

Al-Mg-Si系合金の曲げ加工性に及ぼす時効析出物の影響*

中西 英貴**, 浅野 峰生**, 吉田 英雄***

Effect of Aging Precipitates on the Bendability of an Al-Mg-Si Alloy*

Hidetaka Nakanishi**, Mineo Asano** and Hideo Yoshida***

T4 tempered Al-Mg-Si alloys are usually applied the plate material for automobile bodies, because of necessity of a high bake hardening property. Many reports about the improvement in the bendability of Al-Mg-Si alloys applied T4 temper has been published, because they easily crack during the hemming process. On the other hand, Al-Mg-Si alloys applied T6 or T7 temper are used for the material of wiring plates and heat radiation devices. A high electrical conductivity and a good bendability are necessary for these devices. In this paper, the effect of the aging conditions on the bendability was investigated. As a result, the bendability at the T6 temper significantly decreased. The bendability under the aging temper, and over the aging temper were better than that at the T6 temper. Specimens treated by natural-aging at high temperature before the T6 temper easily cracked during the bending test. It was postulated that the formation of shear bands was significant and the bendability decreased during the bending test under the high density and finely β'' phase precipitate conditions.

Keywords: Al-Mg-Si alloy, bendability, β'' phase, shear band

1. 緒言

近年、CO₂排出量削減等の地球環境保全の観点から、自動車用材料の軽量化が積極的に進められており、中でも自動車ボディ用板材としてAl-Mg-Si系合金の適用が拡大している。Al-Mg-Si系合金は熱処理型の合金であり、熱処理により時効硬化する特性を有する。そのため、T4調質材をプレス加工およびヘミングを行った後、塗装焼き付け処理を行った際に時効硬化(バークハード)させることで、強度を向上させることができる。Al-Mg-Si系合金のT4調質材はヘミング時に割れが発生し易いため、曲げ加工性の改善が課題の一つとして挙げられ、これまでに多くの研究開発が行われてきた^{1)~4)}。一方、ハイブリッド車や電気自動車の普及に伴い、自動車用の導電部材や放熱部材としてもAl-Mg-Si系合金の適用が拡大している。これらの部材には高

い電気伝導性や熱伝導性が求められるため、T6調質~T7調質の材料が使用されている。しかし、T4調質材と比較して、T6~T7調質材の曲げ加工性に関する研究報告例は少なく、曲げ加工性に及ぼす溶体化処理後の自然時効および人工時効の影響は明らかにされていない。そこで、本研究ではAl-Mg-Si系合金の曲げ加工性に及ぼす溶体化処理後の自然時効およびその後の人工時効条件の影響を調査し、時効析出相が曲げ加工性に及ぼす影響について考察した。

2. 実験方法

Table 1に示す化学成分を有する板厚2.0 mmの6101合金の冷間圧延板を供試材として用いた。まず、塩浴炉を用いて823 Kの温度にて50 sの溶体化処理を行い、その後水中に焼入れを行った。溶体化処理後5 min以

* 軽金属学会 第124回秋期大会(2013年5月)にて一部発表。軽金属, **64**(2014), 235-240に掲載

The main part of this paper was presented at the 124th Conference of Japan Institute of Light Metals and published Journal of Japan Institute of Light Metals, **64**(2014), 235-240.

** (株)UACJ 技術開発研究所 名古屋センター 第三部

No. 3 Department, Nagoya Center, Research & Development Division, UACJ Corporation

*** (株)UACJ 技術開発研究所

Research & Development Division, UACJ Corporation

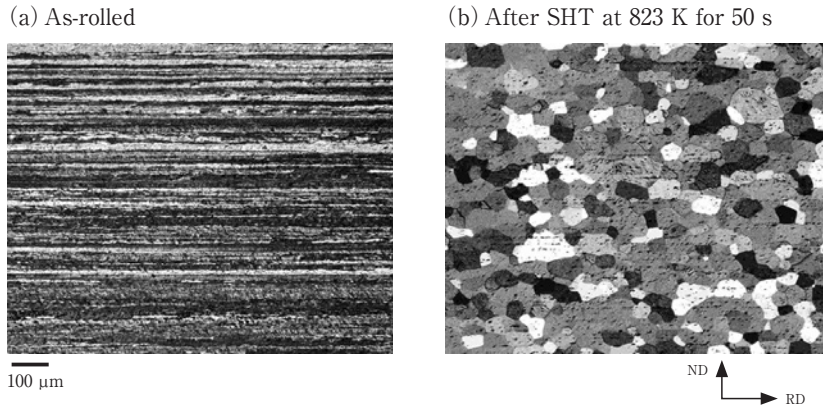


Fig. 1 Optical microstructures of a cross section parallel to the rolling direction (a) as-rolled, and (b) after SHT at 823 K for 50 s.

Table 1 Chemical compositions of specimens. (mass%)

Mg	Si	Fe	Al
0.59	0.44	0.36	Bal.

内に 278 K, 293 K, 303 K の恒温槽へ投入し, 7 d の自然時効処理を行い, 次いで大気炉を用いて 50 K/h の昇温速度で 463 K の温度にて 0 h ~ 48 h の人工時効処理を行った。以降, 278 K, 293 K, 303 K にて 7 d の自然時効処理を行った試験片を 278 K-7 d 材, 293 K-7 d 材, 303 K-7 d 材と記述する。さらに, 自然時効処理の後に 463 K にて 0 h ~ 48 h の人工時効処理を行った試験片を 463 K-0 h 材, 463 K-1 h 材, …, 463 K-48 h 材と記述する。それぞれの熱処理を行った試験片について, 導電率, 曲げ加工性および引張性質を調査した。導電率は渦電流方式の導電率測定機(日本フェルスター製のシグマテスト)を用いて, 298 K の室温環境下にて測定した。曲げ加工性は JIS Z 2248 に記載の押曲げ法に準拠した密着曲げにより評価し, 予備曲げは内側半径 1.0 mm, 曲げ方向は圧延方向に対して直角とした。引張性質は JIS5 号試験片に成形加工した後, JIS Z 2241 に準拠した引張試験により評価した。また, 析出物の同定については示差走査型熱量分析(以下, DSC 分析), 析出物の分布状態は透過型電子顕微鏡(以下, TEM)を用いて調査した。DSC 分析は昇温速度 20 K/min にて実施した。

3. 実験結果

Fig. 1 に冷間圧延板および溶体化処理後の圧延平行断面(RD-ND 面)の光学顕微鏡組織をそれぞれ示す。溶体化処理により, 全面再結晶組織を呈している。以後議論する各種試験片は溶体化処理までは同条件で作製し, 溶体化処理以降の自然時効・人工時効条件を変化させた試験片であるため, 結晶粒径や集合組織に有意

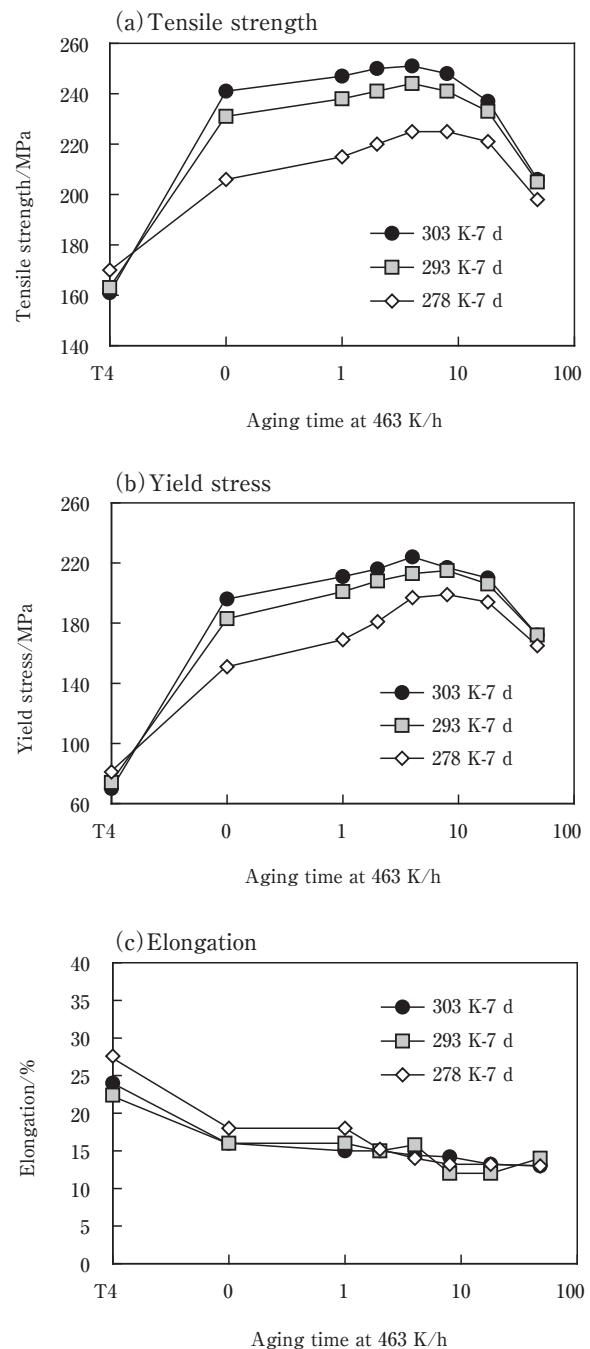


Fig. 2 Tensile properties of the specimens aged at 463 K.

差は無いものとして考察した。

Fig. 2に引張性質と自然時効温度および人工時効時間の関係を示す。自然時効温度が高い程、人工時効後の引張強さおよび耐力が高かった。また、3水準の温度にて自然時効処理を施した試験片はいずれも4 h～8 hの人工時効処理によりピーク強度に達した後、強度が低下した。一方、伸びは人工時効初期に低下し、人工時効時間の増加による変化は極わずかにしかみられなかった。

Fig. 3に人工時効処理時間と導電率の関係を示す。人工時効時間が増加するにつれて、導電率は単調に増加した。これは人工時効処理時間の増加とともに析出が進行し、材料中の固溶元素量が単調に減少していることを示していると考えられる⁵⁾。なお、本合金系の場合、463 K人工時効処理において析出挙動を示す固溶元素はMgおよびSiと考えられる⁶⁾。

Fig. 4に曲げ試験結果を示す。自然時効温度が高く、かつピーク時効付近において最も曲げ加工性が低くなった。曲げランクの基準をFig. 4に合わせて示す。曲げ割れの程度が顕著であり、曲げ加工性の低いものか

ら順番に4/3.5/3/2.5/2/1.5/1/0.5/0とし、4から0まで0.5毎の9段階のランクにて評価した。ランク3.5, 2.5, 1.5, 0.5についてはそれぞれランク4と3の間, 3と2の間, 2と1の間, 1と0の間の曲げ加工性であるとして定義した。**Fig. 5**に曲げ試験結果を曲げランクにて整理した結果を示す。同じ人工時効時間で比較すると、自然時効温度が高い程、曲げ加工性は低かった。また、種々の自然時効処理を施したいずれの試験片も、ピーク強度を示した4 h材または8 h材において曲げ加工性が最も低下し、人工時効処理短時間側の亜時効域および長時間側の過時効域において曲げ加工性は改善した。**Fig. 6**に曲げ試験片断面の光学顕微鏡組織を示す。曲げ加工性の低かった303 K-7 dの自然時効材について、463 K-0 h (亜時効域), 463 K-4 h (ピーク時効付近)の人工時効処理を施した試験片では、曲げ加工外側の表層で発生した割れが結晶粒を跨いで直線的に試験片内部まで進展していた。これは、曲げ加工時に発生したせん断帯に沿って割れが進展したためと考えられる¹⁾。また、割れの発生していない試験片において、表層に発生したくびれの直下にせん断帯と考えられる複数の結

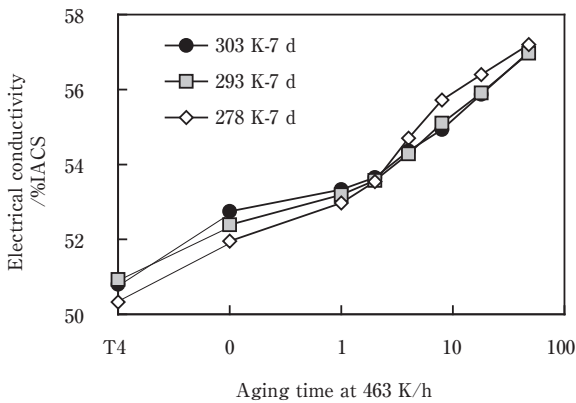


Fig. 3 Electrical conductivity of the specimens aged at 463 K.

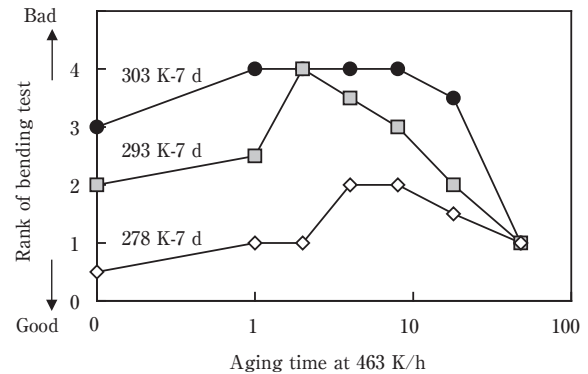


Fig. 5 Ranks of the bendability of the specimens aged at 463 K.

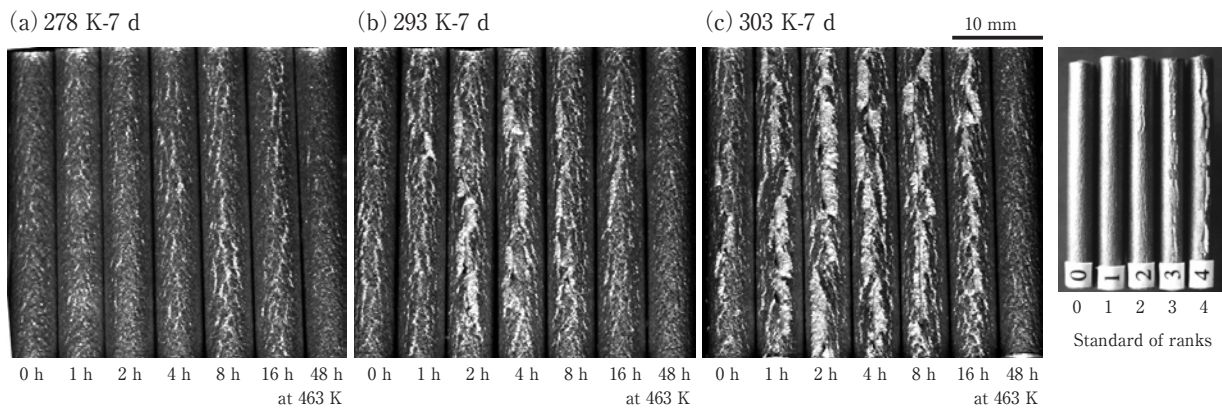


Fig. 4 Appearances of the specimens of the bending test aged at (a) 278 K-7 d, (b) 293 K-7 d, and (c) 303 K-7 d followed by 463 K for 0 ~ 48 h.

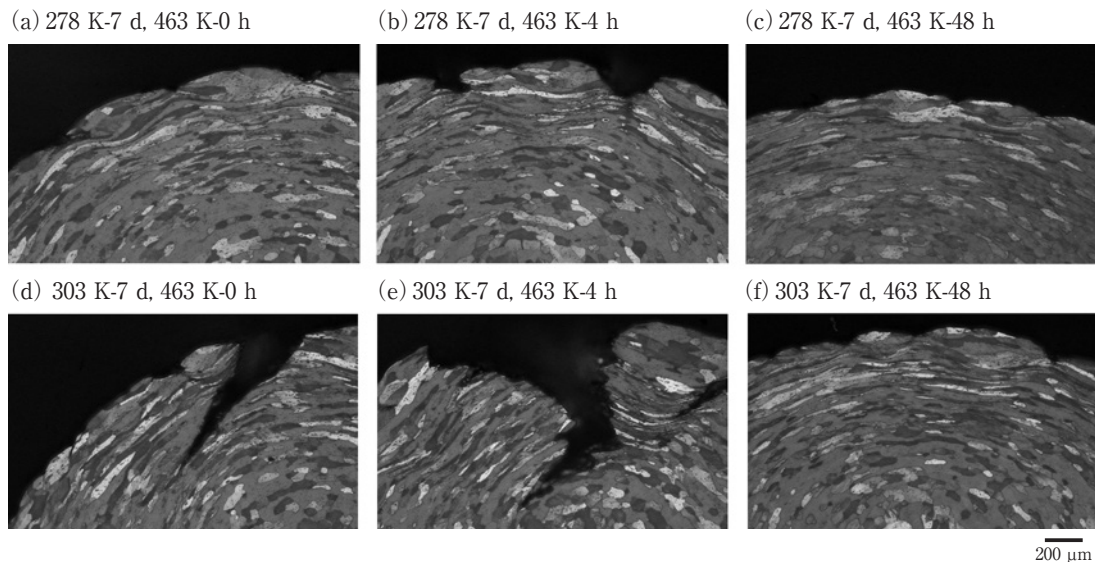


Fig. 6 Optical microstructures of the specimens after bending test aged at 278 K for 7 d followed by 463 K for (a) 0 h, (b) 4 h, (c) 48 h, and at 303 K for 7 d followed by 463 K for (d) 0 h, (e) 4 h, (f) 48 h.

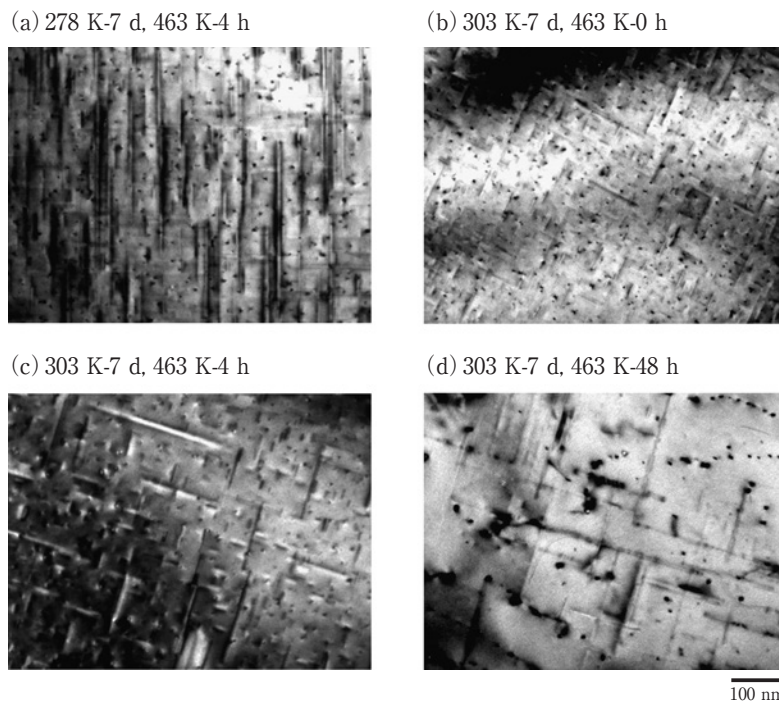


Fig. 7 TEM images of the specimens aged (a) at 278 K for 7 d followed by 463 K for 4 h, and by 303 K for 7 d followed by 463 K for (b) 0 h, (c) 4 h, (d) 48 h.

晶粒に跨る局所的な変形が観察された。

Fig. 7に278 K-7 d自然時効後の463 K-4 h材, 303 K-7 d自然時効後の463 K-0 h材, 4 h材, 48 h材それぞれについて(100) Al面TEM明視野像を示す。いずれの視野においても, β'' 相と考えられる⁶⁾針状析出物が観察された。また, 人工時効条件が同じ463 K-4 h材については, 自然時効条件が303 K-7 dでは数密度が約1230個/ μm^2 であり, 278 K-7 d材では約930個/ μm^2 であり, 人工時効前の自然時効温度が高い303 K-7 d材では高密

度微細に析出していた。また, 人工時効時間の増加に伴い, 針状析出物の粗大化が観察された。

4. 考 察

4.1 曲げ加工性と強度の関係

曲げ加工性には集合組織が大きく影響を及ぼす⁴⁾が, 本研究の試験片は前述したように, 単一の溶体化処理条件により再結晶させた試験片を用いている。そのた

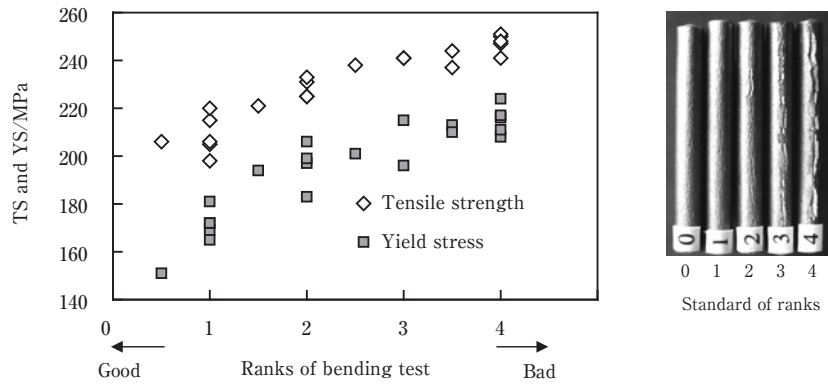


Fig. 8 Relationship between ranks of the bending test and the tensile strength or the yield stress.

め、結晶粒径や集合組織に有意差は無いと考えることができる。そこで、Fig. 8に曲げ加工性と引張強さおよび耐力の関係を合わせて示す。引張強さが高い程、曲げ加工性が低下する傾向がみられた。しかし、詳細に比較すると同等の引張強さにおいても曲げ加工性に有意差がみられる場合が存在する。従って、引張強さに代表されるようなマクロ的な材料情報である機械的性質と曲げ加工性は一対一の対応関係にはないと考えられる。そのため、ミクロ的な材料情報である材料組織との対応を検討する必要がある。時効処理条件の違いに起因する結晶粒径および集合組織に有意差は無く、人工時効時間とともに固溶元素量も単調に減少することは前述のように明らかとなっている。そこで、以下の項では材料中の析出状態が曲げ加工性に及ぼす影響を考察した。

4.2 析出状態の調査

4.2.1 DSC分析結果

各自然時効、人工時効条件における析出相の種類と量を調査するためにDSC分析を行った。Fig. 9に278 K-7 dおよび303 K-7 dの自然時効後に463 K-0 h~48 hの人工時効処理を行った試験片について、DSC分析を行った結果を示す。なお、固溶析出に伴う各ピークは、500 K付近がクラスター溶解に伴う吸熱反応(a)、520 K付近が主強化相である β'' 相の析出に伴う発熱反応(b)、570 K付近が β' 相析出に伴う発熱反応(c)と考えられる^{7)~9)}。なお、自然時効中に生成するクラスターは2種類あるという報告例¹⁰⁾が多いが、本実験では一つのクラスター溶解ピークのみが検出された。本研究では自然時効温度が283 K~303 Kと低温であるため、高温で形成するクラスター2はほとんど形成せず、クラスター1が主として形成しているものと考えられる。そのため、DSC分析ではクラスター1の吸熱

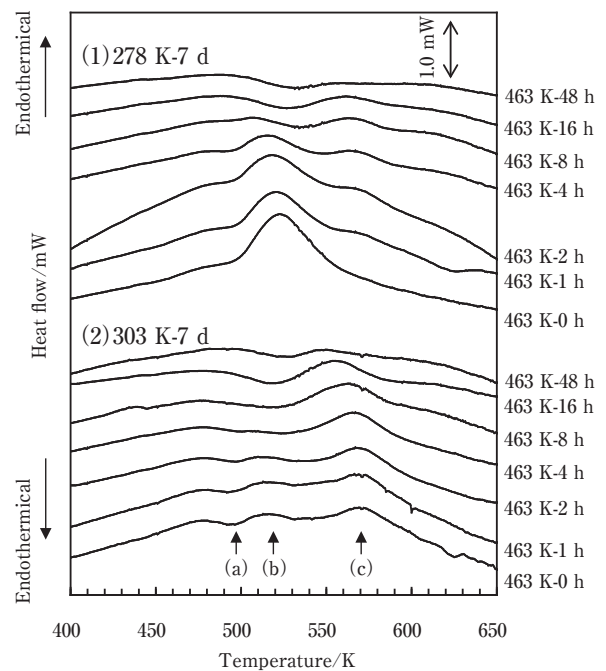


Fig. 9 DSC analysis of the specimens aged at (1) 278 K for 7 d and (2) at 303 K for 7 d followed by 463 K for 0 h~48 h.

ピークのみが観察されたと考えられる。従って、500 K付近のピーク(a)をクラスターの溶解に伴う吸熱反応として考察した。

まず、303 K-7 dの自然時効材について、463 K-0 h材、1 h材、2 h材ではクラスターの溶解ピーク(a)、 β'' 相の析出ピーク(b)および β' 相の析出ピーク(c)が全て確認できた。特に β'' 相の析出ピーク(b)は人工時効が進むにつれてピーク位置が低温側へシフトしていた。従って、少なくとも463 K-1 h材から2 h材へ向かってクラスターの成長もしくは β'' 相の析出が既に始まっていたため、DSC分析の昇温中に β'' への遷移が生じやすくなり、 β'' 相の析出ピーク(b)の低温側へのシフト

が生じたと考えられる。一方で、 β' 相の析出ピーク(b)にシフトはみられなかった。これは、DSC分析の昇温中の β'' 相から β' 相への遷移のしやすさは変わらないためと推察され、463 K-0 h~2 hの亜時効域では β'' 相はほとんど析出していなかったと考えられる。次に、463 K-4 h材、8 h材および16 h材では β' 相の析出ピーク(c)のみがみられ、クラスターの溶解ピーク(a)および β'' 相の析出ピーク(b)は検出されなかった。従って、463 K-4 h~16 hのピーク時効~過時効域では材料中にクラスターはほとんど存在しなかったと考えられる。また、 β' 相の析出ピーク(c)のみがみられ、ピーク位置も人工時効時間の増加とともに低温側へシフトしていることから、463 K-4 h~16 hの人工時効中に β'' 相の析出が進行し、人工時効時間の増加とともにDSC分析の昇温中の β' 相への遷移が生じやすくなったものと考えられる。最後に463 K-48 h材ではいずれのピークもほとんど検出されなかったため、人工時効処理48 hではクラスター、 β'' 相はほとんど存在せず、 β' 相が主な析出相だったと考えられる。

続いて、278 K-7 dの自然時効材について、463 K-0 h材では β'' 相の大きな析出ピーク(b)のみがみられた。従って、クラスターが形成されており、DSC分析の昇温中に β'' 相へ遷移する量が多かったものと推察できる。しかし、278 K自然時効材は303 K自然時効材と比較して低温の自然時効であるため、303 K自然時効材よりも溶質原子量が多いことも β'' 相析出ピークが大きかった原因の一つである可能性が考えられる。なお、クラスターの溶解ピークもみられるはずであるが、 β'' 相の大きな析出ピークの肩に隠れているために確認できなかったと考えられる。次に463 K-1 h材、2 h材お

よび4 h材では β'' 相の析出ピーク(b)および β' 相の析出ピーク(c)が検出された。人工時効時間の増加とともに β'' 相の析出ピークが減少し、 β' 相の析出ピークが増加していることから、人工時効時間の増加とともにクラスターから β'' 相への遷移が進んでいるものと考えられる。次に463 K-8 h材および16 h材では、 β' 相の析出ピーク(c)のみがみられたため、クラスターの存在量は少なく、主に β'' 相が析出していたと考えられる。最後に463 K-48 h材ではいずれのピークもほとんど検出されなかったため、クラスター、 β'' 相はほとんど存在せず、 β' 相が主な析出相だったと考えられる。

以上のDSC分析の結果から、クラスター、 β'' 相および β' 相の存在量と自然時効温度および人工時効処理時間の関係を定性的にTable 2にまとめる。278 K-7 dの自然時効材はクラスターが463 K-4 h材まで残存しており、 β'' 相は主に463 K-1 h~16 h、 β' 相は463 K-48 h材において存在していると考えられる。また303 K-7 dの自然時効材については、クラスターは463 K-2 h材までしか残存しておらず、 β'' 相は463 K-0 h~16 h、 β' 相は463 K-48 hで存在していると考えられる。また、 β' 相の析出ピーク(c)の高さの比較から、278 K-7 d自然時効材よりも303 K-7 d自然時効材の方が、 β'' 相の形成量が多いと考えられる。従って、自然時効温度が高い程、 β'' 相が人工時効の初期に析出し、析出量も多いと考えられる。

4.2.2 析出物の分布状態と曲げ加工性の関係

Fig. 10にDSC分析結果から存在が示唆されるクラスターおよび β'' 相の存在状態と曲げ加工性結果を合わせて示す。人工時効処理によりクラスターから β'' 相への

Table 2 Kinds of phases and their volume fraction of precipitation.

Natural aging condition	Artificial aging time at 463 K	Phase and volume fraction of precipitation		
		Cluster	β'' phase	β' phase
278 K-7 d	0 h	○	-	(-)
	1 h	○	△	(-)
	2 h	△	△	(-)
	4 h	△	△	(△)
	8 h	-	△	(△)
	16 h	-	△	(△)
	48 h	-	-	(○)
303 K-7 d	0 h	○	△	(-)
	1 h	△	△	(-)
	2 h	△	△	(-)
	4 h	-	○	(△)
	8 h	-	○	(△)
	16 h	-	○	(△)
	48 h	-	-	(○)

<Symbols> ○:much, △:existent, -:little or nothing, (○):guess

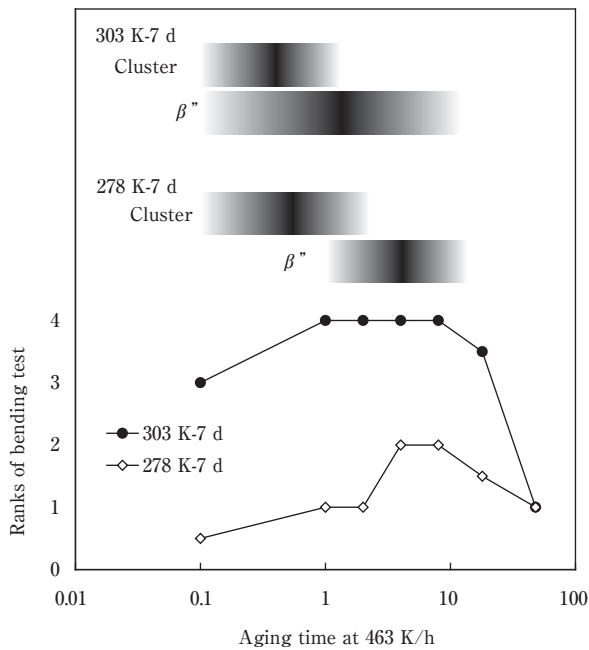


Fig. 10 The relationships between phases of precipitation and the bendability.

遷移がほぼ完了し、 β'' 相が主な析出相となった時が最も曲げ加工性が低くなった。従って、クラスターよりも β'' 相の存在とその分布状態が曲げ加工性に大きく影響を及ぼしていると考えられる。これは、自然時効温度が高い程、 β'' 相が微細高密度かつ析出量も多くなり、曲げ加工性が低くなることから支持される。

曲げ割れがせん断帯を伝播した形態であることを考慮すると、 β'' 相が高密度微細に存在することによりせん断帯が形成し易くなったと考えられる。曲げ加工中の転位と析出物の相互作用が大きい程、材料の局所的な変形であるせん断帯の形成が生じやすくなると考えられるが、今後詳細な検討が必要である。

5. 結 言

Al-Mg-Si系(6101)合金の冷間圧延板を823 Kにて50 sの溶体化処理および焼入れを行った試験片を用いて、自然時効処理およびその後人工時効処理を施し、曲げ加工性に及ぼす時効析出物の影響を調査した結果、以下の知見を得た。

- (1) ピーク時効近傍において曲げ加工性が低下し、亜時効域および過時効域において曲げ加工性は改善した。
- (2) 人工時効前の自然時効温度が高い程、曲げ加工性は低下した。
- (3) 自然時効温度が高い程、 β'' 相が人工時効の初期に析出し、析出量も多いと考えられる。

- (4) クラスターよりも β'' 相の存在とその分布状態が曲げ加工性に大きく影響をおよぼしていると考えられる。
- (5) β'' 相が高密度微細に存在することによりせん断帯が形成し易くなったと考えられる。曲げ加工中の転位と析出物の相互作用が大きい程、材料の局所な変形であるせん断帯の形成が生じやすくなると考えられるが、今後詳細な検討が必要である。

参考文献

- 1) 浅野峰生, 内田秀俊, 吉田英雄: 軽金属, **52** (2002), 448-452.
- 2) 日比野旭, 村松俊樹, 佐賀誠, 高田健: 軽金属, **53** (2003), 534-541.
- 3) 竹田博貴, 日比野旭, 高田健: 軽金属, **60** (2010), 231-236.
- 4) 伊川慎吾, 浅野峰生, 黒田充紀, 吉田健吾: 軽金属, **61** (2011), 53-59.
- 5) 軽金属協会: アルミニウム材料の基礎と工業技術, 昭栄社印刷所(1998), 342-344.
- 6) 松田健二, 池野進: 軽金属, **53** (2003), 457-462.
- 7) A. K. Gupta and D. J. Lloyd: Met. Mater. Trans, **30A** (1999) 879-884
- 8) 佐賀誠, 佐々木行雄, 菊地正夫, 日比野旭, 松尾守: 軽金属, **53** (2003), 516-522.
- 9) 八太秀周, 松田眞一, 田中宏樹, 吉田英雄: 軽金属, **59** (2009), 248-253.
- 10) 山田健太郎, 里達雄, 神尾彰彦: 軽金属, **51** (2001), 215-221.



中西 英貴 (Hidetaka Nakanishi)
(株)UACJ 技術開発研究所 名古屋センター
第三部



浅野 峰生 (Mineo Asano)
(株)UACJ 技術開発研究所 名古屋センター
第三部



吉田 英雄 (Hideo Yoshida)
(株)UACJ 技術開発研究所