Fig. 6. The Change in Potential due to the Introduction of H_2 , N_2 or O_2 after an elapse of 1 Day from the Beginning of the Measurement.

就ては前と變りないが酸素送入に際しては一日放置したものゝ場合と似て急降下の後僅かに上昇して停止する。之等の理由に就ては今此處に論ずる事を遠慮する。

IV. む す び

純アルミニウムの電溶壓を測定して $Eh \approx 1.26V$ を得た。電極が溶液に浸漬直後は電溶壓次第に上昇する事をたしかめた。此の事は前研究者の一度降下して上昇するものと異なる。水素送入によりて電溶壓の上昇する事は前研究者と同様であつた。酸素送入によりては一度急降下して再び上昇する事を認めた。一晝夜放置せるものに就ては上昇が僅少であつた。鐵を多く含むものに就ては初めより上昇が僅少なる事を知つた。電溶壓測定に關しては眞空管を利用すべき事を主張したいが此處ではポテンシオメーターによる測定結果のみに止めて置く。

デュラルミン系合金結晶粒子の微細化に就て**

五十嵐 勇*

Isamu Igarashi: Some Experiments on the Fine Grained Structure of Duralumin.

The relation between the grain size and mechanical properties of duralumin was studied. It is concluded that the tensile strength of duralumin decreases as the number of grain per unit area decreases, and the resistance to fatigue is also similarly deduced. The fine grained structure is obtained by either one of the following 3 methods.

- (i) In cold extension, its percentage must be less than 2 or greater than 10.
- (ii) In hotforging greater the percentage of reduction and lower the temperature of forging, finer the obtained structure.
- (iii) Increase the percentage of manganese up to 1. 2.

(Received January 8, 1938)

1. は し が き

デュラルミンの押出型材或は鍛造材等に於て時々結晶粒子の異状なる發達を起す事がある。之等の機械的性質に及ぼす影響並に其の對策即ち結晶粒子の微細化に就て行つた二三の試験の結果を述べる。

2. デュラルミンの常溫加工により結晶の異状發達を起し易き條件

厚さ 1mm のデュラルミン板より長さ 250mm 幅 35mm の試料を作り 300, 350, 400, 450, 500° に各 1 時間加熱後空冷し抗張試験機にて 0.5, 1.0, 2, 3, 5% の永久延伸を與へ 495° に 0.5, 1, 2, 4, 6, 12 時間保持し投水した。試料の肉眼組織をしらべた結果永久延伸 3% 及びそれ以下のものは大體に於て結晶粒子の成長を

* 住友金屬工業株式會社銅所研究部。

** 本研究は昭和 12 年 10 月 24 日大阪に於て開催された日本金屬學會第 2 回講演大會で發表したものである。

見る事が出来なかつたが5%附近のものは著しき成長を起した。Fig.1及びFig.2は其の肉眼組織である。Fig.3はそれ以上の永久延伸を與へたもので再結晶は起して居るが其の粒子は甚だ小さい。Fig.4及びFig.5は450及び500°に焼鈍し種々の永久延伸を與へ510°より投水した結果である。

Fig. 6.

今量的概念を得る爲に之等各試料の最大なる結晶粒の面積の大略を測定し永久伸との關係をFig. 6に示した。此圖によりて明かなる如く常溫加工による結晶粒の異狀發達は永久伸3~8%の間にある。

3. デュラルミンの高温加工により結晶の異常發達を起し易き條件

常溫加工は延伸を與へて試験した。之は加工が平等に行はれる利點がある。然し押出鍛造等の實際作業は壓縮に近い。従つて此所には壓縮の例をあげる。

徑28mmのデュラルミン棒より高さ30mmの圓柱試料を作り100トンプレスを使用しニクロム線電氣爐内に於て各溫度に於て各壓縮率の加工を試みた。試料は所定溫度に30分保持し壓縮時間は30秒とした。加工を終へたる試料は510°より焼入して縦斷面の肉眼組織を見た。Fig.7は其の結果である。

圓柱壓縮に際して圓柱の各部分は決して均一な加工が與へられるものでない。従つて結晶發達の狀態は各部各異な筈である。今350°壓縮の一例を取れば(Fig.7)10%に於て中央部に結晶の異狀發達が見受けられ20%壓縮に於て加工度の最大なる中央部はむしろ結晶發達を起さず、加工率の大なるに従ひ結晶發達を起さない領域は増大する。即ち適當なる加工度に於て結晶發達を起しそれ以上の加工度に於ては結晶發達を起さない事を示すもの

と思はれる。次に20%壓縮の例を取れば常溫に於て兩底の中央に多少結晶發達の傾向あり溫度の上昇と共に其の領域は増大し400°に於ては結晶發達を起さない部は中央の小部分のみとなり450°に至れば結晶發達の領域尙中央に進出し其の背後より結晶發達しない部が現はれて来る。次には其の結晶發達しない部分が次第に増大し兩底の領域が中央に於て相つらなるに至り結晶發達の領域は圓柱の兩側壁部にわづかにあとをとどむるに至る。尙溫度の上昇によりてはおそらく500°10%に於ける如くほとんど結晶發達の部はあとをとどめざるに至るであらう。

Fig. 8.

の三種に大別し溫度と加工度との平面上に圖示すれば(Fig.8)異狀發達をさくべき加工溫度及び加工度が自ら明となる。

4. デュラルミン結晶粒子の大きさと抗張性との關係

結晶粒子の大きさを見る爲にマクロエツチせねばならぬ。マクロエツチする事が抗張性に影響しはしないかと云ふおそれがあるので次表の試験を試みた。

Fig.9はマクロエツチしたものゝ結晶粒子の大きさを示す。之によれば抗張力の低下はマクロエツチの爲でない事がわかる。はたして然らば粒子の大きさがどの程度までデュラルミンとしての本性を維持し得るか云ふ事は工業的に甚だ重大な事柄である。そこで粒子の小なるものは顯微鏡的に、大なるものは肉眼的に1cm²内の粒子の數を數へ其の抗張性との關係を調べた。Fig.10 Table 2は其の結果である。

Table 1.

Annealing Temp.	Elongation (%)	Quenching Temp.	Etched or Unetched	Tensile Strength (kg/mm ²)	Fig. 9 No.
500°	6.19	500°	unetched	31.9	—
"	6.12	"	etched	31.1	1
"	5.69	"	unetched	31.1	—
"	5.46	"	"	34.6	—
"	5.50	"	"	35.0	—
"	5.48	"	etched	34.7	2
"	5.49	"	"	32.9	3
"	5.95	"	"	83.8	4
"	7.15	"	unetched	35.1	—
"	5.64	"	"	34.2	—
"	5.52	"	"	34.4	—
"	5.62	"	"	33.7	—
"	5.44	"	etched	34.9	5
"	6.12	"	"	34.3	6
as received		"	unetched	41.8	—

Table 2.

Number of Grain in 1 cm ²	Tensile Strength (kg/mm ²)	Number of Grain in 1 cm ²	Tensile Strength (kg/cm ²)
429	41.0	154	39.2
397	41.2	125	38.3
349	41.2	117	37.3
318	40.4	108	36.8
286	40.0	100	37.3
254	39.2	78	35.0
254	39.7	52	35.7
222	40.0	52	35.1
191	38.7	27	34.3
159	49.5	4	32.8

5. 結晶粒子の大きさと疲労限

Table 3 の成分をもの径 25mm の丸棒より平行部の長さ 120mm 平行部の径 16mm の抗張試験片を作製先づ 450° に 2 時間保持空冷後抗張試験機にて約 1, 2, 3, 4,

Table 3. Composition (%)

Cu	Mn	Mg	Si	Fe	Al
4.37	0.60	1.48	0.10	0.27	Remainder

5, 6, 7, 10 及び 15% の延伸を與へ 495° に 24 時間保持水冷した。各試料の結晶粒の大き及び其の機械的性質は Table 4 及び Fig. 11 に示す通りである。

上の結果によりて此の試料では約 7% 延伸のものが最大なる結晶を有し抗張力及び硬度は受領状態と大差なき事がわかつた。受領状態のもの及び 7% 延伸のものに就てスタントン式繰返し衝撃試験及び小野式繰返し廻轉屈曲試験を行つた。Table 5, Table 6 は其の結果である。

Fig. 10.

之によればデュラルミンが 38 kg/mm² の抗張力の規格に合格するには 1 cm² 内の粒子の数が約 125 以上なからねばならぬと云ふ注意すべき結果が得られた。

Table 4.

Elongation (%)	Area of the Grain (mm ²)	Yield Point (kg/mm ²)	Permanent Set (%)	Tensile Strength (kg/mm ²)	Elongation (%)	B. H. N. (10/500/30)	Rockwell Hardness (B)
0	0.053	29.3	0.21	48.2	24	108.2	76.2
0.99	0.053	30.6	0.20	48.5	26	105.8	74.2
2.10	0.105	30.6	0.20	48.1	25	105.8	74.2
3.08	0.133	30.2	0.20	48.2	25	105.8	75.0
4.20	0.123	31.1	0.26	48.6	23	105.0	74.0
4.90	0.117	31.7	0.20	48.7	25	105.8	74.2
7.10	0.650	31.5	0.19	48.9	19	106.6	75.1
10.01	0.440	31.4	0.20	49.9	20	105.8	75.1
15.31	0.059	30.0	0.20	49.0	22	105.0	74.0

Table 5. Stanton's Repeated Impact Test.

Height of the Load (inch)	3½	3	2	1½	1	½	¼
As received	62	132	226	535	1475	15,368	50,446
7% elongated	38	64	112	288	750	9,867	14,567

Table 6. Ono's Rotatory Bending Test.

State of Specimen	Stress (kg/mm ²)	Number of Rotation
as received	30.0	175,600
	25.0	814,500
	23.0	1,360,600
	18.0	6,182,300
	16.0	35,012,400
treated to enlarge the grain	30.0	77,400
	25.0	203,000
	20.0	499,800
	18.0	3,323,800
	16.0	9,004,700

以上の結果によりて抗張力に大した影響なき程度の結晶の異状発達に於ても尙疲勞限度の減少を來す事がわかつた。

6. 成分による結晶粒子異状発達の防止

先づ純アルミニウムに對する添加元素の影響を見た。純度 99.8% のアルミニウムを用ゐ夫々の元素を添加した厚さ 1 mm の板を作り 20×200 mm に切断し 500° 1 時間焼鈍後空冷し種々の程度の延伸を與へ 500° 2 時間保持後焼入し肉眼組織を見其の結晶の大體の大きさを測定し永久延伸と對照し添加元素の影響の大勢を見た。以下其の結果を並べる。表中 L は永久延伸 %, S は結晶粒子の面積 (mm²), 但 0.01 mm² 以下は 0 とした。

以上の結果より次の事が言へる。

(i) 添加金屬の變化によりて S L 曲線の形は本質的な相違はない。

(ii) 添加金屬の質及び量の變化によりて結晶粒子の發達ははじめる永久延伸の値は變化する。

(iii) Sb, Sn, Bi, Na, Cd の添加によつて結晶粒子は大になる傾向をもつ

(iv) Ti, Mn の添加によつて結晶粒子は小さくなる傾向をもつ

(v) Mn 添加の場合結晶粒子の状態が他と異り Mn 1.2% 添加は本目的に最もふさはしい様に思はれる。

7. む す び

以上試験の結果デュラルミンの結晶粒子異状発達によりて其の抗張的性質が低下する事がわかつた。又其の抗張的性質が大して低下しない程度の異状発達に於ても其の疲勞限度が低下する事がわかつた。従つて此の異状發達は出来るだけさけ結晶を微細化する必要がある。其の爲には次の方法がある。

(1) 加工率を 2% 以下にするか 10% 以上にすればよい。

(2) 高温加工に於ては出来るだけ加工率を大にし加工温度を低くするがよい。

(3) Mn を 1.2% 添加すれば何れの加工率に於ても結晶發達を起しにくい。

尙此種問題に關して徹底的的研究が進められて居るので近く發表の機があると思ふ。

Fig. 1.

Annealing Temp. 300°	"	"	"	"	"	"	450	"	"	"	"	"
Elongation (%) 5.10	5.05	4.97	5.00	5.11	5.25	5.38	5.28	5.36	5.27	5.27	5.30	
Soaking Time(h) 1	2	3	3	4	12	0.5	1	2	3	4	12	

Fig. 2.

Annealing Temp. 400°	"	"	"	"	"	350	"	"	300	500
Elongation (%) 5.34	4.91	4.93	5.10	5.09	5.24	5.10	4.92	4.92	5.60	2.96
Soaking Time (h) 0.5	1	2	3	4	12	0.5	3	4	4	4

Fig. 3.

Annealing Temp. 300°	"	350	"	"	400	"	450	"	"	500	"	"
Elongation (%) 7.28	8.02	6.93	6.92	6.10	8.94	7.90	16.93	13.01	9.62	16.95	7.75	10.30
Soaking Time (h) 0.5	1	0.5	1	2	0.5	1	0.5	1	2	3	0.5	1
												2

Fig. 4.

Annealing Temp. 450°	"	"	"	"	"	"	"	"	"	"
Elongation (%) 2.8	4.1	4.9	5.95	7.15	8.24	9.18	10.15	12.1	13.83	
Area of the Max. Grain Size (mm ²)	—	131.3	117	161	43	10	5	6	6.3	1

Fig. 5.

Annealing Temp. 500°	"	"	"	"	"	"	"	"	"	"
Elongation (%) 2.41	3.5	4.8	5.14	6.1	7.5	8.4	9.2	10	11	
Area of the Max. Grain Size (mm ²)	—	143	130	120	36	27	5	5	2.3	1

Fig. 12. Pure Al.

Fig. 13. Al+0.5% Cd.

Fig. 14. Al+0.5% Cr.

Fig. 15. Al+0.5% Ni.

Fig. 16. Al+0.1% Sb.

Fig. 17. Al+0.1% Na.

Fig. 18. Al+0.5% Bi.

Fig. 19. Al+0.5% Sn.

Fig. 20. Al+0.05%Ti.

L	0.48	0.93	1.92	3.02	4.01	5.14	6.10	7.20	7.85	9.00	10.21	12.25	13.98	16.28
S	0	48	28	24	19	16	21	6.5	8.8	4.2	1.8	0.8	0.4	0.1

Fig. 21. Al+0.10%Ti.

L	0.90	1.17	2.04	3.12	3.92	5.00	5.93	7.06	7.90	9.05	10.10	12.02	14.08	15.96
S	0	21	21	28	28	21	7.2	12.7	12.3	6.1	6.3	1.2	6.8	0.2

Fig. 22. Al+0.18%Ti.

L	0.46	0.95	1.95	3.00	4.17	4.83	5.80	8.11	8.81	10.17	11.95	14.17	16.08
S	0	0	0	18	10.3	16	14.4	14.4	8.5	6.0	5.8	1.6	0.8

Fig. 23. Al+0.19%Mn.

L	0.45	0.93	1.95	2.80	3.77	4.99	5.98	7.06	8.05	8.90	10.17	11.83	14.12	15.83
---	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	-------	-------	-------	-------

Fig. 24. Al+0.8% Mn.

Fig. 25. Al+1.2% Mn.

X 線に依る超デュラルミン時効硬化の研究 (第 1 報)*

篠 田 軍 治**

Gunji Shinoda: X-ray Studies on the Age Hardening of Superduralumin The ageing of super-duralumin (RF1 Cu 4.01%, Mg 1.77% and RF2 Cu 4.09%, Mg 1.12%) and Al-Cu alloy (Cu 2% and 4%) was investigated by X-ray back reflection focussing method using Cu K_{α} radiation. The quenched specimen was fixed on an X-ray camera and incident X-ray beam was adjusted so as to illuminate the same part of the specimen always from the same direction. Photographs were taken immediately after quenching, 15min., 30 min., 1 hr., etc. and obtained following results. Some of the spots reflected from (511) planes of super-duralumin change their shapes by internal strain or bending of the crystal grains during ageing and this continues for several hours. At first, the change in the position of the spot is rather at random but finally it displaces to the side of larger lattice constant. The mean dilatation of the lattice after 20 hrs. was 0.0121% and 0.0274% respectively, for RF1 and RF2, while the lattice constants immediately after quenching were 4.036 and 4.035 A.U. Above result confirms that of Nishimura⁽¹⁾ who found that the natural ageing of super-duralumin is mainly concerned to the formation of ternary compound S or CuAl_2 . Regarding dilatations of the lattice the present author already

** 大阪帝國大學工學部應用理學教室.
(1) Nishimura, This Journal, 1(1937), 8.

* 本研究は昭和 13 年 4 月 3 日東京に於て開催された本學會第 3 回講演大會で發表したものである。