モリブデンおよびタングステンを含む 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 Molybdenum and Tungsten.

The effect of addition of Mo or W micro powder on the recrystallization behaviour of cold-rolled Al and Al-2% Mg alloy 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 rose slightly with the increase of the amount of added Mo or W till the content reached a certain critical amount, as shown in Table 2. When the content is larger than this critical value, however, the recrystallization temperature became almost constant. (2) The size of the recrystallized grains become progressively finer with addition of Mo or W till the content of Mo or W reaches 0.3~0.5% Mo or W in Al, and 0.05~0.1% Mo or 0.2~0.3% W in Al-Mg alloy. In the specimens with Mo or W 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) The recrystallization diagrams of Al and Al-Mg alloy containing Mo or W have been studied, as shown in Fig.3, Fig.4, Fig.5 and Fig.6.

(Received April 10, 1961)

I. 緒 言

Al および Al 合金に Mo 或いは W の微粒子を添加すると铸造組織を著しく微細化することはよく知られている⁽¹⁾⁽²⁾。しかし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⁽³⁾⁽⁴⁾。よって Al および Al-Mg 合金に Mo 或いは W を添加して、これらの金属の微粒子が再結晶温度に及ぼす影響、および圧延率-焼鈍温度-再結晶粒度の関係を得るための研究を行なった。

II. 実 験 方 法

試料の製作に使用した原料の純度は、Al 99.9%, Mg, Mo および W ともに 99.5% である。Al-Mo 系および Al-W 系合金は Mo 或いは W を約 0.05~0.5% の範囲内に 5 種類、Al-Mg-Mo 或いは W 系合金は Mg 含有量を 2% に一定とし、Mo 或いは W を約 0.05~0.5% の範囲内に 5 種類を選んだ。Mo および W の添加にはこれら金属粉末を Al 溶湯に添加し熔製した Al-0.81% Mo および Al-1.05% W の鋳塊によった。試料の化学組成は Table 1 に示す。

試料用の鋳塊の製作における熔解温度は 740~970°C、鋳込温度は 700~950°C であり、17×50×150 mm の常温金型に鋳造した。鋳塊は 520°C、6 hr の均熱を行なった後二分し、一部は化学分析試料、他の部は圧延試料とした。板の製作には熱間圧延により 5 mm 厚 (圧延温度約 500~400°C)、

ついで冷間圧延により 2.5 mm 厚とし、切半して一部は 400°C 或いは 370°C、3 hr、他部は 550°C、3 hr の中間焼鈍

Table 1 Analysis of the specimens.

Specimens	Analysis (%)		
	Mg	Mo	W
Al-0.05 Mo	—	0.060	—
Al-0.1 Mo	—	0.13	—
Al-0.2 Mo	—	0.20	—
Al-0.3 Mo	—	0.34	—
Al-0.5 Mo	—	0.55	—
Al-2 Mg	2.19	—	—
Al-2 Mg-0.05 Mo	2.15	0.044	—
Al-2 Mg-0.1 Mo	2.17	0.097	—
Al-2 Mg-0.2 Mo	2.19	0.19	—
Al-2 Mg-0.3 Mo	2.18	0.32	—
Al-2 Mg-0.5 Mo	2.13	0.55	—
Al-0.05 W	—	—	0.05
Al-0.1 W	—	—	0.09
Al-0.2 W	—	—	0.18
Al-0.3 W	—	—	0.30
Al-0.5 W	—	—	0.48
Al-2 Mg-0.05 W	2.10	—	0.04
Al-2 Mg-0.1 W	2.11	—	0.09
Al-2 Mg-0.2 W	2.15	—	0.19
Al-2 Mg-0.3 W	1.98	—	0.32
Al-2 Mg-0.5 W	2.09	—	0.51

を行なった。この 2.5 mm の板に圧延率 3, 6, 10, 20, 30, 50 および 80% の各種の冷間圧延を行ない、この各々の圧延率の板から 15 mm 角の試片を採り、塩浴中において 550°C までの種々の温度に 30 分間加熱して、再結晶の様子を調べた。再結晶粒度の測定には、王水によって腐食して得られたマクロ組織および電解研磨による顕微鏡組織から切断法によって結晶粒の平均直径を求めた。

** 広島大学工学部

* 1959 年 10 月本会大阪大会 および 1960 年 4 月本会東京大会に一部発表

- (1) L.F. Mondolfo and F.A. Crossley: J. Metals, **3** (1951), 114.
- (2) V. De Pierre and H. Bernstein: Iron Age, **20** (1949), 162.
- (3) H. Hushuka and H. Nowotny: Metall, **12** (1958), 6.
- (4) 中村, 松尾, 柳沢: 1955 年 10 月本会東京大会に講演.

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いては急激な軟化の終了する温度、顕微鏡組織においては全体的にほぼ均一な新結晶粒の生ずる温度としたが、各々の測定値は概ね一致した。Fig. 1, 2 はそれぞれ Al に Mo あ

Fig. 1 Curves of hardness against annealing temperature for Al-Mo sheet, preliminary annealed at 400°C, cold rolled 50 %, and finally annealed for 30 min.

Fig. 2 Curves of hardness against annealing temperature for Al-W sheet, preliminary annealed at 400°C, cold rolled 50 %, and finally annealed for 30 min.

るいは W を添加した試片を 400°C 或いは 370°C, 3 hr の中間焼鈍の後、圧延率 50% の冷間圧延を行ない、最後に図

の各温度に 30 分間焼鈍した場合の軟化曲線を示す。Table 2 に軟化曲線と顕微鏡組織から定めた再結晶温度を一括し

Table 2 Initial and final temperature of recrystallization of cold rolled specimens. The preliminary annealing temperature is 400°C (Al-Mo, Al-W specimens) or 370°C (Al-Mg-Mo, Al-Mg-W specimens) and the rate of reduction by rolling is 50%.

Specimens		Recrystallization temperature	
Systems	Mo or W %	Initial	Final
Al-Mo	0	~210	~320
	0.060	~220	~330
	0.13	~230	~350
	0.20	~240	~360
	0.34	~260	~370
	0.55	~260	~370
Al-Mg-Mo	0	~220	~320
	0.044	~220	~320
	0.097	~230	~330
	0.19	~240	~360
	0.32	~240	~360
	0.55	~240	~360
Al-W	0.05	~220	~330
	0.09	~230	~330
	0.18	~230	~330
	0.30	~260	~370
	0.48	~260	~370
Al-Mg-W	0.04	~230	~320
	0.09	~230	~330
	0.19	~250	~350
	0.32	~250	~350
	0.51	~250	~350

て示した。これらの実験値から次のような事項が指摘できる。

(1) Al に Mo あるいは W を添加した場合は、再結晶開始温度および終了温度ともに Mo 或いは W 含有量の増加とともにやや上昇し、Mo 約 0.20~0.34 %, W 約 0.18~0.30 % において開始温度は約 260°C, 終了温度は約 370°C の最高を示すが、さらに Mo 或いは W を増加するも概ね変化はない。

(2) Al-Mg 合金に Mo あるいは W を添加した場合においても再結晶開始および終了温度ともに Mo 或いは W 含有量の増加とともに稍々上昇し、開始温度は Mo 約 0.097~0.19 % において約 240°C, W 約 0.09~0.19 % において約 250°C, 終了温度は Mo 約 0.097~0.19 % において約 360°C, W 約 0.09~0.19 % において約 350°C の最高を示すが、さらに Mo 或いは W を増加しても殆んど変化はない。

2. 再 結 晶 図

Fig. 3, 4, 5 および 6 は Al あるいは Al-Mg 合金に Mo あるいは W を添加した試片において、中間焼鈍温度を低温として 400°C 或いは 370°C および高温として 550°C に変化した時の実験結果を総括した再結晶図である。Table 3 はこれらの再結晶温度を得るにあつての初期結晶粒度を示した。Table 4 には各種試片について、圧延率 50 % のときの焼鈍温度による再結晶粒度を示した。Photo. 1, 2,

3 および 4 は Al-Mg 合金に 0.19 % Mo あるいは 0.32 % W を添加したときの 鋳造のまま および 加工焼鈍後の顕微

(2) 焼鈍温度が低い場合は, Mo 或いは W 含有量にかかわらず略々同大の再結晶粒が得られるが, 焼鈍温度が高

Fig.3 Recrystallization diagram of aluminium containing molybdenum.

Fig.5 Recrystallization diagram of aluminium containing tungsten.

Fig.4 Recrystallization diagram of the aluminium-magnesium alloys containing molybdenum.

Fig.6 Recrystallization diagram of the aluminium-magnesium alloys containing tungsten.

鏡組織を示す。これらの再結晶図および測定結果から, 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 Mo 或いは W 含有量の影響は次のように要約される。

(1) Mo 或いは W 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 に Mo を添加したときは Mo 約 0.3~0.5 % 以上, Al-Mg 合金に Mo を添加したときは Mo 約 0.05~0.1 % 以上, Al に W を添加したときは W 約 0.3~0.5 % 以上, Al-Mg 合金に W を添加したときは W 約 0.2~0.3 % 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。

くになると, 含有量の増加とともに再結晶粒度は顕著に小さくなり, 各系合金ともに (1) 項に示した含有量に到ると, 中程度以上の圧延率においては, 焼鈍温度にかかわらず, 再結晶粒は 0.02~0.05 mm 程度のほぼ均一な粒度となる。しかしそれ以上の Mo 或いは W を添加する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 に Mo を添加したときは

Mo 約 0.3~0.5 % まで, Al-Mg 合金に Mo を添加したときは Mo 約 0.05~0.1 % まで, Al に W を添加したときは

場合には, 中間焼鈍温度が高いほど再結晶粒度はかなり粗大となるが, Mo 或いは W をこれ以上に含有する時は, 中

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

Specimens	Initial grain size mm after preliminary annealed at	
	400°C or 370°C*	550°
Al(99.9 %)	0.05	0.15
Al-0.060 Mo	0.05	0.12
Al-0.13 Mo	0.05	0.08
Al-0.20 Mo	0.04	0.07
Al-0.34 Mo	0.04	0.05
Al-0.55 Mo	0.04	0.05
Al-2.19 Mg	0.03	0.14
Al-2.15 Mg-0.044 Mo	0.03	0.08
Al-2.17 Mg-0.097 Mo	0.04	0.04
Al-2.19 Mg-0.19 Mo	0.03	0.03
Al-2.18 Mg-0.32 Mo	0.03	0.03
Al-2.13 Mg-0.55 Mo	0.02	0.03
Al-0.05 W	0.05	0.08
Al-0.09 W	0.05	0.10
Al-0.18 W	0.05	0.08
Al-0.30 W	0.04	0.07
Al-0.48 W	0.05	0.05
Al-2.10 Mg-0.04 W	0.03	0.13
Al-2.11 Mg-0.09 W	0.03	0.10
Al-2.15 Mg-0.19 W	0.02	0.05
Al-1.98 Mg-0.32 W	0.02	0.04
Al-2.09 Mg-0.51 W	0.02	0.03

* Al-Mo, Al-W specimens have been annealed at 400°C, and Al-Mg-Mo, Al-Mg-W specimens at 370°C.

Photo. 1 Microstructure of Al-2.19% Mg-0.19% Mo casting.
× 100 (× 4)

Photo. 2 Microstructure of Al-2.19% Mg-0.19% Mo sheet(Rate of reduction by rolling: 80%, annealing temperature: 550°C, annealing time: 30 minutes). × 200 (× 4)

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略々一定にして微細となる。

これを要するに Al および Al-Mg 合金の再結晶粒度に及ぼす Mo 或いは W 微粒子の影響としては, Mo 或いは W 添加量の増加とともに再結晶粒度は著しく小さくなるが, 少量添加の時は, 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つてかなりの差異が認められる。しかし各系合金につき先に示した一定限度以上に添加する時

Table 4 Recrystallized grain size of the specimens.

Specimens	Grain size mm after									
	Preliminary annealed at 400°C(Al-Mo, Al-W), or 370°C(Al-Mg-Mo, Al-Mg-W), cold rolled 50% and finally annealed at					Preliminary annealed at 550°C, cold rolled 50% and finally annealed at				
	350°C	400°C	450°C	500°C	550°C	350°C	400°C	450°C	500°C	550°C
Al	0.04	0.05	0.06	0.08	0.12	0.04	0.06	0.08	0.10	0.15
Al-0.060 Mo	0.04	0.05	0.07	0.08	0.09	—	0.07	0.08	0.10	0.13
Al-0.13 Mo	0.04	0.05	0.06	0.06	0.07	—	0.05	0.05	0.08	0.08
Al-0.20 Mo	—	0.06	0.06	0.07	0.06	—	0.06	0.06	0.06	0.07
Al-0.34 Mo	—	0.05	0.04	0.05	0.05	—	0.05	0.05	0.06	0.06
Al-0.55 Mo	—	0.04	0.04	0.04	0.04	—	0.04	0.04	0.04	0.04
Al-2.19 Mg	0.03	0.03	0.04	0.06	0.10	0.03	0.05	0.06	0.08	0.13
Al-2.15 Mg-0.044 Mo	0.03	0.04	0.04	0.05	0.07	0.03	0.04	0.05	0.06	0.09
Al-2.17 Mg-0.097 Mo	0.03	0.03	0.03	0.04	0.03	—	0.04	0.04	0.04	0.04
Al-2.19 Mg-0.19 Mo	—	0.02	0.03	0.03	0.03	—	0.03	0.03	0.03	0.03
Al-2.18 Mg-0.32 Mo	—	0.02	0.02	0.03	0.03	—	0.02	0.02	0.03	0.03
Al-2.13 Mg-0.55 Mo	—	0.02	0.02	0.03	0.03	—	0.02	0.02	0.02	0.02
Al-0.05 W	0.03	0.05	0.05	0.07	0.10	0.04	0.05	0.07	0.11	0.13
Al-0.09 W	0.04	0.05	0.05	0.07	0.10	—	0.05	0.08	0.08	0.13
Al-0.18 W	0.04	0.04	0.05	0.06	0.09	—	0.05	0.06	0.08	0.10
Al-0.30 W	—	0.05	0.05	0.06	0.09	—	0.05	0.06	0.06	0.09
Al-0.48 W	—	0.04	0.05	0.06	0.06	—	0.04	0.04	0.05	0.05
Al-2.10 Mg-0.04 W	0.03	0.03	0.04	0.06	0.08	0.03	0.04	0.05	0.06	0.11
Al-2.11 Mg-0.09 W	0.03	0.03	0.03	0.04	0.05	0.03	0.04	0.05	0.06	0.08
Al-2.15 Mg-0.19 W	0.03	0.02	0.03	0.03	0.04	0.03	0.04	0.04	0.04	0.06
Al-1.98 Mg-0.32 W	0.02	0.03	0.02	0.02	0.04	0.03	0.03	0.04	0.03	0.05
Al-2.09 Mg-0.51 W	0.02	0.02	0.03	0.03	0.03	0.03	0.03	0.03	0.03	0.03

W 約 0.3~0.5 % まで Al-Mg 合金に W を添加したときは W 約 0.2~0.3 % までは, Mo 或いは W 含有量が一定の

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, 始終ほぼ一定にしてかつ微細な再結晶粒が得られる。

IV. 総 括

Al に Mo 或いは W を 0.05~0.5 %, Al-2 % Mg 合金に

Photo.3 Microstructure of Al-1.98% Mg-0.32% W casting $\times 200 (\times 4)$

Mo 或いは W を 0.05~0.5 % 添加して、冷間圧延後の再結晶現象に及ぼす Mo 或いは W 微粒子の影響を調べた。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、Mo 或いは W の添加量の増加とともに、再結晶温度は若干上昇する。しかしそれも、Al では再結晶開始温度および終了温度ともに、Mo は約 0.20~0.34 %, W は約 0.18~0.30 % までであり、Al-Mg 合金では、Mo 約 0.097~0.19 %, W 約 0.09~0.19 % までであつて、これ以上さらに添加するも殆んど変化は認められない。

(2) Al, Al-Mg 合金ともに、Mo 或いは W 添加量の増加とともに、再結晶粒度は著しく微細となる。しかしそれ

も Al に Mo を添加した時は Mo 約 0.3~0.5 %, Al-Mg 合金に Mo を添加した時は Mo 約 0.05~0.1 %, Al に W を添加した時は W 約 0.3~0.5 %, Al-Mg 合金に W を

Photo.4 Microstructure of Al-1.98% Mg-0.32% W sheet (Rate of reduction by rolling: 80 %, annealing temperature: 550°C, annealing time: 30 minutes). $\times 200 (\times 4)$

添加した時は W 約 0.2~0.3 % が限度であり、それ以上を添加するも顕著な差異は認め難い。

(3) Al, Al-Mg 合金ともに Mo 或いは W を前項に示した含有量以上に添加するときは、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かわらず、常に 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。

(4) Al および Al-Mg 合金に Mo あるいは W を添加して再結晶図を求めて、Fig. 3, 4, 5 および 6 を得た。

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