波状ロール成形を施した Al-0.73%Mg-0.38%Si 合金の集合組織

畑 由子*・福本 信次**・山本 厚之**

Journal of Japan Institute of Light Metals, Vol. 59, No. 10 (2009), pp. 537-541

Texture induced in wavy roll-formed Al-0.73%Mg-0.38%Si alloy

Yuuko HATA*, Shinji FUKUMOTO** and Atsushi YAMAMOTO**

Randomization of texture in Al-0.73Mg-0.38%Si alloy has been attempted by applying the wavy roll-forming method. Rolls having a wavy-shaped surface with about 8 mm in wavelength and 3 mm in amplitude were used. Specimens were solution heat treated at 813 K for 10.8 ks. The specimen was heated at 623 K for 180 s, and then immediately wavy roll-formed. The specimen was heated again and wavy roll-formed with rotating at 90° in plane. This process was repeated 8 times, then the specimen was flattened using conventional flat rolls. Wavy roll-formed specimen at room temperature was also prepared. The roll-formed specimens were annealed and then cold-rolled at room temperature and finally annealed at 773 K for 1.8 ks. For comparison, conventional flat rolled specimens were also prepared at 623 K or room temperature. Textures formed in the specimens were analyzed by electron backscattered diffraction measurements. Grain sizes formed in the warm wavy roll-formed specimen was coarser than that in the warm rolled specimen in final annealing after cold rolling. However, grain refining was accompanied with randomization of texture in the specimen wavy roll-formed at room temperature.

(Received May 21, 2008 Accepted June 19, 2009)

Keywords: aluminum alloy, 6061, texture, deformation, recrystallization

1. 緒 言

結晶粒を微細にすることで機械的特性が向上することは一般に知られており、これまでも多数の報告がある。代表的な手法として、ECAP (Equal-Channel Angular Pressing)¹⁾により強加工を施す手法、異周速圧延により剪断変形を与える手法²⁾、熱間圧延条件および添加元素調整などの冶金学的手法³⁾、などが挙げられる。これら手法にはそれぞれ長所と欠点がある。ECAP法によればサブミクロンの微細粒組織が得られるが、連続的な工程への応用に難点がある。異周速圧延は、実用の連続的工程への適用は容易であるが、その後の熱処理で粗大化しやすい²⁾。

機械的特性を論じる際に、一方で重要なのは集合組織である。成形法によって有利な集合組織がある。しかし一般に異方性を軽減するためにはランダムな集合組織が望ましい。前述の手法では、1050 アルミニウムに ECAP を施すと、ランダム化が進むと報告されている⁴⁾。しかし 6061 合金では、〈111〉//ND 集合組織が形成されるという報告もある⁵⁾。異周速圧延を施した 6111 合金では、{001}〈110〉集合組織が形成される⁶⁾。冶金学的手法では、熱間圧延による集合組織が形成されると考えられる。

微細化のためには、強加工が必要であり、ECAP は別として、異周速圧延および通常の圧延では板厚減少率に上限がある。著者らは、前報において、板厚減少を抑制して強加工を施す手法として「波状ロール成形法」を提案した⁷⁾。そこで

用いた試料は、軽金属学会研究委員会「中強度アルミニウム合金の材料物性部会」の共通試料の中の標準的な Al-0.73%Mg-0.38%Si 合金であり、予備的な研究結果について述べた。しかし、標準的な Al-0.73%Mg-0.38%Si 合金では結晶粒の微細化があまり進まなかった。また上で述べた冶金学的手法では、微細化のために Cr, Zr を添加している³⁾。同部会の試料にも、Cr を添加した合金があり、本研究では、この合金について、前報で求めた波状ロール成形の条件を適用し、結晶粒の微細化、集合組織のランダム化を試みた結果について述べる。

2. 実験手法

用いた試料の化学組成を Table 1 に示す。概略、Al-0.4%Mg₂Si 合金である。板厚は 2.0 mm であり、50 mm×50 mm に切断したものを供試材とした。

波状ロール成形のために作製したロールを Fig. 1 に示す。このロールは前報⁷⁾で用いたものと同じであり、有効長さ約 150 mm、直径約 50 mm で、表面は、間隔 8 mm、深さ 3 mm の波状に加工したものである。試料の熱処理条件および加工

Table 1 Chemical composition of the specimen (mass%)

Si	Fe	Cu	Mg	Cr	Al
0.38	0.01	0.33	0.73	0.20	Bal.

* 兵庫県立大学大学院工学研究科院生 (〒671-2201 兵庫県姫路市書写 2167)。Graduate Student, University of Hyogo (2167 Shosha, Himeji-shi, Hyogo 671-2201).

** 兵庫県立大学大学院工学研究科物質系工学専攻 (姫路市)。Graduate School of Engineering, University of Hyogo (Himeji-shi, Hyogo).

工程についても前報⁷⁾と同様とした。基本的な工程は **Fig. 2** に示した。図中、A~B の工程が波状ロール成形である。623 K で成形する「温間波状ロール成形」に加えて、本研究では、「室温波状ロール成形」および、通常の平坦ロールを用いた「温間圧延」、「室温圧延」の4種類の成形加工を行った。

813 K で 10.8 ks 保持後、水冷した溶体化処理材を出発材料とした。温間波状ロール成形の際には、試料を 623 K で 180 s 加熱後、ただちに波状ロールで成形した。ロールは加熱されていないため、1 パスごとに加熱を繰り返した。また、1 パスごとに試料を 90° 回転させて波の方向を変えた。このような加熱-成形を 8 回繰り返した。

室温波状ロール成形では、室温で 1 パスごとに試料を回転して、8 パスのロール成形を行った。

上記2種類の波状ロール成形材については、平坦な形状にするために、温間波状ロール成形材では 623 K、室温波状ロール成形材では室温で、平坦ロール圧延により軽圧下を施した。**Fig. 2** 中 C で示した段階であり、ここでの板厚は約 1.6 mm であった。

温間圧延の際の試料加熱は、温間波状ロール成形と同じ 623 K、180 s とし、やはり 1 パスごとに試料を回転して 8 パスの圧延を施した。また室温圧延では、室温で 1 パスごとに試料を回転して、8 パスの圧延を施した。温間圧延または室温圧延後の試料の板厚は約 1.7 mm であり、上記波状ロール成形後、軽圧下を施した試料の板厚とほぼ同じである。

Fig. 2 中、C 以降の工程は、4 種類の試料いずれについても同じである。723 K で 1.8 ks の焼なましは、再結晶組織を得るための熱処理である。D~E 間の冷間圧延、および E~F 間の焼なましは、波状ロール成形で得られた微細組織の安定性を

調べるための工程である。冷間圧延後の板厚は、約 0.5 mm にそろえた。

試料の微細組織については、主として走査電子顕微鏡 (SEM) 付属の後方散乱電子回折 (EBSP) 測定装置を用いて観察/解析を行った。測定装置および測定ソフト、解析ソフトはいずれも TSL 社製のものであり、OIM DC ver. 3.5 および OIM Ver. 4 を用いた。結晶粒径についても OIM Ver. 4 の Grain Size (diameter) により解析した。

EBSP 用試料については、通常のバフ研磨を施した後、過塩素酸:エタノール=1:8 溶液を用いて、電解電圧 10 V、室温で電解研磨を施した。EBSP 測定の際の観察面は圧延面に平行な面であり、板の表面付近を見ている。逆極点図 (Inverse Pole Figure: IPF) マップ、および Image Quality (IQ) マップは、圧延面に垂直な方向 (ND) についてのものである。

また一部の試料については、透過型電子顕微鏡 (TEM) を用いて組織観察を行った。

3. 結果および考察

3.1 溶体化材

溶体化材の組織および極点図を **Fig. 3** に示す。(a) の IPF マップ中、黒線は粒界の方位差が 15° 以上の粒界を示し、白線は 15° 未満の小角粒界を示している。IQ マップ (b) は、試料中のひずみの分布を間接的に示すものであり、焼なまし状態では明るいコントラストとなる。粒径はおおよそ 100~300 μm である。IPF マップ (a) では、結晶配向は比較的ランダムに見える。一方、測定領域内の結晶粒の数が少ないが、(001) 極点図 (c) には、立方体方位の集積が見られる。(011) 極点図 (d) にも同様に弱い立方体方位の集積がある。極点図 (c)、(d) および、これ以降に示す極点図の強度レベルはすべて (d) 中の挿入図として示したレベルにそろえた。

3.2 ロール成形後焼なまし材

温間波状ロール成形、温間圧延、室温波状ロール成形、室温圧延の4種の加工後、723 K、1.8 ks の焼なましを施した試料の組織を **Fig. 4** に示す。波状ロール成形材については、軽圧下後の焼なましとなる。IPF マップおよび IQ マップは、像の倍率をそろえて示すため、一部トリミングしている。極点図はトリミングされた部分も含んでいる。

温間波状ロール成形を施した試料の IPF マップ (a)、および温間圧延を施した試料の IPF マップ (d) には、白線で示された小角粒界が多数観察される。大角粒界で囲まれた結晶粒の大きさはおよそ 150~250 μm であり、溶体化材とほぼ同じである。

Fig. 1 Wavy roll-forming machine and sizes of wavy rolls.

Fig. 2 Schematic illustration showing the wavy roll-forming process.

Fig. 3 Microstructures observed in the solution heat treated specimen. IPF map and IQ map, (a) and (b) respectively. Pole figures corresponding to the IPF map: (c) and (d).

それらに対応する IQ マップ (b), (e) のコントラストは、溶体化材 (Fig. 3(b)) と比較すると暗い。また、図中に矢印で示したように一部に明るいコントラストの粒が見られる。これらは再結晶粒と考えられ、(b), (e) とともに、試料が再結晶の初期状態にあることを示している。再結晶粒は、温間圧延材 (e) よりも、温間波状ロール成形材 (b) の方に多く見ら

Fig. 5 Pole plots for (001) intensities accumulated with $0 \leq \theta < 360^\circ$ in the pole figures on the annealed specimens after warm wavy roll-forming, warm-rolling, cold wavy roll-forming and cold-rolling, (a), (b), (c) and (d), respectively.

Fig. 4 Microstructures and textures formed by four kinds of deformation followed by annealing. (a), (b), (c): wavy roll-formed at 623K, (d), (e), (f): flat-rolled at 623K, (g), (h), (i): wavy roll-formed at R.T., (j), (k), (l): flat-rolled at R.T.

Fig. 6 Microstructures and textures formed by final annealing after cold-rolling in four kinds of specimens suffered from warm wavy roll-forming; (a), (b), (c), warm rolling; (d), (e), (f), cold wavy roll-forming; (g), (h), (i), and cold rolling; (j), (k), (l).

れる。平坦ロールによる温間圧延よりも、温間波状ロール成形材の方が再結晶しやすいことが示されている。これら両試料の板厚減少はほぼ同じであるが、波状ロール成形の方が蓄積されるひずみが多く、再結晶が生じやすいためと考えられる。

Fig. 4(g), (h) に、室温波状ロール成形を施した試料の IPF マップおよび IQ マップを示す。温間波状ロール成形材 (a) および温間圧延材 (d) では、溶体化材の結晶粒が残っていた。室温波状ロール成形材 (g) ではそのような粒は観察されず、およそ $30\sim 100\mu\text{m}$ の結晶粒組織となったが、 $300\mu\text{m}$ 程度の結晶粒も混在した状態である。IPF マップ (g) 中にサブグレインが少なく、IQ マップ (h) では、ほぼすべての結晶粒のコントラストが明るい。再結晶が終了した状態である。粗大な粒は粒成長により形成されたものと考えられる。また Fig. 4(j), (k) に室温圧延した試料の IPF マップおよび IQ マップを示す。室温波状ロール成形と同様に、溶体化材の結晶粒は残っておらず、ほぼ再結晶した状態である。結晶粒径はおよそ $80\sim 320\mu\text{m}$ で、室温波状ロール成形材よりも粗大な粒が含まれる。

温間圧延よりも温間波状ロール成形の方が、ひずみが蓄積しやすいことを上に述べたが、8パスのロール成形の間の8回の昇温中に回復が生じ、全面に再結晶を生じるほどのひずみは蓄積されないと考えられる。これに対して、室温波状ロール成形では、成形中にひずみは解放されず、十分にひずみを蓄積した状態で焼なましされたため、再結晶が生じたと考えられる。

Fig. 4(c), (f), (i), (l) に示した極点図を比較すると、溶体化材 (Fig. 3(c)) に比べて、いずれの試料でも立方体方位がランダム化されている。しかし、温間圧延材 (f) よりも、温間波状ロール成形材 (c) の方がよりランダムであり、室温圧延材よりも室温波状ロール材 (i) の方がさらにランダム化が顕著である。また、Fig. 4(c), (f), (i), (l) に対応する Pole Plot を Fig. 5(a), (b), (c), (d) にそれぞれ示す。ここでは (001) 極点図上の X 軸方向を α 角とし、円周方向を β 角として $0\leq\beta\leq 360^\circ$ の範囲の (001) 累積強度を α に対してプロットした Pole Plot を示した。(a) に示した温間波状ロール成形材および (d) に示した室温圧延材では、 0° および 90° 付近に強度のやや高い部分が見られる。この傾向は温間圧延材 (b) において顕著である。(c) に示した室温波状ロール成形材では、ほぼフラットな分布となった。これらのことから、集合組織ランダム化には、室温波状ロール成形 (c) が有効であることが示された。

3.3 冷間圧延後焼なまし材

冷間圧延の後、773K, 1.8ks の焼なましを施した試料の微細組織を Fig. 6 に示す。いずれの試料においても再結晶は終了している。温間波状ロール成形材 ((a), (b)) では $20\sim 100\mu\text{m}$ の結晶粒となった。これに対して、温間圧延材 ((d), (e)) では $25\sim 80\mu\text{m}$ 、室温波状ロール成形材 ((g), (h)) では、 $15\sim 75\mu\text{m}$ 、室温圧延材 ((j), (k)) では、 $30\sim 145\mu\text{m}$ 程度の結晶粒の組織となった。

冷間圧延の前の組織は、Fig. 4 に示した通りであり、温間波状ロール成形材は温間圧延材よりも多くのひずみを蓄積した状態と考えられる。さらに冷間圧延でひずみを加えた結果、焼なましの早い時期に再結晶が終了し、その後粒成長が起

こったのではないかと考えられる。他方、室温波状ロール成形材においては、再結晶組織に冷間加工を施して、焼なまされた状態であり、通常の加工→焼なましによる再結晶組織である。粒径が比較的そろっているのは、冷間加工前の粗大粒は変形を被りやすいためと考えられる。また室温圧延材も室温波状ロール成形材と同様であるが、粒径は室温圧延材のほうが粗大である。

冷間圧延の前の集合組織は、Fig. 4 に示したように、温間波状ロール成形材および温間圧延材については、弱い立方体方位が見られ、室温波状ロール成形材および室温圧延材ではほぼランダムな結晶配向となっていた。前2者については、溶体化処理後の結晶粒が残存した状態であるためと考えられる。これら試料について最終焼なまし後の集合組織が Fig. 6(c), (f), (i), (l) である。これらを比較すると、少し室温波状ロール材 (i) でランダム化が進んでいるように見える。これらのことから、本研究で用いたアルミニウム合金において、集合組織をいったんランダム化すれば、冷間圧延では立方体方位には戻らないことが示された。

また、前報⁷⁾で Cr を微量しか含んでいない Al-Mg-Si 系合金についての予備の結果を述べた。本研究で用いた実験方法とパス回数は異なるが、最終焼なまし後の組織では、集合組織ランダム化は達成できたが、結晶粒は粗大であり、およそ $50\sim 200\mu\text{m}$ 程度であった。本研究では、Fig. 6 に示したように、 $100\mu\text{m}$ 以下であり、波状ロール成形により、集合組織のランダム化とともに微細粒化を図るためには、Cr 添加が有効であると考えられる。

冷間圧延のみでも焼なまし条件によって組織の微細化が生じることは推測できるが、ここで用いた焼なまし温度 773K では、Cube 方位が優勢になるという報告もある⁸⁾。冷間圧延→焼なまし工程による集合組織変化については、今後の課題としたい。

3.4 TEM 観察

温間波状ロール成形では、温間圧延に比較して、ひずみが蓄積されやすいことを述べた。これは Fig. 4 の (b) および (e) に示した IQ マップのコントラストを比較すると、(b) の方が暗いことからの推測であった。そこで、これを確認するために TEM 観察を行った。また SEM では観察できない微細な析出物の状態を調べるために、TEM 観察を行った。その結果を Fig. 7 に示す。

Fig. 7(a) は温間波状ロール成形材である。回折条件が合った部分に転位が多数見られる。また、矢印 A で示したように、等厚干渉縞に囲まれた比較的転位密度の低い部分が見られ、ごく初期の再結晶粒と考えられる。矢印 B で示したように、微細な析出物も多数観察される。一方、(b) に示した温間圧延材では、観察場所によって多少異なるが全体的に、C で示したように比較的転位密度が低く、粗大なサブグレインが観察された。矢印 D で示したのは析出物であるが、(a) 中の析出物と比較すると、粗大で数密度が低い。温間波状ロール成形材の方が転位密度およびサブグレインが多く、析出サイトが多いために、微細に多数析出したと考えられる。また、波状ロール成形では実質的な変形量が大きく、そのためひずみが多く蓄積された組織状態になったと考えられる。これについては、後述する。

また別途、SEM-EDX で析出物の元素分析を行った結果、

Fig. 7 Microstructures observed in the specimens deformed by warm wavy roll-forming and warm rolling followed by annealing, (a) and (b), respectively.

上記いずれの試料においても、分析可能な大きさの析出物からは、Mg と Si が検出された。安定相の Mg_2Si と考えられる。ここで用いた試料には、Cr が添加されており、分散相が形成されているはずであるが、SEM-EDX 分析の空間分解能上、検出されなかったのではないかと考えられる。

3.5 波状ロール成形による変形

前報⁷⁾でも述べたが、波状ロール成形は単純な曲げ変形ではなく、試料は、成形中に伸縮を繰り返していると考えられる。Fig. 8 に波状ロールと試料を、縮尺をそろえて示した。これは1パス目の加工途中の状態であり、試料がロールに密着する前の状況である。このときの応力状態は図中1で示したように、せん断応力 τ_{xy} と引張応力 σ_x であろうと考えられる。図が繁雑になるので偶力は示していない。2パス目では波の方向が 90° 変わるため、2に示したように σ_z と τ_{zy} となる。3, 4はそれぞれ1, 2と逆向きの応力状態であり5パス目で1に戻る。以上は Fig. 8 中に示した座標軸の原点が試料中の同一箇所にある場合についての考察であるが、実際には原点がずれるためさらに複雑にせん断変形と伸縮を繰り返すと考えられる。集合組織がランダムになるのは、この結果ではないかと考えられる。蓄積されるひずみが多いのは、前述のように伸

Fig. 8 Schematic illustration of deformation for wavy roll-forming.

縮が繰り返されることによる。

4. 結 言

Cr を含む Al-0.73%Mg-0.38%Si 合金に「温間波状ロール成形」、「室温波状ロール成形」、「温間圧延」および「室温圧延」の4種の成形加工を施し、形成される微細組織を比較検討した。得られた主な結果は以下のとおりである。

(1) 4種の成形後、焼なましした試料では、室温波状ロール成形材および室温圧延で、再結晶が終了していた。温間波状ロール成形材および温間圧延材では、再結晶初期の状態であった。

(2) その後、冷間圧延、焼なましを施した結果、いずれの試料でも再結晶終了状態となった。冷間波状ロール成形材が、結晶粒はもっとも微細で、集合組織のランダム化は顕著であった。

(3) 温間波状ロール成形材の再結晶集合組織は温間圧延材と比べてランダムだが、結晶粒は必ずしも微細ではなかった。しかし、これらや室温圧延材と比較して、室温波状ロール成形材は、集合組織がランダムで、かつ結晶粒が微細になった。

(4) 温間波状ロール成形で形成される転位組織は、温間圧延によるものと比較すると、微細であった。析出物も微細であり、数密度も高いことがわかった。よってひずみの蓄積に有効で、最適条件の選択により集合組織のランダム化と結晶粒微細化の両立に有効と考えられる。

参 考 文 献

- 堀田善治：軽金属, **53** (2003), 463-468.
- 崔 祺, 大堀紘一：軽金属, **52** (2002), 185-189.
- 趙 丕植, 小林達由樹, 土田孝之：軽金属, **58** (2008), 151-156.
- 崔 祺, 大堀紘一：軽金属, **49** (1999), 155-160.
- J. Qin, D. I. Zhang and G. Zhang: Mater. Sci. Eng. A, **408** (2005), 79-84.
- S. B. Kang, B. K. Min and H. W. Kim: Metall. Mater. Trans. A, **36A** (2005), 3142-3149.
- 山本厚之, 塚原祐一郎, 福本信次：軽金属, **58** (2008), 194-198.
- 松本克史, 杉崎康昭：神戸製鋼技報, **54-3**, (2004), 47-50.