

Al-Zr 合金の再結晶組織について

Metallographical Investigation of Recrystallization in Al-Zr Alloys

西川 精一・下田 聡・小島 陽一

1. ま え が き

Al-Zr 合金は耐熱導電材料としてある程度実用化の段階に入っているが、微量の Zr がなぜアルミの再結晶温度上昇に有効かといった基礎的問題にはかなり未解決な点が多く残っているように思われる。つまり冷間加工を受けたアルミが加熱に伴って、回復→ポリゴン化→一次再結晶に移行する場合、Zr の原子あるいは Zr の析出相がどのような挙動で再結晶軟化を押えているかほとんど不明と考えてよい。また再結晶の問題とは別に Zr がその僅かの溶解度変化に従って溶入析出を行なう場合、アルミの性質にどのような変化があるかという時効に関係した情報もほとんどない。以上の問題点を少しでも理解する目的で行なった実験結果の中で、その一部を組織を中心にして次に速報する。

2. 実験試料

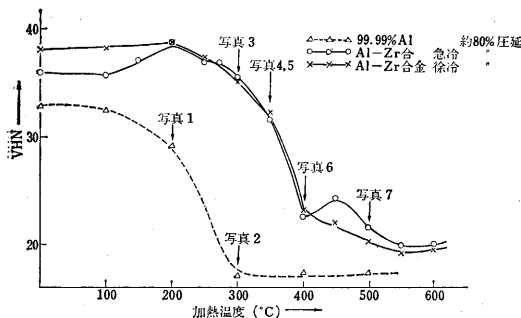
実験試料として 99.99% 地金を使用し、これに市販母合金 (Zr 約 4.8%) の形で Zr を添加した。硬度測定および組織の観察は板を使用し、電気抵抗の測定は 1 mmφ の線材である。Hansen の状態図集によれば、Zr は Al 側で包晶温度 (660.5°C) において最大固溶度 0.28 wt.% を示しているから、今回はこの最大固溶限に近く Zr 約 0.3% を含む試料について報告する。その分析値は第 1 表に示したようなものである。

第 1 表 試料組成

試料合金	Zr	Si	Fe	Cu	Ti	Mg	Mn	B	Al
地 金	—	0.008	0.002	0.001	0.001	0.001	0.003	Tr	残
Al-Zr 合金	0.29	"	"	"	"	"	"	"	"

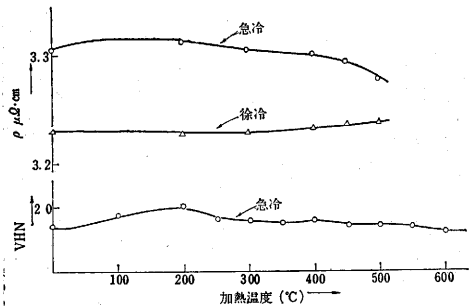
3. 実験結果

(1) 再結晶特性および時効特性 試料を包晶温度の直下 640°C で 4 時間アルゴン気流中で加熱し、これを



第 1 図 99.99% Al および Al-Zr (0.29%) 合金の再結晶軟化特性

水中に焼入れ、あるいは 2~3°C/min で徐冷した。次にこれらに約 80% の冷間圧延を施してから 100~600°C の温度区間でそれぞれ 1 時間加熱した場合の硬度変化を第 2 図に示した。Zr 約 0.3% の添加によってアルミの再結晶軟化温度は約 100°C 高温側にずれることが明瞭に観察される。また急冷と徐冷試料では多少の差異を示し、加工直後は徐冷試料の方が加工硬化の程度がやや大きい。この結果は徐冷試料の方がやや分散相の多いことを予測させる。急冷試料では 200°C、および 450°C 付近で二つの硬化の小さい山を示しているが、高温側の山は Zr の析出によると報告している人もある。第 2 図に冷



第 2 図 Al-Zr (0.29%) 合金の時効に伴う硬度および電気抵抗変化

間加工を施さない試料の 1 時間加熱に伴う硬度変化および電気抵抗変化を示した。焼入れ試料の硬度は 200°C 付近に小さい山を示すのみで 400~500°C ではほとんど変化がない。また電気抵抗は硬度の場合とは逆に 640°C から焼入れた試料の方が徐冷試料より高い抵抗値を示す。両者の抵抗値の開きは約 400°C までほとんど変化せず、それより高温になると急冷試料の抵抗減少傾向がやや急激になる。他方徐冷試料では温度の上昇とともに僅かながら増加を示すが、これは各温度で 1 時間加熱後水冷して抵抗を測定するのでその効果が加わったものと考えられる。急冷試料ではこの効果が加わっても抵抗の減少が現われるということになる。以上の結果より急冷試料と徐冷試料の抵抗値の差は大部分 Zr の固溶化に帰因すること、および固溶化した Zr はかなり高温に再加熱しないと析出しないことが明らかとなった。200°C 付近の小さな変化は焼入れにもとづく不安定な欠陥の加熱に伴う変化と考えられそうである。

(2) 再結晶に伴う組織変化 いま各試料を 0.1~0.15 mm の厚さに圧延し、これに所定の熱処理を施した後、Window method により電研で薄膜試料を作成した。



写真 1 99.99% Al 約 80% 圧延後 200°C
1 時間加熱

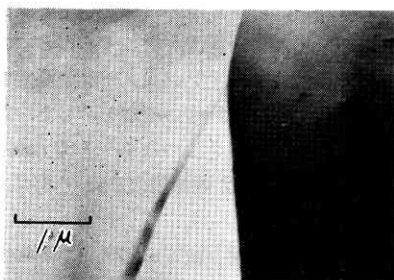


写真 2 99.99% Al 約 80% 圧延後 300°C
1 時間加熱

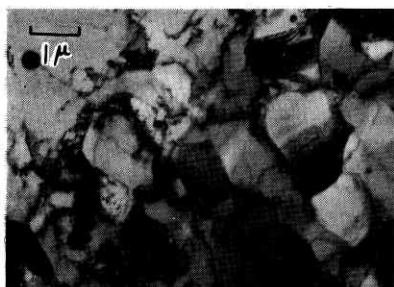


写真 3 Al-Zr (0.29%) 合金約 80% 圧延後
350°C 1 時間加熱



写真 4 Al-Zr (0.29%) 合金約 80% 圧延後
350°C 1 時間加熱

電解液は過塩素酸エタノール溶液である。

99.99%Al を約 80% 冷間加工後、200°C で 1 時間加熱した場合の組織を写真 1 に示した。加工のままの状態と大差ないが、セル境界がやや明瞭化している。写真 2 は 300°C 1 時間加熱の場合であって、200°C の場合とは一変して大傾角境界が大きく発達し、一次再結晶の完了を物語っている。

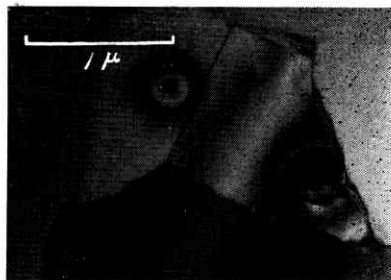


写真 5 写真 4 の拡大図

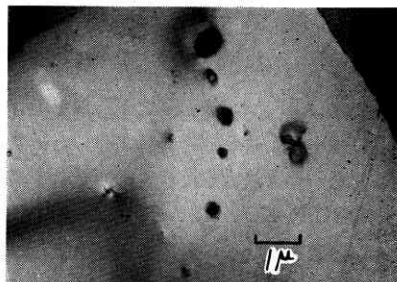


写真 6 Al-Zr (0.29%) 合金約 80% 圧延後
400°C 1 時間加熱

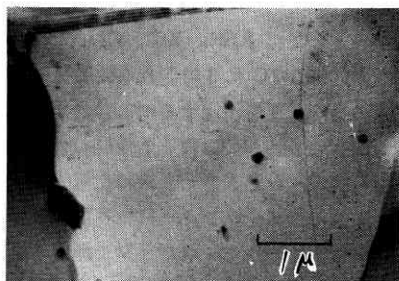


写真 7 Al-Zr (0.29%) 合金約 80% 圧延後
500°C 1 時間加熱

ところがこれに Zr 0.29% 添加すると、その組織は写真 3 以下のようになる。すなわち 300°C 1 時間の加熱でも写真 3 に示したように粒界は依然として小傾角境界よりなり、写真 1 に示した 99.99% Al の 200°C 加熱の場合と同様な段階である。これを 350°C 1 時間加熱しても写真 4 および 5 に示したようにセルは、やや成長して大きくなっているが、境界はきれいな転位列よりなる小傾角境界を残している。また Zr に関係した分散相がセルの壁の移動を阻止している様子がうかがえる。400°C 1 時間の加熱により写真 6 に示したように一次再結晶の完了による大傾角境界のみの構造となる。第 1 図には 400~500°C の付近で Zr の析出を思わせる変化を認めたが、写真 7 の 500°C 1 時間加熱組織では特に多量の析出物の急激な増加は認められなかった。この点高温側における焼入試料の硬化および電気抵抗の減少理由を組織的に明瞭につかみ得たとは言いがたい。

(1964 年 7 月 14 日受理)