Al-Mg-Si 系合金の伸びフランジ性に及ぼす製造条件の影響

櫻井 健夫*・松元 和秀**
小松 伸也***・河野 紀雄****

Journal of Japan Institute of Light Metals, Vol. 60, No. 1 (2010), pp. 2-6

Influence of process condition on stretch flange-ability of Al-Mg-Si alloys

Takeo SAKURAI*, Kazuhide MATSUMOTO**
Shin-ya KOMATSU*** and Norio KONO****

Hole expanding limit, λ , measured as an index of stretch flange-ability of 6022 aluminum alloy was severely decreased by slow cooling (forced air: 10 K/s) after solutionizing at 823 K for 15 s, in 0.5% Cu added Al-0.6%Mg-0.9%Si alloy sheet which ingot was homogenized at a high temperature, 823 K. Whereas by fast cooling (water quenching: 500 K/s), 1.5 mm thick sheets of both alloys showed the λ higher than 50%. Influences of homogenizing temperature and cooling rate after solution treatment on the λ were investigated by semi-quantitative metallography. Ingot homogenization at higher temperature decreases amount of Mg-Si precipitates and increases solute concentration. Judging from measured conductivity (IACS%), almost all of added Cu seems to remain in solid solution. Even after hot rolling, cold rolling, solution treatment and T4 treatment for more than 600 ks at room temperature, IACS% of the T4 sheets was in nearly same order as ingots. The severe decrease of the λ in the Cu added alloy sheets homogenized at 823 K and slowly cooled after solution treatment will be explained by coarse Si precipitates on grain boundaries formed during the slow cooling. The Cu addition and high homogenization temperature will lead to a high degree of solute supersaturation and elevate temperature for precipitation starting. Region of high dislocation density was observed nearby the coarse Si precipitates by transmission electron microscopy after the hole expanding test.

(Received March 3, 2009 Accepted September 7, 2009)

Keywords: hole expanding limit, Al-Mg-Si alloy, homogenization temperature, solution treatment, cooling rate

1. 緒 言

近年、環境保護対策の一つとして、自動車のCO₂排出量の低減が世界的に進められており、自動車メーカーでは、その対応のため、車両の軽量化技術の開発が進んでいる。

軽量化の手段として鋼板の代替に軽量素材であるアルミニウム合金板材が注目され、車体外板を中心に使用が拡大している。2008年現在、実用化されている部品としては、フードが主流となっており、そのほかにはトランクリッド、ドアなど外板部品がある。これら外板部品の板材成形には、絞り成形や張出成形あるいは曲げ加工とともに伸びフランジ成形が適用される。アルミニウム合金板材は、鋼板と比べ素材強度や伸びが小さいために、成形性が劣る。これまで伸びフランジ性に影響する因子として、素材の伸びやn値（加工硬化指数）等の材料特性やせん断加工等の前処理条件が報告されてきた^{1)~3)}。一方、Al-Mg-Si系合金については、主合金元素であるMgとSiや微量添加したCu, Mn, 不可避不純物のFe等を含む晶出物や析出物が素材強度や成形性に影響することが報告されており^{4)~6)}、成形性の向上には、製造工程中の晶出

物や析出物の挙動の把握が重要である。前報⁷⁾では均質化处理時に生成する第二相粒子と時効硬化挙動の関係について調査したが、成形性（伸びフランジ性）への影響は調査していない。また、伸びフランジ性に及ぼす製造工程中の晶出物や析出物の挙動についての詳細な研究は少ない。

本研究では、主として添加元素（Cu添加, Si過剰）や製造条件（均質化处理温度, 溶体化処理後の冷却条件）により変化させた各種の析出物がAl-Mg-Si系合金の伸びフランジ性に及ぼす影響を詳細に調査した。

2. 実験方法

Table 1は、本研究に供した材料の化学成分とMgとSiの完全固溶温度（ T_{CD} ）の計算値⁸⁾を示す。ベース合金はAA6022の成分範囲内のAl-0.6mass%Mg-0.9mass%Si合金とし、これに0.5mass%Cuを添加した合金の2種類を供試材とした。これらを溶製後、厚さ50mmの鋳塊の両面を面削して厚さ45mmとして、723, 773, 823 Kの3温度で7.2ks均質化处理した後、ただちに熱間圧延（終了温度623~523 K）して厚さ5.0mmとした。さらに常温で冷間圧延により厚さ1.5mm

* (株)神戸製鋼所真岡製造所アルミ板研究部材料加工研究室（〒321-4367 栃木県真岡市鬼怒ヶ丘15）。Aluminum Sheets Research Section, Moka Plant, KOBE STEEL, LTD. (15 Kinugaoka, Moka-shi, Tochigi 321-4367).

** (株)神戸製鋼所真岡製造所技術部品保証室（真岡市）。Technical Control Department, Moka Plant, KOBE STEEL, LTD. (Moka-shi, Tochigi).

*** 関西大学化学生命工学部（吹田市）。Faculty of Chemistry, Materials and Bioengineering, Kansai University (Suita-shi, Osaka).

**** 千葉工業大学工学部（習志野市）。Faculty of Engineering, Chiba Institute of Technology (Narashino-shi, Chiba).

の板を製作した。溶体化処理にはソルトバスを用い、823Kで15s保持し、冷却速度500K/s(水冷)または10K/s(工業用電動大型ファンによる空冷：以後強制空冷)で焼入れた。その後600ks以上自然時効してT4処理とした。

各供試材から、圧延方向に直角(LT方向)にJIS5号試験片を採取し、初期ひずみ速度 1×10^{-3} /sで引張試験を行った。

各供試材の均質化処理後水冷した鋳塊組織およびT4処理板材の組織を光学顕微鏡で観察した。T4処理板材の第二相粒子のサイズと分布密度を走査電子顕微鏡(SEM)で測定し、透過電子顕微鏡(TEM)で板材中の組織を観察した。各供試材の固溶および析出状態を推定するため、均質化処理後の鋳塊およびT4処理板材につきシングマテスタを用いて導電率(IACS%)を測定した。

100mm×100mmに切出したサンプルの中央部に $\phi 10$ mmの穴を打抜き(パンチ径 $\phi 10$ mm, ダイス径 $\phi 10.2$ mm), 穴拡げ試験(n=3)を行い, 伸びフランジ性を評価した。Fig. 1に示す工具を用い, 自動車外板に用いられる一般の防錆洗浄油(摩擦係数 μ 約0.13)をサンプル両面に塗布し, しわ押え力は98kN, パンチ速度は10mm/sとした。この方法は, 薄鋼板成形技術研究会 材料評価WGによる⁹⁾。穴縁で板厚を貫通する亀裂が発生した時点限界穴拡がりとし, そのときの

Table 1 Chemical composition and T_{CD} of alloys (mass%)

	Si	Fe	Cu	Mg	Ti	T_{CD}^{**}
0% Cu	0.92	0.15	N.A.*	0.63	0.02	816K
0.5% Cu	0.92	0.15	0.48	0.65	0.02	820K

*: Not Analyzed

** $T_{CD}/K = (1.06 \pm 0.01) \times 10^4 / (12.1 \pm 0.2 - \ln [\{Mg\}^{1.73}\{Si\}])^{(8)}$

Fig. 1 Tool dimension of hole expanding test.

Fig. 2 Effects of homogenization temperature and quenching rate on yield strength and hole expanding limit after T4 treatment. (a) 0% Cu, (b) 0.5% Cu.

穴径を d , 初期穴径を d_0 として, (1)式により限界穴拡げ率 λ を算出し, この数値を伸びフランジ性の評価指標とした。

$$\lambda = [(d - d_0) / d_0] \times 100 (\%) \quad (1)$$

なお, d および d_0 はそれぞれ圧延方向に対し平行および直角方向の穴径をノギスにより測定して λ を求めこれらを平均したものである。

穴拡げ試験を行った後, 各供試材の破断面をSEMで観察し, また, 穴拡げ試験前後の組織をTEMで観察した。さらに, 試験後の断面の硬さ分布を付加荷重100g, 保持時間20sとし, マイクロビッカース硬さ計で測定した。

3. 結果

3.1 限界穴拡げ率に及ぼすCu添加と製造条件の影響

T4処理板材の耐力と限界穴拡げ率(λ)に及ぼすCu添加と製造条件(均質化処理温度と溶体化処理後の冷却速度)の影響をFig. 2に示す。Cu無添加合金は, 均質化処理温度の上昇とともに素材耐力は増加したが, λ にはほとんど影響がなかった。また, 焼入れ速度の差による素材耐力の変化は, 水冷材(約500K/s)に比べ徐冷の強制空冷材(約10K/s)では10~15MPa低下した。水冷材の λ は強制空冷材のものより3~5%高く, 均質化処理温度の上昇とともに約3%低下するが, いずれも50%前後である。Cu無添加合金と同様にCu添加合金の素材耐力は最大約40MPa増大したが, 水冷材の方が強制空冷材より最大約15MPa高い。一方, Cu添加合金の水冷材の λ は, 均質化処理温度の上昇とともにわずかに増加し, 全範囲で50%以上である。ところが強制空冷材では, 773Kまでの均質化処理温度でも約10%水冷材より低く, 特に823K均質化処理材では水冷材より約30%も低い28%まで低下している。

3.2 組織観察および導電率測定

均質化処理温度を変えたときの鋳塊の光学顕微鏡組織は, 前報⁷⁾同様, 均質化処理温度の上昇とともに第二相粒子の析出量が減少していた。723~773Kの温度域ではMg-Si系と思われる黒いコントラストの第二相粒子の析出¹⁰⁾が観察されたが, Table 1の T_{CD} より高い823Kではほとんど認められなかった。

均質化処理後の各合金鋳塊の導電率をFig. 3に示す。各合金とも均質化処理温度の上昇に伴い導電率はほぼ直線的に低下し, 溶質濃度の上昇を示した。Cu添加合金のIACS%か

Fig. 3 Effect of homogenization temperature on conductivity of ingots.

Fig. 4 Effect of homogenization temperature on optical microstructure of sheets in W.Q. and T4 state.

Fig. 5 Effect of homogenization temperature on conductivity of rolled 1.5 mm sheets in T4 state.

ら逆算した 293Kでの比抵抗は Fig. 3 右軸に示したが、全均質化処理温度で Cu 無添加合金より約 $2\text{ n}\Omega\text{m}$ 高く、添加した Cu は 723K 均質化処理でも大部分が固溶していると考えられる⁷⁾。

Fig. 4 は、溶体化処理後に水冷と T4 処理を加えた板材の光学顕微鏡組織である。均質化処理後に板厚 1.5mm まで熱間および冷間で圧延された加工組織は、823K で 15s の溶体化処理中に再結晶している。Cu 添加合金の 723K 均質化処理材で再結晶粒径は最も小さい。破碎された第二相粒子は圧延

Fig. 6 Effect of homogenization temperature on number distribution of Al-Fe-Si phase particles in W.Q. and T4 sheets of 0% Cu and 0.5% Cu alloys.

Fig. 7 Effect of homogenization temperature on number distribution of Mg-Si phase particles in W.Q. and T4 sheets of 0% Cu and 0.5% Cu alloys.

方向に整列しているが、その量は Cu 添加合金の 723K 均質化処理材で最も多いように見られ、溶体化処理中の再結晶粒界の移動を第二相粒子がある程度抑制していると考えられる。結晶粒径は、均質化処理温度に依存し、723K から 823K へと温度上昇すると大きくなった。これらの処理材の導電率を Fig. 5 に示す。15s の短時間ではあっても、823K での溶体化処理は溶質濃度を増し、T4 処理の室温時効中に形成されるクラスタやゾーンは比抵抗を増加させて、さらに導電率を下げる。クラスタやゾーンの形成速度と量は Cu 添加量や Mg と Si の溶質濃度が高いほど大きい。このため、Fig. 5 の導電率は概して Fig. 3 の値より低く、Cu 添加材と水冷材の方が低い傾向が認められる。

さらに、Fig. 4 の光学顕微鏡組織に見られる第二相粒子を詳細に調査するため、SEM の組成像から画像処理装置により測定面積 1 mm^2 の範囲内にある Al-Fe-Si 系および Mg-Si 系第二相粒子の 2 種のサイズ分布を測定した。Al-Fe-Si 系晶出物のサイズ分布を Fig. 6 に示す。サイズと個数は、Cu 添加の有無および均質化処理温度にかかわらずほぼ同等であった。Mg-Si 系晶出物および析出物のサイズ分布を Fig. 7 に示す。均質化処理温度により明確な差が現れ、本合金の成分範囲で

サイズと個数は、均質化処理温度 723 K では平均サイズ $2.5\ \mu\text{m}$ 、総数 $2000\ \text{個}/\text{mm}^2$ であったが、823 K では平均サイズ $1.2\ \mu\text{m}$ 、総数約 $500\ \text{個}/\text{mm}^2$ とサイズは約 1/2、密度は 1/4 となっていた。Cu 添加のサイズと個数に対する影響は、均質化処理温度のものより小さい。

Fig. 3 と Fig. 5 の結果から Mg と Si の完全固溶温度 T_{CD} 以上の均質化処理で Mg-Si 系化合物が減少し溶質濃度が増加して、導電率が低下する挙動は前報⁷⁾と同様である。また、Fig. 2 に示した均質化処理温度の上昇による T4 後の耐力の向上は、溶体化と冷却直後の溶質濃度の増加に起因すると考えられる。一方、Fig. 2 の λ は、特に Cu 添加合金で溶体化処理後の冷却速度に大きく影響されている。均質化処理温度 823 K のとき、水冷材の λ が若干向上するのは、均質化処理材 (Fig. 3) と T4 材 (Fig. 5) の導電率が低下していたことから溶質濃度の増加によると考えられる。しかし、強制空冷材の λ は、均質化処理温度 823 K のとき著しく低下し、導電率との相関が認められなかった。つまり、Cu 添加合金の λ には、鑄塊組織や T4 処理材で認められた晶出物と析出第二相粒子に依存する溶質原子の固溶状態や耐力変化以外の因子が影響していることが明らかである。

4. 考 察

Fig. 4 の組織観察、Fig. 3 と Fig. 5 の導電率測定結果および Fig. 6 と Fig. 7 の第二相粒子分布から、均質化処理温度の上昇とともに増加した主として Mg と Si の溶質濃度は、耐力を向上させた。一方、穴拡げ率からみる伸びフランジ性は、均質化処理温度より溶体化処理後の冷却速度に大きく依存していた。冷却速度の速い水冷材の場合、Fig. 2 に示したように Cu 添加材では均質化処理温度の高温化が λ を若干向上させ、57% 程度の穴拡げ率を得ることができた。これは、均質化処理後に熱間圧延、冷間圧延しても、溶体化処理後に急速冷却することで十分に高い溶質濃度が得られたことによると考えられる。一方、強制空冷材では、均質化処理温度の上昇は、 λ を概して低下させ、特に、Cu 添加合金の λ は 28% と約 1/2 に低下した。各合金の均質化処理温度 723 K または 823 K で溶体化処理後水冷または強制空冷を施した T4 処理板材の TEM 組織を Fig. 8 に示す。Cu 添加の有無や均質化処理温度の高低にかかわらず、溶体化後強制空冷材ではいずれも粒界析出物が観察され、これに対して水冷材では粒界析出物はほとんど認められなかった。特に、 λ が低い高温 823 K 均質化

処理を施した 0.5% Cu 合金の強制空冷材では、約 $1\ \mu\text{m}$ の粗大な析出物が粒界に認められた。

Fig. 8 A.C. 材中の粒界析出物を EDS 分析した結果を Fig. 9 に示す。Fig. 9(a) から約 $1\ \mu\text{m}$ の粗大析出物は単体 Si であることが確認された。Fig. 9(b) は、Fig. 8 の 723 K で均質化処理した 0.5% Cu 合金を溶体化処理後強制空冷した材料の分析結果を示す。これより、Si のほかに Mg の回折ピークが認められた。よって、この試料での微小粒界析出物は Mg-Si 系であることが明らかである。供試材の Mg と Si の完全固溶温度 T_{CD} は 0% Cu 合金で 816 K、0.5% Cu 合金で 820 K である。よって、低温 723 K 均質化処理材は、この温度域ですでに析出しているため、 λ の値は溶体化処理後の冷却速度にあまり影響されない。一方、 T_{CD} より高温 823 K で均質化処理された材料では、Mg と Si は大部分固溶していると推定される。溶体化処理後水冷材では粒界析出は抑制されるが、強制空冷材では、TEM 観察で認められたように結晶粒界に粗大な Si 析出物が冷却中に出現したのと考えられる。様々な機構は考えられるが、823 K で均質化処理された Cu 添加材でだけ強制空冷中に粒界上に粗大 Si 析出物が現れる理由は後に考察する。

Fig. 10 は、0.5% Cu 添加合金の均質化処理温度および溶体化処理後の冷却速度の異なる供試材で穴拡げ試験後の破面を SEM で観察したものである。均質化処理温度が低い 723 K

Fig. 9 EDS analysis of precipitate on grain boundary in T4 sheets of 0.5% Cu added alloy cooled by compressed air (A.C.) after solution treatment at 823 K for 15 s. Ingot was homogenized at 823 K (a) or at 723 K (b).

Fig. 8 TEM microstructures of 0% and 0.5% Cu added alloy sheets after T4 treatment.

Fig. 10 SEM images of surface crack in 0.5% Cu added alloy after hole expanding test.

Fig. 11 Effect of cooling rate after solution treatment on TEM microstructure after hole expanding test in 0.5% Cu alloy sheets homogenized at 823K. Arrows show Si precipitate and region on high dislocation density.

Fig. 12 Micro vickers hardness on section of 0.5% Cu added alloy air-cooled (10K/s) after hole expanding test (stretch flange-ability).

では溶体化処理後の冷却条件にかかわらず、破面は延性破面特有のディンプルを呈していた。高温 823K 均質化処理材では、溶体化処理後の冷却条件で差が認められ、水冷材ではディンプル破面であったが、空冷材は粒界破壊に近い破面(図中矢印)が見られた。

Fig. 11 は、0.5% Cu 合金の水冷材と強制空冷材の穴抜き試験後の穴縁部近傍の TEM 組織を示す。強制空冷材では、結晶粒界に析出した約 $2\mu\text{m}$ と粗大な単体 Si 近辺で転位密度が増大しているように見える(図中矢印)。よって、伸びフランジ性低下は、冷却速度が遅い場合、徐冷中の結晶粒界上に出現する粗大な析出物に応力が集中し、粒界破壊が助長されたことによると考えられた。

Fig. 12 は溶体化処理後強制空冷した Cu 添加材を穴抜き試験した後の板断面の硬さ分布を示す。823K 均質化処理材は、伸びフランジ成形試験で大きく変形した部分(測定部位 1~4)の硬さの増加が 723K 均質化処理材に比べ大きかった。これらのことから、高温 823K 均質化処理後の強制空冷材は、加工硬化しやすく、かつ、粗大な粒界析出物に応力が集中したために伸びフランジ性が急激に低下したと考えられた。

0.5% Cu 添加合金の場合は、高温均質化処理で鋳塊の溶質濃度を十分に増加させたことが、溶体化処理後強制空冷では

遅い冷却中に析出開始温度を上昇させた。このため、冷却速度が遅い場合、低い均質化温度の場合より十分に拡散速度が大きい高温から、単体 Si の析出が始まり、結晶粒界に出現した粗大な析出物が伸びフランジ性を低下させたと考えられる。一方、Fig. 3 の導電率の上昇からも明らかなように、低温で均質化処理した鋳塊では、前報⁷⁾と同様に主に Mg-Si 系化合物が析出していると考えられる。その後の熱間および冷間圧延と溶体化処理焼入れおよび室温時効(T4)後にも鋳塊で変化した導電率の大小は、Fig. 4 のようにほぼ保存されている。すなわち、鋳塊の溶質濃度が低いと、T4 処理した板材の溶質濃度も低い。このため、低温 723K 均質化処理した鋳塊から製作した板材では、均質化処理中に析出した Si または Mg-Si 系化合物のために、溶質濃度が低下し、溶体化処理後の強制空冷材では析出が始まる温度が低下している。溶質濃度が低く、析出開始温度以下での拡散係数が低い低温均質化処理材では、溶体化処理後の冷却速度が遅くて結晶粒界に析出物が出現しても高温均質化処理および溶体化処理後強制空冷材のような粗大な析出物ではなく、伸びフランジ性の低下は急激ではなかったと考えられた。

5. 結 言

Al-0.6mass%Mg-0.9mass%Si 合金と、それに 0.5mass% Cu を添加した合金を用い、自動車パネル材の成形加工性の一つの指標である伸びフランジ性(λ)に及ぼす製造条件と材料組織の影響を調査した結果、以下のことが明らかになった。

(1) いずれの合金も溶体化処理後の冷却速度が速い水冷材(500K/s)では粒界析出物が少なく、均質化処理温度にあまり影響されずに約 50% と高い伸びフランジ性を得ることができた。

(2) 圧延板材を溶体化処理した後の冷却速度が遅いと限界穴拡げ率 λ は低下し、低下量は Cu 添加材で 10% 以上、Cu 無添加材で最大 5% であった。

(3) 溶体化処理後の冷却速度の λ に対する影響は、Cu 添加合金の 823K 均質化処理材で最大で、水冷材で 57% あった λ が強制空冷材では 28% とほぼ半減した。

(4) この λ の急減の原因として当該材料で観察された Si の粗大な粒界析出物への応力集中と、それによる粒界破壊の促進が考えられた。

参 考 文 献

- 1) 田尻 彰：軽金属, **45** (1995), 226-246.
- 2) 松元和秀, 安永繁信：軽金属学会第 108 回春期大会講演概要, (2005), 301-302.
- 3) 高木康夫, 増田哲也, 松元和秀：R&D 神戸製鋼技報, **57** (2007), 51-55.
- 4) 上谷保裕, 石動正和, 松田健二, 多々静夫, 池野 進：軽金属, **42** (1992), 578-584.
- 5) 池野 進, 松田健二, 中島克之, 蓮覚寺聖一, 上谷保裕：軽金属, **48** (1998), 207-211.
- 6) 浅野峰生, 箕田 正, 小関好和, 吉田秀雄：軽金属, **56** (2006), 371-375.
- 7) 櫻井健夫, 小松伸也, 河野紀雄：軽金属, **58** (2008), 433-438.
- 8) 中村貴彦, 岩間紳時, 小松伸也：軽金属, **58** (2008), 644-649.
- 9) 白田松尾, 占部俊明, 島田嘉晃, 白沢秀則, 長井美憲, 橋本浩二, 比良隆明, 広瀬洋三, 吉田 亨：プレス成形難易度ハンドブック, 薄鋼板成形技術研究会編, (1997), 423-492.
- 10) 大堀絃一：軽金属, **38** (1988), 748-763.