6061アルミニウム合金連続铸造铸塊の 引張特性に及ぼす均質化処理と Fe の影響

山下 友一^{*,**}・渡辺 亨^{***}・松田 健二^{****}
穴田 博^{****}・池野 進^{****}

Journal of Japan Institute of Light Metals, Vol. 48, No. 4 (1998), pp. 190-194

Effects of homogenizing treatment and iron content on tensile properties of 6061 aluminum alloy billet produced by continuous casting process

Tomokazu YAMASHITA^{*,**}, Tooru WATANABE^{***}, Kenji MATSUDA^{****}
Hiroshi ANADA^{****} and Susumu IKENO^{****}

The effects of homogenizing treatment and iron content on the tensile properties of 6061 aluminum alloy billet were investigated mainly by tensile test and transmission electron microscopic observation. With the specimens produced by the vertical semi-continuous casting process, the iron content is 0.18, 0.7 and 1.4 mass%, the DAS is 9 and 25 μm , and the grain size is constant at about 80 μm . In the 0.18 mass% Fe alloy, elongation in as-cast is larger in DAS-9 μm than in DAS-25 μm . If they were air cooled after the homogenizing treatment, the difference in elongation between them is decreased with the increase of homogenizing time. On the other hand, if these samples were water quenched after the homogenizing treatment, even when DAS is different, no difference in elongation was found. The cause for this was presumed to be that the cooling condition after the homogenizing treatment accelerated the fracture of specimens by precipitating a coarse β' phase in the air cooling, and its elongation was reduced. It was revealed that the second phase formed between dendrite arms increased with the increase of iron content, the smaller the DAS is, the larger the elongation, and the difference of DAS did not disappear even in a long time homogenizing treatment.

(Received August 22, 1997)

Keywords: 6061 aluminum alloy, tensile property, homogenizing treatment, iron content, DAS

1. 緒 言

著者らが開発した断熱铸型を用いた堅型半連続铸造法は、铸造した铸塊表面が非常に滑らかなこと、および铸塊内部の組織が均一であり結晶粒径やデンドライトアームスペーシング（以降 DAS と記す）が微細なことなどから非常に優れた性質が期待される新铸造法である^{1),2)}。前報³⁾では組織制御が容易な本法を用いて結晶粒径と DAS を任意に制御した 6061 アルミニウム合金铸塊を作製し、その引張特性に及ぼす結晶粒径と DAS の影響を報告した。その結果、結晶粒径が変化すると 0.2% 耐力および引張強さに Hall-Petch の関係が認められ、結晶粒径の減少とともに強くなる現象が見られた。一方、DAS が変化しても 0.2% 耐力および引張強さはほとんど変化せず、DAS の減少とともに伸びが大きくなるという結果が得られた。このとき、as-cast 材を均質化処理すると 0.2% 耐力、引張強さおよび伸びが減少するという現象

が見られた。均質化処理時間を長くすると伸びは as-cast 材に匹敵するまでに回復したが、0.2% 耐力および引張強さは減少したままであり、その原因は不明であった。

また、均質化処理温度が比較的高く時間も長くなると、DAS が大きい材料と小さい材料で伸びの値がほとんど同じ値を取るようになったが、その原因は均質化処理中にデンドライトアームによって偏在した晶出物の分布が分断、分散化して、両材料でほとんど同じ組織を取ることが原因と推測された。しかし、DAS が小さい材料の方が加工性が高いと報告されており⁴⁾、均質化処理を行っても铸造組織が変化しない合金での DAS の影響を詳細に確認する必要がある。

そこで本研究では、as-cast 材に均質化処理を施したときの組織変化を明らかにして均質化処理による強度劣化の原因を調べ、同時に鉄濃度を 0.18, 0.7 および 1.4%（%は mass%）と変化させた合金を用いて DAS が 9 および 25 μm の 2 種類の試料を作製し、その引張特性に及ぼす影響を調べた。

* 富山合金㈱（〒934-8515 新湊市奈呉の江 8-3）。Toyama Alloy Co., Ltd. (8-3. Nagonoe, Shinminato-shi, Toyama 934-8515).

** 富山大学大学院（富山市）。Graduate School, Toyama University (Toyama-shi, Toyama).

*** 富山大学大学院（富山市）〔現在：富山合金㈱（新湊市）〕。Graduate School, Toyama University (Toyama-shi, Toyama) [Present: Toyama Alloy Co., Ltd. (Shinminato-shi, Toyama)].

**** 富山大学工学部（富山市）。Faculty of Engineering, Toyama University (Toyama-shi, Toyama).

Table 1 Chemical composition of basis 6061 aluminum alloy (mass%)

Si	Fe	Cu	Ti	Mn	Mg	Cr	Zn	Al
0.73	0.18	0.26	0.005	0.00	1.02	0.11	0.00	bal.

2. 実験方法

本研究では前報³⁾と同じく断熱鋳型を用いた堅型半連続鋳造装置で6061アルミニウム合金鋳塊を作製して試料とした。各試料は Table 1 に示す成分の鉄濃度が0.18%の合金をベースとし、鉄を添加して0.7%および1.4%を作製した。以降、鉄濃度0.18%を0.18%Fe合金、0.7%を0.7%Fe合金、1.4%を1.4%Fe合金と称す。鋳造は0.18%Fe合金を電気炉で溶解し、所定の鉄濃度に調整した後アルゴンガスを吹込んで脱ガス処理を行い、直径約50 mmの鋳塊に鋳造した。鋳塊の組織は前報で報告した鋳造速度と結晶微細化剤 (Al-5%Ti-1%B合金) 添加量をコントロールする方法³⁾で、結晶粒径が約80 μm 一定でDASが9 μm と25 μm の組織に調整した。以降、DASが9 μm の試料を9 μm 材、25 μm の試料を25 μm 材と称す。鋳造条件は鋳造温度を700°C、冷却水量を20 l/min、冷却水温18°C一定とし、鋳造速度は9 μm 材が250 mm/min、25 μm 材が60 mm/min、微細化剤添加によるチタン含有量を9 μm 材が0.010%、25 μm 材が0.026%とした。得られた鋳塊の組織は結晶粒径を求積法で、DASは2次枝法で確認した。

得られた鋳塊には570°Cで均質化処理を行った。処理条件は処理温度まで2 hで昇温し、昇温直後を0 hとして0~12 hと均熱時間を変化させた。均熱後の冷却は放冷 (平均冷却速度15°C/min) と氷水中への投入の2種類で行った。各々の鋳塊のミクロ組織は光顕観察して均質化処理による組織変化を確認し、かつ透過電子顕微鏡観察も行った。また、渦電流式導電率計を用いて均質化処理による電気導電率の変化を測定した。さらに、これらの鋳塊から平行部直径3 mm、平行部長さ18 mmの小型引張試験片を削出し、インストロン型引張試験機を用いて初期ひずみ速度 $9.3 \times 10^{-4}/\text{s}$ にて引張試験を行った。

3. 実験結果および考察

3.1 均質化処理の影響

Fig. 1 に、9および25 μm のDASを持つ0.18%Fe合金を570°Cで均質化処理したときの処理時間による引張強さおよび0.2%耐力の変化を示す。両者ともに均質化処理を施すと値が減少し、処理時間が長くなってもほぼ一定値を保っている。一方、伸びは両者ともに均質化処理を施すといったん値が小さくなるが、処理時間が長くなるにつれて徐々に伸びの値が大きくなり、最終的にはDASが異なってもほとんど同じ値となる。このように均質化処理材よりもas-cast材の方が強度および伸びが高い原因の一つとして、急冷凝固による残留ひずみの影響が考えられる。

一般にアルミニウム合金連続鋳造鋳塊における凝固時の残留応力は数10から100 MPaにも達するという報告⁵⁾があり、本研究に用いた鋳造法で作製したas-cast材にも大きな残留応力もしくはひずみが存在している可能性がある。そこで、

Fig. 1 Effect of homogenizing time on tensile properties in 0.18 mass% Fe-6061 alloy billets under air cooling condition. Grain size was 80 μm , DAS were 9 and 25 μm and homogenizing temperature was 570°C.

Fig. 2 Effect of strain on hardness in annealed specimens.

同試料を550°Cで6 h加熱後、炉冷して焼なましを施し、その後4%まで引張試験機で塑性ひずみを与え、そのビッカース硬度を確認した。その結果を Fig. 2 に示す。図からわかるように、4%の塑性ひずみを与えても約7 HV程度しか上昇していない。しかし、as-cast材と均質化処理0 h材のビッカース硬度を測定すると、as-cast材が約60 HVに対して0 h材は約42 HVと硬度差が約18 HVもある。このことから、Fig. 1に見られるように約40から50 MPaもの強度の減少は、急冷時に導入されたひずみの解消が主因とは思われない。

急冷凝固による残留ひずみのほかに鋳塊の強度上昇の原因と考えられるのは、凝固速度が速いために母相中に添加元素が強制固溶される結果生じた固溶体硬化がある。Fig. 3に鋳塊を570°Cで均質化処理したときのas-cast材からの電気伝導率の変化を示す。■、□印は均質化処理後に空中で放冷した結果である。9 μm 材および25 μm 材のいずれも均質化処理で電気伝導率は高くなっており、約1時間以降はほとんど一定の値となる。この結果から考えると、鋳造時の残留応力がごくわずかであると思われるので、均質化処理で析出反応が

Fig. 3 Effect of homogenizing time on electrical conductivity. Square marks are air cooling condition. Circle marks are water quench condition.

起こったことにより母相中の固溶原子が排出され、電気伝導率が上昇したと考えられる。

そこで、均質化処理によって母相中に析出物が存在するかどうかを透過電子顕微鏡で観察した。Fig. 4(a)に示す DAS が $9\mu\text{m}$ の 0.18%Fe 合金 as-cast 材では、顕微鏡で見られたデンドライトアーム間に細長く網目状に存在する析出物が観察されている。写真中には転位が観察されず、凝固時の残留ひずみが小さいと推測したことを裏付けている。Fig. 4(b)は均質化処理温度に到達した後、直ちに放冷したときの組織であり、母相の100方向に配列した棒状析出物が明瞭に見られる。本系合金でこのような様相で見られる析出物は中間相の β' 相である。Fig. 4(c)に示すように処理時間が6時間と長くなると、 β' 相は粗大化して大きくなると同時に、よりまばらとなる。これらの結果は DAS が $25\mu\text{m}$ と大きい 0.18%Fe 合金の場合も同様であった。したがって、as-cast 材が均質化処理材に比べて強度が高いのは過飽和に添加元素が固溶したためであり、それらの内のマグネシウムとシリコンが放冷中に析出して粗大な β' 相を形成したため、均質化処理を施すと強度が低下すると考えられる。ここで、均質化処理によって伸びが減少したのは粗大な β' 相が母相中に多

量に析出したためであり、事実、この材料の破断面に見られるデンプルの底には鉄系の晶出物のほかにしばしば β' 相の構成元素であるマグネシウムとシリコンを含んだ棒状析出物が観察されている³⁾。均質化処理時間が長くなると β' 相がまばらになって割れの起点となる頻度が少なくなることが、晶出物の分断、球状化とともに伸びの値が大きくなることの一要因と思われる。

通常、Fig. 4(b)に見られるような β' 相は 570°C といった高温では析出しないと思われ、均質化処理後の冷却時に析出する可能性が考えられる。そこで、均質化処理後に氷水中に急冷した鋳塊を作製し、電気伝導率を測定した結果を Fig. 3 中に ●, ○ 印として併記している。DAS が 9 および $25\mu\text{m}$ の 0.18%Fe 合金はいずれも均質化処理時間が長くなると若干電気伝導率が高くなるが、as-cast 材とほとんど同じ値であり、放冷時のような電気伝導率の上昇が見られない。Fig. 5 は $9\mu\text{m}$ 材を 570°C で 0 h 処理した後、氷水中に急冷したときの透過電子顕微鏡組織である。Fig. 4(a)に見られた細長く網目状の晶出物はほとんど見られない代わりに、結晶粒内に晶出物と思われる粒状のコントラストが観察される。したがって、光学顕微鏡ではデンドライトアーム間の晶出物が分断、分散化してデンドライトアームが不明瞭になり、晶出物が少なくなるように観察されるが、実際には晶出物は形状が小さくなって結晶粒内に分散されている可能性がある。写真からわかるように、 β' 相に相当するような棒状の形態を持つコントラストは見られない。これらの組織を持つ材料を引張試験したときの引張強さおよび 0.2% 耐力を Fig. 6 に示すが、Fig. 1 の均質化処理後に放冷した結果と類似して as-cast 材に比べて均質化処理材の方が低い値を持っている。透過電子顕微鏡組織からわかるように、均質化処理後に急冷した合金には粗大な β' 相は観察されず、マグネシウムとシリコンは母相中に固溶していると推察される。したがって、強度の低下はマグネシウムとシリコン以外の鉄あるいはクロミウム等の晶出物を構成するような種類の添加元素が過飽和に含まれていた母相から均質化処理中に析出した結果と思われる。Fig. 5 の均質化処理後に急冷したときの組織中に不溶性の粒子が as-cast 材に比べ数多く観察されたのはこの推論

Fig. 4 TEM micrographs of 0.18 mass%Fe-6061 alloy billets. (a) as-cast, (b) homogenizing (570°C -0 h → air cooling), (c) homogenizing (570°C -6 h → air cooling)

Fig. 5 TEM micrograph of 0.18 mass% Fe-6061 alloy billet. Homogenizing condition was 570°C-0 h and water quenched.

Fig. 6 Effect of homogenizing time on tensile properties in 0.18 mass% Fe-6061 alloys under water quench condition. Homogenizing temperature was 570°C.

を裏付けていると思われる。一方、伸びは均質化処理後に急冷した試料においてはほぼ37%と高い値を示しており、as-cast 材における約25%に比べて10%以上の増加がある。Fig. 1の均質化処理後に放冷したときには570°Cで12時間という長時間の均質化処理後も約25%程度の伸びしか得られておらず、放冷中に析出する粗大なβ相の影響が非常に大きいことが推察される。

3.2 鉄濃度の影響

Fig. 7(b)はDASが25 μmの0.18%Fe合金の凝固組織であるが、デンドライトアームに沿って網目状に晶出物が見られる。鉄濃度が0.7%と増加するとFig. 7(d)に示すように、晶出物の量が増加するとともに一部共晶と思われる組織が観察される。Fig. 7(f)に示すように、鉄が1.4%と増加すると晶出物はさらに増加し、共晶と思われる組織が多くなっている。Fig. 7(a), (c)および(e)に示すように、DASが9 μmと小さくなると25 μmに比べて晶出物の分布がいずれの合金に

Fig. 7 Microstructure of as-cast under various iron contents.

Fig. 8 Microstructure after homogenizing treatment under various iron contents. Homogenizing condition was 570°C-6 h.

においても細かくなっている。Fig. 8はFig. 7の試料を570°Cで6時間の均質化処理を施したときの組織であるが、鉄濃度が0.18%と少ないとFig. 8(a)および(b)の9と25 μm材の組織のように、晶出物は非常に少なくなっており、また両者の組織にほとんど差違が見られない。しかし、鉄濃度が0.7%と高くなると、Fig. 7(c)および(d)とFig. 8(c)および(d)を比較してわかるようにDASが9および25 μmの試料のいずれもが casting 時の組織を均質化処理後も残存している傾向があり、鉄濃度が1.4%と多い試料ではさらにその傾向が強くなり、

Fig. 9 Effect of homogenizing time on tensile properties in 1.4 mass% Fe-6061 alloys under air cooling condition. Homogenizing temperature was 570°C.

均質化処理後も鑄造組織がそのまま残存しているようである。

Fig. 9 に 1.4% Fe 合金を 570°C で種々の時間均質化処理した後に放冷したときの引張強さおよび 0.2% 耐力を示す。Fig. 1 と比較してわかるように、as-cast 材においては鉄濃度を増加させても引張強さおよび 0.2% 耐力はほとんど同じ値を取っている。均質化処理後の値が as-cast より低くなることも類似しているし、均質化処理時間が長くなってもほとんど同じ値で推移している結果も同様である。この引張強さと 0.2% 耐力に関しては 0.7% Fe 合金でも同様な結果が得られた。一方、伸びは Fig. 1 と同様に as-cast 材では 9 μm 材が 25 μm 材よりも高い値を持っているが、両者とも 20% を切っており、均質化処理初期の伸びの落込みが見られない。また、均質化処理時間が長くなると徐々に増加するが、両者の値の差は保たれたままであり、0.18% Fe 合金の均質化処理時間が長くなると伸びがほとんど同じ値になる結果とは大きく異なっている。0.7% Fe 合金では 0.18% Fe 合金と 1.4% Fe 合金の中間の変化を示し、0.18% Fe 合金に見られた均質化処理初期の伸びの落込み現象と 1.4% Fe 合金における DAS による伸びの差が均質化処理によっても変わらないという現象が共存する結果であった。Fig. 10 は 1.4% Fe 合金を 570°C で 6 h 均質化処理した後放冷した透過電子顕微鏡組織であるが、結晶粒内に明瞭に母相の特定方向に配列した析出物が観察され、棒状の β' 相が均質化処理後の放冷中に析出していることがわかる。このように均質化処理後の合金では 0.18% Fe 合金と同様な析出物の組織を持っていることから、伸びの値が低いことや均質化処理を十分施しても DAS の小さい合金の方が伸びが大きいことは、鑄造直後に見られる多くの晶出物の形成が主因と思われる。つまり、結晶粒界やデンド

Fig. 10 TEM micrograph of 1.4 mass% Fe-6061 alloy billet. Homogenizing condition was 570°C-6 h and air cooling.

ライトアーム間に存在する晶出物が多くなると粗大な β' 相より晶出物の方が割れの起点となりやすくなり、伸びを減少させるものと考えられる。DAS は晶出物の大きさや分散状態に大きく影響するので、必然的に晶出物がより小さくかつ均一に分散する小さい DAS の方が伸びが大きくなると言える。

4. 結 言

鉄濃度を 0.18, 0.7 および 1.4% と変化させた合金を用いて、DAS が 9 および 25 μm の 2 種類の試料を作製し、均質化処理と鉄濃度の引張特性に及ぼす影響を主に引張試験および透過電子顕微鏡観察で調べた結果、以下のような結果を得た。

(1) 鉄濃度が最も低い 0.18% Fe 合金においては、as-cast の状態で DAS が 9 μm の方が 25 μm よりも伸びの値が大きいが、均質化処理後に放冷すると均質化処理時間が長くなるとともに両者の差がなくなりほとんど同じ値となった。一方、均質化処理後に急冷すると DAS が異なってもほとんど同じ伸びの値が得られた。この原因は均質化処理後の放冷中に粗大な β' 中間相が析出し破断の原因となるために伸びの減少が起こること、また均質化処理後に急冷すると β' 相が析出しないために伸びが増加することで説明できた。

(2) 鉄濃度を 0.7 から 1.4% と増加させるとデンドライトアーム間に形成される第 2 相が多くなり、均質化処理を長時間施してもその大きさおよび分布に変化が認められなかった。これら鉄濃度が高い合金ではいずれも DAS の小さい方が伸びの値が大きく、均質化処理を加えても両者の差がなくなかった。

参 考 文 献

- 1) T. Yamashita, K. Kajita, H. Anada, S. Ikeno, T. Tada and K. Nakahira: International Journal of Cast Metals Research, 9 (1996), 241.
- 2) 山下友一, 渡辺 亨, 近藤芳弘, 穴田 博, 池野 進, 多々静夫, 中平 昊: 軽金属, 46 (1996), 494.
- 3) 山下友一, 渡辺 亨, 中平 昊, 松田健二, 穴田 博, 池野 進: 軽金属, 47 (1997), 98.
- 4) 本村 貢, 関口常久: 軽金属, 41 (1991), 77.
- 5) 巨 東英, 井上達夫, 吉原直武: 日本機械学会論文集 (A 編), 55 (1989), 1236.