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

佐久間尚幸*・小松原俊雄*・小松 伸也**

Journal of Japan Institute of Light Metals, Vol. 52, No. 2 (2002), pp. 53-57

Effects of texture and arrangements of dislocation cell walls
on yield stress anisotropy in Al-Mg alloy sheets

Takayuki SAKUMA*, Toshio KOMATSUBARA* and Shin-ya KOMATSU**

Yield stress anisotropy in 85% cold rolled and low temperature annealed sheets of Al-Mg alloys was studied from viewpoints of both texture and microstructure using X-ray diffraction, resistivity measurement and TEM. Texture analysis by X-ray diffraction suggests that the texture has little effect on the yield stress anisotropy of cold rolled and annealed sheets. In contrast, the result of resistivity suggests that the anisotropic arrangements of dislocation cell walls have a significant effect on the yield stress anisotropy. TEM observation shows that deformation zones developed around coarse particles have a random arrangement to the rolling direction and shear bands have geometrical arrangement to it. Further, they have considerably high dislocation density. It is concluded that these dense dislocation regions, which act as obstacles to slip, influence the yield stress anisotropy of cold rolled and annealed sheets.

(Received June 4, 2001)

Keywords: Al-Mg alloys, yield stress anisotropy, deformation zones, shear bands

1. 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¹⁾。

一般には, 異方性と集合組織は密接な関係がある²⁾と考えられている。しかし, 過去には高密度転位壁やマイクロバンドの幾何学的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異方性を検討した例³⁾もある。したがって, 集合組織だけでは異方性のすべてを説明できず, 転位セル壁などの配列異方性も考慮して, 降伏応力の異方性を検討する必要がある。

本研究では, 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。

2. 実験方法

2.1 試料と加工熱処理

試料は, 飲料用缶蓋材に使用される5182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 1 に示す。工場規模で製造した熱間圧延板を厚さ2.0 mm まで冷間圧延した後, 中間焼なましを施した。

Table 1 Chemical composition (mass%) of specimens

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

幅200 mm, 長さ200 mm 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550°C, Al-4.6% Mg 合金は400°Cおよび550°Cで1 min 塩浴中で熱処理した。以下, それぞれ5182-550°C, 4.6Mg-400°C, 4.6Mg-550°Cと略記する。その後, 厚さ0.3 mm まで85%冷間圧延し, バッチ炉中にて120, 160, 200, 240°Cで1 h の最終焼なましを施した。

2.2 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°方向に切出した。引張試験はJIS5号試験片を用い, クロスヘッド速度5 mm/min で室温にて繰返し数3で試験した。

X線集合組織は板厚中央部で測定し, {200}, {220}, {111} の不完全極点図から結晶方位分布関数 (ODF) を計算した。組織観察には, 偏光顕微鏡, 微分干渉顕微鏡, TEM を使用した。

* スカイアルミニウム株式会社 (〒366-8511 埼玉県深谷市上野台1351)。Technical Research Center, SKY Aluminium Co., Ltd. (1351, Uwanodai, Fukaya-shi, Saitama 366-8511)。

** 関西大学工学部 (吹田市)。Faculty of Engineering, Kansai University (Suita-shi, Osaka)。

Fig. 1 Optical micrographs of intermediate annealed and 85% cold rolled sheets. a) Grain size, b) Distribution of coarse particles and macroscopic shear bands. (longitudinal sections)

Table 2 Constants of Matthiessen empirical relation (MER) and correlation factor (r)

Specimen	α	β	r
5182-550°C	21.72	5.302	0.9867
4.6Mg-400°C	22.75	3.368	0.9895
4.6Mg-550°C	23.13	2.982	0.9911

2.3 比抵抗の測定法とマティーン則経験式の決定

0.3' × 3.0" × 180' mm にせん断した試料の 77 K と 300 K での密度質量法サイズファクタによる比抵抗 (ρ_{D77} と ρ_{D300}) を, Al-Mg 合金に適用された方法⁴⁾で測定した。抵抗比 ($R = \rho_{D300}/\rho_{D77}$) と比抵抗 (ρ_{77}) の関係で表すマティーン則経験式 (MER)^{4)*1}を用いて寸法測定誤差を平均化した。本論文で示す 77 K での比抵抗 ρ_{M77} の添字 M は MER によることを意味する。

各試料ごとの MER 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。MER を $\rho_{77} (n\Omega m) = \alpha / (R - 1) + \beta$ で示した場合の定数 α , β と相関係数 r を Table 2 に示す。

3. 実験結果と考察

3.1 中間焼なまし板と冷間圧延板の OM 組織

Fig. 1 には中間焼なまし板と 85% 冷間圧延板の長さ方向断面での光学顕微鏡組織写真を示し, Table 3 に Fig. 1 で示した各試料の組織の特徴を要約した。5182-550°C 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 μm 以上の粒子として冷間圧延板中に 2.17×10^3 個/mm² 存在しており,

Table 3 Characteristics of several specimens

Thermomechanical treatments	Intermediate annealing		
	85% cold rolling		
Characteristics	Grain size	Coarse particle	Shear band
5182-550°C	fine	many	few
4.6Mg-400°C	fine	trace	few
4.6Mg-550°C	coarse	trace	many

Al-Fe-(Mn)-(Si) 以外に Mg₂Si が認められた。5182-550°C は冷間圧延前の粒径が 20~30 μm になるように中間焼なましを施しているため, 冷間圧延後には旧結晶粒を貫通するマクロなせん断帯は, 発達していなかった。

高純合金である 4.6Mg-400°C 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/mm² であった。中間焼なまし時の再結晶粒径は 5182-550°C と同等であるため, せん断帯は 5182-550°C とほぼ同様にあまり発達していなかった。

4.6Mg-550°C では, 中間焼なまし時の再結晶粒を 200 μm 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⁵⁾。

3.2 最終焼なましによる降伏応力と異方性の変化

Fig. 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 (ΔYS : 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, いずれの試料も 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る。粗大晶出物が多い 5182-550°C やせん断帯が発達した 4.6Mg-550°C 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, ΔYS はそれぞれ 39, 28 MPa と大きな値を示した。しかし, 4.6Mg-400°C の ΔYS は 6 MPa と小さかった。

冷間圧延板を焼なましした場合, 5182-550°C と 4.6Mg-550°C

*1 マティーン則から $\rho_{77} = (\rho_{300}^{pure} - \rho_{77}^{pure}) / (R - 1)$ が誘導できるが, マティーン則からのずれ DMR¹³⁾ や測定誤差が影響するので, ρ_{77} と $1/(R - 1)$ の実測値のプロットを直線回帰して勾配 α と切片 β を求めたものをマティーン則経験式と呼んでいる。

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

は焼なましによる降伏応力の低下に伴い ΔYS が大きく減少した。240°C焼なまし後の ΔYS はそれぞれ16, 13 MPaであった。しかし、冷間圧延ままの異方性が小さい4.6Mg-400°Cの場合には、焼なましによる ΔYS の変化も小さく、240°C焼なまし後の ΔYS は4 MPaであった。

3.3 最終焼なましによる降伏応力異方性と集合組織の変化

Fig. 3に各試料の85%冷間圧延状態と240°C最終焼なまし状態の $\psi_2 = 45^\circ$ 断面でのODFを示す。5182-550°CはCu方位とBrass方位(Br)から構成される圧延集合組織であった。4.6Mg-400°C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方位の残存もわずかに認められた。4.6Mg-550°Cの場合は5182-550°C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。しかし、いずれの試料でも、240°Cまでの焼なましにより集合組織はほとんど変化しなかった。なお、 $\psi_2 = 65^\circ$ 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。

5182-550°Cと4.6Mg-550°Cの集合組織は大きく異なるが、Fig. 2に示したように、最終焼なましによる降伏応力異方性の変化は同一の傾向であった。また、5182-550°Cと4.6Mg-400°Cの集合組織は、後者に存在する中間焼なまし時のCube方位を除き、圧延集合組織は比較的良好に似ていた。しかし、両者の最終焼なましによる ΔYS の挙動は大きく異なっていた。

3.4 最終焼なましによる軟化異方性と比抵抗の関係

小松ら^{6),7)}はAl-Mg合金で、冷間圧延によって導入される

Fig. 3 Orientation distribution functions of $\psi_2 = 45^\circ$ section of 85% cold rolled and 240°C annealed sheets.

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、よい相関があることを報告している。そこで、最終焼なまし時の軟化異方性についても比抵抗を用いて検討した。

Fig. 4a)に4.6Mg-400°Cの85%冷間圧延後の最終焼なましによる0, 45, 90°方向の軟化量を、b)に比抵抗減少量を示す。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る。この軟化量の異方性に対応して、比抵抗減少量にも異方性が認められた。

比抵抗減少量の異方性は、①転位セル壁配列の異方性、②Hashimoto⁸⁾らが報告した4.2 Kでの比抵抗に及ぼす結晶方位依存性、③ β Al-Mg析出物分布密度の異方性などの因子に支配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に4.6Mg-550°Cの85%冷間圧延板の最終焼なましによる0, 45, 90°方向の比抵抗の変化を示す。この試料は、Fig. 3から明らかなように結晶方位の分布密度異方性が強く、更に最終焼なましを施しても集合組織はまったく変化しない。仮に、方位異方性が比抵抗に影響するとすれば、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低い比抵抗の方向へと変化

Fig. 4 Decrement from 85% cold rolled state in a) yield stress (δYS) and b) resistivity ($\delta \rho_{M77}$) by annealing for 1 h. Specimen; 4.6Mg-400°C

しており、これは集合組織が比抵抗の異方性に影響していないことを示唆している。

次に、析出物分布密度の異方性について検討した。Fig. 4b)で示した最終焼なましによる各方向の比抵抗減少量が240°Cよりも200°Cでの焼なましの方が大きな原因は、

Fig. 5 Angular variation in resistivity of cold rolled and annealed sheets. Specimen; 4.6Mg-550°C

Al_3Mg_2 (もしくは Al_8Mg_5)に近い組成の β' 等⁹⁾の遷移析出相(以後、析出相と略記する)の出現と消滅が影響⁷⁾しており、析出相の影響は無視できない。しかし、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し、その配列の異方性と密接な関係がある¹⁰⁾ため、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。

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異方性の影響が大きいと考えられる。更に、Fig. 4a)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。

3.5 冷間圧延板のTEM組織

Fig. 6に85%冷間圧延した5182-550°C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Deform-

Fig. 6 TEM microstructure of 85% cold rolled 5182-550°C specimen showing dislocation cell walls developed around coarse particles. ① deformation zone, ② dislocation cell walls paralleled to the rolling direction, ③ coarse particles.

Fig. 7 TEM microstructure of 85% cold rolled 4.6Mg-550°C specimen showing ① shear band intersecting dislocation cell walls paralleled to the rolling direction.

mation Zone¹¹⁾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) を制限視野回折像と合せて示した。Deformation Zone は、晶出物から数 μm 程度離れた領域まで発達しており、圧延方向 (RD) に対して無秩序な配列であった。また、その領域内の転位セルサイズは、②の領域の転位セルサイズよりも非常に小さく、高転位密度の領域であることを示している。

Fig. 7 には、85%冷間圧延した4.6Mg-550°Cの TEM 組織を示した。せん断帯の配列は、幾何学的であることが知られており¹²⁾、Fig. 7 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。また、Fig. 6 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。

Deformation Zone やせん断帯の内部では、圧延方向に伸長した転位セルは観察されない。更に、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。したがって、圧延方向に伸長した転位セルのすべり変形挙動とは異なることが予想される。また、引張方向によっては、すべり変形の起こりやす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、このような高密度の転位領域から優先的に回復が生じる。したがって、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すると考えられる。

4. 結 言

粗大晶出物量とせん断帯の発達レベルを大きく変えた Al-Mg 合金を用い、集合組織とミ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について検討し、以下の結論を得た。

(1) 冷間圧延によって Deformation Zone やせん断帯が材料内部に発達した場合には、降伏応力異方性は大きくなる。また、この異方性には集合組織との対応はほとんど認められ

ない。

(2) 冷間圧延板を焼なました場合には、圧延方向との角度に依存して軟化量の異方性が現れ、その結果、Deformation Zone やせん断帯が顕著な試料では、降伏応力の異方性は低減する。

(3) 焼なまし時に現れる軟化量と比抵抗減少量の異方性には、よい対応が認められた。比抵抗減少量は異方性を示すが、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 やせん断帯などの高密度な転位セルを持つ領域の配列異方性の影響が強いと考えられる。

おわりに、比抵抗測定に協力して頂いた関西大学大学院生 阿部晴彦、天野英隆 両君に感謝する。

参 考 文 献

- 1) A. Hibino, T. Sakuma and T. Komatsubara: Mater. Sci. Forum 331-337, No. 2 (2000), 775.
- 2) 井上博史: 軽金属, **42** (1992), 358.
- 3) N. Hansen and D. Juul Jensen: Acta Metall. Mater., **40** (1992), 3265.
- 4) 小松伸也, 池田勝彦, 田畑義昭, (故) 合田剛久: 軽金属, **44** (1994), 164.
- 5) H. Inagaki and S. Kohara: Z. Metallkde, **88** (1997), 570.
- 6) 小松伸也, 池田勝彦, 田畑義昭, (故) 合田剛久: 軽金属, **44** (1994), 439.
- 7) 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.
- 8) E. Hashimoto and Y. Ueda: Mater. Trans. JIM, **35** (1994), 262.
- 9) K. Osamura and T. Ogura: Metall. Trans. A, **15A** (1984), 835.
- 10) D. J. Lloyd, E. F. Butryn and M. Ryvola: Microstruct. Sci., **10** (1982), 373.
- 11) R. Sandström: Z. Metallkde, **71** (1980), 681.
- 12) S. V. Harren, H. E. Dève and R. J. Asaro: Acta Metall., **36** (1988), 2435.
- 13) 小松伸也, 池田勝彦, 生駒俊彦, 河野洋一: 軽金属, **43** (1993), 421.