

(論文)

# Al-Mg-Si系合金板の機械的性質に及ぼす鉄量と凝固時の冷却速度の影響

## Influences of Iron Content and Cooling Rate during Casting on Mechanical Properties of Al-Mg-Si Alloys



徳田健二\*(工博)  
Dr. Kenji TOKUDA



熊井真次\*\*\*(工博)  
Dr. Shinji KUMAI

Iron content (0.2-1.0%Fe) has a small effect on yield strength of T4 and AB (after baking) sheets, while elongation decreases with increasing iron content. Cooling rate (3-1200K/s) during casting also has a small effect on the strength. The bendability deteriorates with the increase of iron content regardless of the cooling rate. Iron content has much stronger effects on bendability than the cooling rate. It is thought the effect of the cooling rate is not sufficient to improve the bendability remarkably nor enhance the allowance on the iron content drastically.

まえがき = 近年、自動車パネルなどへの Al-Mg-Si 系合金板の適用が進展しており、今後もさらに拡大していくことが期待されている。使用量の増加に伴い、スクラップの有効活用が不可欠となるが、Al-Mg-Si 系合金はスクラップ中の代表的な不純物である鉄を多く含むと成形性や曲げ性などの機械的性質が低下することが知られている<sup>1),2)</sup>。特性低下の原因としては粗大な第 2 相粒子の影響が大きいとされており、急冷凝固が可能となる双ロール鋳造法を代表とする薄板連鋳プロセスを活用し、第 2 相粒子の微細化による鉄の無害化が検討されている<sup>3),4)</sup>。

Haga らは従来の横型双ロールキャストよりも 10 倍前後の急冷凝固が可能な縦型的高速双ロールキャストを開発してきており<sup>5),6)</sup>、同プロセスを活用することにより、鉄などの不純物元素の許容量拡大が期待される。Suzuki らは高速双ロールキャストを用いて A6063 合金をベースとして鉄含有量の影響を調査し、鉄含有量 0.7%mass までは特性が低下しないことを確認している<sup>6)</sup>。本研究では、高速双ロールキャストを活用し、代表的な自動車パネル用合金である A6022 合金をベースとして鉄含有量と凝固時の冷却速度の影響を調査した<sup>7)</sup>。

### 1. 実験方法

A6022 合金をベースとし、鉄を添加することにより鉄含有量 0.2, 0.4, 0.6, 0.8, 1.0mass % の 5 種類の Al-Mg-Si 系合金を作製した。表 1<sup>7)</sup> に作製した合金の化学組成を示す。それぞれの合金を高速双ロールキャストと、鋳塊厚さ 5mm と 50mm の 2 種類のブックモールド(金型)を用いて、3 種類の鋳塊を作製した。ここでは、それぞれの材料を HSTRC 材 (High-speed twin-roll cast), t5 金型材 (t5 mold cast), t50 金型材 (t50 mold cast) と呼称

する。

HSTRC 材と t5 金型材は鋳造のまま、一方、t50 金型材は鋳塊厚中央部より 5mm 厚さに切り出したものを元材料として使用した。試作工程のフローチャートを図 1

表 1 供試材の化学成分<sup>7)</sup>

Table 1 Chemical compositions (mass%) of alloys used in this study<sup>7)</sup>

Element	Fe	Si	Mn	Mg	Ti	Al
0.2%Fe	0.2	1.0	0.1	0.6	0.02	Bal.
0.4%Fe	0.4	1.0	0.1	0.6	0.02	Bal.
0.6%Fe	0.6	1.0	0.1	0.6	0.02	Bal.
0.8%Fe	0.8	1.0	0.1	0.6	0.02	Bal.
1.0%Fe	1.0	1.0	0.1	0.6	0.02	Bal.

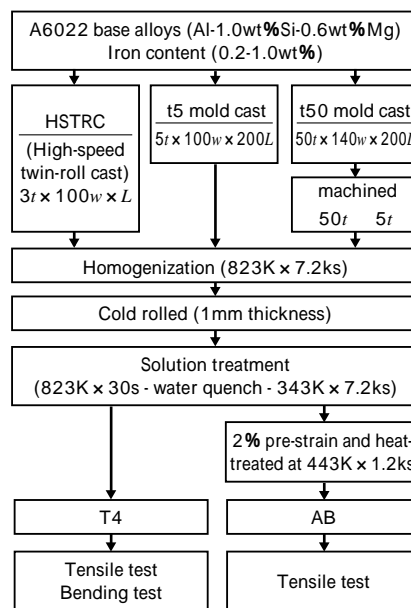


図 1 試作工程

Fig. 1 Experimental procedure

\*アルミ・銅カンパニー 真岡製造所 アルミ板研究部 \*\*東京工業大学 大学院 総合理工学研究所 教授

に示す。約3mm厚(HSTRC材)と5mm厚(t5金型材とt50金型材)の鋳塊は823Kで7.2ksの均質化熱処理後に冷間圧延により1mm厚とした。得られた板は塩浴炉にて823K×30sの溶体化処理を行い、水冷後に343K×7.2ksの予備時効熱処理、さらに313Kで5日間保持した後にT4調質の供試材とした(以下、T4材という)。また、自動車外板パネル材として使用される場合のプレス成形とその後の塗装焼付工程を想定して、T4材に2%の引張予ひずみを付与した後に443K×1.2Ksの焼鈍を施してベークハード性の評価のための供試材とした(以下、AB材という)。得られた鋳塊については光学顕微鏡観察、T4材については光学顕微鏡観察と引張試験、曲げ試験、AB材については引張試験を実施した。

鋳塊組織観察は鋳造方向に対して垂直断面、T4材の組織観察は圧延平行断面とし、研磨のまま、または研磨後に2%フッ化水素酸水溶液にて電圧25V、90秒の陽極酸化処理を施して光学顕微鏡観察を行った。引張試験は圧延平行方向にJIS13B引張試験片を採取し、インストロン型引張試験機を用いて行った。曲げ試験は圧延平行方向に長さ200mm、幅30mmに切出した板材に10%引張予ひずみを付与し、押曲げ法(JIS Z2248)により内側曲げ半径0.5mmの突き押曲げ後、180度曲げを実施した。

T4材の第2相粒子の分布については、板厚表面近傍の圧延平行断面をSEM観察し、得られた像の画像解析(測定面積:1mm<sup>2</sup>)により定量測定を行った。また、T4材の固溶状態の評価は、導電率測定、および熱フェノール抽出液のICP発光分析による固溶ケイ素量の分析を実施した。

## 2. 実験結果

### 2.1 鋳塊組織と冷却速度の推定

図2<sup>7)</sup>に0.2%Fe材と1.0%Fe材のそれぞれの鋳塊表面近傍の光学顕微鏡組織観察結果例を示す。なお、HSTRC材とt5金型材の鋳塊表面は鋳造のままであるが、t50金型材では表面は機械加工された面である。鋳塊組織は-Al(明灰色)とAl-Fe-Si系の晶出物(暗灰色)からな

り(一部Mg-Si系晶出物も含まれる)、HSTRC材では鉄量が増加しても晶出物は非常に微細であった。一方、t50金型材では晶出物は粗大であり、鉄含有量が増加するほどその傾向は顕著であった。また、t5金型材はHSTRC材とt50金型材の中間的な組織形態であったが、鉄量が増加しても晶出物は著しく粗大化することはなかった。

金型材については、熱電対を用いて凝固時の温度測定を実施し、冷却速度を算出した。t5金型材とt50金型材の冷却速度はそれぞれ93K/s、3.0K/sであり、それぞれ通常の横型ロールキャストとDC鋳造とほぼ同等の冷却速度であった。なお、温度測定のサンプリング周期は0.1秒、測定位置は鋳塊厚中央部とし、冷却速度は凝固温度範囲における冷却速度から算出した。図3<sup>7)</sup>にそれぞれの鋳造材の冷却速度とDASの関係を示す。HSTRC材では冷却速度の直接測定は困難であるため、金型材の冷却速度(C)とDAS(μm)(t5金型材とt50金型材のDASはそれぞれ18.3μm、112μm)の関係より導出される式： $DAS = 66.7C^{-0.53}$ を用いて冷却速度を推定した。導出式より得られたHSTRC材の冷却速度は約1,200K/sであり、t5金型材の10倍以上の冷却速度であった。

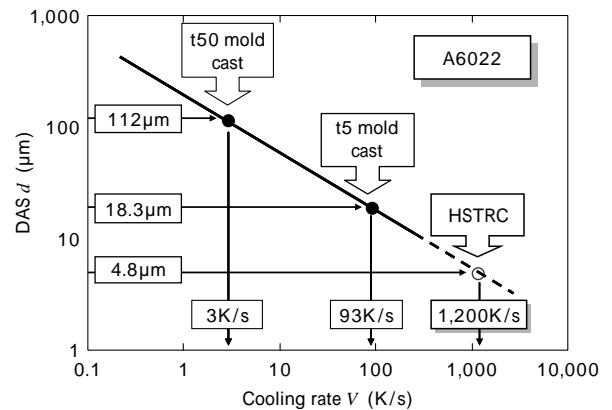


図3 HSTRC材の冷却速度の推定<sup>7)</sup>  
Fig. 3 Estimation of a cooling rate of HSTRC<sup>7)</sup>

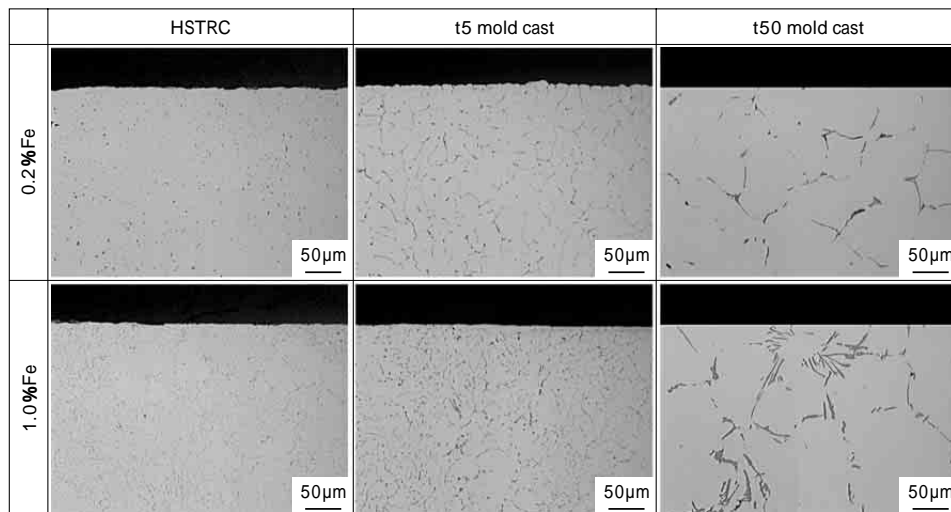


図2 鋳造板のミクロ組織観察結果<sup>7)</sup>  
Fig. 2 Optical micrographs of cast plate<sup>7)</sup>

## 2.2 T4材のミクロ組織

図4<sup>7)</sup>に0.2%Feと1.0%FeのT4材の板厚表面近傍のミクロ組織観察結果例を示す。結晶粒径は鉄量が多いほど微細であり、0.2%Fe材では約40 $\mu\text{m}$ 、1.0%Fe材では10~20 $\mu\text{m}$ であった。HSTRC材と金型材では鉄量が少ない場合はほぼ同等の結晶粒径であり、鉄量が多い場合はt50金型材が他材料よりもやや粗大となる傾向であった。なお、HSTRC材、金型材は鑄塊からの加工率はそれぞれ約60%、約80%であるが、t50金型材では鑄塊のDASが粗大であったため、晶出物が層状に分散した組織となっており、均一分散に近いHSTRC材とt5金型材とは異なった分散状態であった。

## 2.3 引張特性

図5<sup>7)</sup>にT4材とAB材の0.2%耐力、図6<sup>7)</sup>にT4材の伸びを示す。T4材の0.2%耐力は鉄量と冷却速度によらずほぼ一定であり、130~140MPaであった。一方、AB材の0.2%耐力はいずれの冷却速度材でも鉄量の影響はほとんどなかったが、冷却速度が大きいほど0.2%耐力はやや高い傾向にあった。T4材の伸びは冷却速度によらず、HSTRC材と金型材はほぼ同等であり、鉄量の増加に伴って低下し、0.2%Fe材で25%以上であったが、1.0%Fe材では20%程度となった。

## 2.4 曲げ性

図7<sup>7)</sup>に曲げ試験後の試験片の外観(上段)および断面観察結果例(下段)を示す。鉄量が増加するに伴い、いずれの材料でも曲げ性が低下した。t50金型材では鉄

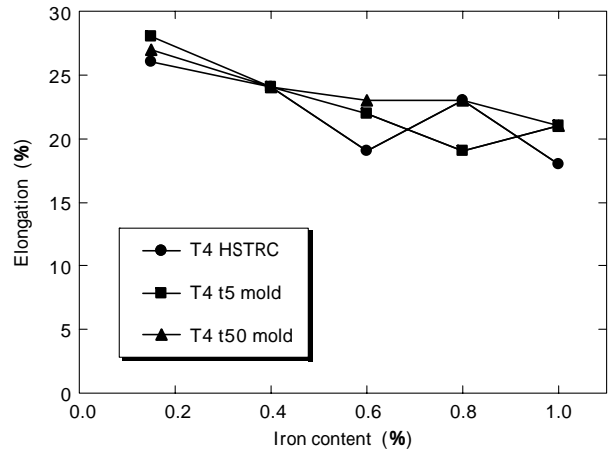


図6 T4材の伸び<sup>7)</sup>  
Fig. 6 Elongation of T4 sheets<sup>7)</sup>

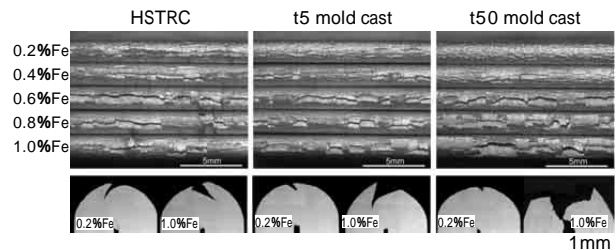


図7 曲げサンプルの外観(上段)と断面(下段)観察結果<sup>7)</sup>  
Fig. 7 Appearances of specimen surface (upper) and cross section (lower) after bending test<sup>7)</sup>

量が0.8%以上で亀裂が板厚全体を貫通しており、鉄量が多くなるとHSTRC材とt5金型材よりも曲げ性が顕著に低下した。HSTRC材とt5金型材はいずれの鉄量でもほぼ同等の曲げ性を示した。なお、0.2%Fe材については、さらに高い冷却速度の得られる条件にて作製したHSTRC材(冷却速度:約6,000K/s)も同様に評価したが、曲げ性は大きくは改善しなかった。

## 3. 考察

### 3.1 引張特性におよぼす鉄量と凝固時の冷却速度の影響

引張特性におよぼす鉄量と凝固時の冷却速度の影響として得られた結果をまとめると以下であり、それぞれの影響について考察していく。

- 1) 強度におよぼす鉄量の影響は小さく、T4材、AB材ともに1.0%Fe材でも0.2%Fe材とほぼ同等の0.2%耐力が得られた。ただし、伸びは鉄量の増加に伴い低下した。
- 2) T4材では凝固時の冷却速度の影響はほとんど確認されず、AB材では冷却速度が大きいほど0.2%耐力がわずかに高い傾向があった。

#### 3.1.1 引張特性におよぼす鉄量の影響

Al-Mg-Si系合金では鉄量の増加に伴いAl-Fe-Si系の晶出物量が増加するために固溶ケイ素量が減少し、時効硬化能が低下するとされている。特に過剰ケイ素量は時効初期の硬化速度(バークハード性)に影響をおよぼすことが知られており、鉄量増加によりバークハード性が低下することが報告されている<sup>1)</sup>。本研究では鉄量増加に

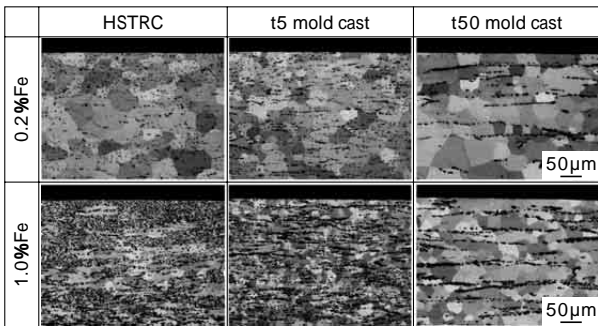


図4 T4材のミクロ組織観察結果<sup>7)</sup>  
Fig. 4 Micro-structure of T4 sheets<sup>7)</sup>

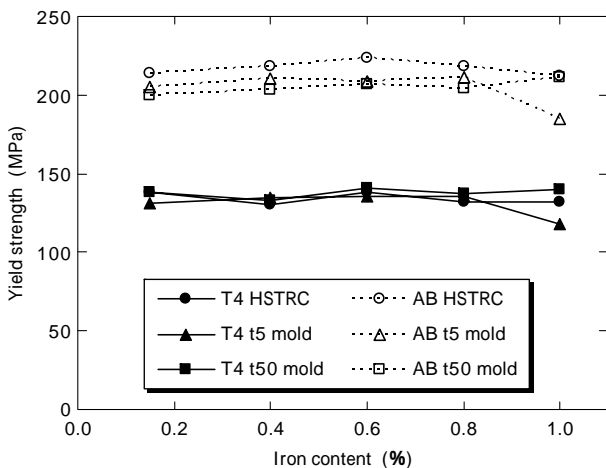


図5 T4材とAB材の耐力<sup>7)</sup>  
Fig. 5 Yield strength of T4 and AB sheets<sup>7)</sup>

伴う AB 材の 0.2% 耐力の低下はほとんどなく、これまでの報告とは異なる結果が得られている。これは、合金成分や均質化熱処理、溶体化熱処理などの試作条件の違い、さらにはベーキング処理などの評価条件の違いによるものであると思われるが、少なくとも本研究による結果では、1.0% 程度までの鉄量であれば延性は低下するものの、自動車外板用などで重要となるバークハード性はほとんど低下しなかった。

そこで、T4 材の固溶状態の評価を目的として、固溶ケイ素量の分析と導電率測定を実施した。まず、固溶ケイ素量については、冷却速度の影響はほとんどなく、0.2% Fe 材で 0.8~0.9% 程度、1.0% Fe 材で 0.55% 前後の値が得られた。固溶ケイ素量の差は、Al-Fe-Si 系晶出物 {  $-AlFeSi$  ( $Fe_2SiAl_8$  または  $Fe_3Si_2Al_{12}$ ), または  $-AlFeSi$  ( $FeSiAl_5$ ) } 中に取込まれると推定されるケイ素量 (0.25% 以上<sup>1),3)</sup>) にほぼ対応しており、1.0% Fe 材では晶出物中に取込まれる分だけ固溶ケイ素量が減少していると考えられる。

一方、T4 材の導電率測定結果を図 8 に示す。一部例外はあるものの、全般的にいずれの冷却速度でも鉄量の増加に伴い導電率は高くなる傾向を示しており、0.2% Fe 材と 1.0% Fe 材の導電率差は平均で 1% 程度、最大でも 2% 以下であった。固溶ケイ素の導電率への寄与量は 17.1 IACS%/wt% とされている<sup>9)</sup>。熱フェノール分析結果に基づくと、1.0% Fe 材の導電率は 0.2% Fe 材よりも 5% 前後高くなるはずであり、1/2 以下の増加量に留まっている。導電率上昇を抑制する原因としては鉄量増加に伴う鉄、マンガン、マグネシウムなどの固溶量増加やクラスタの形成などが考えられる。固溶鉄量と固溶マグネシウム量については大きくは変化しないことを確認しているが、現時点では原因の詳細は明らかになっていない。

以上の結果より、鉄含有量増加により固溶ケイ素量は低下しており、箕田ら<sup>8)</sup>も示唆しているように、固溶ケイ素量減少を補完して AB 耐力低下の抑制に寄与する何らかの要因があると考えられる。本研究ではその詳細は明らかとなっておらず、今後の課題である。

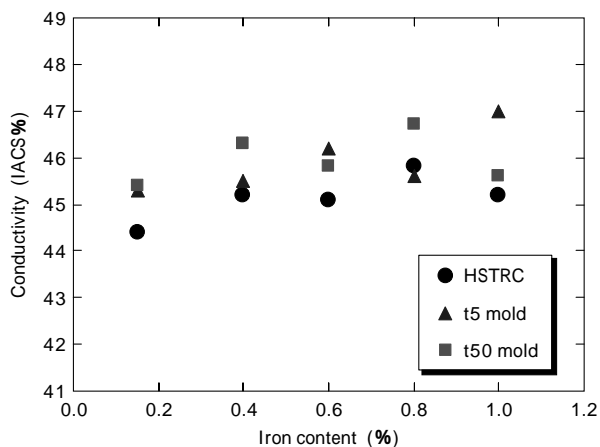


図 8 T4 材の導電率に及ぼす鉄量と冷却速度の影響  
Fig. 8 Effect of iron content and cooling rate on conductivity for T4 sheets

### 3.1.2 引張特性におよぼす凝固時の冷却速度の影響

凝固時の冷却速度が大きいほど溶質元素の固溶量が大きく、T4 材、AB 材ともに強度が高いことが予想されたが、冷却速度の影響は小さかった。図 8 より、T4 材の導電率は冷却速度が大きいほどわずかに高い傾向を示しているものの、ほぼ同等の結果が得られており、これはいずれの冷却速度材も均質化熱処理時にほぼ一定の固溶状態となったためと考えられる。

### 3.2 曲げ性におよぼす鉄量と凝固時の冷却速度の影響

曲げ性におよぼす鉄量の影響については従来から報告されている結果<sup>1)</sup>と同様であり、鉄量の増加とともに曲げ性は低下した。一方、凝固時の冷却速度の影響については、冷却速度が大きいほど第 2 相粒子が微細化するために曲げ性が向上することが期待されたが、冷却速度の最も小さい t50 金型材ではやや曲げ性は低下したものの、HSTRC 材と t5 金型材ではほぼ同等の曲げ性を示した。この結果を考察するために第 2 相粒子の粒度分布を調査した。図 9<sup>7)</sup>と図 10 に 0.2% Fe 材と 1.0% Fe 材の第 2 相粒子のサイズ分布と平均粒径を示す(0.2% Fe 材については冷却速度約 6,000K/s の HSTRC 材の調査結果も示す)。全体的な傾向としては、鉄量が多いほど、また凝固時の冷却速度が小さいほど粗大な第 2 相粒子が多いこと(図 9)、平均粒径については鉄量および冷却速度の影響は比較的小さく、冷却速度は 3 桁変化しても平均粒径は

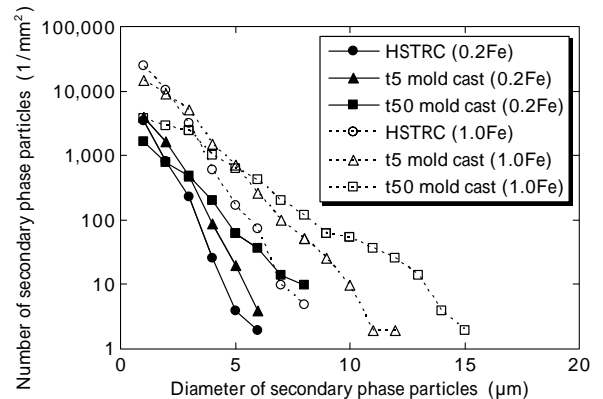


図 9 T4 材の第 2 相粒子のサイズ分布<sup>7)</sup>  
Fig. 9 Size distributions of secondary phase particles for T4 sheets<sup>7)</sup>

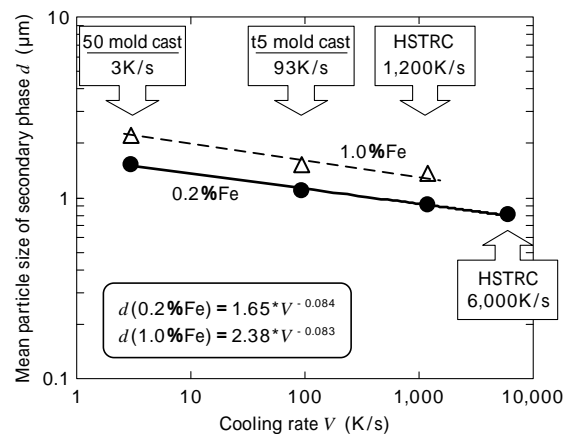


図 10 T4 材の平均粒径に及ぼす鉄量と冷却速度の影響  
Fig. 10 Influences of iron content and cooling rate on mean particle size of secondary phase for T4 sheets

大きくは変化しないことがわかる(図10)。なお、冷却速度( $V$ )と平均粒径( $d$ )の関係式を図中に示すが、本調査範囲では良い相関が得られることが分かった。箕田ら<sup>1)</sup>によると $2\mu\text{m}$ 以上の第2相粒子が割れの亀裂伝播経路となるため、鉄量の増加とともに粗大な第2相粒子が増加して曲げ性低下を招くとされている。 $2\mu\text{m}$ を超える第2相粒子数におよぼす鉄量と冷却速度の影響を図11に示す(冷却速度( $V$ )と $2\mu\text{m}$ を超える第2相粒子数( $N$ )の関係式を図中に示す)。0.2%Fe材では220~810個/ $\text{mm}^2$ の範囲であるが、1.0%Fe材では冷却速度によらず4,000個/ $\text{mm}^2$ 以上であり、凝固時の冷却速度による第2相粒子の微細化効果よりもはるかに鉄量増加の影響が大きいことがわかる。このために、冷却速度が1,000K/sを超えるHSTRC材であっても鉄量の増加に伴う曲げ性低下の抑制は困難であったと考えられる。なお、1.0%Fe材では、 $2\mu\text{m}$ 以上の粗大第2相粒子の数密度が最大であったt5金型材よりも、冷却速度の最も小さいt50金型材の曲げ性の低下が著しかったが、これは $10\mu\text{m}$ 前後の粗大な第2相粒子の影響であると思われる。

また、粗大な第2相粒子数は冷却速度の増大に伴い低減するものの、平均粒径と同様にその影響は大きくはなく、0.2%Fe材については、冷却速度が3K/sから約6,000K/sまで増加しても、810個/ $\text{mm}^2$ から220個/ $\text{mm}^2$ までしか低減しない。したがって、冷却速度が数千K/sであっても第2相粒子(晶出物)の微細化が不十分であり、粗大な第2相粒子数の低減が不十分であったために曲げ性の大幅な改善効果が得られなかったと考えられる。なお、曲げ性を大幅に改善するための冷却速度は明確にはなっていないが、例えば粗大な第2相粒子を

100個/ $\text{mm}^2$ 以下まで低減するためには、得られた関係式より、約 $5 \times 10^5 \text{K/s}$ 以上の冷却速度、つまり、HSTRC材のさらに10倍前後の冷却速度が必要ということになる。したがって、本合金系においては、単に凝固時の冷却速度を向上するのみでは曲げ性の大幅な改善は実現困難であり、成分や熱処理条件の適正化などによる第2相粒子のさらなる微細化や形態の適正化、さらには第2相粒子以外の因子も含めた改善が必要であると考えられる。

むすび=6022合金をベース合金とした、Al-Mg-Si系合金の機械的性質におよぼす鉄量と凝固時の冷却速度の影響を調査し、以下の結果が得られた。

- 1) T4材とAB材の0.2%耐力は鉄量の影響をほとんど受けなかったが、伸びは鉄量の増加とともに低下した。
- 2) T4材とAB材の0.2%耐力におよぼす凝固時の冷却速度の影響は小さく、冷却速度が大きいほどAB材の0.2%耐力がわずかに高い傾向を示す程度であった。これは、いずれの冷却速度材も均質化熱処理時にほぼ一定の固溶状態となったためと考えられる。
- 3) 曲げ性は鉄量の増加に伴い大幅に低下した。冷却速度が遅い材料でその傾向は顕著であったが、1,000K/s以上の急冷凝固材でも大幅な改善効果はなかった。これは、鉄量増加による粗大な第2相粒子の増加に対して、急冷凝固による第2相粒子の微細化が不十分であったためと考えられる。
- 4) 上記結果より、本研究における合金系では、急冷凝固による曲げ性の改善、およびそれに伴う鉄許容量の拡大への効果は限定的であると考えられる。急冷凝固に加えて、成分や熱処理条件の適正化などによる第2相粒子のさらなる微細化や形態の適正化、第2相粒子以外の因子も含めた改善が今後の課題となる。

#### 参考文献

- 1) 箕田 正ほか：軽金属，Vol.53 (2003) pp.523-527.
- 2) J. Sarkar et al. : Materials Science and Engineering A289 (2004) 258-266.
- 3) 崔 其ほか：軽金属，Vol.48 (1998) pp.212-216 .
- 4) 渋江和久ほか：軽金属学会第107回秋期大会講演概要，(2004) pp.9-10 .
- 5) T. Haga et al. : J. Mater. Proc. Technol., Vol.140 (2003) pp.610-615.
- 6) K. Suzuki et al. : Mater. Trans. Vol.46 (2005) pp.2602-2608.
- 7) 徳田健二ほか：軽金属，Vol.57 (2007) pp.444-449.
- 8) 箕田 正ほか：軽金属，Vol.55 (2005) pp.222-226.
- 9) 横田 稔ほか：軽金属，Vol.32 (1982) pp.432-440.

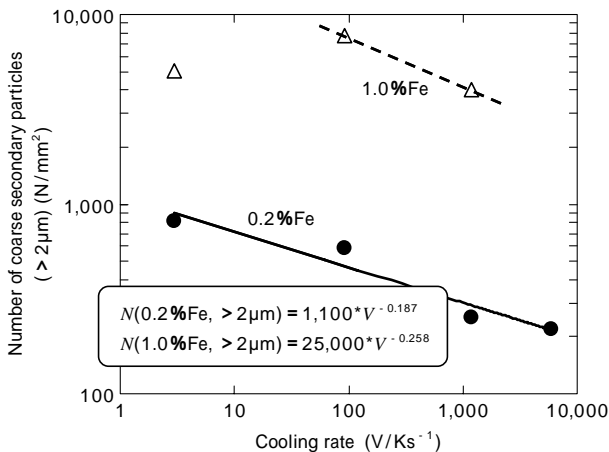


図11 T4材の粗大な第2相粒子数に及ぼす鉄量と冷却速度の影響  
Fig.11 Influences of iron content and cooling rate on number of coarse secondary phase particles for T4 sheets