

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第6223670号
(P6223670)

(45) 発行日 平成29年11月1日(2017.11.1)

(24) 登録日 平成29年10月13日(2017.10.13)

(51) Int.Cl.	F 1	
C 2 2 C 21/10 (2006.01)	C 2 2 C 21/10	
C 2 2 C 21/06 (2006.01)	C 2 2 C 21/06	
C 2 2 F 1/00 (2006.01)	C 2 2 F 1/00	6 0 2
C 2 2 F 1/047 (2006.01)	C 2 2 F 1/00	6 0 4
C 2 2 F 1/053 (2006.01)	C 2 2 F 1/00	6 2 3
請求項の数 3 (全 14 頁) 最終頁に続く		

(21) 出願番号	特願2012-207192 (P2012-207192)	(73) 特許権者	000001199
(22) 出願日	平成24年9月20日 (2012.9.20)		株式会社神戸製鋼所
(65) 公開番号	特開2014-62287 (P2014-62287A)		兵庫県神戸市中央区脇浜海岸通二丁目2番4号
(43) 公開日	平成26年4月10日 (2014.4.10)	(74) 代理人	100120329
審査請求日	平成26年9月1日 (2014.9.1)		弁理士 天野 一規
審査番号	不服2016-10327 (P2016-10327/J1)	(74) 代理人	100146112
審査請求日	平成28年7月7日 (2016.7.7)		弁理士 亀岡 誠司
		(74) 代理人	100167335
			弁理士 武仲 宏典
		(74) 代理人	100164998
			弁理士 坂谷 亨
最終頁に続く			

(54) 【発明の名称】 自動車部材用アルミニウム合金板

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

質量%で、Zn：3.8～7.5%、Mg：0.7～3.5%を含み、残部がAlおよび不可避的不純物からなる組成で、板厚が1～3mmであるAl-Zn-Mg系アルミニウム合金板であって、平均結晶粒径が6.0～14.5μmであるとともに、傾角5～15°の小傾角粒界の〔(5～15°の結晶粒界の全長)/(2～180°の結晶粒界の全長)〕×100として計算した際の平均割合が16～36%で、かつ傾角15°を超える大傾角粒界の〔(15°を超え180°以下の結晶粒界の全長)/(2～180°の結晶粒界の全長)〕×100として計算した際の平均割合が18～37%である組織を有することを特徴とする、常法によって製造される自動車部材用アルミニウム合金板。

10

【請求項2】

前記アルミニウム合金が、更に、質量%で、Cu：0.05～0.6%、Ag：0.01～0.15%の1種又は2種を含む請求項1に記載の自動車部材用アルミニウム合金板。

【請求項3】

前記アルミニウム合金が、更に、質量%で、Mn：0.05～0.3%、Cr：0.03～0.2%、Zr：0.03～0.3%の1種又は2種以上を含む請求項1または2に記載の自動車部材用アルミニウム合金板。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

20

【 0 0 0 1 】

本発明は高強度な自動車部材用アルミニウム合金板に関するものである。

【 背景技術 】

【 0 0 0 2 】

近年、地球環境などへの配慮から、自動車車体の軽量化の社会的要求はますます高まってきた。かかる要求に答えるべく、自動車車体のうち、パネル（フード、ドア、ルーフなどのアウトパネル、インナパネル）や、バンパリーンフォース（バンパー R / F）やドアビームなどの補強材などを、部分的に鋼板等の鉄鋼材料に代えて、アルミニウム合金材料を適用することが行われている。

【 0 0 0 3 】

ただ、自動車車体のより軽量化のためには、自動車部材のうちでも特に軽量化に寄与する、フレーム、ピラーなどの自動車構造部材にも、アルミニウム合金材料の適用を拡大することが必要となる。ただ、これら自動車構造部材は、要求される 0.2% 耐力が 350 MPa 以上であるなど、前記自動車パネルに比べて高強度化が必要である。この点で、前記自動車パネルに使用されている、成形性や強度、耐食性、そして低合金組成でリサイクル性に優れた、JIS乃至AA6000系アルミニウム合金板では、組成や調質（溶体化処理および焼入れ処理、更には人工時効硬化処理）を制御しても、前記高強度化を達成するにはほど遠い。

【 0 0 0 4 】

したがって、このような高強度な自動車構造部材には、同じような高強度が要求される前記補強材として使用されているJIS乃至AA7000系アルミニウム合金板を用いる必要がある。しかし、Al-Zn-Mg系アルミニウム合金である、7000系アルミニウム合金は、Zn及びMgからなる析出物 $MgZn_2$ を高密度に分布させることで高強度を達成する合金である。それゆえ、応力腐食割れ（以下、SCC）を起こす危険性があり、これを防止するため、やむを得ず過時効処理を行って、耐力300MPa程度で使用されているのが実情であり、高強度合金としての特徴が薄れている。

【 0 0 0 5 】

このため、強度と耐SCC性の両方に優れた7000系アルミニウム合金の組成制御や、析出物などの組織制御が、従来から種々提案されている。

【 0 0 0 6 】

組成制御の代表例として、例えば、特許文献1では、7000系アルミニウム合金押出材の、 $MgZn_2$ を過不足なく形成するZn及びMg量（ $MgZn_2$ の化学量論比）より過剰に添加されたMgが、高強度化に寄与することを利用し、Mgを $MgZn_2$ の化学量論比より過剰に添加することにより、 $MgZn_2$ 量を抑えて、耐SCC性を低下させることなく、高強度化している。

【 0 0 0 7 】

析出物などの組織制御の代表例として、例えば、特許文献2では、人工時効硬化処理後の7000系アルミニウム合金押出材の、結晶粒内における粒子径が1~15nmの析出物を透過型電子顕微鏡（TEM）による観察結果で1000~10000個/ μm^2 の密度で存在させて、粒内と粒界との電位差を小さくして、耐SCC性を向上させている。

【 0 0 0 8 】

この他にも、全ては例示できないが、7000系アルミニウム合金押出材の強度と耐SCC性の両方に優れたさせる組成制御例や析出物などの組織制御例は、押出材での実用化の多さに比例して多数存在する。これに対して、7000系アルミニウム合金板における、従来の組成制御や析出物などの組織制御例は、板での実用化の少なさに応じて、きわめて少ない。

【 0 0 0 9 】

例えば、特許文献3には、7000系アルミニウム合金板同士が溶接接合されたクラッド板からなる構造材において、強度向上のために、人工時効硬化処理後の時効析出物の直径を50（オングストローム）以下の球状として一定量存在させることが提案されてい

10

20

30

40

50

る。しかし、耐SCC性の性能については全く開示が無く、実施例に耐食性のデータも無い。

また、特許文献4には、人工時効硬化処理後の7000系アルミニウム合金板の結晶粒内における晶析物について、400倍の光学顕微鏡での測定によって、大きさ(面積が等価な円相当径に換算)を $3.0\mu\text{m}$ 以下とし、平均面積分率を4.5%以下として、強度や伸びを向上させている。

【0010】

板の組織の制御に関しても若干ではあるが提案されている。例えば、特許文献5、6では、構造材用の7000系板の高強度化、高耐SCC性を図るために、鑄塊を鍛造後に、温間加工域にて繰り返して圧延して、組織を細かくしている。これは、組織を細かくすることによって、耐SCC性低下の原因となる粒界と粒内との電位差の要因となる、方位差が 20° 以上の大傾角粒界を抑制して、 $3\sim 10^\circ$ の小傾角粒界が25%以上である組織を得るためである。ただ、このような温間圧延の繰り返しは、常法の熱間圧延、冷間圧延の方式では、このような小傾角粒界が25%以上である組織を得ることができないために行われている。したがって、常法とは大きく工程が異なるために、板をつくるために実用的な方法とは言い難い。

10

【0011】

この組織の制御に関して、7000系アルミニウム合金の板ではなく押出材ではあるが、特許文献7では、温間加工性に優れさせるために、亜結晶粒からなる繊維状組織で構成し、主方位がBrass方位であり、ODF(結晶方位分布関数)で表現されるBrass方位への集積度がランダム方位の10倍以上とした集合組織の提案もある。

20

【先行技術文献】

【特許文献】

【0012】

【特許文献1】特開2011-144396号公報

【特許文献2】特開2010-275611号公報

【特許文献3】特開平9-125184号公報

【特許文献4】特開2009-144190号公報

【特許文献5】特開2001-335874号公報

【特許文献6】特開2002-241882号公報

【特許文献7】特開2009-114514号公報

30

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0013】

このように、強度と耐SCC性の両方に優れた7000系アルミニウム合金の組成制御や析出物、あるいは集合組織などの組織制御などの提案は、従来から押出材や前記温間圧延などの特殊な圧延分野については種々なされている。しかし、鑄塊を均熱処理後に熱間圧延および冷間圧延するような、常法によって製造される圧延板については、前記温間圧延を繰り返すような特殊な圧延以外には、あまり提案がないのが実状である。

【0014】

そして、押出材は、前記圧延板とは、その熱間加工工程などの製造過程が全く異なり、出来上がる結晶粒や析出物などの組織も、例えば結晶粒が押出方向に伸長した繊維状であるなど、結晶粒が基本的に等軸粒の圧延板とは大きく異なる。このため、前記押出材での組成制御や析出物などの組織制御などの提案が、7000系アルミニウム合金板にも、そして、この7000系アルミニウム合金板からなる自動車構造部材にも、そのまま適用でき、強度と耐SCC性の両方の向上に果たして有効であるかどうかは不明である。すなわち、実際に確認しない限りは、あくまで予想の域を出ない。

40

【0015】

したがって、前記常法によって製造される7000系アルミニウム合金板の、強度と耐SCC性の両方に優れた組織制御技術については、未だ有効な手段がなく、不明な点多

50

く解明の余地があるというのが現状である。

【0016】

以上述べた課題に鑑み、本発明の目的は、前記常法によって製造される、強度と耐SCC性の両方に優れた、自動車部材用の7000系アルミニウム合金板を提供することである。

【課題を解決するための手段】

【0017】

この目的を達成するために、本発明自動車部材用アルミニウム合金板の要旨は、質量%で、Zn: 3.8 ~ 7.5%、Mg: 0.7 ~ 3.5%を含み、残部がAlおよび不可避的不純物からなる組成で、板厚が1 ~ 3mmであるAl-Zn-Mg系アルミニウム合金板であって、平均結晶粒径が6.0 ~ 14.5 μmであるとともに、傾角5 ~ 15°の小傾角粒界の $\left[\frac{(5 - 15^\circ \text{の結晶粒界の全長})}{(2 - 180^\circ \text{の結晶粒界の全長})} \right] \times 100$ として計算した際の平均割合が16 ~ 36%で、かつ傾角15°を超える大傾角粒界の $\left[\frac{(15^\circ \text{を超え} 180^\circ \text{以下の結晶粒界の全長})}{(2 - 180^\circ \text{の結晶粒界の全長})} \right] \times 100$ として計算した際の平均割合が18 ~ 37%である組織を有することである。

【発明の効果】

【0018】

本発明で言うアルミニウム合金板とは、鑄塊を均熱処理後に熱間圧延され、更に冷間圧延された冷延板であって、更に溶体化処理などの調質が施される、常法によって製造された7000系アルミニウム合金板のことを言う。言い換えると、前記特許文献5、6のような、鑄塊を鍛造した上で温間圧延を何回も繰り返すような特殊な圧延方法により製造される板を含まない。そして、このような素材アルミニウム合金板が自動車部材に加工される。

【0019】

本発明では、このような常法によって製造された7000系アルミニウム合金板の組織を、通常の等軸な再結晶組織ではなく、前記押出材に類似した加工組織として、繊維状組織で構成する。そして、これを、平均結晶粒径が15 μm以下であるとともに、傾角5 ~ 15°の小傾角粒界の平均割合が15%以上で、かつ傾角15°を超える大傾角粒界の平均割合が15 ~ 50%である組織と規定する。このような組織とすることによって、板に歪が入った場合に、局所的に集中せずに、均一に転位する組織とできる。これによって、常法によって製造された7000系アルミニウム合金板であっても0.2%耐力が350 MPa以上であるような高強度とし、また、伸びも大きくして成形性を確保できる。また、このような高強度であるにも関わらず、耐SCC性の低下を抑制したものとすることができる。

【発明を実施するための形態】

【0020】

以下に、本発明の実施の形態につき、要件ごとに具体的に説明する。

【0021】

アルミニウム合金組成：

まず、本発明アルミニウム合金板の化学成分組成について、各元素の限定理由を含めて、以下に説明する。なお、各元素の含有量の%表示は全て質量%の意味である。

【0022】

本発明アルミニウム合金板の化学成分組成は、Al-Zn-Mg-Cu系の7000系アルミニウム合金として、本発明で意図する自動車部材の強度や耐SCC性などの特性を保証するために決定される。この観点から、本発明アルミニウム合金板の化学成分組成は、質量%で、Zn: 4.0 ~ 8.0%、Mg: 0.5 ~ 2.0%を含み、残部がAlおよび不可避的不純物からなるものとする。この組成に、更に、Cu: 0.05 ~ 0.6%、Ag: 0.01 ~ 0.15%の1種又は2種を選択的に含んでもよく、これに加えて、あるいはこれとは別に、Mn: 0.05 ~ 0.3%、Cr: 0.03 ~ 0.2%、Zr: 0

10

20

30

40

50

． 0 3 ~ 0 . 3 % の 1 種 又 は 2 種 以 上 を 選 択 的 に 含 ん で も 良 い。

【 0 0 2 3 】

Z n : 3 . 0 ~ 8 . 0 % :

必須の合金元素である Z n は、M g とともに、微細析出物を形成して強度を向上させる。Z n 含有量が 3 . 0 質量%未満では強度が不足し、8 . 0 質量%を超えると粒界析出物 M g Z n₂ が増えて S C C 感受性が鋭くなる。従って、Z n 含有量は 3 . 0 ~ 8 . 0 % の範囲、好ましくは 5 . 0 ~ 7 . 0 % の範囲とする。Z n 含有量が高くなり、S C C 感受性が鋭くなるのを抑えるために、後述する C u あるいは A g を添加することが望ましい。

【 0 0 2 4 】

M g : 0 . 5 ~ 4 . 0 %

必須の合金元素である M g は、Z n とともに、微細析出物を形成して強度と伸びを向上させる。M g 含有量が 0 . 5 %未満では強度が不足し、4 . 0 質量%を超えると、板の圧延性が低下し、S C C 感受性も鋭くなる。従って、M g 含有量は 0 . 5 ~ 4 . 0 %、好ましくは 0 . 5 ~ 1 . 5 % の範囲とする。

【 0 0 2 5 】

C u : 0 . 0 5 ~ 0 . 6 %、A g : 0 . 0 1 ~ 0 . 1 5 % の 1 種 又 は 2 種 :

C u 及び A g は A l - Z n - M g 系合金の耐 S C C 性を向上させる作用がある。これらをいずれか一方又は両方含有する場合、C u 含有量が 0 . 0 5 %未満、及び A g 含有量が 0 . 0 1 %未満では、耐 S C C 性向上効果が小さい。一方、C u 含有量が 0 . 6 %を超えると、圧延性及び溶接性などの諸特性を却って低下させる。また A g 含有量は 0 . 1 5 % を超えて含有させてもその効果が飽和し、高価となる。従って、C u 含有量は 0 . 0 5 ~ 0 . 6 %、好ましくは 0 . 4 %以下、A g 含有量は 0 . 0 1 ~ 0 . 1 5 % とする。

【 0 0 2 6 】

M n : 0 . 0 5 ~ 0 . 3 %、C r : 0 . 0 3 ~ 0 . 2 %、Z r : 0 . 0 3 ~ 0 . 3 % の 1 種 又 は 2 種 以 上 :

M n、C r 及び Z r は、鑄塊の結晶粒を微細化して強度向上に寄与する。これらをいずれか 1 種、又は 2 種あるいは 3 種を含有する場合、M n、C r、Z r の含有量がいずれも下限未満では、含有量が不足して、再結晶が促進され、耐 S C C 性が低下する。一方、M n、C r、Z r の含有量がそれぞれの上限を超えた場合には、粗大晶出物を形成するため伸びが低下する。従って、M n : 0 . 0 5 ~ 0 . 3 %、C r : 0 . 0 3 ~ 0 . 2 %、Z r : 0 . 0 3 ~ 0 . 3 % の各範囲とする。

【 0 0 2 7 】

T i、B :

T i、B は、圧延板としては不純物であるが、アルミニウム合金鑄塊の結晶粒を微細化する効果があるので、7 0 0 0 系合金として J I S 規格で規定する範囲での各々の含有を許容する。T i の上限は 0 . 2 %、好ましくは 0 . 1 %、B の上限は 0 . 0 5 %以下、好ましくは 0 . 0 3 % とする。

【 0 0 2 8 】

その他の元素 :

また、これら記載した以外の、F e、S i などのその他の元素は不可避免的な不純物である。溶解原料として、純アルミニウム地金以外に、アルミニウム合金スクラップの使用による、これら不純物元素の混入なども想定(許容)して、7 0 0 0 系合金の J I S 規格で規定する範囲での各々の含有を許容する。例えば、F e : 0 . 5 %以下、S i : 0 . 5 %以下であれば、本発明に係るアルミニウム合金圧延板の特性に影響せず、含有が許容される。

【 0 0 2 9 】

組織 :

本発明の 7 0 0 0 系アルミニウム合金板組織においては、その前提として、通常の 7 0 0 0 系アルミニウム合金板と同様に、前記組成および前記常法による製造方法からして、微細なナノレベルのサイズの析出物が、結晶粒内に多数存在して、強度や耐 S C C 性など

10

20

30

40

50

の基本特性を達成している。この析出物とは、結晶粒内に生成する、前記MgとZnとの金属間化合物（組成はMgZn₂など）であり、これに前記組成に応じて更にCu、Zrなどの含有元素が含まれる微細分散相である。

【0030】

平均結晶粒径と結晶粒界割合：

その上で、本発明の7000系アルミニウム合金板組織は、更なる高強度化や耐SCC性などの特性の向上のために、平均結晶粒径を15μm以下とした繊維状の微細加工組織とする。また、この繊維状の微細加工組織は、傾角5～15°の小傾角粒界の平均割合が15%以上で、かつ傾角15°を超える大傾角粒界の平均割合が15～50%となる組織である。

10

【0031】

このように、小傾角粒界が一定割合以上存在するとともに、一定割合の大傾角粒界と混在するような、繊維状の微細加工組織とすることによって、常法によって製造された7000系アルミニウム合金板であっても、板に歪が入った場合に、局所的に歪が集中せずに、均一に変形する組織とできる。これによって、局所的な破断を防止でき、0.2%耐力が350MPa以上であるような高強度とし、伸びも大きくして成形性を確保できる。また、このような高強度であるにも関わらず、耐SCC性の低下を抑制したものとすることができる。

【0032】

一方、これらの要件を欠いて、平均結晶粒径が15μmを超えるか、小傾角粒界の平均割合が15%未満となるか、あるいは大傾角粒界の平均割合が15%未満となると、前記高強度化が達成できず、伸びも低下して成形性が低下する。

20

【0033】

本発明で言う小傾角粒界とは、後述するSEM/EBSP法により測定した結晶方位の内、結晶方位の相違（傾角）が5～15°と小さい結晶粒の間の粒界である。また、本発明で言う大傾角粒界とは、この結晶方位の相違（傾角）が15°を超え、180°以下の結晶粒の間の粒界である。ここで、方位差が2～5°未満の結晶粒界は、高強度化への効果や影響がごく小さいので、本発明においては考慮せず、規定しない。

【0034】

この小傾角粒界の平均割合として、本発明では、測定した小傾角粒界の結晶粒界の全長（測定された全小傾角粒の結晶粒界の合計の長さ）の、同じく測定した、結晶方位の相違が2～180°の結晶粒界の全長（測定された全結晶粒の結晶粒界の合計の長さ）に対する割合を、傾角5～15°の小傾角粒界の割合と規定している。すなわち、規定する傾角5～15°の小傾角粒界の割合（%）は、 $\left[\left(5 - 15^\circ \text{の結晶粒界の全長} \right) / \left(2 - 180^\circ \text{の結晶粒界の全長} \right) \right] \times 100$ として計算でき、この値の平均を15%以上とする。なお、製造の限界から、5～15°の小傾角粒界の割合の上限は60%程度である。

30

【0035】

一方、大傾角粒界の平均割合は、同じく、測定した大傾角粒界の結晶粒界の全長（測定された全小傾角粒の結晶粒界の合計の長さ）の、同じく測定した、結晶方位の相違が2～180°の結晶粒界の全長（測定された全結晶粒の結晶粒界の合計の長さ）に対する割合を、傾角15°を超える大傾角粒界の割合と規定する。すなわち、規定する大傾角粒界の割合（%）は、 $\left[\left(15^\circ \text{を超え} 180^\circ \text{以下の結晶粒界の全長} \right) / \left(2 - 180^\circ \text{の結晶粒界の全長} \right) \right] \times 100$ として計算でき、この値の平均を15～50%の範囲とする。

40

【0036】

結晶粒径と結晶粒界割合の測定：

これら本発明で規定する平均結晶粒径や結晶粒界（小傾角粒界および大傾角粒界）の各平均割合は、いずれもSEM/EBSP法によって測定する。この場合の板の組織の測定部位は、通常この種組織の測定部位と同じく、この板の幅方向断面とする。そして、この板の幅方向断面の任意の箇所から採取した5個の測定試験片（5箇所の測定箇所）の各測定値を平均化したものを、本発明で規定する平均結晶粒径や、小傾角粒界および大傾角

50

粒界（結晶粒界）の平均割合とする。

【0037】

前記SEM/EBSP法は、集合組織の測定方法として汎用され、電界放出型走査電子顕微鏡（Field Emission Scanning Electron Microscope: FESEM）に、後方散乱電子回折像[EBSP: Electron Back Scattering (Scattered) Pattern]システムを搭載した結晶方位解析法である。この測定方法は、他の集合組織の測定方法に比して、高分解能ゆえに高測定精度である。そして、この方法によって、板の同じ測定部位の平均結晶粒径と結晶粒界の平均割合を同時に高精度に測定できる利点がある。アルミニウム合金板の結晶粒界の平均割合や平均結晶粒径の測定を、このSEM/EBSP法により行うことは、従来から、例えば特開2009-173972号、あるいは前記特許文献5、特許文献6などの公報で公知であり、本発明でも、この公知の方法で行う。

10

【0038】

これら開示されたSEM/EBSP法は、前記FESEM（FE-SEM）の鏡筒内にセットしたAl合金板の試料に、電子線を照射してスクリーン上にEBSPを投影する。これを高感度カメラで撮影して、コンピュータに画像として取り込む。コンピュータでは、この画像を解析して、既知の結晶系を用いたシミュレーションによるパターンとの比較によって、結晶の方位が決定される。算出された結晶の各方位は3次元オイラー角として、位置座標（x、y）などとともに記録される。このプロセスが全測定点に対して自動的に行なわれるので、測定終了時には数万～数十万点の結晶方位データが得られる。

20

【0039】

このように、SEM/EBSP法には、透過電子顕微鏡を用いた電子線回折法よりも、観察視野が広く、数百個以上の多数の結晶粒に対する、平均結晶粒径、平均結晶粒径の標準偏差、あるいは方位解析の情報を、数時間以内で得られる利点がある。また、結晶粒毎の測定ではなく、指定した領域を任意の一定間隔で走査して測定するために、測定領域全体を網羅した上記多数の測定ポイントに関する、上記各情報を得ることができる利点もある。これらFESEMにEBSPシステムを搭載した結晶方位解析法の詳細は、神戸製鋼技報/Vol.52 No.2(Sep.2002)P66-70などに詳細に記載されている。

【0040】

ここで、アルミニウム合金板の場合、通常は、以下に示す如きCube方位、Goss方位、Brass方位（以下、B方位ともいう）、Cu方位（以下、Copper方位ともいう）、S方位等と呼ばれる多くの方位因子（これら各方位を有する結晶粒）からなる集合組織を形成し、それらに応じた結晶面が存在する。これらの事実は、例えば、長島晋一編著、「集合組織」（丸善株式会社刊）や軽金属学会「軽金属」解説Vol.43、1993、P285-293などに記載されている。

30

【0041】

これらの集合組織の形成は同じ結晶系の場合でも加工、熱処理方法によって異なる。圧延による板材の集合組織の場合は、圧延面と圧延方向で表されており、圧延面は{ABC}で表現され、圧延方向は<DEF>で表現される（ABCDEは整数を示す）。かかる表現に基づき、各方位は下記の如く表現される。

Cube方位 {001} <100>

Goss方位 {011} <100>

Rotated-Goss方位 {011} <011>

Brass方位（B方位） {011} <211>

Cu方位（Copper方位） {112} <111>

（若しくはD方位 {4411} <11118>

S方位 {123} <634>

B/G方位 {011} <511>

B/S方位 {168} <211>

P方位 {011} <111>

40

【0043】

50

その上で、平均結晶粒径を以下の式により算出した。平均結晶粒径 = ($\sum x$) / n (ここで、nは測定した結晶粒の数、xはそれぞれの結晶粒径を示す)。

【0044】

これらの測定に際しては、対象となる溶体化処理後の冷延板の幅方向断面を機械研磨し、更に、バフ研磨に次いで電解研磨して、表面を調製した試料を用意した。その後、F E S S E Mを用いて、E B S Pによる結晶方位測定並びに結晶粒径測定を行った。E B S P測定・解析システムは、E B S P : T S L社製(OIM)を用いた。

【0045】

(製造方法)

本発明における7000系アルミニウム合金圧延板の製造方法について、以下に具体的に説明する。

【0046】

本発明では、7000系アルミニウム合金圧延板の通常の製造工程による製造方法で製造可能である。即ち、鑄造(DC鑄造法や連続鑄造法)、均質化熱処理、熱間圧延の通常の各製造工程を経て製造され、板厚が1.5~5.0mmであるアルミニウム合金熱延板とされる。この段階で製品板としても良く、また冷間圧延前もしくは冷間圧延の途中において1回または2回以上の中間焼鈍を選択的に行ないつつ、更に冷延して、板厚が3mm以下の冷延板の製品板としても良い。

【0047】

(溶解、鑄造冷却速度)

先ず、溶解、鑄造工程では、上記7000系成分組成範囲内に溶解調整されたアルミニウム合金溶湯を、連続鑄造法、半連続鑄造法(DC鑄造法)等の通常の溶解鑄造法を適宜選択して鑄造する。

【0048】

(均質化熱処理)

次いで、前記鑄造されたアルミニウム合金鑄塊に、熱間圧延に先立って、均質化熱処理を施す。この均質化熱処理(均熱処理)は、組織の均質化、すなわち、鑄塊組織中の結晶粒内の偏析をなくすことを目的とする。均質化熱処理条件は、好ましくは400~550

程度の温度で、2時間以上の均質化時間の範囲から適宜選択される。

【0049】

(熱間圧延)

熱間圧延は、熱延開始温度が固相線温度を超える条件では、バーニングが起こるため熱延自体が困難となる。また、熱延開始温度が350 未満では熱延時の荷重が高くなりすぎ、熱延自体が困難となる。したがって、熱延開始温度は350 ~ 固相線温度の範囲から選択して熱間圧延し、2~7mm程度の板厚の熱延板とする。この熱延板の冷間圧延前の焼鈍(荒鈍)は必ずしも必要ではないが実施しても良い。

【0050】

(冷間圧延)

冷間圧延では、上記熱延板を圧延して、1~3mm程度の所望の最終板厚の冷延板(コイルも含む)に製作する。冷間圧延パス間で中間焼鈍を行っても良い。

【0051】

(溶体化処理)

冷間圧延後は調質として溶体化処理を行う。この溶体化処理については、通常の連続熱処理ラインによる加熱、冷却でよく、特に限定はされない。ただ、各元素の十分な固溶量を得ることや結晶粒の微細化のためには、450~550 の溶体化処理温度とすることが望ましい。

【0052】

溶体化処理時の加熱(昇温)速度は平均で0.01 /s以上、100 /s以下の範囲とすることが望ましい。平均加熱速度が0.01 /s未満と小さすぎるとは、粗大な結晶粒が生じて、溶体化処理後の組織を、平均結晶粒径が15 μm以下である繊維状の微細組織と

10

20

30

40

50

できない。また、傾角 15° を超える大傾角粒界の平均割合が $15\sim 50\%$ で、傾角 $5\sim 15^\circ$ の小傾角粒界の平均割合が 15% 以上である組織とできない。この結果、強度や耐SCC性が低下する。一方、溶体化処理炉の設備能力の限界から、平均加熱速度は $100/s$ を超えて大きくはできない。

【0053】

また、溶体化処理後の平均冷却（降温）速度は $1/s$ 以上、 $500/s$ 以下とすることが望ましい。平均冷却速度が $1/s$ 未満と小さすぎるとは、粗大な再結晶が生じて、溶体化処理後の組織を、平均結晶粒径が $15\mu m$ 以下である繊維状の微細組織とできない。また、傾角 15° を超える大傾角粒界の平均割合が $15\sim 50\%$ で、傾角 $5\sim 15^\circ$ の小傾角粒界の平均割合が 15% 以上である組織とできない。そして、強度や成形性を低下させる粗大な粒界析出物も形成される。この結果、強度や耐SCC性が低下する。

10

【0054】

一方、溶体化処理炉の設備能力の限界から、平均冷却速度は $500/s$ を超えて大きくはできない。この冷却速度を確保するために、溶体化処理後の冷却は、ファンなどの空冷、ミスト、スプレー、浸漬等の水冷手段など、強制的な冷却手段や条件を各々選択して用いる。ちなみに、溶体化処理は基本的に1回のみであるが、室温時効が長時間化して材料の強度が高くなった場合などには、成形性の確保のため、溶体化処理を前記好ましい条件にて再度施して、この進みすぎた室温時効硬化を一旦キャンセルしても良い。

【0055】

そして、本発明のアルミニウム合金板は、素材として、自動車部材に成形加工され、自動車部材として組み立てられる。また、自動車部材に成形加工された後で、別途人工時効硬化処理されて、自動車部材あるいは自動車車体とされる。

20

【0056】

人工時効硬化処理：

本発明の 7000 系アルミニウム合金板は、前記人工時効硬化処理によって自動車部材としての所望の強度とされる。この人工時効硬化処理を行うのは、素材 7000 系アルミニウム合金板の自動車部材への成形加工後が好ましい。人工時効硬化処理後の 7000 系アルミニウム合金板は、強度は高くなるものの、成形性は低下しており、自動車部材の形状の複雑化によっては成形できない場合も生じるからである。

【0057】

この人工時効硬化処理の温度や時間の条件は、所望の強度や素材の 7000 系アルミニウム合金板の強度、あるいは室温時効の進行程度などから自由に決定される。ちなみに、人工時効硬化処理の条件を例示すると、1段の時効処理であれば、 $100\sim 150$ での時効処理を $12\sim 36$ 時間（過時効領域を含む）行う。また、2段の工程においては、1段目の熱処理温度が $70\sim 100$ の範囲で2時間以上、2段目の熱処理温度が $100\sim 170$ の範囲で5時間以上の範囲（過時効領域を含む）から選択する。

30

【実施例】**【0058】**

下記表1に示す各成分組成の 7000 系アルミニウム合金の冷延板の組織を種々変えたものについて、強度などの機械的な特性と耐SCC性との関係を評価した。これらの結果を下記表2に示す。

40

【0059】

冷延板の組織は、主として、表2に示す、溶体化処理時の平均加熱速度と平均冷却速度とを制御した。具体的には、各例とも共通して、下記表1に示す各成分組成の 7000 系アルミニウム合金溶湯をDC鋳造し、 45 mm 厚み $\times 220\text{ mm}$ 幅 $\times 145\text{ mm}$ 長さの鋳塊を得た。この鋳塊を 470 $\times 4$ 時間の均質化熱処理後に、この温度を開始温度として熱間圧延を行い、板厚 5.0 mm の熱延板を製造した。この熱延板を、荒鈍（焼鈍）することなしに、またパス間での中間焼鈍なしに冷間圧延して、共通して板厚 2.0 mm の冷延板とした。

【0060】

50

この冷延板を、各例とも共通して500 × 30秒の溶体化処理を施したが、この溶体化処理温度への平均加熱（昇温）速度と、この温度からの平均冷却（降温）速度とは、表2に示すように種々調節した。この溶体化処理後のアルミニウム合金板から試験片を採取して組織を以下のようにして調査した。この結果を各々表2に示す。

【0061】

（結晶粒界の平均割合、平均結晶粒径）

前記溶体化処理後の試験片の平均結晶粒径と結晶粒界の平均割合の測定は、板の幅方向断面の組織を前記した測定方法により行った。

【0062】

そして、TSL社製EBSP測定・解析システム(OIM)を搭載した、日本電子社製SEM (JEOL JSM 6500F)を用い、この組織における粒界の割合(%)と平均結晶粒径(μm)の測定を行った。各例とも、この測定を、前記した通り、板の幅方向断面の任意の箇所から採取した試験片5個について各々行い、これらの測定値を各々平均化した。各試験片の測定領域は共通して圧延方向に平行な断面の圧延方向400 μm × 最表層から板厚方向100 μmの領域とし、測定ステップ間隔も共通して0.4 μmとした。

【0063】

また、自動車部材への成形加工後の人工時効硬化処理を模擬して、この溶体化処理後のアルミニウム合金板を、120 × 24時間の共通する条件で、人工時効硬化処理を行った。こうして得られたアルミニウム合金板の任意の箇所から試験片を採取して、機械的特性や耐食性を以下のようにして調査した。これらの結果も各々表2に示す。

【0064】

（機械的特性）

各例とも前記人工時効硬化処理後に圧延直角方向の室温引張試験を行い、引張強度(MPa)、0.2%耐力(MPa)、全伸び(%)を測定した。室温引張り試験はJIS 2241(1980)に基づき、室温20 で試験を行った。引張り速度は5 mm / 分で、試験片が破断するまで一定の速度で行った。

【0065】

（微細析出物）

各例とも、参考として、倍率300000倍の透過型電子顕微鏡で観察し、結晶粒内の2.0 ~ 20 nmのサイズの析出物の平均数密度(個/μm²)を測定した。この観察を試験片5個について行い、結晶粒内の2.0 ~ 20 nmのサイズの析出物の数密度を各々求めて、平均化(平均数密度と)したところ、各発明例ともに、2.0 ~ 20 nmのサイズの析出物の数密度は平均で2 ~ 9 × 10⁴ 個/μm³の範囲であった。ここで、析出物のサイズは、面積が等価な円の直径に換算して測定した。

【0066】

（耐SCC性）

前記人工時効硬化処理後の試験片の耐SCC性を評価するために、クロム酸促進法による耐力腐食割れ試験を行った。圧延直角方向に4%のひずみの負荷を試験片にかけ、120 × 24時間の時効硬化処理を行った後、90 の試験溶液に最大10時間まで浸漬し、SCCを目視で観察した。なお、応力負荷はジグのボルト・ナットを締めることにより試験片の外表面に引張応力を発生させ、負荷ひずみはこの外表面に接着した歪みゲージによって測定した。また、試験溶液は蒸留水に酸化クロム36 g、2クロム酸カリウム30 g 及び塩化ナトリウム3 g (1リットル当たり)を加えて作製した。SCCが発生しなかったものを、10時間までにSCCが発生したものを×と評価した。

【0067】

表1、2から明らかなように、各発明例は、本発明アルミニウム合金組成範囲内であり、冷延率および溶体化処理時の平均加熱速度と平均冷却速度とが前記した好ましい範囲内で製造されている。この結果、溶体化処理後の組織として、平均結晶粒径が15 μm以下であるとともに、傾角5 ~ 15°の小傾角粒界の平均割合が15%以上で、かつ傾角15°を超える大傾角粒界の平均割合が15 ~ 50%である組織を有している。この結果、前

10

20

30

40

50

記人工時効処理後の0.2%耐力が350MPa以上、好ましくは400MPa以上であり、耐SCC性にも優れている。ここで、全伸びは自動車部材用として13.0%以上が好ましい。

【0068】

これに対して、各比較例は、合金組成が表1の通り、本発明範囲から外れる。比較例7はZnが下限に外れる。比較例8はMgが下限に外れる。比較例9はCuが上限を超えているため、熱延中に大幅な割れが発生して製造を中断した。比較例10はZrが上限に外れる。

【0069】

また、比較例11、12は、合金組成は表1の通り本発明範囲内であるものの、溶体化処理時の平均加熱速度と平均冷却速度とが小さすぎるなど、適切ではなく、溶体化処理後の組織が、本発明で規定する範囲から外れて、通常の等軸な再結晶組織となっている。すなわち、平均結晶粒径が15 μ mを超え、傾角5~15°の小傾角粒界の平均割合が15%未満で、かつ傾角15°を超える大傾角粒界の平均割合が15%未満である。このため、前記人工時効処理後でも高強度化されていない。

【0070】

以上の結果から、本発明アルミニウム合金板が高強度と高延性そして耐SCC性を兼備するための本発明各要件の臨界的な意義が裏付けられる。

【0071】

【表 1】

区分	番号	アルミニウム合金化学成分組成、質量%(残部Al)									
		Zn	Mg	Cu	Ag	Zr	Mn	Cr	Si	Fe	Ti
発 明 例	1	6.5	1.0	-	-	-	-	-	0.04	0.20	-
	2	5.9	1.2	0.30	-	0.15	-	-	0.04	0.15	0.03
	3	6.5	1.4	0.15	-	0.15	-	0.03	0.05	0.15	0.03
	4	7.5	0.7	0.15	0.05	0.25	0.05	0.10	0.30	0.15	0.10
	5	3.8	3.5	0.15	-	0.15	-	-	0.20	0.20	0.03
	6	5.3	1.7	-	0.10	-	0.15	0.05	0.20	0.40	0.03
比 較 例	7	2.8	1.2	0.15	-	0.15	-	0.04	0.04	0.20	0.03
	8	6.5	0.4	-	0.05	0.15	0.03	-	0.04	0.15	0.03
	9	6.5	0.8	2.0	-	-	-	0.04	0.12	0.15	0.03
	10	6.5	0.9	0.15	-	0.5	-	0.04	0.12	0.15	0.03
	11	6.5	1.2	-	-	-	-	-	0.04	0.20	-
	12	5.9	1.2	0.30	-	0.15	-	-	0.04	0.15	0.03

【 0 0 7 2 】

【表 2】

(表1の続き)

区分	番号	溶体化処理 (500°C×30s)		溶体化処理後の アルミニウム合金板			人工時効硬化処理後の アルミニウム合金板				総合評価
		昇温速度 °C/s	降温速度 °C/s	平均 結晶粒径 μm	傾角5~15° 小傾角粒界の 平均割合(%)	傾角15° 超え 大傾角粒界の 平均割合(%)	機械的特性			耐SCC性	
							引張 強さ MPa	0.2% 耐力 MPa	伸び %		
発明例											
	1	20	50	14.5	16	18	385	353	16.8	○	○
	2	40	100	9.6	36	28	442	408	15.9	○	○
	3	70	300	6.0	35	37	485	456	14.4	○	○
	4	5	5	13.0	18	20	391	362	16.4	○	○
	5	50	50	8.8	30	31	484	451	14.7	○	○
	6	0.1	250	11.2	21	23	466	436	14.9	○	○
比較例											
	7	20	50	10.5	20	25	360	325	18.1	○	×
	8	20	50	12.0	22	22	359	328	17.7	○	×
	9	20	50								×
	10	20	50	9.8	25	27	408	376	12.1	○	×
	11	0.005	50	26.9	10	8	350	255	21.3	○	×
	12	20	0.1	23.4	12	10	365	335	16.7	○	×

10

20

30

40

【産業上の利用可能性】

【0073】

以上説明したように、本発明は、強度と耐力腐食割れ性とを兼備した自動車部材用7000系アルミニウム合金板を提供できる。したがって、本発明は車体軽量化に寄与する、フレーム、ピラーなどの自動車構造部材や、これ以外の他の自動車部材にも好適である。

フロントページの続き

(51)Int.Cl. F I
C 2 2 F 1/00 6 3 0 A
C 2 2 F 1/00 6 3 0 K
C 2 2 F 1/00 6 4 0 A
C 2 2 F 1/00 6 8 2
C 2 2 F 1/00 6 8 3
C 2 2 F 1/00 6 8 5 Z
C 2 2 F 1/00 6 9 1 A
C 2 2 F 1/00 6 9 1 B
C 2 2 F 1/00 6 9 1 C
C 2 2 F 1/00 6 9 2 A
C 2 2 F 1/047
C 2 2 F 1/053

(72)発明者 有賀 康博
兵庫県神戸市西区高塚台 1 丁目 5 番 5 号 株式会社神戸製鋼所 神戸総合技術研究所内
(72)発明者 松本 克史
兵庫県神戸市西区高塚台 1 丁目 5 番 5 号 株式会社神戸製鋼所 神戸総合技術研究所内

合議体
審判長 板谷 一弘
審判官 結城 佐織
審判官 金 公彦

(56)参考文献 特表 2 0 0 6 - 5 0 5 6 9 5 (J P , A)
特開 2 0 0 7 - 1 0 0 1 5 7 (J P , A)
特開平 3 - 1 2 2 2 4 3 (J P , A)
特開平 3 - 1 2 2 2 4 8 (J P , A)
特開平 1 1 - 0 0 1 7 3 7 (J P , A)

(58)調査した分野(Int.Cl. , D B 名)
C22C21/00-21/18
C22F1/04-1/057