工業用純Al (2S) 板の諸性質に及ぼす高温加工条件の影響*

ON THE EFFECT OF THE HOT ROLLING PROCESS UPON THE RECRYSTALLIZATION PHENOMENON OF 2S SHEET.

池 野 尚 志**
TAKASHI IKENO
横 本 定 三
TEIZO YOKOMOTO
野 原 修
OSAMU NOHARA

The higher the heating temperature of slab ingots, the higher the recrystallization temperature becomes moreover the finer perceptively the grain size becomes. On the other hand, grains recrystallized become more isotropic according to the hot rolling temperature. It is thought that the distributing conditions of two phase compounds may confer the principal influence to recrystallization process, i.e. crystal nucleus or growth phenomenon.

1. 緒 言

従来、高温加工条件が焼鈍板の諸性質に及ぼす影響について研究されて来た材料は 99.5% 程度のものが多く、又最近 99.9% の高純度のものについても報告(1)されている。吾々が取り扱う 2 板においては高温加工後中間焼鈍を行うことなくそのまま冷間で圧延加工して仕上げるのが常識となっており、鋳塊を出発点とした場合の検討は案外等閑に附されている様である。一般に焼鈍材料を出発点とするものにおいては高温加工温度が高い程仕上り板の再結晶温度が高くなり、又再結晶粒度も大きくなるとされている(2)-(3)

又、鋳塊を出発点とするものでは高純度(3)のものでは余り影響がなく、工業用純度の場合には加工温度が高い程再結晶粒度が細くなるといわれている(4)-(6)。これ等の結果と対称しつつ 99.1% 純度の鋳塊を出発点とするものについて高温加工条件の影響を系統的に調べてみた。

2. 試料の調製

Fe0.59%、Si0.23%及び Cu0.12%組成の99.06%Alを試料とし 58×300×300mm 大いさの 14kg 圧延用鋳塊を傾倒式鋳造法によつて調製した。但し、この場合の

鋳造条件は熔解最高加熱温度 720°, Cl₂ 処理15分、鎮静時間 1～2 時間、鋳込温度 700°, 金型温度 300°及び鋳込時間65秒更に押湯として同一成分の湯を別炉に熔解し、730°のものを使用した。これ等の鋳塊はそれぞれ両面約 2～3mm 面削し、小型マツフル炉内で所定温度に所定時間加熱した後、稼働中の高温加工圧延機に通して、中間加熱せずに 4mm 厚さに圧延した。

これ等を切断して鋳塊の上下及び両側の端部を切捨て、略々中央に当るものを冷間で熱間と直角方向に圧延し、1 及び 0.6mm 板に仕上げた。

3. 実験結果

(1) 鋳塊について

鋳塊の組織は極めて複雑して居り、金型壁に接している部分から中心部にわたつて変化し且つ上部と下部とにおいても同一組織を示さない。従つて、鋳塊結晶粒の大小を比較することは一部分を採り上げただけでは一寸困難である。但し、面削した表面の肉眼組織には各鋳塊共大差ないことを確めた後、各条件で加熱したものについて、鋳塊上部の中心部の顕微鏡組織を比較してみると、一例を写真 1～4 に示す様に、それ等の間に相違が認められる。即ち、加熱温度が高いと結晶粒界が太く、且一端部が丸味を帯びて来て、腐蝕され易くなる様である。

- (1) 川島、中村、日本金属学会1951秋期講演
(2) 大日方、畑、日本金属学会誌、6 (1942), 258
(3) R. Karnop, G. Sachs, Z. Phy., 40 (1927), 283

- (4) R. Chadwick, Metal Ind., 76 (1950), 331
(5) 畑、日本金属学会誌、16 (1952), 355
(6) H. W. L. Phillips, J. Inst. Metals. 68 (1942), 47

*1952年秋期東京大会に発表、日本金属学会誌投稿中

**北陸軽金属工業株式会社技術課長

Hokuriku Light Metal Industrial Co., Ltd.

写真1 鑄塊組織 ×30
550° 4時間加熱写真2 鑄塊組織 ×30
450° 4時間加熱写真3 鑄塊組織 ×30
500° 8時間加熱写真4 鑄塊組織 ×30
500° 2時間加熱

これは加熱時間によつても影響され、550°～4時間と500°～8時間加熱後の組織は良く似て居り、又500°～2時間と450°～4時間の組織も略々同様の結果を示している。

高温加熱によつて鑄造歪が取れ、結晶偏析が或る程度消滅すると共に粒間化合物の球状化或は一部固溶（或は過飽和固溶体では析出も起るかも知れない）化等の変化が起る筈であるから、加熱温度或は時間によつて（上述の変化には時間を要するために）鑄塊組織が異つて来るのは当然であろうが、この相違が以下述べる仕上板に遺伝されることになるものと考えられる。

（2）高温加工板について

56mm厚さの鑄塊を4mm迄高温圧延した場合の温度変化は正確には測定出来なかつたが、表面温度を開始時と終了時に測定して大凡100～150°の低下が起ることを確めた。従つて、高温加工開始550～500°のものは終了時370～420°更に450～400°で開始したものでは280～330°に低下することになる。これ等高温加工終了板は写真5～8に一例を示す様に著しく異つた様相を呈して来る。即ち、加工温度の低いもの程、表層と内層の組織の差が激しく、内層部では圧延方向に流れた繊維状組

第1図 高温加工板のマイクロ硬度変化

写真5 高温加工板 ×30
550°～4時間写真6 高温加工板 ×30
500°～4時間写真7 高温加工板 ×30
450°～4時間写真8 高温加工板 ×30
400°～4時間

織が良く発達して明瞭に識別され、結晶粒間を占めている化合物が可成り大きいブロックのまま分布しているの

が見えるが、加工温度の高いものではその相違が不明瞭となり、組織の均一度が高い。写真 5~8 においてミクロを測定してみると、才 1 図に示す様に加工温度が 500° 以下の場合には写真 7~8 で横に流れている流線附近の硬度が高く、又全体として流線の見える部位で高く、表面に近い方で低くなっている。加工温度が 500° 以上になると内層において多少硬度分布にむらがあるが、平均して焼鈍硬度に等しくなっており、又結晶粒間に存在していた化合物等も粉碎されて、写真で識別されない程に分散してしまっていることが判る。

(3) 冷間圧延板について

上記の高温加工を終った 4mm 板を冷間でクロスに圧延し 1mm (冷間加工度 75%) にした板を加熱時間 1 時間一定にして、各温度で焼鈍すると才 2~3 図の様に变化し、焼塊加熱温度の高いもの程又加熱時間の長いもの程、抗張力低下を示す温度が高くなり、又伸の変化も同様の傾向を示している。但し、引張り試験片は常に冷間加工方向に平行に取つてある。以下全て同様である。

同様に、0.6mm (冷間加工度 85%) 板について更に詳細にそれ等の变化を求めてみると才 4~5 図の様になる。伸の変化は複雑で一度山を作り後減少しているもの (焼塊加熱温度 500~550°) と更に谷を経て才 2 の山を作つてから再び徐々に減少している (400~450° 加熱) ものが見られ、才 1 の山は 400° 加熱の異状を除けば焼塊加熱温度の高いものが高温側に移行している。この変化に比べると、硬度及び抗張力の変化は共に良く一致して明瞭な变化を示して居り、焼塊加熱 500~550° のものには 285~300 附近に变化の停滞区間が見られるが、完全に低下してしまう温度は焼塊加熱温度 500~550° のもので 310°、400~450° のもので 285° となつて再結晶温度に相違が起つていることが判る。

同様に 0.6mm 板について焼塊加熱時間の影響を調べてみると、才 5 図に示す様になり、加熱時間 2 時間のものの再結晶温度が 4~8 時間加熱のものに比べて低温に移行しており、才 5 図の抗張力、伸及び硬度の変化は全く一致した結果を示している。

尚、実際深絞りする場合の加工性は伸の変化よりもエリクセン試験の絞り性 (勿論この値は直ちに深絞り能を示さないが、比較とい

第 2 図 焼塊加熱温度の影響

第 3 図 焼塊加熱時間の影響

う意味で)で示す方がより近いと思われるので、これ等の焼鈍板についてエリクセン値を求めてみるとオ6図の様になり、再結晶温度の変化はオ4～5図の結果と全く一致し、然もより明瞭な差を示している。エリクセン値は鋳塊加熱温度が高い方が良好な値を示していて、この結果は必ずしも伸の変化と一致していない。これは単純な引張応力による変形と異なる加工を受けるために表面状態或は結晶粒の大小等の因子がより大きく影響しているためと解せられる。

以上の機械的性質の変化と対応して顕微鏡組織の変化を調べてみると、その一例を写真9～11に示している様に、鋳塊加熱温度550～500°のものは300°～1時間の焼鈍では完全に圧延組織のまま変化していないにも拘らず、400～450°加熱のものでは既に再結晶していることが判る。又、加熱時間の短いもの(500°～2時間)でも300°では既に再結晶している。これ等組織的に再結晶が認められるか、認められないかの限界温度を調べてみると、オ7図に示す様になり、以上の機械的性質の変化から推定される結果と良く一致している。

次に、再結晶粒の大きさを調べてみると、オ8～9図及び写真12～17に示す様になり、オ8～9図の結果は350°～1時間

第4図 鋳塊加熱温度の影響

第5図 鋳塊加熱時間の影響

第6図 深絞り試験結果

写真9 鋳塊加熱500°～4時間
300°～1時間焼鈍

写真10 鋳塊加熱450°～4時間
300°～1時間焼鈍

写真11 鋳塊加熱500°～2時間
300°～1時間焼鈍

写真12 鋳塊加熱500°～4時間
350°～1時間焼鈍

写真13 鋳塊加熱500°～4時間
350°～1時間焼鈍

写真14 鋳塊加熱450°～4時間
350°～1時間焼鈍

写真15 鋳塊加熱400°～4時間
350°～1時間焼鈍

写真16 鋳塊加熱500°～2時間
350°～1時間焼鈍

写真17 鋳塊加熱500°～8時間
350°～1時間焼鈍

焼鈍した 0.6mm 板の圧延方向に平行な断面を鏡鏡した結果である。同図には 1 カの結晶粒の平均長さの変化とチンマー法による結晶粒の大きさを示してあるが、再結晶粒は鋳塊加熱温度が低い程圧延方向に良く成長して、直角方向に扁平になり、それ等の比で示すと 400~450° の鋳塊加熱温度では殆んど差がなく、500~550° と高くなるに従つて、急速に等方的になつていくことが判る。又、結晶粒の大きさも全く同様に 400° から 550° に変化することによつて $16 \times 10^{-3} \text{mm}^2$ のものが $8 \times 10^{-3} \text{mm}^2$ と著しく微細となる傾向が明瞭である。

以上の変化は鋳塊加熱時間の影響オ 9 図でも見受けられ(温度による変化に比べると少い)写真 12~17 から判る様に時間が短いことは加熱温度が低くなつたことに対応している。又、写真 10、11、14 及び 16 から判る様に、300° 焼鈍の場合の結晶粒が 350° 焼鈍のものより寧ろ大き目になつており、加熱速度の影響によるものと一応考えられるが、鋳塊加熱温度の高いもの程、その差が減少している様である。

写真 18~21 に 0.6mm の板について 350°~1 時間加熱した場合の顕微鏡組織の一例を示している様に、板中心部より、外層

第 7 図 再結晶温度の変化

部の再結晶粒子が大きい。鋳塊加熱温度が低い方が一層顕著の様である。従つて、これ等を絞つて行くと写真 22~23 に示す様に、粒子の粗いものの方の表面の皺が目立つて来る。

4. 結果の考察

加工温度が高くなると、 $\alpha(\text{Fe-Si}) \rightarrow \beta(\text{Fe-Si})$ なる包晶反応が進行し、この脆い β 相の微細に分散した存在が結晶粒の成長を妨げるという Phillips 等の説がある。然し尙検討の余地があるのではな

からうか。

再結晶温度のずれと、高温加工材硬度分布の測定結果から、加工温度が高い程、総体的に考えられる冷間加工度が小さくなつており、そのために再結晶温度が高温側に移動するものと一応考えられる。従来からの実験結果に従えば、冷間加工度の小さいものにおいては再結晶核の発生数は減少し、再結晶粒が大きくなるべきであるが実験結果は全く対蹠的である。

単相金属における順当な変化がオ相の存在によつて攪

第 8 図 鋳塊加熱温度の再結晶粒度に及ぼす影響

第 9 図 鋳塊加熱時間の再結晶粒度に及ぼす影響

乱されたものと解され、再結晶核の発生が加工歪の大きい所或は存在しない所に発生するにせよ、核発生に必要なエネルギーが賦与された場合に核発生の確率は加工歪分布の密なもので、然も歪の大きい方の揃っている方がより有利で(核発生温度は高くなる)、加工歪が全体として大きくても歪分布が粗か或は歪の大きさに著しい差がある様な状態では却つて核発生数は少くなるであろう(より低温から再結晶することになる)。

単相金属乃至は固溶体合金の様な Homogenous なものにおいては加工歪は加工度に応じた大きさを以てより等価的に然も Homogenous に分布するであろうから余り影響を受けないが、才2相の存在する Heterogenous な状態においては、才2相の存在分布の状態(分布密度とその大きさ)が加工歪累積の不均一性を支配するであろう。加工温度が高い程、才2相化合物の分裂が容易となり、微細粒子となつて地質内に比較的密に然も均質的に分散されるであろう。これが加工歪の分布模様を支配し、再結晶核の発生数を増加させる作用をし、又、これ等才2相の存在は当然結晶成長を妨げる因子ともなり得ることが考えられる。若し、加工温度の上昇に伴つて才2相の溶解度が増加して析出粒子が減れば固溶体的の作用を現わし(従つて、Heterogenous に析出分散している部分よりも再結晶粒度は大きくなるであろう)又、才2相の破壊が加工温度によつて影響されないか或は余り進行しない場合には再結晶粒の大きさは必ずしも加工温度が高

くなる程微細となり得るといふわけに行かなくなる。

以上の様に考えれば、 $\alpha(\text{Fe-Si})-\beta(\text{Fe-Si})$ の変化が起ることが必ずしも必要な条件でなくとも良いわけである。他方、3S においても認められている表層異状粗粒化の傾向が本実験においても認められる。加工温度の低い場合には才1図の結果が示す様に内層より外層の加工度が低いということが一因子となる様にも考えられるが、加工温度の高いものでは必ずしもかかる傾向を示していない。且つ、400°加工の場合の表層の加工は450~550°の場合に比べて可成り冷間加工の影響を受けている。それにも拘らず、加工温度が低い方の表層の粗大化の傾向が大きい。これが引張試験における伸とエリクセン試験による深絞り性との違いを支配するものと考えられるが、ここにも才2相成分分布状態の相違による影響が現われているものと考えられる。

5. 総 括

純度の低い鋳塊の高温加工においては高温加工時の条件が冷間圧延焼鈍板の再結晶現象に対して特異な影響を与える。(1) 高温加工温度が高い程、再結晶粒度は細くなるが再結晶温度は高くなる。深絞り能も良くなる様である。又、再結晶粒子の形状もより等方的となる。(2) 温加工度が高くて加熱時間が充分でないと、加工温度が低いことと同じ様な影響を与える。(3) 以上の原因としては加工温度が高い程、鋳塊結晶粒間に存在する析出化

写真18
鋳塊加熱550°~4時間
350°~1時間焼鈍
表 層

写真19
鋳塊加熱550°~4時間
350°~1時間焼鈍
中央部

写真20
鋳塊加熱450°~4時間
350°~1時間焼鈍
表 層

写真21
鋳塊加熱450°~4時間
350°~1時間焼鈍
中央部

写真22
鋳塊加熱550°~4時間
330°~1時間焼鈍

写真23
鋳塊加熱450°~4時間
330°~1時間焼鈍

合物の微細化と分布密度の大きさ並に均一性が高くなり、これが加工歪の分布状態に影響を与え、再結晶核発生数が増加し且つ結晶成長の等方的防害作用に寄与するものと考えられる。(4) 加熱温度の影響は鋳塊加熱後の組織にもその変化が見出され、高温加工温度が高い程、高温加工材の組織の均一性も増す。概して表層が内部より加工度低くなり従つて、再結晶粒度も表面に近い程大となり、その影響は加工温度が低い程顕著となる。この表層状態の相違が引張試験における伸の値と深絞り性との相違の原因となると考えられる。本実験遂行に当り、顕微鏡写真並に機械試験は富大工学部室町教授及び畑茂徳氏の御援助によつた。附記して深謝の意を表する次才である。