# T2R2 東京科学大学 リサーチリポジトリ Science Tokyo Research Repository

# 論文 / 著書情報 Article / Book Information

| 題目(和文)            | <br>  自動車用AI-Mg-Si系合金板材の機械的性質に及ぼす第2相粒子の影響<br>   |
|-------------------|---|
| Title(English)    |   |
| 著者(和文)            | 徳田健二  |
| Author(English)   | Kenji Tokuda  |
| 出典(和文)            | 学位:博士(工学),<br>学位授与機関:東京工業大学,<br>報告番号:甲第7264号,<br>授与年月日:2008年3月26日,<br>学位の種別:課程博士,<br>審査員:熊井 真次,加藤 雅治  |
| Citation(English) | Degree:Doctor of Engineering,<br>Conferring organization: Tokyo Institute of Technology,<br>Report number:甲第7264号,<br>Conferred date:2008/3/26,<br>Degree Type:Course doctor,<br>Examiner:, |
| <br>学位種別(和文)      |   |
| Type(English)     | Doctoral Thesis   |

# 平成19年度 博士論文

# 自動車用 AI-Mg-Si 系合金板材の

## 機械的性質に及ぼす第2相粒子の影響

# 指導教員 熊井 真次 教授

# 加藤 雅治 教授

材料物理科学専攻 05D28077 徳田 健二

### 自動車用 AI-Mg-Si 系合金板材の機械的性質に及ぼす第2相粒子の影響

目次

#### 第1章 緒論

の関係

| 1.1 | 自動車用アルミニウム板材                 | • • • • • • • • • • • 1 |
|-----|------------------------------|-------------------------|
| 1.2 | AI-Mg-Si 系合金板材の機械的性質に及ぼす影響因子 | • • • • • • • • • • • 4 |
| 1.3 | 高速双ロールキャスター                  | •••••10                 |
| 1.4 | 本研究の目的                       | • • • • • • • • • • 13  |

## 第2章 高速双ロールキャストした AI-Mg-Si 系合金板の鋳造割れに及ぼす 鋳造条件の影響

| 2.1 | 緒言   | •••••17                |
|-----|------|------------------------|
| 2.2 | 実験方法 | •••••17                |
| 2.3 | 実験結果 | •••••18                |
| 2.4 | 考察   | 25                     |
| 2.5 | 小括   | • • • • • • • • • • 34 |

### 第3章 高速双ロールキャストした AI-Mg-Si 系合金板の凝固挙動と鋳造割れ

| 3.1 | 緒言   | • • • • • • • • • • 36 |
|-----|------|------------------------|
| 3.2 | 実験方法 | • • • • • • • • • • 36 |
| 3.3 | 実験結果 | 38                     |
| 3.4 | 考察   | 40                     |
| 3.5 | 小括   | 43                     |

### 第4章 AI-Mg-Si系合金板材の機械的性質に及ぼす鉄含有量と冷却速度の影響

| 4.1 | 緒言   | • • • • • • • • • • 44 |
|-----|------|------------------------|
| 4.2 | 実験方法 | 44                     |

| 4.3 | 実験結果 | • • • • • • • • • • • 47 |
|-----|------|--------------------------|
| 4.4 | 考察   |                          |
| 4.5 | 小括   |                          |

第5章 AI-Mg-Si系合金板材の機械的性質に及ぼす均質化熱処理と第2相粒子 サイズ分布の影響

| 5.1 | 緒言   | 60 |
|-----|------|----|
| 5.2 | 実験方法 | 60 |
| 5.3 | 実験結果 | 62 |
| 5.4 | 考察   |    |
| 5.5 | 小括   | 73 |

第6章 AI-Mg-Si系合金板材の機械的性質に及ぼす第2相粒子の分散状態

|     | の影響  |    |
|-----|------|----|
| 6.1 | 緒言   |    |
| 6.2 | 実験方法 | 75 |
| 6.3 | 実験結果 |    |
| 6 / | 老宛   |    |

| 6.4 | 考察 | 80 |
|-----|----|----|
| 6.5 | 小括 | 92 |

第7章 AI-Mg-Si系合金板材の機械的性質に及ぼす表面第2相粒子の影響

| 7.1 | 緒言   |                       |
|-----|------|-----------------------|
| 7.2 | 実験方法 | 94                    |
| 7.3 | 実験結果 | 95                    |
| 7.4 | 考察   | •••••101              |
| 7.5 | 小括   | • • • • • • • • • 107 |

### 第8章 結論

| 8.1 | 高速双ロールキャスターの鋳造割れについて       | • • • • • • • • • 109 |
|-----|----------------------------|-----------------------|
| 8.2 | AI-Mg-Si系合金板材の曲げ性に及ぼす第2相粒子 | のサイズ、数密度、             |
|     | 分散状態の影響                    | • • • • • • • • • 110 |
| 8.3 | 高速双ロールキャスターの可能性について        | ••••••111             |

この博士論文を作成するにあたり、多くの方々のご支援ご協力を賜りました。 謹んで 御礼申し上げます。

熊井真次教授には言葉に尽くし切れない感謝の意を表したいと思います。思えば3 年数ヶ月前、面識もなく、また、研究成果もほとんどなかった私の突然の入学希望を 快くお引き受けいただき、在学中には節目節目で適切なご指導と叱咤激励をいただ きました。先生の木目細やかなお心遣いによってこの成果が達成できたといっても言 い過ぎではありません。本当に有難うございました。また、加藤雅治教授には講究に おいてご指導いただきました。御礼申し上げます。共同研究にあたり、実験装置のご 提供と貴重なアドバイスをいただいた大阪大学の羽賀俊雄教授には大変お世話にな りました。

熊井研の皆さんにも本当にお世話になりました。20 歳近く年齢は違いますが熊井 研の一員として快く受け入れていただきました。皆さんとは決して普通の研究室の一 員のように長い時間を共有できた訳ではありませんが、研究について議論し、そして、 就職や交友関係の話をして、皆さんとは違う立場から話をしながら、場面場面では自 分自身が修士課程の頃に戻ったような気持ちになり、非常に刺激的で新鮮でした。 鈴木健太さんには、1年目で右も左も分からない私をいろいろな面でサポートしていた だきました。本当に有難うございました。宮崎さんと石原さんとはいろいろな議論をさせ てもらったことを思い出します。個性がにじみ出ていて楽しかったです。永田さんとは 温度測定で一緒に苦労したことを忘れません。新井さん、堀さん、藤原さん。皆さん 個性豊かであり、頼もしく感じます。サポート有難うございました。その他の熊井研の皆 さんにも感謝申し上げます。

社会人過程での入学をご許可いただき、多大なるご支援をいただいた神戸製鋼所 の皆様にも大変お世話になりました。入学から在学中の活動において全面的にご支 援いただいた稲葉隆様、心強い励ましをいただいた故江藤武比古様、研究室でサポ ートいただいた櫻井健夫様、森下誠様、そして試作や分析をしていただいた皆様、本 当に有難うございました。

最後に、陰ながら支えてくれた妻と頑張る元気を分けてくれた2人の子供たち、有難 うございました。

今後もこの3年間の良い経験を活かして研究開発に取り組んでいきたいと思いま す。

#### 第1章 緒論

1.1 自動車用アルミニウム板材

#### 1.1.1 自動車へのアルミニウム材料の適用

近年、環境問題が世界的な関心事となっており、日本における CO<sub>2</sub> ガス総排出量の 約 20%を自動車からの排気ガスが占めていることから、自動車の燃費に関する規制は 益々強化されてきている<sup>1)</sup>。燃費改善には、いくつかの手段があり、エンジンやトランスミ ッションの改善やハイブリッド車、燃料電池車などの開発が進められているが、車両の軽 量化も有効な手段である。100kg の車両の軽量化により燃費が6%改善するとされてお り<sup>2)</sup>、鉄鋼材料に換わって、比重が鉄の約 1/3 であるアルミニウムの適用量が拡大して いる。従来はエンジンなどのアルミ鋳物が中心であったが、最近ではフードなどの外板パ ネル類へのアルミ板材やバンパービームなどへのアルミ押出し材、足回り部材へのアルミ 鍛造材など、アルミ展伸材への適用へと進展してきている(Fig.1-1 日本アルミニウム協 会資料)。

その中でもアルミ板材は、1985年にマツダRX-7のフードに初めて採用されて以降、 スポーツカーや高級車を中心に適用が進展している<sup>3)</sup>。最近では、トヨタ自動車㈱のクラ ウン、プリウスや日産自動車㈱のスカイライン、フーガ、富士重工業㈱のレガシーなど量 産車への採用も本格化している。また、適用部位も従来主流であったフード以外にバッ クドア、トランクリッド、ルーフ、ドアなどにも拡大している。



Fig.1-1 Trend of amount of aluminum products used for automobile.

#### 1.1.2 自動車用アルミニウム合金板材の特徴

自動車用アルミ合金板材には強度、成形性、表面性状、接合性、耐食性など多岐にわたる特性が要求される。初期には 2000 系(AI-Cu-Mg 系)や 7000 系(AI-Mg-Zn 系)のアルミ合金の採用も見られたが、現在ではほとんど 5000 系(AI-Mg 系)と 6000 系(AI-Mg-Si 系)のアルミ合金が用いられている。Table 1-1、1-2 に代表的な自動車用 アルミニウム合金板の化学組成と機械的性質を示す。アルミ合金板材は、鋼板と比較して材料の伸び値、「値、ヤング率が低く、一般的に成形性や曲げ性が劣る。

AI-Mg 系合金は非熱処理型アルミ合金であり、自動車パネル用としては特殊な AI-Mg 系合金である AA5022 や AA5023 が使用されている。これら合金は汎用 AI-Mg 系合金である AA5182 よりも伸び値、引張強さが高く、成形性に優れる。AI-Mg 系合金 の最大の課題は成形時のストレッチャーストレインマーク(SS マーク)発生抑制であり、特 にアウタパネル用では熱処理と加工(圧延・矯正)の組合せによって SS マークの発生を 抑制している。一方、AI-Mg-Si 系アルミ合金は熱処理型合金であり、その特徴は塗装 焼き付け時の加熱(170 ×20 分程度)により強度が増加するベークハード性を有する こと、および成形時にSSマークが発生しないことである。そのため、「耐デント性」と「見映 え」が重要となるアウタパネルでは AI-Mg-Si 系合金を中心に適用が進んでいる。

| Alloy  | Si      | Fe        | Cu        | Mn        | Mg        |
|--------|---------|-----------|-----------|-----------|-----------|
| AA6016 | 1.0-1.5 | < 0.50    | < 0.20    | < 0.20    | 0.25-0.60 |
| AA6022 | 0.8-1.5 | 0.05-0.20 | 0.01-0.11 | 0.02-0.10 | 0.45-0.70 |
| AA6111 | 0.7-1.1 | < 0.40    | 0.50-0.90 | 0.15-0.45 | 0.50-1.0  |
| AA5022 | < 0.25  | < 0.40    | 0.20-0.50 | < 0.10    | 3.5-4.9   |
| AA5023 | < 0.25  | < 0.40    | 0.20-0.50 | < 0.10    | 5.0-6.2   |
| AA5182 | < 0.20  | < 0.35    | 0.20-0.50 | 0.20-0.50 | 4.0-5.0   |

Table 1-1 Chemical composition of aluminum alloys for auto body panels.

Table 1-2 Examples of mechanical properties of automotive aluminum sheets.

| Alloy  | TS(MPa) | YS(MPa) | El.(%) | After baking | Application |
|--------|---------|---------|--------|--------------|-------------|
|        |         |         |        | YS(MPa)      | Parts       |
| AA6022 | 240     | 125     | 29     | 200          | Outer       |
| AA6111 | 275     | 130     | 32     | 165          | Inner       |
| AA5022 | 275     | 135     | 30     | 155          | Outer/Inner |
| AA5023 | 285     | 135     | 33     | 155          | Outer/Inner |
| AA5182 | 270     | 125     | 29     | 140          | Inner       |
| Steel  | 210     | 150     | 15     | 100          |             |
| (SPCC) | 510     | 150     | 43     | 190          | -           |

自動車パネル用 AI-Mg-Si 系合金は大きくは Cu 添加合金 AA6111 と実質的に Cu を微量しか含まない合金 AA6022 に分けられ、日本国内では耐食性(耐糸錆性)の点 から Cu 無添加の合金が多く用いられているが、成形性(絞り性)に優位である Cu 添加 合金も採用されている。AI-Mg-Si 系合金の最大の課題は AI-Mg 系合金や鋼板と比較 して成形性や曲げ性が劣る点である。特にアウタパネルではインナーとの接合にへム(曲 げ)加工が行われ、アウタパネルの周囲を折り曲げて、インナーパネルを包み込んで一 体化しており、曲げ条件が厳しい場合にはアウタパネルの外周部(曲げの頂点)に割れ が発生して問題となることがある。Fig.1-2 にフードの外観とその曲げ部の断面図を示す。 国内では見映えの点から、曲げ R の小さくなるフラットへムが一般的に用いられており、 今後とも曲げ性を向上するための材料開発が益々必要となる。



Fig.1-2 Appearance of hood panel (left) and cross-section of its edge (right).

### 1.1.3 自動車用アルミニウム合金板材のリサイクル

アルミニウム材料はリサイクル性に優れており、環境に優しい材料であるとされている。 一般に、アルミニウム板材では、良好な機械的、化学的特性を得るために不純物元素 を少なく管理し、添加元素濃度も限られており、一方、アルミニウム鋳物材ではアルミニ ウム板材よりも許容される不純物量が多い。そのため、板材から板材へのリサイクルは缶 材などの一部の製品に限られており、大部分は板材から鋳物材へのリサイクル、いわゆ るカスケードリサイクルが行われている<sup>4)</sup>。アルミニウム鋳物材は自動車のエンジンブロッ クなどの自動車向けが中心であり、現在、自動車の輸出が多いこともあり、アルミニウム 鋳物の需要が旺盛で、アルミニウム板材をカスケードリサイクルすることのデメリットはクロ ースアップされていない。しかしながら、このままの状態では低品位のスクラップが集積し てくるのは間違いないことであり、将来は板材から板材へのリサイクルを促進することが必要となる。

自動車用アルミニウム板材でも使用量の増加に伴い、スクラップの有効活用が不可 欠となるが、AI-Mg-Si系合金はスクラップ中の代表的な不純物である鉄を多く含むと成 形性や曲げ性などの機械的性質が低下することが知られている<sup>5),6)</sup>。機械的特性低下 の原因としては粗大な第2相粒子の影響が大きいとされており、急冷凝固が可能となる、 双ロール鋳造法を代表とする薄板連鋳プロセスを活用し、第2相粒子の微細化による 鉄の無害化が検討されている<sup>7),8)</sup>。

#### 1.2 AI-Mg-Si系合金板材の機械的性質に及ぼす影響因子

既述の通り、AI-Mg-Si 系合金ではもともと成形性や曲げ性に課題があり、スクラップ 活用時にはそれら特性が更に低下してしまうことになる。特に曲げ性について、これまで 報告されている知見を以下にまとめる。

#### 1.2.1 AI-Mg-Si系合金板材の曲げ性に及ぼす影響因子

AI-Mg-Si 系アルミニウム合金の曲げ性については数多くの報告例があるが、曲げ加 工時の割れの発生メカニズムとしては浅野らと日比野らの提唱している説<sup>9),10)</sup>が一般的 に受け入れられていると思われる。その模式図を **Fig.1-3** に示す。曲げ加工によってせ ん断帯が形成され、せん断帯内の2µm以上の粗大な第2相粒子(主に AI-Fe-Si 系の 晶出物)まわりに形成されたミクロボイドが伝播経路となるというメカニズムである。この説 によれば、曲げ性を改善するにはせん断帯の形成を抑制することと粗大な第2相粒子を 低減することが有効であるということになる。

これまで報告されている曲げ性に及ぼす材料因子の影響について以下に示す。

#### 1)結晶粒径と粒界析出物の影響

曲げ加工時の割れはせん断帯内の粗大な第2相粒子を伝播するとされており、つまり、 結晶粒界は伝播経路とならないとされているが、結晶粒界は全く伝播経路となり得ない というわけではない。粗大な(1~2µm以上の)粒界析出物が存在する場合は結晶粒 界が割れの伝播経路となり、曲げ性が著しく低下することが報告されている<sup>9),11),12)</sup>。 AI-Mg-Si 系合金における粒界析出物は溶体化処理後の焼入れ過程に生成し、析出 物は Mg<sub>2</sub>Si 相またはシリコン相であるとされている。ただし、工業的な製造工程において は生成する可能性はあるものの、実験室レベルで水冷や強制空冷で十分に急冷した 場合は粗大な析出物はほとんど生成しないため、意図的に冷却速度を遅くする場合以 外では、粒界割れは発生することはないと言える。

結晶粒径については、粗大となるほど曲げ加工後の表面粗度が粗くなるとの報告<sup>12)</sup> はあるが、曲げ性との直接的な相関は明らかではなく、重要な因子ではないと考えられ ている。



Fig. 10 Schematic diagram for cause of the crack by bending process.

Fig.1-3 Schematic figure for the occurrence of a crack by bending process.(浅野峰生、内田秀俊、吉田英雄: 軽金属、52(2002)、448-452.)

2) 伸び、耐力、n値

曲げ加工では曲げ外周部に局所的に歪が集中するために局部変形能(つまり局部 伸び)の大きい材料ほど曲げ性に優れると考えられる。アルミニウム合金は鉄鋼材料とは 異なり、局部伸びは高々数%以下であり、曲げ性と局部伸びとの相関に関する詳細な 報告はない。一方、曲げ性と引張試験での全伸び(均一伸び+局部伸び)と相関は得 られていないとの報告がある<sup>13)</sup>。耐力とn値に関しては、一般に曲げ性とある程度の相 関があり、耐力が低いほど、また、n値が高いほど曲げ性が良好となるとされている<sup>13)</sup>。n 値が高いほど変形領域が拡大し、歪の局在化を抑制するために、曲げ性が向上すると 理解される。一方、耐力の影響については、そのメカニズムについては明確になっている とは言い難いが、合金の化学成分が大きく異ならない場合は、耐力が低いことは引張強 さと耐力の差が大きいこと、つまり、n値が高いことを示しており、歪の局在化の抑制によ ると解釈される。

3) 第2相粒子

第2相粒子とはマトリックス相であるアルミ 相と異なる粒子状の相の総称であり、 AI-Mg-Si 系アルミニウム合金では、鋳造時に生成する晶出物(主に AI-Fe-Si 系、 Mg-Si 系金属間化合物)、均質化熱処理時に生成する分散粒子(析出物)(主に Mg-Si 系金属間化合物、シリコン相)、溶体化・焼入れ処理時に生成する析出物(主に Mg-Si 系金属間化合物、シリコン相)に大別される。その内、曲げ性に影響を及ぼすの は主に晶出物と溶体化・焼入れ処理時に生成する析出物であるが、後者は既述の通り、 焼入れ時の冷却速度が遅い場合に生成する1~2µm以下の粒界析出物であり、曲げ 加工時には粒界割れを引き起こす。一方、晶出物は鋳造時の冷却速度にも依存する が、10µm 程度以下の寸法であり、鋳造後の熱処理ではそのサイズ分布は大きくは変 化しない<sup>9)</sup>。焼入れ時に生成する析出物は冷却速度に依存し、割れの形態そのものも 変化してしまうため、本研究では焼入れ処理は理想的な急冷(水冷)を実施し、焼入れ 時に生成する析出物の影響を排除している。したがって、本研究では鋳造時に生成す る晶出物のことを第2相粒子と定義する。

曲げ性に及ぼす第2相粒子の影響については、いくつかの報告例がある<sup>9),10)</sup>。浅野 らは、第2相粒子とマトリックス界面には剥離により微小空洞(ミクロボイド)が発生し、割 れはこのミクロボイドを発生起点として伝播するとしている。Fig.1-4 に曲げ加工後の割 れ断面の観察結果<sup>9)</sup>を示す。日比野らは、曲げ加工後の表面 SEM 観察を実施し(Fig. 1-5<sup>10)</sup>)、曲げ加工によって第2相粒子と母相マトリックスとの間に剥離が生じ、初期亀 裂は第2相粒子を連ねて粒界を跨って伝播するとし、また、曲げ加工に悪影響を及ぼ す第2相粒子サイズは2μm以上の粗大なものであるとしている。

以上より、特に2µm以上の粗大な第2相粒子は曲げ加工時の表面初期亀裂の起 点、および亀裂の伝播の経路となるため曲げ性に悪影響を及ぼすといえる。したがって、 曲げ性の改善のためには粗大な第2相粒子の低減が必要であり、そのための手段とし ては鉄やマンガンなどの晶出物を形成する元素の含有量の低減や鋳造時に急冷凝固 することによる晶出物の微細化などが考えられる。それらの影響については、後ほど触れ る。

6



Fig. 9 Microstructure of specimen after bending test. The sample was quenched in water after solution heat treatment at 550°C for 75 s.

Fig.1-4 Microstructure of specimen after bending test.(浅野峰生、内田秀俊、吉田英雄: 軽金属、52(2002)、448-452.)



Fig. 11 Initial surface cracks. (a) and (b) SEM images of the high magnification for the area (I) and (II) in Fig. 10, (c) and (d) schematic illustration of (a) and (b).

Fig.1-5 SEM images of surface cracks after bending test.(日比野旭、村松俊樹、佐賀 誠、高田 健: 軽金属、53(2003)、534-541.)

4) 化学成分の影響

Si量の影響

Si 量の増加に伴い、曲げ性が低下することが知られている<sup>10),13),14)</sup>。低下の原因としては、Si 増加に伴う粗大な第2相粒子の増加<sup>10)</sup>、粒界析出物の増加<sup>13)</sup>、せん断帯の形成<sup>10)</sup>、などの影響とされている。

Fe 量の影響

Fe 量の増加も曲げ性に悪影響を及ぼすことが知られている <sup>5),15)</sup>。箕田ら <sup>5)</sup>によると Fe 量が増加すると粗大な第2相粒子が増加するために曲げ性は低下するものの、 0.8%Fe 以上ではせん断帯の形成が減少するためにやや改善する傾向となることが報 告されている。

Cu量の影響

浅野らの報告例<sup>16)</sup>があり、Cu量が多い場合(0.8%Cu)は溶体化条件によっては曲げ 性が低下すると報告されている。Cu量増加によりせん断帯は形成され易くなるが、第2 相粒子が少ない場合は曲げ性の低下は抑制されるとしている。

Mg量の影響

浅野らの報告例<sup>17)</sup>があり、Mg量が多くなるにしたがい曲げ性が低下し、それは、第2 相粒子の増加、およびせん断帯が発達するためとしている。

5) せん断帯の形成について

せん断帯については、溶質元素の増加<sup>5),10),16)-20)</sup>、時効時間の増加<sup>17)</sup>に伴い、形 成が促進されること、また、集合組織によりその形成挙動は変化し<sup>21),22)</sup>、Cube 方位は 生成を抑制し、Goss 方位は生成を促進することなどの報告がある。よって、せん断帯の 形成は成分と溶質元素の存在状態、および集合組織などにより制御が可能であるとい えるが、一方ではそれら因子は材料の機械的性質を支配する因子でもあるため、せん 断帯形成抑制による曲げ性改善には機械的性質の変化が伴う場合があること、つまり、 曲げ性以外の機械的性質を低下させる場合があるともいえる。

1.2.2 AI-Mg-Si系合金板材の機械的性質に及ぼす鋳造時の冷却速度の影響

AI-Mg-Si 系合金のロールキャスト材の機械的性質についての報告例はいくつかある が<sup>23),24),25)</sup>、機械的性質に及ぼす鋳造時の冷却速度の影響についての報告例は限ら れている<sup>7),26)</sup>。 崔らは鋳造時の推定冷却速度9 /s、216 /s の AI-Mg-Si 系合金(AI-0.6~ 2.1Si-0.6Mg)をラボで作製し、以下の結果を得ている。

- ・凝固時の冷却速度が早い材料ほど、強度はわずかに増加し、また、全伸びと局部伸 びも増加する。
- ・凝固時の冷却速度が早い材料ほど、深絞り性は向上する。ただし、曲げ性は低下し、 特に TD 方向での曲げ性の低下が著しい(Fig.1-6)。
- ・上記曲げ性の低下は第2相粒子が層状に分散している影響であり、不均一分散を 抑制できれば同等以上に改善されると考えられる。

また、Friedman らは A6111 合金 (AI-0.6Si-0.7Mg-0.8Cu) において、工業的に製造 されたロールキャスト材とDC 鋳造材を用いて機械的特性を評価しており、強度と伸びは わずかにロールキャスト材で低下し、成形性も同等以下であることを報告している。

ただし、いずれの報告でも第2相粒子サイズの定量化は実施されておらず、また、強度や伸びなどの引張特性と曲げ性の変化への影響因子も必ずしも明確にはなっていない。



冷却速度:9 /s 冷却速度:216 /s

Fig. 7 Appearance of specimens after bending in TD direction. (a) slab- and (b) sheet-cast Al-0.6 mass% Mg-(0.6-1.6) mass% Si alloys.



Fig. 8 Appearance of specimens after bending in RD direction. (a) slab- and (b) sheet-cast Al-0.6 mass% Mg-(0.6-1.6) mass% Si alloys.

Fig.1-6 Appearances of specimens after bending test. (left:9 /s, right:216 /s)
(崔 祺、大堀紘一、齋藤 洋: 軽金属、48(1998)、212-216.)

#### 1.3 高速双ロールキャスター

工業的に採用されているアルミニウム合金板の鋳造方式は主に、DC(Direct Chill) 鋳造、ベルトキャスター、双ロールキャスターの3種類である<sup>27)</sup>が、生産量としてはDC 鋳 造が突出しており、世界の生産量の大部分を占めている。Fig.1-7 に各鋳造方式の模 式図と特徴を示す。DC 鋳造は半連続鋳造方式であるが、生産性が高いことに加え、高 品質の板生産に適している。それは、鋳造後に表面不均一組織を除去する面削工程 があるために表面品質に優れること、また、鋳塊から製品までの加工率(=(鋳塊厚さ-製品厚さ)/鋳塊厚さ×100)が高いために組織の均一性が高いことによる。一方、ベルト キャスターと双ロールキャスターは薄板連続鋳造方式であるが、ベルトキャスターの適用 実績は10数機と非常に限られており、一方、双ロールキャスターは300機以上の適用 実績がある。双ロールキャスターは DC 鋳造よりも凝固時の冷却速度が1~2桁大きく、 200~700 /s とされており(DC 鋳造:0.5~13 /s、ベルトキャスター(推定):~100 /s)、急冷凝固は可能であるが、生産性が低く、鋳造できる合金も限定される。したがっ て、アジアを中心とした発展途上国での適用例が多く、初期投資を抑制できるという消 極的な理由による採用がほとんどであり、急冷凝固を活用するという積極的な理由によ る採用はほとんどない。

|                                  | DC caster         | Belt caster     | Twin roll caster |
|----------------------------------|-------------------|-----------------|------------------|
| Schematic<br>figure              |                   |                 |                  |
| Cast size<br>(thickness x width) | 300~600t × ~2000w | 15~40t × ~2000w | 3~10t × ~2000w   |
| Cooling rate                     | 0.5~13 /s         | ~100 /s         | 200~700 /s       |
| Casting speed                    | 50mm/min          | ~10m/min        | ~2m/min          |

Fig.1-7 Comparison of aluminum casting system.

なお、急冷凝固を活用した量産材の事例としては、熱交換機用フィン材向けの AI-Fe-Ni 系合金があるが、その他の事例の報告はほとんどない。双ロールキャスターの 最大の欠点である低い生産性は鋳造速度が小さいことによるものであり、一般には2m 以下/min とされている。これは、現在、量産操業で用いられている横型の双ロールキャ スターでは、先端の絞られたノズルチップから静水圧をほとんどかけずに溶湯を供給する 方式のため、凝固距離を長くとることが不可能であるためであり、横型双ロールキャスタ ーではその構造上、大幅な鋳造速度の高速化、つまり、大幅な生産性の向上は困難で あると考えられる。

羽賀らは飛躍的に鋳造速度を上げることが可能な縦型の高速双ロールキャスターを 開発してきている<sup>28),29)</sup>。縦型の双ロールキャスターは80年代後半から90年代にかけて 鉄鋼やステンレス鋼への適用に向けて、鉄鋼メーカーや重工メーカーなどで盛んに開発 が行われ、新日鐵では一時期ステンレス鋼の量産操業も行われていた(鋳造速度:20 ~130m/min、鋳塊板厚:1.6~5.0mm)<sup>30)</sup>。羽賀らの開発した高速双ロールキャスター はそれらと類似したものではあるが、鋳造速度を高めるための様々な工夫により 60m/min 以上の鋳造速度を達成している。

本研究では、急冷凝固した板材を作製し、特性を評価することを目的として、羽賀ら の開発した高速双ロールキャスターを用いた。外観写真と模式図をFig.1-8、9に示す。 また、横型との比較図をFig.1-10 に示す。縦型のロールキャスターであり、傾斜冷却板、 ノズル、ロール(幅:100mm、直径:300mm)から構成されている。鋳造速度を高めるため に、傾斜冷却板と熱伝導率の高い純銅のロールを使用しており<sup>31),32</sup>、ロール表面には 離型剤(グラファイトなどの潤滑剤)は使用していない。傾斜冷却板はレオキャストなどの 半凝固鋳造では積極的に固相を生成するために用いるが、本装置では高々5%程度 の固相率であり、むしろ安定して低温鋳造を実施するためのものである。ロールの一方 は固定されており、他方のロールは固定されておらず、バネにより一定の荷重を付与す ることができる。一般的な横型のロールキャスターでは鋳造と同時に熱間圧延も行って いるが(荷重:数 100トン/幅 1m)、本装置では熱間圧延は目的としておらず、鋳造を容 易に実施することを主目的としており(荷重:1トン前後/幅 100mm)、荷重は1~2オーダ ー低い。ロール表面で形成された凝固層は凝固距離において成長し、双方のロール上 で形成された凝固層はロール間で合流し、ロールを押し広げて板が形成され、ロール荷 重と板強度がバランスした状態となる。

11



Fig.1-8 Appearance of High-Speed Twin-Roll Caster.



Fig.1-9 Schematic figure of High-Speed Twin-Roll Caster.

|                       | High speed twin roll caster | Twin roll caster |  |
|-----------------------|-----------------------------|------------------|--|
| Schematic<br>figure   | Metal head liquid           | Ecation O        |  |
| Cooling rate          | ~6000 /s                    | 200~700 /s       |  |
| Casting speed         | ~150m/min                   | ~2m/min          |  |
| Solidification length | Long(50mm~)                 | Short(~100mm)    |  |
| Metal head            | High(0mm~)                  | Low(~50mm)       |  |
| Lubricant Without     |                             | With             |  |
| Roll material         | Pure copper                 | Steel            |  |

Fig.1-10 Comparison of twin roll caster.

#### 1.4 本研究の目的

これまで述べてきたように、AI-Mg-Si 系合金板材は自動車材への適用が拡大してい るが、今後更に進展させるために解決すべき課題としては、材料特性の面では曲げ性、 および、リサイクル性の改善が挙げられる。リサイクル性を阻害しているのは、スクラップへ の鉄混入時の材料特性、特に曲げ性の低下であることから、今後 AI-Mg-Si 系合金板 材の需要を拡大していくためには、通常の(鉄量の多くない)材料と鉄量を多く含んだ 材料の「曲げ性」を改善することが最大の課題であると言える。

曲げ性改善の考え方としては、曲げ加工時のせん断帯の生成抑制と板中の粗大な 第2相粒子の低減がある。せん断帯の生成は成分と溶質元素の固溶状態に大きく影響を受けるため、制御が困難であること、また、鉄量を多く含んだ材料では、通常の製造 方法では粗大な第2相粒子の生成が不可避であり、せん断帯の生成抑制のみでは曲 げ性の改善は困難であるため、第2相粒子の制御による改善が有力な方法となる。 粗大な第2相粒子の低減による曲げ性改善の手段としては、双ロール鋳造法を代表 とする薄板連鋳プロセスの活用が有効であると考えられる。ただし、これまで第2相粒子 の機械的性質に及ぼす影響を系統的に調査した報告例はなく、また、凝固時の冷却 速度は最大でも200 /s程度であり、通常の横型双ロール材の範囲内であるため、第2 相粒子の制御範囲が限定されていた。そのため、「どこまで微細化したら無害化できる のか」、「無害化するために必要な凝固時の冷却速度は」、また、「第2相粒子の分散状 態の影響は」などの第2相粒子の曲げ性に及ぼす影響に関する疑問点は解決していな い。それに対して、高速双ロールキャスターを活用することにより、これまで作製が困難で あった、数千 /s オーダーの急冷凝固板材の作製が可能となるため、第2相粒子の制 御範囲が大幅に拡大し、第2相粒子の影響をより明確に把握することが可能となる。

そこで、本研究では、高速双ロールキャスターを活用し、AI-Mg-Si 系合金の機械的 性質、特に曲げ性に及ぼす第2相粒子のサイズ、数密度、分散状態の影響を明らかに し、曲げ性改善のために必要な第2相粒子の状態を明確にすることを目的とする。この ことにより、通常の(鉄量の多くない)材料、および鉄量を多く含んだ材料の曲げ性改善 のための指針を得て、特性向上とリサイクル性改善につなげ、ひいては、AI-Mg-Si 系合 金板材の更なる需要拡大に貢献する。

上記目的のために、本研究において調査する AI-Mg-Si 系合金板は、世界的に最も 採用例が多く、今後も継続して使用されると考えられる A6022 合金とする。

なお、AI-Mg-Si 系アルミニウム合金の高速双ロールキャスト材では板厚中央部に内 部割れが発生する場合があることが分かっている。調査のための供試材とするには、ま ずはこの内部割れの発生を抑制し、健全な高速双ロールキャスト材を作製することが必 要であるため、本研究では目的を達成するための要件として、高速双ロールキャストでの 内部割れ抑制のための研究も行った。

#### 参考文献

1) 小竹 忠: 自動車技術, Vol.58(2004), p14.

2) 近藤敏弘: 自動車技術会,材料フォーラム,1(2000).

3) 高木康夫ほか: R&D 神戸製鋼技報, Vol.54 No.3(2004),p42.

4) 大瀧光弘: Furukawa-Sky Review No.2 2006, 3-10.

5) 箕田 正、内田秀俊、渋江和久、吉田英雄: 軽金属、53(2003)、523-527.

6) J.Sarkar, T.R.G.Kutty, D.S.Wilkinson, J.D.Embury, and D.J.Lloyd: Materials Science and Engineering A289(2004) 258-266.

7) 崔 祺、大堀紘一、齋藤 洋: 軽金属、48(1998)、212-216.

8) 渋江和久、宇都秀之、伊藤清文: 軽金属学会第107回秋期大会講演概要(2004)、9-10.

9) 浅野峰生、内田秀俊、吉田英雄: 軽金属、52(2002)、448-452.

10) 日比野 旭、村松 俊樹、佐賀 誠、高田 健: 軽金属、53(2003)、534-541.

11) 佐賀 誠、佐々木行雄、川崎 薫、菊池正夫、朱 岩、松尾 守: 軽金属学会第90 回春期大会講演概要(1996)、285.

12)高木康夫、増田哲也、櫻井健夫: 軽金属学会第 97 回秋期大会講演概要(1999)、177.

13)高木康夫、竹添修、林登、安永晋拓: 軽金属学会第91回秋期大会講演概要(1996)、31.

14) 佐賀 誠、菊池正夫、朱 岩、松尾 守: 軽金属学会第 91 回秋期大会講演概要 (1996)、223.

15) 箕田 正、浅野峰生、吉田英雄: 軽金属、55(2005)、222-226.

16) 浅野峰生、箕田 正、小関好和、吉田英雄: 軽金属、56(2006)、371-375.

17)浅野峰生、小関好和、箕田 正、吉田英雄: 軽金属学会第 109 回秋期大会講演概要(2005)、211.

18) D.J.Lloyd and H.Sang: Metallurgical Transactons A, 10A(1979), 1767-1772.

19) Anil K. Sachdev: Metallurgical Transactions A, 21A(1990), 165-175.

20)内田秀俊、吉田英雄: 住友軽金属技報 37(1996)、1-6.

21) 日比野旭 他 : 軽金属学会第 106 回春期大会講演概要(2004)、89.

22)浅野峰生、伊川慎吾、松田公一、吉田英雄: 軽金属学会第 111 回秋期大会講 演概要(2006)、3.

23)Yucel Birol: Scripta Materialia 54(2006), 2003-2008.

24) Yucel Birol: Z.Metallkd. 96(2005)4, 380-384.

25)Yucel Birol: Z.Metallkd. 95(2004)5, 381-386.

26)P.A.Friedman and A.M.Sherman: The Minerals, Metals & Materials Society, 1998, 147-160.

27) 軽金属協会: アルミニウム材料の基礎と工業技術、40-43.

28)羽賀俊雄: 塑性と加工、47(2006)、1161-1166.

29) Toshio Haga, Masaki Ikawa, Shinji Kumai and Hisaki Watari: Key Engineering Materials 340-341(2007), 605-610.

30) 塚本頴彦、山本恵一、高谷英明: 塑性と加工、42(2001)、426-428.

31)Donghui Li, Saeed G. Shabestari, Mihaiela Isac, Roderick I. L. Guthrie: Light Metals 2006 TMS, 2006, 851-856.

32)Gerhard Hugenschutt, Dietmar Kolbeck, Hans-Gunter Wobker: Light Metals 2006 TMS, 2006, 859-863.

# 第2章 高速双ロールキャストした AI-Mg-Si 系合金板の鋳造割れに及ぼす鋳造条件の影響

#### 2.1 緒言

これまで各種アルミニウム合金の高速ロールキャストが試みられ<sup>1)</sup>、純アルミニウム系 (1000 系)、AI-Mn系(3000 系)、AI-Mg系(5000 系)、また、A6063、A6061 合金等の AI-Mg-Si系(6000 系)のいずれの合金でも鋳造割れは発生しないが、代表的な自動車 パネル用材料であるA6022 合金では、鋳造条件によっては、鋳造板の中央部に鋳造割 れが発生することが分かっている<sup>2)</sup>。そこで、本研究では高速双ロールキャスト時の A6022 合金の鋳造割れを抑制することを目的とし、各種鋳造条件の影響を調査した<sup>3)</sup>。 なお、本研究における鋳造割れの形態はいずれも内部割れであるため、本報では内部 割れの形態を示す鋳造割れのことを単に鋳造割れと表記することとする。

### 2.2 実験方法

Table 2-1 に示す成分の A6022 合金を用いて各種鋳造条件で鋳造板を作製し、鋳 造割れの有無の確認および鋳塊組織観察を行った。鋳造条件を Table 2-2 に示す。 |鋳造速度:60m/min、鋳造温度は液相線温度より5 高い 660 、凝固距離:100mm、 メタルヘッド: 100mm、ロール荷 重 : 20kN、をベース条 件とし、 微 細 化 剤 添 加、傾 斜 冷 却 板なし、低メタルヘッド(0mm)、およびロール荷重を 7~112kN まで変化させ(高荷重は ·幅 50mm の鋳造機を使用)、それぞれの条件で鋳造を行った。 凝固距離はロールが溶 湯と接触して凝固層を形成する距離であり、また、メタルヘッドはロール間の溶湯溜り深 さのことであり、ここでは凝固開始位置での溶湯溜り深さと定義する(Fig.1-9、10を参 照)。なお、メタルヘッドについては、用いた溶湯量が少ないこともあり、厳密な制御はで きていない。ロール荷重は鋳造の簡易化を主目的として付与しており、鋳造板の塑性 変形を意図としたものではないため、従来の双ロール鋳造よりは低荷重となっている。組 織観察面は鋳造方向に対して垂直断面とし、研磨のまま、または研磨後に2%ホウフッ 化水素酸水溶液にて電圧 25V、90 秒の陽極酸化処理を施して光学顕微鏡観察を行 った。また、鋳造割れの破面観察は、鋳造割れの生じた鋳造板サンプルを 5mm×5mm に切り出し、分離して破面の形態について SEM 観察を行った。細分化することにより、 破面に損傷を与えることなく分離、観察することが可能となった。板厚方向の成分偏析 の調査は、EPMAライン分析により行った。

17

Element Si Fe Mn Mg Ti Al

0.1

0.5

0.02

Bal.

0.16

Table 2-1 Chemical composition (mass%) of A6022 alloy.

| Table | 2-2 | Casting | conditions. |
|-------|-----|---------|-------------|

| Casting speed (m/min)      | 60            |
|----------------------------|---------------|
| Casting temperature ( )    | 660           |
| Solidification length (mm) | 100           |
| Casting load (kN)          | 20, (7 ~ 112) |
| Metal head (mm)            | 100, (0)      |

#### 2.3 実験結果

A6022

1.0

### 2.3.1 A6022 合金の鋳造板組織と破断面観察結果

Fig.2-1 にベース条件で作製した A6022 合金、および比較として A6063 合金、それ ぞれ鋳造板の全板厚のミクロ組織観察結果を示す。得られた鋳造板の厚さはそれぞれ 3.1mmと2.6mmであった。いずれも板表面から柱状晶、等軸晶、そして中央部に微細な 粒状晶が形成され、組織形態や結晶粒径に大きな違いは確認されなかったが、A6063 合金では割れは確認されず、A6022 合金のみで等軸晶と粒状晶の境界で割れが確認 された。柱状晶、等軸晶、粒状晶の領域はそれぞれ上下面あるいは長手方向である程 度の厚さのばらつきはあったが、柱状晶領域は厚さ方向で 200~500µm 程度、等軸晶 領域は 500~1000µm 程度、中央部の粒状晶領域はいずれも 200µm 程度であった。



Fig.2-1 Anodized microstructure of the transverse cross section of the strip cast using the caster equipped with the cooling slope under the casting load of 20kN.

Fig.2-2にA6022 合金の板厚表面部と中央部のミクロ組織観察結果を示す。表面の デンドライト組織は非常に微細で、DAS は約3µmであり、中央部は30µm前後の粗大 粒と5~10µmの微細粒が混在していた。粗大粒は傾斜冷却板で形成された初晶の 相であり、微細粒は液相がロール冷却により凝固して形成されたものであると考えられ る。



Fig.2-2 Microscopic grain structure of the A6022 alloy strip. (a)surface region, (b)mid-thickness region

Fig.2-3 に A6022 合金の割れ破面の SEM 観察結果を示す。破面には約 20µm の 粗大な粒子と5µm 前後の微細な粒子が混在した組織が観察された。粗大な粒子は傾 斜冷却板で形成された初晶 相、微細な粒子はロール冷却で凝固した領域に対応す ると考えられる。凝固後の熱応力やロールによるせん断応力などにより破断した痕跡は 認められず、溶湯の供給が不足して生じた引け欠陥により発生した割れであると考えられる。



Fig. 2-3 Scanning electron micrograph of crack surface in the A6022 alloy.

#### 2.3.2 鋳造割れに及ぼす鋳造条件の影響

**Fig.2-4** に(a)微細化剤添加、(b)傾斜冷却板なし、(c)低メタルヘッド(0mm)、および、(d)低ロール荷重、(e)高ロール荷重のそれぞれの条件で得られた鋳造板のミクロ 組織観察結果を示す。

(a) 微細化剤添加の影響

微細化剤 Ti-B を添加することにより、結晶粒は全体的に微細化されていたが、中央部の割れは改善されなかった。DC 鋳造では微細化剤添加による結晶粒微細化の効果より鋳造割れが改善することが多いが、高速双ロールキャスターによる鋳造プロセスでは結晶粒微細化のみでは大きな効果は得られなかった。



Fig. 2-4 Anodized microstructure of the transverse cross section of the A6022 alloy strip.



(d) low casting load (7kN)

(e) high casting load (112kN)

Fig. 2-4 Anodized microstructure of the transverse cross section of the A6022 alloy strip.

(b) 傾斜冷却板の影響

傾斜冷却板なしで得られた鋳造板の鋳造板厚は 2.4mm であり、大幅に板厚減少していた。鋳造割れは発生せず、また、全板厚に渡ってほぼ均一な等軸晶となっていた。

(c)メタルヘッドの影響

メタルヘッドの低減を目的として、ノズルをロールから約4mm 浮かして設置した状態で 鋳造を行った。模式図を Fig.2-5 示す。ノズルとロールの隙間から溶湯がロール上に溢 れ出た状態となっており、実質的には凝固開始位置でのメタルヘッドはゼロ(0mm)とな っており、ロールの凝固距離間での溶湯静水圧は低下していると考えられる。なお、凝 固距離は100mmのままである。鋳造板では鋳造割れは発生しておらず、結晶粒は板表 面より等軸晶となり、ロール荷重を低減した場合と同様に、板厚中央部の粒状晶領域 の厚さが増加し、結晶粒が粗大化していた。



Fig.2-5 Schematic figure of a layout of nozzle.

(d) 低ロール荷重

バネ荷重を7kN と低減して得られた鋳造板の鋳造板厚は 3.4mm であり、荷重 20kN のベース条件よりも板厚が増加していた。鋳造割れは発生したが、発生領域は減少し、 微小亀裂のみの軽微な割れであった。板厚中央部の組織がわずかに変化しており、粒 状晶領域の厚さが増加し、結晶粒が荷重 20kN の条件よりも粗大化していた。

(e)高ロール荷重

バネ荷重を 112kN と増加して得られた鋳造板の鋳造板厚は 3.3mm であり、荷重 20kN のベース条件よりも板厚が増加していた(本来であれば減少するはずではあるが、 鋳造を実施した装置が異なるためであると推定される)。鋳造割れは発生せず、全体が 等軸粒で構成されていた。

#### 2.4 考察

鋳造割れは双方のロール上で形成された凝固部が合流する最終凝固部で発生し、 溶湯の供給不足による引け欠陥が原因であり、凝固後の応力による割れではないことを 破面観察により見出した。引け欠陥は凝固温度範囲が広く、溶湯あるいは半凝固状態 での流動性が低い場合に発生し易いことが知られている。本研究における高速双ロー ルキャストでは、A6022 合金よりも凝固温度範囲の広いA5182 合金、A5083 合金、 AC4CH合金などでは鋳造割れは発生しないことが報告されている<sup>1)</sup>。なお、本研究で 用いたA6022 合金の液相線温度、固相線温度は測定の結果、それぞれ 654、604 であり、凝固温度範囲は約 50 であるが、アルミニウムハンドブックによればA5182 合金、 A5083 合金、AC4CH合金の凝固温度範囲はそれぞれ、61、64、55 である。したがっ て凝固温度範囲のみで鋳造割れは説明できない。一方、流動性については、AI-Si二 元系の液相線と固相線との間の固液共存状態は準固相線によって二つの領域に区分 され、準固相温度範囲では流動性がなくなり溶湯の補給が困難となるとされている4)。 準固相線温度範囲はSi量が1.5%前後で極大値をとることから、A6063、A6061 合金や AC4C合金で割れが発生せず、A6022 合金のみで発生するのは流動性の低下によるも のと考えられる。ただし、6000 系を含むAI-Si系合金の範囲内での比較であり、5000 系 合金などを含めた系統的な検証はできていない。以上より、検討の余地は残されている ものの、A6022 合金で鋳造割れが発生し易いのは、凝固温度範囲がある程度広いこと に加え、かつ、固液共存状態での流動性が低いためであると考えられる。

25

本研究では、傾斜冷却板なし、低メタルヘッド、および低ロール荷重と高ロール荷重 などの鋳造条件により鋳造割れ軽減が可能であることが判明しており、主に鋳塊組織 形態変化からそのメカニズムについて考察する。

#### 2.4.1 微細化剤の影響

DC 鋳造では結晶粒微細化が鋳造割れ防止の一つの常套手段となっている。これは 微細化剤添加により凝固時の核発生頻度が増加するために、凝固殻厚さの均一性が 向上して凝固時の応力集中が緩和される効果と、凝固組織(結晶粒)が微細、等軸化 して、凝固組織自体の靭性や延性が向上する効果が得られるためと考えられる。したが って、凝固後あるいは凝固途中に凝固収縮や熱応力により発生、伝播する形態を示す DC 鋳造での鋳造割れの改善には効果があるものの、引け欠陥の形態を示す本研究の 高速ロールキャストでは鋳造割れ抑制の効果が小さかったと考えられる。

#### 2.4.2 その他の鋳造条件の影響

鋳造条件としては、傾斜冷却板なし、低メタルヘッドおよび低ロール荷重と高ロール 荷重でそれぞれ鋳造割れ抑制に効果があった。傾斜冷却板なしでは、傾斜冷却板で 形成される粗大な初晶 相がないことが大きな特徴であるが、それと同時に凝固時の冷 却速度が低下しており、双方の因子の影響が考えられる。一方、低メタルヘッドと低ロー ル荷重では双方とも初晶 相は形成されているが冷却速度が低下している。また、高ロ ール荷重では初晶 は形成されているが、冷却速度は増加している。そこで、凝固挙 動に及ぼす初晶 相の影響と冷却速度の観点からそれぞれの条件の影響を考察す る。

(a) 最終凝固部の凝固挙動に及ぼす初晶 相の影響

最終凝固部での凝固挙動を明らかにすることを目的として、板厚中央部のミクロ組織 観察を実施した。Fig.2-6 にミクロ組織観察結果例を示す。傾斜冷却板を使用した場 合は傾斜冷却板で形成されたと考えられる約 30 µmの粗大な初晶 相とロール冷却で 凝固したと考えられる微細粒状晶との混合組織であったが、傾斜冷却板を使用しない 場合は 30 µm 以上の粗大粒のみであり、形態も多角形状であり、通常のデンドライト組 織とは異なっていた。

26



Fig.2-6 Microscopic grain structure in the mid-thickness region of the A6022 alloy strip.

(a) with cooling slope, (b) without cooling slope.

Fig.2-7 に板厚方向での EPMA ライン分析結果を示す。傾斜冷却板を使用した場合 は板厚中央部の Si の相対濃度が低下しており、凝固前の状態として、アルミニウム純度 の相対的に高い初晶 相の分布密度が板厚中央部で高かったと考えられる。なお、分 析としては Si 元素以外にも Mg 元素、Fe 元素についても同様の調査を実施したが、全 体的な傾向は Si 元素と同様であり、結果については割愛する。一方、傾斜冷却板を使 用しない場合は、板厚方向での Si の相対濃度の変化は小さく、ほぼ均一であった。



Distance from the center across strip thickness (mm)



Fig.2-7 Si macrosegregation across strip thickness analyzed by EPMA. (a)with cooling slope, (b)without cooling slope

したがって、傾斜冷却板を使用した場合は、板厚表面近傍の凝固初期に形成される 凝固部では初晶 相の取り込まれる頻度は低いが、双方のロール上で形成された凝固 部が合流する板厚中央の最終凝固部では、初晶 相を多く含み固相率が高い状態で あったと考えられる。したがって、凝固部が合流する板厚中央部では溶湯の流動性が低 下し、溶湯の補給が不足し易い状態であったと推察される。以上の結果より、傾斜冷却 板を使用した場合に鋳造割れが発生した原因としては、凝固部が合流する最終凝固 部に傾斜冷却板で形成した初晶 相が高い体積率で取り込まれ、結果として固相率 の高い状態となったために、半凝固状態での流動性が低下し、液相の補給が不十分と なったためであると考えられる。なお、最終凝固部で初晶 相が高い体積率となる理由 としては、液相と初晶 相(固相)との密度差や流動性の違い、ロール間の溶湯溜りで の溶湯流動や温度分布などの影響が考えられるが、本研究では明らかとなっていない。

(b) 鋳造割れに及ぼす冷却速度の影響

相が板厚中央部で高い体積率となることにより鋳造割れが発生し易い状態と 初晶 なったと推察しているが、初晶 相が生成している場合でも、メタルヘッド(溶湯静水圧) の低減、およびロール荷重の低減と増加により鋳造割れが軽減する結果を得ている。そ れら条件では冷却速度が変化しており、冷却速度の影響を考察する。それぞれの鋳造 条件での鋳造板の表面近傍のDASと推定冷却速度をFig.2-8 に示す。DASは交線法 により測定し、冷却速度の算出にはDASと冷却速度(V)の関係式<sup>5)</sup>: DAS(μm)= 66.7V<sup>-0.36</sup>を用いた。なお、板厚中央部では傾斜冷却板で生成した粗大な初晶 相と ロール冷却により凝固した微細粒の、生成段階が異なるものが混在しており、冷却速度 の直接の比較は困難であった。ベース条件での推定冷却速度が 6060 /sであるのに 対して、傾斜冷却板を使用しない場合は、推定冷却速度が1330 /sに低下していた。 これは傾斜冷却板での抜熱がないことにより、溶湯の熱容量が高かったためと考えられ る。また、メタルヘッドを低減した場合は、推定冷却速度は1900 /sと大幅に低下した。 これは、 溶湯とロール表面との密着性が低下してロールからの抜熱量が低下したためと 考えられる。一方、ロール荷重を変化させた条件での冷却速度はベース条件と同じであ った。ロール荷重の変化により、ロールの最接近点近傍でのロールと鋳造板との接触面 圧は変化し、ロールによる抜熱量は低荷重では低下し、高荷重では増加し、最終凝固 部の冷却速度はそれぞれ低下、増加すると考えられるが、凝固部の合流前に形成され る鋳造板表面近傍での凝固形態はロール荷重の影響は受けないため、ベース条件と 全く同じである。

29



Fig.2-8 Estimated cooling rate of strips of surface region.

したがって、高ロール荷重の条件以外では、いずれの条件においても少なくとも板厚 中央部の最終凝固部の冷却速度は低下しており、そのために鋳造割れが軽減されたと 思われ、高荷重では別の因子が影響していると考えられる。なお、ロール荷重を低減し た場合は、最終凝固部にはたらくせん断応力の低下により鋳造割れが抑制された可能 性もあるが、割れの破面観察により機械的なせん断による割れではないことを確認して おり、冷却速度の影響が主要因であると考えられる。

(c)板厚中央部の凝固形態に及ぼすロール荷重の影響

(高ロール荷重で鋳造割れが低減した理由)

Fig.2-9 にロール荷重が変化した場合の推定される板厚中央部の凝固形態の模式 図を示す。ロールの最接近点ではロール荷重と材料強度がバランスしており、ロール荷 重を低減した場合は、最接近点での板厚中央部では、ベース条件よりも強度が低い状 態、つまり、より液相率が高い状態であり、一方、ロール荷重が増加した場合は、逆に、 より固相率が高い状態であると考えられる。つまり、ロール荷重により凝固終了位置が変化し、低ロール荷重ではロールの最接近点では板厚中央部に液相が残存し、ロールの 最接近点以降に凝固が終了するのに対し、高ロール荷重ではロールの最接近点以前 に凝固が終了していると考えられる。したがって、低ロール荷重では固相と液相が共存 している領域が板厚中央部に深く入り込み、尖った形状となるのに対し、高ロール荷重 ではその先鋭化が緩和されるため、液相が補給され易くなり、鋳造割れが抑制されたと 考えられる。なお、板厚中央部の凝固挙動につては、次章にて詳細調査結果を報告す る。



Fig.2-9 Schematic figure of solidification behavior. The position of the end of solidification is affected by casting load.

(c)板厚中央部の凝固形態に及ぼす冷却速度の影響

(傾斜冷却板なし、低メタルヘッド、低ロール荷重で鋳造割れが低減した理由)

Fig.2-10 に低ロール荷重条件での板厚中央部のミクロ組織観察結果を示す。 Fig.2-6 に示した傾斜冷却板なしの条件と同様な組織であり、ベース条件のように粗大
な初晶 相と微細粒の区別はつかず、粒径は約30µmの粗大な多角形状の組織であ った。低ロール荷重ではベース条件よりもわずかに鋳造板が厚くなっており、凝固部の 合流点の隙間に高い液相率の半凝固相がより多く流入していたと考えられる。ただし、 ベース条件と同様に粗大 相と液相が混合した状態で流入してきているはずであり、ほ ぼ均一な組織となることは考えにくい。そこで、鋳造直後の組織変化を確認するために、 低ロール荷重条件で、鋳造直後に水冷した場合と通常の放冷をした場合の組織変化 を調査した。Fig.2-11 に示すように、鋳造直後に水冷した場合はベース条件と同様の 粗大な初晶 相と微細粒の混合組織であり、放冷後に粗大化して多角形状となること が確認された。ロール最接近点での板厚中央部の液相率が高く、荷重低減によりロー ル抜熱量も低下するため、ロール出側の鋳造板の温度が高くなり、鋳造後の放冷時に 粒成長したと考えられる。したがって、低ロール荷重ではロール最接近点で液相率が高 く、板厚中央部の半凝固相の流動性が増加し、鋳造割れが軽減されたと考えられる。



Fig. 2-10 Microscopic grain structure in the mid-thickness region of the A6022 alloy strip cast using the caster equipped with the cooling slope under the load of 7kN.



Fig. 11 Microscopic grain structure in the mid-thickness region of the A6022 alloy strip cast using the caster equipped with the cooling slope under the casting load of 7kN.

(a) quenched after casting, (b) let be cooled after casting.

傾斜冷却板なしと低メタルヘッドの条件ではロール荷重はベース条件と同じであり、ロ ール最接近点での板厚中央部の液相率もベース条件と同等であると考えられる。ただ し、板厚中央部の組織はロール荷重低減条件と同様にいずれも粗大となっており、冷 却速度が低下したために、ロール出側の鋳造板の温度が高くなり、ロール冷却後に粒 成長したと考えられる。ロール最接近点では液相率がベース条件と同等で液相の流動 性も同等と考えられるが、ロール出側の温度が高いことにより、液相が完全凝固するまで の時間が長くなり、液相の補給範囲が拡大して鋳造割れが抑制されたと考えられる。

2.5.小括

高速双ロールキャスターで作製した A6022 アルミニウム合金鋳造板の鋳造割れに及 ぼす鋳造条件の影響を調査した。得られた鋳造板の組織は板表面から柱状晶、等軸 晶、板中央部の微細な粒状晶であり、粒状晶は傾斜冷却板で形成された粗大な初晶

相を含んでいた。鋳造割れは、冷却速度が高い条件で等軸晶と粒状晶の境界の板 中央部近傍で発生しており、破面観察より、ロール上で形成された凝固部の合流点で ある最終凝固部において溶湯の補給が不足することにより発生していると考えられた。 鋳造割れは、傾斜冷却板を使用しない条件、また、低メタルヘッド、低ロール荷重およ び高ロール荷重の条件で軽減された。傾斜冷却板で形成される初晶 相は板厚中央 部に高い体積率となり、最終凝固部の溶湯の補給が困難となると考えられた。また、高 ロール荷重では最終凝固部がロール最接近点前方となるため、また、低ロール荷重お よび低メタルヘッドではいずれも最終凝固部の冷却速度が低下し、ロール出側温度が 上昇したために溶湯の補給が可能となったと考えられた。

#### 参考文献

1)羽賀俊雄、熊井真次、井川雅章、田中孝幸: 軽金属学会第 105 回秋期大会講演 概要(2003)、p331.

2) 宮崎 武、徳田健二、石原暁子、永田雄介、鈴木健太、熊井真次、羽賀俊雄: 軽 金属学会第 109 回秋期大会講演概要(2005)、p179.

3) 徳田健二、熊井真次、鈴木健太、宮崎武、石原暁子、永田雄介、羽賀俊雄: 軽 金属、57(2007)、119-124. 4)軽金属協会: アルミニウムの組織と性質、(1991)、p236.5)軽金属学会編: 研究部会報告書 No.20、(1988)、p40.

## 第3章 高速双ロールキャストした AI-Mg-Si系合金板の凝固挙動と鋳造割れの関係

#### 3.1 緒言

第2章では高速双ロールキャスターで作製したA6022 合金板の鋳造割れに及ぼす鋳 造条件の影響を調査し、傾斜冷却板を使用しない条件、低メタルヘッド、低ロール荷重、 および高ロール荷重の条件で鋳造割れが軽減することを見出した。また、組織観察結 果から、鋳造割れは溶湯の供給不足によるものであると推定され、鋳造割れ低減のため には、板厚中央部の凝固の完了する位置をロールの最接近点の前(高ロール荷重)と する方向と後(その他の条件)とする方向の2通りがあることが分かった。いずれにしても、 鋳造割れは板厚中央部の凝固挙動の違いによって引き起こされており、鋳造割れのメ カニズムを考えるためには、板厚中央部の凝固挙動を解明することが必要であると考え られる。そこで、本章では板厚中央部の凝固挙動を明確にし、鋳造割れのメカニズムを 解明にすることを目的として、凝固時の板厚中央部の温度測定を行った<sup>1)</sup>。

## 3.2 実験方法

鋳造時における板内部の温度測定方法の模式図を Fig.3-1 に示す。極細のシース タイプ(材質:インコネル)の熱電対をダミーライン(材質:ステンレス)と接続し、鋳造開始 時にダミーラインが鋳造板中に鋳込まれるように送り込むことにより、熱電対が鋳造速度 と同調しつつ凝固殻内に取り込まれることとなり、その際の温度履歴を測定した。使用し た熱電対は助川電気工業株式会社製のKタイプ、 0.5mmのシース型熱電対であり、 応答速度(熱水試験)は約 14ms である。データの収集は KEYENCE 製の GR-3000 を 用い、サンプリング周期は 10ms とした。

Table 3-1 に示す鋳造条件において、第2章と同じA6022 合金を用い、高速双ロー ルキャストを実施し、それぞれの鋳造時に温度測定を実施した。鋳造速度:40m/min、 鋳造温度:660 、凝固距離:100mm は共通条件とし、傾斜冷却板なしと高ロール荷重 の条件とした。また、高ロール荷重の鋳造は幅 50mm の双ロール鋳造機を用いて行った。 なお、第2章の結果と同様に、ベースの条件では鋳造割れが発生したが、傾斜冷却板 なしと高ロール荷重の条件では鋳造割れは発生していない。



Fig.3-1 Schematic figure of measurement procedure of thermal history of cast sheet.

|                         | base | Without<br>cooling<br>slope | High<br>casting<br>load |  |  |
|-------------------------|------|-----------------------------|-------------------------|--|--|
| Casting<br>speed(m/min) |      | 40                          |                         |  |  |
| Casting temp.           | 660  |                             |                         |  |  |
| Cooling slope           | with | without                     | with                    |  |  |
| Casting load (kN)       | 14.1 | 14.1                        | 112                     |  |  |
| Internal crack          | ×    |                             |                         |  |  |

Table 3-1 Casting conditions.

# 3.3 実験結果

Fig.3-2 にそれぞれの条件において鋳造中の温度測定で得られた冷却曲線を示す。 ロールの最接近部における冷却速度が最大であると推定されるため、冷却曲線の傾き が極大値となる位置を基準として位置を補正して比較表示している。いずれの条件でも ロールの最接近部の前後約 10mm で急激に温度が低下しており、時間にして約 30ms で急冷されていることが分かる。冷却曲線は鋳造条件により変化しており、特にロールの 出側の温度が変化していることが分かる。ロール最接近部から50mmの位置での温度は、 ベース条件で約 470 であるのに対し、傾斜冷却板なしで約 520 、高ロール荷重では 約 450 であった。なお、熱電対の挿入位置が板厚方向で変化すると得られる冷却曲 線のばらつきが大きく、各条件の比較が困難となるが、熱電対の実際の挿入位置を測 定したところほぼ例外なく板厚中央部に存在しており、また、測定の再現性もあることを 確認している。したがって、熱電対は接近してくる凝固殻に挟みこまれるように板厚中央 部の挿入されているといえる。



Fig.3-2 Cooling curve during casting measured at mid-thickness region.



Fig.3-3 Cooling curve during casting around minimum roll-gap.

Fig.3-3 にロールの最接近部近傍での冷却曲線を示す。図中の点線は 604 の固 相線温度(液相が完全に固相となる温度)を示す。鋳造割れの発生したベース条件で はロール最接近部では固相線温度の直上であり、鋳造割れの発生しない、傾斜冷却 板なしでは固相線温度よりも高く、高ロール荷重では固相線温度よりも低いことが分か る。冷却曲線から得られた凝固時の冷却速度を Fig.3-4 に示す。ベース条件で約 1800 /s、傾斜冷却板なしで約 1300 /s、高ロール荷重で約 2700 /s であり、冷却 速度もロール出側での温度と同様の傾向を示した。なお、鋳造速度が異なるため(本章 では40m/min、第2章は60m/min)直接比較は困難であるが、第2章でDASから推定し た表面近傍の推定はそれぞれ 6060、1330、6060 /s であり、本章の直接温度測定か ら得られた板厚中央部の冷却速度は妥当な値であると推定される。



Fig.3-4 Cooling rate during casting.

## 3.4 考察

## 3.4.1 鋳造割れのメカニズム

直接温度測定により鋳造板の温度履歴を明らかにし、鋳造条件によりロールの最接近部近傍での温度履歴が変化することが分かった。ただし、鋳造割れの抑制できた条

件では、鋳造割れの発生したベース条件よりも高温と低温の真反対の温度履歴となっており、鋳造割れとの相関は確認できていない。そこで、第2章での考察も踏まえて、凝固形態の変化について再度考察する。

本章で得られた結果より、凝固終了位置はベース条件ではロール最接近部の直下、 傾斜冷却板なしではベース条件よりも下方、高ロール荷重ではベース条件よりも上方で あるといえる。それぞれの条件での凝固終了位置の模式図を Fig3-5 に示す。 ベース条 件では傾斜冷却板で生成した粗大な組織が板厚中央部に巻き込まれてくることに加え、 ロール最接近部での残存液相がわずかであり、液相自体の流動性が低下しているため に、最終凝固部での液相の補給が困難となり割れが発生すると考えられる。一方、傾斜 )冷却板なしでは、傾斜冷却板で形成される粗大な凝固組織もない上に、ロール最接近 部での液相率が高く、流動性が確保されており、液相の補給が可能となると考えられる。 ただし、凝固収縮による引け巣は避けられないため、液相の補給が不完全となる領域が 発生し、ミクロボイドが生成すると考えられる。ミクロボイドについては具体的な観察結果 は得られておらず、その検証は今後の課題である。なお、実際の測定結果は得られてい ないが、鋳造割れの改善された低ロール荷重の条件も、傾斜冷却板なしと同様に冷却 速度を低減し、最終凝固部がロール最接近点よりも下方となることが推定されるため、 同様のメカニズムによって鋳造割れが改善したと考えられる。高ロール荷重については、 第2章で考察した通り、最終凝固部がロール最接近点よりも上方となることが確認できた。 したがって、高ロール荷重では固相と液相の共存している領域の先鋭化が緩和されるた めに、液相補給が容易となり鋳造割れが抑制されたと考えられる。以上の考察より、傾 斜冷却板なしの条件では鋳造割れは軽減されているが、ミクロボイドが生成していること が推定されるため、安定して健全な鋳造板を作製するためにはロール荷重を高くして、 最終凝固位置をロールの最接近点より上方とすることが望ましいと考えられる。

## 3.4.2 温度測定の精度の問題

本章では温度測定結果をもとに考察を進めてきたが、実際の鋳造において急激な 温度変化の生じる冷却時間が30ms程度であるのに対し、用いた熱電対の応答速度が 14ms、データ収集のサンプリング周期が10msであり、真の温度履歴が測定できている かについては疑問の余地が残る。現在、応答速度を1/10程度まで高めた熱電対を用 い、更なる高速サンプリングによる温度測定を実施しており、更に精度の高い検証は今 後の研究に委ねることとする。なお、同方法でこれまで得られているデータは冷却速度 の絶対値は変化しているものの、鋳造条件による冷却曲線の変化は同様の傾向を示し

ており、本章で得られた測定結果は相対的には間違いないものであり、鋳造割れのメカ ニズムに関しても方向性は否定されるものではないと考える。



Fig.3-5 Schematic figure of solidification behavior below the nearest point of roll

gap.

3.4 小括

A6022 合金板の鋳造時における板内部の温度履歴を熱電対により直接測定し、以下の結果が得られた。

- 1)冷却速度、および、ロールの最接近点近傍での最終凝固部の位置は鋳造条件により変化し、鋳造割れの発生したベース条件では最終凝固部がロールの最接近点の 直下となるのに対し、鋳造割れの発生しない傾斜冷却板なしでは、冷却速度が低 下し、最終凝固部がベース条件よりも下方となること、また、同様に鋳造割れの発生 しない高ロール荷重では、冷却速度が大きくなり、最終凝固部がロールの最接近点 の上方となることが分かった。
- 2) ベース条件では溶湯の補給不足により鋳造割れが発生したが、傾斜冷却板なしではロールの最接近点近傍での液相率が高く、また、傾斜冷却板での粗大な凝固組織が生成しないため、溶湯の補給が可能となったために鋳造割れが抑制されたと考えられる。
- 3)高ロール荷重では最終凝固部がロールの最接近点の上方となることにより、板厚中央部の固相と液相の共存領域の先鋭化が緩和され溶湯の補給が可能となり、鋳造割れが抑制されたと考えられる。
- 4)傾斜冷却板なし、および低ロール荷重では冷却速度が低下しており、溶湯の補給 は可能となるが、凝固収縮に伴うボイドの形成が避けられないと思われる。したがって、 安定して健全な鋳造板を得るためには高ロール荷重の条件が望ましいと考えられ る。

## 参考文献

 新井悦行、熊井真次、永田雄介、徳田健二: 軽金属学会第112回春期大会講演 概要(2007)、265-266.

# 第4章 AI-Mg-Si系合金板材の機械的性質に及ぼす鉄含有量と冷却速度 の影響

#### 4.1 緒言

高速双ロールキャスターでは従来の 10~100 倍の速度 (鋳造速度:最大 150m/ 分)での鋳造が可能であり、凝固時の冷却速度も10 倍前後となることが確認されて おり、生産性の大幅な向上に加えて、鉄などの不純物元素の許容量拡大が期待 される。Suzuki らは高速双ロールキャスターを用いて A6063 合金をベースとして鉄 含有量の影響を調査し、鉄含有量 0.7%までは特性が低下しないことを確認してい る<sup>1)</sup>。本研究では、代表的な自動車パネル用合金であるA6022 合金をベースとして 鉄含有量と凝固時の冷却速度の影響を調査し、高速双ロールキャスターによる特 性改善の可能性を検証した。

## 4.2 実験方法

A6022 合金をベースとし、鉄を添加することにより鉄含有量 0.2、0.4、0.6、0.8、 1.0mass%の5種類の合金を作製した。Table4-1 に作製した合金の化学組成を示 す。それぞれの合金を高速ロールキャスターと、鋳塊厚さ5mmと50mmの2種類のブ ックモールド(金型)を用いて、それぞれ3種類の鋳塊を作製した。以降、それぞれ の材料をHSTRC材(High-speed twin-roll cast)、t5金型材(t5 mold cast)、t50 金型材(t50 mold cast)と呼称する。本研究で用いた縦型の高速双ロールキャスタ ーは、ロールに水冷式の純銅ロールを使用するとともに、離型剤を使用しないため、 板表面部で数千 /s の高い冷却速度を得ることができる。鋳造速度は 60m/min、 鋳造温度は液相線温度より約5 高い 660 、凝固距離:100mm、ロール荷重: 20kN、メタルヘッド(ロール間の溶湯溜り深さのことであり、ここでは凝固開始位置で の溶湯溜り深さと定義する):0mm とし、得られた鋳造板は幅 100mm、板厚はおよ そ 3mm である。なお、第2章と第3章で既述の通り、A6022 合金の高速ロールキャ スト材では、高い冷却速度が得られる鋳造条件では板厚中央部に内部割れが発 生する場合があるため、本研究では低メタルヘッドとし、溶湯静水圧を低減して冷 却速度を抑制する条件で鋳造板を作製している<sup>2)</sup>。

HSTRC 材とt5 金型材は鋳造のまま、一方、t50 材金型材は鋳塊厚中央部より 5mm 厚さに切り出したものを元材料として使用した。試作工程のフローチャートを Fig.4-1 に示す。

| Element | Fe  | Si  | Mn  | Mg  | Ti   | Al   |
|---------|-----|-----|-----|-----|------|------|
| 0.2%Fe  | 0.2 | 1.0 | 0.1 | 0.6 | 0.02 | Bal. |
| 0.4%Fe  | 0.4 | 1.0 | 0.1 | 0.6 | 0.02 | Bal. |
| 0.6%Fe  | 0.6 | 1.0 | 0.1 | 0.6 | 0.02 | Bal. |
| 0.8%Fe  | 0.8 | 1.0 | 0.1 | 0.6 | 0.02 | Bal. |
| 1.0%Fe  | 1.0 | 1.0 | 0.1 | 0.6 | 0.02 | Bal. |

Table4-1 Chemical composition (mass%) of alloys used in this study.



Fig.4-1 Experimental procedure.

約 3mm 厚 (HSTRC 材)と5mm 厚 (t5 金型材とt50 金型材)の鋳塊は550 で 4時間の均質化熱処理後に冷間圧延により1mm 厚とした。得られた板は塩浴炉 にて550 ×30秒の溶体化処理を行い、水冷後に70 ×2時間の予備時効熱 処理、更に40 で5日間保持した後にT4調質の供試材とした(以降、T4材と呼 称する)。なお、比較として均質化熱処理を省略した工程でもT4材を作製した。ま た、自動車外板パネル材として使用される場合のプレス成形工程と塗装焼付け工 程を想定して、T4 材に2%の引張予歪を付与した後に170 ×20分の焼鈍を施 してベークハード性の評価のための供試材とした(以降、AB 材と呼称する)。得ら れた鋳塊については光学顕微鏡観察、T4 材については光学顕微鏡観察と引張 試験、曲げ試験、AB 材については引張試験を実施した。

鋳塊組織観察は鋳造方向に対して垂直断面、T4材の組織観察は圧延平行断 面とし、研磨のまま、または研磨後に2%フッ化水素酸水溶液にて電圧 25V、90秒 の陽極酸化処理を施して光学顕微鏡観察を行った。引張試験は圧延平行方向 に JIS13B 引張試験片を採取し、インストロン型引張試験機を用いて行った。曲げ 試験は圧延平行方向に長さ200mm、幅 30mmに切り出した板材に 10%引張予歪 を付与し、押し曲げ法 (JIS Z2248)により内側曲げ半径 0.5mmの突き押し曲げを実 施し、その後プレスして 180 度曲げを行った。Fig.4-2 に曲げ試験方法を示す。



Fig.4-2 bending procedure.

鋳塊の第2相粒子の形態は、熱フェノール抽出後<sup>3)</sup>に SEM 観察により行った。 T4 材の第2相粒子の分布については、圧延平行断面を SEM 観察し、得られた像 の画像解析(測定面積:1mm<sup>2</sup>)により定量測定を行った。また、T4 材の固溶状態 の評価は、導電率測定、および熱フェノール抽出液の ICP 発光分析による固溶ケ イ素量の分析を実施した。

## 4.3 実験結果

## 4.3.1 鋳塊組織と冷却速度の推定

Fig.4-3 に 0.2% Fe と 1.0% Fe 合金のそれぞれの鋳塊表面近傍の光顕組織観察結果例を示す。なお、HSTRC 材と t5 金型材では写真の上側はそれぞれ鋳塊表面であり、鋳造のままであるが、t50 金型材では表面は機械加工された面である。鋳塊組織は -AI(明灰色)と AI-Fe-Si 系の晶出物(暗灰色)からなり(一部 Mg-Si 系晶出物も含まれる)、HSTRC 材では鉄量が増加しても晶出物は非常に微細であった。一方、t50 金型材では晶出物は粗大であり、鉄含有量が増加するほどその傾向は顕著であった。また、t5 金型材は HSTRC 材と t50 金型材の中間的な組織形態であったが、鉄量が増加しても晶出物は著しく粗大化することはなかった。

金型材については、熱電対を用いて凝固時の温度測定を実施し、冷却速度を 算出した。t5金型材とt50金型材の冷却速度はそれぞれ93 /s、3.0 /sであり、 それぞれ通常の横型ロールキャスターと DC 鋳造とほぼ同等の冷却速度であった。 なお、温度測定のサンプリング周期は 0.1 秒、測定位置は鋳塊厚中央部とし、冷 却速度は凝固温度範囲における冷却速度から算出した。Fig.4-4 にそれぞれの鋳 造材の冷却速度とDASの関係を示す。 HSTRC 材の冷却速度は、金型材の冷却 速度(V)とDAS(µm)(t5金型材とt50金型材のDAS はそれぞれ18.3µm、112 µm)の関係より導出される式:DAS = 66.7V<sup>-0.53</sup>を用いて推定した。導出式より得 られた HSTRC 材の冷却速度は約1200 /sであり、t5金型材の10倍以上の冷却 速度であった。なお、高速双ロールキャストでは条件によっては6000 /s程度の冷 却速度が得られることが分かっているが<sup>2)</sup>、既述したように本研究では鋳造割れ抑 制のために冷却速度を低減する条件で作製しており、鋳造機本来の急冷凝固能 力を十分には発揮できていない。



Fig.4-3 Optical micrographs of cast plate.



Fig.4-4 Estimation of a cooling rate of HSTRC.

## 4.3.2 T4 材のミクロ組織

Fig.4-5 に 0.2% Fe と 1.0% Fe の T4 材の板厚表面近傍の ミクロ組織観察結果 例を示す。結晶粒径は鉄量が多いほど微細であり、0.2% Fe 材では約 40 µm、 1.0%材では 10~20 µm であった。HSTRC 材と金型材では鉄量が少ない場合はほ ぼ同等の結晶粒径であり、鉄量が多い場合は t50 金型材が他材料よりもやや粗大 となる傾向であった。なお、HSTRC 材、金型材は鋳塊からの加工率はそれぞれ約 60%、約 80% であるが、t50 金型材では鋳塊の DAS が粗大であったため、晶出物 が層状に分散した組織となっており、均一分散に近い HSTRC 材と t5 金型材とは 異なった分散状態であった。



Fig.4-5 Micro-structure of T4 sheets.

## 4.3.3 引張特性

**Fig.4-6** に均質化熱処理ありの工程での T4 材とAB 材の 0.2%耐力、**Fig.4-7** に T4 材の伸びを示す。T4 材の 0.2%耐力は鉄量と冷却速度によらずほぼ一定で あり、130~140MPa であった。一方、AB 材の 0.2%耐力はいずれの冷却速度材で も鉄量の影響はほとんどなかったが、冷却速度が大きいほど 0.2%耐力はやや高い傾向にあり、特に HSTRC 材で高い値を示した。T4 材の伸びは冷却速度によらず、 HSTRC 材と金型材はほぼ同等であり、鉄量の増加に伴い低下し、0.2%Fe で 25% 以上であったが、1.0%Fe では 20%程度となった。



Fig.4-6 Yield strength of T4 and AB sheets.



Fig.4-7 Elongation of T4 sheets.

Fig.4-8 に均質化熱処理なしの工程での T4 材とAB 材の 0.2% 耐力を示す。均 質化熱処理ありの工程と同様に、鉄量の影響はほとんどなかった。冷却速度の影響については、T4 材では t50 金型材が全体的に低く、HSTRC 材と t5 金型材は同 等であった。一方、AB 材では冷却速度が大きいほど耐力が高い傾向を示し、その 差は均質化熱処理ありの工程よりも顕著であった。





## 4.3.4 曲げ性

Fig.4-9 に曲げ試験後の試験片の外観(上段)および断面観察結果例(下段) を示す。鉄量が増加するに伴い、いずれの材料でも曲げ性が低下した。50t 金型材 では鉄量が 0.8%以上で亀裂が板厚全体を貫通しており、鉄量が多くなると HSTRC材とt5金型材よりも曲げ性が顕著に低下した。HSTRC材とt5金型材はい ずれの鉄量でもほぼ同等の曲げ性を示した。また、均質化熱処理なしの工程では 全体的に曲げ性が大きく低下していた。なお、均質化熱処理なしのT4材耐力レベ ルは冷却速度によって大きく変化しており、曲げ性の直接比較が困難であったため、 結果の詳細については次章で触れる。



Fig.4-9 Appearances of specimen surface (upper) and cross section (lower) after bending test.

## 4.4 考察

4.4.1 引張特性に及ぼす鉄量と凝固時の冷却速度の影響

引張特性に及ぼす鉄量と凝固時の冷却速度の影響として得られた結果をまとめると以下となる。

- a) 強度に及ぼす鉄量の影響は小さく、T4 材、AB 材ともに 1.0% Fe 材でも 0.2% Fe 材とほぼ同等の 0.2% 耐力が得られた。ただし、伸びは鉄量の増加に伴い 低下した。
- b) 凝固時の冷却速度が大きいほどAB材の0.2%耐力は高く、特に均質化熱処 理なしの工程ではその傾向が顕著であった。
- a) 引張特性に及ぼす鉄量の影響

AI-Mg-Si系合金では鉄量の増加に伴いAI-Fe-Si系の晶出物量が増加するために固溶ケイ素量が減少し、時効硬化能が低下するとされている。特に過剰ケイ素

量は時効初期の硬化速度(ベークハード性)に影響を及ぼすことが知られており、 鉄量増加によりベークハード性が低下することが報告されている<sup>4)</sup>。本研究では鉄 量増加に伴うAB材の0.2%耐力の低下はほとんどなく、これまでの報告とは異なる 結果が得られている。これは、合金成分や均質化熱処理、溶体化熱処理などの試 作条件の違い、更にはベーキング処理などの評価条件の違いによるものであると思 われるが、少なくとも本研究による結果では、1.0%程度までの鉄量であれば延性は 低下するものの、自動車外板用などで重要となるベークハード性はほとんど低下し なかった。

そこで、T4 材の固溶状態の評価を目的として、固溶ケイ素量の分析と導電率測 定を実施した。まず、固溶ケイ素量については、冷却速度の影響はほとんどなく、 0.2%Fe 材で 0.8~0.9%程度、1.0%Fe 材で 0.55%前後の値が得られた。固溶ケ イ素量の差は、AI-Fe-Si 系晶出物{ -AIFeSi(Fe<sub>2</sub>SiAI<sub>8</sub> または Fe<sub>3</sub>Si<sub>2</sub>AI<sub>12</sub>)、または

- AIFeSi(FeSiAl<sub>5</sub>)}中に取り込まれると推定されるケイ素量(0.25%以上<sup>4),5)</sup>)にほ ぼ対応しており、1.0%Fe材では晶出物中に取り込まれる分だけ固溶ケイ素量が減 少していると考えられる。

一方、T4 材の導電率測定結果を Fig4-10 に示す。一部例外はあるものの、全般的にいずれの冷却速度でも鉄量の増加に伴い導電率は高くなる傾向を示しており、0.2%Fe材と1.0%Fe材の導電率差は平均で1%程度、最大でも2%以下であった。固溶ケイ素の導電率へ寄与量は 17.1IACS%/wt%とされている<sup>6)</sup>。熱フェノール分析によって求めた固溶ケイ素量に基づくと、1.0%Fe材の導電率は0.2%Fe材よりも5%前後高くなるはずであり、1/2 以下の増加量に留まっている。導電率上昇を抑制する原因としては鉄量増加に伴う鉄、マンガン、マグネシウムなどの固溶量増加やクラスターの形成などが考えられる。固溶鉄量と固溶マグネシウム量については大きくは変化しないことを確認しているが、現時点では原因の詳細は明らかになっていない。

以上の結果より、鉄含有量増加により固溶ケイ素量は低下しており、箕田ら<sup>5)</sup>も 示唆しているように、固溶ケイ素量以外にAB耐力上昇の要因があると考えられる。 本研究では鉄量を増加した場合は、固溶ケイ素量減少の影響を差し引くと、導電 率が2~3%低下しており、固溶ケイ素以外の固溶量増加やクラスターの形成があ ることを示唆する結果は見出したが、原因の詳細は明らかとなっておらず、今後の 課題としたい。



Fig.4-10 Effect of iron content and cooling rate during solidification on conductivity for T4 sheets.

(a) with homogenization, (b) without homogenization

b) 引張特性に及ぼす凝固時の冷却速度の影響

凝固時の冷却速度が大きいほど溶質元素の固溶量が大きく、T4 材、AB 材とも に強度が高いことが予想されたが、均質化熱処理ありの工程では冷却速度の影響 は小さかった。Fig.4-10 より、均質化熱処理ありの工程では、T4 材の導電率は冷 却速度の影響をほとんど受けていない結果が得られており、これはいずれの冷却速 度材も均質化熱処理時にほぼ一定の固溶状態となったためと考えられる。一方、 均質化熱処理なしの工程では t50 金型材の導電率が高く、t5 金型材、HSTRC 材 の順に低い値となっており、t5 金型材と HSTRC 材については均質化熱処理ありの 工程とほぼ同等の値であった。これは、冷却速度の大きい急冷凝固材では均質化 熱処理を省略しても短時間の溶体化処理のみで溶質元素が十分に固溶している ことを示しており、AB 材の 0.2%耐力の結果に対応したものとなっている。本結果よ り、凝固時の冷却速度が大きい場合は、均質化熱処理工程の省略が可能であり、 更に、高速双ロールキャスト材では通常の双ロール材 (本研究では t5 金型材に相 当)より高いベークハード性を得ることが可能であることが分かった。

## 4.4.2 曲げ性に及ぼす鉄量と凝固時の冷却速度の影響

曲げ性に及ぼす鉄量の影響については従来から報告されている結果 4)と同様で あり、鉄量の増加とともに曲げ性は低下した。一方、凝固時の冷却速度の影響に ついては、 冷却速度が大きいほど第2相粒子が微細化するために曲げ性が向上す ることが期待されたが、冷却速度の最も小さい t50 金型材ではやや曲げ性は低下し たものの、 HSTRC 材と t5 金型材ではほぼ同等の曲げ性を示した。 この結果を考察 するために第2相粒子の粒度分布、形態を調査した。Fig.4-11 に 0.2% Fe 材と 1.0% Fe 材の第 2 相粒子のサイズ分布調査結果、Fig.4-12 に 1.0% Fe 材の熱フェ ノール法により抽出した第2相粒子のSEM 観察結果を示す。Fig.4-10より、全体的 な傾向としては、鉄量が多いほど、また凝固時の冷却速度が小さいほど粗大な第2 相 粒子 が多いことは明らかである。 箕田ら<sup>4)</sup>によると2 µm以上の第2相粒子が割れ の亀裂伝播経路となるため、鉄量の増加とともに粗大な第2相粒子が増加して曲 げ性低下を招くとされている。そこで、2µm以上の第2相粒子数に着目すると、 0.2% Feでは HSTRC 材、t5 金型材、t50 金型材でそれぞれ 250 個、590 個、810 /個 / mm² であるが、1.0 % Fe ではそれぞれ 4000 個、7800 個、5000 個 / mm² までそ れぞれ増加しており、凝固時の冷却速度による第2相粒子の微細化効果よりも、は るかに粗大な第2相粒子数に及ぼす鉄量増加の影響が大きいことがわかる。また、

抽出した晶出物の観察結果(Fig.4-11)からも、HSTRC 材とt5 金型材では大きな 差異はなく、2µm以上の第2相粒子は多く存在することが確認できる。したがって、 冷却速度が1000 /sを超えるHSTRC材であっても鉄量の増加に伴う曲げ性低下 の抑制は困難であったと考えられる。なお、鉄量が多い組成では、2µm以上の粗 大第2相粒子の数密度が最大であったt5 金型材よりも、冷却速度の最も小さい t50 金型材の曲げ性の低下が著しかったが、これは10µm前後の粗大な第2相粒 子の影響であると思われる。

既述の通り、本研究で用いた HSTRC 材は鋳造割れ防止のために冷却速度を 抑えた条件で作製しており、冷却速度 1000 /sのオーダーでは第2相粒子(晶出 物)の微細化が不十分であり、曲げ性改善の効果が得られなかったと考えられる。 なお、高速双ロールキャスター本来の冷却能力(冷却速度 6000 /s 程度)が得ら れる条件で健全な鋳造板での曲げ性改善の可能性については、次章で述べる。



Fig.4-11 Size distributions of secondary phase particles for T4 sheets.



Fig.4-12 SEM micrographs of extracted second phase particles from as-cast plate/ingot of 1.0% Fe by the thermal phenol method.

曲げ性については、第2相粒子以外にせん断帯形成状態の影響<sup>4),5),7)</sup>や集合 組織の影響<sup>7),8)</sup>が報告されている。せん断帯形成については固溶状態の影響を受 けるとされているが、導電率などの結果より、均質化熱処理ありの工程では固溶状 態に及ぼす冷却速度の影響は小さいため、せん断帯形成状態は冷却速度では変 化しないと考えられる。X線回折結果のODF解析による集合組織の調査結果を Table 4-2に示す。Cube方位とGoss方位の集積度(ランダム方位に対する比率) はいずれの材料でもそれぞれ 1.6~2.1、0.9~1.8 の範囲であり、曲げ性には大きな 影響は及ぼさない変動範囲であると考えられる。

> Table 4-2 Texture for T4 sheet analyzed by ODF. (Relative densities of orientations are shown.)

|                  | HSTRC  |        | t5 mold cast |        | t50 mold cast |        |
|------------------|--------|--------|--------------|--------|---------------|--------|
|                  | 0.2%Fe | 1.0%Fe | 0.2%Fe       | 1.0%Fe | 0.2%Fe        | 1.0%Fe |
| Cube ,(001)[100] | 1.7    | 1.7    | 2.1          | 1.6    | 1.6           | 1.6    |
| CR ,(001)[310]   | 3.1    | 1.9    | 3.4          | 2.2    | 4.3           | 2.3    |
| RW ,(001)[110]   | 2.5    | 1.7    | 2.3          | 1.7    | 2.7           | 1.4    |
| Goss ,(011)[100] | 1.2    | 1.4    | 1.8          | 1.8    | 0.9           | 1.9    |
| Brass,(011)[122] | 0.5    | 0.9    | 0.5          | 0.6    | 0.1           | 0.6    |
| S ,(123)[634]    | 0.5    | 1.0    | 0.4          | 0.8    | 0.9           | 0.7    |
| Cu ,(112)[111]   | 0.4    | 1.0    | 0.6          | 0.8    | 0.2           | 0.8    |
| PP ,(011)[211]   | 0.9    | 0.8    | 1.2          | 0.9    | 3.0           | 1.3    |

4.5 小括

高速双ロールキャスターを用い、A6022 合金をベースとした合金の機械的性質に 及ぼす鉄量と凝固時の冷却速度の影響を調査し、以下の結果が得られた。

- 1) T4 材と AB 材の 0.2% 耐力は鉄量の影響をほとんど受けなかったが、伸びは鉄量の増加とともに低下した。
- 2)凝固時の冷却速度が大きいほどAB材の0.2%耐力は高い傾向を示した。特に 均質化熱処理なしの工程では冷却速度が大きいほど顕著に高くなった。これは 急冷凝固によって固溶量が増加したためであると考えられた。
- 3)曲げ性は鉄量の増加に伴い大幅に低下した。冷却速度が遅い材料でその傾向は顕著であったが、高速ロールキャスト材の曲げ性向上の効果は小さく、t5金型材と同等であった。これは、鉄量増加による粗大な第2相粒子の増加に対して、急冷凝固による第2相粒子の微細化が不十分であったためと考えられる。
- 4) 高速双ロールキャスト材では、均質化熱処理なしの工程でも高いベークハード
  性が得られる可能性があることが分かった。

## 参考文献

1) K.Suzuki, S.Kumai, Y. Saito and T.Haga: Mater. Trans. Vol.46(2005), p2602-2608.

2) 徳田健二、熊井真次、鈴木健太、宮崎武、石原暁子、永田雄介、羽賀俊雄:
 軽金属、57(2007)、119-124.

- 3) 軽金属学会編:研究部会報告書No.26, (1992), 154.
- 4) 箕田 正、内田秀俊、渋江和久、吉田英雄: 軽金属、53(2003)、523-527.
- 5) 箕田 正、浅野峰生、吉田英雄: 軽金属、55(2005)、222-226.

6) 横田 稔、佐藤謙一: 軽金属、32(1982)、432-440.

7)浅野 峰生、伊川 慎吾、松田 公一、吉田 英雄: 軽金属学会第111回秋期大会講演概要(2006)、3-4.

 8) 日比野旭、村松俊樹、小松原俊雄、佐賀 誠、高田 健:軽金属学会第106回春 期大会講演概要(2004)、89-90.

# 第5章 AI-Mg-Si系合金板材の機械的性質に及ぼす均質化熱処理と第2相粒子 サイズ分布の影響

#### 5.1 緒言

第4章では、高速双ロールキャスト材では均質化熱処理の省略が可能であることを示 唆する結果が得られた。そこで、均質化熱処理に伴う機械的性質の変化について更に 詳細な調査を実施した。また、第4章では更なる冷却速度向上による特性向上の確認 が課題として残されており、本章では、鋳造割れの発生を抑制し、かつ、高い冷却速度 が得られる大径ロールを用いて作製した鋳造板を用いての特性評価も併せて実施し た。

## 5.2 実験方法

Table5-1 に示す A6022 合金を、第4章と同様に、高速双ロールキャスターと、鋳塊厚 さ 5mm と 50mm の2種類のブックモールド(金型)を用いて、それぞれ3種類の鋳塊を作 製した(それぞれの材料を HSTRC 材(High-speed twin-roll cast)、t5 金型材(t5 mold cast)、t50 金型材(t50 mold cast)と呼称する)。なお、HSTRC 材は第4章と同様 の 300mm の小径ロール鋳造機に加え、 1500mm の大径ロール鋳造機を用いて作 製した。小径ロールでは鋳造割れ抑制のためにメタルヘッド(ロール間の溶湯溜り深さ のことであり、ここでは凝固開始位置での溶湯溜り深さ)を 0mm としているが、大径ロー ルでは鋳造割れ抑制が可能であるため、メタルヘッドを 100mm 程度とし、高い冷却速度 が得られる条件での鋳造を実施している。Fig.5-1 に鋳造機の模式図を示す。

第4章と同様に、HSTRC 材とt5 金型材は鋳造のまま、一方、t50 材金型材は鋳塊 厚中央部より5mm 厚さに切り出したものを元材料として使用した。均質化熱処理なし、 および 550 での均質化熱処理を3水準の時間(1分、10分、120分)で実施し、冷間 圧延により 1mm 厚とした。得られた板は塩浴炉にて 550 ×30 秒の溶体化処理を行 い、水冷後に 70 ×2時間の予備時効熱処理、更に 40 で5日間保持した後に T4 調質の供試材とした(以降、T4材と呼称する)。また、T4材に2%の引張予歪を付与し た後に 170 ×20 分の焼鈍を施してベークハード性の評価のための供試材とした(以 降、AB 材と呼称する)。

T4材について、圧延平行断面の組織観察、曲げ試験、EPMA分析を、また、T4材と AB材について引張試験を実施した。曲げ試験は圧延平行方向に長さ 200mm、幅 30mmに切り出した板材に 10%引張予歪を付与し、押し曲げ法 (JIS Z2248) により内側

曲げ半径 0.5mm の突き押し曲げを実施し、その後プレスして 180 度曲げを行った (Fig.4-2 参照)。

Si Ti Element Fe Mn Mg Al 0.16 0.5 0.02 A6022 1.0 0.1 Bal.

Table 5-1 Chemical composition (mass%) of A6022 alloy.





Fig.5-1 Schematic figure of twin roll caster.

300mm roll, (b) 1500mm roll (a)

## 5.3 実験結果

## 5.3.1 T4 材のミクロ組織

Fig.5-2にT4材のミクロ組織観察結果を示す。均質化熱処理120分ではいずれの材料ともにほぼ同等の結晶粒径であった。一方、均質加熱処理なしと短時間の均質化熱処理では、t5金型材とHSTRC(1500)材で結晶粒が微細となる傾向があったが、t50金型材とHSTRC(300)では均質化熱処理時間の影響をほとんど受けなかった。



Fig.5-2 Micro-structure of T4 sheets.

## 5.3.2 引張試験結果

Fig.5-3 に T4 材の 0.2%耐力、Fig.5-4 に AB 材の 0.2%耐力をそれぞれ示す。な お、横軸は均質化熱処理(0~120 分)と溶体化熱処理(30 秒)のトータルでの熱処理 時間としている。T4 材と AB 材は、ほぼ同様の挙動を示し、HSTRC 材と t5 金型材はほ ぼ同じ強度であったが、t50 金型材では全体的に強度が低かった。HSTRC 材と t5 金型 材はいずれの熱処理時間でも T4 で 130~140MPa、AB 材で 180~200MPa の強度範 囲内であり、熱処理時間による変動は小さかったが、熱処理時間の増加に伴い、わず かに強度が上昇する傾向を示し、均質化熱処理 10 分(図中では熱処理時間 630 秒) でほぼ飽和していた。一方、t50 金型材は、熱処理の長時間化による強度上昇が顕著 であり、均質化熱処理なしでは、T4 材で約 110MPa、AB 材で約 160MPa であったが、 均質化熱処理 120 分(熱処理時間 7230 秒)で他の材料とほぼ同等の強度(T4 材で 140MPa、AB 材で 190MPa)を示した。HSTRC 材において、大径ロール HSTRC 材( 1500)ではより高い冷却速度が得られているが、小径ロール HSTRC 材( 300)との有 意な差異はなかった。



(homogenization + solution)

Fig.5-3 Yield strength of T4 sheets.



Fig.5-4 Yield strength of AB sheets.

## 5.3.4 曲げ性

Fig.5-5 に曲げ試験後のサンプル外観、Fig.5-6 に曲げ性の評価結果を示す(評 点0~4で評価。良:評点0 評点4:悪)。なお、評点の基準に用いた外観写真も併せ て示す<sup>1)</sup>。評点は簡便に曲げ性を評価するためのものであり相対評価であるが、本評点 では2点以下であれば実用上特に大きな問題はないと判断できる。いずれの材料も熱 処理時間が長くなるにしたがい良好となり、t50 金型材では均質化熱処理1分(図中の 熱処理時間 90 秒)、HSTRC( 300)材では均質化熱処理時間 10 分(熱処理時間 630 秒)以上で飽和しており、t5 金型材では均質化熱処理時間が長くなるにしたがい、 徐々に良好となる傾向であった。また、より高い冷却速度が得られている HSTRC( 1500)材では、第2相粒子の微細化により曲げ性が改善することが期待されたが、 HSTRC( 300)材と同等程度であった。なお、t50 金型材では均質化熱処理 10 分まで は T4 材の耐力が低いため、均質化熱処理 120 分以外では他の材料との曲げ性の比 較は意味がなく、均質化熱処理 120 分では他の材料と同等の曲げ性を示していること がわかる。



Fig.5-5 Appearances of specimens after bending test of T4 sheets. (Homogenization times are also shown in the left side of photo.)



(homogenization + solution)

Fig.5-6 Bendability of T4 sheets.

#### 5.4 考察

本章では第4章では十分には検証しきれなかった、機械的性質に及ぼす均質化熱処 理時間の影響と、高い冷却速度で得られた板材の機械的性質について評価している。 第4章で得られた結果も踏まえて、機械的性質に及ぼす均質化熱処理時間と冷却速 度の影響をそれぞれ考察する。

## 5.4.1 機械的性質に及ぼす均質化熱処理時間の影響

均質化熱処理時間の影響を調査した結果をまとめると以下であり、均質化熱処理時 間の影響を固溶状態の調査結果に基づき考察していく。

- 1) 強度は t50 金型材で全体的に低く、特に短時間の均質化熱処理では顕著であり、
  120 分の長時間均質化熱処理で他材料とほぼ同等となった。
- 2)曲げ性はいずれの冷却速度の材料とも均質化熱処理時間が長いほど良好となる傾向であり、HSTRC材では10分以上均質化熱処理で飽和し、t5金型材では均質化熱処理が長くなるにしたがい徐々に良好となった。

1) 強度に及ぼす均質化熱処理時間の影響

鋳塊、および T4 材の固溶状態に及ぼす均質化熱処理時間の影響を調査することを 目的として導電率測定を実施した。鋳塊と T4 材の均質化熱処理時間での変化を Fig.5-7 に示す。いずれの材料も T4 材と鋳塊の均質化熱処理時間による変化は同様 の傾向を示し、T4 材では鋳塊よりも高い値となっている。これは、均質化熱処理と溶体 化熱処理は同一温度550 であるが、溶体化熱処理後に70 での予備時効熱処理を 実施しているためと考えられる。 強度と同様に、t50 金型材は他材料とは異なった均質 化熱処理時間依存性を示し、HSTRC材とt5金型材では1分以上の均質化熱処理で ほぼ一定の値を示すのに対し、t50 金型材では短時間の均質化熱処理では導電率が 高く、10分以上の均質化熱処理によって他材料に近い導電率となった。この導電率の 変化は強度特性と対応しており、t50 金型材での短時間均質化熱処理での強度低下 は他材料よりも導電率が高いこと、つまり、固溶量が低いことに起因すると考えられる。な お、凝固時の冷却速度の高い HSTRC 材や t5 金型材では鋳造板のまま(均質化熱処 理なし)では溶質元素を過飽和に固溶し、均質化熱処理後よりも導電率が低いことが 予想されたが、実際は均質化熱処理後よりも高い値が得られた。これは、第2章と第3 章で述べたように、凝固後の鋳造板が高温であるため、冷却中に析出が進み、導電率 が上昇したためと考えられる。

(a) cast plates



Time for homogenization, sec.





Fig.5-7 Effect of homogenization time on conductivity for cast plates and T4 sheets. (a) cast plates, (b) T4 sheets
2)曲げ性に及ぼす均質化熱処理時間の影響

各種鋳塊の均質化熱処理後の Mg 元素の EPMA マッピング結果を Fig.5-8 に示す。 Mg 元素の相対的な濃度分布を示しており、各図の右側バーの色が濃度レベルを示し、 黒がゼロであり、青、緑、黄色、赤、白の順に濃度が高くなる。また、t50 金型材では DAS が粗大であるため、縮尺が他と異なっている。鋳塊のまま(均質化熱処理なし)では、 いずれの材料でも凝固時に生じたミクロ偏析があり、デンドライトアームの中心部では濃 度が低く、周囲で濃度が高くなっており、均質化熱処理に伴って、ミクロ偏析は解消して いくことが分かる。ミクロ偏析は凝固時の冷却速度が高い程、つまり、DAS が小さいほど 均質化熱処理によって解消されやすく、HSTRC 材では1~10分、t5 金型材では 10分、 t50 金型材では 120 分でそれぞれミクロ偏析が解消している。なお、鋳造のまま(均質化 熱処理なし)の状態では、t5 金型材で特にミクロ偏析が顕著であったが、これは、凝固 時には冷却速度が小さいほど顕著となるはずではあるものの、凝固後の冷却時の拡散 によって変化したためであり、凝固後の冷却速度の影響によるものであると考えられる。

アルミ中の Mg と Si 元素の各均質化熱処理時間における推定拡散距離を Table 5-2 に示す。拡散距離は(Dt)^(1/2)から算出し<sup>2)</sup>、D は 550 での拡散係数、t は熱処理時 間(秒)である。Si は Mg よりも拡散係数が高いため、Mg 元素が律速となり、均熱時間1 分で約4µm、10分で約 14µm、120分で約 47µm 拡散すると推定される。一方、それ ぞれの鋳造材の DAS は HSTRC 材:4.8µm、t5 金型材:18µm、t50 金型材:112µm であり、その場合、それぞれ約 20 秒、約 270 秒、約 10000 秒でミクロ偏析が解消すると 推定されるが、これは実際の EPMA 分析によるミクロ偏析の変化とおおよその一致をみ ている。

HSTRC 材とt5 金型材のミクロ偏析が解消するのに要する均質化熱処理時間は曲げ 性の挙動にほぼ対応しており、ミクロ偏析の解消に伴い、曲げ性が改善する結果となっ ている。一般に均質化熱処理により鋳塊の延性・靭性は向上するとされており、曲げ性 についても均質化熱処理でミクロ偏析が解消することによって歪分布が均一化し、延性 が改善することにより向上したと考えられる。したがって、凝固時の冷却速度が高く、 DAS の小さい HSTRC 材では、より短時間の均質化熱処理で曲げ性が改善し易い特徴 を有しており、ひいては工業的には均質化熱処理を省略できる可能性もあると思われる。 なお、本考察より、良好な曲げ性を得るために必要な熱処理時間は Mg 元素の拡散距 離と DAS から予測可能であることが明らかとなり、これは、工業的にも活用できる知見で あると思われる。



Fig.5-8 Micro-segregation of Mg element for cast plates analyzed by EPMA.

Table 5-2 Estimation of diffusion distance of Mg and Si element heat treated at 550 .

|         | Heat-treatment time |     |     |      |       |  |
|---------|---------------------|-----|-----|------|-------|--|
| Element | 30s                 | 60s | 90s | 600s | 7200s |  |
| Mg      | 3.1                 | 4.3 | 5.3 | 14   | 47    |  |
| Si      | 3.7                 | 5.3 | 6.5 | 17   | 58    |  |

#### 5.4.2 機械的性質と第2相粒子サイズに及ぼす冷却速度の影響

本章では、第4章で課題として残されていた更に高い冷却速度で作製した板材の特 性評価を実施した。そこで、第4章の結果と併せて、1)機械的特性に及ぼす冷却速度 の影響、2)第2相粒子サイズに及ぼす冷却速度の影響、を考察してまとめる。

1) 機械的性質に及ぼす冷却速度の影響

第4章では、鋳造割れ抑制のために冷却速度を落として作製した HSTRC 材( 300mm)を用いて、t50金型材、t5金型材との強度と曲げ性を調査し、ともにt50金型材 ではやや低下したが、t5 金型材とは大きな差異のないことを明らかにした。これは、 HSTRC 材( 300mm)と t5 金型材では第2相粒子サイズ分布に大きな違いがないため であり、特性改善のためには更なる急冷凝固による第2相粒子の微細化が必要であると 考えられた。そこで本章では、鋳造割れ抑制が可能であり、高速双ロールキャスターの 本来の急冷凝固能力が得られる大径ロールの高速ロールキャスターで作製した HSTRC |材 ( 1500mm)も併せて評価を実施したが、通常ロールの HSTRC 材 ( 300mm)、およ び t5 金型材との優位差は確認できなかった。なお、それぞれの HSTRC 材の冷却速度 は、通常ロール(300mm):1200 /s、大径ロール(1500mm):約 6000 /s であり、 t5 金型材(冷却速度:93 /s)の約 10~60 倍の冷却速度である。そこで、通常ロール の HSTRC 材 ( 300mm)と大径ロールの HSTRC 材 ( 1500mm)との第2相粒子サイズ 分布の差異を調査した。その結果を Fig.5-8 に示す。冷却速度は5倍以上異なるが、 第2相粒子サイズ分布は大きくは変化せず、大径ロール材でわずかに微細なものが多く、 粗大なものが少ない程度であった。なお、曲げ性に影響を及ぼすとされている2µm以 上の粗大な第2相粒子の数密度はそれぞれ通常ロール材∶250個/mm<sup>2</sup>、大径ロール 材:220個/mm<sup>2</sup>であり、曲げ性が大きく変化しなかった結果に対応している。また、平均 粒径はそれぞれ通常ロール材∶0.91μm、大径ロール材∶0.81μm であり、やはり大きな 差はなかった。



Fig.5-8 Size distributions of secondary phase particles for T4 sheets.

# 2) 第2相粒子サイズに及ぼす冷却速度の影響

本章では凝固時の冷却速度を変化させることにより第2相粒子サイズを変化させ、その機械的性質に及ぼす影響を調査してきた。その結果、冷却速度を 6000 /s に高め ても第2相粒子サイズは劇的には変化はせず、機械的性質、特に曲げ性への顕著な改 善効果は確認できなかった。そこで、特性改善のために必要な冷却速度を見積もるた めに、冷却速度と第2相粒子サイズとの相関を求めた。Fig.5-9 に冷却速度と第2相粒 子の平均サイズの関係、Fig.5-10 に冷却速度と2 μm以上の粗大な第2相粒子数の関 係を示す。それぞれ以下の相関式が得られ、特に冷却速度と平均サイズは特に良い相 関がみられた。

平均サイズ(d[µm])と凝固時の冷却速度(V[ /s])の関係: d = 1.65\*V<sup>-0.084</sup> 粗大な粒子数(N[個/mm<sup>2</sup>])と凝固時の冷却速度(V[ /s])の関係: N = 1099\*V<sup>-0.187</sup> 平均サイズについては特性改善のための明確な指標はないが、例えば t5 金型材や HSTRC 材の半分程度の 0.5µm の平均サイズにするためには、約1×10<sup>6</sup> /s 以上、 つまり HSTRC 材の 100 倍以上の冷却速度が必要であることが上記式より導かれる。ま た、粗大な粒子数を同様に t5 金型材や HSTRC 材の半分程度の 100 個/mm<sup>2</sup>とするた めには、約5×10<sup>5</sup> /s 以上、したがって、HSTRC 材の 100 倍程度の冷却速度が必要 であることが分かる。これらの考察より、第2相粒子を大幅に微細化、あるいは粗大なも のを低減し、曲げ性を改善するためには、HSTRC 材よりも冷却速度を更に2桁向上させ る必要があるということであり、このオーダーの冷却速度は薄膜(リボン)や微粒子(アトマ イズ法など)を製造する場合には達成可能であるが、ある程度の厚み(1mm 前後以上) を持った板を溶湯から直接製造する場合には達成困難である。したがって、少なくとも 本合金系では、急冷凝固により第2相粒子を微細化して曲げ性を大幅に改善すること は工業的には困難であるといえる。



Fig.5-9 Relation between cooling rate and mean particle size of secondary phase.



Fig.5-10 Relation between cooling rate and number of coarse secondary phase particles.

5.5 小括

高速双ロールキャスターを用い、A6022 合金の機械的性質に及ぼす均質化熱処理 時間と凝固時の冷却速度の影響を調査し、以下の結果が得られた。

- 1) T4 材、AB 材の耐力は、ともに均質化熱処理により向上し、耐力値が飽和するのに 必要な均質化熱処理時間は凝固時の冷却速度が大きいほど短かった。
- 2)曲げ性は、耐力と同様に均質化熱処理により向上し、HSTRC 材は t5 金型材よりも 短時間の均質化熱処理で曲げ性が飽和した(t50 金型材は耐力が低く、比較が困 難であった)。
- 3)耐力は導電率変化、曲げ性は Mg 元素のミクロ偏析の挙動に対応していた。また、ミクロ偏析の解消に要する時間は DAS と Mg 元素の拡散距離から推定可能である。
- 4) 高速双ロールキャスターの本来の急冷凝固能力が得られる条件で作製した板の機 械的特性は、他の冷却速度の遅い鋳造材と大きな差異はなかった。これは、冷却

速度 6000 程度では第2相粒子の微細化が不十分であったためと考えられた。 5) A6022 合金における第2相粒子の平均サイズ(d[µm])と凝固時の冷却速度

(V[ /s])は、d = 1.65\*V<sup>-0.084</sup>の関係が得られた。

# 参考文献

1) 箕田 正、浅野峰生、吉田英雄: 軽金属、55(2005)、222-226.

2)藤川 辰一郎: 軽金属、46(1996)、202-215.

# 第6章 AI-Mg-Si系合金板材の機械的性質に及ぼす第2相粒子の分散状態

#### の影響

#### 6.1 緒言

第4章と第5章では、急冷凝固により第2相粒子を微細化し、機械的性質、特に 曲げ性の改善を検討してきた。粗大な第2相粒子が曲げ性に悪影響を及ぼすことは、 これまでに報告もあり<sup>1),2)</sup>、第4章でも同様の結果が得られている。ただし、第4章にお いて、凝固時の冷却速度の最も小さい t50 金型材では DAS が 100 µm 以上と粗大 であり、かつ、鋳塊からの加工率が 80%と小さかったため、第2相粒子が層状に分散 しており、HSTRC 材とt5 金型材とは大きく異なった分散状態であったが、第2相粒子 の分散状態の影響は考慮せずに議論を進めてきた。第2相粒子の分散状態の影響 については、第2相粒子が層状分散している場合は曲げ性に悪影響を及ぼす可能 性があることを示唆している報告<sup>3)</sup>はあるものの系統的な調査による報告は見当たら ない。

そこで本研究では、A6022 合金において、鋳塊からの加工率を変化させることによ り、第2相粒子の分散状態を鋳塊組織が残存している状態(低加工率)からランダム に近い状態(高加工率)まで変化させた材料を作製し、機械的性質、特に曲げ性に 及ぼす第2相粒子の分散状態の影響を調査した。

#### 6.2 実験方法

Table 6-1 に示す A6022 合金の 50mm 厚さ鋳塊をブックモールドを用いて作製し、 3種類の厚さ(5、20、45mm)に切出してそれぞれをもと材料とした。5mmと20mmの鋳 塊は 50mm 厚さのもと鋳塊の 1/4 厚さを中心として切出した。なお、もと鋳塊の DAS は約 110µm であり、熱電対で測定した凝固時の冷却速度は約3 /秒であった。3 種類の異なる厚さの鋳塊を 550 ×4時間の均質化熱処理を施した後、5mm 厚さ鋳 塊は冷間圧延のみで板厚 1.0mmとし、20、45mm 厚さ鋳塊は熱間圧延、冷間圧延を 行い板厚 1.0mmとした(鋳塊からの加工率はそれぞれ 80、95、98%であり、以降、加 工率 80%材のように呼称する)。その後、硝石炉で 550 ×30秒の溶体化熱処理後 に水冷し、更に 70 で2時間の予備時効処理を行い T4 材とした。なお、曲げ性をよ り正確に評価することを目的に、T4 材に 80~110 の追加熱処理を施して耐力レベ ルを 130~160MPa まで変化させたサンプルも作製して供試材とした。各供試材につ き、光学顕微鏡・SEM による組織観察、SEM 観察による第2相粒子サイズ分布測定、

引張試験および曲げ試験を実施した。T4 材の組織観察は圧延平行断面とし、研磨 後に5%フッ化水素酸水溶液にて電圧30V、約90秒の陽極酸化処理を施して光学 顕微鏡観察を行った。また、T4 材の第2相粒子の分布については、圧延平行断面 の板厚表面近傍をSEM観察し、得られた像の画像解析(測定面積:1mm<sup>2</sup>)により定 量測定を行った。引張試験は圧延方向に対して0度(L)、90 度(T)方向にサンプルを 切り出し、JIS13B 試験片を用いて行った。曲げ試験も圧延方向に対して0度(L)、90 度(T)方向に幅20mmのサンプルを切り出し、10%引張予歪を付与した後に押し曲げ 法により内側曲げ半径 0.5mm の突き押し曲げを実施し、その後プレスして180 度曲 げを行った(Fig.4-2 参照)。また、曲げ試験片については、割れ形態を調査すること を目的に、光学顕微鏡とSEM による断面と破面の観察も行った。

Table 5-1 Chemical composition (mass%) of A6022 alloy.

| Fe  | Si  | Mn  | Mg  | Ti   | Al   |
|-----|-----|-----|-----|------|------|
| 0.2 | 1.0 | 0.1 | 0.5 | 0.02 | Bal. |

### 6.3 実験結果

### 6.3.1 T4 材の組織と機械的性質

Fig.6-1 に T4 材の圧延平行断面(L-ST 面)の板表面近傍と板厚全体の光顕観 察結果、Fig.6-2 に板厚表面近傍と板厚中央部の SEM 観察結果例をそれぞれ示 す。板厚表面近傍の結晶粒径は加工率 80%、95%、98%材でそれぞれ、42µm、 40µm、35µm であり、加工率の高い材料でやや微細であったが、大きな差異はなく ほぼ同等であった。また、板厚方向での結晶粒径の大きな変化はなく、加工率 80% 材ではやや扁平な結晶粒となっていた。光顕組織では黒い粒子、SEM 組織では白 い粒子がAI-Fe-Si系の第2相粒子であるが、加工率の高い加工率 98%材ではほぼ ランダムに分散しているのに対し、加工率 80%材では明らかに鋳塊組織が残存し、 第2相粒子が層状に連なって分散していた。したがって、加工率を 80%から 98%に 変化させることにより、第2相粒子の分散状態が狙い通りに変化していることが確認で きた。



Fig.6-1 Optical micrographs of the longitudinal cross section of T4 sheets



Fig.6-2 SEM micrographs of the longitudinal cross section of T4 sheets

Fig.6-3にT4材の引張試験結果を示す。0.2%耐力はいずれの材料でもL方向、 T方向ともに130MPa前後であり、ほぼ同等であった。また、伸びについては、加工率 が低いほど低下し、その傾向はT方向で顕著であった。加工率98%材では30%近 い伸び値であったが、加工率80%材ではL方向で25%、T方向で20%をそれぞれ 下回る値まで低下した。



Fig.6-3 Tensile properties of T4 sheets. (a) 0.2% proof strength, (b) Elongation

### 6.3.2 曲げ性に及ぼす第2相粒子の分散状態の影響

Fig.6-4 に曲げ試験後の試験片の断面観察結果例を示す。曲げ性は素材耐力 の影響を受けるとされており4)、それぞれ3水準の素材耐力レベルでの観察結果例を |示す(図中の数値は素材耐力を示す)。全体的には、素材耐力が高いほど割れは顕 著となるが、加工率 95%材と 98%材はほぼ同様の割れの傾向を示しているのに対し、 加工率 80%材では大きく異なっていた。 加工率 80%材では曲げ性が曲げ方向により 大き<変化し、L 方向曲げは良好であるが、T 方向曲げは低下していた。 定量化の指 標として割れ深さを測定し、素材耐力との関係を調査した結果を Fig.6-5 に示す。な お、割れ深さは全板厚に対する板厚方向成分の割れ深さの割合を示し、割れ深さ 100%は板厚を貫通した割れであることを意味する。また、第5章では曲げ性を評点に て(0~4点のランク付け)簡易的に評価したが、本章ではより定量的に評価することを 目的に割れ深さを指標とした。加工率 80%材の L 方向曲げでは素材耐力が 150MPaを超えても割れ深さは50%以下に留まり、他の加工率の高い材料よりも曲げ 性が良好となっていた。特に150MPa以下では割れ深さは20%以下の微小割れであ り、50%前後の深さの割れが発生している加工率の高い材料よりも顕著に曲げ性が 改善されている。一方、T方向曲げでは、素材耐力が130~140MPaと低い場合は、 他の加工率の高い材料とほぼ同等の割れ深さであるが、140MPaを超えると急激に 曲げ性が低下し、板厚を貫通する割れとなった。加工率が高い材料では耐力上昇に 伴う急激な曲げ性の低下はなく、高い素材耐力では加工率80%材では加工率の高 い材料よりも曲げ性が大幅に劣る。

#### 6.4 考察

本章では第2相粒子の分散状態の影響を調べることを目的として、鋳塊からの加 工率を変化させて曲げ性への影響を調査した。その結果、加工率が低く、鋳塊組織 が残存し第2相粒子が層状に分散している状態では、加工率が高く、ランダムに近い 分散状態と比較して、(1)L方向では曲げ性が向上する、(2)T方向ではT4材の耐 力が低い場合は同等であるが、耐力が高くなると急激に曲げ性が低下する、ことが明 らかとなった。ただし、加工率を変化させることにより、他の材料因子も変化している可 能性があるため、まずは第2相粒子の分散状態以外の材料因子の変化について考 察し、その後に、割れ形態の観察により第2相粒子の分散状態の曲げ性に及ぼす影 響を考察する。



Fig.6-4 Optical micrographs of cross-section of specimens after bending test. (0.2% proof strength of T4 sheet is also shown in the micrographs.)



Fig.6-5 Relationship between 0.2% proof strength of T4 sheets and depth of crack after bending.

# 6.4.1 曲げ性に及ぼす第2相粒子の分散状態以外の材料因子の影響

まず、加工率により第2相粒子のサイズ分布が変化していないことを確認するため に SEM 観察によるサイズ分布測定を行った。Fig.6-6 に結果を示す。曲げ性に影響 を及ぼすとされている2µm以上の粗大な第2相粒子数は、いずれの材料でも 1000 ~1400 個/mm<sup>2</sup>の範囲であり、わずかな差はあるものの曲げ性に影響を及ぼす程の 大きな差異はないと考えられる。したがって、加工率を高くしても第2相粒子はほとん ど粉砕されることはなく、当初の目的通りに、加工率を変化させることにより、第2相粒 子のサイズ分布自体は大きくは変化させずに、分散状態のみを大きく変化させること が出来たといえる。



Fig.6-6 Size distributions of secondary phase particles for T4 sheets.

第1章で述べた通り、曲げ性に及ぼす材料因子としては、第2相粒子サイズ分布 以外にせん断帯の形成状態がある。形成挙動に影響を及ぼすとされているのは溶質 元素の固溶状態と集合組織であるが、固溶状態については同一成分であり、T4 材 の導電率の差もないことから、影響はないと考えられる。ODF 解析による集合組織の 調査結果を Table 6-2 に示す。表中には代表的な方位について、ランダム方位を基 準とした方位密度(集積度)を示す。Cube方位の集積度が特に高い場合(50を超え る場合や単結晶の場合)はせん断帯の形成を抑制し<sup>5),6)</sup>、反対に Goss 方位は促進 することが報告されているが、本研究において加工率を変化させても集合組織の極 端な変化はなく、Cube 方位の集積度は最大でも 3.2 であり、その他の方位も特に大 きな集積度の差はない。したがって、せん断帯形成挙動についても大きな違いはない と考えられる。

なお、その他の影響因子として、結晶粒径や粒界析出物などの影響も挙げられる が、結晶粒径は大きく変化していないこと(Fig.6-1)、また、溶体化直後に水焼入れ を実施しており、粒界析出物もほとんどないことを確認している。

以上より、加工率を変化させることにより、第2相粒子の分散状態のみが大きく変

化しており、他の材料因子は曲げ性に影響を及ぼすほどの大きな差異はないことを 確認した。したがって、加工率の変化による曲げ性の変化は第2相粒子の分散状態 の影響が主要因であるといえる。

|      | 80% | 95% | 98% |
|------|-----|-----|-----|
| Cube | 3.2 | 1.1 | 1.6 |
| Goss | 1.8 | 2.0 | 0.9 |
| CR   | 4.0 | 2.8 | 4.3 |
| RW   | 2.7 | 2.6 | 2.7 |
| PP   | 1.0 | 2.6 | 3.0 |

Table 6-2 Texture for T4 sheets analyzed by ODF. (Relative densities of orientation are shown.)

### 6.4.2 割れ形態に及ぼす第2相粒子の影響

曲げ加工時の割れの発生(起点)と伝播に及ぼす第2相粒子の影響を明確にす るために割れ形態の各種観察を実施した。曲げサンプルの断面組織と破面組織の 観察による割れ伝播形態の調査、および表面組織の観察による割れ起点の調査結 果をそれぞれ以下に示す。

(1)曲 げサンプルの断面 組織 観察 結果

曲げ性が良好であった、加工率80%材のL方向曲げサンプルの割れ表面近傍の 断面光顕組織観察結果例をFig.6-7に示す。板表面近傍の初期割れは結晶粒内 を伝播し、その後、層状に分散している第2相粒子に沿って、板表面と平行方向に 割れ伝播方向が変化していることが観察される。したがって、割れの伝播については、 既述の通り、粒界析出物がほとんど存在していないこともあり、結晶粒界の影響はほ とんどなく、従来報告されているように第2相粒子の影響が大きく、また、その分散状 態も伝播経路に影響を及ぼしていると考えられる。



Fig.6-7 Cross section of specimen after bending test. (80% reduction, L-direction bending)

割れ伝播経路に及ぼす第2相粒子の分散状態の影響を更に詳細に調べるため に曲げサンプルの割れ部の断面 SEM 観察を実施した。Fig.6-8 にそれぞれの加工率 材の割れ起点近傍の観察結果例を示す。いずれの材料も割れ周辺の強加工領域 では粗大な第2相粒子周りにボイドが形成されており、第2相粒子が割れの伝播経 路になることが確認される。従来から報告のある通り、約2µm 以上の第2相粒子周り ではボイドが形成されており、また、第2相粒子サイズが大きいほど形成されるボイドも 大きくなることが観察される。ミクロボイドの形成状態は加工率 80%材の L 方向曲げ では他の材料と異なっており、亀裂周囲と前方に、層状に分散している第2相粒子に 沿って、連結したミクロボイドが複数観察される。また、連結したミクロボイド中には1µ m前後の微小な第2相粒子もあり、層状に分散することにより、微小な第2相粒子もミ クロボイドの伝播経路となり、そのために、層状に連結したミクロボイドも数多く生成し たと考えられる。



Fig.6-8 Cross sections of specimens after bending test.

以上の断面組織観察結果より、加工率80%のL方向曲げでは、割れの亀裂周囲 において、板表面に平行方向に連結したミクロボイドが数多く生成するため、割れ先 端部の応力集中が緩和され、更に、割れは層状に分散する第2相粒子に沿って形 成された連結したミクロボイドに沿って伝播するために、板厚方向への亀裂伝播が抑 制され、曲げ性が良好となったと考えられる。なお、戸田<sup>7)</sup>らはA2091 合金を用いて 亀裂伝播挙動に及ぼす金属間化合物粒子の影響を解析し、金属間化合物粒子が 偏在すると優先的に亀裂伝播経路となることを報告しており、本研究ではその解析 結果の妥当性を確認する結果が得られたといえる。

(2)曲 げサンプルの割れ破面観察結果

Fig.6-9に曲げサンプルの割れ破面部の観察結果を示す。加工率95%材と98% 材ではL方向、T方向ともに類似した破面形態であり、等方に近いディンプルを形成 しており、ディンプルの底には粗大な第2相粒子が観察される。Fig.6-10 に Fig.6-9 のSEM 写真からもとめた加工率95%材と98%材のディンプルの底に存在する第2相 粒子のサイズ分布を示す(トータルの第2相粒子数は79個)。SEM 写真からも明らか であるが、ディンプルの底に存在する第2相粒子、つまり、割れの亀裂伝播に影響を 及ぼした第2相粒子は90%以上が2μm以上の粗大なサイズであり、これまでの報告 <sup>1),2)</sup>と一致している。一方、加工率80%材ではL方向とT方向で形態が大きく異なり、 L方向では階段状の破面を示しており、粗大な第2相粒子は観察されるものの、周囲 にはディンプルは形成されていない。また、局部的に微細なディンプルが形成されて おり、これは微小な第2相粒子が割れ亀裂経路となったことを示唆するものと思われる。 T方向では扁平状の粗大なディンプルを形成しており、ディンプルの底には層状に分 散した第2相粒子が存在しており、高加工率材ではほとんど確認されなかった、1μm 前後の微小な第2相粒子が観察される。

以上の観察結果より、高加工率材では従来から報告されている通り、2µm 以上の粗大な第2相粒子周りのミクロクラックが伝播経路となることが破面観察から確認できた。一方、80%加工率材では第2相粒子が層状に分散することにより、粗大な粒子に加え、1µm 前後の微小な第2相粒子が伝播経路となっていた。また、L方向曲げでは層状に分散した第2相粒子に沿って、引張ではなく、せん断モードで亀裂が伝播したことが分かる。一方、T方向曲げでは高加工率材と同様の形態での亀裂伝播ではあるが、層状に分散した第2相粒子周りに粗大なミクロクラックが形成し、亀裂伝播が容易となったことが推察される。



Fig.6-9 Fracture surfaces of specimens after bending test.



Fig.6-10 Secondary phase particle size distribution located at the bottom of dimples.

(Measured by SEM photos for the specimens of reduction of 95% and 98%.)

(3)曲 げサンプルの割れ近傍の表面観察結果

Fig.6-11 に曲げサンプルの割れ近傍の表面を観察した結果を示す。L 方向曲げ では主亀裂の周囲に微小亀裂は観察されず、T 方向曲げでは微小亀裂が観察され た。T 方向曲げの微小亀裂は板表面の第2相粒子周りに形成しており、特に加工率 の低い 80%加工率材では、板表面に筋状に連なって分散している第2相粒子に沿 って亀裂が生成していた。したがって、筋状に分散した第2相粒子は、L 方向曲げで は顕著な影響はないと思われるが、T 方向曲げでは初期亀裂の生成を容易にし、曲 げ性に悪影響を及ぼす可能性があると考えられる。



Fig.6-11 Surface vicinity to the crack of specimens after bending test.

# 6.4.3 曲げ性に及ぼす第2相粒子の分散状態の影響

第2相粒子の分散状態によって曲げ性が変化し、特に加工率が低く、第2相粒子 が層状に分散している場合は曲げの方向によって曲げ性が大きく変化した。これまで の観察結果に基づき、低加工率材での曲げ性の異方性の生じるメカニズムの模式 図を Fig.6-12 に示す。低加工率材では層状に第2相粒子が分散しており、L 方向 曲げでは表面の初期亀裂も発生し難く、また、発生した亀裂は第2相粒子に沿って 板表面に対して平行方向に伝播するために板厚方向に亀裂が伝播し難くなり、曲げ 性が向上する。一方、T 方向曲げでは、板表面では筋状に並んだ第2相粒子によっ て初期亀裂も発生し易く、更に、層状に分散した第2相粒子に沿って粗大なディンプ ルが形成され易いために亀裂の伝播も容易となり、曲げ性が低下する。

緒言で述べたように、第4章では第2相粒子の分散状態の影響は考慮せずに第2 相粒子のサイズ分布の影響を議論してきており、本章で得られた結果を踏まえて結 果を再整理する必要がある。なお、再整理が必要な対象材は、DAS が粗大であり、 第2相粒子が層状に分散していた t50 金型材のみであり、t5 金型材とHSTRC 材に ついては、第2相粒子はランダムに近い分散状態であり、再整理は必要ない。

本章で用いた鋳塊は、第4章との t50 金型材(0.2%Fe 材)と同じ金型で作製して おり、冷却速度および DAS も同等であり、本章の加工率 80%材の L 方向曲げは第4 章の t50 金型材に相当している。なお、第4章では追加熱処理による耐力の調整を 実施していないため、本章の加工率 80%材の低耐力材に相当する。第4章の 0.2% Fe の t50 金型材では割れは非常に軽微であったが(Fig.4-9)、本章で得られた結果 より、曲げ性が良好であったのは第2相粒子が層状に分散していたためであり、ランダ ムに近い分散状態の場合は、本章の Fig.6-4、Fig.6-5(加工率 95%、98%材の結 果)より、割れ深さが 30~50%となる大きな割れが発生することが分かる。したがって、 第4章で、第2相粒子の分散状態を同等とし、第2相粒子のサイズ分布のみの影響 を比較する場合は、t50金型材については、本章の高加工率材の結果を用いる必要 があり、t50 金型材の曲げ性は Fig4-9 で示した結果よりも大幅に低下することになる。 ただし、第4章では既に、t50金型材の曲げ性は、t5金型材とHSTRC 材よりもやや劣 るとの結果を得ており、劣る程度が大きくなることにはなるが、第4章の結果や考察を 否定するものではないため、敢えて第4章に修正を加える必要はないと考える。



Fig.6-12 Schematic figure of influence of linear colony of secondary phase particles for bend-ability

6.5 小括

鋳塊からの加工率を変化させた A6022 合金を作製し、機械的性質、特に曲げ性に及ぼす第2相粒子の分散状態の影響を調査し、以下の結果が得られた。

1) 第2相粒子の分散状態により曲げ性は大きく変化し、加工率が低く、第2相粒子 が層状に分散している場合は、L方向の曲げ性が良好となり、一方、T方向の曲 げ性は低下した。

- 2)第2相粒子が層状に分散することにより、L 方向曲げでは亀裂が第2相粒子に沿って板表面に対して平行方向に伝播し、板厚方向に亀裂が伝播し難くなるために曲げ性が向上したと考えられる。また、T 方向曲げでは板表面の初期亀裂が発生し易くなることに加え、層状の第2相粒子によって粗大なディンプルが形成するために亀裂伝播が容易となり、曲げ性が低下すると考えられた。
- 3)曲げサンプルの断面観察、破面観察より、高加工率材では2µm 以上の粗大な 第2相粒子が亀裂伝播経路となっていた。一方、低加工率材では1µm 前後の 微小な第2相粒子も亀裂伝播経路となっていた。
- 4)本章で得られた結果より、第4章のt50金型材では、第2相粒子が層状に分散していたために曲げ性が良好となっており、他の材料(t5金型材、HSTRC材)と第2 相粒子が分散状態を同等にし、第2相粒子サイズ分布のみの影響を比較する場合には、曲げ性が大幅に低下することを考慮する必要がある。

#### 参考文献

- 1) 浅野峰生、内田秀俊、吉田英雄: 軽金属、52(2002)、448.
- 2) 箕田 正、内田秀俊、渋江和久、吉田英雄: 軽金属、53(2003)、523.
- 3) 崔 棋、大堀紘一、齋藤 洋: 軽金属、48(1998)、212.
- 4)高木康夫、竹添修、林登、安永晋拓: 軽金属学会第91回秋期大会講演概要(1996)、31.
- 5) 日比野 旭、村松俊樹、小松原俊雄、佐賀 誠、高田 健: 軽金属学会第 106 回春期大会講演概要(2004)、89.

6)浅野峰生、伊川慎吾、松田公一、吉田英雄: 軽金属学会第 111 回秋期大会 講演概要(2006)、3.

7) 戸田裕之、小林俊郎、高橋明宏、星山 中: 日本金属学会誌、65(2001)、
29-37.

### 第7章 AI-Mg-Si系合金板材の機械的性質に及ぼす表面第2相粒子の影響

#### 7.1 緒言

第4章では、鉄量増加と凝固時の冷却速度の低下に伴い、粗大な第2相粒子が 増加して曲げ性が低下すること、また、第6章では第2相粒子の分散状態も曲げ性に 影響を及ぼすことを明らかにし、表面の筋状に連なった第2相粒子が割れの伝播経 路となっていることを見出した。ただし、第2相粒子が亀裂伝播に影響を及ぼすことは 明らかであるが、初期亀裂の発生への影響、特に板最表面の第2相粒子の影響に ついては不明確であり、板表面の第2相粒子周りに形成されるミクロボイドが初期亀 裂となり、曲げ性に影響を及ぼすかは明らかになっていない。日比野らは、曲げ加工 後のサンプルの表面観察を実施し、板表面の亀裂は表面の第2相粒子を連結して 生成していることを報告している<sup>1)</sup>が、板表面の第2相粒子による亀裂の有無の曲げ 性への直接的な影響についてまでの知見は得られていない(Fig.1-5参照)。

そこで本研究では、A6022 合金をベースに Fe 含有量を 0.1~1.0%に変化させた 合金において、片側表面に純アルミニウム(99.95%AI)を表面被覆することにより、第 2相粒子による表面の初期亀裂発生を抑止し、初期亀裂発生および曲げ性に及ぼ す板表面の第2相粒子の影響を調べた。

#### 7.2 実験方法

母材と表面層に用いた合金の化学成分をTable 7-1 に示す。母材はA6022 合金 をベースとし、第2相粒子数密度を変化させるために Fe 含有量を 0.1、0.4、1.0%の 3水準とした。表面層は第2相粒子の影響を排除するために、純アルミニウム (99.95%AI)を用いた。母材と表面層(純アルミニウム)はいずれも50mm厚さの鋳塊を 作製し(冷却速度:約3 /s)、母材は両面を面削して30mm厚さとし、純アルミニウム は熱間圧延と冷間圧延を実施して、あらかじめ 0.3~3mm の厚さとした。母材と純ア ルミニウムの板を重ね合わせて、550 ×4時間の均質化熱処理を施した後、熱間圧 着圧延を行い 3mm 厚さのクラッド材を作製した。クラッド率(表面純アルミニウム層の 板厚比率)はそれぞれ約1、3、10%の3水準とし、比較として純アルミニウムのクラッド なしも併せて作製した(クラッド率:0%)。得られた板を冷間圧延で板厚1.0mmとし、そ の後、硝石炉で550 ×30秒の溶体化処理後に水冷し、更に70 で2時間の予備 時効処理を施して供試材とした。各供試材(T4 材)につき、光学顕微鏡組織観察、

曲げ試験、および曲げ試験後の断面組織観察を実施した。曲げ試験は圧延方向に 対して0度(L)方向、90度(T)方向に幅 20mm のサンプルを切り出し、10%引張予歪 を付与した後に、純アルミニウム層を曲げ外側とし、押し曲げ法(JIS Z2248)により内 側曲げ半径 0.5mmの突き押し後、180度密着曲げを実施した(Fig.4-2参照)。

|                               | element | Si   | Fe   | Mn   | Mg   | Al    |
|-------------------------------|---------|------|------|------|------|-------|
| Core material<br>(6022 alloy) | 0.1%Fe  | 1.0  | 0.1  | 0.1  | 0.6  | bal.  |
|                               | 0.4%Fe  | 1.0  | 0.4  | 0.1  | 0.6  | bal.  |
|                               | 1.0%Fe  | 1.0  | 1.0  | 0.1  | 0.6  | bal.  |
| Surface layer (pure-Al)       |         | 0.00 | 0.01 | 0.00 | 0.00 | 99.95 |

Table 7-1 Chemical composition (mass%) of core materials and surface layer.

#### 7.3 実験結果

Fig.7-1 に組織観察結果例を示す。いずれもクラッド率:10%の観察結果例であり、 観察部位は圧延平行断面の板厚表面近傍で、左列が光顕組織、右列が SEM 組 織である。

母材の結晶粒はFe含有量が多いほど微細であり、0.1%Fe材で約40µm、1.0% Fe材で約20µmであった。なお、母材の結晶粒は板厚方向での大きな変化はなく、 ほぼ均一であった。一方、表面純アルミニウム層は50µm以上の粗大結晶であった。 また、SEM 組織観察結果より、表面純アルミニウム層は第2相粒子が存在しないこと、 母材はFe含有量が多いほど第2相粒子の分布密度が高く、狙い通りの組織が得ら れていることが分かる。なお、光顕組織における黒い粒子が主にAI-Fe-Si系の第2 相粒子、SEM 組織における白い粒子がAI-Fe-Si系、黒い粒子はMg-Si系の第2 相粒子である。また、観察した範囲では母材と表面純アルミニウム層との境界に異物 やボイドなどの欠陥はなく、密着性は良好であると考えられる。



Fig.7-1 Optical micrographs and SEM micrographs of T4 sheets. Surface region of longitudinal cross section for cladding material are shown. (cladding ratio; 10%).

Fig.7-2 に母材の AI-Mg-Si 系合金と表面層として用いた純アルミニウムのそれぞ れ単体での引張試験で得られた荷重 - 変位曲線、Fig.7-3 に伸びを示す。耐力は AI-Mg-Si 系合金、純アルミニウムでそれぞれ 130~140MPa、20MPa、伸びはそれぞ れ 23~29%、37%であり、純アルミニウムは低強度、高延性であること、母材は Fe 含 有量が増加するにしたがい伸びが低下することが分かる。



Fig.7-2 Load-displacement curves of original material.



Fig.7-3 Elongation of original materials.

**Fig.7-4**に T4 材とAB 材 (いずれもクラッド材)の 0.2% 耐力を示す。T4 材とAB 材 はともに同様の傾向を示し、1.0% Fe 材では 0.1% Fe 材、0.4% Fe 材よりも全体的に 強度が 10~20MPa 低い値となった。また、当然ではあるが、クラッド率が高くなるほど いずれの材料でも強度が低下した。



Fig.7-4 0.2% proof strength of T4 and AB sheets. (a) T4 sheets, (b) AB sheets

Fig.7-5 に曲げ試験後の外観観察結果を示す。なお、サンプルの左側の数値(0%~10%)は表面純アルミニウム層のクラッド率を示す。全体的な傾向としては、1)母材の Fe 含有量が増加するにしたがい曲げ性は低下する、2)クラッド率が大きくなるにしたがい曲げ性は向上する、3)曲げの方向による差はほとんどない、ことが分かる。

Fig.7-6 に L 方向曲げ試験片の断面観察結果、Fig7-7 に断面観察結果から定量化した全板厚に対する割れ深さの割合を示す。表面からの観察結果と対応しており、各母材ともにクラッド率が大きくなるにしたがい曲げ性が向上しており、特に 0.4% Fe 材では 10%のクラッド率で割れが発生しなくなっている。ただし、鉄量の多い、 0.4%Fe材と1.0%Fe材ではいずれも10%のクラッド率では割れは大幅に軽減されて いるものの、1%、3%のクラッド率ではその改善の効果は大きくはなく、特に1%のクラ ッド率では表面クラッドなし(0%)とほぼ同じ曲げ性であった。



Fig.7-5 Appearances of specimen surface after bending test.



Fig.7-6 SEM micrographs of cross-section of specimens after bending test.



Fig7-7 Depth of crack after bending.

#### 7.4 考察

本章では、片側表面に純アルミニウム(99.95%AI)を表面被覆することにより、第2 相粒子による表面の初期亀裂発生を抑止し、初期亀裂発生および曲げ性に及ぼす 板表面の第2相粒子の影響を調べた。その結果、1)母材のFe含有量が増加するに したがい曲げ性は低下する、2)クラッド率が大きくなるにしたがい曲げ性は向上するが、 1%と3%のクラッド率では曲げ性の改善効果は小さい、ことを明らかにした。それぞれ の結果について以下考察する。

1)曲げ性に及ぼす母材の Fe 含有量の影響

曲げ性に及ぼすFe含有量の影響については、第4章で既に述べており、一部繰り 返しとなるため、簡潔に調査結果を示す。Fig.7-8 に第2相粒子のサイズ分布、 Fig.7-9 にトータルの第2相粒子、および2µm以上の粗大な第2相粒子の数密度を 示す。Fe 含有量の増加に伴い、第2相粒子は増加し、特に曲げ性に悪影響を及ぼ すと考えられる2µm 以上の粗大な第2相粒子は、0.1%Fe 材では約 1100 個/mm<sup>2</sup> であるのに対し、0.4% Fe 材、1.0% Fe 材ではそれぞれ約 3800、約 5400 個 /mm<sup>2</sup> となった。したがって、Fe 含有量増加に伴う曲げ性の低下は粗大な第 2 相粒子の増加によるものと考えられる。



Fig.7-8 Size distributions of secondary phase particles of T4 sheets.



Fig.7-9 Number of secondary phase particles of T4 sheets.

2)曲げ性に及ぼす表面被覆の影響

初期亀裂に及ぼす表面被覆の影響を調査することを目的として、曲げ加工後の断面および表面の観察を行った。Fig.7-10 に断面の SEM 観察結果(0.4%Fe 材と 1.0%Fe 材、クラッド率:3、10%)、Fig.7-11 に表面の SEM 観察結果(0.1%Fe 材、 クラッド率:0、1、10%)をそれぞれ示す。

断面の観察結果より、1)第2相粒子周囲にミクロボイドが形成されている、2)初期 亀裂は板表面からではなく、板厚内部から生成している場合がある、ことが分かる。 板厚内部の初期亀裂生成と、クラッド率が小さい場合には曲げ性の改善効果がほと んど得られなかったことを考え合わせると、板表面に存在する第2相粒子は曲げ性を 支配する因子ではないと思われる。

表面の観察結果より、表面近傍の初期亀裂は板表面の凹凸の凹部に生成して いることが分かった。亀裂は第2相粒子に沿って形成してはいるものの、亀裂の発生 位置は板表面のマクロな凹凸が支配的であるように見える。表面の凹凸は、0%と 1%のクラッド率ではほぼ同等であるが、10%のクラッド率では、凹凸が滑らかとなり、 特に他材料の亀裂の発生位置となっていた凹部の谷底となる部分がシャープな溝と ならずに、滑らかなうねりを形成するのにとどまっていた。また、凹凸の周期はクラッド 率では大きくは変化せず、いずれも100µm前後のプロックを形成していた。

マクロな凹凸の発生原因を調べるために断面のせん断帯の形成状態を調査した。 なお、せん断帯の観察は、曲げ加工後のサンプルに 170 ×8時間の析出処理後、 陽極酸化処理を実施して断面を光学顕微鏡で行った。0.1%Fe 材の観察結果を Fig.7-12 に示す。いずれのクラッド率においても、曲げの板外周部近傍でせん断帯 が形成されており、そのせん断帯に沿って板表面部に凹凸が形成されていた。凹凸 の周期は約 100µm であり、表面の組織観察でみられた凹凸の周期とほぼ一致して いた。また、凹凸の形成状態についても、表面観察結果に対応し、10%のクラッド率 では明らかに板表面部の凹凸が軽減されていた。純アルミニウムの表面層では、母 材よりもせん断帯が形成されにくいことが観察されており、表面層において、せん断帯 形成による局所的な変形が緩和されたためと考えられる。

以上の観察結果より、板最表面の第2相粒子がノッチのような効果をもたらして初 期亀裂が形成するのではなく、板表面近傍の第2相粒子周りに形成するミクロボイド と、せん断帯形成による局部変形に伴う表面凹凸の形成の相互作用により初期亀 裂が形成すると考えられる。したがって、板最表面の第2相粒子は曲げ性を支配する 因子ではなく、これまで提唱されているように、第2相粒子とせん断帯の形成状態が


Fig.7-10 SEM micrographs of cross-section of specimens after bending test. (0.4% Fe, 1.0% Fe)



Fig.7-11 SEM micrographs of surface for specimens after bending test. (0.1%Fe)

なお、本章での調査については、1)表面に純アルミニウムを被覆しても、初期亀裂 の起点がクラッドの界面であれば、実質的な初期亀裂は母材の最も外側の面、つま り母材の最表面であり、板最表面の第2相粒子の効果を完全には否定できない、2) 表面に、母材とは強度の大きく異なる純アルミニウムを被覆するため、曲げ加工時の 板厚断面内での歪分布がクラッド率によって変化するため、表面被覆により曲げ性が 改善したのは母材の板厚が減少し、母材の外側での歪量が低下したことも一要因で ある、という2つの問題点がある。本章の調査のみではそれらについての根本的な解 決はできておらず、今後の課題となるが、現時点での見解を以下に示す。



Fig.7-12 Optical micrographs of specimens after bending test. (0.1%Fe) (The specimens were heat-treated at 170 for 8 hours.)

1) 板最表面の第2相粒子の影響については、その効果を完全には否定できないものの、Fig.7-10の観察結果より、強度の低い純アルミニウムの被覆ではあるが、界面が剥離したり、界面で母材の亀裂が拡大している様子がなく、母材が表面純アルミニウム層に密着して変形していること、また、Fig.7-10の右下の図(1.0%Fe-10%クラッド)では初期亀裂が界面ではなく、明らかに母材の内側で生成していること、などから、板最表面の第2相粒子は曲げ性を支配している

因子ではないと推定している。

- 2)母材の歪分布の影響については、母材の板厚を統一したサンプルを作製・評価することにより母材の歪分布の影響は評価可能であり、今後の課題となる。 ただし、本研究では、板最表面の第2相粒子の曲げ性への影響の評価が主目的であり、クラッド率の十分に小さい、1%、3%のクラッド率であれば板厚の影響はほとんど無視できると考える。
- 7.5 小括

Fe 含有量を変化させた A6022 合金の片側表面に純アルミニウム(99.95%AI)を表面被覆することにより、第2相粒子による表面の初期亀裂発生を抑止し、初期亀裂 発生および曲げ性に及ぼす板表面の第2相粒子の影響を調べ、以下の結果を得た。

- 1) クラッド率を大きくすることにより曲げ性は改善した。ただし、1%程度の小さなクラッド率では曲げ性は変化しなかった。
- 2) 初期亀裂は板表面ではなく、板内部から発生する場合があった。
- 3)初期亀裂は板表面の凹凸の凹部に発生しており、板表面の凹凸はせん断帯の 形成に伴う局部変形のために形成したと考えられる。クラッド率が大きい場合には 表面凹凸は軽減しており、これは、純アルミニウム表面層では、母材よりもせん断 帯が形成されにくく、表面層において、せん断帯形成による局所的な変形が緩和 されたためと考えられる。
- 4)上記結果より、板最表面の第2相粒子がノッチのような効果をもたらして初期亀裂が形成するのではなく、板表面近傍の第2相粒子周りに形成するミクロボイドと、せん断帯形成による局部変形に伴う表面凹凸の形成の相互作用により初期亀裂が形成すると考えられる。したがって、板最表面の第2相粒子は曲げ性を支配する因子ではなく、これまで提唱されているように、第2相粒子とせん断帯の形成状態が曲げ性を支配すると考えられる。

1) 日比野 旭、村松 俊樹、佐賀 誠、高田 健: 軽金属、53(2003)、534-541.

#### 第8章 結論

本研究では、高速双ロールキャスターを活用し、AI-Mg-Si系合金の機械的性質、特に曲げ性に及ぼす第2相粒子のサイズ、数密度、分散状態の影響を明らかにし、曲げ 性改善のために必要な第2相粒子の状態を明確にすることを目的とした。

本研究の目的を達成するために必要な検討課題であった、高速双ロールキャスター の鋳造割れについての結論、次に、機械的性質、特に曲げ性に及ぼす第2相粒子のサ イズ、数密度、分散状態の影響についての結論、最後に、高速双ロールキャスターの可 能性についての結論を示す。

## 8.1 高速双ロールキャスターの鋳造割れについて

第2章では、高速双ロールキャスターで作製した A6022 合金鋳造板の鋳造割れにつ いて調査を実施し、鋳造割れの軽減のための鋳造条件を明らかにした。また、第3章で は、高速双ロールキャスターの鋳造時の温度履歴を測定し、鋳造割れのメカニズムをほ ぼ明らかにした。

鋳造割れを軽減するためには、冷却速度を低減すること(傾斜冷却板を使用しない、 メタルヘッドを下げる、低ロール荷重)と冷却速度を増大すること(高ロール荷重、大径ロ ール)、の2つの方向性があり、簡易的には冷却速度を低減することで達成可能である が、冷却速度を低減することにより、ミクロ欠陥が避けられないことと、また、高速双ロー ルキャスターの最大の特徴である急冷凝固能力が損なわれるため、工業的には高ロー ル荷重などの条件が望ましいことを明らかにした。

温度履歴の測定に関しては、本研究で用いた高速双ロールキャスターのような高速 の鋳造機での測定は例がなく、凝固挙動を解明するためには有効な方法であると考え る。

本研究では、高速双ロールキャスターの鋳造割れのメカニズム解明に取り組んだが、 そもそも、アルミ合金の鋳造において、数 1000 以上/秒という非常に高い冷却速度で 数 mm 厚さのバルクの板材が製造可能な装置はこれまで世の中にはなく、更にはその鋳 造時の割れの解明に取り組んだ例はない。本研究では、鋳塊厚さ中央部の組織に注 目し、凝固組織から鋳造割れのメカニズムの仮説をたて、更には、実際の冷却挙動の 測定により、その仮説の正当性を確認することができた。したがって、これまで例のない 高い冷却速度において、組織と実際の冷却挙動の両面で凝固挙動を明らかにし、鋳

109

#### 8.2 AI-Mg-Si系合金板材の曲げ性に及ぼす第2相粒子のサイズ、数密度、

#### 分散状態の影響

第4章と第5章では、高速双ロールキャスターで作製した A6022 合金板の特性を評価し、強度、曲げ性ともに冷却速度が最も遅い鋳塊厚さ50mmの金型材(冷却速度3/s: DC 鋳造相当)では特性がやや低下したが、鋳塊厚さ 5mm の金型材(冷却速度93/s: 横型の双ロール鋳造相当)と高速双ロールキャスト材(冷却速度約 1000~6000 /s)では大きな差はなかった。急冷凝固による第2相粒子の微細化によって曲げ性が改善することが期待されたが、大きな効果は得られなかった。これは、本合金では冷却速度を約 6000 /s としても、第2相粒子が劇的には微細化しなかったことが原因であることを明らかにした。

第6章では、A6022 合金において、曲げ性に及ぼす第2相粒子の分散状態の影響 について調査し、第2相粒子が層状に分散した場合は、L方向(圧延平行)の曲げ性が 改善し、T方向(圧延垂直)では低下することが分かった。薄板連鋳材ではT方向の曲 げ性が低下する場合があることが知られており、本調査により第2相粒子の分散状態と 曲げ性の関係が系統的に明らかになったと考える。

第7章では A6022 合金において、表面に純アルミニウムを被覆することによって、表面の第2相粒子の曲げ性に及ぼす影響を調査し、表面の第2相粒子は曲げ性を支配する因子ではないことを明らかにした。曲げ加工時の初期亀裂については、板最表面の第2相粒子がノッチのような効果をもたらして形成するのではなく、板表面近傍の第2相粒子周りに形成するミクロボイドと、せん断帯形成による局部変形に伴う表面凹凸の形成の相互作用により初期亀裂が形成することを明らかにした。

これまで、2µm以上の粗大な第2相粒子が曲げ性に悪影響を及ぼすことは報告され てきており、第2相粒子の微細化により曲げ性が改善する可能性があることは知られて いた。しかし、曲げ性を改善するために必要な冷却速度、また、曲げ性に及ぼす第2相 粒子の分散状態などは明らかになっていない。本研究では、2µm以上の粗大な第2相 粒子が曲げ性に悪影響を及ぼすことを確認した上で、第2相粒子サイズと凝固時の冷 却速度の関係を導き、A6022 合金では、曲げ性を大幅に改善するためには 6000 /s 程度の冷却速度では不十分であり、更に2桁大きな冷却速度が必要であることを明らか

110

にした。ちなみに、本合金における第2相粒子の平均サイズ(d[µm])と凝固時の冷却速 度(V[ /s])は、d = 1.65\*V<sup>-0.084</sup>の関係が得られた。また、第2相粒子の分散状態につ いては、これまで系統的な報告例はなかったが、本研究では、第2相粒子が層状に分 散した場合の曲げ性への影響を、曲げの方向性の観点で整理し、第2相粒子の分散 状態の影響を明確にした。また、本研究では、表面の第2相粒子の影響を、クラッドとい うこれまでにない手法での評価を試み、初期亀裂の形成メカニズムを明らかにしている。

以上のように、本研究でにより、AI-Mg-Si 系合金の曲げ性を改善するために必要な 第2相粒子のサイズと数密度、その状態を実現するために必要な冷却速度、また、第2 相粒子の分散状態、更には最表面の第2相粒子の存在状態、などを明らかにすること ができた。このような成果は、今後、AI-Mg-Si 系合金の曲げ性を改善するための指針を 与えるものであり、更には、鉄が混入した場合のリサイクル性を改善するための指針とな るものと考える。

# 8.3 高速双ロールキャスターの可能性について

A6022 合金においては、高速双ロールキャスト材は工業的に量産機として現在使用 されている横型の双ロール鋳造材と比較して、大幅に特性が改善することはないことが 明らかになった。ただし、高速双ロールキャスト材ではDASの微細化によって、鋳塊の溶 質元素のミクロ偏析が軽減しており、均質化熱処理の省略、および溶体化時間の短縮 が可能となる。したがって、本合金においては、高速双ロールキャスターを活用すること により、工程の省略や焼鈍工程の生産性向上が可能となると考えられる。

### 今後の課題

高速双ロールキャスターの鋳造割れのメカニズム解明については、熱電対による鋳 造時の温度測定によりほぼ明らかとはなったが、熱電対の応答速度とデータのサンプリ ング速度のハード的な問題で、本研究では鋳造条件による相対的な変化が解明できた に過ぎない。現在、ハード改善が進められており、今後、より現実に近い凝固挙動が解 明されることを期待したい。

A6022 合金の曲げ性に関しては、第2相粒子の影響を系統的に明らかにしたものの、 工業的に改善する具体的な方法までは見出していない。また、曲げ性のメカニズムに関 しては、これまで提唱されている通り、第2相粒子とせん断帯の形成の影響が大きいこと

111

を再確認した形であり、曲げ性改善のための画期的な手法の提案はできていない。今後は、第2相粒子とせん断帯形成の因子の総合的な制御、あるいは現在知見の得られていない革新的な手法によって、大幅に改善する方法が開発されることを期待したい。

また、高速双ロールキャスターの可能性については、本研究における A6022 合金で は十分な微細化が困難であることが明らかとなったが、合金系によっては、第2相粒子 サイズと冷却速度の関係は変化することが予想される。高速双ロールキャスターはこれま でにない急冷凝固能力を有する非常に画期的な装置であり、今後の研究によって、大 幅に特性が改善する合金が開発されることを期待したい。