技 術 論 文

アルミニウム焼鈍板の再結晶聚合組織と異方性におよぼす 鋳塊予備加熱の影響について*

網 谷 俊 男**

Toshio Amitani: On the Effect of Preheating Conditions on the Recrystallization Texture and Anisotropic Properties of Annealed Aluminium Sheets.

The problem of the anisotropic properties of aluminium sheets is regarded as of great importance to makers because of the "earing" phenomena which occur during deep drawing. Experiments were carried out to study the effect of preheating ingots on the anisotropy and recrystallization texture of the annealed aluminium sheets. By the present investigation the following results were obtained: (1) In the aluminium sheet which was hot-and cold-rolled from the ingot without any intermediate annealing treatment, the recrystallization texture and the anisotropy of the annealed sheet depend on the preheating temperature and time before rolling. (2) The above effect of preheating was not observed in high purity aluminium, but in commercial aluminium. This implies that the effects are concerned with the impurity elements in the aluminium ingots. (3) When a commercial purity aluminium ingot was preheated and rolled the recrystallization texture of the annealed sheet retained most of the main component of the rolling texture (123) $[1\bar{2}1]$, and this results in a 45° earing by deep drawing. When the ingot was not preheated, the second orientation (100) $[001]$ appeared and a 90° earing was observed. (4) It was revealed by microscopic observation and electric resistance measurement that the precipitation of impurities is introduced by the preheating treatment of the ingot. It may be possible to conclude that the changes in the anisotropy and the recrystallizing texture are induced by the precipitation of the impurities when the ingot is preheated.

(Received June 30, 1960)

I. 結 言

アルミニウムは圧延されると (110) $[11\bar{2}]$ または (123) $[1\bar{2}1]$ の圧延聚合組織 (rolling texture) を発生し、これによつて諸性質に異方性が現われることはかなり以前から知られていた^{(1)・(3)}。最近になつてこれらの圧延聚合組織を有する圧延板を焼鈍して再結晶聚合組織 (recrystallization texture) にした場合の詳細な研究が行われるようになった。この再結晶聚合組織とその焼鈍以前の圧延聚合組織との関係については Beck, Hu⁽⁴⁾ の研究があり、(123) $[1\bar{2}1]$ の方位を有する結晶が $[111]$ 軸である角度回転して (100) $[001]$ の再結晶聚合組織となることを極点図 (pole figure) で示している。圧延聚合組織によつてアルミニウム板の諸性質の異方性が現われると同様に、再結晶聚合組織によつても異方性が現われるが、就中深絞り加工の時に現

われる“耳” (earing) の発生に関して最も敏感である。聚合組織と耳の発生条件との相関性については麻田⁽⁵⁾、山口⁽⁶⁾、前田⁽⁷⁾、畑⁽⁸⁾の研究があり、また Aust, Morrel⁽⁹⁾ は Hill の塑性変形の理論から論じている。これらによれば、(110) $[11\bar{2}]$ 、(123) $[1\bar{2}1]$ の主方位で示される聚合組織を有するものは、圧延方向に対して 45°、135°、225°、315° の 4 ケの耳を発生し、また (100) $[001]$ で示される聚合組織を有するものは圧延方向に対して 0°、90°、180°、270° の 4 ケの耳を発生する事が判つた。この結果再結晶聚合組織の中でも圧延聚合組織に発生した (110) $[11\bar{2}]$ 、(123) $[1\bar{2}1]$ を比較的多量に残留し、再結晶の際発生する (100) $[001]$ を比較的少なく有するものもは深絞り加工で 45° の耳を発生する。これと反対に大部分 (100) $[001]$ の優越方位を有する焼鈍板は 90° の耳が発生することが示されている。畑⁽⁸⁾によれば異方性の殆んどないもの、すなわち耳の発生しないアルミニウム焼鈍板はその再結晶聚合組織が (110) $[11\bar{2}]$ 、(123) $[1\bar{2}1]$ と (100) $[001]$ を適度に含有するものであることを示した。これらの再結晶聚合組織の違いがアルミニウム焼

** 住友軽金属工業株式会社研究部

* 1959 年 11 月本会大阪大会に発表

- (1) E. A. Owen and G. D. Preston: Proc. Phys. Soc., **38** (1925), 132.
- (2) G. Wasserman: *Texture Metallischer Werkstoffe*, (1939).
- (3) H. Hu, P. R. Sperrey and P. A. Beck: J. Metals, **4** (1952), 76.
- (4) P. A. Beck and H. Hu: Trans. AIME, **188** (1950), 1215.

(5) 麻田, 小池: 軽金属, No. 5 (1952), 35.

(6) 山口, 中村, 堀山: 軽金属, No. 2 (1952), 56.

(7) 前田, 渡辺: 日本金属学会秋期大会講演概要, (1951).

(8) 畑, 竹内: 本誌, **18** (1954), 371.

鈍板の異方性の違いとなつて現われるのであるが、この再結晶聚合組織の違いは何が原因となつて現われるのであろうか。この点についての研究は比較的少なく詳細を知るに充分ではない。原因がアルミニウム焼鈍板を製造する際の製造因子に関するものとしての研究は、Spillet⁽¹⁰⁾, Hug⁽¹¹⁾, Sieble⁽¹²⁾, Thorley⁽¹³⁾, 畑⁽⁸⁾らの研究があり、また原因がアルミニウム焼鈍板に含有する不純物に関するものとしての研究は最近 Bunk⁽¹⁴⁾のものがある。

これらの研究の中でもアルミニウム鋳塊の圧延前の予備加熱の影響について一応調査は行われているものもあるが、詳細を知るには不十分と思われる点が多いので、この点についての研究を行った。

II. 実 験 方 法

試料は99.5%程度の純度を有するアルミニウムの連続鋳造法によつて作った約200 kg (750×250×396 mm) 鋳塊、および99.0%, 99.9%程度の純度を有するアルミニウムの傾注法によつて作った約2 kg (150×170×27 mm) 鋳塊を使用した。Table 1に試料の分析値を示す。200 kg

Table 1 Chemical composition of specimens.

	No.	Cu	Si	Fe	Zn	Mg	Mn	Ti	Al
C.C.P.	1	0.018	0.16	0.37	0.014	0.001	0.01	0.01	99.4
P.M.	2	0.027	0.17	0.59	0.014	0.004	0.01	tr.	99.1
	3	0.002	0.06	0.004	0.009	0.006	tr.		99.97

の連続鋳造法によつて作った鋳塊からは Fig. 1 に示すような要領で試料を切出し100×200×25 mmの寸法のものを選択した。これらの表面を切削して約20 mmとし、

Table 2で示す温度および時間で予備加熱を行い、一旦常温に空冷し再び全部400°に加熱しその温度で約10 mmまで圧延加工した。途中で焼鈍することなく常温で圧延して1 mmの板に仕上げた。完成したアルミニウム圧延板を350°で1時間焼鈍した後、X線によつて聚合組織の検討を行い円錐型ダイ

Fig. 1 Extraction method of specimen.

Table 2 Preheating condition of aluminium ingots.

Temperature	400°	450°	500°	550°	600°
Time	0	8 hr	24 hr	96 hr	

ス(Conical dies)による深絞り試験を行った。圧延方向に対して45°, 135°, 225°, 315°の4ヶの耳を発生したものを

(9) K.T.Aust and F.R.Morrel: J.Metal, **3**(1953), 431.

(10) E.E.Spillet: J.Metal, **1**(1943), 149.

(11) H.Hug: Metall, **9**(1955), 176.

(12) G.Sieble: Metall, **6**(1952), 529.

(13) R.T.Thorley: J.I.M., **86**(1957~58), 353.

(14) Wolfgang Bunk: Z.Metall., **50**(1959), 218.

45°耳とし、また0°, 90°, 180°, 270°の4ヶの耳を発生したものを90°耳とした。異方性の強弱に関しては Fig. 2に

$$E.H. (\text{mean ear height}) = \frac{(v_1 + v_2 + v_3 + v_4) - (h_1 + h_2 + h_3 + h_4)}{4}$$

Fig. 2 Measurement of earing.

示するような方法で高さを測定しこの平均値をもつて耳の高さとし異方性の強弱とした。

III. 実 験 結 果 と 考 察

温度を400~550°の各温度に保持し、時間を1hr~96hrの間に变化して鋳塊を加熱して予備加熱条件の異なる種々の鋳塊を作った。予備加熱後空冷し再び400°に加熱しその温度で約10 mmまで圧延し空冷後すぐ1 mmまで常温で圧延し、350°で1 hr 焼鈍後その異方性を調査した。

Fig. 3に得られた結果を示す。

Fig. 3 Earing of annealed commercial-purity aluminium sheet, showing effect of preheating temperature. Continuous casting ingot.

すなわち横軸に鋳塊予備加熱温度を示し、縦軸に異方性を示してある。図から判るように500°で3hr以上予備加熱を行ったものから作った焼鈍板は45°の耳を発生するにも拘らずそれ以下の温度、例えば450°の場合は96hrの鋳塊予備加熱を行つても90°の耳を発生している。すなわち鋳塊予備加熱は焼鈍板の異方性を支配する重要な因子であることが判った。

次に高純度アルミニウム(99.9%)および普通純度アルミニウム(99.0%)の傾注法によつて作った鋳塊に予備加熱を行つて上記の影響について調査した結果を Fig. 4に示した。横軸に500°における鋳塊の予備加熱時間を示し、縦軸に異方性、すなわち深絞りの際発生する耳の発生方向が示してある。普通純度のアルミニウム鋳塊は連続鋳造法、傾注法によらず500°で約2 hr以上の予備加熱を鋳塊に加えることによつてそれから作られた焼鈍板は45°の耳が発生するように変化する。しかし高純度アルミニウムは鋳塊の予備加熱に殆んど影響なく、その焼鈍板は90°の耳を発生していることが判る。この事実は予備加熱は比較的不純物を多く含有する普通純度アルミニウムの鋳塊に行うことによつて始めてその焼鈍板の異方性に影響し、高純度アルミ

ニウムのように不純物含有量の少ない鋳塊は予備加熱によつては影響されないことが判つた。Photo. 1 に鋳塊予備加

Fig. 4 Earing of annealed high and commercial-purity aluminium sheets, showing effect of preheating time at 500°.

Photo. 1 17mm dia cups drawn from 40mm blanks, showing 45°-earring (left) and 90°-earring (right).

熱によつて最終焼鈍板の異方性が変化し、その結果異なつた方向の耳を有する普通純度アルミニウム焼鈍板の深絞加工後の状態を示した。

緒言において述べたように諸研究の結果によれば深絞試験における耳の発生様式は試料の結晶学的聚合組織によつて支配されるものと考えられるので、上記の鋳塊予備加熱によつて異なつた方向に耳を発生した試料の極点図をX線で決定した。試料は両側より硝酸、塩酸、弗酸の混合液で腐蝕し 0.5 mm とした。圧延方向およびこれと直角方向を軸としてX線を入射せしめ、入射方向に対して 15° づつ傾

Fig. 5 (111) pole figure of 90 percent rolled aluminium sheet made from the ingot preheated at 520° in 8 hr. The positions of (123), [121] are indicated by Δ.

斜を変え、一定位置に固定されたガイガー計数管によつて回折されたX線の強度を決定した。測定範囲は第1象限のみで対称法によつて全体を作図した。圧延板の聚合組織を表現した極点図をFig. 5およびFig. 6に示した。圧延のままでは鋳塊予備加熱の影響は認められず、略々同一の極点図が得られ、Beck, Hu⁽⁴⁾の結果と一致している。この試料を 350° で 1 hr 焼鈍したもの、すなわち Fig. 4 で示したように再結晶聚合組織の違いから異方性が違つて 45° または 90° の耳の発生したものの極点図をFig. 7, 8に示した。これによると両試料の間にはかなりの差が現われている。すなわち Fig. 7 の予備加熱を行つたものに比較してFig. 8 の予備加熱を行わないも

の方が圧延聚合組織で代表された(123), [121] 以外の第二の新しい方位の強度が大である。この方位は(100), [001]

Fig. 6 (111) pole figure of 90 percent rolled aluminium sheet made from the ingot not preheated. The positions of (123), [121] are indicated by Δ.

Fig. 7 (111) pole figure of annealed aluminium sheet made from the ingot preheated at 520° in 8 hr. The positions of (123), [121] are indicated by Δ and (100), [001] are indicated by □.

Fig. 8 (111) pole figure of annealed aluminium sheet made from the ingot not preheated. The positions of (123), [121] are indicated by Δ and (100), [001] are indicated by □.

アルミニウム焼鈍板においては耳の発生方向に変化がない事実と対応するものと考えられる。またこの組織の変化は高純度アルミニウム鋳塊において認められない点から、含有せられる不純物元素、主に鉄、硅素の挙動と思われる。これらの鉄、硅素はアルミニウム鋳造の際の凝固期においてアルミニウムと金属間化合物を作つて大部分第2相として現われるが、鋳造の際の冷却速度が鋳塊が薄く速いのでな

の方位として近似出来るものと考えられる。鋳塊予備加熱は最終焼鈍板の再結晶聚合組織の優越方位に圧延聚合組織の優越方位を多く残留せしめる効果があり、その結果 45° の耳を発生するような異方性をもたらしめることが判つた。

次に鋳塊予備加熱は鋳塊そのものに如何なる変化を与えるかについて検討を加えた。Photo. 2~4 に高純度アルミニウム鋳塊および普通純度アルミニウム鋳塊を 520° において予備加熱した際の時間的な組織変化を示した。普通度アルミニウムの組織は時間の経過と共に粒内が粒界から変化して 8 hr を経過すると粒内全体に変化が拡がっていることが観察出来る。これに反し高純度アルミニウムは全く変化がない。これは普通純度のアルミニウム焼鈍板の耳がその鋳塊予備加熱によつて 90° の方向から 45° の方向に変わるのに反し、高純度アル

お過飽和の状態にあると考えられる⁽¹⁵⁾⁽¹⁶⁾。鋳塊予備加熱によつてこの過飽和の状態に変化が生ずるものと推察され

(a) not preheated (b) 520°, 1hr (c) 520°, 8hr
Photo.2 Microstructure of high-purity aluminium ingot (chill cast) preheated at 520° in various time. ($\times 100 \times 2/3$)

(a) not preheated (b) 520°, 1hr (c) 520°, 8hr
Photo.3 Microstructure of commercial-purity aluminium ingot (chill cast) preheated at 520° in various time. ($\times 100 \times 2/3$)

(a) not preheated (b) 520°, 1hr (c) 520°, 8hr
Photo.4 Microstructure of commercial-purity aluminium ingot (continuous casting) preheated at 520° in various time. ($\times 100 \times 2/3$)

るが、変化をさらに詳細に調査する目的で予備加熱による鋳塊の電気抵抗の変化を調査した。予備加熱を適当に行つた鋳塊をその温度から水中に焼入れし $3 \times 3 \times 200$ mm に切削して測定した。得られた結果を Fig. 9 に示す。図が示すように高純度アルミニウム鋳塊の電気抵抗には鋳塊予備加熱によつて変化がないが、これに比較して普通純度のアルミニウム鋳塊は 500° 近傍の加熱で電気抵抗は減少し 640° 近傍の加熱で再び増大している。500° 近傍の加熱による電気抵抗の低下はこの温度における加熱によつて鋳塊の際に急冷されて出来た過飽和の状態⁽¹⁵⁾⁽¹⁶⁾からの不純物元素の析出が起つたものと考えられる。そして 400° で電気抵抗がわずかしき低下してないのはこの加熱時間においては 400° では完全に析出せしめるのに未だ不充分的温度であるためと考えられる。また 640° で抵抗が再び

増大しているのは析出物が再溶解したためであろう (Edger⁽¹⁷⁾によると平衡状態で鉄のアルミニウム中への固溶度

Fig.9 The effect of preheating on the electrical resistivity of aluminium ingot (chill cast). Specimens are quenched in water from each temperature and then measured.

は 655° で 0.052%, 500° で 0.006% である)。この測定試料の組織を Photo.5 に示した。この写真において 630°, 400° において加熱したものに比較して 520° において加熱した試料の方が結晶粒内に析出物が多いように見受けられる。

以上の事実から予備加熱は鋳塊内に析出を与えるものであることが判つた。もしこの析出物がアルミニウムの最終焼鈍板の異方性に影響するものとすれば、600° 近傍において予備加熱したものはたとえ予備加熱を行つたといえ再固溶化して析出物の量が減少しているので、予備加熱を行つてないアルミニウム鋳塊から出発した焼鈍板の異方性に似なければならない。これを確かめる目的で 600° で 96hr 予備加熱を行つた鋳塊をその温度で 10 mm まで圧延し、以下冷間圧延して 1 mm とした焼鈍板の異方性を調査した。結果は予想した通り 520° 予備加熱のものに比較して高温で、予備加熱したにも拘らず高い 45° の耳は発生せず、すなわち 0~2 mm 程度の高さを有する 0°, 90° の耳を発生する焼鈍板であつた。

以上得られた実験結果に多少の推定を加えて要約すると Table 3 に示すようになる。

IV. 総 括

(a) 400°, 24hr (b) 520°, 24hr (c) 630°, 24hr
Photo.5 Microstructure of commercial-purity aluminium ingot, showing change by preheating. ($\times 100 \times 2/3$)

アルミニウム鋳塊に予備加熱を行つてその焼鈍板の再結晶聚合組織と異方性におよぼす影響を調査し、次のような結果を得た。

(1) 中間焼鈍を行うことなく鋳塊から熱間および冷間圧延されたアルミニウム板の焼鈍後の再結晶聚合組織、および異方性は圧延前の鋳塊予備加熱温度および時間に支配される。

(15) G.Falkenhagen: Z.Metallk., **43**(1952), 69.

(16) A.Roth: Z.Metallk., **31**(1939), 299.

(17) J.K.Edger: Trans. AIME, **180**(1949), 225.

(2) 上記予備加熱の影響は高純度アルミニウムにおいて 45° の耳を発生する。また予備加熱を行わない場合は認められず、普通純度アルミニウムにおいて認められる 第二の方位 (100), [001] が現われ 90° の耳を発生する。

Table 3 Change of physical and anisotropic properties by preheating conditions.

	Preheating temperature	Microstructure of ingot	Electric resistance of ingot	Rolling texture	Recrystallization texture	Anisotropy (easing)
High-purity aluminium (99.9% up)	~650°	not changed	not changed	(123) [1 $\bar{2}$ 1]	(100) [001]	90°
Commercial-purity aluminium (99.0% up)	~400°	not changed	not changed	(123) [1 $\bar{2}$ 1]	(100) [001]	90°
	450~550°	precipitate	decrease	(123) [1 $\bar{2}$ 1]	(123) [1 $\bar{2}$ 1]	45°
	550~650°	resolute	increase	(123) [1 $\bar{2}$ 1]	(100) [001] (123) [1 $\bar{2}$ 1]	90° + 45°

ことから、アルミニウム鑄塊に含まれる不純物元素と関係があることを意味する。

(3) 普通純度アルミニウム鑄塊に予備加熱を加えるとその焼鈍板の聚合組織は圧延聚合組織による主方位 (123), [1 $\bar{2}$ 1] が多く残留するようになり、その結果深絞加工によ

(4) 顕微鏡組織の観察、および電気抵抗の測定結果鑄塊予備加熱を行うと不純物の析出が進行することが判った。異方性および再結晶聚合組織に変化を与える大きな要因の一つとして鑄塊予備加熱による不純物の析出が原因であると推察される。