程生の千葉利実君、4年生の高橋幸吉君に感謝いたします。

文 献

- (1) 丸山公一, 中島英治: 高温強度の材料科学 クリープ理論と実用材料への適用, 内田老鶴圃, (1997), 3.
- (2) H. Conrad and W. D. Robertson: Trans. AIME, **212**(1958), 536.
- (3) E. M. Howard, W. C. Barmore, J. D. Mote and J. E. Dorn: Trans. AIME, **227**(1963), 1061.
- (4) G. J. Richardson, C. M. Sellars and W. J. McG. Tegart: Acta Metall., **14**(1966), 1225.
- (5) 武藤 侃, 後藤正治, 田上道弘, 麻生節夫: 日本金属学会誌, **58**(1994), 146.
- (6) 武藤 侃, 後藤正治, 田上道弘, 麻生節夫: 日本金属学会誌, **59**(1995), 23.
- (7) 武藤 侃, 後藤正治, 田上道弘, 麻生節夫: 伸銅技術研究会誌, **36**(1997), 106.
- (8) H. J. Frost and M. F. Ashby: *Rate Processes in Plastic Deformation of Materials*, Ed by J. C. Li and A. K. Mukherjee, ASM, (1975), 70.
- (9) H. Luthy, R. A. White and O. D. Sherby: Mater. Sci. Eng., **39**(1979), 21.
- (10) R. J. Arsenault and J. Weertman: Acta Met., **11**(1963), 1119.
- (11) M. Davis and N. Thompson: Proc. Pys. Soc., **63B**(1950), 847.
- (12) R. W. Fountaine and M. Korchynsky: Trans. ASM, **51**(1959), 108.
- (13) H. Sato, Y. Masada and H. Oikawa: *Aspects of high temperature deformation and fracture in crystalline materials*, Ed. by Y. Hosoi et al., Japan Institute of Metals, (1993), 107.
- (14) D. McLean: Metallurgical Reviews, **7**(1962), 481.
- (15) R. C. Giffkins: J. Inst. Metals, **87**(1958), 255.
- (16) H. L. Burghoff and C. H. Mathewson: AIME, Tech. Pub., **143**(1941), 45.
- (17) R. M. Bonesteel and O. D. Sherby: Acta Met., **14**(1966), 385.
- (18) I. C. Elliott and B. Wilshire: J. Microscopy, **116**(1979), 39.
- (19) P. Feltham and G. J. Copley: Phil. Mag., **5**(1960), 649.
- (20) W. J. Evans and B. Wilshire: Metall. Trans., **1**(1970), 2133.