

Al-Mg-Si 合金板材の曲げ加工性に及ぼす粒界組織の影響

Effects of Microstructural Features of Grain Boundary on the Bendability of Al-Mg-Si Alloy Sheets

檜室 義幸
Yoshiyuki Himuro

小山 克己
Katsumi Koyama

自動車パネル用材料として、塗装焼付け工程で時効硬化する Al-Mg-Si 系合金の採用が増えている。Al-Mg-Si 系合金板材は、塗装焼付け後の強度を確保するために溶体化焼入れ処理された後、自然時効された状態で成形加工される。ここで、アウターパネルの場合には、曲げ加工時の耐割れ性が重要な要求特性の一つである。本研究では、自然時効後の曲げ加工性に及ぼす粒界析出物と PFZ の影響を検討した。粒界組織は、溶体化処理後に焼入れ中断処理を含む 5 水準の焼入れ処理を施すことによって制御した。焼入れ冷却速度の低下や、焼入れ中断温度の上昇は、焼入れ処理中の粒界析出を助長する。その結果、曲げ加工の際に試料表面で粒界破壊が発生し、これが起点となって割れに至ることが分かった。また、自然時効後の粒界破壊に及ぼす PFZ 幅の影響は認められなかった。本研究の結果、曲げ加工性の向上には粒界析出の抑制が重要な技術の一つであることが分かった。

Al-Mg-Si alloys are increasingly being used in automotive sheet applications because they show age hardening during the paint-bake process. The alloy sheets are usually solution-treated and quenched for good age-hardening performance, natural-aged at room temperature, then press-formed before paint-bake aging. For outer panels, one of the important requirements for these alloys is their ability to resist fracture during bending. In this study, the effects of grain boundary precipitates and width of precipitate free zone (PFZ) on the bendability of natural-aged alloy sheets were investigated. Five types of quenching patterns including step-quenching technique were experimented after solution treatment to control these microstructural features. A lot of precipitates, which resulted from slow cooling and step-quenching at high temperatures, facilitated the initiation of cracks at grain boundaries during bending eventually tending to decrease the bendability. The influence of the PFZ width on intergranular fractures was quite small in this alloy. These results suggest that suppressing grain boundary precipitation is one of the key techniques to improve the bendability.

1. はじめに

近年、自動車の燃費向上を目的に、ボディパネルを中心とした自動車部品へのアルミニウム合金部材の採用が増加している。これまで自動車ボディパネル用アルミニウム合金には、成形性の良好な 5000 系 (Al-Mg 系) 合金が多用されていたが、最近では塗装焼付け時に時効硬化 (バークハード) する 6000 系 (Al-Mg-Si 系) 合金を採用する傾向が強くなってきている¹⁾。Al-Mg-Si 系合金がボディパネルとして用いられる場合、一般的には、時効硬化性を確保するために、素材メーカーで溶体化焼入れ処理が施される。これをプレスメーカーで成形加工し、塗装

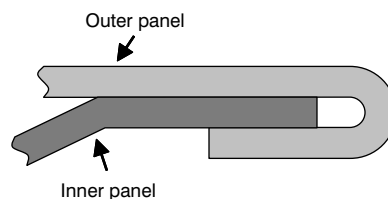


図1 ヘミング加工部の模式図
Fig.1 Schematic illustration of hemmed flange.

焼付け処理を施す。成形加工の際には、アウターパネルの縁を曲げてインナーパネルを挟んでかきしめる「ヘミング加工」と呼ばれる曲げ加工が施される(図1)。6000 系合金は 5000 系合金と比較して曲げ加工性に劣っており、

改善すべき課題の一つとなっている。6000系合金の曲げ加工性に関してはこれまで幾つかの研究報告があり、曲げ加工性に影響する因子として結晶粒径²⁾、耐力や伸びなどの機械的性質³⁾、第2相粒子の数とせん断帯の形成⁴⁾、などが挙げられている。また、結晶粒界で割れが発生しているケースも幾つか報告されている⁵⁾、⁶⁾ことから、粒界組織も曲げ加工性に影響する一つの因子であると考えられる。

一般に、結晶粒界上の第2相粒子や、無析出帯 (PFZ : Precipitate Free Zone) の幅が粒界破壊に影響する主要な因子と考えられている^{7)~10)}。PFZ 領域は粒内と比較して強度が低いので、その影響は人工時効処理を施して粒内の強度を高めた際に強く現れる。一方、ボディパネル用 Al-Mg-Si 系合金は、焼入れ処理してから曲げ加工されるまでの間に室温で自然時効する。自然時効中にはクラスタ (G.P.I ゾーンともいう) が形成¹¹⁾されて、焼入れ直後よりも強度が上昇するので、粒内にはクラスタが析出、粒界近傍はクラスタが枯渇した PFZ 組織が形成されていることが予想される。そのため、自然時効状態でも PFZ が粒界破壊に影響している可能性は否定できない。

そこで本研究では、Al-Mg-Si 合金板材の曲げ加工性に及ぼす粒界組織の影響を調査することを目的とした。粒界組織は、溶体化処理条件や焼入れ速度、時効条件など種々の方法で制御が可能であるが、本研究では溶体化処理後の焼入れ条件で粒界組織を制御することとした。なお、単純に焼入れ冷却速度を変更するだけでは粒界上第2相粒子の数と PFZ 幅の両方が同時に変化して、個々の因子の影響を十分に検証できないと予想されたため、焼入れ中断処理 (ステップ冷却) による粒界組織の制御も試みた。これは、ステップ冷却処理によって主に粒界近傍の焼入れ過剰空孔濃度が変化し、結果的に PFZ の幅が制御できると考えられたためである¹²⁾。

2. 実験方法

表1に示す化学組成の合金鑄塊に均質化処理、熱間圧延、冷間圧延を施して厚さ1.0 mmの板材を製作し、供試材とした。813 Kに昇温保持した塩浴炉に供試材を40 s浸漬して溶体化処理を施した後、簡易型のスプレー冷却装置を用いて焼入れを行った。一般に6000系合金は焼入れ感受性が小さいので、水冷のほか空冷でも焼入れが行われている。そこで、焼入れは図2のように、試料両面にミスト状の水またはエアーを吹き付けて実施し、さらに噴霧圧や噴霧時間を制御することによって、図3に示すような5水準の焼入れ材を得た。室温まで連続的に冷却したNQ1材、NQ2材およびNQ3材の平均冷却速度は、それぞれ44、15および8 K/sであった(単純冷却

表1 合金の化学組成

Table 1 Chemical composition of the alloy. (mass%)

Si	Fe	Cu	Mg	Al
0.99	0.11	<0.01	0.60	bal.

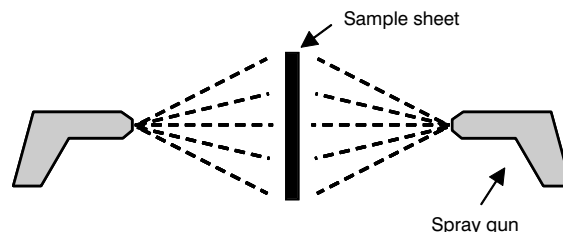


図2 スプレー焼入れの模式図

Fig.2 Schematic illustration of spray quenching.

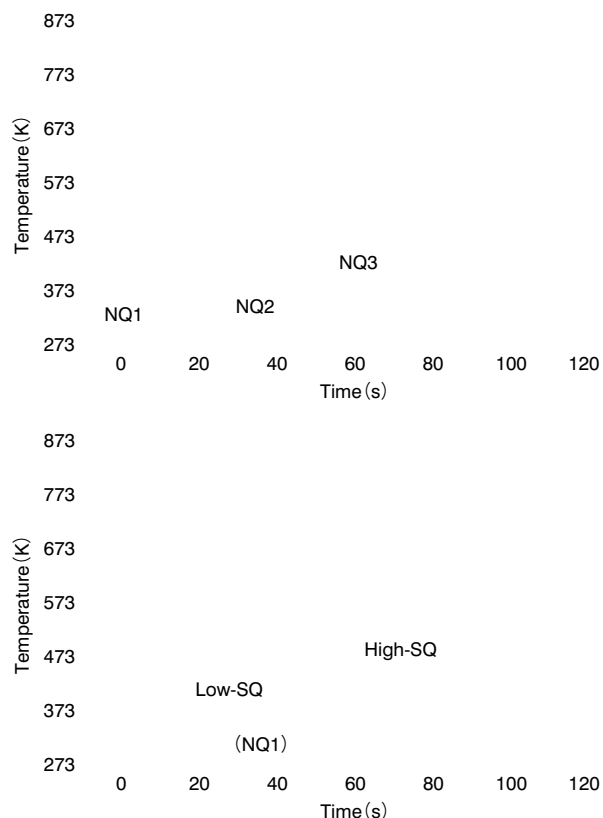


図3 単純冷却とステップ冷却の焼入れ履歴

Fig.3 Normal and step quenching patterns.

材と称する)。また、Low-SQ材とHigh-SQ材は、NQ1材と同じ冷却速度で冷却中に、それぞれ約373 Kおよび473 Kで冷却を中断して徐冷した(ステップ冷却材と称する)。その後、室温で7 dの自然時効処理を行い、T4調質とした。なお、結晶粒径は焼入れ条件に関わらず約50 μmとほぼ同等で、耐力や曲げ性を比較する上で、試料毎の粒径差による影響は無視できると考えられる。

T4調質材の引張試験と曲げ試験は、圧延方向に対して平行のJIS5号試験片を用いて行った。自動車の外板加工では、主に絞りおよび張り出し加工が施される。そのため、ヘミング加工部は引張りあるいは縮みフランジ

加工が加わることとなる。したがって、曲げ試験では、先に15%の加工度の引張りひずみを付加した後にV字形状になるよう突き曲げて、最後にインナーパネルを想定した板厚1.0 mmの板材を挿んで180°まで曲げた。

組織観察には光学顕微鏡、走査型電子顕微鏡 (SEM) と透過型電子顕微鏡 (TEM) を用いた。T4調質材のPFZは認識することができなかつたため、T4調質後に443 K × 4 hの人工時効処理を施してT6調質材とした上で、粒界近傍の析出分布をTEMにより観察した。PFZの幅は図4に示すように、一方の結晶粒の析出領域と析出希薄領域の界面から、隣接する結晶粒の析出領域/析出希薄領域界面までの距離として定義した。なお、TEM観察用の試料は厚さ約150 μmまで機械研磨した後、硝酸：メチルアルコール=1：4の研磨液を用いて電解研磨により仕上げた。曲げ試験片のせん断帯は、観察を容易にするため453 K × 2 hの時効処理を行った後、光学顕微鏡で調査した。

3. 実験結果

3.1 粒界組織

図5にT4調質後の焼入れ材の粒界組織を示す。結晶粒界上には数十nmから数百nmの第2相粒子が観察された。EDS分析の結果、これらの粒子はMg-Si系の化合物で、観察した範囲内では単体Si相やFe系の化合物相は確認されなかつた。焼入れ時の冷却速度の低下に伴い、結晶粒界上のMg-Si系化合物の数が増加する傾向がみられることから、これらは主に焼入れ冷却中に析出したものと考えられる。また、Low-SQ材の粒界上Mg-Si系化合物はNQ1材と同様に少ないが、焼入れ中断温度の高いHigh-SQ材の粒界にはLow-SQ材と比較して多くのMg-Si系化合物が分散していた。このことから、焼入れ初期の冷却速度が速い場合でも、約473 Kからの徐冷中

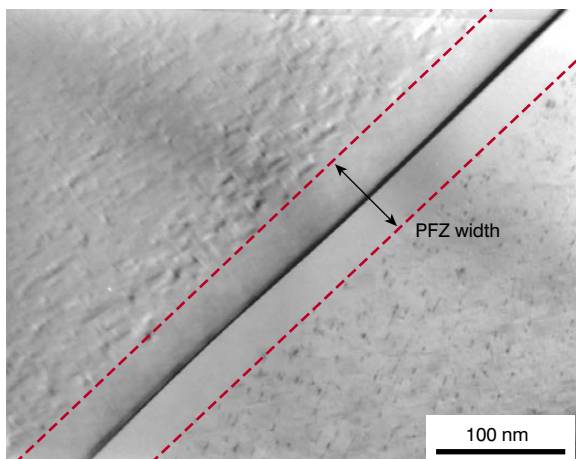


図4 人工時効後のHigh-SQ材のPFZ組織
Fig.4 PFZ structure of artificially-aged High-SQ sample.

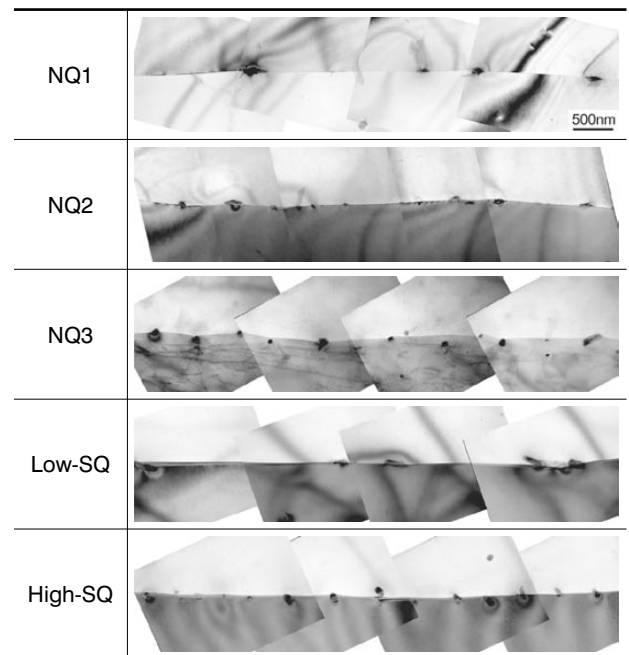


図5 T4調質後の各焼入れ材の粒界組織
Fig.5 Microstructure of grain boundaries of quenched specimens (T4 condition).

に粒界析出が生じることが分かる。

T4調質材のPFZは不明瞭で認識することができなかつたため、443 K × 4 hの人工時効処理を施してT6調質とした後、TEMで粒界近傍の組織を観察した。一例を図4に示した。粒内には人工時効中に析出したと考えられる微細なβ”相 (G.P.IIゾーンともいう) が高密度に存在しているが、粒界近傍にはβ”相がほとんど観察されないPFZが存在する。PFZの幅はNQ1材で約60 nm、NQ2材、NQ3材ではそれぞれ約110 nm、160 nmであり、焼入れ冷却速度の低下に伴いPFZ幅が広がる傾向が認められた。また、ステップ冷却したLow-SQ、High-SQ材のPFZの平均幅はそれぞれ約90 nm、80 nmであった。

各サンプルの粒界組織の特徴を表2にまとめた。単純冷却だけでなく、ステップ冷却を行うことによって種々の特徴をもった粒界組織が形成された。その中でも、NQ1材とLow-SQ材を比較すると主にPFZの幅に差が、Low-SQ材とHigh-SQ材を比較すると主に粒界析出物の数に差があり、それぞれの因子がほぼ独立に制御された。

3.2 引張特性と曲げ加工性

T4調質後の各焼入れ材の引張試験結果を図6に示す。伸びや耐力などは曲げ加工性に影響する因子であるが、焼入れ条件を変えても引張特性はほとんど変化しなかつた。

図7に、T4調質材の曲げ試験片断面を示す。焼入れ冷却速度の速いNQ1材では割れが発生していないが、冷却速度が遅いNQ2、NQ3材では割れが発生した。また、Low-SQ材は割れることなく曲げ加工できたが、焼入れ中断温度の高いHigh-SQ材では割れが発生した。

表2 粒界組織と曲げ加工性の対応
Table2 Relationship between microstructural features of grain boundary and bendability.

	NQ1	NQ2	NQ3	Low-SQ	High-SQ
Amount of precipitates on grain boundaries	small	large	large	small	large
PFZ width (nm)	60	110	160	90	80
Bendability	good	poor	poor	good	poor

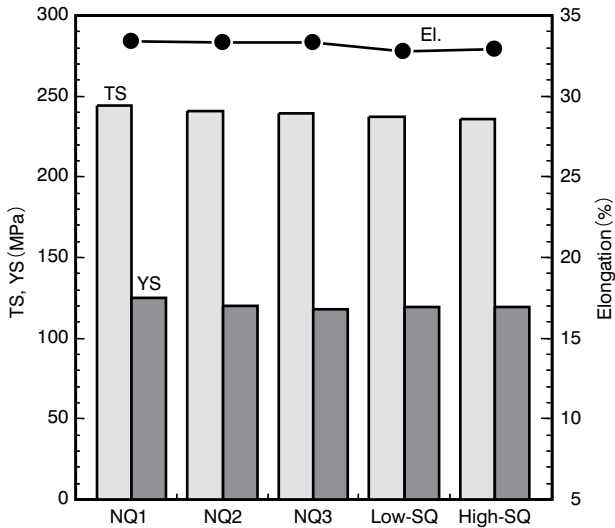


図6 T4 調質後の各焼入れ材の機械的性質
Fig.6 Mechanical properties of the quenched samples.

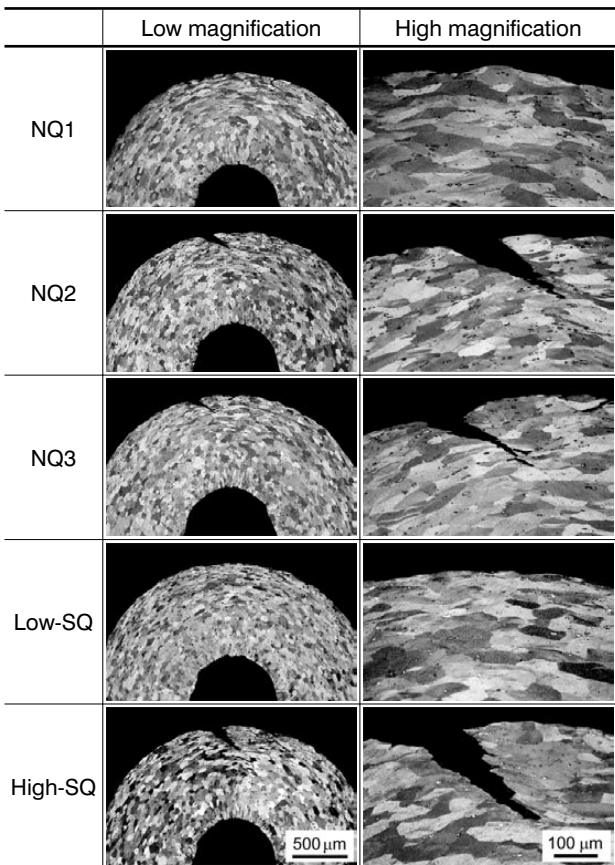


図7 曲げ試験片の断面組織
Fig.7 Cross section micrographs of bent specimens.

3.3 割れの発生と進展

割れの起点を明らかにする目的で、曲げ試験片の表面観察を行った。図8に、15%の引張ひずみ付与後並びに180°曲げ加工後のNQ3材を表面から観察したSEM像を示す。15%の引張ひずみを付与すると、結晶粒毎に優先変形方向が異なるため、図8(a)のように試料表面に凹凸が生じ、境界となる粒界が現れる。また、不明瞭ではあるが、粒内にすべり線も認められる。さらに180°の曲げ加工を施した試料表面(張力面)を観察すると、図8(b)のような粒界部の微小クラックが観察された。また

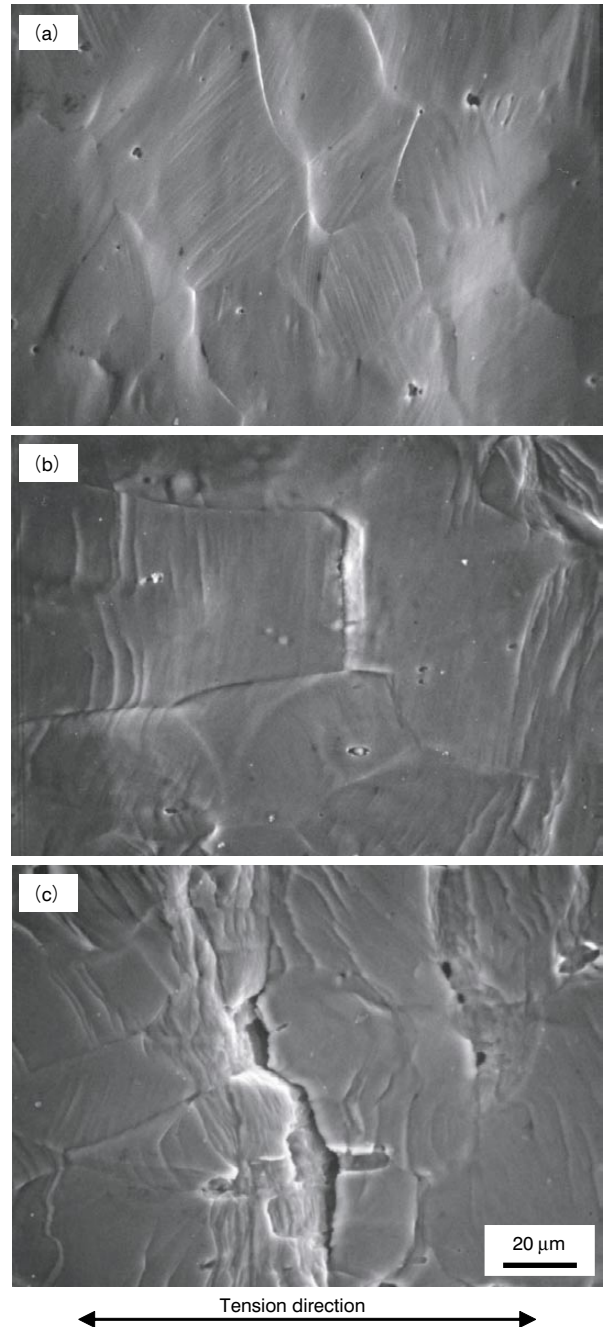


図8 曲げ試験したNQ3材の試料表面(張力面)のSEM像
(a) : 引張変形後, (b)および(c) : 曲げ加工後
Fig.8 Tension surface morphologies of NQ3 specimen
(a) after tensile deformation, and (b, c) after bending deformation.

粒内では、第2相粒子と母相マトリックスとの間に生じたはく離がいくつか観察される。EDS分析の結果、これらの第2相粒子は主にFe系化合物であった。割れが進展した部位を観察すると、**図8(c)**のように、亀裂は粒界部の破壊と粒内を貫いた粒内破壊の混合であることが分かる。以上の観察結果から、引張予ひずみ並びにその後の曲げ外周部の引張変形により、試料表面では粒界部の亀裂や、粒内の第2相粒子周りのマイクロボイドが発生し、それらが割れの起点となったものと考えられる。

次に、板厚内部方向への割れの進展について調査した。**図7**から、割れは試料表面(張力面)に対して約45°の方向に、結晶粒を貫くように進展しており、特に粒界部を選択的に伝播しているわけではないことが分かる。NQ3材の割れ破面をSEM観察した結果を**図9**に示す。破面には延性的な破壊をうかがわせる多数のディンプルが観察され、またこのディンプルは破面に対してほぼ平行に伸長していたことから、せん断応力が関与していると思われる。そこで、曲げ試験片のせん断帯を観察した。曲げ加工したままではせん断帯の観察が困難だったため、曲げ加工後に453 K×2 hの時効処理を行ってから観察した。その結果を**図10**に示す。試料表面から板厚内部に向かって、表面(張力面)に対して約45°の方向にせん断帯が発達している。また、割れはせん断帯に沿って進展しており、過去の研究報告^{4), 13), 14)}と一致している。以上の観察結果から、試料表面で発生した亀裂は、主に粒内延性破壊によって板厚内部方向に進展し、またその進展にはせん断応力が強く関与していると考えられた。

4. 考察

表2に本実験で製造した5水準の焼入れ材の組織と曲げ加工性の調査結果を総括した。溶体化処理後の冷却速

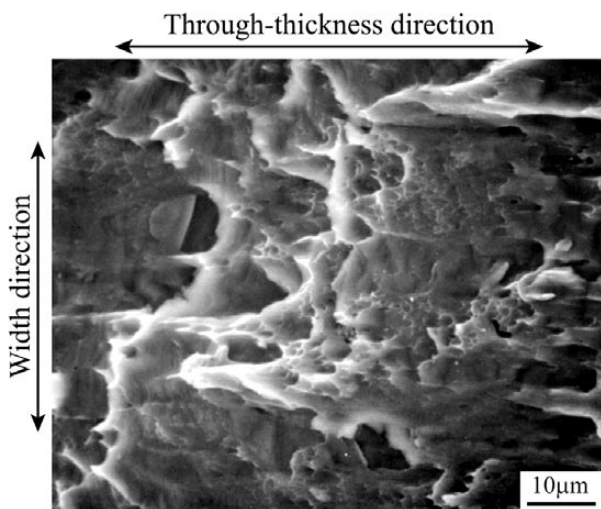


図9 NQ3材の曲げ割れ破面
Fig.9 Fracture surface of NQ3 specimen.

度の制御だけでなく、ステップ冷却処理を行うことにより、本研究で着目する粒界組織を種々に制御することができた。そこで、曲げ加工性に及ぼす粒界析出物やPFZの影響を考察する。表2から、粒界析出物の量が多くなると曲げ加工性が劣化する傾向が見受けられる。特に、Low-SQ材とHigh-SQ材を比較すると、粒界析出物の数だけ異なり、他の因子はほぼ同等であったので、粒界析出物の数が増加すると曲げ加工性が劣化することが明らかである。一方、PFZの幅に違いが見られたNQ1材とLow-SQ材とを比較すると、曲げ加工性にほとんど差がなかった。したがってT4状態では、PFZ幅の大きさが曲げ加工性に及ぼす影響は小さいと推察される。本研究

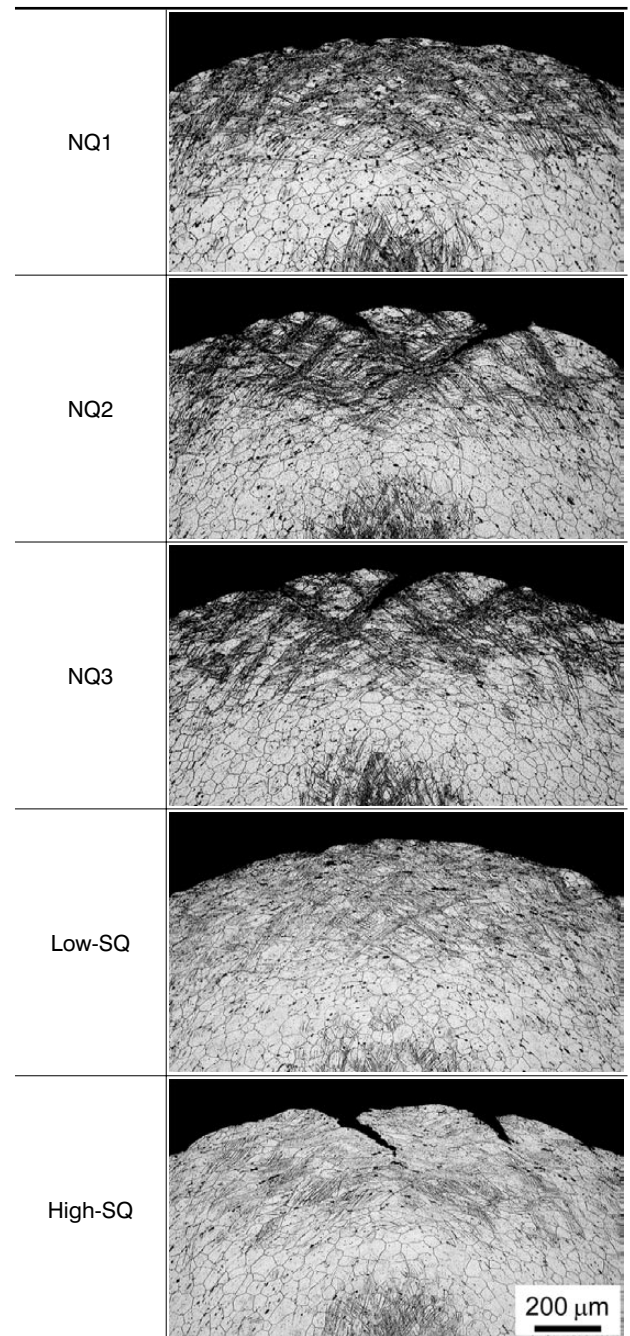


図10 曲げ試験片のせん断帯観察結果
Fig.10 Shear band structures of various bend specimens.

ではT4調質を室温で7dとしたが、さらに長時間の室温時効で合金の強度が上昇した場合にPFZ幅の影響が現れてくる可能性はあるが、この点は今後の課題としたい。

曲げ加工時に発生した割れは、試料表面(張力面)の粒界破壊が一つの起点となっていた。自由表面である張力面では、図8に示したように、塑性変形によって粒界部に段差が生じるので、粒界近傍には応力集中が発生していると思われる。そのため、粒界析出物の数が増加すると、割れの起点として作用する粒界破壊が顕著になり、曲げ加工性が劣化したと推察される。一方、板厚方向への割れの進展には、せん断応力が強く関与して、主に粒内破壊が割れの経路となっていた。これは、第2相粒子を起点としたマイクロボイドがせん断帯に沿って伝播したためと考えられる。第2相粒子としては、粒内のFe系化合物などに加えて、粒界析出物も当然含まれる。したがって、粒界析出物を低減する組織制御は、割れの起点となる粒界破壊を抑制するとともに、割れの進展を抑制する効果があると推察され、曲げ加工性の向上に有効な一つの手法と考えられた。この場合、NQ1材やLow-SQ材の試験結果から、100℃までの焼入れ冷却速度を大きくする必要があると判断される。

5. おわりに

本研究では、溶体化処理後の焼入れ冷却速度や焼入れ中断温度を変更することにより、粒界析出物やPFZの幅といった粒界組織を制御し、Al-Mg-Si合金板材の曲げ加工性に及ぼす粒界組織の影響について検討した。得られた知見は以下のとおりである。

- (1) 溶体化処理後の焼入れ冷却速度の低下や焼入れ中断温度の上昇は、焼入れ中のMg-Si系化合物の粒界析出を促進するとともに、PFZの幅を拡張した。
- (2) 曲げ加工時に発生する割れは、試料表面(張力面)で発生する粒界破壊や第2相粒子周りのマイクロボイドが起点となり、せん断帯に沿った粒内破壊として進展する事が確認された。
- (3) 粒界析出物の量が増加すると、試料表面(張力面)での粒界破壊が顕著となり、結果的に曲げ性が低下する。また、T4調質状態では、粒界破壊に及ぼすPFZ幅の影響はあまり大きくないと推察された。

- (4) 曲げ加工性を向上させるためには、粒界析出物の量を低減させる必要がある。そのためには、溶体化処理温度から100℃までの焼入れ冷却速度を大きくすることが有効であることが分かった。

なお、本研究は、新エネルギー・産業技術総合開発機構(NEDO)から(財)金属系材料研究開発センター(JRCM)への委託研究「自動車軽量化アルミニウム合金高度加工・形成技術開発事業」の一環として行ったものである。

参考文献

- 1) (社)日本軽金属学会編：自動車軽量化のための生産技術，日刊工業新聞社，(2003)，9.
- 2) 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.
- 3) 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.
- 4) 浅野峰生，内田秀俊，吉田英雄：軽金属，**52**(2002)，448.
- 5) 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回秋期大会講演概要，(1996)，285.
- 6) G. Itoh, T. Suzuki, and K. Horikawa : Mater. Sci. Forum, 396-402, (2002), 1993.
- 7) J. Aucote and D. W. Evans : Metal Sci., **12**(1978), 57.
- 8) N. Ryum : Acta Metall., **16**(1968), 327.
- 9) P. T. Unwin and G. C. Smith : J. Inst. Metals, **97**(1969), 299.
- 10) G. Thomas and J. Nutting : J. Inst. Metals, **88**(1959/60), 81.
- 11) 松田健二：軽金属，**50**(2000)，23.
- 12) 藤川辰一郎，平賀賢二：日本金属学会報，**10**(1971)，667.
- 13) 箕田正，内田秀俊，渋江和久，吉田英雄：軽金属，**53**(2003)，523.
- 14) 日比野旭，村松俊樹，佐賀誠，高田健：軽金属，**53**(2003)，534.



檜室 義幸 (Yoshiyuki Himuro, Ph.D)

工学博士
技術研究所



小山 克己 (Katsumi Koyama, Ph.D)

工学博士
技術研究所 マネージャー