Al-15% Ag 合金における表面加工層 可視化の一方法

岡田 勝蔵*・高橋 昇**

A new visual method for detecting deformed
surface layers in an Al-15%Ag alloy

UDC : 669. 715 '22 : 539. 378 : 620. 18

Katsuzo OKADA* Noboru TAKAHASHI**

The surface of the alloy solution treated at 540°C for 20 h and water quenched was scratched by a diamond scribe before and after aging at 390°C for 20 h. Scanning electron microscopy was carried out on the precipitate particles in the deformed surface layers in the successive stages of metal surface dissolution by electropolishing. Scanning electron microscopy was also carried out on the oblique section of the scratching tracks prepared by emery paper scratching followed by electropolishing. If scratched prior to the aging treatment, the degree of deformation in the deformed surface layer is estimative quantitatively by the present method. If scratched after the aging treatment, the degree of deformation is also estimated by the method. A [110] fiber structure is found in the region of the heavily deformed superficial layer corresponding to the layer formed under compressive stress more than about 25 kg/mm².

(Received February 2, 1981)

1. はじめに

過飽和固溶体からの析出物が塑性変形部をデコレートする現象は線条組織の名のもとに Fink¹⁾らにより検討されて以来数多くの報告があり、それが塑性変形部の内部応力に基因することが明らかになってきている^{2), 3), 4)}。一方、析出物を利用して表面加工層の情報を得ようとする研究は主として素地の{100}面に平行な板状析出物からなる Widmanstätten 組織（以下ではW組織と略記）が得られる Al-4%Cu 合金を用いて行なわれており、それにより表面加工層の構造を可視化できることが実証されている⁵⁾。

本研究は表面加工層における塑性変形の状況を定量的および定性的に評価できる一可視化法を明らかにする目的で、Al-4%Cu 合金と同じ析出挙動を示し、かつ、素地のすべり面{111}に平行な板状析出物（以下板状晶と略記）からなるW組織が得られる Al-15%Ag 合金を使用し、時効前あるいは後に引っかけ加工する方法により析出物の形状、サイズ、出現密度を観察して表面加工層の定量あるいは定性的評価を試みたものである。

2. 実験方法

使用した10×10×5 mm 寸法の Al-15%Ag 合金は540°C、20時間の溶体化処理後水中急冷した。その後、Fig. 1に示す2種の手順で実験を行なった。すなわち、1つは表面加工層の塑性変形を定量的に吟味する目的で、引っかけ加工後390°Cで20時間時効を行なう方法である。他の1つは表面加工層の塑性変形を定性的に吟味する目的で、390°Cで20時間時効を行ない、W組織としたものについて引っかけ加工を行なう方法である。

表面加工層における組織の観察には加工層を表面から電解研磨で逐次溶解除去してその都度組織を観察する逐次溶解法と切断法とによった。切断法では試料表面を包埋用樹脂で被覆した後、試料断面を研磨紙で磨き出し、次いで研磨の際生じた加工層を電解研磨で除去した。電解研磨では過塩素酸系の電解液を用いた。なお、組織は走査電子顕微鏡で観察した。引っかけ加工にはピン・オン・プレート型摩擦試験機⁶⁾を使用した。用いたスライダは先端曲率半径15 μm の円錐型ダイヤモンドスライダである。引っかけ加工条件はすべり速度 0.01 mm/秒、

* 山梨大学工学部（甲府市）。Faculty of Engineering, Yamanashi University (Kofu).

** 豊橋技術科学大学（豊橋市）。Toyohashi University of Technology (Toyohashi).

Fig. 1 Experimental procedures.

接触荷重50 g, 空气中室温下無潤滑である。

3. 結 果

3.1 標準組織

Al-15%Ag 合金の W組織を呈する板状晶の r' 相 (中間相) と素地 α 相の間には次の結晶学的関係がある⁷⁾。

$$\begin{aligned} & \{0001\}r' // \{111\}\alpha \text{ および} \\ & \langle 11\bar{2}0 \rangle r' \langle 110 \rangle \alpha \end{aligned} \quad (1)$$

この関係で生ずる析出晶のサイズは時効処理の温度、時間に依存して変化する。すなわち、温度が低いほど、また、時間が短いほど、より小さな板状晶が生成し、かつ、板状晶密度 (単位体積中に含まれる板状晶の数) が大きくなる。このため、W組織の観察は困難となる。逆に温度が高いほど、また、時間が長いほど、より大きな板状晶が粗に存在する。このため、組織があらくなつてしまい、やはり観察には適さない。そこで本実験では走査電子顕微鏡観察に最も適したサイズの板状晶が生ずる 390°C, 20時間の時効を施した。Photo 1 は溶体化処理後時効して得られた典型的なW組織である。

3.2 表面加工層における塑性変形の定量的評価法

まず、溶体化処理した試料を種々の圧下率で冷間圧延した後時効し、板状晶の形状およびサイズが圧下率でどのように変化するのかを吟味した。なお、圧延は圧延パスごとに方向を変えて行なつた。次に、溶体化処理した試料を引つかり加工し、その後、冷間圧延の場合と同じ条件で時効し、引つかり加工で生じた表面加工層における塑性変形の定量的吟味が可能であるかを検討した。

3.2.1 冷間圧延における析出晶の形状およびサイズ

Photo 2 は圧下率30, 50, 70, 90%の場合に得られた析出晶の顕微鏡写真である。圧下率30%では長い板状晶と小さい板状晶が混在しているが圧下率50%では板状晶の長さはさらに短くなり、かつ、単位面積当りの板状晶の数も増加する。圧下率70%では板状晶のほかに直径がほぼ板状晶の長さに等しい球状晶が見られ、かつ、単位面積当りの球状晶の数と板状晶の数はほぼ同じである。圧下率90%では球状晶のみが現われ、板状晶はほとんど

Photo 1 Typical scanning electron micrograph of deformed layer aged at 390°C for 20 h.

認められない。これらより、析出晶の形状、サイズ、数が圧下率に依存して変化することがわかる。そこで、板状晶はその長さを、球状晶ではその直径を測定し、かつ、100 μm^2 中に存在する析出晶の数を調べ、それらと圧下率の関係を示したものが Fig. 2 である。圧下率が大きくなるにつれて板状晶は長さが短くなり、かつ、その数が増す。いいかえると圧下率の小さい場合には粗大な組織となるが、圧下率50~70%では緻密なW組織となる。圧下率70%以上の場合に生じる球状晶については、その直径は圧下率に関係なくほぼ一定である。

Al-4%Cu 合金の過飽和固溶体からの時効により生ずる析出晶は転位に沿ってはば等間隔に優先析出する傾向を持ち⁸⁾、かつ、その析出過程は G.P. ゾーンから中間相を経て安定相となる順序で起こる。Al-15%Ag 合金の析出現象も上述の場合に対応するとすれば、圧下率の増大に伴う板状晶密度の増大および析出晶サイズの減少は転位密度の増加で説明することができる。しかし、転位密度が著しく高く、結晶格子が強く歪んでいる場合、たとえば、99%以上の圧下率で冷間圧延した場合、上述の析出過程と異なり、固溶体から直接母相と不整合な安定相 (r 相) が析出する⁹⁾。本実験において圧下率70%以上の場合に見られる球状晶もこの析出過程の違いに基づいて生じたものと考えられる。

3.2.2 表面加工層における析出晶の形状 およびサイズ

表面加工層の組織変化を表面からの逐次溶解法により観察した。Photo 3 は引つかり傷をそのまま電解腐食して得られた組織である。傷の底部から盛上り部にかけて領域 a_1 では、直径 1 ~ 3 μm 程度の球状晶が見られ、盛上り部の外側周辺部 b_1 の組織は a_1 の部分と異なり、微細なW組織をなし、 b_1 部のさらにその外側の部分 c_1 の

Photo 2 Scanning electron micrographs of precipitate particles in deformed layers having reducing thickness.

Fig. 2 Relation between thickness reduction, particle size and number of particles.

Photo 3 Scanning electron micrograph showing bottom of track formed by scratching prior to aging treatment. Arrow indicates the direction of scratching.

組織は比較的粗いW組織となつている。Photo 4は傷底表面から約5μmの深さまで除去した試料内部の組織で、傷の底部から盛上り部にかけては微細なW組織が見られ、Photo 3に認められた球状晶は存在しない。表面を約20μmの深さまで除去すると、上述の場所による組織変化は見られなくなり、Photo 1に対応した均質なW組織が現われる。

次に斜め切断法により、引つかけ加工方向に直交する切断面（切断角60°）について表面加工層内部の組織を観

察した結果を Photo 5 に示す。傷底表面から約5μm内部の領域(A₁)までは球状晶が、その内部約15μmの深さ範囲(B₁)にわたって微細なW組織が、それよりさらに内部(C₁)には母材素地の粗大なW組織が見られる。切断法により、得られたこれらの結果は逐次溶解法の結果に対応する。

3.2.1の圧延は、圧延の影響を小さくして単純な圧縮に似た効果を与えるため、圧延パスごとに方向を変えて行なつたものである。したがって、本論文では、この圧延は圧縮圧延とみなし、たとえば、圧下率99%は圧縮率99%に対応すると考えることができる。Photo 5の表面加工層における組織の変化を Fig. 2の結果に対応させて定量的に評価した結果を Fig. 3 に示す。傷底表面から約5μmの深さでは約70%の圧縮率に対応した強度の加工が施されており、さらにその内部約30μmの深さまで塑性変形していることがわかる。他方、圧縮率と圧縮応力の関係を溶体化処理した試料の圧縮試験から求め、それを基にして便宜的に推定した傷底中心部における深さ方向の応力変化も Fig. 3に合わせ示した。傷底表面での接触圧力*を接触荷重と接触面積から求めると、約100kg/mm²となり、この値はほぼ圧縮率90%の圧縮応力に対応する。表面より試料内部に入るにつれて圧力は減少し、球状晶が見られなくなる約5μmの深さでは約25kg/mm²である。なお、試料表面での圧縮応力を Fig. 3から推定すれば、約160kg/mm²となる。

3.3 表面加工層における塑性変形の定性的評価法

W組織の析出晶(γ'相)と素地(α相)の結晶学的関係を示す(1)において、{111}αは表地(面心立方晶)のすべり面でもあるから、素地のすべり変形は析出晶の挙動を観察することにより吟味できると考えられる。

以上の予測に基づいて、溶体化処理後390℃で20時間

* 半径Rの硬球と軟平板の組合せにおける掘り起こしを伴う引つかけの場合、投影接触面積は $\frac{1}{2}\pi\left(\frac{r}{2}\right)^2$ 、接触圧力は $\frac{8W}{\pi r^2}$ となる。ここでrは傷幅、Wは接触荷重を示す。

Photo 4 Scanning electron micrograph at about $5\mu\text{m}$ depth beneath the bottom of the track.

Photo 6 Scanning electron micrograph showing bottom of the track formed by scratching after aging treatment.

Photo 5 Scanning electron micrograph of taper section of the track formed by scratching prior to aging treatment.

Fig. 3 Schematic diagram showing mode of deformation in the neighbourhood of the track formed by scratching Al-15%Ag alloy prior to aging treatment.

の時効を行なった試料について引っかけ加工を施し、生じた表面加工層における塑性変形を逐次溶解法および切断法により観察した。**Photo 6** はあらかじめ組織を顕出した試片について引っかけ加工して得た傷およびその周辺の顕微鏡写真である。傷底ではW組織が識別し難い。

これは3.2で述べたことから明らかなように傷底表層部では著しく強度な塑性流動が生じていることに起因する。すなわち、多数のすべり系の活動と結晶の回転によりW組織が細かく破碎されていると考えられる。このことは傷底表面を約 $5\mu\text{m}$ 除去した場所の組織観察により明らかとなる。すなわち、**Photo 7**に示すように、析出晶は曲りくねるとともに短くちぎられており、かつ、その方向および分布もでたらめとなつている。傷周辺では析出晶は引っかけ方向に曲げられており、そのわん曲の程度は傷から遠くなるにつれて小さい。

次に引っかけ方向に直交する垂直断面（切断角 90° ）の観察結果を**Photo 8**に示す。傷表面から深さ約 $5\mu\text{m}$ までの領域 A_2 では析出晶は傷表面にほぼ平行で、かつ、狭い間隔で配列している。その内側の領域 B_2 では析出晶の間隔は非変形領域 C_2 と変わらない。しかし、析出晶の湾曲が認められる。いま、2つの析出晶間の角度 θ_i を測定することにより結晶面指数を求める¹⁰⁾と非変形領域 C_2 の結晶面(431)面は B_2 領域のaで(211)面、bで(542)面と変化している。すなわち、引っかけ加工の際、 B_2 領域では結晶がすべりにより回転を生ずることがわかる。

4. 考 察

本実験における時効前の試料のビッカース硬さの平均値は $H_v=26$ 、時効後は $H_v=31$ であり、試料は時効することによりわずかに硬化する。しかし、両者の硬度差は小さく、また、時効後の素地は時効前と同じ結晶構造をもつ α 相であるから、時効の前後で引っかけ加工して得た2つの表面加工層を対比して検討することは意味のあるものと考えられる。

まず、**Photo 5**と**Photo 8**において、 A_1 、 A_2 領域はともに表面から数 μm の深さ範囲内にあるから、両者は同一の領域であると考えてよい。この領域では約 25 kg/

Photo 7 Scanning electron micrograph at about 5 μm depth beneath the bottom of the track.

Photo 8 Scanning electron micrograph of cross section of the track formed by scratching after aging treatment.

mm^2 以上の圧縮応力に対応する強大な応力が作用するため、多数のすべり系が活動し、結晶の回転が起こっている。**Fig. 4** は A_2 領域内の傷底表面に平行な一つの面である **Photo 7** の傷底中心部における複雑な形状の析出晶の折れ曲り角度を調べた結果である。これより、 55° 、 70° 、 110° 、 125° の折れ曲り角度をもつ析出晶が多く存在することがわかる。したがって、傷底に平行な表面には **Fig. 5 (a)** の (110) 微小結晶が **Fig. 5 (b)** に示すようにランダムな面内方位の状態で多数存在すると考えられる。ここで **Fig. 5 (a)** および **(b)** の実線は析出晶に平行な結晶方位を示す。以上より、約 25kg/mm^2 以上の圧縮応力に相当する応力が作用する A 領域の傷底中心部には $[110]$ 繊維組織が存在すると結論できる。

次に B_1 、 B_2 領域について述べる。**Photo 5** の B_1 領域は約 $5\mu\text{m}$ から約 $20\mu\text{m}$ までの微細析出晶が認められる深さ範囲である。一方、**Photo 8** の B_2 領域において析出晶が認められる領域は傷底中心部では約 $5\mu\text{m}$ から約 $10\mu\text{m}$ までであり、傷側面部ではそれより広がっている。

Fig. 4 Relation between bending angle and number of particles.

Fig. 5 Schematic diagram showing the model of $[110]$ fiber structure.

る。結晶が $\{111\}$ 面に平行な方向のみにすべり変形する場合、析出晶間隔の変化および湾曲は生じないから、この点を考慮すれば、 B_2 領域は B_1 領域とほぼ同じ広さ範囲まで拡大できると考えられる。すなわち、 B 領域はすべり変形に伴い生ずる結晶の回転が明確に認められる領域と明確でない領域に分けることができる。引つき加工の場合、試料表面に作用する外力を表面に平行な力(せん断力) F と垂直な力(圧縮力) N に分けて考えれば、 N の作用が大きい傷底中心部では結晶が傷側面部へと回転する領域が少なく、 F の作用が大きい傷側面ほど結晶の回転が広範囲に生じ、それにより盛り上がり形成される。

以上、本研究で述べた2つの実験方法を併用すれば、表面加工層における塑性変形の状況を定量的および定性的立場から実験的に可視化して検討できることを明らかにした。

この方法は合金中の析出晶を利用するため、一部の合金だけにしか利用できないこと、および、観察条件に照らし合わせて析出晶のサイズ、形状、出現密度などを決めねばならないことなどの欠点がある。しかし、それにもかかわらず、塊状試料内部の複雑な塑性変性の状況を可視化して調べる一方法として利用されることが期待できる。

5. 結 論

表地のすべり面 $\{111\}$ に平行な Widmanstätten 組織の

平板析出晶が得られる Al-15%Ag 合金を使用して、低速度の引っかき加工で生ずる表面加工層を可視化して調べた結果、次のことが明らかとなった。

(1) 溶体化処理後引っかき加工し、次いで時効処理することにより表面加工層における加工度を定量的に評価することができる。

(2) 溶体化処理後時効し、次いで引っかき加工することにより、表面加工層の結晶変形を定性的に評価することができる。

(3) 上述の 2 方法を用いて得られた結果から、傷底中心部においては表面より約 $5\mu\text{m}$ 以内の深さ領域では約 25kg/mm^2 の圧縮応力に対応する強大な応力が作用して、 $[110]$ 繊維組織が生成されることを認めた。

本研究を行なうにあたり、ご指導いただいた東京工業大学工学部西本廉教授に感謝する。本研究の一部は軽金属奨学会のご奨助により行なったものであり、厚くお礼申上げる。

参 考 文 献

- 1) W. L. Fink and D. W. Smith: *Trans. AIME*, **122** (1936), 284.
- 2) Y. Nakada, W. C. Leslie and T. P. Churay: *Transactions of the ASM*, **60** (1967), 223.
- 3) Y. Tanaka, A. Sato and T. mori: *Acta Metallurgica*, **26** (1978), 529.
- 4) 高橋・小島・里・大平: 日本金属学会誌, **44** (1980), 366.
- 5) 岡田・高橋: 精密機械, **47** (1981), 926.
- 6) N. Takahashi, K. Okada: *Wear*, **28** (1974), 285.
- 7) N. Takahashi: *Memoires Scientifiques Rev. Metallurg*, **LXI**, **11** (1964), 805.
- 8) N. Takahashi, T. Taoka: *Growth of crystals*, **11** (1979), 32.
- 9) M. V. Heimendahl, K. Schneider: *J. Materials Science*, **5** (1970), 455.
- 10) 岡田・高橋: 昭和55年度精機学会秋季大会前刷, (1980), 444.