



# HOKKAIDO UNIVERSITY

|                  |                                                                                                              |
|------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| Title            | 6111アルミニウム合金のリジング発生に及ぼす加工熱処理の影響とCube方位粒形成過程                                                                  |
| Author(s)        | 池田, 賢一; 宮田, 幸昌; 吉原, 隆浩 他                                                                                     |
| Citation         | 軽金属, 64(8), 353-360<br><a href="https://doi.org/10.2464/jilm.64.353">https://doi.org/10.2464/jilm.64.353</a> |
| Issue Date       | 2014-08-30                                                                                                   |
| Doc URL          | <a href="https://hdl.handle.net/2115/75344">https://hdl.handle.net/2115/75344</a>                            |
| Type             | journal article                                                                                              |
| File Information | J. Jpn. Inst. Light Met. 64(8)_ 353-360 (2014).pdf                                                           |



# 6111 アルミニウム合金のリジング発生に及ぼす 加工熱処理の影響と Cube 方位粒形成過程\*

池田 賢一\*\*・宮田 幸昌\*\*\*・吉原 隆浩\*\*\*\*  
高田 尚記\*\*\*\*\*・中島 英治\*\*

Journal of The Japan Institute of Light Metals, Vol. 64, No. 8 (2014), 353–360  
© 2014 The Japan Institute of Light Metals

## Effect of thermo-mechanical treatment on ridging behavior and cube-oriented grain formation process in 6111 aluminum alloy\*

Ken-ichi IKEDA\*\*, Yukimasa MIYATA\*\*\*, Takahiro YOSHIHARA\*\*\*\*  
Naoki TAKATA\*\*\*\*\* and Hideharu NAKASHIMA\*\*

Al–Mg–Si alloys are suitable materials for automotive body application because of a good formability, a good corrosion resistance and a satisfactory strengthening. However, it is well known that when some kinds of Al–Mg–Si alloy sheets are stretched along the transverse direction, rope-like profiles (ridging/roping) parallel to the rolling direction develop on the surface. The purpose of this study is to clarify the ridging development in Al–Mg–Si alloy (6111 aluminum alloy). The effect of thermo-mechanical treatment on ridging development was investigated by 3D profile microscope and SEM/EBSD method. Rope-like profiles tended to develop remarkably in the hot-rolled and intermediate-annealed sheets. In highly ridging developed sample, there were many bands of cube-oriented grains (cube bands). Therefore, in this study, the cube-oriented grain formation process was also investigated by SEM/EBSD and TEM observation. Microstructure observations revealed that cube-oriented grains formed during the hot rolling process could remain due to rod-like precipitates in grain. And then, these cube-oriented grains were grown along the rolling direction during the intermediate annealing. Crystal orientation analysis shows the stored energy of the cube-oriented grains in the cold rolled sheet was lower than that of other-oriented grains. Therefore, we concluded that cube bands are preferentially formed during solutionized treatment.

(Received January 29, 2014 Accepted April 24, 2014)

**Keywords:** Al–Mg–Si alloy, 6111 aluminum alloy, ridging, roping, texture

### 1. 緒 言

地球環境問題を考えるうえで、自動車の軽量化は必要不可欠であり、アルミニウム合金を自動車用材料として用いる需要は増加している。Al–Mg–Si 系合金は、中強度で成形性が良好であること、溶体化処理後の塗装焼付けによる高強度化（ベークハード）が期待できることなどから、自動車用ボディパネル材料として適した特性を有している。しかし、成形加工時に「リジング (Ridging)」または「ローピング (Roping)」と呼ばれる筋状の表面凹凸が発生すること

があり、製品として用いる際に美観を損ねるという問題がある。アルミニウム合金に発生するリジングとは、圧延材の板幅方向 (Transverse Direction: TD) と引張軸を一致させた際に引張変形が施されると、圧延方向 (Rolling Direction: RD) に沿った筋状の表面凹凸が発生することをいう。これまでにリジングを含む表面凹凸に関する研究は、アルミニウム合金<sup>1)~12)</sup>だけでなく、フェライト系ステンレス鋼等の鉄鋼材料<sup>13)~17)</sup>でも広く行われている。Wittridge and Knutsen は、Al–Mn 系合金において、立方体方位粒 ( $\{100\} \langle 001 \rangle$  方位、以下、Cube 方位粒) と再結晶により生じる R 方位間で

\* ReX&GG III にて一部発表。

\*\* 九州大学 大学院総合理工学研究院 融合創造理工学部門 (〒816–8580 福岡県春日市春日公園6–1)。Department of Engineering Sciences for Electronics and Materials, Faculty of Engineering Sciences, Kyushu University (6–1 Kasuga-koen, Kasuga-shi, Fukuoka 816–8580). E-mail: ikeda.ken-ichi.544@m.kyushu-u.ac.jp

\*\*\* 九州大学 大学院総合理工学府 物質理工学専攻 大学院生 (春日市) [現在: 神鋼ファブテック株式会社]。Graduate Student, Department of Molecular and Material Sciences, Interdisciplinary Graduate School of Engineering Sciences, Kyushu University (Kasuga-shi, Fukuoka) [Present: Shinko Fab Tech, Ltd.]

\*\*\*\* 九州大学 大学院総合理工学府 物質理工学専攻 大学院生 (春日市) [現在: トヨタ自動車株式会社]。Graduate Student, Department of Molecular and Material Sciences, Interdisciplinary Graduate School of Engineering Sciences, Kyushu University (Kasuga-shi, Fukuoka) [Present: Toyota Motor Corporation]。

\*\*\*\*\* 東京工業大学 大学院理工学研究科 材料工学専攻 (東京都)。Department of Metallurgy and Ceramics Science, Graduate School of Science and Engineering, Tokyo Institute of Technology (Meguro-ku Tokyo)。

塑性変形能の差が生じ、表面凹凸の起因となることを実験的に示している<sup>2)</sup>。また、Baczynskiらは、Al-Mg-Si系合金の一つである6111アルミニウム合金のリジング発生をGoss方位（ $\{110\} \langle 001 \rangle$ ）粒の分布状態が主な要因であると述べている<sup>3)</sup>。一方で、Bennettらは、同じAl-Mg-Si系合金である6061アルミニウム合金では、Cube方位粒のバンド状分布がリジングに最も影響を与えていると述べており<sup>9)</sup>、統一した見解が得られていないのが現状である。また、実験的解析と合せて結晶塑性有限要素法などによるシミュレーションも盛んに行われている。Raabeらは、後方散乱電子線回折（Scanning Electron Microscopy/Electron Back Scattering Diffraction: SEM/EBSD）法で得られた結晶方位、粒径および集合組織の情報を有限要素解析に用いて、実際に生じる表面凹凸との比較を行った。その結果、同じ結晶方位の集合体（Cluster）の生成が表面凹凸に効いており、軟質結晶粒と硬質結晶粒が隣接すると表面凹凸が顕著に現れることを示している<sup>6)</sup>。GuillotinらやEnglerらは、6016アルミニウム合金のリジング発生について、板厚方向の結晶方位分布も考慮した結晶塑性有限要素シミュレーションを行い、表層から120 $\mu\text{m}$ までの結晶方位分布がリジング発生に寄与している<sup>11), 12)</sup>。このようにアルミニウム合金のリジングなどの表面凹凸の発生と材料組織の関係に関する研究は約20年近く行われているが、未解明な点が残っている。これらの研究では、実際に表面凹凸が発生した試料とそうでない試料の比較を行っているものがほとんどであり、加工熱処理工程による違いについてはあまり述べられていないのが現状である。

そこで本研究では、Al-Mg-Si系合金の一つである6111アルミニウム合金を対象として、本合金の熱間圧延ならびに中間焼なましがりジング発生に及ぼす影響を明らかにすることを目的とした。具体的には、加工熱処理工程中の熱間圧延終了温度と中間焼なましの有無を変化させた溶体化処理材について引張試験を施し、超深度形状測定顕微鏡を用いて、表面凹凸の評価を行った。また、SEM/EBSD法を用いた結晶方位解析により、得られた集合組織や結晶粒径の情報をもとにリジング発生機構について検討した。

さらに、上記の検討の結果、本合金においてはCube方位

粒のバンド状分布がりジング発生の主な要因であることが明らかになったので、溶体化処理前の加工熱処理工程において、Cube方位粒のバンド状成長過程を各工程後試料の組織解析を行うことで検討した。

## 2. 実験方法

### 2.1 試料および加工熱処理工程

試料は、軽金属学会 中強度アルミニウム合金の材料物性部会より供与された6111アルミニウム合金である。本研究で用いた合金の化学組成をTable 1に示す。

本研究では、この試料に対して均質化処理（550°C-28.8ks）→熱間圧延（46mm→5mm）→中間焼なまし（410°C-9ks）→冷間圧延（5mm→1mm）→溶体化処理（535°C-600s）の加工熱処理を施した。加工熱処理の影響を検討するために、異なる熱間圧延終了温度（272°C, 299°Cおよび354°C）で熱間圧延を施し、中間焼なましの有無を変化させた。これら6種類の試料に上記の冷間圧延と溶体化処理を施した厚さ1mmの薄板を、その後の解析に用いた。以降、熱間圧延終了温度と中間焼なましの有無により、これらの溶体化処理材を272°C-ST材、272°C IA-ST材、299°C-ST材、299°C IA-ST材、354°C-ST材および354°C IA-ST材と示す。また、熱間圧延終了温度272°Cと354°Cの熱間圧延後（272°C-HR材、354°C-HR材）の中間焼なまし後（354°C-IA材）および冷間圧延後（354°C IA-CR材）の各板材を取得し、主にCube方位粒の成長に着目して集合組織形成過程について調査した。各試料の加工熱処理工程および試料名の詳細をTable 2に示す。

### 2.2 リジング特性評価

リジングの発生と加工熱処理工程の関係を調査するために、各試料の冷間圧延におけるTDが引張軸と一致するよう

Table 1 Chemical composition of alloy used for this experiment (mass%).

| Mg   | Si   | Cu   | Fe   | Mn   | Al   |
|------|------|------|------|------|------|
| 0.77 | 0.66 | 0.78 | 0.04 | 0.14 | Bal. |

Table 2 Production process and sample names of alloy used for this experiment.

| Homogenized treatment<br>550°C-28.8 ks          | Hot rolling<br>46 → 5mm | Intermediate annealing<br>410°C-9 ks | Cold rolling<br>5 → 1mm | Solutionized treatment<br>535°C-600 s | Sample name |
|-------------------------------------------------|-------------------------|--------------------------------------|-------------------------|---------------------------------------|-------------|
| ○                                               | 272°C                   | ×                                    | ○                       | ○                                     | 272°C-ST    |
|                                                 |                         | ○                                    |                         |                                       | 272°CIA-ST  |
|                                                 | 299°C                   | ×                                    |                         |                                       | 299°C-ST    |
|                                                 |                         | ○                                    |                         |                                       | 299°CIA-ST  |
|                                                 | 354°C                   | ×                                    |                         |                                       | 354°C-ST    |
|                                                 |                         | ○                                    |                         |                                       | 354°CIA-ST  |
| <div><div>↓</div><div>↓</div><div>↓</div></div> |                         |                                      |                         |                                       |             |
| Sample name                                     | 272°C-HR                | 354°C-IA                             | 354°CIA-CR              |                                       |             |
|                                                 | 354°C-HR                |                                      |                         |                                       |             |

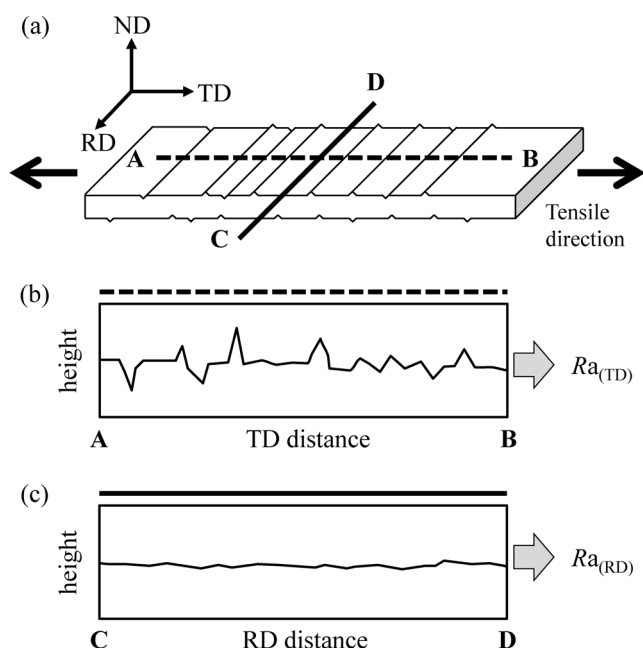


Fig. 1 Schematic explanation of difference of roughness between TD and RD.

な平行部長さ10mm、幅4mmの引張試験片を作製した。リジング発生の有無を明らかにするために、表面にエメリー紙による湿式研磨ならびにダイヤモンドペーストを用いたバフ鏡面研磨を施した。これらの試料を、株式会社島津製作所製 AUTOGRAPH AG-10TA を用いて、初期ひずみ速度  $8.3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  の条件で引張試験を行った。一部の試料は、公称ひずみ1.5%で変形を中断させた1.5%変形材とした。試験後の表面凹凸を超深度形状顕微鏡（レーザ顕微鏡）により測定し、TDとRDの表面粗さの差を用いてリジング程度の評価を行った。使用したレーザ顕微鏡は株式会社KEYENCE製 VK-8500である。Fig. 1にリジング程度の評価方法の模式図を示す。Fig. 1(a)に示すように1.5%変形材の表面の三次元表面形状を測定し、Fig. 1(b)と(c)のようにTDとRDに平行方向の表面粗さ（算術平均粗さ： $R_a$ ）を複数点算出し、両者の差  $R_{a(TD)} - R_{a(RD)}$  をリジング程度の指標とした。

### 2.3 結晶方位解析

各試料の結晶粒径や集合組織成分の占有率および分布状態を明らかにするために、SEM/EBSD法による結晶方位解析を行った。解析用試料は、引張試験片と同様の手法で鏡面研磨を施した後、過塩素酸、エチレングリコールおよびエタノールを容積比で1:2:7となる電解研磨液により、液温約2°C、電圧約20Vの条件で電解研磨を行った。用いたSEM/EBSD解析装置は、株式会社TSLソリューションズ製 OIM Data Collection を備えた株式会社日立ハイテクノロジー製 SEM S-3000H および FE-SEM S-4300 である。加速電圧はそれぞれ25kVと20kVである。1.5%変形材は、圧延面法線方向（Normal Direction: ND）に垂直な面（ND面）を、測定点間距離  $3 \mu\text{m}$  で測定した。また、熱間圧延後（272°C-HR材、354°C-HR材）、中間焼なまし後（354°C-IA材）および冷間圧延後（354°C-IA-CR材）の試料は、TD面を測定点間距離  $0.15 \sim 2 \mu\text{m}$  で測定を行った。結晶方位解析には株式会社TSLソリューションズ製 OIM Analysis を用いて、結晶粒径、各集

合組織成分の分布状態および粒内ひずみの評価を行った。

結晶粒内の微小方位差は、粒内に蓄積するひずみに対応すると考えられる。一般に、一次再結晶による結晶粒成長の場合、粒内の蓄積ひずみエネルギー差を駆動力とする<sup>18)</sup>。したがって、本研究のように加工熱処理による集合組織形成を議論するうえで、蓄積ひずみエネルギーを評価することは重要である。そこで、各結晶粒内の平均方位差 $\theta$ から、蓄積ひずみエネルギー $E$ を求めた。なお、本研究では $\theta$ に、SEM/EBSD法による蓄積ひずみエネルギー評価に用いられてきた Kernel Average Misorientation (KAM) 値<sup>19), 20)</sup>を用いた。KAMは結晶方位情報をもとに、隣接する測定点間の方位差を平均化したものである。この $\theta$ より転位密度 $\rho$ を式(1)により求めた。

$$\rho \approx \frac{2a\theta}{bd} \quad (1)$$

ここで、 $\theta$ は方位差15°以上の大角粒界で囲まれた同一結晶粒内の平均KAM値 [rad]、 $b$ はバーガースベクトルの大きさ ( $2.86 \times 10^{-10} [\text{m}]$ )、 $d [\text{m}]$ は結晶方位解析の測定点間距離および $a$ は粒界の成分に依存する定数である。 $a$ は傾角粒界では $a=2$ となり、ねじり粒界では $a=1$ である。本研究では、微小方位差における粒界性格の判別を行っていないため、 $a=1.5$ とした。この $\rho [\text{m}^{-2}]$ をもとに $E [\text{J} \cdot \text{m}^{-3}]$ を式(2)により求めた。

$$E = \frac{1}{2} \rho G b^2 \quad (2)$$

ここで、 $G$ は剛性率 (26.1 [GPa]) である。

### 2.4 微細組織観察

本研究では、熱間圧延におけるCube方位粒の成長に及ぼす析出物等の影響を検討するために、354°C-HR材の透過電子顕微鏡 (Transmission Electron Microscope: TEM) 観察を行った。観察用試料は、TD面もしくはND面が観察面となるように板状に切り出し、湿式研磨により薄片化後、硝酸およびエタノールを容積比で3:7となる電解研磨液により、液温約-40°C、電圧10~15Vの条件でツイングジェット式電解研磨法により薄膜化した。使用したTEMは日本電子株式会社製 JEM-2000EX/T と FEI 製 TECNAI-F20 であり、いずれも加速電圧200kVの条件で観察した。

## 3. 実験結果および考察

### 3.1 リジング程度の定量的評価<sup>21)</sup>

各試料のND面の結晶方位分布図をFig. 2に示す。観察は試料極表面層で行い、図中の色付けは、ND面の方位を標準ステレオ三角形に基づくカラーキーで表示した。これらの結果より、結晶粒径はIA-ST材 (Fig. 2(b), (d) および (f)) の方が同一温度でのST材 (Fig. 2(a), (c) および (e)) よりも微細であることがわかった。これは、3.3節にも述べるが、410°C-9ksの中間焼なまし過程で熱間圧延組織内に部分的な回復・再結晶が生じるため、新たに結晶粒が生成することによるものと考えられる。

熱間圧延終了温度が272°Cと354°Cの試料の引張試験で得られた応力-ひずみ曲線をFig. 3に示す。中間焼なましを施した試料 (IA-ST材) の方が、中間焼なましを施していない試料 (ST材) よりも0.2%耐力が約30MPa低く、破断伸びが2.5~5%程度大きい傾向にあった。自動車用ボディパネル材

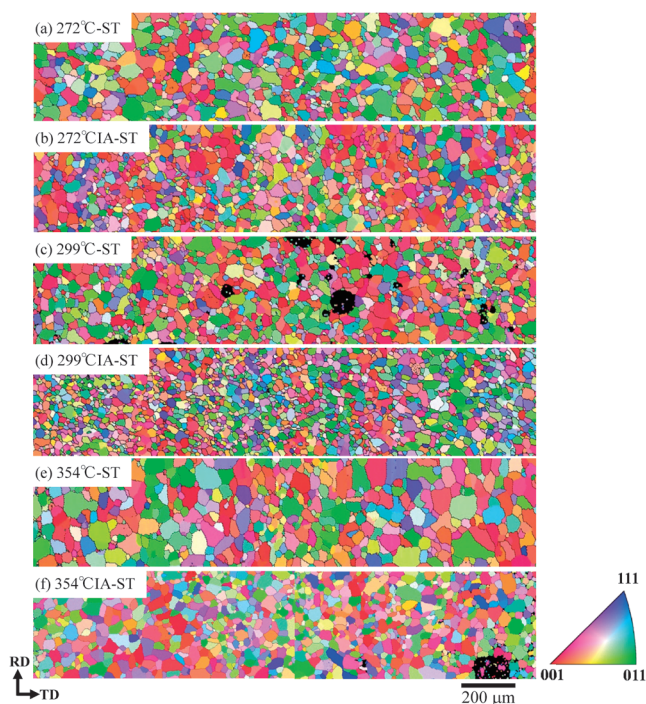


Fig. 2 Crystal orientation distribution of the samples.

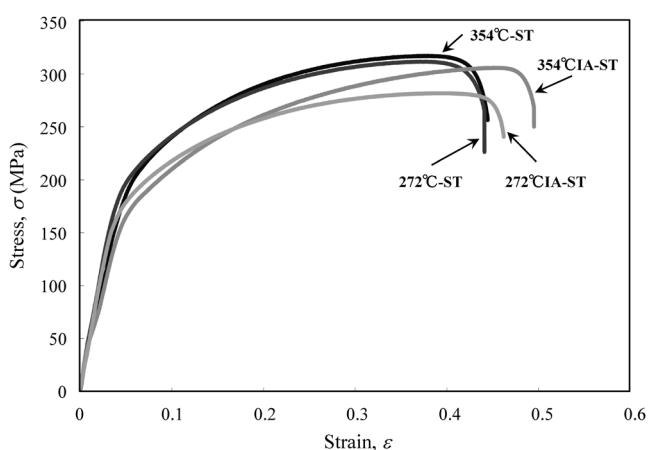


Fig. 3 Typical stress-strain curves of the samples.

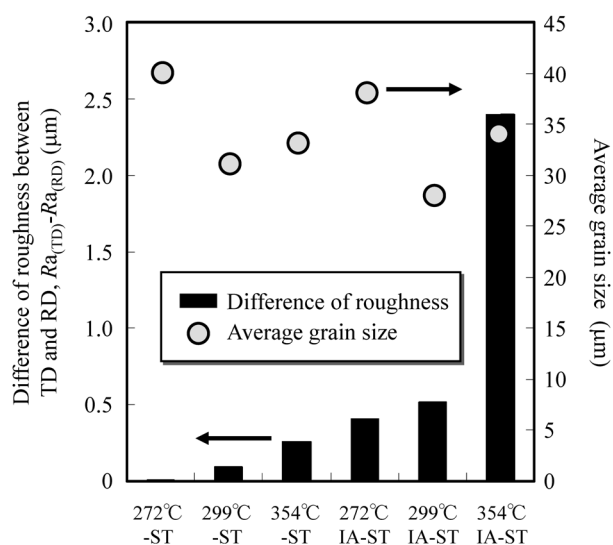


Fig. 4 Difference of roughness between TD and RD, and average grain size of the 1.5% stretched samples.

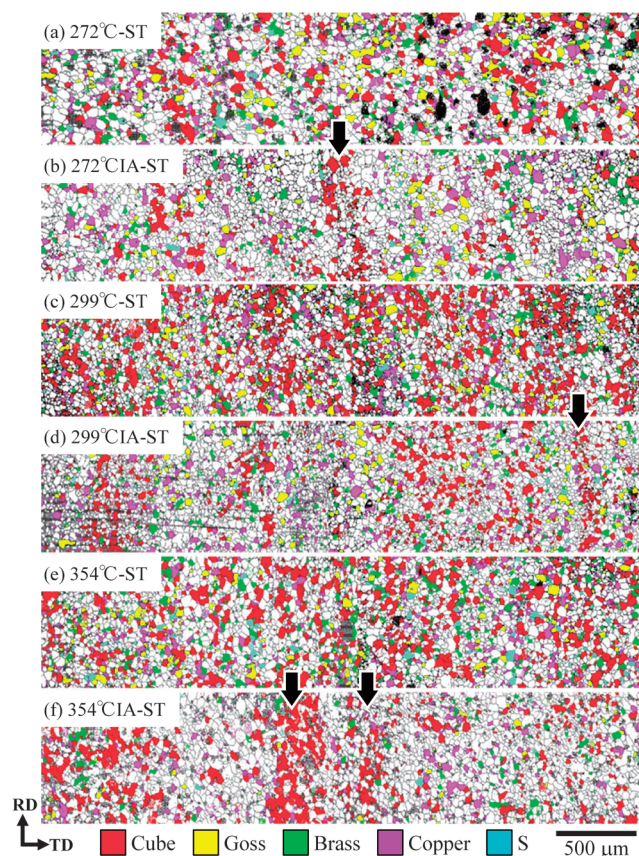


Fig. 5 Texture components distribution of the samples after 1.5% stretching.

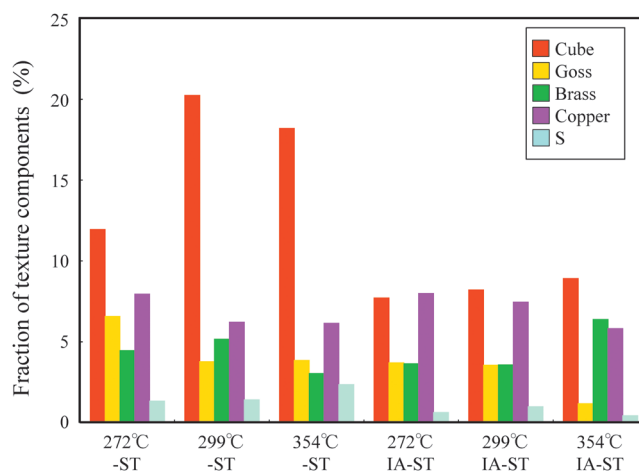


Fig. 6 Fraction of texture components in the samples after 1.5% stretching.

への適用を考えると、IA-ST材の方が、0.2%耐力が低く、均一伸びが大きいことから、プレス成形性に優位な素材であると言える。セレーションの発生はなく、中間焼なましの有無による違いはあるものの、熱間圧延終了温度による力学特性の顕著な違いは認められなかった。これらの試料の破断後の各試験片の表面を観察したところ、すべてのIA-ST材にはRDに沿った筋状のコントラストが確認できた。これは、TD方向引張で形成したリジングと考えられるので、その程度を定量的に評価するためにレーザ顕微鏡による表面凹凸を計測した。Fig. 4に各試料の1.5%変形材の $Ra_{(TD)}-Ra_{(RD)}$

とその試料の結晶方位情報から得た平均結晶粒径を示す。いずれの試料も平均結晶粒径は30~40 $\mu\text{m}$ となり、同一熱間圧延終了温度ではIA-ST材の方が、結晶粒径が同等かわずかに微細であり、Fig. 2で示した傾向と同等であった。一方で、 $Ra_{(TD)}-Ra_{(RD)}$ はIA-ST材の方が大きくなっており、熱間圧延終了温度が高くなるほどその値は大きかった。また、354°C IA-ST材のTD方向と平行方向の表面凹凸の実測値が最大で約30 $\mu\text{m}$ であった。すなわち、加工熱処理工程中に中間焼なましを行い、また熱間圧延終了温度が高くなるほどリジングが顕著に発生することがわかった。また、平均結晶粒径とリジング程度には相関がなかったため、結晶粒径はリジング発生には影響を及ぼさないことも明らかになった。これは、Fe添加量を変化させることで結晶粒径を変化させた、種々の6111アルミニウム合金のリジング特性には大差がないという報告<sup>8)</sup>と一致する。したがって、リジング発生には、加工熱処理工程で形成される集合組織の影響が強いことが示唆された。

### 3.2 リジング発生と集合組織の関係

TD方向からの引張試験の結果より、熱間圧延終了温度と中間焼なましの有無がリジング発生に強く影響を及ぼすことが明らかになった。これらの加工熱処理工程により集合組織が異なることが示唆されるので、各試料の1.5%変形材の集合組織分布を調査した。Fig. 5は、各試料の1.5%変形材の集合組織成分の分布状態を示している。図中の色付けは、再結晶集合組織と強圧延集合組織成分であるCube: {100}〈001〉, Goss: {110}〈001〉, Brass: {110}〈112〉, Copper: {121}〈111〉およびS: {123}〈634〉の分布状態を示している。結晶方位解析は1.5%変形後に電解研磨により鏡面研磨を施した領域となるため、試料表層から約30 $\mu\text{m}$ 内部で得られたものである。図中の色付けは、S方位以外は各方位の理想方位から15°以内をその方位に属するとみなして表示し、S方位は5°以内として表示した。これらの集合組織成分の総面積における占有率(面積分率)がFig. 6である。リジング発生に関連すると報告されているCube方位やGoss方位の占有率は、リジングが顕著に確認されたIA-ST材よりもむしろST材の方が高い傾向にある。この結果は、占有率とリジング発生には相関がないことを示しており、これらの結晶粒の分布状態が重要であることを示唆するものである。実際に、Fig. 5内に示した矢印領域のように、IA-ST材には、Cube方位粒のバンド状分布が多く観察された。本研究では、リジング発生に影響を及ぼすとされるGoss方位粒については、バンド状分布は確認できなかったため、以降では、Cube方位粒の存在状態について述べることにする。

最もリジングが発生した354°C IA-ST材とほとんど発生しなかった272°C-ST材のCube方位粒の分布状態を定量的に評価した。Cube方位粒の分布状態を明確にするために粒子の無秩序分布理論を参考にしてCube方位粒のTD方向における最近接中心間距離 $l_s$ の分布を求めた。Fig. 7に両試料のCube方位粒の $l_s$ の相対頻度分布を示す。354°C IA-ST材では、Cube方位粒の $l_s$ が20~60 $\mu\text{m}$ 付近に集中しており、全体の約55%を占めている。これは、TD方向にCube方位粒の分布が密になっている領域が存在することを示している。一方、272°C-ST材では、200 $\mu\text{m}$ までの頻度が高くなっているが、顕著なピークを示しておらず、分布はランダムであると

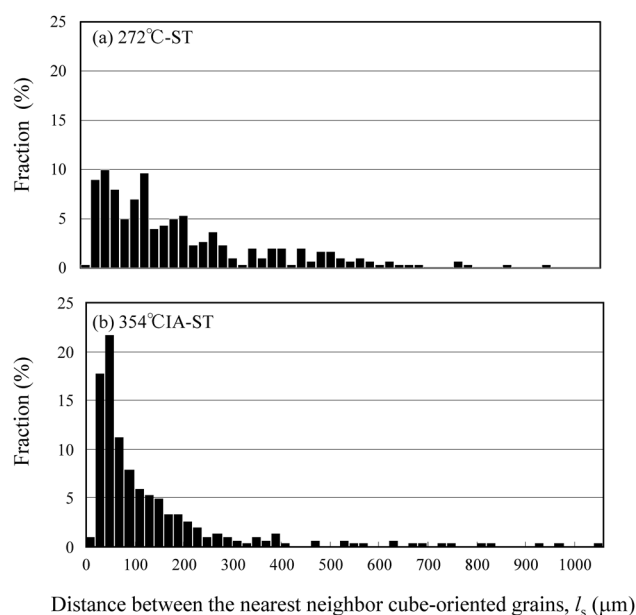


Fig. 7 Distance between the nearest neighbor cube-oriented grains in (a) 272°C-ST and (b) 354°C IA-ST samples.

考えられる。実際にFig. 5の集合組織成分の分布状態を確認すると、354°C IA-ST材においてCube方位粒のバンド状分布が確認できる(矢印領域)。また、354°C IA-ST材のCube方位粒のバンド状分布領域と表面凹凸が対応することを確認した<sup>21)</sup>。したがって本合金では、TD方向の引張変形におけるTaylor因子が低いCube方位粒が隣接する他方位結晶粒との塑性変形能の差によって表面凹凸すなわちリジングが発生すると結論付けることができる。

以上の結果より、リジングの発生には、再結晶組織中のCube方位粒のバンド状分布が強く影響することがわかった。特に、表層から約30 $\mu\text{m}$ 以内に存在するCube方位粒群が重要であるといえる。次項では、Cube方位粒が加工熱処理工程中にどのように存在するのかを検討する。特に、本研究で用いた6111アルミニウム合金は、6000系アルミニウム合金で生成する $\text{Mg}_2\text{Si}$ だけでなく、銅添加による種々の析出物の存在が集合組織形成に影響を及ぼすこと<sup>22)</sup>が予想される。そこで、溶体化処理前の加工熱処理工程におけるCube方位粒の形成過程について析出物の存在状態も考慮する。

### 3.3 加工熱処理工程中のCube方位粒形成過程

Fig. 8は、272°C-HR材と354°C-HR材のTD面のND方向結晶方位分布図とFig. 5と同様の代表的な集合組織成分分布図である(以下、結晶方位分布図と集合組織分布図は同様の情報を示す)。両試料とも典型的な圧延集合組織を呈しているが、354°C-HR材はCube方位粒の存在頻度が高いことがわかった。これらのCube方位粒の蓄積ひずみエネルギーを評価するために、より短い測定点間距離で解析した結晶方位分布図と集合組織分布図をFig. 9に示す。Fig. 9(b)の集合組織分布図には、黒線で15°以上の大角粒界を、青線でそれ以下の小角粒界も同時に示す。観察した領域には、各集合組織成分を有する結晶粒が存在していた。この視野を含む数視野での平均KAM値 $\theta$ 、転位密度 $\rho$ および蓄積ひずみエネルギー $E$ をTable 3に示す。なお、Goss方位粒は観察視野内の存在頻度が低かったため除外した。Cube方位粒の $E$ は他方位の $E$ と

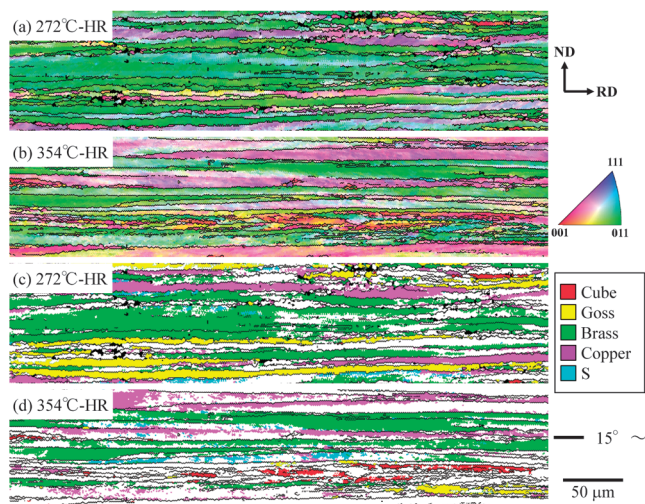


Fig. 8 Crystal orientation (a), (b) and texture components (c), (d) distributions of 272°C-HR (a), (c) and 354°C-HR (b), (d) samples.

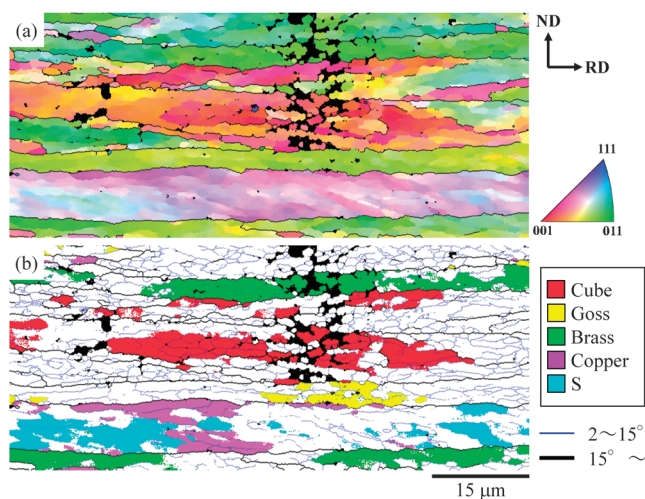


Fig. 9 Crystal orientation (a) and texture components (b) distributions of 354°C-HR sample.

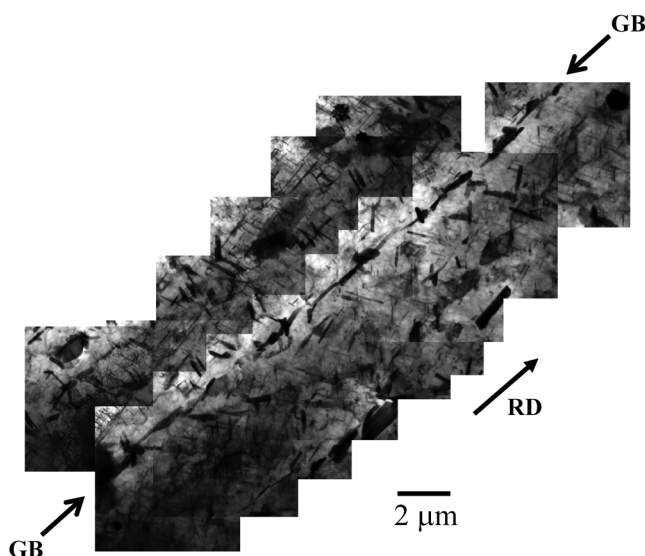


Fig. 10 BF-TEM image of 354°C-HR sample.

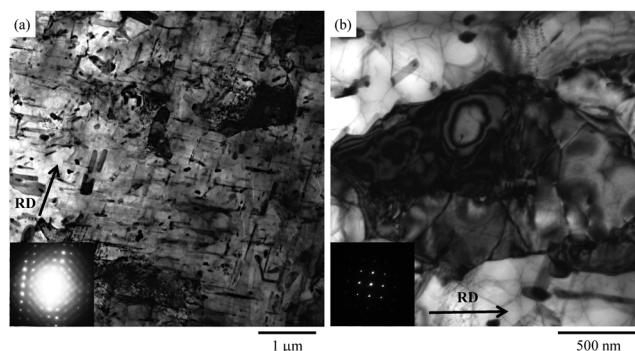


Fig. 11 BF-TEM images of cube-oriented grains in 354°C-HR sample.

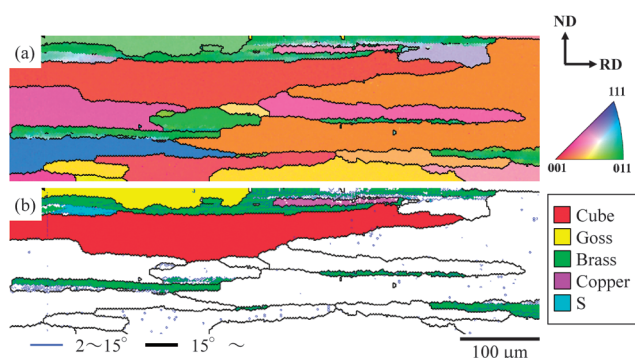


Fig. 12 Crystal orientation (a) and texture components (b) distributions of 354°C-IA sample.

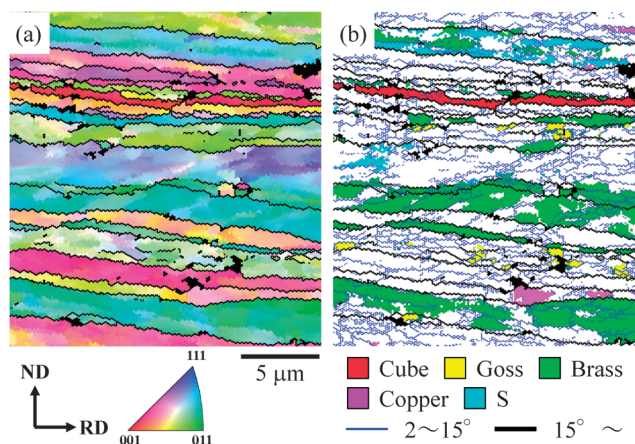


Fig. 13 Crystal orientation (a) and texture components (b) distributions of 354°C-IA-CR sample.

ほぼ同等であることがわかった。この結果は、その後の中間焼なましにおいて、通常の一次再結晶で駆動力とされる蓄積ひずみエネルギー差は小さく、Cube方位粒の優先成長が生じる可能性が低いことを示唆するものである。そこで、Cube方位粒がその後の工程においても残存し、バンド状に分布する理由を検討するために、354°C-HR材のTEM観察を行った。Fig. 10は、354°C-HR材のTD面のTEM明視野像である。圧延方向(RD)に伸びた結晶粒の粒界近傍に暗いコントラストで示される板状析出物が、粒内に棒状析出物が存在することがわかった。別視野においては、粒内の棒状析出物

**Table 3** Kernel Average Misorientation, dislocation density and stored energy in the grains with each texture component in 354°C-HR sample.

| Texture components                                               | Cube<br>{100} <001> | Brass<br>{110} <112> | Copper<br>{112} <111> | S<br>{123} <634> | Others |
|------------------------------------------------------------------|---------------------|----------------------|-----------------------|------------------|--------|
| Kernel Average Misorientation, $\theta$ /deg.                    | 0.423               | 0.414                | 0.532                 | 0.513            | 0.658  |
| Dislocation density, $\rho$ / $\times 10^{14} \text{ m}^{-2}$    | 5.16                | 5.06                 | 6.50                  | 6.27             | 8.03   |
| Stored energy, $E$ / $\times 10^5 \text{ J} \cdot \text{m}^{-3}$ | 5.51                | 5.40                 | 6.93                  | 6.69             | 8.57   |

**Table 4** Kernel Average Misorientation, dislocation density and stored energy in the grains with each texture component in 354°C IA-CR sample.

| Texture components                                               | Cube<br>{100} <001> | Brass<br>{110} <112> | Copper<br>{112} <111> | S<br>{123} <634> | Others |
|------------------------------------------------------------------|---------------------|----------------------|-----------------------|------------------|--------|
| Kernel Average Misorientation, $\theta$ /deg.                    | 0.630               | 0.958                | 0.867                 | 0.841            | 1.334  |
| Dislocation density, $\rho$ / $\times 10^{14} \text{ m}^{-2}$    | 7.69                | 11.69                | 10.58                 | 10.26            | 16.28  |
| Stored energy, $E$ / $\times 10^5 \text{ J} \cdot \text{m}^{-3}$ | 8.21                | 12.48                | 11.30                 | 10.95            | 17.38  |

が観察できない結晶粒も存在した。エネルギー分散型X線分光法（Energy Dispersive X-ray Spectroscopy: EDS）による析出物の組成分析の結果、Al, Mg, SiおよびCuを含む化合物であることが明らかになった。これらの析出物は、6111 アルミニウム合金で報告されているQ相<sup>23)</sup>等であることが推察され、その後の各結晶粒の成長挙動に影響を及ぼすことが考えられる。

そこで、Cube方位粒内の析出物分布状態を確認するために、ND面でのTEM観察を行った。Fig. 11は、TEM内での傾斜を行わない状態で、電子線入射方向が[001]となるCube方位粒と断定できる2つの結晶粒のTEM明視野像である。Fig. 11(a)は多くの棒状析出物が存在しており、析出物の伸長方向と母相の[100]ならびに[010]方向とのなす角度は約12°となった。このような析出形態を有する析出物は、QP相やQC相と呼ばれる六方晶系の析出物の報告<sup>23)~25)</sup>と一致する。また、この六方晶系の析出物のc軸の格子定数は0.405 nmと報告されており、アルミニウムの格子定数とほぼ一致することから、析出した場合は安定に存在できると考えられる。一方で、Fig. 11(b)の中心に観察される暗いコントラストのCube方位粒内には、棒状析出物は観察されず、粒内には多数の転位も観察された。このように同じCube方位粒であっても棒状析出物が存在する場合とそうでない場合があることがわかった。棒状析出物が粒内に存在する場合、母相とある特定の方位関係で析出していることから、熱間圧延中に他方位粒が成長する際に粒界が棒状析出物から強い抵抗を受けることが考えられる。したがって、その後の工程後の析出物の存在状態を詳細に観察する必要があるが、354°C-HR材に存在したCube方位粒は棒状析出物の存在により、その後の工程においても残存する傾向にあることが示唆された。

Fig. 12に、中間焼なまし後の試料である354°C-IA材の結晶方位分布図と集合組織分布図を示す。図に示すように観察視野内にCube方位粒を含む粗大な再結晶粒が存在していた。また、一部の結晶粒は微小方位差を示す青線の密度が高かった。これは、410°Cで9ksの中間焼なましでCube方位粒だけでなく多くの他方位を有する結晶粒も粒成長するが、一次再

結晶が完了する条件ではないことを示しており、いわゆる部分的な再結晶が生じている状態であると言える。この中間焼なましの工程だけでは、Cube方位粒がその後の工程においても残存し、バンド状に分布することを示すことはできない。ただし、熱間圧延で残存したCube方位粒は中間焼なまし工程で圧延方向に粗大化することは示された。

354°C IA-CR材の結晶方位分布図と集合組織分布図をFig. 13に示す。集合組織分布図に示すように、圧延方向に伸長したCube方位粒の存在を確認できた。Fig. 13(b)に示すように、Cube方位粒と比べて他方位粒内の青線の密度が高いことがわかる。354°C-HR材（Table 3）と同様に、KAM値を用いた各集合組織成分の蓄積ひずみエネルギー等をTable 4に示す。Cube方位粒のEが他方位のそれよりも明らかに低い。これは、中間焼なましの段階で残存するCube方位粒が、圧延により作用する板幅方向・板厚方向への応力によっても格子回転を起こさずに変形できることに加え、導入されたひずみが蓄積しにくい方位であること<sup>18), 26)</sup>が理由である。このCube方位粒はその後の溶体化処理により蓄積ひずみエネルギー差を駆動力とした優先成長が生じ、バンド状に残存すると思われる。

以上の結果より、熱間圧延終了温度が高い圧延板には、Cube方位粒が形成・残存しやすく、中間焼なましにおいて粗大化後、冷間圧延においても格子回転を起こさずに、蓄積ひずみエネルギーを低く残存できることから、溶体化処理によりバンド状に分布成長できると結論付けられる。このように、熱間圧延中のCube方位粒の制御がリジング抑制には重要であり、加工熱処理工程を調整することにより、発生を抑える材料に制御できると考えられる。

#### 4. 結 言

本研究では、Al-Mg-Si系合金である6111アルミニウム合金のリジング発生と内部の集合組織の関係を明らかにするために、加工熱処理工程を変化させた試料を用いて、両者の関係を検討した。また、リジング発生に大いに影響を及ぼすCube方位粒の加工熱処理工程中の成長過程についても検討

した。その結果、以下のような結言を得た。

(1) 熱間圧延終了温度による引張変形挙動には大差はないが、中間焼なましを施し、熱間圧延終了温度が高いほど、筋状の凹凸の高低差が大きくなること、すなわち、リジングの発生が顕著になることが明らかになった。

(2) リジングの発生と集合組織成分の関係を検討した結果、各集合組織成分の占有率(存在頻度)が同じであっても、その集積度合がリジング発生に強く影響を与えること、特にCube方位粒のバンド状分布がRDに沿って形成されることが原因になることが明らかになった。

(3) 熱間圧延終了温度が高い熱間圧延板には、安定な粒内析出物の存在により、Cube方位粒が形成・残存しやすい。また、Cube方位粒は中間焼なましにおいて粗大化後、冷間圧延においても格子回転を起こさずに、蓄積ひずみエネルギーを低く残存できることから、溶体化処理によりバンド状に分布成長できる。

(4) 熱間圧延板のCube方位粒の存在が、リジング発生に強く影響を及ぼすことから、この工程でのCube方位粒生成を抑えることが、リジング抑制につながるといえる。

## 謝 辞

本研究は九州大学大学院総合理工学研究院の吉田冬樹博士(現 株式会社中山製鋼所)、波多 聡准教授より、有意義なご指導、ご助言をいただいた。深く感謝申し上げます。また、本研究は軽金属学会中強度アルミニウム合金の材料物性部会の共通試料を用いて行われたものである。試料を提供していただいた株式会社神戸製鋼所ならびに部会関係各位に深く感謝の意を表す。なお、本研究の一部は公益財団法人軽金属奨学会の支援、ならびに文部科学省科学研究費補助金・若手研究(B)(課題番号19760511)の助成により行われたものである。ここに特記して感謝の意を表す。

## 参 考 文 献

- 1) A. J. Beaudoin, J. D. Bryant and D. A. Korzekwa: *Metall. Mater. Trans.*, **29A** (1998), 2323–2332.
- 2) N. J. Wittridge and R. D. Kuntzen: *Mater. Sci. Eng. A*, **269** (1999), 205–216.
- 3) G. J. Baczynski, R. Guzzo, M. D. Ball and D. J. Lloyd: *Acta Mater.*, **48** (2000), 3361–3376.
- 4) P. D. Wu, D. J. Lloyd, A. Bosland, H. Jin and S. R. MacEwen: *Acta Mater.*, **51** (2003), 1945–1957.
- 5) P. D. Wu, D. J. Lloyd and S. R. MacEwen: *Scr. Mater.*, **48** (2003), 1243–1248.
- 6) D. Raabe, M. Sachtler, H. Weiland, G. Scheele and Z. Zhao: *Acta Mater.*, **51** (2003), 1539–1560.
- 7) Z. Zhao, R. Radovitzky and A. Cuitiño: *Acta Mater.*, **52** (2004), 5791–5804.
- 8) H. Jin and D. J. Lloyd: *Mater. Sci. Eng. A*, **403** (2005), 112–119.
- 9) T. A. Bennett, R. H. Petrov and L. A. I. Kestens: *Scr. Mater.*, **61** (2009), 733–736.
- 10) S. Kusters, M. Seefeldt and P. Van Houtte: *Mater. Sci. Eng. A*, **527** (2010), 6239–6243.
- 11) A. Guillotin, G. Guiglionda, C. Maurice and J. H. Driver: *Metall. Mater. Trans. A*, **42A** (2011), 1919–1924.
- 12) O. Engler, C. Schafer and H.-J. Brinkman: *Acta Mater.*, **60** (2012), 5217–5232.
- 13) 武智 弘, 加藤 弘, 角南達也, 中山 正: *日本金属学会誌*, **31** (1967), 717–723.
- 14) H.-J. Shin, J.-K. An, S.-H. Park and D.-N. Lee: *Acta Mater.*, **51** (2003), 4693–4706.
- 15) P. D. Wu, H. Jin, Y. Shi and D. J. Lloyd: *Mater. Sci. Eng. A*, **423** (2006), 300–305.
- 16) P. D. Wu, D. J. Lloyd and Y. Huang: *Mater. Sci. Eng. A*, **427** (2006), 241–245.
- 17) C. Zhang, Z. Liu and G. Wang: *J. Mater. Process. Technol.*, **211** (2011), 1051–1059.
- 18) たとえば、池田賢一, 津曲兼一郎, 吉田冬樹, 中島英治, 阿部弘: *軽金属*, **51** (2001), 119–124.
- 19) Y. Takayama and J. A. Szpunar: *Mater. Trans.*, **45** (2004), 2316–2325.
- 20) N. Takata, K. Ikeda, H. Nakashima and N. Tsuji: *Mater. Sci. Forum*, **558–559** (2007), 351–356.
- 21) K. Ikeda, T. Yoshihara, N. Takata and H. Nakashima: *Mater. Sci. Forum*, **558–559** (2007), 71–76.
- 22) O. Engler and J. Hirsch: *Mater. Sci. Eng. A*, **336** (2002), 249–262.
- 23) C. D. Marioara, S. J. Andersen, T. N. Stene, H. Hasting, J. Walmsley, A. T. J. Van Helvoort and R. Holmestad: *Philos. Mag.*, **87** (2007), 3385–3413.
- 24) C. Cayron, L. Sagalowicz, O. Beffort and P. A. Buffat: *Philos. Mag. A*, **79** (1999), 2833–2851.
- 25) K. Matsuda, D. Teguri, Y. Uetani, T. Sato and S. Ikeno: *Scr. Mater.*, **47** (2002), 833–837.
- 26) 田上 稔, 樫原恵蔵, 岡田達也, 猪子富久治: *日本金属学会誌*, **64** (2000), 535–542.