

ADC12合金の引張特性に及ぼす溶体化処理条件の影響

金属材料科 岩澤 秀 鈴木洋光 大竹正寿*
株式会社浅沼技研 上久保佳則 高橋正詞 杉浦泰夫

Effect of solutionizing conditions on tensile properties of ADC12 alloys

IWASAWA Shigeru, SUZUKI Hiromitsu, OTAKE Masatoshi, KAMIKUBO Yoshinori,
TAKAHASHI Masashi and SUGIURA Yasuo

In this study, the effects of T6 heat treatment, in particular with regard to solutionizing temperature and holding time, and T5 heat treatment on the age-hardening characteristics and tensile properties of ADC12 alloys were investigated. The microstructure of an as-received ADC12 alloy(F) consists of dendritic α -Al phases, Al-Si eutectic, Al-Si-Fe system and Cu-rich intermetallic compounds. Higher solutionizing temperature and longer holding time result in spheroidization to some degree, followed by coarsening of eutectic Si phases to some extent, in which the former had a noticeable effect. Increasing the solutionizing temperature not only promoted the greater dissolution of Cu-rich intermetallic compounds into the α -Al matrix, but also increased the age-hardening characteristics, and at solutionizing temperatures greater than 440°C, a holding time of 1 h or more exhibited the same tendency with regard to age-hardening characteristics. The tensile strength in the T6 specimens increased as the solutionizing temperature increased, demonstrating maximum tensile strength at a holding time of 2 h. The T5 specimen showed a tensile strength of 318 MPa, 17% higher than that of the F specimen and comparable with the specimen solutionized at 460°C for 2 h. Tensile strength was greatly influenced by the size, morphology and distribution of Al-Si-Fe system and Cu-rich intermetallic compounds as well as by eutectic Si phases and also by the amounts of Cu and Mg in the supersaturated α -Al matrix.

keywords : ADC12 alloy, Solutionizing, Tensile properties, Microstructure

本研究では、ADC12合金の時効硬化特性および引張特性に及ぼすT6処理、特に溶体化処理温度と時間、およびT5処理の影響を調べた。金属組織は、初晶 α -Al相デンドライト、Al-Si共晶、Al-Si-Fe系、Cuリッチ化合物相から構成される。溶体化処理温度および時間の増加に伴い、共晶Si相の粒状化および粗大化が進み、特に溶体化処理温度の方が短時間で顕著な傾向を示した。溶体化処理温度の上昇は、Cuリッチ化合物相の過飽和固溶体を一層促進させた。

溶体化処理温度が高いほど高い時効硬化特性を示し、溶体化処理温度440°C以上では、保持時間1hで同等の時効硬化特性を示した。引張強さは、溶体化処理温度の増加により向上し、保持時間2hで最大引張強さを示した。T5材は、F材に比べて、17%向上および460°C×2hと同等の引張強さを示した。引張強さは、共晶Si相、Al-Si-Fe系、Cu-リッチ化合物相の性状変化および溶質元素CuおよびMgの過飽和度により影響されると考えられる。

キーワード：ADC12合金、溶体化処理、引張特性、ミクロ組織

*現工業技術研究所 食品科

1 はじめに

ダイカストで多く使用されているADC12合金¹⁾は、Si、CuおよびMgを含むためT6処理（溶体化処理後、自然・人工時効処理）による時効析出硬化を利用した強度特性の向上が期待できる。しかしながら、ダイカストでは、T6処理時、特に高温から急冷する溶体化処理において、ふくれや変形などの熱処理不良が発生するため、T6処理はほとんど適用されていない。一方最近では、ふくれの原因となるガスの巻込みを低減させるプロセスの改良・開発が進み、同時に熱処理の適用による機械的性質の改善が強く望まれている^{2,3)}。

固相線温度直下に数時間保持した後、急冷する溶体化処理は、鋳造偏析低減、共晶相の形状変化、溶質元素の過飽和固溶体の形成を目的としている。強度の向上には、溶質元素の過飽和度を高めるため、高い溶体化処理温度が望ましいが、前述のような熱処理不良を抑制するため、強度を犠牲にして制限されているのが現状である。一方、溶体化処理を行なわず、鋳造のままの材料を200°C付近で数時間保持するT5処理は、T6処理に比べて強度特性は低いものの、低成本で熱処理不良の発生頻度が低いため、T6処理に変わる熱処理として有望視されてきている⁴⁻⁶⁾。しかしながら、T5およびT6処理により、ADC12合金の機械的性質がどのように変化するのか調べた報告はあまり見られない。本研究では、ADC12合金の時効硬化特性および引張特性に及ぼす溶体化処理条件の影響およびT5処理の効果を調べた。

2 方法

2.1 供試材および熱処理

供試材は、市販のADC12合金（受入れのまま材、以後F材）で、蛍光X線分析の検量線法による分析結果を表1に示す。T6処理材の機械的性質に及ぼす溶体化処理の影響を調べるため、表2に示すように溶体化処理温度と時間を変化させた。溶体化処理後、室温で48hおよび180°C、3.5hの時効処理時間を行った。T5処理は、180°C、3.5hとした。溶体化および時効処理時間は、昇温時間0.25hとして保持時間には含まない。また、溶体化および時効処理条件を記述する場合、保持温度×保持時間と略記した。

表1 供試材の化学組成 (mass%)

Si	Cu	Mg	Fe	Mn	Ni	Zn	Ti	Al
9.2	2.2	0.26	0.60	0.19	0.06	0.53	0.03	bal.

表2 溶体化処理条件

溶体化温度, °C	400、420、440、460、480、495
溶体化時間, h	0 (A.Q.)、0.25、1、2、4

2.2 組織および機械的性質の評価

F材およびT6材のミクロ組織観察では、バフ研磨後、0.5%HF水溶液に数秒浸漬してエッチングした後、光学顕微鏡 DMi8 C (ライカマイクロシステムズ株) を用いて撮影した。同じ試料を用いて、晶出相の定性分析およびT6処理に伴う溶質元素の分布を走査型電子顕微鏡SU3900 (株 日立ハイテク製) に搭載したエネルギー分散型X線分析装置Aztec Live (オックスフォード・インストゥルメント株) を用いて調べた。本装置を使用した分析をSEM-EDX分析と称す。

時効時間に伴うT5及びT6材の硬さ変化をロックウェル硬度計DRH-M型 (松沢精機 株) を用いて測定し、時効硬化特性を調べた。また、各条件で溶体化処理したT6材およびT5材について引張特性に及ぼす溶体化処理温度および保持時間の影響を調べた。引張試験は、ダンベル形状 (平行部長さ40mm、平行部幅6mm、厚さ3mm、肩部半径15mm) に機械加工した後、オートグラフ AG-25TA (株 島津製作所製) を用いて、引張速度0.017mm/sの条件で行った。

3 結果および考察

3.1 時効硬化特性及び引張試験結果

図1に時効硬化曲線を示す。図中のA.Q.は溶体化処理材（溶体化処理後、室温放置したままの状態）を示している。

溶体化処理温度420°C以下では、時効硬化量 (T6材の硬さ-A.Q.の硬さ) は小さく、いずれのT6材の硬さは、F材に比べて低かった。いずれも溶体化処理材に比べて時効初期 (~0.25h) において硬さが低下した。これは、溶体化処理における焼入歪みの緩和による母相の軟化挙動、析出過程初期における前駆構造相の溶解によるものと思われる。

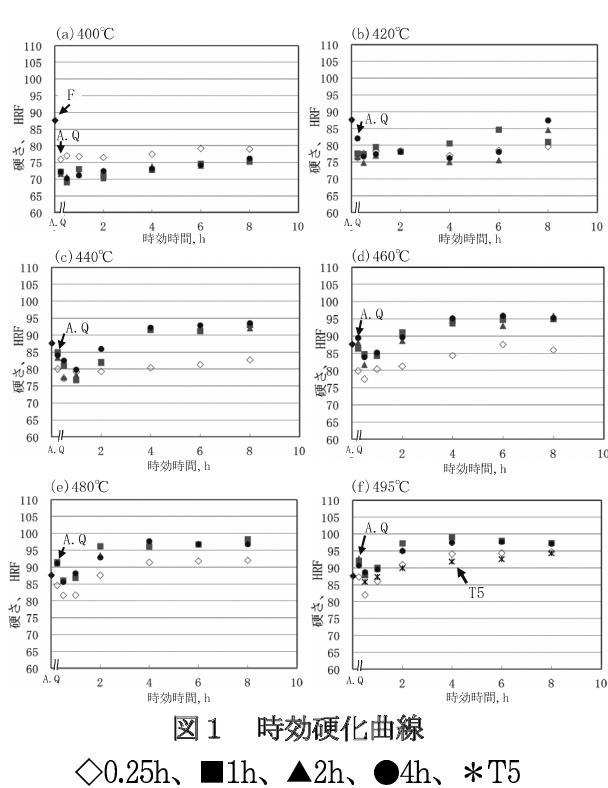


図1 時効硬化曲線
 ◇0.25h、■1h、▲2h、●4h、*T5

溶体化処理温度が高いほど、T6材の硬さおよび最大硬さは増加し、最大硬さに到達する時効時間も短くなる。440°C以上では、いずれも溶体化処理時間0.25hが低い硬さ変化を示し、溶体化処理時間1h以上では、ほとんど同じ時効硬化特性を示した。T5処理(図1(f)に挿入)においても顕著な時効硬化を示し、時効時間8hで最大硬さ95HRFとなった。T5処理は、溶体化処理温度460°Cでは、1h以上、495°Cでは0.25hの溶体化処理と同等の時効硬化能を示した。

以上のように、本研究で用いた溶体化処理条件において、溶体化処理温度の方が溶体化処理時間よりも時効硬化挙動に及ぼす影響が大きかった。また、溶体化処理温度が高いほど高い時効硬化特性を示す一方、どの温度でも、保持時間1h以上でそれはほぼ飽和した。

溶体化処理温度および溶体化処理時間が引張強さに及ぼす影響を図2に示す。F材およびT5材の引張強さは、それぞれ270MPa並びに315MPaであった。これに対して溶体化処理温度420°CのT6材では、いずれの溶体化処理時間においてもF材以下の引張強さであった。溶体化処理温度が高くなるにつれて、いずれの溶体化処理時間において

も、引張強さは向上した。特に処理温度の高い480°Cおよび495°Cにおいて顕著な引張強さの向上がもたらされた。F材以上の引張強さを得るために440°Cで0.25h以上の溶体化処理が必要であり、T5材は、460°Cで2h、480°C以上では0.25hの溶体化処理と同様な引張強さを示した。

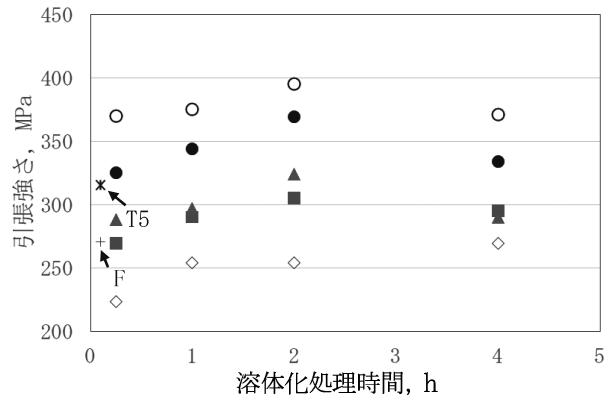


図2 引張試験結果
 ◇420°C、■440°C、▲460°C、●480°C、
 ○495°C、*T5、+F

3.2 ミクロ組織及び引張特性に及ぼす溶体化処理の影響

一般にADC12合金の機械的性質は、共晶Si相およびAl-Si-Fe系などの金属間化合物相の大きさ、形状及び体積率に加えて、母相の析出状態に大きく影響される^{1,7)}。そこで、時効硬化特性及び引張強さに及ぼす熱処理中の組織変化について調べた。

図3にF材のミクロ組織を示す。初晶 α -Al相と微細な共晶組織から構成されている。共晶組織は、針状又は板状に観察される共晶Si相(図3 Aの濃灰色)、塊状に晶出したCuリッチ(図3 Bの薄灰色)と塊状および漢字状のAl-Si-Fe系金属間化合物相(図3 Cの薄灰色)が観察された(後述)。

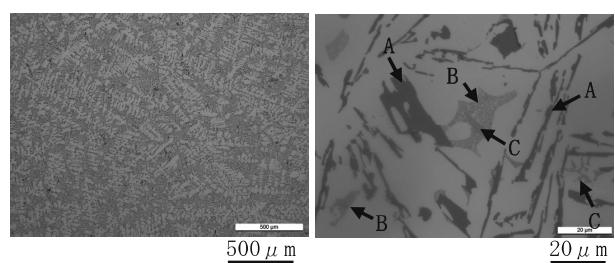


図3 F材のミクロ組織

溶体化処理に伴う金属組織の変化を図4に示す。溶体化処理温度420°Cでは、溶体化処理時間2hまでは、共晶Si相および金属間化合物相（図中薄灰色）の形状、大きさはF材とほとんど同様であった。4hに延長すると、それらの先端部が僅かに丸みを帯びるが、共晶Si相は、アスペクト比の大きい針状を示した。溶体化処理温度460°Cでは、共晶Si相および金属間化合物相の形状変化は短時間側に移行した。溶体化処理時間4hにおいて、共晶Si相の先端は、丸みを帯びたアスペクト比の小さな棒状へ、塊状のAl-Si-Fe系化合物相（図中→）では粒状化が進んでいた。Cuリッチ化合物相（図中■）は、CuおよびMgが母相内に拡散固溶するため保持時間の延長に伴いその面積が小さくなっていた。溶体化処理温度495°Cでは、0.25hで共晶Si相の先端部の粒状化が進み、溶体化処理時間の延長に伴い化合物相の形状変化は、速やかに進行しており、4hでは、共晶Si相の粒状化が顕著に認められた。溶体化処理により、共晶Si相および金属間化合物相の形状および大きさの変化は、溶体化処理温度が高いほど、短時間で進行することが示された。

本合金系では、初晶 α -Al相の晶出に続いて、多元系共晶反応により様々な金属間化合物相が晶出する⁸⁾。これまで凝固組織に関して多くの研究例はあるが、金属間化合物相の化学量論的組成、量および形状、熱処理に伴う性状の変化などは添加元素の相互作用や冷却速度により様々に変化するため統一された見解がなされていない。本研究では、SEM-EDX分析により、溶質元素の分布と金属間化合物相の定性分析を行い、晶出相を推定した。

図5にF材のSEM-EDX分析結果を示す。BEI(反射電子像)に示すように、共晶Si相の他に塊状（図中a）および漢字状（図中b）の金属間化合物相が観察された。マッピング分析では、これらの金属間化合物相に対応してMg、CuおよびFeの濃縮が確認できた。CuとMgが濃縮した金属間化合物相はラメラー状形態となっており、AlとCuの検出ピークが高い化合物相（Al-Cu系）とAlおよびCuに加えてMg、Siが検出された化合物相（Al-Si-Cu-Mg系）が存在した。一方、Feの濃縮した金属間化合物相は、Al、Si、Fe、Mn、Cu、M

(Mは、Ni、Crなどの遷移元素)が検出された。過去の報告例を参照すると、Al-Cu系はAl₂Cu、Al-Si-Cu-Mg系はAl₅Cu₂Mg₈Si₆と思われる^{8,9)}。Al-Si-Fe-Cu-Mn-M系化合物相は、これまで詳細な報告はほとんど無いため、ここでは、Al-Si-Fe系化合物相又はAl-Si-(Fe,Cu,Mn,M)化合物相¹⁰⁾と称する。

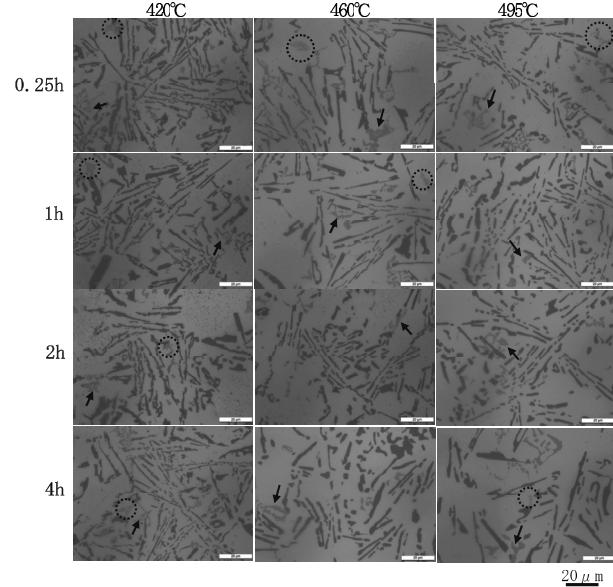


図4 溶体化処理に伴う金属組織の変化

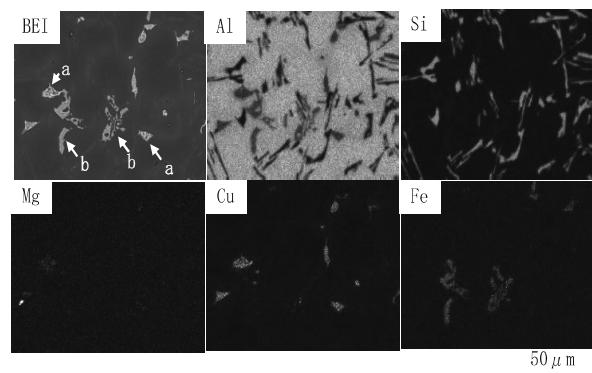


図5 F材のSEM-EDX結果

本系合金では、溶体化処理中に時効硬化に寄与する金属間化合物相（本研究では、Al₂CuおよびAl₅Cu₂Mg₈Si₆相と推定）からCuおよびMgが固溶し、過飽和固溶体が形成され、時効析出相の形成により母相が強化される。したがって、溶体化処理温度および時間は、母相へのCuおよびMgの過飽和度および時効析出硬化挙動に影響を及ぼすと考えられる。そこで、溶体化処理に伴う母相へのCuおよびMgの固溶状態を調べた結果を図6に示す。F材では、CuおよびMgが同調した粗大なCuリッチ相が観察されるのに対して、420°C×1hの

溶体化処理で、それらは幾分面積が減少している。溶体化処理温度が高くなると、Cuリッチ化合物相の分断および固溶が一層進み、495°C × 2 hでは、CuおよびMgの濃縮がほぼ見られなくなった。この Cu および Mg の濃縮の減少は、Al₂CuとAl₈Si₆Mg₃Cu相が、溶体化処理により母相内に拡散固溶するためであり、それは、溶体化処理時間よりも溶体化処理温度の方が、固溶の進行に影響することがわかった。

熱処理に伴う金属組織の変化と時効硬化特性および引張特性の関係について以下に示す。

溶体化処理温度の上昇に伴い、高い時効硬化特性（図 1）を示したのは、時効析出に寄与するCuおよびMgの母相の過飽和度が高く、時効処理において析出密度が高まったためと考えられる。また、溶体化処理温度が高いほど、急冷時に凍結された空孔濃度が高まり、その結果析出速度が速くなりピーク硬さに達する時効時間が短時間側に移行したと考えられる。溶体化処理温度440°C以上では、溶体化処理時間 1 h以上で同様な時効硬化特性を示した。これは、それぞれの溶体化処理温度においてCuおよびMgの固溶状態が保持時間1hでほぼ飽和したためと考えられる。

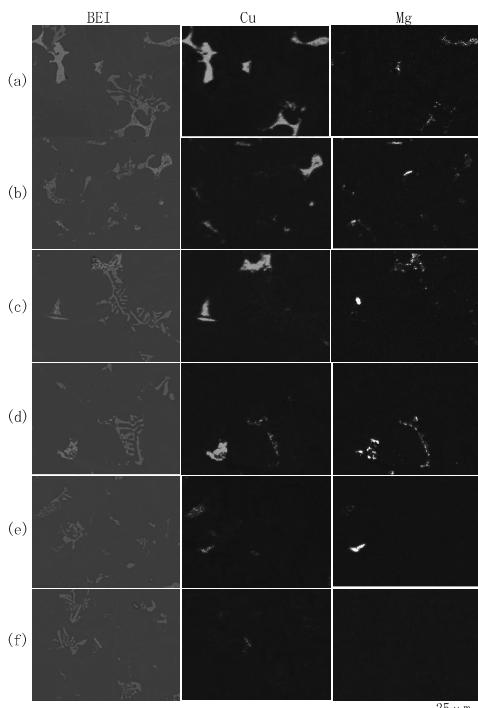


図 6 Cu及びMgのマッピング結果

(a) F.、(b) 420°C × 4h、(c) 460°C × 0.25h、(d) 460°C × 4h、(e) 495°C × 0.25h、(f) 495°C × 2h

引張試験結果（図 2）において、溶体化処理温度の上昇に伴い引張強さが向上した。これは、溶体化処理温度が高いほど、母相の時効析出硬化が大きいためである。溶体化処理温度440°C以上では、溶体化処理時間 2 hで引張強さが最大値となつた。これらの溶体化処理温度では、溶体化処理時間の進行に伴い共晶Si相および金属間化合物相の形状変化および一部が母相内に固溶するためその体積率が減少する。特に共晶Si相は、針状から先端部が丸みを帯び、粗大化する傾向にある（図 3）。共晶組成付近のAl-Si合金の引張特性に及ぼす溶体化処理時間の影響を調べた研究では、溶体化処理時間の延長に伴い、共晶Si相の粒状および粗大化、Al-Si-Fe系化合物相などの金属間化合物相の固溶に伴う面積率の減少により引張特性が低下する報告もある¹¹⁻¹³。溶体化処理時間 4 hにおける引張強さの低下は、このような共晶Si相並びに金属間化合物相の性状変化が影響しているものと考えられる。

以上のように、T 6 処理したADC12合金の引張強さは、溶体化処理温度が高い方が引張強さは増加したが、溶体化処理時間 2 h以上で最大となり、それ以上の保持時間は引張強さの向上をもたらさなかった。また、溶体化処理温度の上昇および溶体化処理時間の延長は、ふくれ、変形などの熱処理不良を誘発する恐れがある。従って、実用的には、熱処理不良を考慮した溶体化処理条件やT 5 処理など製品に適した熱処理の適用を考慮すべきと考えている。

4. まとめ

ADC12合金の時効硬化特性および引張強さに及ぼす溶体化処理温度、および時間の影響さらにはT 5 処理の効果を調べた。

1. 溶体化処理温度が高いほど、溶質元素CuおよびMgの過飽和度が進み、その結果時効処理における析出密度が高まり、高い時効硬化特性を示した。
2. 共晶相は、溶体化処理により針状から丸みを帯びた形状に遷移し、溶体化処理温度が高いほど、その進行は速やかであった。
3. 引張強さは、溶体化処理温度の上昇に伴い高い引張強さを示し、保持時間 2 hで最大値を示

した。

4. 溶体化処理温度の上昇および保持時間の延長は熱処理不良の発生を高めるため、ダイカストで製造したADC12合金の引張特性を向上させるためには、適切な溶体化処理条件又はT5処理の適用が必要である。

参考文献

- 1) 軽金属学会編：アルミニウムの組織と性質，((一社) 軽金属学会，東京)， pp.231-246 (1980).
- 2) 神戸洋史：自動車の電動化とダイカスト技術への期待. 素形材, 60 (3), 14-20 (2019).
- 3) 岩本典裕他：ダイカストランナー加圧による鋳巣発生の抑制とダウンサイジング化の技術開発. 素形材, 62 (12), 50-57 (2021).
- 4) 岩澤秀他：半溶融成形したAl-7%Si-0.5%Mg合金の機械的性質に及ぼすCu量の影響. 静岡県工業技術研究所研究報告, 第15号, 10-15 (2022).
- 5) 尾辻奈生子他：高真空ダイカスト下Al-Si-Mn-Mg-Cr-Cu合金平板における溶体化処理温度の低温化. 鋳造工学, 93 (12), 802-808 (2021).
- 6) 土屋大樹他：Al-Si-Mg系鋳造合金におけるT5処理後の時効析出組織の観察. 軽金属, 71 (4), 166-170 (2021).
- 7) M.Okayasu et al. :
Influence of microstructural on mechanical properties of ADC12 aluminum alloy.
Materials Science and Engineering : A, 592 (1), 189-200 (2014).
- 8) M.H.Abdelaziz et al. : Mechanical Performance of Zr-Containing 354-Type Al-Si-Cu-Mg Cast Alloy: Role of Additions and Heat Treatment. Advances in Materials Science and Engineering, Article ID 5715819.
- 9) T.Szymczak et al. : Microstructural Characteristics of AlSi9Cu3(Fe) Alloy with High Melting Point Elements. Journal of Materials Engineering and performance , 29, 6640-6651 (2020).
- 10) 菅谷直也他：断熱鋳型式連続鋳造法で作製した鍛造用Al-Si系合金の組織と高温強度に及ぼす銅濃度の影響. 軽金属, 73 (1), 9-16 (2023).
- 11) D.A.Lados et al. : solution treatment effects on microstructure and mechanical properties of Al-(1 to 13pct)Si-Mg cast alloys . Metallurgical and Materials Transactions B, 42B (2), 171-180 (2011).
- 12) S.K.Chaudhury et al. : Fluidized Bed Heat Treatment of Cast Al-Si-Cu-Mg alloys. Metallurgical and Materials Transactions A, 37A (7), 2295-2311 (2006).
- 13) E.Tillova et al. : Evolution of the Fe-rich Phases in Recycle AlSi9Cu3 Cast Alloy During Solution Treatment. Communications Scientific Letters of the University of Zilina, 12 (4), 95-101 (2010), <https://doi.org/10.26522/com.C.2010.4.95-01>.