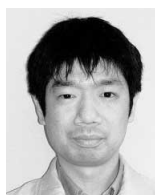


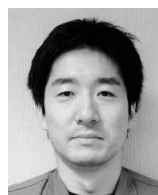
(論文)

Al-Mg-Si合金押出材の再結晶組織に及ぼす押出温度の影響

Effect of Extrusion Temperature on Recrystallization Textures of Extruded AA6005C Alloys



伊原健太郎*¹(工博)
Dr. Kentaro IHARA



志鎌隆広*²(工博)
Takahiro SHIKAMA



森田啓二*³
Keiji MORITA

A study was made to determine the effect of the extrusion temperature on the recrystallized grain size and texture of an AA6005C alloy. Several extrusion tests were conducted at temperatures from 753 to 793K at an extrusion speed of 3m/min. A decrease in extrusion temperature from 793K to 753K was found to increase the average size of recrystallized grains from 170 μ m to 230 μ m and the volume fraction of cube-oriented recrystallized grains from 30% to 40%. A high-temperature compression test, conducted to elucidate the formation process of recrystallized grains, revealed that, compared with the extrusion at 793K, the one at 753K yields fewer recrystallized grains immediately after the deformation, indicating that a larger amount of energy is stored in the unrecrystallized region. The increased stored energy is considered to have promoted the preferential growth of the recrystallized Cube grains.

まえがき=6000系Al-Mg-Si合金は、押出材として主として輸送機器、建材、電子機器の分野で使用されている。自動車などの輸送機器に用いられる構造材としては、強度や耐食性、溶接性などが求められる¹⁾。この材料は一般には、押出後に強制冷却し、高温時効してT5調質を施されることが多く、押出方向に伸びた繊維状組織として強度が高い状態で使われる。押出材の機械的特性は再結晶集合組織により変化する。その一例として中空形材のCube方位{100}<001>の集積度が高いと耐衝撃性が向上することが報告されている²⁾。しかしながら押出材の再結晶集合組織に関しては、押出温度によって変化することが主に丸棒の場合で報告されている³⁾一方で、中空形材での報告は少ない。そこで本稿では、AA6005C (JIS 6N01) - T5アルミニウム合金の中空形材の押出条件が再結晶集合組織の形成過程に及ぼす影響を明らかにするため、押出温度を変えたT5中空形材の再結晶集合組織を調査したのでその概要を報告する。

1. 試験方法

供試材はAA6005C (JIS 6N01) - T5中空形材である。供試材の化学成分を表1に、製造工程を図1に示す。 ϕ 155mmのビレットを520 $^{\circ}$ Cで4hの均質化熱処理を行

った後、480 $^{\circ}$ C、500 $^{\circ}$ C、520 $^{\circ}$ Cの各温度に再加熱し、押出速度3m/min、押出比44で熱間押出を行った。押出の出口温度は加工発熱により加熱温度より約15 $^{\circ}$ C高い。押出後、水冷までの時間は20sとした。その後、190 $^{\circ}$ Cで3hの高温時効を行って供試材(T5)とした。

この供試材を用いて引張試験や光学顕微鏡観察、集合組織測定、および透過型電子顕微鏡(TEM)観察を行った。引張試験は、長手方向が押出方向(L方向)に平行になるようにJIS13B号試験片を切出し、標点間距離50mm、クロスヘッド速度2mm/min、初期ひずみ速度7 $\times 10^{-4}$ s $^{-1}$ で行った。結晶粒組織は、LT-ST断面を5%水酸化ナトリウム溶液でエッチングして光学顕微鏡を用いて観察した。集合組織の測定は走査型電子顕微鏡(SEM)によるEBSD法で行った。測定面はLT-ST断面

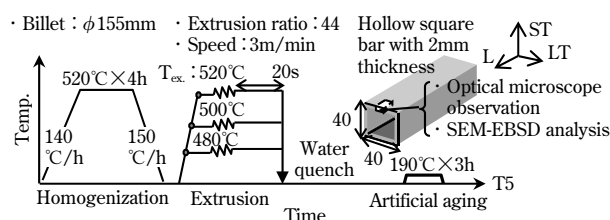


図1 6005C合金押出材の工程の模式図
Fig. 1 Schematic view of process of extruded 6005C alloys

表1 供試材の化学成分 (wt%)
Table 1 Chemical composition of studied Al-Mg-Si alloy (wt%)

	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn	Ti	Mn+Cr	Unspecified other elements	
										Each	Total
Specimen	0.40	0.20	0.15	—	0.80	—	—	0.02	—	—	—
AA6005C	0.40-0.90	0.35	0.35	0.50	0.40-0.80	0.30	0.25	0.10	≤ 0.50	0.05	0.15

*¹アルミ・銅事業部門 真岡製造所 技術部 *²アルミ・銅事業部門 長府製造所 アルミ押出工場 *³神鋼ファブテック(株)

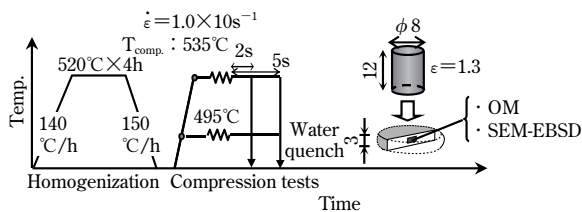


図2 6005C合金高温圧縮試験工程の模式図

Fig. 2 Schematic view of process of hot compression tests

で、電解研磨した後に日本電子製SEM (JEOL6500F) に搭載したTSL社製方位解析装置 (OIM) を用いた。加速電圧は15kVとし、測定範囲 $2 \times 2 \text{ mm}$ をステップ間隔 $5 \mu\text{m}$ で測定した。TEM観察により、分散粒子のサイズと間隔を測定した。また、再結晶組織の初期形成過程を明らかにするために、押出試験とは別に、供試材のピレットを用いて高温圧縮試験を行った。試験条件を図2に模式的に示す。520°Cで4hの均質化熱処理後のピレットより、 $\phi 8 \times 12 \text{ mm}$ の円柱状に試験片を切出し、ひずみ速度 10 s^{-1} 、圧下率75%で圧縮試験を行った。なお、高温圧縮試験の温度は押出温度480°Cおよび520°Cよりもそれぞれ15°C高い、495°Cおよび535°Cとした。これは、押出中の加工発熱分を加算したことによる。試験機には富士電波工機社製のサーメックマスターZを用いた。圧縮変形終了後、2秒および5秒経過した後、水冷し、試料中央部の組織を、圧縮軸に平行な断面で光学顕微鏡およびSEM-EBSD法によって観察した。

2. 試験結果

2.1 供試材の引張特性

表2に示す供試材の押出方向の引張特性はJIS H4100の規格を満足し、標準的な値より引張強さおよび耐力がやや高い。引張強さおよび耐力は押出温度の低下に伴って低くなった。

2.2 供試材のマイクロ組織

2.2.1 結晶粒組織

図3に供試材の再結晶組織 (光学顕微鏡写真) を示す。表3に各温度での押出材のマイクロ組織測定結果を一覧で示す。押出温度が480~520°Cの範囲では肉厚全域にわたって再結晶しており、押出温度が520°Cから480°Cに低下すると中心層の再結晶粒の平均粒径は $165 \mu\text{m}$ から $234 \mu\text{m}$ まで増大した。

2.2.2 結晶方位分布

図4に供試材の結晶方位分布を示す。なお、図4 (A) はL方向の結晶方位を示した逆極点図マップで、方位は図右横のステレオ三角形内の色で示している。図4 (B) に、集合組織の主な方位であるCube方位 $\{001\} \langle 100 \rangle$ 、Goss方位 $\{001\} \langle 100 \rangle$ 、Brass方位 $\{011\} \langle 211 \rangle$ 、S方位 $\{123\} \langle 634 \rangle$ 、Cu方位 $\{112\} \langle 111 \rangle$ 、 $\{112\} \langle 110 \rangle$ 方位、および $\{001\} \langle 110 \rangle$ 方位の分布を色別に示す。図4 (B) 中の黒い実線は、方位差 15° 以上の境界で、大角粒界に対応する。

図4 (A) に示すように、中心層と表面層で結晶方位分布が異なる。中心層は $\langle 001 \rangle$ が集積し、表面層は比較的ランダムな方位分布であった。中心層は、Cube方位

表2 6005C—押出T5材の引張特性

Table 2 Tensile properties of extruded 6005C-T5 specimens

T_{ex} (°C)	TS (MPa)	YS (MPa)	El. (%)
520	278	255	12
500	277	252	12
480	266	241	12
Standard data of 6005C ¹²⁾	T5	265	225
JIS H4100	T5	≥ 245	≥ 205

表3 ミクロ組織測定結果

Table 3 Summary of survey results

T_{ex} (°C)		480	500	520
Mean grain size (μm)	Surface layer	132	139	136
	Center layer	234	178	165
Area fraction of texture (%) (LT-ST cross section)	Cube	38	30	29
	Goss	8	8	9
	Brass	4	3	5
	S	3	2	6
	Cu	3	1	2
	$\{112\} \langle 110 \rangle$	3	2	2
	$\{001\} \langle 110 \rangle$	3	1	1
Mean dispersoids size (nm)		140	136	140
Mean dispersoids space (μm)		2.2	2.5	2.2

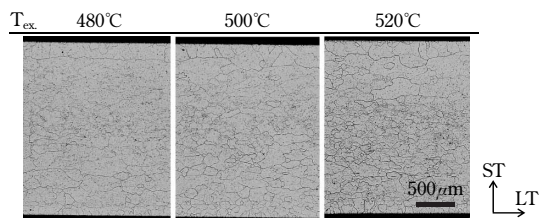


図3 6005C合金押出T5材LT-ST断面の光学顕微鏡写真 (T_{ex} : 押出温度)

Fig. 3 Optical microstructure of extruded 6005C-T5 alloys (T_{ex} : Extrusion temperature)

が最も多く分布し、次いでGoss方位が分布していた。表面層には、中心層には存在しない $\{112\} \langle 110 \rangle$ 方位や $\{001\} \langle 110 \rangle$ 方位が分布しており、これは、押出表面に加わるせん断ひずみによって形成される方位^{3)~5)}と同じである。また、表面層にはGoss方位やBrass方位、S方位、Cu方位も分布していた。

図4 (A) の結晶方位分布の違いをもとに中心層と表面層に分け、それぞれの層で大角粒界の平均間隔から再結晶粒径を測定した結果を図5に示す。押出温度が520°Cから480°Cに低下すると、再結晶粒径は中心層では $165 \mu\text{m}$ から $234 \mu\text{m}$ に大きくなった。一方、表面層では $136 \mu\text{m}$ から $132 \mu\text{m}$ とほとんど変化しなかった。図4 (B) で肉厚全域にわたって測定した各方位粒の面積率と押出温度の関係を図6に示す。押出温度によって面積率が変化する主な方位は中心層に分布するCube方位粒であり、押出温度が520°Cから480°Cに低下すると、Cube方位粒の面積率は29%から38%にまで高くなった。押出温度の低下に伴う中心層の再結晶粒の粗大化は、Cube方位粒の面積率の増大と対応する。これまで、6063合金の丸棒押出材で押出温度が520°Cから400°Cに低くなると、加工度92%の再結晶集合組織の $\langle 100 \rangle$ 繊維の割合が53%から27%に小さくなるとの報告があり⁶⁾、純アルミニウムの

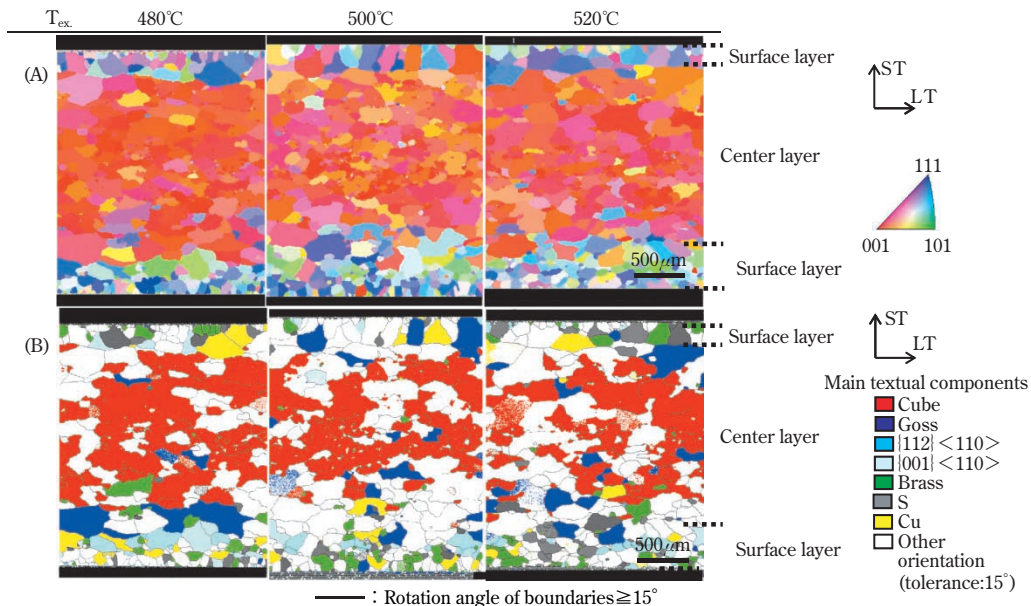


図4 6005C合金押出T5材LT-ST断面のSEM-EBSDマップ (A: 結晶方位分布, B: 主な集合組織方位成分の分布)
 Fig. 4 SEM-EBSD maps of extruded 6005C-T5 alloys (A: Orientation distribution, B: Main textual components)

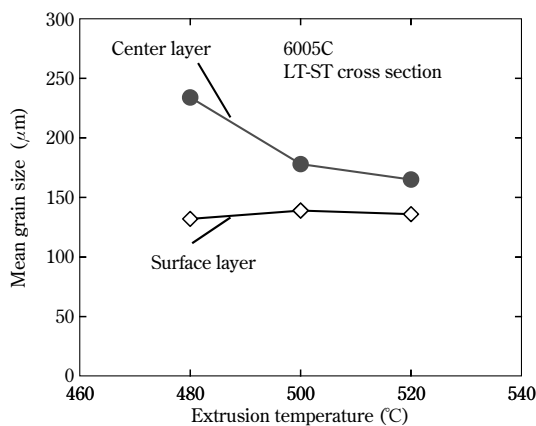


図5 押出温度と再結晶粒径との関係
 Fig. 5 Relationship of extrusion temperature and recrystallized grain size

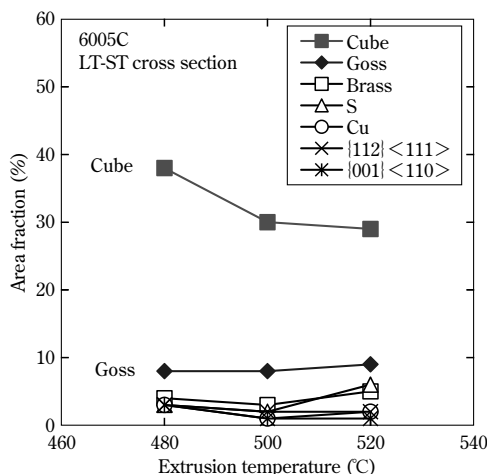


図6 押出温度と集合組織各方位成分の面積率との関係
 Fig. 6 Relation between area fraction of textual components and extrusion temperature

丸棒押出材⁷⁾でも480°Cから290°Cに押出温度を下げた場合に同様の傾向が報告されている。これらは、<111>繊維組織が多く残っており、再結晶が完全に生じていない温度域を含んでいる。このため、いずれも全域で再結

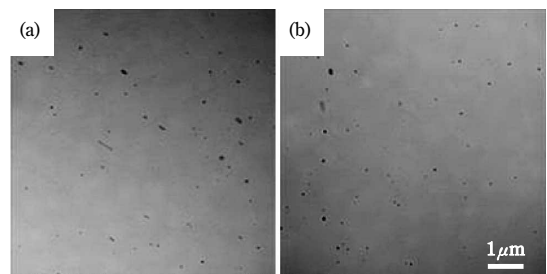


図7 6005C合金押出T5材の分散粒子
 Fig. 7 Dispersoids in 6005C alloys extruded at (a)480°C, (b)520°C

晶した本供試材で、押出温度を520°Cから480°Cに低下させるとCube方位粒の面積率が30%から40%に上がるという傾向とは比較できない。

Cube方位以外の主方位の面積率は、いずれの押出温度でも同程度であった。押出温度が高いほど、Cube方位の面積率が低くなる一方で、測定した主方位以外の方位の面積率の合計は増えたことになる。これは、押出温度が高いと、様々な方位を持った粒が再結晶して成長しやすいことを示唆する。なお、圧延板の場合は、Cube方位の集積度が上がると曲げ性が向上するといわれている^{8), 9)}。確認のため供試材でもVブロック法による曲げ試験 (JIS Z2248) をLT方向で行った結果、押出温度が520°Cから480°Cに低下すると限界曲げ半径が1.5mmから0.3mmに小さくなり、Cube方位の面積率が高いほど曲げ性が良くなった。

2.2.3 分散粒子

図7に各温度での押出材の分散粒子のTEM写真を示す。これらはいずれも、520°Cで4hの均質化熱処理を施したものであり、Al-Fe-Si系分散粒子の粒子径および粒子間隔にはほとんど差はなかった。押出温度が低下すると再結晶粒径が大きくなりCube方位粒の面積率が高くなるのは、分散粒子の影響ではなく、これらの再結晶粒径と集合組織の変化は押出温度の影響によるものである。

3. 考察

3.1 変形温度と蓄積ひずみ量

供試材の再結晶過程を明らかにするため、高温圧縮試験によって再結晶の初期段階での組織観察を行った。図8に応力-ひずみ曲線を示す。高温変形においては、室温と同様に変形応力は転位密度の1/2乗に比例することが知られている¹⁰⁾。本圧縮試験の場合、495℃変形材は535℃変形材よりも変形応力が約30%大きいため、転位密度は約70%大きいと推定される。

3.2 再結晶初期段階の結晶粒組織

図9に、535℃および495℃で75%圧縮変形した試料中心部の2秒後と5秒後の光学顕微鏡組織を示す。2秒後の段階では、535℃変形材、495℃変形材ともに、横方向に伸長した変形組織の中に10~20 μm程度の直径の結晶粒が観察された。これらの結晶粒は等軸状であることから、再結晶粒であると推定した。5秒後の段階では、535℃変形材、495℃変形材ともに観察領域全域にわたって再結晶が進行し、再結晶粒が粒成長した。535℃変形材よりも495℃変形材のほうが粒成長後の再結晶粒径が大きかった。

3.3 再結晶初期段階の結晶方位分布

再結晶初期段階における優先方位形成を確認するため、圧縮変形後2秒の試料中心部のSEM-EBSD解析を行った結果を図10に示す。図10(a)は、圧縮軸方向の逆極点図マップで、方位は図下のステレオ三角形内の色に対応している。圧縮軸方向が図中の赤い領域は<001>に、

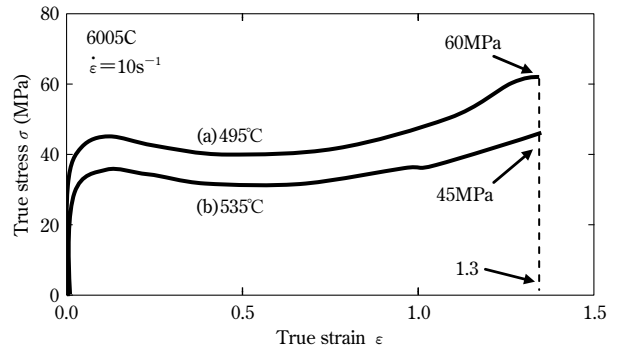


図8 6005C合金の高温圧縮試験の応力-ひずみ曲線 (a) 495℃, (b) 535℃
Fig. 8 Stress-strain curves for 6005C alloys compressed at (a) 495℃, (b) 535℃

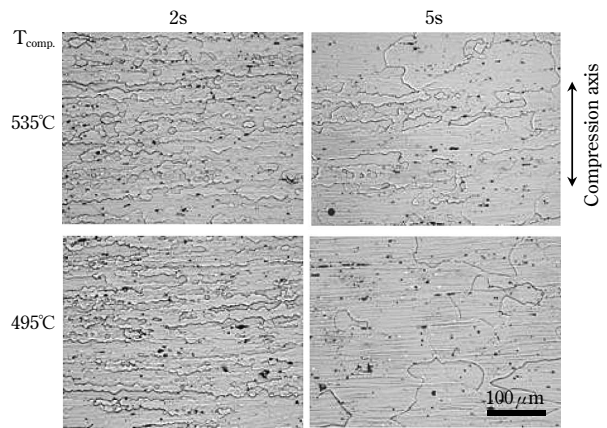


図9 6005C合金の高温圧縮試験材中央部の光学顕微鏡写真
Fig. 9 Optical microstructure in center of compressed 6005C alloys

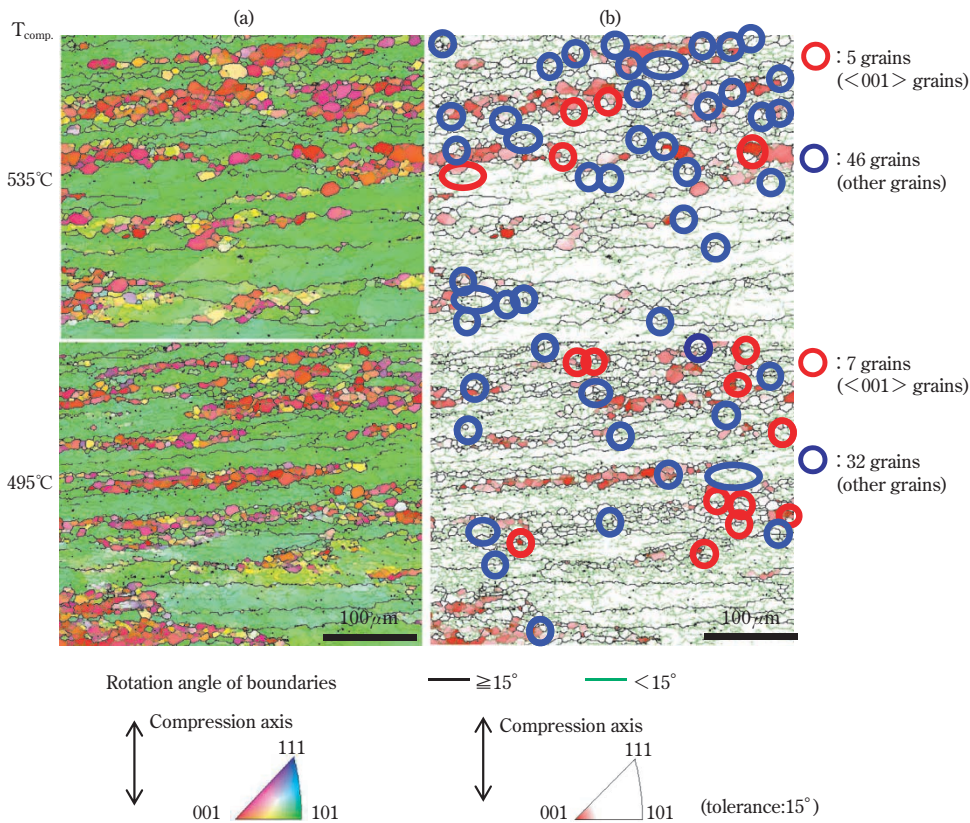


図10 6005C合金の高温圧縮試験材中央部のSEM-EBSDマップ
(a) 圧縮軸方向の結晶方位分布, (b) <001>粒の分布

Fig.10 SEM-EBSD maps in center of compressed 6005C alloys
(a) orientation distribution of compression axis, (b) distribution of <001> grain

緑色の領域は $\langle 110 \rangle$ に配向している。ここではそれぞれ $\langle 001 \rangle$ 粒、 $\langle 110 \rangle$ 粒と呼ぶ。図10(b)は、 $\langle 001 \rangle$ 粒のみを赤色で図示(許容誤差: 15°)したもので、黒色の線は大角粒界、緑色の線は小角粒界に相当する。大角粒界に囲まれ、内部に小角粒界を含まない等軸状の結晶粒を再結晶粒と見なした。再結晶粒のうち、 $\langle 001 \rangle$ 粒を赤い円で、 $\langle 001 \rangle$ 粒以外を青い円で囲んだ。測定視野内での再結晶粒の数は、535°C変形材が51個、495°C変形材が39個と、495°C変形材のほうが再結晶粒は少なかった。 $\langle 001 \rangle$ 粒は535°C変形材が5個、495°C変形材が7個と、再結晶粒に占める $\langle 001 \rangle$ 粒の割合は495°C変形材のほうが大きかった。

3.4 供試材のCube方位粒の優先成長機構

$\langle 110 \rangle$ は圧縮変形でのTaylor因子が大きく蓄積エネルギーが大きい方位であるのに対し、 $\langle 100 \rangle$ は圧縮変形でのTaylor因子が小さく蓄積エネルギーが小さい方位であると考えられる¹¹⁾。このため、図10で見られる $\langle 001 \rangle$ 粒は、回復が早く優先成長することができる方位であり、押出中心層のCube方位に対応すると考えられる。495°C変形材の場合は、535°C変形材より再結晶初期段階の再結晶粒の数が少なく、 $\langle 001 \rangle$ 粒の割合が大きい。なおかつ、未再結晶領域の蓄積ひずみエネルギーが大きいため、優先成長できる $\langle 001 \rangle$ 粒の成長速度が大きくなり、その結果、Cube方位粒のように優先的に成長する再結晶粒の面積率が增大すると考えられる。

供試材の押出材の場合も、上記の高温圧縮変形材と同様の現象が起きていると推定される。その模式図を図11に示す。押出温度が480°Cと低いと、変形直後の再結晶粒の数は少ない。ただし、回復の早いCube方位粒の割合が大きいと推定される。蓄積ひずみエネルギーが大きい未再結晶領域の中で、成長速度が速いCube方位粒が優先的に成長し、このため、押出後の再結晶組織ではCube方位粒の面積率が増大したと考えられる。

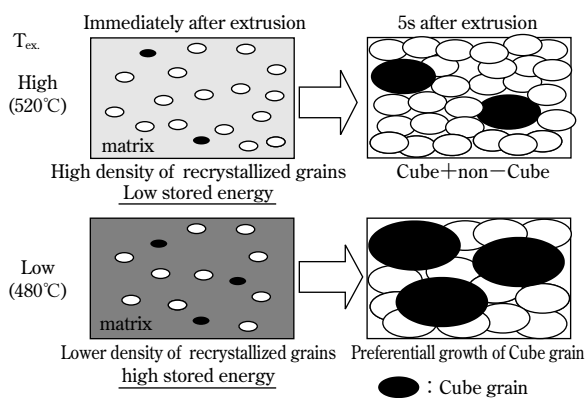


図11 6005C合金の再結晶過程の模式図
Fig.11 Schematic view of recrystallization in 6005C alloy

むすび=6005Cアルミニウム合金の押出T5中空型材の押出温度を520°Cから480°Cに低下させ、再結晶集合組織の変化を調査した。また、再結晶過程を明らかにするため高温圧縮試験を行い、以下の結論を得た。

- ・ 押出温度が520°Cから480°Cに低下すると、再結晶粒平均粒径は約170 μm から約230 μm に粗大化し、Cube方位粒の占有率は約30%から約40%にまで高くなった。
- ・ 押出温度が480°Cと低いと、変形直後の再結晶粒の数は少ない。ただし、回復の早いCube方位粒の割合が大きいと推定される。蓄積ひずみエネルギーが大きい未再結晶領域の中で、成長速度が速いCube方位粒が優先的に成長し、押出後の再結晶組織ではCube方位粒の面積率が増大すると推定される。

参考文献

- 1) 相浦 直ほか. R&D神戸製鋼技報. 2002, Vol.52, No.3, p.83.
- 2) T. Furu et al. Mater. Sci. For. 519-521 (2006), 1421.
- 3) 井上博史. 軽金属. 2002, Vol.52, No.11, p.525.
- 4) J. Baumgarten et al. Z.Metallkd, 72 (1981), 162.
- 5) J. Baumgarten et al. Z.Metallkd. 72 (1981), 75.
- 6) 高橋恒夫ほか. 軽金属. 1969, Vol.19, No.1, p.17.
- 7) J. Grewen et al. Metall. 12 (1959), 523.
- 8) 伊川慎吾ほか. 軽金属, 2011, Vol.61, No.2, p.53.
- 9) 日比野旭ほか. 軽金属学会第106回春期大会講演概要. 2004, p.89.
- 10) F. R. Castro-Fernandes et al. Mats.Sci.and Tech., 6(1990), 453.
- 11) 鄭 鉉黙ほか. 軽金属, 52 (2002), 525.
- 12) アルミニウム協会. アルミニウムハンドブック第7版, 2007, p.49.