研究論文

3004アルミニウム合金の立方体集合組織形成に 及ぼす急速加熱焼なまし条件の影響

照田 伸二*・小松原俊雄*・村上陽太郎**

Effect of annealing conditions under rapid heating on the
formation of the cube texture in a 3004 aluminum alloy

Shinji TERUTA*, Toshio KOMATSUBARA* and Yotaro MURAKAMI**

Non or 45° earing is commonly observed in a 3004 alloy annealed at higher temperatures than 400°C by rapid heating using such as CAL (continuous annealing line). In the present work, it has been recognized that 0–90° earing can be developed by partial or full recrystallization annealing at the temperature range of 315°C to 370°C even with the rapid heating prior to higher temperature annealing. These procedures may be effective for the reduction of earing of can body materials. The earing behavior mentioned above is consistent with the development of the textures during annealing, which was investigated by X-ray analyses and TEM observations.

Keywords: 3004 aluminum alloy, can body material, earing behavior, cube texture, CAL (continuous annealing line)

(Received December 2, 1992)

1. 緒 言

Al-Mn-Mg 系の代表的な合金である3004合金は、強度、成形性にすぐれ、しかもしごき加工性が良好なため、2 ピース缶胴材 (DI 缶) として広く用いられている。缶胴材として使用される場合には耳率の低い材料が望ましく、そのため焼なまし終了時点で0–90°耳を形成する立方体集合組織を発達させておき、通常H19またはH39の高冷間圧延率で形成される45°耳の抑制を行っている¹⁾。加熱速度の遅い箱型焼鈍炉 (100°C/h 以下) を用いた場合の耳率の制御については、これまでに多数報告されている^{2),3)}。これに対して連続焼鈍炉 (CAL) のように昇温速度が速く (約20°C/s)、500°C程度の高温から急冷して溶体化効果を期待した焼なましの場合には、一般に集合組織はランダムになるとされているが³⁾、CALでの耳率の制御に関する報告は比較的少ない⁴⁾。そこで本研究では、急速加熱焼なまし後に立方体集合組織を強くする方法を検討した結果を報告する。

2. 実験方法

Table 1 に示す組成の3004合金を工業規模の熱間圧延により3.5 mm厚さまで圧延し、これを実験に供した。試料作製工程および熱処理条件については、**Fig. 1** に示した。まず、0.8 mm厚さまで冷延後、第1段目の焼なましとして315–510°Cの各温度で25–480 sの保持により部分または完全再結晶処理を行い、その後水冷した。第2段目の焼なましは、完全再結晶させるために510°Cで25 s保持とした。これらの熱処理はすべて温度を設定したソルトバス中に浸漬し、この浸漬時間を焼なまし保持時間とした。このようにして得た第1段および第2段

Table 1 Chemical composition (mass%)

Cu	Si	Fe	Mn	Mg	Al
0.22	0.25	0.41	1.10	1.28	Bal.

* スカイアルミニウム(株)技術研究所 (深谷市)。SKY Aluminium Co., Ltd. (Fukaya-shi, Saitama)。

** (財)大阪科学技術センター附属ニューマテリアルセンター (大阪市)。New Material Center, The Foundation of Osaka Science and Technology Center (Osaka-shi, Osaka)。

Fig. 1 Experimental procedure.

Fig. 2 Effect of 1st annealing conditions on earing.

の焼なまし終了材について、耳率測定、ミクロ組織観察、TEMによる亜結晶粒方位観察およびX線回折による集合組織の解析を行った。耳率測定はblank径58 mm、ポンチ径32 mm、ポンチ肩半径4 mm、ダイス径34.2 mm、ダイス肩半径6 mm、BHF 400 kgf、ジョンソンワックス潤滑の条件で深絞り成形したカップを用いた。集合組織はX線回折(Cu K α 線)により(111)極点図を作成した。さらに立方体集合組織の存在量を調べるために、純アルミニウム粉末(標準ランダム試料)と比較した(200)面回折強度比の測定も行った。集合組織の測定は各試料の表面から0.2 mmの層を除去した面で行った。

3. 実験結果

3.1 再結晶と耳率

第1段焼なまし終了材の耳率をFig. 2に示した。各焼なまし温度で耳率が一定となる臨界保持時間は315°Cでは240 s、340°Cでは60 sとなり、370°C以上では25 sであった。これらの臨界保持時間はミクロ組織上の再結晶の終了とはほぼ一致しており、再結晶が終了するとその後の保持によって耳率はあまり変化しなかった。各温度で完全再結晶させた時の耳率は、400°Cより高温で45°耳となり、370°Cより低温では0-90°耳が強くなる傾向があった。Fig. 3に315°Cと510°Cで完全再結晶させた材料の板面組織を示した。ミクロ組織に見られるように低温で再結晶させた0-90°耳の強い材料の結晶粒はやや粗くなる傾向があった。

Fig. 4に第2段目の焼なまし(510°C, 25 s)後の耳率

Fig. 3 Microstructures after 1st annealing.

(a) 315°C, 480 s, (b) 510°C, 25 s.

Fig. 4 Effect of 1st annealing conditions on earing after 2nd annealing at 510°C for 25 s.

を示した。第1段焼なましを315°C, 120 sあるいは340°C, 25 sとした材料では、Fig. 2のとおり45°, 5%の耳率であるが、これを第2段焼なまし後には0-90°耳となり、特に315°C, 120 s材では、第2段焼なまし後は0-90°, 2%の耳率で、第1段焼なまし時に再結晶が終了した材料(315°C, 240 s)と同レベルとなった。板断面のミクロ組織観察の結果、315°C, 120 sおよび340°C, 25 sの材料は、Fig. 5に示すように50%程度の再結晶率であった。

3.2 焼なまし後の集合組織

第1段焼なましをソルトバス浸漬25 sで等時焼なましした材料と315°Cで等温焼なましした材料について、0-90°耳と強い相関のある立方体方位(200)面回折強度を測定した。等時焼なまし材の(200)面強度をFig. 6に示した。第1段焼なまし後の(200)面回折強度は、25 sの保持時間で再結晶の終了する370°Cまでは大きく増加するが、400°Cより高温側では変化しない。第2段焼なまし後は、第1段焼なましの315°Cおよび340°Cの未再結晶

Fig. 5 Microstructures after 1st annealing.
(a) 315°C, 120 s, (b) 340°C, 25 s.

Fig. 6 Effect of 1st annealing temperature on relative (200) intensity after 1st and 2nd annealing.

の材料については(200)面強度は増加した。さらに、370°Cおよび400°Cの第1段焼なましで見掛け上は再結晶が終了した材料でも、第2段焼なまし後には若干(200)面強度の増加が認められた。

等温焼なまし材の(200)面強度をFig. 7に示した。ここでも等時焼なましの場合と同じように、再結晶の進行とともに(200)面強度は増加した。第1段焼なまし時に未再結晶の材料では、第2段焼なまし後の(200)面強度は大きく増加し、240 sより長時間の第1段焼なまし時に見掛け上再結晶が終了した材料でも、(200)面強度に若干の増加が認められた。このように、第1段目の低温焼なまし処理が立方体方位の結晶粒の成長に対して大きな影響を持つものと考えられる。

Fig. 8に、第1段焼なましで再結晶した315°C, 480 s, 400°C, 25 sおよび510°C, 25 s材の(111)極点図を示した。高温で再結晶させるほど立方体方位の集積は低く、よりランダムとなる。また低温再結晶させた場合、立方体方位がよく発達するだけでなく、R方位も発達する傾向にあった。これらの結果は、耳率の傾向と一致して

Fig. 7 Effect of 1st annealing time on relative (200) intensity after 1st and 2nd annealing.

Fig. 8 (111) pole figures of fully recrystallized specimens after 1st annealing.

(a) 315°C, 480 s, (b) 400°C, 25 s and (c) 510°C, 25 s.

いる。

4. 考 察

4.1 立方体方位再結晶粒の形成機構の考察

再結晶集合組織の形成について一般には次のような機構が考えられている。

- (1) 立方体方位の再結晶核生成速度は、粒子周辺の変形帯から生成する再結晶核生成速度に比較して微細分散粒子の存在、すなわち Zener 圧力の影響はあまり受けない²⁾。

Fig. 9 TEM micrographs showing cube subgrains of specimens after 1st annealing.
a) 315°C, 25 s, b) 315°C, 120 s.

- (2) 2 μm 以上の粗大粒子の周囲の変形帯から形成される再結晶粒方位は、R 方位またはランダム方位となる^{5),6)}。
- (3) 立方体方位結晶粒の成長速度は、他の方位粒より速い⁵⁾。
- (4) 剪断帯より形成される再結晶粒方位は、立方体方位となる²⁾。

これらの機構をもとに、低温保持中に再結晶させた場合には立方体方位粒が多くなる理由を考察した。

315°Cのような低温で焼なましした場合、再結晶の初期には粗大粒子周辺の R 方位またはランダム方位となる再結晶核が生成する [(2)]。また粗大粒子周辺以外のマトリックスには、立方体方位を有する再結晶核が存在している [(4)]。本研究に用いた3004合金のような Al-Mn 系の合金では、Al-Mn-Fe(-Si)系の比較的粗大な粒子が多く、(2)の機構のように R 方位またはランダム方位粒の形成が優先する。したがって、立方体方位の集積の強い組織とするためには、R 方位またはランダム方位粒形成を抑制する効果が必要である。その効果が(1)の Zener 圧力と考えられる。低温では Zener 圧力が強く作用するために、R 方位またはランダム方位の初期再結晶粒が十分に成長しない間に成長速度の速い立方体方位再結晶粒 [(3)] が成長し、その体積率が増加すると考えられ、再結晶終了時点では立方体方位の集積の強い組織となり得る。低温焼なまし時、再結晶に十分に時間がかかる場合にはその現象が顕著に現れ、すなわち立方体方位粒の体積率の増加により 0-90° 耳が形成されると考えられる。400°Cを超える温度領域では再結晶の生成、成長の駆動力が Zener 圧力を上回り、R 方位およびランダム方位粒の比率が増加して立方体方位粒の体積率は少なくなり、45° 耳となる。以上のように、立方体集合組

織の形成に対する考察は本実験結果をよく説明していると考えられる。

4.2 第2段焼なまし時の立方体方位成分の形成機構

第1段焼なましが315°C, 120 sあるいは340°C, 25 sの低温短時間で部分的に再結晶した材料を、第2段の510°Cで再結晶焼なましすると0-90°耳が発生する。しかし、第1段焼なましが315°C, 25 sの材料では、第2段焼なまし後には0-90°耳とならない。部分再結晶の程度によりその後の完全再結晶材の集合組織が異なることに着目して、TEMにより第1段焼なまし時の立方体方位粒の観察を行った。Fig. 9に、第1段焼なまし315°C, 25 sおよび120 s材の亜結晶粒組織を示した。Fig. 9 a)の315°C, 25 s材では立方体方位を有する亜結晶粒は1 μm と小さく、境界も明瞭でない。したがって、このような亜結晶粒は第2段の再結晶時に優先核になるには弱いと考えられる。これに対して、Fig. 9 b)の315°C, 120 s材では3 μm 程度の十分に発達した立方体方位を有する亜結晶粒が確認され、これらは第2段焼なまし時の再結晶核となり、立方体方位粒が優先的に成長すると考えられる。今回の TEM 観察結果から第2段焼なまし時に再結晶粒の優先成長能力を持つ核となるには、3 μm 程度の大きさが必要であると考えられる。また TEM 観察中、315°C, 25 s材では第2段焼なまし時の立方体方位結晶粒の核となり得る亜結晶粒は容易に見出せなかったが、315°C, 120 s材には比較的多く確認できた。このように、立方体方位粒の亜結晶粒の存在量が増加した315°C, 120 s材が、第2段焼なまし後の立方体方位粒の体積率を増加させるとも考えられる。以上のように、集合組織の形成には再結晶の初期の段階が重要な役割をする。

5. 結 言

本研究では、CALのような急速加熱焼なまし後に立方体集合組織を強く形成させる方法について検討した。その結果、次のことがわかった。

(1) 3004缶胴材合金において、315～370℃の低温度域で保持中に再結晶を終了させることにより、立方体方位集合組織が発達して0-90°耳が形成されることを確認した。

(2) さらに、第1段目315～370℃の低温度域で部分再結晶した材料を、その後高温で第2段目の完全再結晶焼なましを施した場合でも立方体方位の集合組織が発達して0-90°耳が形成される。

(3) (1), (2)の耳率の挙動は(111)極点図および(200)面回折強度とよい対応を示し、本実験結果を立方体方位集合組織の形成に対する従来の考え方と対照して考察した結果、論理的に矛盾はなかった。

(4) 時間的な制約のある工業規模のCALでの耳率の制御を想定した場合、340～370℃の温度で25 s以内の保持の後、高温で溶体化を兼ねた再結晶処理を行うことに

より、焼なまし後に0-90°耳が形成される。

参 考 文 献

- 1) 高橋恒夫, 村上 雄, グエン・コン・ダン: 軽金属, **28** (1978), 35.
- 2) E. Nes: Microstructural Control in Aluminium Alloys, The Metallurgical Society, (1985), 95.
- 3) A. Karlsson, A. Oscarsson, B. Lehtinen and W. B. Hutchinson: A Publication of The Metallurgical Society, Inc., Homogenization and Annealing of Aluminum and Copper Alloys, (1988), 99.
- 4) K. Fukuda, M. Mizouchi and T. Kajiyama: Proc. of Int. Conf. Aluminum Alloys, Their Physical and Mechanical Properties, EMS, **1** (1986), 483.
- 5) D. Juul Jensen, N. Hansen and F. J. Humphreys: Proc. of 7th Int. Conf. on Textures of Materials, Netherland Society for Materials, Holland, (1984), 251.
- 6) B. Andersson and E. Nes: "Nucleation of Recrystallization in a Commercial Al-Mn Alloy". 1st Ris Int. Symp. on Metallurgy and Materials Science, Roskilde, Denmark, (1980), 115.