

# Pb-Sb 合金の時効に関する研究

—Pb-2% Sb 合金の時効におよぼす As の影響—

Studies on the Aging Characteristics of Pb-Sb Alloys  
—The Effects of As on Pb-2% Sb Alloy—

西川 精一

高純度 Pb-2% Sb 合金の時効におよぼす微量の As の影響について研究結果の概略を報告する。

試料: Pb 地金は 99.99% 程度の電気鉛, Sb は 99.9984% の半導体用金属を使用した。As は母合金 (2.4% As) の形で添加した。硬さの測定は 4 mm の厚さの板, 電気抵抗の測定は 4 mmφ の棒状試料である。

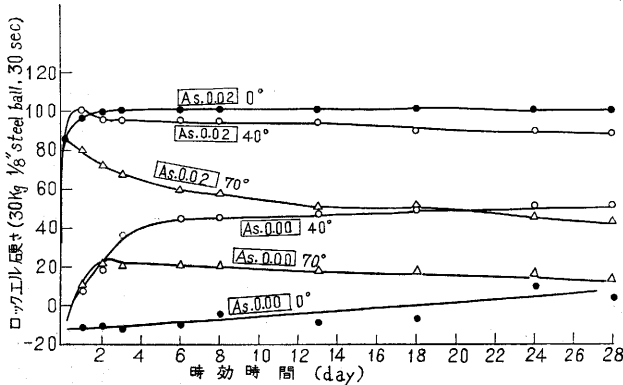
性質変化: 硬さの変化は第 1 図に示したように微量の As の硬化曲線の形におよぼす影響は非常に大きい。最高硬さが非常に高くなると同時に硬化速度も極めて大きく

なる。電気抵抗の変化量は第 2 図に示した。As を含まない合金では時効の初期に僅かながら比抵抗の増加を示す。その増加量は時効温度によりそれほど変らぬようであるが、温度が低いほど長期にわたって起る。一応時効初期の格子歪による抵抗増加と考えてよいであろう。As が加わると硬化に伴って、Sb の析出による抵抗の減少が急激であるが、この場合初期の抵抗増加は本実験の時間条件、温度条件では捉えきれなかったためか、もともとないものなのかこれだけでは判然としない。この現象を側面から多少明らかにする目的で時効に伴う多結晶試料のデバイ反射写真を調べたのが写真 1 である。

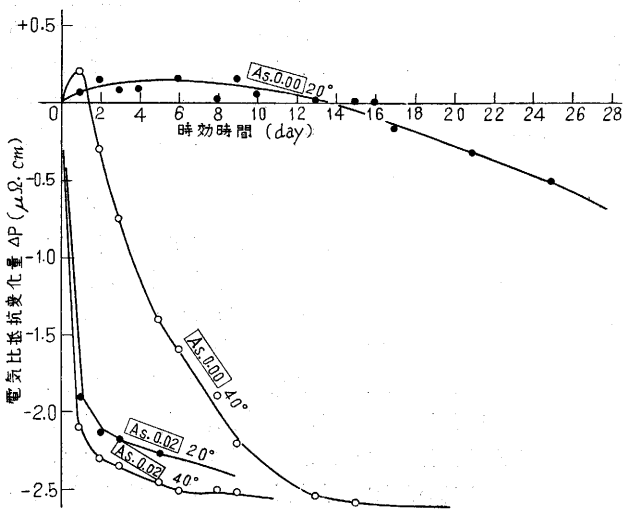
As を含まない場合は約 20 日間の 20°C の時効でほとんど変化は認められないが、As を含む方は 5 日後で Pb の高反射角度の回折線、たとえば (620) の  $k\alpha_1$ ,  $k\alpha_2$  が相当のほげを示す。しかもそのほげかたは (620) 面の面間距離  $d$  の変化への方向である。

しかもこの現象が、析出が相当進行して電気抵抗の急激な低下を示す As を含む試料に現われていること、および析出があまり進行せず電気抵抗の増加を示す As を含まぬ試料では現われにくいことから考えて、coherency strain よりは濃度変化による格子常数の連続的变化と考えた方が妥当である。

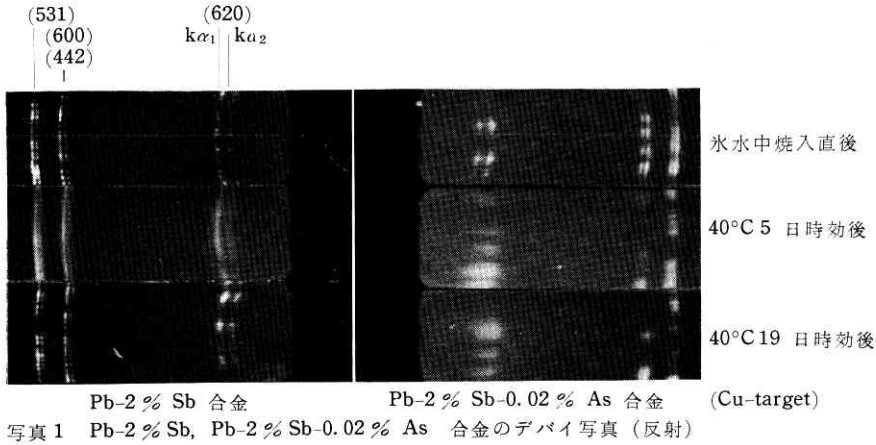
組織: 時効に伴う組織変化を調べると As の有無で相当の差異を示す。焼入れ直後は写真 2, 3 に示してあるように両者の間にはほとんど差を認めたい。時効の進行と共に As を含む試料では結晶粒内の析出相は焼入れ直後とあまり組織的には変化なく非常に微細で生長を示さないが、他方粒界では明瞭な粒界反応が発生し局部的な再結晶とその再結晶領域内での析出相の異常生長が認められる。この反応域は時効時間と共に次第に生長を続けるが全領域を覆ってしまうほどには進行しない。この粒界反応の発生には適当な時効温度があるらしく、余り高い温度では粒内の析出相の生長が盛んで粒界反応は起りにくく、温度が低すぎても反応領域の生長が非常に小さい。また焼入れ直後の加工はこの反応を非常に促進する。これに反し As を含まぬ試料では粒内と粒界での析出の差は多少認められるがあまり判然としない。粒界に depleted zone が現われるがそれ



第 1 図 Pb-Sb(2%) 合金および Pb-Sb(2%)-As(0.02%) 合金の時効硬化曲線



第 2 図 Pb-Sb(2%) 合金および Pb-Sb(2%)-As(0.02%) 合金の時効に伴う電気比抵抗変化量曲線



ほど顕著ではなく、粒内での析出相の成長がはげしい。その傾向は写真4, 5に明瞭に示されている。粒界反応領域内での大きい析出相は写真6のように Widmannstätten 的の形状を示すが温度、時効時間と共に大きく生長する。以上組織的には微量の As は粒内での析出相の生長を押える作用があることが明らかとなった。この As の作用は Sb 1% 合金でも明瞭に認められている。(1959. 4. 22.)

参 考

- 1) Pb-Sb 合金の時効に関する研究 (第 5 報) — 焼入れ直後の加工の影響について、加藤・西川、昭和 33 年 4 月、日本金属学会講演発表。

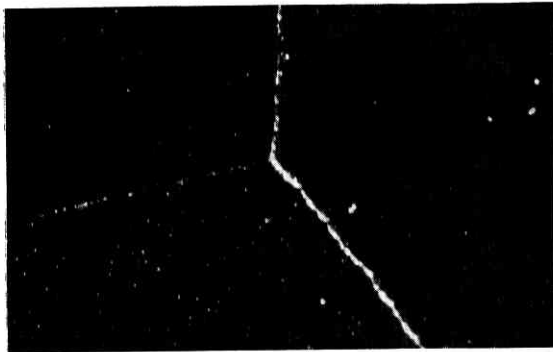


写真 2 Pb-2% Sb 合金 230°C 水焼入直後 (偏光) ×325

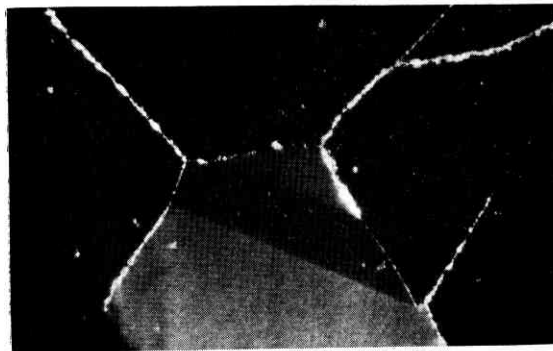


写真 3 Pb-2% Sb-0.02% As 合金 230°C 焼入直後 (偏光)



写真 5 Pb-2% Sb-0.02% As 合金 40°C 14 日 時効後 (偏光) ×325

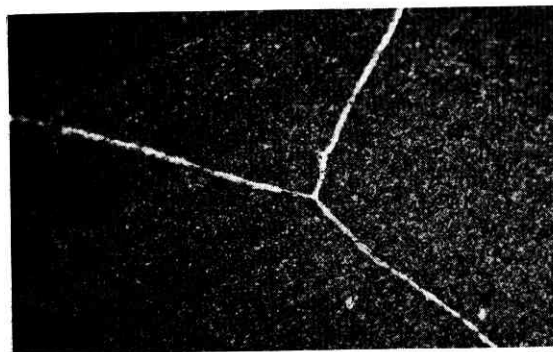


写真 4 Pb-2% Sb 合金 40°C 14 日時効後 (偏光) ×325

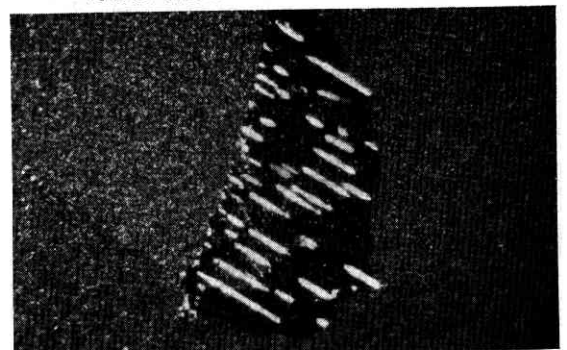


写真 6 Pb-2% Sb-0.02% As 合金 70°C 時効 (偏光)