

6 6061 アルミニウム合金の陽極酸化特性に及ぼす ミクロ組織の影響

森下勇樹、長岡 孝

Effect of Microstructure on Anodization Characteristics of 6061 Aluminum Alloy

MORISHITA Yuki and NAGAOKA Takashi

The microstructure and anodization characteristics of 6061 aluminum alloy subjected to thermo-mechanical treatment were investigated. The thermo-mechanical treatments were carried out by a combination of cold rolling and heat treatment. The microstructures of sheet specimens were observed by using optical microscope and the average grain sizes were determined by linear intercept method. The cold rolling led to the elongation of grains in the rolling direction and the grains refinement with increasing reduction in thickness. Two types of rolled sheet specimens with different microstructures, recrystallized structure and fibrous structure, were prepared by performing cold rolling before or after heat treatment. Anodizing of various sheet specimens were conducted in sulfuric acid solution. From the experimental results, it was showed that the linear relationship between anodizing time and the thickness of anodic oxide film formed on the surface of sheet specimen. The influence of microstructure on anodization characteristics were examined by micro Vickers hardness test and observation of cross sections of specimens. The change in microstructure of 6061 alloy had no significant difference in the growth rate of anodic oxide film, whereas the hardness of anodic oxide film tended to increase in coarse grain structure caused by recrystallization.

キーワード：アルミニウム合金、加工熱処理、機械的性質、陽極酸化特性、ミクロ組織

1 緒 言

アルミニウム合金は軽量で比強度が大きく、成形加工性や耐食性に優れており、リサイクルが容易という特徴から幅広い産業分野で利用されている。近年では環境問題意識の高まりから燃費向上が要求される輸送用機器産業で更なる適用が期待されている¹⁾。しかし、アルミニウム合金は鉄鋼材料と比べて強度や硬さが低く、耐摩耗性に劣るため、摺動部に用いる場合には陽極酸化処理を施して使用されることが多い。アルミニウムの陽極酸化はアルマイトとも呼ばれており、材料表面に強固な酸化皮膜を生成し、耐摩耗性や耐食性の向上を図ることができる²⁾。陽極酸化皮膜の性質は電解液の種類、電流密度、処理温度などの電解条件によって大きく異なるほか、皮膜を形成する基材の合金組成やミクロ組織の影響も受けることが報告されている^{3)~5)}。一般に金属材料のミクロ組織は加工と熱処理により様々に変化し、機械的性質をはじめとする材料特性に大きな影響を及ぼすことはよく知られている。アルミニウム展伸材では、熱間加工、冷間加工、熱処理などの組合せによる調質が施され、再結晶組織の調整や加工組織の制御が行われる⁶⁾。陽極酸化皮膜はアルミニウムが電解により溶解し、基材表面に形成されるものであることから、皮膜の成長挙動は基材

のミクロ組織にも依存すると考えられる。

本研究は圧延材や押出材など構造用材料として広く利用されている 6000 系 (Al-Mg-Si 系) 合金についてミクロ組織と陽極酸化処理特性の関係を検討する。本稿では冷間圧延と熱処理を組み合わせた加工熱処理により 6061 合金の機械的性質の変化を調査する。そして、種々の加工熱処理を施した試料についてミクロ組織を調査するとともに、組織形態が異なる基材に陽極酸化処理を行い、陽極酸化皮膜の生成に及ぼすミクロ組織の影響を検証したので報告する。

2 実験方法

2.1 供試材

実験で用いた材料は熱処理型 6061 アルミニウム合金であり、板厚 6mm の圧延板で焼なまし処理を施したものである。6061 合金の化学組成を表 1 に示す。

表 1 6061 合金の化学組成 (mass%)

Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn	Ti	Al
0.60	0.31	0.31	0.06	1.00	0.18	0.04	0.03	Bal.

2.2 加工熱処理

熱処理型アルミニウム合金の代表的な熱処理には T6 があり、強度などの機械的性質を向上させる方法として利用されている。加工熱処理は冷間圧延 (CR と略称) と T6 処理の組合せによる方法で実施した。冷間圧延はロール直径 150mm の圧延機を用いた。圧延用試料は供試材から長さ 150mm、幅 20mm に切り出したものを用いた。供試材の初期板厚が 6mm に対して、1 パス当たりの圧下量は約 0.3mm とし、板厚が 4.8、3.6、2.4 及び 1.2mm となるまで無潤滑で繰返し圧延を行った。総圧下率はそれぞれ 20、40、60 及び 80% である。冷間圧延で得られた各種試料の熱処理は、溶体化処理後に水焼入れし、人工時効硬化処理を施す T6 処理を行った。以下、これらの加工熱処理 (CR→T6) で作製した試料を T6 材と呼称する。更に本実験では供試材を T6 処理により時効硬化させた後、冷間圧延する T9 処理についても実施した。以下、これらの加工熱処理 (T6→CR) で作製した試料を T9 材と呼称する。加工熱処理の方法としては冷間圧延と熱処理の順序が異なる条件で行い、引張試験、組織観察及び陽極酸化処理用の試料をそれぞれ作製した。

2.3 引張試験

引張試験には、標点間距離 50mm、平行部長さ 75mm、平行部の幅 12.5mm の JIS Z 2241 13B 号試験片を用いた。各試験片はフライス盤による機械加工で作製した。試験機には、インストロン型万能試験機 (株式会社島津製作所製 AG-25TA) を使用して、クロスヘッド変位速度 $5\text{mm}\cdot\text{min}^{-1}$ の条件で引張強さ及び破断伸びを測定した。加工熱処理の同一条件につき 3 本の試験片について引張試験を行い、その平均値で実験結果を示した。

2.4 組織観察

各種方法で作製した試料はマイクロカッターを用いて圧延方向から切り出し採取して、樹脂に埋め込んだ。観察面は耐水研磨紙で湿式研磨し、ダイヤモンドペーストとコロイダルシリカを用いた琢磨により鏡面仕上げを行った。ミクロ組織観察は光学顕微鏡 (オリンパス光学工業株式会社製 PMG3) を用いて実施した。平均結晶粒径は切断法で求めた平均切断長さによって算出し、結晶粒径を評価した。

2.5 陽極酸化処理

陽極酸化処理を施す基材試料は長さ 120mm、幅 20mm の大きさに切り出し、#320 までの耐水研磨紙で湿式研磨後、脱脂洗浄を行った。陽極酸化処理は直流安定化電源を用い、陰極には炭素板を配置して、温度 10°C に保持し

た 15% 硫酸水溶液中で、電流密度 $3\text{A}\cdot\text{dm}^{-2}$ 、処理時間 20、40 及び 60min の条件で実施した。その後、沸騰した蒸留水に 10min 浸漬して封孔処理を行った。基材試料に生成した陽極酸化皮膜の厚さは膜厚計 (株式会社ケツト科学研究所製 LZ-330) で測定した。

2.6 硬さ試験

陽極酸化皮膜の硬さは、マイクロビッカース硬さ試験機 (株式会社明石製作所製 MVK-G2) を用いて測定した。陽極酸化処理を施した基材試料の断面を鏡面仕上げし、これを測定に供した。硬さ測定は、試験荷重 0.49N、負荷時間 10sec の条件で 5 回行い、平均値を求めビッカース硬さとした。

3 実験結果及び考察

3.1 引張特性

種々の加工熱処理条件で冷間圧延を行った試料の機械的性質を比較する。圧下率と引張強さの関係に及ぼす加工熱処理の影響を図 1 に示す。ここで総圧下率 0% は供試材の試料に T6 処理のみを施した場合の引張試験結果である。T6 材は冷間圧延の圧下率が増加しても引張強さはほとんど変化せず約 340MPa であった。T6 材は焼なまし材に対して冷間圧延を行うことにより、圧下率の大きさに応じて加工ひずみが導入されるが、後工程の溶体化処理により加工組織は回復・再結晶し、材料は軟化する。そして、溶体化処理温度からの急冷により過飽和固溶体が形成され、その後の時効処理によって析出強化した。T6 材の強化機構は主に析出強化によるものである。これに対し、T9 材は圧下率の増加に伴い、引張強さは増加していることが分かる。総圧下率 40% で引張強さは 397MPa を示し、更に総圧下率 80% まで冷間圧延して強加工を施すと、引張強さは 450MPa を超える値を示した。総圧下率 0% の時よりも 100MPa 以上も強度が向上する結果となった。この著しい強度の増加は冷間圧延で加工ひずみが導入された加工硬化によるものである。また、圧下率を適正に制御することによって所望の強度を得ることが可能であることも分かった。

圧下率と破断伸びの関係に及ぼす加工熱処理の影響を図 2 に示す。T6 処理のみの場合、破断伸びは 18% であり、高い延性を示している。しかし、圧下率が高くなると、T6 材、T9 材ともに破断伸びは減少する結果となった。T6 材の破断伸びの減少はさほど大きくなく、強加工を施した条件となる総圧下率 80% においても破断伸びは 13% を示した。T6 材は冷間圧延しても熱処理を施すことによって、材料強度と延性の両立を図ることができ

ると考えられる。一方、T9 材に関しては圧下率の増加に伴い伸びは顕著に減少する。総圧下率 20%では破断伸びは8%まで低下し、更に総圧下率 80%まで圧延すると破断伸びは3%を下回る結果となった。図1に示したように T9 材の材料強度は加工熱処理によって大幅に向上させることができるが、延性の指標となる伸びは低下することが明らかになった。

3.2 ミクロ組織観察

次に供試材に加工熱処理を施した各種試料の組織変化を図3に示す。以後、本文及び図中では冷間圧延を意味する記号 CR に総圧下率を付して、CR20%、CR80%と表記し区別する。T6 材 (CR→T6) のミクロ組織は冷間圧

延後に溶体化処理を行っていることから再結晶組織となっている。総圧下率 20%においては、結晶粒は等軸状ではなく、圧延方向にやや伸びた形状を呈していた。切断法から算出した平均結晶粒径は 70 μm であった。更に総圧下率 80%まで冷間圧延を施すと結晶粒サイズは小さくなり、再結晶組織は均一微細化され、平均結晶粒径は 16 μm であった。T6 材は圧下率の増加に伴い、再結晶組織の結晶粒径は微細化する結果となった。T9 材 (T6→CR) に関しては、供試材に T6 処理を施して再結晶組織を有する状態とし、その後冷間圧延を施したことから、再結晶粒が圧延方向に伸びた加工組織を呈していた。総圧下率 80%では再結晶粒が扁平状に大きく変形し、層状に重なった繊維状組織が観察された。次節ではミクロ組織形態が大きく異なる基材に陽極酸化処理を行い、陽極酸化皮膜の成長挙動について検証する。

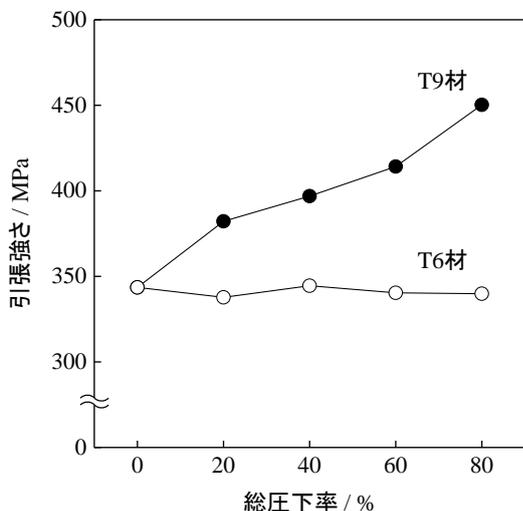


図1 圧下率と引張強さの関係に及ぼす加工熱処理の影響

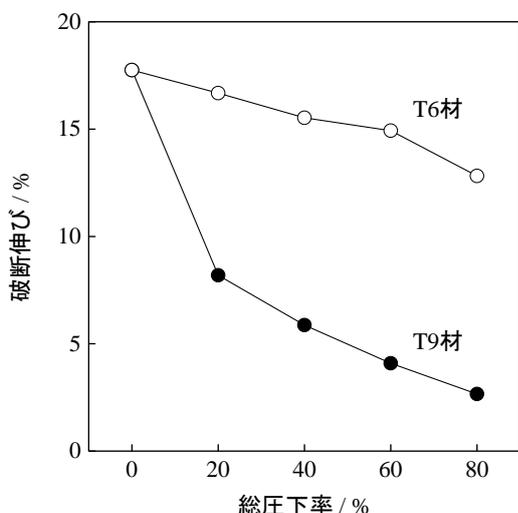


図2 圧下率と破断伸びの関係に及ぼす加工熱処理の影響

3.3 陽極酸化処理性

図4は種々の加工熱処理を施して作製した基材試料に対して陽極酸化処理を行い、電解時間と皮膜厚さの関係を示したものである。いずれの基材においても皮膜厚さは電解時間にほぼ比例して増加していることが分かる。陽極酸化皮膜の成膜速度は 50~60 $\mu\text{m}/\text{h}$ 程度の範囲であった。電解時間 60min で処理した皮膜厚さは、T6 材 (CR20%→T6)、T6 材 (CR80%→T6)、T9 材 (T6→CR80%) でそれぞれ 54、55、53 μm となった。T9 材については冷間圧延を最終処理としたことで、T6 材と比べて基材表面付近には大きな残留ひずみが蓄積した組織になっていると考えられるが、陽極酸化皮膜の成膜速度には余り影響が見られなかった。再結晶組織の結晶粒径や加工組織の変化による陽極酸化処理性の明らかな差は認められなかった。

基材及び陽極酸化皮膜のビッカース硬さを測定した結果を表2に示す。T9 材の基材硬さは冷間圧延で加工硬化しているため、T6 材と比較して 25 以上高くなっている。皮膜硬さは各条件において 400 近い値を示した。最も高い値を示したのは T6 材 (CR20%→T6) であり、皮膜硬さは 395 であった。再結晶組織である T6 材と比較すると、微細組織よりも結晶粒径が比較的大きい組織の方が皮膜硬さは 18 程度高くなった。図4に示した結果では、陽極酸化皮膜の成膜速度は基材の組織形態に関係なくほぼ一定であったが、硬質な酸化皮膜の形成に関しては異なる傾向が示された。陽極酸化皮膜はアルミニウム合金基材の表面に形成することから、皮膜特性の一つである硬さは基材の粒界密度の影響を受けたものと考えられる。

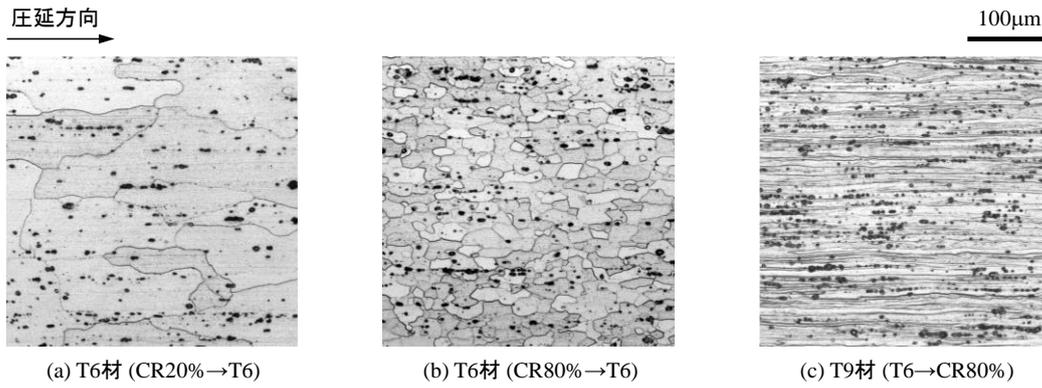


図3 加工熱処理を施した6061合金のマイクロ組織

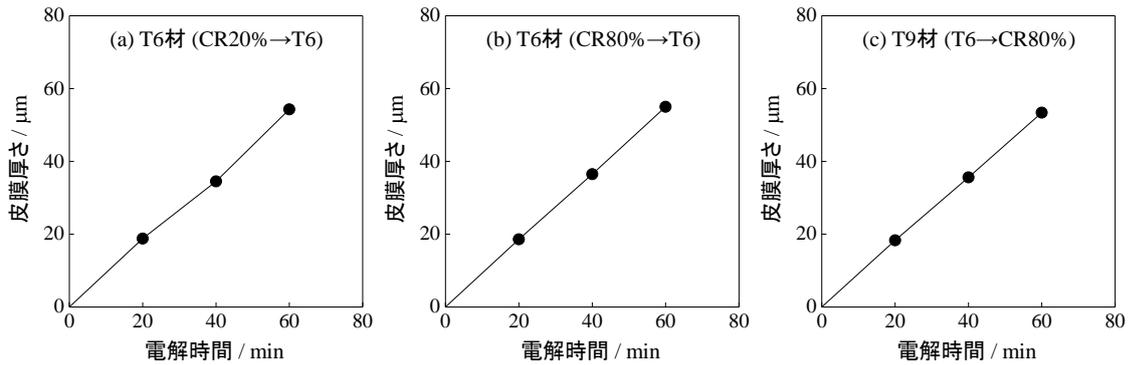


図4 電解時間と皮膜厚さの関係

表2 基材及び陽極酸化皮膜のビッカース硬さ (HV0.05)

加工熱処理		組織形態	平均結晶粒径	基材硬さ	皮膜硬さ
T6材	CR20%→T6	再結晶組織	70μm	123	395
T6材	CR80%→T6	再結晶組織	16μm	122	377
T9材	T6→CR80%	繊維状組織	—	148	383

4 結 言

展伸用アルミニウム合金である6061合金について冷間圧延と熱処理の組合せによる加工熱処理を施し、機械的性質と陽極酸化特性に及ぼすマイクロ組織の影響を調査した結果、以下のことが明らかになった。

- (1) T6材の強度は圧下率を増加させてもほとんど変化せず、引張強さは約340MPaであった。T9材は加工ひずみ導入により引張強さが著しく向上し、総圧下率80%にすると450MPaを超える値を示した。
- (2) 破断伸びに関してはT6材、T9材ともに圧下率の増加に伴い減少し、特にT9材では総圧下率20%以上で破断伸びは数%程度まで減少した。
- (3) ミクロ組織の異なる基材を用いて硫酸水溶液中で陽極酸化処理を行い、電解時間と皮膜厚さの関係を比較検証した結果、成膜速度には余り影響は見られなかった。

- (4) 陽極酸化皮膜のビッカース硬さを測定した結果、皮膜硬さは400に近い値を示した。皮膜硬さは基材を微細組織にするよりも結晶粒径を比較的大きくした再結晶組織の方が高くなる傾向を示した。

文 献

- 1) 櫻井：軽金属、68-9 (2018)、487
- 2) 軽金属協会：アルミニウム材料の基礎と工業技術、(1985)、223
- 3) 星野他：金属表面技術、35-4 (1984)、210
- 4) 前嶋他：表面技術、46-8 (1995)、724
- 5) 樋尾他：三重県工業研究所研究報告、38 (2014)、82
- 6) 土田他：軽金属、39-8 (1989)、587