

アルミニウム合金の半溶融加工による組織制御

木村與司雄*¹ 彦坂武夫*¹ 黒沢和芳*¹ 榊原一彦*¹ 長田貢一*¹

Grain Refinement of Aluminum Alloy by the Semi-solid Stir-casting Process

Yoshio KIMURA, Takeo HIKOSAKA, Kazuyoshi KUROSAWA,
Kazuhiko SAKAKIBARA and Kouichi OSADA

軽量で高強度の材料を開発するために、省エネルギー性やリサイクル性に優れたアルミニウム合金(6061)の半溶融加工と加工熱処理を組み合わせる組織制御を試みた。

半溶融加工は、機械攪拌式の溶湯攪拌装置を用い、冷却速度、攪拌時間などの加工条件と組織の関係を明らかにした。

半溶融溶湯中の結晶の平均粒径と冷却速度の関係は、べき乗則に従うことが確認できた。半溶融溶湯の長時間攪拌は、結晶粒は容易には破砕されず、微細化効果はあまり期待できない。結晶粒の微細化には、チタン-ボロン合金の添加が効果的であった。

機械的性質についてはあまり大きな改善はできなかったが、比較的簡易な攪拌装置により半溶融加工を施すことができた。

1. はじめに

軽量で省エネルギー性やリサイクル性に優れたアルミニウム、マグネシウム合金の利用促進のために高機能化が期待されている。これら合金の加工方法として、結晶粒が球状でマクロ偏析やポロシティが無く、優れた機械的性質が得られる半溶融加工法が注目されている。

半溶融加工法は、結晶粒を球状化する方法により機械攪拌法¹⁾や電磁攪拌法²⁾と急冷により球状晶を得る方法³⁾などに分類されている。

また、結晶粒の微細化の方法としては、高速攪拌と冷却速度の制御による方法⁴⁾や二種類の溶湯を混合する複合鋳込み法⁵⁾などが提案されている。しかし、これまでの報告では、アルミニウムに銅を添加した合金や一部の鋳造用アルミニウム合金に限られており、その他、展伸用のアルミニウム合金では詳細な報告が見られない。

本研究では、半溶融加工と加工熱処理を組み合わせる軽量で高強度の材料を開発するために、6061アルミニウム合金を用い、機械攪拌法による半溶融加工の加工条件と組織の関係について検討した。

2. 実験方法

2.1 半溶融加工法

半溶融加工には、図1に示す溶湯攪拌装置を使用した。この装置でアルミニウム合金(6061)1.5kgを大気中で溶解した。溶湯を980Kに保持し、結晶微細化剤として、Al-Ti-BをTi量で0.15%添加したものを溶製した。また、比較のために結晶微細化剤を添加しないものも溶製した。この溶湯にセラミックコーティングした鋼製の攪拌羽根を挿入し、回転速度 11 s^{-1} で攪拌しながら910Kまで冷却して保持した。冷却速度は、電気炉の蓋の有無や炉底からの圧縮空気の導入により変化させた 0.0067 、 0.027 、 0.04 K s^{-1} の三種類とした。なお、冷却速度は、初晶の晶出による過冷却が解消してから保持温度の910Kまでの冷却に要した時間から求めた。

試料は、攪拌中の溶湯をステンレス製ルツボですくい取り、直ちに水中に投入して組織を固定した。使用したアルミニウム合金の化学組成と液相線温度及び固相線温度を表1に、結晶微細化剤を表2に示す。

2.2 溶湯鍛造と熱間押し加工及び熱処理方法

半溶融溶湯の成形性とその機械的性質を調べるために、溶湯鍛造⁶⁾と熱間押し加工⁷⁾を行った。溶湯鍛造は、623Kに予熱した金型に910Kの半溶融溶湯を注

*1 加工技術部

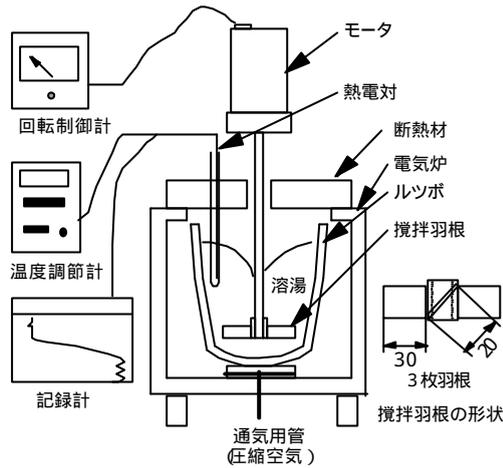


図1 溶湯攪拌装置

湯し、すばやく上部の可動金型を閉め、下部のプランジャーにより加圧力 100MPa を加えた。さらに、この加圧下で 3 分間保持して凝固させた。成形体の取出しは、573 K 以下で行った。

押し出し加工は、溶湯鍛造で得られた成形体をピレット (60×70mm) に削り出し、金型温度 623 K において押し出し比 56 により押し出し、直径 8mm の試料を作製した。熱処理は、この試料を 808 K、2 h 加熱保持してから水中急冷し、さらに 453 K、8 h 保持する T6 熱処理を行った。

2. 3 組織及び機械的性質の測定

供試材の組織観察は光学顕微鏡を用いて行った。平均結晶粒径の測定は、顕微鏡組織写真から半溶融溶湯時に固相になっている部分を切り出し、その重量により面積率を求め、面積が結晶粒と等しい円の直径として求めた。引張強さは、供試材を平行部の直径が 5mm の JIS Z2201 4 号に準じた引張試験片を作製し、インストロン型万能試験機を用いて引張速度 0.083 mm s^{-1} で試験した。硬さ試験は、ピッカース硬度計により荷重 9.8N で測定した。

3. 実験結果及び考察

3. 1 半溶融加工溶湯の冷却速度と組織

結晶微細化剤無添加の無攪拌及び攪拌状態での各冷却速度における試料の光学顕微鏡組織を写真 1 に示す。いずれの組織も固相の大きな塊状が見られ、また水中急冷で凝固した部分は微細な組織を呈している。黒い塊状の部分は攪拌時に巻き込んだ空気によるポイドである。

無攪拌の (a) では、冷却速度 0.0067 K s^{-1} で 910 K まで冷却すると、固相である dendritic 状の粗大な結晶粒と細長い楕円状をしたやや小さい結晶粒が混在した状態が観察された。これらの結晶粒の大きさは

表 1 アルミニウム合金の化学組成と液相線温度及び固相線温度

| A6061 | 化学組成 (wt%) | | | | | | |
|-------|------------|------|------|------|------|------|-----|
| | Si | Cu | Fe | Zn | Mg | Cr | Al |
| | 0.71 | 0.36 | 0.18 | 0.01 | 0.75 | 0.07 | Bal |
| | 液相線温度 (K) | | | 925 | | | |
| | 固相線温度 (K) | | | 855 | | | |

表 2 結晶微細化剤

| 微細化剤 | 添加量 (wt%) |
|---------------------|----------------|
| Al-5%Ti-1%B 合金 (棒状) | Ti:0.15 B:0.03 |

100 ~ 1200 μm である。半溶融状態の保持温度までの冷却速度が同一でも、攪拌を行った (b) では、固相の長径と短径の比も小さくなり、球状化傾向が見られた。冷却速度を $0.027, 0.04 \text{ K s}^{-1}$ と変えて 910 K まで冷却した場合の組織 (c)、(d) では、固相の結晶粒の大きさは、冷却速度が速くなるにつれて小さくなり、形状は冷却速度が遅い場合ほど結晶粒の角が丸くなっている。

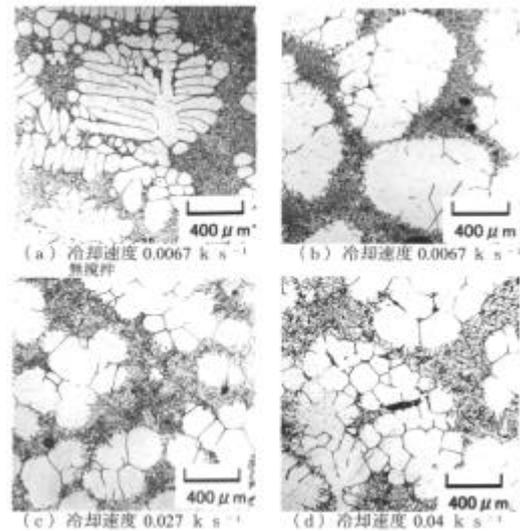


写真 1 冷却速度による組織変化 (攪拌回転速度 11 s^{-1})

半溶融状態における固相の平均粒径は、化学組成と固相率が同一であれば冷却速度から推定できる。そこで、これらの写真から、固相の平均粒径を求め、冷却速度との関係を両対数にプロットした結果を図 2 に示す。各点はほぼ直線上に並び、直線回帰式より求めた平均結晶粒径は $D = 56.1 \times R^{-0.33}$ であった。ただし、D : 平均結晶粒径、R : 冷却速度。この関係は、凝固シミュレーション⁸⁾で使用される平均結晶粒径と冷却速度の関係や Al-10Cu 合金の半溶融加工における冷却速度と平均結晶粒径の報告⁹⁾とよく一致した。すな

わち、本実験に用いた合金の平均結晶粒径は $D = \dots \cdot R^{-1/n}$ の式 (D : 平均結晶粒径、 \dots : 定数、 R : 冷却速度、 n : 粒成長指数) で表されることが確認できた。

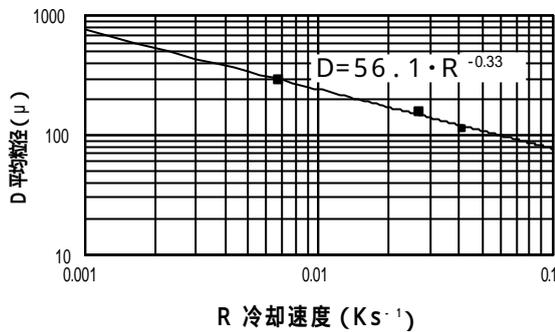


図2 冷却速度と平均粒径の関係

3.2 結晶微細化剤及び攪拌時間と組織

結晶粒の微細化は、機械的性質の向上や鑄造時の割れ防止などの効果が期待できる。そこで、結晶微細化剤の効果を検討した。

Al-Ti-B 合金を添加した半熔融溶湯での冷却速度 0.04 K s^{-1} で 910 K まで冷却した後の各攪拌時間の組織を写真2に示す。(a)の攪拌時間 0 s と冷却速度が同一で結晶微細化剤無添加の写真1(d)の場合と比較すると固相の平均粒径は無添加の $160 \mu\text{m}$ から $110 \mu\text{m}$ と小さくなり、結晶微細化剤として Al-Ti-B 合金の添加が有効であることが分かる。

次に、Al-Ti-B 合金を添加した半熔融溶湯を冷却速度 0.04 K s^{-1} で 910 K 到達後に、その温度に保持して $600, 1200, 1800 \text{ s}$ 攪拌を行った場合の組織を写真2(b)、(c)、(d)に示す。固相の結晶粒は攪拌時間が長くなるにつれて丸みを帯びた形状になったが、大きさはあまり変化がない。この時の攪拌時間と固相の平均粒径の関係を図3に示す。また、図中には結晶微細化剤無添加のデータも併せて示した。結晶微細化剤無添加の場合は、添加した場合と比べて約2倍と大きく、攪拌時間 600 s までは粗大化するが、それ以降では変化は小さい。Al-Ti-B 合金を添加した場合は、攪拌時間が結晶粒径に及ぼす影響は小さいことが分かる。これらのことから、本実験の攪拌力では、長時間攪拌を行っても固相は破碎されず、微細化効果はあまり期待できないことが分かった。長時間攪拌で結晶粒が大きくなる原因は、温度保持のコントロール精度が $\pm 2 \text{ K}$ であり、温度が上昇して固相の一部が融解するときに、小さな結晶から消滅し、温度が下降して再び結晶する時に大きな結晶粒を成長させることと、長時間攪拌により固相粒子の合体が促進¹⁰⁾されるためと考えられる。

以上の結果から、Al-Ti-B 合金を添加した固相率

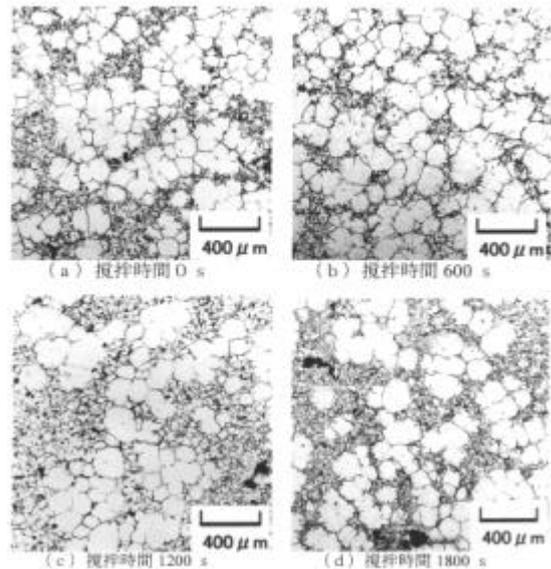


写真2 攪拌時間による組織変化

(Al-Ti-B 添加、冷却速度 0.04 K s^{-1} 、保持温度 910 K 、攪拌回転速度 11 s^{-1})

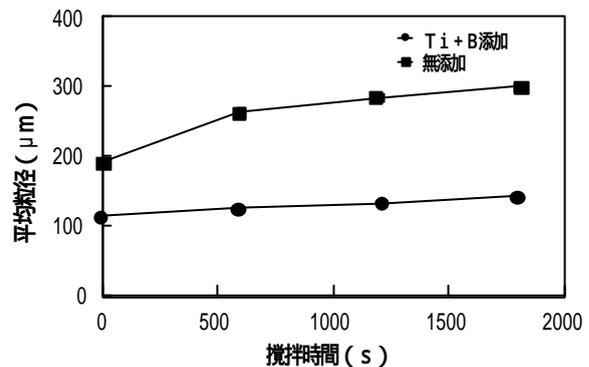


図3 攪拌時間と平均粒径の関係

30% を目標とした溶湯温度 910 K 、攪拌速度 10 s^{-1} 、攪拌時間 3600 s 処理して溶製した半熔融溶湯の加圧成形を試みた。

3.3 溶湯鍛造と熱間押出加工及び熱処理後の組織

半熔融加工では、半熔融溶湯時にすでに多くの固相が晶出しており通常溶湯と比較すると溶湯の流動性が悪く重力鑄造は困難である。また、注湯操作時の溶湯温度の低下でも流動性が悪化し、成形性に問題が生ずると考えられる。そこで、とりべの予熱温度を半熔融溶湯の保持温度近くまで上げて注湯操作を行った。溶湯鍛造後の組織は、攪拌により巻き込まれた空気によるポイドが成形時に負荷される高圧で無くなるものの、全体としては水中急冷した組織と大きな差は認められなかった。溶湯鍛造では、注湯後に高圧が負荷され金型により急冷される。したがって、溶湯鍛造でも水中

急冷と同様に固相が注湯後の凝固時に成長することは無く、液相の凝固組織に冷却速度の違いがわずかに現れるだけであると考えられる。

次に、押出材の組織を写真3(a)と(b)に示す。熱間押出加工後の組織は、押し出し方向に並んだ黒い粒が観察されたが、結晶粒界は観察できなかった。この黒い粒は、大気中で攪拌したための酸化物である。

T6 熱処理した押出材では、写真3(c)、(d)に示すように押出材(a)、(b)と同様に押し出し方向に黒い粒が観察された。また、結晶粒界が観察された。押し出し方向に平行な断面と直角の断面を比較すると直角の断面の方が結晶粒は小さく、押し出し方向にやや長い形状の結晶が一部で認められた。これは、T6 処理だけでは、押し出し加工により引き伸ばされた結晶の方向性までは完全には無くならず、この方向性が伸びに影響し、機械的性質の安定性に寄与すると考えられる。

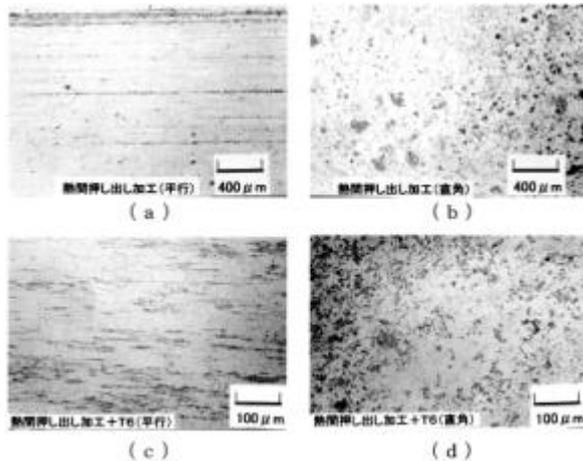


写真3 押出加工材と熱処理後の組織
(Al-Ti-B 添加、溶湯鍛造後)

3.4 機械的性質

結晶微細化剤の Al-Ti-B 合金を添加した試料の機械的性質を表3に示す。引張強さは、溶湯鍛造材、押出材、熱処理材の順に大きくなり、伸びは、溶湯鍛造材が低い。すなわち、溶湯鍛造材では組織的に不均一であり、それを押し出し加工すると結晶粒の微細化が図られることと、また、熱処理により不均一組織が無くなり、 Mg_2Si の固溶強化が図られたと考えられる。

硬さは溶湯鍛造材では測定部位により、バラツキが認められその差が大きかった。これは、固相部分と溶湯鍛造時に凝固した液相部分の違いと考えられた。そこで、固相部分と液相部分に分けて測定した結果、液相部分の硬さは、83Hv1 で固相部分の硬さは 58Hv1 であった。押出材の硬さは 55Hv1 であった。熱処理材の硬さは、最も高く 117Hv1 となった。溶湯鍛造材よりも押し出し材の硬さが低下したのは、押し出し加工による加熱焼鈍効果の影響と考えられる。

表3 成形材の機械的性質

| 加工及び熱処理 | 引張強さ N/mm ² | 伸び % | 硬さ Hv1 |
|--------------------------------|---------------------------|---------|--------------------------------------|
| 溶湯鍛造 | 120 | 4 | 58 ^{*1} 83 ^{*2} |
| 押し出し | 190 | 21 | 55 |
| T6 熱処理 | 350 | 20 | 117 |
| 通常溶湯 ^{*3} (T6 熱処理) | 350 | 16 | 115 |

*1：半溶融溶湯ですでに凝固している部分

*2：溶湯鍛造時に凝固した部分

*3：参考値、文献7)

機械的性質を T6 熱処理材と通常溶湯材で比較すると引張強さや硬さはほぼ同一で、伸びがやや向上する傾向を示したが、大きな改善までには至らなかった。

4. おわりに

半溶融加工と加工熱処理を組み合わせることで軽量で高強度の材料を開発する目的で、6061 アルミニウム合金を用い、半溶融加工の加工条件と組織の関係を検討した。この結果、半溶融加工の冷却速度に対応する結晶粒径の推定ができた。半溶融溶湯を長時間攪拌しても、攪拌力による固相の破砕効果はあまりなく、逆に粒成長して大きくなった。結晶粒微細化剤の Al-Ti-B 合金の添加は固相の微細化効果が認められた。機械的性質は、伸びがやや向上する傾向を示すが、引張強さや硬さに変化は無かった。機械的性質の大幅な改善には、結晶粒をさらに微細化する方法の検討が今後必要と考えられる。

参考文献

- 1) 三輪謙治、市川理衛：日本金属学会誌, 45(9), 853 (1981)
- 2) 岡野忍：塑性と加工, 41(479), 1162(2000)
- 3) 安達充、佐藤智：塑性と加工, 41(479), 1191(2000)
- 4) 佐藤彰、生井亨ほか：金属材料技術研究所研究報告集, 17, P17(1995)
- 5) 大参達也、工藤昌行、大笹憲一：日本金属学会誌, 56(9), 1065(1992)
- 6) 彦坂武夫、木村與司雄、川本直樹：愛知県工業技術センター報告, 27, 25(1991)
- 7) 彦坂武夫、木村與司雄、川本直樹：愛知県工業技術センター報告, 26, 35(1990)
- 8) 高山善匡：軽金属, 46(12)674(1996)
- 9) 難波明彦：軽金属, 45(6), 346(1996)
- 10) 人見高久、由浅明ほか：軽金属, 42(9), 504(1992)