1100圧延板の集合組織に及ぼす中間焼なましの影響

高橋 恒夫*・村上 雄*・宮川 睦啓**

Influence of intermediate annealing on textures of AA 1100 sheets

UDC: 669. 71 : 548. 23 : 621. 785. 3

Tsuneo TAKAHASHI*, Takeshi MURAKAMI* and Mutsuhiro MIYAGAWA**

Textures in half hard and soft hard 1100 sheets are strongly influenced by fraction of recrystallization of hot rolled sheets intermediately annealed. Formation of the texture with R-orientation is reduced as intermediate annealing is prolonged, while the cube texture is pronounced particularly in O tempered sheets at rolling reduction above 70%. When intermediately annealed to a fraction of recrystallization 25%, the texture with R-orientation and the cube texture in O tempered sheets balance with each other resulting in 45° and 0°-90° earing. These changes in texture are appreciable more readily by measuring (111) reflection intensity of R-orientation i.e. intensity of peaks nearest to the rolling plane normal in {111} pole figures than by measuring (200) reflection parallel to the rolling plane.

(Received July 5, 1979)

1. 緒 言

一般に金属板の再結晶集合組織は、合金元素の固溶状態、析出物の有無、圧延率、焼なまし温度が異なるときについて論じられ、多くの研究が圧延前は完全に再結晶した状態を出発点としている。しかし、工業の見地からは、最終の焼なまし板、あるいは半硬質板の集合組織が成形性に影響を及ぼすのであるから、部分的に再結晶した組織を圧延した後の再結晶組織が、圧延率および圧延前の再結晶率によつてどのように変化するかについても明らかにしておく必要がある。

工業用純アルミニウムの再結晶集合組織に関しては、これまでに数多くの研究があり^{1),2)}、1100熱間圧延板の焼なましにより、冷間圧延および焼なまし後の集合組織を制御する方法は、すでに藤倉ら^{3),4)}によつて報告されている。また Siebel⁵⁾は、工業用純アルミニウムの熱間圧延板の焼なましは、冷間圧延および焼なまし後の0-90°耳を生成し易いことを報告し、長時間にわたる熱間圧延板の焼なまし中のFeおよびSiの析出が集合組織の生成に影響を及ぼすことを示唆した。しかし、熱間圧延板が部分的にのみ再結晶する状態は、最近の著者らの研究まで着目されなかつた。

著者らは、最初に3004の熱間圧延板に部分的焼なまし処理および軽度の圧延を施すことにより、立方体集合組

織が鋭く発達し、特硬質板の深絞り耳率が減少することを報告した⁶⁾。次に、同様の処理によつて高純度アルミニウムの立方体集合組織を制御できることを示した⁷⁾。本研究は、同様の処理が、工業用純アルミニウムに適用され得ることについて検討し、最終板厚および質別に適した中間焼なましの再結晶率および冷間圧延率の選択基準を得ようとしたものである。

2. 実験方法

試料には、工場規模で作成した厚さ2.4 mmの1100熱間圧延板を用いた。試料の化学組成をTable 1に、また熱間圧延板の表面層および中心層の集合組織をFig. 1に示す。この熱間圧延板の300℃における軟化曲線を硬さ試験によつて調べた後、300℃において種々の再結晶率に達するまで中間焼なましを行ない、各々の再結晶率について0~90%の冷間圧延を施し、250℃で最終焼なましを行なった。次に、熱間圧延板を完全に再結晶させて75%圧延したときの硬さと同じ硬さを示す質別をH18、これが完全に再結晶したときの硬さの質別をO、またH18とOの間をH24、H24とOの間をH22として、最終焼なましによつて各質別の板を調製した。焼なましは、すべて硝酸塩浴中で行ない、硬さは、圧延面でVickers硬さ計(荷重500 g)で測定した。以上の試料作成の手順をFig. 2に示す。

*東京工業大学(東京都)。Tokyo Institute of Technology (Tokyo)。

**東京工業大学大学院(東京都)。現在神戸製鋼所(高砂市)。Graduate School, Tokyo Institute of Technology (Tokyo), presently at Kobe Steel Ltd. (Takasago)。

Table 1 Chemical composition of specimens. (wt%).

Cu	Si	Fe	Mn	Mg	Cr	Zn	Ti	Al
0.14	0.10	0.53	0.01	tr.	0.01	tr.	0.02	bal.

Fig. 1 {111} pole figures of hot rolled sheet.
(a) surface and (b) interior.

Fig. 3 {111} pole figure showing the range measured for intensity of {111} reflection used as “Intensity of R-orientation” in Fig. 8, 9, 11 and 12. (see references 8) and 9))

Fig. 2 Flow sheet of specimen preparation.

最終焼なまし板の集合組織については、化学腐食によって板厚の $\frac{1}{3}$ を除去したのち、簡便的方法によって判定し、一部について {111} 極点図を作成した。板面に平行な {100} 面の量を判定するために (200) 回折強度の測定を、圧延集合組織およびこれと同じ方位成分の再結晶方位、すなわち R-方位の再結晶粒の量を測定するためには、Haessner⁸⁾ らによる方法によった。すなわち {111} 極点図上の板面法線方向に最も近い二つの集積点での (111) 回折強度を、 α 角⁹⁾ を -60° に固定し、 δ 角⁹⁾ を走査することによって求め、二つの集積点での強度を平均した。この (111) 回折強度の測定範囲を **Fig. 3** に示す。なお極密度および回折強度は粉末試料の強度の倍数で表示した。

一部の試料については、ブランクを打ち抜き、コンカルダイスおよび平頭ポンチを用いて深絞り試験を行ない、耳率を求めた。条件は、板厚 0.6 mm のとき、ブランク直径 36.0 mm、ポンチ直径 19.25 mm、ポンチ肩半径 4.0 mm、ダイス穴直径 19.95 mm、ダイス肩半径 4.0 mm、ダイス開き角度 60° である。

3. 実験結果および考察

3.1 熱間および冷間圧延板の軟化挙動

Fig. 4 Change in hardness during intermediate annealing.

Fig. 4 は、本実験で使用した熱間圧延板の 300°C における軟化曲線を示す。熱間圧延板では、表面層で一部再結晶粒が観察されたが、大部分は変形組織を示す。集合組織は、**Fig. 1** に示すように、アルミニウムの熱間圧延集合組織として知られている組織^{10), 11)} とは異なり、冷間圧延集合組織と同様の組織を示す。これは、半連続铸造塊から作成された熱間圧延板としては、熱間圧延終了時の板厚が小さく、熱間圧延の後期に再結晶を起こすことなく、比較的低温で圧延されたためと思われる。以上のように熱間圧延板ではあるが、加工組織を有しているため、 300°C の焼なましにおいて、焼なまし時間の増加とともに軟化し、約 4 hr で完全に再結晶を完了する。この段階での再結晶集合組織は、立方体集合組織であつた。

次に **Fig. 4** に矢印で示した各焼なまし時間焼なまし板に、0 ~ 90% の冷間圧延を加え、0, 50, 80, 90% について 250°C での軟化曲線を測定した。熱間圧延のま

ま、中間焼なまし 8 min (再結晶率25%), 4 hr (100%) の結果を Fig. 5 に示す。250°Cでの軟化曲線を測定しなかつた冷間圧延板について、各質別とするに要する 250°Cでの焼なまし時間を推定するには、便宜のため以下の方法によつた。すなわち、Fig. 5 の軟化曲線より、冷間圧延率 0, 50, 80, 90%のときの各質別となる焼なまし時間を求め、Fig. 6 に示すように横軸を対数ひずみ、縦軸を焼なまし時間の対数としてプロットし、各圧延率について内挿することによつて求めた。Fig. 6 より明らかのように、中間焼なましの際の再結晶率が小さいほど、

Fig. 5 Effect of intermediate annealing at 300°C and reduction of cold rolling on changes in hardness during final annealing at 250°C.

すなわち熱間圧延組織が残留しているときほど、一定の再結晶率に達するまでに必要な焼なまし時間は長くなる。この傾向は、冷間圧延率が大きいほど著しい。このことは、熱間圧延組織が再結晶することなく焼なましれ、さらに冷間圧延された組織は、再結晶後の冷間圧延組織より、回復および再結晶速度が小さいことを意味する。

Photo 1 は、中間焼なましの再結晶率25%のときの、冷間圧延率の増大に伴う組織の変化を示す。中間焼なまし時に再結晶した結晶粒内には、冷間圧延率が小さい段階では、内部にせん断帯が生成するため識別可能であるが、Photo 1 の場合では50%以上で、圧延により偏平になり、熱間圧延組織がさらに冷間圧延された層状組織と区別不可能となる。

3.2 集合組織とX線回折強度との対応関係

後述するように、中間焼なましの再結晶率および冷間圧延率によつて、最終焼なまし板の集合組織は大きく変化し、本実験では、主に立方体集合組織とR-方位の集合組織が観察され、これらの存在比率が変化した。この集合組織の変化を極点図で示すかわりに、まず本実験で集合組織の簡易判別法として採用したX線回折強度と集合組織との対応関係について述べ、次に回折強度によつて集合組織の変化を示す。一例として Fig. 7~10 に、75%圧延H22およびO材における中間焼なまし時間による集合組織の変化を示す。{111} 極点図より、各質別とも中間焼なまし時間の増加とともにR-方位の量は減少し、立方体集合組織は増加することが明らかである。このときのR-方位の(111)回折強度および(200)回折強度の変化は、それぞれR-方位の集合組織および立方体集合組織の変化と対応している。一般に、板面に平行な低指数面の存在量によつて集合組織の変化を全体的に把握することは広く行なわれている。このとき、立方体集合組織は(200)回折強度と良く対応し、表面層の集合組織として知られている{001} <110>、Al-Mg合金で観察される{001} <310>¹²⁾のような方位成分は、通常

Photo 1 Microstructures of sheets cold rolled to various reductions after intermediate annealing at 300°C for 8 min. (a) 0%, (b) 30% and (c) 50% reduction.

の工程による限り、1100では現れないので、問題はないと思われる。またR-方位の集合組織は、板面に平行な低指数面はないため、一般には220, 311など数種の回折強度の変化に対応づけている。本実験では、予備実験とし

て(123)面の存在量を把握するため M_0K_α 線を使用して(246)の回折強度の測定を試みたが、高指数のため、回折強度が弱くR-方位との対応関係は見出されなかった。これに対して、R-方位の集合組織は、Haessher⁸⁾らが指摘しているように、{111}極点図では、板面法線方向付近の集積点が最も分散度が低いため装置のセッティング、分光条件を一定としておけば、反射法で定量的に測定可能である。他の集積点は、分散度が大きかったり、立方体集合組織の集積点と重なったり、また透過法によらなければならないなどの不利がある。また本研究で利用したものあるいは市販の極点図測定用ゴニオメータは α 角の連続走査は不可能であるが、圧延方向から圧延面法線方向への走査により、さらに対応関係の良好な測定が可能と思われる。

集合組織と回折強度との対応関係が明らかになったので、次に回折強度と深絞り耳率との対応関係について検討した。本実験での深絞り条件では、R-方位の回折強度が粉末試料の5~6倍のとき、いわゆる no earing になることが明らかとなった。すなわち、R-方位の(111)

(a)

(b)

(c)

Fig. 6 Relation between reduction of cold rolling and final annealing time required to anneal cold rolled sheets to (a) H24, (b) H22 and (c) O temper. Symbols in the figures denote time of intermediate annealing at 300°C.

Fig. 7 $\{111\}$ pole figures of sheets cold rolled to 75% and annealed to H22 temper. (a), (b) and (c) correspond to intermediate annealing for 0 min, 15 min and 4 h at 300°C, respectively.

Fig. 8 Relation between intermediate annealing time and intensity of R-orientation and (200) reflection in sheets of H22 temper (cf. pole figures in Fig. 7). Earing behaviours are also included.

回折強度は分光条件によって変わるが、あらかじめ一定の測定条件での深絞り耳率との対応関係を求めておけば、本方法は、ブランク打抜きから深絞りに至る比較的煩雑な試験方法に替り得る異方性の判定法となると思われる。特に成形用のアルミニウム板としては、立方体集合組織の存在量が少く、R-方位の存在が望ましいのであるから、(200) 回折強度より、R-方位の (111) 回折強度を重視すべきと考えられる。ただし、板の表面および中心層を含む全体の影響が試験結果にあらわれる引張試験および深絞り試験と異なり、回折強度の測定面としては、平均的性質のあらわれる層において測定しなければならないのが欠点である。

3.3 中間焼なましの再結晶率による半硬質および軟質板の集合組織の変化

Fig. 11 および **12**に、中間焼なまし時間の増加に伴う H24およびO材の集合組織の変化を、R-方位の (111)

Fig. 9 $\{111\}$ pole figures of sheets cold rolled and annealed to 0 temper. (a), (b) and (c) correspond to intermediate annealing for 0 min, 8 min and 4 h at 300°C, respectively.

Fig. 10 Relation between intermediate annealing time and intensity of R-orientation and (200) reflection in sheets of O temper (cf. pole figures in Fig. 9). Earing behaviours are also included

Fig. 11 Relation between intermediate annealing time and intensity of R-orientation in sheets cold rolled to different reductions and annealed to H24 temper.

回折強度の変化によって示す。H24の場合は、圧延変形母相中のS方位による回折強度も含まれるため、O材より回折強度は大きい。しかし、中間焼なまし時間の増加とともにR-方位は減少しているため、半硬質板の耳率を抑制するためのある程度の指針は得られると思われる。

一方、O材においては、50%までの冷間圧延率では、回折強度の変化に中間焼なましの影響はあらわれていない。ただし、(200) 回折強度の変化からは、中間焼なまし時間 8 min (再結晶率25%)、冷間圧延率30%のとき、立方体集合組織が非常に鋭く発達することが明らかになった。この条件では、3004¹⁾ および純アルミニウム²⁾ と同様、中間焼なまし時に生成した立方体方位粒が30%の圧延変形を受けた後、焼なましの際にひずみ粒界移動に

Fig. 12 Relation between intermediate annealing time and intensity of R-orientation in sheets cold rolled to different reductions and annealed to 0 temper.

よって優先的に成長するためと考えられる。したがって、立方体集合組織の存在は成形性を著しく損うことを考えると、成形用材料の製造に際しては、この条件は是非避けなければならない。

70%以上の冷間圧延率の場合は、中間焼なまし時間の増加とともにR-方位の生成が減少する傾向が顕著になる。75%圧延のときには、回折強度 5~6 のとき no earing になるという結果を、他の70~90%の圧延率に適用すると、中間焼なましの再結晶率は25%が適当であることが明らかとなる。

吉田ら¹³⁾は、種々の温度で圧延された1100の熱間圧延板を60%冷間圧延し、再結晶集合組織、耳率を調べ、熱間圧延温度が高いほど立方体集合組織が鮮鋭化することを報告している。熱間圧延終了時の再結晶率は、熱間圧延温度が高いほど大きいと思われるので、本研究で得られた結果と同様の傾向にあるといえる。1100板の再結晶集合組織は、Fe, Si の量およびこれらの比率、鑄造、均質化、熱間圧延の各条件によって支配されることはよく知られており、本実験でも300℃の焼なまし中に起こる析出の影響は無視することはできない。しかし、本研究によつて特定の上記諸条件のもとでは、熱間圧延板の焼なましの際の再結晶率およびその後の冷間圧延率によつて、最終の半硬質板および軟質板の集合組織が変化することが明らかとなった。

4. 結 言

工場規模で作成された1100熱間圧延板に、種々の再結晶率に達するまで300℃で中間なましを行ない、その後の冷間圧延および250℃で最終焼なましを行なったときの

集合組織および深絞り耳率の変化を調べた結果をまとめると以下のとおりになる。

1) {111} 極点図上の圧延面法線方向に最も近い集積点での (111) 回折強度は、圧延集合組織および圧延集合組織と同じ方位成分に再結晶する、いわゆる R-方位の集合組織の量とよく対応する。したがって、この (111) 回折強度は、深絞りにより生成する 45° 方向耳とも対応する。

(200) 回折強度は、立方体集合組織と対応するが、R-方位の方が成形用材料として望ましいこと、および R-方位と立方体集合組織が共存するときの no earing の判定方法にも適していることから、アルミニウムの集合組織の簡易的判別法としては、R-方位の (111) 回折強度が重視されるべきである。

2) 半硬質板および軟質板のいずれにおいても、熱間圧延板の中間焼なましにおける再結晶率が小さいほど、R-方位の集合組織の発達が顕著であり、中間焼なましにおける再結晶率の増大とともに最終焼なまし後の R-方位が減少し、立方体集合組織が発達する。

終りにあたり、本研究の一部は、昭和52年度文部省科

学研究費補助金によつて行なわれたことを付記する。

参 考 文 献

- 1) 池野, 松野: 日本金属学会会報, **9** (1970), 92.
- 2) 伊藤: 軽金属, **26** (1976), 44.
- 3) 藤倉, 田中: 軽金属学会第46回春期大会講演概要, (1974), 99.
- 4) 田中, 藤倉: 軽金属学会シンポジウム予稿集「アルミニウム材料のプレス成形性」, (1975), 27.
- 5) G. Siebel: *Z. Metallkde.*, **57** (1966), 429.
- 6) 高橋, 村上, ダン: 軽金属, **28** (1978), 35.
- 7) 村上, ダン, 高橋: 軽金属, **28** (1978), 267.
- 8) F. Haessner, G. Masing und H. P. Stüwe: *Z. Metallkde.*, **47** (1956), 743.
- 9) 1977 ANNUAL BOOK OF ASTM STANDARDS, PART 11, 140.
- 10) W. Bunk, K. Lüke, G. Masing: *Z. Metallkde.*, **45** (1954), 584.
- 11) 村上, 高橋: 軽金属, **26** (1976), 102.
- 12) 青木, 勝田, 菅又: 日本金属学会誌, **40** (1976), 605.
- 13) 吉田, 田中: 軽金属, **23** (1973), 66.