通電熱処理による Al-Mg-Si 系合金板の機械的特性の向上

石黒 農*・牧 清二郎**・森 謙一郎**

Journal of Japan Institute of Light Metals, Vol. 54, No. 12 (2004), pp. 562-566

Improvements in mechanical properties of Al-Mg-Si alloy sheets by resistance heat-treatment

Minoru ISHIGURO*, Seiji MAKI** and Ken-ichiro MORI**

A thermo-mechanical treatment process using resistance heating was developed to improve mechanical properties of heat treatable aluminum alloy sheets. In this process, the solutionized aluminum alloy sheets are rolled at room temperature, and then are heat-treated by combination of rapid resistance heating and water quenching to solutionize the sheet without the growth of grains. The process was applied to Al-0.60 mass%Si-0.74 mass%Mg alloy (A6061) sheet to confirm the effectiveness of the process. The sheet reduced from 5 mm to 0.5 mm by multi-pass rolling was resistance-heated up to 893 K in a very short time of 2 s, and immediately water-quenched. The grain of the sheet produced by the present process were reduced to about half of the conventional ones. This led to an improvement of the mechanical properties, *i.e.* the Vickers hardness and the limiting drawing ratio were increased by 10% and 5%, respectively. It was found that the present thermo-mechanical treatment process is effective in improving the mechanical properties.

(Received May 6, 2004)

Keywords: strip rolling, deep drawing, press formability, resistance-heating, grain refinement

1. 緒 言

自動車の軽量化の目的で、比強度の高いアルミニウム合金が車体に積極的に適用され始めている。特に、ボディパネル用材料への Al-Mg-Si 系合金 (6000 系アルミニウム合金) の適用が増えつつある^{1), 2)}。6000 系合金は熱処理を利用して析出強化が行える熱処理型合金であり、プレス成形時には低い変形抵抗で形状凍結性が高く、その後の焼付け塗装処理 (450 K, 1800 s) において高強度にできるという特徴を持っている³⁾。しかしながら、アルミニウム合金板は鋼材に比べ機械的特性、特にプレス成形性が低いため、割れ発生等の問題があり、その改善が望まれている¹⁾⁻³⁾。

アルミニウム合金板の機械的特性の改善方法として、合金元素添加、加工熱処理が挙げられる。合金元素の多種化はリサイクル性の点で問題があり^{4), 5)}、加工熱処理による機械的特性の改善が望まれている。加工熱処理による機械的特性向上の研究では、Accumulative Roll Bonding 法⁶⁾、異周速圧延法⁷⁾ など、特殊な圧延加工法が注目されている。圧延された板材には、冷間圧延後に溶体化または焼なましが行われているが⁸⁾、長時間の熱処理によって圧延加工で微細化された組織が粗大化するという問題点がある。永田ら⁹⁾ は、組織の粗大化を避けるために誘導加熱を用いて数秒で焼なましを行い、数 μm の微細組織を持つ板材を得ている。

急速加熱として、素材に直接電流を流して素材をジュール発熱させる通電加熱もある。通電加熱は誘導加熱に比べ、装置が簡便・安価で、加熱効率が高い利点を持っている。通電加熱は熱処理としてまだまだ利用されておらず、熱処理された材料の機械的特性に及ぼす影響はまだ明らかにされていない。

本研究では、アルミニウム合金板の機械的特性を向上させるために、冷間圧延と通電加熱-水冷を用いた加工・通電熱処理法を開発した。冷間圧延された板材を通電加熱-水冷を用いて急速に熱処理することによって、結晶粒の粗大化を避けて微細結晶粒を維持した。本方法を 6061 アルミニウム合金板に適用し、結晶粒径、引張強さ、破断伸び、限界絞り比に及ぼす通電熱処理の影響を調べた。

2. 加工・通電熱処理法

2.1 現行法における組織粗大化の問題

Fig. 1 に現状の熱処理型アルミニウム合金板の製造工程を示す。アルミニウム合金の現行の製造は、(a) 铸造 → (b) 均質化 → (c) 熱間分塊圧延、熱間多段圧延 → (d) 冷間多段圧延 → (e) 溶体化処理 → (f) 時効処理の順で行われている。板材は (f) の時効処理において用途に応じた処理が行われるが、自動車パネル用板材では、プレス成形性のよい自然時効 (T4 処理) が行われている。熱処理型合金板は、冷

* 豊橋技術科学大学大学院 (〒441-8580 愛知県豊橋市天伯町雲雀丘 1-1)。Graduate School of Toyohashi University of Technology (1-1 Hibarigaoka, Tempaku-cho, Toyohashi-shi, Aichi 441-8580). E-mail: ishiguro@plast.tutse.tut.ac.jp

** 豊橋技術科学大学生産システム工学系 (豊橋市)。Department of Production Systems Engineering, Toyohashi University of Technology (1-1 Hibarigaoka, Tempaku-cho, Toyohashi-shi, Aichi 441-8580).

Fig. 1 Conventional production processes of heat treatable aluminum alloy sheet (T4).

Fig. 2 Application of present process to actual process of heat treatable aluminum alloy sheet.

間圧延後延性回復と合金元素固溶を目的として溶体化処理されるが、溶体化処理において高温に数分保持されるため、粒径が $30\ \mu\text{m}$ ほどに粗大化する¹⁰⁾。結晶粒の粗大化は成形性の低下、肌荒れの原因になるため、短時間の熱処理が望まれる。

2.2 通電熱処理による組織粗大化の抑制

通電加熱、誘導加熱は内部発熱を利用しており、短時間で板材内部までを高温に加熱することが可能である。通電で急速加熱されることによって、圧延で蓄積されたひずみは高温まで保持され、組織は一斉に微細に再結晶し、直後に水冷を行うことで、微細組織が維持されと考えられる。また、板材内部に析出物が微細に分布していれば、短時間の加熱でも合金元素の固溶が可能である。通電加熱は、**Fig. 2** に示すように通電ロール A と B の間に電流を流すことで、従来の製造プロセスに適用できる。

3. 実験方法

3.1 加工・通電熱処理方法

本研究では、**Fig. 1** に示す熱間多段圧延後のプロセスを溶体化処理→冷間多段圧延→通電加熱→水冷に変更した。**Fig. 3** に提案する加工熱処理プロセスを示す。試験片には、**Table 1** の組成を持つ市販の 6061 合金板（板厚 5 mm）を用いた。長さ 50×幅 50×厚さ 5 の形状の板材は、813 K、14.4 ks で溶体化され、直後にロール直径 75 mm、バレル長 150 mm の 2 段圧延機を用い、17 パスで総圧下率 90% の冷間圧延が行われた。なお、各パスにおける圧下量は板厚の 10% とした。

圧延後の試験片を長さ 470 mm に切断し、**Fig. 4** に示す装

Fig. 3 Present thermo-mechanical treatment after multi-hot rolling process.

Table 1 Chemical composition of 6061 aluminium alloy sheet used for experiment (mass%)

Si	Mg	Fe	Cu	Mn	Cr	Zn	Ti	Al
0.60	0.74	0.37	—	0.03	—	0.03	0.04	RE.

Fig. 4 Schematic illustration of heat treatment equipment using resistance heating.

置の電極に取付け通電加熱を行った。通電加熱温度 T で保持させず通電完了後 1 s 以内に水冷し、余熱による組織の粗大化と析出の進行を避けた。なお、急速加熱時の試験片温度を非接触式温度計で測定し、最高到達温度を加熱温度 T とし、300 (室温)~893 K の範囲で変化させた。実験では各工程を断続的に行っているが、実際には **Fig. 3** に示すような連続操業を想定している。

実験に使用した通電加熱装置では、長さ 470×幅 50×厚さ 0.5 の形状の試験片を昇温速度約 300 K/s で急速加熱することが可能であり、昇温速度はこれまでに報告されている誘導加熱⁹⁾ の 2 倍、連続焼なまし¹⁰⁾ の 10 倍ほどである。なお、電流密度はおおよそ $100\ \text{A}/\text{mm}^2$ であった。比較試料として、通電加熱材と同様に圧延された板材に O、T4、T6 処理を行った。O 処理は、あらかじめ 693 K に加熱した炉に 7.2 ks 保持した後、およそ 20 K/ks の冷却速度で炉冷した。T4 処理は、あらかじめ 813 K に加熱した炉に 7.2 ks 保持した後、炉取出し 3 s 以内に室温まで水冷し、その後室温に 259.2 ks 保持した。T6 処理は、T4 と同様の溶体化処理を行った直後に、あらかじめ 448 K に加熱された炉に 28.8 ks 保持し、その後水冷した。

3.2 組織観察および機械的特性評価方法

光学顕微鏡による組織観察、硬さ試験、引張試験、深絞り成形性試験を行って、加工・熱処理された板材の機械的特性を調べた。組織観察および硬さ試験は、板幅中央の圧延方向に平行な板厚縦断面の中央部にて行った。結晶粒径の評価は求積法を用いた。なお、試料が薄いため評価領域を一边0.2mmの正方形とした。なお、組織観察の腐食にはケラー液を用いた。硬さ測定はマイクロピッカース試験機を用い、試験荷重は1.962Nとした。引張試験片の形状は板幅10mm、平行部30mm、肩部半径20mmであり、圧延方向に対して0, 45, 90°の三方向に採取し、常温にて引張試験を行った。深絞り成形性試験では、パンチ径 $d_p=22.6$ mm、ダイス径 $d_d=24.0$ mmの試験器と厚さ $T_b=0.5$ mmの円形ブランクを用い、絞り比を1.7から開始し、0.05刻みで増加させた。

4. 実験結果および考察

4.1 組織微細化の効果

Fig. 5 に光学顕微鏡による組織観察結果を示す。(a) に示す従来 T4 熱処理材では、粒径がおおよそ $30\mu\text{m}$ ほどの圧延方向に伸びた組織が観察されるのに対し、(b) に示す加熱温度 $T=743\text{K}$ の試料では、粒径 $18\mu\text{m}$ ほどの組織が観察され

Fig. 5 Microphotographs of specimen of conventional and present treatment with $T=743\text{K}$.

た。本加工・通電熱処理によって微細組織が得られることが確認された。なお、 $T=743\text{K}$ 以下の試料では粒界を明瞭に露出できず、組織を観察できなかった。前述した永田ら⁹⁾の報告ほどの微細組織が得られなかった理由として、永田らは非熱処理型合金を対象としているのに対し、本法は熱処理型合金を対象としており、材種が異なるためと考えられる。

4.2 硬さの加熱温度 T による変化

Fig. 6 に通電加熱処理後のピッカース硬さの経時変化を示す。 $T=708\text{K}$ 以下では、硬さはほぼ一定であり、それ以上の $T=760, 813\text{K}$ では、通電熱処理後の時間経過に伴い硬さが増加した。これは、通電加熱時に析出物が再度溶体化され、通電熱処理後に自然時効が起きたと考えられる。硬さが通電熱処理後の時間経過とともに変化したため、比較的硬さが安定する通電熱処理後 259.2ks 経過した試料について、機械的特性の評価を行った。

Fig. 7 に加工・通電熱処理後 259.2ks 経過後のピッカース硬さの通電加熱温度 T による変化を示す。 $T=398\sim 708\text{K}$ では、加熱温度 T の上昇に伴う回復、再結晶によって硬さが低下した。 $T=708\text{K}$ 以上では加熱時の析出物の再溶体化とその後の 259.2ks の室温時効によって硬さが上昇したものと考えられる。特に $T=773\text{K}$ 以上で開発法の硬さは、83.3HV で、従来法 75.7HV に比べ約 10% 向上した。これは、短時間熱処理による結晶粒微細化のためと考えられる。 $T=708\sim 773\text{K}$ では硬さが加熱温度とともに 64HV から上昇し、773K 以上では約 83HV の一定の値になる現象の理由として、板材は冷

Fig. 6 Variation of hardness with time after heat treatment for various heating temperatures.

Fig. 7 Variation of hardness with heating temperature at 259.2ks after heat treatment.

Fig. 8 Variation of tensile strength and total elongation with heating temperature at 259.2 ks after heat treatment.

間圧延前に溶体化を受けており、冷間圧延によってひずみが導入され、析出が促進されるが、常温での時効であるため、析出物は十分微細に形成されていると思われる。微細析出物は短時間の加熱でも溶体化しやすいため、Al-Mg-Si 系合金の状態図¹¹⁾に対応し、 $T=708\text{ K}$ 以上で析出物の固溶量が増加し始め、 $T=773\text{ K}$ 以上で完全溶体化され、 $T=773\text{ K}$ を境に部分溶体化と完全溶体化が生じていると考えられる。通電熱処理は従来熱処理に比べ短時間に熱処理を終えるため、組織が極端に粗大化することがなく、微細組織溶体化材の創成が可能である。

4.3 引張試験結果の加熱温度 T による変化

Fig. 8 に引張強さ、破断伸びの加熱温度 T による変化を示す。ここで、破断伸びと引張強さは、圧延方向に対して 0° , 45° , 90° の平均値である。引張強さは、加熱温度 T の上昇に伴いビッカース硬さと同様の变化を示した。伸びは $T=653\text{ K}$ 付近から急激に増大し始め、 $T=713\text{ K}$ を超えると 20% 以上になり、 $T=753\text{ K}$ 以上で約 25% の一定値を示した。一般的な深絞り成形に必要な 20% 以上¹²⁾ の伸びを示す領域、すなわち $T=713\text{ K}$ 以上で、引張強さは T4 と同等の 280 MPa の値を示した。硬さと同様に 10% ほど引張強さが向上しなかった理由として、硬さと塑性ひずみ 0.08 における流動応力との間には強い相関があるが、硬さと引張強さの間では 1 対 1 の対応が必ずあるとはいえず、10% 硬さが向上すると、引張強さも 10% 向上するわけではない¹³⁾。本法も同様に 1 対 1 に対応しなかったものと考えられる。成形性の評価として n 値を測定した。 n 値は変形抵抗曲線を $\sigma = F\varepsilon^n$ で近似した場合の n の値で、塑性ひずみ 0.02 から試料がくびれる直前のひずみの間を評価した。

Fig. 9 に n 値の加熱温度 T による変化を示す。 n 値は加熱温度 T の上昇に伴い増加し、破断伸びと同様の变化を示した。 $T=753\text{ K}$ 以上では T4 処理材と同等の n 値を示した。板材の成形性指標である r 値も評価した。 r 値は加熱温度 T によって伸びが大きく変化したため、673 K までは 3%, 723 K までは 10%, 773 K 以上では 15% の一様伸びを与え評価した。

Fig. 10 に r 値の加熱温度 T による変化を示す。加熱温度

Fig. 9 Variation of n -value with heating temperature at 259.2 ks after heat treatment.

Fig. 10 Change in r -value with angle against rolling direction on various heating temperatures at 259.2 ks after heat treatment.

Fig. 11 Variation of r -value with heating temperature at 259.2 ks after heat treatment.

T が 693 K 未満の場合、圧延方向に対して 45° 方向の r 値が支配的であり、大きな面内異方性が存在する。 $T=693\text{ K}$ 以上では 45° 方向の値が小さくなり、各方向での大きな差がみられなくなった。

Fig. 11 に r 値の平均値である $\bar{r}$ を示す。温度の上昇とともに $\bar{r}$ は小さくなり、おおそ 673 K 以上で 0.6 の値を示した。この値は、同様に測定した T4, T6, O 処理材よりも 0.1 ほど

Fig. 12 Variation of Δr -value with heating temperature at 259.2 ks after heat treatment.

ど大きい。

Fig. 12 に r 値の異方性の大きさを表す Δr の加熱温度 T による変化を示す。加熱温度 $T=693\text{K}$ 付近以上では Δr の値が小さい負の一定の値を示している。再結晶によって面内で等方的な再結晶集合組織が形成されたものと考えられる。また、従来法では、 0° , 90° 方向の r 値が大きく Δr は正の値を持つが、本法適用板材は 45° 方向の r 値が大きく Δr は負の値を持つ。このことから、従来の加熱法と集合組織が異なると予想される。

4.4 深絞り成形性の加熱温度 T による変化

成形性評価として深絞り試験を行った。**Fig. 13** に限界絞り比の加熱温度 T による変化を示す。限界絞り比の値は、T6 処理材が 2.00, O 材および T4 材が 2.05 であった。それに対し、加熱温度 $T=753\sim 833\text{K}$ において、本法素材の限界絞り比は 2.10 であり、従来熱処理材に対し約 5% 深絞り特性が向上した。加熱温度 $T=753\sim 833\text{K}$ において、 n 値は同程度であるが r 値が大きいため成形性が向上したものと考えられる。なお、深絞り試験後のカップ形状に大きな変化がみられた。

Fig. 14 に加熱温度 $T=663\sim 893\text{K}$ の深絞り後のカップ形状の写真を示す。加熱温度 $T=663\text{K}$ では、圧延方向に対して 45° 方向に耳が大きく発達している。これは、先に述べた r 値の異方性、すなわち Δr 値の挙動とよく対応している。

5. 結 言

本研究では、アルミニウム合金板の機械的特性を向上させるために、微細結晶粒化を目的として、冷間圧延と通電加熱-水冷を組合せた加工・通電熱処理法を開発した。冷間圧延によって結晶粒を細かくし、通電加熱-水冷を用いた急速熱処理によって組織の粗大化を避け、微細結晶粒を維持した。本方法を熱処理型 6061 合金板に適用し、以下の結果を得た。

(1) 加熱温度 $T=743\text{K}$ 付近にて、粒径約 $18\mu\text{m}$ の微細組織を得ることができた。

(2) 加熱温度 $T=708\text{K}$ 以上に通電加熱された板材は溶体化され、その後自然時効硬化した。また、 $T=773\text{K}$ 以上で開発法の硬さは、従来法 75.7HV に比べ 83.3HV と約 10% 向上した。

(3) 加熱温度 $753\sim 833\text{K}$ において、硬さおよび引張強さは T4 に相当し、伸びは T4 および O 材に相当し、限界絞り比

Fig. 13 Variation of limiting drawing ratio with heating temperature at 259.2 ks after heat treatment.

Fig. 14 Photographs of drawn cups for different heating temperatures.

は T4, T6, O 材に比べて 5% 向上した。

なお、本研究では、従来材として炉加熱条件の T4 熱処理等と比較した。提案した通電熱処理が、ボディパネル用薄板材の T4 熱処理に通常適用されている焼なましプロセスに対して、どの程度優位性があるかは、今後検討する必要がある。

参 考 文 献

- 1) 稲葉 隆：神戸製鋼技報, **52-3** (2002), 79.
- 2) 桜井健夫：第 87 回塑性加工学講座「板材成形の基礎と応用」, (編集：企画委員会), 日本塑性加工学会, (2002), 99.
- 3) 佐賀 誠, 佐々木行雄, 菊池正男, 日比野旭, 松尾 守：軽金属, **53** (2003), 516.
- 4) 大西忠一：軽金属, **53** (2003), 454.
- 5) 堀田善治：軽金属, **53** (2003), 463.
- 6) Y. Saito, H. Utsunomiya, N. Tsuji, T. Sakai: Acta Mater., **47** (1999), 579.
- 7) 崔 祺, 大堀絃一：軽金属, **52** (2002), 185.
- 8) 宇野照生：アルミニウムの製品と製造技術, (編集：50 周年記念事業実行委員会出版部会), 軽金属学会, (2001), 220.
- 9) 永田公二：JRCM NEWS, No. 190 (2002), 1.
- 10) 馬場義雄, 土田 信：アルミニウムの再結晶と結晶粒度, 軽金属学会, (1981), 65.
- 11) アルミニウムの組織と性質, (編集：40 周年記念事業実行委員会記念出版部会), 軽金属学会, (1991), 278.
- 12) 最新塑性加工要覧, (「最新塑性加工要覧」第 2 版出版部会), 日本塑性加工学会, (2000), 272.
- 13) 中村雅勇, 戸澤康壽：塑性と加工, **16-175** (1975), 668.