

## 4. アルミニウムの壓延並びに焼鈍

小 山 昌 重

### Rolling and Annealing of Aluminium

*Masashiige Koyama*

(H. Takagi Laboratory)

The inner structure of metals and alloys in the pulverized or rolled state, especially of those, iron, nickel, copper and brass has been examined with X-rays in our laboratory (formerly: The Hirata Laboratory).

In the present work, the relationship between the reduction percentage and the hardness of the rolled aluminium plates as well as the variation of hardness with the annealing temperature, was studied. Furthermore, the fibre structure of several aluminium plates and the inner structural changes due to the annealing were also X-ray analysed.

The specimens used in this experiment were prepared by rolling the polycrystal aluminium (99.99, 99.9 and 99% in purity) in various degrees, which had previously been annealed at 450°C for 4hrs. The X-ray examination was carried out by the Laue method, utilizing the heterogeneous X-rays emitted from Cu anticathode. The results thus obtained were discussed.

#### 1. 緒 言

先に著者等<sup>1)</sup>は高段に壓延した電解銅の焼鈍過程の内構變化をX線的にしらべた。アルミニウムは非常に複雑な性質を有し、これまで多數の研究が行われている。例へば Wood<sup>2)</sup>は各種金屬の加工時の結晶の細分化の限度を主張し、銅などは  $10^{-6}$ cm 位まで細分されるが、アルミニウムは  $10^{-4}$ cm までしか細分されないと云つている。又壓延度と硬度の関係については西村・福井兩氏の研究<sup>3)</sup>が有り、X線撮影を併用してその関係をしらべている。

その他不純物の再結晶開始溫度に及ぼす影響に關しては顯微鏡と硬度よりする H. Chossat<sup>4)</sup>の研究、並びに硬度に依る川島・中村兩氏の研究<sup>5)</sup>などがある。更に再結晶開始前の異常硬化に關する榛葉・北島兩氏の研究<sup>6)</sup>、及び結晶の成長過程に關する顯微鏡による橋口氏の研究<sup>7)</sup>など、その枚舉に遑が無い。著者は今回各種純度のアルミニウムについて硬度試験並びにX線の査

察を行い、二、三面白い結果を得たので、前記諸氏の研究結果と比較検討しその結果を報告する。

## 2. 実験方法

使用した多結晶アルミニウムの純度は99.99%、99.9%及び99%の3種で、壓延加工を採用、加工中の發熱を防ぐため緩やかに壓延を實施した。硬度測定はショア硬度計を利用し、硬度数は各々10回測定しその平均値を採つた。なおX線撮影は銅對陰極より放射された不均質X線を使用し Laue 法により、試料と乾板との距離は2cmとした。

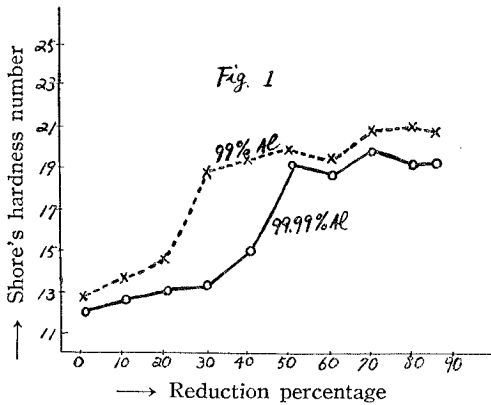
再結晶温度はX線的に決定し、壓延組織は西川氏の式より導かれる理論圖と比較して壓延方向に平行な共通軸を定めた。また焼鈍過程の内構變化に使用した試料の條件を第1表に示す。

Table 1

No. of Specimens	Purity(%)	Pre-annealing	Reduction Percentage (%)	Final Thickness (mm)
A	99.99	450°C 4hr.	90	0.45
B	ditto	ditto	97	0.22
C	nitto	ditto	80	0.20
D	ditto	ditto	95	0.20
E	ditto	ditto	97	0.20
F	ditto	ditto	98	0.20

## 3. 実験結果及び考察

(1) 壓延度と硬度 純度99%及び99.99%加工前450°C4時間焼鈍せる試料を壓延せる際の



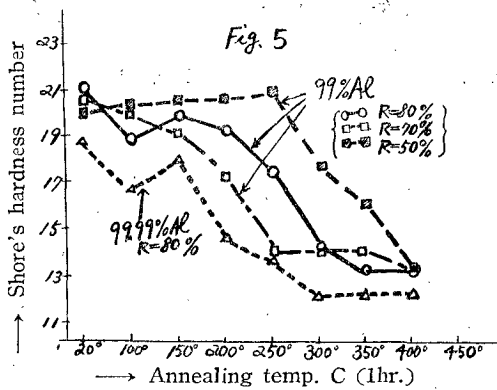
の硬度變化を Fig. 1 に示す (加工度85%以上になると試料の厚さが薄く硬度測定困難なため省略した)。圖より明らかな如く兩純度とも大体加工度20~30%附近から硬度は急激に増加、50~60%で一時硬度は減少し、70%附近で再び上昇、以下急激な變化は認められず80%或いは80%を過ぎると幾分減少傾向を示す。この50~60%附近及び80~85%附近の硬度上昇の停止現象は

前述の西村氏等の結果<sup>3)</sup>に於ても同様の傾向を示している。W. Boas<sup>9)</sup>によると引張加工の場合、

結晶境界近傍の變形はその兩側結晶の變形が出来るだけ連續する様な方向に起る事、即ち迂り變形以外の變形機構が重要な役割を演ずる可能性を説いているが、これと次に述べるX線査察の結果による $\gamma$ 延組織の共通軸の變化より併せて考えて、加工度と硬度が必ずしも比例しない現象が起り得ることは想像出来る。

(2) 壓延組織 従来アルミニウムの壓延組織としては(110)-<112>方位、(112)-<111>方位並びに(100)-<110>方位の3種が知られている。純度99%加工前450°C4時間焼鈍後それぞれ50、70、80、90、92及び99%壓延した試料のX線干渉圖の解析の結果は壓延面内に於て壓延方向に平行な微結晶の共通軸は50%では<112>軸と<110>軸、70%では50%より兩軸への配列多く、80%は前2軸の他に<111>軸の存在も覗われ、90~92%では<110>軸と<111>軸、99%では<111>軸の他に<112>軸が僅かに存在する。これ等の壓延組織の中50、70及び80%のものをFig.2、3及び4に掲げる。

(3) 軟化曲線 純度99%加工前450°C4時間焼鈍後、50、70及び80%壓延せる試料並びに純度99.99%前者と同一處理を行つた加工度80%のそれを各溫度にそれぞれ1時間焼鈍した



時の軟化曲線を Fig. 5 に示す(圖中Rは加工度を示す)。川島氏等の結果<sup>5)</sup>では高品位(99.99%)のものでは軟化曲線は緩やかに降下、低品位(99.4%)のものでは軟化溫度が比較的明瞭に現われている(多結晶について)。又榛葉氏<sup>6)</sup>等は壓延度40%以上に於ては再結晶前に一度軟化してから再び硬化する現象を見出し、加工によつて不規則に配列していた轉位の規則的配列化によるモ

ザイク・ブロックの分裂のためではないかと説いている(單結晶について)。

本實驗では川島氏等の場合と逆の傾向を示し、再結晶前の異常硬化は加工度80%のものでは兩純度とも見られるが、50%の場合は250°Cまで緩やかな上昇を示すだけで途中軟化は見られず、70%では唯緩やかに軟化するだけである。いずれにしても使用した材料が多結晶であり、硬度測定の溫度間融を50°にしたため結論を下すことは無理のように思われる。

(4) 焼鈍過程に於ける内構變化 第1表の試料A(壓延組織は(100)-<110>、(112)-<111>)及びB(壓延組織は(112)-<111>、(110)-<112>)をそれぞれ300°C1時間焼鈍せる時のX線干渉圖形をFig.6及びFig.7に掲げる。Aは普通の再結晶組織を示すが、Bは丁度單結晶の場合の如き橢圓狀のラウエ斑點の配列に近い状態を示し、而も各のラウエ斑點は完全

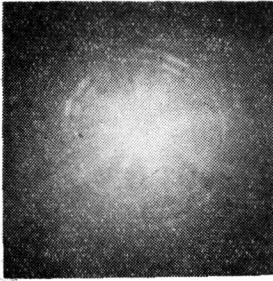


Fig. 2

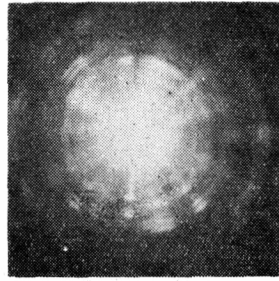


Fig. 3

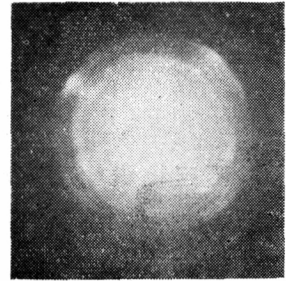


Fig. 4

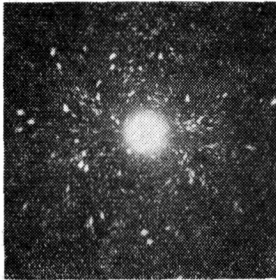


Fig. 6

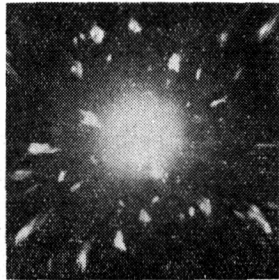


Fig. 7

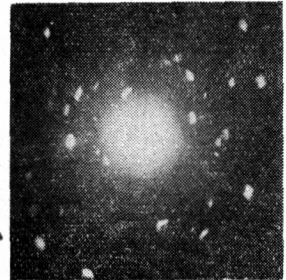


Fig. 8

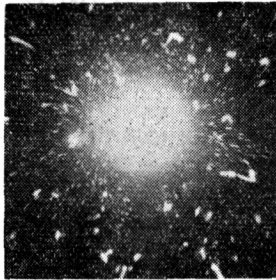


Fig. 9

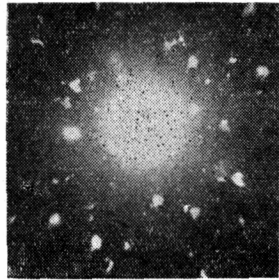


Fig. 10



Fig. 11



Fig. 12

な斑點ではなくて單結晶を加工した時に見られるアステリズムに類似した様相を示す。これを Wulff の網を利用して解析した結果では、その壓延面に平行な面は大體(001)面と $24^\circ$ 傾斜した(113)面に近いことが判つた。この試料Bを一度 $150^\circ\text{C}$ に1時間焼鈍せる後引續いて $300^\circ\text{C}$ 1分、6分、21分、41分、 $400^\circ\text{C}$ 1時間と焼鈍とX線撮影を繰返した結果では、 $300^\circ\text{C}$ 1分で壓延組織の他に新たにラウエ斑點が現われ、6分、21分と進むにつれて再結晶纖維組織へと移行し、中にはラウエ斑點の重なつた状態のものも見られる。41分で壓延組織は完全に消失し、 $400^\circ\text{C}$ 1時間では再結晶纖維組織は尖鋭化すると共に橢圓狀配列の状態へと近づく。このBの $300^\circ\text{C}$ 1時間焼鈍せる状態(Fig.7)を更に詳細に検討すると共に、結晶の成長過程をX線的に追究する目的から第1表の試料C、D、E、Fについて同一箇所をX線を循るため前以て試料上の位置を定め焼鈍、X線撮影を交互に繰返した。

試料C(壓延組織は(110)- $\langle 112 \rangle$ 、(100)- $\langle 110 \rangle$ 及び(112)- $\langle 111 \rangle$ )は前述のAと大差なく、 $450^\circ\text{C}$ 78時間で再結晶組織は崩解を始め、結晶の成長が見られる。試料D(壓延組織はAと同じ)では $300^\circ\text{C}$ 10時間で結晶の成長が明らかに見られ、40時間ではラウエ斑點は激減し、 $600^\circ\text{C}$ 30時間後は解析の結果大體3個の單結晶より成ることが判つた。試料E(壓延組織はBと同じ)の $300^\circ\text{C}$ 10分の状態を Fig. 8 に示す。 $300^\circ\text{C}$ 2時間では Fig. 9 より判る如く不連続ラウエ斑點の數と大きさは増大し、而も橢圓狀配列のラウエ斑點は同じ位置の儘變動する。 $300^\circ\text{C}$ 40時間及び $450^\circ\text{C}$ 6時間の状態をそれぞれ Fig. 10 及び Fig. 11 に示す。即ち $300^\circ\text{C}$ 40時間では橢圓狀配列のものは $300^\circ\text{C}$ 10分の時と同一なるも不連続ラウエ斑點は殆んど見られず、 $450^\circ\text{C}$ 6時間(Fig.11)では再び $300^\circ\text{C}$ 2時間(Fig.9)の状態に近づく。その後 $450^\circ\text{C}$ 20時間、40時間、78時間、 $600^\circ\text{C}$ 6.5時間では殆ど變化なく、唯不連続ラウエ斑點が僅かに見られるのみで、 $600^\circ\text{C}$ 30時間では Fig. 12 に示す如く橢圓狀配列のラウエ斑點の位置は Fig. 9 と變らず而もその斑點は完全で、解析の結果その壓延面に平行な面は(001)面と $26^\circ$ 傾斜している。試料F(壓延組織はEと同じ)に於てはEと現象的には殆ど變らず、唯微結晶がEに比べ細かく、 $300^\circ\text{C}$ 50分では完全なラウエ斑點とアステリズム状のものとの重なつた状態が見られ、 $450^\circ\text{C}$ 6時間で再現する不連続ラウエ斑點よりなる再結晶纖維組織はEより遙かに明瞭である。

以上のX線査察より、強加工試料の焼鈍過程に於ては比較的低溫、短時間で方位を同じくする完全な結晶と、内部歪の殘存せる結晶が共存し、引續く加熱によりこの中の安定なものが不安定な結晶を喰つて行くと同時に元の加工状態のままのものは再結晶纖維組織へと變化し、これもその後の焼鈍により次第に最初の安定な結晶に喰われ、完全な單結晶へと近ずいて行くのではないと思われる。なおこの他純度99.9%の試料では前述の如き實驗は行わなかつたが、唯加工度90及び97%のものについて、 $250^\circ\text{C}$ より $50^\circ$ おきに各1時間づつ加熱(この際各溫度に加熱せる試料はそれぞれ別のもの)せる時のX線査察の結果では、前の場合(99.99%)の如

き状態(Fig.7)は見られず一般に結晶が細かく、300°Cの時より、97%のものでは400°C、90%のものでは500°Cの時の方が再結晶粒子が微細であるといふ普通考えられるのと逆の状態になった。

#### 4. 結 言

本実験は多結晶について行つたものであり、単結晶についてより詳しく追究する必要がある。

(なお本研究は昭和二十五年文部省科學研究費に負う所が多い。又終始懇切なる御指導を賜つた柳澤正昭講師及び実験を手傳つて下さつた川端幸夫氏に深謝の意を表す)。

#### 文 献

- 1) H. Hirata, M. Koyama and K. Yasuda: *Men. Coll. Sci. Kyoto, A*, **25** (1949) 127.
- 2) W. A. Wood: *Proc. Roy. Soc.*, **52**, 284 (1940) 110.
- 3) 西村, 福井: *水曜會誌*, **10**, 10, 631.
- 4) H. Chossat: *Rev. Met.*, **47**, 677 (1950) 306.
- 5) 川島, 中村: *日本金屬學會誌*, **A-15**, 1 (1951) 3.
- 6) 榛葉, 北島: *日本金屬學會誌*, **A-15**, 9 (1951) 295.
- 7) 橋口, 服部: *應用物誌*, **18**, 2~3 (1949) 93.
- 8) S. Nishikawa and S. Odo: *Proc. Tokyo Math. Phys. Soc.*, **11**, 131 (1913)
- 9) W. Boas and M. E. Hargreaves: *Proc. Roy. Soc., A*, **193** (1948) 89.

(昭和26年12月15日受理)