研究論文

工業用アルミニウムの多パス熱間圧延時の組織変化*

土公 武宣**・浅見 重則***

戸次洋一郎**・松本 英幹****

Structural changes in the multi-pass hot-rolling
of commercial purity aluminum

Takeyoshi DOKO**, Shigenori ASAMI***

Yoichiro BEKKI** and Hideki MATUMOTO****

In order to investigate subgrain formation and precipitation in a 1100 aluminum alloy during hot-rolling process, DC cast ingots were subjected to four conditions of homogenization and then multi-pass hot-rolling. The size of subgrains formed during hot-rolling changed depending on the condition of rolling pass through Z-parameter, but was not affected by both the distribution of precipitates and the amount of solid solution determined by the homogenizing condition. Precipitation took place during hot-rolling. Precipitates were considered to be preferentially formed during rolling, but not formed during holding period between passes. In the present range of temperatures, the amount of precipitates increased with decreasing rolling temperature. The precipitates formed in the matrix during homogenization resulted in the enhanced precipitation during rolling.

Keywords: hot rolling, commercial purity aluminum, subgrain, precipitation, homogenization

(Received February 22, 1991)

1. 緒 言

アルミニウム板材は一般に半連続铸造塊（以後 DC 铸塊と称する）を均質化処理し、熱間圧延、冷間圧延を経て製造されており、熱間圧延時の固溶・析出および再結晶挙動は、最終製品の強度、耳率、軟化挙動、表面品質等の特性に大きな影響を及ぼしている。工業用純アルミニウムの熱間圧延時の組織変化に関しては、熱間圧延のロールギャップ中での亜結晶粒の形成に関する報告¹⁾、多パス圧延時の亜結晶粒組織形成に関する報告^{2), 3)}、および高温引張試験により、S-S カーブと組織との関係を、Fe/Si 比⁴⁾または均質化処理条件⁵⁾と対応させて調べた報告等が見られる。

著者らは、これまでにアルミニウムの熱間圧延工程に

おける組織変化を基礎的に調べており^{6)~12)}、工業用純アルミニウムにおいては、Fe・Si の固溶量および析出相の分布状態が均質化処理条件によって大きく変化する⁶⁾ことを示した。また、熱間圧延工程での再結晶挙動は、圧延率、圧延温度、圧延速度および固溶元素量（均質化処理条件のみならず熱間圧延中の析出によって変化する）の影響を受けること^{7), 8)}を示した。

ところで、工業的な熱間圧延は数パス～20パスの圧延スケジュールで行われているが、多パス圧延中に生じる組織挙動については、Sheppard らによるパスごとに形成される亜結晶粒組織に関する報告³⁾が見られる程度で、圧延工程で生じる析出挙動についてや、均質化処理条件の違いが多いパス圧延時の組織挙動に及ぼす影響等、不明確な点が多く残されている。よって本研究で

* 軽金属学会第75回秋期大会（昭和63年11月）で一部発表。

** 古河アルミニウム工業(株)技術研究所（日光市）。Technical Research Laboratory, Furukawa Aluminum Co., Ltd. (Nikko-shi, Tochigi)。

*** 古河アルミニウム工業(株)日光工場（日光市）。Nikko Works, Furukawa Aluminum Co., Ltd. (Nikko-shi, Tochigi)。

**** 古河アルミニウム工業(株)福井研究所（坂井郡）。Fukui Laboratory, Furukawa Aluminum Co., Ltd. (Sakai-gun, Fukui)。

は、工業用純アルミニウムについて、実験ロールを用いて多パス熱間圧延を行い、均質化処理条件や熱間圧延温度が多パス圧延工程での亜結晶粒組織形成および析出挙動に及ぼす影響について調べた。

2. 実験方法

Table 1 の化学組成を有する厚さ400 mm の1100合金 DC 鋳塊の表層から深さ20 mm の位置より、100×200×250 mm¹ の供試材を切り出し、**Table 2** に示す条件にて均質化処理および熱間圧延を行った。すなわち、まず供試材に、500℃×10 h、560℃×10 h、600℃×10 h の均質化処理（昇温速度50℃/h）および600℃×10h の均質化処理後20℃/h で500℃まで冷却し4 h 保持する2段の処理を施した。各均質化処理温度から **Table 2** に示す熱間圧延開始温度まで放冷し、それぞれを **Table 3** のパススケジュールにて2～8 パスの熱間圧延を行い、所定の板厚に達した際に水焼入れした。実験に用いた圧延機の

Table 1 Chemical composition of a specimen (mass%)

Alloy	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn	Ti	Al
1100	0.09	0.53	0.12	0.01	0.01	0.00	0.01	0.01	Rem.

Table 2 Homogenizing condition and hot rolling temperature

Homogenizing condition	Starting temperature of hot rolling (100 mm ¹)	Exit temperature after 6th pass [Starting temperature of 7th pass (40 mm ¹)]	Exit temperature after 8th pass (15 mm ¹)
500℃×10 h	475℃	420℃ [400℃]	370℃
560℃×10 h	475℃	420℃ [400℃]	370℃
	510℃	446℃ [430℃]	400℃
	545℃	476℃ [465℃]	435℃
600℃×10 h	475℃	420℃ [400℃]	370℃
600℃×10 h →500℃×4 h	475℃	420℃ [400℃]	370℃

Table 3 Pass schedule for hot-rolling

Pass	1	2	3	4	5	6	7	8
Thickness (mm)	100→90→80→70→60→50→40→30→15							
Holding time between passes (s)		10 ↓ W.Q.	10 ↓ W.Q.	10 ↓ W.Q.	10 ↓ W.Q.	about 120 ↓ W.Q.	10 ↓ W.Q.	30 ↓ W.Q.

ロール径は430 mm、圧延速度は40 m/min. である。圧延後水焼入れまでに要した時間は、板厚80 mm（2パス後）および60 mm（4パス後）で20 s、40 mm（6パス後）で約120 s（7パス圧延開始温度まで放冷後水冷）、15 mm（8パス後）で30 sである。得られた試験片の板厚中央層部につき、ビッカース硬さ測定、電気比抵抗測定（ダブルブリッジ法、20℃）、光顕観察、走査型電子顕微鏡（SEM）観察⁹⁾および透過型電子顕微鏡（TEM）観察を行い、熱間圧延工程での組織変化について調べた。

3. 実験結果および考察

3.1 均質化処理後の析出組織

まず、熱間圧延を行う直前（475℃）に水焼入れした DC 鋳塊の析出組織を **Fig. 1** に示す。500℃処理材は微細な Al₃Fe および α-Al(Fe, Mn)Si 析出相が分布しているのに対し、560℃処理材では析出相が粗大化しており、600℃処理材ではマトリックス中に析出相は見られない⁶⁾。それぞれの電気比抵抗値は500℃×10 h 材：29.3 nΩm、560℃×10 h：29.4 nΩm、600℃×10 h：29.5 nΩm、600℃×10 h→500℃×4 h：29.2 nΩm であった。

3.2 多パス圧延中の亜結晶粒形成

Fig. 2 に560℃処理材を開始温度475℃にて熱間圧延を行った場合の、SEM の反射電子像観察による亜結晶組織を示す。1100合金の熱間圧延加工中には動的回復が生じ、亜結晶粒を形成することが知られている。本実験においても、いずれの圧延パスの後にも亜結晶粒が認

Fig. 1 Transmission electron micrographs (TEM) of homogenized ingots. (a): 500℃×10 h, (b): 560℃×10 h, (c): 600℃×10 h, (d): 600℃×10 h→500℃×4 h.

Fig. 2 Back-scattered electron images of plates hot-rolled after $560^{\circ}\text{C} \times 10 \text{ h}$ homogenization. Starting temperature: 475°C . L-ST section.

められ、亜結晶粒径は圧延パス数が増すほど小さくなっている。これは、亜結晶粒径とZ因子とは対応し、圧延温度が低いまたは加工時のひずみ速度が大きいとZ因子が大きくなり亜結晶粒径は小さくなる¹³⁾ためであり、本実験では圧延の進行に伴い温度低下を生じており、さらに本実験のパススケジュールでは板厚減少に対応してひずみ速度が大きくなっている。

なお、1100合金の熱間圧延では圧延率が大きく圧延温度が高いと、圧延加工後の保持中（水焼入れまでの間）に静的に再結晶が進行する^{7),8)}場合がある。本実験圧延の光顕観察でも、試片によっては亜結晶粒と再結晶粒とが混在する部分再結晶組織を呈する場合があったが、ここでは、いずれも亜結晶粒組織の部分を示した。

Fig. 3(a)～(c)に、異なった条件の均質化処理後に熱間圧延を行った時の亜結晶粒組織を示す。均質化処理条件により、熱間圧延での亜結晶粒径の違いは生じていない。3003合金の場合には均質化処理条件によって熱間圧延で形成される亜結晶粒径の大きさは異なる^{11),12)}が、本合金で違いが見られないのは、1100合金の析出相は3003合金と比較してその量が少ないこと^{6),12)}が原因と考察される。また、 $500^{\circ}\text{C} \sim 600^{\circ}\text{C}$ の均質化処理間で、1100合金では比抵抗値は $0.6 \text{ n}\Omega\text{m}$ 程度変化する⁶⁾のに対し、3003合金では $5 \text{ n}\Omega\text{m}$ 程度変化しており¹²⁾、1100合金では均質化処理により溶質固溶量の大きな差が生じないことが原因と考察される。

Fig. 3(d)に、圧延温度を変えて熱間圧延を行った時の亜結晶組織を示す。圧延温度が高いと亜結晶粒径は大きい。ここで、 560°C 均質化処理処理材のそれぞれの熱間圧延パスのZ因子と亜結晶粒径との関係をFig. 4に示す。 $d^{-1} = a + b \log Z$ の関係を満足している。すなわち、多パスの熱間圧延工程中に形成される亜結晶粒径は、それぞれ直前の圧延パスの条件のみで決定され、それ以前のパスの影響を受けないと考察される。ここで、それ以前のパスの影響とは、直前の圧延パスを行う前に形成している亜結晶組織（蓄積されているひずみ量）、

Fig. 3 Back-scattered electron images of hot-rolled plates. L-ST section.

(a): $500^{\circ}\text{C} \times 10 \text{ h}$ homogenization. Starting temperature: 475°C . (b): $600^{\circ}\text{C} \times 10 \text{ h}$ homogenization. Starting temperature: 475°C . (c): $600^{\circ}\text{C} \times 10 \text{ h} \rightarrow 500^{\circ}\text{C} \times 4 \text{ h}$ homogenization. Starting temperature: 475°C . (d): $560^{\circ}\text{C} \times 10 \text{ h}$ homogenization. Starting temperature: 545°C .

Fig. 4 Effect of Zener-Holloman parameter on subgrain size.

析出相の分布状態および固溶元素量の変化が挙げられる。まず、圧延前に形成している亜結晶組織については、熱間圧延加工が、変形に伴うひずみの導入と動的回復とが釣り合った状態で、内部のひずみ量を一定に保ちながら変形する定常状態の変形加工である¹³⁾ため、加工前に存在するひずみ量は亜結晶粒径に影響しないものと考えられる。また、後者の析出相および固溶量については、前述の均質化処理条件を変えた時に熱間圧延での亜結晶粒サイズが変化しなかったことと同様の理由であり、1100合金の固溶量や析出相分布状態の変化量は小さいため、亜結晶粒形成（動的回復）に影響を及ぼさないと考察される。

3.3 多パス圧延中の析出

560°C均質化処理材を熱間圧延した時の電気比抵抗値の変化を Fig. 5 に示す。圧延初期に比抵抗値（2パス後の比抵抗値）がいったん上昇するのは、圧延によってひずみが蓄積される効果と考えられ、その時の比抵抗値は圧延前の値を超えているため圧延初期に析出が生じているかの判断はできない。しかし、それ以降、圧延パスごとに比抵抗値は低下しており、圧延工程が進むにつれ析

Fig. 5 Changes in electrical resistivity during hot-rolling process after homogenization at 560°C for 10 h.

出が進行していると判断される。8パス圧延後、120 sまで保持した時の比抵抗値を図中に示したが、いずれの温度でも保持中に生じる析出量は少ない。すなわち、熱間圧延工程での析出は、パス間の保持中に析出するよりも、圧延加工が行われている間に動的に析出する量が多いと判断される。

圧延温度の影響について見ると、ここでは、圧延開始温度が低いほど比抵抗値は小さくなっており、析出が進行しやすい。この場合、圧延温度が低いほど、Al-Fe-Siの析出C曲線の析出ノーズに近い温度¹⁴⁾で圧延されるためと考察できる。

Fig. 6 に圧延各パスでの TEM 組織を示す。写真内の粒界は Fig. 2 に対応した亜粒界である。2パス後には均質化処理時に生じた析出相と転位が亜結晶粒内に認められる。6パス後では2パス後とはほぼ同じ組織であり、析出が進行しているかははっきりしない。しかし、熱間圧延工程が進行した8パス後には、矢印で示すように均質化処理後では見られなかった0.1 μm程度の大きさの析出相が認められ、熱間圧延工程で析出が生じていることを裏付けている。この析出相はEDXS分析からAl-Fe-Si系の相であると同定された。

Fig. 6 TEM structures of plates hot-rolled after 560°C × 10 h homogenization. Starting temperature: 510°C

均質化処理により圧延前の溶質固溶量、析出相分布を変化させた場合の熱間圧延各パスでの比抵抗値の変化を Fig. 7 に示す。先程同様に、いずれの均質化処理材でも圧延が進むにつれて比抵抗値が減じ、析出が進行している。圧延中の比抵抗値の減少量（析出量）は均質化処理条件によって異なっており、 $600^{\circ}\text{C} \times 10\text{ h}$ および $600^{\circ}\text{C} \times 10\text{ h} \rightarrow 500^{\circ}\text{C} \times 4\text{ h}$ の2つの処理材での析出量は他の2処理と比較して少ない。熱間圧延開始時の固溶量は $600^{\circ}\text{C} \times 10\text{ h}$ 材で多く、 $600^{\circ}\text{C} \times 10\text{ h} \rightarrow 500^{\circ}\text{C} \times 4\text{ h}$ 材で少なく、圧延中の析出量が多い 560°C および 500°C 処理材

Fig. 7 Changes in electrical resistivity during hot-rolling process after various homogenization.

の圧延開始時の比抵抗値はいずれもこの間に入っており、圧延前の固溶量と熱間圧延中の析出量とは対応していない。

500°C , 600°C 処理材の圧延パスごとの TEM 組織の変化を Fig. 8 に示す。2, 4 パス後はどちらの均質化処理材でも転位セルを内部に有した亜結晶粒組織を呈し、均質化処理による大きな差は見られない。6 パス以降では、 500°C 処理材においては 2, 4 パス後と同様に亜結晶粒内に転位を有した組織を呈しながら亜結晶粒径が小さくなっているのに対し、 600°C 処理材では亜結晶内に転位が認められない。ここで、亜結晶粒内に認められる転位セル、圧延終了直後に亜結晶粒内全体に存在していた転位が水冷までの間の時間に静的に回復して生じたもの²⁾であり、 500°C 処理材は 600°C 処理材より静的回復が生じにくいと判断される。

均質化処理により、TEM 組織に差が生じている 6 パス目を高倍で観察した結果を Fig. 9 に示す。 500°C 処理材では、均質化処理時に生じた析出相（図中矢印）の周囲に多くの転位が認められ、その転位上に微細な析出相が認められる。 600°C 処理材では転位は見られず、亜粒界上に析出相が認められている。すなわち、両者で熱間圧延中の析出の仕方が異なっており、その結果として静的回復による転位セルの形成のされ方が異なっていると考えられる。なお、 560°C 処理材は 500°C 処理材と同様の傾向を示し、 $600^{\circ}\text{C} \rightarrow 500^{\circ}\text{C}$ 処理材は 600°C 処理材と同様の傾向を示した。

Fig. 8 TEM structures of hot-rolled plates. Starting temperature: 475°C . (a) $500^{\circ}\text{C} \times 10\text{ h}$ homogenization, (b) $600^{\circ}\text{C} \times 10\text{ h}$ homogenization.

Fig. 9 TEM structures of 6th pass hot-rolled plates (40 mm). Arrows indicate particles precipitated during homogenization. Starting temperature: 475°C. (a) 500°C × 10 h homogenization, (b) 600°C × 10 h homogenization.

ここで、熱間圧延時の析出挙動について考察する。析出相があらかじめ存在する状態で熱間圧延が行われた場合、転位はピン止め効果により析出相周囲で移動しにくくなり、析出相周囲は転位が多く存在した析出が生じやすい状態となると考えられる。この結果、析出相周囲で析出が生じ、さらに新たに生じた析出相もピン止め効果を有するため、それ以降のパスでは最初の析出相の周囲でますます析出が進行するものと考察される。500°C均質化処理の場合、微細な析出相が熱間圧延前に生じているため熱間圧延中にこのような挙動が生じていると考えられる。そのため、均質化処理時に生じた析出相の周囲に析出相が存在した組織となり、さらに圧延後の静的回復中には析出相が存在するところはピン止め効果により転位の移動が妨げられるため Fig. 9 のような組織を呈したものと考えられる。対して、600°C均質化処理の場合、析出相がマトリックス中にほとんど存在しないため上記挙動は生じず、析出はおもに、亜粒界上に生じると考えられる。すなわち、圧延前に析出相が微細・密に分布した場合、熱間圧延中の析出は進行し易くなるものと考察される。

最後に、これまでの結果に対するひずみの影響について考察するために、各圧延パス後の硬さの変化を Fig. 10 に示す。いずれの圧延条件でも、6 パス目までは硬さ

Fig. 10 Changes in hardness during hot-rolling process after various homogenization and starting temperatures.

の変化は少なく、8 パス目に大きな硬さを示している。すなわち、2 パスから 8 パスにかけて蓄積されるひずみ量は変化しないか増加しており、ひずみ量が減ることによる比抵抗値の減少はここでは生じていない。したがって、圧延パスの進行に伴う比抵抗値の減少の原因は圧延中の析出であると考察される。そして、硬さの変化の傾向は均質化処理条件間ではほぼ同じであり、均質化処理条件間で比抵抗値の減少の傾向が異なるのは、析出挙動が異なるためと推察される。なお、熱間圧延材の硬さは、亜結晶粒径および再結晶率ではほぼ決まる。本実験では圧延パスが進むにつれ、亜結晶粒径は小さくなり硬さが大きくなる傾向にあるが、再結晶は圧延温度が高いもしくは圧延率が高いほど進行しやすいため⁸⁾、硬さの変化は必ずしも圧延パスの進行に対応していないと考察される。

圧延温度については、温度が低い方が硬さが大きく、ひずみ量が多い。しかし、比抵抗値は圧延温度が低い方が小さく、ひずみ量の減ることによる比抵抗値の減少は生じておらず、圧延温度による比抵抗値の違いは析出量の違いにより生じていると考えられる。ここで、低温圧延で硬さが大きいのは、圧延温度が低いと圧延加工中の動的回復量が少なく亜結晶粒径が小さくなるためと圧延後の水冷までの保持中に生じる静的再結晶が進行しにくいためと考えられる。

以上のように、本実験で比抵抗値の示す傾向は、圧延時のひずみ量よりも固溶量に対応しているものと考察される。

4. 結 言

1100合金鋳塊に4種の均質化処理を施した後、多パスの熱間圧延を行い、圧延時の亜結晶粒組織形成と析出挙動について調べ、以下の結果を得た。

(1) 熱間圧延工程中に形成する亜結晶粒径は各々の圧延パスの条件 (Z 因子) のみで決まり、圧延パスが進むほど小さくなった。また、均質化処理条件の違いによる析出相粒子の分布状態および固溶元素量の違いの影響を受けなかった。本合金の場合、均質化処理条件間での析出相分布状態や固溶量の違いが少ないため、亜結晶粒形成 (動的回復) に影響を及ぼさないと考察された。

(2) 熱間圧延工程中に析出が生じたが、パスとパスとの間の保持中よりも、多くは圧延加工中に動的に生じているものと判断された。析出量は本実験温度範囲では圧延温度が低いほど多く、また均質化処理でマトリックス中に析出相が生じた方が析出しやすいと判断された。

参 考 文 献

- 1) M. A. Zaidi and T. Sheppard: *Met. Sci.*, **16** (1982), 229.
- 2) T. Sheppard, M. A. Zaidi, P. A. Hollinshead and N. Raghunathan: *Microstructure Control in Aluminum Alloys*, (ed. E. H. Chia and H. J. McQueen), The Metallurgical Society, (1985), 19.
- 3) T. Sheppard and M. A. Zaidi: *Met. Tech.*, **9** (1982), 52.
- 4) E. Usui, T. Inaba and N. Sinano: *Z. Metallkde.*, **76** (1985), 426.
- 5) E. Usui, T. Inaba and N. Sinano: *Z. Metallkde.*, **76** (1985), 786.
- 6) 浅見重則, 土公武宜: *軽金属*, **38** (1988), 319.
- 7) S. Asami, Y. Bekki and T. Doko: *Proc. 8th International Light Metals Congress Leoben-Vienna 1987*, Aluminum-Verlag, (1987), 561.
- 8) 土公武宜, 浅見重則: *古河電工時報*, **82** (1988), 72.
- 9) 浅見重則, 土公武宜, 八木啓介: *軽金属*, **39** (1989), 94.
- 10) 土公武宜, 浅見重則, 八木啓介: *軽金属*, **38** (1988), 386.
- 11) T. Doko and S. Asami: *Proc. 2nd International Conference on Aluminum Alloys—Their Physical and Mechanical Properties Beijing 1990*, International Academic Publishe, (1990), 381.
- 12) 土公武宜, 浅見重則: *古河電工時報*, **87** (1990), 35.
- 13) 例えば, C. M. Sellars: *Aluminum Transformation Technology and Application*, (ed. C. A. Pampillio, H. Biloni and D. E. Embury), ASM, (1978), 405.
- 14) C. Fuzikura and R. Shoji: *Proc. 8th International light Metals Congress Leoben-Vienna 1987*, Aluminum-Verlag, (1987), 568.