

平成 30 年 6 月 26 日現在

機関番号：24506

研究種目：若手研究(B)

研究期間：2015～2017

課題番号：15K18247

研究課題名(和文) <111>//ND集合組織制御によるアルミ合金のプレス成形性改善

研究課題名(英文) Improvement of press formability on aluminum alloy by controlling the texture with <111>//ND

研究代表者

塚本 雅章 (Tsukamoto, Masaaki)

兵庫県立大学・工学研究科・助教

研究者番号：30725148

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 3,200,000円

研究成果の概要(和文)：5083アルミニウム合金板をダルロールにより総圧下率85%で冷間圧延し、短時間焼鈍を施すことで<111>//ND方位の結晶粒が生成しやすくなった。1パスあたりの圧下率を上昇させることで<111>//ND方位を持つ粒の数は増加したが、表層近傍のみであり試料内部にはおよばなかった。応力解放を目的とした中間焼鈍を設けたが、試料表層に形成していた<111>//ND方位の粒は内部から成長してきた再結晶粒に侵食され、圧延集合組織に変移した。表面直下の変形組織が圧延集合組織に類似しており、その方位を継承した再結晶粒が優先的に成長しやすく、これらが<111>//ND集合組織形成の阻害因子だと結論付けられた。

研究成果の概要(英文)：5083 aluminum alloy was cold-rolled at a reduction rate of 85% by a dull roll and then annealed for a short time. As the result, the grains with <111>//ND were easily formed. Much passes cold-rolling was carried out with raising reduction rate for one pass so that the grains with <111>//ND were increased. However, they existed only on the surface of the specimen. Moreover, they were invaded by recrystallized grains growing from the inside of the specimen and the cold-rolling texture was constructed. Deformation microstructure under the surface of the specimen was similar to the cold-rolling texture. The recrystallized grains having the orientations of the texture were preferentially grown. It was concluded that these prevented the forming the <111>//ND texture.

研究分野：材料組織学

キーワード：5083アルミニウム合金 集合組織 冷間圧延 せん断応力 表面粗さ 短時間焼鈍

1. 研究開始当初の背景

自動車の軽量化手段として、ボディパネルに5000系や6000系のアルミニウム合金を採用することが待望されている。しかしながら、これらの合金板は鋼板に比べてプレス成形性が非常に悪い。高温ブロー成形などコスト高となる工法が必要となるため、一般大衆車のアウターパネルは未だに鋼板が主流である。

本申請者は1050アルミニウムにおいて、再結晶粒の性質を観察することで $\langle 111 \rangle // \text{ND}$ 集合組織を形成できる手掛かりをこれまでに掴んでいた。この知見を応用して系の中でも高強度を誇る5083アルミニウム合金に対して $\langle 111 \rangle // \text{ND}$ 集合組織を形成させることができれば、鋼板と同様の工程にて製造が可能となる。アルミニウム合金へ置き換わることにより、CO₂削減や燃費向上など寄与するメリットは大きいと言える。

2. 研究の目的

アルミニウム合金は結晶粒を $\langle 111 \rangle // \text{ND}$ 方位へ制御した場合、ランクフォード値(r値)が向上しプレス成形性が改善される。板材の製造は主に冷間圧延と焼鈍工程からなり、そこで生じる現象は転位セルの導入ならびに再結晶・回復である。再結晶粒の結晶方位は冷間圧延により形成した変形組織の方位分布を継承しやすいことを、これまでの研究において見出している(Crystalliteの生成機構)。したがって、 $\langle 111 \rangle // \text{ND}$ 集合組織を形成するためには冷間圧延時の格子回転が重要となってくる。1050アルミニウムと5083アルミニウム合金では大きな物性の違いがあり、最適な圧延条件を調べる。

また、焼鈍工程も $\langle 111 \rangle // \text{ND}$ 方位の結晶粒を生成に影響を与える。全ての再結晶粒が目的の結晶方位を有することは困難であり、その割合は条件により左右するが多少の異方位を有した結晶粒が残存する。多くの研究者が論じていることだが、 $\langle 111 \rangle // \text{ND}$ 方位は生成しにくい上に粒成長によって消滅しやすい。

本研究では、 $\langle 111 \rangle // \text{ND}$ 方位粒の生成しやすい冷間圧延条件および生成した $\langle 111 \rangle // \text{ND}$ 方位の再結晶粒を消滅させない焼鈍時間を模索することで良好なプレス成形性を有する5083アルミニウム合金板の創製を試みた。

3. 研究の方法

市販の5083アルミニウム合金を供試材とし、Siの固溶量が最も大きい温度である853Kで溶体化処理を行う。この温度であれば添加されているMg(約4.6 mass%)もほぼ固溶する。機械研磨により組織観察する面をある程度平滑にし、過塩素酸およびエタノール混合液を用いた電解研磨を施した後、SEM-EBSDにより溶体化後の試料における観察を先ず行う。この際、同一視野で観察するための目印としてマイクロビッカーズ痕

を付しておく。本研究室のEBSDは傾斜補正機能による追従ができない構造であるため、観察対象となる領域を数回に分けて撮影し、画像編集ソフトを利用してイメージを統合する。

溶体化した試料を超硬合金で製作した直径75mmの圧延ロールにより、送り速度40mm/sで冷間圧延した。1パスあたりの圧下率や到達圧下率を変化させ、ロールの表面粗さも鏡面であるプライトロールと凹凸のあるダルロールの2種類を使用した。冷間圧延した試料を5×5mmのサイズにダイヤモンドカッターで切断し、表層を電解研磨で除去した後、再度EBSDを用いて圧延後における試料の方位変化を観察した。続いて、予め623Kに保持した塩浴炉中で短時間焼鈍を行い水冷する。超音波洗浄により表面に付着した塩を取り除いた後、観察面に3kVで120sのArイオンポリッシングを行い、圧延後にEBSDで撮影した領域を焼鈍後においても同様にEBSD観察を実施した。得られたデータをOIM専用ソフトにより解析し、形成された集合組織の詳細を確認した。

4. 研究成果

出発材である溶体化処理後における試料はCopper方位、Brass方位およびS方位からなる圧延集合組織の傾向が見られたものの、集積度は低く比較的ランダムな方位を示していた。供試材自体が圧延で製作されており、この集合組織は板材の製作工程で形成されたことと認識するのが自然である。結晶粒は粒内の方位差が1°未満であり、全て再結晶粒であった。圧下率等の圧延条件が不明であるため断定はできないが、再結晶組織が変形組織の結晶方位をある程度継承することが示唆できた。一方で、所々に菊池パターンが検出しにくいミスインデックス領域が点在した。Fig.1は、前述した任意の部分を拡大したものである。SEM画像とIPFマップを照合すると、ミスインデックス領域には析出や晶出により化合物が生成しており、Phaseがマトリックスと一致せずCI(Confidence Index)値が0.1以下と低くなるのが理由であると判った。EDXの検出ピークより、化合物はAl₆Mn、Al₃FeおよびMg₂Siなどであることも判明した。また、RD(Rolling Direction) - TD(Transverse Direction)面に対して{111}面が平行な結晶粒は他の方位を持つ粒と同等に近い割合で存在していた。

溶体化処理を行った後に総圧下率30%まで冷間圧延した試料は粒内にグラデーショが見られ、冷間圧延を施したことによる結晶回転が生じていた。併せて、析出物や晶出物が存在する箇所以外にも菊池線が不明瞭となる領域が増加した。歪みの蓄積によるものだと考えられるが、その傾向は析出物の周囲において多く見られた。これに673Kで10.8ksの熱処理を行うと、変形組織から再結晶組織へと移行はしているものの、旧結晶粒

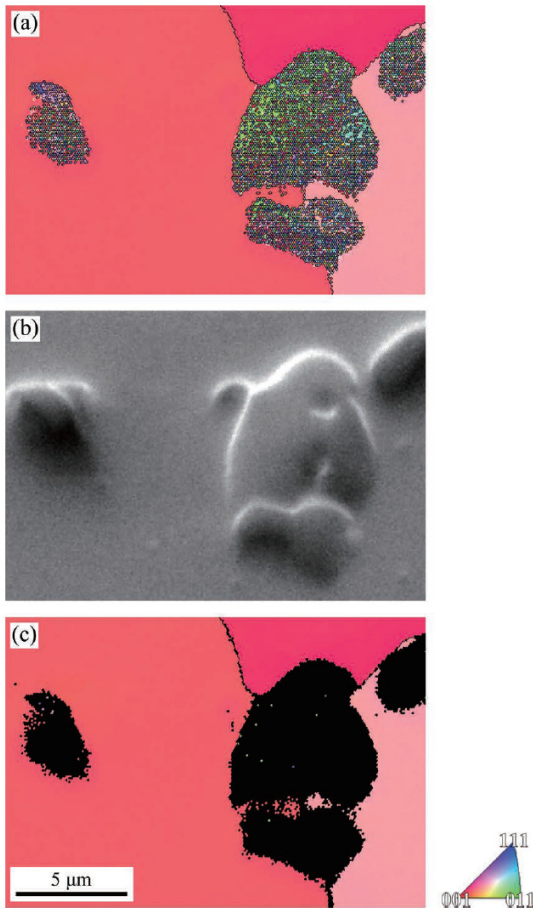


Fig. 1 IPF map (a), SEM image (b) and IPF map without displaying locations below a CI value of 0.1 (c) close to the precipitations in the specimen after solid-solution heat treatment.

が再結晶粒に侵食されずに残存する不完全な再結晶組織となった。再結晶粒は析出物や晶出物の近傍より生成することが大半であり、その方位は旧結晶粒内に生じた結晶回転分布上に収まっていた。

再結晶粒により侵食されなかった旧結晶粒は、回復によって歪みエネルギーが解放された。回復現象は、転位セルがサブグレインへ変移するなどの微視的变化は起きるが、巨視的な変化は起きないとこれまで考えられてきた。しかしながら、冷間圧延を行うことで結晶回転が生じ、圧延方向に向かって方位分布が伸びていたが、焼鈍を施すことにより分布は圧延前の方位近傍に位置し、回転した方位は元の旧結晶粒における方位に戻っていた。なお、EBSDで観察する前にArイオンポリッシングを行っているため、完全に同一の面が観察されている訳ではない。ただし、その研削量は事前にあった析出物が除去されないほど極めて小さい。旧結晶粒ならびに生成した再結晶粒のサイズは、これと比べると大きく、焼鈍による組織変化と解釈できることを述べておく。

次に、総圧下率 50%まで冷間圧延した試料を塩浴炉にて 673 K で 60 s 焼鈍した際の IPF

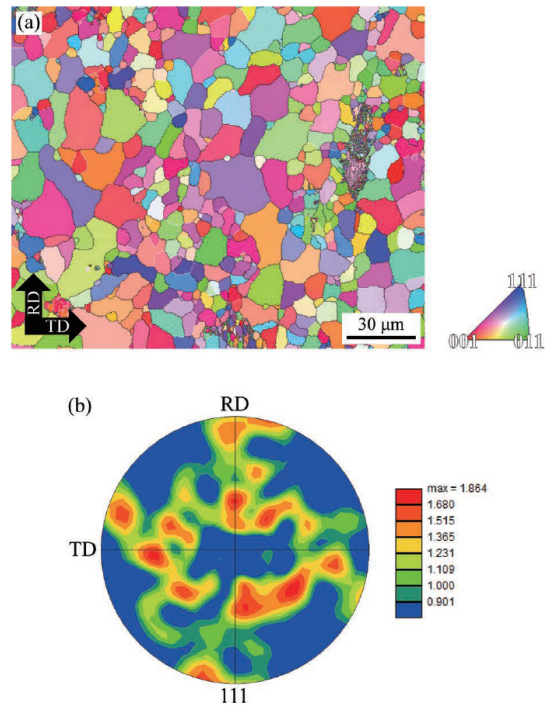


Fig. 2 IPF map (a) and $\{111\}$ pole figure (b) of the specimen cold rolled at a reduction rate of 50 %, followed by annealing at 673 K for 60 s.

マップおよび $\{111\}$ 極点図を Fig. 2 (a) および Fig. 2 (b) にそれぞれ示す。圧延後における変形組織は、総圧下率が 30 % の場合よりも結晶回転量が大きくなり、析出物などが存在していないマトリックスにおいても菊池パターンが検出しにくい箇所が増加した。再結晶化については、同一の温度で焼鈍を 60 s 行った時点で、ほぼ全面を粒内の方位差が 1° 未満の再結晶粒で覆われ、方位傾斜を有する旧結晶粒はほとんど消滅した。再結晶粒の平均粒径は付与された応力増加によって微細になった。特に、析出物や晶出物付近の再結晶粒は他の結晶粒径と比べて小さかった。また、結晶方位は Fig. 2 (b) に示すように一般的な圧延集合組織に類似しているが、特定の方位に集積する傾向が見られるようになり、その反面、消失していく方位も確認された。

最後に、総圧下率 85 % まで圧延した試料を 50 % まで圧延した試料と同様の条件で焼鈍した場合の IPF マップおよび $\{111\}$ 極点図を Fig. 3 (a) および Fig. 3 (b) にそれぞれ示す。なお、圧延後の表面組織は、電解研磨を施しても全面にわたって菊池パターンが不明瞭なミスインデックスとなり、明確に結晶方位を観察することができなかった。加工度の増加に伴い、転位のタンゲル領域がより多く生成されたことによるものと考えられる。その後、焼鈍を 3 s 行うことで鮮明に菊池パターンを検出できるようになり、60 s 後には Fig. 3 (a) に示す再結晶組織へと変移した。総圧下率 50 % の試料と同様に、焼鈍後には旧結晶粒が再結晶粒に侵食され、ほぼ残存していなか

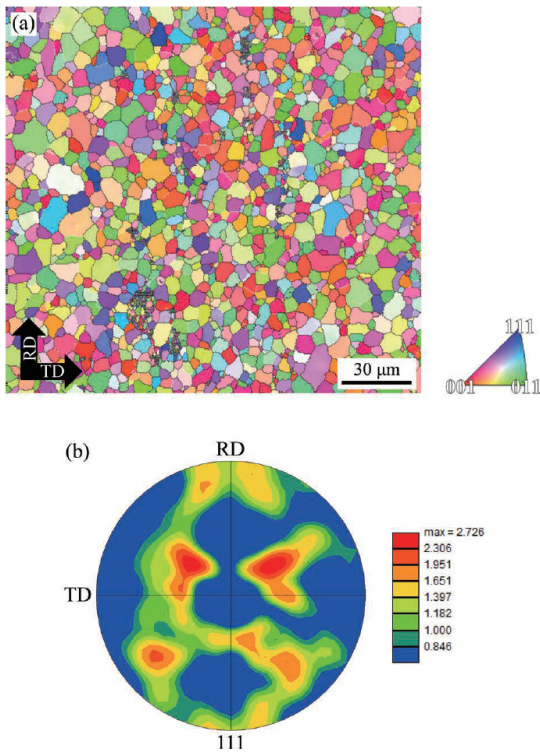


Fig. 3 IPF map (a) and $\{111\}$ pole figure (b) of the specimen cold rolled at a reduction rate of 85 %, followed by annealing at 673 K for 60 s.

った。結晶方位に関しては、総圧下率 50 %で圧延した試料の焼鈍材が極点図において示していた圧延集合組織に類似した分布も Fig. 3 (b) に示すように観察されなくなった。また、 $\{142\}$ 面を基準として 10° 以内の方位を有する結晶粒の占める割合が約 60 %まで増大した。 $\{001\}$ 面や $\{011\}$ 面における割合は、ほぼ不変であったが、 $\{111\}$ 面はさらに減少する傾向にあった。

その一方で、圧延ロールの表面にエメリー紙 (#220) で圧延方向と垂直に凹凸を付け、Fig. 3 で示した試料と同条件で冷間圧延ならびに焼鈍した試料の IPF マップおよび ODF マップを Fig. 4 (a) および Fig. 4 (b) にそれぞれ示す。ロール表面を粗くすることで $\langle 111 \rangle$ /ND 方位の結晶粒が増加していた。特に、 $\{111\}\langle 112 \rangle$ 方位の集積率が高く検出された。しかしながら、 $\langle 111 \rangle$ /ND 方位の結晶粒は試料内部に進むにつれ割合が減少し、厚み方向の中央近傍では鏡面ロールにより冷間圧延した時と同様に $\langle 142 \rangle$ /ND 方位に近似した再結晶粒が多い傾向にあったことを記述しておく。

総圧下率 30 %まで冷間圧延し、673 K で 60 s の焼鈍を行った試料における析出物近傍の組織を Fig. 5 に示す。各々の極点図は、IPF マップ内にアルファベットを付した結晶粒の方位を示している。A の結晶粒は RD に沿って方位分布が伸びているが、B、C および D の結晶粒は一方位に定まっている。B、C および D は再結晶粒であり、粒が析出物を起点

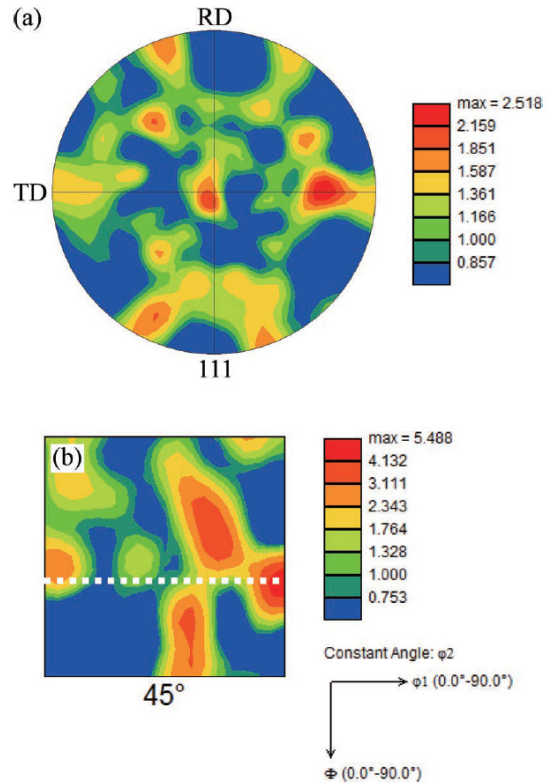


Fig. 4 $\{111\}$ pole figure (a) and ODF map (b) close to the surface in the specimen after cold rolling at a reduction rate of 85 % using a dull roll, followed by annealing. The white dashed line in (b) indicates $\{111\}\langle uvw \rangle$ orientations.

として成長していることが判った。近年では、生成する再結晶粒は、熱的な揺らぎにより核生成が起きるのではなく、変形の際に旧結晶粒内に潜在核が既に形成され、それが成長したものと考えられている。その潜在核を周囲とは方位が離れた転位セルと推測し、その転位セルを別のセルと区別して Crystallite と表現している。再結晶粒 B、C および D の結晶方位は、旧結晶粒 A の方位分布上から少し離れた位置へシフトしていた。析出物や晶出物の周囲では、マトリックスとは違い RD とは異なった方向へ回転が起きる可能性が高い。5083 アルミニウム合金の場合、転位セルではないが周囲と方位差が生じるという点から Crystallite が生成しやすいと考えられる。しかしながら、旧結晶粒界内の方位分布から外れたものの、シフト量はそれほど大きくないため、圧延前と類似した結晶方位を持つ再結晶粒となった。また、総圧下率 30 %では再結晶化の駆動力となる歪みの蓄積エネルギーが低く、回復粒を残す結果となった。回復粒の結晶方位は焼鈍とともに元へ戻ろうとするため、集合組織の変化をあまり得ることはできない。

総圧下率を 30 %から 50 %まで上げることで再結晶挙動が変わり始めた。再結晶の生成過程として 30 %では SIBM が観察できたが、50 %の場合は観察視野内において確認され

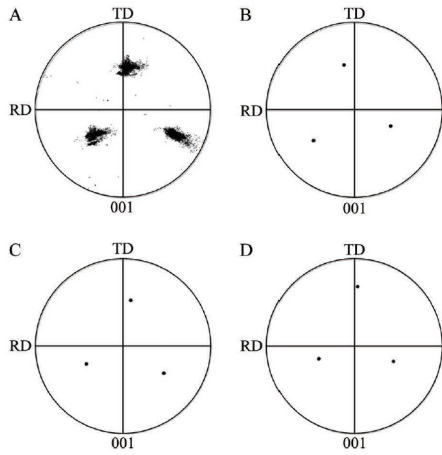
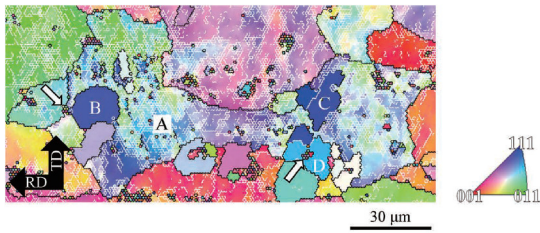


Fig. 5 Orientations of the recrystallized grains formed close to the precipitations in the specimen cold rolled at a reduction rate of 30 % and annealed at 673 K for 60 s. Recrystallized grains B, C and D were generated in grain A. The white arrows indicate precipitations.

なかった。再結晶粒が表出した箇所の近傍には、ほぼ析出物もしくは晶出物が存在していた。変形組織から再結晶組織への変移はPSNによって生じたと言える。焼鈍を673 Kで60 s行うことで全面が再結晶粒に覆われており、30 %とは異なり再結晶化の駆動力も十分に得られていたと思われる。さらに、比較的ランダムであった出発材（溶体化後）の結晶方位が50 %の圧延ならびに焼鈍によって圧延集合組織に類似する方位分布となり、{142}面が圧延面に対して平行な結晶粒の著しい増加が認められた。通常、圧下率が高くなるにつれCopper方位、Brass方位およびS方位を主とするβ-方位群の形成が顕著になるのはよく知られていることである。一方で、前述した3方位よりもβ-方位群では{142}<112>方位付近に分布密度の極大が現れることが明らかとなった。この方位はSS方位と定義され、再結晶によって生成する優先方位（R-方位）に似た方位であることが示されている。

Fig. 6に総圧下率50 %まで冷間圧延し、673 Kで30 sの焼鈍を行った試料における析出物近傍の組織を示す。再結晶粒F、GおよびHが析出物周囲より生成し、圧延により生じた旧結晶粒Eの方位分布に再結晶粒の方位が近接していることは30 %の場合と同様の挙動であった。ただし、そのシフト量は旧結晶粒における結晶回転量の増加に比例して少し大きくなっていった。大きくはなっているが集

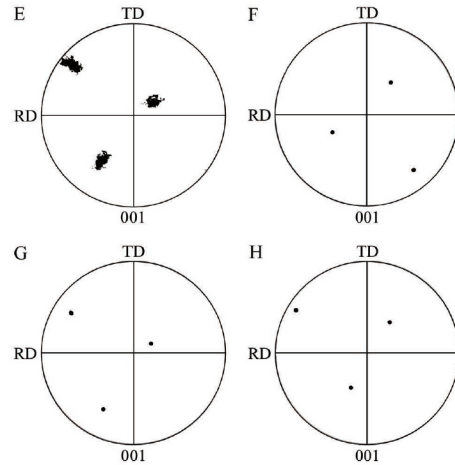
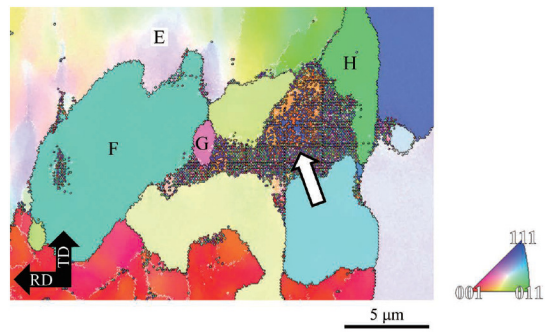


Fig. 6 Orientations of the recrystallized grains formed close to the precipitations in the specimen cold rolled at a reduction rate of 50 % and annealed at 673 K for 30 s. Recrystallized grains F, G and H were generated in grain E. The white arrow indicates precipitation.

合組織を変化させるほどのものではなく、結果的に圧延時に決定する旧結晶粒界の方位を継承するだけであった。

総圧下率85 %になると、初期方位が圧延集合組織に属する結晶粒では、主すべりと共役すべりの関係にあるすべり系が働き二つの結晶方位に分裂することが報告されている。5083アルミニウム合金においては、純アルミニウムのように圧延変形時に転位セルが形成されない。総圧下率85 %まで圧延し、673 Kで3 sの焼鈍を行った試料における析出物近傍の組織をFig. 7に示す。673 Kで3 sの焼鈍を行うことで、旧結晶粒Iや生成した小さな再結晶粒J~Nなどが観察できるようになったことを考慮すると、加熱により転位のタンブルが再配列してサブグレイン化が起きたと推測される。このサブグレインがCrystalliteに該当し、その方位によって再結晶粒の方位が決定されたと考えられる。この段階ではあるが5083アルミニウム合金においては、旧結晶粒に方位の二極化現象は観察されなかった。また、PSNによって再結晶粒が生成されるのは30 %や50 %と同様であった。しかし、極点図に示すように各々の再結晶粒が有する方位は様々であり、旧結晶粒の方位分布に近接する粒はLのみで、それ以外は関連付

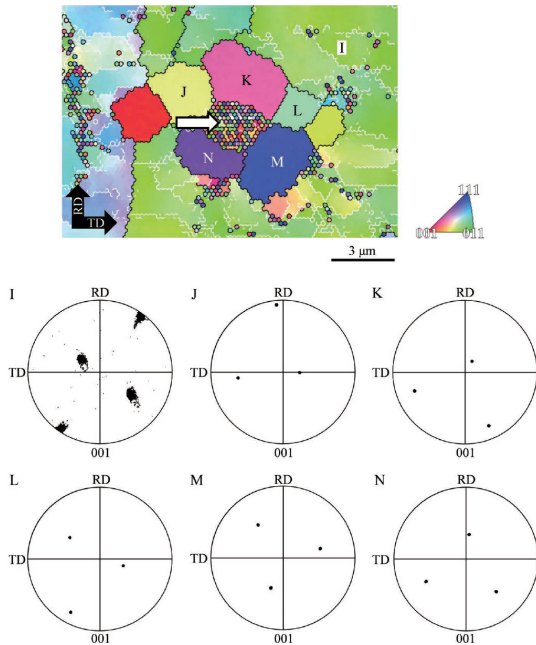


Fig. 7 Orientations of the recrystallized grains formed close to the precipitations in the specimen cold rolled at a reduction rate of 85 % and annealed at 673 K for 3 s. Recrystallized grains from J to N were generated in grain I. The white arrow indicates precipitation.

けられない方位を持った再結晶粒であった。高圧下率になると析出物や晶出物周辺における結晶回転の不規則性が急激に増すことを明示していた。不規則がゆえに旧結晶粒が異なる方位を有していても、Mのように{111}面が圧延面に平行な再結晶粒が形成される可能性があった。ただし、再結晶粒が成長して旧結晶粒を侵食し全面を覆った際には{111}面の粒は割合が減少していく傾向にあり、冷間圧延 (SS 方位)、再結晶 (R-方位) の双方において生成しやすい{142}面が圧延面に平行 (方位差 10°以内) な結晶粒が成長して大半を占める結果に至った。

同じ総圧下率 85 %において、5083 アルミニウム合金と純アルミニウムで{111}面に対する差異が生じた理由は、圧延変形による方位二極化の有無である。この二極化は、せん断応力の付与によって起こっていると考えられる。本研究で使用した鏡面ロールは、材料とロール間における摩擦が軽減される上に 5083 アルミニウム合金は純アルミニウムよりも機械的強度が高く、同圧下率でも材料の変形量が小さくなる。加えて、冷間圧延を繰り返すことで加工硬化が生じ、さらに低下したと考えられる。摩擦が小さかったためにせん断方向へ応力が付与されにくかったことは否定できない。このことは圧延試料の表面近傍と内部とで結晶方位分布に違いが見られにくかったことから説明できる。対して、ダルロールの場合は圧延ロールの表面に凹凸を設けることで最初の冷間圧延時に凹

凸が材料表面にも転写される。これらが相俟って以降の圧延時には摩擦係数が上昇し、せん断応力が付与されたと解釈できる。その結果、Fig. 4 に示すように圧延材の表面近傍において<111>/ND 方位を持つ再結晶粒が生成しやすくなったものと結論付けられた。

5. 主な発表論文等

(研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線)

[雑誌論文] (計 2 件)

① Masaaki Tsukamoto and Atsushi Yamamoto : Observation of Microstructural Changes in Al-Mg-Mn Alloy Cold-Rolled and Subsequent Annealed for Improving Press-Formability , Proceedings of International Conference on Processing and Fabrication of Advanced Materials XXIV, **24** (2015), 287-296.

② 塚本雅章 : 各圧下率で冷間圧延を施した 5083 アルミニウム合金の焼鈍後における再結晶集合組織の変化, 日本金属学会誌, **81** (2017), 394-402.

[学会発表] (計 4 件)

① Masaaki Tsukamoto and Atsushi Yamamoto : Observation of Microstructural Changes in Al-Mg-Mn Alloy Cold-Rolled and Subsequent Annealed for Improving Press-Formability, Processing and Fabrication of Advanced Materials XXIV(関西大学), 2015.12.18-20. (Invited)

② 塚本雅章 : 高圧下率で冷間圧延した 5083 アルミニウム合金における結晶方位の変化, 第 159 回日本金属学会秋期大会(大阪大学), 2016.9.21-23.

③ 塚本雅章 : ダルロールを用いて冷間圧延した 5083 アルミニウム合金の再結晶組織, 第 160 回日本金属学会春期大会(首都大学東京), 2017.3.15-17.

④ 塚本雅章, 山崎 徹 : ダルロールにより冷間圧延した 5083 アルミニウム合金の集合組織における 1 パスあたりの圧下率および中間焼鈍の影響, 第 161 回日本金属学会秋期大会(北海道大学), 2017.9.6-8.

6. 研究組織

(1) 研究代表者

塚本 雅章 (Masaaki Tsukamoto)
兵庫県立大学大学院 工学研究科
材料・放射光工学専攻 助教

研究者番号 : 30725148