Al-Mg₂Si 合金の時効に伴う性質変化とその 復元現象について

中 村 熙*

Variation of properties of Al-Mg₂Si alloys on aging and reversion

UDC 669.715'721'782:621.785.7

NAKAMURA Hiroshi*

This paper studied aging processes of Al-1.1~1.6%Mg₂Si alloys by hardness and electrical resistivity measurements and on electron microscopy. After solution treatment at 580°C, specimens were quenched into water at 1±0.2°C and aged at 20~90°C. Reversion treatment was performed at 285, 320 and 380°C, as determined by preliminary experiments. The results obtained are as follows:

(1) Both hardness and resistivity increased on aging.

(2) Hardness increase, attained by aging, was recovered nearly completely by reversion when reversion time was within a certain period. This period depended on aging and reversion temperatures. Resistivity increase due to aging was recovered completely by reversion at 285, 320 and 380°C, whatever the aging stage was. Thus, the time required for complete reversion was determined by the resistivity and the hardness on re-aging at the initial aging temperature. At 380°C, the complete reversion time determined by the resistivity measurement agreed with that determined by the hardness measurement. However, on 285°C and 320°C reversion treatment, there was a difference between the reversion time determined by hardness measurement and that by resistivity measurement.

(3) When aging was arrested in the early stage at the initial aging and reversion was performed at 285°C, hardening at re-aging progressed very slowly.

(Received Jan. 20, 1973)

1. 緒 言

前報で¹⁾ Al-1.1~1.6%Mg₂Si 合金の時効に伴って溶解速度が変化することを示したが、その結果によれば、この合金の比較的低い時効温度の比較的初期に特徴のある溶解速度の変化が認められた。本報告は、これらの時効時期も含めて、その時効および復元現象について、硬さ、電気抵抗の変化を測定するとともに、顕微鏡、透過電子顕微鏡による観察もあわせて行なおうとするものである。

2. 実験方法

2.1 実験試料

実験に使用した地金は、アルミニウムは 99.996%以上、マグネシウムは蒸留法による 99.99%以上、また、ケイ素は 99.99%以上の純度のものである。合金の調製は、ケイ素は Al-Si 母合金によつて添加し、他はそれぞ

れの地金で加えた。溶解ならびに試験片の作製は前報に述べたとおりである。なお、電気抵抗測定用試料は熱延から冷延に移った厚さ 5 mm の板から圧延方向に平行に 5 mm 角に切り出し、これを線引し、0.68 mm に仕上げた線を使用した。また、電顕用の試片は 1.7 mm 厚に仕上げた板を 0.1 mm に冷延して使用した。なお合金の組成は **Table 1** のとおりである。

2.2 実験要領

溶体化処理は 580°C×43hr で、1±0.2°C の水中に落下、焼入れ、これを所定の温度 (20, 35, 65, 90°C に±0.5°C の油浴, 120, 165°C は±3°C の油浴) で時効させた。

Table 1 Chemical compositions of specimens.

Specimen	Mg(wt.%)	Si(wt.%)
1.1%MgSi	0.69	0.36
1.4%MgSi	0.86	0.52
1.6%MgSi	1.02	0.56

* 明治大学工学部 Faculty of Engineering, Meigi University (Kawasaki)

なお、電気抵抗測定用試片と電顕用試験は $580^{\circ}\text{C} \times 30$ min の溶体化処理とし $1 \pm 0.2^{\circ}\text{C}$ の水中に焼入れた。また、復元処理の条件は硬さ試験片は $285^{\circ}\text{C} \times 10$ sec, $320^{\circ}\text{C} \times 5$ sec, $380^{\circ}\text{C} \times 2$ sec, 電気抵抗用試片は $285^{\circ}\text{C} \times 8$ sec, $320^{\circ}\text{C} \times 2$ sec, $380^{\circ}\text{C} \times 2$ sec とした。電顕用試片は、それぞれの温度で 1~5 sec の復元処理を行ない、観察した。これらの溶体化処理条件、復元処理条件はいずれも予備実験を行なって定めた。電気抵抗の変化は $\Delta\rho$ をもって示すこととした。これは、 $\Delta\rho = \rho_0 \times (R - R_0)/R_0$ で、 R_0 は焼入れ直後の電気抵抗値、 R は時効過程における電気抵抗値で、 ρ_0 は焼入れた直後の試料から求めた比抵抗である。これらの電気抵抗の測定はすべて液体窒素中で行なった。硬さの測定値で焼入れ直後として示してあるものは、焼入れ後、その表面の仕上げ時間を含めて 1 min 一定として、測定した値である。その他の時効時間は試片を時効炉から取り出した時点から硬さ測定開始までの時間を 3 min 一定として測定を行なった。また、復元処理後の硬さは復元処理の前に試片をエメリー紙で表面仕上げの後、復元処理を行ない、表面最終仕上げ等に要する時間を 1 min 一定として測定を行なった。

3. 実験結果

3.1 硬さ

3.1.1 時効に伴う硬さ変化

焼入れ後、ただちに $20 \sim 90^{\circ}\text{C}$ (一部の試料については 120 および 165°C で時効) で等温時効した。時効時間の経過に伴って、その硬さは増加する。増加の程度は時効初期に大きく、ついで比較的早い時期に飽和に近い過程を示した後、硬さは再び増加を示す。その飽和に近い過程は 20 , 35°C 時効についてはやや不鮮明である。時効に伴う硬さの変化の状態は Fig. 1~3 に示してあるが、Fig. 1

Fig. 1 Relation between hardness on isothermal aging of the Al-1.1% Mg_2Si alloy and its reversion value at 285°C . The specimens were aged at $20 \sim 90^{\circ}\text{C}$ after solution treatment at 580°C for 43 hrs.

は 1.1% Mg_2Si 合金の $20 \sim 90^{\circ}\text{C}$ 時効を、Fig. 2 は 1.4% Mg_2Si 合金の 20°C 時効を、また、Fig. 3 (a)~(e) は 1.6% Mg_2Si 合金の $35 \sim 165^{\circ}\text{C}$ 時効を示したものである。なお 1.6% Mg_2Si 合金の 20°C 時効は図示してはないうが、ほぼ 1.4% Mg_2Si 合金の 20°C 時効と同様の変化を示している。

3.1.2 復元³⁾

復元処理の温度は予備実験によつて求めたが、その中で、この実験ではもつとも低い $285^{\circ}\text{C} \times 10$ sec の復元処理温度を主な復元温度とした。

3.1.2.1 285°C 復元

各温度で等温時効した試片に $285^{\circ}\text{C} \times 10$ sec の加熱処理を行なうと、時効に伴って増加した硬さは、ある時効時間までは一定の値にまで軟化するが、時効時間が長く、したがって、さらに時効の進んだものは一定の硬さまで軟化しなくなる。なお、時効のごく初期には復元値がいくぶんバラツキを示している。これらの復元処理後の硬さを、Fig. 1, 2 および 3 (a)~(e) に、1.1% Mg_2Si , 1.4% Mg_2Si および 1.6% Mg_2Si の各合金について、それぞれ示した。図中に記号 H_1 をもって示してある時間までが時効の初期から一定の値に軟化する時期である。この時期から以後は一定値からはずれるようになる。この H_1 の時間は 1.1% Mg_2Si 合金では 20°C 時効で 2,000 hr よりも長く、 35 , 65 および 90°C 時効では、それぞれ 200 hr, 90 hr および 37 hr である。1.6% Mg_2Si 合金では H_1 の時期は 35 , 65 , および 90°C 時効に対し、それぞれ 100 hr, 60 hr および 26 hr である。なお、一定値を示す硬さは、1.1% Mg_2Si 合金は $20 \sim 90^{\circ}\text{C}$ 時効に対して Hv 29.5 であつたが、1.6% Mg_2Si 合金では 20 , および 35°C 時効に対し、Hv 39.5, 65 および 90°C 時効に対し、それぞれ Hv 42 および Hv 49.5 と時効温度が高くなると、その復元処理後の硬さがいくぶん大きくなることを示した。

3.1.2.2 320°C および 380°C 復元

1.6% Mg_2Si 合金の時効材に対し、 320°C および 380°C の復元処理を行なった。時効に伴って増加した硬さは、ある時効時間に到達するまでは復元によつて一定の値に

Fig. 2 Relation between hardness on isothermal aging of the Al-1.4% Mg_2Si alloy and its reversion value at 285°C . The specimens were aged at 20°C after solution treatment at 580°C for 43 hrs.

軟化する。その結果を Fig. 3 (a)–(e) に示す。図中に320℃および380℃の復元処理によって一定の値に軟化する限界の時間をそれぞれ記号 H_2 および H_3 として示してある。なお、35℃時効については Fig. 3 (a) に時効3,000 hr までを示してあるので、この時期では、320℃、380℃の復元処理によって、なお一定値を示し続けているため、 H_2 、 H_3 の記号は示されていない。(35℃時効では時効6,000 hr であら、320℃復元処理によって一定値に軟化することを示している。また380℃復元に対しても同様である)。65℃時効については Fig. 3(b) に示されているように、320℃復元で時効200 hr (H_2) まで一定値を示し、その後は、この値まで軟化しなくなる。380℃復元に対しては時効4,000 hr であら一定値まで軟化する。90℃時効については Fig. 3 (c) に示されているように、320℃復元で時効54 hr (H_2) まで一定値を示し、380℃復元では時効830 hr (H_3) まで一定値を示す。120℃時効については Fig. 3 (d) に示されているように320℃復元で一定値に軟化するのは、時効9 min (H_2) までで、以後は徐々に軟化しなくなる。また、380℃復元では時効40 hr (H_3) まで一定値を示している。さらに、165℃時効では320℃復元によって一定値を示す時期は求められなかった。380℃復元では時効45 min (H_3) まで一定値

に軟化することが示された。これらの関係は Fig. 3 (a) ~ (e) に比較して示されているように、320℃と385℃での復元処理によって一定値に軟化する時効時期とは時間的に相当な違いがある。また、復元処理によって一定値を示す硬さもいくぶん異なり、320℃復元処理に対しては、35℃時効で Hv 39.5×65℃および90℃時効では Hv 41 および42であつて、380℃復元に対しては35~90℃時効のすべてについて、Hv 37.5 であつた。(なお、時効温度120℃および165℃についても380℃復元では Hv 37.5 を示している)。

3.1.3 再時効

3.1.3.1 285℃復元処理後の再時効

時効によって硬さを増した試片を復元処理すると、硬さは軟化するが、これを復元処理を行なう前の時効温度に再度保持すると再び、復元処理によって失われた硬さが増加して再時効現象を示す。前項で Al-1.1~1.6% Mg_2Si 合金時効材の硬さは、285℃×10 sec の加熱処理によって、時効のある時間までは一定の硬さに軟化することを示したがこの一定の硬さに軟化する時効時期の試片を285℃で復元処理した後、復元処理をする前の時効温度に保持すると、ほとんどの試片は、同じような傾向を示しながら再硬化する。しかし、時効時間の比較的短

Fig. 3 Relation between hardness on isothermal aging of the Al-1.6% Mg_2Si alloy and its reversion values. The specimens were aged at various temperatures after solution treatment at at 580°C for 43 hrs, and were reversed at 285°C for 10 sec, at 320°C for 5 sec or at 380°C for 2 sec.

(a) Aged at 35°C. (b) Aged at 65°C. (c) Aged 90°C. (d) Aged at 120°C. (e) Aged at 165°C.

いある時期の計片は、その硬さが最終的には増加するが、再時効の初期に硬化が一時遅滞する期間が認められる。この硬さの変化は一般に認められているような復元後の再時効の場合の硬化が、焼入れ後ただちに時効した場合の硬化よりも遅れるという現象とは異なるようである。この硬化が遅滞する現象は65℃以下の温度における時効の場合に顕著である。Fig. 4 および 5 に 1.1% Mg_2Si Si 合金および 1.6% Mg_2Si 合金の再時効に伴う代表的な

Fig. 4 Hardness-time curves of the Al-1.1% Mg_2Si alloy on re-aging. (a) The specimens were reversed at 285°C for 10 sec after aging at 90°C for various times. (b) The specimens were reversed at 285°C for 10 sec after aging at 65°C for various times.

Fig. 5 Hardness-time curves of the Al-1.6% Mg_2Si alloy on re-aging. The specimens were reversed at 285°C for 10 sec after aging at various temperatures for various times. (a) Aged at 90°C. (b) Aged at 65°C. (c) Aged at 35°C.

硬さ変化を示した。Fig. 4 は 1.1% Mg_2Si 合金の65および90℃時効における再時効の状況で、Fig. 5 は 1.6% Mg_2Si 合金の35, 65および90℃時効における再時効の状況である。Fig. 4 の65℃時効で、時効1, 3.5, 6 および 24 hr の試片を復元処理の後、再時効処理したものは、図にみられるように、いずれも硬さは増加するが、時効3.5 hr の試片は他の時効時間の試片とは異なつて、再時効の初期に硬化が一時遅滞する時期がみられる。また、90℃時効では時効1, 2, 3.5, 5 および 24 hr の試片の再時効処理による硬さの変化を示したが、時効1 および 2 hr の試片では硬さの増加が一時遅滞する傾向を示し、他の時効時間の試片とは異なっている。1.6% Mg_2Si 合金については Fig. 5 に示してあるように、35℃時効では時効12~14 hr の試片において、また、65℃時効では時効3.5hr 付近の試片において、他の時効時間の試片とは異なつて、再時効による硬さの増加が一時遅滞することがわかる。90℃時効では再時効の場合の硬化の遅滞はどの時効時間の試片にもほとんどみられないようである。ただ、時効1~1.5 hr の試片では再時効による硬さがいくぶん他の時効時間のものより低めの傾向を示す。

3.1.3.2 320℃, 380℃復元処理後の再時効

1.6% Mg_2Si 合金について、35~165℃時効の後、これを320および380℃で復元処理し、それぞれ、復元処理の前の時効温度で再時効処理を行なつたが、さきに示した285℃での復元処理後の再時効処理の際にみられたような硬さの増加が遅滞する期間の存在は全くみられないし、硬化は比較的速やかであつた。代表的な例として、65℃時効の時効1, 3.5 および 12 hr の試片を320および380℃で復元処理の後、再時効した場合の結果を Fig. 6 に示す。図にみられるように、硬化は比較的速やかで、差はほとんどみとめられない。

3.2 電気抵抗

3.2.1 時効に伴う電気抵抗変化

Fig. 6 Hardness-time curves of the Al-1.6% Mg_2Si alloy on re-aging at 65°C. The specimens were reversed at 320°C or 380°C after aging at 65°C for various times.

時効温度90℃以下では、ある時効の期間電気抵抗は増加する。時効温度の低い方が増加の程度が大きくなることは多くの実験によつて示されているとおりである³⁾。1.6% Mg_2Si 合金の焼入れ直後の試料が示す比抵抗を基準にし、時効に伴う抵抗変化を時効温度35, 65および90℃について示したのがFig. 7である。この図からも明らかのように、 $\Delta\rho$ の増加は時効初期に大きく、また時効温度の低い35℃時効でもっとも大きい。90℃時効では $\Delta\rho$ は時効4,000 min (66.6 hr)の付近で極大に達し以後、減少を示している。65℃時効では 10^5 minでようやく飽和に近づき、35℃時効では 10^5 min (1667 hr)でなお増加の傾向を示している。

3.2.2 復元およびその再時効

時効に伴つて増加した $\Delta\rho$ は、これを時効過程のある時期に復元処理を行なうと、減少して285℃ $\times 8$ secの処理では $0 \sim 5 \times 10^{-9} \Omega\text{cm}$ に、320℃ $\times 2$ secおよび380℃ $\times 2$ secの処理では、いずれもほとんど0になる。この0およびその近傍の値を復元値が示す期間は、ここに示した電気抵抗測定の全域にわたつてみられ、硬さの復元処理にみられた状態とは少しく異なる。そこで、つぎに再時効処理を行なつた。

3.2.2.1 35℃時効の場合

Fig. 8の(A)に35℃時効の $\Delta\rho$ の変化と、その285および320℃での復元処理後の $\Delta\rho$ の値、さらにその35℃での再時効の結果を示す。まず、285℃での復元、その後の35℃での再時効をみると、復元処理で $\Delta\rho$ は時効の全域で減少し、再時効によつて増加しているが、その増し方は、焼入れ後、ただちに時効した試片の $\Delta\rho$ の増し方より全般的にみて遅い。320℃での復元、その後の35℃再時効では、 $\Delta\rho$ は時効の全域で減少し、再時効で増加するが、その増し方は焼入れ後、ただちに時効したものに近い増加を示す(図の(b))。ただ、285℃復元処理後の再時効での $\Delta\rho$ の増加が、時効750 min (12.5 hr)付近のものは、他の時効時間のものより最初にやや速く、つ

Fig. 7 Change in electrical resistivity on isothermal aging at various temperatures for the Al-1.6% Mg_2Si alloy. The specimens were aged at various temperatures after quenching from 580°C.

いでゆるやかに増す。

3.2.2.2 65℃時効の場合

Fig. 8の(B)は65℃時効の $\Delta\rho$ の変化と、その285および320℃での復元処理後の $\Delta\rho$ の値、およびその65℃での再時効の結果である。復元処理によつて時効の全域で減少した $\Delta\rho$ は、再時効処理によつて増加を示している。この場合も35℃時効の場合と同じように、285℃復元後の再時効にみられる $\Delta\rho$ の増し方は焼入れ後、ただちに時効したときの $\Delta\rho$ の増し方に比べ遅く、320℃復元後の再時効では $\Delta\rho$ の増し方は焼入れ後、ただちに時効したものに近い。また、この場合も285℃復元後の再時効で最初の時効240min (4 hr)付近のものは、他の時効時間のものより $\Delta\rho$ の増し方が最初速く、後にゆるやかになる。

3.2.2.3 90℃時効の場合

90℃時効については、復元処理を285℃、320℃とさらに380℃について行ない、その再時効の状態を求めた。その結果はFig. 8の(C)-(a), (b), (c)に示すとおりである。90℃時効の場合も、すでに述べた(3.2.2項)よ

Fig. 8 Changes of electrical resistivity of the Al-1.6% Mg_2Si alloy on aging, reversion and re-aging. Specimens were aged and re-aged at various temperatures and re-aged at the initial aging temperatures.

うに、285、320および380℃での復元処理によつて、時効に伴つて増加した $\Delta\rho$ は0およびその近傍の値に減少する。この点は35℃時効材、および65℃時効材の復元の場合と変わらないが、再時効にみられる $\Delta\rho$ の増加の状況は90℃時効の場合には少し異なる。285℃復元処理後の再時効ではFig. 8の(C)-(a)図のように時効の全域にわたつて $0\sim 5\times 10^{-9}\Omega\text{cm}$ に減少した $\Delta\rho$ が再時効処理で、復元処理前の時効で1,090 min (18 hr)までの試片では、最初の時効に比べ変化の速さは遅いが増加する。しかし、この1,090 min (18 hr)より時効時間の長い試片では、復元処理で減少した $\Delta\rho$ は再時効処理できわめてわずかに増すか、あるいはそのままの値を短時間示した後、いずれも減少する。したがつて、最初の時効1,090 min 付近を境にして、その前後で再時効処理に対して $\Delta\rho$ の変化が異なることを示している。この変化は硬さの復元処理において、その復元値が一定値を示す時期とこれからはずれる時期とが生ずる現象と対応するものである。

つぎに、320℃復元処理後の再時効の場合はFig. 8の(C)-(b)図のような変化を示す。時効の全域で復元処理によつて減少した $\Delta\rho$ は再時効処理で増加し、しかもその増し方は焼入れ後、ただちに90℃で時効した試片の $\Delta\rho$ の増加に似ている。その $\Delta\rho$ が最初の90℃時効における $\Delta\rho$ の極大の値に達するまで増加するものは最初の時効での時効時間4,000 min (66.6 hr)までの試片で、それより時効時間の長いものは再時効で到達する極大値は小さくなる。したがつて、320℃での復元処理後の再

時効処理では、最初の時効で極大を示すまでの時期の試片と、それ以後の試片とでは、その再時効処理に対して示す挙動は見かけ上異なる。

最後に、380℃で復元処理をした後、これを再時効処理したときの $\Delta\rho$ の変化は、Fig. 8の(C)-(c)図のとおりである。復元処理で時効の全域にわたつてほとんど0まで減少した $\Delta\rho$ は、再時効処理によつて比較的速やかに増加する。最初の時効47,000 min (782.8 hr)付近までの試片では、焼入れ後ただちに時効した試片が90℃時効で示した $\Delta\rho$ の極大値、あるいはこれに近い値に再時効処理で到達する。しかし、最初の時効が51,000 min (850 hr)以降の試片では、再時効処理によつて $\Delta\rho$ は速やかに増加するものの、その到達する $\Delta\rho$ の極大値は、焼入れ後、ただちに時効した試片の示す極大値よりは小さく、しかも、到達する $\Delta\rho$ の極大値は、最初の時効時間が長くなるにつれて、再時効処理で小さくなる。なお、図中には時効時間の長い代表例として時効82,000 min (1383 hr)の場合を示してある。

3.3 組織観察

時効に伴う組織変化を顕微鏡ならびに透過電顕によつて観察した。時効温度の比較的低い35~90℃時効では長時間時効したものでも容易に組織変化は見出されず、わずかに時効に伴う転位線の変化が認められる程度であった。したがつて、比較的時効初期の性質変化を透過電顕による観察から求めることは困難のようである。1~2の例として、**Photo 1**に35℃×720 hr、**Photo 2**に35℃×5,700 hr、**Photo 3**に90℃×1,296 hr、**Photo 4**に

Transmission electron micrographs of the thin foil of Al-1.6 wt.%Mg₃Si alloy.

Photo 1 Aged at 35°C for 720 hrs.

Photo 2 Aged at 35°C for 5,700 hrs.

Photo 3 Aged at 90°C for 1,296 hrs.

Photo 4 Aged at 90°C for 6,300 hrs.

90°C×6,300 hr の写真を示した。

4. 考 察

時効に伴う硬さおよび電気抵抗の変化, ならびにその復元と再時効について考察すると, 硬さ, 電気抵抗はともに時効のごく初期に急速に増した後ゆるやかな増加が続く。硬さは時効温度 20~165°C の範囲では, 時効温度が高くなるにつれ大きくなるが, 電気抵抗の変化は時効温度 35~90°C の範囲では時効温度の低い方が大きくなる³⁾ (Fig. 3, Fig. 7)。

時効によつて増した硬さ, 電気抵抗の復元処理に対する挙動とその再時効処理に対する挙動を Al-1.6% Mg₂Si 合金について比較すると,

1). 硬さは 285, 320, 380°C の各温度での復元処理で, それぞれ時効のある時間までは一定の硬さに軟化する。そして復元処理温度の高い方が復元値が一定の硬さを示す期間が長い。この硬さが一定値を示す時効の期間と一定値からはずれるようになる期間との境の時期を復元処理温度 285, 320, 380°C の別に H₁, H₂, H₃ として Fig. 3 に示した。この一定値を示している硬さは時効温度によつて 285, 320°C の復元処理に対し異なつた値を示すが, 380°C での復元処理に対しては時効温度に関係なく一定であつた。同一時効温度でも時効温度が高くなると 285°C 復元と 320°C 復元とで硬さに差がみられ, 復元処理温度の高い方が硬さは軟くなつた。

2). 電気抵抗変化 $\Delta\rho$ は 285, 320, 380°C の各温度での復元処理で, Fig. 8 に示されているように時効時間 10⁶ min (1,667 hr) までは少なくとも全域にわたつて焼入れ時に近い値に減少する。したがつて, 硬さでは復元処理によつて一定値まで軟化する時期に限界がみられたが (H₁, H₂, H₃ に該当), そのような時期の存在は $\Delta\rho$ の復元処理に対しては見出されない。また, $\Delta\rho$ の復元値は時効温度に関係なく, 285°C での復元処理で $0\sim5\times10^{-9}\Omega\text{cm}$, 320, 380°C での復元処理ではほぼ 0 であつた。

文献によれば, この Al-Mg₂Si 合金の時効に伴つて増加した硬さは, かなり高温 (270°C) で復元させても硬さが焼入れ時の値にまでもどらないこと, また, 時効温度が高くなると復元値が高い値を示すことが, この合金の特徴として示されている⁴⁾。したがつて, 本研究で得られた 285, 320°C 復元による結果は文献とよく一致しているが, 380°C での復元処理では一定値を示す復元後の硬さは時効温度に関係なく一定で, 焼入れ時の値と一致している。なおこの Al-Mg₂Si 合金の G.P. ゾーンについては, その安定性のくわしいことは解明されていないようで, 比熱測定からみて G.P. ゾーンは 300°C 付近までは完全には復元しないとも言われている⁴⁾。さらに, 低

温で長時間の時効を行なつた場合に形成される時効生成物が, G.P. ゾーンのみであるのか, 中間相も含まれるようになるのか明らかにされていないため, 実験結果の十分な解釈は困難である。しかしながら, 同一時効温度に対し, H₁, H₂, H₃ が復元処理温度によつて異なることは, 時効生成物の臨界寸法の温度依存性によつて理解することができる。また, 時効温度が異なることで H₁ あるいは H₂ の硬さが異なるのは, 焼入れの途中で形成された時効生成物に起因しているものと考えられる。

復元後の電気抵抗は時効温度, 復元処理温度に関係なく焼入れ時の値にごく近いことが示されているが, これは時効によつて形成されるクラスタや G.P. ゾーンが微細で密度が高い場合に $\Delta\rho$ の増加は大きくなることから, そのような微細な G.P. ゾーンは, 比較的低い復元温度でも十分に復元されるためと考えられる。

3). 再時効について

285°C で復元後, もとの温度で再時効すると硬化速度は焼入れ後, ただちに時効したものより遅いが, 硬さは増加する。ただ, そのなかで, 35, 65°C である範囲の時間時効した試片では, 他の時効時間の試片と異なつて再時効での硬さの増加がある期間, 遅滞する現象がみられる (Fig. 5 (b), (c))。

電気抵抗変化 $\Delta\rho$ は復元によつて $0\sim5\times10^{-9}\Omega\text{cm}$ に減少する。35, 65°C での再時効によつて $\Delta\rho$ はふたたび増加するが, 再時効で硬さの増加が一時, 遅滞を示す試片と同じ条件の試片では $\Delta\rho$ の増加が速く進行する時期がある。これは, $\Delta\rho$ を増加させるようなクラスタや G.P. ゾーンが形成されても硬さの増加への寄与は劣ることと関連があるためであろう。一方, 90°C における再時効では, 時効 1,090 min (18 hr) までの試片の場合, 再時効で $\Delta\rho$ は増加するが, 時効 1,090 min 以降の試片では再時効しても増加はほとんど起こらず減少する。時効 1,090 min 以降の試片では, 90°C 時効で $\Delta\rho$ の増加に寄与していた, G.P. ゾーンが 285°C での復元処理で再溶解し, 再時効の場合には硬さの増加に影響を与えるような時効生成物の成長が起こり, これは $\Delta\rho$ の増加には寄与しないためであろう。もともと 90°C 時効では $\Delta\rho$ の増加は小さいが, 硬さの増し方は大きいことからもある程度予測される現象である。

320°C での復元後の 35, 65 および 90°C での再時効においては, 焼入れ後ただちに時効した場合と比較すると, 硬化は遅れるが硬さは増加する。 $\Delta\rho$ の方は復元処理で減少するが, 35 および 65°C における再時効では比較的速やかに増加して, 再時効の際の硬化と同じように最初の時効曲線に近い経過をたどる。90°C 時効の場合には, $\Delta\rho$ の時効曲線の極大の前と後とで再時効の場合の $\Delta\rho$ の増し方が変わる (Fig. 8(c))。

同じようなことが380℃復元の場合にもみられる。380℃復元後、35、65および90℃で再時効すると、硬さは増加するが、復元処理後の90℃における再時効で $\Delta\rho$ の時効に伴う変化は最初の時効曲線の極大よりはよほど後であるが(時効 51,000 min [850 hr])、 $\Delta\rho$ の増し方が少なくなっている。硬さの復元値が一定値からはずれる限界の時効時間、すなわち320℃復元での H_2 、380℃復元での H_3 の時間が90℃時効の場合に、それぞれ 54 hr, 830 hr であり、時効時間の上ではやや差があるが、320℃復元、380℃復元後の90℃再時効で $\Delta\rho$ の増加が少なくなる 4,000 min (66.7 hr), 51,000 min (850 hr) と対応するもののようである。

以上、実験結果について考察したが、復元処理温度によつて硬さの一定値への復元の時期に違いのみられる点については次のように考えられる。ある温度で復元を行なった場合に、最初の時効で増加した硬さが十分に復元されないことは、硬化要素である時効生成物が残存していることを意味する。残存している時効生成物は、その後の再時効で成長して硬化に寄与する。母相中の溶質の過飽和度は、そのような場合には減少しており、 $\Delta\rho$ の増加をもたらす微細な G.P. ゾーンの生成は量的に減少する。このような理由で、 H_2 や H_3 より長く時効した試片では、再時効の際の $\Delta\rho$ の増加が少なくなるものと解釈される。90℃時効における長時間の時効で形成される時効生成物が G.P. ゾーンのみであるか、中間相も含まれるようになっていのかはわからないが、復元処理温度に対する既存の時効生成物の臨界寸法を考慮すれば、 H_1 , H_2 , H_3 の違いは、概念的には容易に理解できよう。 H_1 , H_2 , H_3 における硬さの差の原因は明らかではないが、焼入れの途中で形成された時効生成物に起因するものと考えられる。

5. 結 言

Al-1.1~1.6%Mg₂Si 合金の20~90℃時効とその復元、再時効について、硬さ、電気抵抗の変化を求めた。硬さは、復元温度(285, 320 および 380℃)によつて、その復元値が異なるとともに、一定の値を示す復元時期に差がみられた。 $\Delta\rho$ は、時効の全域で、復元処理によつて焼入れ時の値にほぼ復元することを示している。再時効によつて、硬さは、いずれも増加するが、90℃時効の場合の $\Delta\rho$ は、硬さは復元が十分であれば、再時効処理によつて、最初の時効による増加と同様に増加し、時効時間が長くなり、硬さの復元が不十分な場合には、 $\Delta\rho$ の増し方は小さく、到達する値も小さくなる。また、35、および65℃で、ある範囲の時間だけ時効した試片の場合に限つて、復元後の再時効で硬化が一時遅滞し、一方、 $\Delta\rho$ の増し方は他の時効時間の試片の場合より速くなる現象が見出された(この時期は時効に伴う溶解速度の変化において極小を示す時期と一致する)。

終りに臨み、本研究の遂行に当たり、ご指導ご助言を賜わつた、明治大学名誉教授石田四郎先生、明治大学教授大野恭男先生に厚く感謝の意を表します。

参 考 文 献

- 1) 中村：軽金属, **23** (1973), 354
- 2) J. M. Silcock, T. J. Healand H. K. Hardy: J. Inst. Metals, **82** (1953—54), 239
- 3) C. Panseri and T. Federighi: J. Inst. Metals, **94** (1966), 99
- 4) 浅野, 藤川, 平野：日本金属学会会報, **8** (1968), 457