99.995%アルミニウム押出棒の組織について*

細 井 吉 一**

On structures of 99.995% aluminium extruded rods*

(UDC 620.185.4:621.771.4.669.71)

HOSOI Yoshikazu**

Structures and their changes by annealing of 99.995% aluminium extruded rods were investigated under microscope and X-ray technique.

The results obtained are as follows:

- (1) The structures of rods extruded from cast billets are almost similar to that of rods extruded from forged ones, and these structures have something to do with the deformation structures of billets extrusion.
- (2) The examination of structural changes by annealing of rods extruded at 550°C reveals that any generation and growth of nuclei do not occur even in softening which has so far been considered due to by recrystallization.
- (3) But, the examination of the changes of rods extruded at 325°C, reveals that there are new structures which are thought as the result of generation and growth of nuclei by recrystallization.

(Received Aug. 26, 1958)

1. 緒 言

前報¹⁾では99.80%アルミニウム鍛造ビレットを加工率74.6%の丸ダイスで550°Cと325°Cで押出し、種々の行程をあててビレットの変形組織を調査した結果を報告した。すなわち550°Cでは結晶粒が小領域に分れ、その粒界や結晶粒界で移動をおこし、押出の進行により沁り変形がおこる。

325°Cでは押出初期において結晶粒は小領域に分れ、その境界や結晶粒界で移動すると推察されたが、沁り変形が優先して押出され、押出の進行により、結晶粒の外形を著しく変化し、粒界で移動しながら、結晶粒は沁りと関係してできたと思われる微細な領域に分たれ、押出されることが判明した。

また99.995%アルミニウムの押出初期の変形組織によれば、結晶粒界の成長移動をおこし、粒界で相互移動をおこしながら結晶粒が小領域に分れたり沁り変形がおこることも判明した。

しかしこれらはビレットの一定場所の組織変化で、550°C押出でもコンテナ壁では沁り変形が優先し、325°C押出でもビレット中央では沁り変形がおこれることも観察できた。

以上の変形組織を基礎に99.995%アルミニウムの鍛造、鑄造ビレットによる棒材組織を調査し、焼なましにより組織変化をも観察したので、これらの結果について報告する。

2. 試料と実験方法

用いた地金は99.995%アルミニウムで、鍛造ビレットと鑄造ビレットを作成し、600°C、3 hr 予備加熱後押出した。押出装置や棒材冷却方法などは詳細報告²⁾したので省略する。

ビレット硬度、押出条件などはTable 1のようで、ビレットの巨視的組織はPhoto. 1に示す。

これら棒材の一定場所から顕微鏡、硬度、X線試料を採取し、顕微鏡組織は棒材縦、横断面を観察、硬度は横断面につき半径の1/2同心円上で測定した。X線撮影は同位置につきCo対陰極で背面反射法により棒方向に直角に照射して行つた。

3. 実験結果と考察

3.1 棒材組織について

3.1.1 550°C押出棒

Photo. 2は鍛造ビレットによる棒材の横断面組織で、

* 1957年4月、日本金属学会春季大会に発表

Read at the Meeting of Jap. Inst. Metals at Tokyo, April, 1957

** 金沢大学助教授 Assist Prof., Kanazawa University

Table 1 Various values of billets and rods of 99.995% aluminium. Billets were preheated at 600°C for 3 hours.

	V.H.N. of Billet	Ext. Temp. °C	Reduction %	Ext. Load (ton)	V.H.N. of Rods
Forged	15.8	550	74.6	6.5	21.8
		325		12.0	33.5
Cast	14.8	550		6.1	20.5
		325		10.8	28.8

Photo. 1 Microstructures of 99.995% aluminium billet, $\times 1$.

- (a) preheated at 600°C for 3 hr after forging.
(b) preheated at 600°C for 3 hr after casting.

Photo. 2 Microstructures on the horizontal section of 99.995% aluminium rods extruded at 550°C, $\times 180$. (Forged billet)

- (a) near the edge.
(b) centre.

鋳造ビレットの場合も類似の組織を示す。**Photo. 3** は鋳造ビレットによる棒材の縦断面組織で、鍛造ビレットの場合も類似の組織を示す。したがって550°C押出棒の組織はビレットの種類にかかわらず類似することがわかる。

Photo. 2 の横断面では結晶粒界が複雑に曲線化し、縦断面組織から考えれば、これら粒界が棒方向に長く伸び、結晶粒は微細な領域に分れていることがわかる。また棒外周の中心では粒形が異なる程度で本質的な差はな

Photo. 3 Microstructures on the longitudinal section of 99.995% aluminium rods extruded at 550°C, $\times 180$. (Cast billet)

- (a) near the edge.
(b) centre

Photo. 4 X-ray photographs of 99.995% aluminium rods. (Forged billet)

- (a) extruded at 550°C
(b) extruded at 325°C

い。**Photo. 3** の縦断面組織においても中心、外周で本質的な差はなく、結晶粒は押出方向にのび、外周では細かい。

以上のように結晶粒は微細な領域に分れているが、押出変形組織から次のように考えられよう。

押出初期ではビレットの結晶粒界は成長移動をおこし粒界間で相互移動をおこす。さらに粒内は小領域に分れたり、粒界から二重線があらわれる。押出の進行により二重変形が優先し、二重二重線がともなつてできた微細な各領域は小角の方位を異にし、これが熱的影響をうけて**Photo. 2, 3** のような微細領域組織を形成するものと思われる。

なお550°C押出棒材の〔111〕+〔100〕軸による繊維法はきわめて低く、ある方位をとるが³⁾、**Photo. 4**・(a)の〔420〕リングに斑点の存在するのは結晶粒内の微細な領域組織によるものと思われる。

3.1.2 325°C押出棒

Photo. 5, 6 は鋳造ビレットによる棒材組織で、外周、中心で大きな相違はみられない。鍛造ビレットによる棒材も同様の組織を呈するが、横断面組織では結晶粒界が複雑に曲線化し、縦断面ではさらに緻密な組織を呈す

Photo. 5 Microstructures on the horizontal section of 99.995% aluminium rods extruded at 325°C. (Cast billet) $\times 180$

(a) near the edge
(b) centre

Photo. 6 Microstructures on the longitudinal section of 99.995% aluminium rods extruded at 325°C (Cast billet) $\times 180$.

(a) near the edge
(b) centre

る。

325°Cにおいては汙り変形が主体となり、押出の進行によりビレット結晶粒には汉りによると思われる微細な組織が発生した。これらは研磨により消失せず、したがって普通の汉りによるとは考えられず、これら微細な領域は汉り面を堺にして方位をかえ押出されたものと考えられる。なおこれらは押出温度が低いため熱効果も少なく、**Photo. 5, 6** のようになるものと思われる。

この棒材は繊維性が高く³⁾、背面反射法による **Photo. 4, (b)** のX線写真によれば、組織は細かく歪を有することも考察できる。

3.2 棒材の焼なましについて

純アルミニウム押出棒の焼なまし軟化曲線や焼なまし電気抵抗曲線は冷間加工材のそれと類似の傾向で変化するが、顕微鏡組織の観察では再結晶核の発生やその成長はみとめられないことについて、すでに報告した。^{4), 5)} 本報では 99.995% アルミニウム押出棒について報告する。

Fig. 1 は調査した棒材の30 min 焼なましによる軟化曲線で、300°Cから軟化し、400°Cではほぼ一定硬度に近

Fig. 1 V. H. N.-annealing temperature curves of 99.995% aluminium extruded rods.

ずき、冷間加工材のそれと類似の傾向を示す。

3.2.1 550°C押出棒材

Photo. 7 は鍛造ビレットによる棒材の半径 $\frac{1}{2}$ の同心円上縦断面の組織について焼なましによる組織変化を示したもので、200°Cまで組織に変化はない。300°C、10 min で顕著な変化はないが、粒内微細領域境界が不鮮明になる傾向がある。400°C、10 min (V. H. N. 20 に軟化) では、結晶粒により微細領域が不鮮明になったり、境界がなくなり一つの結晶粒を形成したような組織を呈する。

押出変形組織を考慮すれば、これら領域は小角の方位差を有することは明らかで、300~400°C 焼なましで、方位差が小さくなるか消失するものと思われる。なおこの間に再結晶核の発生やその成長による組織変化はみとめられなかつた。400°C、30 min で (c) にみられる凹凸ある境界が直線的となり、500°Cで (d) のように亀甲状組織となる。(c)から(d)の過程において、凹凸ある境界が、隣接する個々の微細な組織を併呑して成長するものか、いまだ微細組織を示している結晶粒の方位が一定に近ずき、隣接する凹凸境界が直線的になるものかについては不明である。

いずれにしても、再結晶核の発生やその成長がみとめられないから、個々の微細な領域が方位変化をおこしたことは考えられる。

なおこれによる X 線図形の変化は **Photo. 8** のように、300°C、30 min 焼なましまで顕著な変化はなく、400°Cで新斑点が生ずる。これは **Photo. 7, (c)** に対応

Photo. 7 Microstructures of 99.995% aluminium extruded at 550°C (Forged billet) $\times 180$.

(a) annealed at 200°C for 30 min, (b) at 300°C for 10 min, (c) at 400°C for 10 min, (d) at 500°C for 30 min.

Photo. 8 X-ray photographs of 99.995% aluminium extruded at 550°C (Forged billet).

(a) annealed at 200°C for 30 min, (b) at 300°C for 30 min, (c) at 400°C for 10 min.

Photo. 9 Microstructures of 99.995% aluminium extruded at 550°C (Cast billet) $\times 180$.

(a) annealed at 200°C for 30 min, (b) annealed at 300°C for 30 min, (c) annealed at 400°C for 10 min, (d) annealed at 500°C for 30 min.

Photo. 10 Microstructures of 99.995% aluminium extruded at 325°C (Cast billet) $\times 180$.

(a) annealed at 200°C for 30 min, (b) annealed at 300°C for 10 min, (c) annealed at 300°C for 30 min, (d) annealed at 400°C for 10 min.

Photo. 11 X-ray photographs of 99.995% aluminium extruded at 325°C (Cast billet).

(a) annealed at 200°C for 30 min, (b) annealed at 300°C for 30 min, (c) annealed at 400°C for 10 min.

するものである。

Photo. 9 は鑄造ビレットによる棒材の焼なましによる組織変化で、200°C、30 min まで変化なく、300°C、30 min で微細な組織が不鮮明になり、400°C、10 min では、結晶粒によつては微細な組織が消失し、30 min 加熱で(d)に近ずき500°C、30 min で(d)となる。この間核発生やその成長はみとめられなかつた。

3.3.2 425°C押出材

Photo. 10 は鑄造ビレットによる押出棒の焼なましによる組織変化で、200°Cまで変化なく(a)のようである。軟化開始の300°C、10 min 加熱で、再結晶核の発生とその成長によると思われる組織がみられ、30 min 加熱でその成長が顕著である。400°C、10 min で(d)の如き組織となる。

これに対するX線図形は**Photo. 11**のようであり、

リング上の斑点(b)は**Photo. 10** (c)の板状組織に対応するものであり、(c)には新結晶による{420}の斑点がみられる。

Photo. 10 (b), (c)の板状の組織は再結晶核の成長によるものと考えられるが、核が地に発生したものか、(a)のような微細な組織から成長したものかについては疑問がある。

なお鍛造ビレットによる棒材も同様の变化をたどり、**Photo. 10** (d)のような組織となる。

4. 総 括

99.995%アルミニウム押出棒の組織を顕微鏡、X線により調査した結果を総括すれば次のようである。

(1) 棒材組織は予備加熱した鍛造ビレットと鑄造ビレットにより相違はなく、押出変形組織と関連がある。

(2) 550°C押出棒には、焼なましにより再結晶核の発生やその成長による組織変化はない。

(3) 325°C押出棒には、焼なましにより再結晶核の発生とその成長によると思われる組織変化がある。

終に本研究遂行にあたり終始御激励いた戴いた東京工大森永教授、作井教授に深謝申し上げ、実験に協力された沢登英一君、湯川守君に厚くお礼申し上げます。

文 献

- 1) 細井; 本誌, No. 33 (1958-11), p. 11.
- 2) 森永, 細井; 本誌, No. 15 (1955-5), p. 39.
- 3) 細井, 沢登; 1957年4月, 日本金属学会春季大会で報告.
- 4) 細井; 日本金属学会誌, Vol. 20 (1956), p. 439; p. 443.
- 5) 細井, 沢登, 湯川; 本誌, No. 24 (1957-5), p. 65.