6061アルミニウム合金の機械的特性に及ぼす 押出条件と焼入れ冷却速度の影響

松岡 秀明*・坂口 雅司*

Journal of Japan Institute of Light Metals, Vol. 50, No. 5 (2000), pp. 222-226

Effect of extrusion conditions and cooling rate for quench on mechanical properties of 6061 aluminum alloy extrusions

Hideaki MATSUOKA* and Masashi SAKAGUCHI*

Effects of extrusion conditions (temperature and speed) and cooling rate during quenching on tensile properties of 6061 aluminum alloy extrusion after T6 treatment are studied in relation to microstructures. Materials were extruded at the temperature of 673 K and 803 K and at the speed of $2.83 \times 10^{-2} \sim 2.33 \times 10^{-1}$ m/s, quenched at the cooling rate of 1.0~83.3 K/s after the solution treatment at 803 K-10.8 ks, and aged at 453 K-28.8 ks. 0.2% proof stress and tensile strength are higher when the temperature and speed of extrusion are high, or when the cooling rate during quenching is high. This is related with grain size and amount of solute Mg and Si after quenching. Elongation is lower at the cooling rate of 4.3~6.3 K/s in quenching. This is dependent on the large precipitates at grain boundaries.

(Received November 19, 1999)

Keywords: tensile property, extrusion, cooling rate for quenched, TEM, microstructure, Hall-Petch relation, grain size

1. 緒 言

熱処理型合金である Al-Mg-Si 系合金では、溶体化処理による過飽和固溶体形成からそれに引続く時効処理によって β -Mg₂Si 相がマトリックス中に析出するが、その機械的特性は転位のすべり運動と β -Mg₂Si 相の析出量との相互作用によって決定される¹⁾。

周知の通り、Al-Mg-Si 系合金の焼入れ感受性は合金濃度に依存し、たとえば6061アルミニウム合金の機械的特性は6063アルミニウム合金よりも冷却速度の影響を強く受ける²⁾。これは、溶体化処理によって形成される過飽和固溶体量が冷却速度に応じて異なるためであり、6061合金では高い強度を得るために十分な冷却速度を設定する必要がある。一方、押出型材において熱応力による形状変化を抑制するために焼入れ時に緩やかな冷却速度を選定する傾向となる。しかし、これは先述した強度に関する配慮とは相反する対応策であり、両者の性質を満足できる実用上条件を選択するに止まっているのが現状のようである。その他、機械的特性に対する因子としては、押出加工によって決定づけられる組織形態等、様々な金属組織学的因子が密接に関与しているが、これまで Al-Mg-Si 系合金の機械的特性とこれら金属組織学的因子を生産工程に準じて系統的・定量的に評価した報告例は少ない。

本研究は、6061合金の引張特性を決定づける因子を生産工程に準じて調査し、最終的には安定した特性を得るための重

要な制御因子を明らかにしていくことを目的としたものである。ここでは、6061合金型材の押出条件と焼入れ時の冷却速度を任意に調整した場合に引張特性がどのように変化するかを調査、検討した。

2. 実験方法

本実験では、Mg/Si比をバランス組成とした実用6061合金 (Al-1.10 mass%Mg-0.64 mass%Si-0.3 mass%Fe-0.05 mass%Mn-0.11 mass%Cr) を用い、ビレット直径300 mmにDC 鋳造後、温度823 K、時間21.6 ksの均質化処理を施し押出しに供した。押出条件は、押出温度 t_E が673 K、803 Kの2条件、製品速度 V_E を $2.83 \times 10^{-2} \sim 2.33 \times 10^{-1}$ m/s の範囲

Fig. 1 Shape and dimensions of extrusion (in mm).

* 昭和アルミニウム(株)研究開発部技術研究所 (〒323-8678 栃木県小山市犬塚1丁目480番地)。Technical Research Section, R & D Department, SHOWA ALUMINUM Co. (1-480, Inuzuka, Oyama-shi, Tochigi 323-8678).

Fig. 2 Typical microstructures of L-T cross section in 6061 aluminum alloy after extrusion at 803 K and solid solution treatment at 803 K for 10.8 ks.

で数段階に設定した。なお、押出材は Fig. 1 に示す L 型形状とした (押比 35)。押出後大気中にて放冷し、定速区間より長さ 200 mm に切断後、溶体化処理に供した。溶体化処理は温度 803 K、時間 10.8 ks とし、放冷、ファン空冷 (強弱)、水冷にて冷却した。各冷却法における温度履歴を試験片に取付けた熱電対にて測定し、773 K から 623 K 間の温度範囲の全測定データより最小自乗法にて冷却速度 R_C を求めると放冷、ファン冷の 2 種、水冷でそれぞれ 1.0, 4.3, 6.3, 83.3 K/s であった。焼入れ後室温大気中にて 43.2 ks 保持し、温度 453 K、時間 28.8 ks の人工時効処理を施した。

引張試験片は JIS5 号試験片とし、L 型型材の長手 (150 mm) より押出方向が引張方向と一致するよう採取した。

3. 実験結果

3.1 ミクロ組織

Fig. 2(a), (b) には $t_E = 803$ K, V_E を 2.83×10^{-2} および 2.33×10^{-1} m/s で押出し、T6 処理した場合の L-T 断面のミクロ組織例を示す。なお、 $t_E = 673$ K とした場合 $t_E = 803$ K よりも平均結晶粒径 d_S が 10~20% 程度大きくなったが、基本的な組織形態は同様であった。また、Fig. 2 で示したのは $R_C = 1.0$ K/s とした場合の観察例であるが、 R_C を変化させた場合では d_S に大差は確認されていない。Fig. 2(a) で示したように、低速で押出した供試材では T6 処理を施すと内部には非再結晶組織が残存し、表層には粗大な再結晶粒組織が形成されていた。なお、押出後の結晶粒形態は押出方向に伸

Fig. 3 Relationship between extruded speed and average grain size in 6061 aluminum alloy extruded at 673 K and 803 K.

長した扁平粒組織で、板厚方向全域での平均アスペクト比 (L 方向の d_S / (LT 方向の d_S)) は約 4.2 であった。他方、Fig. 2(b) で示した高速で押出した供試材の結晶粒は、Fig. 2(a) に比べ表層、内部ともに小さく、板厚方向の全面で再結晶組織となっていた。高速で押出した場合も押出方向に伸長した扁平粒であったが、板厚方向全域での平均アスペクト比は約 2.1 であり、 V_E が大きくなるほど等軸粒に近い結晶粒形態となった。

Fig. 3 には、各試験片 (T6 処理) において t_E と V_E を変えたときの板厚方向全域での d_S の関係を示した。なお、各試験片では板厚方向の d_S に分布があったが、平均的な扱いとして Fig. 3 に示す関係となった。また、先述したように d_S の R_C 依存性は基本的には認められなかったため、Fig. 3 には各試験片の代表例として R_C を 1.0 K/s とした場合の結果を示した。Fig. 3 から明らかなように、 d_S は V_E の増加とともに小さくなり、押出加工時のひずみ速度レベルに応じた再結晶核生成サイトの変動が d_S のレベルを支配している。また、 d_S は t_E が高いほど小さくなる傾向が認められたことは、押出時のひずみ、熱の両エネルギーによって促進された連続的な再結晶過程が d_S レベルに大きく影響を及ぼすことを示す結果となった。

3.2 TEM 観察結果

Fig. 4(a), (b) には $t_E = 803$ K, $V_E = 2.83 \times 10^{-2}$ m/s において、 R_C が 4.3, 83.3 K/s の場合の粒界近傍の TEM 観察例を示した。なお、 $V_E = 2.83 \times 10^{-2}$ m/s では再結晶組織と非再結晶組織が混在していたので、ここではその界面の TEM 観察結果を示した。Fig. 4 で示したように、 $R_C = 4.3$ K/s では粒界上に 5 μm を超えるような粗大な第二相粒子が分散していたが、 $R_C = 83.3$ K/s では粗大なものは確認できなかった。この傾向は V_E が変化しても同様で、特に R_C の小さい範囲 (6.3 K/s 以下) で粗大な第二相粒子が存在することがわかった。 t_E が 673 K の場合は、803 K よりも第二相粒子は粗大になる傾向となった。その分布状態は d_S に依存し、 d_S が大きくなるほど第二相粒子は粗大・低密となる傾向であった。なお、Fig. 4(a) のような粗大な第二相粒子の多くは、Al-

Fig. 4 Transmission electron micrographs of grain boundaries between recrystallized and unrecrystallized grain in case of $V_E = 2.83 \times 10^{-2}$ m/s at 803 K.

Fe-Si 系金属間化合物 (一部 Mg を含む) であった。

3.3 引張試験結果

Fig. 5 および Fig. 6 には、 t_E が 673 K, 803 K において R_C を変化させた場合の本合金の引張試験結果を示した。まず、 $t_E = 673$ K (Fig. 5) の結果についてみると、Fig. 5(a) で示した 0.2% 耐力 $\sigma_{0.2}$ は R_C が大きく、また V_E が大きくなるほど上昇していた。この傾向は Fig. 5(b) で示した引張強さ σ_B に対しても同様であった。一方、Fig. 5(c) の破断伸び ϵ_f は $R_C = 1.0 \sim 6.3$ K/s の範囲では R_C が大きくなるほど低下したが、 $R_C = 83.3$ K/s では他の R_C におけるそれよりも高くなった。この関係は、金属材料において従来から知られている強度の上昇に伴い延性が低下する現象とは異なる結果であった。なお、 $t_E = 803$ K (Fig. 6) の結果は基本的に Fig. 4 で示した $t_E = 673$ K の結果と同様であったが、Fig. 5 と Fig. 6 を比較すると引張特性は t_E が高い方が高くなる傾向であった。したがって、6061 合金は高温、高速で押出加工し、さらには冷却速度を大きくすると高い強度が得られることがわかった。

4. 考 察

4.1 0.2% 耐力に対する支配因子

熱処理型アルミニウム合金の $\sigma_{0.2}$ は、式(1)の一次加算式でおおよそ近似できることが知られている³⁾。

$$\sigma_{0.2} = (\Delta\sigma_P + \Delta\sigma_S) + \Delta\sigma_{HP} + \Delta\sigma_{GB} \quad (1)$$

ここで、 $(\Delta\sigma_P + \Delta\sigma_S)$ は析出強化量 $\Delta\sigma_P$ と固溶強化量 $\Delta\sigma_S$ の和、 $\Delta\sigma_{HP}$ は結晶粒微細化強化量、 $\Delta\sigma_{GB}$ は粒界近傍の組

Fig. 5 Tensile property of 6061 aluminum alloy extruded temperature at 673 K.

Fig. 6 Tensile property of 6061 aluminum alloy extruded temperature at 803 K.

Fig. 7 Relation between 0.2% proof stress and average grain size of 6061 extruded alloy quenched for cooling rate, $R_C = 1.0, 4.3, 6.3$ and 83.3 K/s.

織形態に依存する強度増分である。

Fig. 7(a)および(b)は、 t_E が673 Kと803 Kにおいて $\sigma_{0.2}$ と $d_s^{-1/2}$ の関係を R_C に応じて整理したものである。Fig. 7から明らかなように、本材料の $\sigma_{0.2}$ と $d_s^{-1/2}$ の間にはHall-Petchの関係が成立しており、 d_s の減少とともに $\sigma_{0.2}$ が増加していた。Fig. 7の(a)と(b)を比較すると、 t_E が673 Kでは d_s の変化に応じて $\sigma_{0.2}$ が著しく変動しているのに対し、803 Kでは673 Kよりも $\sigma_{0.2}$ に対する d_s の効果が小さいことがわかる。この結果は、本実験材料の $\sigma_{0.2}$ の d_s 依存性に及ぼす t_E の影響が大きく、高温よりも低温で押出した方が d_s レベルに応じて $\sigma_{0.2}$ が大きく変化することを示している。各 R_C レベルに関係なく $\sigma_{0.2}$ と d_s の間にはHall-Petchの関係が成立していたが、 $\sigma_{0.2}$ のレベルは R_C が大きくなるにつれて高くなっていた。これは、焼入れ過程で生じる過飽和固溶体の形成度に依存する現象で、 R_C が小さくなるにつれて過飽和固溶体から一部第二相粒子（たとえば、Mg-Si系、Al-Fe-Si系等）が析出したことに起因すると考える。式(1)で示した($\Delta\sigma_S + \Delta\sigma_P$)は過飽和固溶体の形成度合に関係し、溶体化処理後の冷却過程において第二相粒子が多く析出する

ようになると、必然的に $\sigma_{0.2}$ に及ぼす $\Delta\sigma_S$ が減少する。さらには、 $\Delta\sigma_P$ も同時に減少することから、 $\sigma_{0.2}$ が R_C レベルに応じて異なったものと考えられる。

ところで、Fig. 7で示したHall-Petchの関係では、 t_E が673 Kよりも803 Kの方が傾き K が小さくなる傾向となった。式(2)で示したHall-Petchの関係において、 K は結晶粒微細化強化の程度を表す定数である^{3),4)}。

$$\sigma_{0.2} = \sigma_0 + K \cdot d_s^{-1/2} \quad (2)$$

ここで、 σ_0 は単結晶材の強度である。 K が異なった理由としては、主として粒界における転位の拘束度合の影響が大きい³⁾。多結晶性材料ではSchmid因子の大きい結晶が優先変形し、その後の連続的な応力増加によって隣接結晶粒へ変形が伝播する。その際、粒界上で第二相粒子が存在すれば、その周辺では転位が局所的に集積する。そのため、マトリックス/第二相粒子界面で応力集中が生じ、応力集中量が界面強度を超えた局所領域では界面はく離き裂が生じる⁵⁾。式(1)中の $\Delta\sigma_{GB}$ は第二相粒子の分散に起因する強化量を意味し、第二相粒子界面ではく離き裂が発生するような状況では $\sigma_{0.2}$ の低下を招く。本実験材料において、第二相粒子は t_E が803 Kよりも673 Kの方が粗大で、また d_s が大きいほど粗大・低密化する傾向にあったことは前述した。上述したメカニズムを勘案すると、第二相粒子が粗大であった d_s が大きいもののほど界面ではく離き裂の発生頻度が高くなると考えられることから、 $\sigma_{0.2}$ を定義する弾塑性変形範囲で生じた微視的変形様式の差が $\sigma_{0.2}$ の変動を招き、結果として K に違いが現れたと考えることができる。

ほかに、 V_E が小さい場合に認められた繊維組織内部のsub grainの形成が関与している可能性がある。しかし、(1)本実験結果では t_E に関係なく V_E の低い領域でsub grainが形成されていたこと、(2)sub-boundaryによる強化量が比較的小さいことを考慮すると、本実験で得られた K の違いに対して寄与率は小さいと予測できる。各 t_E において、 K は R_C のレベルによっても異なっていたが、これは粒界近傍で形成される無析出帯(PFZ)に依存する現象であろう。PFZの幅は R_C に密接に関係し、特に R_C の小さい領域では著しく成長する^{6),7)}。PFZ内部は析出粒子が枯渇で強度が低く、変形過程ではPFZが優先変形する⁵⁾と考えられることから、それと第二相粒子を起点とする粒界破壊の発生が K の違いとなったものと考えられる。ところで、 K の違いに対してPFZの成長度合が支配的であるとすると、 t_E が高くPFZが大きく成長するほど K が大きくなると推察される。しかし、本実験範囲では t_E が高い方が K は小さくなっていたことを勘案すると、 K の違いに対してPFZの影響は小さいものと判断することができた。

以上のように、本実験材料の $\sigma_{0.2}$ に対しては過飽和固溶体の形成度合に依存する固溶強化量と析出強化量、結晶粒径といった主たる強化因子と、溶質原子および第二相粒子の分散状態による局所的な応力集中度合が支配的であり、ほかに焼入れ時に生じるPFZの成長度合といった粒界近傍の影響等が相互作用し決定されたものと考えられる。これらは、特に押出条件および熱処理条件によって異なった因子であったので、6061合金の強度を決定する生産上の寄与因子を明らかにすることができた。

Fig. 8 Relationship between elongation and cooling rate of 6061 aluminum alloy with various speeds extruded at 803 K.

4.2 延性能に対する支配因子

一般に、金属材料の引張特性は強度の上昇に伴い延性が低下するようになるが、本実験では同関係式を満足する結果は得られなかった。この原因を明らかにすることが実用上極めて重要であると考え、次に ϵ_l の支配因子について破壊様式を考慮しながら考察を行った。

Fig. 8は、 $t_E=803$ Kとした場合の ϵ_l を R_c との関係で再整理した結果である。Fig. 8から明らかなように、 V_E に関係なく R_c が4.3~6.3 K/sの範囲で ϵ_l が小さくなった。 t_E を673 Kとした場合 ϵ_l は803 Kよりも低かったが、基本的な傾向は同様であった。 ϵ_l が R_c が4.3~6.3 K/sの範囲で減少した現象を考察する目的でフラクトグラフィを実施した。Fig. 9には、 $t_E=803$ K、 $V_E=2.83 \times 10^{-1}$ m/sで一定とし R_c が異なる場合のフラクトグラフィ結果を示した。Fig. 9で示したように、 $R_c=4.3$ K/sは第二相粒子を核としてディンブルが形成されたような顕著な粒界延性破壊であったが、 $R_c=83.3$ K/sでは粒界破壊は認められず粒内破壊様式となっていた。粒界割れの発生箇所とFig. 2のミクロ組織観察結果を対応させてみると、 V_E が小さい場合、表層近傍の再結晶組織と非再結晶組織の界面で粒界破壊が生じていることがわかった。Fig. 4で示したように、粒界破壊が著しかった R_c が小さい範囲の粒界には被覆率の高い粗大な第二相粒子が分散していた。前節で示したメカニズムのように、粒界上の第二相粒子は変形過程において応力集中源として作用し、さらには応力集中量の増加によってマトリックス/第二相粒子界面ではなく離き裂を助長するので、見掛け上 ϵ_l が低下するといえる。したがって、本実験で確認された $\partial\sigma/\partial\epsilon$ の係数に律則しない現象は、粒界上の粗大な第二相粒子の存在が大きかったものと結論づけることができた。

(a) $R_c=4.3$ K/s

(b) $R_c=83.3$ K/s

Fig. 9 Scanning micrographs of tensile fracture surface of 6061 aluminum alloy extruded at 803 K.

5. 結 言

6061合金の引張特性を決定づける因子について生産工程に準じて調査を行った。得られた結果をまとめると以下のようになる。

(1) 6061合金の強度は高温、高速で押出加工し、かつ焼入れ冷却速度を大きくすることで高くなることがわかった。これには、押出加工および焼入れ時に決定される結晶粒径、過飽和固溶体量、粒界上の第二相粒子、PFZの状態等の結晶学的、組織学的因子が密接に関係していた。

(2) 延性能に関しては冷却速度が1.0~6.3 K/sの範囲で小さくなったが、これには特に粒界上の粗大な第二相粒子の分散が影響を及ぼしていた。

参 考 文 献

- 1) たとえば, D. Hanson and M. L. Gayler: J. Inst. Metals, 26 (1921), 321.
- 2) たとえば, D. Marchive and R. Deschamps: Aluminium, 55 (1979), 37.
- 3) 松岡秀明, 広瀬幸雄, 岸 陽一, 東 健司: 材料, 46 (1996), 665.
- 4) 広瀬幸雄, 松岡秀明, 東 健司: 日本機械学会, 63A (1997), 613.
- 5) 川畑 武: 軽金属, 33 (1983), 38.
- 6) たとえば, J. C. Ball: Phil. Mag., 2-2 (1957), 1100.
- 7) たとえば, 馬場義雄, 吉田英雄: 日本金属学会報, 22 (1983), 115.