研究報告

IS および高純度アルミニウムの経時変化について*

森永 卓一** 財満 鎮雄***
高橋 恒夫**** 中村 立一*****

Some experimental studies on the aging of 1S and high purity aluminium
(UDC 669.159.8:669.71)

MORINAGA Takuichi** ZAIMA Shigeo***
TAKAHASHI Tsuneo**** NAKAMURA Ryuichi*****

This study was made for finding out whether the unstable state, such as damping capacity, in early stage of aging of Al-Cu alloys or 2S aluminium takes place only in the precipitation-type super-saturated solid solution or due to thermal stress or dislocation by quenching into water from high temperature. The measurement of damping capacity, hardness, decrement of Harbert pendulum and specific volume was made by use of 1S, 99.99% purity (poly crystals) and 99.9% purity (single crystal) aluminium.

Findings are that in the case of 1S, the change is similar to that of 2S, but in the case of 99.9%(single crystal)aluminium, Al content of which is just same as of 1S, a small fluctuation is observed, and in the case of 99.99% purity metal, the properties are not changed by aging.

(Received Sept. 11, 1959)

1. 初期時効と析出時効

過飽和固溶体からの析出時効は初期時効とそれ以後の析出時効とに分けられるが、この初期時効は主として G-P zone の生成、消滅ならびに形状などが問題点となっている。この G-P zone の生成も溶体化処理ならびに急冷の際の熱ひずみ・格子欠陥・結晶粒内部および粒界の偏析などによつてことなることが考えられる。前報までに報告したように、従来からよく研究の行われている析出型過飽和固溶体の Al-Cu 合金¹⁾あるいは17S²⁾などについて、また2Sなどの時効を追求した結果は減衰能・比容積などに10数時間にわたり変動があり、それ以後一応安定な状態になった。

よつて Al-Cu 合金などにあらわれる初期の不安定な状態が、析出型過飽和固溶体にのみ生ずるのが、高温よりの急冷のための熱ひずみや格子欠陥などによつて生ずるのかを考えるため、1Sあるいは高純度アルミニウムなどについて高温に加熱後急冷し、室温(約20°C)に

おいて比容積・減衰能・カタサなどを測定し、前述の現象に検討を加える基礎実験とした。

2. 供試材料

実験に供した試料は Table 1 に示す化学成分をもつ 1S・99.99%純度アルミニウム(多結晶)および99.9%アルミニウム(単結晶)などである。

3. 1Sについて

Fig. 1 の形状の試験片を作成し、500°C 30分保持後

Table 1 Chemical compositions of specimens

	(Fe+Si) (%)	Cu (%)	Al(%)	Remarks
1S	0.50	—	balance	
99.99% purity aluminium			99.996	
99.9% purity aluminium			99.9	Single Crystal

* 本報告は一部日本金属学会第43回大会講演会(33-10-17)において講演した。

** 東京工業大学教授(金属工学教室)工博 Prof., Tokyo Institute of Technology, Dr. Eng.

*** 山梨大学工学部助教授(機械工学科) Assist Prof., Faculty of Engineering, Yamanashi University.

**** 東京工業大学(金属工学教室) Tokyo Institute of Technology.

***** 諏訪精工社 Suwa Seikosh Co., Ltd.

20°Cに水焼入れし、室温にて96時間経過した試料を振り振動試験装置³⁾にくわえて、振り角振巾 $\pm\theta$ とともに変化する振り振動の対数減衰率 λ の変化を調べた。Al-Cu合金において確かめた¹⁾ように、振り振動でも横振動でも減衰能は同様な特性を示し、とくに振動方式にこだわる必要はないが、ここでは試料の形状の点から振り振動で行なった。その結果はFig.2のようになり、振巾の増加とともに対数減衰率の増加が一時停滞し振巾にかかわらずほぼ一定の値をとり、しかる後振巾に応じて対数減衰率も急激に増加するという、Al-Cu合金¹⁾あるいは17S²⁾などの場合と同傾向を示した。しかし、振巾にかかわらずほぼ一定の値をとる領域はそれらの場合に比べて非常に狭いのは1Sの振り強さが小さいことから当然考えられる。

Fig.2より振り角振巾 $\pm\theta$ の変動の影響が少ない範囲、例えば $\pm\theta = \pm 27'$ で2Sの場合と同様の熱処理を施したFig.1の試験片(すなわち、20°, 80°, 120°, 150°, 180°, 200°および220°Cの7種類の温度で定温時効した試験片)の、時効時間 t とともに変化する対数減衰率 λ の変化を調べてFig.3を得た。各温度において2Sの定温時効の際の λ 変化曲線³⁾と非常に数似した変化特性を示している。このことは、含有成分を考えると、2SではFe%とSi%との和がかなりの比重を占める(Al 98.97%に対し1.0%に近い)のに対し、1Sの場合も主として認められる含有成分がTable 1のような(Fe+Si)%であることから、その傾向の一致することは考えられることである。

Fig.1 Specimen for torsional oscillation test.

Fig.2 Relation between torsional angle $\pm\theta$ and damping capacity (logarithmic decrement λ) in torsional oscillation in the case of 1S.

Fig.3 Change of damping capacity(logarithmic decrement λ) in the case of 1S.

Fig.4 Change of Knoop hardness H_k in the case of 1S.

また、ヌーブ硬さ H_k の変化は $15\text{mm}\phi \times 12\text{mm}$ の円筒試験片について同様の熱処理を施した場合、Fig. 4 のようにそれぞれの時効温度においてもほとんど変化らしい変化がみられない。 $15\text{mm}\phi \times 12\text{mm}$ の同様の熱処理試験片にハーバート振子（重量 0.9kg ）をのせて、振子の減衰振動の対数減衰率 λ_p を求めると Fig. 5 のようになり、この場合には $20 \sim 80^\circ\text{C}$ では約 4 時間、 $150 \sim 220^\circ\text{C}$ では約 6 時間経過後に λ_p がやや特異な変化をするが、この時期は Fig. 3 における λ の大きな変動の時期とはほぼ一致している。

4. 99.99%純度アルミニウムについて

Table 1 の高純度アルミニウムについて同様の実験を行なったが、常温における減衰能の変化は Fig. 6 のようになり、時間 t の経過にかかわらずほとんど変化はみられない。2S の場合あるいは 1S における Fig. 3 などと較べて、とくに微量な成分の含有が内部変化、従つて λ の変化に大きく効いてくることが判る。

また、同様にしてヌーブ硬さ H_k の変化は Fig. 7 のようになり、時間 t の経過にかかわらずほとんど H_k は変化せず、同様に比容積 V の変化も Fig. 8 のように時間

Fig. 5 Change of decrement of Harbert pendulum (logarithmic decrement λ_p) in the case of 1S.

t の経過にかかわらず変化はみとめられない。

5. 99.9%純度アルミニウム（単結晶）について

つぎに、99.9%純度アルミニウム（単結晶）について室温（約 20°C ）における同様の実験を行なった。

振り振動試験における減衰能は 1S の場合と同様に Fig. 9 の結果を得たが、図にみるように多少の変化はみとめられるが前記 1S (Fig. 3) に比べて左程大きくはない。しかし、ヌーブ硬さ H_k は Fig. 10 のように時間 t の経過にかかわらずほとんど変化しないが、ハーバート振子（重量 0.9kg ）の減衰性（対数減衰率 λ_p ）を示す Fig. 11 と比べると、多少の対応性がみられないこともない。すなわち、 λ_p はわずかな変化ではあるが Fig. 9 における λ の変化に対応して変化しており変化に有意性があることを示すが、 H_k の変化も強いていえばこれに対応しているようである。また、この λ_p 変化は明瞭ではないが 1S における λ の変化あるいは λ_p の変化と類似性がみられることは成分に大差ないことを考えれば、多結晶ということはこの種の性質変動に大きな要素とならないことを示している。しかし、単結晶ではその変動の大きさが小さいことから結晶粒度が変動の大きさで影響を与えることは想像される。

Fig. 6 Change of damping capacity (logarithmic decrement λ) in the case of aluminium (99.99% purity).

Fig. 7 Knoop hardness H_k in the case of aluminium (99.99% purity).

Fig. 8 Change of specific volume V in the case of aluminium (99.99% purity).

Fig. 9 Change of damping capacity (logarithmic decrement λ) in the case of 99.9% purity aluminium (single crystal).

Fig. 10 Change of Knoop hardness H_k in the case of 99.9% purity aluminium (single crystal).

Fig. 11 Change of decrement of Harbert pendulum (logarithmic decrement λ_p) in the case of 99.9% purity aluminium (single crystal).

6. 今までに求められた結果による検討

以上の実験結果によれば、とくに時効初期において減衰能の急激な変化は1Sのように含有成分の少ない材料においてもかなり激しいものがあり、しかも前報までに報告した17S・2SおよびAl-Cu合金などをあわせて考えれば、含有成分の多い材料の方が少ない材料に比し、一般的にみて変動の大きさが激しくない。しかし99.99%純度アルミニウムではあまり大きな変化ではなく、かつ99.9%純度アルミニウムでも単結晶になると変動は極めてわずかである。(ただし単結晶の場合 λ の値は大きい。)

また、カタサ曲線より経時変化をみれば2S・1Sあるいは高純度アルミニウムではほとんど変化がみとめられない。(従つてこれらの材料では時効による変化がほとんどないと考えられていた。)しかし、ハーバート振子の減衰性あるいは比容積変化では減衰能の変動の大きい区

間内では大きい変化がみられる。

これらを考えると、多結晶組織における減衰能の大きな変動は浸入型固溶体においては時効による局所的な濃度変化の発生から中間相の析出にいたるまでの過程において格子欠陥などの影響が大きく効いてきて、振動のように材質の性質を非常に敏感に反映する現象においては局所毎に発生する変化が減衰能に大きい影響を与えてするといピークを生じ、中間相析出から安定相までの析出変化も減衰能に変動を与えるが前述の場合程大きくはない。合金成分が増加し固溶限をこえてくれば組織の地が複雑となり、中間相の析出までの変化も格子欠陥などの影響が互に干渉し前述の場合程大きくはないが、ある程度効いてくるためと思われる。このことは17S・Al-Cu合金・2Sあるいは1Sにおいて、局所的な濃度変化が時間的なずれをもつて各部に発生し中間相の形成に近づくことと判断されるごく時効の初期にカタサの上昇が波うつ形状をとりながら全体的硬化に近づくこと、またカタサ測定よりさらに微妙な変化が測定できるハーバート振子の減衰性においても同様な変化が認められ、とくにカタサ変化では変動のみられない2Sおよび1Sなどでも同様に認められることから、いくつかの局部的硬化と全体的硬化とが重なり合つた現象のため初期においてとくに減衰能はじめ各種の性質に不安定な変動がみられると解釈できる。

また、比容積変化をみても、1Sおよび高純度アルミニウムでは析出によりマクロ的に大きな容積変化は考えられないので目立つた変化はないが、17S・Al-Cu合金および2Sなどでは前述のような解釈と矛盾しない変化をとつている。

7. 総 括

以上、1S・99.99%純度アルミニウムおよび99.9%純度アルミニウム(単結晶)について、減衰能測定・硬さ測定・ハーバート振子の減衰性測定および比容積分析などによつて定温保持中における経時変化を調べた。これらの測定は今までに求めた17S・Al-Cu合金および2Sなどの時効による変化、とくに時効初期における減衰能などの不安定な変動の大きい現象の解析に対する基礎実験として行なつたものであり、ここに求めた結果を今までの結果と対照して一応の検討を加えた。

本実験は一部文部省科学研究費によつたことを付記して感謝の意を表する。

参 考 文 献

- 1) 森永, 財満, 高橋, 峰野: 軽金属 **9**, **39**, (1959), **29**
- 2) 森永, 財満: 日本金属学会誌 **23**, **1** (1959), **45**
- 3) 森永, 財満, 奥石: 軽金属, **9**, **39** (1959), **25**