

長岡技術科学大学	正	○ 武藤 睦治
長岡技術科学大学院		森脇 康充
長岡技術科学大学		米山 英郎
東芝	正	永田 晃則

1. はじめに

高融点金属としては、タングステン、レニウムおよびモリブデンなどが代表例であり、フィラメント支持体、グリッドなどの管球材料あるいは発熱体として広く利用されている。これらの金属は高温強度に優れ、低熱膨張係数を有するといった特徴を持ち、これらの特徴を生かして将来的には例えば原子炉用の耐熱構造用材料としての利用が期待されている。一般に高融点金属は延性に乏しく高強度・低じん性な材料であり、構造用材料として用いる場合には、他の金属との合金化によって延性および高温特性の改善が図られている。これら高融点金属の耐熱構造材としての利用を考えた場合、高温下での強度・破壊特性を明らかにしておくことが強度設計上ならびに、材料開発上重要である。著者らはこれまで、WおよびW-Re合金について高温強度および高温破壊じん性を調べ、高温破壊特性を明らかにしてきた⁽¹⁾。

本研究では、MoおよびMoに微細なTiC、ZrC等の炭化物を分散させることにより高温特性の向上を図った析出分散強化型Mo合金TZMをとりあげ、室温から800℃までの温度範囲で破壊じん性試験を行い、破壊じん性値ならびに破壊機構の温度依存性について検討を行った。

2. 実験方法

供試材として、純度99.95%のMo、およびMoに0.5wt%のTiおよび0.075wt%のZrを含有するTZMを用いた。これらの製造工程は、粉末充填→CIP成形→焼結→鍛造である。供試材より、寸法が5×10×55(mm)の試験片を切り出した。用意した試験片の半数には鍛造の際の残留応力の除去を主目的とし、Moについては1300℃、30min、TZMについては1250℃30minの条件で焼鈍を行い、試験に供した。この熱処理に伴い、両材料とも再結晶を生じ、粒径は大きくなり、室温での硬度もMoの場合240→170Hv、TZMの場合275→195Hvと低下した。

試験片にはまず疲労予き裂導入のためのスタータとして、厚さ約1mmの精密切断砥石により深さ約3mmの切り欠きを加工し、その先端にさらに幅約0.1mm、深さ約1mmの鋭い切り欠きを放電加工により導入した。疲労予き裂は、油圧サーボ式疲労試験機によりスパン長さ40mmの三点曲げ負荷、応力比R=0.1、周波数20Hzの正弦波により導入した。疲労予き裂長さは全予き裂長さaと試験片幅Wの比がa/W=0.6となるように制御した。

本供試材は室温では脆性材料であるが、高温では延性的破壊挙動を示し、小規模降伏条件を満たさなくなる。このため本研究ではJ_{IC}試験を、側溝を付けた単一の試験片の最大荷重点よりJ_{IC}値を求めることが可能な簡便J_{IC}試験法^(2,3)を用いて行った。側溝は疲労予き裂導入後厚さ1mmの精密切断砥石を用い、深さが(B-Bn)/B=0.25となるように加工した。ここで、Bは公称板厚、Bnは正味板厚である。試験片の形状・寸法をFig.1に示す。

J_{IC}破壊じん性試験を室温から1000℃の範囲で行った。試験にはインストロン型万能試験機を用い、スパン長さ40mmの三点曲げで、負荷速度0.5mm/minの条件で行った。高温での試験には、試験機に真空電気炉をとりつけ、所定の温度に達してから15min保持した後負荷を加えた。試験温度は±3℃に制御し、そのときの真空度は3～6mPa程度であった。変位および荷重の検出は、電気式精密変位計とロードセルの出力を動ひずみ計を介してX-Yレコーダに出力する形を取ったが、その際高温下では荷重点変位を直接測定することが不可能だったため、試験片の代わりに十分剛体とみなせる30×25×55(mm)のサイアロンを設置し、炉外の所定の位置の変位を測定することにより試験機のコンプライアンスを求め、炉外で測定した荷重-変位曲線を補正した。このようにして求めた荷重-荷重点変位曲線より、破壊じん性値J_{IC}を求めた。J_{IC}値の算出には次式を用いた。

$$J_{IC} = 2A/B'b, \quad B' = \sqrt{B \cdot Bn}$$

ここで、A：最大荷重点までの荷重-荷重点変位曲線下の面積、B'：側溝付試験片の有効板厚、b：リガメント長さである。

3. 実験結果および考察

破壊じん性値J_{IC}の温度依存性をFig.2に示す。鍛造のままのMoの破壊じん性値は温度の上昇とともに、徐々に増加するが、600℃を越えると低下した。これに対し焼き鈍しを施したMoは室温から400℃まで低じん性を示すが、400℃を越えると急速に増加し、鍛造のままのMoよりも高じん性を示し、明瞭な脆性-延性遷移挙動が認められた。TZMの場合もMoの場合と同様の傾向を示し、焼き鈍しにより破壊挙動に大きな相違が認められた。TZMはTiCおよびZrC等の析出強化により硬度・強度の向上が知られており、今回のような高温破壊じん性試験においても、焼き鈍し材の脆性-延性遷移温度は300℃程低温側にあり、この意味でじん性も改善されている。しかし、

700℃を越える高温においてはMoの方が高じん性を示した。

破面観察結果によると鍛造のままのMoは室温から400℃まではせん断破壊が支配的であり、600℃以上では一部粒界破壊を含むせん断破壊となっていた(Fig.3)。焼き鈍しを施したMoの破面は、室温から200℃まではへき開破壊を含む粒界破壊、400℃以上では予き裂先端からストレッチゾーンを経てデインプル破壊へと移行する延性破壊の形態をとっていた。一方、鍛造のままのTZMはいずれの温度においてもせん断破壊が支配的であった。焼き鈍しを施したTZMは、室温から100℃までは擬へき開破壊が支配的であり、200℃を越えると破面は延性的となり、疲労予き裂部からストレッチゾーンを経てデインプル破壊へと移行していた。なお、ストレッチゾーン幅は高温になるほど大きくなっていた(Fig.4)。

鍛造のままのMoおよびTZMは、いずれの温度においても、側溝が付与されているにも係わらず、予き裂方向から大きくそれた、せん断破壊を示した。これは、よくわからないが、高強度でかつ、鍛造時の残留応力の影響を強く受けたためと推察される。従って、高温構造材として、MoあるいはTZMを利用する場合には、適切な温度条件で焼鈍し残留応力をのぞくとともに高度を下げる事が重要と思われる。

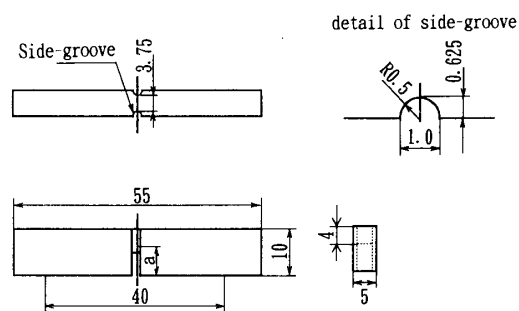


Fig.1 Fracture toughness specimen.

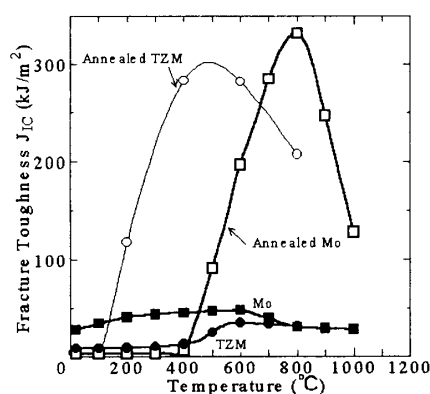


Fig.2 Temperature dependence of J_{IC}

4. おわりに

鍛造のままおよび焼き鈍しを施したMoおよびTZMについて、室温から1000℃の温度範囲で破壊じん性試験を行い、以下の結論を得た。

(1)鍛造のままのMoおよびTZMはいずれも試験温度によらず脆性急速破壊を生じ、破面はせん断破壊が支配的であった。

(2)焼き鈍しを施したMoおよびTZMは、室温では脆性破壊を示すが、Moの場合400℃、TZMの場合100℃を越えると延性的破壊を示し、破面は予き裂部からストレッチゾーンを経てデインプル破壊へと移行していた。

(3)Moに微量のTiおよびZrを添加したTZMの脆性-延性遷移温度は、Moに比べ300℃程度改善されている。しかし、700℃を越える温度ではMoの方が高じん性を示した。

(4)焼き鈍しを施すことによりMoおよびTZMの高温じん性は改善され延性的破壊挙動を示すようになるので、高温構造材料として利用する場合には、鍛造後適切な焼き鈍しを施すことが望ましい。

文献

- (1)Y.Mutoh, et al., J. of Materials Science 30(1995)770-775.
- (2)武藤・坂本・野村・綾、機論、51-468(1985)2008-2013.
- (3)武藤・坂本・竹田、機論、55-515(1989)1613-1618.

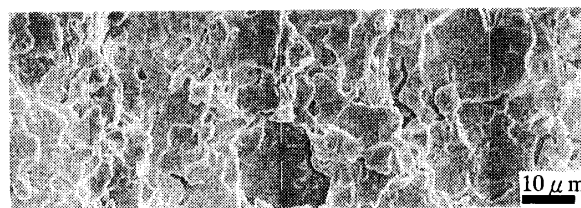


Fig.3 A fractograph of as-forged Mo specimen tested at 600℃

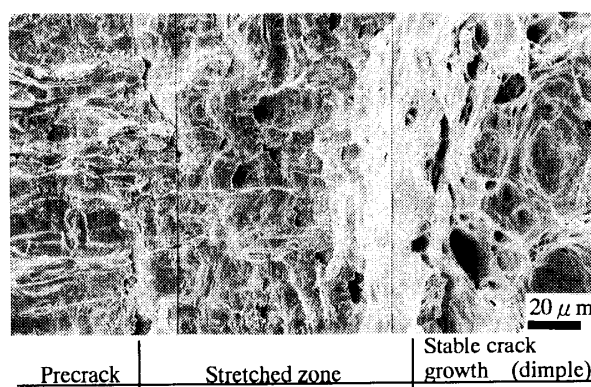


Fig.4 A fractograph of annealed Mo specimen tested at 600℃