科学研究費助成事業

研究成果報告書



平成 26 年 6月 12 日現在

機関番号: 2 4 4 0 3
研究種目: 基盤研究(B)
研究期間: 2011 ~ 2013
課題番号: 2 3 3 6 0 3 2 8
研究課題名(和文)等速・異周速複合圧延したアルミニウム合金板の{111}再結晶集合組織形成機構
研究課題名(英文)Mechanism of {111} recrystallization texture evolution in aluminum alloy sheets fabr icated by symmetric/asymmetric combined rolling process
研究代表者
井上 博史(INOUE, Hirofumi)
大阪府立大学・工学(系)研究科(研究院)・准教授
研究者番号:3 0 1 3 7 2 3 6
交付決定額(研究期間全体):(直接経費) 13,400,000 円 、(間接経費) 4,020,000 円

研究成果の概要(和文): 自動車ボディパネル用時効硬化型AI-Mg-Si系合金のr値を改善し、良好な深絞り性を達成 するために、冷間圧延と温間異周速圧延を適切に組み合わせ、r値向上に好都合な{111}集合組織を溶体化処理中に発達 させる目的で再結晶集合組織の形成機構を調べた。

高圧下率の冷間圧延の後に低圧下率の温間異周速圧延を行った圧延板に高温短時間の溶体化処理を施し、{111}再結 晶集合組織を形成させた。微細組織観察と方位解析の結果から、転位密度が低く微細析出物によるピン止めを受けにく い{111}方位サブグレインが優先的に再結晶核となり、他の方位領域を蚕食したために{111}集合組織が発達したと考え られる。

研究成果の概要(英文): In order to improve r-values and acheve good deep drawability in an age-hardenable Al-Mg-Si alloy for automotive body panels, symmetric cold-rolling and asymmetric warm-rolling were conduc ted under appropreate conditions, and then the mechanism of recrystallization texture evolution was invest igated with the purpose of developing the {111} texture favorable for r-value improvement during solution treatment.

The {111} recrystallization texture was formed during the solution treatment under high-temperature and short-time of the rolled sheets, which were processed by asymmetric warm-rolling at a low reduction in thi ckness after cold-rolling. Microstructural observations and orientation analyses suggested that the {111}-oriented subgrains, which had low dislocation density and was hardly subjected to pinning by fine precipit ates, became recrystallized nuclei preferentially and encroached on areas with other orientations, resulti ng in the {111} texture evolution.

研究分野:工学

科研費の分科・細目: 材料工学 材料加工・処理

キーワード:アルミニウム合金 冷間圧延 温間異周速圧延 溶体化処理 再結晶集合組織 微細組織 転位密度 微細析出粒子

1.研究開始当初の背景

近年、地球環境保護および省エネルギーの 観点から自動車の軽量化が積極的に進めら れているが、アルミニウム合金をボディパネ ルへ適用するには成形性の改善が不可欠で ある。中でも深絞り性は鋼板に比べてかなり 劣っており、指標として用いられるr値(ラン クフォード値)は通常 0.6 程度の低い値を示 す。これはアルミニウム合金の圧延焼鈍板が r値の低い立方体集合組織{001}<100>をもつ からである (図1)。しかしながら、r値は集 合組織と密接な関係があるため、板材の集合 組織を制御することにより r 値を大幅に改善 できる可能性がある。特に{111}<110>方位の ような板面に対して{111}面が平行な集合組 織はr値が高く面内異方性も小さい。また、 通常のアルミニウム合金圧延板に発達する β-fiber 集合組織の主成分 Bs 方位{011}<211>、 S 方位{123}<634>、Cu 方位{112}<111>は圧 延方向から45°の方向で高いr値を示す。

r 値改善のための指針として、(i) 温間圧延 や異周速圧延でせん断変形を与えることに より {001}<110>-{112}<110>-{111}<110> 方 位群と{111}<uvw>方位群からなるせん断集 合組織を発達させ、再結晶焼鈍後も {111}<uvw>方位を残存・発達させる方法、(ii) 焼鈍プロセスにおける回復・再結晶時に析出 を起こさせ、そのピン止め効果により Bs 方 位や S 方位のようなβ-fiber 集合組織成分を 残存させる方法がこれまで提案されていた。 特に前者のせん断集合組織による r 値改善に ついては、国内外で多数の研究が行われてい る。従来の異周速圧延による集合組織制御の 研究では、せん断集合組織を発達・残存させ ることを主眼として研究が行われてきたが、 高 r 値で低面内異方性のアルミニウム合金板 が未だ実現できていないのは、{111}<uvw> 方位が再結晶中にさほど発達しないこと、お よび異方性の大きな方位が再結晶焼鈍後も 残存することが原因である。不都合な方位成 分を減少させ、{111}<uvw>方位を増加させる には、圧延によるせん断集合組織形成に着目 するだけでなく、圧延後の焼鈍における再結







図 2 種々の集合組織をもつアルミニウム 合金板の平均 r 値と限界絞り比の関係.

晶挙動を十分に把握する必要がある。

以前の研究で、アルミニウム合金における r値と深絞り性の関係を検討し、平均 r値と 限界絞り比の間に正の相関関係があること を実験的に証明した(図2)。また{111}方位 成分を含む「TD回転したβ-fiber集合組織」 を人為的に作製し、平均 r値1.6、最小 r値 1.2の高いr値を示した。

このような集合組織を自動車ボディパネ ル材として有望な時効硬化型 Al-Mg-Si 系合 金において実現するために、通常の冷間圧延 によりβ-fiber 集合組織を発達させた後、低圧 下の温間異周速圧延でせん断変形を与えた 結果、TD 回転したβ-fiber 集合組織を得るこ とに成功した。冷間圧延および温間異周速圧 延の条件を変化させると、540 溶体化処理 後の再結晶集合組織は、冷間圧延の影響が残 存した立方体集合組織から温間異周速圧延 の影響を強く受けた集合組織へと大幅に変 化し、中間の圧延条件でr値改善に好都合な {111}<110>方位が主成分として形成される ことを見出した。このように、冷間圧延と温 間異周速圧延の適切な組み合わせにより、高 温で溶体化処理を施した Al-Mg-Si 系合金で {111}再結晶集合組織が形成することが明ら かとなったが、r 値の大幅な改善には形成機 構の解明が必要であった。

2.研究の目的

自動車ボディパネル用Al-Mg-Si系合金のr 値を大幅に改善し、優れた深絞り成形性を有 する板材を得るために、冷間圧延と温間異周 速圧延を適切に組み合わせ、r 値改善に好都 |合な{111}集合組織を再結晶焼鈍(溶体化処 理)中に効果的に発達させることを目的とし て、再結晶集合組織の形成過程を調査した。 {111}再結晶集合組織が確実に形成する圧延 条件で実験を行い、それがどのような機構で 発達するのか、{111}<110>再結晶方位はどの ような条件下で発達しやすいのかを明らか にするために、圧延後と再結晶中の微細組織 と集合組織を詳細に調査した。また、冷間圧 延と温間異周速圧延の圧下率を変化させ、得 られた再結晶集合組織とr値の観点から圧延 プロセスの最適化を検討した。

- 3.研究の方法
- (1) 等速・異周速複合圧延の実施と圧延集合 組織の調査

対象とするアルミニウム合金は自動車ボ ディパネル用材料としての応用が期待され る時効硬化型 Al-Mg-Si 系合金である。具体 的には 6022 アルミニウム合金(Al-0.55% Mg-1.1%Si)を用いて研究を進めた。

熱間圧延材に冷間圧延を施し、β-fiber 圧延 集合組織を発達させた。温間異周速圧延後の 集合組織に及ぼす冷間圧延の影響を見るた めに、総圧下率を 65% ~ 95%の間で変化させ た。最終的な試料板厚を 0.9 mm とするため に、この段階では板厚を 1.2 ~ 1.8 mm とした。 β-fiber 集合組織の発達した試料に 200 で 圧下率 20% ~ 40%の温間異周速圧延をロー ル周速比 1.5 で 1 パス行った。SEM(走査電

子顕微鏡)/EBSD(後方散乱電子線回折)装置 およびX線回折装置を用いて集合組織測定 し、TD回転したβ-fiber集合組織の形成を確 認した。

(2) 溶体化処理後の再結晶集合組織の調査

Al-Mg-Si 系合金板の実際の製造プロセス (連続熱処理工程)を想定して、冷間圧延と温 間異周速圧延の組合せで作製した複合圧延 材に540 で90sの短時間溶体化処理を施し、 T4 処理材を得た。集合組織を SEM/EBSD 装置およびX線回折装置で測定し、冷間圧延 条件および温間異周速圧延条件の違いによ る再結晶集合組織の違いを明らかにした。

(3) {111}再結晶集合組織形成機構の検討

再結晶集合組織の形成機構を明らかにす るには、回復・再結晶過程での微細組織観察 と方位解析が必要である。それゆえ、{111} 再結晶集合組織が確実に形成する圧延条件 で作製した複合圧延材を供試材とした。 540 の溶体化処理温度で熱処理時間を変化 させ、EBSD を用いて微細組織変化と方位変 化を調査し、時間経過に伴う主要方位成分の 体積率変化挙動を明らかにした。また、{111} 再結晶粒の形成過程を明らかにするために、 EBSD と透過電子顕微鏡(TEM)による圧延 後と再結晶初期段階の微細組織観察を行っ た。圧延および回復段階では{111}方位は他の 方位と比べて転位密度がどの程度異なるの か、微細析出物や粗大晶出物のような第二相 粒子が{111}再結晶集合組織形成にどのよう な影響を及ぼすのかを調査するとともに、 {111}再結晶粒の成長段階についても EBSD により体積率の変化を調査し、{111}再結晶集 合組織の形成機構を考察した。

(4) 溶体化処理材の深絞り性の評価

実用的な観点から、等速・異周速複合圧延 により作製した Al-Mg-Si 系合金板のT4処理 材(溶体化処理材)について、圧延方向 0° から板幅方向 90°まで 15°間隔でr値の面内 異方性を測定した。冷間圧延と温間異周速圧 延の圧下率を変化させて溶体化処理材の r 値 と限界絞り比を測定し、深絞り性に及ぼす各 圧下率の影響を調査した。得られた結果に基 づいて、再結晶集合組織と深絞り性の関係を 明らかにした。

- 4.研究成果
- (1) {111}再結晶集合組織形成に及ぼす圧延 条件の影響

作製した複合圧延材に540 で90sの溶体 化処理を施し、形成された再結晶集合組織を 調べた結果、冷間圧延(CR)の圧下率が高く温 間異周速圧延(AWR)の圧下率が 20%~33% の試料では「TD 回転したβ-fiber 集合組織」 が形成されやすく、溶体化処理中に {111}<110>方位を主成分とする再結晶集合 組織が発達するのに対して、温間異周速圧延 を 40%行った試料ではせん断集合組織が形 成されやすく、溶体化処理中に{111}方位成分 が発達しないことがわかった(図3)。最も {111} 方位成分が発達したのは CR90% + AWR25%の試料であり(EBSD による面積 率: 33.5%), 通常の冷間圧延のみの試料(r = 0.60)よりもかなり高い平均 r 値(r = 1.01) を示した。平均 r 値の増加に対応して限界絞 り比も通常の冷間圧延材の 2.05 から 2.11 に 向上した。CR と AWR の圧下率を最適化す



図 3 冷間圧延(CR)後に温間異周速圧延 (AWR)した A6022 合金板の溶体化処理後 の再結晶集合組織に及ぼす圧下率の影響 (高周速ロール側から見た板厚中心部の {111}極点図).





ることで従来よりも限界絞り比を大幅に改 善できた(図4)。深絞り性の改善には {111}<uvw>成分の存在が非常に有効である。

(2) {111}再結晶集合組織形成機構 溶体化処理中の{111}方位成分の発達

TD 回転したβ-fiber 集合組織を有する複合 圧延材(CR90% + AWR25%)の透過電子顕微 鏡組織(図5)から、温間異周速圧延後には すでにサブグレイン組織が形成されており、 {111}<110>に近い方位は、{011}<211>方位や {001}<110>方位よりも転位密度が低い下部 組織を示すことがわかった。また、蓄積エネ ルギーに対応すると考えられる Taylor 因子 は、等速圧延のような平面ひずみ変形では Cube 方位{001}<100>で低い値を示すが、せ ん断変形が加わると、Cube 方位近傍で増加 し{111}方位成分で減少する傾向がある(図6)。 これらのことから、温間異周速圧延後の状態 では、{111}<uvv>方位は他の方位よりも相対





► {111}<110> ▲ {111}<112> ■ {001}<100>

図 6 付加的せん断ひずみの増加に伴う Taylor 因子の変化 (φ₂ = 45°断面). P およ び S はそれぞれ平面ひずみとせん断ひずみ の大きさを表す.



図 7 温間異周速圧延(AWR)により S 方位 から得られた {111}<110> に近い方位と {013}<631>方位の間の方位関係. 的に蓄積エネルギーが低いことが示唆され る。複合圧延後の隣接結晶粒間の方位差も再 結晶核生成の重要な因子である。TD 回転し たβ-fiber 集合組織を有する複合圧延材 (CR90%+AWR25%)における{111}方位粒と 隣接変形マトリックスとの粒界を調査した 結果、{111}方位粒は高い割合で大角粒界に囲 まれていた。

面心立方晶金属において、変形マトリック スと<111>軸まわりの40°回転関係 (40°<111>方位関係)を有する再結晶粒の粒 界移動速度が速いことが古くから知られて いる。{111}<110>方位は冷間圧延で発達した S方位がTD軸まわりに約20°回転した方位 に近く、{013}<631>方位もまたS方位の別の バリアントからTD軸まわりに約20°回転し た方位であるため(図7)、これらの間には <111>軸まわりの約40°の回転関係が存在し、 {111}<110>再結晶粒が{013}<631>方位領域 に優先的に成長することも{111}再結晶集合 組織の成因の1つと考えられる。

実用化を想定して、溶体化処理中に {111}<110>再結晶集合組織が確実に発達す る圧延条件を冷間圧延85%、温間異周速圧延 30%に決定し、複合圧延コイル材を作製した。 以下の研究では、この大型板材を用いて 540 焼鈍中に生じる集合組織および微細組 織の変化をより定量的に調査した。複合圧延 のみならず、その大型板材で{111}再結晶集合 組織の形成機構を検討した例は国内外を通 して本研究が初めてである。

蓄積エネルギーの結晶方位依存性

焼鈍時間(540 での保持時間)の増加に伴 う集合組織の変化を図8に示す。圧延集合組 織はTD 回転したβ-fiber 集合組織であったが、 3 s の短時間焼鈍で{111}<110>再結晶集合組 織が発達した。複合圧延後および回復段階で TEM 観察を行った結果、図 5 と同様に、{111} や{111}近傍の方位成分を有するサブグレイ ンは他の方位のサブグレインよりも内部の 転位密度が低かった。冷間圧延後に200の 温間異周速圧延を行ったため、複合圧延した ままの試料でも平均的に転位密度の低い下 部組織であった。複合圧延後の試料における 様々な方位をもつサブグレインの内部転位 密度を図 9 に示す。{111}<uvw>方位を有する サブグレインの転位密度は他のどの方位よ りも低かった。転位密度hoと比例関係にある |蓄積エネルギーEを E≈0.5ρGb² (G:剛性率, b: バーガースベクトル)を用いて見積もった 結果、{111}<uvw>サブグレイン内の蓄積エネ ルギーは 0.5 J/mol、その他のサブグレイン 内の平均蓄積エネルギーは 3.0 J/mol であっ た。X線回折ピークの半値幅から算出した複 合圧延後の試料の平均転位密度は 1.8 × 10¹⁴ m⁻²であり、サブグレイン内の転位密度(10¹³ m⁻²オーダー)よりも高い値を示した。これは 小角境界で構成されたサブバウンダリーの 転位密度を考慮していないためと考えられ



図 8 540 焼鈍中の{111}方位成分の面積 率変化(許容誤差 15°).



図 9 複合圧延後の試料におけるサブグレ イン内の転位密度の方位依存性(サブバウン ダリー上の転位を除く).

る。SEM/EBSD によるサブグレインサイズ D と大角粒界を除いた小角境界の方位差角 $\theta(\theta < 15^{\circ})$ の測定結果から、サブバウンダリ ー上の転位密度 $\rho \epsilon \rho = \alpha \theta/(bD)$ を用いて算出 した。その結果、サブバウンダリー上の転位 密度は結晶方位に依存しないことが明らか となった(複合圧延後の平均転位密度:1.7× 10^{15} m⁻²)。{111}<uvw>再結晶核形成に及ぼす サブバウンダリーの転位密度の影響は小さ く、サブグレイン内の転位密度に起因する蓄 積エネルギー差が{111}<uvw>再結晶粒形成 と密接に関係したと考えられる。

大角粒界形成も再結晶核生成の重要な因 子である。複合圧延後に{111}<110>サブグレ インは既に周辺領域と約 66%の高い割合で 大角粒界を形成していた。

再結晶初期段階における選択成長

{111}<uvw>再結晶粒の中で{111}<110>方 位が主成分となる理由を考える。図 10 は {111}<110>方位粒を取り囲む粒界のうち、 40°<111>方位関係に近い粒界の割合を示す。 3 s焼鈍における{111}<110>方位の面積率(破 線)の大幅な増加が、その前の 0 s 焼鈍の段階 で{111}<110>方位がその隣接領域との間に 約 25%の比較的高確率で 40°<111>に近い方 位関係を有することと関係すると考えられ る。{111}<110>再結晶粒は周辺方位粒と比較 的大きな方位差をもち、低エネルギーで安定 な小角粒界や 60°<111>粒界(3 境界)で囲



図 10 540 焼鈍中の 40°<111>方位関係を 有する粒界の割合の変化(回転軸・回転角の 許容誤差 10°).



図 11 様々な方位を有するサブグレインを 取り囲むサブバウンダリーに存在する微細 粒子(0.5 µm 以下)の数.

まれていないため、速やかに成長が起こると 考えられる。

第二相粒子の影響

時効硬化型 Al-Mg-Si 系合金には多数の第 二相粒子が存在するため、ピン止めや Particle-Stimulated Nucleation(PSN)の影 響も検討する必要がある。

1µm よりもかなり微細な析出粒子はサブ バウンダリーや再結晶界面の移動を抑制す ることが知られている。複合圧延後の試料に おいて、様々な方位を有するサブグレインを 取り囲むサブバウンダリーに存在する単位 面積あたりの微細析出粒子の数を TEM 観察 により求めた(図11)。他の方位と比較して {111}<uvw>方位では、サブバウンダリー上の 微細析出粒子の数は少ない。したがって、複 |合圧延後に{111}<uvw>方位を有するサブグ レインは蓄積エネルギーが低く、サブバウン ダリーをピン止めする微細析出粒子が少な いため、成長しやすいことが示唆される。 での温間異周速圧延中に析出した微細 200 粒子が{111}<uvw>方位の再結晶核生成を抑 制する効果は小さく、反対に他の方位の再結 晶核生成が抑制されやすいことになり、微細 析出粒子は{111}<uvw>再結晶粒の増加に優 位に働く。温間異周速圧延によるせん断変形 の付加と微細粒子の析出が{111}再結晶集合 組織形成に重要な役割を演じている。

圧延前に存在した約 1µm 以上の粗大粒子 周りの deformation zone から PSN により生 成した再結晶粒の方位依存性を EBSD で調 べた結果、{111}<uvv>再結晶粒の割合は他の 方位の再結晶粒よりも相対的に少なかった。 このことは PSN が{111}再結晶集合組織形成 の重要な機構ではないことを示している。微 細析出物のピン止め効果を積極的に利用し た熱処理法の検討が今後の課題である。

5.主な発表論文等

〔雑誌論文〕(計3件)

<u>H. Inoue</u>, {111}<110> Recrystallization Texture Evolution in Al-Mg-Si Alloy Sheets Fabricated by Symmetric/ Asymmetric Combined Rolling Process, Materials Science Forum, 査読有, Vol. 783-786, 2014, pp. 33-38.

<u>井上博史</u>,集合組織制御による高機能材 料の創製(2)アルミニウム合金,査読無, 塑性と加工, Vol. 54, pp. 116-121, 2013.

<u>H. Inoue</u>, Texture Control of Aluminum and Magnesium Alloys by the Symmetric/Asymmetric Combination Rolling Process, Materials Science Forum, 査読有, Vol. 702-703, 2012, pp. 68-75.

[学会発表](計16件)

陸山直佑,<u>井上博史</u>,等速・異周速複合圧 延した Al-Mg-Si 合金板の溶体化処理中の 再結晶挙動とその後の時効挙動,日本鉄 鋼協会・日本金属学会関西支部 材料開発 研究会平成 25 年度第4回研究会,2013年 12月 25日,吹田.

蔭山直佑,<u>井上博史</u>,等速・異周速複合圧 延した Al-Mg-Si 合金板の溶体化処理中の 再結晶挙動とその後の時効挙動,軽金属 学会関西支部 若手研究者・院生による研 究発表会,2013 年 12 月 18 日,姫路.

<u>H. Inoue</u>, {111}<110> Recrystallization Texture Evolution in Al-Mg-Si Alloy Sheets Fabricated by Symmetric/ Asymmetric Combined Rolling Process, THERMEC'2013 (基調講演), 2013 年 12 月 2 日, アメリカ, ラスベガス.

蔭山直佑,<u>井上博史</u>,等速・異周速複合圧 延した Al-Mg-Si 合金板の再結晶挙動と時 効挙動,軽金属学会第 125 回秋期大会, 2013年11月9日,横浜.

<u>井上博史</u>, 蔭山直佑, 等速・異周速複合圧 延した Al-Mg-Si 合金板における <111>//ND 再結晶粒の形成機構の検討, 日本金属学会分科会第3回結晶と組織の 配向制御による材料高性能化研究会, 2013年10月7日, 伊勢.

蔭山直佑,<u>井上博史</u>,等速・異周速複合圧 延した Al-Mg-Si 合金板における{111}再 結晶粒の形成過程,日本金属学会 2013 年 秋期講演大会,2013 年 9 月 19 日,金沢. 蔭山直佑,<u>井上博史</u>,森勇人,等速・異周 速複合圧延したAl-Mg-Si合金板における {111}再結晶集合組織の発達,軽金属学会 関西支部 若手研究者・院生による研究発 表会,2012年12月25日,大阪.

蔭山直佑,<u>井上博史</u>,森勇人,等速・異周 速複合圧延した Al-Mg-Si 合金板の再結晶 集合組織に及ぼす第2 相粒子の影響,軽 金属学会第123回秋期大会,2012年11月 11日,習志野.

<u>井上博史</u>, 蔭山直佑, 森 勇人, 等速・異周 速複合圧延した Al-Mg-Si 合金板の再結 晶集合組織形成における支配因子の検討, 日本金属学会分科会 第2回結晶と組織の 配向制御による材料高性能化研究会, 2012年10月11日, 倉敷.

<u>H. Inoue</u>, Evolution of {111}<110> Recrystallization Texture in Al-Mg-Si Alloy Sheets Fabricated by Symmetric/ Asymmetric Combination Rolling Process, Materials Science Engineering 2012 (招待講演), 2012年9月27日, ド イツ、ダルムシュタット.

蔭山直佑、<u>井上博史</u>,等速・異周速複合圧 延したAl-Mg-Si合金板の再結晶初期段階 における集合組織形成,日本金属学会 2012 年秋期(第151回)大会,2012 年 9 月 18 日,松山.

<u>井上博史</u>,森勇人,等速・異周速複合圧 延したAl-Mg-Si合金板における溶体化処 理中の{111}<110>再結晶集合組織形成過 程,軽金属学会第122回春期大会,2012 年5月20日,福岡.

<u>H. Inoue</u>, Texture Control of Aluminum and Magnesium Alloys by the Symmetric/Asymmetric Combination Rolling Process, The 16th Int. Conf. on Textures of Materials (招待講演), 2011 年 12月 16日, インド,ムンバイ.

<u>井上博史</u>,森勇人,Al-Mg-Si 合金板にお ける{111}<110>再結晶集合組織形成過程 のEBSD解析,日本金属学会2011年秋 期(第149回)大会,2011年11月9日,宜 野湾.

<u>井上博史</u>,森勇人,高成形性Al-Mg-Si合 金板における{111}<110>再結晶集合組織 形成過程,日本金属学会分科会第1回結 晶と組織の配向制御による材料高性能化 研究会,2011年10月15日,浜松.

<u>H. Inoue</u>, Recrystallization Textures of Al-Mg-Si Alloy Sheets Processed by Combination of Symmetric and Asymmetric Rolling, THERMEC'2011, 2011 年 8 月 5 日, カナダ, ケベック.

6 . 研究組織

 (1)研究代表者
井上博史(INOUE, Hirofumi)
大阪府立大学・大学院工学研究科・准教授 研究者番号:30137236