論文

高強度 Al-Zn-Mg-Cu 合金の組織と引張特性に及ぼす 熱間圧延時の温度とひずみ速度の影響*

則包 一成**, 藤森 崇起***, 田中 宏樹****

Effects of Temperature and Strain Rate During Hot Rolling on Microstructure and Tensile Properties of High-Strength Al-Zn-Mg-Cu Alloy*

Kazushige Norikane**, Takayuki Fujimori*** and Hiroki Tanaka****

The effects of temperature and strain rate during hot rolling on the microstructure and the tensile properties of the high-strength Al-Zn-Mg-Cu alloy were investigated. The hot rolling was performed under controlled temperatures (300° C, 350° C and 400° C) and strain rates (0.3 s^{-1} and 2.0 s^{-1}). Hot-rolled samples were prepared by a solution heat treatment followed by T6 aging treatment. With the increase of the Z parameter calculated from the temperature and the strain rate during the hot rolling, the 0.2% proof stress after T6 treatment was increased by up to 20 MPa at the surface region of the rolled sheets and by up to 8 MPa at the center region. This is because the average subgrain diameter became smaller as the Z parameter increased. In addition, the 0.2% proof stress of the center region of the rolled sheets was about 70 MPa higher than that of the surface region. At the center region, the orientation densities of Brass texture (|011| < 211>), S texture (|123| < 634>), and Cu texture (|112| < 111>) were higher than that of the surface region became high.

Keywords: Al-Zn-Mg-Cu alloy, hot rolling, tensile properties, texture

1. 諸 言

Al-Zn-Mg-Cu系合金はアルミニウム合金の中で最高 強度を有することから,航空機,二輪車などの輸送機 用材料として用いられている。近年,輸送機にはより 一層の燃費向上が求められ,それを構成するアルミニ ウム合金にも軽量化のために更に高い強度が求められ ている。本合金系は,析出強化によって高い強度が得 られる時効硬化型アルミニウム合金である。その強化 機構は主にη'相による析出強化であるが,合金組成 (Zn/Mg比)に依存して形成する析出相が異なることが 報告されており,そのため,強度に及ぼす化学成分や熱 処理条件の影響に関して多くの研究がなされてきた1)~3)。

一方,本合金系の押出材では, [110]<111>を主方位 とする集合組織の発達が強度を向上させるとの報告が ある⁴⁾。強度に及ぼす集合組織の影響については, Al-Mg-Si系合金でも多く報告されており^{5).6)},集合組織 制御がアルミニウム合金の更なる高強度化に有効であ ると考えられる。しかし,本合金系の圧延材での強度 に及ぼす集合組織の影響に関する報告は少なく,圧延 加工時に形成される集合組織が強度に及ぼす影響は明 らかではない。

また,熱間加工時の加工条件が最終的な組織に及ぼ す影響に関しても多くの報告がなされている。平面ひ

* 本稿の主要部分は,軽金属,**69**(2019), 36-41に掲載。

The main part of this paper has been published in Journal of the Japan Institute of Light Metals, **69** (2019), 36-41. ** 株式会社 UACJ R&D センター 第四開発部

Development Department IV, Research & Development Division, UACJ Corporation *** 株式会社UACJ R&Dセンター 第三研究部

Research Department Ⅲ, Research & Development Division, UACJ Corporation **** 株式会社 UACJ R&D センター 第一研究部,博士(工学)

Research Department I, Research & Development Division, UACJ Corporation, Dr. Eng.

ずみ圧縮試験を用いたAl-Mg-Si系合金の再結晶挙動に 関する調査⁷⁾では、適切な加工条件(温度・ひずみ速度) を選択することで、繊維状組織が維持されることを報 告している。このように熱間加工時の温度・ひずみ速 度は下部組織の熱的安定性に影響を及ぼす。一般的に は、再結晶挙動は熱間加工中のZパラメータによって 整理され、Zパラメータが高くなった場合、再結晶が 生じる⁸⁾と考えられる。しかし、実際の熱間圧延中には 材料の温度およびひずみ速度がパス毎に変化していく ため、これらのパラメータの影響を定量的に評価する ことは困難であり、その報告例は少ない。また、圧延 では、圧延ロールとの接触により材料が加工されるた め、板厚方向で均一に加工が行われず、板厚方向で形 成される組織が異なる。

そこで本研究では、Al-Zn-Mg-Cu合金において、ロ ール加熱が可能な圧延機を用いることで、全圧延パス を通じて温度およびひずみ速度を制御した熱間圧延を 実施した。得られた圧延材の引張性質および板厚方向 の集合組織分布を調査し、熱間圧延時の組織形成に及 ぼす温度とひずみ速度の影響および圧延材の強度に及 ぼす集合組織の影響に関して調査した。

2. 実験方法

Table 1に示す化学組成の鋳塊を半連続鋳造法で作 製した。高Zn組成のAl-Zn-Mg-Cu合金であり, 遷移元 素としてジルコニウムを添加した。直径203 mmのビ レット形状に造塊し、大気炉で470℃-48 hの均質化処 理を行った。均質化処理後、機械加工によって厚さ 100 mm×幅135 mm×長さ300 mmの圧延ブロックを 作製した。実際の熱間圧延工程は多パスの工程であるた め、本検討においても、熱間圧延は100 mmから20 mm まで計12パスで行った。熱間圧延中の表面温度(300℃, 350℃および400℃) およびひずみ速度 (0.3 s⁻¹および 2.0 s⁻¹)を制御し,計6条件の熱間圧延板を作製した。 この際、ロール内部にカートリッジヒータを設置し、 ロールを加熱することができる圧延機⁹⁾を用いること で、熱間圧延中の材料の温度低下を抑え、全圧延パス を通じて材料温度が一定となるように制御した。ロー ル温度は300℃熱間圧延材では300℃,350℃熱間圧延 材および400℃熱間圧延材では350℃(装置の上限温度) に制御した。また、パス間の材料温度低下を抑えるた め、2パス毎の材料温度測定時を除き、パス間の時間を 置かず速やかに次のパスを行った。パス間時間は材料 温度測定を行った場合においても20 s以内であった。 熱間圧延時のひずみ速度は(1)式を用いて算出した¹⁰⁾。

$$\dot{\varepsilon} = \frac{U_R}{\sqrt{Rh_0}} \cdot \frac{2\sqrt{r}}{2-r} \tag{1}$$

ここで, $\dot{\epsilon}$ はひずみ速度, U_R はロール周速 (m/s), Rはロール半径 (= 0.13 m), h_0 は圧延前板厚 (m), rは 圧下率である。**Table 2**に各パスの圧下量およびロー ル周速を示す。0.3 s⁻¹熱間圧延材と2.0 s⁻¹熱間圧延材で 各パスの圧下量を揃え, また, 全パスを通じて圧下量 を極力揃えた (5~8 mm)。そして, ロール周速のみを 変化させることでひずみ速度を2水準に制御した。ま た, 熱間圧延時の潤滑油として難燃性のシリコンオイ ルを用いた。

熱間圧延後の板は大気炉で470℃-2hの溶体化処理 を行い,水焼入れを施した。さらに室温にて24h保持 した後,120℃-24hの人工時効処理を行い,T6材と した。

T6材については、L-ST断面の光学顕微鏡組織観察, TEM組織観察および導電率測定を行った。TEM組織 観察用試料は電解研磨法で作製し,組織観察は日本電 子製JEM2010 (加速電圧200 kV) で行った。導電率測 定は日本フェルスター製シグマテストを用い,室温で測 定した (測定周波数60 kHz)。強度については,引張試 験にて評価した。引張試験については,表層部および板 厚中心部より板厚4 mmのJIS13B号試験片 (標点距離 50 mm,平行部幅12.5 mm)を削り出し,圧延方向を引 張方向とし,インストロン型引張試験機を用い,2 mm/minの速度で試験を行った (室温)。また,T4処理

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

								(
Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn	Ti	Zr	Al
0.06	0.06	1.54	< 0.01	2.49	< 0.01	10.38	0.03	0.15	Bal.

Table 2Pass schedule in the hot rolling process.

		0.3 s ⁻¹	2.0 s ⁻¹	
Pass	/ mm	Rolling speed / m · min ⁻¹	Rolling speed / m·min ⁻¹	
	100			
1	92	7	50	
2	84	7	45	
3	76	6	40	
4	68	6	38	
5	61	5	36	
6	54	5	32	
7	47	4	28	
8	41	4	26	
9	35	4	24	
10	30	3	22	
11	25	3	18	
12	20	2	16	

後のサンプルに対し,SEM-EBSD解析および集合組織 解析を行った。SEM-EBSD解析はCarl Zeiss製FE-SEM (Ultra plus)を用い(加速電圧15 kV),L-ST断面に対 して行った。集合組織は板厚方向の表層部,板厚の1/4 (以下,t/4部),中心部の3ヵ所で評価した。リガク製 RINT2500を用い,X線反射法により,{111},{200}お よび{220}不完全極点図を測定し,ODF解析により各結 晶方位の方位密度(ランダム比)を求めて評価した。 ODF解析には「Standard ODF」¹¹⁾を用いた。

3. 実験結果および考察

3.1 熱間圧延時の圧延サンプルの温度履歴

Fig. 1に熱間圧延時2パス毎に接触式の温度計にて測 定した圧延サンプルの温度履歴を示す。いずれの温度 の場合も、熱間圧延後半において、ひずみ速度によっ てサンプル間に温度差が生じ、ひずみ速度が大きい条 件で熱間圧延中の温度が高くなった。これは、ひずみ 速度が大きいため加工発熱が大きくなること、ロール との接触時間が短くなることに起因していると推察で きる。また、400℃圧延材のみ、熱間圧延後半で温度が 低下傾向であった。これはロール温度が350℃とサン プル温度よりも低かったためと考えられる。以上のよ うな影響により、熱間圧延後半では多少温度が狙い温 度から外れているが、概ね温度3水準の熱間圧延材が 作製できた。

3.2 引張試験結果

Table 3に各熱間圧延板のZパラメータの計算結果 (全パスの平均値)を示す。Zパラメータは熱間圧延中 に実測したサンプルの表面温度と(1)式を用いて算出 したひずみ速度より,(2)式を用いて計算した¹²⁾。

$$Z = \dot{\varepsilon} \cdot \exp\left(\frac{Q}{RT}\right) \tag{2}$$

ここで、QはAlの活性化エネルギー(156 kJ/mol)、 Rは気体定数(8.314 J/(mol·K))、Tは温度(K)である。 Fig. 2にT6処理後の各サンプルの0.2%耐力(以下,耐力) と熱間圧延時のZパラメータの関係を示す。表層部と 板厚中心部を比べると、板厚中心部の耐力が約70 MPa 高い値であった。また、Zパラメータの増加(温度の低 下およびひずみ速度の増加)に伴い、耐力が高くなる傾 向が得られた。Zパラメータの変化に伴う耐力の変化 は表層部では最大20 MPa、板厚中心部では最大8 MPa であり、表層部の方が耐力に及ぼすZパラメータの影 響が顕著であった。

3.3 耐力に及ぼす組織の影響

耐力が変化する要因として,結晶粒径 (サブグレイン 粒径)¹³⁾,再結晶率,母相中の合金元素の固溶度¹²⁾,粒 内微細析出物¹³⁾および集合組織^{4)~6)}など項目が挙げら れる。そこでそれぞれの項目に関して調査を行った。



Fig. 1 Temperature histories of the sample during the hot rolling process.

 Table 3
 Average Z parameter in each hot rolling.

Temperature	300 °C		350) °C	400 °C		
Strain rate	2.0 s ⁻¹	0.3 s ⁻¹	2.0 s ⁻¹	0.3 s ⁻¹	2.0 s ⁻¹	0.3 s ⁻¹	
log Z	13.9	13.2	13.0	12.3	12.3	11.6	



Fig. 2 Relationship between the Z parameter in the hot rolling and the 0.2% proof stress of the T6 sheets.

Fig. 3にひずみ速度0.3 s⁻¹で熱間圧延したサンプルの T6処理後のL-ST断面の光学顕微鏡組織を示す。圧延 方向に伸びた繊維状組織が観察されたが,熱間圧延温 度が低いサンプル(300℃)では一部で微細な再結晶粒 が観察された。これは,熱間圧延時のZパラメータが 高く,導入されたひずみエネルギーが大きいので,再 結晶しやすくなっていたため⁸⁾と考えられる。また, 表層部では板厚中心部に比べわずかに再結晶率が高か った。ひずみ速度2.0 s⁻¹で熱間圧延したサンプルにお いても同様の傾向であった。Fig. 4にひずみ速度0.3 s⁻¹ で熱間圧延したサンプルのT6処理後のTEM組織を示



Fig. 3 Polarized optical microstructures of the T6 sheets. (strain rate: 0.3 s⁻¹)

す。いずれのサンプルにおいても、粒内には微細な析 出物が観察された。高Zn/Mg組成ではη'相が析出する と報告されている²⁾ことから、Fig. 4で観察された微細 析出物はη'相と考えられる。熱間圧延温度に寄らず、 観察された析出物の分散状態に有意差は認められなか った。また、表層部と板厚中心部においても、析出物の 分散状態は同等であった。T6材の導電率については、 いずれの熱間圧延条件(温度とひずみ速度)および板厚 位置(表層部、板厚中心部)においても29.1-29.3%IACS となり、有意差は認められなかった。このように、熱 間圧延条件および板厚位置による固溶析出状態の差は 認められなかった。Fig. 5にひずみ速度0.3 s⁻¹で熱間圧 延したサンプルのT4処理後のL-ST断面のSEM-EBSD



Fig. 4 TEM microstructures of (100). (T6 sheets, strain rate: 0.3 s⁻¹)



Fig. 5 Image quality (IQ) and grain boundary maps of the T4 sheets. In the grain boundary maps, the gray lines indicate small angle grain boundaries (misorientation angle: 2° -15°), and the black lines indicate large angle grain boundaries (misorientation angle: 15° -180°).

解析結果を示す。光学顕微鏡組織と同様に,熱間圧延 温度が低いサンプル (300°C) および表層部では一部で 再結晶粒が観察された。再結晶していない場所では, 方位差15°以下の小角粒界に囲まれたサブグレインが 形成していることが確認された。そこで観察されたサ ブグレインの平均粒径を求めた。EBSD解析結果より, 方位差15°以下の小角粒界に囲まれた部分の面積から, 各サブグレインの円相当径を計算し,解析視野 (300 μ m × 300 μ m) に含まれるサブグレインの平均粒 径*d*を求めた。熱間加工後のサブグレイン粒径*d*と熱 間加工条件は,(3)式のような実験式で関係づけられる ことが報告されている^{14).15}。

$$\frac{1}{d} = A \log Z + B \tag{3}$$

A, Bは実験定数である。Fig. 6に本試験での平均サ ブグレイン粒径dとZパラメータの関係を示す。本試 験の結果においても, d⁻¹とlog Zは線形関係を示し, Z パラメータが高い熱間圧延条件では, 溶体化処理後で あっても, 平均サブグレイン粒径が小さくなることが 確認された。Hall-Petchの関係¹⁶⁾として知られる結晶 粒微細化強化は, サブグレインにおいても同様な関係 があると報告されており¹⁷⁾,本試験においてZパラメ ータの増加に伴い, 耐力が高くなったのは, サブグレ インが微細化していたためと考えられた。

Fig. 7に圧延温度400℃ - ひずみ速度0.3 s⁻¹のサンプ ルのT4処理後のODF解析結果を示す。板厚中心部では, 圧延集合組織βファイバーの構成要素であるBrass方位 {011}<211>, S方位{123}<634>およびCu方位{112}<111> が顕著に発達し,その方位密度は高いレベルであった。 一方,表層部ではBrass方位,S方位およびCu方位の 方位密度は低かった。また,板厚中心部のBrass方位



Fig. 6 Relationship between the Z parameter of hot rolling and the average subgrain diameter of the T4 sheets.





Fig. 8 Orientation densities of (a) Surface, (b) t/4 and (c) Center of the T4 sheets.



などの方位密度に比べると方位密度は低いものの,表 層部ではRW方位 |001| <110>が若干存在していること が確認された。Fig. 8に各サンプルのBrass方位,S方 位およびCu方位の方位密度と熱間圧延時のZパラメー タの関係を示す。板厚中心部では、Zパラメータの増 加に伴い,Brass方位の方位密度が減少し,Cu方位の 方位密度が増加した。Al-Mg-Si系合金の冷間圧延材に おいて、冷間圧延率の増加(ひずみ量の増加)に伴い、 Brass方位の方位密度が減少し、Cu方位の方位密度が 増加することが報告されている^{18).19)}。本試験において Zパラメータが高い条件でCu方位の方位密度が増加し たのは、Zパラメータの増加に伴い、蓄積ひずみ量が 増加したためと考えられる。一方、表層部、t/4部では Zパラメータが変化しても,Brass方位,S方位,およ びCu方位の方位密度はほとんど変化せず,板厚中心部 に比べ,その方位密度は低かった。このように,表層 部と板厚中心部で集合組織の分散状態が異なっており, 集合組織が表層部と板厚中心部の耐力差に影響を与え ていると考えられた。Fig.9にStandard ODFから得 られた集合組織全体を考慮したTaylor因子を示す。板 厚中心部では,表層部とt/4部にくらべTaylor因子が 高い。板厚中心部では,Taylor因子が高いため,すべ り変形に必要な外力が大きくなり,その結果,表層部 より耐力が高くなったと考えられる。

ここでZパラメータの変化に伴う耐力の変化に対し て、改めて考察する。Zパラメータの増加に伴いサブグ レインが微細化し、耐力が上昇したと考えられるが、表 層部と板厚中心部では平均サブグレイン粒径の変化量は 同等 (表層部: 8.2 μm → 3.6 μm, 板厚中心部: 8.8 μm → 3.9 µm) であるが, 耐力の変化量が異なり, 板厚中 心部では耐力の変化量が小さい。これは板厚中心部で は集合組織の集積が強かったためと考えられる。結晶 粒およびサブグレイン微細化強化は、結晶粒界および サブグレイン粒界がすべりの障壁として働くために発 生する。強い集合組織を有する場合、隣接粒のすべり 系が近似しているため、すべりの障壁としての粒界の 寄与は少なくなる。Fig. 10にEBSD解析より得られた 圧延温度300℃-ひずみ速度0.3 s⁻¹のサンプルの方位差 分布を示す。板厚中心部では表層部にくらべ、方位差 5°以下の粒界の割合が大きく、すべりの障壁としての 粒界の寄与が小さいと考えられる。このため、板厚中 心部ではサブグレイン微細化強化の影響が小さかった と考えられる。



Fig. 10 Misorientation angle histograms of the T4 sheet (temperature: 300°C, strain rate: 0.3 s⁻¹).

3.4 板厚方向の組織差に関する考察

以上の結果より, 圧延材の板厚方向で再結晶挙動, 集合組織が大きく異なり, 耐力に影響を及ぼすことが 分かった。板厚方向に生じる組織差は、熱間圧延時に 生じたものと考えられる。 圧延中はロールとの摩擦, ロールバイト部の幾何学的形状による不均一な変形, ロールへの抜熱などにより、板厚方向に温度およびひ ずみの分布を生じると考えられる。本試験ではロール 加熱によりロールへの抜熱を少なくし、表層部の温度 低下を抑えることで、板厚方向の温度分布を小さくし ている。そのため、本試験では板厚方向のひずみ分布 が熱間圧延時の板厚方向の組織差に強く影響したと考 えられる。加えて、本試験の熱間圧延板の表層部の集 合組織解析において (Fig. 7), RW 方位 {001} <110> が若 干存在していることが認められた。RW方位は圧延時 の摩擦係数が大きい場合20)や、せん断変形が強く作用 する際に生じる²¹⁾との報告がある。再結晶および集合 組織の形成に関しては、せん断変形の有無が影響する と考えられる。本試験において表層部と板厚中心部で 集合組織が大きく異なり、表層部では集合組織の分散 状態にZパラメータの影響がそれほど見られなかった のは、せん断変形やそれに伴う再結晶の影響が強かっ たためと考えられる。また、表層部のせん断変形に関 しては、潤滑の条件や圧延ロールの直径なども影響す るため、この点に関しても検討の余地がある。

4. 結 言

温度およびひずみ速度を制御した熱間圧延材の引張 性質および板厚方向の集合組織分布を調査し,熱間圧 延時の組織形成に及ぼす温度とひずみ速度の影響およ び圧延材の強度に及ぼす集合組織の影響に関して調査 した結果,次のことが明らかとなった。

- (1) 熱間圧延時の温度とひずみ速度より算出される Zパラメータの増加に伴い,T6処理後の耐力が 圧延材の表層部では最大20 MPa,板厚中心部で は最大8 MPa上昇した。これはZパラメータの 増加に伴い,平均サブグレイン粒径が小さくな ったためと考えられた。
- (2) 板厚中心部では強い集合組織を有するため、方 位差5°以下の粒界の割合が大きかった。このた め、すべりの障壁としての粒界の寄与が小さく なり、表層部に比べ、サブグレイン微細化によ る耐力上昇量が小さかったと考えられた。
- (3) 板厚中心部では表層部に比べ,耐力が約70 MPa 高い値であった。これは板厚中心部では表層 部に比べ,圧延集合組織βファイバー(Brass 方位{011}<211>,S方位{123}<634>,Cu方位 {112}<111>)が顕著に発達し,その結果,表層部 に比べ板厚中心部では高いTaylor因子を有して いたためと考えられた。
- (4)表層部では板厚中心部とは異なり,圧延集合組織が発達しなかった。表層部ではRW方位 {001}<110>が観察されたことから,ロールとの 摩擦などによるせん断変形のため,板厚中心部 とは異なる集合組織となったと考えられた。

謝辞

この成果は、国立研究開発法人 新エネルギー・産業 技術総合開発機構 (NEDO)の委託業務の結果得られた ものです。

参考文献

- 1) J.Gjønnes and C.J.Simensen: Acta Metall., 18 (1970), 881-890.
- 2) 李昇原,渡邉克己,松田健二,西村克彦,布村紀男,戸田 裕之,平山恭介,清水一行,高紅叶,山口正剛,海老原健一, 板倉充洋,都留智仁,吉田朋夫,村上哲,池野進:軽金属, 67 (2017),162-167.
- 3) 岩村信吾, 箕田 正, 吉田英雄: 軽金属, 60 (2010), 75-78.
- 4) 新里喜文, 箕田 正, 吉田英雄: 軽金属, 63 (2013), 218-222.
 5) 稲数直次, 北村昌彦, 松本英幹: 日本金属学会誌, 50 (1986),
- 6) 稲数直次,井上博史,金野泰幸:軽金属,38(1988),102-106.

1016-1022

- 7) 田中宏樹,長井康礼:軽金属, 66 (2016), 2-8.
- 小菅張弓訳:再結晶と金属組織の制御,静岡新聞社,(2003), 308-333.
- 9) 田中宏樹, 吉田英雄:金属, 73 (2003), 220-223.
- 10) 堀内 良: 軽金属, 31 (1981), 431-444.
- 11) 井上博史:まてりあ、40(2001)、589-591.
- 12) 大堀紘一,竹内庸:アルミニウム材料の基礎と工業技術, 編集 村上陽太郎,軽金属協会,(1985), 79-110.
- 13) 大堀紘一,竹内 庸:アルミニウム材料の基礎と工業技術, 編集 村上陽太郎,軽金属協会,(1985),142-185.
- 14) E.Nes: Scripta Mater., **33** (1995), 225-231.
- 15) 中村正久, 植木正憲, 堀江史郎: 軽金属, 25 (1975), 81-87.
- 16) E.O.Hall: Proc. Phys. Soc., 64 (1951), 747-753.
- 17) D.J.Abson and J.J.Jonas: Met.Sci.J., 4 (1970), 24-28.
- 18) 竹田博貴, 日比野旭, 高田 健: 軽金属, 62 (2012), 60-66.
- 19) 松本克史, 杉崎康昭: 軽金属, 55 (2005), 113-119.
- 20) 上城太一, 関根和喜, 松川 靖, 野口延夫:日本金属学会誌, 36 (1972), 669-673.
- 21) P.J.Regenet and H.P.Stuwe: Z. Metallkde., 54 (1963), 273-278.



則包 一成 (Kazushige Norikane) (株) UACJ R&D センター 第四開発部



```
藤森 崇起 (Takayuki Fujimori)
(株)UACJ R&Dセンター 第三研究部
```



田中 宏樹 (Hiroki Tanaka) (株) UACJ R&D センター 第一研究部 博士 (工学)