ダイス端焼入材の引張り強さ*

麻田 宏** 小池吉蔵*** 森本 三郎***

Tensile strength of die quenched products *

(UDC 620.172:669.715.5::721:621.771.4)

ASADA Hiroshi** KOIKE Kichizo*** MORIMOTO Saburo****

This is a report on the effects of extrusion conditions to structure and tensile strength of die-quenched products of heat-treatable aluminium alloys under the adequate pre-heating of billet and reduction ratio in extrusion. The tensile strength of die-quenched products was higher than that of products with similar alloys treated by the separated heat-treatment process. The grain growth-rate in product under extrusion is very rapid. As the rate is affected by the contents of grain growth inhibitors such as manganese or chromium and also by the reduction ratio, the abovementioned factors are quite important for producing the fine-grained products under the die-quenching process. In principle, the die-quenching technique can be applied to control or to improve the mechanical property of every kind of heat-treatable aluminium wrought alloys.

But Al-Zn-Mg alloy seems to be more suitable to this process than others because this kind of alloy can obtain almost constant strength under the process, regardless of the condition of extrusion and quenching.

(Received June 4, 1949)

1. 緒 言

押出材は他の加工材にひし歪の分布が不均質であり、剪断歪の大きい外周部、とくに正押出材の尾部外周部では溶体化処理にさいして組織の粗大化が起り易い。¹⁾

アルミニウム合金押出材の外周部の結晶粒の成長を抑制しようとする試みはすでに多数なされており、²⁾ その方法の基本はそれぞれの合金の特性に基いて、押出材断面の形状と寸法、ピレットの長さ、押出加工比、押出速度および温度等の制御によつて結晶粒の粗大化をもたらす臨界部の歪を制御することにあつた。これらの諸因子の中で最も押出材の組織に支配的な因子は温度で、押出温度以外にコンテナ、ダイスアセンブリ、押板などの温度が関係するのみならず、Mn, Crなどの配合量によつて規定される合金の再結晶温度の高低にも組織は大きな影響をうける。

Mn, Crなどの量を増せば微細な組織は比較的容易にえられるが、これらが過度に配合されれば材料の可塑性が

減少したり、合金系によつては粗大な金属間化合物を晶出するなどの点で、規格値以上の配合は望ましくない。²⁾

ダイスの形状をかえて押出中の金属の流れを修正したり、潤滑材の改良により外周部の剪断歪を減少させるなどの試み、あるいはまた、熱処理前に軽度の冷間加工を加えるなどの試みもなされてきたが充分な結果はえられていないようである。²⁾

上記の方法と全く原理的に相違し、かつ効果的と考えられる組織の粗大化防止法はダイス端焼入法²⁾と溶体化処理前の予備加熱法³⁾であるかに考えられる。

押出中の材料は低低のアルミニウム合金では溶体化処理温度に近い温度でダイスをはなれるから、ここで焼入れることによつて固溶処理が充分遂行できるならば、押出後の溶体化処理を必要としない。理想的な場合では結晶粒の粗大化は完全に防止しうる。ダイス端焼入法は前大戦中 Al-Zn-Mg 系合金についてドイツにおいて実施され、充分満足すべき結果がえられたとされている²⁾が、その詳細については公表されていない。

* 1956年10月日本金属学会秋期大会に講演

** 東京大学航空研究所 教授 工博 Aeronautical Research Institute, Tokyo Univ. Dr. Eng.

*** 同 所

結晶粒の成長はダイス通過と同時に起こり、その速度は押出加工度に依存する歪量と Mn あるいは Cr の量に依存する合金の再結晶温度に影響されると考えられる。一方では押出材の寸法による冷却速度の相違に基くダイス端焼入可能な寸法、あるいはまた、押出過程での冷却によるビレットの温度低下に基因する長さ方向における組織や機械的性質の不均質性などが問題となる。

本報では主としてダイス端焼入材の組織と引張強さの関連性とこれらによぼす押出加工度の効果について調査した。

2. 実験方法

押出機は Hydraulic 社製 300t 横型、正逆両用機で、コンテナ径 76mm ϕ 、長さ 250mm で電熱加熱により 270°~300°に保持した。押出法は正押出、焼入はダイス端より 40~50cm の区間にノズル4組をおき、毎分約 20l の水量でおこなった。ラム移動速さは特記する以外 0.8~0.5 m/min である。ビレットは約 2kg の金型鑄物で、もちいた合金の配合成分は table 1 に示される。引張り試片は事情の許す限り、同一条件に対し押出材の前後端部と中央部のおのおのより採取した。押出材の組織はX線回折図形により検討し、用いたX線は連続スペクトルを含む CuK 列特性線で、デバイ法によった。

Table 1 Chemical compositions of alloys.

Element	Cu	Mg	Si	Zn	Mn	Cr
Alloy						
HD	—	2	—	5.5	0.6	0.18
17S	4	0.5	—	—	0.6	—
53S	—	1.3	0.7	—	—	0.25

3. 実験結果と討議

3.1 53S

ビレットは押出し前に 540°C で 24 および 100 時間予熱し、30mm ϕ (84%), 25mm ϕ (89%) および 16mm ϕ (96%) の丸棒に同温度で押出した。Fig. 1 と Fig. 2 はそれぞれダイス端焼入後、常温で 7 日間自然時効および 175°C で 24 時間焼戻した場合の引張り強さと加工度の関係を示す。押出し前の予備加熱時間の長短による引張り強さの差は溶質元素の固溶濃度差によると考えられ、鑄造組織では溶質原子の拡散速度は加工材におけるよりもいちおしく遅いことに基づくものであろう。

自然時効、焼戻し処理いずれの場合においても引張り強さは加工度の増大とともに直線的に低下している。ダイス端焼入後のX線回折図形は Photo. 1 に示されるように、加工度の増大にしたがつて粗大結晶粒よりの回折

Fig. 1 Tensile strength of die-quenched 53S extrusions.

Fig. 2 Tensile strength of die-quenched 53S extrusions.

によるラウエ斑点の混入が目立つてくる。いずれの場合も水冷条件は同一であり、寸法の上からは冷却率は加工度の高い方が大きいにもかかわらず結晶粒度と加工度が比例することはダイスを通過してから水冷されるまでのごく短時間の間にも結晶粒の成長が進行し、成長速度は押出後の残留歪量、したがって加工度に比例するためと考えられる。

ダイス端焼入材を再熱処理すると84%の試片では多少のラウエ斑点が観察されるにすぎないが、それ以上の加工度では連続スペクトルの微細加工組織よりの回折による放射状図形は次第に消失し、99.4%においては粗大な再結晶粒のみの回折図形となる。引張り強さは Fig. 3 のように再熱処理によつて低下するが、加工度84%での減少値は89%におけるよりもすくなく、これはX線回折図形の変化に対応している。ダイス端焼入後再熱処理した試片の引張り強さは押出空冷材を熱処理した時の値よりも約 2kg/mm² だけ低い。これはダイス端焼入時の熱応

Die-quenched and
subsequently
solution-treated

Quenched at the die

Photo. 1 X-ray photographs of die-quenched 53S extrusions and those subsequently solution-treated.

Fig. 3 Tensile strength of 53S extrusions heat-treated after extrusion. Solution-treated at 520°C and then tempered.

力にともなつて生ずる歪が再加熱にさいしての結晶粒の成長を助長したとも考えられる。

3.2 17S

押出し前の加熱を520°Cで24時間および100時間とし、同温度で押出した。ビレットは標準組成のほか、それより Mn をのぞいた合金を用いた。これはつぎの事柄を考慮したためである。すなわち、Mn は合金の再結晶温度の向上効果をもち、Mn を含まない合金は通常の押出加工、熱処理条件では組織の粗大化がいちじるしい。⁴⁾ ダイス端焼入により理想的に結晶粒の成長が抑制されるならば、Mn の有無にかかわらず引張り強さは同一押出

Fig. 4 Tensile strength of die-quenched 17S extrusions and those of similar composition from which manganese has been omitted. Aged for 7 days at room temperature.

条件では同値であるべきである。実際にはダイス通過後水冷されるまでの間に結晶粒の成長があり、その速度は Mn の有無によって大きな差があると考えられる。このためダイス端焼入材の引張り強さは Mn の有無によって相違し、かつ結晶粒の成長速度は加工歪の函数でもあるので、押出加工度にも影響されると予想される。

えられた結果は **Fig. 4** に示される。押出前の予備加熱時間により引張り強さが相違するのはビレットの固溶濃度差によるものと考えられるが、Mn を含まない場合は100時間予熱しても0.6%Mn のビレットを24時間加熱後ダイス端焼入を行つた試片よりも低い引張り強さを示す。ダイス端焼入後の組織をX線回折図形で比較すると **Photo. 2** のようになる。Mn を含む場合はいずれの加工度でも大部分が微細な加工組織で、わずかに微細なラウエ斑点が加工度96%の試片で観察されるのみである。Mn を含まない場合、84%では相当に加工組織の存在が認められるが、加工度の増大と共に減少し、96%に至つては全く消失して再結晶組織のみとなる。このような組織と加工度の関係に対応して引張り強さは加工度の増大とともに減少をきたすと考えられる。

上記の事実は Mn を含まない場合にはダイス通過直後から結晶粒の成長が急速に進展し、その速度は加工度に比例することを指示している。したがつて Mn, Crなどの元素が配合されていない合金でダイス端焼入を行う場合、加工度の選択が重要であり、これを誤まれば充分な

Quenched at the die, no Mn Quenched at the die, 0.6% Mn

Photo. 2 X-ray photographs of die-quenched HD extrusions and those of similar composition from which manganese has been omitted.

強さを期待しえなくなる。Mn を含まない場合、ダイス端焼入れによつても完全に結晶の成長を阻止することはできないが、通常の押出加工後熱処理した場合の引張り強さは 40 kg/mm^2 以下であるにひし、加工度を選択すればダイス端焼入材では 45 kg/mm^2 程度の値がえられる。このことから、Mn, Cr などの結晶粒の成長抑制元素を含まない熱処理合金、たとえば 63 S などで微細な組織と高強度の押出材を作製する場合、ダイス端焼入法は有効な一手段であるかに考えられる。少数の実験例ではあるが 63 S では引張り強さ 27 kg/mm^2 、伸び 14% 程度の値がえられている。

17 S のダイス端焼入材の引張り強さと加工度の関係は 53 S におけるほど明瞭でないが、基本的には同様と考えられ、引張り強さは 96% で最低である。89% で極大値を示すことはつぎのように説明される。いずれの合金系においてもダイス端焼入材の組織は加工度の増加とともに微細となり、したがって引張り強さは加工度に比例するであろう。一方、結晶粒の成長速度と加工歪の関係からすれば、ある臨界加工度以上になると加工歪により結晶粒の成長が助長されるため結晶粒度は逆に大きくなりはじめ、これにともなつて引張り強さは低下するであろう。この臨界加工度の値は合金の再結晶温度、したがって Mn, Cr などの元素の配合量の函数で、これら元素の配合量が増せば臨界加工度は高加工度側に移行すると考えられる。このため、Fig. 4 のように Mn を含まない場合は加工度 84% より 96% にいたる間に引張り強さは直線的

Fig. 5 Tensile strength of 17S extrusions heat-treated after extrusion. Solution-treated at 500°C and aged for 7 days.

に低下し、0.6% Mn では 89% で引張り強さは極大値を示すものであろう。

ダイス端焼入材を再熱処理すると Fig. 5 のように引張り強さは低下し、加工度 96% では Mn を含まない試片のそれとほとんど同値となる。押出空冷後熱処理した試片の引張り強さはダイス端焼入後熱処理した場合よりも多少高目になっている。

3.3 HD

HD はアルミニウム合金の中で最大の限界押出速度をもち、かつ溶体化処理温度が 350°C - 450°C の広い区間でほとんど一樣な焼入効果がえられる点で、ダイス端焼入の実施が容易である。溶体化処理温度が押出加工温度と同等あるいは以下であることに加えて、Mn と Cr の両成分を含むため再結晶温度が高く、高速押出材でない限り溶体化処理にさいして結晶粒の粗大化をおこさない。^{5) 6)} このことから 53 S や 17 S のようにダイス端焼入材の引張り強さの押出加工度に対する依存性は大きくないと考えられる。

ビレットは押出し前に 450°C で 115 時間予熱し、押出は同温度で行つた。押出速度を 2 つにわけ、平均ラム速さは約 5 m/min. と 0.3 m/min. とした。高速押出度の時には冷却水ノズルを 9 個追加し充分焼入がおこなわれるよう考慮した。

Fig. 6 はダイス端焼入後、焼戻した場合の引張り強さを示し、ダイス端焼入後、 400°C で 40 分加熱し再焼入した場合の引張り強さを Fig. 7 に示す。いずれの場合も押出速度、加工度に対する引張り強さの依存性はほとんどみうけられない。Photo. 3 に示されるように再溶体化処理によつても組織の変化はおこらず、約 1 kg/mm^2

Fig. 6 Tensile strength of die-quenched HD extrusions. Tempered for 24 hours at 120°C.

Fig. 7 Tensile strength of HD extrusions heat-treated after die-quenching. Solution-treated at 400°C and then tempered at 120°C.

Die-quenched and subsequently solution-treated

Quenched at the die

Photo. 3 X-ray photographs of die-quenched HD extrusions and those subsequently solution-treated.

の引張り強さの低下がみられるにすぎない。再溶体化処理後の引張り強さは押出速度に依存しない。押出速度の結晶粒粗大化に及ぼす効果が明瞭になるのは450°C以上の溶体化処理温度が必要であり、⁵⁾ ここでは400°Cであるので加工速度による相違はみられなかつたと考えられる。

53 Sや17 Sでは焼入れの際の冷却が過大であると長さ方向での引張り強さの変動がいちじるしくなる。⁷⁾ これはビレットの温度低下によるものと考えられるが、HDは冷却条件の変化に対し鈍感で長さ方向での引張り強さの変化は比較的小さい。これはHDの溶体化処理温度区間が広く、かつ一様な焼入れ効果がえられることに原因しよう。上記の長所以外に再結晶温度が高いため他の合金系のように引張り加工度に対する引張り強さの依存性がすくないこと、さらには押出速度がはやいことなどの諸点を考慮すれば、HDの如き合金はダイス端焼入れに最も適当していると考えられる。

もち論、上記の結論は2kgの小さなビレットを用い、コンテナ温度は300°C以下の場合でえられたものであり大容量押出機による場合は焼入中のビレットの温度低下はすくないから、ダイス端焼入を他の合金系に実施することは技術的に十分可能であると考えられる。

4. 総 括

53 S, 17 SおよびHDについてダイス端焼入を施した押出材の引張り強さと組織の関連性、これらにおよぼす押出加工度の影響を調査した。えられた結果はつぎのように要約される。

(1) ダイス端焼入れ材の引張り強さは押出し前の加熱時間押出加工度を選択すれば通常の押出熱処理材と同等以上である。**Table 2** はえられた引張り強さの最高値を示す。

Table 2 Tensile strength and elongation of die-quenched products.

Alloy	U. T. S. kg/mm ²	Elongation %	U. T. S. kg/mm ²	Elongation %
53 S	34.4	16.6	27.3	23
17 S	49.8	14	45.6	14.5
HD	58	10	56	13.3
		Die-quenching process	Separated heat- treatment process	

(2) ダイス端焼入れ法の特徴は結晶粒の成長を抑制することにあるが、ダイス通過後の急速な結晶の成長を抑制し十分に微細な粒度をうるためには、MnあるいはCrの配合量、押出加工度などを考慮する必要がある。

り, Mg_2Si が固溶限以内であれば電解研磨面の反射率はほぼ一定であり, Mg_2Si が析出するにつれて反射率は減少すると云える。したがって高温度の焼入ほど電解研磨に良好な結果を与え, 固溶体として溶け込んだ Mg_2Si は, アルミニウムと同様に電解研磨に際して均一に溶出すると考えられる。

焼入焼戻状態では, 焼入のみの状態に比較して, Mg_2Si が多量の場合には反射率が減少する。これらは焼戻温度が高く, 焼戻時間が長いほど顕著である。反射率の減少は焼入温度においてアルミニウムに溶け込んだ Mg_2Si が焼戻によつて析出し, これが電解研磨の均等な進行を

妨げるからであると考ええる。

これらを取り纏めると, Mg_2Si を含むアルミニウムの電解研磨においては, Mg_2Si 0.44%以内では比較的に影響が少ない。焼入は Mg_2Si を固溶体としてアルミニウムに溶け込ませ, 電解研磨の均一な進行を促進し, 反射率を上昇させる。 Mg_2Si を多量に含むアルミニウムの焼鈍あるいは焼戻しは Mg_2Si を析出させ, これが電解研磨の平均なる進行を妨げるため, 反射率は減少する。

とくに高温度焼鈍は結晶の異常式の長を惹起することがあるので電解研磨には危険である。

42頁より続く

(3) 基本的にはいずれの熱処理型アルミニウム合金にも適用可能であるが Al-Zn-Mg 系合金は加工条件にあまり依存せずには様なる引張り強さがえられる点で, グイス端焼入法に最も適当していると考えられる。

この研究の費用の一部は軽金属奨学会の援助によつたことを附記し謝意を表する。

参 考 文 献

- 1) 小崎, 中田: 日本金属学会誌, 3(1939)449.
- 2) C. Smith: The hot working of non-ferrous

metals and alloys, Inst. Metals (1951), 29.

- 3) 麻田, 小池: 1958年4月日本金属学会大会講演概要
- 4) 麻田, 小池, 森本: 日本金属学会誌, 21(1957), 210.
- 5) 河内: 本誌, 4(1952), 78.
- 6) 小久保: 本誌, 16(1955), 9.
- 7) 麻田, 小池: 23(1959), 321. 日本金属学会誌発表予定

軽 金 属 研 究 会 日 誌

昭和34年6月23日(火) 17時より軽金属協会会議室で編集委員会を開催し, 下記のとおり検討協議した。

尚当日の出席者は麻田委員長, 斎藤委員, 高橋委員, 中村(健)委員, 中村(康)委員, 三島委員, 和田委員, 根本, 堀

1. 編集委員補充の件

本委員会を更に充実し, 会誌の益々の向上を期すべく今回更に下記の8氏の方々に依頼することになった。

編集委員依頼依頼者名

飯野次夫氏(泉自動車工業) 植原寅蔵氏(古河鑄造)
小池吉蔵氏(東大研究) 塩田信雄氏(防衛庁技研) 西

川精一氏(東大生研) 堀内良氏(東大航研)

2. 軽金属誌に関する件

イ) 研究論文掲載数について

同一誌において同一執筆者の論文掲載点数は原則として2点までとし, 紙面の余裕があれば3点まで掲載する。

ロ) U. D. C. について

U. D. C. は担当編集委員が記入する事とし, 差当り高橋委員が幹事として責任を持つこととした。

ハ) アンケートについて

軽金属誌の編集内容, 特に解説関係には何にを望むかについて会員よりアンケートを求めることとした。