AC4CH アルミニウム合金鋳物の ECAP 加工性に及ぼす
予備加熱温度の影響*

中山 栄浩**・宮崎 徹也***

Journal of Japan Institute of Light Metals, Vol. 60, No. 6 (2010), pp. 288-293

Effect of preheating temperature on ECAP formability of
AC4CH aluminum casting alloy*

Yoshihiro NAKAYAMA** and Tetsuya MIYAZAKI***

Effects of preheating treatment on the microstructural features and the ECAP formability at room temperature were investigated for an AC4CH aluminum alloy. The preheating treatment at the temperature range from 260°C to 560°C improved the ECAP formability at room temperature, especially at around 350°C the occurrence of cracks was inhibited effectively. When the preheating treatment was carried out at 410°C or less the hardness of primary α -Al decreased with rise in preheating temperature, while the increase of the hardness was observed for the test pieces preheated at above 470°C. The observation on the eutectic Si particles showed that the mean cross-sectional area and the spherical coefficient were constant at the preheating temperatures below 410°C but increased clearly at 470°C and higher. In addition to the above, when the hardness of the primary α -Al reached to a specified value due to a strain hardening by the repetitive ECAP press, the cracks occurred in the test piece and the ECAP process became impossible. These experimental results implied that the hardness of the primary α -Al gave a useful indication for the ECAP formability at room temperature. Cracks at the rear section of the test piece initiated on the inner side of ECAP channel angle and propagated preferentially along the solidification cell regions, that is, not only at the interface between aluminum matrix and eutectic Si particles but also at the transcrystalline cracking of eutectic Si particles.

(Received March 3, 2010 Accepted March 15, 2010)

Keywords: *sever plastic deformation, AC4CH aluminum casting alloy, equal-channel angular pressing, preheating temperature, primary α -Al, eutectic Si particle, hardness*

1. 緒 言

Al-Si 系共晶合金は、铸造性に優れ、強度や耐摩耗性などにも優れることから、輸送機器分野において広く採用されている。しかし、Al-Si 系合金のミクロ組織はデンドライト状のアルミニウムや共晶 Si 粒子ならびに引け巣などの铸造欠陥から構成されるので、延性と韌性に劣る。Al-Si 系铸造合金の延性を改善するために、さまざまな改良処理や熱処理技術が検討されてきた¹⁾。検討の最初のカテゴリーでは、共晶 Si 粒子の形状改善を目的とした。Na や Sr などの共晶組織改良剤が Si 粒子を球状化するために使用されている。くわえて、530°C 程度の高温で長時間保持する熱処理（溶体化処理）も、Si 粒子の形状を改善するために実施されている。溶体化処理に伴う共晶 Si 粒子の球状化と粗大化に関連して、本合金の延性は改善される。第2のカテゴリーでは、半凝固半溶融铸造プロセスや溶湯鍛造法ならびに铸造と鍛造の複合プロセスなどの適用による共晶 Si 粒子や初晶 α -Al の微細化や再分布

を検討している。近年、共晶 Si 粒子や初晶 α -Al の微細化や再分布を実現するために、HPT (High-Pressure Torsion) や ARB (Accumulative Roll Bonding) ならびに ECAP (Equal-Channel Angular Pressing) などの強ひずみ加工技術が適用されている^{2)~7)}。強ひずみ加工は共晶 Si 粒子や初晶 α -Al の微細化や再分布をもたらし、アルミニウム母相において Si 粒子を均一に分散し、また引け巣欠陥などを消滅する。このようなミクロ組織の改良は、Al-Si 系铸造合金における延性や韌性の改善に寄与する。Aibin Ma らは、Al-Si 系铸造合金の衝撃韌性や引張特性に及ぼす ECAP の影響について検討を加え、ECAP 処理による初晶 α -Al の微細化と共晶 Si 粒子の均一分散に伴い延性と衝撃韌性が顕著に改善されることを報告している^{8)~11)}。Aibin Ma らは、試料の ECAP 加工性を優先したために ECAP 加工を高温 (300°C から 400°C) で実施したので、加熱機能を具備した金型の作製や加工中における温度を管理する必要があった。くわえて、高温における ECAP 加工は、強ひずみ加工に伴うひずみの蓄積効果を低減する。これらの

* 本論文は Materials Transactions, Vol. 51, No. 5 (2010), 918-924 に掲載したものである。

** 山梨大学大学院医学工学総合研究部 (〒400-8511 山梨県甲府市武田4-3-11)。University of Yamanashi, Interdisciplinary Graduate School of Medicine and Engineering, Science Department of Research (4-3-11, Takeda, Kofu-shi, Yamanashi, 400-8511)。

*** 山梨大学大学院医学工学総合教育 大学院生 (甲府市)。University of Yamanashi, Interdisciplinary Graduate School of Medicine and Engineering, Science Department of Education (Kofu-shi, Yamanashi)。

高温での ECAP 加工に関連する諸課題を克服するためには、ECAP の加工温度を下げる事が望ましい。この点を実現するためには、室温での ECAP 加工に適するマイクロ組織の解明が重大な関心事となる。一方、ECAP に適するマイクロ組織は、FSP (Friction Stir Processing) などの強ひずみ加工技術の適用による鋳物製品の局所的な材料特性の改善をも容易にすると考えられる。そこで本研究の目的として次の 3 項目を設定した。最初に、AC4CH アルミニウム合金を試料に選び、予備加熱温度が室温での ECAP 加工性に及ぼす影響を実験的に調査した。次に、マイクロ組織に及ぼす予備加熱温度の影響を定量的に評価した。最後に、室温での ECAP 加工性とマイクロ組織変化との対応関係について検討した。

2. 実験試料および実験方法

ECAP 加工のための矩形状試験片 (40mm×15mm×5mm) を AC4CH アルミニウム合金のインゴットから採取した。実験試料の化学組成 (mass%) の分析結果は、Si (7.16), Mg (0.31), Fe (0.09), Zn (0.02), Ti (0.11), Sr (72ppm), および Al (残) であった。700°C に調製された溶湯を、150°C に予熱した JIS 舟金型へ大気圧下で注湯した。試験片の形状および採取位置を Fig. 1(a) に示す。30 分の予備加熱後、試験片は直ちに氷水中 (0°C) へ急冷された。実験に用いた AC4CH 合金インゴットの固相線温度に関する予備実験結果に基づいて、予備加熱処理の最高温度は 575°C とした。予備加熱処理の後、室温で 48 時間保持 (自然時効) した後に、ECAP 加工へ供した。Fig. 1(b) に示す金型 ($\phi: 135^\circ$, $\psi: 13^\circ$) を用い、室温で ECAP 加工を施した。本研究におけるプロセスルートは、堀田らの分類¹²⁾ に従うとルート A に相当する。試験片と金型との摩擦を低減するために、MoS₂ 含有グリスを使用した。(1) 式¹²⁾ を用いて、1 パスの ECAP 加工により導入される相当ひずみを評価すると約 0.47 であった。

$$\varepsilon_N = \frac{N}{\sqrt{3}} \left[2 \cot \left(\frac{\phi}{2} + \frac{\psi}{2} \right) + \psi \cos ec \left(\frac{\phi}{2} + \frac{\psi}{2} \right) \right] \quad (1)$$

ここで、 N は ECAP のパス数である。

48 時間の自然時効の後、示差走査熱量計を用いた熱分析ならびにマイクロピカース硬さ計を用いた硬さ測定を行った。画像解析装置を用いて、共晶 Si 粒子の大きさや形状に及ぼす予備加熱温度の影響を定量的に評価した。

Fig. 1 Schematic illustrations showing test piece shape and cut-off position from ingot (a) and die configuration and route of ECAP process (b).

3. 実験結果および考察

3.1 ECAP 加工性に及ぼす予備加熱温度の影響

ECAP 加工性に及ぼす予備加熱温度の影響を Table 1 に、また ECAP 加工後の試験片の外観写真を Fig. 2 に示す。Table 1 中の各印は、試験片におけるき裂の発生状態を表す。具体的には、○はき裂が認められない状態、△は ECAP 金型溝の内側側面と接した試料表面 (以下、試験片内側表面) に

Table 1 Effect of preheating temperature on ECAP formability

		Pass number of ECAP				
		1st	2nd	3rd	4th	5th
Preheating temperature, T/°C	575	△				
	560	◎	△			
	530	◎	○	△		
	500	◎	○	△		
	470	◎	○	△		
	440	◎	○	△		
	410	◎	◎	△		
	380	◎	○	○	△	
	350	◎	◎	○	○	△
	320	◎	○	○	○	△
	290	◎	◎	△		
	260	○	△			
	230	△				
	200	△				
	As-cast	△				

◎: no cracks, ○: a crack in front section, △: many cracks

Fig. 2 Optical micrographs of test pieces. Preheating treatment was carried out at temperature range from 200°C to 575°C for 30 min before ECAP process.

において多数のき裂が発生した状態、および○はECAP加工の初期段階においてせん断変形が施される試験片の前半部位(試験片前半部位)に1つのき裂が発生した状態をそれぞれ表す。Table 1とFig. 2にみられるように、200°Cや230°Cあるいは575°Cで予備加熱処理を加えた場合には、1パスのECAP加工でも試験片内側表面には多数のき裂が発生した。このようなき裂の形成状況は鋳造材においても同様に観察された。他方、260°Cから560°Cで予備加熱処理を施した場合には、ECAP加工が可能となる。350°Cで予備加熱された試験片は、2パスまでき裂を形成しない。3および4パスでは試験片前半部位にき裂が形成され、ECAP加工が5パスに達すると試験片の前半と後半のいずれの部位にもき裂が同時に形成される。

ECAP加工中における軸圧縮力の不足が、試験片前半部位に最初のき裂が形成される理由と考えられる。つまり、軸圧縮力が不足する試験片前半部位では、せん断変形に代わり塑性変形に対する曲げ変形の寄与が大きいものと思われる。き裂発生に及ぼす軸圧縮力の影響を検討するために、ECAP加工中におけるシリンダ圧力を調査した。シリンダ圧力(試験片に作用している軸圧縮力に相当)をパンチ変位に対してプロットするとFig. 3に示す結果が得られた。Fig. 3では、2つの異なる方法でECAP加工を施した際に得られたシリンダ圧力が、パンチ変位に対して示されている。1つ目の方法では、1本の試験片が単独でECAP加工され、再び次の加工のために金型に挿入される(Individual Press)。他の方法では、2つの試験片が交互にかつ連続して加工される(Continuous Press)。この方法では、後続の試験片がECAP加工される際には、先行して加工された他の試験片が必ず前方に存在する。以下では、これらの各加工方法をINPおよびCOPと略記する。シリンダ圧力はECAP加工の進展に伴い徐々に増加し、その後飽和した。COPと比較すると、INPのシリンダ圧力は小さな値を示した。特に、パンチ押込み量が $L < 20$ mmのECAP初期段階では、その傾向が顕著であった。つまり、INPにおける上述シリンダ圧力の低下が、試験片前半部位におけるき裂の発生を助長する曲げ変形の原因と考えられる。COPの手法でECAP加工された試験片をFig. 4に例示する。これらの試験片は、350°Cで予備加熱処理され、その後COP法で5パスまでECAP加工されている。これらの試験片では試験片前半部位にき裂の発生が認められないが、これは軸圧縮力

の増大に関連すると考えられる。他方、Fig. 2ですでに示したように、INP法でECAP加工を施した場合には多数のき裂が発生した。これらの実験結果から、軸圧縮力の増大はき裂の発生を抑制すると言える。S. B. Kangらは、引張モードのき裂の発生は静水圧的な圧縮応力により抑制されると報告している¹³⁾。特に断りのない限り、本研究で以下に示す諸データはINP法によりECAP加工された試験片に関する実験結果である。

3.2 ミクロ組織に及ぼす予備加熱温度の影響

ECAP加工性へ影響を与えるミクロ組織としては、デンドライトアーム間隔、アルミニウム母相の硬さ、共晶Si粒子の形態、および鋳造欠陥などが考えられる。予備加熱処理はアルミニウム母相の硬さと共晶Si粒子の大きさや形状に顕著な変化をもたらすと考えられるので、予備加熱温度に対するこれらの変化を詳細に調査した。

Fig. 3 Plots of cylinder pressure against punch displacement. In INP (individual press) technique a test piece was pressed repetitively, while two test pieces were pressed continuously in COP (continuous press) technique. Whenever following test piece was pressed in COP technique, preceding test piece lay in front of it.

Specimen A

Specimen B

Fig. 4 Optical micrographs showing effect of axial stress on ECAP formability. Specimen A and B were ECAP processed for up to 5th-pass by COP technique after preheating treatment at 350°C.

最初に、予備加熱温度と初晶 α -Al のビッカース硬さとの関係を調査した。共晶 Si 粒子の硬さは予備加熱処理と ECAP 加工に伴い変化しないが、初晶 α -Al の硬さは明瞭に変化すると考えられたので、ここでは、初晶 α -Al のビッカース硬さを測定した。初晶 α -Al のみの硬さを測定するために、押込み荷重を 25 g に設定した。ビッカース硬さと予備加熱温度との関係を Fig. 5 に示す。予備加熱温度が 410°C 以下の場合、初晶 α -Al の硬さは予備加熱温度の上昇に伴い低下した。この硬さの低下は、予備加熱処理に伴う β' 相や Mg_2Si などの析出物の成長・粗大化に起因する¹⁴⁾と考えられる。他方、470°C 以上の予備加熱温度では、温度上昇に伴い硬さは増加するが、これは Si や Mg の固溶強化に関連すると思われる。

固溶状態を検討するために、示差走査熱量計を用いた熱分析を行ったところ、Fig. 6 に示す熱流束曲線が得られた。470°C 以上で予備加熱処理を施した場合には、220°C から 350°C の温度範囲に発熱反応が現れ、またこの発熱量は予備加熱温度の上昇に伴い増加した。熱分析の昇温過程における β'' や β' 相の析出がこの発熱反応をもたらすと報告¹⁴⁾されているので、470°C 以上で予備加熱されたままの試料は固溶量の増加に伴い強化されていると考えられる。したがって、これらの試料に人工時効処理を施した場合には、析出硬化を発現することが予想される。他方、410°C 以下で予備加熱された試料には吸・発熱反応が認められないことから、予備加熱過程において析出が進行したと思われる。

硬さ (Fig. 5) や熱分析 (Fig. 6) の実験結果を参照すると、410°C 以下で予備加熱した際の初晶 α -Al の硬さの低下は析出物の粗大化に起因するが、470°C 以上での予備加熱処理に伴う硬さの増大は固溶強化に関連すると結論される。

予備加熱処理の有無がマイクロ組織に及ぼす影響を Fig. 7 に示す。鋳造まま材では、初晶 α -Al と改良処理された共晶 Si

粒子から構成された一般的なマイクロ組織が認められた。410°C 以下で予備加熱された場合には、共晶 Si 粒子の断面積や形状に変化は認められない。しかし、470°C 以上で予備加熱された試料では、共晶 Si 粒子の粗大化と球状化が明瞭に観察された。共晶 Si 粒子に関して統計処理を行ったところ、Fig. 8 に示す結果が得られた。Fig. 8 中の球状化率は、測定対象 Si 粒子の断面積を仮定の Si 粒子のそれで除した値で与えられる。なお仮定の Si 粒子とは、測定対象 Si 粒子の長軸と等し

Fig. 6 Effect of preheating temperature on heat flow curves.

Fig. 5 Effect of preheating temperature on Vickers hardness. Vickers hardness measurement on primary α -Al was conducted under indentation load of 25 g. In this figure, mean hardness value of primary α -Al was shown together with each measured value.

Fig. 7 Optical micrographs showing effect of preheating temperature on microstructures.

い直径を有する完全球体である。410℃以下で予備加熱された試料における Si 粒子の平均断面積や球状化率には、明瞭な変化が認められない。しかし、470℃以上で予備加熱処理を施された場合、共晶 Si 粒子の明瞭な粗大化と適度な球状化により予備加熱処理後のマイクロ組織を特徴づけることができる。

上述の実験結果 (Table 1 や Fig. 5 および Fig. 8) は、共晶 Si 粒子の平均断面積や形状と無関係に、ECAP 加工性は初晶 α -Al の硬さ低下に伴い改善されることを示唆している。

3.3 ミクロ組織に及ぼす ECAP の影響

ECAP 加工の中断を通じて、ECAP パスがマイクロ組織状態 (初晶 α -Al の硬さ変化や共晶 Si 粒子の再分布状態さらにはき裂の発生状態など) に及ぼす影響を調査した。350℃で予備加熱されその後 ECAP 加工された試料の光学顕微鏡による観察結果を、Fig. 9 に示す。ネットワーク状の共晶組織は

Fig. 8 Effect of preheating temperature on mean cross-sectional area and spherical coefficient of eutectic Si particles.

Fig. 9 Optical micrographs showing effect of ECAP pass on microstructures. Before ECAP process specimens were preheated at 350℃ for 30 min.

ECAP 加工により破壊され、デンドライト状初晶 α -Al とデンドライト間隙に存在した共晶 Si 粒子の双方はせん断方向に沿って引き延ばされたような状態となる。その結果、初晶 α -Al と共晶 Si 粒子から構成されるラメラ状組織は ECAP 加工の進展に伴い次第に薄くなるが、このような組織変化はルート A で ECAP 加工された試料において認められる一般的な特徴である¹²⁾。

350℃で予備加熱した試料を実験試料に選び、ECAP パス数とビッカース硬さの対応関係を調査したところ Fig. 10 に示す結果が得られた。ここでは、十分な軸圧縮力が作用する試験片後半部位において、ECAP 加工に伴う明瞭な変化が期待される初晶 α -Al を選んで硬さ測定を行った。ECAP パスの増大に伴い初晶 α -Al の硬さは単調に増加し、60HV を超えた時点で試験片後半部位にき裂が発生した。Fig. 5 で示したように、60HV 以下への硬さ低下をもたらす予備加熱処理は、ECAP 加工性を改善する。これらの実験事実に基づく、60HV という初晶 α -Al の硬さは ECAP 加工性を左右する目安になり得ると推測された。

き裂の発生および伝播状況を調査するために、試験片後半部位において組織観察を行った。Fig. 11(a)~(c) は、ECAP 後の試験片に関するき裂の伝播経路を示したものである。予備加熱の有無や ECAP パス数と無関係に、試験片内側表面に発生したき裂は外側表面へ向かって伝播する。この際、き裂は共晶 Si 粒子が局在化する共晶部分に沿って優先的に伝播する傾向がみられる。共晶部分を高倍率で観察した結果によると、き裂はアルミニウム母相と共晶 Si 粒子との界面における伝播だけでなく、共晶 Si 粒子の粒内割れをも伴うことが明らかになった。これらの結果から、共晶部分における変形状態、具体的には共晶 Si 粒子の割れや Si 粒子周辺のアルミニウム母相の変形状態が、ECAP 加工性に対して重要な役割を果たすものと考えられる。

Fig. 10 Plots of Vickers hardness against ECAP pass number. Measurement of Vickers hardness on primary α -Al was carried out at rear section of test piece under indentation load of 25 g. Before ECAP process, preheating treatment was conducted at 350℃ for 30 min.

Fig. 11 Optical micrographs showing crack growth path of specimens with or without preheating treatment.

Fig. 10 に示した硬さは共晶 Si 粒子周辺のアルミニウム母相でなく初晶 α -Al について測定したので、この硬さと共晶部分におけるき裂の挙動との関連は少ないと予想される。ECAP パスごとに試験片は徐々にひずみ硬化するが、ひずみ硬化に伴う硬さ増加は、初晶 α -Al と比較して共晶 Si 粒子周辺のアルミニウム母相において著しいと推測される。初晶 α -Al の硬さが 60HV 程度に達した際、アルミニウム母相と共晶 Si 粒子との界面における割れや共晶 Si 粒子の粒内割れなどに起因する多数の損傷が共晶部分に存在すると考えられる。このことが、ECAP 加工性と初晶 α -Al の硬さとの間に対応関係が認められた理由と思われる。次報では、共晶 Si 粒子周辺のアルミニウム母相と初晶 α -Al における硬さの測定結果に基づいて、変形の不均一性とき裂の発生状況との関連を詳細に検討する予定である。

4. 結 言

AC4CH アルミニウム合金鋳物を実験試料に選び、ミクロ組織と室温での ECAP 加工性に及ぼす予備加熱温度の影響を調査した。350°C 付近で予備加熱処理された試料の ECAP 加工性は顕著に改善されたが、鋳造まま材や 230°C 以下あるいは 575°C で予備加熱された試料では 1 パスの ECAP 処理により容易にき裂が形成された。350°C 付近で予備加熱された試料では、初晶 α -Al の硬さは適度に低下するが、共晶 Si 粒子の断面積や形態には明瞭な変化が認められない。加えて、繰返しの ECAP 加工に伴うひずみ硬化に起因して初晶 α -Al の硬さが特定の値に達すると、試験片にはき裂が形成され、ECAP 処理が不可能になる。これらの実験結果から、初晶 α -Al の硬さは ECAP 加工性に対して有益な指標を与えられと考えられた。試験片後半部位のき裂は、内側表面に形成され、共晶部

位に沿う形で優先的に伝播した。この際、き裂は、共晶 Si 粒子とアルミニウム母相との界面における伝播だけでなく、共晶 Si 粒子の粒内割れをも伴うことが明らかとなった。

謝 辞

実験試料をご提供頂きました日立金属株式会社に感謝申し上げます。また本研究の実施に際して、財団法人軽金属奨学会に助成頂きました。あわせて深甚なる謝意を申し添えます。

参 考 文 献

- 1) R. S. Mishra and Z. Y. Ma: Mater. Sci. Eng., R50 (2005), 1–78.
- 2) S. Tahara, Y. Kume, M. Kobashi and N. Kanetake: J. Jpn. Soc. Tech. Plas., **50** (2009), 109–113.
- 3) J. M. Garcia-Infanta, A. P. Zhilyaev, C. M. Cepeda-Jimenez, O. A. Ruano and F. Carreno: Scripta Mater., **58** (2008), 138–141.
- 4) S. Ashouri, M. Nili-Ahmadabadi, M. Moradi and M. Iranpour: J. Alloys Compd., 466 (2008), 67–72.
- 5) P. Szczygiel, H. J. Roven and O. Reiso: Mater. Sci. Eng., A493 (2008), 202–206.
- 6) A. Yoshida, H. Tezuka and T. Sato: Proc. 102th Conf., (Jpn. Inst. Light Metals, Sapporo, 2002), 343–344.
- 7) K. Matsubara, K. Makii and Z. Horita: Proc. 102th Conf., (Jpn. Inst. Light Metals, Sapporo, 2002), 327–328.
- 8) A. Ma, N. Saito, M. Takagi, Y. Nishida, H. Iwata, K. Suzuki, I. Shigematsu and A. Watazu: Mater. Sci. Eng., A395 (2005), 70–76.
- 9) A. Ma, K. Suzuki, N. Saito, Y. Nishida, M. Takagi, I. Shigematsu and H. Iwata: Mater. Sci. Eng., A399 (2005), 181–189.
- 10) A. Ma, M. Takagi, N. Saito, H. Iwata, Y. Nishida, K. Suzuki and I. Shigematsu: Mater. Sci. Eng., A408 (2005), 147–153.
- 11) A. Ma, K. Suzuki, Y. Nishida, N. Saito, I. Shigematsu, M. Takagi, H. Iwata, A. Watazu and T. Imura: Acta Mater., **53** (2005), 211–220.
- 12) Z. Horita, M. Furukawa, T. G. Langdon and M. Nemoto: Materia Japan, **37** (1998), 767–774.
- 13) S. J. Oh and S. B. Kang: Mater. Sci. Eng., A343 (2003), 107–115.
- 14) K. Matsuda and S. Ikeno: J. Jpn. Inst. Light Met., **50** (2000), 23–36.