



HOKKAIDO UNIVERSITY

Title	Cu4%を含むAl合金の時効に関する研究 : 第一報. 焼戻せる時の線條組織に就いて
Author(s)	幸田, 成康; Koda, Shigeyasu; 諸住, 正太郎 他
Citation	北海道大學工學部彙報, 5, 162-175
Issue Date	1951-11-15
Doc URL	https://hdl.handle.net/2115/40467
Type	departmental bulletin paper
File Information	5_162-175.pdf



Cu4%を含むAl合金の時効に関する研究

第一報 焼戻せる時の線條組織に就いて

幸 田 成 康

諸 住 正太郎

關 川 一 男

(昭和25年10月27日)

On the Ageing of an Aluminium Alloy Containing 4 % of Copper.

Part. I. Studies on the Striated Structure of Tempered Alloys.

Shigeyasu KODA, Shotaro MOROZUMI
and Kazuo SEKIKAWA

In this report, the striated structure of tempered aluminium-rich Al-Cu alloys was studied.

The ingot was prepared from high purity aluminium and electrolytic copper and rolled to a plate of 0.5 mm. thickness. Then specimens of 10 mm × 50.—70 mm. were cut from it and by strain-annealing method their grains were made to be very coarse.

To obtain the striated structure, these coarse grained specimens were annealed at 530° for 3 hrs., quenched into water, tempered 265° or 350° for several hours, electrolytically polished and etched by 25% HNO₃ at 75° and Keller's etching agent.

We observed next characteristics of striations.

(1) The formation of striations is not uniform in a specimen; *e. g.* each grain have different density of striations from others, and moreover even in the same grain the density is not uniform. (Figs. 2—3)

(2) Striations are composed with one, two, three or four groups of parallel straight lines. (Figs. 4—7)

(3) Frequently striations become denser near the grain boundary. (Fig. 8) Almost all striations are straight lines, but on very rare cases they become wavy near the grain boundary.

(4) The orientation of the striations is the section of intercourse between the surface of specimen and (111) planes of the grain. Its analysis is shown in Figs. 9—12 with stereographic projection, and the results of the analysis are shown in Tab. 2.

(5) From these results, we can conclude that the striations of the striated structure are aggregates of precipitates on slip planes (111) which are formed by quenched stresses. In such case, precipitates in slip planes are formed faster than other part of the grain.

(6) From the result of X-ray analysis, precipitates in this case have a plate-like shape parallel to (100) plane of the matrix. So if we shown the relation between the orientation of precipitates and striations diagrammatically, we obtain Fig. 13.

(7) From a few assumptions, directions of quenched stresses are calculated by stereographic projection. (Fig. 17—18) The results are shown in Figs. 19—20.

(8) Finally, reproducibility of the striated structure was investigated.

I 緒 言

固體 Al に對する Cu の溶解限度は溫度によつて異り、例えば Dix and Richardson⁽¹⁾によれば Table 1 の如くである。

Table 1. Saturate limit of Copper in Solid Aluminium

Temp. °C	200	300	350	400	450	500	548
% Cu	0.50	0.70	1.00	1.50	2.60	4.10	5.65

従つて Cu 4% の合金は高温では固溶體として存し得るが、低温度では大部分の Cu が $Cu Al_2$ として析出した二相の状態が安定である。依つてかゝる合金を高温より焼入すれば安定相への移行が妨げられて、常温に於て所謂 Cu の Al に對する過飽和固溶體を得る。これは常温では不安定な相故、安定相へ移ろうとする傾向を内在させている。その結果常温に放置しておくと、極く僅かではあるが組織變化が起るため僅かの硬化をみる。これを更に焼入温度と常温との中間の温度で焼戻すと、更に硬化し次いで軟化する。この様な硬度變化を伴う組織變化に對し、はじめは結局安定状態の第二相である $Cu Al_2$ (所謂 θ 相) の直接の析出過程で説明しておつたが、Wassermann-Weerts (1935) の研究⁽²⁾を端緒とする Preston (1938)⁽³⁾ や Calvet, Jacquet and Guinier (1939)⁽⁴⁾等の諸研究の結果、この析出過程は相當複雑なことが分つた。即ちはじめ豫想されたように過飽和固溶體より安定相なる $Cu Al_2$ 化合物が直接析出せず、先づ Guinier-Preston 領域 (θ'' 相) なる薄片狀の結晶構造のわからない (薄すぎて干渉不充分のため決定出来ない) ものが母體固溶體内に形成され、次いで厚味をまし組成的には $Cu Al_2$ となるが結晶構造が安定相の $Cu Al_2$ と異なる所謂中間相 (θ' 相) が出來、最後に同素變態的な轉換で

1) Dix, E.H. and Richardsor, H.H. : Trans. A.I.M.E. 73 (1926) 560.

2) Wassermann, G. u. Weerts, I. : Metallwirt. 14 (1935) 605.

3) Preston, G.D. : Phil. Mag. 26 (1938) 855; Proc. Roy. Soc. A 167 (1938) 526.

4) Calvet, J., Jacquet, P. & Guinier, A. : J. Inst. Metals 65 (1939) 177.

$Cu-Al_2$ 安定相 (θ 相) に移ることが分つた。それと共に顕微鏡組織に於ても過飽和固溶體の一相組織から、微粒子の析出の見られる二相組織に移る中間に迂り帯の如き線條組織 (striated structure) が認められることが分つた。⁽⁴⁻⁸⁾

本研究は、この線條組織に對し、成因形態等を考察せんとしたものである。既に同種研究として Fink and Smith (1936)⁵⁾, Wassermann (1938)⁶⁾, Calvet, Jacquet and Guinier (1939)⁴⁾, Gayler (1940)⁷⁾, 川合 (1942)⁸⁾, 等があるが、これについては本論に於てその都度ふれてゆきたいと思う。

II 試料作成

高純度 Al と電気 Cu より作つた、粗大な結晶粒よりなる板状試片で線條組織を調べてみた。従來結晶構造的な研究に對しては相當大きい結晶粒よりなる試片が用いられていたが、線條組織の研究に對しては用いられていなかった。はじめの豫定としては幅 10mm の板に對し長さ 50mm 位の單結晶を得て線條組織をしらべたいと思つたのであるが、高純度 Al のため單結晶の製作に困難を來し不可能だつたので、成る可く粗大な結晶粒よりなる試片を用いるということに満足することにした。

試料の分析値は Cu 3.88% で、試片形状は厚さ 0.5mm 幅 10mm、長さは適宜 50~70mm に選んだ。

1) 粗大結晶粒試片の製作

豫め焼鈍した板状試片に僅かの延伸を與え、Fig.1 の如き装置で一定溫度に調節した爐の中に一定速度で引きこみ再び焼鈍する所謂 strain-annealing 法によつた。

延伸率や焼鈍溫度等については果して以下のものが最良か否かわからないが、兎に角目的の試片が得られた條件を参考までに挙げれば次の如くである。

(a) 500° 3hrs. 焼鈍後、2% 延伸、爐内最高溫度 550°, 爐内への引込速度 12 mm/hr, 引込終了後爐冷。

(b) 500° 3hrs. 焼鈍後、1.9% 延伸、爐内最高溫度 560°, 爐内への引込速度 10mm/hr, 引込終了後 570° に 3hrs. 保持爐冷。

結晶粒の大きさの検査には 4% $NaOH$ 水溶液 (70°) を用いた。

2) 線條組織の出し方

次にかくて得た粗大結晶粒の試片を焼入焼戻した後、腐蝕して線條組織を出すのであるが先づ焼入溫度には 530° 3hrs. を採用、焼入液は常溫の水で、試片が薄く柔い故彎曲しないよう

5) Fink, W.L. & Smith, D. W. : A.I.M.E. Metals Div. (1936) 284.

6) Wassermann, G. : Z. Metallk. 30 (1938) 86.

7) Gayler, M.L.V. : J. Inst. Metals 67 (1940) 67.

8) 川合 : 日本金屬學會誌 6 (1942) 466.

充分注意を拂つた。焼戻は 265° と 350° の二種、時間は色々選んだ。焼戻後の研磨は機械研

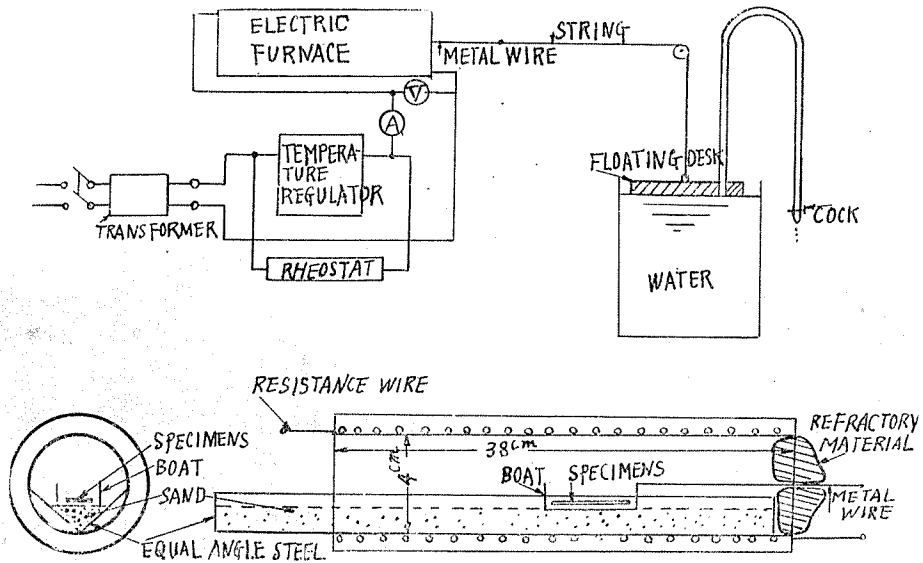


Fig. 1 Apparatus for preparing coarse grained specimens.

磨を避け電解研磨により、線條組織を出すための腐蝕は 75° の 25% HNO_3 水溶液と Keller 氏液 (conc HF 0.5~1.0cc, conc HCl 1.5cc, conc HNO_3 2.5cc, H_2O 95cc), 又は單に 75° の 25% HNO_3 水溶液で行つた。この時の電解研磨液には $(\text{CH}_3\text{CO})_2\text{O}$ と HClO_4 を 7:2 の比率に混合したものをを用い、電流密度 8 amp/dm² 強、所要時間 1~2 分位で行つた。

III 線條組織の形態

線條組織は肉眼的にも認められるが、顯微鏡だとなお細部に亘つて認められる。Fig. 2~3 はこの結果をもとに一つの試片の各結晶粒内に線條がどの様にあらわれたかを略圖したものである。共に 530° 3hrs. 加熱後水焼入し、265° 2hrs. 焼戻せる試片である。その一部の顯微鏡による寫眞を Fig. 4~8 に掲げる。

これより次の事が観察される。

1. 結晶粒によつて線條組織のよく出ているものとそうでないものがあること。
2. 一つの結晶粒でも場所によつて線條組織に差があること。



Fig. 2 Stirrated structure of a specimen (No. 31), which was quenched from 530° into water and tempered at 265° for 2 hrs.



Fig. 3 Striated structure of specimen (No. 32).
Its heat-treatment is the same as No.31.

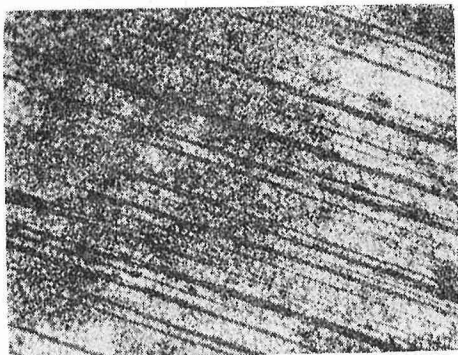


Fig. 4 Striated structure of one direction. ($\times 60$)

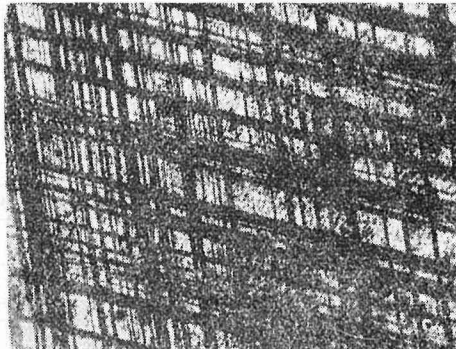


Fig. 5 Striated structure of two directions. ($\times 60$)

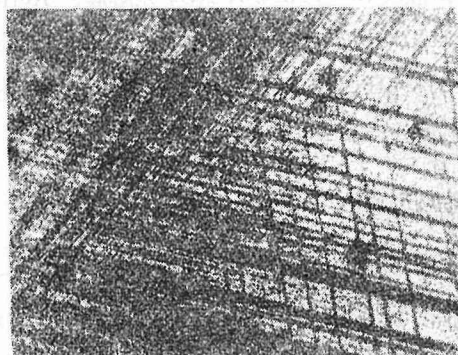


Fig. 6 Striated structure of three directions. ($\times 60$)

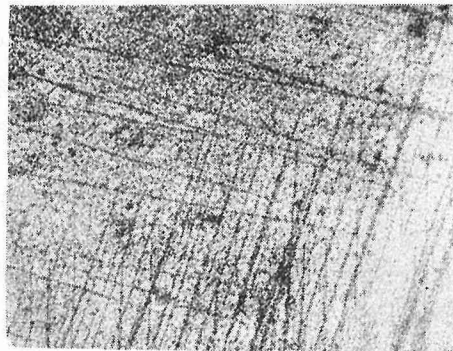


Fig. 7 Striated structure of four directions. ($\times 60$)

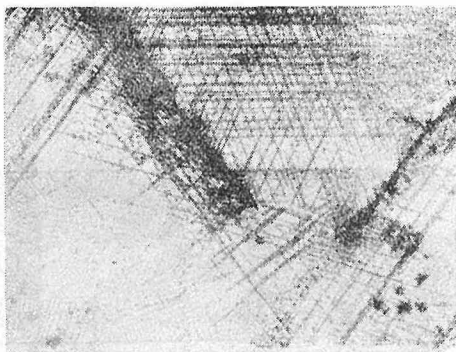


Fig. 8 Striated structure near grain boundary. ($\times 60$)

3. 線條組織は一組の平行線よりなる場合のみならず、二重三重四重の平行線群よりなる場合があること、但し四重以上はない。
4. 結晶粒界に於て線條が密になつている場合が屢あること。
5. 線條は直線を原則としているが、結晶粒界近くで波状に彎曲したのも稀には認められること。

III 線條の結晶學的方向

線條組織の成因や本質を論ずる前に、上述の如く四重の平行線條が認められる場合があるので、全部に亘つて線條の結晶學的な方向を吟味することにした。この種の研究は既に川合氏⁽⁸⁾が行つていられるが、同氏は一重及二重の線條に對してのみ分析を行い、線條は四つの(111)面の内のあるものの試片表面による切り口として説明せられることを認められた。

次に著者等の行つた分析方法を述べる。但し線條は一應(111)面の試片面による切り口と假定して trial and error の方法によるものとする。

1) 結晶粒の方位の決定

線條の方向を分析するには、その線條のあらわれている結晶粒の方位を先ず決定しなければならぬ。そのためにその結晶粒の Laue 寫眞を普通行われている方法でとる。この Laue 寫眞の各斑點の面指數が分れば結晶粒の方位が分るのであるが、それには眞島氏の標準X線寫眞⁽⁹⁾を利用する。この寫眞は面心立方格子につき Laue 寫眞の各斑點の面指數 (hkl) を比較によりきめられるようにしたものである。かくて撮つた Laue 寫眞の斑點の面指數 (hkl) が決れば、それをもとに (hkl) 面の極點 (pole) を試片面を投影面とした stereographic projection 上にあらわす。これでその結晶粒の方位が stereographic projection により完全にあらわされたことになる。

2) (111) 面の極點の決定

以上の stereographic projection 上にあらわされた主な結晶面の極點を基礎に、Wulf の網を利用して(001)面の極點が基圓の中心に来るように廻轉し、次いで四つの(111)面の極點の位置を決定する。この時當然試片面をあらわす極點は中心からはずれる。

3) (111) 面と試片面との交線の決定

次に再び試片面の極點を中央にもつて來、四つの(111)面の極點の移動位置を求める。次にこの四つの(111)面の極點と中心とを結び、それに直交する直徑を引けば、これが(111)面と試片表面との切り口の直線の方角を示すことになる。従つて結果として四本の直線が得られる。實際の線條の方角がこれの何れかと一致すれば、實際の線條は(111)面と試片面との切り口をあらわすということになる。

9) Majima, M. & Togino, S. : 理研歐文報告 7 (1927).

Table 2. Directions of striations

No. of Specimen	Heat-treatment	Mark. of Grain in the Specimen	No. of Groups of Striations	Observed Angles of Striations	Calculated Angle of Striations
No. 3	Quenched from 530° into water and tempered at 350° for 3 hrs. .	1	4	16°, 46°, 120°, 140°	16°, 46°, 120°, 138°
No. 4		1	3	55°, 84°, 154°	50°, 83°, 145°, 156°
No. 10		1	2	69°, 152°	60°, 67°, 153°, 156°
		2	2	70°, 154°	52°, 72°, 143°, 154°
No. 31	Queached from 530° into water and tempered at 265° for 2hrs. .	1	1	117°	27°, 108°, 118°, 166°
		2	4	29°, 96°, 146°, 164°	28°, 100°, 150°, 161°
		3	3	50°, 78°, 154°	49°, 79°, 154°, 166°
		4	3	70°, 150°, 160°	65°, 70°, 153°, 160°
		5	4	10°, 28°, 107°, 116°	12°, 23°, 104°, 117°
		6	3	23°, 49°, 121	24°, 52°, 125°, 156°
		7	2	13°, 104°	3°, 15°, 85°, 106°
		"	3	3°, 82°, 105°	3°, 15°, 85°, 106°
No. 32	"	1	3	16°, 80°, 141°	13°, 84°, 119°, 151°
		2	3	15°, 85°, 132°	12°, 29°, 83°, 124°
		3	4	3°, 15°, 94°, 96°	3°, 14°, 97°, 98°
		4	4	10°, 16°, 93°, 107°	10°, 15°, 93°, 106°
		5	3	25°, 132°, 148°	21°, 60°, 132°, 150°
		6	2	10°, 100°	2°, 10°, 95°, 98°
		7	1	44°	17°, 42°, 84°, 155°

Remark : The angle was measured counter-clockwisely from the longitudinal direction of the specimen. Gothic type figures in the last column agree with those of observation.

こは焼入歪力が弱いためと思う。又線條組織に三重四重の線條があらわれるのは焼入歪力の方向が一方でないことを示すものである。何故なら一方向の應力では二重迄りまでが生起し得る故、従つてこのことは普通の一方の引張り又は壓縮以上に複雑な應力を受けたことを示すと考えられる。これも當然豫想されることである。

以上の如く線條組織は焼入歪力により二り帯を生じ、そこへ早期析出が行われたものとして萬事説明出来ることになる。

ところで茲に注意したいのは、線條組織を示す段階に於ては析出物の形が平板状で、しかも(100)面に薄くなつてゐることがX線的方法によつて知られてゐることである。これは線條組織が(111)面であることと一見矛盾する様に思われるが(川合氏⁽⁸⁾はこの點誤解された)、我々が線條として認めてゐるものは、二り面である(111)面上の處々より(100)面に薄く發達した析

出物の集合を認めていると考えれば何等矛盾しない。即ち Fig. 13 の如き形態のものをわれわれは線條として認めていることになるわけである。

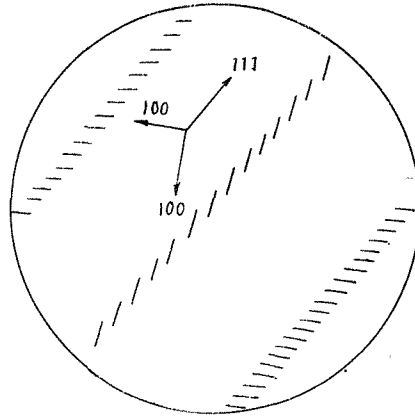


Fig. 13 Relation between the orientation of precipitates and striations. The shape of precipitates is thin plate parallel to (100) plane of the matrix.

VI 焼入歪力の方向

上述の如く歪りを起す歪力の方向は極めて複雑なことが豫想されるが、それ等力の方向が線條組織から逆に分らないかを次に考えてみた。一般に力の方向が分れば歪り帯の方向その他は豫想される。この反対は出来ないか、これは一般には出来ないが多少の假定が許されれば次の如く行うことが出来る。

今棒状の単結晶試片の長さの方向に引張り応力を與えた時、二重歪りを生ずる場合を考えるに、それは常に棒の軸方向即ち應力方向が引張りと共に變つて Fig. 14 の如く (010) 面と (111) 面とをつなぐ曲線を横ぎつた時である。(圖中×印ははじめの軸方向即ち應力方向) 従つてある單結晶に単一の應力が働き、二重歪りが起つたと假定すれば、その時の應力は (010) と (111) とをつなぐ曲線上にあると見做される。但し (010) 及び (111) は (001) その他の代表である故實際には Fig. 15 の實線上に向く力はすべて二重歪りを生ぜしめることになる。(條件)

次に今の場合板状試片故歪りを起す應力は試片面と平行とする。(假定一) 且つ二重歪りはいつも一方向の力で起るものとする。(假定二) この假定は實際からみると極めて承認し難いものであるが、これからの決定には不可避である。なおその方向以外の力も同時に加つていることも考えられるが、これは今問題とする一方向の力で代表されると考えてもよいし、又は實際歪りを起させる力は今問題とする一方向の力のみによると考えてもよい。いずれにせよ便宜上の假定で人為的なるをまぬかれない。

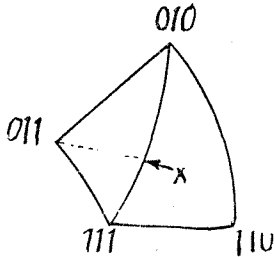


Fig. 14 Condition of the double slipping. When the direction of force crosses the line between (010) and $\bar{1}11$, the double slipping occurs.

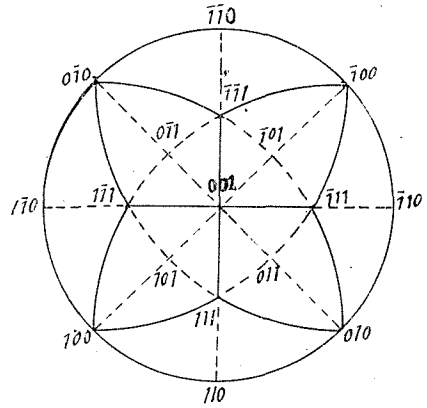


Fig. 15 Condition of the double slipping. (the full lines)

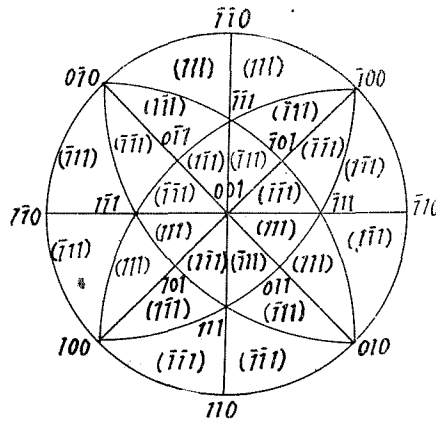


Fig. 16 Taylor's diagram. Relation between slip planes and forces.

これらの条件と假定を認めればあとは Fig. 15 に試片面を記入すれば、その面と前の二重線を起す實線との交線が二重線を起す力の方向となる。一般にこの力の方向には四つの可能性がある。この内でどれが實際の線條組織を出す原因となつたかは、次にこの四つの交點で示される力によつて如何なる一組の(111)面が過るかを Taylor の圖 (Fig. 16) より求め、それと試片面との切り口を求める。そしてこれを實際の線條組織と比較する。この時一般には四個の切り口が出来る。その内いずれかは實際の線條と一致するからそれによつて四つの力の内二重線條では一つのみ、三重以上では二つが許されるものとなる。

實施例を次に擧げる。

Fig. 10 に於いて $0(\cdot)$ は試片面の極點なる事は前述の如くであるが、この點からこの標準投影に於ける (001) 面 (この際基圓は (001) 面をあらわし $Q(x)$ は (001) 面の極點となる) との切り口及試片面と Taylor の圖 (Fig. 16) の實線との交點 (a, b, c, d) が求まる。これを Fig. 17 に

線條組織を詳細に研究し次の事實を明らかにした。

1) 線條組織の發達は結晶粒毎に異ると同時に、一つの結晶粒内に於ても場所によつて變化があること。

2) 線條組織は一組の平行線よりなる時もあるが、二重、三重、四重の平行線群よりなる時もあること。但し四重以上は見られないこと。

3) 結晶粒界近いところは線條組織が比較的密であること。

4) 線條は直線を原則とするが稀には結晶粒界近くで波狀に變曲したのも認められること。

5) 線條組織の結晶學的な方向は、(111) 面の試片面による切り口としてすべて完全に説明されること。

6) これから見て線條組織の本質は焼入歪力により生じた τ 面 (111) に於ける早期折出と考えられること。

7) 一方折出物の形態は (100) 面に薄い平板の形であることがX線的方法によつて豫想されて居り、このことは (111) 面より (100) 面に薄く平板狀に發達した折出物の群の集りを我々が線條として見ていることを示していること。

8) 二三の假定をおくと二重、三重の時の線條組織からその線條を生じさせた主要な焼入歪力の方面が導き出せること。

9) 再度の熱處理を行つた時得られる線條組織の傾向は、はじめの時と大體似ているが完全に同じではないこと。

最後に本研究はこの研究題目で支給された文部省科學研究費によつて行われた。X線寫眞撮影にあつては金屬化學研究室の江木弘三君、顯微鏡寫眞撮影には機械材料及材料力學研究室の山下良雄君の御世話になつた。茲に感謝の意を表する。なお、本研究は日本金屬學會の昭和25年春季大會に於て著者等の内の幸田、關川二名の名に於て發表した研究成果とその後の更に詳細な諸君の研究結果を加えて纏めたものである。

(昭和25年10月27日記)