

Al合金薄板のプレス成形性に及ぼす室温・高温時効現象と プレス加工条件の影響

金沢工業大学 機械工学科

教授 須藤正俊

(平成 5 年度研究開発助成 AF-93036)

キーワード: ひずみ時効、単軸引張予ひずみ、6061アルミ合金

1. 緒言

Al-Mg-Si 系 6061 合金は、実用合金の中でも含有する Mg, Si 濃度が高いため時効硬化性に優れ、自動車用外板への適用が期待されている。自動車車体成形後塗装焼き付け(時効)処理を行うため、加工ひずみの時効挙動に及ぼす影響を考慮に入れる必要がある。加工ひずみの影響に関する研究の大半は冷間圧延の影響^{1)~3)}であり、ドア等のプレス加工を想定し、ひずみ比とひずみ量をシミュレートし、175℃高温時効挙動に及ぼす単軸引張りひずみの影響を検討した。

2. 実験方法

本実験に用いた Al-Mg-Si 系 6061 合金の化学成分は 0.65mass%Si-0.21%Fe-0.28%Cu-1.0%Mg-0.15%Cr 他である。本合金の Mg₂Si 量は 1.58mass%であり、過剰 Si 量は 0.07mass%である。1.0mm 厚の冷間圧延薄板を 405℃×2h 軟質処理を行ったものを原板とし、圧延方向を長手方向にとった短冊状試験片(厚さ、1mm 幅 12.5mm、長さ 150mm、標点間距離 50mm)を供試材とした。

溶体化処理は 530℃×40min 加熱後、氷水中に焼入れし、引張試験機を使用して単軸引張予ひずみ(以下単に予ひずみと記す)を与えた。175℃で時効処理過程における硬さ・電気抵抗測定を行った。目標予ひずみ量は公称ひずみ量 1%、5%、10%および 14%として、引張条件としては引張速度 10mm/min とした。試験片に与えられたひずみ量の測定は溶体化処理直後にスクライブドサークルをスタンプ捺印し、175℃時効終了後にひずみゲージを用いて測定し、相当ひずみ量を導出した。なお、相当ひずみ量の平均値で示すが、ばらつきを含有する。各々の範囲 R に注目すると相当ひずみ量 1.6%のときは 0.9%、14.4%のときは 5.0%であった。

硬さ測定機は Akashi 製 MVK-H0 を、引張試験機は島津製 AGS-10kND を使用した。また電気抵抗測定は四端子法により液体窒素中にて行った。実験遂行過程での室温時効の影響を抑制するため、試験片の運搬等も含めて常時液体窒素中保管した。

3. 実験結果

Fig.1(a)に引張試験機で所定の単軸ひずみを与えた後、175℃等温時効処理を行ったときの硬さ変化を、b)に電気抵抗変化を示す。

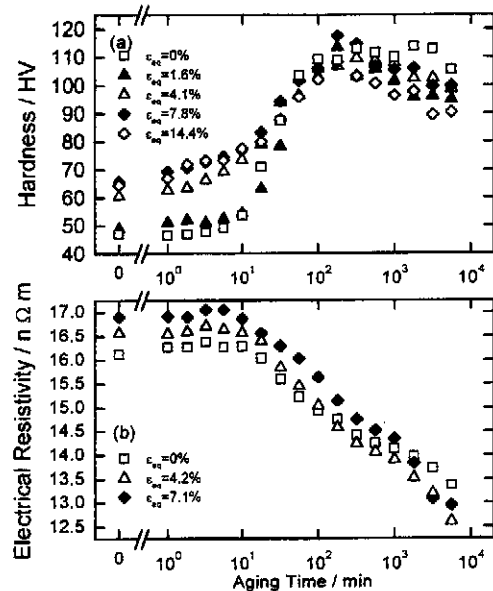


Fig.1 Effect of uniaxial strain on 175°C normal aging.
(a):Vickers hardness vs. aging time curves.
(b):Specific electrical resistivity vs. aging time curves.
Solution heat treatment temperature is 530°C,
aging temperature is 175°C.

最高硬さと予ひずみ量との関係を見ると、予ひずみ量とともに硬さが上昇する、いわゆるひずみの正の効果は見られず、ひずみ量が増加しても最高硬さは変化しない結果が得られた。一方最高硬さに到達後の軟化挙動は予ひずみ依存性が認められ、予ひずみを与えた試料では最高硬さ後の軟化が顕著である。最高硬さに到達時間は、ひずみ導入による最高硬さに到達時間が早くなる傾向は見られず、いずれの試験片もひずみ量 0%時効とほぼ同じである。冷間圧延の影響を調べた結果^{1),2)}によると圧延率の増加により最高硬さに到達時間が早くなる傾向があらわれ、圧延率が 10%と比較的小さな域でも、最高硬さに到達時間

の短時間化が顕著である。この点は我々の結果とは異なっていた。電気抵抗の減少開始時間はひずみ量とともに短時間側に移行している。

Fig.2(a)に Fig.1(a)の時効硬化量曲線を示す。まず、時効硬化量曲線の時効時間 10min までの時効初期段階において、約 5min あたりではひずみ量 0%時効では停滞期であるのに対し、予ひずみを与えた場合はひずみ量の増加に伴い微小な硬化が見られる。また、ひずみ量約 5%までの微小ひずみ域では硬化が顕著であることがわかる。同じく Fig.2(b)に Fig.1(b)の電気比抵抗量曲線を示す。

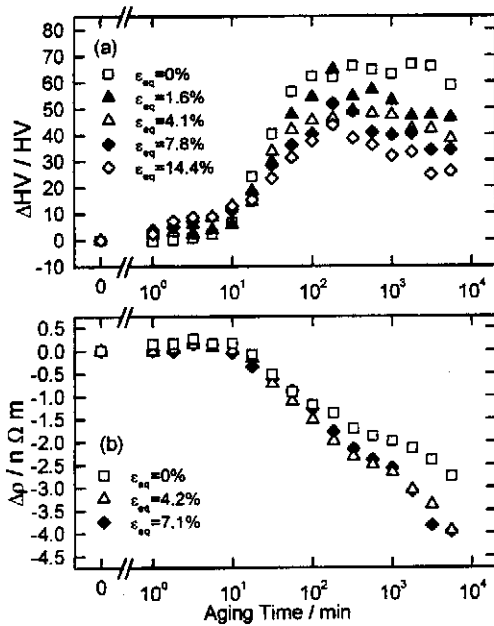


Fig.2 Effect of uniaxial strain on 175°C normal aging.
(a): Δ Vickers hardness vs. aging time curves.
(b): Δ Specific electrical resistivity vs. aging time curves.
Solution heat treatment temperature is 530°C,
aging temperature is 175°C.

時効初期においてどの試料においても電気比抵抗の微小の増加が見られ、予ひずみ量 0%が最も増加量が大きく、その量の増加に伴い電気比抵抗の増加量は少なくなることがわかる。

Fig.3 に ΔH_{Vmax} に及ぼす予ひずみの影響を示す。ひずみ量が増加するとともに ΔH_{Vmax} が低下することが確認できる。またひずみ量 5%までの微小ひずみ域で時効硬化量の低下が顕著である。このことより時効硬化によって得られる強度はひずみ量とともに減少するが、時効処理前の加工硬化で得られる強度はひずみ量とともに増加するため互いの効果が相殺されて単軸ひずみ時効の最高硬さは見かけ上ひずみ量 0%時効と同じ硬さを示した。

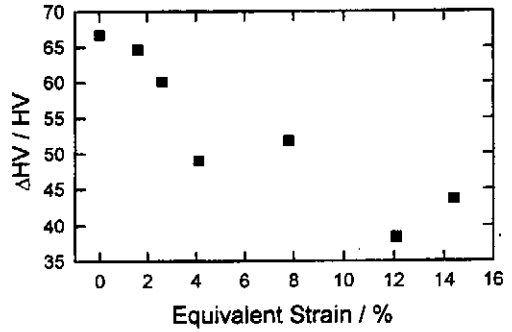


Fig.3 The relation between ΔH_{Vmax} and equivalent strain.

予ひずみ量が軟化量(最高硬さ以降 4000min 経過したときの硬さ変化)に及ぼす影響を Fig.4 に示す。

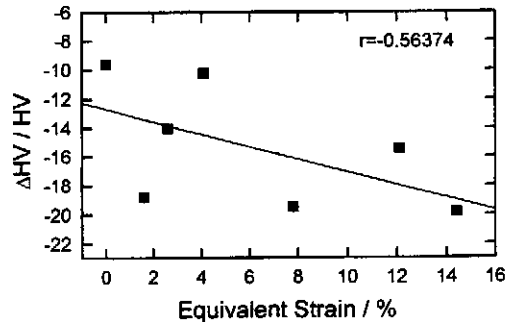


Fig.4 The relation between over aging quantity and equivalent strain.

これによるとひずみ量 0%時効では軟化が 10Hv 弱と軟化量が少ないのに対し、ひずみ時効では軟化が著しい。ひずみ量 5%以下のひずみ域では脈動が見られ、挙動はつかみにくいが、ひずみ量が 8%以上ではひずみ量 0%時効で見られた軟化量より明らかに多くなっており、ひずみを導入することより過時効が助長されることがわかる。Fig.2(b)の電気比抵抗曲線からも最高硬さ付近を過ぎると、ひずみ量 0%試料は最高硬さ付近より電気比抵抗の低下が遅くなるが、予ひずみ処理した試料は電気比抵抗の低下がさらに大きくなることも上述した傾向と対応している。

4. 考察

Fig.2 の各時効領域を大まかにひずみ時効硬化領域と時効軟化領域に分類し、時効挙動に及ぼす予ひずみの影響に関する考察を、とくに冷間圧延の影響に関する松田等の報告結果^{1),2)}と対比させながら行う。

4. 1 時効硬化領域

まず、急激な硬さ上昇が見られる領域では、ひずみ量

の増加とともに時効硬化量が低下しており、かつひずみ量の増加に伴い、その段階における時効硬化速度も低下していることが見受けられる。松田等の報告によれば^{1),2)}、予ひずみ付与は最高硬度到達時間を短縮し、最高硬さにおける時効硬化量は与ひずみ量（冷間圧延率）とともに減少していて、著者らの結果とは異なる。両者の違いは1) 合金元素（松田らは Al-Mg-Si 合金、著者らは 6061 実用合金）、2) 予歪み量、ひずみ状態（冷間圧延と単軸引張ひずみ）にある。

時効硬化反応を理論的に知る手がかりの一つである活性化エネルギーの検討を実施する。クロスカット法によって導出した活性化エネルギーを Fig.5 に示す。

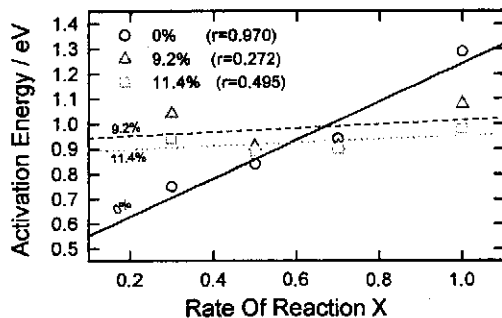


Fig.5 The relation between activation energy and rate of reaction.

X は反応率である。これによるとひずみ量 0%は反応率とともに活性化エネルギーが大きくなるのに対し、単軸ひずみは反応率が上がっても活性化エネルギーはほぼ同じであった。また以上で得られた値は、Al の自己拡散の活性化エネルギーは $1.48\text{eV}^5)$ 、不純物拡散の活性化エネルギー (Mg は $1.2\text{eV}^6)$ 、Si は $1.4\text{eV}^6)$ と比べると小さい。

さらに、反応率が小さい場合は予ひずみ試験片が予ひずみ量 0%試験片より活性化エネルギーが大きくなるのに対し、反応率が大きい場合(X=1.0)はひずみ試験片よりひずみ量 0%試験片の方が活性化エネルギーが大きくなった。反応率とともに、つまり時効時間の経過とともに空孔濃度が希薄になっていくため活性化エネルギーが大きくなっていくものと思われる。ひずみ量 0%の場合はそれをよくあらわしているが、予ひずみでは異なる。本現象を以下のように解釈した。

まず反応率が小さい場合は、時効初期段階であるため、非常に多くの空孔を含有するが、予ひずみ試験片は時効処理前の転位導入、および室温環境での予ひずみ等の作業による、放出空孔・凍結空孔消滅⁹⁾の影響が大きいと考えられる。すなわち、予ひずみ試験片は、ひずみ量 0%試験片と比較して空孔濃度が減少するため、活性化エネルギーが大きくなると考えられる。反応率が大きい場合には、時効がかなり進行しているので含有する空孔濃度が

非常に低い。このような環境では転位拡散の寄与が起こり、ひずみ量 0%より活性化エネルギーは低くなると推論することも可能である。しかし、硬さの変化傾向まで説明できるかは今後の検討課題である。

一方、Al-Mg-Si 合金の中間相は転位等に優先析出する。加工により導入された転位が核生成場所を提供し、および転位に沿った短回路拡散による溶質原子の移動の促進が中間相の生成および成長を加速した結果、最高硬度到達時間が短縮する。また最高硬さにおける時効硬化量の低下は、時効析出における最高硬さ時に存在する中間相は転位上に優先析出される^{3),4)}。

以上のように両合金での加工ひずみ依存性の差異は、溶体化処理後の加工により導入される転位上への中間相が優先的に起こるか否かで説明が可能である。しかし、硬さの変化傾向まで説明するためには、直接観察などによる検証が必要である。

4.2 時効軟化域

最高硬さ到達後の軟化域に対する予ひずみの影響も顕著である。予ひずみ量 0%材では軟化が鈍いのに対し、予ひずみ材では軟化が著しいことが確認できる。

松田らの結果¹⁾によると、時効温度 150°C ではひずみ量 0%の最高硬さが 10^5min 付近であるため確認できないが、 200°C においてひずみ量 0%試料で見られる軟化、加工を施した試料で見られる軟化は、ひずみの影響はほとんど見られず、かつ軟化に関する詳細な説明は無い。Fig.2(b)の電気比抵抗量曲線より、最高硬さ以降ではひずみ量の小さい試料ほど比抵抗の低下は遅くなることは先程の実験結果でも述べた。ひずみ量 0%の試験片について電気比抵抗の低下が遅くなる現象については、Al-Mg-Si-Cu 合金でも確認されており、その報告⁷⁾によると Al-Mg-Si-Cu 合金は、四元合金特有の Q'相を生じ、過時効の抑制は Q'相と針状 G.P.ゾーンとの相互作用により、それらの析出相の粗大化が起こりにくくなったためと説明している。

6061 合金は Mg や Si の他にも Cu や Fe といった微量元素が添加されているため、ひずみ量 0%時効では Al-Mg-Si-Cu 合金と同様な理由から軟化量が少ないと思われる。また、単軸ひずみを与えた試験片は、ひずみ量 0%と比較し電気比抵抗の低下量が大きいことは先程挙げた。電気比抵抗は析出相の成長度合を示すので、単軸ひずみ試料は析出相の成長が 0%と異なると思われる。したがって、単軸引張ひずみの軟化現象は、転位を導入することより Al-Mg-Si の三元からなる β' 相と Al-Mg-Si-Cu の四元からなる Q'相の析出量の違いからこのような挙動を示すのではないかと推論している。今後透過電子顕微鏡観察を行い、析出相の観察を行わねばならない。

5. 結言

本研究では 6061 アルミニウム実用合金の時効析出挙動に対する単軸引張予ひずみの影響を硬さ測定および電気抵抗測定より明らかにしようと試みた。得られた結果を要約すると以下のようになる。

- (1)ひずみ量 0%時効と単軸引張予ひずみ時効で得られた最高硬さはほぼ同じである。また最高硬さ到達時間も単軸引張ひずみ時効はひずみ導入の影響またひずみ量の影響があらわれず、0%ひずみと比べほぼ同じであり、冷間圧延の影響とは異なる結果を得た。
- (2)第二硬度上昇域では予ひずみ量とともに時効硬化速度が遅くなることが確認でき、最高硬さにおける時効硬化量はひずみ量とともに減少した。
- (3)最高硬さより長時間時効では、予ひずみ量の増加に伴い軟化量が増し、硬さ低下が顕著となった。電気比抵抗量曲線からもひずみ量 0%では電気比抵抗の低下が鈍いに対し、ひずみ量の増加に伴い電気比抵抗の低

下が著しくなることが確認された。

- (4)各段階で得られた硬化量および硬化速度は、ひずみ量 5%までの微小ひずみ域で各々の変化量が大いことから、6061 合金の時効挙動に及ぼす予ひずみの影響は微小ひずみ域で顕著であると推測された。

参考文献

- 1) 松田, 寺崎, 多々, 池野: 軽金属, 43(1993), 127
- 2) 松田, 寺崎, 多々, 池野: 軽金属, 45(1995), 95
- 3) 平田, 松尾: 日本金属学会誌, 36(1972), 1159
- 4) S.Muromachi, T.Mae: J.Japan Inst.Metals, 11(1971), 1021
- 5) 幸田: 金属物理学序論, (1964), コロナ社
- 6) 平野: 軽金属, 29(1979), 249
- 7) 鈴木, 菅野, 白石, 塙: 軽金属, 29(1979), 575