アルミニウム鑄塊の加熱による組織変化

池 野 尚 志* 柴 田 喜 三**

Change of structure of aluminium

(UDC 621.785.375:669.71)

IKENO Takashi* SHIBATA Kizo**

Change of structure due to heating at 450° and 600°C of supercooled ingot castings of the alloys of high purity Al(99.99%), 1S(99.74%) and 2S(99.17%) and 0.1% Fe and 0.1% Si was investigated. Also, the effect of heating on 1S and 2S alloy ingots cast with tilting mold preheated at 300°C was investigated and the relation between the structure and surface pattern after rolling and anodic oxidation was discussed.

The results obtained are summarized as follows:

- (1) When the supercooled high purity Al ingots are repeatedly heated at 450°C for 30 min., the apexes of columnar crystals become gradually obtuser.
- (2) In the specimen heated at 600°C for 30 min. the columnar crystals changed to free crystals, and when the heating is repeated the grain boundary migration occurs in the same way as the growth of recrystallized grains.
- (3) Twin crystals which appear in the specimen heated at 600°C for 30 min. are so stable against later heating that they influence the migration of neighbors grain boundary.
- (4) In the supercooled ingots with 0.1% Fe or 0.1% Si added, little migration of grain boundary occurs even heated at 600°C for 30 min.
- (5) When the ingots of 1S or 2S alloys are heated by air furnace at 580°C the structure change by heating is found in the cross section of the ingot but not in the side surface. Hence the surface patterns after rolling and anodic oxidation do not change even by heating.

(Received March 25, 1958)

1. ま え が き

アルミニウムおよびその合金の鑄塊は加熱されることにより鑄造組織を殆んど変えないとするものや、¹⁾ 粒界移動をも行うとするもの²⁾があつて明らかではない。著者の一人は高純度アルミニウムの急冷鑄塊の組織はその後の加熱によつて極めて容易に変化することを報告した。³⁾ アルミニウムの鑄塊は熱間圧延の前にかなり高い温度で均熱される。この時の組織変化と純度との関係とを知るためにこの実験を行った。

先づ基礎的な実験として、高純度アルミニウム (99.99%)、急冷鑄塊について加熱による鑄造組織の変化を観察し、これに微量の鉄、ケイ素等の不純物を添加した時の

変化を調べた。

また、工業用純アルミニウム鋳塊についても同様な実験を行い、圧延板の陽極酸化処理後に現われる表面模様との関係についても検討した。

2. 実験材料および実験方法

高純度アルミニウム(99.99%)の溶湯を710°Cで厚さ2.5mmの鉄板で作つた15×70×100mmの大きさの鑄型に注いだ。この鑄型は溶湯の凝固速度をできるだけ早くするために水冷式にした。これと同様な方法で高純度アルミニウムに鉄を0.1%、またケイ素0.1%を加えた鑄塊を作つた

工業用純アルミニウム 1S(99.74% Al-0.12% Fe,

* 北陸軽金属工業株式会社 第一工場長

** 北陸軽金属工業株式会社

Photo. 1 The change of macro-structure of high purity aluminium ingots by heating.

Photo. 2.

- (a) Grain boundary migration of the high purity aluminium ingot by 2 times heatings at 600°C for 30 min.
- (b) The illustrating of the grain boundary migrations for several times heatings at 600°C for 30 min.

Photo. 3

The grain boundary migration of the high purity aluminium ingot by heating.

Photo. 4

The sub-grain boundary migrated with grain boundary migration.

× 80 × 1/2

0.13% Si, 0.01% Cu) および 2S (99.18% Al-0.25% Fe, 0.20% Si, 0.18% Cu, 0.16% Zn, 0.03% Mn) は 300°C に予熱した傾注式ブツモールドに鑄造して作った鑄塊を実験に供した。

これ等の鑄塊はできるだけ加工の影響を受けないよう注意深く切断し、エメリーペーパーで切断面を充分に削り落とし、羽布研磨後化学研磨液に浸漬して試料の表面より約 1.5mm の厚さを溶解除去した。

以上のようにして作った試料の中、高純度アルミニウム鑄塊については 450°C および 600°C のソルトバスで、高純度アルミニウムに 0.1% の鉄および 0.1% のケイ素

を加えた鑄塊については 600°C で、それぞれ 30min の加熱冷却後検鏡という手法によつて組織変化の観察を順次繰返し重ねて行つた。

1S および 2S の鑄塊は両面をそれぞれ 1 mm 寛面削した後 580°C で 18, 25, 50, 100 および 150 hr 空気加熱炉で熱処理してその断面および側面の顕微鏡組織を観察した。さらに、この鑄塊を圧延し、陽極酸化処理を行つて表面模様におよぼす影響をもみた。

3. 実験結果

3.1 高純度アルミニウムの場合

高純度アルミニウム鑄塊は、加熱温度 450°C で 30min の加熱、冷却を繰返し行つても、鑄造組織に大きな変化はみられない。鑄造組織の先のとがつたり、あるいは角ばつたりした附近が徐々に丸味をおびてくる程度であるが、600°C で 30min 加熱した場合には殆んど柱状晶は、粒状晶に変化し、さらに加熱を重ねて行くと、この粒状の結晶粒間で粒界移動が行われることが認められた。**Photo. 1** は高純度アルミニウム急冷鑄塊を 600°C および 450°C で加熱した場合の組織変化を示す。

高純度アルミニウムは、1 回の加熱 (600°C, 30min) で柱状晶が粒状晶に変化したさらに同様な加熱を重ねると、粒界移動が種々な型で行われるのが顕微鏡で観察される。この粒界の移動の殆んどは center of curvature に沿つて行われ、移動する距離は加熱を繰返す回数が多くなるにしたがつて少くなる傾向がみられる。

Photo. 2(a) は as cast より 2 回、600°C, 30 min の加熱を加えた組織で、この試料をさらに同様な条件で加熱すると **Photo. 2(b)** の図で示したように移動の跡をたどることができる。粒界の移動した部分は検鏡のために試料を腐食しても比較的なめらかである。**Photo. 3** は 600°C, 30 min の加熱を 3 回繰返した後における粒界移動の状況を示し、粒界が動いた跡は艶やかで他の部分よりなめらかな感じがする。加熱により粒界移動が行われ、粒の形が加熱前と変つた時の sub-grain の挙動を観察したが、われわれが検鏡した範囲においては sub-grain は粒界の移動しただけ成長していることがわかつた。

Photo. 4 に見られるように、sub-grain の粒界は新しい main-grain の粒界迄、元の加熱前の位置から、伸びている。粒界移動の殆んどは center of curvature に沿つて行われることは前にも述べたが、中には複雑なものもある。**Photo. 5** のように相隣りあう粒が互に他の粒の中に成長した跡がみられるものがある。これは前の加熱終了後冷却した際の粒界が S 字形になつていて粒

$\times 40 \times \frac{2}{3}$ $\times 40 \times \frac{2}{3}$

Photo. 5 The irregular grain boundary migration of high purity aluminium ingots.

$\times 60 \times \frac{3}{5}$

Photo. 6

The grain boundary migration of high purity aluminium ingot by heating at 600°C for 30 min, same as the strain-induced migration.

$\times 80 \times \frac{3}{5}$

Photo. 7

The grain boundary migration occurred from a corner of the grain.

(a) $\times 40 \times \frac{2}{3}$ (b) $80 \times \frac{2}{3}$

Photo. 8 The twin crystal appeared by the heating at 600°C for 30 min, in the high purity aluminium ingot affects on the neighbour's grain boundary migrations at the later heating.

$\times 40 \times \frac{2}{3}$ $\times 40 \times \frac{2}{3}$

Photo. 9 The grain boundary migration at the specimen that contained 0.17% Fe in the high purity aluminium ingot by heating at 600°C for 30 min.

$\times 40 \times \frac{2}{3}$

Photo. 10 The change of casting structure at the specimen that contained 0.1% Si in the high purity aluminium ingot by heating at 600°C for 30 min.

の表面積が大きかったために、次の加熱の際、写真に見られるような、より安定な形に移つて行つたのではないかと考えられる。また **Photo. 6** に示すようないわゆる strain-induced grain boundary migration の形で粒界が移動した形跡もある。粒界の移動が center of curvature に沿つて行われる場合にも **Photo. 7** のように粒界のある一つの隅より徐々に移動が行われることもある。

なお、高純度アルミニウム鑄塊を 600°C で 30 min 加熱した時双晶が現われた。この双晶はすこぶる安定で、その後の加熱によつても殆んどその形を変えない。このために、この双晶と隣あつた粒界は、その後の粒界移動に影響を受ける。**Photo. 8 (a)** は 600°C, 30 min で加熱した時に見られる双晶であるが、この状態よりさらに 600°C, 30 min の加熱を 2 回行くと **Photo. 8 (b)** の如くなる。これら組織変化のドライビングフォースは鑄造歪にあると思われるが、まだ確かでない。

3.2 鉄あるいはケイ素添加の影響

高純度アルミニウムに 0.1% の鉄を添加した鑄塊を、600°C, 30 min 加熱したが、組織には殆んど変化はみられないで、わずかの粒界移動がみられるのみである。さらに、加熱を重ねても、この移動した粒界のその後の動きは殆んど認められず、新たに移動を始めた粒界も見当らなかつた。**Photo. 9** はこの鑄塊を 600°C, 30 min 加熱した時の粒界移動を示す。

同時に 0.1% ケイ素を加えた鑄塊についても観察を行つたが、ケイ素はアルミニウムに溶けるので、加熱すると析出物が少なくなり、粒界の変化も正確に見出せないが、**Photo. 10** のように析出物が粒界に関係していると思われるものもある。

このように、極めて少量の不純物でも粒界移動の妨害物となり、高純度アルミニウムの挙動は全く特異である。

3.3 工業用純アルミニウムの場合

2S 鑄塊を 580°C の空気加熱炉で 18, 25, 50, 100 および 150 hr それぞれ加熱して、断面 および側面の組織変化について検鏡すると断面 (鑄塊中央部附近) は 18 hr の

Photo. 11 The change of casting structures of 2S alloy ingots by heating at 580°C for various times.

加熱で铸造組織は少し変化していて、50 hr の加熱では铸造時に晶出していた化合物の網状連結がほとんどきれぎれになり、100~150 hr も長く加熱すると铸造組織が全く変化して、不純物が点在した状態になる。2S についての結果を **Photo. 11** に示す。1S もこれと大体同じ傾向にあるが、2S と同様な組織変化を生ずるには、2S の場合より少し加熱時間を長くする必要がある。スラブ側面（スラブ外表より 1mm 面削後の面）は断面と異つて、1S も 2S も長時間の加熱を受けても殆んどその組織に変化はみられないで、わずかに網状の組織が所々で、とぎれる程度である。スラブ断面中央部附近では加熱によりかなり組織の変化がみられ、铸造時の網状組織がなくなるが、圧延板の表面となるスラブ側面組織は、加熱によつては铸造組織がほとんど変化しない。このために各々のスラブを圧延して陽極酸化処理を施すと、すべてのスラブの板は同様な亀甲の表面模様を呈していた。

4. む す び

以上の実験結果を要約すると次の如くである。

1) 高純度アルミニウム急冷铸塊を 450°C で 30min の加熱を繰返し重ねて行つて、その組織変化を観察す

ると、柱状晶の先のとがつた附近、およびかどばつた附近が丸味を帯びる。

2) 同铸塊の加熱温度が高く、600°C になると 30min の加熱で殆んどの粒状晶は粒状晶に変わる。さらに、加熱を加えると粒界移動がみられる。

3) 高純度アルミニウム铸塊の加熱中に出来た双晶はその後の加熱に対してすこぶる安定で、相隣りあう粒の粒界移動に影響をおよぼす。

4) 高純度アルミニウムに鉄を 0.1%、あるいはケイ素を 0.1% 添加した铸塊は 600°C で加熱しても、ごくわずかししか粒界移動は認められない。

5) 1S および 2S 铸塊は加熱されることにより、铸塊中央部の組織は変化するが、側面はかなり長い間加熱 (580°C, 150 hr) しても殆んど、铸造組織と変わらず、従つて铸塊加熱は、圧延—陽極酸化後に現われる表面模様に影響を与えない。

参 考 文 献

- 1) A.S.M.; Metal Interfaces.
- 2) Eborall; J. of. Inst. Met. **76** p. 295.
- 3) 池野; 日本金属学会誌, **19** (1955) 581.