

## 高温顕微鏡による合金材料の半溶融状態の観察・2

Observation of Mashy Alloys by High Temperature Microscope・2

木内 学\*・柳本 潤\*・杉山 澄雄\*・田邊 明三\*

Manabu KIUCHI, Jun YANAGIMOTO, Sumio SUGIYAMA and Akizo TANABE

## 1. はじめに

半溶融・半凝固加工に関する研究<sup>1),2)</sup>が基礎・応用の両面から盛んになるに伴い、合金素材の半溶融状態下における挙動を直接観察<sup>3)</sup>することが、加工条件の決定あるいは解析モデルの構築などのためにも必要となってきた。しかし、合金素材の半溶融状態の直接観察は、その一部が溶融するに伴い、(a)試験片観察面の形状の変化、また、(b)合金内部に含まれているガスの放出あるいは低融点金属のガス化による観察室内の汚れ、などのために阻害されることが多く、光学顕微鏡での鮮明な像を得ることは困難であり、その観察例も少ないのが実状である。

本研究室では、この半溶融状態下での合金材料の挙動の直接観察を可能とする手法の開発と観察データの蓄積を目指している。既報では、A2017合金、Al-29% Si合金の溶融過程での組織観察<sup>4)</sup>を行い、その結果を示した。

本報では、A1070素材およびA2017合金を対象とし、本目的のために作製したガラス容器と高温顕微鏡を用い、凝固過程とは逆の溶融過程における金属の内部組織の変化について、(a)溶融開始位置、(b)溶融域の拡がり、(c)内部組織の崩壊、などの観察を試みた結果を示す。

## 2. 観察方法および観察条件

観察方法の概要を図1に示す。観察方法としては、(a)試験片(縦10 mm 横10 mm 高さ15 mm 程度の直方体)をガラス容器に入れ、室温から徐々に加熱し、石英ガラス面越しに試験片底面を顕微鏡にて観察する場合と、(b)(a)と同様なガラス容器内で試験片に静荷重を加えた状態で加熱を行い、試験片底面を観察する場合との二通りを採用した。(a)の場合は内部組織の熱的变化の観察を主たる目的とし、(b)の場合は半溶融状態にある試験片に荷重が付加された際

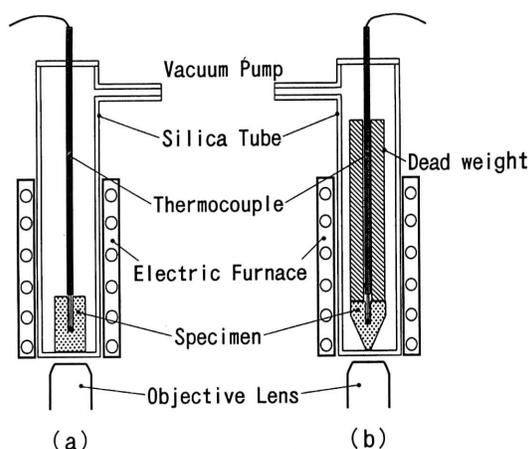


図1 高温顕微鏡による半溶融状態観察の概略図

の内部組織の崩壊の様子の観察を目的とした。いずれの観察に際しても、加熱中は常にガラス容器を $10^{-2}$  torr程度の真空状態に保持した。また、温度の測定は、K熱電対を観察試験片に確実に接触するように取り付けて行った。加熱(昇温)速度は、約 $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$ .である。

観察試験片材質としては、市販のA1070素材及び市販のA2017合金の2種類を採用した。A1070素材とA2017合金の化学成分を表1に示す。また冷却曲線の測定結果を図2に示す。なお、A2017合金については、真空中( $10^{-2}$  torr)で一旦溶解し、それを一定の温度 $700^{\circ}\text{C}$ で約20分間保持し、その後真空中で炉冷凝固させたもの(A2017溶融凝固材)を観察用試験片とした。これは、A2017合金に含まれているガスと低融点物質の気化によるガスの発生とそれらのガラス面への蒸着を未然に防ぐためである。A1070素材については、上述のようなガスの発生が少ないために、市販の押し出し材を大気中 $700^{\circ}\text{C}$ で溶解し、その温度で3.5時間保持後水冷凝固したもの(A1070溶融凝固材)と、同じく押し出し材を $650^{\circ}\text{C}$ に加熱して2時間保持後水冷

\*東京大学生産技術研究所 第2部

研究速報

表1 観察に用いた試験片の化学成分 (Wt%)

A1070

Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Zn	Ti	Al
0.08	0.15	0.00	0.00	0.00	0.00	0.01	Bal.

A2017

Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn	Ti	Zr+Ti	Al
0.72	0.31	3.82	0.68	0.52	0.02	0.09	0.02	0.02	Bal.

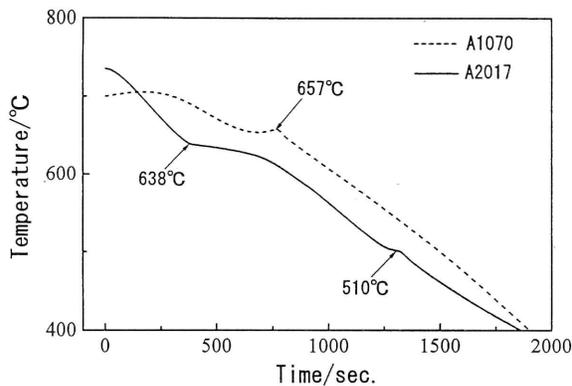


図2 観察に用いた試験片の冷却曲線

凝固したもの (A1070半溶融凝固材) の2種類を作製した。

3. 観察結果および考察

3.1 A1070溶融凝固材の観察結果

図3はA1070溶融凝固材の溶融過程の観察結果を示す。これらの結果より以下のことが分かる。(1)室温から約650°Cまでは、顕微鏡で観察できる程の目立った内部組織の変化は起こっていない。(2)659°Cから結晶粒外周部が黒く変色し始める。(3)さらに加熱し、700°C以上となると結晶粒界および粒内での変化がさらに進み色の変化が結晶粒全域を占めるようになりかつ拡大していく。しかし、この写真からは溶解温度を越えたことによる内部組織の変化は確認できない。

そこで、この素材の溶融域での内部組織の変化の観察を行うために、試験片に静荷重 (面圧約0.7MPa) を加えた。図4に観察結果を示す。(1)室温から630°Cまで組織は荷重の無い場合と変わらない。634°Cになると結晶粒外周部が黒く変色し始める。(2)653°Cになると結晶粒の色の変化が粒全体に広がる。(3)653°Cになると結晶粒の形状が部分的に変わり始める。(4)659°Cを越えると組織の形状は完全に変わってしまう。

以上の結果より、静荷重付加の下では、結晶粒界の溶解

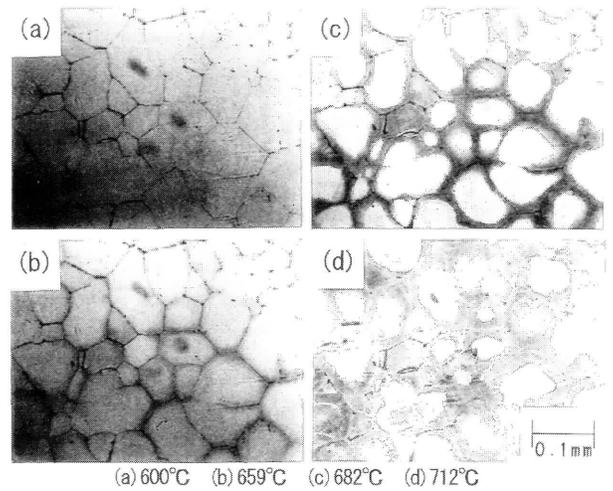


図3 A1070溶融凝固材 (水冷凝固) の半溶融状態の観察結果

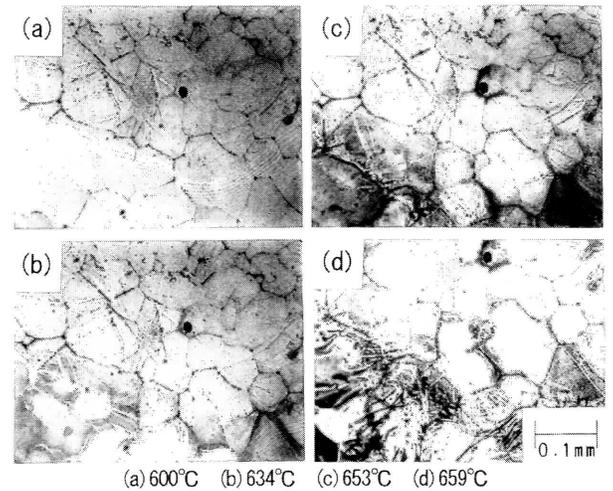
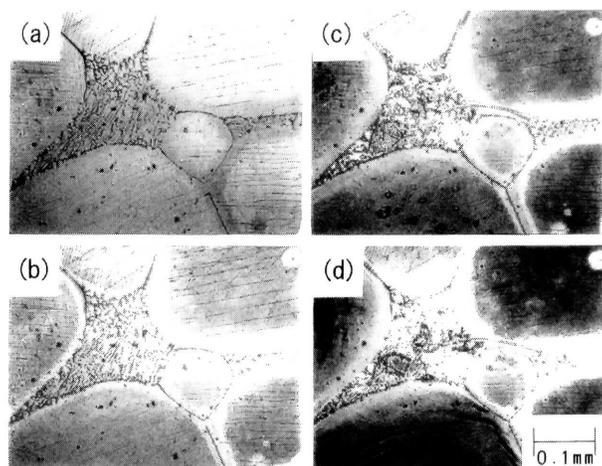


図4 A1070溶融凝固材 (水冷凝固) に荷重を付加した際の半溶融状態の観察結果

による結晶粒間の結合力の著しい低下の影響が顕著に現れ、極めて小さな面圧によっても容易に固相粒の移動や組織の崩壊が起こることが分かる。

3.2 A1070半溶融凝固材の観察結果

図5はA1070半溶融凝固材の溶融過程の観察結果を示す。これらの結果より以下のことが分かる。(1)室温から約639°Cまでは、目立った内部組織の変化は起こっていない。(2)655°Cになると粒界に白く光った部分すなわち液相成分が点状に発生し始める。(3)662°Cになると粒界とその近傍に発生した白い部分がさらに拡がり、粒界全域を占めるようになる。すなわち、粒界全域に液相成分が存在するようになる。(4)662°C以上になると、結晶粒の表面



(a) 600°C (b) 639°C (c) 655°C (d) 662°C

図 5 A1070半溶融凝固材 (水冷凝固) の半溶融状態の観察結果

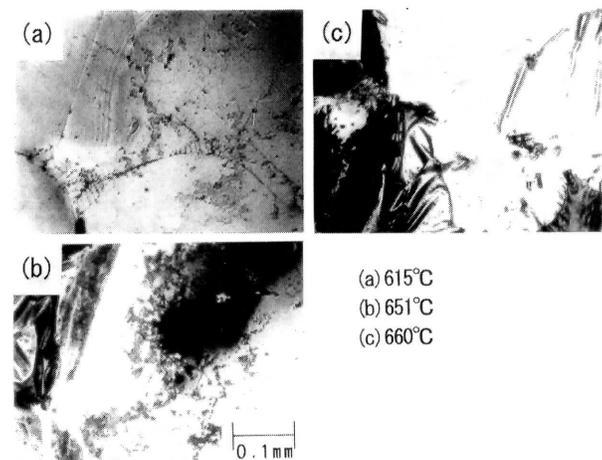
(a) 615°C  
(b) 651°C  
(c) 660°C

図 6 A1070半溶融凝固材 (水冷凝固) に荷重を付加した際の半溶融状態の観察結果

が歪んでくる。すなわち、粒内にも液相成分が発生してくることが分かる。

この素材に静荷重 (面圧約0.7MPa) を加えて内部組織の崩壊の様子を観察した結果を図6に示す。(1)室温から640°Cまでは、顕微鏡で観察できる変化は発生していないが、(2)651°Cを越えると粒界部分に無荷重の時と同様に白く光る部分すなわち液相成分が出て、さらに結晶粒全体と粒界の形状が大きく変化する。(3)さらに加熱し、660°Cを越えると結晶粒全体が崩壊の様子が分かる。

この場合も、半溶融化すると共に、素材の荷重付加能力が急激に低下すること、また、微小荷重によっても内部組織の崩壊が起こり得ることが確認できる。

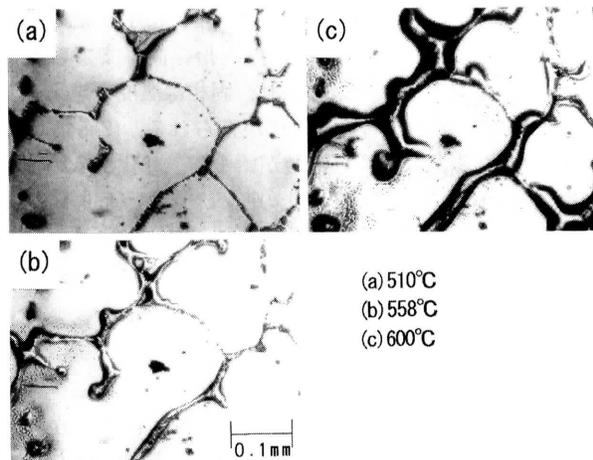
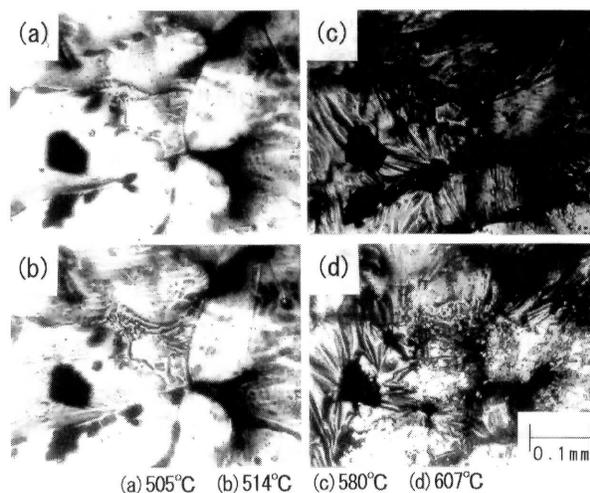
(a) 510°C  
(b) 558°C  
(c) 600°C

図 7 A2017溶融凝固材 (炉冷凝固) の半溶融状態の観察結果



(a) 505°C (b) 514°C (c) 580°C (d) 607°C

図 8 A2017溶融凝固材 (炉冷凝固) に荷重を付加した際の半溶融状態の観察結果

### 3.3 A2017溶融凝固材の観察結果

図7はA2017溶融凝固材の溶融過程の観察結果を示す。これらの結果より以下のことが分かる。(1)室温から約510°Cまでは、目立った内部組織の変化は起こっていない。(2)514°Cから555°Cにかけて粒界部分が僅かに白く光り始める。すなわち、粒界に存在する成分が溶融し始める。(3)558°Cになると粒界の幅が拡大し、また結晶粒の外周部にも点状の凹凸が発生し始める。(4)さらに加熱し、600°Cを越えると粒界の幅はさらに拡大し、また粒内の点状の凹凸が結晶粒全体に広がっていく様子が見られる。すなわち、粒内にも液相成分が発生してくることが分かる。

この試験片にもA1070素材と同様に、静荷重 (1.3

## 研究速報

MPa)を加えた結果を以下に示す。図8に示す結果より以下のことが分かる。(1)514°Cの固相線直下までは内部組織に変化は見られない。しかし、固相線温度を越えると僅かではあるが結晶粒界に変化が見られる。(2)545°Cから580°Cになると粒全体に溶解が始まり、軟化あるいは流体化した表面が変形してシワ状の凹凸を示す。同時に結晶粒全体の形状が少しずつ変化していく様子が分かる。(3)さらに加熱し、607°Cになると、結晶粒の所々に間隙が見られ、外形状の崩壊も観察される。

## 4. ま と め

A1070素材・A2017合金を観察対象とし、溶解過程における内部組織の変化を観察し、概略以下の結果を得た。

(a) A1070素材の場合、溶解凝固材と半溶解凝固材を比べると、半溶解凝固材の方が本来の溶解温度での結晶粒界の溶解開始が明確に観察できた。これは、素材作成時の凝固過程の相違に起因するものと思われる。

(b) A1070素材の場合、荷重を加えないと、温度が本来の溶解温度を越えても試験片外表面の酸化皮膜によって、組

織の溶解・溶解の様子を観察することが困難である。

(c) A2017合金の場合、溶解は結晶粒界の各部から局部的に起こり、次第に溶解域が拡大していく、また結晶粒も外周部より溶解していきそれが結晶粒の中央部へと広がっていく。

(d) 荷重を加えた場合、A1070素材の溶解に伴う内部組織の変化は、僅かな温度変化の下で短時間で起こるが、A2017合金の場合には、温度上昇と共に少しずつ変化が起こる。

なお、半溶解状態観察用ガラス装置の製作にあたりご協力頂いた本研究所・試作工場滑川敏夫技術官に謝意を表する。  
(1995年10月9日受理)

## 参 考 文 献

- 1) 木内 学・杉山澄雄・新井博男：塑性と加工，20-223 (1979)，762.
- 2) 関口秀夫・杉山澄雄・木内 学：昭63春塑加講論，(1988)，171.
- 3) 日本金属学会 金属組織写真集非鉄材料編，(1972).
- 4) 木内 学・杉山澄雄・田辺明三：平7春塑加講論，(1995)，501.