

固溶体合金の再結晶について

浜崎美智子*

ON THE RECRYSTALLIZATION OF SINGLE SOLID SOLUTION ALLOYS

Michiko HAMASAKI

This study was carried out to clarify the softening behavior of alloys of single solid solution in connection with previous report. Results obtained were as follows:

1. Beginning of recrystallization and softening of quenched specimen before cold rolling was slightly delayed compared with slow cooled one before cold rolling.

2. Recrystallization of alloys of single solid solution occurred very rapidly and seemed to have certain activation energy for softening.

3. By X-ray analysis, it was ascertained that nuclei of recrystallization formed in considerably early time.

Received May 31, 1962.

I. 緒言

前報¹⁾においては、比較的単純な析出硬化性合金について実験を行ない、溶体化水冷後冷間圧延したものが徐冷焼鈍後冷間圧延したものに較べて再結晶軟化の著しく遅れることを認めたのであるが、本報告においてはこれと比較検討する意味で、析出硬化性を有しない単純な均一固溶体合金についてその再結晶の過程を追求した。

II. 試料と実験方法

試料は Table 1 に示す配合組成のものをタンマン炉で熔製し、シェル型に鑄造した。Table 1 の合金の中 E は前報と同様、Ni:Si=4:1 (重量比) の割合として、0.5% Ni₂Si と Cu との擬二元合金としたものである。いずれの試料も徐冷焼鈍の状態ですべて均一固溶体の領域にはいる組成である。

Table 1 Composition of Specimens

	Cu %	Ni %	Si %	Zn %
E	99.5	0.40	0.10	
F	80.0			20.0
G	70.0			30.0
H	70.0	30.0		

得られた鑄塊には、析出硬化性合金の結果と比較するために、前報同様次のごとき処理を施して実験に

供した。

Cu-Ni₂Si 合金

鑄塊を 900°C, 2 hr 均熱後 25% の冷間圧延を行なつて、次の 4 種の処理を施こした。

- 900°C, 1 hr 水冷
- 同上後 20% 冷間圧延および 40% 冷間圧延
- 900°C, 1 hr 保持後 50°C/hr の割合で徐冷
- 同上後 20% 冷間圧延および 40% 冷間圧延

Cu-Zn 合金

鑄塊を 850°C で 25% 熱間圧延した後、次の 4 種の処理を施こした。

- 800°C, 1 hr 水冷
- 同上後 20% 冷間圧延および 40% 冷間圧延
- 800°C, 1 hr 保持後 50°C/hr の割合で徐冷
- 同上後 20% 冷間圧延および 40% 冷間圧延

Cu-Ni 合金

鑄塊を 950°C, 1 hr 均熱後 25% の冷間圧延を行なつて、次の処理を施こした。

- 950°C, 1 hr 水冷
- 同上後 20% 冷間圧延および 70% 冷間圧延
- 950°C, 1 hr 保持後 50°C/hr の割合で徐冷
- 同上後 20% 冷間圧延および 70% 冷間圧延

以上前報の場合と同様、高温より水冷、水冷後冷間圧延、高温より徐冷、徐冷後冷間圧延の処理を施こしたのものについて、100°C より 50°C 間隔に段階的に昇温し、各温度 1 hr 繰返し加熱水冷の再加熱処理を施こして、その間の硬度変化をみた。また種々の温度の

* 機械工学教室

salt bath 中で種々の時間保持水冷して、その間の硬度変化および組織の変化をみた。一部については計数管自記式X線回折装置によるX線解析を行なつた。

III. 実験結果とその考察

Fig. 1, Fig. 2, Fig. 3 にそれぞれ Cu-Ni₂Si 合金, Cu-Zn 合金, Cu-Ni 合金を段階的に昇温繰返し再加熱するときの硬度変化を示す。これで見ると、析出硬化性合金に較べると著しく微弱ではあるが、均一固溶体合金においても、急冷後冷間圧延したものの再加熱による軟化が徐冷後冷間圧延したものに較べて遅れるのが認められる。そこで更にこの現象を確かめるため各温度の salt bath 中に浸漬して、保持時間による硬度の変化をみた。

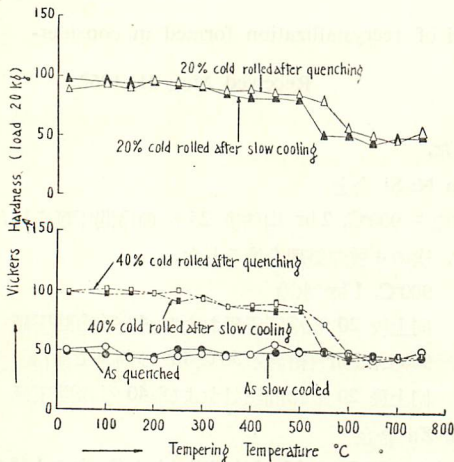


Fig. 1. Hardness change by tempering of Cu-0.5%Ni₂Si alloys at each temperature for 1 hr.

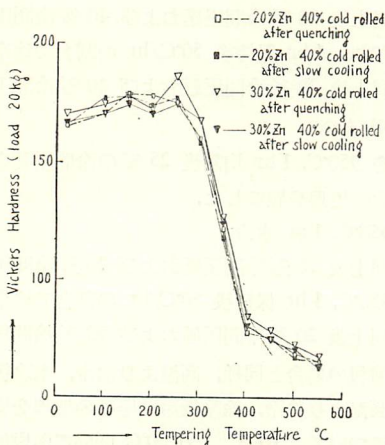


Fig. 2. Hardness change by tempering of Cu-Zn alloys at each temperature for 1 hr.

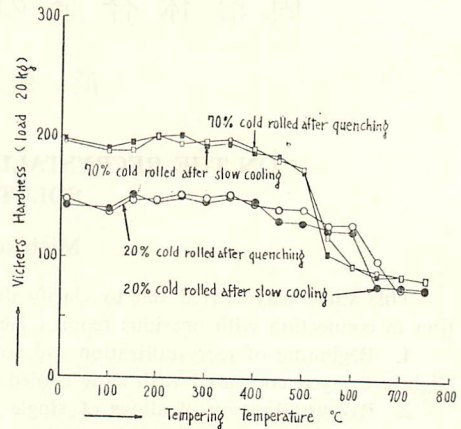


Fig. 3. Hardness change by tempering of 30%Ni-Cu alloys at each temperature for 1 hr.

Fig. 4, Fig. 5, Fig. 6 にそれぞれ Cu-Ni₂Si 合金, Cu-Zn 合金, Cu-Ni 合金についての結果を示す。これで見ても急冷後冷間圧延したものは徐冷後冷間圧延したものに較べて、わずかながら軟化が遅れるのが認められる。また Cu-Zn 合金についてみるに、濃度の高い 30% Zn 合金は濃度の低い 20% Zn 合金に較べて、急冷後冷間圧延したのも徐冷後冷間圧延したのも軟化の始まるのが早い。Photo. 1 は Cu-Ni₂Si 合金の 600°C 保持中の組織の変化を示したもので、徐冷後冷間圧延したものは 1min 加熱ではほぼ再結晶を完了しているのに対し、急冷後冷間圧延したものは 1 min 加熱ではなお再結晶を完了していない。Photo. 2 は Cu-30%Zn 合金の 350°C 保持中の組織の変化を示す。80 min 保持では急冷後冷間圧延したのも徐冷

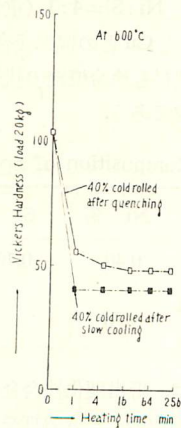


Fig. 4. Hardness change by aging of Cu-0.5%Ni₂Si alloys.

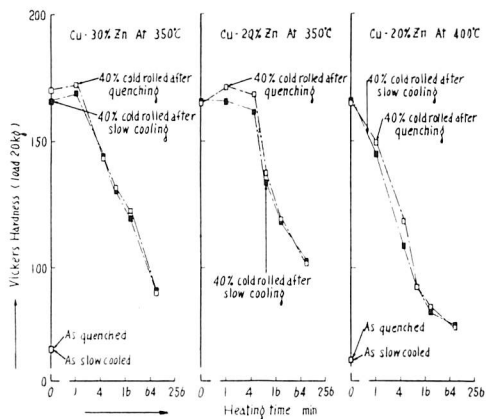


Fig. 5. Hardness change by aging of Cu-Zn alloys.

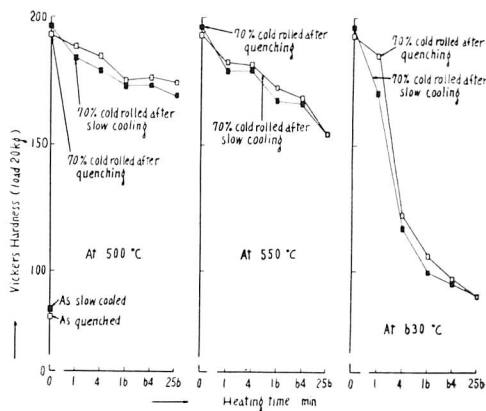


Fig. 6. Hardness change by aging of Cu-30%Ni alloys.

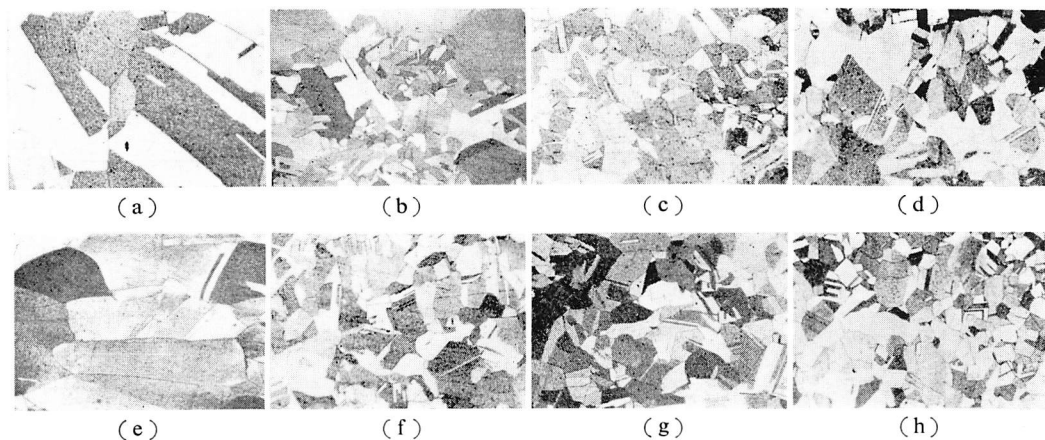


Photo. 1. Microstructure of Cu-0.5%Ni₂Si alloys. $\times 100$

40% cold rolled after quenching.

(a) As Cold rolled. (b) Aged at 600°C for 1 min. (c) Aged at 600°C for 5 min. (d) Aged at 600°C for 60 min.

40% cold rolled after slow cooling.

(e) As Cold rolled. (f) Aged at 600°C for 1 min. (g) Aged at 600°C for 5 min. (h) Aged at 600°C for 60 min.

後冷間圧延したものもいずれも再結晶の過程にあるが、前者は後者に較べて再結晶の進行がやや遅いのがみられる。Photo 3 はCu-Ni 合金の 630°C 保持中の組織変化を示す。4 min 保持と比較すると、急冷後冷間圧延したものが、徐冷後冷間圧延したものに較べて再結晶の生成とその生長がやや遅いのがみられる。

以上の結果より均一固溶体合金においても、極くわずかではあるが析出硬化性合金にみるように、急冷後

冷間圧延したものは、徐冷後冷間圧延したものに較べて、再結晶軟化の遅れる現象のあることを認めた。これは徐冷したものが急冷したものに較べて、冷却中の原子の移動、拡散が容易で、そのため格子欠陥や転位の数もより少なくなるため、冷間圧延後再加熱の際の整格子、すなわち再結晶核の生成も容易になることにあるものとみられる。なお均一固溶体合金の場合は析出硬化性合金の徐冷焼鈍したものに較べても再結晶による軟化は急激であつて、特定の軟化の活性化エネルギー

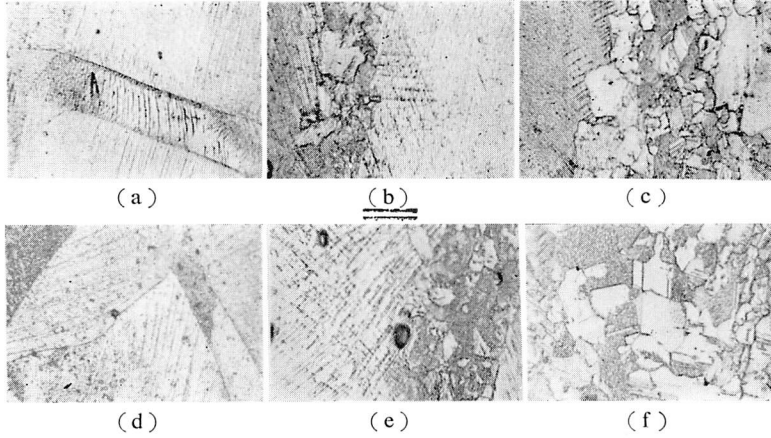


Photo. 2 Microstructure of Cu-30%Zn alloys. $\times 400$

40% cold rolled after quenching.

(a) Aged at 350°C for 1 min. (b) Aged at 350°C for 5 min. (c) Aged at 350°C for 80 min.

40% cold rolled after slow cooling.

(d) Aged at 350°C for 1 min. (e) Aged at 350°C for 5 min. (f) Aged at 350°C for 80 min.

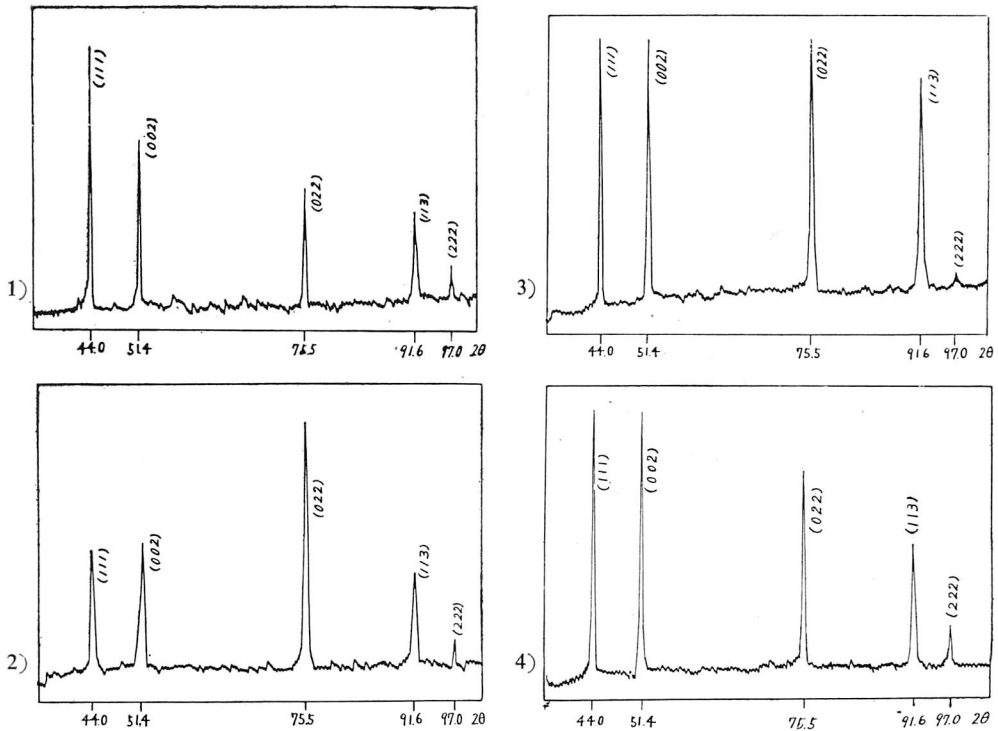


Fig. 7. X-Ray graph of Cu-Ni 70% cold rolled after quenching.

1) As quenched. 2) As cold rolled. 3) Aged at 630°C for 1 min.
4) Aged at 630°C for 256 min.

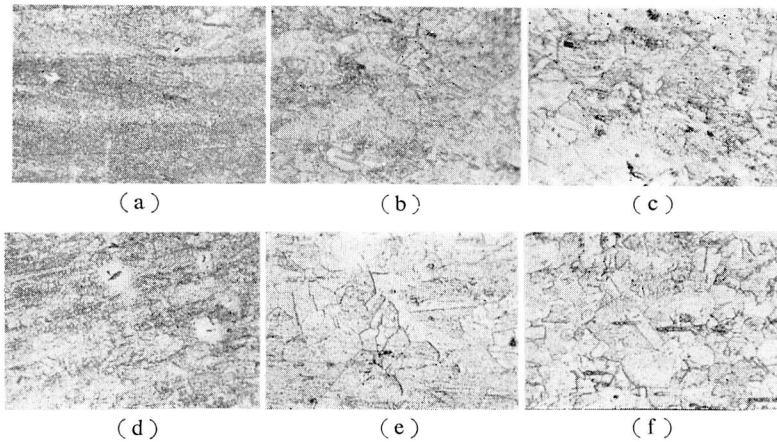


Photo. 3. Microstructure of Cu-30% Ni alloys. $\times 400$

70% cold rolled after quenching.

(a) Aged at 630°C for 4 min. (b) Aged at 630°C for 16 min. (c) Aged at 630°C for 256 min.

70% cold rolled after slow cooling.

(d) Aged at 630°C for 4 min. (e) Aged at 630°C for 16 min. (f) Aged at 630°C for 256 min.

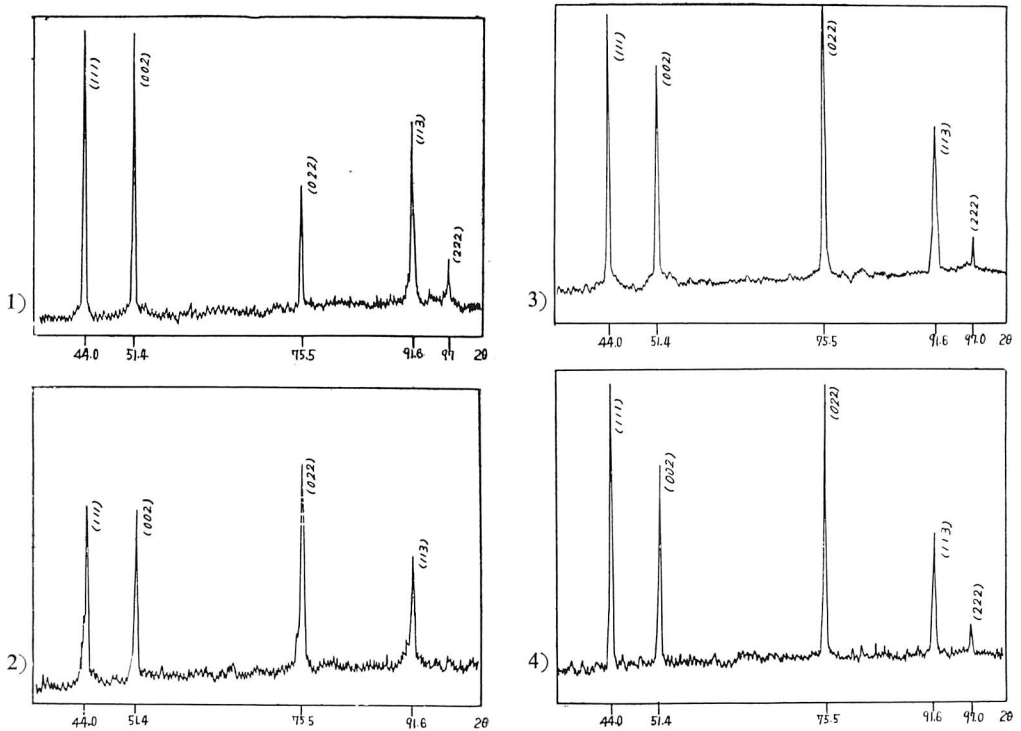


Fig. 8. X-Ray graph of Cu-Ni 70% cold rolled after slow cooling.

1) As slow cooling. 2) As cold rolled. 3) Aged at 630°C for 1 min.
4) Aged at 630°C for 256 min.

ギーをもつものようである。

Fig. 7, Fig. 8 は Cu-Ni 合金の急冷後冷間圧延したものと徐冷後冷間圧延したものの、630°C 保持による X 線回折像の変化を示す。Fig. 6 にみるごとく、1 min 加熱ではごくわずかに軟化しているのみであるが、X 線解析の結果は急冷したものも徐冷したものも 1 min 加熱ですでに (111) 面、(002) 面の著しい増加をみる。ポリゴン化すなわち整格子の形成がかなり早い時期になされることを示すものである。また急冷のままにおけるより徐冷のままの方が (111) 面、(002) 面が強く現われるのは、加工前にすでに徐冷したものの方が微小整格子のより多く存在することを示すものと考えらる。

IV. 総 括

析出硬化性を有しない単純な均一固溶体合金について、その再結晶の過程を追及し次の結果を得た。

1. 均一固溶体合金においても、極くわずかではあるが析出硬化性合金にみられるように、急冷後冷間圧延したものは徐冷後冷間圧延したものに較べて、再結晶軟化の遅れる現象のあることを見出した。

2. 均一固溶体合金においては、再結晶による軟化が急激であつて、特定の軟化の活性化エネルギーを有するものようである。

3. X 線解析の結果、ポリゴン化すなわち整格子の形成は硬度、組織の変化として現われる以前かなり早い時期になされることを認めた。

終りにこの研究に対し、終始御鞭撻、御指導を賜りました末永勝郎先生、及び若原稔先生に心より感謝の意を表する次第であります。

文 献

- 1) 末永、浜崎：鹿児島大学工学部研究報告，2 (1962)，11～16。