ボロンを含むアルミニウム合金の再結晶について*

久 笠 敏**

Satoshi Kugasa: On the Recrystallization of Aluminium Alloys Containing Boron.

The effect of addition of boron or simultaneous additions of boron and titanium on the recrystallization behaviour of cold rolled Al, Al-2% Mg and Al-2% Cu alloys has been studied by means of hardness measurement and microscopy. The results obtained were as follows: (1) The recrystallization temperature in Al and Al-Mg alloy lowered gradually in a slight degree with the increase of the amount of alloying boron till the content reached a certain critical amount, as shown in Table 2. When the content of boron is larger than this critical value, however, the recrystallization temperature becomes almost constant. (2) The size of the recrystallized grains become progressively finer with addition of more boron till the content reaches 0.04~0.05% in Al, Al-Mg and Al-Cu alloys, and also about 0.01% in Al-Ti alloy. In the specimens with boron of more than this content, however, the recrystallized grains are fairly fine and almost constant against the change of final annealing temperature as well as cold-rolling reduction of more than medium degree, also free of influence from the variation of the preliminary annealing temperature. (3) A simultaneous addition of boron and titanium together refines the recrystallized grains of Al more than the addition of boron alone. (4) The recrystallization diagrams for Al-B, Al-Mg-B, Al-Cu-B and Al-Ti-B alloys have been determined, as shown in Fig.3, Fig.4, Fig.5 and Fig.6.

(Received May 18, 1959)

I. 緒 言

Al および Al 合金に B を添加すると鑄造組織を著しく微細化し、さらに B を Ti と共に添加するときは、微細化に一そう効果のあることはよく知られている⁽¹⁾⁽²⁾⁽³⁾。しかしながら冷間加工後の再結晶に及ぼす影響についての研究は少い⁽⁴⁾⁽⁵⁾。よつて Al, Al-Mg, Al-Cu 合金に B を、また Al に B を Ti と共に添加して、再結晶温度に及ぼす B の影響および B 添加量を変化した時の圧延率-焼鈍温度-再結晶粒度の関係を得るための研究を行った。

II. 実験方法

試料の製作に使用した原料の純度は、Al, Mg は 99.9%, Cu は 99.99%, Ti は 99.5% である。Al-B 合金は B を約 0.005~0.1% の範囲内に 7 種類、Al-Mg-B, Al-Cu-B 合金はそれぞれ Mg 或いは Cu を 2% に一定とし、B 約 0.005~0.07% 範囲内の 6 種類、Al-Ti-B 合金は Ti を 0.02 および 0.04% に一定とし、B 約 0.001~0.015% 範囲内の 2 および 4 種類を選んだ。B の添加には、硼砂を Al 熔湯に添加して熔製した B 0.048, 0.16 或いは 0.45% の Al-B 母合金によつた。試料の化学組成は Table 1 に示す通りである。鑄塊の製作に際しての熔

解温度は 740~970°, 鑄込温度は 700×930° であり、17×50×150 mm の常温金型に鑄造した。この鑄塊は 520°, 6

Table 1 Analyses of the alloy tested.

Alloys	Analysis (%)			
	Mg	Cu	Ti	B
Al-0.005B	—	—	—	0.006
Al-0.01 B	—	—	—	0.007
Al-0.02 B	—	—	—	0.017
Al-0.03 B	—	—	—	0.030
Al-0.05 B	—	—	—	0.047
Al-0.07 B	—	—	—	0.069
Al-0.10 B	—	—	—	0.084
Al-2 Mg	2.29	—	—	—
Al-2 Mg-0.005 B	2.21	—	—	0.006
Al-2 Mg-0.01 B	2.12	—	—	0.012
Al-2 Mg-0.02 B	2.26	—	—	0.023
Al-2 Mg-0.03 B	2.16	—	—	0.028
Al-2 Mg-0.05 B	2.15	—	—	0.054
Al-2 Mg-0.07 B	2.20	—	—	0.060
Al-2 Cu	—	2.10	—	—
Al-2 Cu-0.005 B	—	2.19	—	0.002
Al-2 Cu-0.01 B	—	2.14	—	0.009
Al-2 Cu-0.02 B	—	2.13	—	0.019
Al-2 Cu-0.03 B	—	2.01	—	0.032
Al-2 Cu-0.05 B	—	2.11	—	0.057
Al-2 Cu-0.07 B	—	2.05	—	0.076
Al-0.02 Ti	—	—	0.016	—
Al-0.02 Ti-0.001B	—	—	0.018	0.001
Al-0.02 Ti-0.005B	—	—	0.019	0.005
Al-0.04 Ti	—	—	0.035	—
Al-0.04 Ti-0.001B	—	—	0.037	0.001
Al-0.04 Ti-0.005B	—	—	0.036	0.005
Al-0.04 Ti-0.010B	—	—	0.036	0.010
Al-0.04 Ti-0.015B	—	—	0.035	0.013

** 広島大学工学部

* 1958 年 10 月本会名古屋大会および 1959 年 4 月本会東京大会に一部発表

(1) A.Cibula: J.Inst. Metals, **76**(1949), 321; **80**(1952), 1.

(2) H.Bernstein: Trans. AIME, **204**(1954), 603.

(3) 池野, 島: 本誌, **18**(1954), 123.

(4) 柳沢, 中村: 1955 年 4 月本会東京大会に発表.

(5) Thomas, Fowler: J.Inst. Metals, **75**(1948), 941.

hr の均熱を行った後 2 分し、一部は化学分析試料、他の部は圧延試料とした。板の製作には、まず熱間圧延により

5 mm 厚 (圧延温度約 500~350°), ついで冷間圧延により 2.5 mm 厚とし, 切半して一部は 350°, 他の部は 550°, 3 hr の中間焼鈍を行つた. 最後にこの 2.5 mm の板に圧延率 3, 6, 10, 20, 30, 50 および 80 % の冷間圧延を行つた. この各種の圧延率の板から 15 mm 角の試片をぎり出し, 塩浴中において 550° までの種々の温度に 30 min 間加熱して再結晶の様子を調べた. 再結晶粒度の測定には, 王水によって腐蝕して得られたマクロ組織および磷酸での電解研摩による顕微鏡組織から, 切断法により結晶粒の平均直径を求めた. 再結晶温度の決定には, 30 min 間焼鈍後の試料の硬度変化および顕微鏡組織の変化によつた.

III. 実験結果

1. 再結晶温度

再結晶開始温度は硬度測定による軟化曲線においては急激に軟化を開始する温度, 顕微鏡組織においては微小結晶粒の生ずる温度とし, 再結晶終了温度は軟化曲線にお

Fig.1 Curves of hardness against annealing temperature for Al-B sheet, preliminary annealed at 350°, cold rolled 50%, and finally annealed for 30 min.

温度を一括して示した. これらの実験値から次のような事項を指摘することができる.

(1) Al-B 系合金では, 再結晶開始温度および終了温度ともに B 含有量の増加と共にやゝ降下し, 開始温度は B 0.047~0.069 % において約 170°, 終了温度は B 0.030~0.047 % において約 280° の最低を示すが, さらに B を増加しても概ね変化は認められない.

(2) Al-Mg-B 系合金においても, 再結晶開始および終了温度ともに B 含有量の増加と共にやゝ降下し, 開始温度は B 0.028~0.054 % において約 190°, 終了温度は B 0.023~0.028 % において約 300° の最低となるが, さらに

B を増加しても殆んど変化はない.

(3) Al-Cu-B 系および Al-Ti-B 系合金においては,

Fig.2 Curves of hardness against annealing temperature for Al-Mg-B sheet, preliminary annealed at 350°, cold rolled 50% and finally annealed for 30 min.

再結晶開始温度および終了温度ともに B 含有量による影響は殆んど認められず, ほぼ一定である.

2. 再結晶図

Fig.3, 4, 5 お

よび 6 はそれぞれ Al-B 系, Al-Mg-B 系, Al-Cu-B 系および Al-Ti-B 系合金において, B 含有量の変化と共に中間焼鈍温度を 350° および 550° に変化した時の再結晶粒度に及ぼす圧延率

Table 2 Initial and final temperature of recrystallization of cold rolled specimens. The preliminary annealing temperature is 350° and the rate of reduction by rolling is 50%.

Specimens		Recrystallization temperature (°C)	
System	B (%)	Initial	Final
Al-B	0	~ 200	~ 310
	0.006	~ 190	~ 300
	0.007	~ 190	~ 300
	0.017	~ 190	~ 300
	0.030	~ 190	~ 290
	0.047	~ 180	~ 280
	0.069	~ 170	~ 280
	0.084	~ 170	~ 280
Al-Mg-B	0	~ 220	~ 330
	0.006	~ 220	~ 330
	0.012	~ 210	~ 320
	0.023	~ 210	~ 310
	0.028	~ 200	~ 300
	0.054	~ 190	~ 300
	0.060	~ 190	~ 300
Al-Cu-B	0~0.076	~ 190	~ 280
Al-0.02Ti-B	0~0.005	~ 200	~ 320
Al-0.04Ti-B	0~0.013	~ 200	~ 320

および焼鈍温度の関係を求めた実験結果を総括した再結晶図である. Table 3 はこれら各種合金の再結晶粒度を得るに際しての initial grain size すなわち最終冷間圧延前に行つた中間焼鈍後の結晶粒度を示した. Table 4 には各種合金について, 圧延率 50 % の時の焼鈍温度による再結晶粒度を示した. これらの再結晶図から明らかなよう

に、化学成分一定の合金の再結晶粒度は、一定焼鈍温度の時は圧延率の増加と共に微小となり、一定圧延率の時は焼

Al-Mg-B 系, Al-Cu-B 系合金では B 約 0.04~0.05%, Al-Ti-B 系合金では B 約 0.01% 含有するに到ると, 中

Fig.3 Recrystallization diagram of the aluminum-boron alloys.

鈍温度の上昇と共に粗大になるという法則が適用されると共に、さらに次の諸事実を指摘することができる。

1. 中間焼鈍温度が一定の場合、再結晶粒度に及ぼす B 含有量の影響は次のように要約される。

(1) B 含有量の増加とともに、再結晶粒度は圧延率および焼鈍温度の全般にわたって小さくなるが、Al-B 系, Al-Mg-B 系および Al-Cu-B 系合金では B 約 0.04~0.05% 以上, Al-Ti-B 系合金では B 約 0.01% 以上を含有すると、中程度以上の圧延率においては著しい変化は認められない。

Fig.4 Recrystallization diagram of the aluminum-magnesium-boron alloys.

(2) 焼鈍温度が低い場合は、B 含有量にかかわらずほぼ同大の再結晶粒が得られるが、焼鈍温度が高くなると B 含有量の増加と共に再結晶粒は顕著に小さくなり、Al-B 系、

Fig.5 Recrystallization diagram of the aluminum-copper-boron alloys.

程度以上の圧延率においては、焼鈍温度にかかわらず 0.03~0.06 mm 程度のほぼ均一な再結晶粒度となる。しかしそれ以上の B を添加しても著しい変化は認められない。

2. 中間焼鈍温度を変化した場合の影響については次のように要約される。

(1) 焼鈍温度が低い時は、中間焼鈍温度の高低にかかわらず、中程度以上の圧延率の再結晶粒度には著しい差異は生じない。

(2) 焼鈍温度が高くなると、Al-B 系, Al-Mg-B 系、

Fig.6 Recrystallization diagram of the aluminum-titanium-boron alloys.

Al-Cu-B 系合金においては B 0.04~0.05% まで、Al-Ti-B 系合金においては B 約 0.01% までは、B 含有量一定の場合には、中間焼鈍温度が高いほど再結晶粒度はか

Table 3 Initial grain size caused from various preliminary annealing temperature.

Alloys	Initial grain size mm after preliminary annealed at	
	350°	550°
Al-0.006 B	0.03	0.21
Al-0.007 B	0.03	0.21
Al-0.017 B	0.03	0.18
Al-0.030 B	0.03	0.15
Al-0.047 B	0.03	0.05
Al-0.069 B	0.03	0.04
Al-0.084 B	0.03	0.04
Al-2.29 Mg	0.03	0.18
Al-2.21 Mg-0.006 B	0.02	0.18
Al-2.12 Mg-0.012 B	0.02	0.15
Al-2.26 Mg-0.023 B	0.02	0.11
Al-2.16 Mg-0.028 B	0.02	0.08
Al-2.15 Mg-0.054 B	0.02	0.05
Al-2.20 Mg-0.060 B	0.02	0.05
Al-2.10 Cu	0.03	0.23
Al-2.19 Cu-0.002 B	0.03	0.20
Al-2.14 Cu-0.009 B	0.03	0.18
Al-2.13 Cu-0.019 B	0.03	0.13
Al-2.01 Cu-0.032 B	0.03	0.10
Al-2.11 Cu-0.057 B	0.03	0.06
Al-2.05 Cu-0.076 B	0.02	0.05
Al-0.016 Ti	0.05	0.10
Al-0.018 Ti-0.001 B	0.05	0.08
Al-0.019 Ti-0.005 B	0.03	0.06
Al-0.035 Ti	0.05	0.09
Al-0.037 Ti-0.001 B	0.04	0.09
Al-0.036 Ti-0.005 B	0.04	0.06
Al-0.036 Ti-0.010 B	0.04	0.06
Al-0.035 Ti-0.013 B	0.03	0.05

なり粗大となるが、B をこれ以上に含有する時は、中間焼鈍温度に関係なく、中程度以上の圧延率の再結晶粒度はほぼ一定にして微細となる。

3. Al に B を Ti と共に同時に添加する時は、B を単独に同一量添加する時よりも、再結晶粒度は著しく微細となる (Table 4 参照)。

これを要するに、Al および Al-Mg, Al-Cu 合金の再結晶粒度に及ぼす B の影響としては、B 含有量約 0.04~0.05% までは B 添加量の増加と共に再結晶粒度は著しく小さくなるが、なお圧延率および最終焼鈍温度或いは中間焼鈍温度の変化によってかなり差異が認められる。しかし B をそれ以上添加する時は、中程度以上の圧延率においては、これらの変化に関係なく始終は一定にしてかつ微細な再結晶粒が得られる。さらに Al に B を Ti と共に同時に添加する時は再結晶粒は一そう顕著に微小となり、B 約 0.01% においてすでにほぼ一定にして微細な再結晶粒となる。

IV. 総 括

Al, Al-2% Mg および Al-2% Cu 合金に 0.005~0.1% の B を、また Al に 0.001~0.015% の B と共に 0.02~0.04% の Ti を同時に添加して、冷間圧延後の再結晶現象に及ぼす B の影響を調べた。得られた結果を総括すると次のようになる。

(1) Al および Al-Mg 合金においては、B 含有量の増加と共に再結晶温度はやゝ低下する。しかしそれも Al では再結晶開始温度は B 約 0.05~0.07%, 終了温度は B 約 0.03~0.05% までであり、Al-Mg 合金ではそれぞれ B

Table 4 Recrystallized grain size of the alloys.

Alloys	Grain size mm after										
	Preliminary annealed at 350°, cold rolled 50% and finally annealed at						Preliminary annealed at 550° cold rolled 50% and finally annealed at				
	300°	350°	400°	450°	500°	550°	350°	400°	450°	500°	550°
A1-0.006 B	0.03	0.04	0.05	0.06	0.07	0.10	0.01	0.07	0.10	0.15	0.19
A1-0.007 B	0.03	0.04	0.05	0.05	0.07	0.10	0.04	0.07	0.10	0.16	0.19
A1-0.017 B	0.03	0.04	0.04	0.05	0.06	0.06	0.04	0.07	0.08	0.09	0.10
A1-0.030 B	0.03	0.03	0.03	0.05	0.04	0.06	0.04	0.04	0.04	0.06	0.08
A1-0.047 B	0.02	0.02	0.03	0.04	0.04	0.05	0.03	0.04	0.04	0.04	0.05
A1-0.069 B	0.02	0.02	0.03	0.04	0.04	0.04	0.03	0.03	0.03	0.03	0.05
A1-0.084 B	0.02	0.02	0.03	0.03	0.04	0.04	0.03	0.03	0.03	0.04	0.05
A1-2 29 Mg	0.02	0.03	0.03	0.04	0.07	0.12	0.03	0.04	0.05	0.07	0.12
A1-2.21 Mg-0.006 B	0.02	0.03	0.03	0.04	0.06	0.10	0.03	0.04	0.05	0.07	0.11
A1-2.12 Mg-0.012 B	0.02	0.03	0.03	0.03	0.06	0.07	0.03	0.04	0.05	0.06	0.08
A1-2.26 Mg-0.023 B	0.02	0.03	0.03	0.04	0.04	0.06	0.03	0.04	0.03	0.05	0.08
A1-2.16 Mg-0.028 B	0.02	0.02	0.02	0.03	0.04	0.05	0.02	0.03	0.03	0.04	0.06
A1-2.15 Mg-0.054 B	0.02	0.02	0.02	0.02	0.03	0.03	0.02	0.03	0.03	0.04	0.05
A1-2.20 Mg-0.060 B	0.02	0.02	0.02	0.02	0.03	0.03	0.02	0.03	0.03	0.04	0.05
A1-2.10 Cu	0.02	0.03	0.04	0.05	0.07	0.11	0.03	0.05	0.05	0.07	0.13
A1-2.19 Cu-0.002 B	0.02	0.03	0.03	0.05	0.07	0.11	0.03	0.04	0.05	0.07	0.11
A1-2.14 Cu-0.009 B	0.02	0.03	0.04	0.05	0.06	0.11	0.03	0.04	0.06	0.08	0.11
A1-2.13 Cu-0.019 B	0.02	0.02	0.04	0.04	0.05	0.07	0.03	0.04	0.05	0.05	0.08
A1-2.01 Cu-0.032 B	0.02	0.02	0.04	0.04	0.05	0.06	0.03	0.03	0.04	0.05	0.06
A1-2.11 Cu-0.057 B	0.02	0.03	0.03	0.04	0.04	0.04	0.03	0.03	0.04	0.04	0.05
A1-2.05 Cu-0.076 B	0.02	0.02	0.03	0.03	0.04	0.04	0.03	0.03	0.03	0.04	0.05
A1-0.016 Ti	0.03	0.04	0.04	0.06	0.07	0.11	0.04	0.05	0.07	0.09	0.12
A1-0.018 Ti-0.001 B	0.03	0.04	0.05	0.05	0.07	0.11	0.04	0.06	0.07	0.08	0.13
A1-0.019 Ti-0.005 B	0.03	0.04	0.04	0.05	0.06	0.07	0.04	0.05	0.05	0.08	0.09
A1-0.035 Ti	0.03	0.04	0.05	0.06	0.07	0.11	0.04	0.06	0.06	0.08	0.12
A1-0.037 Ti-0.001 B	0.03	0.04	0.04	0.05	0.07	0.09	0.04	0.05	0.06	0.07	0.11
A1-0.036 Ti-0.005 B	0.03	0.04	0.05	0.05	0.06	0.07	0.04	0.05	0.06	0.07	0.10
A1-0.036 Ti-0.010 B	0.03	0.04	0.04	0.05	0.06	0.06	0.04	0.05	0.05	0.06	0.06
A1-0.035 Ti-0.013 B	0.03	0.04	0.04	0.05	0.05	0.06	0.04	0.05	0.05	0.05	0.06

約 0.03~0.05% および約 0.02~0.03% までであつて、これ以上さらに B を添加しても殆んど差異は認められない。

(2) Al-Cu 合金に B を添加するも、或いは Al に B と Ti を同時に添加しても、いずれの場合においても再結晶温度の変化は殆んど認められない。

(3) Al-B 系, Al-Mg-B 系, Al-Cu-B 系合金ともに, B 含有量の増加と共に再結晶粒度は著しく微細となる。しかしそれも B 約 0.04~0.05% が限度であり、それ以上の B を添加するも顕著な差異は認め難い。

(4) Al-B 系, Al-Mg-B 系, Al-Cu-B 系合金ともに B を約 0.04~0.05% 以上添加する時は、中程度以上の圧延率において、圧延率、最終焼鈍温度および中間焼鈍温度の変化にかゝわりなくつねに 0.02~0.05 mm 程度の比較

的均一にして微細な再結晶粒が得られる。

(5) Al に B を Ti と共に添加する時は、B を単独に同一量添加する時よりも、再結晶粒は著しく微小となり、B 含有量約 0.01% 以上においてすでに、中程度以上の圧延率の再結晶粒度は、圧延率、最終焼鈍温度および中間焼鈍温度の変化に関係なく、0.03~0.06 mm 程度のかかなり微細なものとなる。

(6) Al-B 系, Al-Mg-B 系, Al-Cu-B 系, Al-Ti-B 系合金の再結晶図を求めて 'Fig.3, Fig.4, Fig.5 および Fig.6 を得た。

終りに、この研究の実施にあたつて、始終御指導と御鞭撻をいただいた恩師東北大学教授大日方一司先生に厚く謝意を表します。