BおよびTiを含むAlの鑄造組織および再結晶

柳沢正昭* 中村元志** 松尾 茂**

ON THE CASTING STRUCTURE AND RECRYSTALLIZATION OF Al CONTAINING B AND Ti

MASAAKI YANAGISAWA* MOTOSHI NAKAMUR**

SHIGERU MATSUOA**

In this report, the effect of B and Ti in Al is described

Studying the casting structure and recrystallization on macro-structure, X ray Laue spot and micro-hardness, the result obtained are as follows;

- (1) In the use of flux, the maximum content of B in pure Al is 0.15% The best flux for grain refining is KBF_3 , but Borax is able to use in high temperature treatment.
- (2) In the case of grain refining, Al containing B have fine equiaxial grain at 0.05% B and Al containing Ti have fine equiaxial grain at about 0.2% Ti...Peritectic point...
- (3) The recrystallization temperature of Al-0.1% B alloy is the same to pure Al but the more B content increase, the higher recrystallization temperature rises.

The recrystallization temperature of Al-0.04% Ti is the same to pure Al. The more Ti content alloy have more or less high recrystallization temperature.

(Received Sept. 6. 1955)

1. 緒 言

この報告はわれわれの研究室で行っている高純度Al中に種々の元素を添加してその鑄造組織、再結晶に及ぼす影響を調べる実験の一部であり、鑄造結晶粒を微細化するといわれているBおよびTiが高純度Alに及ぼす影響について報告する。

B, TiがAlの結晶粒を非常に細かくすることは古くから知られていたが、その機構については現象が広く知られている割に明らかでなく多くの異説が発表されている。

たとえばBについては状態図が未だ明かでなく Mondolfo, H. Bernstein¹⁾は100%Al近傍に共晶がある、森永等²⁾は0.56% Bに共晶があり共晶温度は約650°Cである、また W. L. Fink & L. A. Willey³⁾は包晶反応であるなどと述べて定まつた説がない。

それ故微細化についても M. D. Eborall⁴⁾がBは純Alの結晶粒には僅かしか影響がないが、Al合金には大きな影響がある。H. Bernstein¹⁾はAlとZr, Ti, Nb等の合金は過熱すると結晶粒が急に大きくなるのに対してAl-Bは過熱による影響が少いなどと報告し Chibula^{5) 6) 7)}も詳細な報告をしているが大体AlにBを添加すると、金属間化合物 AlB_2 が出来、これにAlが平行連晶をなすた

めの活性核として働いて結晶を微細化させるという所に一致するらしい。TiについてはBより以上に多くの報告がある。簡単にその一部を示せば、朝戸⁸⁾が包晶反応による結晶微細化説を発表して以来Al-Tiは包晶反応をするので一般に之が信じられて来たが、A. Chibula⁷⁾がTiCとAlとが平行連晶をなすに適当な格子常数を有するので之が核となつて微細化する説を発表した。M. D. Eborall⁴⁾, H. Bernstein¹⁾はTiCが核となる説に賛成し、F. A. Crossley & L. F. Mondolfo⁹⁾は包晶反応説に賛成し、寺井¹⁰⁾は両者が同時に起ると主張している。

Al-B, Al-Ti共に再結晶についての詳しい報告は見当らない。本報告においては、更に多くの実験を行つた後に結論づけることとして、単に実験結果のみを示したいと思う。

2. 実験方法

2.1 元素添加

AlにBを添加するには、熔湯に直接Bを添加するか、Al-B母合金を加えるか、あるいはフラックスを用いる方法があるがこの場合は比較的入手しやすいフラックスすなわち硼砂、硼酸および弗化カリボロンを用いてBの溶入状態を調べた。この場合の処理温度およびAl中へのBの溶入量の分析値を第1表に示してある。

* 工業技術院名古屋工業技術試験所 理博、** 同所 工

* Government Industrial Research Institute, Nagoya, ** Ditto

Table. 1 Al 中の B の分析値

処理温度		750°C	800°C	850°C	900°C
フラックス					
硼	砂	0.05%	0.11%	0.11%	0.17%
硼	酸	0.09%	0.08%	0.07%	0.09%
弗化カリボロン		0.07%	0.08%	0.08%	0.10%

注: B の分析には Chapin 法を用いた。

Table. 1 は 1 時間保持した場合であるが、硼砂を用いて 900°C で 4 時間保持した試料でも、溶入 B 量はほとんど変わらない。ゆえにフラックスで添加できる B 量は 0.15 % が限度であると思われる。

Al に Ti を添加するにも種々の方法があるが本実験に

Fig. 1 金 型

は 99.99% Al と 99.4% Ti 板で 900°C で約 1 % の母合金を作り之を希望量に薄めて使用した。

熔解はすべて #1 黒鉛ルツボを用い Al-B は 99.99% Al 約 209 gr 熔解した上を前記フラックス約 209 gr でおおい所定温度に 1 時間保つて後鑄込条件を一定にする為 750°C 迄炉冷して Fig. 1 に示す金型に鑄込んで試料とした。Al-Ti は同様の 99.99% Al と前記母合金を最高加熱温度 800°C で熔解混合し 750°C に炉冷してから同じ金型に鑄込んだ。

2.2 試料作成

出来た 30φ × 80% の棒を底から 30% で切断して、断面を

研磨し弗酸を含む王水でマクロ腐食を行つて鑄造結晶粒を調べた。更に中央部から 5 % 厚の板を切り取り 4 % 厚に圧延した後 500°C、4 時間の予備加熱を行い鑄造歪を取り条件を一定してから手動ロールで同一方向に圧延し、マイクロヴィツカース硬度計 (荷重 100g) で各段階の硬度を測定して加工硬化曲線を得ている。この場合の加工度とは

$$\text{加工度}(\%) = \frac{(\text{加工前の厚} - \text{加工後の厚})}{\text{加工前の厚}} \times 100$$

を示したものである。

ここで出来た加工度 93% の板を再結晶温度決定に用いた。焼鈍には普通のカンタル線環状炉を用いて空気中で行い、1 cm² に切つた試料を所定温度の炉中に挿入し、所定時間焼鈍した後引出して水中に焼入れてマイクロヴィツカース硬度を測定した。更にこれを銅対陰極を用いて X 線ラウエ透過法で撮影して再結晶の開始、終了を確認した。撮影条件は 50KV 60mA 試料とフィルムの距離は 20% である。

3. 実験結果

3.1 鑄造組織

Photo. 1 に示してあるように Al-B についてはフラックス添加温度 750°C のものでは硼酸、硼砂によるものは結晶が粗大で中心まで伸びた柱状晶がみられる。弗化カリボロンを用いたものは周辺部に柱状晶があるが中心部は微細粒状晶となつている。800°C になると硼酸を加えたもののみは大きな柱状晶があるが他の 2 者を加えたものは周辺に僅かの柱状晶が残るだけで中心部は微細粒状

Photo. 1 高純度 Al の鑄造結晶粒に及ぼす各種フラックスの影響

Photo. 2 高純度アルミニウム (99.99%) の結晶粒に及ぼす Ti の影響

Fig. 2 Al-Ti 2元合金状態図

Fig. 3 Al-B 合金の軟化曲線 (時間 1)

晶を示している。850°C、900°Cで処理したものは硼酸を用いたものは周辺にやや大きな柱状晶が残り中心部が粒状晶。他2者によるものは全面的に微細粒状晶となっている。

結局硼酸を用いた場合はB量が0.05%以上であるにもかかわらず微細化の効果は少く他2者は0.05%以上で微細化の効果が現われ、弗化カリボロンは広い温度範囲にわたって効果的である。硼砂使用の場合は750°C以下では微細化の効果は少いが800°C以上の場合には充分微細

Fig. 4 Al-Ti 合金の軟化曲線 (1時間)

化の目的を達し得て、結晶微細化には0.05%内外のBが必要であるとする Chibula の見解⁷⁾と一致している。

Photo. 2にはAl-Ti合金のマクロ鑄造組織を示してある。

0.04% Ti から柱状晶の中に粒状晶が混合し始め次第に粒状晶が多くなり、0.11% Ti 迄は柱状晶と粒状晶の混合であるが0.20% Ti になると全面的に完全微細結晶となる。Fig. 2 は Al-Ti 2元合金状態図を示してあるが衆知の通り0.15% Ti に包晶点があるから一応包晶説と似た結果が出たといえる。

3.2 再結晶

Fig. 3は5種のAl-B合金の再結晶曲線を示してある。焼鈍時間を一定(60分)として焼鈍前の硬度と最終焼鈍後の硬度の半分の点、すなわち硬化量が1/2になる温度を再結晶温度と定義すれば、およその再結晶温度はTable. 2の如くなる。

Fig. 3, Table. 2から高純度Al中はBが極く僅か入ると再結晶温度は一度高純度Alの再結晶温度以下に下り次第

Table. 2 Bを含むAlの再結晶温度

	B %	再結晶温度°C
Al-B 1	0.11	230
Al-B 2	0.13	220
Al-B 3	0.09	190
Al-B 4	0.08	160
Al-B 5	0.05	150
99.99% Al		210
工業用純Al		250

Photo. 3 Al-0.11% Bの焼鈍材のX線写真

Photo. 4 Al-0.21% Tiの焼鈍材のX線写真

Photo. 5 圧延焼鈍材のマクロ組織

Photo. 6 焼鈍材の顕微鏡組織($\times 115$)

に純Alのその程度迄高くなつて来ることがわかる。

Fig. 4は Al-Ti合金の再結晶曲線を示している。Al-Bと同様の定義で再結晶温度は Table. 3 の如くなる。

Fig. 4, Table. 3から高純度Al中に Ti が入ると 0.04% 迄は再結晶温度に殆ど影響を与えないが、それ以上入る

Table. 3 Tiを含むAlの再結晶温度

記号	Ti %	再結晶温度
1	0.36	250°C
2	0.21	260°C
3	0.11	255°C
4	0.07	250°C
5	0.04	220°C

と僅かに再結晶温度が上り、その上り方に成分元素の多少にはあまり関係がないように思われる。

Photo. 3は 0.11% Bの再結晶曲線 (Fig. 3) にそつて得たラウエ透過法による X 線写真の一例である。Photo. 4は 0.21% Tiの再結晶曲線にそつて得たラウエ透過法による X 線写真の一例である。Photo. 5は 0.13% B、0.11% B、0.09% B及び99.99% Alを93%圧延した後550°C 1時間焼鈍したもの

のマクロ組織である。Photo. 6は0.11% B と 99.99% Alの顕微鏡写真を示しているがB含有量の多いものは再結晶粒も微細であり、Alの再結晶粒の成長を妨げていることがわかる。

4. 結 言

以上を総括すると次の如くなる。

- 1) フラックスを使用する場合には0.15%以上のBを添加することは困難である。フラックスとしては弗化カリボロンが最も良いが、高温処理を行えば硼砂でも目的を達し得る。
- 2) 結晶微細化はBは約0.05%以上で完全となり、Tiでは包晶点直後の0.2%附近から完全粒状晶が得られた。
- 3) B 0.1%を含むものの再結晶温度は純 Al とほぼ同じであるが、これより含有の少ないものでは再結晶温度は低くなる。0.04% Ti までは再結晶温度は変化ないがそれ以上 0.4% 位迄はやや上昇するが成分による再結晶温度の変化は殆どない。

文 献

- 1) H. Bernstein J. Metals 5 (1954) 603
- 2) 森永、高橋、市川: 軽金属 8 (1953) 54
- 3) W. L. Fink & L. A. Willey, Metals Handbook (1948) 1155
- 4) M. D. Eborall J. Inst. Metals 76 (1950) 295
- 5) A. Chibula J. Inst. Metals 76 (1950) 321
- 6) " " 80 (1952) 1
- 7) " " 80 (1952) 1319
- 8) 朝戸: 金属の研究 9 (1932) 392
- 9) F. A. Crossley & L. F. Mondolfo J. Inst. Metals 78 (1951) 1143
- 10) 寺井: 日本金属学会誌 19 (1955) 249