

# 時効硬化 Al-12mass%Zn 合金の疲労強度に及ぼす 復元処理の影響

金谷 輝人・松島 貴久\*・細川 智生

岡山理科大学工学部機械工学科

\*大和紡績(株)

(1992年9月30日受理)

## 1. 緒 言

673K 程度の高温から焼入れ後、室温付近の温度で時効硬化させた Al-Zn 合金中では、試料表面、結晶粒界等が焼入れによる凍結過剰空孔の消滅場所(sink)として有効に作用し、これらの近傍では時効硬化が遅滞もしくは事実上途中で停止状態となるために、他の領域に比べて少し軟らかいままである。この効果は表面付近で特に顕著であり、10%程度の Zn を含む合金の場合、試料内部と比べて少し軟らかい表面層の厚さ(以下、 $t_n$ と略記)は $\sim 100 \mu\text{m}$ にも達することが見出されている<sup>1)~3)</sup>。著者らは、種々の濃度の Al-Zn 合金について種々の熱処理条件下で実験を行い、この軟らかい表面層の存在が、少なくとも繰返し引張り負荷下では疲労強度を増大させる事実を見いだした<sup>4)~9)</sup>。

ところで Al-Zn, Al-Cu 合金等の室温付近の温度での時効硬化は、焼入れされた過飽和固溶体中に溶質原子に富む微小な GP ゾーンが多数形成されることに起因する。GP ゾーンは高温に加熱されると、再溶解し、ある程度以上の温度では完全に溶解する<sup>10),11)</sup>。このいわゆる復元処理の際に、試料表面付近ではより内部に比べて少し早く硬度の減少が起こる<sup>12)~14)</sup>。即ち、この場合にも軟らかい表面層が生成される。本研究では、時効硬化させた Al-12mass%Zn 合金を 353K 程度の温度で復元処理した時の軟らかい表面層の状態に注目し、その疲労強度への影響について検討した。

## 2. 実験方法

### 2.1 試 料

合金は 99.99%Al, 99.999%Zn の両純金属を高アルミナ・ルツボ中にて、空気中で溶解・鋳造して作った配合成分 Al-12mass%Zn のものである(以下、12%合金と略記)。得られたインゴット(ingot)は 723K で  $1.8 \times 10^2 \text{ks}$  均一化焼鈍し、皮むき後、723K で加熱、鍛造を繰返して、厚さ 5 mm の板とした。その後は適当に 723K の中間焼鈍を行いつつ冷間圧延により、1.1mm と 0.7mm 厚のストリップ(strip)にした。これらの厚さのストリップからそれぞれ硬度測定用及び疲労試験用の各試験片を作製した。硬度測定用試料は、ス

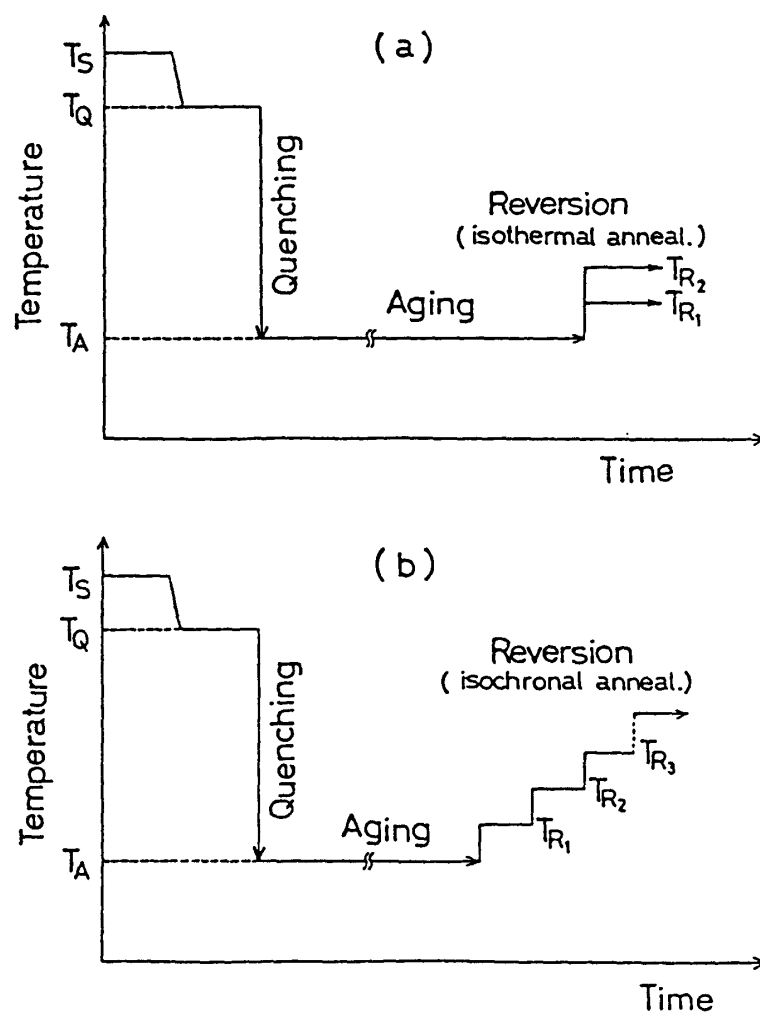


Fig. 1 Scheme of the sequence of heat treatment. (a) isothermal reversion, (b) isochronal reversion

トリップを723Kで3.6ks焼鈍した後、2～3%の引張り変形を与え、再び773Kで焼鈍して、大略の直径が3～4mmになるまで結晶粒を粗大化させたものを用いた。両試験片の形状とサイズは、既報<sup>1)~4)</sup>の通りである。

## 2.2 熱処理

溶体化処理は773Kで電気炉中のアルミニウム・ブロックの割れ目に試料を挿入し、3.6ks保持した後、各焼入れ温度（以下、 $T_Q$ と略記）まで炉中冷却し、 $T_Q$ で3.6ks保持した。その後、氷水中へ試料を手で素早く移す操作により焼入れを行った(Fig. 1)。時効は、273Kまたは293Kに保持したエタノール浴中で行った。また、復元処理は充分時効後より、353Kまたは403Kのシリコン油浴中に適当な時間保持する等温焼鈍(Fig. 1a)または復元温度（以下、 $T_R$ と略記）を種々変化させる等時焼鈍(Fig. 1b)であった。

## 2.3 硬度測定

明石製マイクロビッカースおよびビッカース硬度計により0.25～98Nの範囲で荷重を変

えて室温で硬度を測定した。更に、明石製超微小硬度測定装置により0.10以下の荷重でも測定を行った。測定場所は結晶粒界から $300\mu\text{m}$ 以上離れた結晶中央部であった。

#### 2.4 疲労試験

時効および復元処理後の試料を島津製疲労試験機(UF-15)の繰返し引張り試験装置に取付け、種々の負荷下で破断までの繰返し数を求めた。

### 3. 実験結果および考察

Fig. 2は、時効硬化曲線の1例であり、12%合金を $T_Q=623\text{K}$ から焼入れし、 $T_A=293\text{K}$ で時効した時の各時効時間 $t_A$ における硬度変化を求めたものである。図中で4.8ks以上の $t_A$ については各6回以上の測定の平均値と標準偏差を示してあり、0.6~2.4ksの $t_A$ に

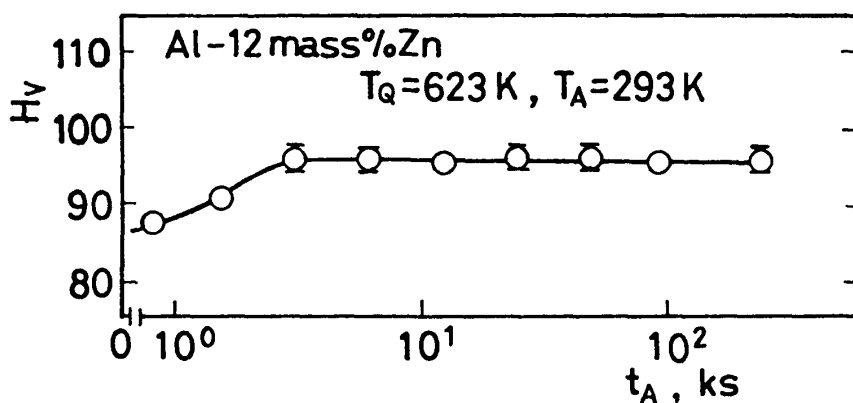


Fig. 2 Isothermal age hardening curve.

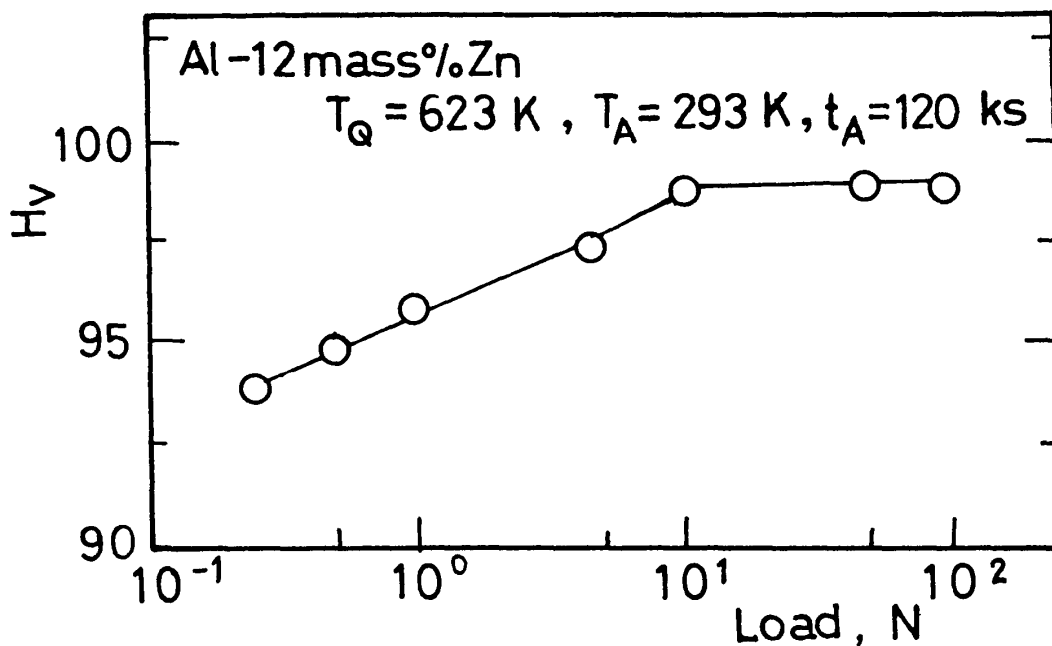


Fig. 3 Dependence of  $H_V$  on the load (aging).

については2～4回の測定の平均値のみを示した。なお、用いた荷重は0.49Nのものであった。時効の進行とともに硬度は上昇し、 $t_A$ が～4.8ks以上になると一定値となる。Fig. 3は、Fig. 2と同じ焼入れ・時効条件下で充分長く時効した12%合金の硬度を0.25～98Nの範囲で荷重を変えて測定した結果である。9.8N以上の荷重では、荷重によらず硬度は一致するが( $H_v=98$ )、それ以下では荷重の低下とともに減少する。これは、試料表面付近の硬度がより内部に比べて少し小さく、ある程度以上内部では一定の硬度であることを示して

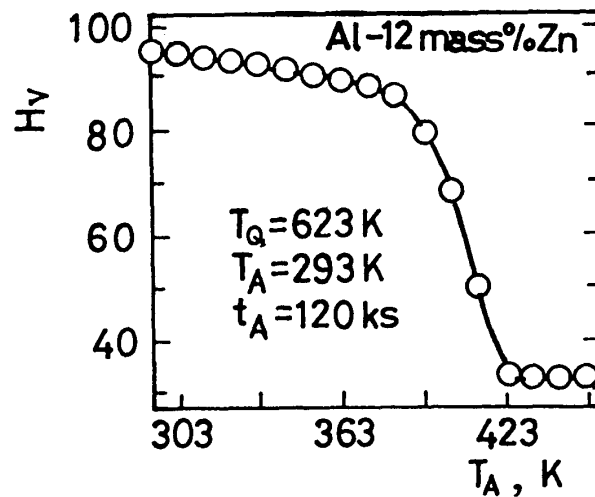


Fig. 4 Isochronal annealing curve (reversion).

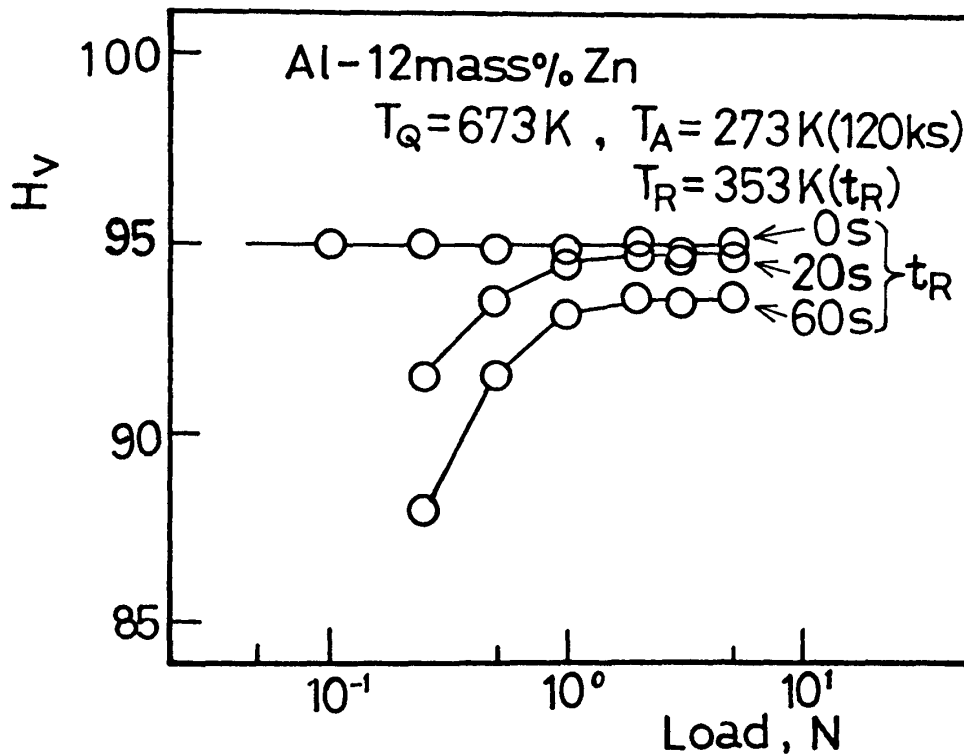


Fig. 5 Dependence of  $H_v$  on the load (reversion)

いる。電解研磨により表面層を除去する方法<sup>1)~3)</sup>で求めたこの時の軟らかい表面層の厚さは、 $\sim 100\mu\text{m}$  程度であった。

次に、このように充分時効硬化した状態から復元処理を行った。Fig. 4は、Fig. 3と同じ焼入れ・時効処理した12%合金についての等時焼鈍による復元の場合であり、 $T_R$ を種々変えた時の復元過程を示している。即ち、時効温度より温度間隔10Kで0.6ks間焼鈍し、硬度を測定し、その試料を引続き次の高い温度で同じ時間焼鈍し、硬度を測定する操作を繰返し行って、復元の様子を調べた結果である。この場合の焼鈍にはエタノール浴またはシリコン油浴を使用し、温度の精度は $\pm 0.5\text{K}$ であった。なお、用いた荷重は0.49Nであった。等時焼鈍曲線において硬度は初めゆるやかに低下した後、 $\sim 393\text{K}$ 以上の $T_R$ になると急速に減少し、更に高い423K以上で一定になる。この時、GPゾーンは完全に溶解すると考えられる<sup>15)</sup>。また、硬度が単調に減少していることから、この時効条件下ではGPゾーンのみが形成されていると判断できる。Fig. 5は、復元処理時の試料表面付近及びより内部での硬度変化について検討した結果を示す。これは、673Kより焼入れ、273Kで120ks時効後、 $\sim 100\mu\text{m}$ 電解研磨することにより、時効の際に生成された軟らかい表面層を完全に除去した12%合金について、 $T_R=353\text{K}$ にて等温焼鈍による復元処理を行ったものである。復元処理の各段階での個々の硬度-荷重曲線では、いずれも荷重が小さい場合には硬度が小さく、荷重が1.96Nに達するまで増加するにつれて硬度は大きくなる。そして、荷重がそれ以上になると、硬度は一定となり、荷重に依存しなくなる。また、復元時間(以下、 $t_R$ と略記)が長くなるにつれ、曲線全体が下がる。Fig. 5の結果から、時効により生じた軟らかい表面層を除去した硬度均一な試料は、353Kで復元するとき、復元は先ず試料の表面から始まり、時間の経過と共に表面も内部もともに軟化が進行すると思われる。これは、復元の際、試料表面が空孔発生源として作用し、その近傍の領域での空孔濃度が

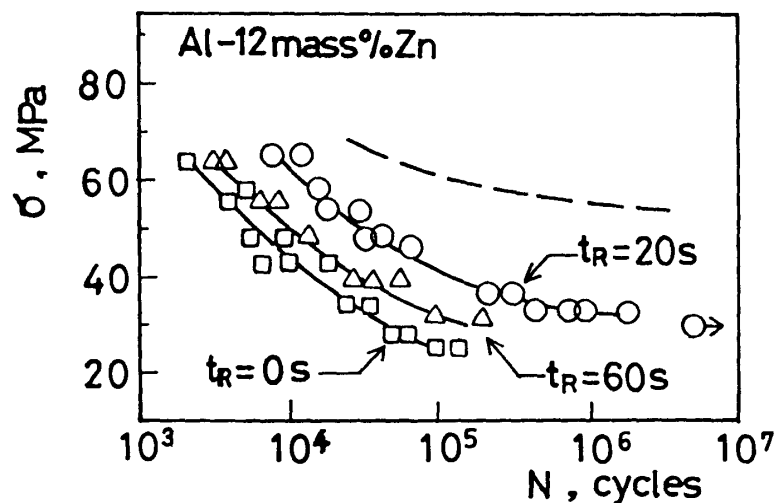


Fig. 6 The relation between reversion treatment after electropolishing and fatigue strength.

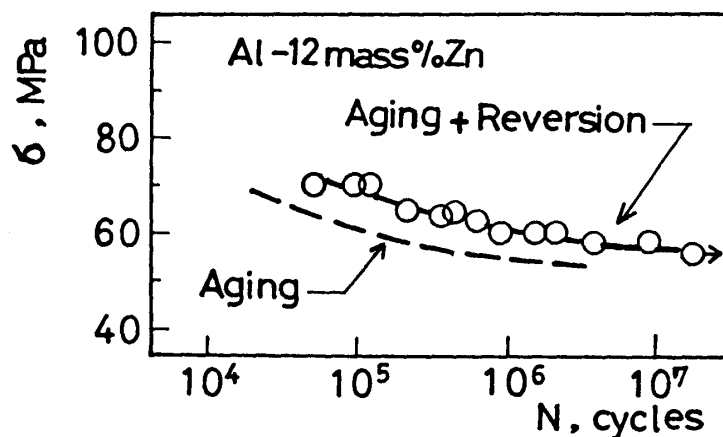


Fig. 7 The relation between reversion treatment and fatigue strength.

試料内部より高くなるために、表面付近では溶質 Zn 原子の拡散が容易となり、その結果、復元がより進行したと解釈できる<sup>13)</sup>。

Fig. 6 は、Fig. 5 と同じ復元処理を施した12%合金について疲労試験を行い、得られた破断までの繰返し数  $N$  に対して応力振幅  $\sigma$  をプロットしたものである。なお、図中の破線は比較のために示した、時効しただけの、即ち時効により生成された軟らかい表面層を含む試料についての  $\sigma-N$  曲線である。時効後 $\sim 50\mu\text{m}$  研磨し、軟らかい表面層を除去した場合 (□印) に比べて、復元処理を施した方が疲労強度が増大する。これは、353K での復元処理により軟らかい表面層が再度生成されたことによると考えられる。又、復元処理した場合よりも時効しただけの方が疲労強度が大きいのは、時効しただけの場合には軟らかい表面層の厚さ  $t_h$  が $\sim 50\mu\text{m}$  程度であるのに対して、 $t_R=20\text{s}$  の時の  $t_h$  は、 $\sim 30\mu\text{m}$  以下と小さいことによるのであろう。 $t_R=60\text{s}$  の方が20s の場合よりも疲労強度が低いのは、Fig. 5 より、20s 復元では表面付近は軟化しても、より内部はほとんど軟化していないのに対して、60s 復元では内部も軟化していることによると思われる。更に、Fig. 7 は12%合金を Fig. 6 と同じ焼入れ・時効処理した後、軟らかい表面層を除去することなく直接  $T_R=353\text{K}$  で20s 復元処理した時の結果である。復元処理した方が時効しただけの場合 (破線) よりも疲労強度が増大している。これは、時効の際に生成された軟らかい表面層が、復元処理によって更に増大し、その結果、疲労強度も大きくなったと解釈出来る。

#### 4. 結 言

室温付近の温度で時効硬化させた Al-12mass%Zn 合金中の軟らかい表面層を研磨により除去後、353K で復元処理すると、試料表面が空孔生成源として有効に作用する結果、再度軟らかい表面層が生成される。この場合にも、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。

## 謝 辞

終わりに、X線装置の使用について種々便宜いただいた、三城(株)に深く感謝致します。

## 参考文献

- 1) 太田陸奥雄, 山田廣志, 金谷輝人, 榑原 精, 山田益男: 軽金属, **33** (1983) 212.
- 2) M. Ohta, T. Kanadani, A. Sakakibara, H. Yamada and M. Yamada: Phys. Stat. Sol. (a), **77** (1983) K49.
- 3) M. Ohta, T. Kanadani, A. Sakakibara, H. Yamada and M. Yamada: Rhys. Stat. Sol. (a) **78** (1983) K23.
- 4) T. Kanadani: Phys. Stat. Sol. (a), **115** (1989) K147.
- 5) 金谷輝人: 日本金属学会講演概要(1990年4月) 252.
- 6) 松島貴久, 金谷輝人, 細川智生, 金枝敏明: 日本機械学会中四国九州支部合同講演会論文集(1990年11月), 7.
- 7) T. Kanadani, T. Matsushima, N. Hosokawa, T. Kaneeda and A. Sakakibara: Rhys. Stat. Sol. (a), **124** (1991) K97.
- 8) 金谷輝人, 松島貴久: 岡山理科大学紀要(A), **26** (1991) 163.
- 9) A. Sakakibara, T. Kanadani, T. Kaneeda and N. Hosokawa: Mem. Sch. Eng. Okayama Univ., **25** (1991) 17.
- 10) 幸田成康: 合金の折出, 丸善(1972年).
- 11) K. Osamura, H. Okuda, H. Hashizume and Y. Amemiya: Acta Met., **33** (1985) 2199.
- 12) A. Sakakibara, T. Kanadani, M. Yamada and M. Ohta: Phys. Stat. Sol. (a), **117** (1990) K19.
- 13) 榑原 精, 金谷輝人, 山田益男, 太田陸奥雄: 軽金属, **38** (1988) 767.
- 14) 太田陸奥雄, 榑原 精, 金谷輝人, 山田益男: 日本金属学会誌, **51** (1987) 810.
- 15) 太田陸奥雄, 金谷輝人, 榑原 精, 山田益男: 日本金属学会誌, **42** (1978) 954.

## Effect of Reversion Treatment on Fatigue Strength of Age Hardened Al-12mass%Zn Alloy

Teruto KANADANI, Takahisa MATSUSHIMA\* and Norio HOSOKAWA

*Department of Mechanical Engineering,*

*Okayama University of Science,*

*1-1 Ridaicho, Okayama 700 Japan*

*\*Daiwaboseki Co. Ltd.*

(Received September 30, 1992)

Effect of reversion treatment on the fatigue strength of age hardened Al-12mass% Zn alloy was studied by measurements of Vickers micro-hardness and number of cycles to failure under repeated tensile loading.

The results obtained are summarized as follows.

- 1) Rate of reversion was faster in the surface layer than in the interior when the age hardened specimen annealed at 353K. That is, soft surface layer was formed, again.
- 2) In this case, the presence of soft surface layer strengthens fatigue resistance of the age hardened Al-12mass%Zn alloy.