鋼(4P, 15P鋼)の場合の破線の下に位置している。このことから、Niの添加はPのオーステナイト粒界偏析を助長することが判る。

以上の諸結果はいずれも1200°C焼入材に関するものであったが、Fig.8は15P鋼について、Pのオーステナイト粒界偏析量の焼入温度依存性を調べた結果である。これより低温になるほど偏析量はわずかに増加する傾向がみとめられる。

IV. 結 言

0.6% C-1% Ni-1% Cr 鋼に V_B 族元素および S, Mo を添加した試料を用いて、1200°C から焼入れた直後の旧オーステナイト粒界偏析と、500°C で 2 h 焼もどしたときの旧オーステナイト粒界偏析を AES によって調べ、次の結果を得た。

(1) Fe 中の最大固溶度が極めて小さい(<0.1 at%) Bi および S は大部分第 2 相として粒界に偏析する。固溶度が中位(0.2~5 at%) の P, Sb, Mo, そしておそらく N, C も数 nm 以下の極めて狭い厚さの偏析帯(吸着層)を粒界に形成する。固溶度が大きい(>数 at%) 場合、たとえば As の粒界偏析傾向は小さい。

(2) 500°C 焼もどしにより、P, Sb, S の見掛けの粒界濃度(偏析量ではない)は焼入状態のそれらに較べて 2 倍、5 倍、1.5 倍程度まで増加した。

(3) P, Sb 添加鋼では焼もどしにより Ni と N の粒界偏析がみられた。C の旧オーステナイト粒界の見掛け濃度は焼もどしによって減少した。

(4) Bi の第 2 相表面に Ni の偏析がみられた。また過量

の P を含有する鋼で、P の粒界偏析は Mo によって抑制されること、Ni によって助長されること、また Mo の見掛けの粒界濃度は P 含有量によりあまり影響されないことを示唆する結果が得られた。

(5) P のオーステナイト粒界偏析量は温度降下とともにごくわずかに増加するらしい。

文 献

- (1) 鈴木洋夫：表面，**13**(1975)，309.
- (2) A. Joshi and D.F. Stein : *In Temper Embrittlement of Alloy Steels*, ASTM STP 499(1972), 59.
- (3) H.L. Marcus, L.H. Hackett, Jr. and P.W. Palmberg : *ibid.*, 90.
- (4) B.J. Schulz and C.J. McMahon, Jr. : *ibid.*, 104.
- (5) J. R. Low, Jr. : *Trans. Met. Soc. AIME*, **245**(1969), 2481.
- (6) A. Joshi : *Scripta Met.*, **9**(1975), 251.
- (7) T. Inoue, K. Yamamoto and S. Sekiguchi : *Trans. Iron Steel Inst. Japan*, **14**(1974), 372.
- (8) B.C. Edwards, H.E. Bishop, J.C. Riviere and B.L. Eyre : *Acta Met.*, **24**(1976), 957.
- (9) C.L. Smith and J.R. Low, Jr. : *Met. Trans.*, **5**(1974), 279.
- (10) M. Guttman, P.R. Krahe, F. Abel, G. Amsel, M. Bruneaux and C. Cohen : *Met. Trans.*, **5**(1974), 167.
- (11) A. Joshi, P.W. Palmberg and D.F. Stein : *Met. Trans.*, **6 A**(1975), 2100.
- (12) 田中淳一，大内千秋，大須賀立美：鋼の強靱性，Climax Mo. Dev. Co., (Japan) Ltd., (1971), 67.
- (13) A.P. Coldren, A. Joshi and D.F. Stein : *Met. Trans.*, **6 A**(1975), 2304.
- (14) 鈴木洋夫：日本金属学会会報，**14**(1975)，173.
- (15) P.W. Palmberg : See No.1 Literature.

Al-Cu, Al-Ag 合金の引張り延性に及ぼす 時効条件と衝撃速度の影響

須 藤 一* 山名紳一郎** 山口紀之***

Hajime Suto, Shin-ichiro Yamana and Noriyuki Yamaguchi : Effects of the Aging Condition and Impact Velocity on the Tensile Ductility of Al-Cu and Al-Ag Alloys. Static and Impact tension tests have been carried out in order to investigate the effects of the aging condition and the deformation speed on the elongation per cent and reduction of area of Al-4.0% Cu and Al-12.6% Ag alloys which aged in the various stages.

The results obtained are as follows :

(1) With increasing impact velocity, the ductility generally increases in a well-known

* 東北大学工学部金属材料工学科 (Department of Materials Science, Faculty of Engineering, Tohoku University, Sendai)

** 東北大学大学院，現在：川崎製鉄株式会社水島製鉄所 (Graduate School, Tohoku University, Sendai. Present address : Mizushima Works, Kawasaki Steel Co., Mizushima)

*** 東北大学工学部，現在：美和ロック株式会社 (Faculty of Engineering, Tohoku University, Sendai. Present address : Miwa Lock Co., Tokyo)

manner and the dimples formed on the fracture surface is enlarged in mean size.

(2) As-quenched specimens and those in the incipient stages of aging have a small amount of precipitates which are the source of void formation. Accordingly, the ductility of these alloys was often decreased by impact tension owing to slipping-off fracture or grain boundary brittle fracture.

(3) Grain boundary ductile fracture takes place in the static tension of fully aged or over-aged alloys by linking voids formed around grain boundary precipitates. In the impact tension, however, transgranular fracture occurs with the resulting excellent reduction in area.

(Received April 21, 1977)

I. 緒 言

近年著しい発展をみた高速加工法に関連して、金属の延性に及ぼす衝撃変形速度の影響が研究された。そして、変形速度が増すほど一般に延性が増すが、ある変形速度(臨界速度)以上になると塑性波が試験片平行部を伝播できなくなるために、打撃端近傍で絞り切れて見掛け上伸びの減少がおこることが理論的⁽¹⁾にも実験的^{(2)~(12)}にも研究された。しかしこれらは機械工学的立場から行なわれたものが大部分であり、純金属や焼なまし材、あるいは実用上の熱処理を施した工業用材料についての実験である。組織に着目して行なわれたものとしては、軟鋼の擬脆化(高速変形によるリュースダーズ帯内の破断)と結晶粒径の関連性を明らかにした作井らの研究⁽¹³⁾⁽¹⁴⁾以外にはほとんどその例をみない。高速変形の場合の組織と延性の関係を知ることは、多様化した材料の加工法の発展と、延性研壊機構の解明のために有用であると考え、代表的な時効硬化型合金である Al-Cu 合金と Al-Ag 合金を用いて、G.P. 帯、中間相あるいは安定相が析出している各段階で、引張り延性と衝撃引張り速度の関係を調べた。

II. 実験方法

99.99% Al, 99.9% の Cu および Ag, スポンジ Zr を原料として 1 ヒート 1.5 kg の大気溶解を行なった。Al-4.0% Cu 合金は試料数の関係で数ヒートの試料を適宜用いた。Al-Ag 合金としては次の 3 種を用いた。(イ) Al-12.6% Ag (Fe<0.02%, Si<0.05%), (ロ) Al-15.1% Ag-0.096% Zr (Fe<0.02%, Si<0.05%), (ハ) Al-14.5% Ag-0.15% Zr 合金 (Fe-0.10%, Si 0.07%)。いずれも鍛錬材である。

焼なまされた Al-4% Cu 合金は 540°C・10 h の溶体化ではその後の時効硬化量がやや不十分で、充分の硬化のためには 540°C・20 h 以上の溶体化が必要であることを確かめた後、540°C・20 h の溶体化を行ってから時効処理を施した。この試料の粒径は約 1.5 mm であり、後述する試験片の直径の 1/4 強で大きすぎると思われるため、別に、鋳塊を熱間加工で 15 mmφ の丸棒とし、これを 540°C・20 h の溶体化後急冷し、冷間でこれを 10 mmφ まで鍛錬してから試験片を削り出し、これを 540°C・1 h の溶体化を行ない(平

均粒径 0.7 mm), 所定の時効処理をしたものを用いた。Fig. 1 に試験片の寸法を示す。

Al-12.6% Ag 合金は 560°C・1 h の溶体化処理で粒径が約 0.4 mm となった。さらに微細粒とするために Zr 添加合金も用意したが、細粒化効果を増すために 15 mmφ の丸棒を 560°C・24 h の溶体化を施してから冷間で 10 mmφ とし、これから試験片を切り出し、再び 560°C・1 h の溶体化を行なった。これにより 0.096% Zr 添加合金の粒径は約 0.2 mm, 0.15% Zr 添加合金のそれは 0.05 mm 程度となった。後者の過時効処理材には Al₃Zr らしき塊状析出物が認められた。

Fig. 1 Specimen for impact tension.

Fig. 2 は予備実験の結果であり、Al-4% Cu 合金の時効硬化曲線が Silcock のデータ⁽¹⁵⁾とよく一致することを示す。よって Silcock の報告を参照して次の熱処理条件を選んだ。(イ)焼入れのまま(過飽和固溶体)。(ロ)110°C・46 h あるいは 100°C・48 h (G.P. I)。(ハ)190°C・6 h (G.P. II)。(ニ)190°C・144 h または 168 h (θ')。(ホ)320°C・123 h (θ)。

Fig. 2 Aging curves for Al-4% Cu alloy (solution treatment: 540°C・20 h).

所定の組織が得られたか否かを透過電子顕微鏡観察により確めたが、G.P.Iは電子回折像がストリークとなることからその形成を推測し、G.P.IIは約 $0.03\mu\text{m}$ の長さの板状晶、 θ' は直径が約 $0.6\mu\text{m}$ の板状晶、 θ は約 $0.8 \times 0.8 \times 0.15(\mu\text{m})$ の塊状晶として認められた。上記の時効処理によりそれぞれ1種類の析出相が支配的に存在していたが、 $190^\circ\text{C} \cdot 6\text{h}$ 時効材中にも θ と思われる塊状晶が粒界に認められた。

Fig.3 Variations in load-elongation curve and hardness with aging temperature for an Al-12.6% Ag alloy.

Heat treatment	Hv	5B (MP)
540°C·1h W.Q.	60.7	270
100°C·48h	95.4	340
190°C·6h	95.2	320
190°C·168h	72.1	289
320°C·120h	34.2	165

Fig.4 Variations in ductility with increasing impact velocity for aged Al-4% Cu alloys (solution treatment: $540^\circ\text{C} \cdot 1\text{h}$).

Al-Ag合金を採用した主な理由は時効硬化曲線に2つのピークが存在し、低温(短時間)側ピークは球状G.P.帯によるもので、高温(長時間)側ピークは中間相 γ' によることが知られており⁽¹⁶⁾⁽¹⁷⁾、両強化作用が分離して現われるからである。そして次に示す各温度で1h時効した試験片を用意した。(イ)焼入状態(過飽固溶体)。(ロ) 126°C (G.P.帯硬化開始)。(ハ) 137°C (G.P.帯による不完全時効状態)。

Fig.5 Conventional stress-strain curves for aged Al-4% Cu alloys deformed at various impact velocities

Fig.6 Variation in conventional reduction of area with increasing impact velocity for aged Al-4% Cu alloys (solution treatment: $540^\circ\text{C} \cdot 20\text{h}$).

(=)153°C (G.P. 帯による極大硬化状態), (ホ)203°C (G.P. 帯の過時効状態ないし一部再溶体化状態), (ヘ)230°C (γ' によるやや不完全時効状態), (ト)260°C (γ' による

Photo.1 SEM fractographs and fracture modes of an as-quenched Al-4% Cu alloy. (1) static tension, (2) impact tension of 30 m/s.

Photo.2 SEM fractographs and fracture modes of an Al-4% Cu alloy aged at 110°C for 46 h. (1) static tension, (2) impact tension of 30 m/s.

Photo.3 SEM fractographs and fracture modes of an Al-4% Cu alloy aged at 190°C for 6 h. (1) static tension, (2) impact tension of 30 m/s.

極大硬化状態で, 粒界には塊状 γ 相も析出), (チ)289°C (γ 析出による過時効状態).

Fig.3 は上記の時効を行なった Al-12.6% Ag 合金の硬さおよび静的引張り試験(クロスヘッド速度: 1 mm/min)の結果を示す. このうち 260°C および 289°C 時効材はある程度の伸びを示したのちに脆性的に破断しているが, これ

Photo.4 SEM fractographs and fracture modes of an Al-4% Cu alloy aged at 190°C for 144 h. (1) static tension, (2) impact tension of 30 m/s.

Photo.5 SEM fractographs of an Al-4% Cu alloy solution treated at 540°C for 1 h followed by aging at 100°C for 48 h. (1) static tension, (2) impact tension of 40 m/s.

Table 1 Variation of the fracture mode of Al-4% Cu alloys.

Aging condition	Precipitate	Impact velocity (m/s)								
		~0	5	10	15	20	25	30	35	40
As Q.	—	C	C	CS	CS	S	S	S	S	S
110°C·46 h	G. P. I	CB	B(S)	B(S)	B	BS	BS	BS	S(B)	S
190°C·6 h	G. P. II	C(B)	BS	BS	CB	BSC	BS	CBS	CBS	CS
190°C·144 h	θ'	B	CB	CB	C(B)	CS	CB	C(B)	C(S)	C
320°C·123 h	θ	C	C	C	C	C	C	C	C	C

は粒界破断によるもので、このことについては後で詳述する。

本合金の応力-ひずみ線図から冒頭に述べた臨界速度を概算すると 30~40 m/s になる。したがって高速衝撃引張試験のさいに打撃端で破断して材料に対する延性の評価ができなくなるおそれがあるので、Fig.1 のごとく試験片中央部を僅かに細くした。このために正規の伸びや絞りを得られないが、最小断面部の減少率から見掛けの絞りを求め、また試験片全長の増加量から見掛けの伸び量を求めて延性の目安とした。

衝撃試験機は計装化回転式衝撃試験機を用いた。自動記録される荷重-変位曲線は 30 m/s 以上で脈動が著しくなるので、実験の上限を 40 m/s までとした。

III. 実験結果および考察

1. Al-4% Cu 合金の場合

540°C·1 h 溶体化材の見掛けの伸び、絞りの衝撃引張速度依存性を Fig.4 に示すが、G.P.I が析出している 100°C·48 h 時効材のみが打撃速度の増加とともに延性の低下の傾向がみられる。540°C·20 h 溶体化材の試験結果の例を Fig.5 に示すが、それでも 110°C·46 h 時効材のみが他と異なり打撃速度が大きいほど伸びが小さくなっている。Fig.6 は時効条件の異なる本合金のそれぞれについての見掛けの絞りの打撃速度依存性を示すが、110°C·46 h 時効材と同様に焼入れのままの試料もまたその見掛けの絞りが打撃速度の増加とともに減少する異常性を示す。高温長時間時効材はこのような異常性を示さないが、190°C·6 h 時効材は延性の不安定な変化を示している。Photo.1~4 はこの試験の破断状況および破面を示すが、共通していえることは、衝撃速度が大きくなるほど“dimple”の径が大きくなることである。焼入れのままの試料は Photo.1 のように高速引張りでは dimple の数が極端に少なくなり、せん断的にすべり切れてしまい、このために見掛けの絞りが減ってしまう。粒径を比較的小さくした 540°C·1 h 溶体化材では 40 m/s の打撃速度でもその破面は典型的な dimple 型であり、したがって見掛けの絞りの衝撃速度依存性は Fig.4 に示したごとく正常な挙動を示す。しかし、540°C·

Photo.6 SEM fractographs of an Al-4% Cu alloy solution treated at 540°C for 1 h, and followed by aging at 190°C for 168 h. (1) static tension, (2) impact tension of 40 m/s.

1 h 溶体化材を 100°C·48 h 時効して G.P. 帯を形成させたものでは、その破面は Photo.5 のごとく、静的引張りの場合に“dimple”型であったものが、40 m/s の衝撃引張りではせん断型粒内破面と脆性的な粒界破面(後述する延性粒界破面と異なり、平滑な粒界破面)となる。これらは粒界にボイド発生源をもたない場合の高速破壊の一形態を示しているものと思われる。

Table 1 は 540°C·1 h 溶体化材の破面のモードをまとめたもので、複数の記号を並べたものは、左側の記号の破壊モードがその右側のものより若干強く表われたことを示す。ここで C は cup and cone 型の“dimple”破面となったもの、S は Photo.1(2)のごときせん断破壊をした平滑なすべり破面となったもの、B は粒界破面を示す。ただし、190°C·168 h 時効材を静的引張破壊したものの粒界破面は Photo.6(1)のごとき平坦ではなく、粒界に優先析出した θ がボイド発生源となった“dimple”をもつ延性粒界

Photo.7 SEM fractographs of an Al-12.6% Ag alloy aged at 260°C for 1 h. (1) static tension, (2) 5 m/s, (3) 30 m/s, (4) 40 m/s impact tensions.

破面となる。しかし、この合金は 40 m/s の衝撃引張りで Photo.6(2) のように “dimple” 型粒内延性破断 (Table 1 では C 型) に遷移する。粒界延性破壊から粒内延性破壊への遷移については、Al-Ag 合金について後で詳しく述べる。320°C 時効材のごとく強固な析出物 (θ や θ') が析出していて、これがボイド発生源になる場合は C 型になりやすく、変形速度がますます “dimple” の径が大きくなり、延性が増加する。

2. Al-Ag 合金の場合

Fig.3 で 260°C および 289°C 時効材が静的引張試験で脆性的破断をすることを述べたが、これは Photo.7(1) に示したように微細な “dimple” をもった延性粒界破壊が起るためである。これは粒界に優先析出した γ 相がボイド発生源となったためである。しかし衝撃引張試験を行なうと Fig.7 のごとく、延性は明らかに増加し、Photo.7(2), (3) にみるように延性粒界破壊から “dimple” 型の粒内破壊へと遷移する。この傾向は Photo.6 にもみられた。さらに衝撃速度が大きくなれば、“dimple” の径は増加し、延性がさらに向上する。Fig.7 に示したごとく、126°C 時効材や 203°C 時効材では衝撃速度の増加に伴う延性の増加が

はっきりしない。前者は G.P. 帯が未発達で、後者は復元状態であるためにボイド発生源が少なく、衝撃速度が大きくなると “dimple” 型絞り破断からせん断型破断への遷移が起りやすくなり、このことは見掛けの延性を増加させない原因となる。焼入れのままのものも同様のことが言えるわけであるが、このときの破面は Photo.8 のごとく全ての衝撃速度でせん断破壊が起ったことに対応して “elongated dimple” であり、さらに特徴を挙げるならば、静的および 5 m/s の引張り速度では結晶粒に対応すると思われる領域に区分できるけれども、高速変形ではこれが認められなくなる。

硬化状態で起る粒界破壊を防止するために Zr を添加して細粒化を試みた。Fig.8 は最高硬化状態 (260°C 時効) の引張り延性に及ぼす衝撃速度の影響を示すが、0.096% Zr 添加合金は静的引張りでは Zr 無添加の場合と同様に粒界破壊が起ったが、0.15% Zr 添加合金では全て “dimple” 型の絞り破断となり、静的引張りにおける絞りが改善された。

衝撃引張りのさいに試験片の断熱的な温度上昇が破断モードに影響を与えるという報告がある⁽⁵⁾⁽¹¹⁾。本実験試料

Photo.8 SEM fractographs of an as-quenched Al-12.6% Ag alloy. (1) static tension, (2) 5 m/s, (3) 30 m/s, (4) 40 m/s impact tensions.

における破断までの塑性仕事量(約 15 J)が均等に擬平行部 (40 mm)で消費され、全てが温度上昇に与ったとすれば、それは 2°C である。また局部収縮部に集中した場合でも数 10°C と思われるが、この効果を検討する目的で、Al-12.6% Ag 合金を 260°C で時効した試験片を推定温度よりも充分高い 145°C に保持したシリコン油中で静的に引張ったところ、完全な粒界破断が起り、見掛けの伸び、絞りはいずれもそれぞれ 3.3%, 18.5% で、室温引張りの場合よりも小さい値であった。このことは粒界析出物がボイド発生源となっておこる延性粒界破断は昇温によって助長されることを示唆するもので、衝撃変形によって粒界延性破断から粒内延性破断への遷移による延性の増加がみられたことは、試験片の温度上昇に起因するのではないと判断された。

IV. 結 言

Al-Cu 合金および Al-Ag 合金につき、各時効段階の試験片の引張り延性に及ぼす衝撃速度依存性を調べて次の結果を得た。

(1) 引張り速度が大きくなるほど延性が増し、破面の“dimple”の径が一般に大きくなる。

(2) 初期時効状態、ときには焼入れのままの試験片は前項で述べた一般性とは異なり、衝撃引張りによって延性の低下が起ることがある。これはボイド発生源が乏しいために大きなせん断すべりや粒界破壊が変形速度が大きいときに起りやすくなるためである。この現象は粗粒になるほど起りやすい。

(3) 粒界析出物を含む場合は静的引張り試験で延性粒界

Fig.7 Variation in ductility with increasing impact velocity for aged Al-12.6% Ag alloys.

破壊が起りやすいが、衝撃引張り試験では“dimple”型の絞り破断に遷移して延性の増加がみられる。

文 献

(1) Th.von Kármán and P.E.Duwez: J.Appl. Phys., 21(1950), 987.

Fig.8 Variations in ductility with increasing impact velocity for aged Al-Ag-Zr alloys.

- (2) G.I.Taylor : J.Inst. Civil. Eng., (London), 26 (1946), 487.
- (3) W.H.Hoppmann II : Proc. ASTM, 47(1947), 502.
- (4) D.S.Clark and D.S.Wood : Trans.ASM, 42 (1950), 43.
- (5) H.G.Baron : J.Iron Steel Inst., 179(1956), 354.
- (6) E.Siebel and G.Menges : Arch. Eisenhuttw., 28(1957), 31.
- (7) 作井誠太, 中村正久 : 応用物理, 32(1963), 731.
- (8) 河田幸三, 福井伸二, 清野次郎 : 応用物理, 32 (1963), 742.
- (9) T.Kovacs : Met. Trans., 2(1971), 961.
- (10) H.-J.Wittwer : Materialsprüf., 15(1973), 1.
- (11) 大森正信, 沖本繁之, 吉永芳豊 : 日本金属学会誌, 36(1972), 803.
- (12) 日本金属学会報 : 特集—金属材料の高速変形, 4 (1965), No.3.
- (13) 作井誠太, 森 勉 : 塑性と加工, 6(1965), 195.
- (14) 作井誠太, 森 勉 : 日本金属学会誌, 28(1964), 537.
- (15) J.M.Silcock : J.Inst.Metals, 82(1953-4), 239.
- (16) 須藤 一, 大貫 仁 : 日本金属学会誌, 39(1975), 792.
- (17) R.J.Price and A.Kelly : Acta Met., 10(1962), 980.