

## 1200 アルミニウム板の延性に及ぼす熱処理条件の影響\*

浅野 峰生 \*\*, 中村 拓郎 \*\*\*, 吉田 英雄 \*\*\*\*

## Effect of Heat Treatment Conditions on the Elongation of 1200 Aluminum Sheets\*

Mineo Asano\*\*, Takuro Nakamura\*\*\*, Hideo Yoshida\*\*\*\*

It has been reported that the elongation of the 1050-H26 sheet annealed at 200°C is lower than that of the 1050-H18 sheet. In this study, the effect of the annealing time at 250°C on the elongation of 1200 aluminum sheets was investigated, and the cause of the low elongation was discussed by observing the change in the microstructures before and after tensile deformation. The elongation of the samples annealed at 250°C for less than 50 minutes was below 1%, and this elongation was lower than the elongation of the as-rolled and the annealed ones at 250°C for more than 150 minutes. In the samples annealed for a short time, the subgrains with a diameter of about 0.5 ~ 2 μm were formed, and Fe and Si, which were a solid solution, became segregated at the sub-boundaries. These samples were locally deformed in a stress concentrated area during the deformation, and there was no significant increase in the dislocation density near the fracture part after the deformation. The cause of the low elongation was considered to be due to the dynamic recovery that locally occurred in a stress concentrated area during the deformation, because dislocations introduced into the subgrains by the deformation easily moved to the sub-boundaries due to the low solute levels within the subgrains.

**Keywords:** 1200 aluminum, elongation, subgrain, solid solution elements, segregation, dynamic recovery

## 1. 緒言

工業用1000系アルミニウム板は優れた熱伝導性を有することから、熱交換器や放熱部材への適用が進められている。このような各種部材へ適用する際、一般的に成形加工が施されるため、強度と延性のバランスが要求され、H2n調質で用いられることが多い。しかし、H22~H26の中間調質とするための最終焼鈍を350°C以上の比較的高温で行った場合、焼鈍時間に対する強度変化量が大きくなり、安定した強度および延性を得ることが難しい。そのため、300°C以下の比較的低温で中間調質とすることが多い。

Doverら<sup>1)</sup>は200°Cで最終焼鈍を行った1100-H2n板材の引張性質を調査しており、H26調質(200°C-1~2h)はH18調質よりも伸びが低くなり、約1%になることを報告している。同様に森山ら<sup>2)</sup>は200°Cで最終焼鈍を行った1050-H2n板材の引張性質を調査しており、H26調質(200°C-100min)はH18調質よりも伸びが低くなり、2%以下になることを報告している。また、この伸びの低下は転位セル境界あるいはサブグレイン粒界上へのシリコンの偏析および析出と関連していることを報告している。しかし、転位セル境界あるいはサブグレイン粒界へシリコンが濃度偏析している様子は観察できず、鉄の挙動に関しても捉えることができてい

\* 本稿の主要部分は、軽金属, 64(2014), 279-284に掲載

The main part of this paper was published Journal of Japan Institute of Light Metal, 64(2014), 279-284.

\*\* (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 押出加工小山 生産技術課

Production Technology Section, UACJ Extrusion Oyama Corporation

\*\*\*\* (株)UACJ 技術開発研究所

Research & Development Division, UACJ Corporation

ないため、伸びの低下原因は推測の域を脱していない。

そこで、本研究では1050アルミニウム板材と同様にH26調質で伸びの低下がみられる250℃で最終焼鈍を行った1200アルミニウム板材を用いて、延性に及ぼす焼鈍時間の影響を調査し、引張変形前後の光学顕微鏡組織および透過型電子顕微鏡組織の変化から伸びの低下原因について考察した。

## 2. 実験方法

**Table 1**に供試材の化学成分を示す。過去の研究では捉えることができていない鉄の挙動を捉え易くするため、本研究では1050アルミニウムよりも鉄の含有量が多い1200アルミニウムを供試材として選定した。1200アルミニウムを鑄造し、550℃で6 hの均質化処理を行い、550～200℃の温度範囲内で板厚30 mmから2.0 mmまで熱間圧延を行った後、冷間圧延により板厚0.4 mmの板材とした。この冷間圧延板を空気炉にて250℃で20～1000 minの焼鈍(昇温速度50℃/h)を行っ

た後、空冷を行い、供試材とした。

引張試験前の供試材の組織状態を把握するため、導電率測定、光学顕微鏡観察、透過型電子顕微鏡観察、収差補正走査/透過型電子顕微鏡観察およびエネルギー分散型X線分析(以下、EDS分析)を行った。導電率測定は渦電流方式の日本フェルスター製シグマテストを用いて行った。透過型電子顕微鏡観察は日本電子製JEM-2010を用いて行った。収差補正走査/透過型電子顕微鏡観察およびEDS分析は日本電子製JEM-ARM200Fを用いて行った。

引張試験は引張方向が圧延方向に対して平行となるように採取したJIS 5号試験片を用いて行った。引張速度は2 mm/min(初期ひずみ速度 $6.7 \times 10^{-4}$  /s)一定とした。引張試験後の供試材の破断形態を調査するため、外観観察およびマイクロメータを用いた板厚分布測定を行った。板厚分布測定は引張試験片の幅方向中央部を5 mm間隔で測定した。また、組織状態を調査するため、日本電子製JEM-2010を用いた透過型電子顕微鏡観察を行った。

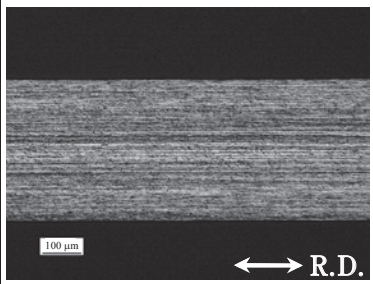
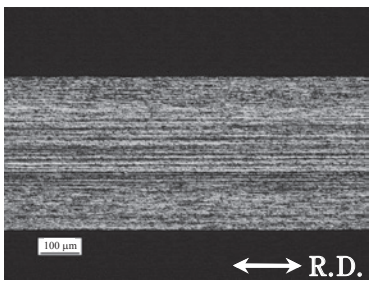
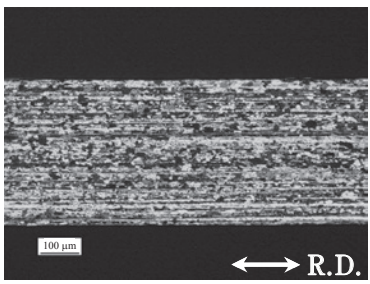
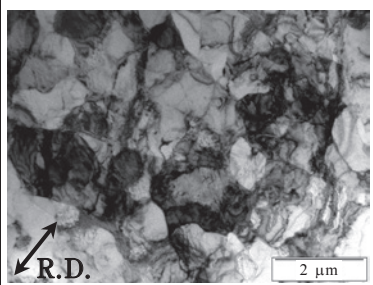
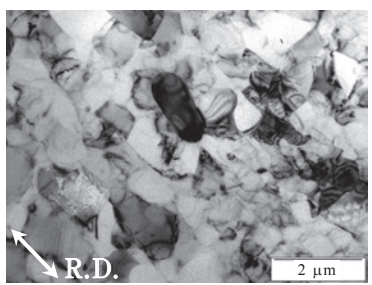
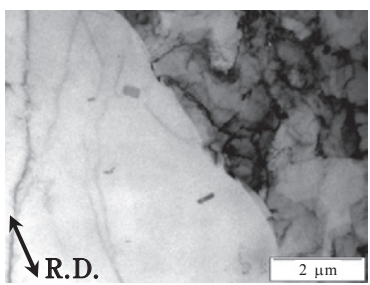
## 3. 実験結果および考察

### 3.1 引張試験前の供試材の組織

**Fig. 1**に焼鈍前後の供試材の導電率、光学顕微鏡組

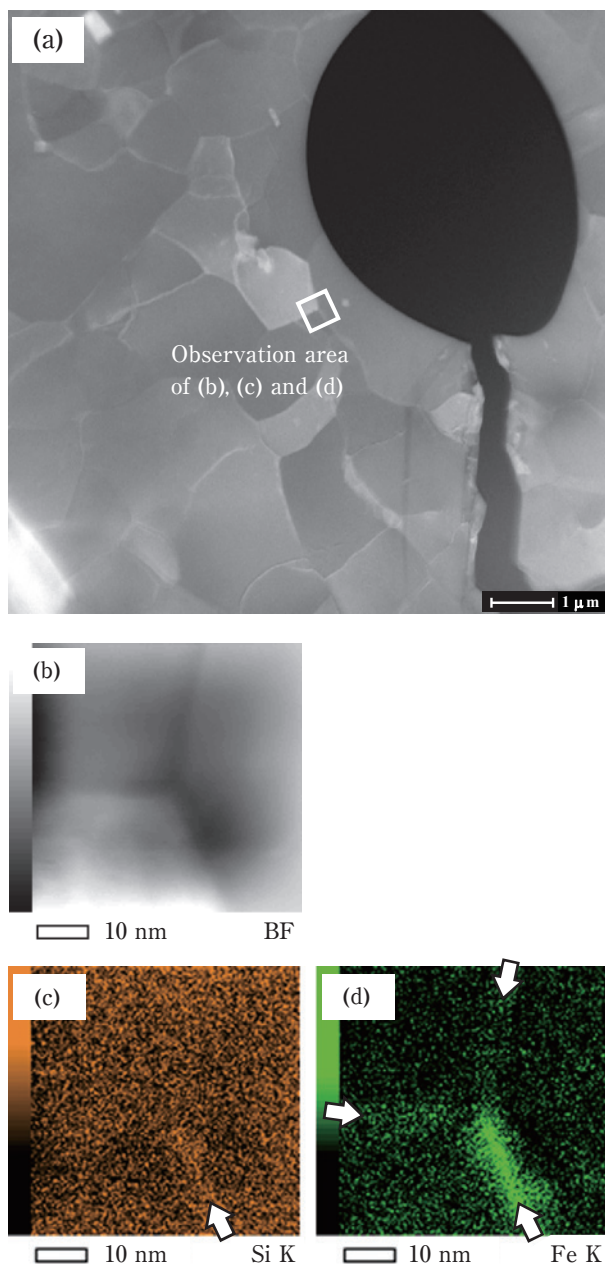
**Table 1** Chemical compositions of the sample. (mass%)

Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn	Ti	Al
0.06	0.85	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	0.02	Bal.

	Before annealing (as-rolled)	After annealing (250℃-50 min)	After annealing (250℃-1000 min)
	57.6%IACS	59.3%IACS	59.7%IACS
Optical microstructure			
Transmission electron microstructure			

**Fig. 1** Electrical conductivities, optical micrographs (cross section parallel to the rolling) and transmission electron micrographs (plate surface) of the samples before and after annealing at 250℃.

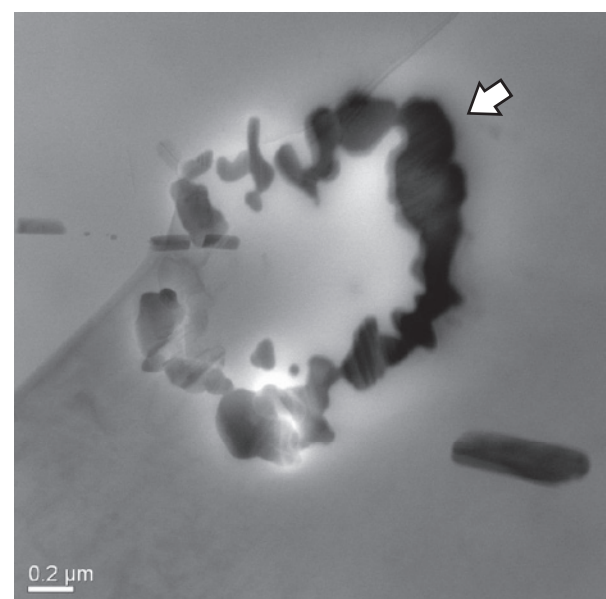
織および透過型電子顕微鏡組織を示す。焼鈍時間の増加に伴って、再結晶が進行しており、焼鈍前の供試材（以下、冷延材）は転位セルとサブグレインが混在した組織、50 min 焼鈍後の供試材（以下、50 min 焼鈍材）は0.5～2 μmの等軸に近いサブグレイン組織、1000 min 焼鈍後の供試材（以下、1000 min 焼鈍材）はサブグレインと粒成長した結晶粒が混在した部分再結晶組織であった。また、焼鈍時間の増加に伴って、導電率が増加しており、焼鈍中に固溶元素が濃度偏析した、もしくは析出が進行したと考えられる。なお、導電率の増加は転位密度



**Fig. 2** Scanning transmission electron micrographs and EDS mapping images of the sample after annealing at 250°C for 50 min. (a) HAADF-STEM image, (b) Bright field image, (c) EDS mapping image of Si, (d) EDS mapping image of Fe.

減少の影響を含むと考えられるが、一般に転位が消滅する場合の導電率の変化は0.2%IACS程度<sup>3)</sup>であり、1000 min 焼鈍を行った際の導電率の増加量が2.1%IACSであることから、導電率増加量の1割以下が転位密度減少による影響と推測される。**Fig. 2**に50 min 焼鈍材の収差補正走査/透過型電子顕微鏡組織およびEDS分析結果を示す。サブグレイン粒界に鉄およびシリコンが濃度偏析しており（白矢印部）、固溶鉄および固溶シリコンが250°C-50 minの熱処理で濃度偏析したと考えられる。**Fig. 3**に1000 min 焼鈍材の透過型電子顕微鏡組織を示す。0.5～2 μmのリング状に連なった析出物（白矢印部）が粒成長した結晶粒内で多数観察され、EDS分析の結果、いずれもシリコンであった。この析出物は森山ら<sup>2), 4)～7)</sup>が200°Cで最終焼鈍を行った1050-H2n 板材で観察したシリコンの析出物と同様の析出形態をしており、サブグレイン粒界へシリコンが濃度偏析した後、析出物を形成し、サブグレインが粒成長した際に粒内に取り込まれたと考えられる。なお、EDS分析ではシリコンの析出物から鉄が検出されていない。そのため、サブグレイン粒界へ濃度偏析した後の固溶鉄の挙動に関しては明らかにできておらず、今後の課題としたい。

以上で示した組織観察結果および導電率測定結果から、引張試験前の冷延材、50 min 焼鈍材および1000 min 焼鈍材の組織は**Fig. 4**に示す模式図のように考えられる。冷延材は粒内に固溶鉄および固溶シリコンが多く存在する転位セルおよびサブグレインが混在した組織、50 min 焼鈍材は粒界へ固溶鉄および固溶シリコ



**Fig. 3** Scanning transmission electron micrograph of the sample after annealing at 250°C for 1000 min.



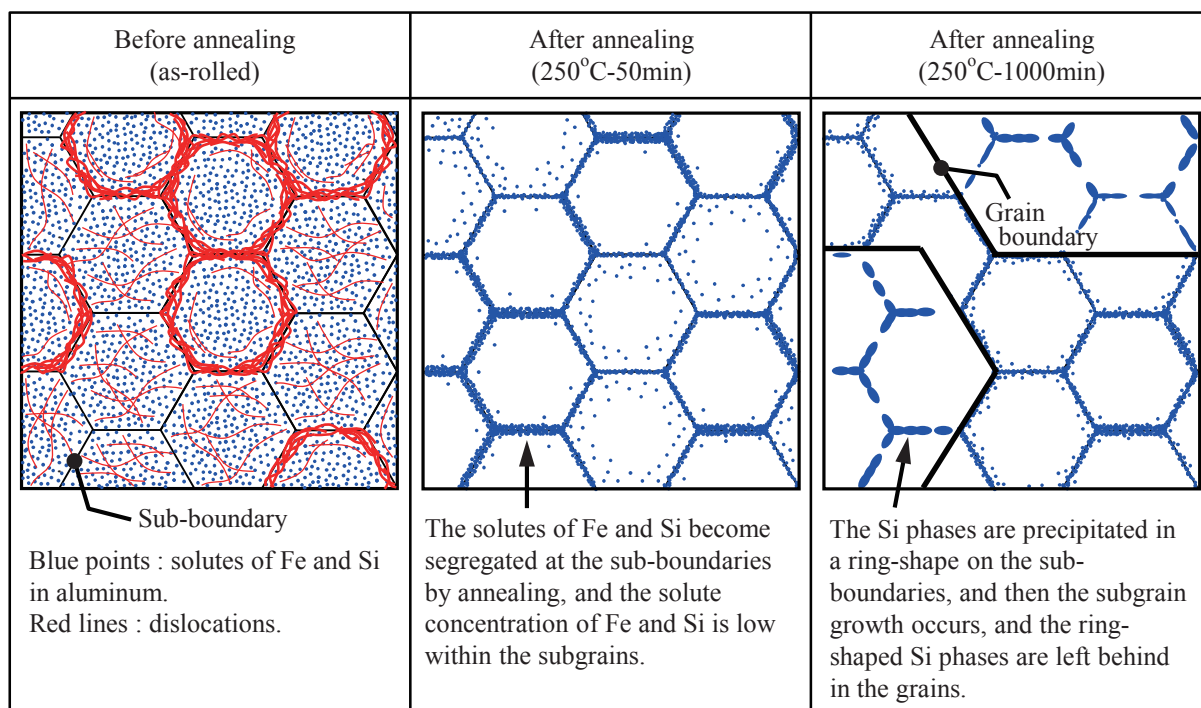


Fig. 4 Schematic diagrams of microstructures of the samples before and after annealing at 250°C.

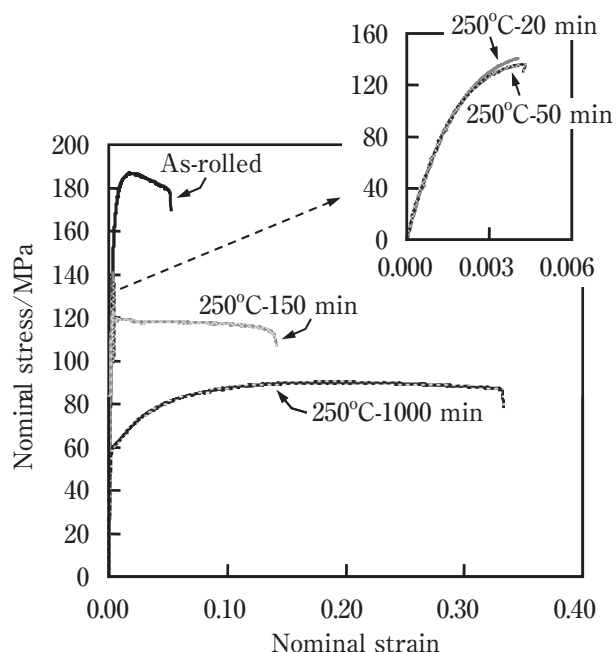


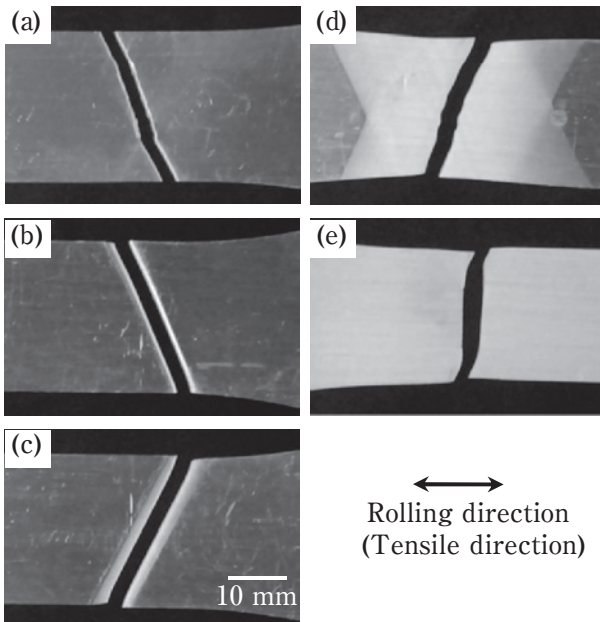
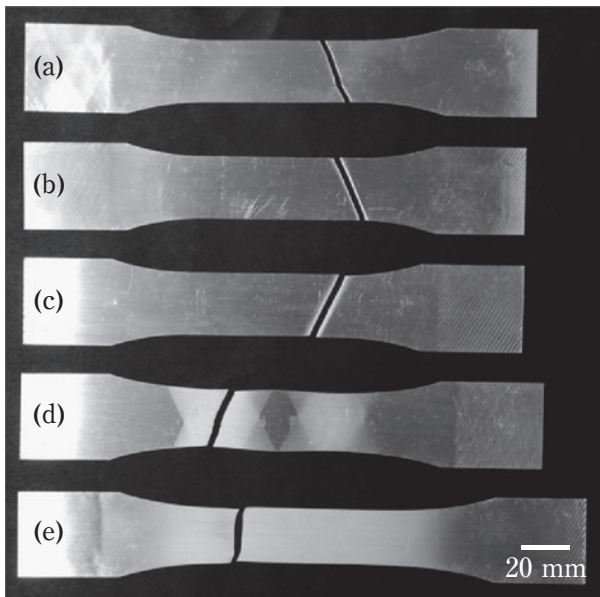
Fig. 5 Uniaxial stress-strain curves of the samples before and after annealing at 250°C.

ンが濃度偏析し、粒内の固溶元素が希薄なサブグレイン組織、1000 min 焼鈍材は粒内の固溶鉄および固溶シリコンが希薄なサブグレインと粒成長した結晶粒が混在した部分再結晶組織であったと考えられる。

### 3.2 引張試験結果

Fig. 5 に焼鈍前後の供試材の公称応力-公称ひずみ線図を示す。冷延材の伸びは約5% (公称ひずみ約0.05) であったが、20 min 焼鈍後の供試材 (以下、20 min 焼鈍材) および 50 min 焼鈍材の伸びは1%以下 (公称ひずみ0.01以下) まで低下した。その後、焼鈍時間の増加に伴って伸びは増加した。20 min 焼鈍材および 50 min 焼鈍材は弾性域を超えた直後の応力増加中に破断しており、拡散くびれが発生せずに破断に至ったと考えられた。また、150 min 焼鈍後の供試材 (以下、150 min 焼鈍材) は公称ひずみ0.005以下の低ひずみ域において最大応力を示した後、若干応力が低下し、その後は応力が増加しない現象がみられた。

引張試験後の供試材の外観を Fig. 6 に示す。Fig. 6 に示した引張試験後の供試材の板厚分布を Fig. 7 に示す。Fig. 7 中の白矢印は各供試材の破断位置を示している。冷延材および 1000 min 焼鈍材では平行部が比較的均一に変形し、局所的な変形の進行はみられなかった。一方、20~150 min 焼鈍材では冷延材および 1000 min 焼鈍材ではみられなかったバンドが引張試験片の応力集中部である肩R部近傍から発生し、そのバンド領域のみ板厚が減少する局所的な変形の進行がみられ (例えば、Fig. 7 黒矢印部)、破断部では顕著な局部くびれが観察された。すなわち、脆性的ではなく、延性的な破断形態を示した。また、150 min 焼鈍材では、そのバンドが肩R部近傍から平行部の中央に向かって伝播



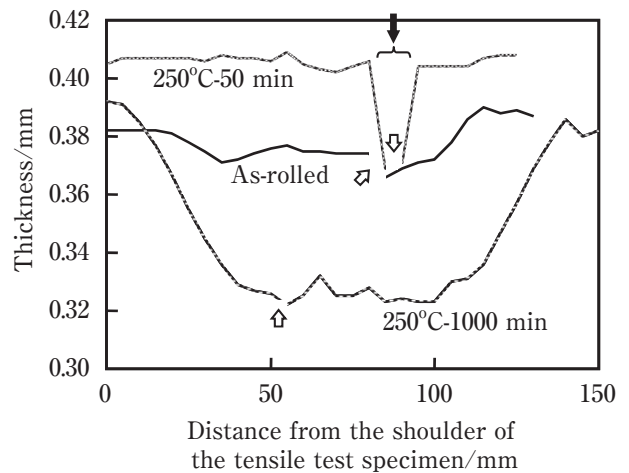
**Fig. 6** Appearance of the tensile test specimens.  
 (a) as-rolled, (b) 250°C -20 min, (c) 250°C -50 min,  
 (d) 250°C -150 min, (e) 250°C -1000 min.

する変形過程を示した。

### 3.3 引張試験後の供試材の組織

**Fig. 8**に引張試験前および引張試験後の破断部より200 μmの位置(くびれ発生部)における透過型電子顕微鏡組織を示す。いずれも引張方向(圧延方向)に対して平行方向の断面で観察した組織である。

冷延材において、引張試験前は圧延方向に伸長した転位セルとサブグレインが混在した組織であったが、引張試験後は引張方向に伸長したサブグレインと等軸に近いサブグレインが混在しており、試験前と比較して引張垂直方向の幅が大きいサブグレインが観察され



**Fig. 7** Thickness distribution of the tensile test specimens. The white arrows indicate the fracture part. The black arrow indicates the local deformation area.

た。すなわち、引張変形中に転位セルがサブグレイン化し、それが成長した、もしくは新たなサブグレインが形成されたと考えられる。

50 min焼鈍材において、引張試験前は0.5~2 μmの等軸に近いサブグレイン組織であり、引張試験後は引張方向に若干伸長したサブグレインと等軸に近いサブグレインが混在した組織が観察され、試験前と比較して顕著な違いは観察されなかった。すなわち、引張変形中に新たなサブグレインは形成されず、一部のサブグレインが若干伸長したと考えられる。

1000 min焼鈍材において、引張試験前はサブグレインと粒成長した結晶粒が混在した部分再結晶組織であったが、引張試験後は等軸に近い転位セルとサブグレインが混在した組織が観察された。内田ら<sup>8)</sup>はO調質の純アルミニウムの引張変形に伴う転位組織の変化を調査しており、15%引張変形までに形成された転位セル組織が35%引張変形まで明確な変化を示さないことを報告している。このことから、引張試験後に観察された転位セルは焼鈍時に粒成長した結晶粒内で形成されたと考えられる。また、サブグレインは50 min焼鈍材と同様に引張変形中には形成されず、引張変形前から存在していたものと考えられる。

### 3.4 伸びと組織の関係

3.1~3.3で示した実験結果から、伸びと組織の関係は以下のように考えられる。

20 min焼鈍材および50 min焼鈍材は粒界へ固溶鉄および固溶シリコンが濃度偏析し、粒内の固溶元素が希薄なサブグレイン組織であり、引張変形で導入された転位が速やかにサブグレイン粒界へ移動し、急激に回

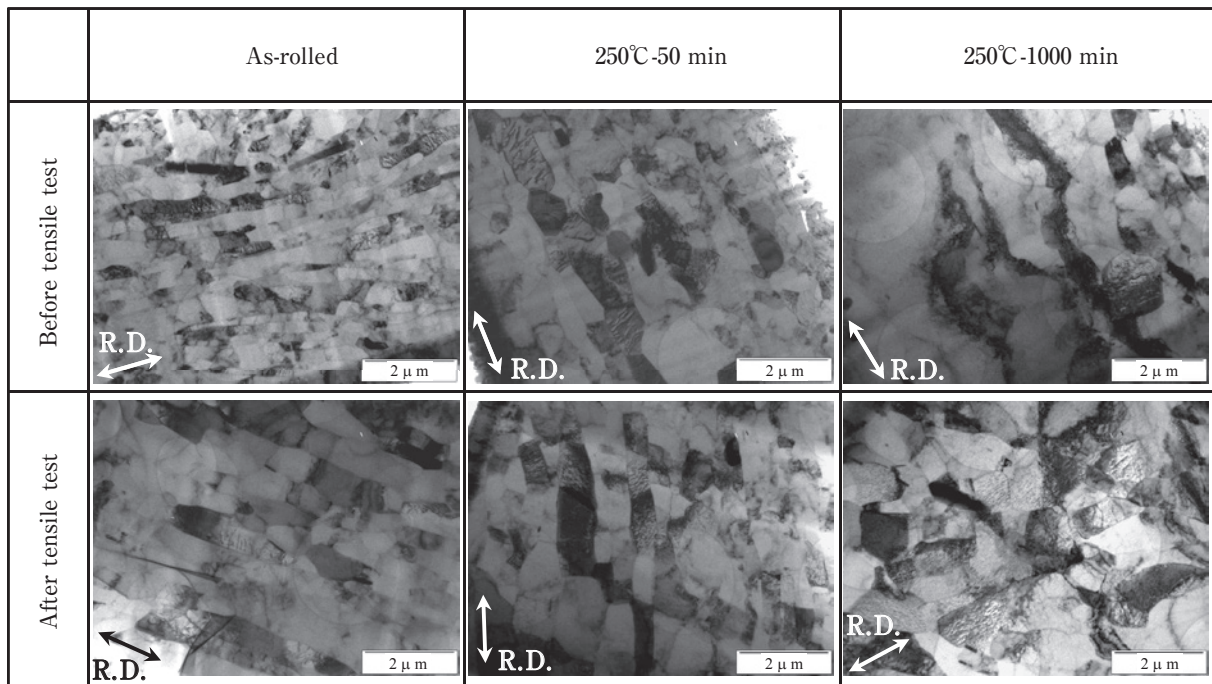


Fig. 8 Transmission electron micrographs (cross section parallel to the rolling) of the samples before and after the tensile test. The position at 200  $\mu\text{m}$  from the fracture part of the tensile test specimens was observed after the tensile test.

復が進行する。そのため、引張変形時の応力集中部である引張試験片の肩R部近傍で局所的なくびれが発生し、顕著に伸びが低下したと考えられる。但し、今回の組織観察では転位の挙動を直接観察できていないため、その回復機構は不明であり、今後の課題としたい。

冷延材は粒内に固溶鉄および固溶シリコンが多く存在する転位セルおよびサブグレインが混在した組織であり、引張変形の初期から回復は進行するが、粒内の固溶元素量が多いため、その進行が遅い。そのため、比較的均一変形し易く、20 min焼鈍材および50 min焼鈍材と比較して、高い伸びが得られたと考えられる。

1000 min焼鈍材は粒内の固溶鉄および固溶シリコンが希薄なサブグレインと粒成長した結晶粒が混在した部分再結晶組織であり、成長した結晶粒内では引張変形中に転位セルが形成され、この転位セルは引張変形中に明確な変化を示さず、安定な加工硬化を保ちながら変形が進行する。そのため、均一変形し易く、冷延材、20 min焼鈍材および50 min焼鈍材と比較して、高い伸びが得られたと考えられる。すなわち、再結晶率の増加(サブグレインの減少)に伴って、より安定な加工硬化を保ちながら変形が進行するため、伸びが増加すると思われる。

#### 4. 結 言

250°Cで最終焼鈍を行った1200アルミニウム板材を

用いて、延性に及ぼす焼鈍時間の影響を調査し、引張変形前後の光学顕微鏡組織および透過型電子顕微鏡組織の変化から伸びの低下原因について考察した結果、以下の結論を得た。

- (1) 冷延材の伸びは約5%であったが、20 min焼鈍材および50 min焼鈍材の伸びは1%以下まで低下した。その後、焼鈍時間の増加に伴って、伸びは増加した。
- (2) 20 min焼鈍材および50 min焼鈍材における著しい伸びの低下は、焼鈍時に粒界へ固溶鉄および固溶シリコンが濃度偏析し、粒内の固溶元素が希薄なサブグレイン組織が形成されたことにより、引張変形で導入された転位が速やかにサブグレイン粒界へ移動し、急激に回復が進行したため、引張変形時の応力集中部である引張試験片の肩R部近傍で局所的なくびれが発生したことが原因と考えられた。
- (3) 冷延材は粒内に固溶鉄および固溶シリコンが多く存在する転位セルおよびサブグレインが混在した組織であり、引張変形の初期から回復は進行するが、その進行が遅いため、比較的均一変形し易く、20 min焼鈍材および50 min焼鈍材と比較して、高い伸びが得られたと考えられた。
- (4) 1000 min焼鈍材は粒内の固溶鉄および固溶シリコンが希薄な部分再結晶組織であり、成長した結晶粒内では引張変形中に転位セルが形成され、



この転位セルは引張変形中に安定して存在できることから、加工硬化と回復がバランスを保ちながら変形が進行するため、均一変形し易く、20 min焼鈍材および50 min焼鈍材と比較して、高い伸びが得られたと考えられた。

## 謝 辞

収差補正走査/透過型電子顕微鏡観察およびEDS分析は九州大学ナノテクノロジープラットフォーム事業微細構造解析プラットフォームの共用設備である日本電子製JEM-ARM200Fを用いて行っており、観察および分析の際に多大なるご支援を頂いた九州大学友清芳二名誉教授、嶋田雄介特任助教および北海道大学池田賢一准教授に深く感謝申し上げます。

## 参考文献

- 1) I. Dover and H. Westengen: Aluminium, **60** (1984), E668-E671.
- 2) 森山 勉, 吉田英雄, 土田 信: 軽金属学会第73回大会講演概要, (1987. 11), 61-62.
- 3) 軽金属学会編: アルミニウム材料の基礎と工業技術, (1985), 154.
- 4) 森山 勉, 吉田英雄, 土田 信: 軽金属, **39** (1989), 184-189.
- 5) 森山 勉, 吉田英雄: 軽金属学会第68回大会講演概要, (1985. 5), 217-218.
- 6) 森山 勉, 吉田英雄, 土田 信: 軽金属学会第70回大会講演概要, (1986. 5), 89-90.
- 7) 森山 勉, 吉田英雄, 土田 信: 軽金属学会第71回大会講演概要, (1986. 11), 123-124.
- 8) 内田秀俊, 吉田英雄: 軽金属, **45** (1995), 193-197.



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



中村 拓郎 (Takuro Nakamura)  
(株)UACJ 押出加工小山 生産技術課



吉田 英雄 (Hideo Yoshida)  
(株)UACJ 技術開発研究所