

(論文)

# 自動車パネル用Al-Mg-Si合金の集合組織形成挙動に及ぼす溶体化処理の影響

## Solution Heat Treatment Effects in Relation to Texture Formation in an Al-Mg-Si Alloy for Automotive Panels



松本克史\*(工博)

Dr. Katsushi Matsumoto



杉崎康昭\*(工博)

Dr. Yasuaki Sugizaki

Effects of solution heat treatments (SHT) on texture evolution of an Al-Mg-Si alloy were investigated. The primary focus of this study was the formation of Cube orientation components. The development of Cube components during SHT was influenced not only by nucleation and Cube growth behavior but also by recrystallization of non-Cube components. This study showed that for microstructural optimization it was important to control the heating rate and annealing temperature during SHT, as well as to control the solid solubility of Mg and Si into matrix before SHT.

まえがき = 自動車軽量化の流れの中で、ボディパネル材のアルミ化が検討されてきており、その中でも特に焼付塗装硬化特性に優れ、SSマークの問題がないAl-Mg-Si系合金が注目されてきている。アルミ化が進展するためには、プレス成形性改善が大きな技術課題であり、破断限界向上、表面性状などの特性を満たしていく必要がある。プレス成形性には種々の組織因子が影響しているが、中でも集合組織が重要な支配因子である。

本合金の集合組織の主成分である Cube{001}<100> 方位は張出し性を向上させるが<sup>1)~4)</sup>、リジングマークの原因<sup>2)5)</sup> になるとされている。また、集合組織形成過程と製造プロセスとの関係についても、Cube 方位に関しては、均質化熱処理及び熱間圧延条件の影響<sup>6)~8)</sup> や、冷間圧延前組織及び冷間圧延率の影響など<sup>9)</sup> については検討されてきているが、製品の集合組織を最終的に決定する溶体化処理工程の影響の検討は不十分であった。

そこで本研究では、Cube 方位に着目し、本方位成分を工業的に制御するための基礎的知見を得ることを目的として、溶体化処理が集合組織形成に及ぼす影響について検討を行った。

### 1. 供試材と実験方法

Al-0.6mass% Mg-1.0mass% Si-0.08mass% Mn-0.15mass% Fe 合金を造塊し、540 × 4h の均質化処理を行った後、熱間圧延を行い、3mm 厚の板材を作製した。さらに2種類の間焼鈍(硝石炉 500 × 5min 保持後水冷: HA 材, 大気炉 350 × 4h 保持後炉冷(昇温速度 50 /h, 冷却速度 50 /h): LA 材)をほどこした後、冷間圧延率 80% にて冷間圧延材を作製した。溶体化処理としては、

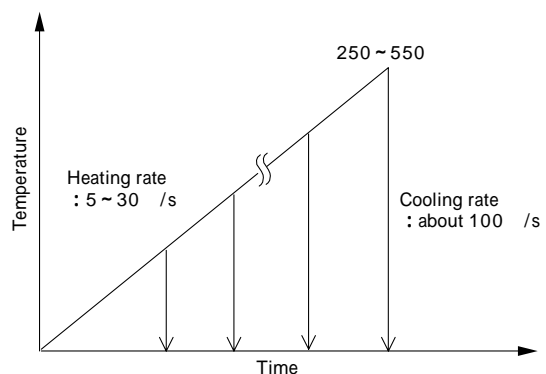


図1 溶体化処理の模式図  
Fig. 1 Schematic illustration of SHT

赤外線イメージ炉を用いて、図1に示すように一定の昇温速度(5~30 /s)にて550 までの種々の温度に昇温した後、直ちにガス冷却(冷却速度約 100 /s)を行った。

これらの中間焼鈍材、冷間圧延材及び溶体化処理材について、光学顕微鏡観察、TEM 観察、導電率測定、集合組織測定を行った。なお、集合組織測定は板厚中心部付近で行った。

### 2. 実験結果及び考察

#### 2.1 中間焼鈍及び冷間圧延材の組織

写真1、図2に中間焼鈍及び冷間圧延材の組織及び集合組織変化<sup>9)</sup>を示す。中間焼鈍材に関しては、いずれの中間焼鈍条件でも圧延方向に伸長した再結晶粒組織であった。また集合組織は、Cube 方位密度がいずれも 80 近いのに対して、ほかの方位成分 (Goss{011}<100>, Brass{011}<211>, {123}<634>, Cu{112}<111> 方位)はほとんど存在しない。Cube 方位のみが顕著に発達

\*技術開発本部 材料研究所 \*\*技術開発本部 電子技術研究所

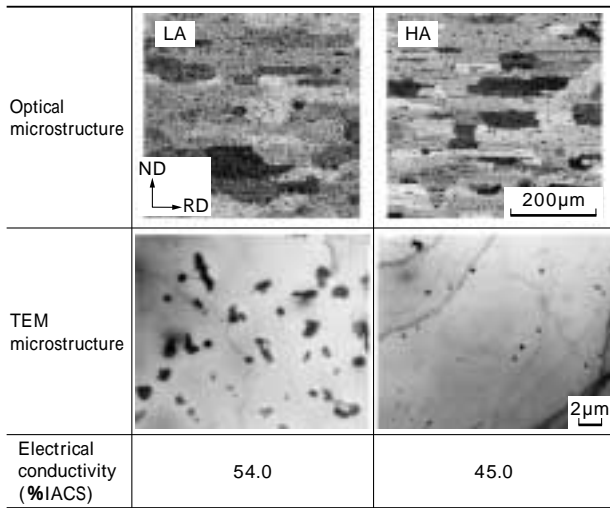


写真1 中間焼鈍材のマイクロ組織

Photo 1 Microstructure of intermediate annealed specimens

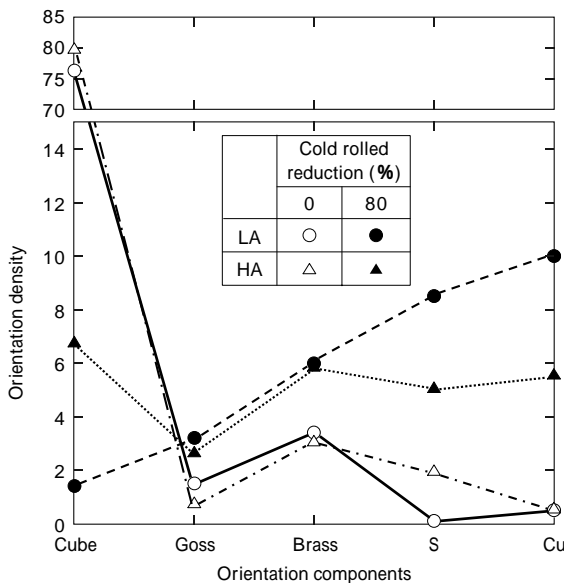


図2 冷間圧延集合組織に及ぼす冷間圧延率の影響

Fig. 2 Effect of cold rolled reduction on cold rolled texture

した集合組織となった。LA材のTEM写真には、0.1-1µmレベルの球状あるいは棒状の分散粒子や、さらに微細な板状の析出物が認められ、主にMg<sub>2</sub>Si及び単体Siであった。これに対してHA材では析出物は減少し、導電率が低下した。残存している約0.1µmレベルの微細な析出物は主にAl-Mn-Si系化合物で、Mg<sub>2</sub>Si及び単体Siはほとんど認められなかった。したがって、導電率の低下は主にMg, Siのマトリックス中への再固溶によるものと推察された。

中間焼鈍材を80%まで冷間圧延した結果、Cube方位は圧延不安定方位であるため、図2に示すように方位密度が急激に減少した。ただし、冷間圧延材でもCube方位密度は2~7のレベルであり、Cube方位領域は若干ながらも加工組織中に残存していた。また、冷間圧延時に発達する圧延集合組織成分( Brass, S, Cu方位)に関しては若干の差が認められ、LA材の方がHA材よりもS, Cu方位がより発達する傾向を示した。

## 2.2 溶体化処理時の再結晶集合組織形成挙動

図3に、種々の昇温速度で550の温度まで溶体化処

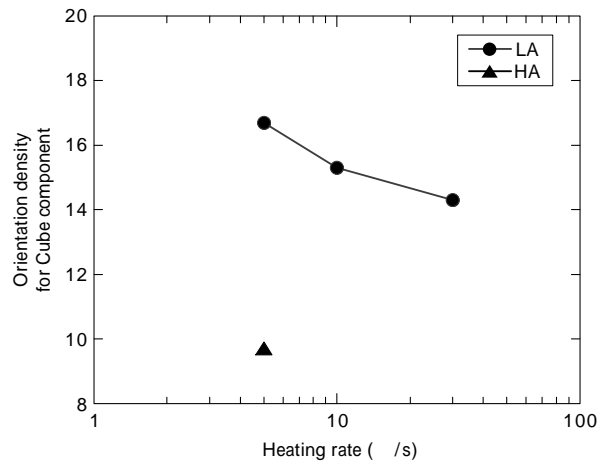


図3 溶体化処理後のCube方位密度に及ぼす昇温速度の影響

Fig. 3 Effect of heating rate on orientation density for Cube component after SHT

理を施したサンプルのCube方位密度変化を示す。中間焼鈍条件と昇温速度によって異なる。まず、LA材では昇温速度が速いほどCube方位密度が低下する傾向となった。次に、同じ昇温速度でも、固溶が促進したHA材ではCube方位密度が低下した。溶体化材のCube方位の発達に及ぼす固溶の影響に関しては次のように考える。HA材においては、Cube方位以外の再結晶粒が再結晶初期に多数形成されることを筆者らは報告しており、中間焼鈍時のMg<sub>2</sub>Siや単体Siなどの析出物が再固溶してマトリックス中のMg, Si元素の固溶量が増大し、冷間圧延時の転位の蓄積促進及び再結晶時の回復が抑制された結果、粗大析出物周辺や変形帯などのひずみ蓄積領域における再結晶核生成化をもたらし、再結晶方位がランダム化したものと推測している<sup>9)</sup>。また、昇温速度の影響は以下のように考えられる。Cube方位が発達したLA材においては、冷延組織中に形成されるCube方位からなる伸長組織(Cube band)は、ほかの方位の層状加工領域と比較して蓄積ひずみが少ない傾向にあり、冷間圧延時にCube bandにひずみが蓄積しにくい、あるいは再結晶焼鈍時にCube bandがほかの方位領域よりも回復しやすく、そのひずみの差が溶体化処理時のCube方位の優先発達の一因であると報告している<sup>9)</sup>。したがって、昇温速度が速くなると、Cube方位以外の領域での回復も促進されるためCube bandの優先的な発達が抑制され、Cube方位密度が低下したと推察される。

写真2に、溶体化処理時の昇温過程の光学顕微鏡組織変化を示す。Cube方位の発達と再結晶挙動の間に関連が認められる。Cube方位が最も発達したサンプル(LA材, 昇温速度5 /s)では、325までは加工組織であり、再結晶はほとんど進んでいないが、350で等軸粒組織となっており、350付近で再結晶が完了したものと考えられる。これに対してCube方位の発達が抑制された条件では、いずれも再結晶温度は400付近まで上昇した。そのうち、HA材に関しては、上述したようにMg, Siの再固溶による回復抑制効果によって再結晶温度が上昇したものと考えられる。また、再結晶は拡散速度に律速されるため、再結晶温度は昇温速度に依存し、昇温速

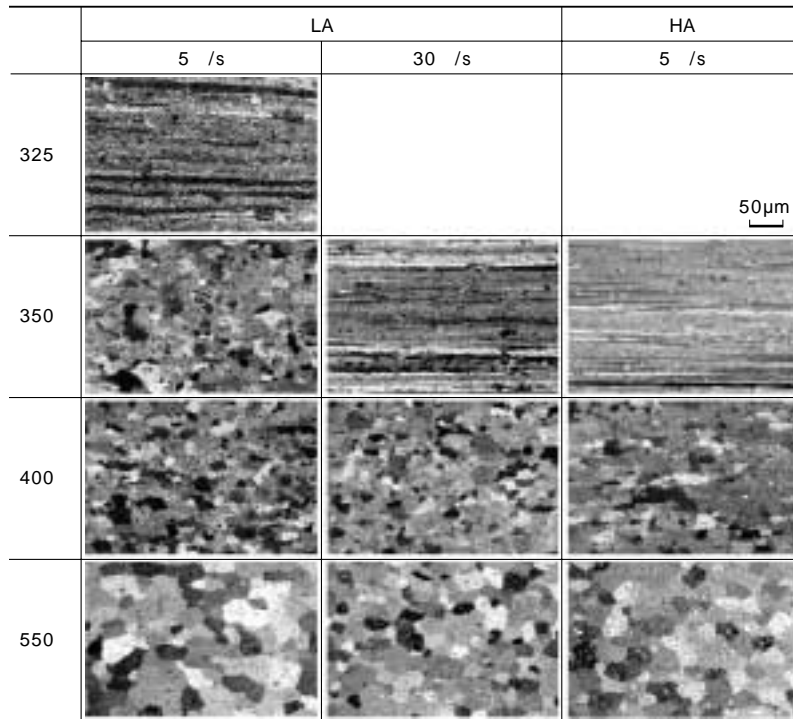


写真2 溶体化処理中のマイクロ組織変化  
Photo 2 Microstructure changes during SHT

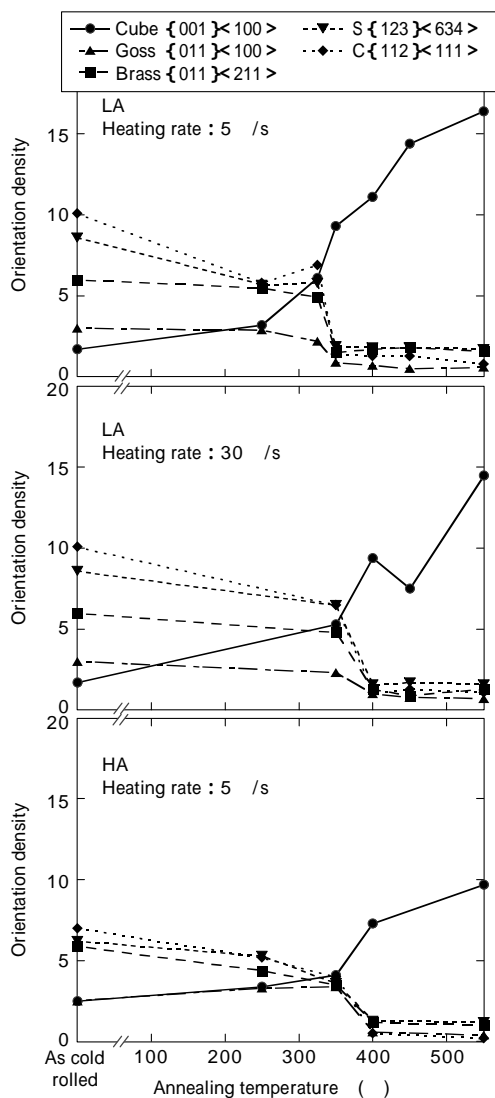


図4 溶体化処理中の集合組織変化  
Fig. 4 Texture changes during SHT

度が速いほど再結晶温度が上昇したものと考えられる。また、再結晶完了後も昇温に伴って粒成長は進行し、最終到達温度(550)では約30~50μm程度のサイズまで粒成長するが、昇温速度が遅い条件のほうが高温域での保持時間が長くなるため結晶粒径は大きくなる傾向を示した。

また、写真2のような昇温過程のマイクロ組織変化の差異は、集合組織変化にも影響している可能性がある。図4に溶体化処理中の集合組織変化を示す。LA材の昇温速度が5/sの場合、冷間圧延材で発達していた圧延方位成分(Brass, S, Cu方位)の方位密度は昇温につれて徐々に減少していき、350で不連続的に急減しており、写真2で見られた再結晶完了温度と一致している。

一方、Cube方位密度は昇温とともに徐々に増加するが、注目すべき点として、圧延方位成分の方位密度が急減する温度よりも低温域(325)で急激に増加しはじめる。これは、上述したCube bandでの優先的な回復などによって、Cube方位だけが先に優先核生成・成長していることを示唆している。さらに、Cube方位は再結晶が完了した後も昇温とともに顕著に発達しており、最終到達温度(550)まで発達し続ける。再結晶後の粒成長過程においては、Cube方位はクラスタを形成することで安定化し、優先成長しやすく<sup>10)</sup>、また粒成長初期のCube方位粒の空間配置がその後のクラスタ形成挙動、Cube方位の粒成長時の発達挙動に影響することが報告されている<sup>11)</sup>。Cube方位の発達が認められたLA材の再結晶初期段階の組織においても、Cube方位領域が太い帯状、あるいはクラスタ状に存在することが認められており<sup>9)</sup>、再結晶時にクラスタを形成している可能性が高い。本研究においても、LA材の粒成長過程でのCube方位の顕著な発達は、このようなクラスタ形成によるCube

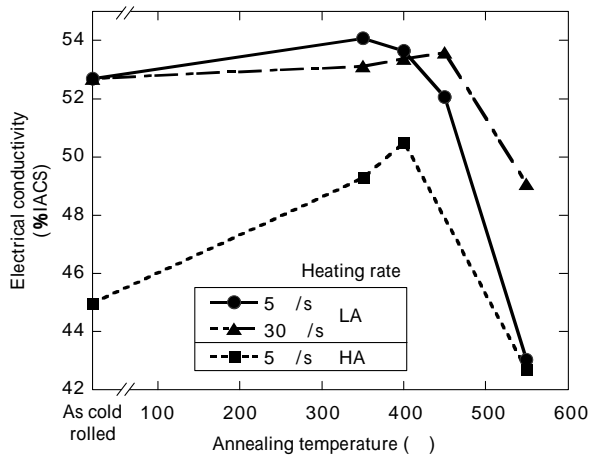


図5 溶体化処理中の導電率変化  
Fig. 5 Electrical conductivity changes during SHT

方位粒の安定化も寄与しているものと推察される。

一方、LA 材でも昇温速度が速い条件 (30 /s) では、再結晶後の粒成長過程での Cube 方位の発達程度が小さくなる。これは、昇温速度が速くなると Cube 方位粒が優先成長する時間が短くなるためであり、これらのことから、Cube 方位の発達を促すには昇温速度を遅く、かつ溶体化温度も高温にすることが有効である。

また、HA 材においては、圧延方位成分が急減する温度 (400 ) までの Cube 方位の発達は小さい。これは、筆者らの EBSP 測定で得られた結果<sup>9)</sup> と一致しており、Cube 方位以外の方位成分も優先核生成した結果、Cube 方位の優先核生成・成長が阻害されたものと推察される。その結果、再結晶後の粒成長過程においても Cube 方位は顕著に発達しない。このことより、HA 材では固溶状態の差異により、再結晶初期の再結晶核生成・成長挙動によってその後の Cube 方位の発達が支配されているといえる。

なお、昇温中には回復あるいは再結晶だけでなく、固溶あるいは析出も同時に起こる。図5に溶体化処理中の導電率変化を示す。LA 材においては、昇温途中までは析出状態の変化は小さいが、450 以上の温度域で固溶が急激に進む。一方、HA 材では、昇温中に析出が一旦起こった後、再固溶する複雑な挙動となる。特に、HA 材では再結晶が起こる温度域 (350~400 ) まで昇温中に析出が進行しており、この析出挙動が再結晶挙動、特

に Cube 方位の発達の抑制に何らかの影響をしている可能性もあるが、これに関しては今後も詳細に検討していく必要がある。

むすび = 自動車パネル用 Al-Mg-Si 合金のプレス成形性や表面性状に影響する集合組織 (Cube 方位) の形成に及ぼす溶体化処理条件の影響について検討をした。

- 1) 溶体化処理材の再結晶 Cube 方位の制御のためには、Cube 方位以外の再結晶挙動の制御 (溶体化処理前の固溶状態) や、溶体化処理時の Cube 方位核の形成とその成長 (昇温速度、到達温度) を制御することが重要である。
- 2) Cube 方位が発達することで、張出性向上効果だけでなく、リジングマークの原因になるとの報告があるが、両方の特性を両立させるためには、Cube 方位粒の空間配置の制御が不可欠である。工業的には、鑄造 ~ 均熱 ~ 熟延に至るいわゆる上工程も含めた一貫工程での集合組織の形成挙動の把握とその制御が今後必要である。

今後、プレス成形性向上や表面性状改善を図っていくために、集合組織形成挙動に関して得られたこれらの基礎的知見をプロセス制御指針に反映させていく。

#### 参考文献

- 1) J. D. Bryant et al. : Aluminum and Magnesium for Automotive Applications, (1996) The Minerals, Metals & Materials Society, p.85.
- 2) R. M. Ramage et al. : Automotive Alloys, (1998) The Minerals, Metals & Materials Society, p.19.
- 3) 胡建国ほか : 日本金属学会誌, Vol.62 (1998) p.159.
- 4) P. Ratchev et al. : Text. and Microstruct., 22 (1994) p.219.
- 5) G. J. Baczynski et al. : Acta Mater., 48 (2000) p.3361.
- 6) O. Daaland and E. Nes : Acta Mater., 44 (1996) p.1389.
- 7) H. E. Vatne et al. : Mat. Sci. Tech., 12 (1996) p.201.
- 8) O. Engler et al. : Materials Science Forum, 157-162 (1994) p.939.
- 9) 松本克史ほか : 軽金属 (投稿中).
- 10) K. Matsumoto et al. : Acta Mater., 45 (1997) p.439.
- 11) K. Matsumoto et al. : Proc. ICAA-6 (ed. by T. Sato et al) (1998) The Japan Institute of Light Metals, p.1173.