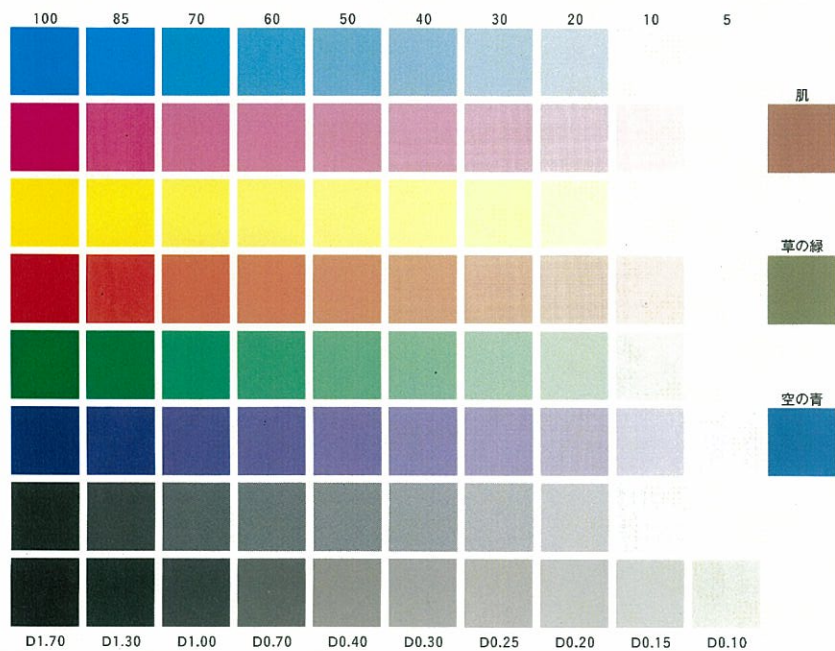


We conduct many of these  
We conduct many of these  
We conduct many of these



We conduct many of these  
We conduct many of these  
We conduct many of these



# アルミニウムおよびアルミニウム合金圧延板 の各種材料特性の異方性に関する 基礎的研究

佐久間 尚幸

# アルミニウムおよびアルミニウム合金圧延板の各種材料特性の

## 異方性に関する基礎的研究

### —目次—

第1章	序論	1
1-1	アルミニウムおよびアルミニウム合金について	
1-2	最近のアルミニウム圧延品	
1-3	集合組織について	
1-3-1	集合組織全般	
1-3-2	圧延集合組織	
1-3-3	再結晶集合組織	
1-4	アルミニウム中の合金元素(Mg、Fe、Mn)の熱処理時の挙動	
1-4-1	固溶、析出	
1-4-2	固溶限	
1-4-3	合金組成からの完全固溶温度の計算	
1-5	本研究の目的と構成	
	参考文献	
第2章	集合組織の測定法	12
2-1	緒言	
2-2	極点図測定	
2-3	三次元結晶方位解析	
	参考文献	
第3章	純アルミニウム焼なまし材(O材)の機械的性質の異方性	19
3-1	緒言	
3-2	実験方法(第4章と共通の実験方法)	
3-2-1	試料と加工熱処理	
3-2-2	引張試験と加工硬化率の計算	
3-2-3	耳率測定	
3-2-4	組織観察	
3-3	実験結果と考察	23
3-3-1	焼なまし板の顕微鏡組織	

3-3-2	応力-ひずみ曲線の引張方向依存性	
3-3-3	加工硬化率の異方性と伸びの異方性	
3-3-4	加工硬化率の異方性に影響を及ぼす因子	
3-4	結言	
	参考文献	

第4章	Al-0~5Mg 焼なまし材(O材)の機械的性質の異方性	37
4-1	緒言	
4-2	実験結果と考察	37
4-2-1	焼なまし板の顕微鏡組織	
4-2-2	焼なまし板の耳率と集合組織	
4-2-3	機械的性質の引張方向依存性	
4-3	結言	
4-4	製造工程への応用	
	参考文献	
第5章	Al-Mg合金板の降伏応力異方性に及ぼす集合組織と転位セル壁配列の影響	54
5-1	冷間圧延と焼なましによる組織変化の常識	
5-2	緒言	
5-3	実験方法	
5-3-1	試料と加工熱処理	
5-3-2	各種測定と組織観察	
5-3-3	比抵抗の測定法とマティーン則経験式の決定	
5-4	実験結果と考察	56
5-4-1	中間焼なまし板と冷間圧延板の顕微鏡組織	
5-4-2	最終焼なましによる降伏応力と異方性の変化	
5-4-3	最終焼なましによる降伏応力異方性と集合組織の関係	
5-4-4	最終焼なましによる軟化異方性と比抵抗の関係	
5-4-5	冷間圧延板のTEM組織	
5-5	結言	
	参考文献	
第6章	Al-Mg合金板の降伏応力異方性に及ぼすマイクロ組織と転位セル壁配列の影響	68
6-1	緒言	

6-2	実験方法	
6-2-1	試料と加工熱処理	
6-2-2	加熱処理後の顕微鏡組織と固溶 Fe、Mn 量の測定	
6-2-3	85%冷間圧延板のせん断帯、晶出物の分布観察	
6-2-4	TEM 観察	
6-2-5	引張試験	
6-3	実験結果と考察	71
6-3-1	各試料の顕微鏡組織と固溶 Fe、Mn 量	
6-3-2	最終焼なましによる降伏応力と異方性の変化	
6-3-3	85%冷間圧延板と焼なまし板の TEM 組織	
6-4	結言	
6-5	製造工程への応用	
	参考文献	
第 7 章	Al-2.5Mg、Al-2.5Mg-0.5Fe 合金 冷間圧延板と焼なまし板(H3n 材)の曲げ性と曲げ異方性	83
7-1	緒言	
7-2	実験方法 (第 8 章と共通の実験方法)	
7-2-1	試料と加工熱処理	
7-2-2	曲げ試験と引張試験	
7-2-3	集合組織測定	
7-2-4	耳率測定	
7-2-5	組織観察	
7-3	実験結果と考察	89
7-3-1	焼なまし板と冷間圧延板の顕微鏡組織	
7-3-2	最終冷間圧延板の耳率と集合組織	
7-3-3	最終板の機械的性質	
7-3-4	最終板の曲げ性と曲げ方向依存性	
7-3-4-1	晶出物の影響	
7-3-4-2	集合組織の影響	
7-3-4-3	調質処理の影響 I (H12→H32①、H14→H34)	
7-3-4-4	調質処理の影響 II (H12→H32①、H14→H32②)	
7-4	結言	
	参考文献	

第 8 章	Al-4.5Mg、Al-4.5Mg-0.5Fe 合金 冷間圧延板と焼なまし板(H3n 材)の曲げ性と曲げ異方性	106
8-1	緒言	
8-2	実験結果と考察	107
8-2-1	焼なまし板と冷間圧延板の顕微鏡組織	
8-2-2	最終冷間圧延板の耳率と集合組織	
8-2-3	最終板の機械的性質	
8-2-4	最終板の曲げ性と曲げ方向依存性	
8-2-4-1	晶出物の影響	
8-2-4-2	集合組織の影響	
8-2-4-3	調質処理の影響 I (H12→H32①、H14→H34)	
8-2-4-4	調質処理の影響 II (H12→H32①、H14→H32②)	
8-3	結言	
8-4	曲げ性と曲げ異方性の第 7 章と第 8 章の総合的結論	
8-5	製造工程への応用	
	参考文献	
第 9 章	総括	127
謝辞		132

## 第1章 序論

### 1-1 アルミニウムおよびアルミニウム合金について

アルミニウムは軽くて展伸性に富むが、用途によってさらに強度を高めるなどの性質を改善する必要がある場合は、種々の元素を加えたアルミニウム合金として使用される。アルミニウム合金は板、箔、形材、管、棒、線、鍛造品などの展伸材と鋳物、ダイカストなどの鑄造材に大別され、1000系から8000系の熱処理型合金、もしくは非熱処理型合金としてJIS規格化されている。展伸材の分類を以下に記す<sup>1)</sup>。

展伸材	非熱処理型合金	純アルミニウム	(1000系)
		Al-Mn系合金	(3000系)
		Al-Si系合金	(4000系)
		Al-Mg系合金	(5000系)
		Al-Fe-Si系合金	(8000系)
	熱処理型合金	Al-Cu-Mg系合金	(2000系)
		Al-Mg-Si系合金	(6000系)
		Al-Zn-Mg系合金	(7000系)
		Al-Li-Zn-Mg系合金	(8000系)

非熱処理型合金の場合は圧延、押し出し、引抜きなどの冷間加工によって、熱処理型合金は焼入れ、焼もどしなどによって、それぞれの所定の強度を得るものである。しかし、熱処理型合金の場合でも、熱処理によって得られる強度よりさらに高い強度を得るため冷間加工することがある。また、非熱処理型合金でも、焼なまし、安定化処理のような熱処理が施されることがある。さらに、これらの合金は主要添加元素の種類によって分類することができ、それぞれの呼称が付けられている。ここでは展伸材の呼称について、概略を説明する。

JIS規格では、例えば個々のアルミニウム合金材料には次に示すような表示で呼称が付けられている。

① A5052P-H34 (非熱処理型合金の例)      ② A6063TE-T5 (熱処理型合金の例)

最初のAはアルミニウム合金を示し、続く4桁の数字は合金分類を示す。この4桁の数字は国際登録アルミニウム合金名にならって表示され、第1位の数字は合金系を、第3、4位の数字は

個々の合金の識別を示すが、合金系表示の第1位が1の場合、すなわち純アルミニウム系材料の場合には純度を示す。第2位の数字は0が基本合金を示し、1以降の数字については、基本合金の改良または派生合金であることを示す。ただし、わが国で開発され、国際アルミニウム合金に相当する合金を見出せない場合は第2位目の数字に代えてNを記す。

4位の数字に続いて1~3個のローマ数字が附されるが、これは材料の形状および製造条件を示す記号、あるいは寸法許容度を示す等級記号である。例えば、①のA5052PのPは板、条、円板を表し、②のA6063TEのTEは押し出し継目無管を意味する。

ハイフォンに続くHまたはTを冠した数字は材料の加工硬化状態または熱処理状態などの調質を示す質別記号であり、他にF、Oなどの文字が使用される。例えば、①のA5052P-H34のHは、適度の柔らかさにするための追加熱処理の有無に係わらず、加工硬化によって材料の強さを増加させたものであり、②のA6063TE-T5のTは安定な質別にするため、追加加工硬化の有無に係わらず、熱処理したものである。また、H34の34とは、Mgを含む3000系合金および5000系合金に適用される質別記号であり、冷間加工したままの状態では長時間放置すると耐力が僅かに低下し、伸びが増加する、いわゆる経年変化を防止するために冷間加工後130~170°Cで熱処理を行った材料を示す。また、H34の4の他には2、6、8の偶数が用いられ、大きな数字ほど降伏強度が高い。さらに、一部の合金で使われているH39は、超硬質として通常のH38材よりさらに高い冷間加工が行われた状態を示す。

なお、この他にJIS規格により種々細分化された質別記号が多数あるので、詳細についてはアルミニウムハンドブック<sup>1)</sup>を参照されたい。

### 1-2 最近のアルミニウム圧延品

1997年~2003年のアルミニウムの国内総需要は約400万トンで、戦後一貫して増え続けている。特に、アルミニウム圧延品は、自動車向け、飲料缶用板等の製品が好調である上、液晶や半導体製造装置向けの厚板が新たな需要として加わり高生産が続いている。これまでの国内総需要と用途別に開発された主要製品との関連をFig.1-1<sup>2)</sup>に、国内における過去の圧延品の需要量推移をFig.1-2<sup>2)</sup>に示す。主には、飲料缶、自動車熱交換器などの輸送機械部材に加え、窓用サッシをはじめとする建築・建設部材、ルームエアコン用フィン材、印刷版、電解コンデンサ用アルミ箔などがアルミニウムの需要を牽引してきた。また、2000年のアルミ圧延品における需要量の約35%(約40万トン)が缶材であるが、ここで述べる缶材とは、缶胴材として用いられるJIS3004合金、缶蓋材として用いられるJIS5182合金が主である。さらに、箔の材料には1000系や8000系の

高 Fe 合金が、電気機器材には 1000 系のアルミニウムが主に使用されている。アルミニウムおよびアルミニウム合金は、非熱処理型合金と熱処理型合金に大別されるが、非熱処理型合金の生産がその多くを占めていることが分かる。

アルミニウムの国内生産量はこのように順調に伸びてきたが、今後は国内における人口減少が続くため高度成長期に代表される内需拡大は望めない。しかし、自動車ボディシートに関しては更なる需要増加の期待が寄せられている。自動車ボディシートへのアルミニウムの適用を考えると、鉄と比べた場合の製品価格などの課題は当然ある上、他にも克服しなければならない高いハードルが幾つかある。

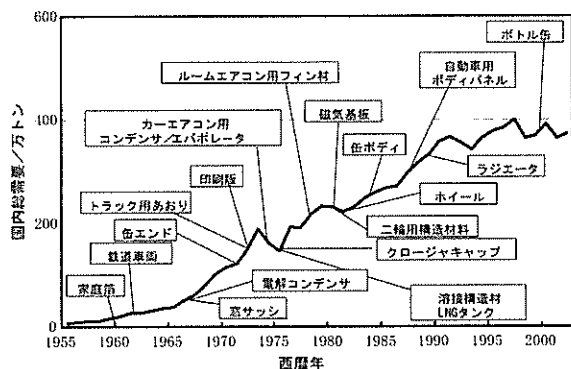


Fig.1-1 Annual amount of aluminum products in Japan since 1955.<sup>2)</sup>

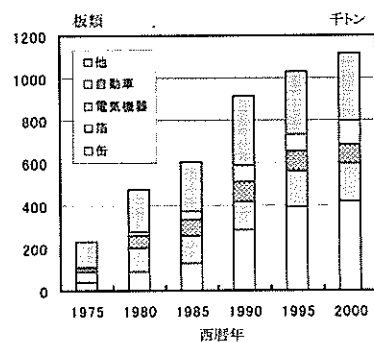


Fig.1-2 Change in each sphere of aluminum rolled sheets.<sup>2)</sup>

例えば、国内の自動車ボディシート材には、5000 系合金(O 材)と 6000 系合金(T4 材)が量産されているが、6000 系合金の場合には、成形時のストレッチャ・ストレインマークの発生がないこと、塗装焼付け硬化性の付与が可能などの特徴がある。フードなどのアウター材として用いる場合には、パネルの外周はインナー材を包み込むように曲げ加工(ヘム加工)が行われるが、6000 系合金の場合には割れが発生することがあるため<sup>3)</sup>、曲げ加工性に関する研究が活発になってきている<sup>4)</sup>。今後もアルミニウムの需要を高めていくには、付加価値の高い製品を開発し、量産し続けることが必要である。さらに、近年では材料特性の異方性が少ない材料をユーザーから求められるケースが増えており、この課題解決を含めた製品の開発が必要になっている。

圧延板の機械的性質には異方性がしばしば現れる。一般に、材料特性の異方性には集合組織が影響を及ぼすことが知られているが<sup>5)</sup>、集合組織制御だけでは圧延板の材料特性の異方性を制御することが困難な場合があるため、異方性制御の考え方を再度整理することが必要である。例えば、圧延材には、熱間圧延や冷間圧延によって作り出された転位組織や晶出物分布のマイクロ組織の異方性が存在している。これらマイクロ組織は様々な材料特性に大きな影響を及ぼすため、その組織の異方性もまた、材料特性の異方性に影響を及ぼすことが十分考えられる。従って、様々な視点に立ち材料特性の異方性制御に取り組むことが必要である。

以上の背景を基に、本論文では集合組織とマイクロ組織の異方性の観点から、アルミニウム合金の各種材料特性に関する異方性メカニズムの整理に取り組んだ。

### 1-3 集合組織について

#### 1-3-1 集合組織全般

結晶は原子の規則的な格子配列から成り立っているため、単結晶の物性が結晶方位によって異なる異方性が存在しており、結晶方向によって物理的、化学的、さらには機械的性質が微妙に異なる。工業用材料は数多くの結晶粒で構成される多結晶体であるが、結晶粒内部では原子が規則的に配向しており、Fig.1-3<sup>6)</sup>で模式的に示すように、その向きは結晶粒ごとに異なる。このような多結晶材料でも、凝固や塑性加工、熱処理などの製造工程において、結晶方位の統計的偏り、すなわち優先方位が発達する。そして、優先方位を持つ多結晶体の結晶方位の分布状態を集合組織と云う。この集合組織は、変形集合組織、再結晶集合組織、変態集合組織など、各種の加工熱処理段階で発達する集合組織に分類される<sup>6)</sup>。

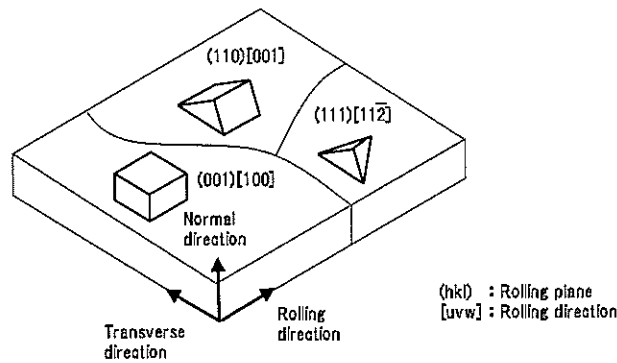


Fig.1-3 Example of texture on ideal orientation.<sup>8)</sup>

### 1-3-2 圧延集合組織

変形集合組織の中で、圧延によって形成された結晶方位の分布状態を圧延集合組織と呼ぶ。また、集合組織との相関が強い耳率の冷間圧延による変化を Fig.1-4 に示したが、圧延率が大きくなるほど圧延集合組織が発達し、深絞り加工時の耳率 (Earing) が高くなる (耳率については 3-2-3 節参照)。しかし、圧延のような塑性加工を施すと、均一な変形は起こらず、場所的に不均一な変形が生じる。これに付随し方位の乱れ、すなわち集合組織の不均一性が発達する。これは塑性流動の際、局所的に存在する組織の不均一などによって生じる現象で、結晶回転が進んだ部分と遅れた部分、本来の結晶回転から逸脱した部分が生成される。

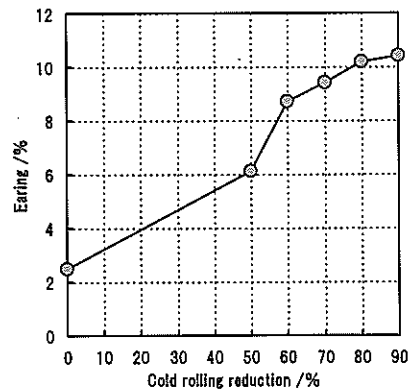


Fig.1-4 Change in earing with cold rolling reduction in JIS 5182 alloy.

例えば、多結晶体の組織の不均一性には結晶粒界があるが、ある結晶粒の隣接結晶粒が変形し易い結晶粒である場合、その結晶粒の粒界近傍では変形、結晶回転ともに促進される。一方、変形し難い隣接結晶粒に接続する部分は変形が拘束され、変形、結晶回転とも小さい。理論的にはこのように説明されるが、一般に粒界近傍では隣接結晶粒間で応力、ひずみの連続条件を満たすような変形と結晶回転が起こるものと考えられる。

### 1-3-3 再結晶集合組織

再結晶熱処理後に観察される集合組織を、再結晶集合組織と呼ぶ<sup>9)</sup>。例えば、圧延組織である試料を熱処理すると回復が生じ再結晶組織へと変化していく。主には、塑性加工によって形成された局所的にひずみが高い領域、すなわち結晶粒界の近傍や粗大な第2相粒子の周辺、せん断帯、更にはひずみの蓄積は少ないが再結晶までの潜伏期間が短いと考えられている Cube バンド<sup>7)</sup>と称される Cube 方位粒の集団 (Fig.1-5) などから優先的に回復・再結晶が始まる。加工組織から再結晶組織への変化の過程では、当然ながら結晶方位の集積度も変化するが、①ある方位の再結晶核が優先的に核生成することにより再結晶集合組織が形成される優先核生成 (Oriented Nucleation)<sup>9)</sup>、②生成する再結晶核の方位はランダムであり、それらの中で変形組織を消費して急成長できる有利な方位関係にある再結晶核が再結晶後の主方位を占める優先成長 (Oriented Growth)<sup>9,10)</sup>、または③優先核生成と優先成長 (Oriented Nucleation and Oriented Growth)<sup>11,12)</sup>が同時に起こり、集合組織は圧延状態のものから変化していく。

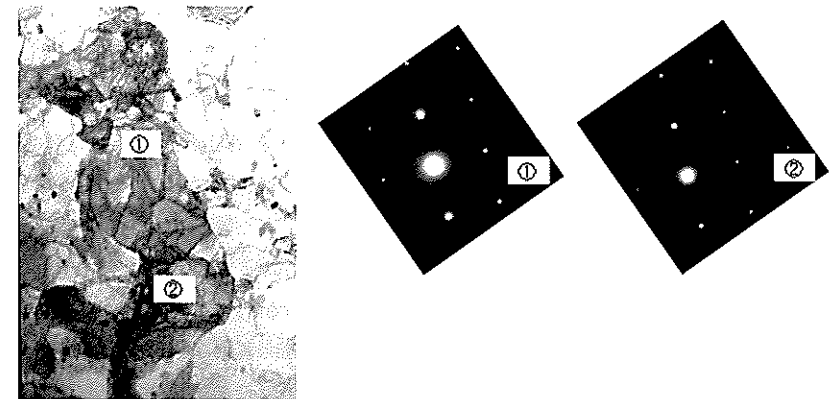


Fig.1-5 TEM micrograph and selected area electron diffractions showing Cube band in a hot rolled sheet of JIS 3004 alloy.

以上のような過程を経て圧延集合組織や再結晶集合組織は発達するが、結晶粒の統計的結晶方位分布状態を測定する方法には、X線回折などによって正極点図を解析する三次元結晶方位解析法がある。これは、結晶集合組織をより正確に、かつ定量的に表示することができる優れた手法である<sup>13)</sup>。三次元結晶方位解析法の詳細については第2章に記載した。

#### 1-4 アルミニウム中の合金元素(Mg, Fe, Mn)の熱処理時の挙動

##### 1-4-1 固溶、析出

アルミニウム合金は板、箔、型材、管、棒、線、鍛造品などの展伸材と鋳物、ダイカストなどの鋳造材に大別されるが、展伸用アルミニウム合金の合金元素の総量は最大数%程度であり、鋳造用アルミニウム合金でもSi添加量は10%以下のものが多い。これらの合金元素が金属間化合物として晶出または析出しても、実用体積の90%以上は固溶体である<sup>14)</sup>。固溶体としてアルミニウム中に存在する場合、もしくは析出物としてアルミニウム母相内に存在する場合には様々な材料特性に影響を及ぼすため、各種元素の固溶、析出挙動を知ることは材料特性の向上に有益な情報となる。

例えば、アルミニウム中にMgは723Kで最大17.4mass%(18.9at%)まで固溶できるが、加工性を考慮するために実用化されているMg添加量は5~6mass%に止まっている。アルミニウム中の固溶Mgは材料の加工硬化特性などに影響を及ぼし、同じ条件で冷間圧延を施した場合には溶質濃度が高いほど転位密度増加と加工硬化は大きくなる<sup>15)</sup>。一方、固溶Mgが平衡論的組成まで析出した場合には $Al_3Mg_2$ もしくは $Al_3Mg_5$ の析出物として母相内に存在することになるが、Al-Mg系の析出物はAl-Fe系やAl-Mn系の析出物より溶解性が高い。

アルミニウムにとって不可避的な不純物元素の一つであるFeは、928Kで最大0.05mass%しか固溶できないが、固溶Fe量は焼なましによる軟化挙動などに大きく影響する。また、Feと同じく不可避な不純物元素であるSiと共存すると、 $Al_3Fe$ 、 $\alpha$ -Al-Fe-Siなどの析出物が形成される。土公ら<sup>16)</sup>は、1100合金DC鋳塊の均質化処理時の析出挙動を調べた結果、723Kでの析出相は $\alpha$ -Al-Fe-Siであり、773K以上で $Al_3Fe$ が析出し始め、823K-10.8ks以上では全て $Al_3Fe$ になること、析出物は高温かつ長時間保持になるほど全体的に大きくなるが、823K-10.8ksでも90%以上が $0.2\mu m$ 以下であると報告している。このような微細な析出物は再結晶粒の粒界移動を抑制する働きがあるが、熱処理中に析出物が粗大化して粒界移動のピン止め効果が弱まると再結晶粒が異常に成長することがある<sup>17)</sup>。

Feと同じ遷移元素であるMnは931Kで最大1.25mass%まで固溶でき、Feに比べ平衡固溶度

は大きい。Siの共存下においては $Mg^{18)}$ 、 $Fe^{19)}$ と同じように平衡固溶度が低下する<sup>20)</sup>。さらに、Mgが共存することによりMnの平衡固溶度は低下<sup>21)</sup>して、析出も促進され $Al(MgMn)_3Al_{10}$ 相が形成される。また、Al-Mn系の析出物はAl-Fe系の析出物と同じように熱処理温度、時間によって析出相の組成や結晶構造が変化するだけでなく、析出物の大きさも変化する。例えば、飲料用の缶胴材として使用されている3004合金の場合には、高温の均質化処理で $Al_3(Fe, Mn)$ の析出物を、より硬い $\alpha$ - $Al_{12}(Fe, Mn)_3Si$ の析出物に変化させている。

##### 1-4-2 固溶限

アルミニウムに1mass%以上固溶できる元素は、高い順にZn、Ag、Mg、Cu、Ge、Li、Si、Mnである<sup>14)</sup>。at%ではCu以下で少し入れ代わりますが、上位三元素は変わらない。773Kでの拡散係数はSiまでが $10^{-13}m^2s^{-1}$ 台で、Mnは $10^{-17}m^2s^{-1}$ 台である。これら元素の析出による硬化と固溶による硬化、さらには加工硬化とが実用合金の主な強化機構であり、各元素のアルミニウムへの平衡固溶度を把握することは、材料の強化機構の解明に繋がるとされている<sup>14)</sup>。

アルミニウム合金中の各元素の固溶限の推定法には幾つかの方法があるが、大別すると湿式化学分析による固溶量の直接推定法、物性値による固溶量の推定法とに分けられる。天野ら<sup>22)</sup>は、物性値による固溶量の推定法の代表である比抵抗と熱力学を組み合わせて、アルミニウム中のMgの523K以下での平衡固溶度を報告している。以下にその概略を紹介し、本研究への適用を試みる。

アルミニウム基固溶体の平衡固溶度は低温ほど指数関数的に小さくなる。熱処理温度の関数としての平衡固溶度の変化、すなわち状態図の固溶限曲線は二元固溶体でXを溶質原子の原子分率とし、種々の濃度関数を $f(X)$ とすると、

$$\ln[f(X)] = \Delta S/k - \Delta H/kT \dots (1-1)$$

で表される。 $\Delta S$ と $\Delta H$ はそれぞれ混合のエントロピー変化と混合のエンタルピー変化で、 $k$ はボルツマン定数、 $T$ は絶対温度である。FreedmanとNowick<sup>23)</sup>によると原子分率 $Y$ の溶媒を含む第二相と高濃度固溶体が平衡する場合、(1-1)式の $f(X)$ は

$$f(X) = \ln(X/(1-Y))/(1-2X) \dots (1-2)$$

と表される。この形式が最も一般的で、他の表現は(1-2)式から誘導できる。 $Y$ が十分に小さい合金系では、

$$f(X) = \ln X/(1-2X) \dots (1-3)$$

と近似できる<sup>24)</sup>。 $X < 0.01 \sim 0.02$ 程度の希薄固溶体では、(1-3)式はさらに

$$f(X) = \ln X \quad \dots\dots (1-4)$$

と簡略化でき、多くのアルミニウム合金に適用される<sup>25)</sup>。しかし、Al-Ag、Al-Zn、Al-Mg系のように  $X > 0.1$  となる合金系の固溶限曲線には、(1-2)式または(1-3)式が必要になり、Al-AgとAl-Mg系では(1-2)式が、Al-Zn系には(1-3)式が適用できる。天野ら<sup>22)</sup>は、(1-2)式と種々の実験データを組み合わせ検討した結果、従来の状態図集に採用されてきたAl-Mg系合金の固溶限データ<sup>26)</sup>は 473K 以下では過大評価であることを解明し、平衡固溶度の温度依存性は(1-2)式の  $Y$  に 0.615 を使って、

$$\ln(X/0.385)/(1-2X) = 1.948 - 2230/T \quad \dots\dots (1-5)$$

で表されることを報告している。

### 1-4-3 合金組成からの完全固溶温度の計算

天野ら<sup>22)</sup>が報告した Al-Mg 系合金の固溶限データ(1-5)式を使い、本実験で使用した試料の Mg の完全固溶温度計算値を Table 1-1 に示す。

Table 1-1 Relation between Mg content and full solution temperature of several specimens used in this experiment

Alloy designation	Mg content / mass%	Mg content / at%	Full solution temperature / K
1Mg	1.01	1.12	400.7
2Mg	1.99	2.21	451.5
3Mg	3.06	3.39	489.6
4Mg	4.02	4.45	516.6
5Mg	4.97	5.49	539.3
5182	4.63	5.15	532.1
4.6Mg	4.63	5.11	531.4
4.5Mg-(F, C)	4.51	4.99	528.6
4.5Mg+0.5Fe	4.51	5.01	529.2
4.5Mg+1.0Mn	4.51	5.04	529.7
25M	2.50	2.77	471.1
25MF	2.51	2.79	471.8
45M	4.48	4.95	527.9
45MF	4.50	5.00	528.9

この完全固溶温度以上で熱処理を完了し、平衡状態に到達したと仮定すれば、 $Al_3Mg_2$  もしくは  $Al_6Mg_5$  の析出物は固溶し Al-Mg 固溶体だけになる。一方、この温度以下で熱処理した場合には、これらの相がアルミニウム母相内に析出することになる。熱処理温度の低下に伴い析出速度は

遅くなり、平衡固溶度への到達には長時間を要する。天野ら<sup>22)</sup>の実験では 3.2at.% Mg 合金を 423K で 50Ms(1.6 年)処理してもなお、平衡には到達していない。

(1-2)~(1-4)式は熱力学の議論に必要なが、実用的には mass% で表した(1-6)式<sup>22)</sup>が便利であるため、これを用いて計算した Fe と Mn の各温度における平衡固溶度を Table 1-2 に示す。なお、Fe、Mn の A、B の定数は文献 25) の値を使用した。これら Fe、Mn の平衡固溶度の計算結果は第 6 章の Table 6-4、ならびに同章の 393~513K での最終焼なまし時における Fe、Mn の析出挙動の参考となる。

$$C / \text{mass\%} = A \exp(-B/T) \quad \dots\dots (1-6)$$

Fe : A=2876 B=9943  
 Mn : A=2018 B=6700

Table 1-2 Relation between temperature and calculated equilibrium Fe, Mn concentration

T/K	Fe/ppm	Mn/ppm	T/K	Fe/ppm	Mn/mass%
393	$2.96 \times 10^{-4}$	0.796	673	11.0	0.0958
433	$3.06 \times 10^{-3}$	3.481	723	30.6	0.191
473	$2.14 \times 10^{-2}$	14.2	773	74.6	0.347
513	0.110	42.9	803	120.6	0.480
			823	162.9	0.588

### 1-5 本研究の目的と構成

本研究では非熱処理型合金の代表で、成形用途として多岐に亘り利用されている 5000 系 Al-Mg 合金を中心に材料特性の基礎である機械的性質と曲げ性を取り上げ、集合組織とミクロ組織の異方性の観点からそれら材料特性の異方性発生メカニズムの解明を試みた。体系だった実験を行えば、グローバルな視点で基本的考え方を整理できることから、純アルミニウムについても同様の実験を行い、異方性発生メカニズムの解明に取り組んだ。

第 3 章では純アルミニウム焼なまし材(O 材)の機械的性質の異方性を、続く第 4 章では Al-Mg 合金焼なまし材(O 材)の機械的性質の異方性を検討した。第 5、6 章では Al-Mg 合金 冷間圧延板と焼なまし板(H3n 材)の降伏応力の異方性について、第 7、8 章では Al-Mg 合金 冷間圧延板と焼なまし板(H3n 材)と曲げ性と其の異方性を検討した。



## 参考文献

- 1) (社)アルミニウム協会 編:アルミニウムハンドブック, 第6版 (2001),2.
- 2) 永田公二:軽金属, 55(2005),515.
- 3) 箕田正, 吉田英雄:軽金属, 56(2006),602.
- 4) 箕田正, 浅野峰生, 渋谷和久:塑性と加工, 46(2005),119.
- 5) 井上博史:軽金属, 42(1992),358.
- 6) 長島晋一 編著:集合組織, 丸善, (1984).
- 7) 日比野旭:軽金属, 52(2002),530.
- 8) W.G.Burgers and P.C.Louwerse:Z. Phys., 61(1931),805.
- 9) C.s.Barrett:Trans. AIME, 137(1950),128.
- 10) P.A.Beck:J. Metals, 4(1952),979.
- 11) C.G.Dunn:Act Met., 1(1953),163.
- 12) Y.C.Liu and W.R.Hibbard:J. Metals, 7(1955),381.
- 13) 井上博史:軽金属, 42(1992),358.
- 14) 小松伸也, 村松俊樹:軽金属, 50(2000),518.
- 15) S.Komatsu, M.Ikeda, T.Miyashita, H.Yukimachi and T.Ikeda:ICAA-6,(1998),JILM. Tokyo,991.
- 16) 土公武宣, 浅見重則:軽金属学会第71回大会講演概要, (1986),117.
- 17) P.Furrer and H.Warlimont;村上陽太郎 訳:軽金属, 27(1977),512.
- 18) 小松伸也, 池田勝彦, 池田毅, 武藤智彦:軽金属学会第87回大会講演概要, (1994),65.
- 19) A.Oscarsson, W.B.Hatchinson, H.E.Ekstrom, D.P.Edickson, C.G.Simensen and G.M.Raynaud :Z.Metall.79(1988),600.
- 20) 小松伸也, 池田勝彦, 武藤智彦, 村松俊樹, 松尾守:軽金属学会第80回大会講演概要, (1991),271.
- 21) E. Fahrenhorst and W. Hofmann:Metallwirtschaft, 19(1940),891.
- 22) 天野英隆, 小松伸也, 池田勝彦, 河本知広:軽金属, 52(2002),210.
- 23) J.F.Freedman and A.S.Nowick:Acta Met., 6(1958),176.
- 24) R.A.Swalin;上原邦雄, 笠原英志, 佐田登志夫, 中山一雄, 花田桂一, 水野万亀雄, 吉川弘之 共訳:固体の熱力学, コロナ社, (1967),144.
- 25) 小松伸也, 藤川辰一郎:軽金属, 47(1997),396.
- 26) M.Hansen and K.Anderko:“Constitution of Binary Alloys”, 2nd ed., McGraw-Hill, (1958),107.

## 第2章 集合組織の測定法

### 2-1 緒言

以下は文献 1)からの抜粋と引用である。古くは、集合組織の解析は正極点図によって行われてきたが、この方法では優先方位の定性的な決定は可能であっても、その方位がどのくらい試料内部に存在しているか、と云う定量的な情報を正確に把握することができない。その上、面心立方金属の純金属型圧延集合組織のように方位分散が大きい集合組織は、極点図上に多数の方位が重なり合った状態が描写されるため、正確な方位分布状態を見積もることが困難である。

Fig.2-1<sup>1)</sup>は極点図が試料座標系における特定の結晶面( $hkl$ )の極密度分布をステレオ投影面上に表したものであり、( $hkl$ )面の法線軸まわりに回転した方位はすべて点Pの極密度値に寄与する。言い換えると、( $hkl$ )面の1つが極Pに対応しているだけで、他の結晶面の向きがどうなっているかは単結晶のような単一方位成分でない限り、限定することができない。このように極点図法を用いて多結晶体の集合組織を厳密に解析することは難しく、厳密かつ定量的な集合組織解析が可能である三次元方位解析法が必要となる。この方法は極点図の二次元的な情報に基づいて、その母体である三次元の結晶方位分布を数学的に決定するものである。

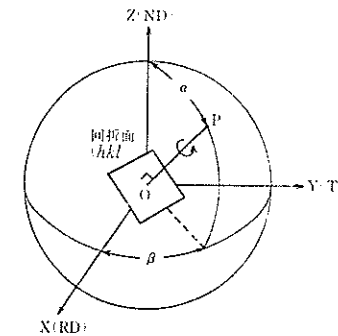


Fig.2-1 Principle of measurement on texture by pole figure method<sup>1)</sup>.

### 2-2 極点図測定

以下は文献 2)からの抜粋と引用である。X線ディフラクメータを用いた反射法および透過法による測定系は Fig.2-2<sup>2)</sup>のようにになっているが、本実験では Schulz の反射法のみを適用し、極点図測定を行った。そのため、Schulz の反射法による極点図測定について主に説明する。

まず、入射 X 線に対する試料の幾何学的配置の変化は、 $\alpha$  と  $\beta$  の二通りの回転で与えられており、 $\alpha$  回転は試料面に対する X 線の入射角度を変えるもので、正極点図上では半径方向の変化に対応する。この  $\alpha$  回転軸の取り方には二通りあり、透過法ではゴニオメータ軸と一致する  $\alpha$  軸 (Fig.2-2 で紙面に垂直)、Schulz による反射法ではそれに直行して試料表面と接する  $\alpha_R$  軸 (紙面上) を用いる。 $\beta$  回転は試料面法線まわりの回転で、正極点図上では円周方向の変化に対応する。

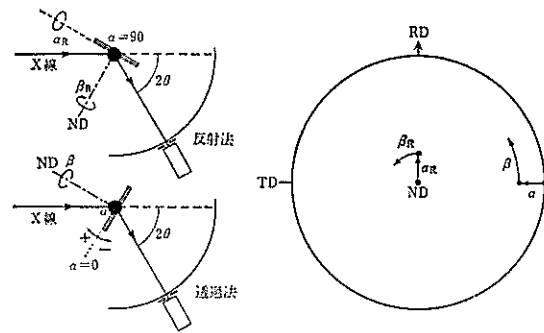


Fig.2-2 Measurement system of pole figure<sup>2)</sup>.

$\{hkl\}$  極点図を反射法で測定する場合、試料表面 (圧延面) を入射 X 線に対して  $hkl$  または、その高次の回折角度  $\theta$  だけ傾けて設置し、計数管を角度  $2\theta$  の位置に設置すると、試料面に平行な  $\{hkl\}$  面、すなわち、その極点が正極点図の中心点に相当する結晶面の存在量が測定できる。この位置を  $\alpha = 90^\circ$  とし、試料を  $\alpha_R$  軸により角度  $\alpha_R$  だけ回転する。このとき、試料面内の基準方向 (圧延方向 RD) を図の紙面垂直方向上向きに合せて、試料面法線まわりに  $\beta$  回転を始めれば、極点図上で中心から角度  $\alpha_R$  の位置にある小円上の  $\{hkl\}$  面の存在量が測定できる。一周の  $\beta$  回転が終わり、もとの位置に戻ったら、さらに  $\alpha_R$  と  $\beta$  回転を繰り返す。しかし、 $\alpha_R$  回転が進むと、試料面に対する X 線の入射角が浅くなるために、測定上の困難が生じるとともに、Schulz 法の基本である集束中条件からのずれが大きくなる。従って、 $\alpha_R$  回転による実用上の測角範囲は、 $75^\circ$  ( $\alpha = 90^\circ \sim 15^\circ$ ) 程度に制限される。

このような方法で測定した回折強度に対して、バックグラウンド補正やランダム試料による強度補正を行い極点図を作成する。近年、極点図の作成はコンピュータによって自動化されており、本実験でも理学電機(株)製の RINT2000 を使い極点図を作成した。

### 2-3 三次元結晶方位解析

以下は文献 1)からの抜粋と引用である。三次元結晶方位解析を行うには、反射法と透過法を用いて測定した完全極点図と呼ばれる正極点図を利用するのが一般的であったが、測定時間の関係や試料作製の時間上、近年では反射法のみで測定した不完全極点図と呼ばれる複数の  $\{hkl\}$  面の正極点図を基にして級数展開法により三次元結晶方位解析を行うのが主流になっている<sup>1)</sup>。例えば、立方晶金属の場合には、2 つの極点図で展開次数  $l=22$  まで、3 つの極点図で  $l=34$  まで偶数項の係数が計算できるが、極点図の測定誤差を考慮すると、 $l=22$  まで展開するには 3 つ以上の極点図を用いた方が良くとされている<sup>1)</sup>ため、本実験では  $\{100\}$ 、 $\{110\}$ 、 $\{111\}$  の 3 面の不完全極点図を測定し、三次元結晶方位解析を行った。

この三次元結晶方位分布を決定する方法として最も広く用いられているものは、Bunge や Roe が提唱した球面調和関数による級数展開法である。これは、Bunge と Roe によってそれぞれ独自に提案された手法であるが、原理的には両者とも同じである。しかしながら、それぞれ相違点も存在する。それは、結晶方位を表示するためのオイラー角の定義の仕方と計算方法にある。現在、一般的に利用されている方法は Bunge が提唱した三次元結晶方位解析法であり、本実験で使用したコンピュータソフトも Bunge が提唱した解析法が基本になっているため、これについて以下説明する。

まず、この方法における結晶方位の表示は、Fig.2-3 で示した試料座標系と結晶座標系との間の角度を表すオイラー角 ( $\phi_1$ 、 $\phi$ 、 $\phi_2$ ) が用いられている。通常、試料座標系として、X 軸に圧延方向 RD、Y 軸に板幅方向 TD、Z 軸に圧延面法線方向 ND をとり、結晶座標系として立方晶金属の場合には、 $X=[100]$ 、 $Y=[010]$ 、 $Z=[001]$  をとる。

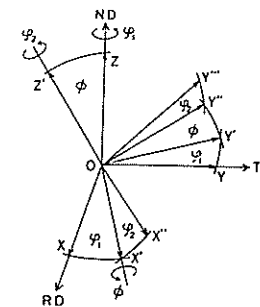


Fig.2-3 Definition of eulerian angles showing relationship between specimen coordinate system (OXYZ) and crystallite coordinate system (OX'Y'Z').<sup>1)</sup>

はじめに、試料座標系と結晶座標系が一致した状態を考え、結晶座標系のZ軸について反時計回りに $\varphi_1$ 回転を行い、次に移動した結晶座標系のX軸(X'軸)について $\phi$ 回転を行い、最後に移動した結晶座標系のZ軸(Z'軸)について $\varphi_2$ 回転を行うことによって結晶座標系はX''Y''Z'へと移動する。このときの3つの回転角( $\varphi_1$ 、 $\phi$ 、 $\varphi_2$ )によって結晶方位を定義づける。また、結晶方位の表示法を用いた立方晶の(hki)[uvw]方位は、(2-1)式によって対応するオイラー角に変換できる。

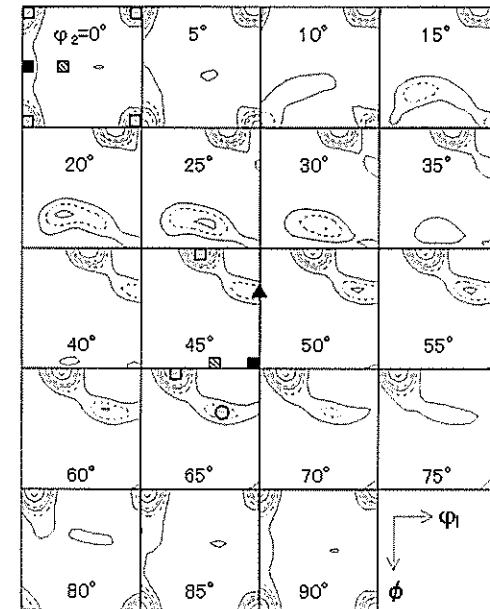
$$\left. \begin{aligned} \sin\varphi_1 &= w / (u^2 + v^2 + w^2)^{1/2} \cdot (h^2 + k^2 + l^2)^{1/2} / (h^2 + k^2)^{1/2} \\ \cos\phi &= l / (h^2 + k^2 + l^2)^{1/2} \\ \cos\varphi_2 &= k / (h^2 + k^2) \text{ または } \sin\varphi_2 = h / (h^2 + k^2) \\ h = k = 0 \text{ のとき } \cos(\varphi_1 + \varphi_2) &= u / (u^2 + v^2 + w^2)^{1/2} \end{aligned} \right\} (2-1)$$

多結晶体の結晶方位分布は、このオイラー角を用いた関数 $f(\varphi_1, \phi, \varphi_2)$ で表され、この関数のことを結晶方位分布関数(Crystallite Orientation Distribution Function、略してODF)と呼んでいる。結晶方位分布関数 $f(\varphi)$ を求めれば、オイラー角( $\varphi_1, \phi, \varphi_2$ )の方位を持つ結晶の存在量を知ることができる。また、結晶方位分布関数 $f(\varphi_1, \phi, \varphi_2)$ は3つの角度変数 $\varphi_1, \phi, \varphi_2$ を直角座標にとった三次元空間の密度分布として表示され、極点図が対称性を持つ場合、立方晶系では $\varphi_1, \phi, \varphi_2$ ともに $0^\circ \sim 90^\circ$ の範囲を示せば良く、六方晶系では $\varphi_1$ と $\phi$ は $0^\circ \sim 90^\circ$ 、 $\varphi_2$ は $0^\circ \sim 60^\circ$ の範囲を示せば良い。三次元のオイラー空間に表示する結晶方位分布関数 $f(\varphi_1, \phi, \varphi_2)$ は正確な三次元表示が難しいため、通常、関数 $f(\varphi_1, \phi, \varphi_2)$ は $\varphi_2$ が一定である断面( $\varphi_1 - \phi$ 断面)を用いて二次元的に表示されることが多く、図で表現するときにはランダム分布の倍数として等高線で描かれる。

二次元的に表示された結晶方位分布関数上に、アルミニウムおよびアルミニウム合金で一般に観察される結晶方位を(2-1)式から求め、 $\varphi_2 = 0, 45, 65^\circ$ 断面上にプロットしたものがFig.2-4である。Cu、S、Brass方位は圧延集合組織、Cube、Goss方位は再結晶集合組織の代表的な結晶方位である。さらに、 $\varphi_2 = 0^\circ$ 断面で $\varphi_1$ 軸上に存在するCubeをND(Normal Direction) Rotated Cube方位と呼び、例えば $\varphi_1 = 0^\circ$ から約 $18^\circ$ 回転した位置に(001)[310]方位が存在する。これは、Mg量が3mass%以上含むAl-Mg合金の焼なまし材で観察、報告されている<sup>3)</sup>。一方、 $\varphi_2 = 0^\circ$ 断面で $\phi$ 軸上に存在するCubeをRD(Rolling Direction) Rotated Cube方位と呼び、 $\phi = 0^\circ$ から約 $18^\circ$ 回転した位置に(013)[100]方位が存在する。なお、BungeとRoeの角度変数の間には(2-2)

式の関係があり、換算することが可能である。

$$\left. \begin{aligned} \varphi(\text{Roe}) &= \varphi_1(\text{Bunge}) - \pi/2 \\ \theta(\text{Roe}) &= \phi(\text{Bunge}) \\ \phi(\text{Roe}) &= \varphi_2(\text{Bunge}) + \pi/2 \end{aligned} \right\} (2-2)$$



Levels: 2, 4, 6, 8, 12, 16

- : Cube {001<math>K</math>100}
- : Goss {011<math>K</math>100}
- ▲ : Cu {112<math>K</math>111}
- ⊙ : S {123<math>K</math>634}
- ⊞ : Brass {011<math>K</math>211}

Fig.2-4 Orientation distribution functions of typical rolling texture and recrystallization texture in Aluminum and Aluminum alloys.

また、Fig.2-4 から明らかなように、オイラー空間において 1 組の( $\varphi_1$ ,  $\phi$ ,  $\varphi_2$ )で与えられる点は 1 つの理想方位を表すことになるため、各方位の方位密度を正確に決定することができる。例えば、Fig.2-4 の $\varphi_2=0^\circ$  断面上で $\varphi_1=0^\circ$ 、 $\phi=0\sim 45^\circ$  断面における結晶方位密度はランダム分布の倍数として Fig.2-5 のように表すことができる。

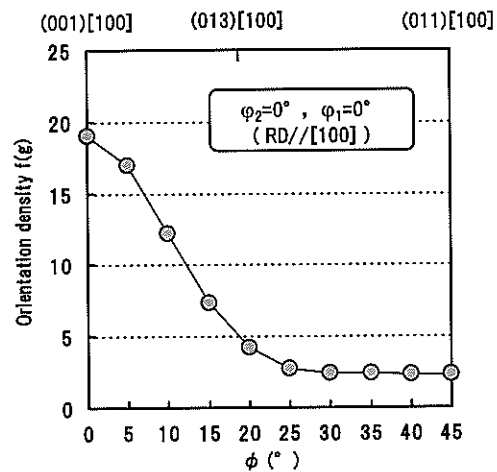


Fig.2-5 Change in orientation density of  $\phi=0\sim 45^\circ$  at  $\varphi_2=\varphi_1=0^\circ$  sections.

#### 参考文献

- 1) 井上博史: 軽金属, 42(1992),358.
- 2) 長島晋一 編著: 集合組織, 丸善, (1984),12.
- 3) M.Koizumi, S.Kohara and H.Inagaki: Z.Metalkd, 88(1997),576.

### 第3章 純アルミニウム焼なまし材(O材)の機械的性質の異方性

#### 3-1 緒言

JIS5182 合金や JIS5052 合金の焼なまし材(O材)は強度と成形性のバランスが比較的優れていることから、自動車内外板成形用材料などに利用されている。さらに、これら材料は自動車部材に限らず、成形用材料として幅広い分野に使われているため、異方性が小さいこと、すなわち圧延板のどの方向でも  $r$  値や  $n$  値などの材料特性が同等であることが望まれる。

$r$  値はランクフォード値とも称され、変形前(添字 0)、変形後(添字なし)の板厚( $t$ )の減少率と板幅( $w$ )の減少率の対比( $r = \log(W_0/W) / \log(t_0/t)$ )で与えられるものである。また、真ひずみ  $\epsilon$  と真応力  $\sigma$  の間に  $n$  乗硬化則 ( $\sigma = C\epsilon^n$ ) が成立すると仮定し、真ひずみ  $\epsilon$  の指数  $n$  を  $n$  値と呼ぶが、 $n$  値が大きいほど成形性は良好とされている。これら成形性の指標には異方性がしばしば現れるが、ときにはその異方性を逆に利用して特定方向の材料特性だけを向上させる必要もある。従って、それぞれの材料特性の異方性発生メカニズムを明らかにしておけば、用途に合わせて等方的な材料特性になるよう上手く異方性を制御したり、逆に異方性を大きく発達させることで特定方向の材料特性を向上させることも期待できる。

アルミニウム合金に限らず、種々金属材料の焼なまし材(O材)の機械的性質の異方性に関してはこれまで多数の報告<sup>1)</sup>があり、その多くは Bishop と Hill<sup>2-4)</sup>が提案した結晶方位回転が基である slip モデルで異方性発生メカニズムを説明している。しかし、圧延や引張試験などの変形中には結晶方位回転によって集合組織が変化するばかりでなく、転位組織も新たに発達する。転位組織は降伏応力や引張強さ、伸びなどの機械的性質に影響を及ぼすため、転位組織もまた機械的性質の異方性発生に影響を及ぼすことが十分に考えられる。つまり、結晶方位回転だけでは必ずしも機械的性質の異方性発生メカニズムを説明できない。

例えば、内田ら<sup>5)</sup>は Al-Mg 合金の焼なまし材(O材)を使い、組織の観点から伸びのメカニズムを検討し、引張変形中に発達する転位組織とそれに伴い変化する  $n$  値が破断までの伸びを大きくさせる支配因子であるとしている。つまり、 $n$  値が大きいほど、破断伸びは大きくなる。 $n$  値を上げる因子としては、①Mg や Cu などの加工硬化に寄与するような溶質原子、②GP ソーンや硬化に寄与するような析出物などがアルミニウム中に存在する場合、さらに、③結晶粒の大きさなどがある。すなわち、 $n$  値を支配するような組織因子もまた、機械的性質の異方性に影響を及ぼす可能性が考えられる。従って、本章では純アルミニウム(O材)焼なまし材を使い、材料特性の中で基本的な機械的性質に着目し、その異方性発生メカニズムを

整理した。

#### 3-2 実験方法 (第4章と共通の実験方法)

##### 3-2-1 試料と加工熱処理

伸びを低下させるような Al-Fe(-Si)系や  $Mg_2Si$  などの粗大な晶出物や硬化に寄与するような析出物は加工熱処理の履歴によって圧延方向に連続して分散したり、特定の結晶方位に向かって成長したりするので、分散状態に異方性が現れる。このような異方性は機械的性質にもある程度の影響を及ぼす可能性が考えられる。従って、これらの影響を極力少なくするため、供試材には純アルミニウムを含めた。

Table 3-1 に試料の化学成分を示す。また、アルミニウム合金の中で比較的産性の高い JIS1050、5052、5182 合金の化学成分も比較のため記載した。

Table 3-1 Chemical composition (mass%) of specimens

Alloy designation	Fe	Si	Mg	Al
0Mg	0.11	0.04	—	Bal.
1Mg	0.09	0.04	1.01	Bal.
2Mg	0.09	0.04	1.99	Bal.
3Mg	0.09	0.05	3.06	Bal.
4Mg	0.09	0.05	4.02	Bal.
5Mg	0.09	0.05	4.97	Bal.
JIS1050	≤0.40	≤0.25	≤0.05	99.50≤
JIS5052	≤0.40	≤0.25	2.2~2.8	<Bal.
JIS5182	≤0.35	≤0.20	4.0~5.0	<Bal.

集合組織によって焼なまし材の機械的性質は異なる<sup>6)</sup>が、異方性発生メカニズムについて更に詳しく検討する必要がある。そこで、集合組織が比較的単純な Cube 方位、すなわち圧延面に平行に{100}面の、圧延方向に<001>方向の集積度が高い{100}<001>が主に発達するような焼なまし材を作製するため、加工熱処理を制御し、機械的性質の異方性が発生するメカニズムを

理した。Table 3-2 に各供試材の加工熱処理条件を、Table 3-3 に 0Mg の最終焼なまし板の特徴を要約した。

Table 3-2 Thermomechanical treatments of several specimens

Pre-heating	753K-7.2ks
Hot rolling	70→4(mm)
Intermediate annealing (in salt bath)	723K-38s
Cold rolling	2→0.4(mm)
Final Annealing (in salt bath)	723K-16s

Table 3-3 Characteristics in finally annealed sheets of 0Mg specimen

Grain structure	equiaxed
Average grain size	38 μm
Coarse particle	few
Precipitates contributing to hardening	none
Texture	Cube orientation

### 3-2-2 引張試験と加工硬化率の計算

厚さ0.4mmの最終焼なまし板からFig.3-1に示すように、圧延方向に対して0、45、90°方向に試料を切り出し、平行部長さ50mm、幅25mm、肩半径R30mmのJIS5号試験片を作製して初期ひずみ速度 $0.67 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ で、各方向3本ずつ引張試験を行った。

加工硬化率 $(\delta\sigma / \delta\varepsilon)^n$ は引張試験で得られた公称応力-公称ひずみ曲線を真応力-真ひずみ曲線に変換し、真ひずみ0.01でのひずみ変化量 $(\delta\varepsilon=0.005)$ に対する流動応力の変化量 $(\delta\sigma)$ から計算した。なお、塑性不安定が生じるような条件下 $(\sigma \geq (\delta\sigma / \delta\varepsilon))$ では真応力-真ひずみ曲線に変換できないので、 $\sigma < (\delta\sigma / \delta\varepsilon)$ の範囲で加工硬化率を計算した。

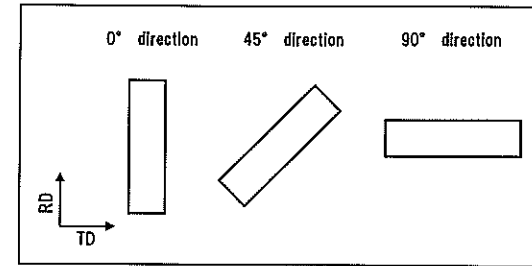


Fig.3-1 Cutting method of tensile specimens from final-annealed sheet.

Al-Mg合金は結晶粒径が小さいと応力-ひずみ曲線上にセレーションが出現するため、第4章で述べる1Mg~5Mgではスムージングを行い、セレーションの影響を除去した後に、真応力-真ひずみ曲線に変換し加工硬化率を算出した。スムージング前後の真応力-真ひずみ曲線を一例としてFig.3-2に示す。

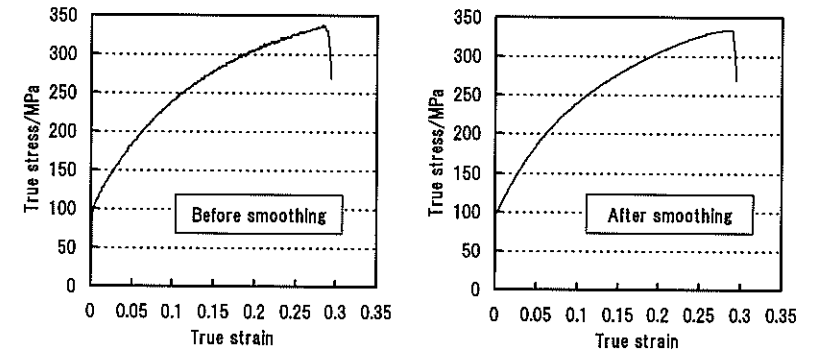


Fig.3-2 Example of true stress and true strain curves in 5Mg specimen.

### 3-2-3 耳率測定

ウエスターントレーディング社製のコルトハウス深絞り試験機を使い、プランク径62mmφ、ポンチ径32mmφ(絞り比:1.94)、しわ押え圧力は合金ごとに変えて(0.98~3.92kN)、各材料n=2ずつ絞り成形を行い、Fig.3-3のように絞りカップ上に現れる耳を(3-1)式の方法で算出した。また、耳の方向を便宜的に区別するため、0/90°方向の耳が優先する場合には「-」表示

とし、45° 方向の場合には「+」表示とした。

(平均山高さ-平均谷高さ)/平均谷高さ……(3-1)

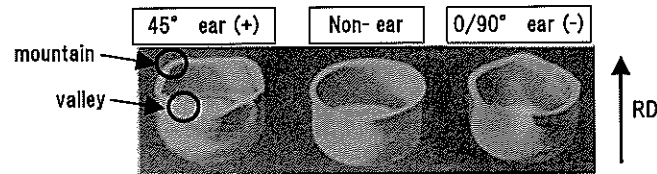


Fig.3-3 Earing shape on draw cup.<sup>8)</sup>

### 3-2-4 組織観察

光学顕微鏡(OM)と走査型電子顕微鏡(SEM)を使い、最終焼なまし板の圧延方向に平行な断面(ND-RD断面)で再結晶粒組織と晶出物の分布を観察した。再結晶粒径はND-RD断面で撮影した組織写真を利用し、引張軸に対して45°の方向に直線を描き、切断法にて求めた。また、画像解析処理装置、ルーゼックス(エピフォト-TME)を用いて最大径1μm以上のAl-Fe(-Si)系の晶出物とMg<sub>2</sub>Si晶出物の面積率を測定した。

引張変形による転位組織変化は、圧延方向に対して平行(0°方向)に公称ひずみ5~25%まで引張り後、透過電子顕微鏡(TEM)を用いて組織観察した。

## 3-3 実験結果と考察

### 3-3-1 焼なまし板の顕微鏡組織

Fig.3-4に最終焼なまし板の再結晶粒組織とAl-Fe(-Si)系などの晶出物の分布を示す。結晶粒の形状はほぼ等軸状で結晶粒の平均サイズは38μmだったが、最小約10μm、最大約60μmの間で無秩序に混在している。2Nのアルミニウム地金を使用したため、晶出物は比較的小さい。写真上で白く見えるAl-Fe(-Si)系の晶出物の面積率は0.10%程度だった。また、晶出物は圧延方向に連なって分布していることが分かる。

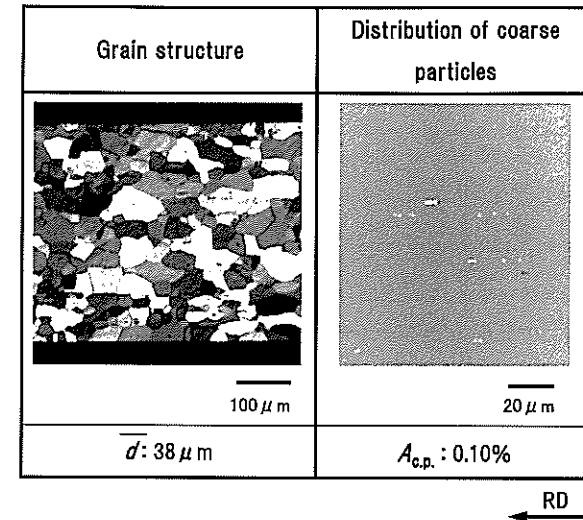


Fig.3-4 Grain structure and distribution of coarse particles in longitudinal (ND-RD) section of finally annealed sheet. Mean grain size ( $\bar{d}$ ) and area fraction of coarse particles ( $A_{c.p.}$ ) larger than 1 μm are also shown in columns under micrographs.

### 3-3-2 応力-ひずみ曲線の引張方向依存性

Fig.3-5は最終焼なまし板から圧延方向に対して0、45、90°方向に試験片を切り出し、引張試験した公称応力-公称ひずみ曲線を示す。さらに、降伏応力、引張強さ、伸びの平均値と誤差をTable 3-4にまとめた。なお、Fig.3-5の公称応力-公称ひずみ曲線は各引張方向の中で破断伸びが最も大きいものを選んだ。さらに、Table 3-4の異方性と異方性率はFig.3-5を基にして算出した。

降伏応力は3方向とも同じ値を示したが、加工硬化挙動や流動応力、さらに伸びの大きさは引張方向によって大きく異なった。すなわち、3方向の中では45°方向の加工硬化が全体的に大きい。従って、0、90°方向に比べ45°方向の流動応力が全体に高い。また、破断伸びは45°方向が最も大きく、0°方向が小さい。破断伸びを一様伸びと局部伸びに分類し異方性への影響を検討したところ、破断伸びと同じ挙動が一様伸びに認められた。つまり、一様伸びも45°方向が大きく、0°方向が小さい。これに対し、局部伸びは一様伸びや破断伸びと異なる挙動で45°方向

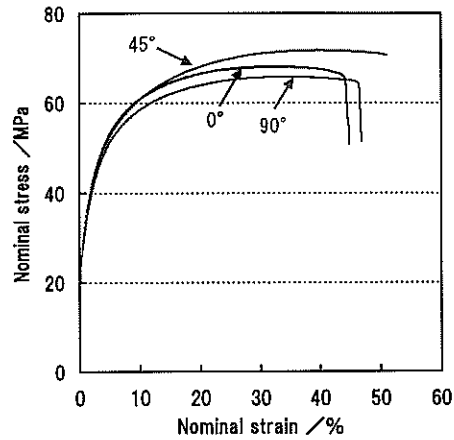


Fig.3-5 Nominal stress-nominal strain curves at different tensile directions of final-annealed sheet. Tensile directions were 0, 45 and 90° to RD.

Table 3-4 Yield stress, tensile strength and several kinds of elongation in final-annealed sheets

Tensile direction	YS(MPa)	TS(MPa)	F.E.L.(%)	U.E.L.(%)	P.U.E.L.(%)
0°	25 +0 -1	68 +0 -1	43.5 +1.3 -0.8	30.9 +0.8 -0.7	12.6 ±0.5
45°	25 ±0	71 +1 -0	50.1 +1.1 -1.5	38.7 +0.7 -0.6	11.4 +0.5 -0.9
90°	25 ±0	65 ±0	45.7 ±1.4	31.8 +0.9 -1.0	13.9 +0.5 -0.4
Anisotropy	0	6	6.4	7.7	2.5
Anisotropy rate	0	0.087	0.134	0.223	0.191

Anisotropy: Max value - Min value

Anisotropy ratio: (Max value - Min value) / Average value

F.E.L.: Fracture Elongation, U.E.L.: Uniform Elongation, P.U.E.L.: Post-Uniform Elongation

が最も小さい。さらに、異方性の指標として、3方向の中での各機械的特性の最大値と最小値の差を Table 3-4 に記載したが、破断伸びの異方性 (Max F.E.L. - Min F.E.L.) は 6.4%、一様伸びの異方性 (Max U.E.L. - Min U.E.L.) は 7.7%、局部伸びの異方性 (Max P.U.E.L. - Min P.U.E.L.) は 2.5% であり、一様伸びの方が局部伸びよりも異方性が大きい。以上のことから、一様伸びの異方性が破断伸びの異方性に影響を及ぼしていることが理解できる。

### 3-3-3 加工硬化率の異方性と伸びの異方性

Fig.3-6 では圧延方向に対して 0、45、90° 方向に引張試験した場合の真応力と加工硬化率の関係を整理した。3方向とも流動応力の増加に伴い加工硬化率は低下したが、その低下量には異方性がある。変形初期では 0° 方向の加工硬化率が最も高い値を示し、45、90° 方向はほぼ同じであった。しかし、流動応力が約 50MPa を超えると 45° 方向の加工硬化率が最も高くなった。さらに、塑性不安定が開始する流動応力 ( $\sigma = (\delta \sigma / \delta \epsilon)$ ) に近づくと、0° 方向の加工硬化率は 90° 方向とほぼ等しくなった。つまり、塑性不安定が開始する前までの加工硬化率の低下量は 45° 方向が少なく、0° 方向が多い。この加工硬化率の挙動から伸び異方性の原因について以下のように推察した。

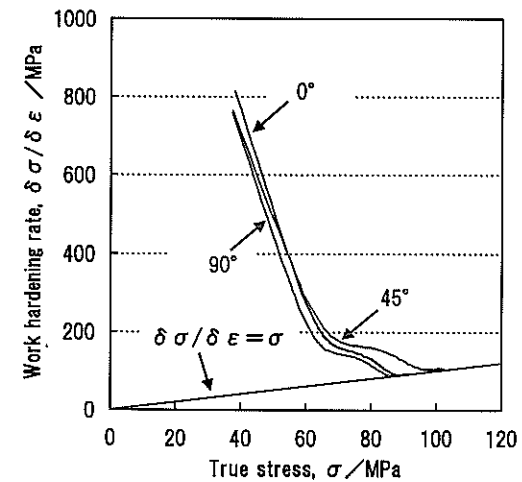


Fig.3-6 Relation between true stress and work hardening rate at 0, 45 and 90° to RD.



流動応力が増加するときには何れの方向でも加工硬化率は低下するが、その低下量が少ないとき、すなわち加工硬化能の低下が小さい場合には一様伸びが大きくなる。さらに、局部伸びよりも一様伸びの方が破断伸びに占める割合が大きいため、一様伸びが大きいと破断伸びも相対的に大きくなる。したがって、45°方向の破断伸びが最も大きくなり、逆に0°方向が小さくなったと考えられる。

### 3-3-4 加工硬化率の異方性に影響を及ぼす因子

等軸粒組織をもつ材料では、①結晶粒径、②析出物、③晶出物、④転位組織、⑤集合組織など種々の金属学的因子が加工硬化率の異方性に影響を及ぼす可能性が考えられるため、これらの中で加工硬化率の異方性を発達させる因子を検討した。

#### ①結晶粒径の影響

引張変形前の初期結晶粒が大きいと加工硬化能は小さくなる<sup>9)</sup>。従って、結晶粒の大きさによって加工硬化率は異なる。今回の実験で用いた供試材の場合には、結晶粒の大きさは10~60 μmで、結晶粒の大きさには不均一性がある。つまり、結晶粒の大きさがそれぞれ異なるため、加工硬化率も結晶粒の大きさごとに異なる可能性が考えられる。しかし、引張試験前の結晶粒の形状は等軸状だったので、引張方向を変えた場合でも3方向とも同じような加工硬化率の挙動になることが考えられる。従って、結晶粒径の影響が加工硬化率の異方性の原因とは考え難い。

#### ②析出物の影響

今回の実験では析出物を同定していないが、Table 3-1の0.11%FeはAl-Fe二元合金でのFeの最大固溶度0.052mass%<sup>10)</sup>を超えているため、初晶Al基固溶体の樹枝状晶間隙にAl-Al<sub>3</sub>Fe共晶物として一部は晶出したと考えられる。また、凝固時に固溶していたFeはTable 3-2で示したその後の予備加熱または熱間圧延中に微細な粒子として析出したと考えられる。0.04%Siの一部は凝固時にAl-Fe-Si系化合物中に取り込まれたと考えられるが、仮に全量が固溶しており、Table 3-2の冷間圧延中に導入された空孔の助けを借りて析出<sup>11)</sup>したとしても、723K-16sの最終焼なましで充分固溶できる。従って、Al-Fe(-Si)系の析出物などが母相中に存在しているものと考えられる。このような析出物はGPゾーンや準安定相の析出物とは異なり、硬化への寄与は非常に小さいので加工硬化率に影響を及ぼす可能性は小さく、その異方性にも大きく寄与しないと考えられる。

#### ③晶出物の影響

供試材には合金元素を添加しなかったが、不純物元素のFeが0.11%、Siが0.04%含まれ

ていたため、Fig. 3-4では最大径10 μm未満のAl-Fe(-Si)系の晶出物が面積率で0.10%存在していた。また、これら晶出物は圧延方向に沿って配列する傾向が認められた。一般に塑性変形量が多い場合には、晶出物周りにDeformation Zone<sup>12)</sup>と呼ばれる高密度な転位線の密集領域が形成される。従って、この晶出物の配列異方性が加工硬化率の異方性に影響する可能性も考えられる。しかし、晶出物の占める割合が少ない上、転位組織を観察してもDeformation Zoneを形成していなかったため、加工硬化率には大きく影響しないものと考えられる。

#### ④転位組織の影響

Fig. 3-7に公称ひずみ5、15、25%(真ひずみ0.05、0.14、0.22)まで引張変形を加えた試料の転位組織を示す。引張方向は圧延方向に平行(Fig. 3-5、6の0°)である。

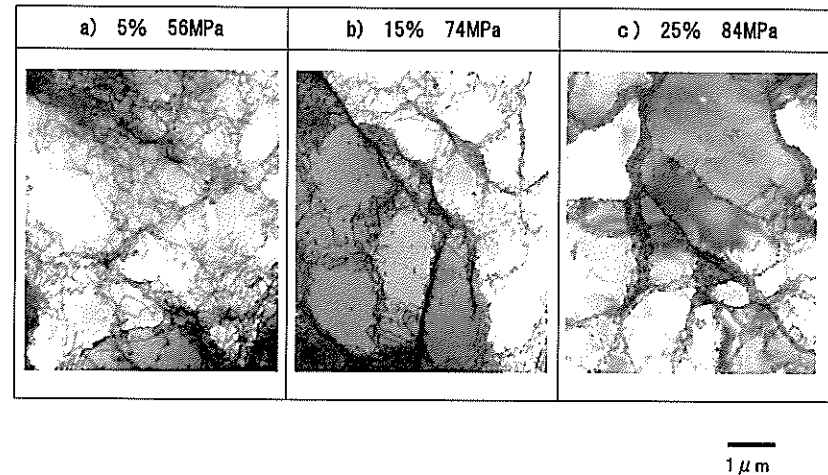


Fig. 3-7 Change in dislocation structure by tensile elongation. Nominal strain was 5, 15, and 25%. Tensile direction was parallel to RD (0°).

変形量が5%(真応力:56MPa)では絡み合ったままの転位線が密集しているが、既に一部の領域ではセル化の傾向が認められた。変形で導入された転位は一律に分布せず、絡み合った部分に多く、その他の部分では少ない。後者を生物の細胞構造と対比してセル、高密度の部分にセル壁と呼ぶが、観察した限りではセル化した領域よりも転位線が絡み合った領域の方が多いように見えた。特に、転位線の絡み合った領域は、結晶粒界の近傍より結晶粒内の方が多い傾向だっ

た。つまり、転位組織には場所的な不均一性が数 $\mu\text{m}$ の桁で存在するが、5%の変形量では既に動的回復が始まりつつある。変形量が15%(真応力:74MPa)になると、絡み合った転位線の領域よりもセル化している領域の方が目立つようになった。すなわち、変形量が5%のときよりも動的回復が進んでいる。変形量が25%(真応力:84MPa)になると、転位組織は完全にセル化していた。また、セルの大きさは場所により不均一であるが、変形量が大きくなるにつれセルサイズは小さくなる傾向があった。

動的回復が進むと加工硬化能は低下するので、転位組織の影響が加工硬化率の異方性を発達させる可能性が考えられる。また、転位組織と集合組織とは密接な関係がある。例えば、Cube方位粒は他方位粒に比べて変形によるひずみの蓄積が少ないと報告されている<sup>13)</sup>。つまり、結晶粒はひずみを蓄積し易い方位と蓄積し難い方位に分類される。従って、転位組織と集合組織との関連を明らかにすれば、加工硬化率の異方性発生メカニズムも整理できるものと考えられるので、集合組織についても検討する必要がある。

#### ⑤集合組織の影響

Fig.3-8 a)は引張変形前の{100}極点図を、b)、c)は圧延方向に対してそれぞれ0、45°方向に公称ひずみ15%(Fig.3-7 b)まで引張変形を施した後の{100}極点図を示す。

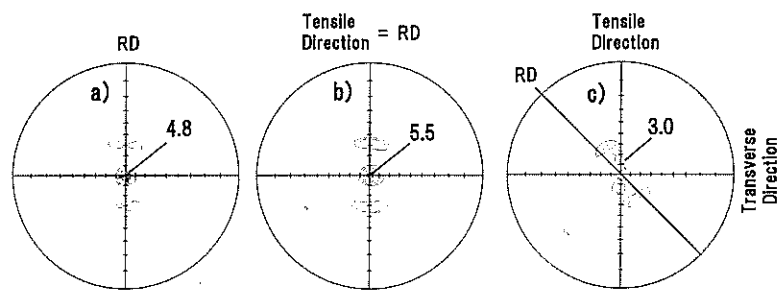


Fig.3-8 {100} pole figures before and after tensile elongation.

- a) : before elongation
- b) : after 15% elongation along 0° direction to RD
- c) : after 15% elongation along 45° direction to RD

引張変形前では random 分布の最大 4.8 倍(以後、 $4.8 \times \text{random}$  等と表記する)の集積度であったが、0° 方向に引張変形を加えた場合には、 $5.5 \times \text{random}$  まで集積度は向上した。一方、45° 方

向に引張変形を施した場合には、 $3.0 \times \text{random}$  まで集積度が低下した。さらに、引張試験片の幅方向(Transverse Direction 軸)廻りに結晶方位が回転したため、極点図の中心にあった(100)が引張方向(Tensile Direction)軸の方へ約 13° 回転した。

Fig.3-9 a)に圧延方向に対して0° 方向に引張変形を施す前の ODF を、b)は15%まで引張変形を施した後の ODF を示す。なお、図中の数字は Cube 方位の方位密度を示している。変形前後で大きく変化した結晶方位は $\phi_2=0^\circ$  断面から明らかのように、{100}<001>の Cube 方位である。すなわち、引張前では{100}<001>の方位密度は  $13 \times \text{random}$  であったが、引張後の Cube 方位密度は  $19 \times \text{random}$  まで増加した。この挙動は井上ら<sup>14)</sup>の結果と一致したが、Hibino ら<sup>19)</sup>が報告した部分再結晶状態の Al-Mn 系 3004 合金熱延板に10%の軽冷間圧延を加えた場合と異なる挙動であった。つまり、圧延の場合には Cube 方位密度は低下するが、引張の場合には Cube 方位密度は逆に増加する。引張と圧延の変形モードの違いにより、Cube 方位の発達や衰退に変化が現れたものと考えられる。

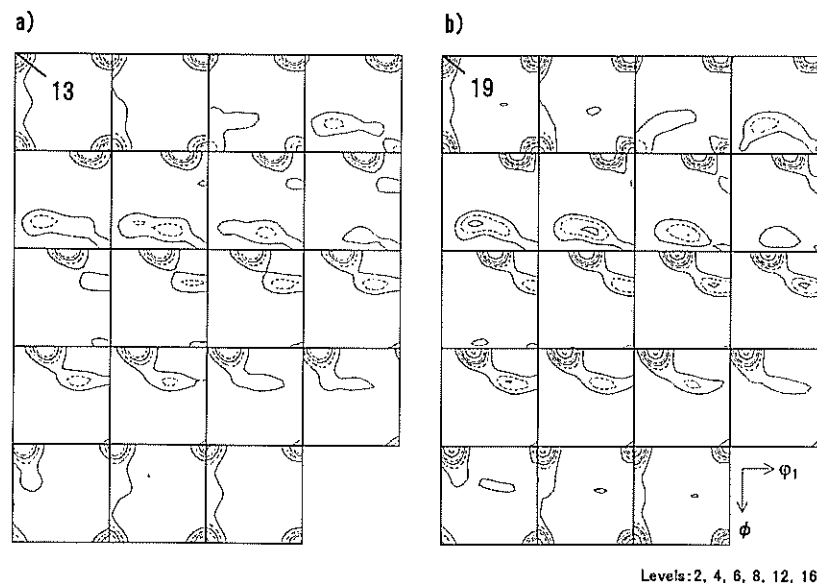


Fig.3-9 Orientation distribution functions before and after 15% elongation at 0° to RD.

- a) : before elongation
- b) : after 15% elongation

Fig.3-10 a), b)に  $0^\circ$  (圧延)方向に引張変形を加えた場合に最も顕著な方位密度変化が認められた $\varphi_2=0^\circ$  断面の ODF 解析結果を示す。a)は $\phi=0^\circ$ 、 $\varphi_1=0\sim 45^\circ$ 、b)は $\varphi_1=0^\circ$ 、 $\phi=0\sim 45^\circ$ で、公称ひずみ 5~25%まで変形を加えた場合の方位密度の変化を示す。引張変形を施すと $\langle 001 \rangle [100]$ の Cube 方位密度は変形前より増加した<sup>14)</sup>。さらに、 $\varphi_1=10^\circ$  までの ND Rotated Cube 方位の方位密度も増加した。一方、 $\varphi_1=15\sim 25^\circ$  までの ND Rotated Cube の方位密度は、変形量が大きくなるにつれて僅かながら低下した。 $\varphi_1=0^\circ$  の Just Cube 方位を含む $\varphi_1=10^\circ$  までの ND Rotated Cube 方位の方位密度が増加した原因の一つに、 $\varphi_1=15\sim 25^\circ$  までの ND Rotated Cube 方位が $\langle 001 \rangle [100]$ の方向へ方位回転した影響が考えられる。これに対し、 $\phi=0^\circ$  の Just Cube 方位を含む RD Rotated Cube 方位の場合は、 $\phi=20^\circ$  までの Cube 方位密度が引張変形前より増加した。

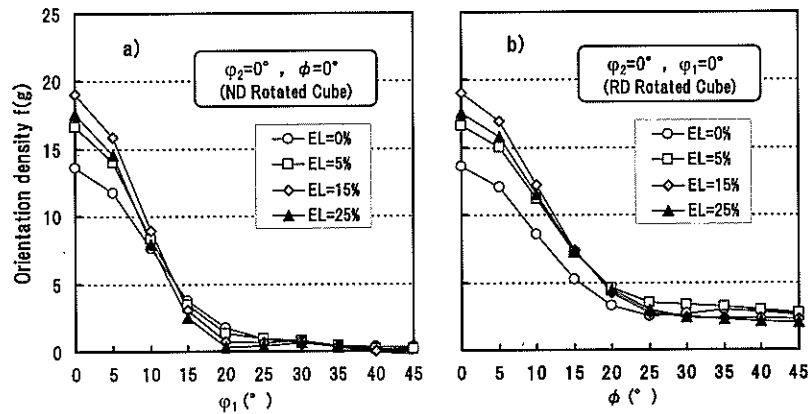


Fig.3-10 Change in orientation density of  $\varphi_2=0^\circ$  section by tensile elongation at  $0^\circ$  to RD.

a):  $\phi=0^\circ$ 、 $\varphi_1=0\sim 45^\circ$     b):  $\varphi_1=0^\circ$ 、 $\phi=0\sim 45^\circ$

Fig.3-11 a)に圧延方向に対し $45^\circ$ 方向に引張変形を施す前のODFを、b)は公称ひずみ15%まで引張変形を施した後のODFを示す。図中の数字は各方位の方位密度を示している。変形前後で大きく変化した方位は $\langle 001 \rangle [110]$ の ND Rotated Cubeであった。この結晶方位は、引張前では $13 \times \text{random}$ の方位密度であったが、引張後では $4 \times \text{random}$ の方位密度まで低下した。この

$[100] \langle 011 \rangle$ の引張変形による集合組織の変化挙動は、井上ら<sup>14)</sup>が報告した5052合金焼なまし材の結果と一致した。さらに、引張試験片の幅方向(Transverse Direction)軸廻りに方位回転が起こり<sup>15)</sup>、 $(118)[441]$ が $6 \times \text{random}$ の最も高い方位密度に変化した。

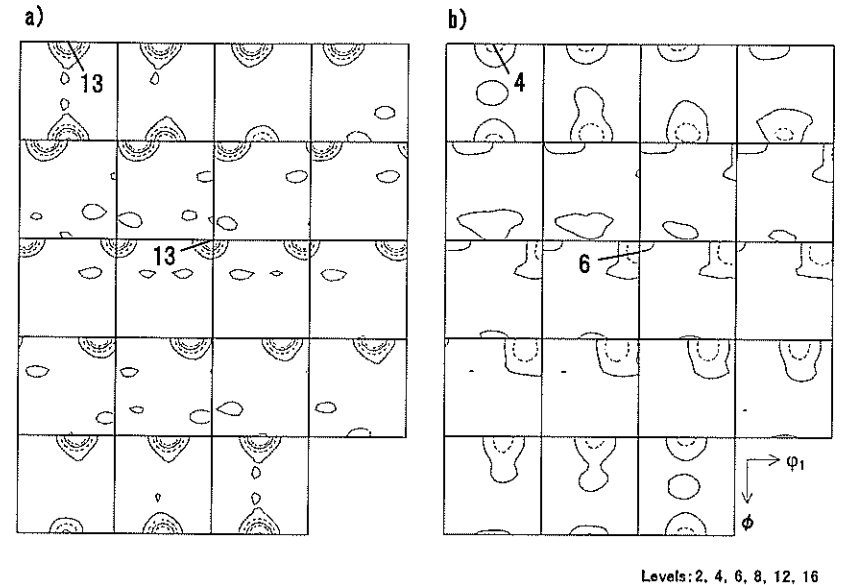


Fig.3-11 Orientation distribution functions before and after tensile elongation at  $45^\circ$  to RD.

a): before elongation    b): after 15% elongation

Fig.3-12は $45^\circ$ 方向に引張変形を加えた場合に最も方位密度変化が大きな $\varphi_2=45^\circ$ 、 $\varphi_1=90^\circ$ 、 $\phi=0\sim 45^\circ$ 断面のODF解析結果を示す。変形量は公称ひずみで0~25%である。変形量が大きくなるにつれ、 $\langle 001 \rangle [110]$ の方位密度は低下した。さらに、公称ひずみ5%では $(1110)[551]$ に近い方位が、15%では $(118)[441]$ 、25%では $(114)[221]$ が主方位へと変化した。 $\langle 001 \rangle \langle 110 \rangle$ は変形に対して不安定であり、変形量が大きいとCu方位まで方位回転することが報告<sup>17)</sup>されているが、今回の実験ではCu方位までの回転は認められなかった。

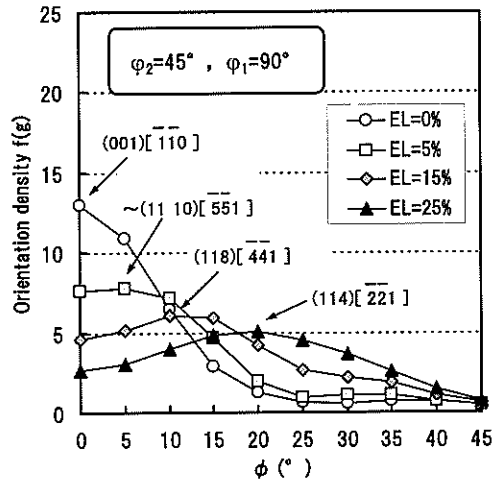


Fig.3-12 Change in orientation density of  $\phi_2=45^\circ$  section by tensile deformation at  $45^\circ$  to RD.

アルミニウムの積層欠陥エネルギーは約  $0.2\text{J}/\text{m}^2$  と高く、このような積層欠陥エネルギーの高い金属は転位の拡張幅が狭いため、らせん転位の交差すべりが容易に起こり、粒界その他の障害物に堆積した転位が他のすべり面に脱出して応力緩和が生じる<sup>18)</sup>。これは塑性変形中の回復、すなわち動的回復の起こり易さを意味している。積層欠陥エネルギーは溶質原子濃度とともに減少するため、それに伴って動的回復も起こり難くなる。一方、集合組織自体は積層欠陥エネルギーを変化させないため、動的回復の起こり易さを支配していないが、方位によって活動するすべり系が異なれば動的回復に差が生じるものと考えられる。

多結晶の場合には結晶粒界の影響や隣接粒との方位関係があるため、単結晶のようなすべり変形の挙動には完全にならないが、ある特定方位の集積が強い場合には、その方位の特徴が現れるものと考えられる。例えば、この実験で用いた供試材では主方位が  $\{100\langle 001 \rangle$  の Cube 方位であるので、 $0^\circ$  方向に引張変形を加えると引張軸方位の多くは  $\langle 001 \rangle$  になる。シュミット因子から活動すべり系を計算し、Table3-5 の Bishop と Hill の表示法<sup>2)</sup> で表すと  $-a_2, a_3, b_2, -b_3, c_2, -c_3, -d_2, d_3$  の 8 つのすべり系が選択される。この中で、 $-a_2$  と  $-d_2, a_3$  と  $-b_3, b_2$  と  $c_2$  および  $-c_3$  と  $d_3$  は交差すべり系の関係にある。一方、 $45^\circ$  方向に変形を加えた場合には、大部分の結晶粒の引張軸方位は  $\langle 011 \rangle$  になり、 $a_1, -a_2$  または  $b_1, -b_2$  の 4 種のすべり系が活動する可能性が考

えられる。すなわち、 $0^\circ$  方向引張の場合は  $45^\circ$  方向引張の 2 倍のすべり系が活動し得る。

一般には活動すべり系の数が多いほど、すべり転位と林立転位<sup>19)</sup>の交差切断の頻度は高く、加工硬化が大きくなる。したがって、変形の初期段階では  $45^\circ$  方向よりも  $0^\circ$  方向の方が加工硬化が大きい。そのため、加工硬化率も大きくなる。しかし、変形量が大きくなるにつれ、加工硬化の大きい  $0^\circ$  方向は動的回復が起こり易くなる。さらに、交差すべり系の活動も重畳効果として現れると考えられる<sup>20)</sup>。そのため、Fig.3-6 で示したように、 $0^\circ$  方向の加工硬化率の低下量は  $45^\circ$  方向よりも大きくなり、塑性不安定、すなわちくびれが早期に発生して  $0^\circ$  方向の伸びは  $45^\circ$  方向よりも小さくなったと考えられる。以上の考察を理解し易くするため、Table3-6 に概略を整理した。

Table3-5 Bishop and Hill slip system notation<sup>2)</sup>

Slip plane	$111$			$\bar{1}\bar{1}1$		
Slip direction	$01\bar{1}$	$\bar{1}01$	$1\bar{1}0$	$0\bar{1}\bar{1}$	$101$	$\bar{1}10$
notation	a1	a2	a3	b1	b2	b3

Slip plane	$\bar{1}11$			$1\bar{1}\bar{1}$		
Slip direction	$01\bar{1}$	$101$	$\bar{1}\bar{1}0$	$0\bar{1}\bar{1}$	$\bar{1}01$	$110$
notation	c1	c2	c3	d1	d2	d3

Table3-6 Estimated number of slip systems and estimation for dynamic recovery

Tensile direction to RD	Slip systems	Initial $\delta\sigma / \delta\varepsilon$	Dynamic recovery
$0^\circ$	8	Large	Easy
$45^\circ$	4	Small	Late

### 3-4 結言

純アルミニウム (0Mg) 焼きなまし材の機械的性質の異方性発生メカニズムを様々な観点から整理した結果、以下の結論を得た。

- (1) 降伏応力には異方性は認められなかったが、引張変形時の加工硬化挙動や流動応力、さらに、伸びの大きさは引張方向を変えることで異方性が現れた。
- (2) 伸びを破断伸び、一様伸び、局部伸びに分類し、各伸びの異方性について検討したところ、破断伸びの異方性挙動は一様伸びの異方性挙動と良く一致した。
- (3) 一様伸びの異方性は加工硬化挙動の異方性と関係があり、これらの異方性には集合組織の影響が大きい。しかし、集合組織と転位組織には、活動すべり系の数と転位密度増加速度を通じて密接な関係があるので、異方性を検討するときには転位組織変化も合わせて考慮する必要があると考えられる。

### 参考文献

- 1) 例えば 大久保忠恒: 塑性と加工, 11(1970), 152.
- 2) J.F.W.Bishop and R.Hill: Philos. Mag., 42(1951), 414.
- 3) J.F.W.Bishop and R.Hill: Philos. Mag., 42(1951), 1298.
- 4) J.F.W.Bishop and R.Hill: Philos. Mag., 44(1953), 51.
- 5) 内田秀俊、吉田英雄: 軽金属, 45(1995), 193.
- 6) C.Johnson and D.J.Lloyd: Mater. Sci. Forum, 331-337, No.2 (2000), 715.
- 7) 例えば、E.Hornbogen 著、小林俊郎、梶野俊彦、新家光雄 共訳:「材料」、共立出版、(1989)、P.125.
- 8) G.Wassermann and J.Grewen: Texturen metallischer Werkstoffe, 2. Aufl. Berlin, Gottingen, Heidelberg, Springer 1962.
- 9) R.G. O' Donnell and B.A.Parker: in Efficiency in Sheet Metal Forming, Proc. 13th Biennial Congress, IDDRG, Melbourne, (1984), 372.
- 10) 小松伸也、村松俊樹: 軽金属, 50(2000), 518.
- 11) S.Komatsu, M.Ikeda, T.Muramatsu and M.Matsuo: Key Eng. Materials, 44 & 45(1990), 31.
- 12) R.Sandstrom: Z. Metallkde, 71(1980), 681.
- 13) 吉田冬樹、池田賢一、中島英治、阿部弘: までりあ, 40(2001), 638.
- 14) 井上博文、稲数直次: 軽金属, 44(1994), 97.
- 15) A.Hibino, T.Sakuma and T.Komatsubara: Mater. Sci. Forum, 331-337, No.2 (2000), 775.
- 16) P.Cizek, B.P.Wynne, Hong Lu and B.A.Parker: Mater. Sci. Eng., A219(1996), 44.
- 17) R.Becker, J.F.Butler, Jr., H.Hu and L.A.Lalli: Met. Trans. A., 22A(1991), 45.
- 18) 吉永日出男、栗下裕明: 軽金属, 31(1981), 359.
- 19) 高村仁一: 材料強度の基礎, 京都大学学術出版会, (1996), 51, 115-116.
- 20) B.P.Wynne, P.Cizek, C.H.J.Davies and B.A.Parker: Proceedings of Materials 98, (1998), 627

## 第4章 Al-0~5Mg 焼なまし材(0材)の機械的性質の異方性

### 4-1 緒言

第3章では、工業用純アルミニウムと同等組成である0Mg 焼なまし材の機械的性質の異方性発生メカニズムを整理した。その結果、加工硬化挙動や流動応力、さらに伸びの異方性には、引張変形前の初期集合組織が大きく影響することを報告した。その上、集合組織と転位組織には密接な関係があるため、異方性を議論する際には転位組織の変化も合わせて検討する必要があることも提案した。つまり、材料の変形過程では転位の増殖と再配列が繰り返し起こるが、これは活動するすべり系によっても変化する。例えば、変形の過程で多くのすべり系が活動すれば、少ない数のすべり系で変形したときより、転位密度は総じて高くなる。一方、転位密度が高いと、その分、動的回復が起こり易くなる。さらに、交差すべりも活動すれば、動的回復はさらに促進される。従って、集合組織と転位組織の両者を考慮しながら、機械的性質の異方性発生メカニズムを整理する必要がある。

また、動的回復の程度は積層欠陥エネルギーにも影響される。例えば、純アルミニウムは積層欠陥エネルギーが高いため転位の拡張幅が狭く、らせん転位の交差すべりや刃状転位の昇運動が容易に起こる。このため、純アルミニウムは動的回復が起こり易いとされている。一方、積層欠陥エネルギーを下げるような溶質原子がアルミニウム中に存在すると、転位の拡張幅が広がるため動的回復が起こり難くなる。例えば、アルミニウムにMgを添加すると、積層欠陥エネルギーが低下するため、らせん転位の交差すべりが困難となり動的回復が起こり難くなる<sup>1)</sup>。さらに、Mgによる空孔移動の妨害が生じるため、純アルミニウムとAl-Mg合金では変形中の運動転位の挙動が大きく異なる。従って、純アルミニウム板と同じ挙動がAl-Mg合金板でも現れるか否かは非常に興味深い。

このような背景があり、本章ではAl-Mg合金 焼なまし材の機械的性質の異方性発生メカニズムを検討した。さらに、第3章で報告した純アルミニウム(0Mg)の結果も比較のために使用した。

### 4-2 実験結果と考察

#### 4-2-1 焼なまし板の顕微鏡組織

Fig.4-1 に 80%冷間圧延後 723K-16s、塩浴炉で焼なましした試料の再結晶粒組織を、Fig.4-2 に各試料の平均結晶粒サイズを示す。全ての試料で再結晶は完了していた。さらに、

結晶粒はほぼ等軸状だった。また、それぞれの結晶粒の大きさには変動があるものの、基本的にはMg量が多くなるにつれ、平均結晶粒サイズは小さくなる傾向を示した<sup>2,3)</sup>。

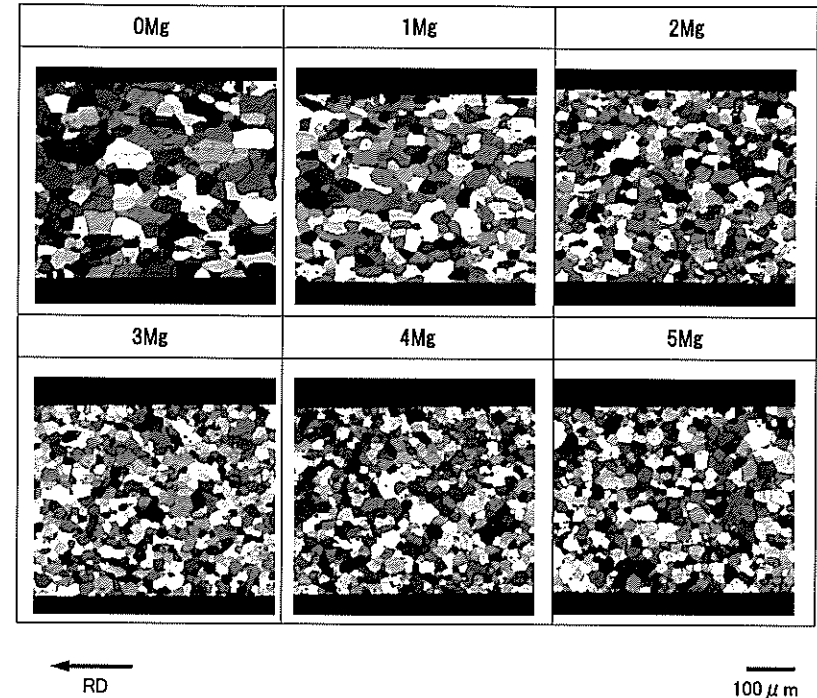


Fig.4-1 Grain structure in longitudinal (ND-RD) section of 723K-16s annealed sheets.

一般に、溶質原子は再結晶時の粒界移動を妨げる働きがある。Table1-1 に示したように本実験で使用した試料中でMgの完全固溶温度が最も高い5Mgでも、その温度は539.3Kである。つまり、全ての試料においてMgの完全固溶温度以上で焼なまし処理を完了している。723K-16sでのMgの平均拡散距離 $(Dt)^{1/2}$ をAl-Mg二元合金でのMgの拡散の前置数項 $D_0(D_0=1.24 \times 10^{-4} / m^2 s^{-1})$ <sup>4)</sup>と活性化エネルギー $-Q_0(Q_0=130 / kJ mol^{-1})$ <sup>4)</sup>を使って計算すると

9.19 × 10<sup>-7</sup> m となる。6082 合金についての報告<sup>9)</sup>から、6082 合金の鋳塊に固溶していた Mg、Si、Mn は (Dt)<sup>1/2</sup> が 0.01 ~ 0.1 μm になる温度で析出を開始するとされている。固溶の場合は、析出物の平均間隔程度の (Dt)<sup>1/2</sup> が必要だが、Table3-2 の加工熱処理履歴から、この焼なまし処理では Mg は全量固溶しているものと判断できる。粒界に濃縮された溶質原子は粒界移動を妨げるため、Mg 量の増加に伴い最終焼なまし材の平均結晶粒サイズは小さくなったと考えられる。

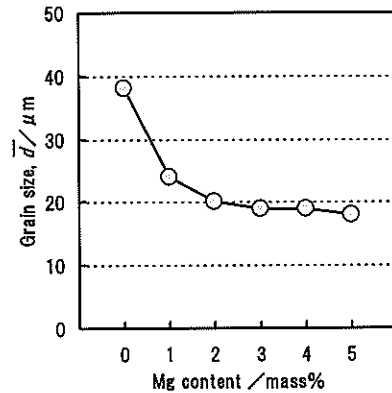


Fig.4-2 Relation between Mg content and grain size of 723K-16s annealed sheets.

Fig.4-3 に最終焼なまし板の Al-Fe(-Si)系や Mg<sub>2</sub>Si の晶出物の走査型電子顕微鏡写真 (SEM) を示す。写真上で白く見える粗大粒子は Al-Fe(-Si)系の晶出物、黒く見えるものは Mg<sub>2</sub>Si の晶出物であり、Mg 量の増加に伴い晶出物の占める割合が多くなった。晶出物の種類に係わらず、熱間圧延と冷間圧延によって両者の晶出物は細かく碎かれ、圧延方向に平行な線上に分布していた。

Fig.4-4 に最大径 1 μm 以上の晶出物の占める割合を示す。この実験では晶出物の種類を区別して面積率を測定していないが、不可避免の不純物元素の Fe と Si の量は Table3-1 に示したように、各試料ともほぼ同等である。従って、Mg 量の増加に伴い Al 量が減り、Al/Fe、Si 比が低下することで、Al-Fe(-Si)系の晶出物の占める割合が増加したものと考えられる。さらに、Mg の添加によって晶出物 Mg<sub>2</sub>Si の生成も寄与したものと考えられる。

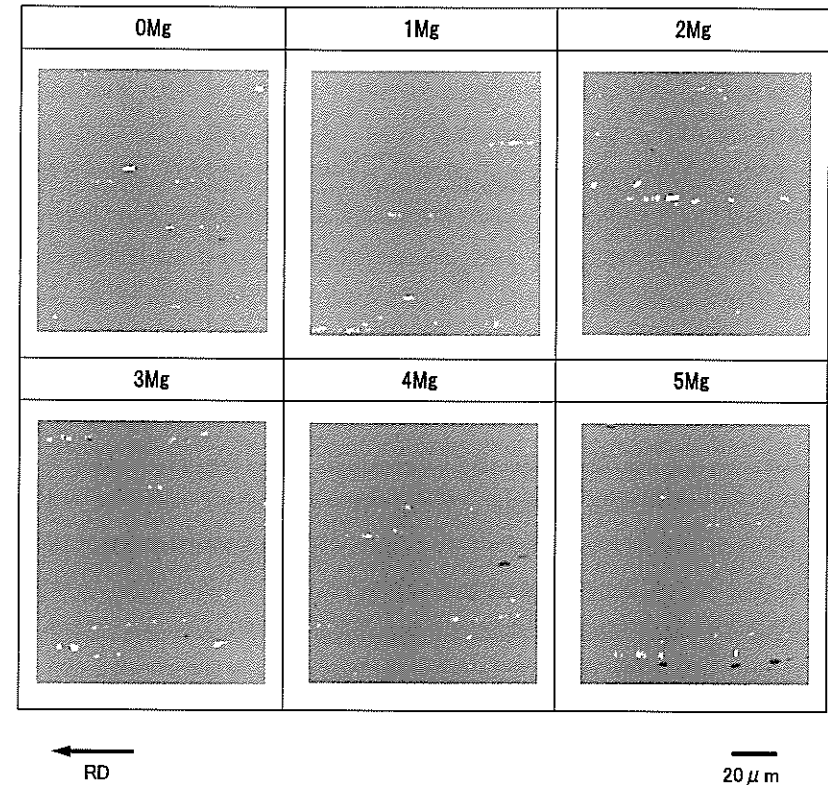


Fig.4-3 SEM structure of 723K-16s annealed sheets.

Bright coarse particle ; Al-Fe(-Si)  
Dark coarse particle ; Mg<sub>2</sub>Si

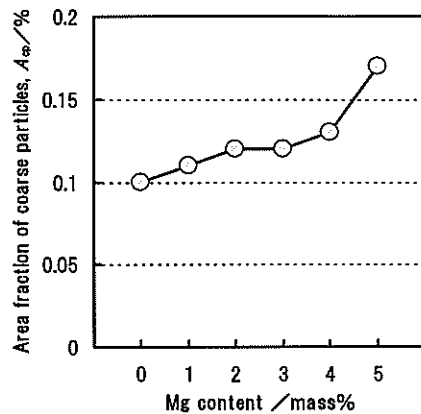


Fig.4-4 Relation between Mg content and area fraction of coarse particles in annealed sheets.

#### 4-2-2 焼なまし板の耳率と集合組織

Fig.4-5 に各試料の耳率の測定結果を示す。1mass%(以下、mass%を%と略記する)のMg量のときに0/90°方向の耳率が極大を示し、それ以上Mgを添加すると耳率は低くなった。

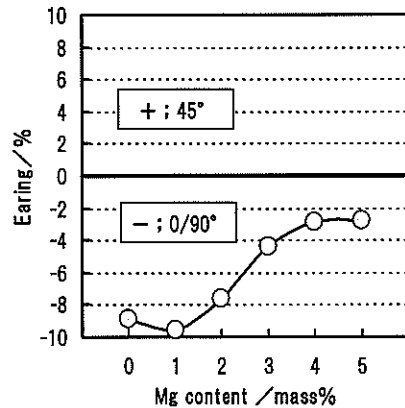


Fig.4-5 Relation between Mg content and earing behavior of 723K-16s annealed sheets.

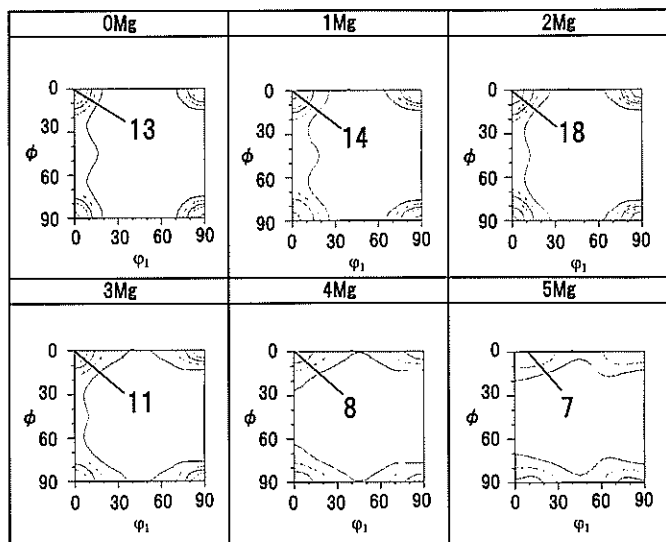
一般に、Mg量が多くなると冷間圧延でせん断帯が発達し易くなる。0/90°方向の耳に寄与するCube方位は回復・再結晶過程で発達するが、そのCube方位粒の主な核生成サイトはCube band<sup>6)</sup>であり、せん断帯のような高密度な転位線の領域からはCube方位粒の核生成・成長は起こらないと考えられている<sup>7)</sup>。さらに、熱間・冷間圧延の工程では1μm程度を超える金属間化合物、ここでは主としてAl-Fe(-Si)系やMg<sub>2</sub>Siの晶出物であるが、その周辺にDeformation Zoneと呼ばれる高密度転位領域が形成される<sup>8,9)</sup>。Mg量が増加すると変形時に導入される転位密度が多くなる<sup>3)</sup>ため、Deformation Zoneも発達し易くなる。せん断帯とDeformation Zoneのミクロ組織的な形状は大きく異なるが、両者とも高密度な転位線の領域に違いはない。つまり、Deformation Zoneもまた、せん断帯と同じ働きを示しCube方位粒の核生成・成長には寄与しない。従って、Mg量の増加に伴い0/90°方向の耳率は低下し、異方性が小さくなると考えられる。

耳率はマクロな異方性を定性的に把握するのに容易で、且つ、短時間で測定できる利点があるが、集合組織と直接関連しているわけではない。そこで、さらに詳しく調査するため、X線回折にて集合組織を解析した。

Fig.4-6 に $\phi_2=0^\circ$ 断面における主方位の方位密度を記載したODFを、Fig.4-7 に $\phi_2=0^\circ$ 断面の $\phi=0^\circ$ 、 $\phi_1=0\sim 45^\circ$ 断面と $\phi_1=0^\circ$ の $\phi=0\sim 45^\circ$ 断面のODF解析結果を示す。耳率から判定すると1%のMg量(1Mg)のときにCube方位が最も発達していると推定したが、X線回折では2%のMg量(2Mg)のときにCube方位が最も発達していた。先にも述べたように、X線回折では試料全体の集合組織を解析できない。一方、耳率測定の場合は試料全体のマクロな集合組織を推定できるが、カップ成形時の潤滑やしわ押え圧力などの諸条件も測定値に影響を及ぼし易い。従って、解析手法によって多少の差は存在し得るが、1~2%のMg量(1Mg~2Mg)のときにCube方位が最も発達し、それ以上Mgを添加するとCube方位密度は低下すると結論した。

さらに、Fig.4-7 で示したようにODFを詳しく解析した場合には、圧延面法線方向廻り( $\phi=0^\circ$ 、 $\phi_1=0\sim 45^\circ$ )と圧延方向廻り( $\phi_1=0^\circ$ 、 $\phi=0\sim 45^\circ$ )のCube方位密度はMg量の増加に伴い低下し、5Mgでは圧延面法線方向廻りに約10°回転した(001)[610]が主方位となった。





Levels: 2, 4, 6, 8, 12, 16, 20, 24

Fig.4-6 Orientation distribution functions of  $\phi_2=0^\circ$  section of 723K-16s annealed sheets.

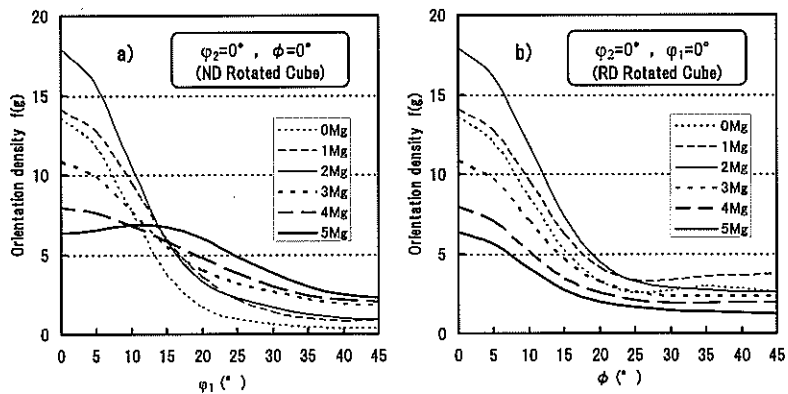


Fig.4-7 Change in orientation density of  $\phi_2=0^\circ$  section by tensile deformation at  $0^\circ$  to RD.

a):  $\phi=0^\circ$   $\phi_1=0\sim 45^\circ$

b):  $\phi_1=0^\circ$   $\phi=0\sim 45^\circ$

#### 4-2-3 機械的性質の引張方向依存性

Fig.4-8 に 723K-16s 最終焼なまし板から圧延方向に対して 0、45、90° 方向に引張試験したときの公称応力-公称ひずみ曲線を示す。Fig.4-9 には公称応力-公称ひずみ曲線から得られた各種性質ごとの Mg 含有量依存性を、Table4-1 にそれぞれの性質の異方性と異方性率を整理した。Fig.4-9 で Mg 量が多くなるにつれ、0、45、90° の何れの方向も引張強さ (TS)、降伏応力 (YS) は高い値を示した。これは、溶質原子濃度の増加による固溶体硬化と引張変形中の転位密度増加による加工硬化が影響している<sup>3)</sup>。さらに、Hall-Petch の式から説明できるが、Mg 量の増加とともに結晶粒サイズが小さくなったことも重量効果として考えられる。

一方、破断伸び (F.E.L) は引張強さや降伏応力の挙動と異なり、2~3% の Mg 量 (2Mg、3Mg) のときに 3 方向の平均値が極小を示した。Fig.4-9 と内田らの報告<sup>10)</sup> を比較すると、両者の実験方法は多少異なるが、良く一致した結果が得られている。すなわち、化学成分や加工熱処理履歴によって破断伸びの極小を示す Mg 量には多少の差が生じる可能性はあるが、Al-Mg 二元系合金の場合には、2~3% の Mg 量で破断伸びが最も小さくなるものと考えられる。これは、引張変形中の連続的な n 値変化とマイクロ組織の変化に対応すると考えられている<sup>10)</sup>。例えば、引張試験中の歪みとともに、① n 値が増加 (加工硬化能の向上) する場合は転位密度の増加、転位組織の微細化 (セル組織の形成まで) を意味する。② n 値が一定 (安定な加工硬化) の場合は安定なセル組織を形成している状態、③ n 値が減少 (加工硬化能の低下) する場合は、セル組織の発達による動的回復の増大やマイクロバンドの形成を意味する。つまり、n 値が高歪みの領域まで大きな材料ほど破断伸びは大きくなる<sup>10)</sup>。

また、各種機械的性質において、Max value - Min value を異方性、(Max value - Min value) / Average value を異方性率と定義し、これらと耳率を対比すると、Fig.4-10 a)、b) で示した通り耳率に対し破断伸びに負の相関が認められた。すなわち、0/90° 方向の耳率が高いと破断伸びの異方性や異方性率が大きく、ランダムな集合組織になって耳率が低下すると破断伸びの異方性ならびに異方性率は小さくなった。また、純アルミニウムと同じように Mg を添加した場合でも、局部伸び (P.U.E.L) より一様伸び (U.E.L) の方が全体的に異方性が大きい。

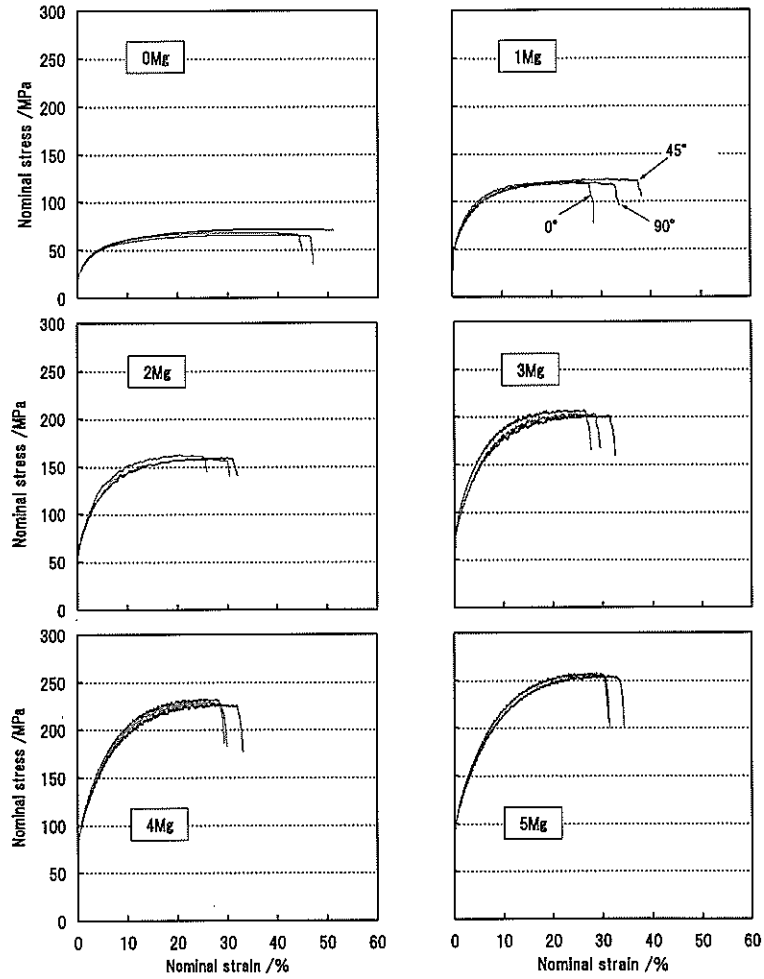


Fig.4-8 Nominal stress-nominal strain curves at different tensile directions of 723K-16s annealed sheets. Tensile directions were 0, 45 and 90° to RD.

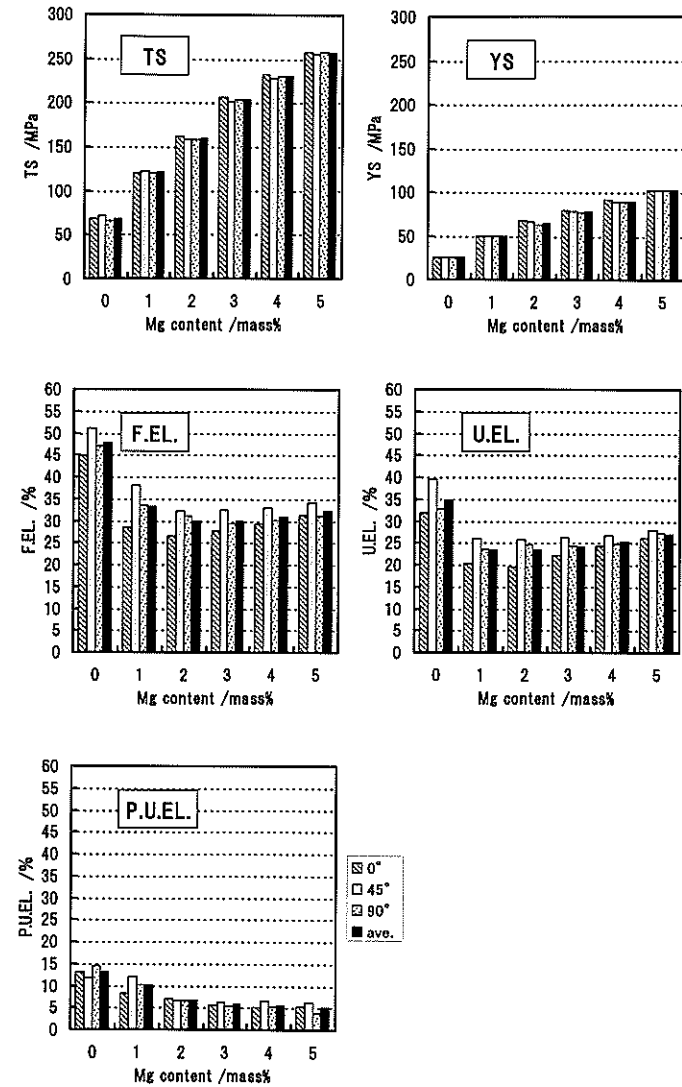


Fig.4-9 Relation between Mg content and mechanical properties in 723K-16s annealed sheets.

Table 4-1 Anisotropy and anisotropy rate in several kinds of mechanical properties

	Anisotropy					Anisotropy rate					Earing (%)
	TS (MPa)	YS (MPa)	F.EL (%)	U.EL (%)	P.U.EL (%)	TS	YS	F.EL	U.EL	P.U.EL	
0Mg	6	0	6.4	7.7	2.5	0.087	0	0.134	0.223	0.191	-8.9
1Mg	2	1	9.7	5.8	3.9	0.017	0.020	0.290	0.249	0.386	-9.6
2Mg	4	4	5.7	6.3	0.6	0.025	0.061	0.191	0.270	0.091	-7.6
3Mg	5	3	4.9	4.1	1.1	0.024	0.038	0.164	0.169	0.193	-4.4
4Mg	5	2	3.7	2.4	1.3	0.022	0.022	0.120	0.095	0.232	-2.9
5Mg	2	1	3.2	1.9	2.4	0.008	0.010	0.099	0.070	0.462	-2.8

Anisotropy: Max value - Min value

Anisotropy ratio: (Max value - Min value) / Average value

F.EL.: Fracture Elongation

U.EL.: Uniform Elongation

P.U.EL.: Post-Uniform Elongation

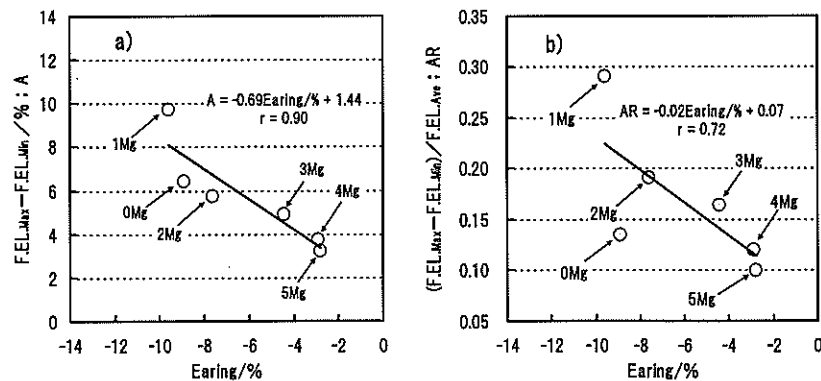


Fig.4-10 Relation between a) earing and anisotropy of F.EL., b) earing and anisotropy rate of F.EL..

変形中に活動するすべり系は集合組織に依存する。本実験では、1~2%の Mg 量(1Mg~2Mg)のときに Cube 方位が最も発達し、それ以上 Mg を添加すると Cube 方位密度は低下した。さらに、5Mg を除いた全ての試料の主方位は、{100}<001>の Cube 方位であった。Cube 方位が発達した試料を圧延方向に対して 0° 方向に引張変形を加えると引張軸方位の多くは<001>になり、45° 方向に変形を加えた場合には<011>が主となる。つまり、本章の Al-Mg 合金でも、第 3 章で述べた純アルミニウム(0Mg)の破断伸びの異方性と基本的には同じ挙動を示すことが考えられる。

Fig.4-11 に圧延方向に対して 0、45、90° 方向に引張試験した場合の真応力と加工硬化率の関係を示す。3 方向とも流動応力の増加に伴い加工硬化率は低下し<sup>1)</sup>、その低下量には異方性が認められた。さらに、何れの試料にも共通していることは、①変形初期では 0° 方向の加工硬化率が最も高く、45° 方向が最も低い、②流動応力の増加に伴いその挙動は変化した、塑性不安定が開始する流動応力( $\sigma = \delta \sigma / \delta \epsilon$ )に到達するころには、45° 方向の加工硬化率が高い値になり、0° 方向と 90° 方向の加工硬化率はほぼ同じになった。つまり、45° 方向の加工硬化率の低下量が少なく、0° 方向が多い。これは第 3 章で報告した純アルミニウム(0Mg)と同じ挙動であり、0~2%の Mg 量のときに顕著に現れた。

これまで説明してきた通り、加工硬化率の異方性には集合組織が大きく影響する。さらに、加工硬化率に異方性が現れれば、一様伸びを含む破断伸びの異方性にも影響を及ぼすことになる。また、集合組織と引張変形中に発達する転位組織とは密接な関係がある。さらに、積層欠陥エネルギーもまた転位組織に影響するという報告<sup>1)</sup>があり、これらを考慮した異方性の解釈が必要であると考えられる。そこで、Fig.4-12 にこれらの関係を整理した。

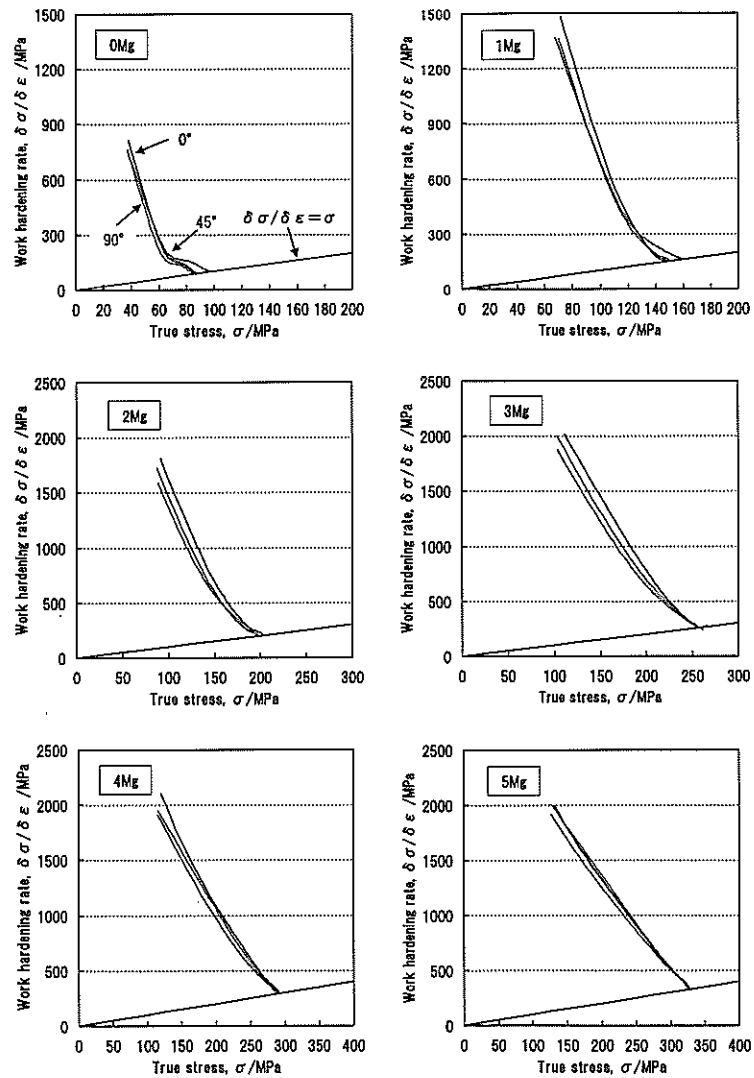


Fig.4-11 Relation between true stress and work hardening rate at 0, 45 and 90° to RD of 723K-16s annealed sheets.

Fig.4-12 では Mg 量と 3 方向の中で 45° 方向の加工硬化率が最大になる真ひずみ量の関係を整理した。さらに、45° 方向の一樣伸びも合わせて記載した。3 方向の中で 45° 方向の加工硬化率が最大になる真ひずみ量は Mg 量によって大きく変化し、Mg 量の増加とともに高ひずみ側へ移行した。一方、一樣伸びは 2Mg のときに極小となり、Mg 量の増加に伴い大きくなった。

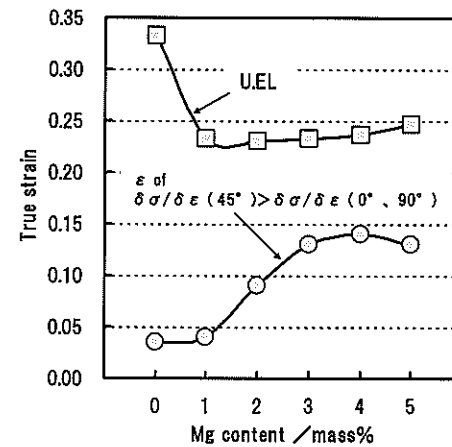


Fig.4-12 Relation between Mg content and true strain  $\epsilon_{45^\circ}$  at which the  $\delta\sigma/\delta\epsilon$  of 45° to RD becomes larger than other directions.

これまでの一連の結果を総括して Al-Mg 合金焼なまし材の機械的性質の異方性発生メカニズムを考察すると、以下の 3 つの説が考えられる。① Cube 方位密度が直接影響し、その密度が大きいかほど機械的性質の異方性を発達させる。② Mg 量の増加に伴い積層欠陥エネルギーが低下するため、引張変形中には動的回復が起り難くなる。そのため、何れの方向の機械的性質も等方的となる。③ Cube 方位密度の絶対量と積層欠陥エネルギーの重畳効果が機械的性質の異方性発生を支配する。これら①～③の説に対し以下のことを検討し、各説に対する妥当性を検証した。

例えば①の説の場合には、耳率または ODF の結果と 3 方向の中で 45° 方向の加工硬化率が最大になるひずみ量には相関が認められるはずである。Fig.4-13 で示したように、耳率の低下に伴い 3 方向の中で 45° 方向の加工硬化率が最大になるひずみ量は高ひずみ側へ

シフトした。つまり、この結果から考えると Cube 方位密度の絶対量が、機械的性質の異方性を支配している可能性が示唆される。

また②の説の場合には、Mg 量とともに引張変形中に発達する転位組織に差が現れることが考えられる。今回の実験では、引張変形中の転位の組織変化を調査していないが、内田ら<sup>10)</sup>によると、Mg 量の増加に伴い微細な転位セルが均一に形成されるようになる。さらに、Mg 量の増加とともにセル化の傾向が遅れるようになる。すなわち、Mg 量の増加に伴い積層欠陥エネルギーが低下するため、動的回復が起り難くなる。つまり、動的回復が抑制されると、機械的性質の異方性が発達し難くなるとすれば②の説も受容できることから、①と②の重畳効果が機械的性質の異方性発生を支配すると説明できる。従って、Al-Mg 合金焼なまし材の異方性メカニズムは③の説が最も妥当と考えられる。

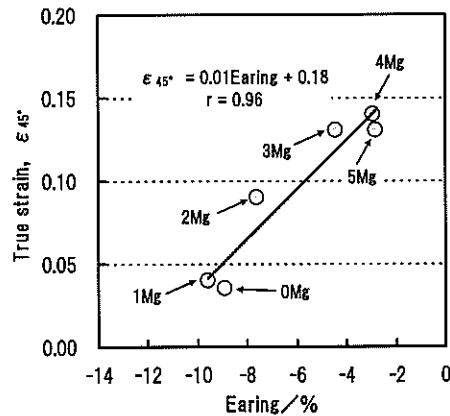


Fig.4-13 Relation between earing and true strain  $\epsilon_{45^\circ}$  at which the  $\delta\sigma/\delta\epsilon$  of  $45^\circ$  to RD becomes larger than other directions.

#### 4-3 結言

Al-Mg 合金 焼なまし材の機械的性質の異方性発生メカニズムを様々な観点から整理した結果、以下の結論を得た。

- (1) 各種機械的性質には、それぞれ異方性が認められたが、その中で一様伸びを含む破断伸びの異方性に集合組織との相関が認められた。つまり、Al-Mg 合金でも第 3 章で述べた純アルミニウム(0Mg)と同じ挙動が観察された。しかし、その異方性は Mg 量の増加とともに小さくなった。
- (2) 3 方向の中で  $45^\circ$  方向の加工硬化率が最大になる真ひずみ量は Mg 量によって大きく変化し、Mg 量の増加とともに高ひずみ側へ移行した。
- (3) 上記(1)、(2)は、Mg 量の増加に伴い、Cube 方位密度の絶対量が低下したこと、ならびに引張変形中の動的回復が起り難くなったことが原因であると推測する。

#### 4-4 製造工程への応用

第 3 章と第 4 章の実験に基づいて得られた具体的な工業的成果は以下の通りである。中程度の Mg 量である Al-Mg 合金の O 材で、圧延方向に対し  $90^\circ$  方向の伸びが従来材より大きい材料の開発が要求された。Cube 方位を発達させると、 $90^\circ$  方向の伸びが低くなることが本実験結果から明らかになったため、できる限りランダムな集合組織になるよう製造工程を制御し、従来材より伸びが約 3% 大きな材料を開発した。

## 参考文献

- 1) 柳川政洋、大家正二郎、古賀詔司、日野光雄: R&D 神戸製鋼技報, 42, No.1 (1992), 28.
- 2) 小松伸也、池田勝彦、田畑義昭、(故)合田剛久: 軽金属, 44(1994), 439.
- 3) 小松伸也、池田勝彦、河本知広、田畑義昭、谷本孝弘: 軽金属, 48(1998), 335.
- 4) 藤川辰一郎: 新版アルミニウム技術便覧, 軽金属協会編, カロス出版, 東京, (1996), 1275.
- 5) 小松伸也、池田勝彦、森井稔: 軽金属, 54(2004), 137.
- 6) E.Nes, H.E.Vatne, O.Daaland, T.Furu, R.Orsund and K.Marthinsson: ICAA-4, III (1994), 18.
- 7) M.Koizumi, Shirou Kohara and Hirotsuke Inagaki: Z. Metallkd, 88(1997), 576.
- 8) F.J.Humphreys: Acta Met., 25(1977), 1323.
- 9) R.Sandstrom: Z. Metallkde, 71(1980), 681.
- 10) 内田秀俊、吉田英雄: 軽金属, 45(1995), 193.
- 11) C.Johnson and D.J.Lloyd: Materials Science Forum, 331-337(2000), 715.

## 第5章 Al-Mg合金板の降伏応力異方性に及ぼす集合組織と転位セル壁配列の影響

### 5-1 冷間圧延と焼なましによる組織変化の常態

金属を変形する際に費やされる仕事の大部分は熱として放出されるが、約1%とわずかに少量のみが蓄積エネルギーとして金属中に留まる。蓄積エネルギーは変形時に生成された空孔や転位に由来するが、空孔の移動は速いため非常に低温での変形を除き、蓄積エネルギーとしては大きく寄与しない。従って、常温で行われる冷間圧延の場合には、蓄積エネルギーの殆どは転位として存在する<sup>1)</sup>。

冷間圧延によるアルミニウムの転位組織の形成過程では、導入される転位は均一に分布せず、からみ合って存在する。そして、ひずみの増加に伴ってその密度を増し、セル組織を形成する。ここで述べるセルとは、密に集まった転位のからみ合いからなるセル壁によって囲まれた転位の少ない部分をいう。セル壁はひずみが大きくなるにしたがって緻密かつ強固となるが、一方、セルの大きさは減少する。さらに変形が進むとセル壁の厚さは増していく<sup>2)</sup>。

冷間圧延した材料を焼なますと、転位セル組織は小角粒界の網目組織、すなわちサブグレイン組織へと変化する。サブグレインの平均寸法はサブバウンダリーの消滅と移動によって増大し続ける。消滅するサブグレインを構成していた転位およびサブグレイン内にあった転位は、隣接するサブバウンダリーへ移動して消滅する。この過程で2つのサブグレインが方位変化しつつ、一つに合体する。サブグレインの粗大化が進行する中で、大角粒界を有し周囲のサブグレインよりも大きいサブグレインが一つ存在するという状態が出現すると、このサブグレインは大角粒界の移動によって急速に成長し、新しい結晶粒、すなわち再結晶粒へと変化する。これが一般的な再結晶核の形成過程である。再結晶核は一般に加工前の粒界、粗大な第二相粒子周り、変形帯、せん断帯などから優先的に生成する<sup>2)</sup>。

### 5-2 緒言

圧延材には耳率、 $r$ 値、機械的性質などが圧延方向との角度で変わる面内異方性があり、材料特性に様々な影響を及ぼす。そのため、それぞれの用途に応じて、異方性の最適化が図られている<sup>3)</sup>。一般には、材料特性の異方性発生メカニズムは、板の優先方位と密接な関係があると考えられている<sup>4)</sup>が、高密度な転位壁やマイクロバンドの幾何学的な配列をモデル化して、アルミニウム冷間圧延板の降伏応力の異方性を検討した例<sup>5)</sup>もある。

本論文の第3章と第4章では、純アルミニウムおよびAl-Mg合金焼なまし材(O材)の機械的

性質の異方性、特に一様伸び(U.EL)と局部伸び(P.U.EL)の和としての破断伸び(F.EL)の異方性を検討し、結晶方位の他には引張変形中に生じる動的回復の難易が伸びの異方性に影響を及ぼすと考えねば説明できないことを報告した。つまり、転位組織や晶析出物の分布・密度、さらには結晶方位などの様々な金属学的因子の異方性が、材料特性の異方性に影響を及ぼすものと考えられる。

例えば、圧延板の強度の異方性を一例として取り上げてみると、圧延板には圧延方向に伸長した転位壁やせん断帯などが存在しており、引張強度はその転位組織と引張変形時に導入され、すべり運動する転位との相互作用で決まる。つまり、引張試験前の転位組織に転位壁の配列等の異方性が発達していれば、引張方向を変えた時、引張軸に対する転位組織の方向性が大きく変わる。従って、引張変形時に導入される転位との相互作用も当然変化することになり、転位組織の配列異方性が強度異方性に影響を及ぼす一つであることが予想される。

以上のような背景があり、本章では第3章と第4章の焼なまし後の等軸晶と対比的に、転位セル壁の配列を大きく変えた Al-Mg 合金を用いて、冷間圧延板の焼なましによる降伏応力異方性の変化を集合組織とミクロ組織の観点から検討した。

### 5-3 実験方法

#### 5-3-1 試料と加工熱処理

試料は、飲料用缶蓋材に使用される JIS5182 合金とそれと同じ Mg 濃度を有する高純度 Al-4.6% Mg 合金である。試料の化学成分を Table 5-1 に示す。工場規模で製造した熱間圧延板(厚さ 4.0mm)を厚さ 2.0mm まで 50% 冷間圧延した後、中間焼なましを行った。幅 200mm、長さ 200mm に切断した板材の中間焼なましでは結晶粒サイズを変えるために、5182 合金は 823K、Al-4.6% Mg 合金は 673K または 823K で 60s 間、塩浴中で熱処理した。以下、それぞれ 5182-823K、4.6Mg-673K、4.6Mg-823K と略記する。その後、厚さ 0.3mm まで 85% 冷間圧延し、バッチ炉中にて 393、433、473、513K で 3.6ks の最終焼なましを施した。これら熱処理温度での Mg、Mn、Fe の平衡固溶度は P9 と 10 の Table 1-1 と 1-2 に示した。

Table 5-1 Chemical composition (mass%) of specimens

Alloy designation	Mg	Si	Fe	Mn	Al
5182	4.63	0.11	0.23	0.34	bal.
4.6Mg	4.63	0.005	0.002	—	bal.

#### 5-3-2 各種測定と組織観察

引張試験、比抵抗測定用試料は冷間圧延板と最終焼なまし板から、圧延方向に対して 0、45、90° 方向に切り出した。引張試験は JIS5 号試験片を用い、初期ひずみ速度  $1.67 \times 10^{-3} s^{-1}$  で室温にて繰り返し数 3 で試験した。組織観察には、偏光顕微鏡、微分干渉顕微鏡、TEM を使用した。

#### 5-3-3 比抵抗の測定法とマティーセン則経験式の決定

$0.3 \times 3.0 \times 180$ mm に切断した試料の 77K と 300K での密度質量法サイズファクターによる比抵抗 ( $\rho_{077}$  と  $\rho_{0300}$ ) を、Al-Mg 合金に適用された方法<sup>9)</sup>で測定した。抵抗比 ( $R = \rho_{0300} / \rho_{077}$ ) と比抵抗 ( $\rho_{77}$ ) の関係で表すマティーセン則経験式(MER)<sup>9)</sup>を用いて寸法測定誤差を平均化した。本論文で示す 77K での比抵抗  $\rho_{M77}$  の添字 M は MER によることを意味する。また、マティーセン則から (5-1) 式が誘導できるが、

$$\rho_{77} = \rho_{0300}^{pure} - \rho_{0300}^{pure} / (R-1) \dots \dots (5-1)$$

溶質原子種ごとに異なるマティーセン則からのずれ DMR<sup>10)</sup> や測定誤差が影響する<sup>9)</sup>ので、 $\rho_{77}$  と  $1/(R-1)$  の実測値のプロットを直線回帰して勾配  $\alpha$  と切片  $\beta$  を求めたものをマティーセン則経験式と呼んでいる。

各試料のマティーセン則経験式は、先に述べた最終焼なまし条件で個別に熱処理した試料と冷間圧延状態から累積等時熱処理した試料の測定値を用いて決定した。マティーセン則経験式を (5-2) 式で示した場合の定数  $\alpha$ 、 $\beta$  と相関係数  $\gamma$  を Table 5-2 に示す。

$$\rho_{77}(n\Omega m) = \alpha / (R-1) + \beta \dots \dots (5-2)$$

Table 5-2 Constants of Matthiessen empirical relation (MER) and correlation factor ( $\gamma$ )

	$\alpha$	$\beta$	$\gamma$
5182-823K	21.72	5.302	0.9867
4.6Mg-673K	22.75	3.368	0.9895
4.6Mg-823K	23.13	2.982	0.9911

#### 5-4 実験結果と考察

##### 5-4-1 中間焼なまし板と冷間圧延板の顕微鏡組織

Fig. 5-1 には中間焼なまし板と 85% 冷間圧延板の圧延方向に平行な断面(ND-RD 断面)で観察した光学顕微鏡組織写真を示す。Table 5-3 には Fig. 5-1 で示した各試料の組織の特徴を要約した。5182-823K は不純物 Fe、Si や添加元素 Mn を含む粗大晶出物が最大径  $1 \mu m$  以上の粒子として冷間圧延板中に  $2.17 \times 10^5$  個/mm<sup>2</sup> 存在しており、Al-Fe-(Mn)-(Si)以外に Mg<sub>2</sub>Si も

認められた。5182-823K は冷間圧延前の粒径が 20~30  $\mu\text{m}$  になるよう中間焼なましを施しているため、冷間圧延後には圧延面に平行に延伸された旧結晶粒界を貫通するマクロなせん断帯は発達していなかった。

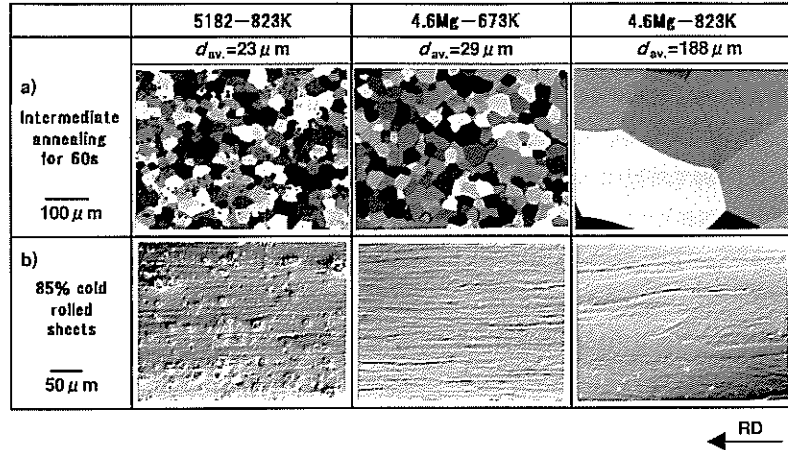


Fig.5-1 Optical micrographs of intermediate annealed and 85% cold rolled sheets.

a) Grain size, b) Distribution of coarse particles and macroscopic shear bands.

Table5-3 Characteristics of specimens

State	Intermediate annealing		85% cold rolled	
	Grain size/ $\mu\text{m}$	Shear band	Coarse particle (Deformation zone)	
5182-823K	23	few	many	
4.6Mg-673K	29	few	trace	
4.6Mg-823K	188	many	trace	

高純合金である 4.6Mg-673K では、粗大晶出物は極めて少なく、冷間圧延板での数密度は 80 個/ $\text{mm}^2$  であった。中間焼なまし時の再結晶粒径は 5182-823K と同等であるため、せん断帯は 5182-823K とほぼ同様にあまり発達していなかった。4.6Mg-823K では、中間焼なまし時の再結晶粒を 200  $\mu\text{m}$  程度の粗大粒に成長させたため、冷間圧延後には旧結晶粒を貫通するマクロなせん断帯が著しく発達した<sup>9)</sup>。

#### 5-4-2 最終焼なましによる降伏応力と異方性の変化

Fig.5-2 に各試料の 85%冷間圧延板の最終焼なましによる 0、45、90° 方向の降伏応力と異方性  $\Delta\text{YS}$  ( $\Delta\text{YS}$ : 0、45、90° 方向での最大降伏応力と最小降伏応力の差) の変化を示す。冷間圧延ままの降伏応力は、何れの試料も 45° 方向が最も低く、0° 方向が最も高い。しかし、降伏応力の異方性の程度は試料によって大きく異なった。すなわち、粗大晶出物が多い 5182-823K やせん断帯が発達している 4.6Mg-823K の場合には、45° 方向の降伏応力が 0、90° 方向に比べて特に低くなり、 $\Delta\text{YS}$  はそれぞれ 39、28MPa と大きな値を示したが、4.6Mg-673K の  $\Delta\text{YS}$  は 6MPa と小さかった。冷間圧延板を焼なましした場合、5182-823K と 4.6Mg-823K は焼なましによる降伏応力の低下に伴い  $\Delta\text{YS}$  は大きく低下し、513K 焼なまし後の  $\Delta\text{YS}$  はそれぞれ 16、13MPa に変化した。しかし、冷間圧延ままの  $\Delta\text{YS}$  が小さい 4.6Mg-673K は、焼なましによる YS の変化は小さく、513K 焼なまし後の  $\Delta\text{YS}$  は 4MPa だった。

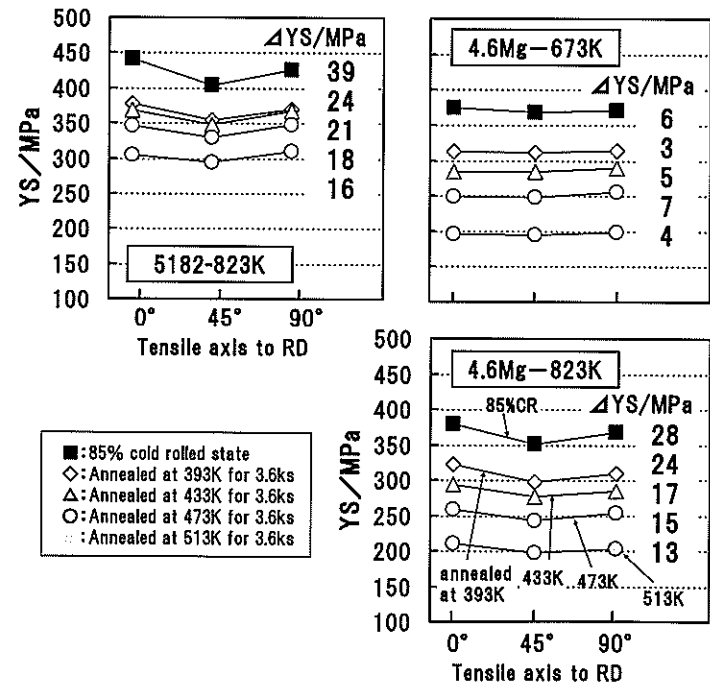


Fig.5-2 Angular variation in yield stress of 85% cold rolled and annealed sheets. Yield stress anisotropy, expressed as  $\Delta\text{YS}$  ( $\Delta\text{YS} = \text{YS}_{\text{max}} - \text{YS}_{\text{min}}$ ), is also shown in the figures.



### 5-4-3 最終焼なましによる降伏応力異方性と集合組織の関係

Fig.5-3 に各試料の 85%冷間圧延状態と 513K 最終焼なまし状態の $\phi_2=45^\circ$  断面での ODF を示す。

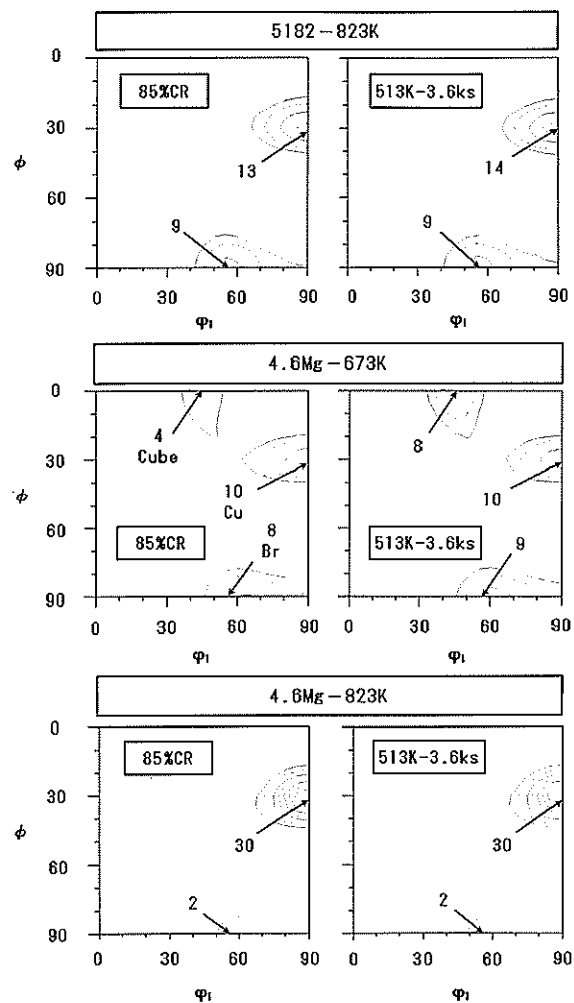


Fig.5-3 Orientation distribution functions of  $\phi_2=45^\circ$  section of 85% cold rolled and 513K - 3.6ks annealed sheets.

5182-823K は Cu 方位と Brass 方位から構成される圧延集合組織であった。4.6Mg-673K では、これらの方位成分に加えて中間焼なまし時に発達した Cube 方位の残存も僅かに認められた。4.6Mg-823K の場合は 5182-823K と同様の方位成分であったが、Cu 方位が特に発達しており、明らかに他の 2 試料とは異なる集合組織を示した。また、何れの試料でも、513K までの焼なましでは集合組織は殆ど変化しなかった。なお、 $\phi_2=65^\circ$  断面で現れる S 方位も、焼なましによる変化は認められなかった。

5182-823K と 4.6Mg-823K の集合組織は大きく異なるが、Fig.5-2 で示したように最終焼なましによる降伏応力異方性は同じ傾向で減少した。また、5182-823K と 4.6Mg-673K の集合組織は、4.6Mg-673K に存在する中間焼なまし時の Cube 方位を除き、比較的似ていた。しかし、両者の最終焼なましによる $\Delta YS$ の挙動は大きく異なっていた。

### 5-4-4 最終焼なましによる軟化異方性と比抵抗の関係

Fig.5-4 a)に 4.6Mg-673K の 85%冷間圧延後の 3.6ks 最終焼なましによる 0、45、90° 方向の降伏応力の変化を、b)に比抵抗の変化を示す。焼なまし温度が高くなるにつれ、3 方向の降伏応力はどれも低下した。これは、冷間圧延によって増殖され、増加した転位密度が焼なましにより減少したためである。一方、比抵抗は 473K の焼なまし温度で極小値となり、焼なまし温度が 513K になると比抵抗は増加した。室温(RT)から 473K までの比抵抗減少は、冷間圧延時に導入された空孔や転位の格子欠陥の消滅、ならびに  $Al_3Mg_2$  (もしくは  $Al_3Mg_5$ ) に近い組成の  $\beta'$  等<sup>10)</sup>の遷移析出相の出現が影響している<sup>11)</sup>。これに対し、473K から 513K での比抵抗増加は、この析出相の再固溶によるものと考えられる<sup>11)</sup>。

小松ら<sup>11,12)</sup>は Al-Mg 合金で冷間圧延によって導入される格子欠陥、主として転位の密度増加に対応する降伏応力と比抵抗の増加には良い相関があること、92%冷間圧延による耐力と比抵抗の増加は溶質 Mg 濃度が高いほど大きいことを報告している。ただし、8%までの溶質 Mg 濃度の増加で 77K での比抵抗  $\rho_{077}$  は  $36n\Omega m$  増加するが、92%冷間圧延による増加は約  $2n\Omega m$  である。動的回復で転位密度増加が飽和するにしても、比抵抗への転位密度の影響は溶質 Mg よりはるかに小さい。このようなことを考慮しながら、Fig.5-4 a)、b)の結果を基に最終焼なまし時の軟化異方性についても比抵抗変化を詳しく検討した。

Fig.5-5 a)に 4.6Mg-673K の 85%冷間圧延後の最終焼なましによる 0、45、90° 方向の軟化量 ( $\Delta YS$ )を、b)に比抵抗減少量 ( $\Delta \rho_{077}$ )を示す。焼なましによる軟化量には異方性が認められ、0° 方向が最も大きく、45、90° 方向の順に小さくなった。また、比抵抗減少量の異方性もこの軟化量

の異方性とほぼ対応していた。

比抵抗減少量の異方性は、①転位セル壁配列の異方性、②Hashimoto<sup>13)</sup>らが報告した 4.2K での比抵抗に及ぼす結晶方位の依存性、③  $\beta$  Al-Mg 系析出物分布密度の異方性などの因子に影響されることが考えられる。そこで、比抵抗の異方性に影響する因子について検討した。

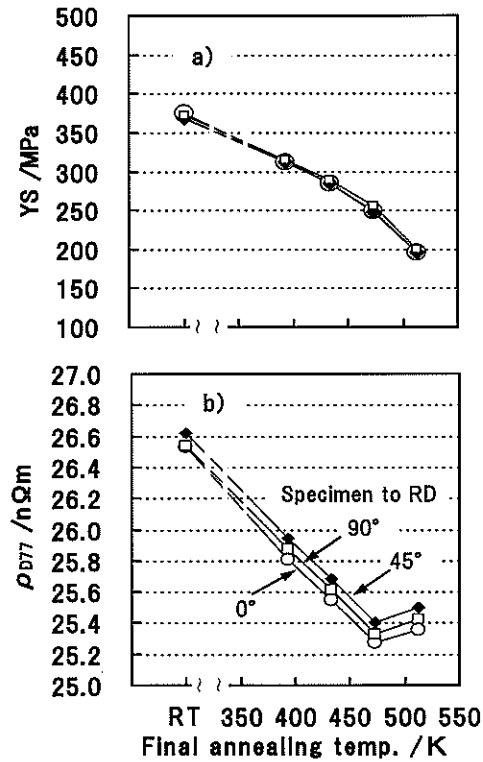


Fig.5-4 Change in a) yield stress and b) resistivity ( $\rho_{D77}$ ) of 4.6Mg-673K specimen by annealing for 3.6ks at each temperature.

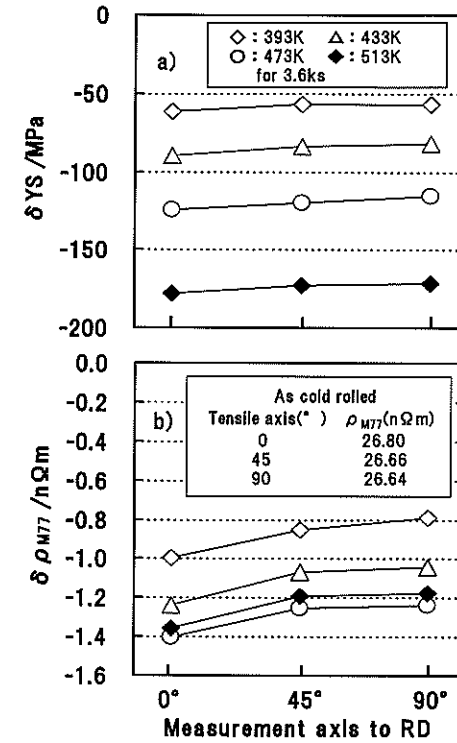


Fig.5-5 Decrement from 85% cold rolled state in a) yield stress ( $\delta$  YS) and b) resistivity ( $\delta$   $\rho_{M77}$ ) of 4.6Mg-673K specimen by annealing for 3.6ks at each temperature.

Fig.5-6 に 4.6Mg-823K の 85%冷間圧延板の最終焼なましによる 0、45、90° 方向の比抵抗変化を示す。Fig.5-3 から明らかなように、この試料は結晶方位の分布密度異方性が強く、さらに最終焼なましを施しても集合組織は変化していない。そのため、仮に集積方位と比抵抗測定時の通電方向の差が比抵抗に影響を及ぼすとすれば、冷間圧延ままの比抵抗の異方性は焼なまし後も変わらないはずである。しかし、冷間圧延板で最も高い比抵抗を示した 0° 方向は、焼なましによって最も比抵抗の低い方向へと変化しており、集合組織は比抵抗の異方性に影響していないことを示唆しているものと考えられる。

次に、析出物分布密度の異方性について検討した。先にも述べた通り、Fig.5-5b)で示した最終焼なましによる各方向の比抵抗減少量が513Kよりも473Kでの焼なましの方が大きな原因は、 $Al_3Mg_2$ (もしくは $Al_6Mg_5$ )に近い組成の $\beta'$ 等<sup>10)</sup>の遷移析出相の析出量が影響<sup>11)</sup>していると考えざるを得ない。すなわち、小松ら<sup>11)</sup>の報告では、析出量は473Kで最大になり、 $\rho_{M77}$ には溶質濃度が最も強く影響するが、析出相の影響も無視できない、とされている。析出相は冷間圧延によって形成された転位セル壁に出現するため、その配列の異方性と密接な関係がある<sup>14)</sup>。従って、比抵抗への影響は転位セル壁によるものと重複する可能性がある。

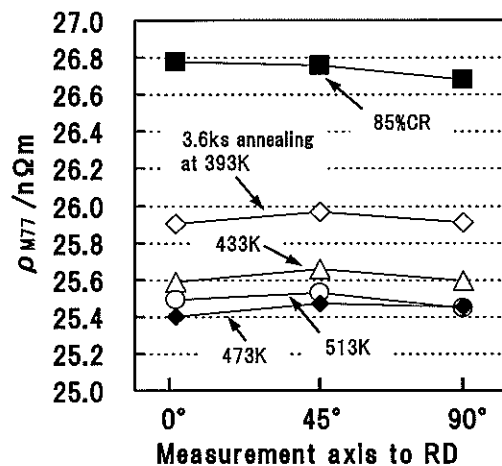


Fig.5-6 Angular variation in resistivity of cold rolled and annealed sheets of 4.6Mg-823K.

以上のことから、比抵抗の異方性には、冷間圧延によって形成された転位セル壁配列の強い方向性の影響が大きいと考えられる。さらに、Fig.5-5a)と b)で軟化量と比抵抗減少量が類似の挙動を示したことから、焼なまし板で現れる軟化の異方性にも、析出物と転位セル壁配列の異方性が影響している可能性がある。

#### 5-4-5 冷間圧延板のTEM組織

Fig.5-7に85%冷間圧延した5182-823KのTEM組織を示す。Al-Fe-Mn系の晶出物(図中

③)周辺に形成された非常に転位密度が高い Deformation Zone<sup>15)</sup>中の転位セル(①の領域)と圧延方向に伸長した転位セル(②の領域)を制限視野回折像(SAD)とを併せて示した。Deformation Zoneは晶出物から数 $\mu m$ 程度離れた領域まで発達しており、圧延方向(RD)に対してかなり無秩序な配列であった。また、転位セルサイズは②の領域のものより非常に小さく、この領域の転位密度が非常に高いことを示している。この①領域のSADは部分的にリング状で最大約 $30^\circ$ の方位差を持った多数の微小セルが集まっている。一方、②の領域のSADはほぼ単結晶に近く、制限視野内の方位差は小さく、TEM組織で見られる多数のセルはほぼ同一の方位を持っている。

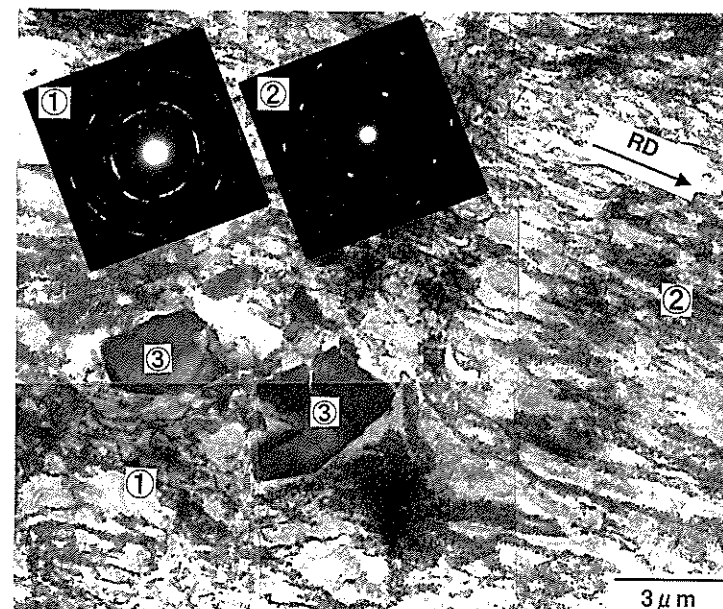


Fig.5-7 TEM microstructure of 85% cold rolled 5182-823K specimen showing dislocation cell walls developed around coarse particle. ① deformation zone, ② dislocation cell walls paralleled to the rolling direction, ③ coarse particles.

Fig.5-8には、85%冷間圧延した4.6Mg-823KのTEM組織を示した。せん断帯の配列は圧延板の諸方向に対して、ある幾何学的な関係にしたがって配列することが知られており<sup>16)</sup>、Fig.5-8のような板表面からの観察の場合には、RDに対して直角方向に現れる。板厚方向に対してはせ

ん断分力が最大になる  $40 \pm 5^\circ$  方向に傾いていると思われる。Fig.5-7 で示した Deformation Zone と同様に、せん断帯内部の転位セルサイズは非常に小さい。せん断帯や Deformation Zone の内部では、圧延方向に伸長した転位セルは観察されない。さらに、セル壁は厚く転位は密集しており、非常に高密度な転位線を含む領域であることを示している。従って、圧延方向に伸長した転位密度の低いセル領域と引張試験時の変形挙動とは異なることが予想され、引張方向によっては、すべり変形の起こり易さに差が生じる可能性も考えられる。そのため、冷間圧延状態で Deformation Zone やせん断帯が顕著な場合には、冷間圧延板の降伏応力の異方性は大きくなる。しかし、冷間圧延板を焼なました場合には、このような転位の高密度領域から優先的に回復が生じる<sup>2)</sup>。従って、引張試験時のすべり変形への妨害が弱まり、降伏応力の異方性は低下したと考えられる。

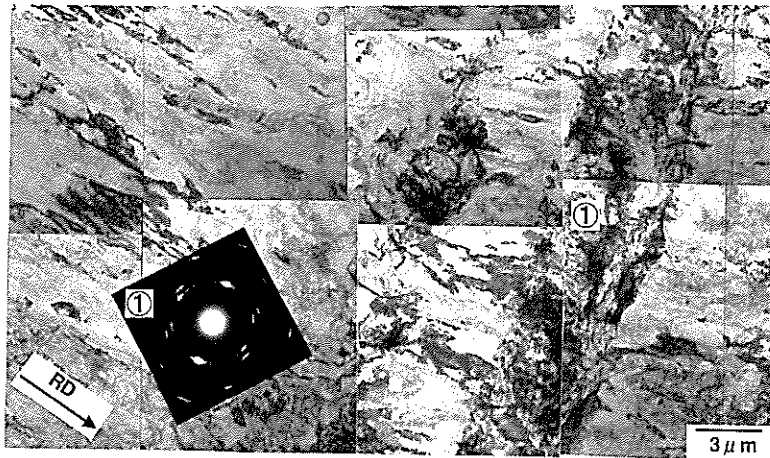


Fig.5-8 TEM microstructure of 85% cold rolled 4.6Mg-823K specimen showing  
① shear band intersecting dislocation cell walls paralleled to the rolling direction.

## 5-5 結言

JIS5182 合金およびそれと同等の Al-4.6%Mg を用い、粗大晶出物量とせん断帯の発達レベルを大きく変えて、集合組織以外にマイクロ組織の観点から冷間圧延板の焼なましによる降伏応力異方性の変化の原因を検討し、以下の結論を得た。

- (1) 冷間圧延によってせん断帯や粗大第二相粒子周辺に Deformation Zone が発達した場合には、降伏応力の異方性は大きくなる。逆に、圧延前の結晶粒が微細で、かつ粗大第二相粒子が少ない材料では、圧延方向との角度を変えた引張試験でも降伏応力は殆ど変化せず異方性は小さい。
- (2) 冷間圧延板を焼なました場合の軟化量には、圧延方向との角度に依存する異方性が現れ、その結果、Deformation Zone やせん断帯の発達が顕著な試料では、降伏応力の異方性は小さくなった。
- (3) 焼なましによる軟化量と比抵抗減少量の異方性には、良い対応が認められた。比抵抗減少量には異方性が現れたが、焼なまし前後の集合組織に変化はなく、集合組織の影響は少ない。

以上の諸結果から、冷間圧延板の焼なましによる降伏応力異方性の変化には、冷間圧延によって形成された Deformation Zone やせん断帯などの転位密度の高い微細セル組織を持つ領域の配列異方性の影響が大きいものと考えられる。

## 参考文献

- 1) F.J.Humphreys and M.Hatherly:小菅張弓 訳:再結晶と金属組織の制御,静岡新聞社,(2003),7.
- 2) 村上陽太郎 編:アルミニウム材料の基礎と工業技術,社団法人 軽金属協会,(1985),93,112.
- 3) A.Hibino, T.Sakuma and T.Komatsubara :Mater. Sci. Forum. 331-337, No.2(2000),775.
- 4) 井上博史:軽金属,42(1992),358.
- 5) N.Hansen and D.Juul Jensen:Acta Metall. Mater.,40(1992),3265.
- 6) 小松伸也、池田勝彦、田畑義昭、(故)合田剛久:軽金属,44(1994),164.
- 7) 小松伸也、池田勝彦、生駒俊彦、河野洋一:軽金属,43(1993),421.
- 8) 小松伸也、藤川辰一郎:軽金属, 47(1997),396.
- 9) H.Inagaki and S.Kohara:Z.Metallkde,88(1997)570.
- 10) K.Osamura and T.Ogura :Metall. Trans.A,15A(1984),835.
- 11) 小松伸也、池田勝彦、河本知広、田畑義昭、谷本孝弘:軽金属,48(1998),335.
- 12) 小松伸也、池田勝彦、田畑義昭、(故)合田剛久:軽金属,44(1994),439.
- 13) E.Hashimoto and Y.Ueda :Mater. Trans. JIM,35(1994),262.
- 14) D.J.Lloyd, E.F.Butryn and M.Ryvola:Microstruct. Sci.,10(1982),373.
- 15) R. Sandstrom:Z.Metallkde,71(1980),681.
- 16) S.V.Harren, H.E.Deve and R.J.Asaro:Acta metall.,36(1988),2435.

## 第6章 Al-Mg合金板の降伏応力異方性に及ぼすマイクロ組織と転位セル壁配列の影響

### 6-1 緒言

金属材料には特定方向に対して結晶粒の方位が配向する、いわゆる集合組織が存在し、様々な材料特性の異方性に影響を及ぼす<sup>1)</sup>。しかし、実際には集合組織だけでは説明し難い種々の異方性も存在する。にも係らず、一般的には材料特性の異方性は集合組織の影響だけが考慮されることが多いようである。例えば、引張変形時の結晶格子回転だけを考慮して、冷間圧延した1050合金板の流動応力の異方性を検討した報告<sup>2)</sup>がある。しかしながら、高密度な転位セル壁はすべり変形への抵抗が大きく、その配列の異方性が降伏応力の異方性に影響する可能性も考えられる<sup>3)</sup>。

このような背景から、第5章ではAl-Mg合金の冷間圧延板とそれをサブグレイン組織にまで回復させた板の降伏応力異方性を集合組織と転位セルの配列異方性の観点から検討し、主な要因は集合組織よりも転位セルの配列異方性の影響が大きいことを説明した<sup>4,5)</sup>。すなわち、

- ① せん断帯やDeformation Zoneなどの高密度転位領域は、セルの形状や配列が周辺の平均的な領域と異なり、この領域内には圧延方向に伸長した転位セルは観察されない。さらに、セル壁は厚く転位は密集している。
- ② 引張方向を変えた場合には、転位セルの形状や配列の違いによって、すべり変形に対する抵抗が異なる。従って、配列の異方性が大きい転位セルが発達すると冷間圧延板の降伏応力異方性は大きくなる。
- ③ 焼なましで加工組織を十分に回復させると転位密度は減少し、整理・再配列が起こる。そのとき、転位セルはサブグレインへと組織変化し、低エネルギー状態となる。そのサブグレイン組織は元の転位セル組織の影響を受けるが、降伏応力の異方性は冷間圧延ままと異なる。

以上のことは、様々な転位セル組織の状態で降伏応力異方性が大きく変わることを示唆している。従って、集合組織以外に転位セル組織の特徴と降伏応力異方性の関係を系統的に調べれば、用途に合せた異方性の制御が期待できる。そこで、高純度のAl-Mg、Al-Mg-Mn、Al-Mg-Fe合金を用いてマイクロ組織と転位セルの配列異方性の関係を整理し、高冷間圧延板と焼なまし板の降伏応力の異方性を検討した<sup>5)</sup>。

本章では第5章に加え、冷間圧延後の焼なましによる転位セル組織の変化を透過電子顕微鏡(TEM)で観察し、加工組織と回復組織を含む圧延材での降伏応力異方性をさらに検討した。

## 6-2 実験方法

### 6-2-1 試料と加工熱処理

実用 Al-Mg 合金圧延板には、大きく分けて圧延方向に伸長した転位セル、せん断帯、粗大晶出物とその周りに発達する高密度の転位から成る Deformation Zone、さらには析出物などが存在する。実用合金板への応用を検討するため、Table6-1に示す3種類の Al-Mg 合金を実験室の DC 鋳造機で 70°×200°×1500mm に鋳造し、Table6-2 のプロセスで 0.3mm 厚の冷間圧延板を作製した。基本組成は 4.51%Mg-0.06%Fe-0.03%Si である。

Table6-1 Chemical composition (mass%) of specimens

Alloy designation	Mg	Fe	Mn	Si	Al
4.5Mg-(F, C)	4.51	0.06	—	0.03	bal.
4.5Mg+0.5Fe	4.51	0.53	—	0.04	bal.
4.5Mg+1.0Mn	4.51	0.07	0.98	0.03	bal.

Table6-2 Thermomechanical treatments of specimens

	4.5Mg		4.5Mg+0.5Fe	4.5Mg+1.0Mn
	F	C		
Homogenization (18ks) Temp./K	773		723	773
Pre-heating (7.2ks) Temp./K	803		723	773
Hot rolling	70 → 4(mm)			
Cold rolling	4 → 2(mm)			
Intermediate annealing (60s) Temp./K	673	823	823	823
Mean grain size (μm) after intermediate annealing	20	85	19	12
Cold rolling	2 → 0.3(mm) <85%CR>			
Final annealing (3.6ks) Temp./K	393, 433, 473, 513			

ミクロ組織の特徴を大きく変えるため、不純物としての Fe 含有量や Mn 添加量、熱間圧延前の均質化と加熱処理、さらには第 5 章の場合と同じく中間焼なまし温度を試料ごとに変えた。熱間圧延前の熱処理で析出物の分布を制御し、中間焼なましでは再結晶粒サイズを制御した。以後、これらの試料をそれぞれ 4.5Mg-F、4.5Mg-C、4.5Mg+0.5Fe、4.5Mg+1.0Mn と略称し、Table6-3 にミクロ組織の特徴を 4 種類の項目に分類し要約した。

4.5Mg-(F, C) は晶出物と析出物が少なく、中間焼なましでは再結晶粒サイズを変え、冷間圧延後のせん断帯の体(面)積率を変えた。ここで、F, C はそれぞれ再結晶粒サイズが小さい場合と大きい場合を表わす。測定手法<sup>6, 7)</sup>や Si 含有量<sup>8)</sup>などによってアルミニウム中への固溶 Fe 量は異なるが、Al-Fe 二元合金では Fe の固溶限が狭く、平衡状態では共晶温度 928K で最大約 0.05mass%<sup>9)</sup>までしか固溶できない上、Si の存在で Fe の平衡固溶度はさらに低下する。4.5Mg+0.5Fe の場合には、この固溶限を大きく超えて Fe を添加し、凝固時に Al-Fe-(Si)系の晶出物を多く晶出させた。4.5Mg+1.0Mn は Mn が 773K 近傍の温度で最大の析出を示す<sup>10)</sup>ことを利用し、Al<sub>6</sub>Mn と不純物の Fe、Si を含む α-Al(Fe, Mn)Si を熱間圧延前の熱処理で微細に析出させた。

Table6-3 Microstructural characteristics of specimens

State	Before cold rolling	85% cold rolled state		
		Grain size	Shear band	Coarse particle (Deformation zone)
4.5Mg-F	fine	few	few	few
4.5Mg-C	coarse	many	few	few
4.5Mg+0.5Fe	fine	few	many	medium
4.5Mg+1.0Mn	fine	few	medium	many

### 6-2-2 加熱処理後の顕微鏡組織と固溶 Fe、Mn 量の測定

鋳塊の板厚 1/4 の場所から試料を切り出して、加熱処理後の晶出物と析出物の分布を光学顕微鏡(OM)で観察した。293K-60s のパーカー処理後に、323K の 10% $H_3PO_4$  浴中に 180s 試料を浸漬してエッチングを行った。また、鋳塊と加熱処理後の固溶 Fe、Mn 量は OM 観察用試料とほぼ同じ場所から試料を切り出し、熱フェノール溶解濾液分析法(HPDFA)<sup>11)</sup>で測定した。この方法は、他の元素や格子欠陥に影響されずに目的元素だけの固溶量を直接決定できるため、固溶状態か析出状態かを判別することが可能である。

### 6-2-3 85%冷間圧延板のせん断帯、晶出物の分布観察

せん断帯は 393K の大気炉中で 605ks 熱処理して、β'相などの Al-Mg 系析出相をせん断帯上に優先析出<sup>12, 13)</sup>させて OM で観察した。298K の 10% $H_3PO_4$  浴中に 1.8ks 試料を浸漬してエッチングした。晶出物の分布は走査電子顕微鏡(SEM)で観察した。これらは全て圧延方向に平行な断面(ND-RD 断面)で観察した。

### 6-2-4 TEM 観察

Table6-3 に示したマイクロ組織の特徴を考慮し、85%冷延板と焼なまし板の転位セル組織とサブグレイン組織を TEM で観察した。本章で示す 4.5Mg+1.0Mn は圧延方向に伸長した転位セルと焼なましで等軸状に変化したサブグレインを、4.5Mg+0.5Fe は晶出物周りの組織変化を中心に観察した。

#### 6-2-5 引張試験

85%冷間圧延板と最終焼なまし板から、第3~5章と同様に圧延方向に対して0、45、90°方向に試料を切り出し、第5章と同じ方法で試験した。圧延後の長時間室温放置によるせん断帯内部の加工組織の回復やβ'相などの析出による経時変化<sup>14, 15)</sup>の影響を極力避けるため、圧延後2、3日以内には引張試験を完了した。

### 6-3 実験結果と考察

#### 6-3-1 各試料の顕微鏡組織と固溶 Fe、Mn 量

Fig.6-1 に加熱処理を施した鋳塊の晶出物と析出物の分布を示す光学顕微鏡(OM)写真を、Table6-4 に熱フェノール溶解濾液法(HPDFA)で測定した鋳塊と加熱処理後の固溶 Fe、Mn 量を示す。Fig.6-1(a)の 4.5Mg-(F, C)では不純物 Fe、Si の影響で、樹枝状晶の枝間隙に相当する粒界上に Al-Fe-(Si)や Mg<sub>2</sub>Si と考えられる晶出物が、粒内にはそれら析出物のエッチピットが僅かに認められる。4.5Mg+0.5Fe は Table6-4 の固溶 Fe 量分析値から明らかのように、添加した Fe の90%が凝固時に樹枝状晶間隙に晶出した。多くは Al-Fe-(Si)の晶出物と考えられる。

また、Table1-2 の Al-Fe 二元合金における Fe の平衡固溶度の計算結果と比較した場合には、Al-Fe 二元合金では 723K で 30.6ppm の平衡固溶度となるが、加熱処理後の Fe の固溶量は 15ppm であった。この計算値と実測値の差は、Si の存在により Fe の平衡固溶度が低下したことが原因の一つであると考えられる。

一方、4.5Mg+1.0Mn の鋳塊の固溶 Mn 量は 0.687mass% であった。従って、約 0.3mass% の Mn が凝固時に晶出したことになる。さらに、加熱処理後の固溶 Mn 量は 0.236mass% まで低下した。このことから、熱間圧延前の加熱処理で 0.45mass% 近くの Mn が析出したものと理解することができる。一方、Table1-2 で示したように Al-Mn 二元合金の場合には、773K での Mn の平衡固溶度は 0.347mass% であるが、加熱処理後はこの計算値より少ない。この原因としては、Si や Mg の存在によって Mn の平衡固溶度が低下したと、Al<sub>6</sub>Mn の析出に加え Fe、Si の影響で α-Al(Fe, Mn)Si の析出が促進されたことが考えられる。つまり、Fig.6-1(c)の粒内には数多くの析出物 Al<sub>6</sub>Mn と α-Al(Fe, Mn)Si の析出物が存在しているものと理解することができる。

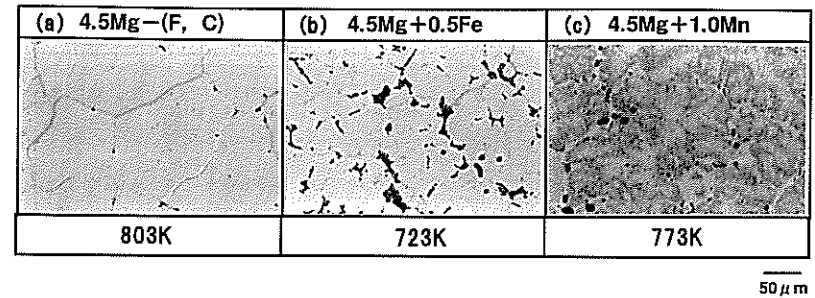


Fig.6-1 Optical micrographs showing distribution of coarse particles and fine precipitates after pre-heating at temperature shown in column for 7.2ks.

Table6-4 Solute Fe and Mn concentration of as DC cast and after pre-heating in several alloys measured by HPDFA method<sup>11, 16)</sup>

State	As DC cast		After pre-heating	
	Mn (mass%)	Fe (ppm)	Mn (mass%)	Fe (ppm)
4.5Mg-F	—	54	—	45
4.5Mg-C				
4.5Mg+0.5Fe	—	212	—	15
4.5Mg+1.0Mn	0.687	53	0.236	1

Fig.6-2 に 85%冷間圧延板のせん断帯(上段)と晶出物の分布(中段)を示す。また、下段には最大径 1 μm 以上の晶出物の面積率も記載した。これらは鋳塊の凝固時に樹枝状晶間隙に晶出した 10 μm 程度の第二相粒子が熱間圧延と冷間圧延で分断されたもので、Fig.6-1(c)で粒内に析出していた微細な Al<sub>6</sub>Mn と α-Al(Fe, Mn)Si 析出物はカウントされていない。4.5Mg-C は中間焼なましで平均粒径約 85 μm の比較的粗大な再結晶粒に成長させた。第5章の Fig.5-1 の 188 μm よりも小さいが、85%冷延では圧延方向に伸びた旧粒界を貫通するマクロなせん断帯が多数発達した。このようなせん断帯は Inagaki ら<sup>17)</sup>も報告している。他の試料では、中間焼なまし後の平均粒径を 10~20 μm と比較的小さくなるよう制御し、4.5Mg-F は 20 μm、4.5Mg+0.5Fe は 19 μm、4.5Mg+1.0Mn は 12 μm の平均粒径になった。そのため、旧粒界を貫通するマクロなせん断帯は 4.5Mg-C のように発達していなかった<sup>5)</sup>。これらの特徴は先に Table6-3 に示した。

晶出物は 4.5Mg+0.5Fe で最も面積率が高く、4.5Mg+1.0Mn、4.5Mg-(F, C)の順に少なくなった。何れの試料でも写真上で白く見える Al-Fe 系または Al-Mn 系の晶出物<sup>18)</sup>が大部分を占めており、黒く見える Mg<sub>2</sub>Si 系<sup>18)</sup>の晶出物は比較的少なかった。

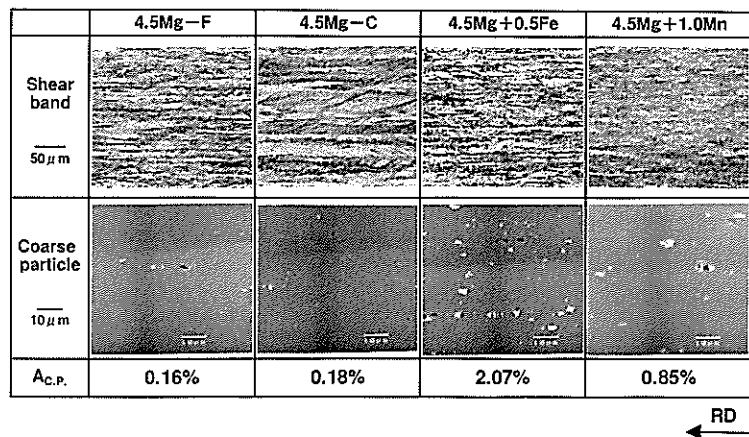


Fig.6-2 Optical micrographs showing distribution of shear bands, and SEM micrographs showing coarse particles in 85% cold rolled specimens. Area fraction of coarse particles ( $A_{c.p.}$ ) larger than  $1 \mu m$  was also shown in column under micrographs.

### 6-3-2 最終焼なましによる降伏応力と異方性の変化

Fig.6-3 に圧延方向に対して、0、45、90°方向に引張方向を変えた場合の最終焼なましによる降伏応力(YS)の変化を、Fig.6-4 には第5章と異なり、 $(Y_{S_{MAX}} - Y_{S_{MIN}}) / Y_{S_{AVE}}$ を異方性率と定義し、最終焼なましによる異方性率の変化を整理した。試料によってマイクロ組織の特徴は大きく異なるが、冷間圧延板の降伏応力は何れの試料でも、0、90°方向に比べて45°方向が低い。また、冷間圧延板の異方性率は、旧粒界を貫通するマクロなせん断帯や晶出物、さらには析出物も少ない4.5Mg-Fが最も小さい。

焼なましを施すと降伏応力は低下するが軟化の挙動が各方向で異なり、その結果、焼なまし温度によって異方性率は変化した。また、異方性率の変化は大きく2つのグループに分かれた。4.5Mg-Fと4.5Mg+1.0Mnは、ある焼なまし温度までは異方性率は小さくなるが、さらに焼なまし温度を上げると逆に異方性率は大きくなった。一方、4.5Mg-Cと4.5Mg+0.5Feは焼なまし温度が高くなるにつれ異方性率は小さくなった。

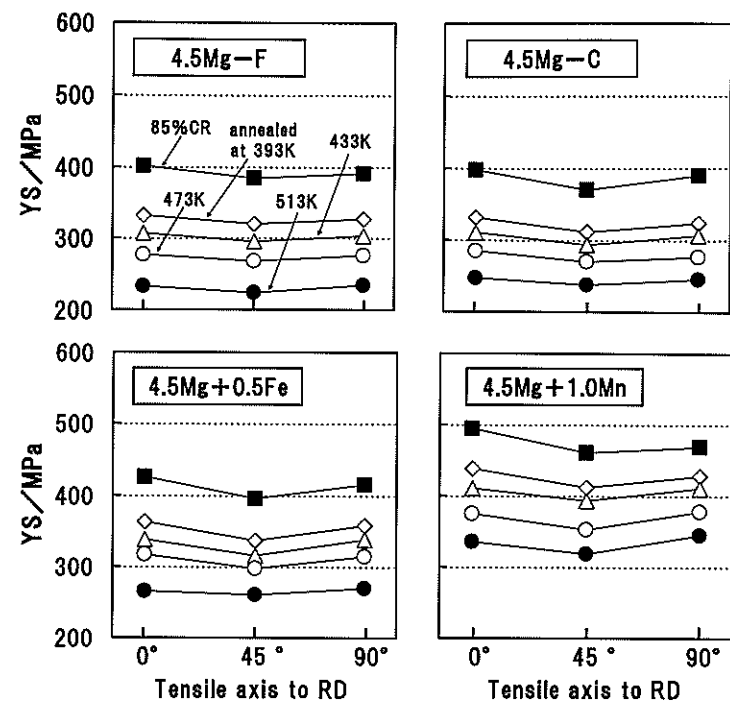


Fig.6-3 Yield stress of 85% cold rolled and recovery annealed sheets with different tensile direction.



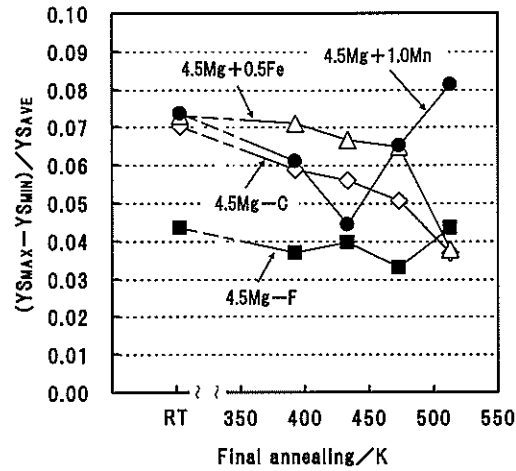


Fig.6-4 Change in anisotropy ratio by final annealing for 3.6ks at each temperature.

Fig.6-4 に示した最終焼なましによる異方性率の変化を詳しく解析するため、Fig.6-5 に 85% 冷間圧延板の最終焼なましによる降伏応力の変化を、0°と 45°方向、90°と 45°方向の差 ( $\Delta YS_{0^\circ-45^\circ}$ 、 $\Delta YS_{90^\circ-45^\circ}$ ) で整理した。焼なまし温度が高くなると  $\Delta YS_{0^\circ-45^\circ}$  は小さくなるが、逆に  $\Delta YS_{90^\circ-45^\circ}$  は大きくなった。その結果、Fig.6-4 で示したように、433~473K の温度で異方性率が最小になった。これは、4.5Mg-F、4.5Mg+1.0Mn は 3 方向の中で 0°方向の軟化量が最も大きく、45°方向がこれに次ぎ、90°方向が最も小さいことによる。一方、4.5Mg-C、4.5Mg+0.5Fe は冷間圧延板で降伏応力が最も低い 45° 方向の軟化が遅い。このような軟化挙動の違いにより、Fig.6-4 で説明したように異方性率の変化は 2 つのグループに分かれた。

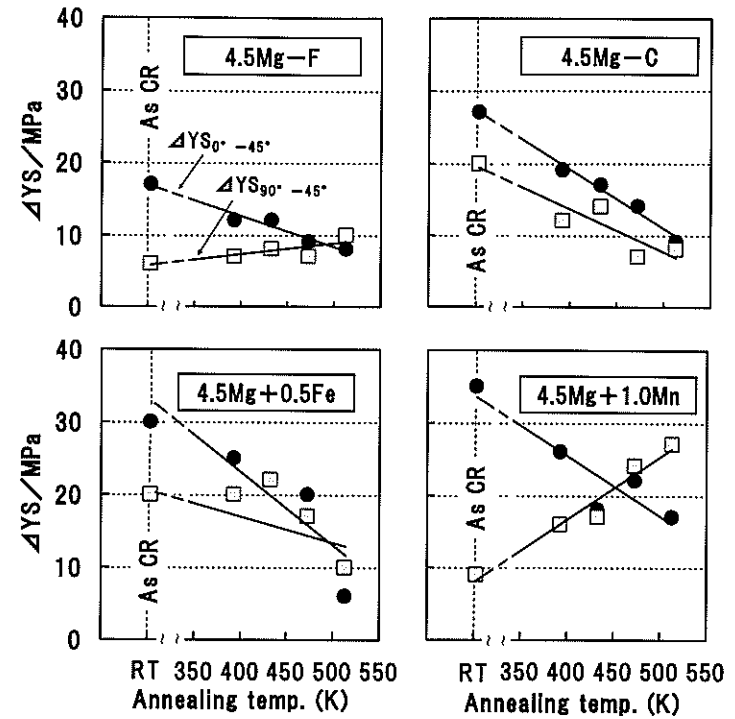


Fig.6-5 Variation in  $\Delta YS_{0^\circ-45^\circ}$  and  $\Delta YS_{90^\circ-45^\circ}$  with temperature of recovery annealing for 1h starting from 85% cold rolled states.

### 6-3-3 85%冷間圧延板と焼なまし板の TEM 組織

焼なましで異方性率の挙動に大きな差が現れた各グループの転位セル組織の特徴を検討した。伊藤ら<sup>19)</sup>は、板面法線方向(ND)と断面方向からの TEM 観察では転位セル形状が異なると報告している。本論文での TEM 組織は板面法線方向からのみ観察したものである。

Fig.6-6 に Fig.6-4 で示した  $(YS_{MAX} - YS_{MIN}) / YS_{AVE}$  に焼なまし温度の上昇とともに極小が現れた 4.5Mg+1.0Mn の 85%冷間圧延板の TEM 組織を示す。圧延方向に伸長した転位セルが特徴的である。また、これは 4.5Mg-F でも同様であった。

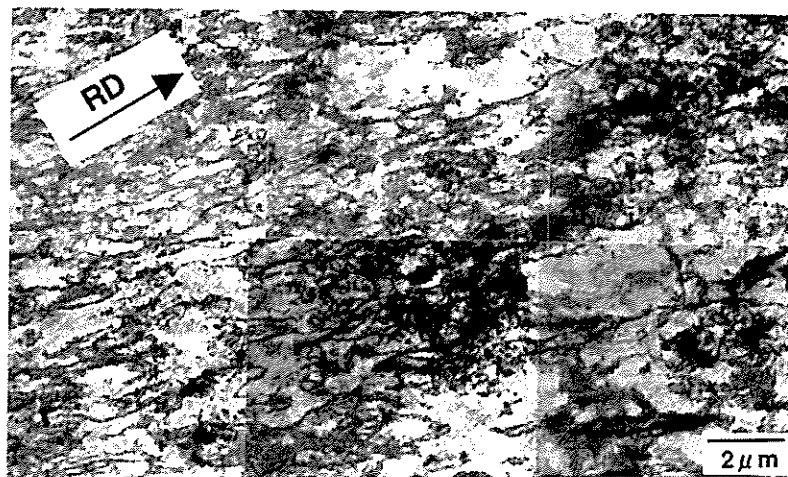


Fig.6-6 TEM micrograph of 85% cold rolled 4.5Mg+1.0Mn specimen showing dislocation cells elongated to the rolling direction.

Fig.6-7 に 513K で 3.6ks 焼なましした 4.5Mg+1.0Mn の TEM 組織を示す。Fig.6-6 で示した圧延方向に伸長した転位セルは殆ど残留しておらず、全体的に等軸なサブグレインへと組織変化している。この焼なまし処理での Mn の拡散距離  $(Dt)^{1/2}$  を Al-Mn 二元合金での Mn の  $D_0(D_0=8.7 \times 10^{-5} / m^2 s^{-1})^{20)}$  と拡散の活性化エネルギー  $-Q_0(Q_0=208 / kJ mol^{-1})^{20)}$  を使って計算すると  $1.46 \times 10^{-10} m$  となる。森井ら<sup>21)</sup>によれば、6082 合金中の Mn は平均拡散距離が 10~100nm になる温度と時間で析出を開始することを報告している。つまり、この拡散距離(0.1nm)では不足であることが明らかであり、図中の矢印で示した  $Al_6Mn$  または  $\alpha-Al(Fe, Mn)Si$  の析出物は熱間圧延前の熱処理で析出したものと考えられる。これら平均直径約  $0.1 \mu m$  の微細な析出物は、サブバウンダリーの移動を抑制する効果があり<sup>22)</sup>、軟化挙動に大きく影響する。このため、焼なましによる  $(YS_{MAX} - YS_{MIN}) / YS_{AVE}$  の変化は 4.5Mg-F よりも大きく現れたと推測される。

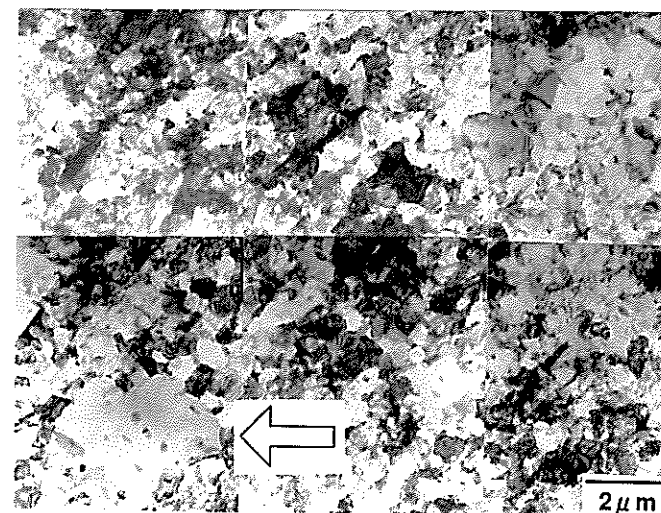


Fig.6-7 TEM micrograph of 4.5Mg+1.0Mn specimen annealed at 513K for 3.6ks showing subgrain structures. Subgrain pointed by an arrow contains fine precipitates about  $0.1 \mu m$ .

次に、Fig.6-4 で示した $(YS_{MAX} - YS_{MIN}) / YS_{AVE}$  が単調に減少した 4.5Mg+0.5Fe の TEM 組織を検討した。Fig.6-8 に 85% 冷延状態の TEM 写真を示す。Deformation Zone を形成する粒子サイズは一般的に  $1\mu\text{m}$  程度以上であると報告されている<sup>23,24)</sup>。Fig.6-8 で③と記した 2 つの Al-Fe 晶出物は約  $2\sim 4\mu\text{m}$  であり、その周囲には Deformation Zone (①) が形成されている。Deformation Zone 内の転位セルサイズは、②の領域内の転位セルサイズよりも小さい。つまり、Deformation Zone 内の方が②の領域内よりも転位線が密集しており、転位密度が高いことを示唆している。

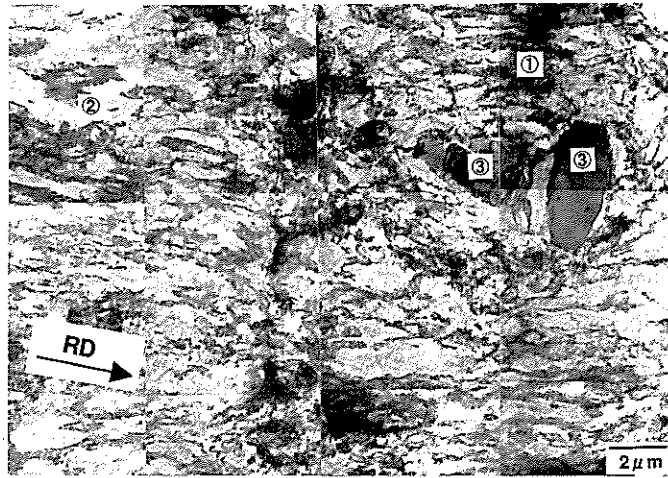


Fig.6-8 TEM micrograph showing dislocation cells developed around Al-Fe coarse particles in 85% cold rolled 4.5Mg+0.5Fe specimen.

- ① Deformation zone
- ② Dislocation cells elongated to the rolling direction
- ③ Al-Fe coarse particles

Fig.6-9 には 513K で焼なました 4.5Mg+0.5Fe の TEM 組織を示す。②の領域では冷間圧延で形成された転位セルが未だに残存しており、セル壁は厚いままである。一方、冷間圧延ままの状態では Deformation Zone であった可能性が高い Al-Fe 系粗大晶出物③の周辺領域①では、回復が進行しており転位密度は大きく低下していた。すなわち、②の領域内では Deformation Zone 内よりもサブグレイン化が遅れている。このため、冷間圧延で発達した Deformation Zone は、513K での焼なましによって引張時のすべり変形に対する障害物としての役割を果たさなくなると考えられる。

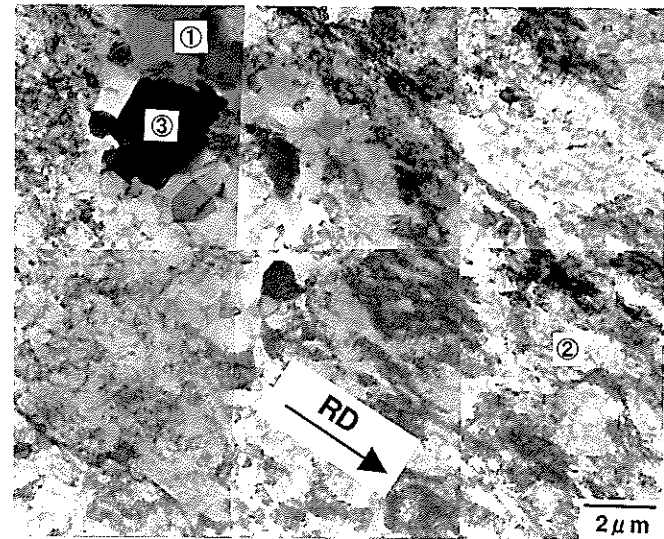


Fig.6-9 TEM micrograph of 4.5Mg+0.5Fe specimen annealed at 513K for 3.6ks.

- ① Deformation zone before annealing
- ② Dislocation cells elongated to the rolling direction
- ③ Al-Fe coarse particle

#### 6-4 結言

高純度の Al-Mg、Al-Mg-Mn、Al-Mg-Fe 合金を用いてミクロ組織と転位セルの配列異方性の関係を整理し、加工組織と回復組織を含む圧延材での降伏応力異方性を検討した。結果は以下の通りである。

- (1) ミクロ組織が主に微細結晶粒、もしくは微細結晶粒+1 $\mu$ m以下の析出物から成る 4.5Mg-F、4.5Mg+1.0Mn は冷延板の転位セル形状が規則的で、多くは圧延方向に伸長していた。一方、粗大結晶粒+せん断帯から成る 4.5Mg-C、もしくは微細結晶粒+粗大晶出物から成る 4.5Mg+0.5Fe ではせん断帯や粗大粒子周辺の Deformation Zone が圧延方向に伸びる冷延板の転位セル形状を不規則にしていた。
- (2) 冷延板を焼なますと、4.5Mg-F と 4.5Mg+1.0Mn は圧延方向に伸長した転位セルから等軸なサブグレインへと変化した。一方、転位セル形状の不規則性が大きい 4.5Mg-C と 4.5Mg+0.5Fe はせん断帯や Deformation Zone などから優先的にサブグレイン化が始まり、焼なまし前に圧延方向に伸長していた転位セルはサブグレイン化が遅れていた。
- (3) 冷延板を焼なましたときには上記の組織変化が生じたことで、各方向で軟化挙動が異なり異方性率は変化した。さらに、その異方性率の挙動は大きく2つのグループに分かれた。すなわち、4.5Mg-F、4.5Mg+1.0Mn の場合は、ある焼なまし温度までは異方性率は小さくなるが、さらに焼なまし温度を上げると逆に異方性率は大きくなった。一方、4.5Mg-C、4.5Mg+0.5Fe は焼なまし温度が高くなるにつれ異方性率は小さくなった。

以上の結果から、圧延直後の転位セルの配列異方性は結晶粒径や晶出物、析出物等と密接に関係しており、これらの組織要因は降伏応力異方性に大きな影響を及ぼす。従って、降伏応力の異方性制御には、ミクロ組織と転位セルの配列異方性の関係を考慮する必要がある。

#### 6-5 製造工程への応用

第5章と第6章の実験結果を基に、炭酸飲料用に使用される JIS5182 合金 缶蓋材の強度異方性が小さい材料の開発に取り組んだ。炭酸飲料の場合には缶に内圧がかかるため、高い耐圧強度が求められる。耐圧試験では、板面内の強度が低い方向から蓋が反り返ることが確認されていたため、強度異方性が小さい材料であれば蓋が均等に反り返ることが予想され、結果的に耐圧強度の向上に繋がると考えた。従来材と同等の強度で、且つ、強度異方性が比較的小さい材料を開発することができたが、耐圧試験ではやはり強度の低い方向で蓋が反り返り、結局、実用化には至らなかった。

#### 参考文献

- 1) 井上博史: 軽金属, 42(1992), 358.
- 2) 高橋寛: シンポジウム予稿集「材料集合組織とその工学的応用に関する技術の現状と将来展望」, (1996), 5.
- 3) N.Hansen and D.Juul Jensen: Acta Metall. Mater., 40(1992), 3265.
- 4) 佐久間尚幸, 小松原俊雄, 小松伸也: 軽金属, 52(2002), 53.
- 5) T.Sakuma, T.Komatsubara and S.Komatsu: Mater. Sci. Forum, 396-402, No.2 (2002), 1055.
- 6) J.K.Edgar: Trans. AIME., 180(1948), 225.
- 7) 西尾通卓, 那須三郎, 村上陽太郎: 日本金属学会誌, 34(1970), 1173.
- 8) V.G.Rivlin and G.V.Raynor: International Metals Reviews, No3 (1981), 133.
- 9) M.Hansen and K.Anderko: "Constitution of Binary Alloys", 2nd ed., McGraw-Hill, (1958), 94.
- 10) 馬場義雄, 木村紘, 斎藤英爾, 河合三弘: 住友軽金属技報, July, (1975), 124.
- 11) 小松伸也, 村松俊樹: 軽金属, 50(2000), 518.
- 12) David J. Lloyd, Ed. F. Butryn and Moy Ryvola: Microstruct. Sci., 10(1982), 373.
- 13) E.Koken and J.D.Embry: Scripta Met., 22(1988), 99.
- 14) 村上雄, 山本美樹夫, 神尾彰彦, 高橋恒夫: 軽金属, 40(1990), 538.
- 15) 小松伸也, 池田勝彦, 河本知広, 田畑義昭, 谷本孝弘: 軽金属, 48(1998), 335.
- 16) K.Sato and I.Izumi: BUNSEKI KAGAKU, 33(1984), 495.
- 17) H.Inagaki and Kohara: Z.Metallkde, 88(1997), 570.
- 18) 長谷川浩平, 土田裕, 久津見啓之, 三田尾真司, 藤田毅, 荒木健治, 大沢紘一, 新倉正和: 軽金属, 49(1999), 107.
- 19) 伊藤良規, 辻伸泰, 斎藤好弘, 宇都宮裕, 左海哲夫: 日本金属学会誌, 64(2000), 429.
- 20) 藤川辰一郎: 新版アルミニウム技術便覧, 軽金属協会編, カロス出版, 東京, (1996), 1275.
- 21) 小松伸也, 池田勝彦, 森井稔: 軽金属, 54(2004), 137.
- 22) F.Humphreys and M.Hartherly: Recrystallization and Related Annealing Phenomena (1996), 164.
- 23) F.J.Humphreys: Acta Met., 25(1977), 1323.
- 24) R.Sandstrom: Z.Metallkde, 71(1980), 681.

## 第7章 Al-2.5Mg、Al-2.5Mg-0.5Fe 合金 冷間圧延板と焼なまし板(H3n 材)の曲げ性と曲げ異方性

### 7-1 緒言

自動車ボディシート材に 6000 系合金 (Al-Mg-Si 系合金) が適用され始めたのを機に、産学の研究者たちは、この合金系の課題である板材の端面処理を施すヘム加工性の向上に関し、基礎的なメカニズムの解明から、優れたヘム加工性を持つ材料の実用開発に至るまで、様々な角度で取り組みを進めている。研究成果の一部として、6000 系合金のヘム加工性に関しては、①結晶粒界上に  $Mg_2Si$  と Si 相の析出物が数多く存在すると曲げ性が劣化する<sup>1,2)</sup>。②過剰 Si 量が多いほど、且つ、合金の降伏応力が高いほど曲げ性は低下する<sup>3,4)</sup>。③曲げ性はせん断帯の形成、第 2 相粒子のサイズや分布、さらには第 2 相粒子とマトリックスとの界面の延性に左右され易い<sup>5)</sup>、などの報告がある。しかし、実作業でのもの造りでは、様々な方法によって曲げ加工が施されるため、曲げの異方性が少ない材料をユーザーから求められる場合がある。従って、用途に応じた最適の性能を持つ材料を提供するには、総合的な観点から曲げ加工性の優れた材料を開発する必要がある。

本研究では、各種材料特性の異方性発生メカニズムを整理し、第 3、4 章では純アルミニウムおよび Al-Mg 合金 焼なまし材(O 材)の機械的性質の異方性、特に塑性加工性と関連が深い一様伸びを含む破断伸びの異方性を検討し、集合組織の他には引張試験中に生起する動的回復が伸びの異方性に影響を及ぼすことを報告した。また、第 5、6 章では Al-Mg 合金冷間圧延板と焼なまし板(H3n 材)の強度異方性を検討し、集合組織よりも Deformation Zone やせん断帯などの高密度な転位セルを持つ領域の配列異方性が、強度異方性に影響を及ぼすことを報告した。これまでは集合組織が各種材料特性の異方性に影響をもたらすものと考えられてきたが、集合組織に限らず種々の金属学的因子がそれぞれの材料特性の異方性に影響を及ぼすことが本研究結果で明らかになった。従って、曲げ性やその異方性についても、新たな視点でメカニズム解明に取り組むことが必要である。

例えば、アルミニウム合金は、熱処理型合金と非熱処理型合金に大きく分類され、添加元素や熱処理条件によって材料特性は大きく変化するが、熱処理型合金はこれら特性変化に加え、経時変化が起こり易い特徴があり、体系だった実験を行うことに難しさがある。一方、非熱処理型合金である 5000 系合金の冷間圧延板でも経時軟化現象は起こるが、熱処理型合金に比べ特性変化が小さい。

一般に、5000 系合金は成形性に優れる観点から、缶蓋から船体外板に至る幅広い用途に使用されており、中でも汎用性の高さでは JIS5052 合金(Mg: 2.2~2.8wt.%)や JIS5182 合金(Mg: 4.0~5.0wt.%)が挙げられる。これら合金板材は、H1n 材や H3n 材など、様々なケースに合わせて調質処理を施し曲げ加工材としても利用されている。ここで H 直後の 1 は冷間圧延まま、3 は安定化焼なまし処理を施した状態を示し、n は強度レベルを表す。

5000 系合金材の曲げ性やその異方性発生メカニズムを整理することも必要である上、5000 系合金で得られた知見を 6000 系合金自動車ボディシート材に適用することが期待できる。そのためには、幅広い視点での研究が必要であり、本章では先ず汎用性の高い JIS5052 合金の Mg 量を基準にした Al-2.5Mg、Al-2.5Mg-0.5Fe 合金の冷間圧延板と焼なまし板(H3n 材)で曲げ性と曲げの異方性について、基本的な考え方を整理することを目的とした。

### 7-2 実験方法 (第 8 章と共通の実験方法)

#### 7-2-1 試料と加工熱処理

自動車ボディシート材のヘム曲げ性に関する過去の報告<sup>1~5)</sup>や、これまでの知見などから、①合金元素、②晶出物や粒界析出物の種類、大きさ、量、配列、③結晶粒の大きさ、④集合組織、⑤強度や伸び等の機械的性質など、様々な因子が曲げ性とその異方性に影響をもたらすことが考えられる。しかし、工場規模で製造された材料はこれら諸因子が複雑に混在するため、各因子の曲げ性への影響を分離検討することが難しい。そこで、試料の化学成分と加工熱処理を最適化して実験室の DC 鋳造機と圧延、熱処理設備を使用し試料作製を行った。

また、5000 系合金の中でも、JIS5052 合金や JIS5182 合金が多く使用されている現状や、冷間圧延ままの H1n 材、安定化焼なましを施した H3n 材など、様々な用途に合わせ調質処理が施されていることを考慮して試料を作製した。詳細には、JIS5052 合金と JIS5182 合金の中心的なマグネシウム量である 2.5mass%Mg (以下 mass%を省略)と 4.5Mg を基準にした。また、H1n、H3n 材を作製する際には JIS 規格が標準とする冷間圧延率や熱処理条件なども参考にした。

Table 7-1 に各合金の化学成分を、Table 7-2 にそれぞれの試料の加工熱処理条件を示す。H12 材と H32 材① (H12→H32)は最終冷間圧延率を 20%に、H14 材、H32 材② (H14→H32)ならびに H34 材(H14→H34)は最終冷間圧延率を 40%に揃えた。25M、25MF の H32 材①と H32 材②の最終冷間圧延率は異なるが、両者とも最終の焼なまし処理で 5052 合金における JIS 規格の H32 材相当の強度に調整したので、それぞれ H32①と H32②と定義した。また、45M、45MF については 25M、25MF の熱処理条件等を基準にして試料作製を行い、各試料の名称を定義づけた。

Table7-1 Chemical composition (mass%) of alloys

Alloy	Fe	Si	Mg	Al
25M	0.08	0.02	2.50	bal.
25MF	0.49	0.03	2.51	bal.
45M	0.07	0.03	4.48	bal.
45MF	0.52	0.04	4.50	bal.

Table7-2 Thermomechanical treatments of specimens

Alloy	Specimen designation	Pre-heating	Hot rolling	Cold rolling①	ANN①	Cold rolling②	ANN②	Cold rolling③	ANN③
25M	•25M-Cube-H12 •25M-Cube-H32①	833K-18ks	70 → 4.0 mm	4.0 → 1.5 mm	513K-3.0ks	1.5 → 1.25 mm	773K-25s	1.25 → 1.0 mm	—
	4.0 → 2.0 mm			2.0 → 1.67 mm		1.67 → 1.0 mm		473K-23s 558K-63s	
	•25M-Cube-H14 •25M-Cube-H34 •25M-Cube-H32②			773K-50s	3.0 → 1.25 mm	773K-25s	1.25 → 1.0 mm	473K-23s	
	4.0 → 3.0 mm				3.0 → 1.67 mm		1.67 → 1.0 mm		473K-23s 558K-63s
	•25M-random-H12 •25M-random-H32①				673K-38s	1.5 → 1.25 mm	823K-25s	1.25 → 1.0 mm	473K-23s
	4.0 → 2.0 mm					2.0 → 1.67 mm		1.67 → 1.0 mm	
•25M-random-H14 •25M-random-H34 •25M-random-H32②	833K-18ks	70 → 4.0 mm	4.0 → 1.5 mm	553K-3.0ks	1.5 → 1.25 mm	823K-25s	1.25 → 1.0 mm	—	
4.0 → 2.0 mm			2.0 → 1.67 mm		1.67 → 1.0 mm		473K-23s 558K-63s		
•25MF-Cube-H12 •25MF-Cube-H32①			673K-38s	3.0 → 1.25 mm	823K-25s	1.25 → 1.0 mm	473K-23s		
4.0 → 2.0 mm				3.0 → 1.67 mm		1.67 → 1.0 mm		473K-23s 558K-63s	
•25MF-random-H12 •25MF-random-H32①				673K-45s	2.5 → 1.67 mm	823K-32s	1.67 → 1.0 mm	473K-23s 558K-63s	
4.0 → 2.5 mm					2.5 → 1.67 mm		1.67 → 1.0 mm		473K-23s 558K-63s
•25MF-random-H14 •25MF-random-H34 •25MF-random-H32②	803K-18ks	70 → 4.0 mm	4.0 → 1.5 mm	513K-3.0ks	1.5 → 1.25 mm	773K-25s	1.25 → 1.0 mm	—	
4.0 → 2.0 mm			2.0 → 1.67 mm		1.67 → 1.0 mm		473K-23s 558K-63s		
•45M-Cube-H12 •45M-Cube-H32①			673K-50s	3.0 → 1.25 mm	773K-25s	1.25 → 1.0 mm	473K-23s		
4.0 → 3.0 mm				3.0 → 1.67 mm		1.67 → 1.0 mm		473K-23s 558K-63s	
•45M-Cube-H14 •45M-Cube-H34 •45M-Cube-H32②				673K-38s	1.5 → 1.25 mm	823K-25s	1.25 → 1.0 mm	443K-23s	
4.0 → 2.0 mm					2.0 → 1.67 mm		1.67 → 1.0 mm		473K-23s 533K-23s
•45M-random-H12 •45M-random-H32①	553K-3.0ks	4.0 → 1.5 mm	823K-25s	1.25 → 1.0 mm	443K-23s				
4.0 → 2.0 mm		2.0 → 1.67 mm		1.67 → 1.0 mm		473K-23s 533K-23s			
•45MF-random-H12 •45MF-random-H32①	803K-18ks	70 → 4.0 mm	4.0 → 1.5 mm	553K-3.0ks	1.5 → 1.25 mm	823K-25s	1.25 → 1.0 mm	—	
4.0 → 2.0 mm			2.0 → 1.67 mm		1.67 → 1.0 mm		473K-23s 533K-23s		
•45MF-Cube-H12 •45MF-Cube-H32①			673K-38s	3.0 → 1.25 mm	773K-25s	1.25 → 1.0 mm	473K-23s		
4.0 → 3.0 mm				3.0 → 1.67 mm		1.67 → 1.0 mm		473K-23s 558K-63s	
•45MF-random-H12 •45MF-random-H32①	673K-45s	2.5 → 1.67 mm	823K-32s	1.67 → 1.0 mm	473K-23s 533K-23s				
4.0 → 2.5 mm		2.5 → 1.67 mm		1.67 → 1.0 mm		473K-23s 533K-23s			
•45MF-random-H14 •45MF-random-H34 •45MF-random-H32②	803K-18ks	70 → 4.0 mm	4.0 → 1.5 mm	513K-3.0ks	1.5 → 1.25 mm	773K-25s	1.25 → 1.0 mm	—	
4.0 → 2.0 mm			2.0 → 1.67 mm		1.67 → 1.0 mm		473K-23s 558K-63s		
•45M-Cube-H12 •45M-Cube-H32①			673K-50s	3.0 → 1.25 mm	773K-25s	1.25 → 1.0 mm	473K-23s		
4.0 → 3.0 mm				3.0 → 1.67 mm		1.67 → 1.0 mm		473K-23s 558K-63s	
•45M-Cube-H14 •45M-Cube-H34 •45M-Cube-H32②				673K-38s	1.5 → 1.25 mm	823K-25s	1.25 → 1.0 mm	443K-23s	
4.0 → 2.0 mm					2.0 → 1.67 mm		1.67 → 1.0 mm		473K-23s 533K-23s
•45M-random-H12 •45M-random-H32①	553K-3.0ks	4.0 → 1.5 mm	823K-25s	1.25 → 1.0 mm	443K-23s				
4.0 → 2.0 mm		2.0 → 1.67 mm		1.67 → 1.0 mm		473K-23s 533K-23s			

熱処理時間ごとにANN①、②、③で使用する焼なまし炉を使い分けた。熱処理時間 60s 未満の場合には、オイルバス、若しくは塩浴炉を使用し、それ以上の熱処理時間を要する際には大気中で熱処理するバッチ式の炉を使用した。最終焼なまし板で Cube 方位を発達させるには、特殊な加工熱処理が必要であり、ここでは Hibino らが報告<sup>9)</sup>した実験方法を参考にした。つまり、ANN①で部分再結晶状態になるよう組織制御し、次に Cold rolling②では軽圧下圧延を施し、ANN②で再結晶焼なまし処理を行った。

一方、比較的ランダムな集合組織に仕上げるためには、ANN①と ANN②で再結晶焼なまし処理を行った。つまり、再結晶組織になる回数は、Cube 方位を発達させる場合より 1 回多いことになる。このような方法で作製した試料の特徴を、Table7-3 に要約した。Table 中に○が記載されている項目については、7-2-2 で説明する方法で曲げ性を調査し、さらにその異方性を検討した。45MF については、第 6 章で述べたように Mg 量が多いためと、Fe 添加によって晶出物が多く生成したことで、圧延中にせん断帯や Deformation Zone が発達したと考えられる。そのため、再結晶焼なまし過程では Cube 方位粒の成長が抑制され、Cube 方位の発達した試料を作製できなかった。従って、この合金に限り集合組織だけの影響を純粋に評価できない。

Table7-3 Characteristics in several specimens

Alloy	Coarse particle		Texture		Temper				
	many	few	Cube	random	H12	H32①	H14	H34	H32②
25M	—	○	○	○	○	○	○	○	○
25MF	○	—	○	○	○	○	○	○	○
45M	—	○	○	○	○	○	○	○	○
45MF	○	—	—	○	○	○	○	○	○

7-2-2 曲げ試験と引張試験

曲げ試験用と引張試験用の試料は、Fig.7-1 に示す方法で冷間圧延板と最終焼なまし板から圧延方向に対し 0、45、90° 方向に切り出した。曲げ試験片①は Fig.7-2 に示す通り、先ず②、③の突き曲げを行い、その後、9.8kN の荷重を荷重しながら④、⑤の密着曲げを行った。なお、繰返し数は 2 で試験し、密着曲げが優れている方を本結果に採用した。評価基準となる曲げ試料の表面概観を Fig.7-3 に示すが、ランク 1 は微小割れと肌荒れが観察できないレベル、ランク 2 は微小割れは観察できないが肌荒れがやや目立つレベル、ランク 3 はカラーチェック(浸透探傷法)で割れを観察できるレベル、ランク 4 は目視で割れを確認できるレベル、ランク 5 は板幅方向に割れが貫通するレベル、ランク 6 は板厚を貫通した割れ、という様に 6 段階に分類した。つまり、ここでは評点が低いほど、曲げ性が良好である。

また、引張試験については JIS5 号試験片を用い、何れの方向も初期ひずみ速度  $1.67 \times 10^{-3} \text{s}^{-1}$  で室温にて繰り返し数 3 で試験し、その平均値を採用した。

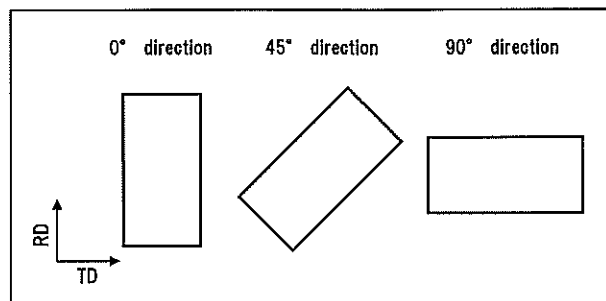


Fig.7-1 Cutting method of tensile and bending specimens from final sheet.

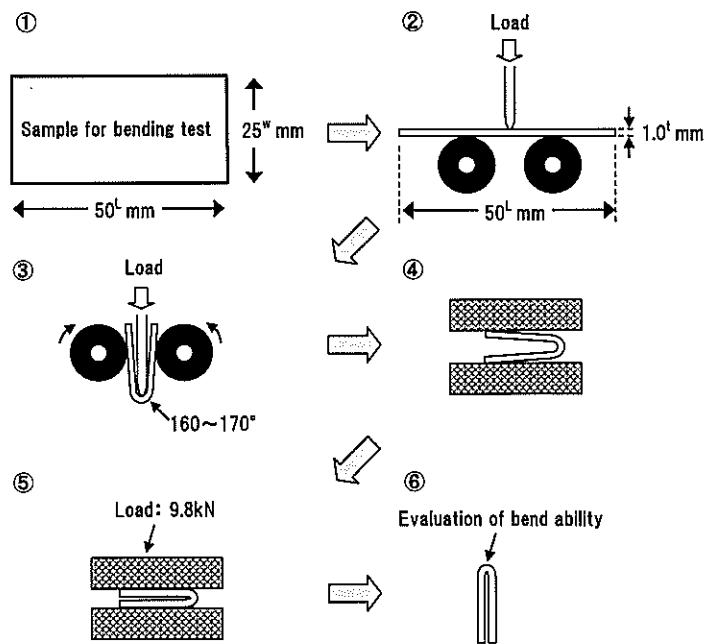


Fig.7-2 Schematic illustration of bending test.

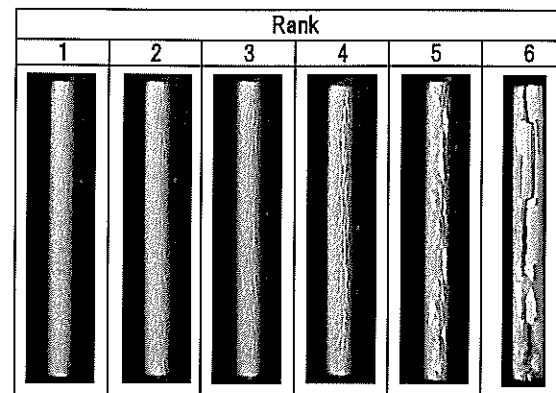


Fig.7-3 Sample for evaluation of bending performance.

### 7-2-3 集合組織測定

5-4-3 節でも述べた通り、低温焼なましではマクロ的な集合組織は冷間圧延状態から殆ど変化しないことが明らかになっている。つまり、本章の実験も比較的低温の焼なまし処理を行っていることから、H1n材とH3n材の集合組織はマクロ的に殆ど同じであると判断できる。従って、両者を代表し H1n 材の集合組織をX線回折にて測定した。測定場所は、曲げ加工の際に最も過酷な変形を受ける板厚表層部とした。[100]、[110]、[111]の不完全極点図( $\alpha=15 \sim 90^\circ$ )を測定し、級数展開法にて展開次数 22 次まで計算し方位分布関数 (ODF) を作成した。

### 7-2-4 耳率測定

ウエスターントレーディング社製のコルトハウス深絞り試験機を使い、ブランク径 62mm  $\phi$ 、ポンチ径 32mm  $\phi$  (絞り比: 1.94)、25M、25MF のしわ押え圧力は 2.94kN、45M、45MF は 3.92kN で絞り成形を行い、絞りカップ上に現れる耳を(7-1)式の方法で算出した。また、耳の方向を便宜的に区別するため、0/90° 方向の耳が優先する場合には「-」表示とし、45° 方向の場合には「+」表示とした。

$$(\text{平均山高さ} - \text{平均谷高さ}) / \text{平均谷高さ} \dots (7-1)$$

### 7-2-5 組織観察

再結晶粒組織は、偏光顕微鏡を使用して最終冷間圧延前の ANN②の処理後に圧延方向断面 (ND-RD 断面) を観察した。なお、再結晶粒径は ND-RD 断面で撮影した組織写真を利用し、引張軸に対して 45° の方向に直線を描き切断法にて求めた。また、曲げ断面の組織状態を観察す

るため、393Kの大気炉中で605ksの熱処理を行った後、298Kの10% $H_2PO_4$ 水浴中に1.8ks、試料を浸漬して $\beta'$ 相などのAl-Mg系析出相をせん断帯上に優先析出<sup>7,8)</sup>させ、第6章のFig.6-2と同様の方法で観察した。

晶出物の分布は、走査型電子顕微鏡(SEM)を使用して最終冷間圧延板のND-RD断面で観察した。画像解析処理装置、ルーゼックスを使用し、最大径 $1\mu m$ 以上のAl-Fe(-Si)系の晶出物と $Mg_2Si$ 晶出物の面積率を測定した。

### 7-3 実験結果と考察

#### 7-3-1 焼なまし板と冷間圧延板の顕微鏡組織

Fig.7-4、5に25Mと25MFのANN<sup>②</sup>、およびcold rolling<sup>③</sup>の加工熱処理後の結晶粒組織を示す。集合組織や材料強度にそれぞれ特徴を持たせるため、熱間圧延以降の工程を試料ごとに大きく変えた。しかし、各alloy内ではANN<sup>②</sup>後の結晶粒サイズは何れも同等で、25Mの平均結晶粒径は $41\sim 45\mu m$ 、25MFは $30\sim 35\mu m$ だった。

一方、25Mと25MFで平均結晶粒径が約 $10\mu m$ 異なるのは、加工熱処理履歴の違いも影響している可能性は否定できないが、主にはFe添加量の影響と考えられる。すなわち、Fe添加量が多いと、凝固時に晶出する晶出物の数が増える上、そのサイズも大きくなる。粗大な晶出物が増えれば、熱間・冷間圧延中に発達するDeformation Zoneも多くなるため、その後の再結晶焼なましでは再結晶核が増えて結晶粒は微細化され易い。そのため、Feを0.49%添加した25MFの方が、結晶粒が小さくなるものと考えられる。

Fig.7-6に25Mと25MFのcold rolling<sup>③</sup>後の晶出物分布を示す。また、下欄には最大径 $1\mu m$ 以上の晶出物の面積率( $A_{c_0}$ )も記載した。写真上で白く見える金属間化合物はAl-Fe(-Si)系の晶出物であり、最大径 $2\mu m$ 程度の晶出物が多くを占めていた。さらに、各試料の晶出物の占める割合を比較すると、25Mは0.13%、25MFは1.95%であり、25MFは25Mより15倍多く晶出物が存在していた。また、25MFの場合は晶出物の生成量が多いため、このSEM写真からでは判別し難いが、Fig.7-5では熱間圧延と冷間圧延によって、それぞれの晶出物は細かく砕かれ、圧延方向に連なって分布していた。

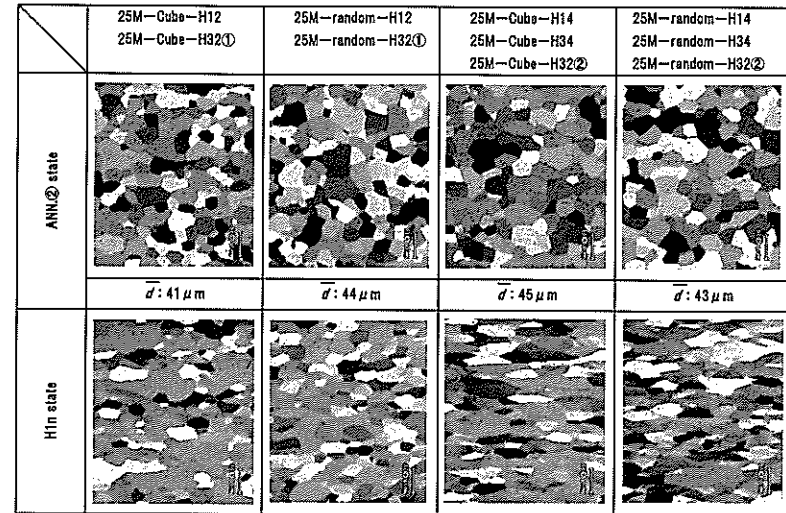


Fig.7-4 Grain structure after annealing<sup>②</sup> and cold rolling<sup>③</sup> in 25M specimens.

Mean grain size ( $\bar{d}$ ) after annealing<sup>②</sup> is shown in columns under micrographs.

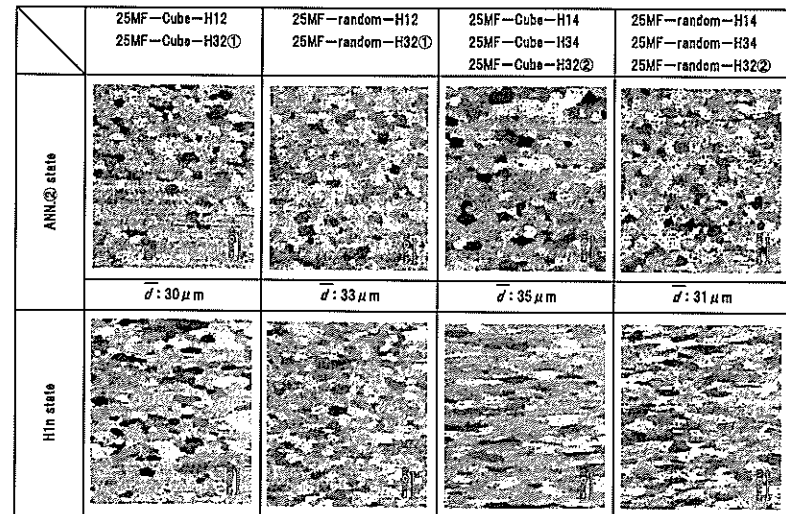
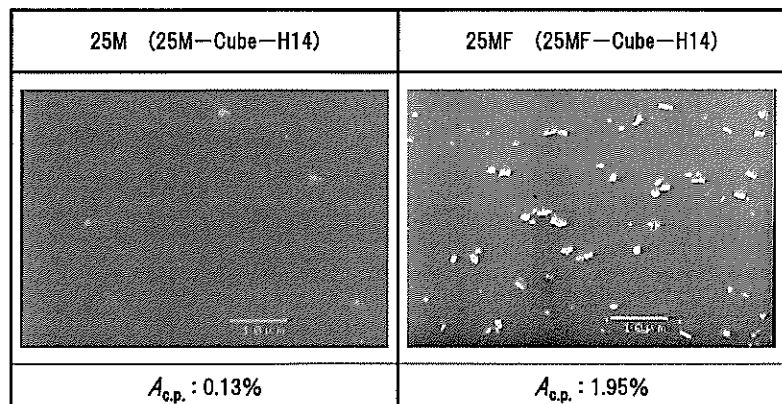


Fig.7-5 Grain structure after annealing<sup>②</sup> and cold rolling<sup>③</sup> in 25MF specimens.

Mean grain size ( $\bar{d}$ ) after annealing<sup>②</sup> is shown in columns under micrographs.





→  
RD

Fig.7-6 Distribution of coarse particles in longitudinal (ND-RD) section of 25M, 25MF sheets after final annealing.

### 7-3-2 最終冷間圧延板の耳率と集合組織

Fig.7-7に25Mと25MFのcold rolling<sup>③</sup>後の耳率の測定結果を示す。第5章で述べたように、再結晶が生じない回復焼なまし処理では、冷間圧延ままの状態と焼なまし後の状態で集合組織は殆ど変化しない。集合組織との相関が強い耳率に関しても同様であると考えられるため、ここではH1n材の測定結果のみ記載した。なお、耳率が「-」表示の場合は、圧延方向に対し0/90°方向に、いわゆる耳と呼ばれる山が絞りカッパ上に出現する。これは、Cube方位とGoss方位を含むRD Rotated Cube方位の存在が影響し、耳率が負の大きな数値を示す程、すなわち0/90°耳が顕著である程、これら方位が発達しているとされている。一方、耳率が「+」表示の場合は、圧延方向に対し45°方向に耳が現れ、圧延集合組織であるS、Cu、Brass方位の発達が主に起因する。従って、耳率が0%の場合には完全にランダムな集合組織であると解釈できる。再結晶焼なまし材(0材)で45°方向に耳が出現する場合もあるが、これはその前工程である圧延過程で発達した圧延集合組織が、焼なまし処理で残存したものと理解できる。

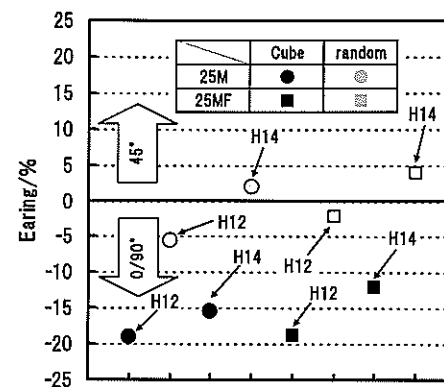
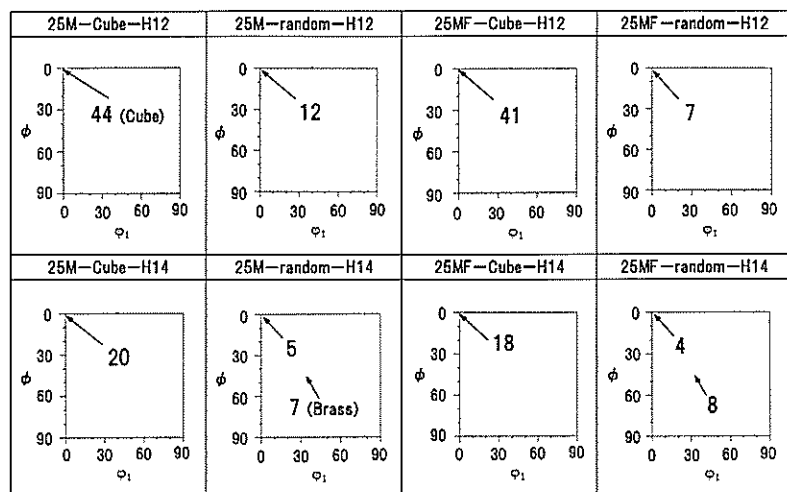


Fig.7-7 Earing of 25M, 25MF specimens after H1n temper before final annealing.

各試料の耳率を比較すると、Cube方位を発達させた試料は約-12~-19%と0/90°耳率が高かったが、比較的ランダムな集合組織になるよう制御した試料は約-6~4%に低下した。また、25Mと25MFに共通していることは、H14材よりH12材の方が0/90°方向の耳が高い傾向にある。0/90°方向の耳に寄与するCube方位は再結晶集合組織の代表的な結晶方位であり、再結晶過程を経たときに発達する。つまり、Cube方位は圧延などの加工を受けると変化しやすい。そのため、ANN<sup>②</sup>の熱処理完了後にCube方位を発達させても、その後の冷間圧延で転位組織のセル化が進行するためCube方位は徐々に消滅する。従って、最終冷間圧延率の少ないH12材の方がANN<sup>②</sup>でのCube方位が多く残留し、耳率が高くなるものと考えられる。

Fig.7-8に25Mと25MFのcold rolling<sup>③</sup>後のODFの測定結果を示す。25M-Cube-H12で最もCube方位が発達しており、ランダム強度の44倍であった。また、Cube方位の多くは圧延方向廻りに回転する傾向が認められた。一方、25MF-random-H14には、Cube方位は殆ど見られず、圧延集合組織であるBrass方位が主な方位であった。再結晶状態で圧延集合組織が残留するメカニズムは明らかになっていないが、圧延集合組織で構成されるセルブロックの一部が回復過程で生き残り、そのまま再結晶粒へと成長したものと推測している。



Levels: 3, 6, 9, 12, 15, 20, 30, 40

Fig.7-8 Orientation distribution functions of  $\varphi_2=0^\circ$  section of H1n temper in 25M, 25MF specimens.

### 7-3-3 最終板の機械的性質

Table 7-4 に Fe を添加していない 25M と Fe を添加した 25MF の H1n, H3n 材の 0、45、90° 方向の機械的性質を示し、Fig.7-9 a、b) に同試料の Cube 方位密度と 0° 方向の引張強さ(TS)、降伏応力(YS)の関係を示す。引張強さ、降伏応力、さらには破断伸び(EL)に異方性が認められた。中でも、引張強さと降伏応力は調質条件に係わらず、45° 方向の強度が低く、0° 方向の強度が高い。さらに、この傾向は集合組織を大きく変えても同じであった。

また、Fig.7-9 a、b) で明らかなように、同じ調質条件でそれぞれの強度を比較した場合には、random シリーズ材の方が Cube シリーズ材より引張強さ、降伏応力とも約 5~15MPa 高い。この要因としては、I) 最終冷間圧延前の結晶粒の大きさ、II) 溶質 Mg 量の違い、III) Cube 方位密度の差、などが影響している可能性が考えられるため、これら要因の中で、この強度差に影響を及ぼす因子を以下に検討した。

#### I) 最終冷間圧延前の結晶粒の大きさの影響

Fig.7-4、5 でも述べたように、最終冷間圧延(cold rolling③)前の平均粒径は、25M で 41~45  $\mu\text{m}$ 、25MF で 30~35  $\mu\text{m}$  であり、alloy ごとで比較すればほぼ同じである。従って、強度も同等

になることが予想されるが、これに反した結果が得られていることから、最終冷間圧延前の結晶粒の大きさは、この強度差に影響を及ぼす可能性は小さいものと考えられる。

#### II) 溶質 Mg 量の影響

Cube シリーズ材は ANN①をバッチ炉で行い、部分再結晶状態になるよう 513K-3.6ks の熱処理を施した。一方、random シリーズ材は Cube 方位の発達を抑えるために、塩浴炉で 673K-38~50s の再結晶焼なまし処理を施した。Table1-1 で述べたように 25M の Mg の完全固溶温度は 471.1K である。Cube シリーズ材の場合にはこの温度以下で部分再結晶処理を行っているが、Mg の拡散距離(Dt)<sup>1/2</sup>を Al-Mg 二元合金での Mg の拡散の前指数項  $D_0(D_0=1.24 \times 10^{-4} / \text{m}^2 \text{ s}^{-1})$ <sup>9)</sup>と活性化エネルギー  $Q_0(Q_0=130 / \text{kJ mol}^{-1})$ <sup>9)</sup>を使って計算すると  $1.67 \times 10^{-7} \text{m}$  となる。この拡散距離は析出可能距離であると判断されるが、2.5%程度の Mg 量であれば  $\text{Al}_3\text{Mg}_2$  (もしくは  $\text{Al}_6\text{Mg}_5$ ) に近い組成の  $\beta'$  の遷移析出相は析出しにくいことが報告されている<sup>10)</sup>。従って、溶質 Mg 量に大きな差は現れないものと考えられる。

また、以下に述べることは非熱処理型合金に共通しているが、冷間圧延した Al-Mg 合金板の強度は、粒界硬化、固溶体硬化、加工硬化から成り立っており<sup>11)</sup>、これら因子がほぼ同じであれば強度も同等になることが予想される。製造工程の履歴や組織写真などから考慮すれば、何れの試料もこれら因子はほぼ同等と考えられるため、引張強さと降伏応力に約 5~15MPa の強度差を生じさせる要因は溶質 Mg 量の影響とは考え難い。

#### III) Cube 方位密度の影響

第 3 章でも述べたように、集合組織と転位組織には密接な関係がある。また、Cube 方位粒は他方位粒に比べ圧延変形によるひずみの蓄積、または転位密度の増加、が少ないことが報告<sup>12)</sup>されている。つまり、集合組織は、ひずみを蓄積し易い結晶方位と蓄積し難い結晶方位に分類される。本実験では各試料の転位密度は測定していないが、第 4 章の Al-Mg 合金焼なまし材での結果と過去の報告<sup>12)</sup>を合わせて考慮すると、Cube 方位を発達させた場合には比較的ランダムな集合組織で構成される試料より、冷間圧延によるひずみの蓄積、すなわち加工硬化が少ないことが予想される。つまり、冷間圧延による転位密度の増加が少ないために強度が低くなることが考えられる。従って、Cube 方位密度の差が、引張強さ(TS)、降伏応力(YS)に影響した可能性が考えられる。

Table7-4 Mechanical properties of Al-2.5%Mg specimens in various states

Alloy	Specimen designation	TS/MPa			YS/MPa			EL/%		
		0° to RD	45° to RD	90° to RD	0° to RD	45° to RD	90° to RD	0° to RD	45° to RD	90° to RD
25M	25M-Cube-H12	209	199	209	185	181	184	6.4	4.8	8.0
	25M-Cube-H32①	198	186	196	148	144	147	12.1	14.4	14.9
	25M-Cube-H14	237	238	248	225	219	220	3.7	2.9	4.2
	25M-Cube-H34	220	219	224	181	177	177	8.7	9.3	9.9
	25M-Cube-H32②	213	205	210	152	148	151	12.6	14.3	17.4
	25M-random-H12	215	213	218	186	180	181	7.7	6.0	6.6
	25M-random-H32①	205	189	203	157	153	154	11.5	14.6	13.3
	25M-random-H14	241	244	254	229	225	229	3.6	3.2	4.0
	25M-random-H34	226	228	234	189	183	189	8.1	8.3	8.7
	25M-random-H32②	216	210	213	158	153	155	10.9	13.6	14.4
25MF	25MF-Cube-H12	231	222	235	204	192	195	6.5	4.7	7.8
	25MF-Cube-H32①	222	217	227	177	170	174	8.9	10.8	11.0
	25MF-Cube-H14	255	257	264	234	228	228	4.8	4.8	6.0
	25MF-Cube-H34	243	243	250	205	200	202	7.6	8.8	9.3
	25MF-Cube-H32②	239	232	239	184	178	183	10.9	11.7	11.9
	25MF-random-H12	239	235	238	213	201	202	7.4	6.7	7.0
	25MF-random-H32①	233	227	232	188	178	179	9.9	10.2	9.7
	25MF-random-H14	285	286	273	249	235	240	4.4	4.7	4.4
	25MF-random-H34	255	264	260	218	211	212	7.2	7.9	8.4
	25MF-random-H32②	245	240	247	194	192	193	10.0	10.9	11.0

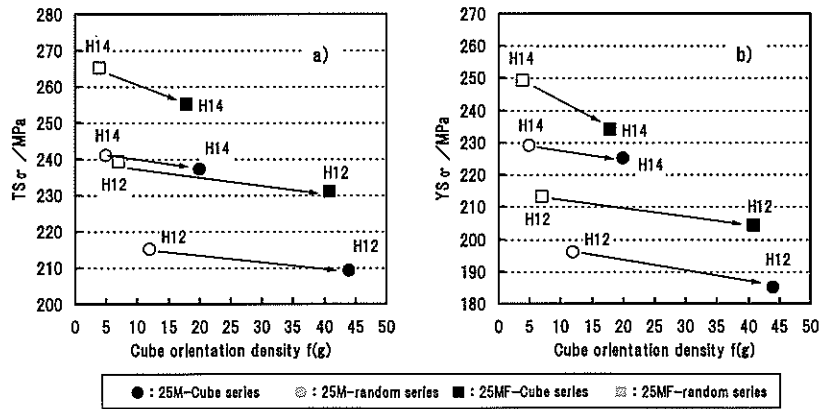


Fig.7-9 Relation between cube orientation density and a) TS, b) YS of 0° to RD in Al-2.5%Mg specimens.

7-3-4 最終板の曲げ性と曲げ方向依存性

7-3-4-1 晶出物の影響

Fig.7-10に25M, 25MF-random-H14材の0, 45, 90°方向における降伏応力(YS)と曲げ性の関係を、Fig.7-11に同試料の曲げ試験片の外観を示す。両者に共通していることは、3方向の中で90°方向の曲げ性が優れていることに加え、他の方向に比べ0°方向の曲げ性が劣ることである。Fig.7-8に示したように、25MFの晶出物の面積率は1.95%で、Feを添加していない25Mに比べ15倍も多い。さらに、熱間・冷間圧延の影響を受け、晶出物は圧延方向に連なって分布している。そのため、この晶出物の量や配列の影響が曲げ性とその異方性に影響を及ぼせば、晶出物の分布方向0°と曲げ試験による割れの伝播方向が同じ90°方向の曲げ性に影響が現れるものと考えられる。つまり、3方向の中では90°方向の曲げ性が最も劣るものと考えられる。しかし、90°方向の曲げ性はFeの添加に係わらず両者同程度で、且つ、3方向の中では90°方向の曲げ性が最も優れていた。従って、曲げ性と曲げ異方性に及ぼす晶出物の影響は小さいものと考えられる。

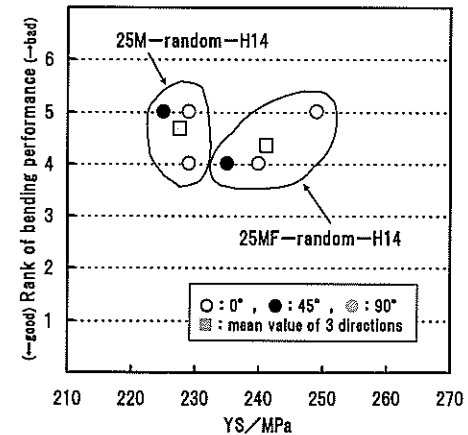


Fig.7-10 Relation between YS and rank of bending performance in 25M, 25MF-random-H14 specimens.

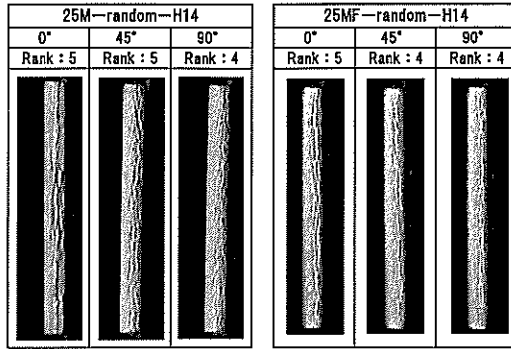


Fig.7-11 Appearance of bended samples in 25M, 25MF-random-H14 specimens.

#### 7-3-4-2 集合組織の影響

Fig.7-12 に 25M-Cube, random-H12, H14 材の 0、45、90° 方向における降伏応力(YS)と曲げ性の関係を、Fig.7-13 に同試料の曲げ試験片の外観を示す。全体的には強度と曲げ性には一定の相関があり、高強度の H14 材より強度の低い H12 材の方が曲げ性は優れている。さらに詳しく比較すると、H12、H14 材に係わらず Cube 方位が発達している試料の方が曲げ性は優れている。

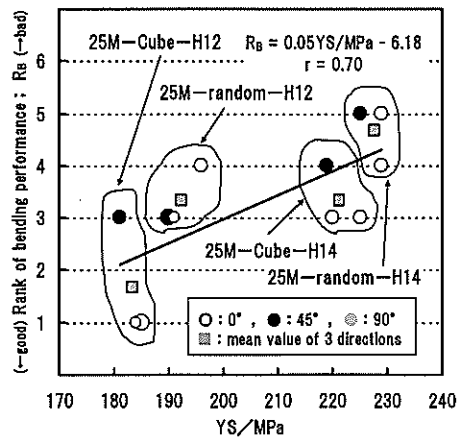


Fig.7-12 Relation between YS and rank of bending performance in 25M-Cube, random-H12, H14 specimens.

また、Cube 方位が発達している 25M-Cube-H14 と比較的ランダムな集合組織で構成される 25M-random-H12 の曲げ性を比較すると、25M-Cube-H14 の方が高強度にも係わらず両者の平均曲げランクは同程度であった。つまり、集合組織は曲げ性に影響を及ぼすものと理解することができる。そのため、集合組織の特徴が大きく異なる試料では、曲げ性と強度の関係を比較することはできない。

集合組織を大きく変えた影響と考えられる現象が曲げの異方性にも出現した。すなわち、Cube 方位を発達させた試料では、0、90° 方向の曲げ性は同等で、且つ、45° 方向より優れている。一方、比較的ランダムな集合組織で構成されている試料の場合には、3 方向の中で 90° 方向の曲げ性が優れていた。

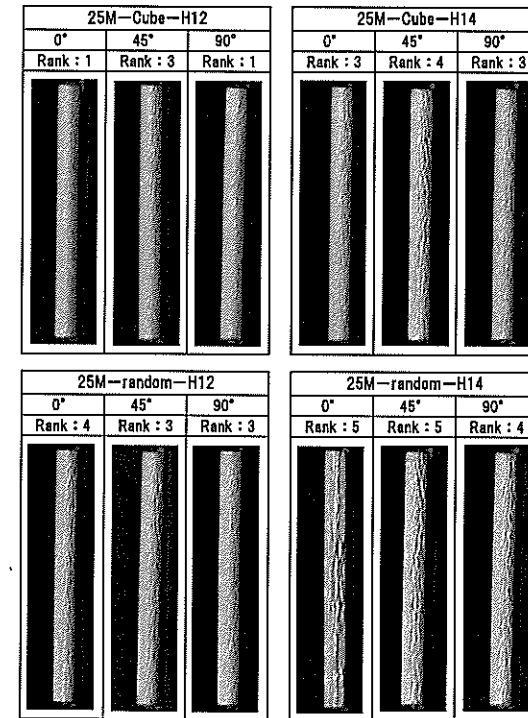


Fig.7-13 Appearance of bended samples in 25M-Cube, random-H12, H14 specimens.

Fig.7-14に25M-Cube-H12と25M-random-H14の0°方向の曲げ断面ミクロ組織を示す。曲げ外側部は引張応力を受け変形しているため、曲げ外側部の結晶粒はFig.7-4で示したH12、H14材の結晶粒より伸長している。また、25M-random-H14は、矢印で示したように曲げ変形時に発生する引張応力に耐え切れず割れが生じていた。割れ近傍部のミクロ組織を詳しく観察すると、せん断帯<sup>5,13)</sup>の発達が認められた。一方、割れが観察されない25M-Cube-H12には、せん断帯の発達は認められない。詳細は次章で議論するが、せん断帯が発達すると、せん断帯の集中している領域から亀裂が発生し、それが割れへと成長するため曲げ性が低下する可能性がある。しかし、Cube方位を発達させた場合には、せん断帯が発達し難くなるため、結果的に曲げ性は低下しないものと考えられる。

一方、曲げ内側部の結晶粒についても同様の現象が認められ、両試料とも加工前の結晶粒より伸びていた。しかし、曲げ内側部は引張応力ではなく、圧縮応力を受けて変形する<sup>14)</sup>ため、曲げ外側部のような亀裂の進展は認められない。また、曲げ外側部で生じる引張応力と曲げ内側部で生じる圧縮応力が釣り合う中立面は、板厚中央部付近に存在しており、この付近では結晶粒の伸張は認められない。

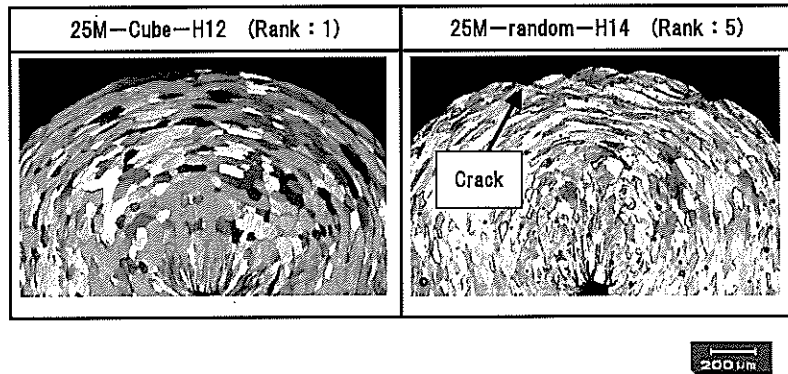


Fig.7-14 Grain structure of bended specimens in 0° direction section.

#### 7-3-4-3 調質処理の影響 I (H12→H32①, H14→H34)

Fig.7-15に25M-randomのH12、H32①、H14、H34材の0、45、90°方向における降伏応力(YS)と曲げ性の関係を、Fig.7-16に同試料の曲げ試験片の外観を示す。なお、ここで述べるH32①材とH34材とは、H12、H14材を最終焼なましでJIS5052合金のH32、H34材相当の強度に調

整した材料である。冷間圧延ままのH1n材より、それを焼なまししたH3n材の方が平均で約0.5ランクほど曲げ性が良好であることから、焼なまし処理は曲げ性改善に効果的であると云える。しかし、焼なまし処理を施していないH12材と焼なまし処理を施したH34材の降伏応力はほぼ同等であるが、何れの曲げ方向もH34材の方が劣っていた。つまり、焼なましの有無に係わらず、最終冷間圧延率が少ない方が曲げ性は優れていると云える。一方、曲げの異方性はH1n材とH3n材で同じであり、3方向の中では90°方向の曲げ性が良好で、0°方向の曲げ性が劣っている。すなわち、焼なまし処理は曲げの異方性に影響を及ぼさない。

焼なまし処理を施した場合には強度が低下することに加え、試料の加工硬化性も変化する。そのため、降伏応力(YS)と曲げ性との関係の他に、別の視点からの検討も必要であると考え、Fig.7-17に同試料の0、45、90°方向におけるTS-YSと曲げ性の関係を整理した。このTS-YSとは引張変形時の最大加工硬化量であり、材料の加工硬化能を表す簡便な指標である。この値が大きいほど加工硬化能が大きく、逆にこの値が小さければ加工硬化能は小さいことになる。冷間圧延ままのH12、H14材より焼なましを施したH32①、H34材の方がTS-YSが大きく、TS-YSが大きいほど曲げ性は良好である。つまり、Fig.7-15と合わせて考慮すると、降伏応力(YS)が低く、TS-YSの大きい材料の方が曲げ性が良好であると云える。

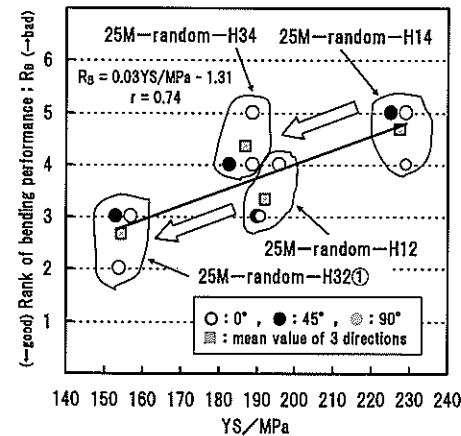


Fig.7-15 Relation between YS and rank of bending performance in 25M-random-H12, H32①, H14, H34 specimens.

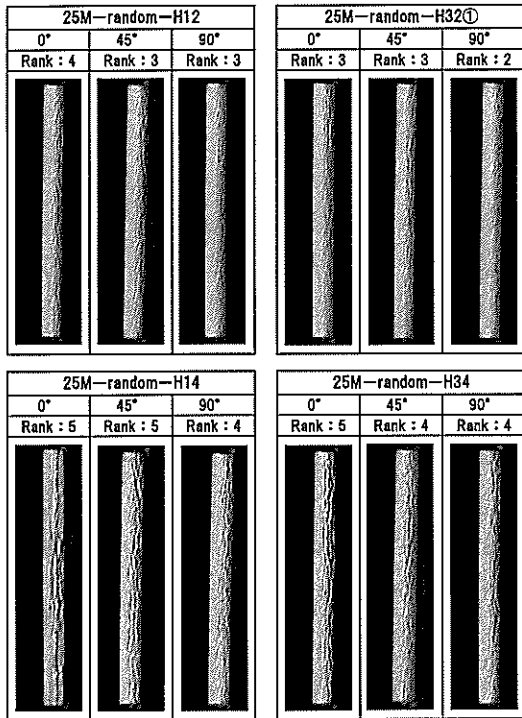


Fig.7-16 Appearance of bended samples in 25M-random-H12, H32①, H14, H34 specimens.

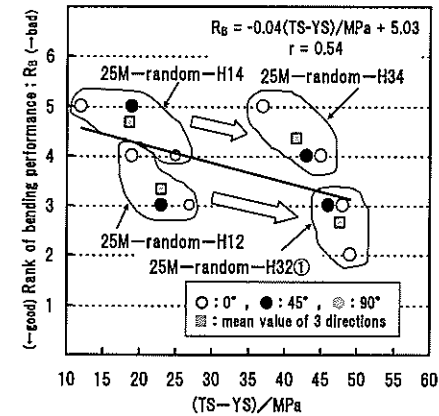


Fig.7-17 Relation between TS-YS and rank of bending performance in 25M-random-H12, H32①, H14, H34 specimens.

#### 7-3-4-4 調質処理の影響Ⅱ (H12→H32①, H14→H32②)

Fig.7-18 に 25M-random の H12, H32①, H14, H32②材の 0, 45, 90° 方向における降伏応力(YS)と曲げ性の関係を、Fig.7-19 に同試料の曲げ試験片の外観を示す。ここに示す H32①材と H32②材とは、H12, H14 材を焼なまし処理で JIS5052 合金の H32 材相当の強度に調整した材料である。なお、比較のために Fig.7-15 の 25M-random-H34 の結果も載せた。

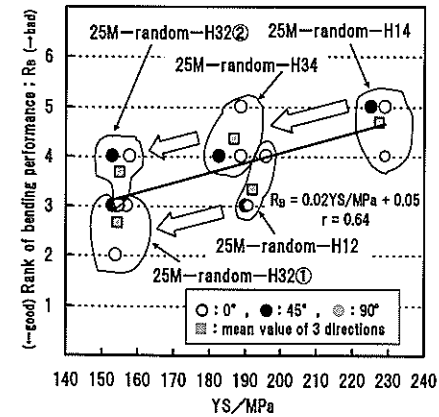


Fig.7-18 Relation between YS and rank of bending performance in 25M-random-H12, H32①, H14, H32②, H34 specimens.

焼なまし処理で H14 材を H32 材相当の強度になるよう調整すれば 3 方向とも曲げ性は改善され、平均曲げランクは約 1 ランク向上する。さらに、その曲げ性の改善効果は H14 材を H34 材に調質処理した場合より大きい。

一方、25M-random-H32①と 25M-random-H32②は同等の降伏応力(YS)にも係わらず、最終冷間圧延率が少ない 25M-random-H32①の方が曲げ性は優れている。Fig.7-15 に示した通り、冷間圧延率の異なる H1n 材を焼きなまし処理で同等の強度に揃えても、最終焼なまし前の冷間圧延率が少ない方が曲げ性は優れている。また、曲げの異方性については、これまでの結果と同様で、焼なまし処理では異方性は変化しないことが確認された。

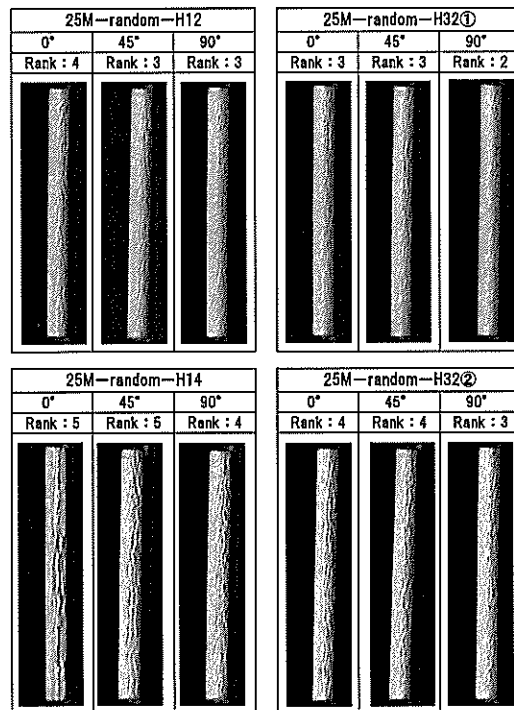


Fig.7-19 Appearance of bended samples in 25M-random-H12, H32①, H14, H32② specimens.

#### 7-4 結言

Al-2.5Mg, Al-2.5Mg-0.5Fe 合金 冷間圧延板と焼なまし板の曲げ性とその異方性を検討した結果、以下の結論を得た。

- ① 集合組織が比較的ランダムな試料を用いて、曲げ性に対する晶出物の影響を調査したところ、有意な影響は確認されなかった。
- ② Cube 方位の発達している試料と比較的ランダムな集合組織で構成される試料の曲げ性を比較したところ、Cube 方位が発達している方が曲げ性は優れていた。Cube 方位が発達すると、応力集中源となるせん断帯の発達が抑制されるため、曲げ性向上に繋がるものと考えられる。また、曲げの異方性は集合組織の特徴ごとに大きく異なり、Cube 方位が発達する場合には 0、90° 方向の曲げ性は良好であるが、比較的ランダムな集合組織の場合には 0° 方向の曲げ性は低下する。
- ③ 降伏応力(YS)と曲げ性、TS-YS と曲げ性には一定の相関があることが明らかになった。すなわち、降伏応力が低く、TS-YS が大きい場合には曲げ性は良好となる。
- ④ 冷間圧延後の焼なまし処理は曲げ性改善に効果的であるが、曲げの異方性には効果が現れない。また、冷間圧延率の異なる試料を焼なましで同等の強度に揃えても、冷間圧延率が少ない方が曲げ性は優れていた。つまり、曲げ性は最終冷間圧延率に依存するところが大きいと考えられる。

## 参考文献

- 1) 佐賀誠、佐々木行雄、川崎薫、菊池正夫、朱岩、松尾守：軽金属学会第90回春期大会講演概要、(1996)、285.
- 2) M.Saga, M.Kikuchi, Y.Zhu and M.Matsuo:ICAA-6, (1998),425.
- 3) 佐賀誠、菊池正夫、朱岩、松尾守：軽金属学会第91回秋期大会講演概要、(1996)、223.
- 4) 高木康夫、竹添修、林登、安永晋拓：軽金属学会第91回秋期大会講演概要、(1996)、31.
- 5) 日比野旭、村松俊樹、佐賀誠、高田健：軽金属、53(2003)、534.
- 6) A.Hibino, T.Sakuma and T.Komatsubara :Mater. Sci. Forum. 331-337, No.2(2000),775.
- 7) D. J. Lloyd, E. F. Butryn and M. Ryvola:Microstruct. Sci.,10(1982),373.
- 8) E.Koken and J.D.Embury:Scripta Met.,22(1988),99.
- 9) 藤川辰一郎：新版アルミニウム技術便覧、軽金属協会編、カロス出版、東京、(1996)、1275.
- 10) 天野英隆、小松伸也、池田勝彦、河本知広：軽金属、52(2002),210.
- 11) 小松伸也、池田勝彦、河本知広、田畑義昭、谷本孝弘：軽金属、48(1998)、335.
- 12) 吉田冬樹、池田賢一、中島英治、阿部弘：まてりあ、40(2001)、638.
- 13) M.Dao, M.Li:Philosophical Mag. A,81(2001),1997.
- 14) 永井康友：塑性と加工、38(1997)、967.

## 第8章 Al-4.5Mg、Al-4.5Mg-0.5Fe合金 冷間圧延板と焼なまし板(H3n材)の曲げ性と曲げ異方性

### 8-1 緒言

第7章では、JIS5052合金のMg量を基準にしたAl-2.5Mg、Al-2.5Mg-0.5Fe合金の冷間圧延板と焼なまし板の曲げ性と曲げ異方性を検討したが、Fig.7-10、11に示したように晶出物の影響は殆ど確認されなかった。すなわち、Mg量が2.5%レベルのAl-Mg系合金では、加工時に導入される転位密度が比較的小さいため、マトリックス自体が硬化し難く、晶出物の影響が顕著に現れないことが考えられる。しかし、JIS5182合金レベルの4~5%と高いMg量であれば、加工時に導入される転位密度が多くなるため<sup>1),2)</sup>、マトリックス自体が硬化し易くなり、割れの感受性が高まることが予想される。割れの感受性が高まれば、曲げ性やその異方性に及ぼす晶出物の影響が顕著になることが考えられる。

一方、Fig.7-12~14に示したように集合組織は曲げ性とその異方性に影響を及ぼすことが明らかになった。0°方向の曲げ断面ミクロ組織から解釈すると、Cube方位を発達させた場合には曲げ加工時にせん断帯が発達し難くなる。高転位密度であるせん断帯は、応力集中源として作用することが考えられるため、このような応力集中源を少なくすれば亀裂の進展が抑制され、曲げ性は向上するものと考えられる。

例えば、第3、4章では本章と関連するO材の機械的性質の異方性発生メカニズムを取り上げ、Cube方位を発達させるとCube方位特有の多数のすべり系が活動するため、動的回復が起り易くなることを報告した。動的回復が生じれば、ひずみの集中が緩和されるため、せん断帯の発達が抑制される可能性も考えられる。従って、O材の機械的性質の異方性発生メカニズムで得られた知見を、曲げ性や曲げ異方性の発生メカニズムに適用できる可能性が考えられる。

一般に、JIS5182合金レベルの4~5%と高いMg量では動的回復は起り難いとされている。従って、Mg量が4.5%レベルのAl-Mg系合金でも、曲げ性やその異方性にCube方位の影響が現れるか非常に興味深い。また、第7章では降伏応力(YS)と曲げ性、TS-YS(引張強さ-降伏応力)と曲げ性の関係を整理し、降伏応力が低く、TS-YSが大きい場合には曲げ性が良い( $R_p$ が小さい)ことが明らかになった。さらに、冷間圧延後の焼なまし処理は曲げ性改善に効果的であるが、冷間圧延率の異なる試料を焼なまし処理で同等の強度に揃えても、最終冷間圧延率が少ない方が曲げ性が良いことも明らかになった。

このような現象は、JIS5182合金の中心的なMg量である4.5%MgのAl-Mg系合金でも現れる



か非常に興味深い。また、JIS5182 合金は JIS5052 合金より曲げ加工材として使用される頻度は少ないが、JIS5182 合金を基準にした材料においても曲げ性と曲げ異方性に関する研究に取り組むことは必要である。そのため、本章では Al-4.5Mg、Al-4.5Mg-0.5Fe 合金の冷間圧延板(H1n材)と焼なまし板(H3n材)の曲げ性と曲げ異方性を整理した。

## 8-2 実験結果と考察

### 8-2-1 焼なまし板と冷間圧延板の顕微鏡組織

Fig.8-1、2 に 45M と 45MF の ANN②、および cold rolling③後の結晶粒組織を示す。また、図中には ANN②後の平均結晶粒サイズも合せて記載した。試料ごとに熱間圧延以降の工程を大きく変えたが、各 alloy 内での結晶粒サイズはほぼ同等で、45M は 36~39  $\mu\text{m}$ 、45MF は Fe 添加の影響で 45M より約 13~15  $\mu\text{m}$  小さい 23~24  $\mu\text{m}$  であった。

また、Fe の添加量がほぼ同等の 25M、25MF (Fig.7-4、5)と比較した場合には、何れも Mg 量の多い 45M、45MF の方が結晶粒は小さい。これは Mg 量が多くなると加工時に導入される転位密度が多くなり<sup>2)</sup>、再結晶の核生成サイトが増えるためと考えられる。さらに、溶質原子は再結晶時の粒界移動を妨げる働きがあるため、Mg 量の多い方が結晶粒サイズは小さくなる。

Fig.8-3 に 45M と 45MF の cold rolling③後の晶出物分布を示す。また、下欄には最大径 1  $\mu\text{m}$  以上の晶出物の面積率 ( $A_{c,0}$ ) を記載した。Fig.7-6 でも説明したように、写真上で白く見える金属間化合物は Al-Fe(-Si)系の晶出物であり、最大径 2~3  $\mu\text{m}$  程度の晶出物が多くを占めていた。さらに、各試料の晶出物の占める割合を比較すると、45M は 0.18%、45MF は 2.2%で、Fe 添加量の多い 45MF の方が 12 倍も多く晶出物が存在していた。

一方、25M と 45M、ならびに 25MF と 45MF の晶出物の占める割合を比較すると、Mg 量の多い 45M、45MF の方が何れも晶出物が多く存在していた。また、45MF は晶出物の生成量が多いため、熱間圧延と冷間圧延によって、それぞれ晶出物は細かく碎かれ、圧延方向に連なって分布していることがよく分かる。

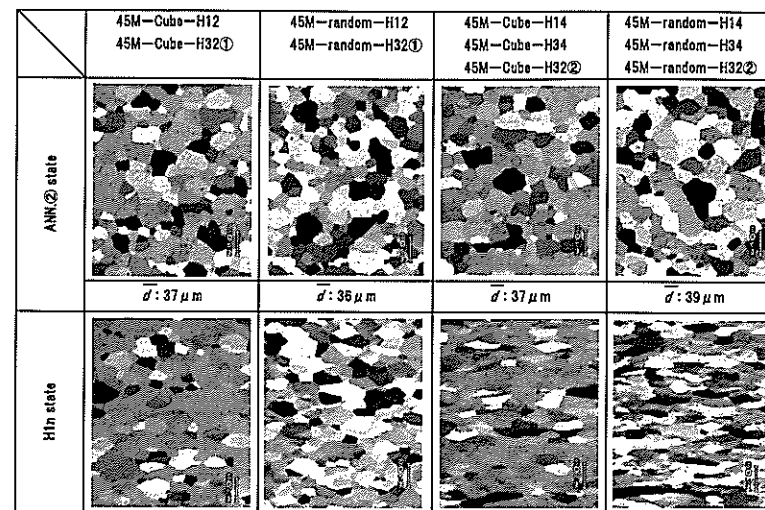


Fig.8-1 Grain structure after annealing② and cold rolling③ in 45M specimens.

Mean grain size ( $\bar{d}$ ) after annealing② is shown in columns under micrographs.

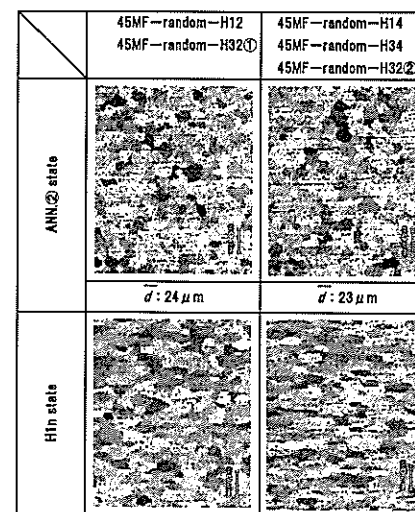


Fig.8-2 Grain structure after annealing② and cold rolling③ in 45MF specimens.

Mean grain size ( $\bar{d}$ ) after annealing② is shown in columns under micrographs.

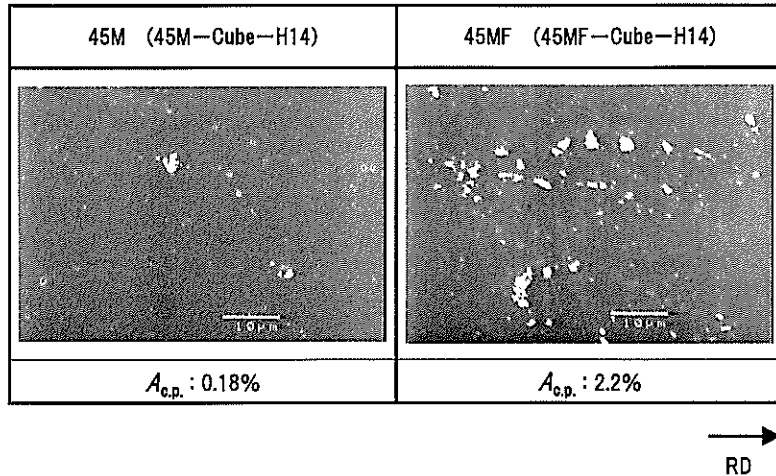


Fig.8-3 Distribution of coarse particles in longitudinal (ND-RD) section of 45M, 45MF sheets after final annealing.

### 8-2-2 最終冷間圧延板の耳率と集合組織

Fig.8-4に45Mと45MFのcold rolling③後の耳率の測定結果を示す。Al-高Mg合金では加工中にDeformation Zoneやせん断帯などの高密度な転位線の領域が発達し易く、このような場所からはCube方位粒の核生成・成長は起こらないとされている<sup>3,4)</sup>。しかし、それぞれ独自の加工熱処理を上手く行えばCube方位を発達させることが可能であり、その結果、45M-Cubeシリーズの耳率は-17~-18%となり、Fig.7-7で報告した25M-Cubeシリーズと同等の耳率になった。また、25M-Cubeシリーズと同じように最終冷間圧延率の影響が耳率に現れた。すなわち、Cube方位は再結晶集合組織の代表的な結晶方位であり、再結晶過程で発達する。圧延などの塑性加工ではCube方位は回転して別の集合組織に変化する。ANN②後の冷間圧延では転位組織のセル化が進行することで、Cube方位は徐々に消滅するため、最終冷間圧延率の少ないH12材の方が0/90°方向の耳は高い。

一方、randomシリーズ材の場合には、Cube方位に起因する0/90°方向の耳やGoss方位による0/180°方向の耳は現れず、圧延集合組織の発達に起因する45°方向の耳が高くなった。また、この傾向はFe添加量の多い45MF seriesの方がやや顕著であったが、これについてはFe添加の影響のみであるか否かは、今のところ明らかになっていない。

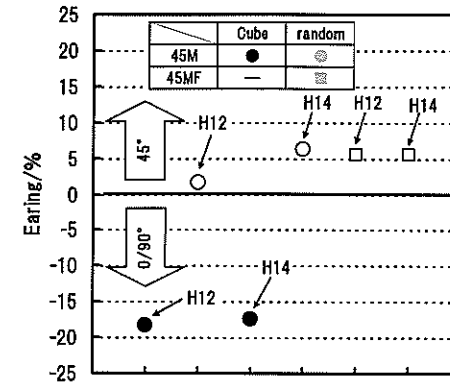
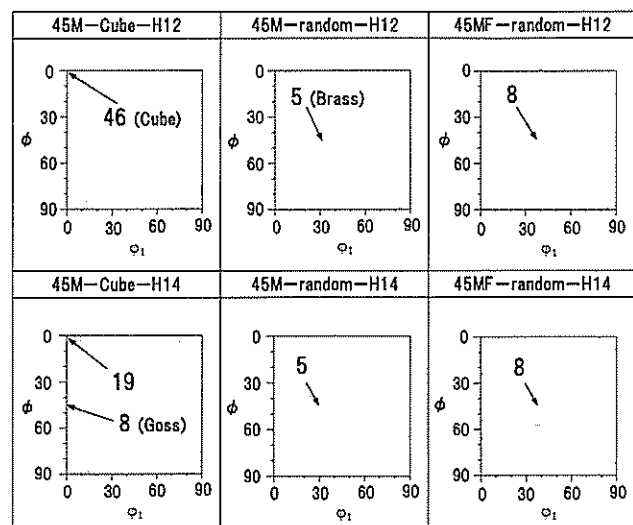


Fig.8-4 Earing of 45M, 45MF specimens after H1n temper before final annealing.

Fig.8-5に45Mと45MFのcold rolling③後、すなわちH12, H14状態のODFの測定結果を示す。Fig.8-4の耳率の測定結果でも推測できるように、45M-Cube-H12で最もCube方位が発達していた。また、Cube方位は圧延面法線方向(ND)廻りよりも圧延方向(RD)廻りに回転する傾向が著しく認められた。その上、RD Rotated Cube方位の一つであるGoss方位も僅かに発現していた。

一方、集合組織を比較的ランダムになるよう制御した45M, 45MF-randomシリーズには僅かながらCube方位も残存していたが、圧延集合組織であるBrass方位が主な方位であった。さらに、ここでは $\phi_2=0^\circ$ 断面だけを取り上げたが、 $\beta$ 方位群に属する圧延集合組織のCu方位とS方位<sup>9)</sup>も確認されている。



Levels: 3, 6, 9, 12, 15, 20, 30, 40

Fig.8-5 Orientation distribution functions of  $\phi_2=0^\circ$  section of H1n temper in 45M, 45MF specimens.

### 8-2-3 最終板の機械的性質

Table8-1 に 45M と 45MF の H1n, H3n 材の 0, 45, 90° 方向の機械的性質を示し、Fig.8-6 a, b)に同試料の Cube 方位密度と 0° 方向の引張強さ(TS)、降伏応力(YS)の関係を示す。Table7-4 でも述べたように、引張強さ(TS)、降伏応力(YS)、さらには破断伸び(EL)に異方性が認められた。引張強さと降伏応力は 0° 方向が高く、45° 方向が低い。また、調質条件や集合組織を大きく変えてもこの異方性に変化は現れない。

一方、伸びについては、第 4 章で述べた Al-Mg 合金 焼なまし材(O 材)の伸び異方性挙動と異なる現象であった。Cube 方位を発達させた際の O 材の伸びは Fig.4-8 に示したように 45° 方向が最も高くなったが、冷間圧延ままの H1n 材では 90° 方向の伸びが高く、逆に 45° 方向の伸びは最も低い。しかし、この H1n 材を焼なまし処理した場合には、45° 方向の伸びは 0° 方向より大きくなり、90° 方向に次ぐ伸びに変化した。つまり、冷間圧延後に焼なまし処理を施すことで、転位線の絡みあった状態から転位の合体・消滅が起こり、再結晶組織へと徐々に変化していく。この組織変化の過程で伸びの異方性挙動にも変化が現れたものと推測している。これに対し random

シリーズ材の場合には、H32②以外は 3 方向の中で 45° 方向の伸びが高くなり、Cube 方位を発達させた場合と異なる挙動であった。

Table8-1 Mechanical properties of Al-4.5%Mg specimens in various states

Alloy	Specimen designation	TS/MPa			YS/MPa			EL/%		
		0° to RD	45° to RD	90° to RD	0° to RD	45° to RD	90° to RD	0° to RD	45° to RD	90° to RD
45M	45M-Cube-H12	288	269	284	243	230	232	9.7	7.7	13.3
	45M-Cube-H32①	271	256	263	192	180	182	14.1	16.6	16.7
	45M-Cube-H14	320	313	319	289	273	274	6.8	6.3	8.2
	45M-Cube-H34	292	284	287	224	213	213	11.1	12.2	15.8
	45M-Cube-H32②	275	261	285	176	169	173	16.3	20.6	23.6
	45M-random-H12	292	281	279	247	232	233	9.9	11.3	9.5
	45M-random-H32①	275	264	263	192	183	183	17.4	18.6	17.2
	45M-random-H14	335	329	332	305	283	285	5.7	6.4	4.7
	45M-random-H34	309	298	297	238	223	224	10.4	13.4	14.2
	45M-random-H32②	287	269	270	188	178	180	16.7	20.7	22.5
45MF	45MF-random-H12	316	299	312	263	240	244	8.3	10.9	9.4
	45MF-random-H32①	304	289	301	235	214	225	10.1	15.1	13.4
	45MF-random-H14	348	338	348	308	281	287	7.1	7.8	7.7
	45MF-random-H34	329	319	329	273	249	257	8.7	11.6	10.0
	45MF-random-H32②	319	305	313	236	221	225	12.3	16.9	17.1

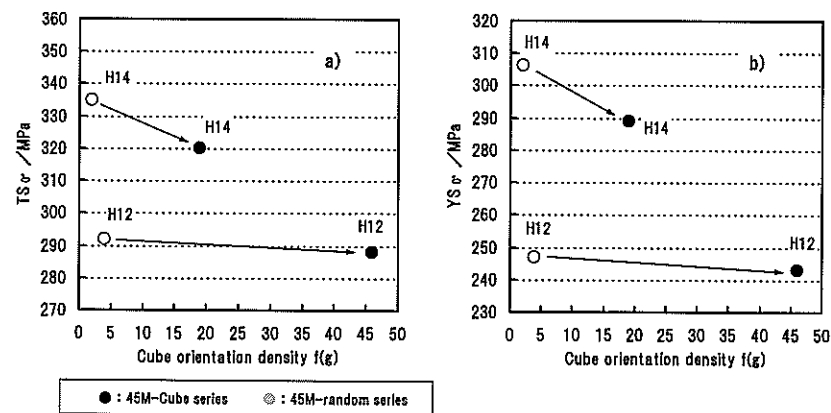


Fig.8-6 Relation between cube orientation density and a) TS, b) YS of 0° to RD in Al-4.5%Mg specimens.

また、25M と 25MF で確認された強度差が 45M, 45MF にも認められた。つまり、Al-高 Mg 合金でも Cube 方位を発達させると引張強さ(TS)、降伏応力(YS)とも約 5~15MPa 程度低くなることから、Cube 方位特有の動的回復効果がこれら強度に影響を及ぼした可能性が考えられる。さらに、こ

の強度差は最終冷間圧延率が 20%の H12(H32)材より、40%の H14(H34)材の方がより顕著であることを示している。

#### 8-2-4 最終板の曲げ性と曲げ方向依存性

##### 8-2-4-1 晶出物の影響

Fig.8-7 に 25MF、45MF-random-H14 の 0、45、90° 方向における降伏応力(YS)と曲げ性の関係を、Fig.8-8 に同試料の曲げ試験片の概観を示す。なお、45MF の 45、90° 方向の曲げ試験片では Fig.7-2 の③の突き曲げ時に既に試験片が二つに割れたため、密着曲げを行えなかった。従って、この試料の 45、90° 方向の曲げ試験片の外観は、突き曲げ後に割れ部をつき合せて撮影した。

45MF-random-H14 の曲げ性は同程度の Fe 量を含む 25MF-random-H14 と異なる挙動を示した。すなわち、45MF の場合には 45、90° 方向の曲げ性が著しく低下するが、25MF の場合は 0° 方向の曲げ性が劣化する。Fig.7-15、18 では、降伏応力(YS)と曲げ性には正の相関が認められ、降伏応力が高いほど曲げ性が低下していた。しかし、45MF の場合は負の相関になっていることから、この試料の 45、90° 方向の曲げ性が著しく低下する理由は降伏応力の影響とは考え難い。従って、この原因をさらに詳しく検討する必要があるものと考えられる。

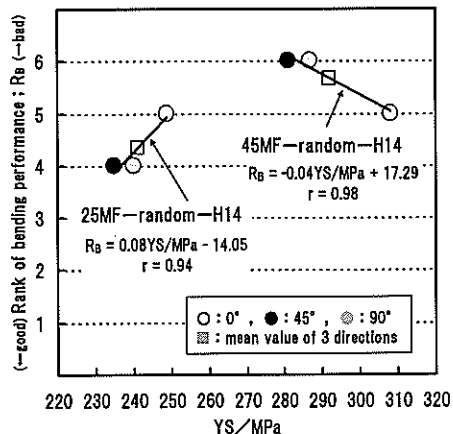


Fig.8-7 Relation between YS and rank of bending performance in 25MF、45MF-random-H14 specimens.

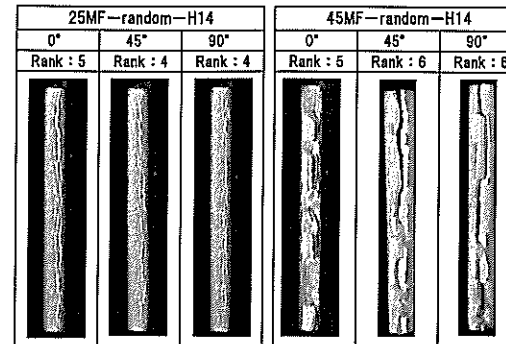


Fig.8-8 Appearance of bended samples in 25MF、45MF-random-H14 specimens.

Fig.8-9 に 45M-random-H34 と 45MF-random-H32②の 0、45、90° 方向における降伏応力(YS)と曲げ性の関係を、Fig.8-10 に同試料の曲げ試験片の概観を示す。これら試料の引張強さ(TS)と降伏応力(YS)はほぼ同等であるが、曲げ性や曲げ異方性は両者で大きく異なった。すなわち、Fe を添加していない 45M-random-H34 の場合は、3 方向の中で 0° 方向の曲げ性が劣り、Fig.7-10 で述べた 25M、25MF-random-H14 と同じ挙動を示した。Fig.8-9 では 45M-random シリーズの H34 材だけを載せたが、同試料の H14 材では 3 方向ともランク 5 の曲げ性であった。詳細には、0° 方向の曲げ性が劣っており、45-random-H34 と同じ曲げ異方性が確認された。

一方、Fe を添加している 45MF-random-H32②は、最終焼なましで 45、90° 方向の曲げ性が改善され、3 方向とも同ランクの曲げ性に変化した。試験片を詳細に観察すると 0° 方向より 45、90° 方向の曲げ性が劣る。詳細には、0、45、90° 方向の順に曲げ性が劣っており、同試料の H14 材と同じ挙動であった。つまり、種々の random シリーズ材の中で、45MF-random 材の曲げ異方性にだけ特異性が現れていることになる。この要因としては、曲げ性に対し晶出物の量や配列異方性の影響が現れた可能性が考えられる。すなわち、圧延方向に連なって分布する晶出物と曲げ変形時の亀裂の伝播方向が同じ 90° 方向の曲げ性が劣ることから、晶出物の配列異方性が曲げ異方性に影響を及ぼした可能性が考えられる。Al-Mg 合金では加工時に導入される転位密度が多いことが報告されている<sup>1,2)</sup>。そのため、加工硬化が促進されやすく、亀裂が発生する限界強度に到達し易い。従って、晶出物の配列異方性の影響が顕著となり、曲げ異方性に影響をもたらすものと考えられる。

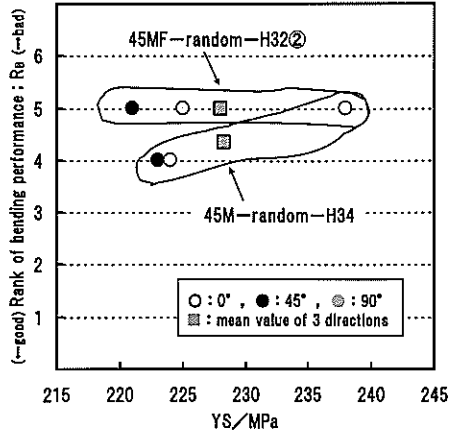


Fig.8-9 Relation between YS and rank of bending performance in 45M-random-H34 and 45MF-random-H32 specimens.

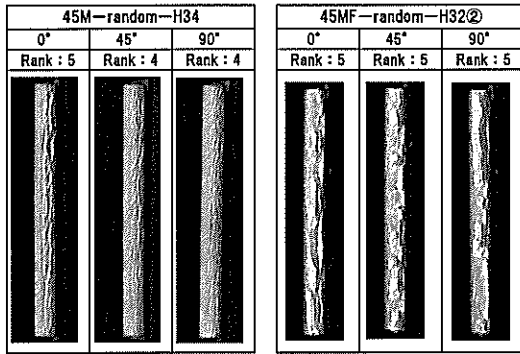


Fig.8-10 Appearance of bended samples in 45M-random-H34 and 45MF-random-H32 specimens.

#### 8-2-4-2 集合組織の影響

Fig.8-11 に 45M-Cube, random-H12, H14 材の 0, 45, 90° 方向における降伏応力(YS)と曲げ性の関係を、Fig.8-12 に同試料の曲げ試験片の外観を示す。同じ調質材ごとに曲げ性を比較した場合には、H12, H14 材とも Cube 方位が発達している方が曲げ性が優れていた。つまり、Al

高 Mg 合金でも Cube 方位を発達させれば曲げ性は向上することが明らかになった。詳細には、最終冷間圧延率が 20% の H12 材では、平均で約 2 ランクの曲げ性向上(ランク値は低下)が確認された。

一方、冷間圧延率が 40% の H14 材では平均で約 0.5 ランク程度の曲げ性向上に留まった。つまり、最終冷間圧延率が少ない方が曲げ性改善に効果的であると云える。この要因としては、冷間圧延率が多くなると転位密度が増加するため、曲げ変形時の加工硬化能が低下し、集合組織の効果が現れ難くなるものと考えられる。一方、冷間圧延率が少ない場合には、圧延時に導入される転位密度が少ないため、集合組織の効果が現れ易くなるものと考えられる。

また、曲げの異方性については、前章と同様、集合組織の特徴ごとに大きく異なった。すなわち、Cube 方位を発達させた場合には、3 方向の中では 45° 方向の曲げ性が劣った。一方、random シリーズ材は、90, 45, 0° 方向の順に曲げ性が低下した。

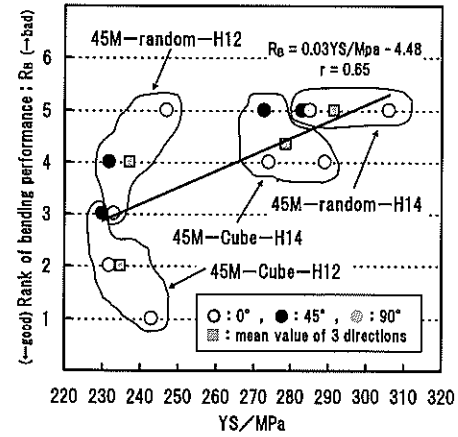


Fig.8-11 Relation between YS and rank of bending performance in 45M-Cube, random-H12, H14 specimens.

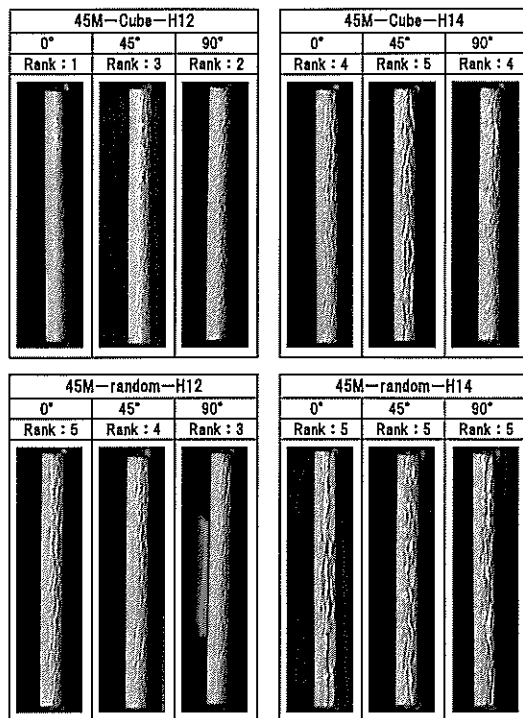


Fig.8-12 Appearance of bended samples in 45M-Cube, random-H12, H14 specimens.

Fig.8-13に45M-Cube-H12と45M-random-H12の0、45、90°方向の曲げ断面ミクロ組織を示す。写真から明らかなように、Cube方位が発達している45M-Cube-H12の0、90°方向の曲げ試験片には、せん断帯は殆ど確認されない。さらに、応力集中源であるせん断帯があまり発達していないため、大きな割れも観察されていない。一方、同試料の45°方向曲げでは、せん断帯の発達が目立ち始め、せん断帯が密集している領域では割れが観察される。

第3章の3-3-4節のP33では、Cube方位を発達させた試料を0°方向に引張変形させた場合、多くの結晶粒では-a2、a3、b2、-b3、c2、-c3、-d2、d3の8つのすべり系が選択され、-a2と-d2、a3と-b3、b2とc2および-c3とd3は交差すべり系の関係にあることを示した。一方、45°方向に変形を加えた場合には、大部分の結晶粒はa1、-a2またはb1、-b2の4種のすべり系が活動する可能性があることも考察した。Table8-1に示したように、Cube方位を発達させるとランダ

ムな集合組織より、引張強さ(TS)、降伏応力(YS)とも約5~15MPa程度、強度が低くなることから、Al-高Mg合金でも動的回復が現れている可能性が考えられる。すなわち、45M-Cube-H12の0、90°方向曲げが良好である理由は、動的回復によってひずみの集中が緩和され、せん断帯の発達が抑制されたことが主な要因であると考えている。また、曲げ軸方位の多くは<001>に揃っているため、変形時には隣接粒との調和が取れ易いことも曲げ性向上に効果的であると推測している。一方、45°方向曲げの場合には曲げ軸方位の多くは<011>であり、隣接粒との調和は取り易いが、動的回復が起こり難いため0、90°方向より曲げ性は劣るものと考えられる。

Cube方位材に対し、45M-random-H12は全体的にせん断帯の発達が目立っていた。また、Fig.8-11、12の曲げ性と一致するように、0°方向曲げでせん断帯が最も発達しており、90°方向は比較的少ない。このrandomシリーズ材における曲げ異方性のメカニズムについては、さらに詳しく調査する必要があるが、ランダムな集合組織であるため動的回復が起こり難いことが考えられる。さらに、結晶粒ごとに活動するすべり系が異なるため、隣接粒との調和が取れ難いことも影響し、せん断帯が発達し易い状況下であると考えられる。従って、randomシリーズ材の場合には曲げ性が大きく低下すると解釈した。

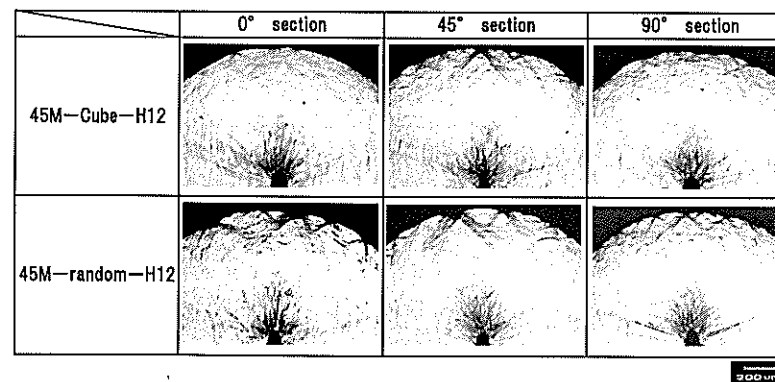


Fig.8-13 Grain structure of bended specimens in transverse section.

### 8-2-4-3 調質処理の影響 I (H12→H32①、H14→H34)

Fig.8-14に45M-randomのH12、H32①、H14、H34材の0、45、90°方向における降伏応力(YS)と曲げ性の関係を、Fig.8-15に同試料の曲げ試験片の外観を示す。Fig.7-15と同じように、

Al-高 Mg 合金でも強度と曲げ性に一定の相関が認められた。つまり、降伏応力が高い場合には曲げ性は低下するが、降伏応力の低下に伴い曲げ性は向上する。また、冷間圧延ままの H1n 材より、それを焼なましした H3n 材の方が平均で約 0.5 ランクの曲げ性改善が確認された。しかし、45M-random-H34 と 45M-random-H12 は同等の強度であるが、45M-random-H12 の方が曲げ性が優れていることから、焼なましの有無に係わらず冷間圧延率が少ない方が曲げ性は良好であると云える。一方、曲げの異方性に関しては、焼なましの影響は認められない。つまり、焼なましを施しても冷間圧延ままと同じ曲げの異方性を示しており、3 方向の中では 0° 方向が劣り、90° 方向がやや良好であった。

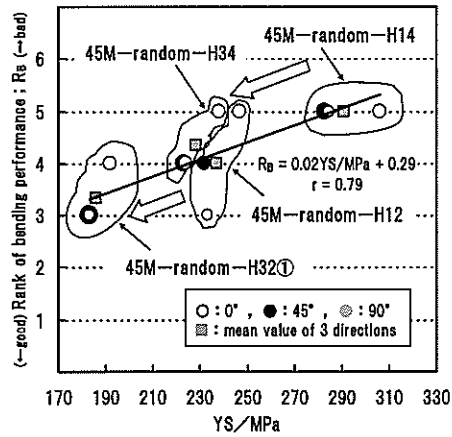


Fig.8-14 Relation between YS and rank of bending performance in 45M-random-H12, H32①, H14, H34 specimens.

また、Fig.7-17 と同じように、45M-random の H12、H32①、H14、H34 材の 0、45、90° 方向における TS-YS と曲げ性の関係を Fig.8-16 に整理した。TS-YS が大きいほど曲げ性は良好であることから、25M と同様に、Al-高 Mg 合金でも降伏応力(YS)が低く、加工硬化能の指標である TS-YS の大きい方が曲げ性が良好であることが明らかになった。

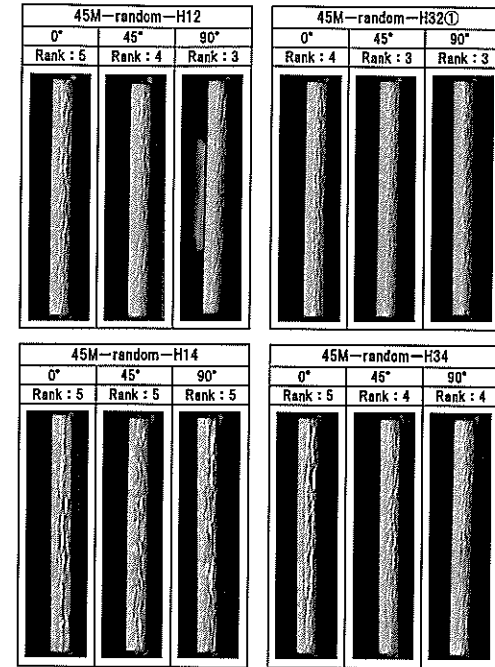


Fig.8-15 Appearance of bended samples in 45M-random-H12, H32①, H14, H34 specimens.

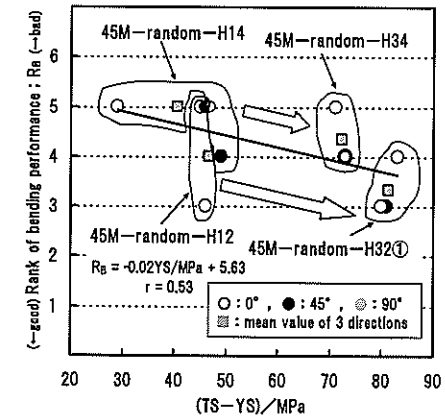


Fig.8-16 Relation between TS-YS and rank of bending performance in 45M-random-H12, H32①, H14, H34 specimens.

8-2-4-4 調質処理の影響Ⅱ (H12→H32①、H14→H32②)

Fig.8-17 に 45M-random の H12、H32①、H14、H32②材の 0、45、90° 方向における降伏応力(YS)と曲げ性の関係を、Fig.8-18 に同試料の曲げ試験片の外観を示す。なお、比較のために Fig.8-14 の 45M-random-H34 の結果も載せた。25M-random シリーズと同様に、H14 材を焼なまし処理で H32②材にすれば 3 方向とも曲げ性は改善され、平均曲げランクは約 1 ランク向上する。さらに、曲げ性の改善効果は H14 材を H34 材に調質処理した場合より大きい。また、45M-random-H32①と 45M-random-H32②は同等の降伏応力であるにも係わらず、最終冷間圧延率が少ない 45M-random-H32①の方が曲げ性は優れており、第 7 章と同じ結果が得られた。

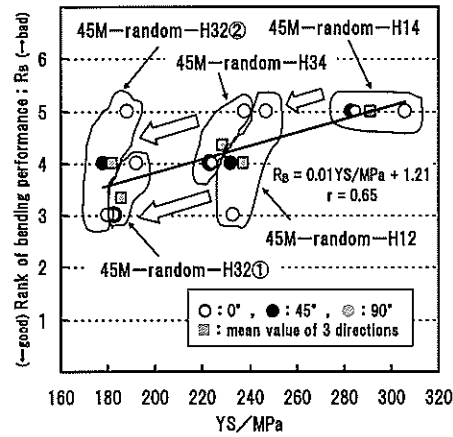


Fig.8-17 Relation between YS and rank of bending performance in 45M-random-H12, H32①, H14, H32② specimens.

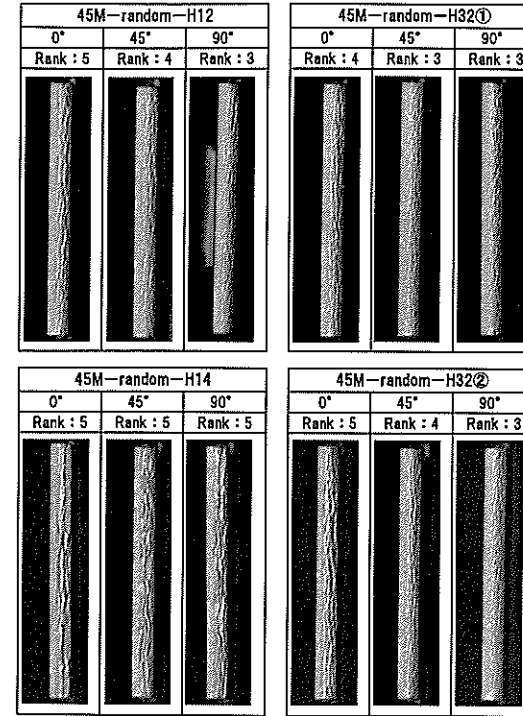


Fig.8-18 Appearance of bended samples in 45M-random-H12, H32①, H14, H32② specimens.



### 8-3 結言

Al-4.5Mg、Al-4.5Mg-0.5Fe 合金 冷間圧延板と焼なまし板の曲げ性とその異方性を検討した結果、以下の結論を得た。

- ① 集合組織が比較的ランダムな試料を用いて曲げ性に対する晶出物の影響を調査したところ、25MFとは異なり、晶出物の影響が確認された。すなわち、Al-高 Mg 合金では変形時に導入される転位線が多いため、亀裂が発生する限界強度に到達し易く、晶出物の影響が顕著になり易いものと考えられる。
- ② Cube 方位の発達している試料と比較的ランダムな集合組織で構成される試料の曲げ性を比較したところ、Al-高 Mg 合金においても Cube 方位が発達している試料の方が曲げ性は良好であり、中でも 0、90° 方向の曲げ性は優れていた。一方、集合組織を比較的ランダムにすると、せん断帯が発達し易くなり、曲げ性の低下が著しく目立った。
- ③ 降伏応力(YS)と曲げ性、TS-YSと曲げ性には一定の相関があることが明らかになった。すなわち、降伏応力が低く、TS-YSが大きい場合には曲げ性は良好であった。これは第7章で得られた結果と同一である。
- ④ 冷間圧延後の焼なまし処理は曲げ性改善に効果的であるが、曲げの異方性には影響しない。また、冷間圧延率の異なる試料を焼なましで同等の強度に揃えても、冷間圧延率が少ない方が曲げ性は優れている。これも③の結言に引き続き、第7章と同一の結果であった。

### 8-4 曲げ性と曲げ異方性の第7章と第8章の総合的結論

Al-2.5Mg、Al-2.5Mg-0.5Fe 合金、および Al-4.5Mg、Al-4.5Mg-0.5Fe 合金 冷間圧延板と焼なまし板の曲げランクを Table8-2 に、Fig.8-19 に曲げ性と曲げ異方性の概略を整理した。図中の矢印の進行方向は曲げ性の低下を意味し、さらに矢印の色合いが濃くなるにつれ性能低下が著しくなることを意味する。曲げ性が最も優れている試料は Al-2.5Mg、Al-2.5Mg-0.5Fe の Cube H32 材であり、曲げ性が最も劣るのは Al-4.5Mg-0.5Fe の random H14 材である。つまり、曲げ性を向上させるためには、先ず Cube 方位を発達させることが有効な手段であり、その他に最終の冷間圧延率を低くし、焼なまし条件も考慮する必要がある。一方、高 Mg 量では晶出物の影響が現れて曲げ性が著しく低下するため、その際は Fe 含有量を抑制して晶出物の生成量を抑えることが重要となる。曲げの異方性は集合組織に依存するところが大きく、焼なまし処理を施しても曲げの異方性は変化しない。

Table8-2 Results of rank of bending performance in various specimens

Alloy	Texture	Temper	Rank of bending performance		
			0°	45°	90°
25M	Cube	H12	1	3	1
		H32①	1	2	1
		H14	3	4	3
		H34	3	4	3
		H32②	2	2	2
	random	H12	4	3	3
		H32①	3	3	2
		H14	5	5	4
		H34	5	4	4
		H32②	3	2	2
25MF	Cube	H12	1	3	1
		H32①	1	2	1
		H14	3	4	3
		H34	2	4	3
		H32②	2	4	3
	random	H12	4	3	3
		H32①	3	3	2
		H14	5	4	4
		H34	5	4	4
		H32②	5	4	3
45M	Cube	H12	1	3	2
		H32①	1	3	2
		H14	4	5	4
		H34	3	4	3
		H32②	3	4	3
	random	H12	5	4	3
		H32①	4	3	3
		H14	5	5	5
		H34	5	4	4
		H32②	4	4	3
45MF	Cube	H12	—	—	—
		H32①	—	—	—
		H14	—	—	—
		H34	—	—	—
		H32②	—	—	—
	random	H12	5	5	5
		H32①	5	5	5
		H14	5	6	6
		H34	5	5	5
		H32②	5	5	5

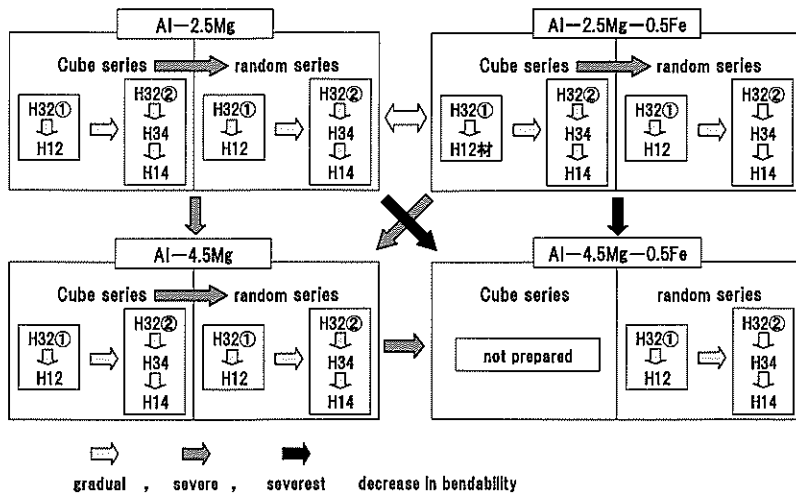


Fig.8-19 Relation between bending performance and characteristics of several specimens.

#### 8-5 製造工程への応用

第7章と第8章の実験結果を基に得られた具体的な工業的成果は、JIS5052合金 H34材の曲げ性に優れる材料の開発に成功したことである。これまで製造していた材料は比較的ランダムな集合組織であったが、新しく開発した材料は熱間圧延の工程を管理して集合組織を制御し、Cube方位を発達させて曲げ性の向上を達成した。

#### 参考文献

- 1) 小松伸也、池田勝彦、田畑義昭、(故)合田剛久:軽金属, 44(1994), 439.
- 2) 小松伸也、池田勝彦、河本知広、田畑義昭、谷本孝弘:軽金属, 48(1998), 335.
- 3) E.Nes, H.E.Vatne, O.Daaland, T.Furu, R.Orsund and K.Marhinsen:ICAA-4,Ⅲ(1994),18.
- 4) M.Koizumi, Shirou Kohara and Hirosuke Inagaki:Z. Metallkd, 88(1997), 576.
- 5) 井上博史:軽金属, 42(1992),358.
- 6) J.F.W.Bishop and R.Hill: Philos. Mag., 42(1951),414.

## 第9章 総括

本論文は、純アルミニウムおよび Al-Mg 合金圧延板の各種材料特性の異方性に関する基礎的な研究に係わるものである。具体的には、

- ① 焼なまし材(O 材)の機械的性質
- ② 冷間圧延板と焼なまし板(H3n 材)の降伏応力
- ③ 冷間圧延板と焼なまし板(H3n 材)の曲げ性

の3項目を選び、それぞれの異方性発生メカニズムの解明に取り組んだ。

先ず、第1章の序論においては、アルミニウムおよびアルミニウム合金の JIS 規格全般を要約したり、アルミニウム圧延品の生産量の推移を整理した。さらに、本研究テーマを選定した主な背景と本論文をまとめるに当たって必要となる集合組織やアルミニウム中の合金元素の熱処理時の挙動に関する概略を整理した。

第2章では、第3章～第8章に亘って共通の実験方法である集合組織の測定法について要約した。主には、極点図の測定法と極点図を基に計算する球面調和関数による級数展開法の概略について、引用文献を基にして整理した。

第3章では、純アルミニウム(O Mg) 焼なまし材の機械的性質の異方性発生メカニズムを様々な観点から整理した結果、以下の結論が得られた。

- (1) 降伏応力には異方性は認められなかったが、引張変形時の加工硬化挙動や流動応力、さらに、伸びの大きさは引張方向を変えることで異方性が現れた。
- (2) 伸びを破断伸び、一様伸び、局部伸びに分類し、各伸びの異方性について検討したところ、破断伸びの異方性挙動は一様伸びの異方性挙動と良く一致した。
- (3) 一様伸びの異方性は加工硬化挙動の異方性と関係があり、これらの異方性には集合組織の影響が大きい。しかし、集合組織と転位組織には、活動すべり系の数と転位密度増加速度を通じて密接な関係があるので、異方性を検討するときには転位組織変化も合わせて考慮する必要があると考えられる。

第4章では、Al-O~5Mg 焼なまし材(O 材)の機械的性質の異方性について研究し、以下の結

論が得られた。

- (1) 各種機械的性質には、それぞれ異方性が認められたが、その中で一様伸びを含む破断伸びの異方性に集合組織との相関が認められた。つまり、Al-Mg 合金でも純アルミニウム(O Mg)と同じ挙動が観察された。しかし、その異方性は Mg 量の増加とともに小さくなった。
- (2) 3方向の中で45°方向の加工硬化率が最大になる真ひずみ量は Mg 量によって大きく変化し、Mg 量の増加とともに高ひずみ側へ移行した。
- (3) 上記(1)、(2)は Mg 量の増加に伴い、Cube 方位密度の絶対量が低下したこと、ならびに引張変形中の動的回復が起り難くなったことが原因であると推測する。

第3章と第4章の実験に基づいて得られた具体的な工業的成果は以下の通りである。中程度の Mg 量である Al-Mg 合金の O 材で、圧延方向に対し90°方向の伸びが従来材より大きい材料の開発が要求された。Cube 方位を発達させると、90°方向の伸びが低くなることが本実験結果から明らかになったため、できる限りランダムな集合組織になるよう製造工程を制御し、従来材より伸びが約3%大きな材料を開発した。

第5章と第6章では、Al-Mg 合金冷間圧延板と焼なまし板(H3n 材)の降伏応力の異方性を取り上げ、第5章では、Al-Mg 合金板の降伏応力異方性に及ぼす集合組織と転位セル壁配列の影響について研究し、以下の結論が得られた。

- (1) 冷間圧延によってせん断帯や粗大第二相粒子周辺に Deformation Zone が発達した場合には、降伏応力の異方性は大きくなる。逆に、圧延前の結晶粒が微細で、かつ粗大第二相粒子が少ない材料では、圧延方向との角度を変えた引張試験でも降伏応力は殆ど変化せず異方性は小さい。
- (2) 冷間圧延板を焼なましした場合の軟化量には、圧延方向との角度に依存する異方性が現れ、その結果、Deformation Zone やせん断帯の発達が顕著な試料では、降伏応力の異方性は小さくなった。
- (3) 焼なましによる軟化量と比抵抗減少量の異方性には、良い対応が認められた。比抵抗減少量には異方性が現れたが、焼なまし前後の集合組織に変化はなく、集合組織の影響は少ない。

第6章では、Al-Mg 合金板の降伏応力異方性に及ぼすマイクロ組織と転位セル壁配列の影響に

ついて研究し、以下の結論が得られた。なお、この章では前章の結論を受け、降伏応力の異方性発生メカニズムについて、さらに詳しく検討した。

- (1) ミクロ組織が主に微細結晶粒、もしくは微細結晶粒+ $1\mu\text{m}$ 以下の析出物から成る  $4.5\text{Mg}-\text{F}$ 、 $4.5\text{Mg}+1.0\text{Mn}$  は冷延板の転位セル形状が規則的で、多くは圧延方向に伸長していた。一方、粗大結晶粒+せん断帯から成る  $4.5\text{Mg}-\text{C}$ 、もしくは微細結晶粒+粗大晶出物から成る  $4.5\text{Mg}+0.5\text{Fe}$  ではせん断帯や粗大粒子周辺の Deformation Zone が圧延方向に伸びる冷延板の転位セル形状を不規則にしていた。
- (2) 冷延板を焼なますと、 $4.5\text{Mg}-\text{F}$  と  $4.5\text{Mg}+1.0\text{Mn}$  は圧延方向に伸長した転位セルから等軸なサブグレインへと変化した。一方、転位セル形状の不規則性が大きい  $4.5\text{Mg}-\text{C}$  と  $4.5\text{Mg}+0.5\text{Fe}$  はせん断帯や Deformation Zone などから優先的にサブグレイン化が始まり、焼なまし前に圧延方向に伸長していた転位セルはサブグレイン化が遅れていた。
- (3) 冷延板を焼なましたときには上記の組織変化が生じたことで、各方向で軟化挙動が異なり異方性率は変化した。さらに、その異方性率の挙動は大きく2つのグループに分かれた。すなわち、 $4.5\text{Mg}-\text{F}$ 、 $4.5\text{Mg}+1.0\text{Mn}$  の場合は、ある焼なまし温度までは異方性率は小さくなるが、さらに焼なまし温度を上げると逆に異方性率は大きくなった。一方、 $4.5\text{Mg}-\text{C}$ 、 $4.5\text{Mg}+0.5\text{Fe}$  は焼なまし温度が高くなるにつれ異方性率は小さくなった。

第5章と第6章の実験結果を基に、炭酸飲料用に使用される JIS5182 合金 缶蓋材の強度異方性が小さい材料を開発することに取り組んだ。炭酸飲料の場合には缶に内圧がかかるため、高い耐圧強度が求められる。耐圧試験では、板面内の強度が低い方向から蓋が反り返ることが確認されていたため、強度異方性が小さい材料であれば蓋が均等に反り返ることが予想され、結果的に耐圧強度の向上に繋がると考えた。従来材と同等の強度で、且つ、強度異方性が比較的小さい材料を開発することができたが、耐圧試験ではやはり強度の低い方向で蓋が反り返り、結局、実用化には至らなかった。

第7章では、 $\text{Al}-2.5\text{Mg}$ 、 $\text{Al}-2.5\text{Mg}-0.5\text{Fe}$  合金 冷間圧延板と焼なまし板の曲げ性とその異方性を検討した結果、以下の結論を得た。

- (1) 集合組織が比較的ランダムな試料を用いて、曲げ性に対する晶出物の影響を調査したところ、有意な影響は確認されなかった。
- (2) Cube 方位の発達している試料と比較的ランダムな集合組織で構成される試料の曲げ性を比

較したところ、Cube 方位が発達している方が曲げ性は優れていた。Cube 方位が発達すると、応力集中源となるせん断帯の発達が抑制されるため、曲げ性向上に繋がるものと考えられる。また、曲げの異方性は集合組織の特徴ごとに大きく異なり、Cube 方位が発達する場合には、 $0^\circ$  方向の曲げ性は良好であるが、比較的ランダムな集合組織の場合には  $0^\circ$  方向の曲げ性は低下する。

- (3) 降伏応力(YS)と曲げ性、TS-YS と曲げ性には一定の相関があることが明らかになった。すなわち、降伏応力が低く、TS-YS が大きい場合には曲げ性は良好となる。
- (4) 冷間圧延後の焼なまし処理は曲げ性改善に効果的であるが、曲げの異方性には効果が現れない。また、冷間圧延率の異なる試料を焼なましで同等の強度に揃えても、冷間圧延率が少ない方が曲げ性は優れていた。つまり、曲げ性は最終冷間圧延率に依存するところが大きいと考えられる。

第8章では、 $\text{Al}-4.5\text{Mg}$ 、 $\text{Al}-4.5\text{Mg}-0.5\text{Fe}$  合金 冷間圧延板と焼なまし板の曲げ性とその異方性を検討し、以下の結論を得た。

- (1) 集合組織が比較的ランダムな試料を用いて曲げ性に対する晶出物の影響を調査したところ、25MF とは異なり、晶出物の影響が確認された。すなわち、 $\text{Al}-\text{高 Mg}$  合金では変形時に導入される転位線が多いため、亀裂が発生する限界強度に到達し易く、晶出物の影響が顕著になり易いものと考えられる。
- (2) Cube 方位の発達している試料と比較的ランダムな集合組織で構成される試料の曲げ性を比較したところ、 $\text{Al}-\text{高 Mg}$  合金においても Cube 方位が発達している試料の方が曲げ性は良好であり、中でも  $0^\circ$ 、 $90^\circ$  方向の曲げ性は優れていた。一方、集合組織を比較的ランダムにすると、せん断帯が発達し易くなり、曲げ性の低下が著しく目立った。
- (3) 降伏応力(YS)と曲げ性、TS-YS と曲げ性には一定の相関があることが明らかになった。すなわち、降伏応力が低く、TS-YS が大きい場合には曲げ性は良好であった。これは第7章で得られた結果と同一である。
- (4) 冷間圧延後の焼なまし処理は曲げ性改善に効果的であるが、曲げの異方性には影響しない。また、冷間圧延率の異なる試料を焼なましで同等の強度に揃えても、冷間圧延率が少ない方が曲げ性は優れている。これも(3)の結論に引き続き、第7章と同一の結果であった。

第7章と第8章の実験結果を基に得られた具体的な工業的成果は、JIS5052 合金 H34 材の曲

げ性に優れる材料の開発に成功したことである。これまで製造していた材料は比較的ランダムな集合組織であったが、新しく開発した材料は熱間圧延の工程を管理して集合組織を制御し、Cube方位を発達させて曲げ性の向上を達成した。

以上、本研究よって、各種材料特性の異方性発生メカニズムが明らかとなり、集合組織だけでは異方性制御が困難であることが分かった。これら一連の研究成果を、第3章から第8章に亘って整理した。

## 謝辞

本論文をまとめるにあたり、小松 伸也 関西大学教授には長きにわたり、ご親切なご指導とご鞭撻を賜りました。ここに深く感謝の意を表すとともに、心から厚く御礼申し上げます。

杉本 隆史 関西大学教授、並びに池田 勝彦 関西大学教授におかれましてはご多忙にもかかわらず、折に触れ多大なご教示、ご助言を賜りました。ここに、謹んで御礼申し上げます。

また、本研究を遂行するにあたり、数々のご指導を賜りました旧スカイアルミニウム株式会社 村松 俊樹 グループリーダー (現 古河スカイ株式会社 技術研究所長)、小松原 俊雄 グループリーダー (現 古河スカイ株式会社 鑄鍛事業部 鑄鍛工場品質保証課長)、日比野 旭 主任研究員 (現 古河スカイ株式会社 技術研究所 第一研究部基盤研究室長)に感謝申し上げます。

最後に、一方ならぬ叱咤激励をいただき、かつ、本論文をまとめる動機付けをくださった旧スカイアルミニウム株式会社 松尾 守 技術研究所長 (現 古河スカイ株式会社 顧問)に深く御礼申し上げます。



