アルミニウム細線の材質に及ぼすエナメル焼付処理温度の影響

美馬源次郎* 朝井英清** 柴田喜三***

Effect of enamelling temperature on fine aluminium wire (UDC 669.896:71)

MIMA Genjiro* ASAI Hidekiyo** SHIBATA Kizo***

The authors investigated the effects of heating conditions of enamelling process on tensile properties of the fine aluminium wires, of which the enamel-coated lead wire was to be made. The structure of the wire was also observed by microphotography and X-ray diffraction.

Fine wires of 99.9% aluminium, 0.14 to 0.23 mm in diameter, were annealed at 200 to 450°C for 1 sec., 3 hrs., or 10 hrs. respectively, and their tensile strength was measured. The results were as follows.

Their recrystallization begins within 400~800 sec. at 250°C, 6~8 sec. at 310°C, and less than 1 sec. at over 350°C. The tensile strength in this case is reduced to about 10 kg/mm².

Prolonged annealing, such as for 2~10 hrs. at 250°C, 30~100 sec. at 310°C, or 1~10 sec. at 350°C decreases the tensile strength to 7 kg/mm² or less. Annealing in less than 1~10 sec. results in coarsening the grain structure.

It may be concluded that enamelling of aluminium fine wire is better to be carried out at lower temperature than 300°C and as quickly as possible.

(Received Dec. 18, 1956)

1. 緒 言

コイル巻線の様な細い導線にアルミニウムを用いることは、その軽量化の点から望ましいことではあるが、未だ銅に代つて広く使用されるに至っていない。

従来銅線の被覆の際に採られるいわゆるエナメル焼付処理においては、350~430°Cにおいて30~50secの加熱を受けるが、この温度ならびに時間範囲は高加工度のアルミニウムについて既に再結晶開始の条件を超えており、殊に細線の場合は成長粒度と線径との関係から、この処理によつて機械的性質の劣化が予想されるため、それを明かにすることが是非必要である。

この様な細線アルミニウムを用いた再結晶に関する研究は、近く F. Haeszner 等による再結晶核生成ならびに成長速度についての報文¹⁾があるが同報では上記の目的を達成することはできない。

著者等はアルミニウム細線を用いて焼なましを行い、上記のエナメル焼付処理温度における材質の変化につい

て調査を行つた。

2. 試料および実験方法

2.1 試 料

純度99.9%のアルミニウムを粗引し、15mmφにおいて完全焼なまし後、2.3mmφまで加工したものを連続冷間引抜により夫々0.23, 0.20, 0.18, 0.16, 0.14mmφの細線とした試料を用いた。

2.2 実験方法

銅線のエナメル焼付に行われていると同じ熱処理を受ける場合を仮定し、これに必要な作業温度および時間を基準として焼なまし条件を定めた。

即ち上記の試料を次の温度ならびに時間にわたつて焼なまし、直ちに水冷したものの軟化の程度を引張強さおよび伸びについて測定し、顕微鏡ならびにX線試験を併用した。

焼なまし温度： 200, 250, 310, 350, 390, 430, 450°C

* 大阪大学工学部冶金学教室 教授 工博

** // 助教授 工

*** //

* Professor, Osaka University

** Assistant Professor, Osaka University

*** Osaka University

Fig. 1

焼なまし時間： 1~36,000sec (10hr)

200°Cの焼なましには油浴を、250°Cおよびそれ以上の温度の場合は熔融塩浴を用いた。

引張試験は、支点距離 200mm の Louis-schopper 式 繊維試験機 (荷重 2 kg) を用いて行つた。

尚供試々料の加工のままの機械的性質は Table 1 の通

りで、その顕微鏡組織は Photo. 1 に示した。

3. 実験結果

各径の試料について、引張試験の結果の等温変化曲線を Fig. 1~5 に示す。これを各焼なまし温度について見ると、

Fig. 2

(1) 200°C焼なましの場合
保持時間約100sec迄は引張強さの低下は極めてゆるやかであるが、400~1,000sec(7~17min)の間に軟化速度

を増す。その後12~14kg/mm²(15min以上)附近で暫時停滞を示した後更に降下し、6hr(21600sec)焼なまし後における引張強さは9~12kg/mm²を示す。この間

Fig. 3

伸びの増加は殆ど認められない。

(2) 250°C焼なましの場合

加熱1 secで既に $15 \sim 18 \text{ kg/mm}^2$ の強さまで低下し、

20~40sec 附近まで降下を続けるが、20~100sec の間は引張強さ $10 \sim 14 \text{ kg/mm}^2$ 程度で停滞する。その後急激な引張強さの降下を示し、600~800sec (10~13min)、引

Fig. 4

Fig. 5

Isothermal change in tensile properties of aluminium fine wires annealed at various temperatures.

張強さ $7 \sim 10 \text{ kg/mm}^2$ に至つて伸びが生じ始める。引張強さは $30 \text{ min} \sim 1 \text{ hr}$ (伸び $8 \sim 10\%$ 附近) で更に一段と低下するが、 $1 \sim 10 \text{ hr}$ の間は変化なくその間急激に伸びを増す。焼なまし 10 hr において引張強さ $6 \sim 9 \text{ kg/mm}^2$ 、伸び 20% 以上を示した。

各焼なまし時間における組織の変化は **Photo. 2~4** の如くである。

(3) 310°C 焼なましの場合

焼なまし 1 sec において $10 \sim 12 \text{ kg/mm}^2$ の引張強さを示し、線径に応じて $1 \sim 3 \text{ sec}$ から急激な軟化が現れる。

Photo. 1. As drawn

Photo. 2. 20-250-400

Photo. 3. 20-250-800

Photo. 4. 20-250-10,800

Photo. 5. 20-310-8

Photo. 6. 20-310-10

Photo. 7. 20-310-15

Photo. 8. 20-310-30

Photo. 9. 20-310-100

Photo. 10. 20-350-1

この軟化に続いて4~8secより伸びが突然増加を始める。この時期における引張強さは8~11kg/mm²で、伸びが7~10%を示す附近において再び引張強さの低下を見るが、その後は大凡一定に保たれ、80~150sec附近で伸

結果の等温変化曲線を総括すると、焼なまし開始後漸次降下を示した引張強さは、14~18kg/mm²附近で一時降下が緩慢となり、その後やや急激な軟化の後12~14kg/mm²で一時停滞する。(例えば200°C, 15min~2hr; 250

Table 1 Tensile properties of fine wires as drawn

Diameter of wires (mm)	Tensile strength (kg/mm ²)	Elongation (%)
0.23	22.0	1.0
0.20	23.8	1.0
0.18	22.2	1.0
0.16	20.0	1.2
0.14	20.5	0.9

びが極大に達する。伸びはその後一旦降下、再び上昇をみる。

この焼なまし温度以上では線径による引張強さの差が著しくなるのが認められる。

各段階における組織は**Photo. 5~9**に示す。

(4) 350°C焼なましの場合

加熱1secで6~10kg/mm²に軟化し、伸びも約5%を示す。焼なまし時間の増加に伴う引張強さの低下は1~2kg/mm²の範囲であるが、伸びは急激に増大し、数sec乃至10secで極大値を示し、再び降下気味に変動する。

伸びが再降下を示した附近の組織は**Photo. 11, 12**の如く粗大化している。

(5) 390°C, 430°C焼なましの場合

加熱数sec間に伸びの増加を示す試料もあるが、大凡焼なまし時間の経過と共に伸びは僅に低下し、引張強さの変化は少い。伸び低下後の組織は**Photo. 3**のように線径に近い程度まで粗大化した結晶粒が認められる。

(6) 450°C焼なましの場合

引張強さ、伸び共にやや変動が多く、殊に小径のものの伸び低下は著しい。

4. 考 察

前掲の各温度についての引張試験

Photo. 11. 20-350-10

Photo. 12. 20-350-20

Photo. 13. 23-430-20

Photo. 1~13

Microphotographs of aluminium fine wires annealed in various conditions.

Index Shows

Diameter of wire(mm)-annealing temperature (°C)-annealing time (sec)

Drawing direction is lateral in the figure.

a) 20-250-1

b) 20-250-80

c) 20-250-400

d) 20-250-1,000

e) 20-250-10,800

Photo. 14 X-ray patterns of annealed specimens

°C, 20~100sec)。次に 7~10kg/mm² 迄降下を示し、降下が殆ど了る時間において伸びの増加が始まる（例えば 250°C, 10~13min; 310°C, 6~8sec)。伸びが 7~10% に達した頃、引張強さは再び一段と低下（例えば 250°C, 30min~1hr; 310°C, 10sec 以上）して、その後はほぼ一定する。

伸びは極大値 20% 以上（250°C, 1~10hr; 310°C, 80~150sec; 350°C, 10sec 以内）を示した後は、一旦降下、更に上昇を示す傾向があり、その間引張強さはやや降下気味に変動が多くなる。

この等温変化曲線の特性と、顕微鏡組織及び X 線図形とを対照すると、先ず 200°C 及び 250°C 焼なましの場合に引張強さの降下が一時的停滞気味（14~18kg/mm²）となり、再び降下に移る段階は、加工による拘束転位が分散、消滅及び再結合する所謂回復現象における、加工ひずみの解放の何等かの変化過程にもとづくものと解釈されるが、顕微鏡組織及び普通の Debye-Scherrer 法による X 線廻析像では、その変化機構の適確な観察は困難である。

続いて起る引張強さの 12~14kg/mm² 附近の停滞は、ポリゴニゼーションの開始時間に相当し、X 線廻析縞に僅に点化が認め始められる。（**Photo. 14-b**）

250°C 及び 310°C の焼なましに見られるところの、引張強さの降下に続いて起る伸びの上昇開始の段階が、再結晶の開始点であると思われる。その間の顕微鏡組織（**Photo. 2, 3; 5, 6**）及び X 線廻析図形（**Photo. 14-c, d**）よりも再結晶の開始が認められる。

引張強さは約 9kg/mm² において停滞するが、伸びは 7~10% に達してその増加が一時停止する。（**Photo. 6, 7**）。再結晶粒の成長に伴って引張強さは再び低下し、やや遅れて伸びも再上昇する。（**Photo. 8, 9; 4**）

伸びが約 20% に達した後再び降下し、変動が多くなるのは、結晶粒が粗大となり、線径に影響が及んだためであろう。（**Photo. 11, 12, 13**）。

Fig. 6, 7 Tensile properties of aluminium fine wires annealed at various temperatures for 10 ~ 100 sec.

Table 2 Tensile properties of aluminium fine wires annealed for 10 ~ 100 sec. at various temperatures

Diameter of wires (mm)	Annealing temperature (°C)							
	350		390		430		450	
	T.S.	El.	T.S.	El.	T.S.	El.	T.S.	El.
0.23	9-8	23-18	9-8	19	8	16	9	16-15
0.20	8-7	22-18	8-7	18-15	8-7	16-15	8-7	16-11
0.18	6	21-4	6-7	16-7	7	17-14	7-6	18-15
0.16	6	15-4	6-5	15-3	6	14-15	4-5	6-4
0.14	5-4	15-13	5	18-15	4	15-18	4	5-12

T.S. : Tensile strength(kg/mm²)

El. : Elongation (%)

尚、250°Cの焼なましでは3hrの加熱において、未だ再結晶の完了に至っていない模様である (Photo. 14-e)。

上記の等温変化曲線より、各焼なまし温度における10 ~ 100sec間の保持時間が、その機械的性質に及ぼす影響を最大、最小の径の試料について総合すると **Fig. 6, 7** の如くなる。

Fig. 1~5 及び **6, 7** より、前記エナメル焼付処理条件における材料に及ぼす影響をみると、350~430°C に10~100sec 間加熱されたアルミニウム細線は、**Table. 2**に示す様に引張強さ9~5kg/mm² 或いはそれ以下、伸び2.3 ~ 5%のものとなり、各温度とも加熱時間の増加と共にその強さを低下している。殊に伸びの低い値は、すべて再結晶粒の粗大化によるもので、引張強さの降下を伴い、且つその値の変動が大きく好ましくない。

エナメル焼付後の細線の取扱いに耐える強さが如何なる範囲のものであるかはつまびらかでないが、成可く300°C以下の温度範囲を選び、**Fig. 1~5**より適当な時間を求めれば、結晶の著しい粗大化による材質劣化の影響

をうけない被覆処理が施し得られるものと考えられる。

尚本実験について、引張試験の支点距離が試料の線径に比して長すぎたため、引張強さの値にバラツキが多く又伸びの微小変化をつかみにくい欠点がある。

5. 結 論

0.23~0.14mm ϕ のアルミニウム細線を用い200~450°Cの各温度において焼なましを施した結果、各径の線について、再結晶は250°Cでは400~800 sec, 310°Cでは6~8 sec, 350°C以上の温度では1 sec 以下の加熱において開始し、又250°Cにおいては2~10hr, 310°Cにおいては30~100sec, 350°Cでは1~10sec, 又390°C及びそ

れ以上の温度ではそれよりも短時間の加熱で性質が著しく劣化し、特に350°C以上の加熱においては10sec以内に再結晶粒が著しく粗大となる。

かかる細線は機械的性質が再結晶粒度の影響を受けることが著しく、従来の銅のエナメル焼付に用いられている350~430°Cの加熱ではTable 2の如く軟化する。

以上の結果より、アルミニウム絶縁線の被膜に用いる絶縁材料として、300°C以上の温度で乾燥し得るものを選択すれば、その軟化を軽減することが期待出来る。

文 献

- 1) F. Haefzner u. K. Lücke: Z. Metallk. **46** (1955), Heft 2, S. 110.

(61頁より続く)

このような方法もあるという一例をあげてみたわけである。

6. む す び

以上本報告においては $ZrCl_4$ を用いてマグネシウム合金へ Zr を合金せしめる場合に考えられる 2, 3 の問題についてふれた。

添加材の形態として $ZrCl_4$ 単体を用いても溶融塩を用いてもその添加の歩留りには大差がない。おそらく $ZrCl_4$ 添加材に他のいろいろな塩などを付け加えてもその歩留りには大差を与えないと思うが、溶湯と塩類の分離には影響を与えると考えられる(影響がないという報告もあるようだ)。溶融塩になると溶剤(塩類)の量が多くなってくるので、溶解作業中除滓を行うとすれば手数がかかるが、その性質上、保存や取扱上からは溶融塩の方が単体でよくよいと思われる。その他 $ZrCl_4$ を

用いることによつて必然的に起つてくる塩化物汚染、偏析などの性状はさらに詳しく調べられねばならぬが、一方 Mg の純度の向上、添加材中の不純物の除去、溶解技術の改善を計つて添加歩留りの向上を期することも大切なことと思われる。それらの点において本報告が何らかの意味で参考になれば幸である。

参 考 文 献

- 1) K. E. Nelson and F. P. Strieter: Trans. A. F. S., **58** (1950) 400
- 2) 市川・上村・酒井: 日本金属学会第 39 回講演大会 (1956)
- 3) E. F. Emley: J. Inst. Metals, **75** (1948) 481
- 4) F. P. Strieter: Metal Progress, **63** (1953) 75
- 5) 諸住、佃: 名古屋工業技術試験所報告, **4** (1954) 111
- 6) 諸住: 同上, **4** (1954) 397
- 7) W. P. Saunders: U. S. Patent, **2,678,267** (1954)

(78頁より続く)

5. 結 び

以上化学工業におけるアルミニウムについてその耐食的特性から見た傾向を述べたが、未だ十分に意を尽していない憾がある。本文の執筆をはじめて既に約1カ年を経たが、この間アルミニウムの需要が躍進的に増加し、ことに国内のビール工業への本格的進出はこの工業での今後の利用が期待される。また国内における石油化学工業の発展にともないその方面への新しい需要が開拓されるものと思われるが、これは新しい年への期待である。要は工業用材料としてその地位を確立したアルミニウムのたどるべき使命であらう。

しかしアルミニウムの耐食的問題が現在ことごとく調

査研究されているという訳ではなく、むしろ明かにしたい問題がまだ山積している状態である。たとえば工業用純アルミニウムを一つ採つてても、同じ腐食試験の結果が試料が違つてしまつて一定しないし、ある種の腐食試験では99.2%のものが99.5%のものより良い結果となる。このようなことはわれわれの常識と実際のものとのズレであるが、その原因としてもつと本質的な所に問題があるように思われる。ますます研究をつづけていかねばならない。

擧筆に当り種々助言を与えられた当社稲月淳氏の厚意に対し深謝の意を表す。

1956. 12. 7.

(完)