研究

W-Ni-Fe 系焼結合金の動的 material 特性に及ぼす

熱処理効果*

金子

武**

Takeshi Kaneko: Effect of Heat-treatment on Dynamic Mechanical Properties of W-Ni-Fe Heavy Alloys.

Effect of heat-treatment in vacuo and hydrogen on ductility and tensile strength of the sintered 95.5W-3.0Ni-1.5Fe and 91.3W-5.8Ni-2.9Fe (by wt%) heavy alloys has been studied for a high strain rate, using high speed impact tension testing machine (a constant speed type).

These materials were heated at 620~1200°C in hydrogen atmosphere and in vacuo for fixed time (about 9 hrs), respectively, and the mechanical properties of heat treated alloys were tested.

A high speed uniaxial tensile test of these alloys was carried out to obtain the relation between tensile strength and tensile speed in a range up to 13 m/s.

Also, strength and ductilities of these alloys have been measured.

These experimental results seem to suggest that the dynamic tensile strength is larger than the static tensile strength. The elongation also seems to show lower than static one with tensile speed.

The scanning electron micrographs of the fractured surfaces were also compared between the hydrogen treated specimens and the vacuum-treated specimens in order to examine the effect of hydrogen on fracture mode.

(Received November 26, 1987)

I 緒 論

W-Ni-Fe 系焼結合金の材料特性の温度及びひずみ速度依存性に関する研究は、すでに数多く行われている。

Ekbom¹⁾ は、試験速度と温度の関数としての合金の破壊挙動に関する研究を行った。また、Meyer ら²⁾ は、冷間加工状態における 91%W 合金 (wt% 表示、以下同じ) の破壊強度に及ぼす試験速度の影響を研究した。

しかし、本合金に水素焼鈍及び真空焼鈍などの熱処理を施した材料についての研究はほとんどなく静的な機械的性質の研究を H. K. Yoon ら^{3,4)} により行われているのみである。

一般に、金属材料の応力-ひずみ関係などの強度特性は、そのひずみ速度に影響され、いわゆる静的試験のようなひずみ速度の低い試験結果に対し高速引張試験のようなひずみ速度の大きな場合には異なった強度特性を示す。

本研究の目的は、水素焼鈍して合金中に水素が留まっている材料及びこれを真空焼鈍して水素除去した材料について高速変形させることによる破壊挙動を検討することである。

II 供試材及び実験方法

本実験で使用した W-Ni-Fe 系焼結合金の原料粉末として、カーボニル Ni 粉 (平均粒径 3~5 μm)、カーボニル Fe 粉 (平均粒径 4~6 μm) ならびに東京タングステン製 W 粉 (平均粒径 2~3 μm) を使用した。これら原料粉末中には酸素、炭素が不純物として含有しているため、これら混合粉末を酸化雰囲気中 500°C で焙焼し炭素の低減を行い、さらに、還元雰囲気中 400~800°C で約 2h 焙焼して、酸素含有量を低減させた焙焼粉末を圧縮力 200MPa で圧縮を行い圧粉体を作製した。次に、この圧粉体を 1460~1500°C で 24h、水素雰囲気中で液相焼結を行い焼結体を作製した。この焼結体をさらに 1200°C で 12h 真空焼鈍した後、冷却速度 0.4°C/s で冷却して、95.5W-3.0Ni-1.5Fe 合金 (以下供試材 A と略称) 及び 91.3W-5.8Ni-2.9Fe 合金 (以下供試材 B と略称) の 2 種類の合金を作製した。

Table 1 に、作製した W-Ni-Fe 系焼結合金の化学組

* 昭和62年11月26日受理。

** 防衛庁技術研究本部第1研究所第1部、〒153 目黒区中目黒二丁目二番一号。

Table 1 Chemical compositions, sintering temperature and density of the alloys.

Alloying element, wt%			Sintering temperature °C	Density $\text{kg} \cdot \text{m}^{-3} \times 10^3$
W	Ni	Fe		
95.5	3.0	1.5	1500°C	18.0
91.3	5.8	2.9	1460°C	17.2

Fig. 1 Configuration and dimensions of test specimens.

成*, 焼結温度ならびに密度を示す。

本実験で使用した試料は供試材 A ならびに B と、スエーピング処理により断面減少率を 10、及び 20% に加工を施したもの (10 及び 20% swaged) ならびに後加工のないもの (NO swaged) を、900°C ならびに 1200°C で 9h 水素焼鈍したものならびにスエーピング処理後 620°C で 9h 真空焼鈍した材料を、冷却速度 0.4°C/s で冷却して作製した。これらの材料を Fig.1 に示す高速度引張試験片に加工して引張速度 (ストローク変位速度) 5m/s から 13m/s の範囲で油圧駆動式高速引張試験機 (MTS 880, 試験速度範囲 2m/s~13m/s, 最大荷重 10tf) を

使用して、供試体に荷重負荷を与え材料の引張試験を行った。試験は原則として同一条件で作製した試験片 5 本について行い、その平均値を表示した。また、試験片の破断面は走査型電子顕微鏡により観察した。

Ⅲ 実験結果及び考察

Photo. 1 は、95.5W-3.0Ni-1.5Fe 合金 ($\rho=18.0 \text{ kg} \cdot \text{m}^{-3} \times 10^3$) の代表的な顕微鏡組織である。合金の理論的密度は、 $99.7 \pm 0.2\%$ で、空隙は認められなかった。

Table 2 は、今回作製した W-Ni-Fe 系焼結合金の機械的性質である。本材料は、本質的に脆性材料であり W 含有量が増加していくほど、すなわち密度が増加していくほど引張強さ、耐力、ならびに硬度は増加していくが、逆に伸びは低下している。

Table 3 は、今回作製した、W-Ni-Fe 系焼結合金の低

Photo. 1 Photomicrographs of the sintered 95.5W-3.0Ni-1.5Fe alloys. ($\rho=18.0 \text{ kg} \cdot \text{m}^{-3} \times 10^3$)

Table 2 Mechanical properties of W-Ni-Fe alloys.

Tensile speed $v=1 \text{ mm/min}$

Alloying element wt%	Density ($\text{kg} \cdot \text{m}^{-3} \times 10^3$)	S.W. (%)	Strain rate (S^{-1})	Yield strength (MPa)	Tensile strength (MPa)	Elongation (%)	Hardness (H _{RC})	Impact strength (J/m^2) ($\times 10^4$)
95.5W-3.0Ni-1.5Fe	18.0	0	1.0×10^{-3}	634.1	926.1	25.2	28.4	4.30
		10	1.0×10^{-3}	1042.7	1047.6	14.8	38.4	4.51
		20	1.0×10^{-3}	1166.2	1174.0	6.4	40.0	5.46
91.3W-5.8Ni-2.9Fe	17.2	0	1.1×10^{-3}	619.4	908.5	34.2	25.9	7.35
		10	1.1×10^{-3}	1012.3	1036.8	16.5	36.2	6.78
		20	1.1×10^{-3}	1151.5	1160.3	10.3	39.3	6.30

Table 3 Mechanical properties of W-Ni-Fe alloys.

Tensile speed $v=1 \text{ mm/min}$

Alloying element (wt%)	Density ($\text{kg} \cdot \text{m}^{-3} \times 10^3$)	S.W. (%)	Strain rate (S^{-1})	Yield strength (MPa)			Tensile strength (MPa)			Elongation (%)		
				-60°C	-10°C	20°C	-60°C	-10°C	20°C	-60°C	-10°C	20°C
95.5W-3.0Ni-1.5Fe	18.0	0	1.0×10^{-3}	876.7	739.4	634.1	1065.0	944.4	926.1	6.2	10.7	25.2
		20	1.0×10^{-3}	1379.8	1237.6	1166.2	1380.8	1243.5	1174.0	0.4	3.6	6.4
91.3W-5.8Ni-2.9Fe	17.2	0	1.1×10^{-3}	821.8	745.3	619.4	1073.8	997.3	908.5	13.7	20.5	34.2
		20	1.1×10^{-3}	1360.2	1234.7	1151.5	1362.1	1236.6	1160.3	2.9	4.9	10.3

* W-Ni-Fe 系焼結合金の組成分析は原子吸光光度法によって行った。

温引張試験結果を示す。室温に対して、 -60°C では引張強さが1.2倍程度上昇しており、耐力については1.4倍程度上昇している。また、伸びについては3分の1程度に低下しているのが確認できた。

Table 4 は、供試材 A ならびに B を、さらに、 900°C で 9h 水素焼鈍した材料の低温引張試験結果を示す。室温に対して、 -50°C では、引張強さが1.2倍程度上昇している。耐力については、1.4倍程度上昇しているのが確認できた。

また、伸びについては5分の1に低下しているのが確認できた。試験温度が上昇する程、転位の移動が活発となり塑性変形が容易となるために引張強さ、耐力が低下し、熱活性化過程の温度依存性が著しいことが理解できる。

Table 5 は、供試材 A ならびに B を、さらに、 1200°C で 9h 水素焼鈍した材料について引張速度 13m/s で引

張試験を行った結果を表示したものである。水素焼鈍材の動的 material 特性については、供試材 A において、スエーピング率の増加に応じて、引張強さは増加しているが伸び、破壊エネルギー及び弾性係数については一貫性がない。また、供試材 B については、スエーピング率の増加に応じて、引張強さ及び弾性係数は増加しているが、逆に、伸び及び破壊エネルギーは減少傾向にある。

Table 6 は、同様に、スエーピング処理を施した材料を 620°C で 9h 真空焼鈍した材料について同じく引張速度 13m/s で引張試験を行った結果を表示したものである。供試材 A ならびに B 共に、スエーピング率が増加していくに伴って引張強さ、弾性係数は増加しているが、逆に、伸びは減少しているのが観察されている。

Fig. 2 は、供試材 A ならびに B と、これをさらに 1200°C で 9h 水素焼鈍した材料のスエーピング率に対する引張強さの関係を引張速度をパラメーターとして図示

Table 4 Mechanical properties of W-Ni-Fe alloys reheated at 900°C in H_2 for 9 h.Tensile speed $v=1\text{ mm/min}$

Alloying element (wt%)	Density ($\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}\times 10^3$)	S.W. (%)	Strain rate (S^{-1})	Yield strength (MPa)			Tensile strength (MPa)			Elongation (%)		
				-50°C	-30°C	$+20^{\circ}\text{C}$	-50°C	-30°C	$+20^{\circ}\text{C}$	-50°C	-30°C	$+20^{\circ}\text{C}$
95.5W-3.0Ni-1.5Fe	18.0	0	1.0×10^{-3}	871.2	797.7	632.1	928.1	847.7	771.3	0.9	1.0	5.3
91.3W-5.8Ni-2.9Fe	17.2	0	1.2×10^{-3}	822.2	762.4	607.6	972.2	949.6	871.2	4.9	10.0	20.4

Table 5 Dynamic properties of W-Ni-Fe alloys reheated at 1200°C in H_2 for 9 h.Tensile speed $v=13\text{ m/s}$

Alloying element (wt%)	Density ($\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}\times 10^3$)	S.W. (%)	Strain rate (S^{-1})	Tensile strength (MPa)	Elongation (%)	Breaking energy (J)	Elastic modulus (GPa)
95.5W-3.0Ni-1.5Fe	18.0	0	110.9	1711.1	3.0	36.8	107.8
		10	44.8	1821.8	1.0	28.9	92.2
		20	68.9	1857.1	1.8	31.3	103.7
91.3W-5.8Ni-2.9Fe	17.2	0	339.0	1806.1	7.9	99.8	72.6
		10	288.2	2069.8	6.6	99.1	73.9
		20	142.1	2215.8	3.2	68.0	79.7

Table 6 Dynamic properties of W-Ni-Fe alloys reheated at 620°C in vacuum for 9 h after swaging.Tensile speed $v=13\text{ m/s}$

Alloying element (wt%)	Density ($\text{kg}\cdot\text{m}^{-3}\times 10^3$)	S.W. (%)	Strain rate (S^{-1})	Tensile strength (MPa)	Elongation (%)	Breaking energy (J)	Elastic modulus (GPa)
95.5W-3.0Ni-1.5Fe	18.0	0	67.6	1462.2	1.5	16.1	64.9
		10	70.4	1826.7	1.0	32.4	80.7
		20	85.8	1864.9	0.5	26.1	83.8
91.3W-5.8Ni-2.9Fe	17.2	0	127.2	1702.3	5.0	72.8	37.0
		10	150.9	2057.0	3.5	85.6	69.4
		20	190.8	2112.9	2.5	49.2	75.5

したものである。全体的に静的引張強さに対して、動的引張強さでは、1.8 倍程度の増加が認められる。動的特性については、W含有量の少ない供試材Bの方が供試材Aに対して引張強さは増加しており、また、焼結体に対して水素焼鈍材では大きな差は認められない。

静的引張強さについては、焼結体に対して、水素焼鈍材では、供試材Aでは2分の1に低下しているが、供試

材Bについては、大きな差は認められない。

Fig.3 では、同様に供試材AならびにBと、これをさらに 1200°C で 9h 水素焼鈍した材料のスエーピング率に対する材料の伸びの関係を引張速度をパラメーターとして図示したものである。動的引張試験による材料の伸びは、静的引張試験による伸びに対して著しく低下している。また、焼結体に対する水素焼鈍材の静的試験では供試材Aで7分の1、供試材Bでは、2分の1に低下している。また、動的試験では2分の1に低下していることがわかった。

また、水素焼鈍材の静的伸びに対する動的伸びについては、供試材Aでは、有意差は認められないが供試材Bでは4分の1に低下している。

Fig.4 は、供試材AならびにBと、さらに、これをスエーピング処理後 620°C で 9h 真空焼鈍した材料のスエーピング率に対する引張強さの関係を引張速度をパラメーターとして図示したものである。動的引張強さは静的引張強さに対して全体的に増加しており、1.8 倍程度の増加が認められている。

静的引張強さについては、焼結体ならびに真空焼鈍材共に有意差は認められない。また、スエーピング処理を施すほど引張強さの増加が目立っている。

また、動的引張試験については焼結体ならびに真空焼鈍材ともにスエーピング処理を施した材料ほど引張強さの増加傾向が認められる。

Fig.5 は、同様に、供試材AならびにBと、これをスエーピング処理後 620°C で 9h 真空焼鈍した材料のスエー

Fig. 2 Relation between tensile strength and swaging rate.

Fig. 3 Relation between elongation and swaging rate.

Fig. 4 Relation between tensile strength and swaging rate.

Fig. 5 Relation between elongation and swaging rate.

ーシング率に対する材料の伸びの関係を引張速度をパラメーターとして図示したものである。スエーシング処理後、さらに、真空焼鈍した材料では、伸びの低下が著しくなっている。また、スエーシング処理を施さない焼結体および真空焼鈍材の静的破断伸びについては、供試材AならびにB共に、ほとんど有意差は認められないが、スエーシング処理を施した材料では真空焼鈍材の伸びは焼結材の伸びの2分の1に低下している。また、動的伸びについては、焼結体に対して真空焼鈍材の方が供試材Aでは、5分の2に、供試材Bでは、4分の1に低下しているのが確認できた。

材料に急速に荷重を加えるとひずみの増加も急激となり活性化過程の作動に十分な時間が与えられない。従って材料の塑性変形には温度と同様にひずみ速度が影響を与える。すなわち、ひずみ速度が大きいと引張強さが上

昇し、これは、試験温度を下げた場合と同一の効果と考えられる。特に、スエーシング処理を施した材料ほど、この傾向は顕著になっている。

Photo. 2 は、供試材AならびにBについて、1200°Cで9h 水素焼鈍ならびに真空焼鈍した材料の高速引張破断面のSEM写真の一例である。

水素焼鈍材では、全般的に W-W 粒界の粒界破壊の割合が多くなっている。

また、真空焼鈍材では、W粒子の劈開ならびにW粒子とマトリックス相との界面破壊（マトリックス側界面）の割合が多くなっている。水素焼鈍材については、水素脆化の影響を受け高速引張試験による破壊模様も、静的引張試験による破壊模様と同様な傾向が認められた。

動的材料特性については、静的材料特性と同様に水素焼鈍材では、水素は材料中の W-W 粒界面ならびに W-マトリックス相の界面に比較的多く偏析する⁵⁾ ためにW粒界面を脆化させ、より早く割れの伝播が行われていくものと思われる。

特に、W-W 粒の粒界ならびにW粒子とマトリックス相の界面は、水素脆化の影響を受けやすく、そのために引張強さならびに伸びの低下をきたしている。

焼結体に対して、900°Cで9h 水素焼鈍した材料の静的引張試験結果から引張強さは約10%、耐力は約2%ならびに伸びについては約3.4%の低下が認められた。

これに対して、620°Cで9h 真空焼鈍した材料では、不純物の除去が行われ、W-W 粒界ならびに W-マトリックス界面の結合力を増加させているために静的引張強さは増加傾向にあり、特に、スエーシング処理を施した材料ほど顕著になっている。また、伸びについては、スエーシング処理を施した材料ほど低下している。

しかし、動的引張強さならびに伸びについては、いずれも真空焼鈍材は焼結体に比べて低下している。特に、スエーシング処理を施した材料ほど顕著となっている。これは、スエーシング処理を施した後、熱処理を施した材料では、ひずみ時効硬化により材料が脆化したものと思われる。

Photo. 2 SEM photographs of the fracture surfaces of 95.5W-3.0Ni-1.5Fe alloys.
(A) reheated at 1200°C in H_2 for 9h.
(B) reheated at 1200°C in vacuum for 9h.

IV 結 論

W-Ni-Fe 系焼結合金の真空焼鈍ならびに水素焼鈍した材料について温度およびひずみ速度依存性について検討した結果以下に示す事が明らかとなった。

- (1) 室温および低温域における変形機構は熱活性化機構から説明され、温度低下、ひずみ速度増加に伴い引張強さは上昇するが伸びは降下する。
- (2) 今回作製した焼結体（供試体AおよびB）の低温引張試験の結果、室温（20°C）に対して、-60°C では、引張強さは約1.2倍程度上昇しており、伸びについては、3分の1に低下している。
- (3) 水素焼鈍材の低温引張試験結果から引張強さは室温に対して、-50°C では1.2倍程度上昇しているが、伸びについては5分の1に低下している。
- (4) 焼結体ならびに水素焼鈍材共に静的引張強さに対して動的引張強さは1.8倍程度の増加が認められる。
また、伸びは2分の1に低下している。
- (5) 真空焼鈍材については静的引張強さに対して動的引張強さは1.8倍程度の増加が認められた。
また、伸びについては静的伸びに対して動的伸びは3分の1に低下しているのが認められた。一方、静的

引張強さでは、真空焼鈍材の方が、焼結体に比較して、わずかに増加しているが、逆に、動的引張強さでは、真空焼鈍材の方が、4分の3に低下しているのが認められた。

- (6) 動的引張強さについては、スエーディング処理体ほど引張強さは増加している。
- (7) 水素焼鈍材ならびに真空焼鈍材の高速引張破断面のSEM観察から水素焼鈍材では、W-W粒界の粒界破壊の割合が多く、真空焼鈍材では、W粒子の劈開ならびにW粒子とマトリックス相との界面破壊（マトリックス側界面）の割合が多くなっており、静的引張試験による破壊模様と同様な傾向が認められた。

文 献

- 1) Ekbohm, L. B.: Mod. Dev. Powd. Met., **14** (1981).
- 2) Meyer, W. and Kunze, H. D.: *Staskewitsch, E. Proc 7th Int Symp Ballistics* (1983) Haag, 289.
- 3) H. K. Yoon, S. H. Lee, S. J. L. Kang and D. N. Yoon: J. Mat. Sci., **18** (1983), 1374.
- 4) H. Hofmann and G. Petzow: Mod. Dev. Powd. Met., **17** (1985), 17.
- 5) C. Lea, B. C. Muddle and D. V. Edmonds: Met. Trans. A., vol. **14A** (1983), 667.

新 入 正 会 員

(昭和64年1月5日現在)

氏 名	卒業学校	卒業 年次	会 員 番 号	専 門	勤 務 先	現 住 所
大 橋 憲太郎	京都薬大	46	105105	層間化合物	607 京都市山科区御陵中内町5 京都薬科大学薬品物理化学 075-581-3161	602 京都市上京区寺町通今出川 上ル二丁目鶴山町3-14 075-211-0375
中 村 和 彦	千葉工大	43	141086	変形工学	275 習志野市津田沼2-17-1 千葉工業大学精密機械工学科 0474-78-0513	281 千葉市朝日ヶ丘町3273 にれの木台2-23-501 0472-76-1130
中 平 敦	東 北 大		141087	物 性	239 横須賀市走水1-10-20 防衛大学校 物理 0468-41-3810	239 横須賀市西浦賀5-36 川間3-311 0468-43-2824
伊 藤 太一郎	大阪府大	40	102102	薄膜工学	591 堺市百舌鳥梅町4-804 大阪府立大学工学部金属工学科 0722-52-1161	630-01 生駒市真弓4-13-15 07437-8-3902
Kim Han Kyu			501037		Kwangwha-Moon, K.P.O. 327. Seoul, Korea	
新 谷 省 吾	中 央 大	57	122048	スプレッド ドライヤ	226 横浜市緑区池辺町3847 大川 原化工機開発部 045-932-4115	259-03 神奈川県足柄下郡湯河 原町吉浜301-10 0465-62-5984
筒 井 哲 郎	東 大	39	133011	スプレッド ドライヤ	226 横浜市緑区池辺町3847 大川 原化工機技術部 045-932-4115	201 狛江市駒井町3-4-7 03-480-0896
中 村 泰	東 大	33	141088	素材製造 化学（フ ェライト 磁石）	113 文京区本郷7-3-1 東京大学 工学部 金属工学科 03-812-2111	141 品川区上大崎2-10-45-301 03-442-1760
倉 品 満	名 大	62	113034	ファイン セラミッ クス	485 小牧市大字下末字五反田434- 3 NGK エレクトロニクス(株) IC パッケージ部技開課0568-73-2203	485 小牧市大字二重堀1058 日本ガイシ小牧寮404号 0568-77-3523
戸 高 秀 幸	鹿児島大	57	135030		880-02 宮崎県 宮崎郡 佐土原町下 田島7826-28 宮崎松下電器(株) 磁 性材(工)技術課 0985-73-1311	880 宮崎市吉村町西中甲1297 0985-27-1509