

## 2 段焼入れ処理した Al-Zn 合金の疲労強度

金谷輝人・松島貴久\*

岡山理科大学工学部機械工学科

\*岡山理科大学大学院工学研究科修士課程機械工学専攻

(1990年9月30日 受理)

### 1. 緒 言

Al合金の中には、高温から室温付近の水中に焼入れた後、室温付近の温度に保持すると、時間ともに種々の機械的・物理的性質が変化する場合があることはよく知られている。このいわゆる時効現象は、主として焼入れ中及び時効初期に溶質原子に富む微小な GP ゾーンが多数形成されるためとされている<sup>1)</sup>。

最近、超々ジュラルミンの基本2元合金の1つである Al-Zn 合金の低温時効の際に、試料表面及び結晶粒界が焼入れによる凍結過剰空孔の消滅場所 (sink) として作用し、これらの近傍の領域では、時効中の空孔濃度が他の領域に比べてより速く低下するために GP ゾーンの成長が事実上続かなくなり、その結果、これら sinks から充分離れた領域に比べて少し軟らかいままであることが見出されている<sup>2-4)</sup>。この効果は、試料表面付近で特に顕著である。更に、時効硬化した Al-Zn および Al-Cu 2元合金中の軟らかい表面層の存在は、繰返し引張り疲労強度を増大させることも見出されている<sup>5-8)</sup>。

ところで、高温からの焼入れの途中に373~473K程度の中間温度に少し保持した後、氷水中に焼入れる、いわゆる2段焼入れ処理を施すことにより、Al-Zn 合金固溶体中に溶質原子濃度の場所的ゆらぎ (あるいは溶質原子 cluster) を生成させ、更に中間温度での保持時間を変えることにより空孔濃度の調節をおこなうという2つの作用により、その後の低温時効の際のGPゾーン組織を変化させることが太田等<sup>9-11)</sup>および Vigier 等<sup>12),13)</sup>により報告されている。

この研究では、2段焼入れ処理後時効硬化させた Al-11mass%Zn合金について繰返し引張り疲労強度および試料内部より少し軟らかい表面層の厚さを求め、これらの関係を考察した。

### 2. 実験方法

#### 2. 1 試料作製

本研究に用いた試料は、配合成分が Al-11mass%Zn の合金であり、純度99.99%Al および 99.999%Zn の両高純度金属を、空気中で高アルミナ製ルツボ中にて溶解して作製

した。それを鋳型に流し込んで直径15mm長さ100mmのインゴット (ingot) にした。インゴットは、皮むき後、空气中で723Kで約180ks間の均一化焼純を行った。これを空气中で約723Kで0.9ks中間焼なまし、ハンマーにて熱間鍛造の手順を10数回繰返すことにより幅20mm、厚さ約4mm程度の板とした。その後この板を723Kで中間焼純を行いながら冷間圧延により厚さ約0.7mmのストリップにした。このストリップから疲労試験用 (Fig. 1) 及び硬度測定用 (Fig. 2) の各試料を作製した。

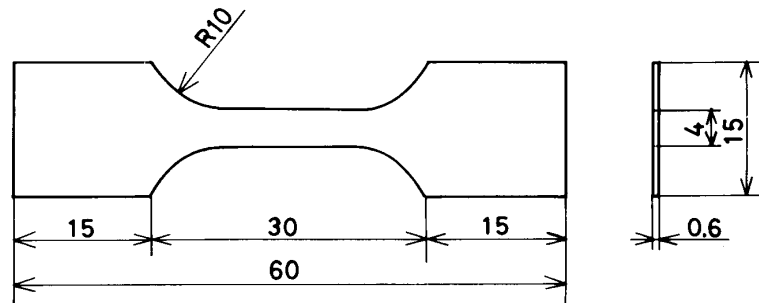


Fig. 1 Dimensions (mm) of the specimen for the fatigue test

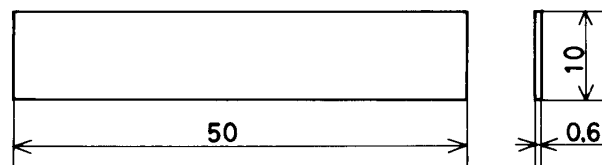


Fig. 2 Dimensions (mm) of the specimen for the hardness test

## 2. 2 熱処理

焼入れは、次の2種類の方法で行った。まず通常の焼入れは、試料を電気炉中のアルミ・ブロックにいれて773Kで保持することにより溶体化処理した後、673Kまで炉中冷却し、その温度に3.6ks保持後、氷水中 (273K) に焼入れた (Fig. 3(a)に模式的に示している)。次に2段焼入れは、試料を電気炉中に入れて773Kで3.6ks保持した後、673Kまで炉中冷却し、その温度に3.6ks保持後、403Kの油中に焼入れ、この温度に一定時間 (以下、 $t_{Q2}$ と略記) 保持し、その後氷水中 (273K) に焼入れた (Fig. 3(b))。

以上の2種類の方法で焼入れた各試料を $273 \pm 0.1$ Kに保持したエチルアルコール浴中で60ks以上時効した。

## 2. 3 疲労試験

時効処理した試料および時効後電解研磨により表面を数 $10 \mu\text{m}$ 削った試料を島津製疲労試験機 (UF-15型) の繰返し引張試験装置に取付け、種々の繰返し引張負荷の下で破断までの繰返し数を測定した。

応力は次の手順で決定した。即ち、まず試料厚さと幅を求めるため試料平行部の任意の5ヶ所をマイクロメーターおよびノギスで測定した。次に、これらの平均値を求めて、幅

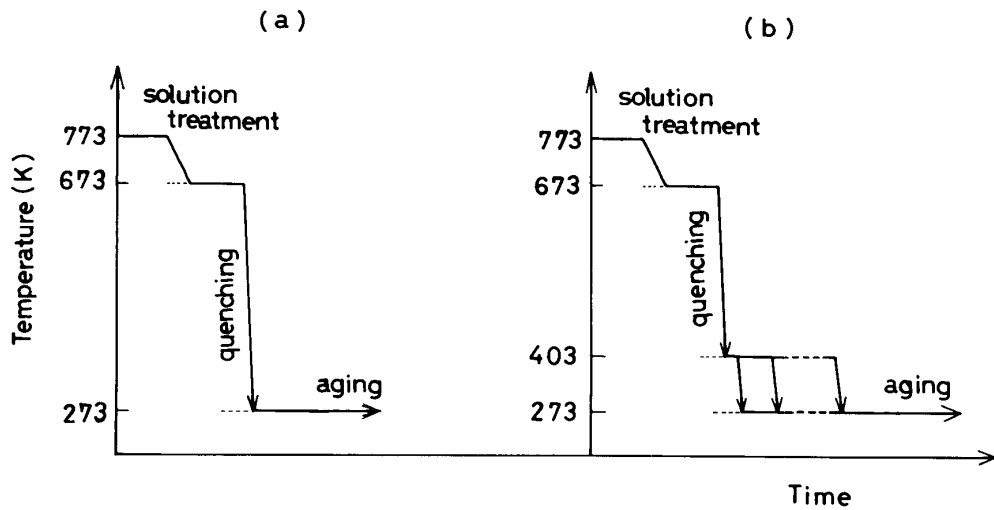


Fig. 3 Scheme of the sequence of heat treatment: (a) ordinary quenching, (b) two-step quenching

と厚さの積より試料の断面積を求め、この値を各荷重で除し、応力 $\sigma$ を決定した。

#### 2. 4 硬度測定

硬度測定はマイクロ・ビッカース硬度計を用いた。硬度測定用試料は厚さ0.6mmのものであった (Fig. 2)。この試料を軽く電解研磨した後、先に述べた2種類の方法で焼入れを施し、時効処理した後硬度測定を行った。測定に用いた荷重は、0.25~9.8Nであった。

### 3. 実験結果及び考察

#### 3. 1 通常焼入れと2段焼入れの場合の疲労強度の比較

Fig. 4 は $T_Q=673\text{K}$ から通常焼入れまたは2段焼入れし、 $T_A=273\text{K}$ で60ks時効した各試料を繰返し引張り疲労試験した場合の $\sigma-N$ 曲線である。ここで縦軸は応力振幅 $\sigma$  (MPa)、横軸は破断するまでの繰返し数 $N$  (cycle) である。いずれの場合も応力振幅 $\sigma$ が大きい程、破断までの繰返し数 $N$ は小さく、通常焼入れ (○印) に比べて2段焼入れを行った方 (△, □印) が明らかに疲労強度が大きいことが認められる。また、2段焼入れにおいて油中保持時間を30~600sと変えても、疲労強度にはほとんど変化が認められない。従って少なくとも403Kでは、この程度の範囲の油中保持時間の疲労寿命への影響はほとんどないものと言えよう。なお、油中保持時間を3.6ksと更に長くすると、同図中に破線で示す様に疲労強度は低下し、通常焼入れの場合よりも少し低くなることが認められる。

#### 3. 2 焼入れ方法と軟らかい表面層の関係

Fig. 5 は軟らかい表面層の状態が通常焼入れした場合と、2段焼入れした場合とでは、どの様に異なるのかを硬度測定により調べた結果である。ここで縦軸はビッカース硬さ $H_V$ 、横軸は荷重 (N) である。ビッカース硬さ試験の場合、荷重が大きくなるにつれて圧痕が大きくなり、従って試料のより内部の硬さを測定していることになる。この図から、ある程度以上試料の表面から隔たった内部の硬さは、多少バラツキがあるものの、通常焼

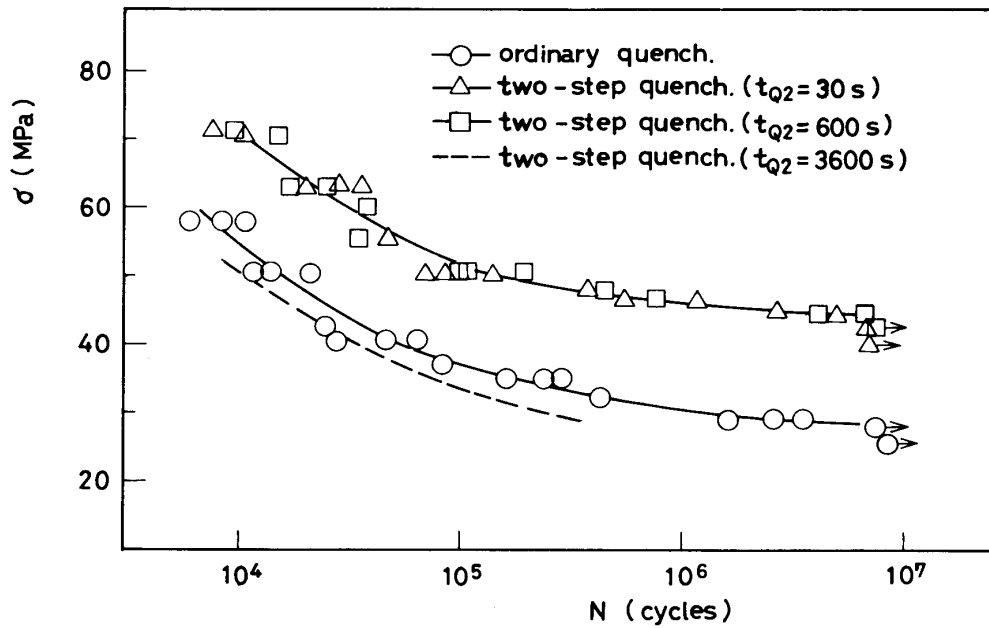


Fig. 4 Stress amplitude ( $\sigma$ ) versus number of cycles to failure ( $N$ ) plot of the age-hardened specimens of Al-11 mass%Zn alloy

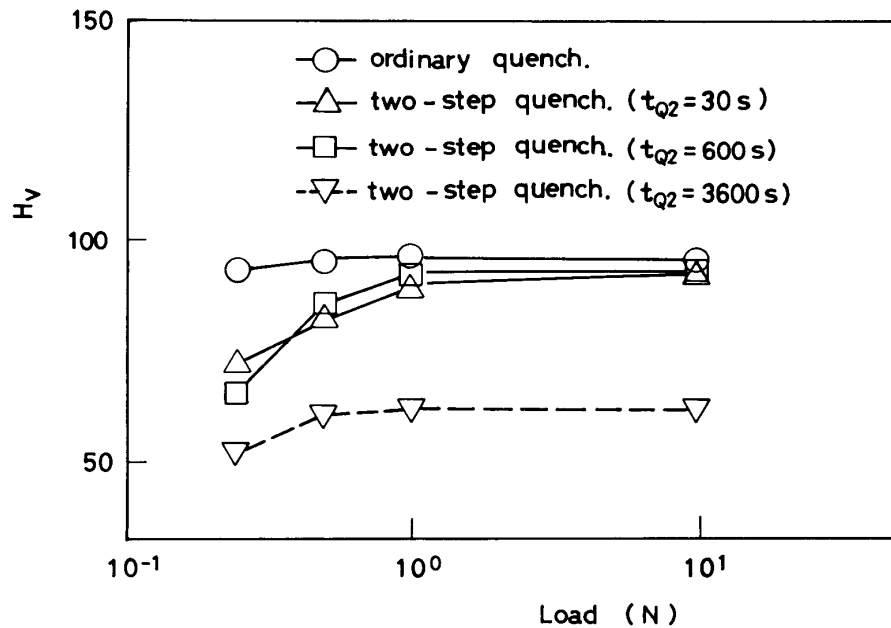


Fig. 5 Variation in Vickers hardness,  $H_V$  in the central region of the grains with penetration load

入れと2段焼入れではほとんど変化がないことが認められる。他方、表面付近の硬さについては、通常焼入れに比べて2段焼入れの方が軟らかく、軟らかい表面層が顕著であると考えられる。しかし、この結果だけからでは、軟らかい表面層の厚さがいくらになるのかわからない。そこで、これらの各場合について、試料表面および一定厚さ毎に電解研磨した試料内部の硬度を測定した結果が Fig. 6 である。なお、用いた荷重は0.25Nで、圧痕の

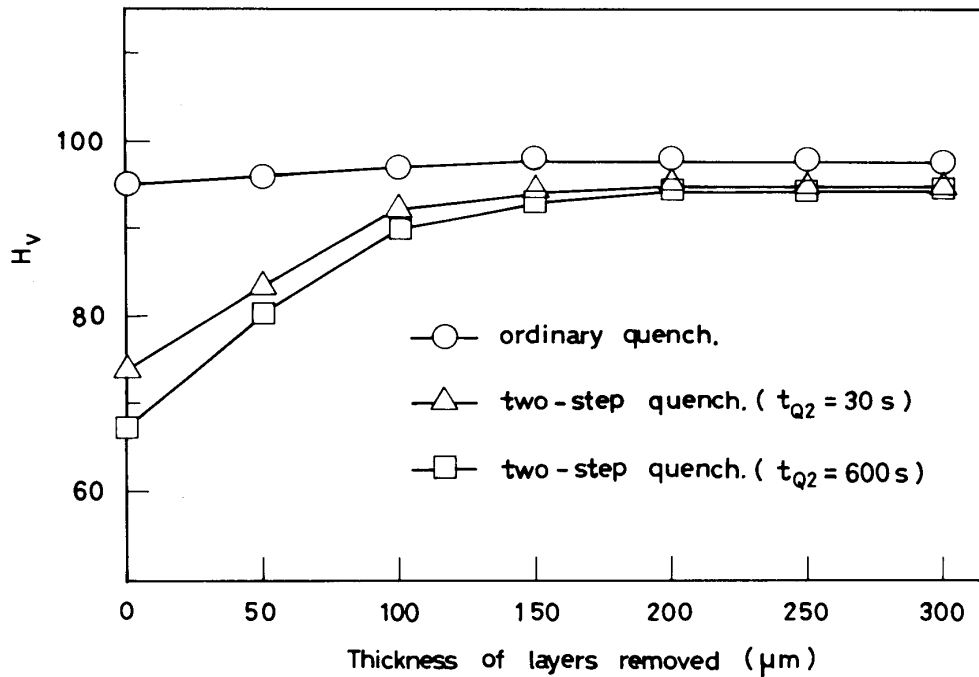


Fig. 6 Variation in Vickers hardness,  $H_V$  in the central region of the grains with the removal of surface layers

中心の位置が粒界から $300\mu\text{m}$ 以上離れた結晶中央部について測定した。2 段焼入れした場合には、通常焼入れに比べて試料表面付近の硬度がかなり小さいことは、この図からも明らかである。また、通常焼入れでは $\sim 100\mu\text{m}$ 以上研磨すれば硬度が一定となるのに対して、2 段焼入れでは、この倍の $\sim 200\mu\text{m}$ 以上研磨しなければならない。この結果から、軟らかい層の厚さは、2 段焼入れおよび通常焼入れについてそれぞれ $150\sim 200\mu\text{m}$ および $50\sim 100\mu\text{m}$ と推定される。この様に 2 段焼入れの場合に軟らかい表面層がより厚くなる事実は、以下のように解釈できる。2 段焼入れ処理の場合、焼入れ時に中間温度に少し保持することから、通常焼入れに比べて時効開始時の空孔濃度がかなり低いはずである。したがって、特に表面付近では、時効のかなり早い時期に空孔が臨界的な濃度—即ち、この合金が充分時効硬化するのに最低限必要な濃度—にまで減少するものと考えられる。更にこの効果は、通常焼入れの場合よりもより試料の内部にまで及んでいるものと推定される。

ところで 2 段焼入れ処理した A1-10mass%Zn 合金についての太田等の研究<sup>10)</sup>によれば、中間温度 (403K) での保持時間の短い場合 ( $t_{Q2}=30\text{s}$ ) と比較的長い場合 ( $t_{Q2}=300\text{s}$ ) とでは、時効組織がかなり異なる。すなわち、 $t_{Q2}=30\text{s}$  の場合、時効組織は直径数 $10\text{nm}$ の回転楕円体状の GP ゾーンが形成されているのに対して、 $t_{Q2}=300\text{s}$  では直径 $10\text{nm}$ 以下の比較的小さい GP ゾーンが多数形成されている。 $t_{Q2}=300\text{s}$  の場合は、むしろ通常焼入れの場合の時効組織に類似している。これらの結果を考慮するなら、2 段焼入れした場合に繰返し引張り疲労強度が増大するのは、GP ゾーン組織の差異によるよりも、むしろ 2 段焼入れでは軟らかい表面層がより顕著であることによると考える方が合理的で

ある。

また、Fig. 5 中に破線で示すように、2 段焼入れの際油中に長時間 ( $t_{Q_2} = 3.6\text{ks}$ ) 保持した場合、通常焼入れした時に比べ軟らかい表面層は少し顕著ではあるが、試料全体の硬さが通常焼入れした場合よりかなり低下しているのが認められる。この場合は、 $t_{Q_2}$  がかなり長いために、試料を油中に保持している間にこの温度での平衡濃度近くまで空孔は減少すると考えられる。従って、時効開始時の空孔濃度が  $t_{Q_2}$  の短い場合よりもさらに低くなり、試料内部でも時効硬化が充分進行できず、結果的に他の熱処理条件の場合よりも試料全体の強度が相当低下したために疲労強度が小さくなったものと思われる。

#### 4. 結 言

通常焼入れまたは2段焼入れ後、時効硬化させた Al-11mass%Zn 合金について、繰り返し引張り疲労試験および硬度測定を行い、以下の知見を得た。

- (1) 通常焼入れの場合よりも2段焼入れ処理した時の方が疲労強度が大きい。
- (2) 2段焼入れ処理の油中保持時間が30~600sの間では、疲労強度はほぼ一致した。

ただし、油中に長時間 (3.6ks) 保持した場合には、疲労強度は低下した。

- (3) 通常焼入れに比べて2段焼入れした場合の方が軟らかい表面層が顕著であり、これが疲労強度の増大の主たる原因と考えられる。

#### 謝 辞

本研究の測定の一部に御協力いただいた上野成央氏 (SMC株)、茅原和朗氏 (株) 椿本精工)、中村昌晴氏 (コマネー株) に深く感謝致します。また、硬度測定用試料の方位決定の際に、株式会社 三城より X線装置使用について種々便宜いただきました。ここに、厚く御礼申し上げます。

#### 参考文献

- 1) 幸田成康：合金の析出，丸善，(1972)。
- 2) 太田陸奥雄，山田廣志，金谷輝人，榊原 精，山田益男：軽金属，33 (1983) 212。
- 3) M.Ohta, T. Kanadani, A. Sakakibara, H. Yamada and M. Yamada : Phys. Stat. Sol.(a), 77 (1983) K49。
- 4) M. Ohta, T. Kanadani, A. Sakakibara, H. Yamada and M. Yamada : Phys. Stat. Sol. (a), 78 (1983) K23。
- 5) T. Kanadani, : Phys. Stat. Sol. (a), 115 (1989) K147。
- 6) 金谷輝人：日本金属学会講演概要 (1990年4月) 252。
- 7) T. Kanadani and A. Sakakibara : Phys. Stat. Sol. (a), 117 (1990) K97。
- 8) 金谷輝人，榊原 精：日本金属学会講演概要 (1990年9月) 642。

- 9) 太田陸奥雄, 山田益男, 金谷輝人, 飛田守孝, 榊原 精 : 日本金属学会誌, 42 (1978) 946.
- 10) M. Ohta, M. Yamada T. Kanadani and A. Sakakibara : Mem. Sch. Eng. Okayama. Univ., 13 (1979) 119.
- 11) M.Ohta, M. Yamada, T. Kanadani and A. Sakakibara : Phys. Stat. Sol. (a), 52 (1979) K21.
- 12) J. Merlin, V. M. Manzioni, F. Fouquet and G. Vigier : Memoires Scient. Rev. Metal, 5 (1978) 327.
- 13) G. Vigier and J. Merlin : Phys. Stat. Sol. (a), 58 (1980) K199.

# The Fatigue Strength of Two-Step Quenched Al-Zn Alloy

Teruto KANADANI and Takahisa MATSUSHIMA\*

Department of Mechanical Engineering,  
Okayama University of Science,  
1-1 Ridaicho, okayama 700 Japan

\*Graduate School of Engineering,  
Okayama University of Science

(Received September 30, 1990)

In this paper, the fatigue strength to repetitive tensile loading in an Al-11 mass%Zn alloy aged at 273K after ordinary quenching or two-step quenching, was studied.

The results obtained are summarized as follows.

- 1) The fatigue strength is much larger in two-step quenching than that in ordinary quenching.
- 2) The fatigue strength in two-step quenching is almost independent of the holding time between 30 and 600 s at intermediate quenching temperature. But in the case of long holding time, 3.6ks, the fatigue strength is lowered.
- 3) It is considered that the increase of fatigue strength in two-step quenching is mainly due to the increase of thickness of the soft surface layer.