

Cu-Be(2.0%)合金の時効に伴う組織変化について

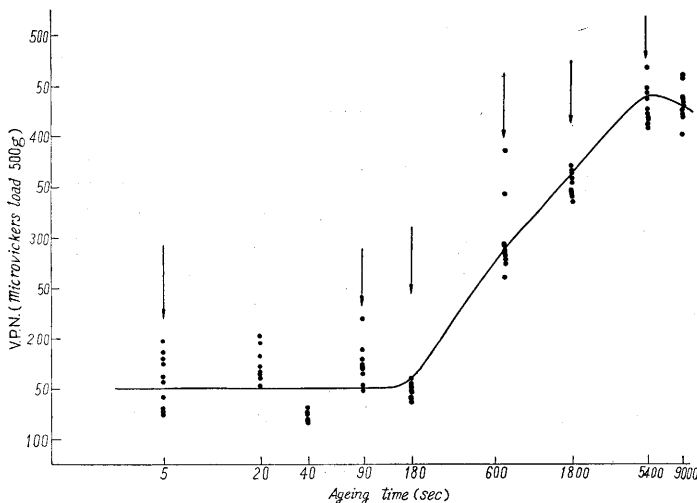
On the Microscopic Structure of Ageing Cu-Be (2.0%) Alloys

西 川 精 一・小 林 繁 美

1. ま え が き

ベリリウム銅の利用について現在わが国では計測材料研究部会が中心となって、その工業的製造過程を主体にした種々の研究が進められている段階であるが、もっと問題を基礎的部分にしはってもまだ多くの問題点が残されているように考えられる。とくに Cu-Be 系状態図の β 相領域、またその最も大きい特性である過飽和 α の分解過程についても研究の余地が多分に存在している。

Gruhl と Wassermann¹⁾の研究によると、Be 約 2% 合金を 325°C 以下の温度で時効を行なわせた場合、時効の進行とともに体心正方重格子の中間相 γ' が現われることを指摘している。この中間相はさらに時効を進めると、安定な体心立方重格子 γ 相 (β' 相) に移行する。この Gruhl 等の研究結果はデバイ写真の解析によるものであるが、考え方によっては新しい中間相は面心立方重格子としてもよいようである。新しい回折線の弱いことと、 α 相よりの回折線の非常に大きい diffuseness のために結果はかなりあいまいである。事実 Bassi²⁾の研究によると 2.4% Be 合金において時効中面心正方格子が現われ、これが時効時間とともに面心立方格子にもどる。しかもその間 X 線的には新しい相として γ 相のみを認めると述べている。このほか γ' 相を認めていない



第1図 No.1 Cu-2% Be 合金試料の 350°C 時効硬化曲線
溶体化処理：アルゴン気流中 810°C, 30 分加熱後水中焼入。
図中矢印は本文中の組織写真に相当する各段階を示す。

第1表 実験試料の化学組成

試料番号 No.	組 成 (%)				
	Be	Co	Fe	Si	Cu
1	2.0	0.25	0.007	trace	bal.
2	2.0	0.26	0.027	trace	bal.

研究結果もかなり多い^{3),4)}。もちろん γ' 相は顕微鏡的にも掴まれていないが、Gruhl 等は硬化中に現われる結晶粒内の回り模様と関係のあることを指摘している。本研究も上述の基礎問題を究明することを目的とするものであるが、まず 350°C の時効中に現われる結晶粒内の回り模様について得られた結果を報告する。

2. 実験試料および方法

(イ) 試料 実験試料としては第1表に示したような化学組成をもった、厚さ約 0.5mm の板材を使用した。冷間加工状態のこの板をアルゴン気流中で約 1 時間 810°C に加熱してから水冷を行なった。熱処理のために板に発生した変形を除く目的で、非常に軽度の矯正ロールを行ない、これより約 15mm×15mm の試料を切断して使用した。時効処理はシリコン油中で行ない、寒暖計を用いて測温した。

(ロ) 組織の観察方法 時効試料の組織観察は光学顕微鏡および電子顕微鏡により行なった。試料はバフ研磨後 Cr₂O₃ (20g) + NH₄Cl (37.5g) + HNO₃ (25cc) + H₂SO₄ (25cc) + H₂O (450cc) の組成をもった試薬で化学研磨と同時に腐食を行ない、これをさらに 1% Cr₂O₃ aq の電解液で電解腐食を行なった。電子顕微鏡試料は主として化学研磨のみであり、アセチールセルローズとカーボンの 2 段階レプリカにクロムシャドウを施し観察した。

3. 実験結果

No. 1 の試料を 350°C で時効させた場合の硬化曲線は第1図に示してあるが、カタサの測定は荷重 500g の微小硬度計を使用し、測定時間ごとに別々の試料を用いた。曲線は 3 分後から急に立ち上がり 1.5 時間で最高値を示し、以後軟化を示す。図中矢印の部分の組織を観察したが以下これを示す。

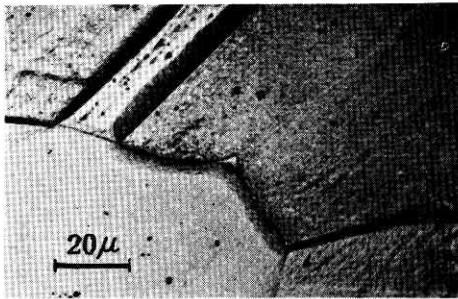


写真 1. No. 1 Cu-2% Be 合金の 350°C, 5 秒時効後の組織

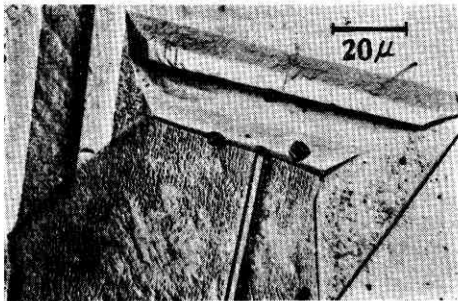


写真 2. 写真 1 と同じ試料の 350°C, 90 秒時効後の組織



写真 3. 350°C, 180 秒時効後の組織

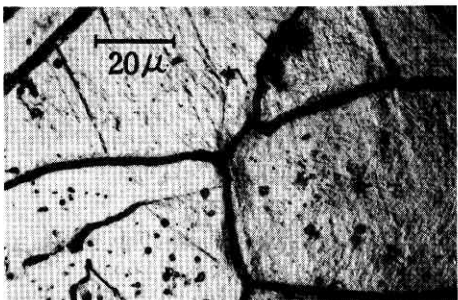


写真 4. 350°C, 600 秒時効後の組織

5 秒後の組織は写真 1 に示したように結晶粒内にも粒界にもなんらの変化を認めない。1.5 分後の組織も写真 2 に示したように写真 1 と変わるところがない。3 分後になると写真 3 に見られるように粒界に反応が現われ始め 10 分後には写真 4 のように粒界反応がさらに進行する。

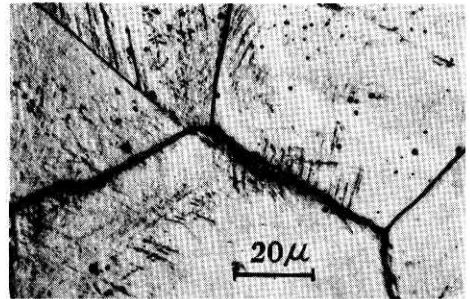


写真 5. 350°C, 1800 秒時効後の組織

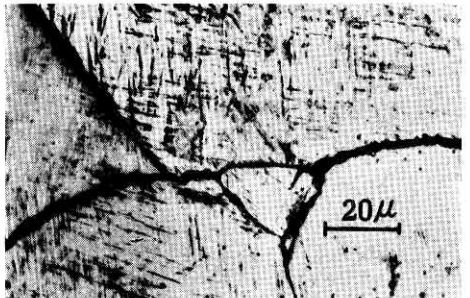


写真 6. 350°C, 5400 秒時効後の組織



写真 7. 写真 6 と同一試料の偏光組織



写真 8. No. 2 Cu-2% Be 合金の 350°C, 5400 秒時効後の偏光組織

30 分後になると写真 5 のように粒内に迂り模様が現われ始め、1.5 時間後の最高硬度に達する所では写真 6 のようにこの迂り模様が非常に多くなる。偏光でこの状態の試料を観察すると写真 7 のように matrix 中には非常に細かい迂りと複雑な変形双晶の存在を認める。この場合粒界反応領域は白く光って見える。



写真 9. 写真 8 と同一試料の 350°C, 9000 秒時効後の偏光組織

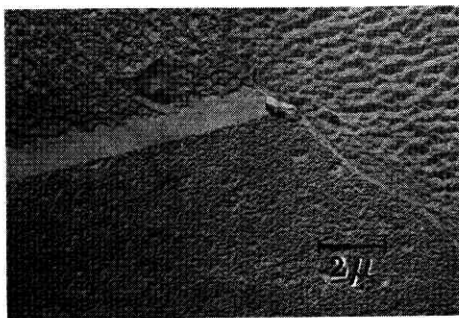


写真 10. 写真 1 と同一試料の電子顕微鏡写真

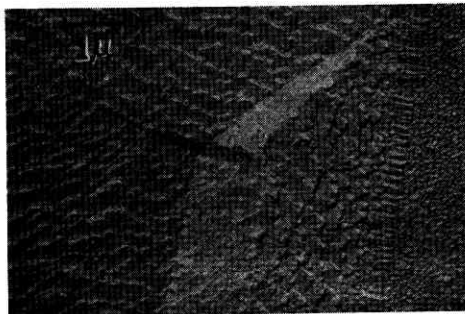


写真 11. 写真 10 と同様, 別の視野

No. 2 の試料は粒界反応の非常に激しい例であるがこの場合も 1.5 時間後に最高硬度を示し, 2.5 時間で軟化を示す。その最高値付近の組織を偏光で見ると写真 8, 写真 9 に示したように結晶粒内には非常に細かい γ 相が交叉し, 複雑な模様を形成している。

以上の関係を電子顕微鏡で観察すると, No. 1 試料の 350°C, 5 秒加熱後の組織は写真 10, 写真 11 に示したように結晶の粒界も粒内も非常に均一であることがわかる。これが最高硬度に達する 1.5 時間後には写真 12, 写真 13 のように複雑な粒界反応とともに, 粒内には結晶の γ 相変形に起因するものと考えられる凹凸が現われるが析出らしい相は認められない。

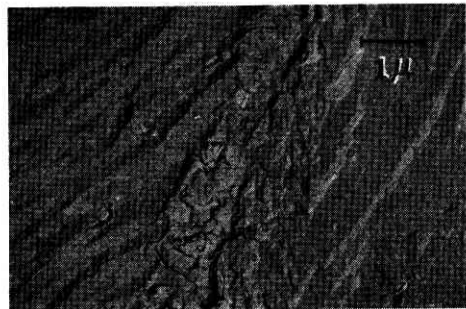


写真 12. 写真 6 と同一試料の電子顕微鏡写真

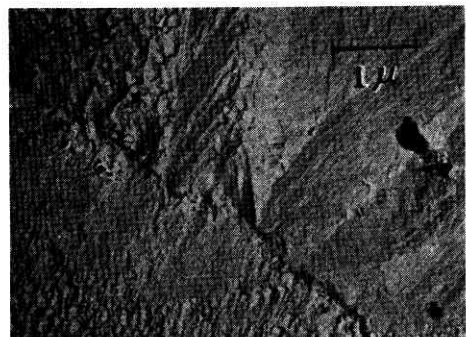


写真 13. 写真 12 と同様, 別の視野

以上の結果をまとめると, ベリリウム銅の 350°C 時効過程に現われる γ 相の模様は焼入れの際の熱応力によって発生した γ 相の優先析出ではなく, α 相の変態に基づく一種の γ 相変形によるものであるように観察された。したがって α 相は全体として時効中に非常に大きい塑性変形を受けているものように考えられ, α の変態はもちろん組成変化を伴っているため溶質原子 Be の位置交換反応は起きているのであろうが, それとともに γ 相を伴った機構によって進行したものである。(1960. 11. 12)

参考文献

- (1) W. Gruhl and G. Wassermann, Metall, Vol. 5, No. 5/6, P. 93-98 (1951)
No. 7/8, P. 141-145 (1951)
- (2) G. Bassi, Z. Metallkunde, Vol. 47, P. 417 (1956)
- (3) O. Dahl, E. Holm and G. Masing, Wiss. Veroeff. Siemens-Konzern, 8, P. 154 (1939)
- (4) A.G. Guy, S.C. Barrett and R.F. Mehl, Metals Techn., Publ. No. 2341 (1948)