研究ノート Al-Ag 合金の低温時効硬化に及ぼす試料表面の影響*

金谷 輝人**・中川 恵友***・馬田 明英****・榊原 精*****

Effect of specimen surface on low temperature age-hardening in Al-Ag alloys*

Teruto KANADANI**, Keiyu NAKAGAWA***, Akihide UMADA**** and Akira SAKAKIBARA*****

1. 緒 言

Al-Ag 合金の場合と同様、時効初期に球状 GP ゾーンが生成する Al-Zn 合金の低温時効硬化の際に、試料表面および結晶粒界の近傍では、これらが空孔消滅場所 (sink) であることから GP ゾーンの成長が遅滞し、充分長く時効した後でも他の領域に比べて少し軟かいままであることが見出されている¹⁾。

著者らは 1 mass% 程度の Ag を含む低濃度 Al-Ag 合金を室温付近の温度で時効し、表面および粒界の近傍は他の領域に比べて少し軟かいままであることを見出した²⁾。これは、X 線小角散乱強度の測定による GP ゾーンのサイズおよび析出量の測定結果等より、表面および粒界がそれぞれ空孔 sink および空孔移動のための容易経路として作用することに起因すると解釈した。しかし、この結果は 1%Ag 程度のごく低い濃度の合金についてのみの結果である。そこで本研究では、より濃度の高い数種の Al-Ag 合金について、表面からの深さ方向での時効硬化を検討した。

2. 実験方法

使用した合金は 99.996%Al および 99.999%Ag の両純金属を、空气中で溶解・鋳造して作成した配合成分 Al-3, 5 および 10 mass%Ag のものである (以下 % は mass%)。試料の作製方法、形状、寸法等は既報¹⁾の通りである。試料は各焼入れ温度 (T_Q) に 3.6 ks 保持後、氷水中へ急冷し、293 K または 273 K の時効温度 (T_A) に種々の時間保持した。

硬度および電気抵抗の測定方法は既報^{1), 2)}の通りである。なお、抵抗測定において試料厚さの異なる場合の各測定値を比較するために、573 K より焼入れた直後の抵抗値 (R_0) で各測定値を除した。更に、時効後の試料の表面付近および中心部より作成した薄膜について、透過電顕による時効組織の観察を行った。

3. 実験結果および考察

Fig. 1 に、Al-3%Ag 合金の時効硬化に及ぼす試料表面の影響を調べるために、623 K より焼入れ、273 K で 120 ks 時効した試料の結晶中央部の硬度を種々の荷重を用いて測定した結果を示す。荷重が 0.25 N 以下の場合には、荷重が小さいほど硬度が小さく、0.49 N 以上では一定である。これは荷重が大きくなるにつれて、硬度が大きく一様な試料中心部の領域が硬度値へ大きく影響するようになること、および荷重が 0.49 N 以上になれば、表面の軟かい部分の硬度値への影響はほぼ一定となり、荷重による差は認められなくなることを示している。すなわち、この合金の場合にも、Al-1%Ag 合金の場合²⁾と同様に表面が空孔 sink として有効に作用していると考えられる。

Fig. 2 は、少し濃度の高い Al-5%Ag 合金を 723 K から焼入れ、273 K で時効したときの試料の深さ方向での硬さ変化について調べた結果である。ある程度長い 72 ks 時効の場合 (○印)、荷重が小さいほど硬度値は大きくなっている。ビッカース硬度は、荷重が大きいほど試料のより内部での硬さを反映するので、この結果は表面に近いほどより硬化していることを示すと考えられる。これは、3 % 以下の合金とは逆の傾向である。そこで、時効時間 (t_A) を 0.6 ks と短くして同様の実験を行ったところ (△印)、荷重がある程度大きくなると硬度が増加した。すなわち、Al-5%Ag 合金でも t_A が短いときには、3 % 以下の濃度の合金の場合と同様に表面が軟かく、内部は少し硬いことがわかる。これらの結果より、Al-5%Ag 合金の場合にも表面が空孔 sink として作用するために、表面付近では時効硬化が遅くなるが、空孔濃度の高い試料内部では合金濃度の増加に起因して、72 ks 時効では GP ゾーン間の競合成長のためにゾーンがさらに成長し、軟化したのではないと思われる。Al-10%Ag 合金についてもこれとほぼ同様の結果が得られたが、図は省略する。

ところで試料の厚さが変われば、内部に比べて少し硬

* 日本金属学会第114回大会 (平成 6 年 3 月) にて一部発表。** 岡山理科大学工学部 (岡山市)。Faculty of Engineering, Okayama University of Science (Okayama-shi, Okayama). *** 岡山理科大学大学院 (岡山市)。Graduate School, Okayama University of Science, (Okayama-shi, Okayama). **** 岡山理科大学大学院 [現在: トープラ (株) (秦野市)]。Graduate School, Okayama University of Science, [Present: Topura Co., Ltd. (Hatano-shi, Kanagawa)]. ***** 岡山大学工学部 (岡山市)。Faculty of Engineering, Okayama University (Okayama-shi, Okayama). 受理日: 平成 7 年 12 月 25 日

Fig. 1 Micro Vickers hardness against the load for an Al-3 mass%Ag alloy aged for 120 ks at 273 K after quenching from 623 K.

Fig. 2 Micro Vickers hardness against the load for an Al-5 mass%Ag alloy aged for 0.6 ks or 72 ks at 273 K after quenching from 723 K.

さの異なる表面層の占める体積割合は変化するはずである。このような場合には、試料厚さによって電気抵抗の等温時効曲線に差異が生じる可能性がある。そこで、Al-5%Ag 合金について試料厚さを変えた場合の電気抵抗の等温時効曲線を求めた。0.1~0.4 mm 厚の各試料について、573 K から焼入れ後の 273 K での時効曲線を Fig. 3 に示す。曲線は、いずれも GP ゾーンが形成、成長する場合に特有の抵抗極大を示している。また試料厚さが薄いほど極大後の抵抗減少量は小さい。Al-Zn 合金についての X 線小角散乱強度の測定結果によれば、極大後の抵抗減少量が大きいほど形成されている GP ゾーンはより大きくなる^{3),4)}。このことと Fig. 1 および Fig. 2 の結果から、Al-Ag 合金の表面層において形成されている GP ゾーンの大きさは、中心部でのゾーンに比べて少し小さいと考えられる。この点を確認するために、Fig. 2 と同じ熱処理を施した Al-10%Ag 合金試料の表面付近と中心部について TEM 観察を行った結果が Fig. 4 である。両方の場合とも球状の GP ゾーンが多数観察されたが、表面付近および内部での GP ゾーンの平均直径はそれぞれ 1.2 nm と 2.1 nm であり、表面付近の方がゾーンの大きさが小さかった。これは上述の解釈を

Fig. 3 Variation in electrical resistivity for an Al-5 mass%Ag alloy with different thicknesses (t_s) during aging at 273 K after quenched from 573 K.

Fig. 4 Transmission electron micrographs of specimen (1.0 mm thickness), Al-10 mass%Ag alloy quenched from 723 K and aged for 72 ks at 273 K. (a) interior and (b) surface.

支持する結果と考えられるが、GP ゾーンの分布と硬さの関連については今後更に検討したい。

4. 結 言

3~10%Ag の濃度範囲の数種の Al-Ag 合金について、試料各部での低温時効硬化を詳しく調べた結果、充分長い時効後でさえ試料表面付近では、より内部に比べて硬化の程度が少し異なることが明らかになった。これは、Al-Zn 合金の場合と同様に、試料表面が空孔消滅場所として作用する結果生じる GP ゾーンの成長の場所的な差異によると解釈できる。

終わりに、電子顕微鏡の使用について種々便宜いただいた岡山理科大学総合機器センターに深謝いたします。

参 考 文 献

- 1) 太田陸奥雄, 山田広志, 金谷輝人, 榊原 精, 山田益男: 軽金属, 33 (1983), 212.
- 2) A. Sakakibara, M. Yamada and T. Kanadani: Z. Metallkde., 82 (1991), 769.
- 3) 太田陸奥雄, 金谷輝人, 榊原 精: 日本金属学会誌, 47 (1983), 375.
- 4) 里 達雄, 小島 陽, 高橋恒夫: 日本金属学会誌, 42 (1978), 702.