

65/35 黄銅板の結晶粒成長におよぼす β 相および板厚の影響

室 町 繁 雄
品 川 不 二 雄
坂 井 欽 弥

Effects of Beta Phase and Thickness of Sheet on the Grain Growth of 65/35 Brass Sheets.

Shigeo MUROMACHI
Fujio SHINAGAWA
Kinya SAKAI

Studying on the effect of beta phase on the growth of recrystallized grain in 65/35 brass sheets, following results were obtained.

When the 65/35 brass sheet with the residual beta was annealed, the grain growth rate of alpha phase was larger in comparison with the sample of the only alpha phase. But it seemed that the grain growth of alpha phase was suppressed to laminated beta. The residual beta particle was dissolved in alpha phase by annealing for a long time. As a result the mixed grains were formed around the beta phase. The fine grains within mixed grains were absorbed into the coarse grains. And it is observable that the recrystallized grain size was larger on the sample with the beta after the beta phase had dissolved into the alpha phase. Moreover the grain growth was made more easily on the thin sheet.

1. 緒 言

結晶粒成長過程の現象はすでに多くの研究者^{1~6)}により明らかにされている。しかし、その結果は必ずしも一致せず、説明不十分な面も多いことが認められている。

彼等の多くは結晶粒成長に対する初期の成長力は結晶粒界の界面エネルギーの差に左右されるものと指摘している。また、P. Nissenや W.C.Wengard⁷⁾は Z_n における結晶粒成長は溶質元素の分配率が移動速度に影響するものと報告している。Cohn⁸⁾も結晶粒成長速度は溶質濃度に逆比例することを認めている。

65/35 黄銅材の鑄造組織は包晶反応 ($\alpha + L \rightarrow \beta$) によって生じた β 相が約 800°C 以下では α 相に変態するはずであるが偏析により常温でもデンドライトの間隙をうめた形で残存している。著者等は先にこの β 相が圧延により圧延方向に長く伸び α 相の再結晶粒成長を阻害するのを認めた。⁹⁾ また、一方、糖型材のように β 相が大きく点在している場合は β 相近辺から再結

晶が始まり成長して来るのを認めている。¹⁰⁾

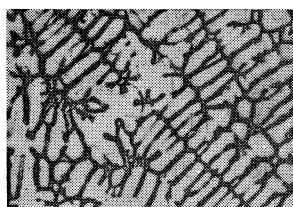
この β 相が加工、焼なまし処理により拡散する過程で溶質濃度の変化を生じ再結晶粒は混晶が生じ、さらに β 相の拡散後の再結晶粒粗大化過程でもその成長に大きな影響をおよぼすと考えられる。

本報では残留 β および板厚が 65/35 黄銅板の結晶成長におよぼす影響について検討した結果を報告する。

2. 試料の調整および実験方法

試料は Cu67.55%, Sn0.01%, Pb0.01%, Fe0.01% P Trace, Zn Rest の連続鑄造材を使用した。試料(A)はそのまま使用し、(B)は 550°C で 6 時間^(註)の焼なましを行い偏析している β 相を消失し α 単相とした。写真 1 には試料の残留 β の有無を比較した。同時に板厚の影響を検討するために(A)は切削加工、(B)は熱間圧延加工を施して表 1 に示す元の板厚を得た。その後約 500°C で 40 分間の焼なましを行い加工歪を除去した後各試

(註) 室町¹⁰⁾等の結果より参照



A 試 料



B 試 料

写真1 供試料のβ相の有無(×100)

A……β相有り

B……β相無し

表1 各試料の加工条件

試料番号	元の板厚 mm	最終板厚 mm	加工度 %
A	4	6.82	4.16
	3	5.24	3.08
	2	3.54	2.06
	1.5	2.62	1.55
	1	1.80	1.01
	0.5	0.85	0.55
B	4	6.67	4.06
	3	4.83	2.89
	2	3.38	2.05
	1.5	2.52	1.61
	1	1.72	1.01
	0.5	0.88	0.57

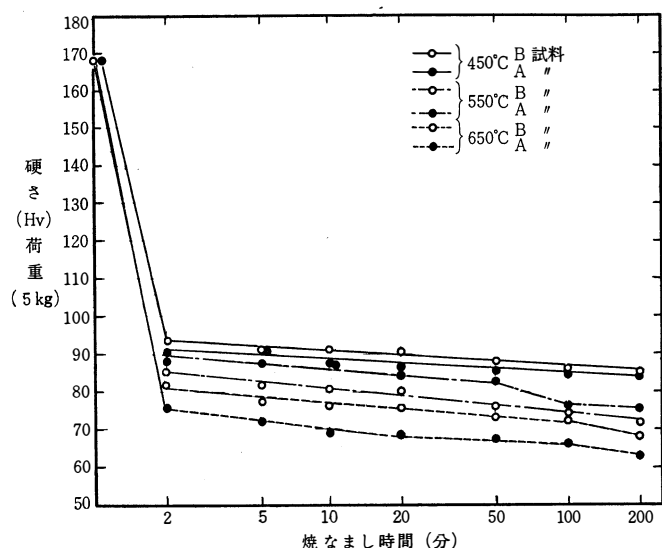


図-1 焼なましによる硬さの変化

料を40%加工を施した。実験の方法としては各試料から $10 \times 10 \text{ mm}^2$ の試片を切り出し 450°C , 550°C , 650°C の焼なまし温度で2, 5, 10, 20, 50, 100, 200分の焼なましを施し水焼入れ後、硬さ(Hv)と結晶粒度の測定を行った。焼なまし処理は硝酸カリと硝酸ソーダ(1対1)の塩浴を使用した。

3. 実験の結果および考察

3.1. 試料の硬さ変化

各温度で焼なました試料の硬さ変化を図1に示した加工のままでは(A), (B)両試料共に168(Hv)を示しており、2分の焼なまし時間で75~95(Hv)まで低下を示している。これは室町¹⁰⁾等の結果からもすでに再結晶が完了しているものと認められる。その後の焼なまし時間の経過と共に各温度でわずかに硬さの低下が認められる。しかし、 450°C ではまだ残留βの痕跡が認められる。 550°C では殆んど拡散してα単相となっている。硬さの変化は 450°C , 650°C の焼なましでは(B)材の方が硬く 550°C 材のみ逆の傾向を示している。これは 550°C では丁度β相の拡散が生じ、その影響があるものと考えられる。

3.2. 結晶粒度の測定

結晶粒の測定は主として比較法と横断法を用いて行った。(A)試料ではβ相間のα再結晶粒の大きさを比較した。その結果を表2に示す。

3.3. 結晶粒の成長速度

先に示した粒度測定の結果[D]を各焼なまし温度における時間[t]との関係を対数グラフに示すと図2の通りである。多少のバラツキは有るが直線関係が成り立つものとしてBeckの示す $D = kt^n$ 式より勾配nを求め比較を行ってみると同一温度においては(A)試料が常に大きい値を示している。これより(A)試料は(B)試料よりも再結晶粒の成長が早いものと考えられる。これはCahn⁴⁾の示す結晶粒成長速度Vは溶質濃度 C_0 に逆比例するとの結果と同様にβ相の存在する(A)試料ではα相内の溶質濃度が(B)試料に比べ低く、そのためα単相の試料よりもα相の結晶粒成長速度が速くなるものと考えられる。

3.4. 第二相の影響

以上の測定結果から第二相のβの

表2 各試料の結晶粒度

試料	時間	I (2)	II (5)	III (10)	IV (20)	V (50)	VI (100)	VII (200)	(分)	備考
4-A-	4	0.014	0.017	0.019	0.019	0.022	0.025	0.028		比較法により測定
	3	〃	〃	〃	〃	〃	〃	〃		
	2	〃	〃	〃	〃	〃	〃	〃		
	1.5	〃	〃	〃	〃	0.019	0.022	〃		
	1	〃	〃	〃	〃	〃	〃	〃		
	0.5	〃	〃	〃	〃	〃	〃	〃		
4-B-	4	0.011	0.014	0.014	0.019	0.017	0.019	0.022		比較法により測定
	3	〃	0.011	〃	0.017	〃	〃	〃		
	2	〃	〃	〃	〃	〃	〃	〃		
	1.5	〃	〃	〃	〃	〃	〃	〃		
	1	〃	〃	〃	〃	〃	〃	〃		
	0.5	〃	〃	〃	〃	〃	〃	〃		
5-A-	4	0.014	0.017	0.019	0.022	0.022	0.025	0.028		比較法により測定
	3	〃	〃	〃	〃	〃	〃	〃		
	2	〃	〃	〃	〃	〃	〃	〃		
	1.5	〃	〃	〃	〃	〃	〃	〃		
	1	〃	〃	〃	〃	〃	〃	〃		
	0.5	〃	〃	〃	〃	〃	〃	〃		
5-B-	4	0.021	0.024	0.026	0.028	0.029	0.030	0.034		横断法により測定
	3	〃	0.025	〃	0.029	0.032	0.034	0.033		
	2	〃	〃	0.028	0.030	0.030	0.031	0.035		
	1.5	〃	〃	〃	〃	0.031	0.032	0.037		
	1	〃	〃	〃	0.029	0.032	0.034	0.039		
	0.5	〃	〃	0.027	0.027	0.025	〃	〃		
6-A-	4	0.022	0.025	0.028	0.031	0.036	0.044	0.058		比較法により測定
	3	〃	〃	〃	〃	0.033	〃	〃		
	2	〃	〃	〃	〃	〃	0.039	0.050		
	1.5	〃	〃	〃	〃	〃	〃	0.058		
	1	〃	〃	〃	〃	〃	〃	〃		
	0.5	〃	〃	〃	0.033	0.036	〃	〃		
6-B-	4	0.029	0.032	0.034	0.034	0.042	0.048	0.055		横断法により測定
	3	〃	0.033	〃	0.035	0.052	0.056	0.062		
	2	0.032	0.034	0.038	0.039	0.053	0.057	0.066		
	1.5	0.031	0.035	〃	0.041	0.052	0.053	0.067		
	1	0.029	0.034	0.035	0.040	0.052	0.056	0.063		
	0.5	0.028	0.035	0.039	0.041	0.054	0.065	0.063		

〔注〕 4 : 焼なまし温度 450°C A : β 相の存在する試料
 5 : 〃 550°C B : β 相の存在しない試料
 6 : 〃 650°C 数字は板厚を示す。

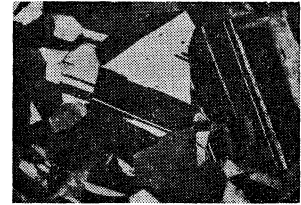
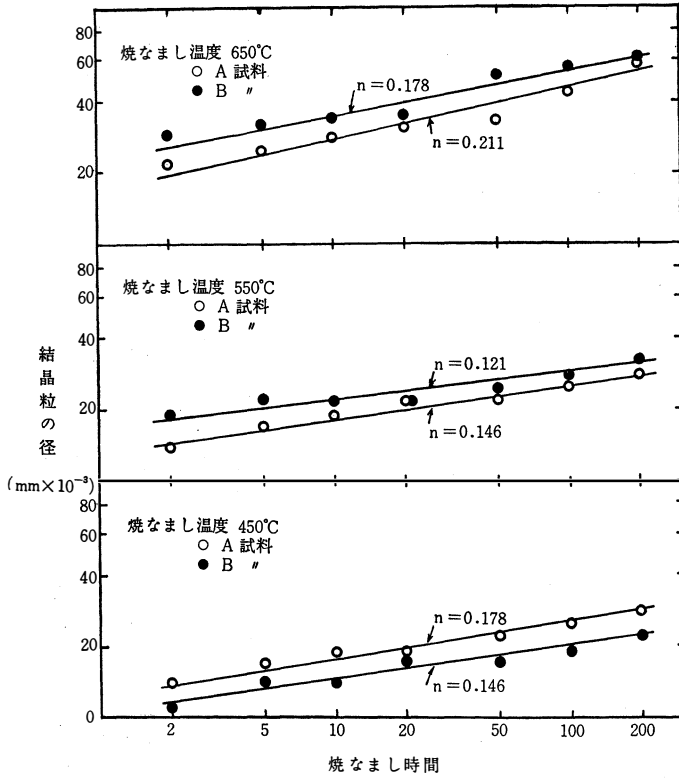
存在とその変化によって結晶成長の粗大化に大きな影響をおよぼすことが認められた。図2に認められるように450°Cでは(A)試料の結晶粒度は大きくなっているのが認められる。しかし、550°C、650°Cと焼なまし温度が高くなると逆に(A)試料が低くなってきている。これは450°Cでの再結晶粒は β 相の間隔に比べて十分小さく、再結晶粒の成長にもまだ β 相の影響がおよばないものと考えられる。さらに焼なまし温度が高く550°C、650°Cで再結晶を行うと β 相の間隔に比べて結晶粒度は大きく成長するため β 相の影響を受け再結晶粒度は(B)試料よりも細かくなって来ている。これはP.Nissen等³⁾の示すように溶質元素の分配率 $K_0 < 1$ 、 $K_0 > 1$ のいずれの場合も機構は異なるが移動速度を減少させるため β 相の存在により再結晶粒は細かい。しかし、結晶粒の成長速度は(A)試料の方が早い。焼なましを続ければ偏析している β 相が α 相中に拡散変態するため β 相の相互の間隔が広くなりさらに β 相の変態

によって生じた α 相の結晶粒は C_0 濃度も高く、微細な再結晶粒となりいわゆる混晶を示すものと考えられる。

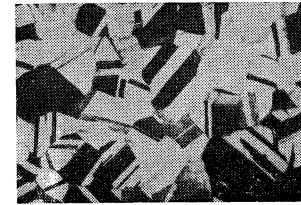
これを確かめるためにさらに650°Cで500分間の焼なましを施した結果を写真2に示す。写真からは(A)試料の方が(B)試料の結晶粒よりも大きくなっているのが認められる。このような混晶では小さい結晶粒が優先的に蚕食されるため β 相を有する試料の方が成長速度は速くなるものと考えられる。

3・5. 板厚の影響

Beck²⁾等は真鍮について連続的な結晶成長の状態では結晶粒径の最大は板の厚さに近づくことを認めている。本実験に於いても結晶成長におよぼす板厚の影響を検討した。試料の都合上 α 単相の(B)試料についてのみ測定した。焼なまし温度550°Cと650°Cにおける結晶粒度と焼なまし時間の関係を図3に示した。この結果から二つの温度における各試料の勾配 n を比べて



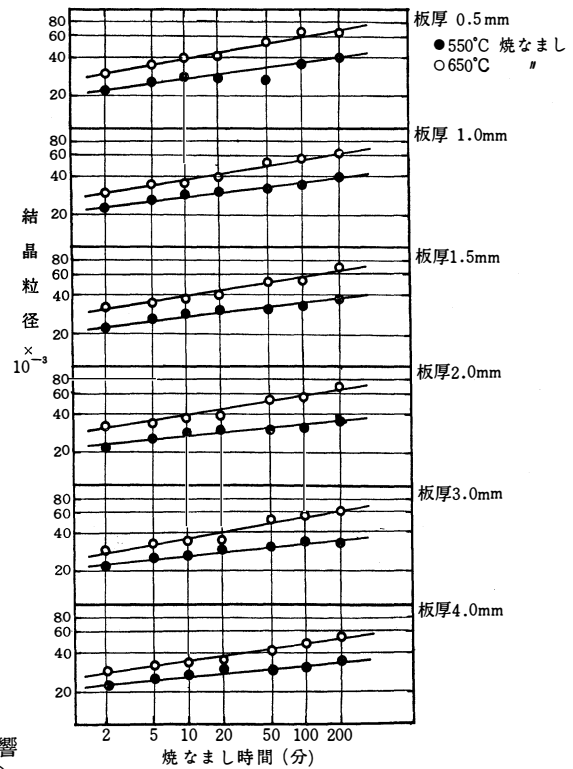
A 試料



B 試料

写真2 残留 β の拡散による混晶($\times 100$)
(650°C \times 500min)

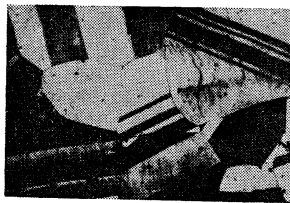
図一2 各焼なまし温度における結晶粒成長速度



図一3 結晶成長速度におよぼす板厚の影響
(β 相の存在しないB試料について)



板厚 4.0mm



板厚 3.0mm



板厚 2.0mm



板厚 1.5mm



板厚 1.0mm



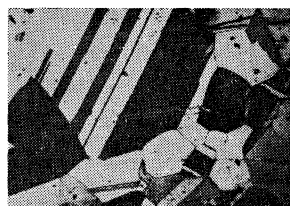
板厚 0.5mm

写真3 α 相のみの試料の再結晶組織 ($\times 100$) ($750^{\circ}\text{C} \times 500\text{min}$)

板厚 4.0mm



板厚 3.0mm



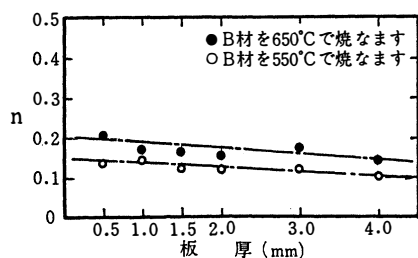
板厚 2.0mm



板厚 1.5mm



板厚 0.5mm

写真3 残留 β の有した試料の再結晶組織 ($\times 100$) ($750^{\circ}\text{C} \times 500\text{min}$)図-4 各板厚による n (成長速度) の比較 (B 試料について)

みると図4に示す通りである。すなわち結晶粒の成長速度は薄い板の方が速い結果が得られた。この結果は

Beck などの結果と相反しているがこれは写真3から認められるように板の端に有る結晶粒は板厚の方向の成長が停止し、常に中央の結晶粒に吸合され消失する傾向を示している。しかし結晶粒が薄板の厚さと同じくらい大きさに成長し、どの結晶粒も板の端面するようになると粒界は板面に垂直となりもはや優先的に消失する結晶粒はなくなる。そのために結晶の成長は停止し平衡結晶粒度に近づくものと考えられる。

4. 総括

以上の結果を要約して見れば次に示す通りである。

1. 65/35 黄銅材で残留 β が存在すると再結晶粒は一時 β 相間で成長阻害されるが、その β 相間隔内の α 相の成長速度はむしろ速い結果が認められた。

2. 上記の事実より残留 β の完全な拡散後はその部分の結晶粒は先の α 相部分より細かく混粒になる。しかし α 相の成長が早く粗粒になるため、その細かい粒は粗粒に吸合される度合いが早いものと考え β 相の有る部分がむしろ再結晶粒の成長が早いのが認められた。

3. 板厚の影響は再結晶粒が板厚より小さい間は板端の結晶粒が優先的に消失する。そのため薄板の結晶粒の成長はむしろ速い。再結晶粒が板厚に近くなると平衡結晶粒度となるため明らかに薄板の成長速度は遅くなる。

参 考 文 献

- 1) P. A. Beck, J. C. Kremer and L. J. Demer : Phys. Rev., (1947) 71. 555
- 2) P. A. Beck, J. C. Kremer, L. J. Demer and M. L. Holzwoth AIME Met. Tech TP 2280, Sept 1947
- 3) P. A. Beck, John Towers Jr., and William D. Manley: AIME Met, Tech TP 2326, Feb. 1948.
- 4) Horold L. Walker : Univ. of Ill. Eng. Expt. Sta. Bull., 359 (1945)
- 5) J. E. Burke : Jnl. Appl. Phys., 18 (1947) 1028
- 6) D. Horker and E. R. Parper : Trons. A. S. M., 34 (1945) 156.
- 7) P. Nissen, W. C. Wingard : J. Inst. Metal 94 (1956)
- 8) J. W. Cahn : Acta Met., 10 (1962) 789.
- 9) 室町, 品川, 日南日 : 富山大学紀要., 18 (1967) 63.
- 10) 室町, 堀 : 日本金属学会誌., 24.8 (1960)

(昭和 42. 11. 30 受付)