極低温圧延した 3004, 5083 アルミニウム合金の室温での蓄積ひずみエネルギー量の変化

古井 光明*・沼田 裕介**・穴田 博*

Journal of Japan Institute of Light Metals, Vol. 54, No. 3 (2004), pp. 115-116

Change of stored strain energy at room temperature for 3004 and 5083 aluminum alloys rolled at cryogenic temperature

Mitsuaki FURUI*, Yuusuke NUMATA** and Hiroshi ANADA*

1. 緒 言

積層欠陥エネルギーが高いアルミニウムに対して、加工熱処理による組織制御・結晶粒微細化を行うには、変形に伴う動的回復を抑制し、転位等の格子欠陥として有効にひずみエネルギーを蓄積し得る極低温下での加工が有効である¹⁾。また、微細転位セル組織の形成により内部エネルギーが高い極低温変形した材料を焼なますと、室温変形した材料よりも低い温度で再結晶が始まり、多くの結晶核が生成されてより微細な再結晶組織となることが期待できる²⁾。一方、極低温圧延を施した材料を焼なましてより微細な再結晶組織を得るためには、焼なましを施すまでの間は材料温度を極低温域に保つことが望ましい。著者らは、液体窒素温度下で圧延を施した純アルミニウムおよび2元系アルミニウム合金は、604.8 ksの室温放置により、導入された蓄積ひずみエネルギーの量が20から70%も減少することを報告している³⁾。しかしながら、室温での時間経過に伴う蓄積ひずみエネルギーの放出量の変化は明らかにされていない。

本研究では、示差走査熱量測定から得られる蓄積ひずみエネルギーの放出量とともに硬さ測定により、極低温圧延直後から最長604.8 ksまでの室温における時間経過に伴う3004および5083アルミニウム合金の蓄積ひずみエネルギーの放出挙動を明らかにすることを目的としている。

2. 実験方法

供試材である3004および5083アルミニウム合金は、DC鋳造後に838 K、28.8 ksの均質化処理を施し、813 Kにて熱間圧延された厚さ10 mmの板材である。その出発材から圧延方向に垂直に切出した10×10×50 mmの棒状試料に対し、773 K、7.2 ksの焼なましを施した。焼なまし後の平均結晶粒径は両合金ともに約40 μmである。

圧延はロール径70 mmの二段圧延機により行った。圧延速度は0.18 m/s一定である。棒状試料を液体窒素中に3.6 ks浸漬して十分冷却し、さらに圧延1パスごとに液体窒素中に

180 s浸漬した。1パスあたりの圧下量は0.5 mm一定とし、累積の圧下率を90%とした。

室温での時間経過に伴う硬さの変化はビッカース硬度計を用いて測定した。圧下荷重は1.96 N、圧下時間は30 sであり、試料のL-LT面に圧跡を落とした。なお、極低温圧延直後の硬さはステンレス製の治具とともに試料を液体窒素に浸漬したまま測定した⁴⁾。

室温放置に伴う蓄積ひずみエネルギーの放出量は示差走査熱量測定(DSC)によって求めた。93 Kから573 Kまでの示差走査熱分析には液体窒素温度からの走査が可能なDSC装置を、573 Kから773 Kまでの示差走査熱分析は一般的なDSC装置を用いた。得られた発熱曲線とベースラインで囲まれた面積から蓄積ひずみエネルギーの放出量を算出した。いずれの場合も、試料重量は約15 mg、昇温速度は0.33 K/sとした。基準物質は十分な焼なましを施した同組成のアルミニウム合金とし、測定試料と同量の約15 mgを採用した。

3. 実験結果および考察

最長604.8 ksまでの経過時間に伴う3004および5083合金極低温圧延材の室温硬さの変化をFig. 1に示す。3004および5083合金の極低温圧延材は圧延直後から0.15 ksの間に急激に軟化し、それ以降はほぼ一定値に達する。圧延直後から604.8 ksまでの時間経過に伴う硬さの減少分を圧延直後の硬さで割った値、すなわち圧延直後から604.8 ksまでの軟化率は、3004合金は約41%、5083合金では約29%であった。この差は主要な合金元素であるMnとMgの転位固着力の違いとともに、両合金に含まれている合金添加元素(Mn, Mg)と不純物(Si, Fe, Cu, Cr, Zn, Ti)の総量の差(3004合金: 3.05 mass%, 5083合金: 5.79 mass%)によって生じているものと考えられる。著者らはまたMnとMgを含む2元系アルミニウム合金を用いた同様な調査からも、極低温圧延直後から604.8 ksの室温時間経過に伴う軟化率は、Al-Mg合金の方がAl-Mn合金よりも小さいことを明らかにしている³⁾。

圧延直後から604.8 ksまでの時間経過に伴う蓄積ひずみエ

* 富山大学工学部物質生命システム工学科 (〒930-8555 富山市五福3190)。Department of System Engineering of Materials and Life Science, Faculty of Engineering, Toyama University (3190 Gofuku, Toyama-shi, Toyama 930-8555). E-mail: furui@eng.toyama-u.ac.jp

** 富山大学工学部学生 (富山市)。Student, Faculty of Engineering, Toyama University (Toyama-shi).

受理日: 平成15年11月4日

Fig. 1 Variations of room temperature hardness of 3004 and 5083 aluminum alloys rolled at liquid nitrogen temperature with passing time from just after rolling to 604.8 ks.

Fig. 2 Relation between release amount of stored strain energy and passing time from just after rolling to 604.8 ks for 3004 and 5083 aluminum alloys rolled at liquid nitrogen temperature.

エネルギーの放出量の変化を **Fig. 2** に示す。3004 および 5083 合金の蓄積ひずみエネルギーの放出量はともに圧延直後から 0.15 ks の間に急激に減少し、**Fig. 1** にて示した室温硬さの変化とほぼ対応する。すなわち、硬さによって室温での時間経過に伴う蓄積ひずみエネルギーの放出挙動を定性的に説明できると考えられる。3004 合金の方が 5083 合金よりも蓄積ひずみエネルギーの放出量の減少割合が大きい。

極低温圧延直後および室温にて 604.8 ks 経過した両合金を、DSC 装置内にて 93 K から 773 K まで 0.33 K/s の昇温速度で加熱した後の再結晶組織を **Fig. 3** に示す。得られる平均結晶粒径は極低温圧延直後の方が 604.8 ks 経過後よりも小さい。このことは、604.8 ks の室温経過によって極低温下で導入されたひずみエネルギーが減少し、再結晶の駆動力が低下したものと考えられる。また、5083 合金の方が 3004 合金よりも再結晶粒が微細になるのは、先の軟化率や蓄積ひずみエネルギーの放出量の減少割合から説明できる。同様な傾向は、50% の累積断面減少率を与えた 3004 および 5083 合金極低温・異方向圧延材を DSC 装置内にて 773 K まで加熱した試料においても確認されている⁵⁾。

Fig. 3 Optical micrographs of 3004 and 5083 aluminum alloys rolled at liquid nitrogen temperature with heating up from 93 K to 773 K at 0.33 K/s by DSC.

4. 結 言

極低温圧延直後から 604.8 ks までの室温における時間経過に伴う 3004 および 5083 アルミニウム合金の蓄積ひずみエネルギーの放出挙動を示差走査熱量測定と硬さ測定を用いて調査した。得られた結果を以下に列記する。

(1) 3004 および 5083 合金極低温圧延材の室温硬さは、圧延直後から 0.15 ks の間に急激に軟化し、それ以降はほぼ一定値に達する。圧延直後から 604.8 ks までの軟化率は、3004 合金は約 41%、5083 合金では約 29% であった。

(2) 3004 および 5083 合金極低温圧延材の蓄積ひずみエネルギーの放出量は圧延直後から 0.15 ks の間に急激に減少し、室温硬さの変化とほぼ対応する。すなわち、硬さによって蓄積ひずみエネルギーの放出を定性的に説明できると考えられる。3004 合金の方が 5083 合金よりも蓄積ひずみエネルギーの放出量の減少割合が大きい。

(3) DSC 装置内にて 773 K まで加熱して得られる平均結晶粒径は、極低温圧延直後の方が 604.8 ks 経過後よりも小さい。また、5083 合金の方が 3004 合金よりも再結晶粒が微細になった。

参 考 文 献

- 1) 小林 勝：極低温金属加工：日刊工業新聞社、(1998)、77.
- 2) スーパーメタルの先導研究 第2編 大形素材 (アルミニウム系)、(財)金属系材料研究開発センター、(1997)、90.
- 3) 古井光明、川上貴之、佐治重興：軽金属、**51** (2001)、664.
- 4) 古井光明、川上貴之、佐治重興、箕田 正、江崎宏樹、田中宏樹、吉田英雄：軽金属、**52** (2002)、341.
- 5) 古井光明、能口美智代、佐治重興：軽金属、**49** (1999)、211.