レーザ局所加熱による 2024 アルミニウム合金板の曲げ異方性発現

Anisotropy of Bending Properties in 2024 Aluminum Alloy Sheets Heated by Laser Spot

柴柳敏哉*・奥田達哉**・塚本雅裕***・阿部信行***・中野人志****
Toshiya SHIBAYANAGI, Tatsuya OKUDA, Masahiro TSUKAMOTO, Nobuyuki ABE and Hitoshi NAKANO

(Received September 14, 2012)

A novel local heating technique utilizing fiber-laser spot heating system has been developed and adopted to produce the age-hardening 2024 aluminum alloy sheets which possess anisotropy in bending properties. Cold rolled sheets of 2024 aluminum alloy of 1.0 mm thickness (80% in reduction) and T3 treated sheets of 0.7mm thickness were prepared and subjected to the laser spot heating in ambient atmosphere at various energy densities varying from 63.7 to 111.4kW/cm² and heating time of 1, 3 and 5 s. The beam size on the focal plane or sample surface was fixed to 200 μm in diameter. The spot heating produced recrystallized microstructure, the size of which depends on the irradiation conditions. In the case of 111.4kW/cm² for 3s, recrystallizes grains appeared in the whole part of sample through the thickness below the irradiation point while part of sample in the vicinity of surface melts yielding a couple of pores. Striped patterns composed of an alternative array of soft and hard region in 0.7mm thick sheets were produced with the present laser spot heating system, and anisotropy of 33.5% in the maximum bending load was obtained when the bending test was performed on the sheets prepared by two types of laser spot heating treatment: one was parallel and the other was perpendicular to the bending axis.

Key Words: Fiber Laser, 2024 Aluminum Alloy, Recrystallization, Bending Test, Anisotropy

1. 緒言

材料組織は固体空間の分割様式の総称として理解され、材料組織の構成要素には相、結晶粒、結晶方位ならびに結晶界面などがある。組織を記述する方法には結晶粒径や集合組織といった観測対象全体の平均的な情報を指標とする方法があるが、それぞれ材料強度や成型性を議論し実際の生産プロセスに反映することにおいて重要なパラメータである。

これらの平均的な組織の描像からわかるように、我々は材料組織をできるだけ均一・均質な状態として取り扱おうとし、実際にできるだけ均質な組織を作り出そうとしてきている。すなわち、従来の組織制御の多くはこれら組織要素をできるだけ均一均質な分布状態にすることを主題としてきた。

他方、表面コーティングや傾斜機能組織など、組織の不均一性を積極的に設計制御することで高度な材料機能発現を狙った研究・技術開発も進められてきている。また、実際の材料組織は均質化を目的として設計制御されている

ものの不均質性を完全に除去しきれていないのも事実である。

発想を転換すると、材料組織の不均一性を排除の対象とするのではなく、より効果的に組織制御に活かす方法が考えられる。すなわち、素材全体が均質な特性を有するのではなく、部位によって異なる性質を持たせるような組織を設計するという制御指針である。このような不均一組織制御を実行するための基盤的熱処理技術として特定の領域のみを優先的に組織変化させる局所加熱法が挙げられる。これは元来均質な材料組織に意図的に不均質な状態を造り込む操作であり、あたかも複合材料であるかのような従来法では得られなかった特異な組織の創出へとつながるものである。

局所組織制御による意図された不均質組織素材の有用性を検証するには任意の位置に熱エネルギーを輸送する技術が必要であるが、著者のグループで開発したファイバレーザ援用局所加熱システムにより最小直径数ミクロンの領域のみを選択的に加熱できることがすでに実証されている^{1,2)}。したがって、レーザ局所加熱システムを用い、任意

* 富山大学工学部 材料機能工学科 (〒 930-8555 富山県富山市五福 3190)

Department of Materials Science and Engineering, University of Toyama (3190 Gofuku, Toyama, Toyama, 930-8555 Japan)

** 大阪大学大学院工学研究科マテリアル生産科学専攻 (〒 565-0871 大阪府吹田市山田丘 2-1)

Materials and Manufacturing Science, Graduate School of Engineering, Osaka University (2-1 Yamadaoka, Suita, Osaka, 565-0871 Japan)

*** 大阪大学接合科学研究所 (〒 567-0047 大阪府茨木市美穂ヶ丘 11-1)

Joining and Welding Research Institute, Osaka University (11-1 Mihogaoka, Ibaraki, Osaka, 567-0047 Japan)

**** 近畿大学理工学部 (〒 577-8502 大阪府東大阪市小若江 3-4-1)

Faculty of Engineering, Kinki University (3-4-1 Kowakae, Higashi-Osaka, Osaka, 577-8502 Japan)

の照射パターンにより材料表面にレーザ加熱処理を施せば場所により異なる熱履歴を有する組織を作ることができるはずで、その結果としてレーザパターン熱処理材は例えば力学特性に異方性が発現するなどの特異性を持つことが期待される。

本研究では、上記の不均質制御素材がレーザ局所熱処理により実現可能であることを実証することを目的とし、A2024-T3 アルミニウム合金板に縞状にレーザ局所加熱処理を施して部分的に軟質再固溶領域³⁾を作り出し、室温曲げ試験法にて曲げ荷重の異方性発現を検証した。

2. 実験方法

2.1 供試材

Table 1 に示す化学組成を有する 2024-T3 アルミニウム合金板⁴⁻⁸⁾を準備した。受試材の板厚は 5 mm と 1 mm の二種類である。板厚 5 mm の板より圧延用試験片を切り出し、冷間圧延により最終板厚を 1.0 mm に調整し、板厚が 1 mm のものはエメリー紙（800 ～ 4000 番）による機械研磨により 0.7 mm に薄くしてそれぞれ後述するレーザ加熱実験に供した。曲げ試験片は幅 15 mm で長さが 55 mm の矩形形状で、放電加工機により切り出した。また、受試材に 500 ℃ のソルトバス中で種々の時間等温焼鈍を施し、レーザ局所加熱部の力学特性変化を推定する実験に供した。

2.2 レーザ加熱システムとレーザ局所加熱

本研究で使したレーザ局所加熱システムの概略を Fig.1

Table 1 Chemical composition of specimen. (mass %)

Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn	Ti	Al
0.01	0.08	5.35	0.67	2.07	0.09	0.04	0.05	bal.

Fig.1 Schematics of the present laser heating system.

に光線図として示す。このシステムは加熱用の光源と試料表面状態を観察するための照明用光源の2つを備えており、試料を搭載したXY ステージを駆動することで任意の位置にレーザ光を照射できる。本研究では、定格出力 100 W、周波数 1076 nm の Yb ドープシングルモード CW ファイバレーザ（YLR-100-SM：IPG 社製）を用いて行った⁹⁾。レーザビームは $f = 250$ mm の集光レンズを用いて試料表面に集光させた。

レーザ局所加熱処理は Fig.2 に示す 2 種類のパターンにより実施した。すなわち、曲げ試験時に引張荷重作用方向に対して平行方向に縞状となる場合（a のパターン 1）と垂直方向に縞状となる場合（b のパターン 2）である。照射条件については、レーザ光の試料表面における直径（スポット径）を 200 μm と固定し、エネルギー密度を 63.7 k ～ 111.4 kW/cm^2 の範囲で選択し、各照射位置について照射時間を 1 ～ 5 秒とした。本研究では縞状に照射点を移動させる方式を採用したが、各照射位置の中心間距離は走査方向について 200 μm で、縞の間隔は 1.1 mm とした。縞の本数はいずれのパターンにおいても 9 本である。

2.3 曲げ試験

受試材ならびに各レーザ照射処理材についてインストロン型万能試験機を用いて室温にて曲げ試験¹⁰⁾を行い、最大曲げ荷重を指標としてレーザ局所熱処理による異方性を検証した。曲げ試験用ポンチの先端径は 1.0 mm で、クロスヘッドスピードは 50 mm/min. である。試験後の試験片について、最大引張荷重側（試料下面）の表面を実体顕微鏡ならびに

Fig.2 Two striped patterns adopted in the present laser heating on the bending specimens.

Fig.3 Optical micro images of 2024T3 aluminum alloy sheet. (a), (b) : ND, (c), (d): TD

走査電子顕微鏡にて観察し、曲げ試験に伴う表面亀裂発生の有無を確認した。

3. 実験結果と考察

3.1 受理材の組織

受理材の光学顕微鏡組織を **Fig.3** に示す。板面方向 (ND 方向) と断面で圧延方向と直角な方向 (板幅方向:TD 方向) から見た組織をそれぞれ (a, b) および (c, d) に対応している。図より、圧延方向に伸びたパンケーキ状の結晶粒と図中に黒いコントラストで示される粒状の介在物の存在が確認できる。なお、本合金は析出物が微細に分散しているが、その存在は光学顕微鏡の解像度では確認できない。

3.2 レーザ照射による熱影響領域の推定

レーザー光が固体金属表面に達するとそこでエネルギー変換が生じて光エネルギーの一部が熱エネルギーに変換されて試料表面の温度がまず上昇し、次いで照射点を中心にした熱伝導による周辺領域の温度上昇が起きる。これにより熱履歴に応じた組織変化が進行する。本研究では、このエネルギー変換と熱伝導により試料の組織を制御し異方性のある素材を得ることが目的であるので、まず熱影響領域を知ることが不可欠となる。

試験片は時効組織を有するアルミニウム合金であるので、熱影響により過時効あるいは再溶体化状態になる。これは最高到達温度ならびに各温度にさらされる時間によって種々変化する。実際の試料表面近傍の温度上昇を測定することは技術的に極めて困難であるため、具体的な温度履歴を定量的に知ることは本研究ではできないが、組織変化を通じて熱影響領域を推定することは可能である。そこで、受理材を冷間圧延して塑性ひずみを導入し、ここに熱エネルギーを投入して再結晶現象を生じせしめ、その結果とし

Fig.4 EBSD maps of laser irradiated samples showing the effect of laser energy density on the recrystallization process in the cold rolled 2024Al alloy sheets.

て表れる再結晶領域を観察することで熱影響領域を推定することにした。

Fig.4 は 80 % の冷間圧延を施した圧延板 (1 mm 厚) に種々の条件でレーザー照射を施し断面組織を SEM-EBSD 法で観察した結果をまとめて示したものである。図中、色がついている領域は EBSD パターンが鮮明に得られ、方位解析に成功した測定点の集まりであるが、黒色領域はパターンが得られなかったことを意味する。冷間圧延のようにひずみが導入された領域からはパターンが得られにくいので、色表示された領域は熱エネルギーによりひずみが開放されたこと、すなわち回復あるいは再結晶が生じたことを意味する。

図より、レーザー光のエネルギー密度が低い場合 (63.7 kW/cm²) あるいは照射時間が短い場合には試料断面全域において黒色領域すなわち塑性ひずみ量が大きい領域が多く残存しており、組織変化を起こすという意味においては有効な加熱ではなかった。これに対して照射条件が 111.4 kW/cm² で 3 秒間の場合、観察視野のほぼ全域にわたって EBSD 解析が可能な再結晶粒を明確に認識できた。ただし、図中矢印で示したように、溶融時の気泡発生に起因したと考えられるボイドが試料表面部に確認できたのでこの条件での照射は不適当と判断した。同照射エネルギー密度で 1 秒間の場合には溶融に伴う欠陥は発生しなかった。

以上の結果より、回復・再結晶により確実に軟質領域を得る条件としては 111.4 kW/cm² で 1 秒間であることがわかった。なお、この条件での再結晶領域として評価した熱影響領域の大きさは試料表面において直径 424 μm で板厚方向の深さは 209 μm であった。

本研究では析出物を再固溶させることによる軟質領域を局所的に作り出すことを目的としたレーザー加熱処理である

Fig.5 Load -Stroke curves of bending tests for 2024Al alloy sheets.
 (a) as received, rolling direction is parallel to bending axis.
 (b) as received, rolling direction is perpendicular to bending axis.
 (c) annealed at 773K for 5s.
 (d) appearance of sample after bending test.

ので、ここで説明した回復・再結晶組織を得る条件がそのまま適用できるとは考えていないが、次節以降で述べるレーザ加熱実験は本節であきらかになった熱影響領域検討結果を念頭に置いて実施した。

3.3 室温曲げ試験

Fig.5 に受理材ならびに熱処理材 (773 K-5 s) の室温曲げ試験結果を示す。受理材はその調質過程（加工熱履歴）において圧延を経験しているが、図 (a) および (b) はそれぞれ受理材の圧延方向に垂直および平行に曲げ応力が作用する場合である。図中の縦軸および横軸はそれぞれ曲げ荷重およびストローク（ポンチの下方への移動距離）を示している。両者ともストロークの増加に伴い急激に荷重が増大し、最大値を示した後に漸減するという共通の特徴が認められるが、最大値の値はそれぞれ 118.2 N と 116.0 N であり、受理材は試料採取方向による曲げ荷重の異方性は少ない。

773 K-5 s 熱処理材の曲げ試験結果を **Fig.5(c)** に示した。同様の荷重増加挙動を示し、最大荷重は 16.4 N であった。なお、図ではストロークが 10 mm を超えるあたりから荷重が再度急激に上昇しているが、これはポンチが試験片を支えるジグに接触したための荷重上昇であり、試験片の加工状態を反映したものではない。

また、**Fig.5(d)** に示したように、曲げ試験後の試験片表面（最大引張応力作用側）にはクラックなどの欠陥がない

こともわかった。他の試験片についても同様に欠陥形成は観察されなかった。

Fig.6 に縞状にレーザ照射点を移動させてパターンニング処理した場合の室温曲げ試験結果を示す。1 点あたりの照射エネルギー密度は 63.7 kW/cm^2 で、パターン 1 およびパターン 2 についてそれぞれ照射時間を 1、3 および 5 s と変化した。図中横軸は曲げ治具の移動量で、縦軸は荷重を示している。なお、いずれの試験片も曲げ試験後に最大引張荷重側表面にクラックは観察されなかった。

照射時間が 1 s の場合、図の (a) と (d) に見られるように、最大曲げ荷重がそれぞれ 114 N と 108 N と測定された。受理材の最大曲げ荷重が 118 N であることから 10 N 以下の減少である。パターン 1 と 2 の違いを見るとパターン 2 の方が最大荷重で 6 N 小さい。すなわち、エネルギー密度が小さく照射時間が短い場合は、**Fig.4** の再結晶領域の観察結果からも言えるように、析出物の再固溶現象が進んでおらずその結果として荷重減少量が少なくなったものと考えている。

照射時間を長くしていくと、(b)、(e) ならびに (c)、(f) にそれぞれ見られるように、最大荷重は減少した。しかしながら、いずれの照射時間においてもパターン 2 照射材の方がより小さな最大荷重値を示した。すなわち、パターン照射による曲げ荷重の異方性が現れている。

Fig.6 Load-Stroke curves of bending tests for 2024 Al alloy sheets laser heat treated at energy density of 63.7 kW/cm^2 .
 (a), (b) and (c) represent the specimens laser heat treated with *Pattern1* for 1, 3 and 5s, respectively.
 (d), (e) and (f) represent the specimens laser heat treated with *Pattern2* for 1, 3 and 5s, respectively.

Fig.7 Load-Stroke curves of bending tests and appearance of bend samples of 2024 Al alloy sheets laser heat treated with an energy density of 114 kW/cm^2 for 1s.
 (a) and (c): the Load-Stroke curves for specimens laser heat treated with *Pattern1* and *2*, respectively.
 (b) and (d): appearance of bend samples laser heat treated with *Pattern1* and *2*, respectively.

63.7 kW/cm^2 のエネルギー密度の場合、再結晶はほとんど進行しなかったが、析出物の再固溶は生じていることがこれらの実験より推察される。本研究では透過電子顕微鏡による照射領域の微細組織観察は行っていないが、レーザー照射による微細組織変化の詳細を明らかにすることでより精

密な局所組織制御の指針が得られる。

Fig.7 に 1 点あたりの照射エネルギー密度が 111.4 kW/cm^2 で照射時間を 1 s とした場合のレーザー照射材の室温曲げ試験結果を照射パターン 1 および 2 の場合についてそれぞれ示す。パターン 1 の最大荷重は 74.9 N であるのに対してパターン 2 の場合は 49.8 N となり、減少率すなわち異方性は 33.5 % となった。また、試験後の試料表面の写真より、いずれもクラックは発生していない。なお、照射エネルギー密度が高いため広い範囲で再固溶が生じたことが原因で 63.7 kW/cm^2 の場合よりも曲げ荷重そのものが低くなったと考えている。

Fig.8 に 111.4 kW/cm^2 で 1 s 照射の場合のレーザー照射材に対する曲げ試験の結果を異方性の観点から整理したグラフを示す。実験回数は 3 回で、図中の横軸は試行番号で、縦軸には最大曲げ荷重を示している。薄い網掛けの値がパターン 1 で、濃い網掛けがパターン 2 の結果である。いずれの試行においてもパターン 1 照射材が最大曲げ荷重値が大きいことが見て取れる。以上の実験結果より、レーザー照射による局所加熱は組織を変化させ、それにより素材の曲げ特性に異方性が現れることが確かになった。

3.4 曲げ荷重異方性の検討

本実験で明らかになった曲げ荷重の異方性はレーザー照射パターンと関連している。本節では、複合材料における複合則を基にして本実験で得られた曲げ荷重の異方性を定量的に考察する。解析対象とする照射条件は **Fig.7** に示した

Fig.8 Comparison of the maximum bending strength for the 2024 Al alloy sheets laser heat treated with Pattern 1 and 2.

111.4 kW/cm² で 1 秒間の場合とする。

レーザ照射による熱影響領域すなわち析出物が再固溶して軟質化した領域の大きさは本研究では特定できていないが、仮に照射面積の 2 倍程度であるとして考察を進める。なお、深さ方向としては板厚 0.7 mm に対して 0.2 mm 程度かそれ以上の領域が軟化したと考えられるので、曲げ試験における中立線すなわち引張荷重が作用する板厚の半分までは軟化領域であるとして、面積率のみを以下の計算に採用する。

最大引張荷重面において硬質領域と軟質領域の配置に基づく複合則を適用すると最大曲げ荷重 (Fc) はパターン 1 とパターン 2 についてそれぞれ次式で与えられる。

$$\text{パターン 1 : } F_c = \alpha F_a + (1 - \alpha) F_b \quad \cdots (1)$$

$$\text{パターン 2 : } F_c = 1 / (\alpha / F_a + (1 - \alpha) / F_b) \quad \cdots (2)$$

ここで、 α は軟質領域の面積率、 F_a は受理材の、 F_b は溶体化処理 (773 K-5 s) 後の最大曲げ荷重である。本実験による実測値として、 $\alpha = 0.1$ 、 $F_a = 118.2$ N および $F_b = 16.4$ N を式 (1) と (2) に代入すると、パターン 1 の場合は $F_c = 83.7$ N、パターン 2 の場合は $F_c = 51.9$ N を得る。

これらの計算値は Fig.7 に示した最大曲げ荷重値 (パターン 1 では 74.9 N、パターン 2 では 49.8 N) に近い値であり、粗い仮定ではあるが複合則に従ってレーザ局所加熱材の曲げ荷重異方性を軟質領域と硬質領域の配列により理解することができる。

3.5 レーザ局所加熱技術の展開

これまでの検証実験により、高集光性レーザ光を用いた局所加熱は素材表面近傍の任意の位置に限定的に周囲とは異なる組織を作り出せること、そして照射位置をパターン

Fig.9 Application of the present laser spot heating technique to produce "self-composite" materials.

走査することでもともと均質であった素材が複合材料のような混合組織に変化し、その結果として意図的な力学特性の異方性が発現することがわかった。

レーザ局所加熱法の応用として、Fig.9 に模式的に示した種々のパターンング法が考えられ、成形加工内容ならびに製品として使用される際に要求される特性を素材板の適所にあらかじめ造り込むことが、都度金型等の特殊な工具を用いることなく、可能になる。これはテーラードブランク法^{11,12)}のような異種材料を溶接して一体成形する方法とは異なる発想で、リサイクル性においても優位性がある。「光で創る新素材」として本法の展開が期待される。

4. 結言

本研究では、ファイバレーザ局所加熱システムにより、A2024-T3 アルミニウム合金板に縞状パターンでレーザ局所加熱処理を施し、照射パターンによる力学特性異方性の発現を室温曲げ試験により検証した。得られた主な結果をまとめると次のようになる。

- 1) 80 % の冷間圧延板 (1 mm 厚) に種々の条件でレーザ照射を施し断面組織を SEM-EBSD 法で観察したところ、エネルギー密度が 63.7 kW/cm² の場合は再結晶領域がほとんど観察されなかったが、111.4 kW/cm² の場合は明瞭な再結晶粒が観察され、照射時間が 5 s になると試料表面の一部が溶融しポロシティを有する組織が現れた。
- 2) 曲げ試験時の最大引張荷重作用面における荷重方向に平行に縞状パターンング処理により硬軟 2 種類の領域を交互に配したところ (パターン 1)、垂直に配した場合 (パターン 2) よりも常により大きな曲げ荷重が得られた。曲げ荷重は照射エネルギー密度が高くなるほど、また照射時間が長くなるほど減少した。
- 3) エネルギー密度が 111.4 kW/cm² で 1 点あたりの照射時間が 1 s の場合、パターン 2 はパターン 1 よりも最大曲げ荷重が 33.5 % 減少し、本研究で最も大きな異方性が現れた。

以上の結果より、レーザ局所加熱法により本来均質であった素材板に「あたかも複合材料組織のような組織：自己複合化組織」を任意のパターンで造り込めることが実証された。

謝 辞

本研究は JSPS 科研費 22656167 の助成を受けたものです。

参 考 文 献

- 1) 柴柳敏哉、塚本雅裕、阿部信行：レーザー研究、35-12 (2007) 767-771.
- 2) 塚本雅裕、刀根大輔、柴柳敏哉、本越信二、藤田雅之、阿部信行：レーザー研究、39-9 (2011), 706-710.
- 3) “アルミニウムハンドブック (第 6 版)” 株式会社昭栄社印刷所、(2001) 9.
- 4) 日本金属学会：“講座・現代の金属学 材料編 第 5 巻 非鉄材料”、丸善株式会社、(1987) 99-102.
- 5) 小林俊郎：“アルミニウム合金の強度”、株式会社内田老鶴圃、(2001) 28.
- 6) 日本アルミニウム協会：“アルミニウムハンドブック (第 6 版)”、株式会社昭栄社印刷所、(2001) 16.
- 7) “アルミニウムの組織と性質”、軽金属学会、(1991) 424-437.
- 8) 矢島悦次郎、市川理衛、古沢浩一、宮崎亨、小坂井孝生、西野洋一：“若い技術者のための機械・金属無機材料 第 2 版”、丸善株式会社、(2002) 276-279.
- 9) 佐藤政次：“レーザーハンドブック”、レーザー学会編、オーム社、(2005) 200-206.
- 10) JIS Z 2248：“金属材料曲げ試験”、日本工業標準審査会、(2006) 3.
- 11) 小野守章、吉武明英、大村雅紀：溶接学会論文集、2-4 (2003) 560-567.
- 12) 宮崎康信、橋本浩二、栗山幸久、小林順一：新日鉄技報、第 378 号、(2003) 35.