

論文の内容の要旨

論文題目 : アルミニウム合金の再結晶方位の形成過程と微量元素の影響に関する研究

氏名 : 梶原 桂

世界的な地球環境、資源の保護が叫ばれている中、自動車分野では、燃費の向上による排出CO₂の削減のため車体の軽量化が進められている。鋼よりも軽量でリサイクル性に優れるアルミニウム合金の適用が進みつつあるが、アルミニウム合金は、鋼に比べて延性が低くプレス成形性に劣るため、適用拡大には成形性の向上、特に、深絞り性の向上が重要である。アルミニウム合金の成形性には、圧延、熱処理過程で形成される特定な結晶方位に配向した集合組織が大きく影響を及ぼしており、典型的には、圧延過程でβ-fiber方位群と呼ばれるBrass方位($\{011\}\langle 211\rangle$)～S方位($\{123\}\langle 634\rangle$)～Cu方位($\{112\}\langle 111\rangle$)の連続した方位群が形成され、これに再結晶熱処理を施すとCube方位($\{001\}\langle 100\rangle$)を主方位とする集合組織が形成される。深絞り性の向上にはCube方位を抑制してβ-fiber方位や{111}面を残留・発達させることが有効であるが、Cube方位は、アルミニウム合金の再結晶熱処理で最も強く発達する方位であり、従来その抑制は十分には達成できていない。Cube方位の抑制のためには、冷間加工率の低減や最終焼鈍温度の低減などの方策が考えられるが、強度や成形性などの特性との両立や製品板厚の観点から、冷間加工率や焼鈍条件だけで制御することは難しく、未だ有効な技術指針はない。また、学術研究の面でも、「Cube方位を発達させるための因子」に関するは研究がなされてきたものの、「発達を抑制する因子」についてはほとんど議論されていない。

本研究では、アルミニウム合金の深絞り性の向上のために、再結晶集合組織としてCube方位を抑制し、β-fiber方位ならびに板面方位の{111}面を残留させて発達させる組織制御に向けて、再結晶集合組織の形成過程を詳細に解析するとともに、微量元素であるFeの固溶・析出状態に着目して、再結晶集合組織形成に及ぼす影響の解明と制御因子としての可能性の検討を行った。

本論文は、7章から構成される。要約すると、以下の通りである。

第 1 章では、アルミニウム合金の再結晶組織の形成と制御に関する従来の研究を調査した結果を述べ、本研究の意義と目的を述べた。

第 2 章では、Cube 方位を抑制するための影響因子を明らかにするために、高純度アルミニウムを用いて熱間圧延～冷間圧延～最終焼鈍の一貫工程での組織変化を調査するとともに、最終焼鈍における再結晶集合組織の形成過程を Electron Back Scatter Pattern (EBSP) を用いて詳細に調査した。この結果、Cube 方位の発達は、冷間圧延前の熱間圧延板の結晶粒径に影響を受け、その抑制のためには、熱間圧延過程で粗大結晶粒を生成させることによって Cube 方位の核生成を低減できることがわかった。また Cube 方位は、再結晶前の冷間圧延集合組織の影響を受け、Brass 方位が支配的な場合は、Cube 方位の核生成頻度は低いことも見出した。しかしながら、冷間圧延板の組織の全域で Brass 方位だけを発達させることは、現実的には難しいことから、現実的には熱間圧延後の結晶粒の粗大化を前提に再結晶過程で Cube 方位と β -fiber 方位、{111} 面粒の成長の競合関係を制御する必要があるとの結論を得た。

第 3 章では、再結晶過程で Cube 方位の成長を抑制し β -fiber 方位や{111}面粒を残留させるための影響因子について検討した。Al-3mass%Mg 合金を用い、加熱ステージを備えた EBSP によって、再結晶集合組織の形成過程について同一視野内の逐次観察手法を確立し、特定の結晶方位粒の核生成から成長、および収縮、消滅する連続的な挙動を初めて明らかにした。その中で、アルミニウム合金での{111}面粒の生成分布や優先成長の挙動について明らかにするとともに、Cube 方位の発達によって β -fiber 方位や{111}面は減少することがわかった。これより Cube 方位の成長を抑制することができれば、 β -fiber 方位や{111}面が残存した再結晶集合組織が形成できるとの指針を提示した。

第 4 章では、Cube 方位の粒成長を抑制する手段として、アルミニウム合金における微量元素である Fe の固溶、析出状態の活用に着目し、その影響を検討した。Fe を微量含有する純アルミニウムを用いて固溶、析出状態が異なる試料を作製し、第 3 章で確立した EBSP 観察手法によって再結晶集合組織の形成過程を調査した。その結果、Fe の固溶、析出状態の違いが再結晶集合組織の形成過程に影響及ぼすことを初めて見出し、固溶 Fe 量が約 60ppm 多い試料では再結晶初期段階での Cube 方位の成長が抑制され、 β -fiber 方位群や板面{111}面粒が増加することを実験的に明らかにした。これらの観察により、再結晶集合組織の形成、特に Cube 方位粒の成長に対して、Fe の析出状態による影響は相対的に小さく、固溶 Fe の影響が支配的であることを示した。これは、固溶 Fe による再結晶温度の上昇による再結晶 Cube 方位の遅延ならびに固溶 Fe のドラッグ効果による Cube 方位の粒成長抑制により、既に加工組織中に存在する β -fiber 方位粒や{111}面粒が蚕食されず確保できると考えられた。

第 5 章では、第 4 章での知見を実際の製造工程に展開するため、Fe の固溶・析出状態を定量的に予測するモデルの構築を行った。Fe 系析出物の TTP 曲線や熱間加工に伴う析出促進効果を考慮したモデルを検討し、第 4 章と同じく Fe を微量含有する純アルミニウムを用いて実験による検証を行った。これにより、アルミニウム合金の Fe の固溶、析出状態を定量的に予測できるモデルを初めて構築し、等温熱処理条件や熱間加工条件の変化に伴う固溶 Fe 量の変化を定量的

に予測することが可能になった。これらの定式化から、再結晶集合組織を制御するための固溶 Fe を確保するための製造工程での温度、時間変化を定量的に予測でき、工程条件の設計に活用できるようになった。

第 6 章では、本研究で得られた知見を活用した再結晶組織制御を工業的に応用した結果について述べた。実際のアリミニウム合金の製造工程で熱間圧延での組織、Fe の固溶量、析出の制御を、絞り加工品の成形性向上、印刷版や建材の表面品質の向上や自動車パネル材の表面品質の向上に適用し、品質向上、生産量の拡大、コスト低減等の実効を得ることができた。絞り加工品では、固溶 Fe を確保するための製造条件の制御により、最終板での β -fiber 方位の増加と絞り成形性の向上を実際の製品板で実証することができた。

第 7 章では、以上の結果を総括した。

以上のように、本論文では、再結晶集合組織の形成過程について、同一視野によるその場観察技術を確立することにより、連続的かつ詳細な方位解析を行い、再結晶集合組織の形成過程を明らかにするとともに、深絞り性を向上させるための理想の再結晶集合組織形態として Cube 方位を抑制し、 β -fiber 方位と板面方位の{111}面を形成させる指針として、固溶 Fe 量を確保することが有効であることを示した。そして、アリミニウム合金の再結晶集合組織の制御に微量元素の Fe の固溶、析出状態の制御を活用することが有効であることを初めて実験で明らかにするとともに、その制御を可能にする予測モデルを確立した。そして、これらの知見を実際のアリミニウム合金の生産技術に応用し、工業レベルで材料の性能向上に繋がることを示した。