



HOKKAIDO UNIVERSITY

Title	加工デュラルミン系合金の低温焼鈍或は復元：処理に依る性能改善効果及びその機構（第2報）
Author(s)	幸田, 成康; Kōda, Sigeyasu
Citation	北海道大學工學部彙報, 3, 167-184
Issue Date	1949-12-20
Doc URL	https://hdl.handle.net/2115/40455
Type	departmental bulletin paper
File Information	3_167-184.pdf



加工デュラルミン系合金の低温焼鈍或は復元 処理に依る性能改善効果及びその機構

(第 2 報)

教授 幸 田 成 康

(昭和 24 年 1 月 6 日)

On the Low-temperature Annealing and the De-hardening Treatment of Quenched and Cold-worked Duralumin Type Alloys. Part II.

Sigeyasu Kôda

(1) If duralumin type alloys are quenched and cold-worked, they will have high strength, but poor elongation. However, when they are heat-treated adequately after quenched and cold-worked (of course age-hardened), their elongation will be improved better, and their high strength unchanged as before. In Part I of this report which was published in 1943, the author investigated such conditions of the heat-treatment which improves the elongation and does not decrease the tensile strength, and could deduce successfully an experimental formula of the relation between the temperature of the heat-treatment and the optimum time at that temperature.

(2) In this report, the author will discuss the mechanism of such improvement effect experimentally.

(3) A first group of specimens chosen in this research were quenched and cold-worked duralumin of various working degrees such as 0, 9, 31, 56 and 67%. The other group of specimens were cold-worked Al-Mg alloys containing magnesium 0, 1, 2, 3 and 4% respectively. The latter is not age-hardenable.

(4) All the specimens were heated for 1 hr. at various temperatures from 100° to 400° with intervals of 50°. In duralumin specimens we can see the improvement effect at 150° 1 hr. annealing as we expected, but at 200° the elongation decreases. In the specimens of Al-Mg alloys, the elongation which became poorly by the cold-working becomes better and better with the temperature rise to 300°, but at the same time the tensile strength becomes lower and lower.

(5) Next I applied X-ray diffraction methods to make analysis the structure change accompanied by the annealing. Contrary to my expectation, at the annealing temperature which have improvement effect, I could not observe any change on the X-ray diffraction patterns. All structure changes such as reduction of lattice distortion or recrystallisation phenomena were observed at higher temperatures

(6) However at a little higher temperature of the annealing than that which have improvement effect, we could observe a little reduction of the lattice distortion, so we may conclude that the increase of the elongation by the low temperature annealing is due to the recovery phenomena of the cold-worked materials.

(7) Then next it will be a question that the tensile strength of duralumin specimens does not change by such annealing. This matter we may explain following; in duralumin alloys the low temperature annealing which have improved effect on elongation is just the temperature of de-hardening heat-treatment, and just below the temperature which results precipitation hardening; so the tensile strength obtained by the age-hardening and the cold-working will be kept nearly constant by these factors concerning the age-hardening phenomena.

(8) We can expect such improvement effect on all alloys age-hardened naturally and artificially for the reason above mentioned.

目 次

I. 緒 言	168
II. 焼入加工デュラルミンの焼鈍の試験. その一, 性能試験	169
III. 焼入加工デュラルミンの焼鈍の試験. その二, X線的研究	172
IV. 焼入加工デュラルミンの焼鈍の試験. その三, 定速加熱の場合	175
V. 非時効性合金の焼鈍の試験	178
VI. 低温焼鈍効果機構の考察	181
VII. 附帯的な試験. Cu 4%を含む Al-Cu-Mg 合金の低温焼鈍効果	182
VIII. 結 論	184

I. 緒 言

焼入後加工したデュラルミン, 24S, アルドライは, 抗張力は強くなるが伸が非常に悪くなる. しかしこれに低温焼鈍或は復元処理を施すと, 強くなつた抗張力は減ぜず, 失はれた伸が相當改善される. これに關する詳細な實驗的研究を第1報で取扱つた¹⁾. その結果, かかる効果ある熱處理温度と熱處理時間とは簡単な一つの式で關係付けられ, 今熱處理温度を絶対温度 T で示し, その温度で最適の熱處理時間を t とすると, $\frac{1}{T} = a + b \log t$ (但し a, b は常數) で與へられることを知つた. これから見ると所謂低温焼鈍による性能改善効果と復元處理による性能改善効果とは, その機構同一なることが推論される.

本報告はこれに引續き, その機構如何を問題とし, 併せて如何なる種類の合金に就いてかかる効果が期待出来るかを實驗を基に考察したものである.

實驗に採用した熱處理としては, 上述の如く低温焼鈍による性能改善効果と, 復元處理による

1) 幸田: 北海道大學工學部紀要, 第7冊, 第2號 (1943), 465.

ものとは同一の原因と考へられる故、ここではすべて熱処理時間1時間の時につき考へることとした。さうすると、この場合低温焼鈍による性能改善効果は150°の時に現はれる。故に問題は、150°1時間の熱処理によつて何故抗張力が變らず伸のみが改善されるのか、といふ形になる。復元処理の方をとりあげなかつたのは、熱処理時間が1時間の方が實驗上取扱ひ易いことによる。

II. 焼入加工デュラルミンの焼鈍の實驗

その一 性能試験

(1) 試料

試料は第1報の第1表、第2表記載のものと同じ2mm線で、次表の如きものである。

第1表 試料としたデュラルミンの化學組成

元 素	Cu	Mg	Mn	Fe	Si	Al
%	4.11	0.49	0.44	0.30	0.27	残

第2表 試料の製造工程

試料記號	製 造 工 程	加工度 %
A	冷間鍛引 → 2.0 mm (510°, 1時間加熱焼入, 後充分常温時効硬化せしむ)	0
B	→ 2.1 mm (同上焼入直後) 冷間鍛引 → 2.0 mm (常温時効)	9
C	→ 2.4 mm (") → " "	31
D	→ 3.0 mm (") → " "	56
E	→ 3.5 mm (") → " "	67

(2) 焼鈍處理

以上5種の試料を50°から400°に至る50°おきの各温度に夫々1時間焼鈍し、空冷、1ヶ月餘室温(30°)に放置した後、各種試験に供した。ここで1ヶ月の経過時間をおいたのは、加工しないもの又は加工度の小さいものは150°の場合に弱い復元と再時効をあらはすし²⁾、又400°では多少焼入効果が生ずる爲めの時効現象があるからである。

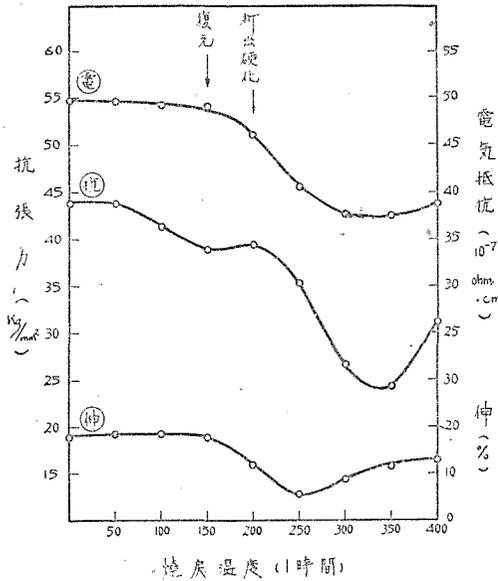
(3) 性能變化

焼鈍に伴ふ性能變化を知る試験としては、抗張試験による抗張力と伸及び電氣抵抗測定を行つた。

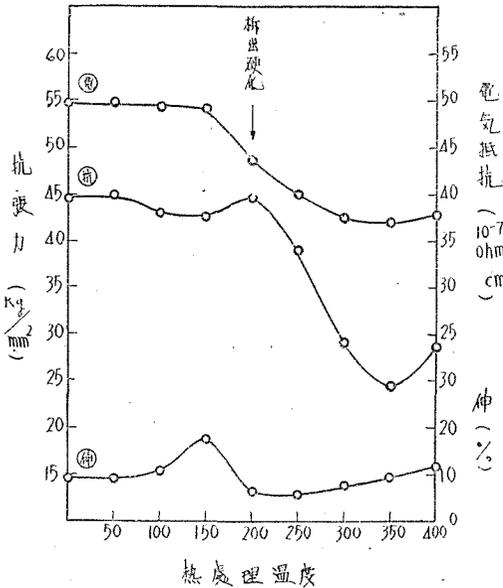
(4) 性能試験結果

(a) 加工せざるものの場合 普通の焼入時効したデュラルミンの場合で、この時の熱処理は

2) 強加工度のもものではこの差小。



第1圖 焼入常温時効硬化せるデュラルミンを各温度に1時間焼戻し1ヶ月後に測つた結果 (試料A 2mm線)



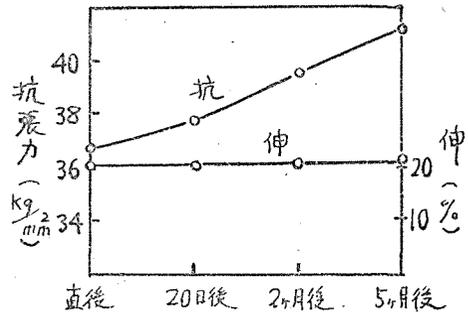
第3圖 焼入後9%加工したもの

殆ど變らない。ただ伸のみは僅かの加工で甚だ劣化した——加工しないものの19%が、僅かの加

3) 詳細は 幸田：北海道大學工學部紀要第8冊第1號(昭和22年)107。なほ“析出”といふ言葉を本報告では極めて常識的に用ひることとする。現在過飽和固溶体から化合物の析出した平衡状態に移る過程が細かく知られた爲め“析出”といふ言葉の持つ内容が漠然として來たけれど。

焼鈍では無く單なる焼戻である。一應比較の爲め行つたもので、第1圖がその結果である。

圖に見る如く、抗張力は150°まで徐々に低下し、200°で一旦稍上昇し、再び350°まで急激に減少し、後上昇する。電気抵抗は150°迄は殆ど變化なく、200°に至つて減少し、350°あたりで最低に達する。伸は200°で低下をはじめて、250°で最低になる。よく知られている様に電気抵抗の變化は固溶体の濃度變化を示すものであることから考へて、200°に於ける抗張力の山は析出に起因する硬化と見做される。伸がこの温度で低下することも析出の結果の硬化であることを示している。その前の150°に於ける抗張力低下は、第2圖の如く1時間焼戻のものが常温放置によつて再時効能を示すことから見て、弱い復元——多少局部的な析出をも混へた³⁾——であると考へられる。350°以上での抗張力の再増加は、析出物の再熔解に伴ふ焼入効果があらはれたものである。



第2圖 150°に60分焼戻せるものの再時効硬化(放置温度30°)

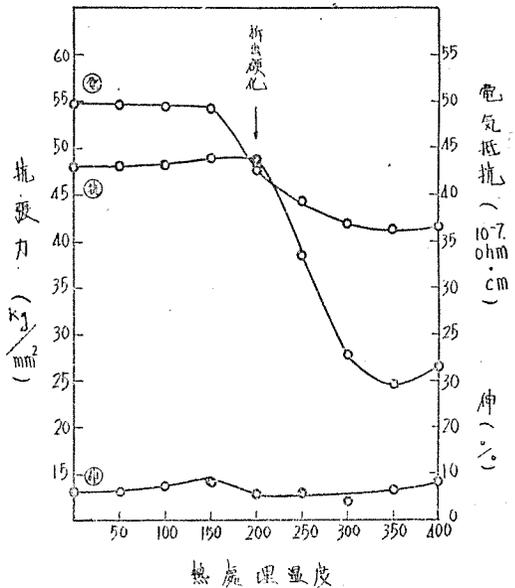
(b) 9%加工せる場合、第3圖の如く抗張力と電気抵抗の變化は、先の焼入常温時効のもの

工で 8.4% に減っている——のが、150° の所謂低温焼鈍で 17.6% 迄急激に回復している。然し 200° に至ると再び悪くなる。全體を通して見るに、結局 150° のところを除き他の傾向は第 1 圖の加工しないものと同じ故、同じ理由により 200° の抗張力の山と伸の減少は析出硬化と考へられる。

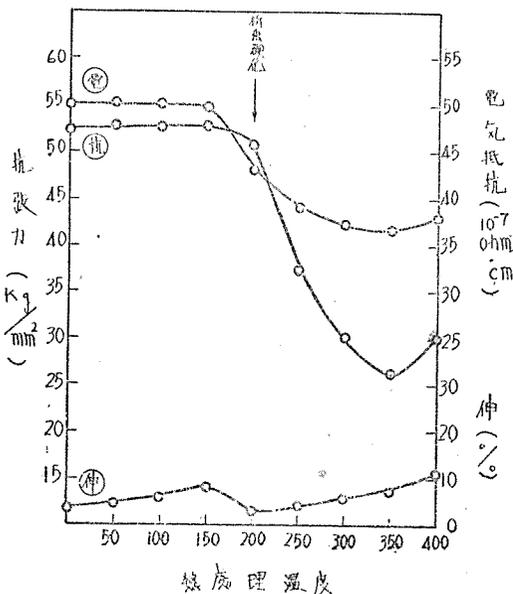
(c) 31% 加工せる場合 第 4 圖がその結果で、矢張り 150° 焼鈍で伸だけが、加工したままの 6% 位から 9% に上昇している。それに次ぐ 200° では電気抵抗、伸の低下に應じて抗張力が最大になつている。この變化は前のもの程顯著ではないが、矢張り析出硬化のところであることは間違ひない。

(d) 56% 加工せる場合 第 5 圖の如く矢張り 150° で伸が 3.5% より 8.3% まで上昇している。200° では電気抵抗と伸が低下していることは前と同じであるが、今度は抗張力も稍減少している。これは加工によつて析出が促進された爲め、加熱時間 1 時間では長すぎて、焼戻による最高性能を示すところを通りこした爲めと思はれる。しかし兎に角時効硬化の上からは、200° は矢張り焼戻による析出硬化のところと相當する。

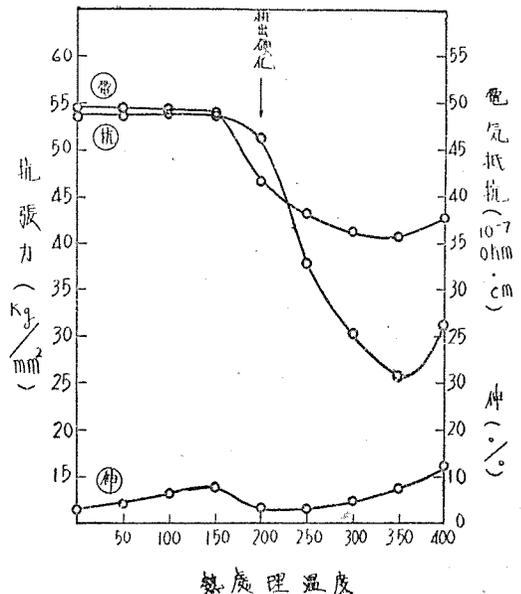
(e) 67% 加工の場合 第 6 圖の如く 150° で矢張り伸の改善が見られている。200° が焼戻硬化



第 4 圖 焼入後 31% 加工したもの



第 5 圖 焼入後 56% 加工したもの



第 6 圖 焼入後 67% 加工したもの

に相當することは、性能上から豫想されることは前述したが、このことは後述の X 線的研究によつても裏書きされる。

以上を総合するに、

1. 孰れも 150° 焼鈍に於て抗張力の低下を伴はない伸の改善が見られること (所謂低温焼鈍効果)
2. 200° 焼鈍は時効硬化の側から見ると丁度焼戻による析出硬化を示すところであること
3. 従つて 150° 1 時間焼鈍の状態は未だはつきりした析出に至らない——もつと正確に言へば硬化に大きい影響を與へるような析出の生じない前の状態であらうこと

が言へると思ふ。

III. 焼入加工チユラルミンの焼鈍の實驗

その二 X 線的研究

(1) 原 理

一般に金屬材料を加工する時には、結晶面の滑り變形に伴ひ、結晶粒の微細化、結晶粒の方向性化 (orientation), 即ち纖維組織、結晶格子の歪みを生ずるが、これ等は孰れも X 線廻折法に依つて簡単に檢知出来る。即ち結晶粒の微細化は X 線廻折寫眞上の干涉線が平滑な線になることから、結晶粒の方向性化は、その干涉線上の所定の個處に濃いところのある所謂纖維圖形 (fiber pattern) を得ることから、又結晶格子歪は干涉線のぼける (diffuse) ことから判定せられる。逆に加工によつて得られた上述の組織上の變化が、焼鈍に依つて變つてゆく有様も同様に簡単に檢知出来、格子歪のとれることは干涉線の sharp になることから、再結晶は細かい點々で干涉線が形成される様になることから判定される。

又熱處理によつて α 固溶體の濃度變化を生ずる合金で、溶體化或はその反對の析出に伴つて固溶體の格子常數の變るものでは、格子常數を X 線的に求めることによつて、溶體化の進行或は析出の進行を知ることが出来る⁴⁾。例へば Al-Cu 合金 (Cu 4~5%) の如きは固溶體中の Cu の濃度と共に格子常數が減少する。従つてこれを焼入して過飽和にすれば α 固溶體の格子常數は、平衡状態の α 固溶體より小さく、焼戻による析出に伴つて過飽和の α 固溶體の格子常數は平衡状態のものに近づく。これを利用して析出の有無を判定することが出来る。

なお焼入後常溫時効せしめると結晶格子に歪みが出来て硬化すると言われるが、この歪みは X 線干涉線の上にははつきりあらはれない。加工の時の歪みと性質を異にする爲めと思はれるが⁵⁾、常溫時効硬化によつて相當の硬化を示す場合でも、普通試料では檢知出来ない。結晶粒の粗大な試料を用ひてやつと分る程度である⁶⁾、従つて普通の實用合金について時効硬化に伴ふ歪みの檢知は

4) 但し X 線では全般的な平均を觀察することになる點注意を要する。

5) 篠田：日本金屬學會誌, 7 (1943), 527.

6) 篠田：日本金屬學會誌, 2 (1938), 475; 3 (1939) 211; 4 (1940) 347.

不可能と言はねばならない。

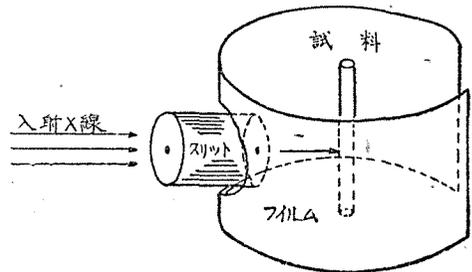
以上より本研究の如き試料に X 線的方法を適用すると、再結晶の有無、加工による格子歪の有無、析出の有無が検知出来るといふことになる。この外に織維組織の變化も見得るのであるが、これは本論に關係ない故、上の三つを X 線的に検知することにした。

(2) X 線的方法

第 7 圖の概念圖で示す様な、普通のデバイ・シェーラー法によつて行つた。カメラ直徑は約 6 cm, X 線は Cu 線。

一つ試料につき、一回は試片を固定のまま、一回は廻轉させて撮影した。

試片固定のものは再結晶の検知に、試片廻轉のものは、析出の有無の判定に用ひた。格子歪検知は再結晶開始前までは歪みがとれないので、いづれのものでもよいのであるが、試片固定の時のを主とし廻轉の時のを従とし、なお直接の視察による外、ミ



第 7 圖 X 線廻折寫眞撮影法

クロフトメーター (理研製 B 型) にかけて形状の上からの視察も行つた。析出有無の判定は本來格子常數の變化を求めるものであるが、今の場合、加工による歪みが消失するまでは干涉線が相當ぼやけて正確を期し難いので、絶對的數値を求めるのは止めて、單に (422) 面からの干涉線⁷⁾ 間の距離をコンパレーターで測つたそのままの數値にたよることにした。

本カメラは圖の如き背面反射型である故、干涉線間距離増加は格子常數の増加と平行する。デュラルミンは溶體化によつて格子常數の減少しているものである爲め、格子常數従つて今の場合の線間距離は析出と共に増大する⁸⁾。

(3) 實驗結果

(a) 析出の判定 (422) 面からの干涉線の線間距離を測定した結果を第 3 表に示す。この (422) 線は、試料に格子歪がない時は明原に Ka_1 による干涉線と Ka_2 によるものとが分離して測ることが出来る⁹⁾。依つてこれを表の a_1, a_2 の欄に別々に記入した。ところが歪みのあるものは、干涉線が diffuse する爲め a_1 と a_2 は分離せず單獨には測定出来ない。この様なものは表の a_1 と a_2 の中間に測定値を記入した。この測定値は大體 a_1 と a_2 の強度の比即ち 2:1 に應じて、 a_1 と a_2 の夫々の線間距離を分けたもの、換言すれば

$$\frac{(a_1 \text{ の線間距離}) \times 2 + (a_2 \text{ の線間距離})}{3}$$

7) フィルム上の位置もよく一番明瞭であるので採用する。

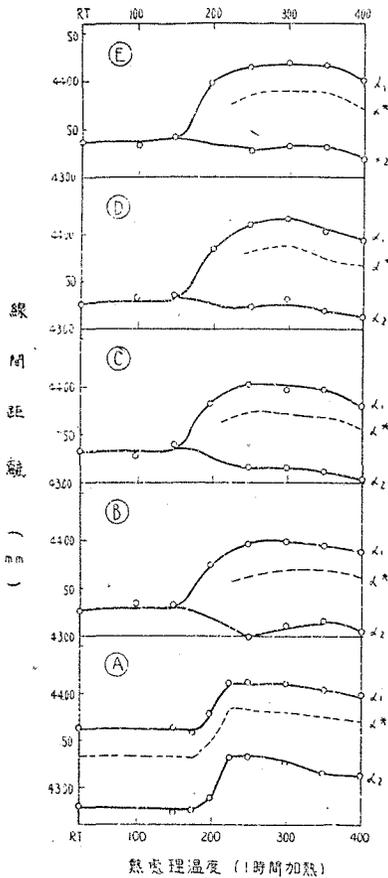
8) 武内：日本金屬學會誌，2 (1933)，514。

9) 銅の特性 X 線， $Ka_1 = 1.537395 \text{ \AA}$ ， $Ka_2 = 1.541232 \text{ \AA}$

第3表 各温度に1時間焼鈍せる時の(422)干渉線の線間距離の變化

温 度	線 間 距 離 (mm)									
	A		B		C		D		E	
	a_1	a_2	a_1	a_2	a_1	a_2	a_1	a_2	a_1	a_2
RT	43.63	42.81	43.27	—	43.33	—	43.26	—	43.38	—
100°	—	—	43.33	—	43.29	—	43.32	—	43.37	—
150°	43.62	42.75	43.32	—	43.39	—	43.35	—	43.42	—
175°	43.57	42.89	—	—	—	—	—	—	—	—
200°	43.80	42.89	43.74*	—	43.84*	—	43.84*	—	43.98*	—
225°	44.09	43.30	—	—	—	—	—	—	—	—
250°	44.09	43.32	43.95	42.99	44.02	43.16	44.11	43.23	44.13	43.26
300°	44.07	43.25	43.97	43.10	43.97	43.16	44.16	43.30	44.17	43.31
350°	44.01	43.17	43.94	43.13	43.98	43.12	44.02	43.18	44.15	43.30
400°	43.97	43.14	43.89	43.05	43.81	43.04	43.94	43.13	43.99	43.19

Al 400° × 1 hr. 焼鈍せる場合 a_1 44.07 a_2 43.26



第8圖 焼鈍に伴ふ線間距離の變化

なる如き線間距離を測つてゐるものと大體見做される。第8圖は以上の結果を圖示したもので、圖中の a_2^* と記入した點線は、 a_1 と a_2 が分離したのものにつき、上の如き計算を行つて、分離しない時との比較に都合よくしたものである。なおBからEに至る試料即ち加工したものの200°の線間距離の測定値は、 a_1 と a_2 とが分離しかけて來たところである爲め、 a_2 は測定出來ないが、圖から見ると a_1 のpeakを測つてゐることが分つたので圖はその様に描いてある。表の方にも數字の上に*印を入れて他と區別した。

扱て以上の結果を考察するに、普通の焼入デユラルミンは200°に於て析出がはじまつて、225°で最大の線間距離になり、丁度アルミニウムの場合(第3表欄外)と同じになつてゐる。200°は前章の性能試験によれば焼戻硬化のところに相當し、このことは析出初期に於て析出硬化が著しいことを教へてゐる。なほ225°で線間距離の測定値が既に一定値になつてゐるのに、電氣抵抗の方はまだ下降するのは、恐らく析出物が粒界に凝集してくる爲めではあるまいか。

次に加工したものを見るに、孰れも略同様の變化を示し、150°では變らず、200°から變つて來てゐる。加工しない場合よりも變化を示す温度が低くなつたのは、加工が析

出を促進した爲めである。この変化は又電気抵抗の変化とも一致する。この場合にも矢張り析出硬化を示すところが、線間距離が完全に増大した時、即ち固溶体濃度が最小になつた時でないことは注目してよい。問題の低温焼鈍効果のある 150° では明らかにかうした固溶体濃度の大きい変化が起つていないところである。既に X 線的方法にかからない局部的な濃度変化はあるかも知れないが 150° は大きい濃度変化の起らない内だといふことが言へる。

(b) 格子歪と再結晶の判定 (422)線のマイクロフォトメーター記録を圖版 1-4 に示す。同圖及び直接の X 線寫眞の觀察から得られた結果は一括第 4 表に示す。

第 4 表 加工デュラルミン焼鈍の X 線の試験結果
(格子歪及び再結晶)

焼鈍処理		B	C	D	E
温度	時間	加工度 9%	31%	56%	67%
100°	1時間	D	D	D	D
150°	"	D	D	D	D
200°	"	d	d	d	d
250°	"	S	s	s	s
300°	"	S	S	S	S
350°	"	S	S	S r	S r
400°	"	S	S r	S R	S R

これから見るとデュラルミンの場合は再結晶温度が極めて高く、31%加工度で 400°, 56~67%加工度で 350° から開始することが知られる。従つて 150° の低温焼鈍効果は當然かかる再結晶とは関係がないと言ふことが出来る。

格子歪の方は、干渉線が歪のないのを示すやうになるのは約 300°, 相當 sharp になつて来るのは 250° からであるが、200° に於ても前の第 3 表或は第 8 圖から見ると歪がとれつつあると見なければならぬ。その前の 150° では何等変化が認められて

いない。これに對して矢張り歪は多少とれつつあるのだが、その程度が極めて弱く X 線では検出出来ないと考へるのがよいか、或は全然歪の除去は無いと見るか、この實驗からでは簡単に結論を下げない。然し孰れにせよ低温焼鈍効果のある温度では、結晶格子歪に多少の変化が生じているとしても、大きい変化は未だ生じていないと見る可きである。若しこの温度ではつきり格子歪が多少なりとも消失することが實驗の上に示されたら、低温焼鈍効果による伸の増加は一種の恢復現象として極めて都合よく説明し得るのだが、積極的な結果が出なかつた。實驗的にこの點を追求する前に、もう一度デュラルミンにつき第三の實驗を行つてみる。

記號 D 干渉線完全にぼける、格子歪あり。

d 干渉線分離しないが、第 3 表よりみて稍歪みのとれたと思はれるもの。

s 稍 sharp, 格子歪明らかに減ず。

S 完全に a_1 と a_2 が分離する、格子歪除去さる。

r 再結晶開始。

R 再結晶完了。

IV. 焼入加工デュラルミンの焼鈍の實驗

その三 定速加熱の場合

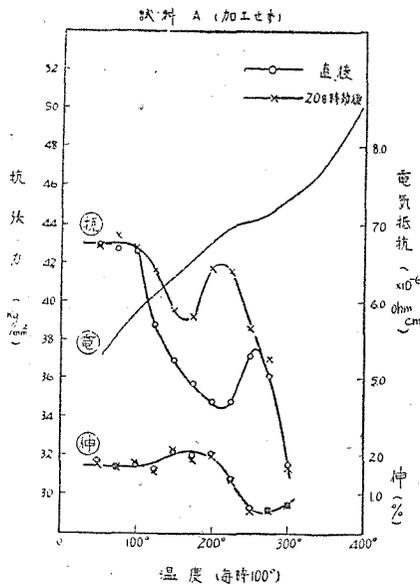
(1) 實驗方法

前と同じ試料を用ひ、毎時 100° 即ち 5° 6 分の割合で定速加熱をして、性能組織の變化をみた。この様な定速加熱の時でも焼入デユラルミンには復元現象を示す温度がある故、矢張り焼入加工デユラルミンにも伸の改善といふ形で性能向上があらはれることが期待される。實驗は必要數だけの試片を豫め電氣爐中に入れ、5° 6 分の定速度で加熱しながら、所定温度になる毎に爐より取出し水冷し、直後及びその 20 日 30° に放置後の 2 回につき抗張試験を行つた。なほ別に定速加熱しながら電氣抵抗の變化を測る實驗をも試みた。組織検査としては前章と全く同じ方法によつた。この様に定速加熱する時は、どこかで伸の向上も見られるだらうし、又時効現象たる復元や析出或は格子歪の除去、又再結晶が如何なる温度で起るかが分る筈である。

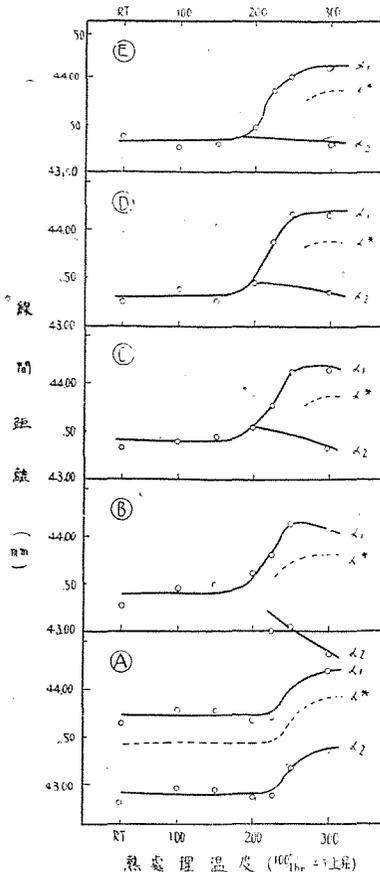
(2) 實 驗 結 果

(a) 普通の焼入デユラルミンの場合 加工しない場合については第 9 圖の如く 200°~225° で顯著な復元現象が見られ、250°~275° のところで電氣抵抗と伸の減少が見られる。第 5 表及び第 10 圖は線間距離の測定結果即ち格子常數變化を示すものであるが、これも 250° より増大しはじめる。はつきりした復元が見られた以外、前の定温焼戻の時と大きい差異はない。

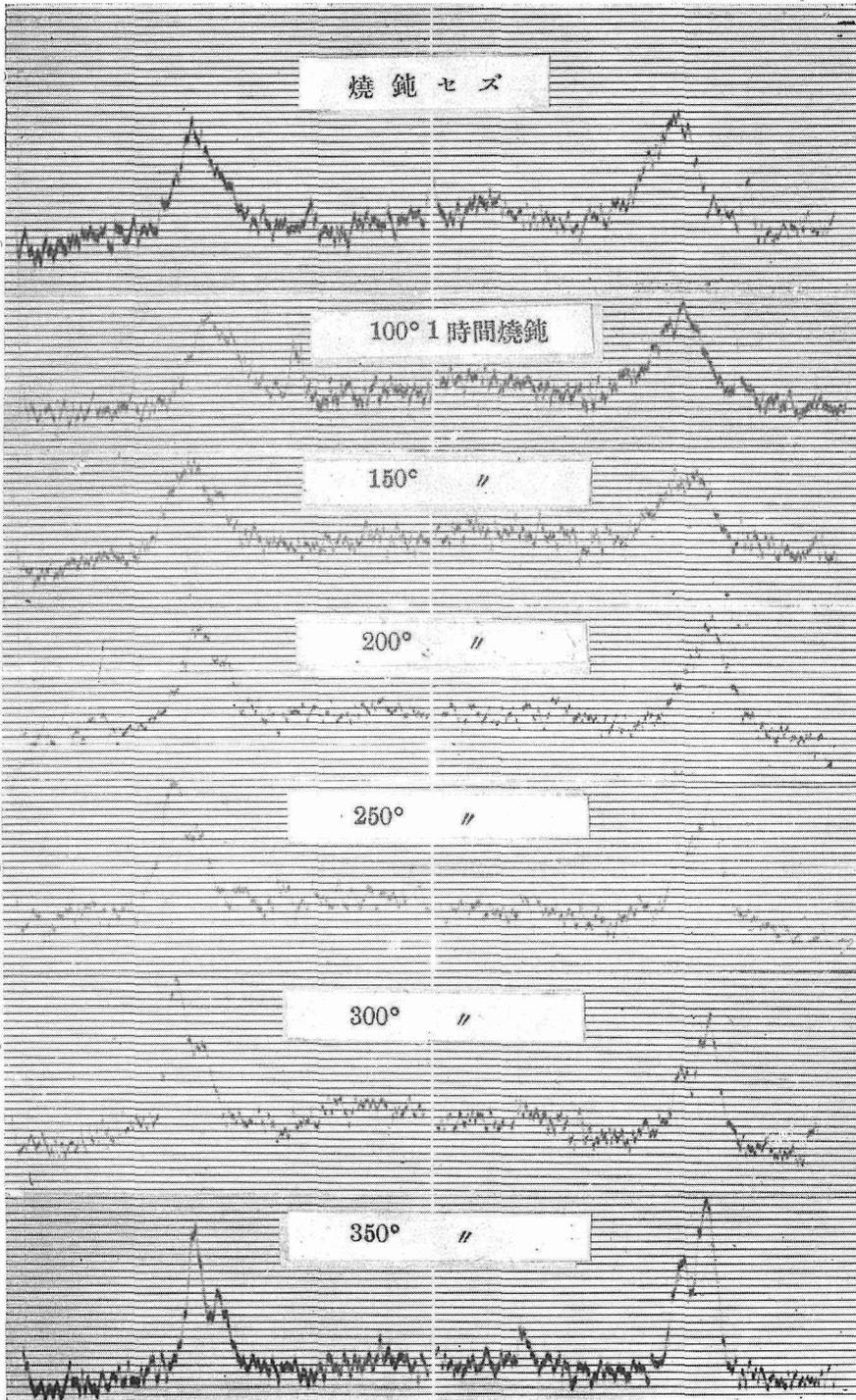
(b) 焼入加工したものの場合 性能變化については第 11-14 圖に擧げる。X 線干涉線の線間距離の變化については既に第 10 圖に擧げた。又格子歪と再結



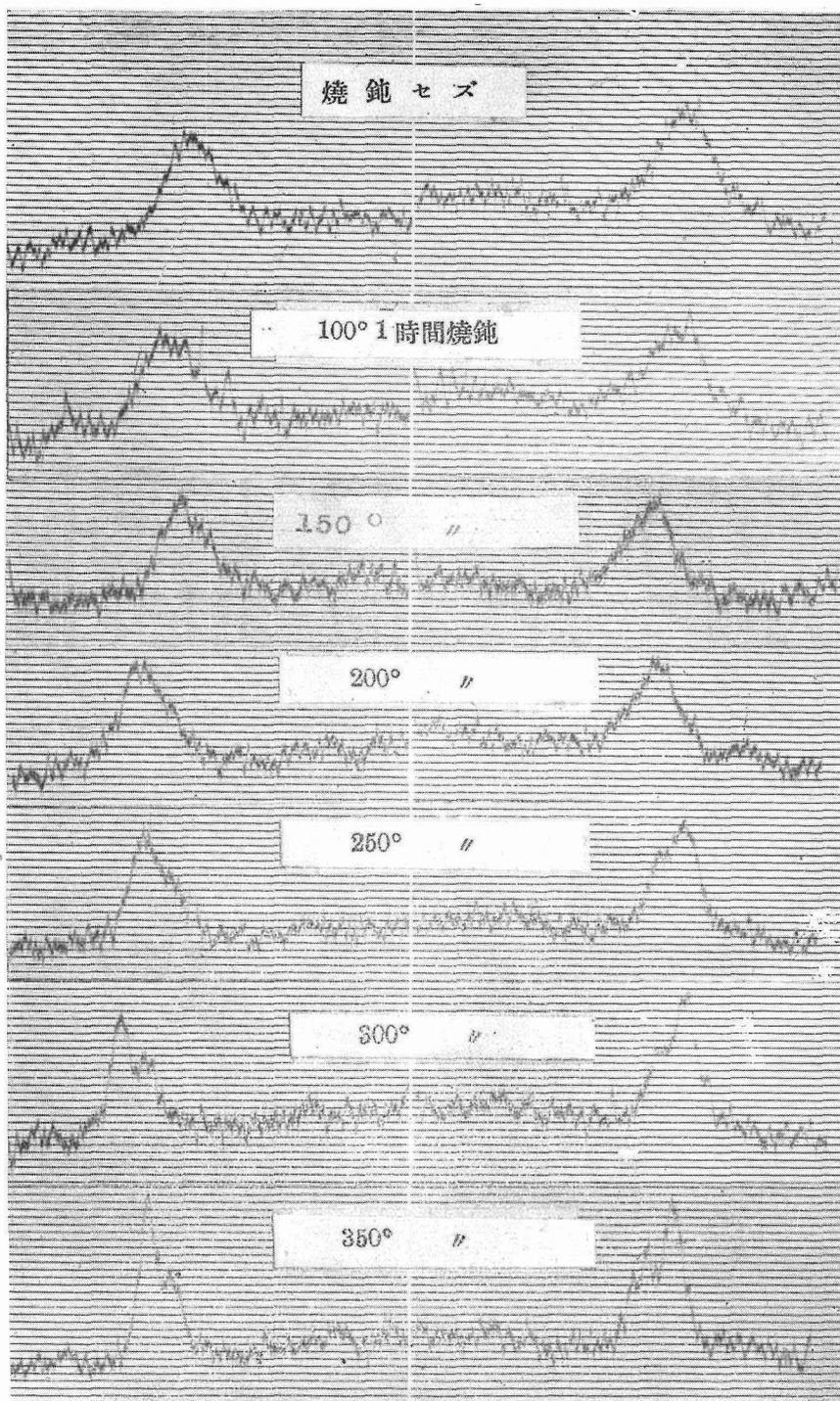
第 9 圖 焼入常温時効硬化せるデユラルミンを毎時 100° の定速加熱をせる場合



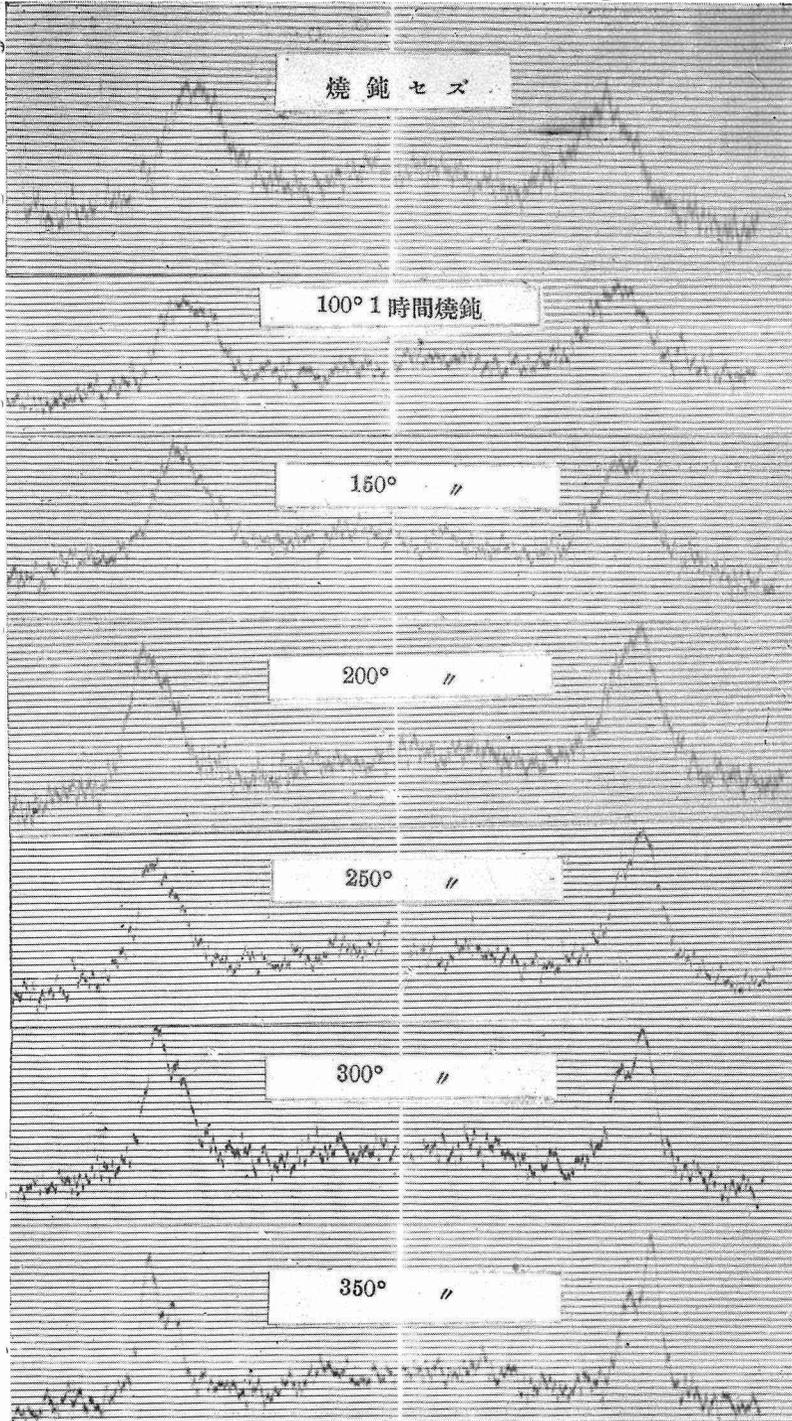
第 10 圖 線間距離測定結果



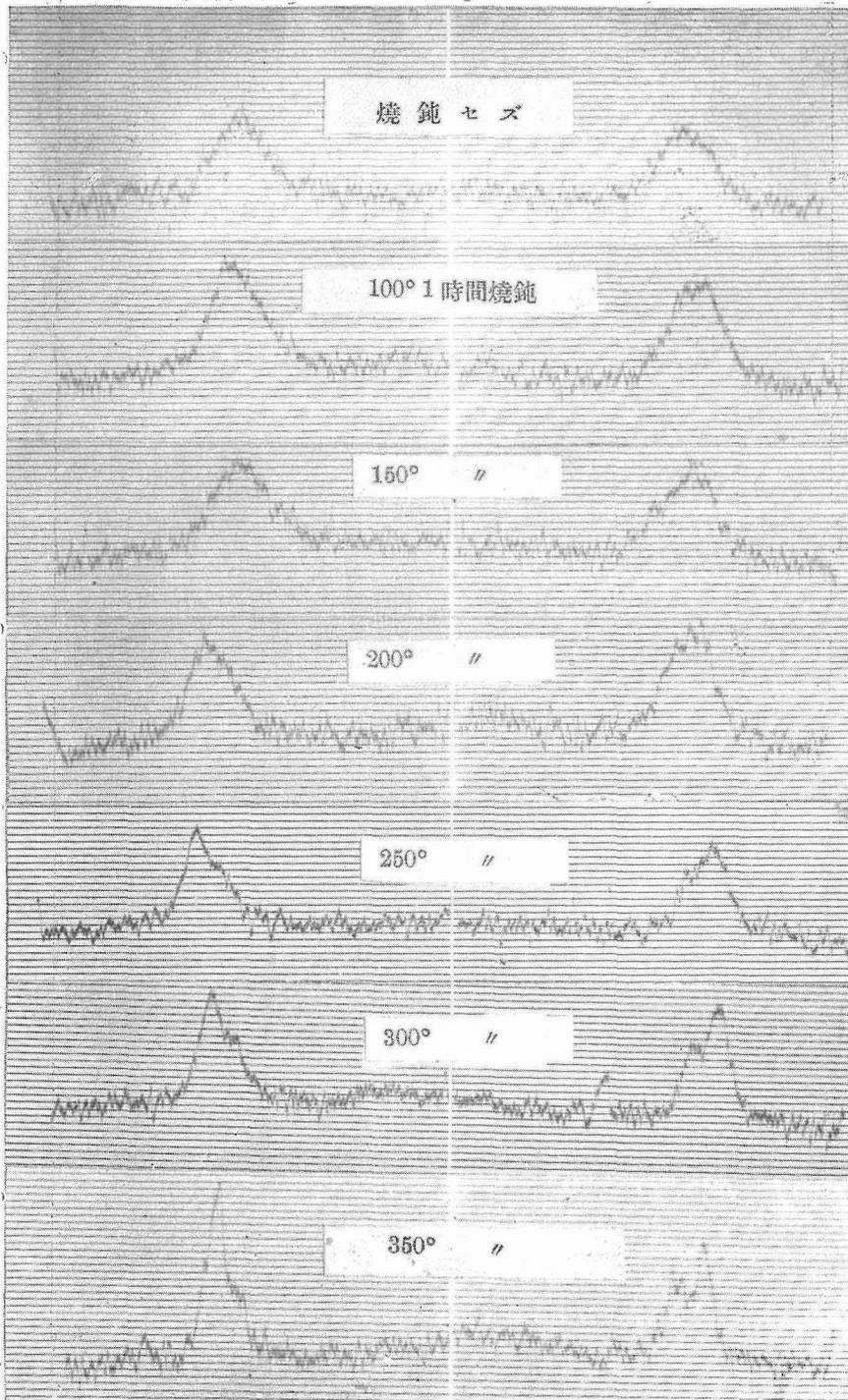
試料 B (加工度 9%) のマイクロフォトメーター寫眞



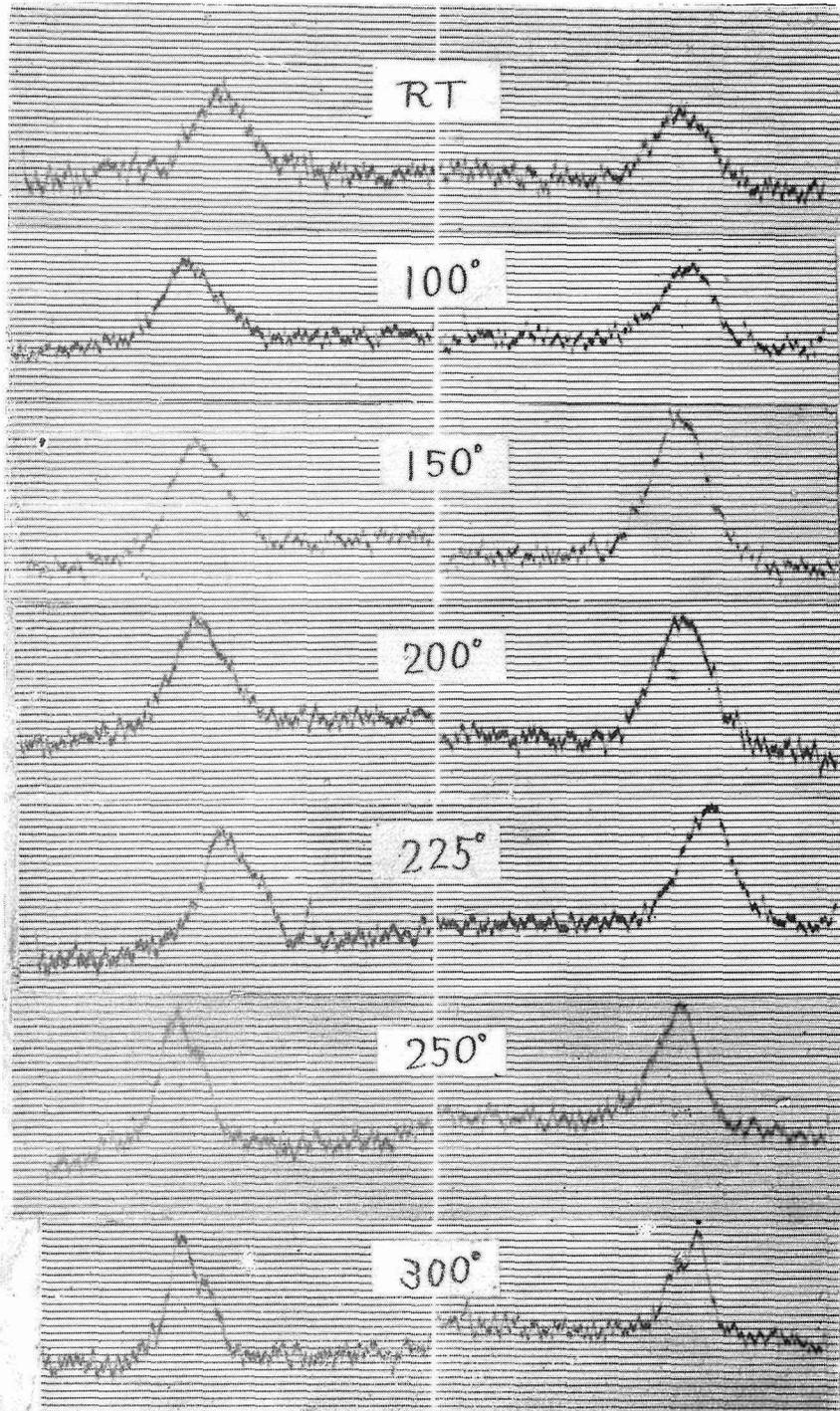
試料 C (加工度 31%) のマイクロフォトメーター写真



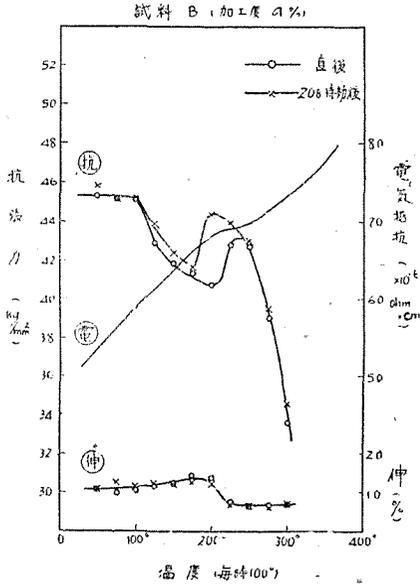
試料 D. (加工度 56%) のマイクロフォトメーター写真



試料 E (加工度 67%) のマイクロフオトメーター寫眞

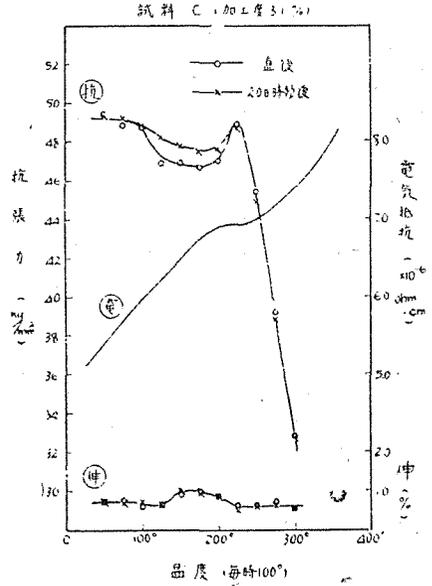


試料 E のマイクロフォトメーター写真 (定速加熱の時)



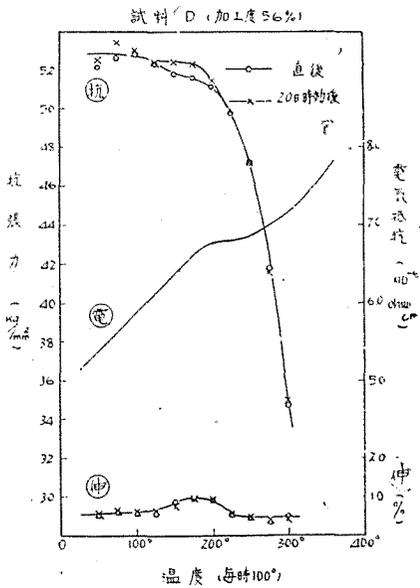
第 11 圖

焼入後 9% 加工したものの場合



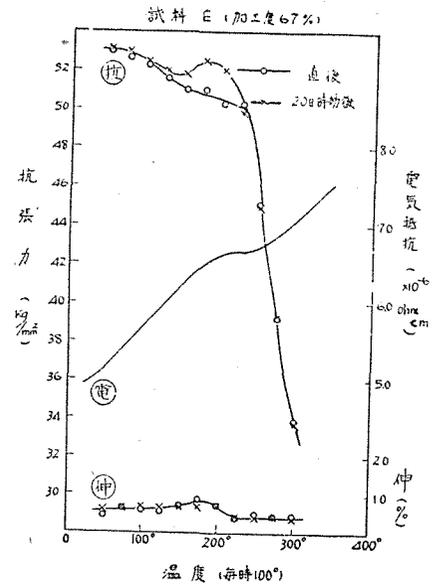
第 12 圖

焼入後 31% 加工したものの場合



第 13 圖

焼入後 56% 加工したものの場合



第 14 圖

焼入後 67% 加工したものの場合

第5表 温度上昇による焼鈍を行つた時の線間距離の變化

温度 (100°/1 hr. にて上昇)	線 間 距 離 (mm)									
	A		B		C		D		E	
	a_1	a_2	a_1	a_2	a_1	a_2	a_1	a_2	a_1	a_2
RT	43.63	42.81	43.27		43.33		43.26		43.38	
100°	43.79	42.98	43.45		43.42		43.37		43.27	
150°	43.77	42.96	43.50*		43.45		43.26		43.30	
200°	43.69	42.89	43.61	—	43.56		43.45		43.48	
225°	43.72	42.91	43.81	43.00	43.78		43.86		43.86	
250°	44.06	43.20	44.12	43.04	44.12*		44.16*		44.02	
300°	44.18	43.37	44.08	43.28	44.16	43.35	44.15	43.37	44.11	43.29

Al 400° × 1 hr. 焼鈍せる場合 a_1 44.07 a_2 43.26

第6表 加工デュラルミンの定速加熱による焼鈍のX線的試験結果 (格子歪及び再結晶)

温度	B	C	D	E
	加工度 9%	31%	56%	67%
100°	D	D	D	D
150°	D	D	D	D
200°	D'	D'	D'	D'
225°	s	d	d	d
250°	s	s	s	s
300°	S	S	S	S

D 干渉線ぼやける, 歪あり.
 D' やはりぼやけており大体變化なしと見做されるが線間距離の方からみると多少變化している様にも思へる.
 d ぼやけているが線間距離よりみて多少の變化ありと見られる.
 s 稍 sharp
 S はつきり a_1 と a_2 とが分離す. 但し再結晶はせず.

晶を調べた結果を第6表にする. なほ干渉線のミクロフオートメーター記録の1例を圖版5に挙げる.

これ等を通覽するに焼入加工したのもでも温度の上昇に伴ひ復元現象が見られるが, 復元による軟化と相次ぐ再時効の大きさは, 加工度の大きいもの程變化が小さいことが知られる. 又加工しないもので明らかだつた析出硬化の山は, 加工度9%と31%のものでは225°であらわれ, 更に大きい加工度のものでは析出による軟化が助長される爲め目立なくなる. しかし電気抵抗と伸の減少や格子常數と平行の線間距離の増大から矢張225°が析出温度といふことが出来る. その温度の前の175°~200°で伸の回復が見られる. これは加工しないものと比較すると丁度復元温度に相當している. このところをX線的にしらべてみると, 格子

常數の變化のはじまる直前で, 完全に再結晶前で, 格子歪の變化もまだ明瞭でないところに相當している. 前節の定温度加熱の時と情況は完全に一致している.

V. 非時効性合金の焼鈍の實驗

(1) 試 料

アルミニウムの加工材を焼鈍した時の性能變化には, 相當特異な點があるので¹⁰⁾, 非時効性のアルミニウム固溶體合金に就いて加工後の焼鈍による性能變化を調べ, デュラルミンの場合と

10) 第16圖參照.

比較を試みることにした。合金の選定には成る可くデュラルミンに近い非時効硬化性のものを選ぶ意味から Al-Mg 系を選んだ。

本系の平衡状態図は第 15 圖の如く、Mg 2% 以上の合金では相當の溶解度變化がある。従つて高 Mg のものには一應熱處理効果が期待出来るのであるが、焼入焼戻による性能の變化は顯著でない。これは焼きが入り易く容易に過飽和固溶體の状態を長く保つ性質があるのと、焼戻によつて顯微鏡的に析出が認められても強度の上には顯著な變化を示さない性質による¹¹⁾。殊に

この傾向は低 Mg のものには著しく時効性を示さないと考へてよい位である¹²⁾。

依つて本研究用試料としては、完全に時効性の期待出来ない Mg 1% のものから、Mg 4% ま

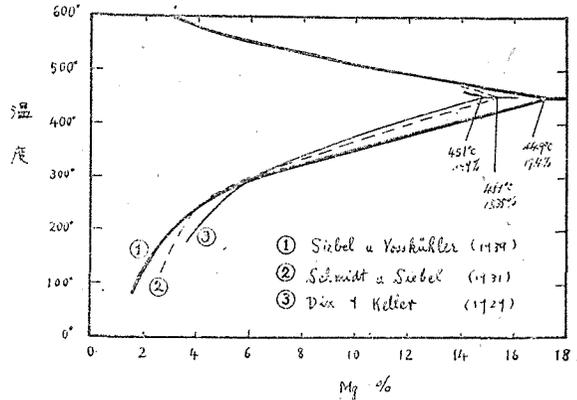
第 7 表 試料分析結果

試料記號	豫定配合 Mg %	組 成 %			
		Mg	Si	Fe	Al
A	0	—	0.10	0.33	殘
H 1	1	1.24	0.10	0.31	〃
H 2	2	2.24	0.09	0.31	〃
H 3	3	3.23	0.08	0.31	〃
H 4	4	4.20	0.08	0.30	〃

Mg 1% 及び 4% のものにつき、500° 1 時間加熱後焼入し、焼戻を行ひ、抗張試験により調べた。その結果は第 8 表の如く兩方共に常溫時効硬化も焼戻硬化も認められなかつた。従つて本試料の焼鈍處理には、焼戻の効果は全然あづからないと考へてよい。

(2) 實驗方法

上記各種組成の 2 mm 硬引線を、デュラルミンの時と同様に、500° まで 50° 毎に 1 時間の焼鈍を行ひ、抗張力・伸・電氣抵抗を測り、次に一部の試料に



第 15 圖 Al-Mg 合金の平衡状態圖

での 4 種と、比較の爲めの Mg 0%, 即ち Al のみの時の 5 種類を選び、22 mm 角の金型に鑄造後 8 mm 迄熱間壓延し、そこで 500° 1 時間加熱後焼入してから、曳線 2 mm 線に仕上げた。加工度は 94% になる。本試料の分析結果は第 7 表の如くであつた。

實驗は先づ、時効硬化性に對する吟味を

第 8 表 Al-Mg 合金“H1”“H4”の焼入焼戻効果

試 料	H 1 Mg ~ 1.2%		H 4 Mg ~ 4.2%	
	抗張力 kg/mm ²	伸 % : 100 mm	抗張力 kg/mm ²	伸 % : 100 mm
500° 1 時間 焼入直後	14.9	11.1	20.9	23.5
〃 7 日時効後	14.8	12.7	21.0	23.0
150° 1 時間 焼戻	15.0	12.6	20.7	22.5
200° 〃	14.9	10.3	20.6	24.4
250° 〃	15.0	13.3	20.6	23.5
300° 〃	14.7	11.3	20.6	24.0

11) Vachet, P.: Rev. Met., 32 (1935). 614;

Fink, W. L. and Smith, D. W.: Trans. A.I.M.E. Met. Div. 124 (1937), 162.

12) 但し Mg 量が不純物の Si 量と匹敵する量になると、Mg, Si が時効性をあらはす。

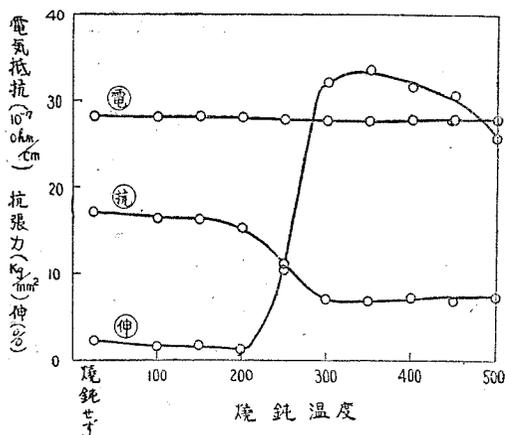
つき X 線廻折法によつて結晶格子歪と再結晶の有無を判定した。

(3) 實 験 結 果

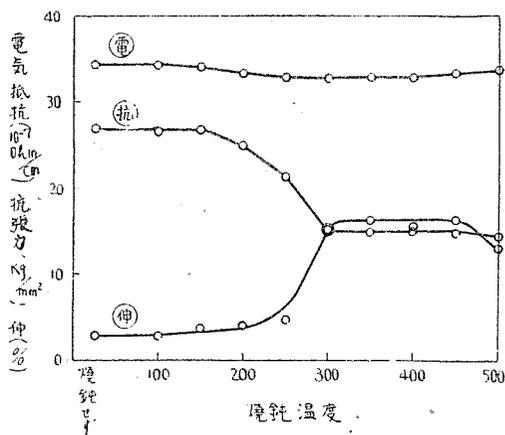
性能試験の結果を第 16-20 圖に擧げる。

Al 硬引線に対する變化は、抗張力は 150° あたりより漸減し、500° 位から大體一定値に達するのに対し、伸は 200° まで僅かに漸減し、それから急によくなつて 300° で一定値に達するのが認められる。

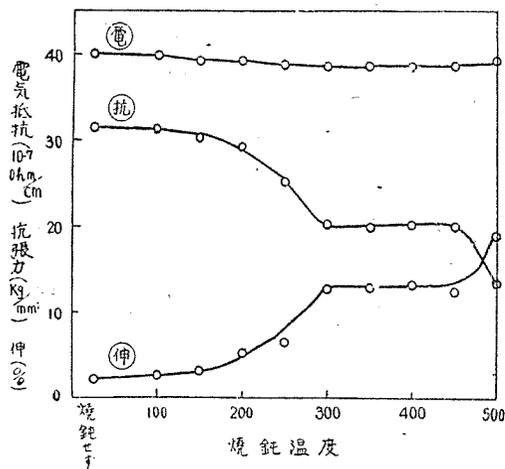
これに対し Mg を含むものは、抗張力は 100°~150° 位より漸減、それに應じて伸は漸次よくなつてゆき、300° 位で初めて一定値になる。非常に變化の範圍が長いと、伸の回復にはそれだけ抗張力の低下が伴つてゐる。この點極めて常識的である。



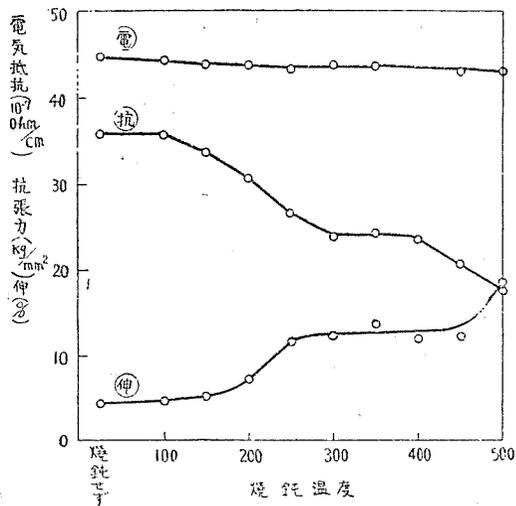
第 16 圖 Al 硬引線 A の焼鈍



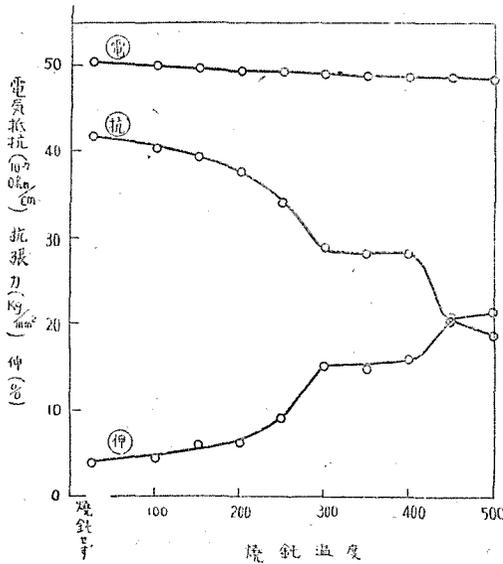
第 17 圖 Al-Mg 合金硬引線 II1 の焼鈍



第 18 圖 Al-Mg 合金硬引線 II2 の焼鈍



第 19 圖 Al-Mg 合金硬引線 II3 の焼鈍



第20圖 Al-Mg合金硬引線H4の焼鈍

第9表 Al-Mg硬引線焼鈍のX線分析結果(格子歪及び再結晶)

	H2 Mg 2.24%	H4 Mg 4.20%
焼鈍せず	<i>d</i>	<i>D</i>
100° 1時間	<i>d</i>	<i>D</i>
150°	<i>d</i>	<i>D</i>
200°	<i>s</i>	<i>d</i>
250°	<i>S</i>	<i>s</i>
300°	<i>SR</i>	<i>SR</i>
350°	<i>SR</i>	<i>SR</i>
400°	<i>SR</i>	<i>SR</i>
450°	<i>SR</i>	<i>SRg</i>
500°	<i>SRg</i>	<i>SRg</i>

D 完全にぼやける, 格子歪大.

d 稍ぼけが少くなつたかと思はれる.

s 稍 sharp, a_1, a_2 の二重線なること認められる.

S sharp, 格子歪なし.

R 再結晶完了す.

Rg 結晶粒稍大となる.

RG 粗大な結晶粒を生じ Lane 斑點出現す.

X線の分析は, 試料 H2 と H4 即ち Mg 2% と 4% のもので行つた. 格子歪検知については廻折寫眞の直接の視察の外, ミクロフォトメーター記録による観察も行つた. その結果を第9表に一括する.

この第9表の結果を夫々第18圖, 第20圖の性能試験結果と比較すると, 略干渉線の sharp になつてゆくに従ひ, 即ち歪が除去されるに従ひ抗張力は低下し, 伸は上昇し, 再結晶が完了すると略一定性能になり, 結晶粒の異常生長と共に更に抗張力は減り伸が増すことが知られる.

問題の低温焼鈍の範圍は, 完全に再結晶前であり, 格子歪が稍減じたかと思はれるあたりに相當してゐる.

VI. 低温焼鈍効果機構の考察

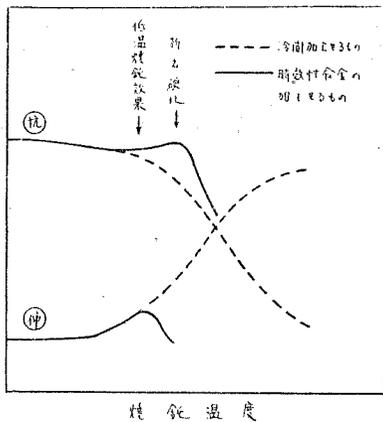
以上の實驗より, 時効性でない合金を焼鈍すると, 所謂低温焼鈍のところで伸の回復が生ずる代りに, 抗張力の低下を伴ふこと, 且この回復は決して急激ではなく, 温度上昇と共に極めて徐々に行はれる. 即ち回復しはじめとし終りとの温度差は相當大きいことを知つた. この回復の原因はX線分析によれば, 加工によつて生じた結晶格子歪が焼鈍によつて除去されることにある様に思はれるが, 加工硬化がこの様なX線干渉線のぼやけとして示される格子歪(第2種の内部歪)のみに原因するとは言ひきれない故¹³⁾, 簡単にそう斷言するわけにはいかない. しかし一應加工硬化の原因をなすあらゆる歪が, X線的に見られた歪の如く徐々に消えてゆくことは考へてよい.

焼入加工デュラルミンでも, 焼鈍をする時は Al-Mg 合金の如く, 徐々に加工硬化の原因をな

13) Seitz, F. & Read, T. A.: J. Appl. Phys. 12 (1941), 100; 170; 470; 538.

す何等かの形の歪が除去されてゆく。その結果、時効性に關係した現象があらはれなければ、徐々に抗張力は低下し、伸は反對に増してゆく筈である。低温焼鈍處理で伸が回復するのに、この様な加工硬化の影響が一部消えたことによるものと言ふことが出来よう。即ち伸の回復は加工硬化の焼鈍による回復現象であると言ひ得る。デュラルミンで伸の回復の見られる 150° では X 線的に何等格子歪の除去の證據がつかめなかつたが、Al-Mg 合金の場合に於ても抗張力が低下し、伸が回復しはじめても餘り X 線干渉線の上には著しい變化が見られなかつた。故に今ならこう結論してよいと思ふ。

ところが一方デュラルミンの 150° 焼鈍では、伸の回復に對する抗張力の低下が見られない。低加工度で多少見へる様だが(復元かも知れぬ)、伸の回復に比し著しくない。この原因は、Al-Mg 合金の實驗との比較から分る様にデュラルミンの時効硬化性に歸さねばならない。即ちデュラルミンでは、丁度焼鈍によつて伸の回復の見られる温度が¹⁴⁾、大體微弱な復元を示す熱處理に相當し、丁度次の焼戻硬化への過渡期に相當する¹⁵⁾。しかも加工は復元をさまたげる爲め¹⁶⁾、復元量は益々小さくなり常溫時効の強度が保たれる。と同時に又次の段階の析出硬化は加工により早められる故多少組織一部での析出が硬化に有利に働くとも考へられる¹⁷⁾。これ等の作用から伸が焼鈍によつて回復して來たにもかかはらず抗張力の方は下らずに保たれるのであらう。



第 21 圖 低温焼鈍効果機構の説明圖

しかし次の純粹な析出の段階に入れば、析出は伸を急激に低下させるのが一般で、その爲め折角回復した伸が低下する。但し強さの方は析出による硬化によつて保たれる。

結局低温焼鈍による性能改善効果の機構は第 21 圖の如く、普通の焼鈍現象(但しゆつくり起る)に、時効硬化關係の現象が重なつた爲めと考へれば説明出来る。

従つてこの効果の適用は焼鈍軟化が徐々に起る常溫時効硬化及び焼戻硬化を行ふ合金に期待出来る。

なほこの考へは勿論復元處理による改善効果の説明にもなる。

VII. 附帶的な實驗

Cu 4% を含む Al-Cu Mg 合金の低温焼鈍効果

Cu 4% の Al 合金に Mg を添加した時の加工硬化性と、その低温焼鈍効果を知る爲めに實驗を

- 14) 焼入デュラルミンでは析出しない内は伸には變化がない。
- 15) 加工状態よりの回復が徐々に起る爲め時効關係の色々な現象とオーバーラップする。
- 16) 復元量と加工度の關係を見よ。
- 17) 局部的ならば X 線で知られる格子常数測定にはかからない。

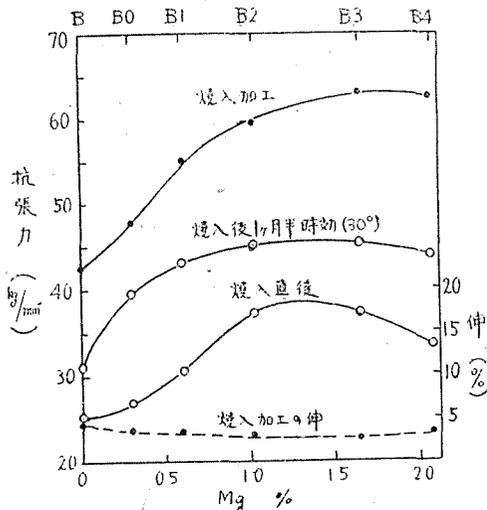
試みた。試料としては、Mg 0% より 2.0% に至る 6 種を作り、いずれも 20 mm 金型に鑄造、熱間圧延で 8 mm にし、その時焼入更に冷間加工して 2 mm 線に仕上げた。加工度は 94%、分析結果を第 10 表に挙げる。高加工度を加へる爲め Al 地金としては高純度地金 (99.99%) を使用した。

第 10 表 試料の分析結果

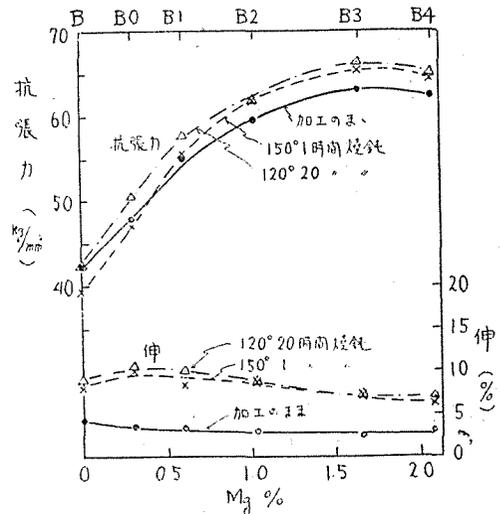
試料記号	配合豫定		分析結果 %				
	Cu	Mg	Cu	Mg	Si	Fe	Al
B	4.0	0	4.10	0.00	trace	0.01	bal
B 0	〃	0.3	3.81	0.30	〃	〃	〃
B 1	〃	0.5	3.97	0.61	〃	〃	〃
B 2	〃	1.0	3.79	1.03	〃	0.02	〃
B 3	〃	1.5	3.87	1.65	〃	〃	〃
B 4	〃	2.0	3.73	2.07	〃	〃	〃

先づ加工 2 mm 線を 500° に再加熱焼入して常温時効硬化性を調べた。その結果が第 22 圖で、圖の如く常温時効硬化性はデュラルミン近似の組成のものが最も著しいが、時効後の強さは 248 系のもので大きい。伸は圖示しなかつたが、焼入直後も時効後も同じで 18~20% の間である。

加工による硬化の度合は、同じ第 22 圖黒丸の點で見ると、Mg 量の多いもの程著しく、大體固溶體の濃度増加と平行している。伸は加工により急激に減少して大體 4% 以下になつて來てゐる。



第 22 圖 Al-Cu 4% 合金に Mg 添加の影響 (實線はすべて抗張力を示す)



第 23 圖 同上 低温焼鈍の結果

この様に抗張力が強まり伸の減少したものに、低温焼鈍を行つてみる。処理としては 150° 1 時間と 120° 20 時間を採用した¹⁸⁾。その結果が第 23 圖の破線等で、明らかに抗張力は下らず—120°

18) 焼鈍後は水冷し、直後と 7 日 30 時効後の 2 回につき試験したが、強加工度の爲め二つの間に差がなかつた。圖にはその平均値をとつてゐる。

では稍上昇すら示してゐる——伸は2倍以上に上昇してゐる。しかもこの効果は Mg 0.5~1% の比較的常温時効硬化性の著しい合金で顯著になつてゐるのが見られる。強度といふ點から見ると、24S 系のものが最も優れて居り、抗張力 66 kg/mm²、伸 7.5% のものが得られてゐる。

VIII. 結 論

(1) 焼入後加工したデュラルミン系合金は、抗張力は強くなるが、伸が大變悪くなる。ところがそれに適當な熱処理を施すと、抗張力はそのままで伸が改善される。第1報ではこの様な改善効果を來たす熱処理條件を求めて、熱処理温度と熱処理時間との關係を一つの式で表はすことに成功した。

(2) 本報告は、その機構を實驗的に考察したもので、主として低温度の時の焼鈍 (150° 1時間) の改善効果を研究の對象とした。

(3) 實驗材料としては焼入後加工したデュラルミンを用ひ、焼鈍による性能變化を調べ、併せて X 線的に結晶格子歪、再結晶、結晶格子常數の變化を調べた。その結果、焼鈍により性能改善の見られる 150° 1時間の熱処理では未だ X 線的には顯著な變化の見られないことを知つた。

(4) 次に比較の爲め加工した Al-Mg 合金につき同様の實驗を試みた。その結果、Al-Mg 合金の如き非時効硬化性合金では、焼鈍に伴ひ相當廣い温度範囲にわたつて徐々に抗張力が低下すると共に、伸も徐々に増してゆくことを知つた。尙この性能變化の初期の 150° あたりでは矢張り X 線的に顯著な變化のあらはれないことを知つた。

(5) 以上の結果より、焼入加工デュラルミンの低温焼鈍處理による伸の改善は、X 線的に見られる格子歪が除去されるのによるといふ如き直接的證明は得られなかつたが、それより稍高い温度の焼鈍でかかる歪が消へはじめることから見て、伸の改善は普通に見られる焼鈍による加工硬化の回復現象によると結論した。その時抗張力の低下を伴はないのは、丁度その温度が、微弱な復元を示す熱處理に相當し、且次の析出硬化過程への過渡期にあたる爲め、焼鈍に伴ふ軟化が時効硬化により補はれるため強度が減じないのでであると結論した。

(6) 従つてこの様な改善効果の適用は、焼鈍軟化が徐々に起る型の常温時効硬化及び焼戻硬化を行ふ合金に於て期待される。

最後に本研究は文部省科學研究費によつたことを附記する。(1937年12月20日記)