6063アルミニウム合金押出材のピックアップ欠陥発生機構*

箕田 正**・早川 秀哉***・吉田 英雄**

Journal of Japan Institute of Light Metals, Vol. 49, No. 6 (1999), pp. 253-257

A mechanism of pick-up formation on 6063 aluminum alloy extrusions*

Tadashi MINODA**, Hideya HAYAKAWA*** and Hideo YOSHIDA**

A mechanism of pick-up formation on the surface of extrusions was discussed in this work. First, a quantitative evaluation method was established to determine the transformation ratio of α -AlFeSi (α ratio) from β -AlFeSi in 6063 aluminum alloy billets. By applying the integrated intensity technique of X-ray diffraction peak to study the effect of the α ratio on the pick-up formation, it became clear that the segregation zones in the billet surface affected the pick-up formation. When the α ratio at the billet surface was below 10%, heavy pick-up were observed on the extruded surface even though the α ratio was 100% at the billet center. In the surface of low α ratio billets, Mg_2Si compounds existed around β -AlFeSi particles and it was observed that local melting occurred around them at a temperature between 570 and 580°C. Furthermore, pick-up defects were not found with low magnesium content billets although they showed the α ratio below 10% at the surface. Thus it was considered that pick-up defects occurred due to the peritectic reaction of Al, Mg_2Si and β -AlFeSi at 576°C.

(Received December 14, 1998)

Keywords: Al-Mg-Si, AlFeSi, Mg_2Si , pick-up, α ratio

1. 緒 言

6063アルミニウム合金は押出速度の上昇とともに、ピックアップと呼ばれるむしれ状の欠陥の発生によって押出速度が制限される。この合金には晶出相として AlFeSi および Mg_2Si 化合物が鋳造時に形成される。AlFeSi 晶出物は鉄含有量や鋳造冷却速度によってその形態が異なることが報告されている^{1),2)}が、工業レベルの鋳塊では β -AlFeSi 化合物（単斜晶， $a=0.612$ nm, $b=0.612$ nm, $c=4.15$ nm）として晶出することが多い。ピックアップの原因として、この針状に晶出した β -AlFeSi が主因であり、均質化処理によって球状の α -AlFeSi（体心立方晶， $a=1.256$ nm）への相変態率を上昇させることによりピックアップが抑制されるという報告^{3),4)}や、デンドライト境界に晶出した Si および Mg_2Si の共晶融解が主因であるという説⁵⁾などがある。しかし、いずれもピックアップとの相関を系統立てて論じたものではなく、ピックアップの発生機構については不明な点が多い。また、これまで AlFeSi 晶出物の α 化率の評価は、鋳塊内部について行われたものがほとんどであり、表層に存在する偏析層の影響については議論されていない。さらにその定量測定法も、晶出物各個について分析を行う⁶⁾ものが多く、定量化には手間がかかるという問題がある。

ところで、鉄鋼において硬化鋼中の残留オーステナイト量の定量測定法として、X線回折を用いた方法が広く用いられている^{7),8)}。これを6063アルミニウム合金鋳塊に応用し、他の成分と分離可能な α -AlFeSi および β -AlFeSi のピークの

積分強度を直接比較すれば、マクロ的かつ定量的な α 化率測定が可能になるものと考えられる。

本研究では、X線回折ピークの積分強度から AlFeSi 晶出物の α 化率を定量測定する手法について検討するとともに、 α 化率とピックアップの関係および鋳塊偏析層の影響を調査し、さらにピックアップの発生機構を明らかにすることを目的として、系統的に実験を行った。

2. 実験方法

供試材として、Table 1 に示すサンプル A の成分を有する直径200 mmの6063合金 DC 鋳塊を半連続鋳造法により作製し、570°Cにて最長100時間の均質化処理を行い、ファンによる強制空冷を行った。各鋳塊について、断面の光学顕微鏡組織を観察するとともに、鋳塊表層での AlFeSi 晶出物の α

Table 1 Chemical compositions of alloys in this study (mass%). Alloy A was used for various tests and alloys 0 M, 1 M, 3 M, 5 M were used for verifying pick-up mechanism

Alloy	Mg	Si	Fe	Al
A	0.49	0.43	0.20	bal.
0 M	<0.01	0.46	0.09	bal.
1 M	0.11	0.46	0.10	bal.
3 M	0.33	0.44	0.11	bal.
5 M	0.53	0.44	0.10	bal.

* 軽金属学会第92回春期大会（平成9年5月）および ICAA-6（平成10年7月）にて一部発表。

** 住友軽金属工業(株)研究開発センター（〒455-8670 愛知県名古屋市港区千年3-1-12）。Research & Development Center, Sumitomo Light Metal Ind., LTD.（3-1-12, Chitose, Minato-ku, Nagoya-shi, Aichi 455-8670）。

*** 住友軽金属工業(株)（柏市）。Sumitomo Light Metal Ind., LTD.（Kashiwa-shi, Chiba）。

Fig. 1 Schematic model of preparing samples for X-ray diffraction analysis.

化率を測定した。 α 化率測定の試験片は、Fig. 1に示すように鋳肌より切出し、表面を平らにする目的で厚さ2 mmから1 mmまで冷間鍛造を行い、さらに表面を清浄化するためエッチング処理を行った。エッチングは硝酸、塩酸およびふっ酸を2:6:1に混合した溶液を用い、処理時間は10 sとした。X線回折にはマックスサイエンス社製 MXP3Aを用い、鋳肌にX線を照射した。このときX線源としてCuK α 線を用いた。6063合金鋳塊のX線回折線の一例をFig. 2に示す。AlFeSi晶出物の α 化率 R_α は、

$$R_\alpha = I_\alpha / (I_\alpha + I_\beta) \times 100 (\%) \quad (1)$$

により算出した。ここで、 I_α 、 I_β はそれぞれ $d=0.214$ nmにおける α -AlFeSiおよび $d=0.519$ nmにおける β -AlFeSi化合物の積分強度である。本来 α -AlFeSi晶出物の最大ピークは $d=0.203$ nmに観察されるが、マトリックスの(200)ピークと分離できないことから2番目に強度の高い $d=0.214$ nmのピークを用いた。ただし、 $d=0.214$ nmにピークを有するAlFeSi晶出物には α (体心立方晶、 $a=1.256$ nm) および α' (六方晶、 $a=1.23$ nm, $c=2.62$ nm) が存在するが、ここではこれらを区別することなく、 α 相として扱っている。さらに、式(1)より与えられる α 化率は回折強度率を表すものであり、体積率や質量比と正の相関はあるものの、必ずしも直線関係にはならない。体積率や質量比としての α 化率への換算には、溶解抽出法などで得られた α -AlFeSi化合物と β -AlFeSi化合物を種々の割合に混合した標準試料を作製し、X線回折法による α 化率を測定することにより、検量線を作製する必要がある。しかし、X線回折法により求められた α 化率でも、 α 相と β 相の量的な相対比較は十分に可能であることから、今回の実験では検量線を作製せずに回折強度率としての α 化率を用いた。

均質化処理後の各鋳塊について、ピックアップの評価を行うために熱間押出しを行った。押出材の形状をFig. 3に示す。鋳塊の加熱には誘導加熱炉を用い、420°Cまで約300 sで加熱を行った後、45 m/minの速度で押出しを行った。ピックアップの評価はFig. 3に示す押出材の上面について行った。ピックアップの外観をFig. 4に示すが、粗大なピックアップは前方よりむしろ後方に盛り上りとして残存することから、その盛り上りの数を測定することにより、ピックアップの評価を行った。

Fig. 2 Typical X-ray diffraction pattern of 6063 aluminum billet surface.

Fig. 3 Geometry of extruded section.

Fig. 4 Appearance of a pick-up defect.

均質化処理後の鋳塊について、表層の α 化率とピックアップの関係性を調査した。さらに鋳塊表層の偏析層がピックアップに及ぼす影響を調査するため、表層の α 化率の低い鋳塊について鋳塊表面からの深さと α 化率の関係を調査するとともに、鋳塊表面を0.5 mmの深さまで外削し、その押出材についてピックアップの測定を行った。また、ピックアップの発生機構を検討するため、表層の α 化率が0%, 5%, 20%, 98%の鋳塊についてEPMAによる元素分布調査を行った。さらに表層の α 化率の低い鋳塊について偏析層の融点を測定するため、570°C, 580°C, 590°Cの各温度で昇温保持した塩浴炉を用い、10分間の熱処理後、断面の光学顕微鏡組織観察を行った。そして、推測したピックアップ発生機構の検証を行うことを目的として、Table 1に示す合金0 M, 1 M, 3 M, 5 Mについて直径200 mmの鋳塊を半連続鋳造法により作製し、570°Cにて4 hの均質化処理後強制空冷を行い、X線回折法によるAlFeSi晶出物の α 化率測定を行うとともに、前述と同様の熱間押出しを行い、ピックアップの評価を行った。

3. 実験結果

均質化処理後の鋳塊表層の断面光学顕微鏡組織および α 化率の代表例をFig. 5に示す。均質化処理が長時間であるほど α 化率が高くなり、さらに偏析層の晶出物が分断・凝集化する様子が窺える。ここでは α -AlFeSiと α' -AlFeSi相を区別していないが、均質化処理が長時間であるほど $\beta \rightarrow \alpha \rightarrow \alpha'$ 相への相変態が進むという報告⁹⁾に一致するとみられる。そしてFig. 6にX線回折により求められた鋳塊表層の

Fig. 5 Optical microstructures of 6063 aluminum billets before and after homogenization heat treatments, which were carried out at 570°C for (A) 0 h (as-cast), (B) 4 h, (C) 20 h, (D) 100 h, and the α ratio at the billet surface were 0%, 5%, 40% and 98% respectively.

Fig. 6 Relationship between the number of pick-up defects and the α -AlFeSi ratio estimated at the billet surface by X-ray diffraction technique.

α 化率とピックアップの関係を示すが、 α 化率が高いほどピックアップが減少する様子がみられる。したがって、化学成分が一定の場合、鋳塊の均質化が進むにつれて α 化率が上昇し、ピックアップが減少することが明らかである。

ピックアップが多く発生する α 化率 5% の鋳塊について、その鋳塊表面からの深さと α 化率の関係を Fig. 7 に示す。鋳塊表層では α 化率は 5% と低い値を示したが、内部では α 化率が高くなり、中心部ではほぼ 100% の値を示している。そして表層を 0.5 mm 除去した鋳塊を用いて熱間押出しを行った型材のピックアップ測定結果を Fig. 8 に示すが、外削を行うことによりピックアップが減少し、Fig. 6 の関係に一致することが認められる。この結果より、従来の報告では鋳塊の内部で α 化率を議論しているものが多いが、実際には鋳塊の偏析層がピックアップの発生に影響を及ぼしており、ピックアップと α 化率の対応をとるためには鋳塊の評価を表層付近で行う必要があると考えられる。従来行われてきた溶解残渣法などでは鋳塊の偏析層のみをマクロ的に評価するのは困難であったが、今回用いた X 線回折法による α 化率

Fig. 7 Effect of distance from billet surface on the α ratio.

Fig. 8 Effect of billet peeling on pick-up. Billet peeling was carried out to the thickness of 0.5 mm from the surface.

測定方法は、これを比較的容易に行えるものであり、鋳塊表層の評価に適したものであると考えられる。

4. 考 察

AlFeSi 晶出物を均質化処理により β から α 相へ変態させることによりピックアップが低減することが明らかとなったが、6063 合金鋳塊には AlFeSi 化合物のほかに Mg_2Si 化合物も存在しており、均質化処理前後におけるその挙動ならびに、ピックアップに対する影響は明らかでない。そこで 4 種類の α 化率の鋳塊について EPMA による元素分布分析を行った結果を Fig. 9 に示す。均質化処理前の鋳塊では表層の α 化率が 0% であるが、鉄およびけい素が存在するのと同じ位置にマグネシウム元素が存在することがわかる。すなわち、 β -AlFeSi 晶出物と Mg_2Si 晶出物が共存している。そして鋳塊の均質化が進み、AlFeSi 晶出物の α 化率が高くなるにつれて Mg_2Si 晶出物の分解・固溶が進み、 α 化率 98% では AlFeSi 化合物と Mg_2Si の共存は認められない。

Fig. 4 よりピックアップ後方のメタルの盛りりは直径約 100 μm であり、Fig. 5 より本実験に用いた鋳塊の偏析層におけるセルサイズも直径約 100 μm であることがわかる。これらの大きさはほぼ同等であることから、セル境界が押出中に溶解し、セルの脱落によってむしれ状の欠陥が発生したものがピックアップではないかと推測される。ピックアップが多量に発生する鋳塊表層の α 化率が 5% の鋳塊について、

Fig. 9 Distribution of elements in segregation zones of 6063 aluminum billets with various α -AlFeSi ratio. The α ratio at the billet surface were (A) 0% (as-cast), (B) 5%, (C) 20%, (D) 98%.

塩浴炉で10 min の熱処理を行った後の断面光学顕微鏡組織を Fig. 10 に示すが、570°C では溶解した形跡が見られないのに対し、580°C 以上では晶出物の周囲で溶解の形跡が観察される。従来の報告⁵⁾では、セル境界の Mg_2Si がアルミニウムおよびけい素と555°C で共晶反応を起こすことにより、ピックアップが発生すると言われているが、本実験での結果は

これと異なっている。570°C から580°C の範囲で起こる溶解反応として、

の包晶反応が576°C で起こることが知られている¹⁰⁾。ここで FeSiAl_5 および Fe_2SiAl_8 はそれぞれ β -AlFeSi および α -AlFe-Si である。すなわち、ピックアップの発生機構を Fig. 11 に

Fig. 10 Traces of peritectic melting of Al, Mg_2Si and Al-FeSi in segregation zones of a low α ratio billet. Samples were heat treated for 10 minutes at (A) before heat treatment, (B) 570°C, (C) 580°C, (D) 590°C.

模式的に示すが、ピックアップは β -AlFeSi 晶出物と Mg_2Si 晶出物が共存し、これらの包晶反応によってセル境界が押出加工熱で溶解し、セルが脱落することによって発生するものであり、 α 化率の高い鋳塊では β -AlFeSi 晶出物と Mg_2Si 晶出物の両方が減少するため、ピックアップが発生しにくいと考えられる。そのため、 β -AlFeSi 晶出物が多く存在し、 α 化率が低い場合でも、 Mg_2Si 化合物が β -AlFeSi 晶出物と共存していなければピックアップは発生しないものと考えられる。このことから、マグネシウム量と鋳塊表層における Al-FeSi 晶出物の α 化率およびピックアップの関係を Fig. 12 に示す。サンプル 5 M (0.53 mass% Mg) では α 化率がほぼ 0 % であり、ピックアップも非常に多く発生しているが、サンプル 3 M, 1 M, 0 M では α 化率はサンプル 5 M と同様に低いものの、ピックアップはほとんど発生していない。したがって、マグネシウム量の低減に伴い、 β -AlFeSi 晶出物と共存する Mg_2Si 晶出物が減少し、加工発熱による上記式(2)の局所溶解を起こさないためにピックアップが発生しなくなったと考えられる。

5. 結 言

6063アルミニウム合金鋳塊について、ピックアップに影響を及ぼすとされる AlFeSi 晶出物の α 化率定量測定方法を検討するとともに、ピックアップの発生機構を検討した結果、以下の結論を得た。

(1) X 線回折法を用いた α 化率定量測定方法により、鋳塊表層の α 化率とピックアップの発生量には相関がみられ、 α 化率が高いほどピックアップが減少する傾向がみられた。

(2) ピックアップには鋳塊表面付近の偏析層が影響を及ぼしていることがわかり、 α 化率の評価は鋳塊表層に対して行う必要があることが明らかとなった。

(3) α 化率の低い鋳塊表層において、 β -AlFeSi 晶出物と Mg_2Si 晶出物がセル境界に共存していることがわかった。また、これらの化合物は576°Cにおいて包晶反応を起こし、溶解を起こすことが認められた。

(4) ピックアップはセル境界に共存する β -AlFeSi 晶出物と Mg_2Si 晶出物が押出加工熱で溶解し、セルが脱落するこ

Fig. 11 Schematic model of pick-up formation considered in this study. The left figures are the case of low α ratio billet and the right figures are of high α ratio billet.

Fig. 12 Effect of magnesium content on the α ratio at the surface of the billets and the number of pick-up defects of the extrusions.

とによって発生するものであると考えられた。

(5) マグネシウム量が少なくなると、鋳塊表層の α 化率が低い場合でもピックアップが発生しなくなることが認められた。これは β -AlFeSi 晶出物の周囲に Mg_2Si 晶出物が共存しなくなるためと考えられた。

参 考 文 献

- 1) 谷畑弘之, 松田健二, 池野 進: 軽金属, 47 (1997), 515.
- 2) 谷畑弘之, 松田健二, 池野 進: 軽金属, 47 (1997), 661.
- 3) E. C. Beatty: Pro. 2nd Inter. Aluminum Extrusion Tech. Semi., Vol. 1 (1977), 225.
- 4) L. R. Morris, F. B. Miner and J. B. Lowe: UK Patent, 1333327.
- 5) H. Bischel, A. Reid and J. Langerweger: Aluminium, 57 (1981), E281.
- 6) S. Zajac, B. Hutchinson, A. Johansson and L.-O. Gullman: Mater. Sci. Tech., 10 (1994), 323.
- 7) A. P. Voskamp: Adv. in X-Ray Analysis, 20 (1977), 529.
- 8) Carol J. Kelly and M. A. Short: Adv. in X-Ray Analysis, 15 (1972), 102.
- 9) 谷畑弘之, 菅原智志, 松田健二, 池野 進: 軽金属, 48 (1998), 489.
- 10) L. F. Mondolfo: Aluminum Alloys, Structure and properties, Butterworths, London, (1976), 658.