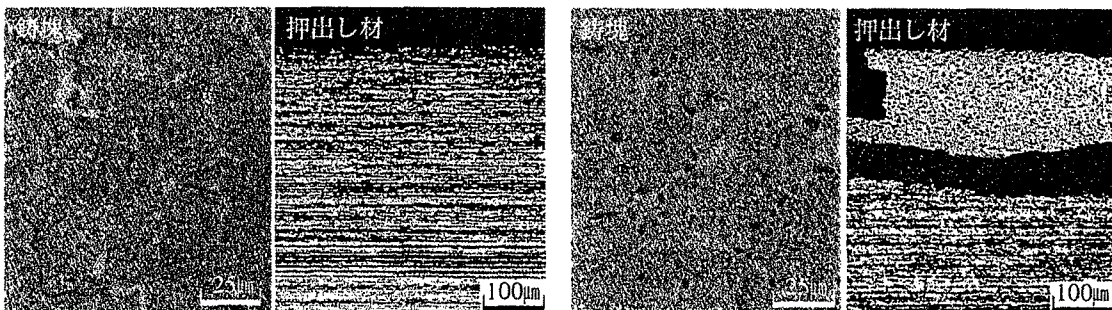


氏名	みのだ ただし 箕田 正
授与学位	博士（工学）
学位授与年月日	平成14年5月8日
学位授与の根拠法規	学位規則第4条第2項
最終学歴	平成2年3月 東北大学工学部材料加工学科 卒業
学位論文題目	アルミニウム合金の結晶粒制御による材質の向上
学位審査委員	主査 東北大学教授 池田 圭介    東北大学教授 丸山 公一 東北大学教授 粉川 博之

## 論文内容要旨

アルミニウム合金は、比重が鉄鋼の約1/3であることから、軽量化を目的として輸送機部材への適用が広がってきている。輸送機構造材として用いる場合には、応力腐食割れや粒界腐食性の改善が課題であり、外装品として用いる場合には、高い外観品質が求められるため、表面欠陥の抑制が課題である。これら解決を要する課題の内容は異なるものの、そのいずれも加工工程における微視的組織の制御が大きく関わっている。本研究では、これまであまり注目されていなかった鑄塊の組織制御をも含めて、組織に対する影響因子を明確化し、課題解決のための最適な組織制御条件を検討した上で、上記課題の解決を検討した。

従来、再結晶挙動に及ぼすマイクロ組織的因子として、固溶元素および第2相粒子が考えられているが、セル境界の成分偏析の影響については明らかでない。そこで、Al-Mn系アルミニウム合金を用い、均質化処理により原料鑄塊のセル境界における成分偏析を変化させ、熱間押出しを行った。なお、どちらも粒内には再結晶を抑制する $0.1\mu\text{m}$ 以下の第2相粒子が高密度に分散している。鑄塊および押出し材の光学顕微鏡組織を図1に示すが、セル境界の成分偏析が大きい場合には、断面全体に繊維状組織が形成され、再結晶抑制効果が大きかったが、セル境界の成分偏析が小さい場合には、繊維状組織+粗大再結晶粒組織の混在組織が形



(a) セル境界の成分偏析が大きい場合

(b) セル境界の成分偏析が小さい場合

図1 鑄塊および押出し材の光学顕微鏡組織

成され、前者よりも再結晶抑制効果は小さかった。従来は再結晶に及ぼすセル境界の成分偏析の影響について、ほとんど議論されていなかったが、セル境界を超えた再結晶を困難にすることが新たな知見として得られた。組織制御を行う場合には、セル境界の制御も考慮に入れる必要がある。

このように、鋳塊組織は再結晶挙動に大きく影響を及ぼすが、展伸材の表面品質にも影響を及ぼす。押し出し材の代表的な表面欠陥として、むしれ状のピックアップ欠陥があるが、その発生機構は明らかでなかった。そこで、Al-Mg-Si系合金を用いて、ピックアップ欠陥の発生原因と考えられているAlFeSi晶出物の形態および成分元素の影響を調査し、欠陥発生メカニズムの解明を行った。その結果、ピックアップ欠陥は鋳塊のセル境界に晶出した $\beta$ -AlFeSi晶出物( $Al_5FeSi$ )と $Mg_2Si$ 化合物が、押し出し加工発熱によって849Kに達すると局部溶解を起こし、セルが脱落することによって発生することが明らかになった。そのため、鋳塊の均質化处理でAlFeSi晶出物の $\alpha$ 化( $Al_8Fe_2Si$ )率を高くするとピックアップが抑制される(図2)。またMg含有量を低減し、 $Mg_2Si$ 化合物の形成を抑制することでも、ピックアップが抑制される(図3)。本研究では、AlFeSi晶出物の $\alpha$ 化率定量測定法を確立し、従来定性的にしか議論されていなかった $\alpha$ 化率とピックアップの関係性を初めて定量的に評価した。さらに、ピックアップ欠陥の発生機構を解明し、材質向上を達成した。

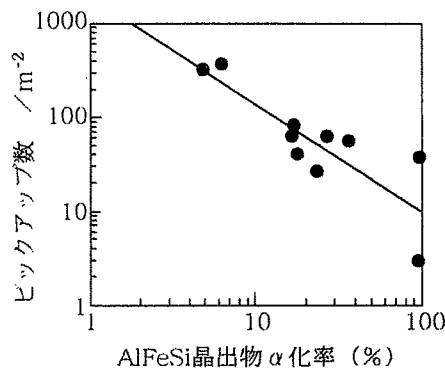


図2 鋳塊のAlFeSi晶出物 $\alpha$ 化率と押し出し材のピックアップの関係

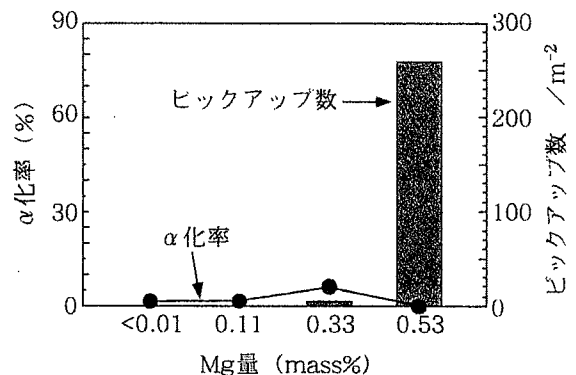


図3 Mg量が $\alpha$ 化率およびピックアップに及ぼす影響

鋳塊の組織制御によって、展伸材の結晶粒組織や表面品質が制御されるが、さらに材料強度や耐食性にも影響を及ぼす。アルミニウム合金の中でも最高強度を有するAl-Zn-Mg-Cu合金は、耐応力腐食割れ性の向上が課題である。本研究では、鋳塊の最適組織制御を踏まえた上で、その後の加工工程における不連続再結晶機構、連続再結晶機構を利用して、結晶粒の微細化ならびに耐応力腐食割れ性の向上を検討した。

不連続再結晶機構では、再結晶核生成サイトとなる第2相粒子を多く分散させるとともに、固溶元素によって冷間圧延で導入される転位を固着することで、結晶粒は最も微細になり、平均結晶粒径 $7\mu m$ の組織が得られた。一方、連続再結晶機構では、温間圧延によって圧延パス毎に転位の回復を起こし、Al-Zr系の微細析出物によって回復組織をピン留めすることで、 $1\sim 2\mu m$ のサブグレインからなる微細組織が得られた。不連続および連続再結晶機構によって得られた板材の応力腐食割れ寿命は、 $WR2 > WR1 > CR2$ の順であり、連続再結晶機構で得られた板材は耐応力腐食割れ性に優れていた(図4)。また、それぞれ小角粒界の割合は、

WR2>WR1>CR2の順であり、耐応力腐食割れ性の傾向と一致した(表1)。小角粒界はエネルギーが低い  
ため、粒界析出やPFZの形成が起こりにくく、耐応力腐食割れ性が向上したと考えられる。

さらに、構造部材として用いられるアルミニウム合金展伸材において、粒界腐食も応力腐食割れと同様に  
抑制が必要である。従来の粒界腐食に関する研究は、電気化学的に検討されているものがほとんどであるが、  
上述の応力腐食割れと同様、粒界腐食についても粒界性格分布が影響している可能性がある。そこで、耐粒  
界腐食性に及ぼす粒界性格の影響を検討した。

押し出し材表層および中心部における粒界腐食試験結果を図5、粒界の種類と頻度を表2に示す。表層では  
ランダム粒界が多く存在するため、PFZの発達した粒界の連続性が高く、粒界腐食が進展しやすいが、中  
心部ではランダム粒界が少ないため、PFZの発達した粒界の連続性が低く、粒界腐食が進展しにくいことが  
明らかになった。アルミニウム合金の粒界腐食について、これまで良く知られていなかった粒界性格の影響  
を明らかにするとともに、耐粒界腐食性に優れた押し出し材の製造が可能になった。

以上のように、本研究ではアルミニウム合金の再結晶挙動に及ぼす鋳塊マイクロ組織の影響を明確化し、鋳  
塊セル境界の制御が重要であることを明らかにした。さらに、輸送機部材に用いられるアルミニウム合金に  
ついて、表面欠陥の抑制を行うとともに、耐応力腐食割れ性および耐粒界腐食性を向上し、材質向上を達成  
した。本研究結果は実際の工業生産に適用されており、輸送機部材へのアルミニウム合金の適用範囲拡大に  
貢献している。

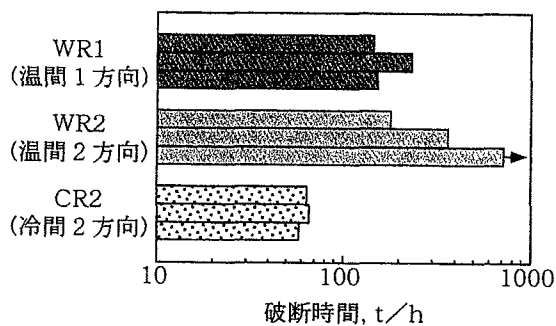
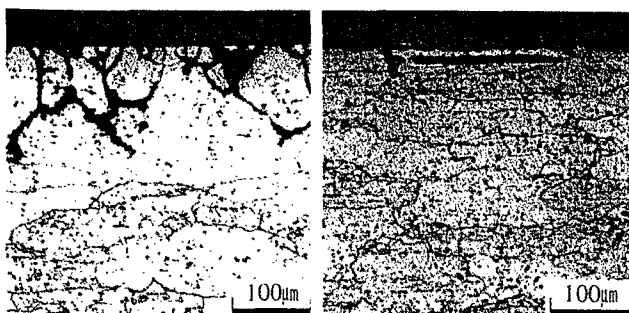


図4 応力腐食割れ試験結果(WR1およびWR2は連続再結晶材, CR2は不連続再結晶材)

表1 粒界の種類と頻度(EBSPにより測定)

	WR1	WR2	CR2
小角粒界 ( $\leq 0.26\text{rad}$ 以下)	55.8%	69.8%	10.7%
$\Sigma 3$ 粒界	5.1%	2.5%	2.0%
$\Sigma 5 \sim 11$ 粒界	2.6%	0.6%	2.8%
ランダム粒界	36.4%	27.1%	84.5%



(a) 押し出し材表層 (b) 押し出し材中心部

表2 粒界の種類と頻度(EBSPにより測定)

	表層	中心部
小角粒界 ( $\leq 0.26\text{rad}$ 以下)	18.3%	59.8%
$\Sigma 3$ 粒界	1.4%	0%
$\Sigma 5 \sim 11$ 粒界	3.1%	2.7%
ランダム粒界	77.2%	37.5%

図5 押し出し材表層および中心部の粒界腐食試験結果(中心部は粒界腐食が進展しにくい)

## 論文審査結果要旨及び学力確認結果の要旨

論文提出者氏名	箕 田 正
論 文 題 目	アルミニウム合金の結晶粒制御による材質の向上
論文審査及び 学力確認担当者	主査 教授 池田圭介 教授 丸山公一 教授 粉川博之
<b>論文審査結果の要旨</b>	
<p>アルミニウム合金は、低比重を生かし輸送機器構造部材への適用が拡大の一途にあるが、用途に応じたきめ細かい対応が求められる。従来は、合金種ごと、あるいは個別の加工工程ごとの対応が主体的であったが、本研究は、鑄塊から最終展伸材に至るまでの全加工工程を通しての組織・結晶粒制御を基本に据え、アルミニウム合金全般に適用可能な材質向上のための指針を確立したものである。</p> <p>第1章は序論であり、研究の背景と目的を述べている。</p> <p>第2章では、A3003合金を対象に、鑄塊セル境界上の析出物および成分偏析の形態と熱間押しにおける動的回復、動的再結晶の関係を明らかにしており、得られた知見は他合金種の繊維状組織の安定化あるいは再結晶粒の微細化にも応用できることを示している。</p> <p>第3章では、鑄塊セル偏析がアルミニウム合金の表面性状を損なうピックアップ欠陥に関与していることを述べている。ピックアップ欠陥はセル境界における低融点相の生成によるセル脱落が原因であり、適正な鑄塊組織制御によって防止でき、生産性向上につながる指針を得ている。</p> <p>第4章では、前2章の結果を踏まえ、後工程における結晶粒微細化の検討を行っている。不連続再結晶よりも、微細析出物の効果を取り込んだ連続再結晶によって、より結晶粒微細化が図られるだけでなく、小角度粒界が多量に導入され、高強度析出型合金において応力腐食割れの原因となる無析出帯（PFZ）の生成が抑制されることを見出している。</p> <p>第5章では、プレス焼入れが主流の中強度析出型合金における粒界腐食感受性の向上について検討している。粒界腐食も基本的にPFZの存在に起因しているが、プレス焼入れでは肝腎な表面層結晶粒の小角度化が達成できないことに鑑み、析出温度域で加工することによって、析出物と固溶元素比率を適正化し、以後の時効処理で十分な強度の確保と粒界腐食の抑制を同時に達成できることを明らかにしている。</p> <p>第6章は総括である。</p> <p>以上要するに、本論文は、アルミニウム合金展伸材に共通する問題解決に向けて、全加工プロセスを通しての組織・結晶粒制御の重要性を喚起し、材質向上、加工欠陥の削減に資する指針を確立したものであり、材料加工プロセス学の発展に寄与するところが少なくない。</p> <p>よって、博士（工学）の学位論文として合格と認める。</p>	
<b>学力確認結果の要旨</b>	
<p>平成14年4月22日、審査委員ならびに関係教官出席のもとに、学力確認のための試問を行った結果、本人は材料科学・工学に関する十分な学力と研究指導能力を有することを確認した。</p> <p>なお、英学術論文に対する理解力、英学術雑誌への論文掲載及び国際会議発表経験から見て、外国語に対する学力も十分であると認めた。</p>	

## 論文審査結果の要旨

アルミニウム合金は、低比重を生かし輸送機器構造部材への適用が拡大の一途にあるが、用途に応じたきめ細かい対応が求められる。従来は、合金種ごと、あるいは個別の加工工程ごとの対応が主体的であったが、本研究は、鑄塊から最終展伸材に至るまでの全加工工程を通しての組織・結晶粒制御を基本に据え、アルミニウム合金全般に適用可能な材質向上のための指針を確立したものである。

第1章は序論であり、研究の背景と目的を述べている。

第2章では、A3003合金を対象に、鑄塊セル境界上の析出物および成分偏析の形態と熱間押出しにおける動的回復、動的再結晶の関係を明らかにしており、得られた知見は他合金種の繊維状組織の安定化あるいは再結晶粒の微細化にも応用できることを示している。

第3章では、鑄塊セル偏析がアルミニウム合金の表面性状を損なうピックアップ欠陥に関与していることを述べている。ピックアップ欠陥はセル境界における低融点相の生成によるセル脱落が原因であり、適正な鑄塊組織制御によって防止でき、生産性向上につながる指針を得ている。

第4章では、前2章の結果を踏まえ、後工程における結晶粒微細化の検討を行っている。不連続再結晶よりも、微細析出物の効果を取り込んだ連続再結晶によって、より結晶粒微細化が図られるだけでなく、小角度粒界が多量に導入され、高強度析出型合金において応力腐食割れの原因となる無析出帯(PFZ)の生成が抑制されることを見出している。

第5章では、プレス焼入れが主流の中強度析出型合金における粒界腐食感受性の向上について検討している。粒界腐食も基本的にPFZの存在に起因しているが、プレス焼入れでは肝腎な表面層結晶粒の小角度化が達成できないことに鑑み、析出温度域で加工することによって、析出物と固溶元素比率を適正化し、以後の時効処理で十分な強度の確保と粒界腐食の抑制を同時に達成できることを明らかにしている。

第6章は総括である。

以上要するに、本論文は、アルミニウム合金展伸材に共通する問題解決に向けて、全加工プロセスを通しての組織・結晶粒制御の重要性を喚起し、材質向上、加工欠陥の削減に資する指針を確立したものであり、材料加工プロセス学の発展に寄与するところが少なくない。

よって、博士(工学)の学位論文として合格と認める。