

難加工性アルミニウム及びマグネシウム合金の 半熔融押出加工と押出材の引張り特性

上谷 保裕*

1. はじめに

半凝固・半熔融押出加工は、コンテナ内で固液共存状態にある半凝固あるいは半熔融金属素材をダイス内通過の間に凝固させて各種断面形状の長尺製品を成形する加工法である¹⁾。固液が共存する状態で成形加工を行うという点では、近年、アルミニウム合金を中心に実用化が目覚ましい半凝固・半熔融成形加工(レオキャスト及びチクソキャスト)^{2), 3)}の範疇に入る。この半凝固・半熔融成形加工では、ほとんどの場合、半凝固・半熔融金属をゲート部からキャビティー内へ射出して充填させるか、密閉鍛造して型内で凝固させる非定常な加工プロセスである。これに対して、半凝固・半熔融押出加工はダイスを通過すると同時に凝固した押出材を連続的に製造する定常的な加工プロセスであることから、厳密には、通常の半凝固・半熔融成形加工とは区別される必要があるかもしれない。しかし、いずれにしても、本研究で対象とする半熔融押出加工においては、ビレットの変形抵抗の低下、流動性の増加、工具間との摩擦抵抗の低減などの熱間押出加工と比較して優れた長所があり、この特徴を生かすことにより、薄肉・小型・複雑断面形状製品の製造及び難加工性アルミニウム合金への応用、並びに加工装置・設備の小型化などといった絶大の効果があると考えられている¹⁾。また、複合材ビレットを用いることにより耐摩耗・耐熱製品の開発に有効であり、さらに、コンテナやダイスの温度制御及びダイス出口での冷却技術の構築により、溶湯からの直接一貫した押出加工も可能になると期待されている¹⁾。

このような半凝固・半熔融押出加工に対する期待感には、1970年代中頃に日本において木内ら⁴⁾⁶⁾により初めて試みられた各種アルミニウム合金の半熔融押出加工の試みに端を発している。彼らは、難加工性の7075アルミニウム合金や2000系及び5000系の展伸用アルミニウム合金を用いて半熔融押出加工を行い、表面状態が健全な棒材や管材の製造が可能であることを示している。さらに、溶湯からの直接押出加工を試みており、コンテナやダイスの温度管理を十分に行うことにより、棒材や管材の製造が一部の温度範囲で可能であることを示している^{7), 8)}。しかし、半熔融押出材の強度や伸びなどの引張特性は明らかにされていない。また、用いた素材ビレットが鋳塊ではなく、熱間押出棒であり、半熔融成形加工において実際に使用されているような非樹枝状の粒状組織³⁾を有する素材ビレットを用いた実験はなされていない。また、溶湯か

らの直接押出加工においても良好な表面状態が得られないことや押出材の引張特性が熱間押出材のそれに比べて劣るなどの解決すべき問題点が指摘されている⁹⁾。

ところで、近年、アルミニウム合金の半凝固・半熔融成形加工が注目されるようになって、半凝固押出加工はもとより、半熔融押出加工に関する研究は比較的に少ない。現時点で筆者の知る限りでは、木内らと同様に実験室的規模で、添加元素により微細化したAl-4.5%Cu合金を用いた低押出し比の半熔融押出加工における押出温度による負荷荷重の相違¹⁰⁾や半凝固法で製造したSiC粒子/A356複合材を用いた半熔融押出加工におけるプレスラム速度と押出温度の影響¹¹⁾、2014アルミニウム合金を用いた半熔融押出加工時のシミュレーションによる流動解析¹²⁾及び工業的操業を意図してダイス部冷却機構を組み込んだ工具による7021アルミニウム合金の半熔融押出加工¹³⁾といった報告例があるのみである。一方、筆者らは、難加工性アルミニウム合金の代表格である7075合金を用いて、素材ビレットの観点から半熔融成形加工に適した非樹枝状組織を有する鋳塊(半凝固鋳塊)で半熔融押出加工を試み、半凝固鋳塊の方が通常の樹枝状組織鋳塊よりも格段に優れた押出成形能があることを確認している¹⁴⁾。このことから、7075アルミニウム合金を素材として単純な機械攪拌法を併用してビレットの連続鋳造(半凝固連続鋳造)を試みた。その結果、Fig.1(a)に示すような微細粒状組織の半凝固ビレットの連続鋳造が可能となった¹⁵⁾。

そこで、本研究においては、この7075アルミニウム合金半凝固ビレットと通常の鋳造組織を有するビレットを用いて半熔融押出加工を行い、ビレット組織の違いによる押出性を比較した。また、押出材の引張特性や時効硬化特性も調べて、通常の熱間押出材との比較を行った。さらに、高速での半熔融押出加工時に問題となる押出材の低延性を、ダイス出口側における強制空冷により試みた。

一方、先に述べたように、半熔融押出加工はアルミニウム合金以外の難加工性合金素材に対しても有効と思われるが、近年脚光を浴びているマグネシウム合金では適用例が見当たらない。従って、本研究では、安価で入手しやすいが、通常は鋳造用にはしか用いられない難加工性のAZ91Dマグネシウム合金についても本加工プロセスを試み、素材組織の違いが押出性や押出材の引張特性の及ぼす影響について調べた。

2. 実験方法

2.1 供試料

7075 アルミニウム合金半凝固ビレットは Table 1 に示す化学組成の DC ビレットを再溶解して、機械攪拌を併用した型半連続铸造により直径 51mm で長さ約 700mm の細棒ビレットに铸造した。Fig.1(a), (b)はそれぞれ、攪拌した半凝固ビレットと未攪拌ビレットの縦断面マイクロ組織であり、半凝固ビレットでは未攪拌の樹枝状組織に比べて微細、粒状化しており、平均粒径が 30 μm 程度となっている¹⁵⁾。

Table 1 Chemical composition of 7075 alloy DC billet used (mass%).

Element	Zn	Mg	Cu	Fe	Si	Ti	Mn	Zr	Al
	5.37	2.44	1.56	0.00	0.01	0.00	0.00	0.21	Bal.

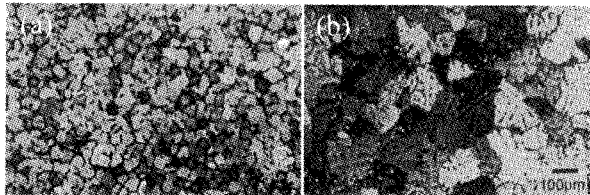


Fig.1 Optical microstructures of 7075 aluminum alloy billets. (a) rheocast and (b) stirring-free.

AZ91D マグネシウム合金は、Table 2 の化学組成のインゴットを SF₆ ガス雰囲気下で溶解し、(a): 室温と(b): 200 $^{\circ}\text{C}$ 及び(c): 500 $^{\circ}\text{C}$ に予熱した内径 32mm の金型鑄塊に鑄造した。また、(d): (a)については、200 $^{\circ}\text{C}$ で 10% の圧縮の予ひずみを与えて昇温時の固相粒子の細粒化を図った。Fig.2 には、一例として、これらを半溶解押出温度 (以下、 T_e とする) の一つである 525 $^{\circ}\text{C}$ に昇温して急冷したマイクロ組織を示すが、金型温度が高いほど結晶粒形状がいびつで粗大となっている。これに対して、予ひずみを付加した場合には、顕著に細粒化し、平均粒径が 100 μm 以下となっている。

これらのビレットや円柱状鑄塊から、直径 30mm で高さが 40mm の円筒形状に機械加工し、半溶解押出加工用の試料とした。

Table 2 Chemical composition of AZ91D magnesium alloy ingot used (mass%).

Element	Al	Zn	Mn	Si	Cu, Ni, Fe, Be	Mg
	9.12	0.74	0.21	0.027	<0.01	Bal.

2.2 半溶解押出加工

7075 アルミニウム合金については、昇温の熱分析曲線から得られた固液共存温度域、また、AZ91D マグネシウム合金では平行状態図の固液共存温度域に基づいて押出温度範囲を決定した。Table 3 には、各合金の押出温度、押出比及びプレス機のラム速度の各条件を示す。容量 20t の縦型プレスを用い、Fig.3 の模式図のように、高周波誘導加熱炉により、目的温度に

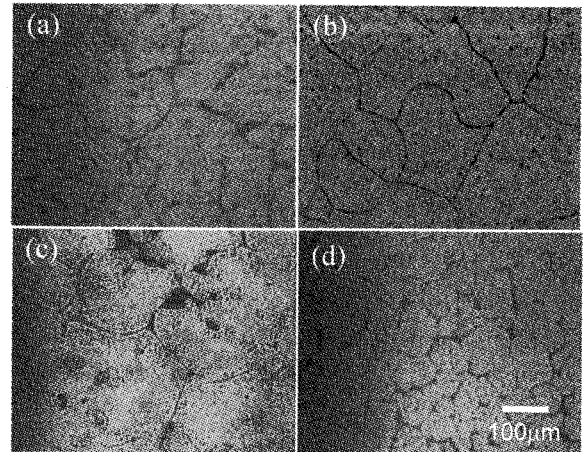


Fig.2 Optical microstructures of AZ91D magnesium alloy ingots reheated to 525 $^{\circ}\text{C}$. (a), (b) and (c) metal mould temperature are 25, 250 and 500 $^{\circ}\text{C}$, respectively. (d) 10% compressed (a) at 200 $^{\circ}\text{C}$.

Table 3 Various conditions of semi-solid extrusion.

alloy	7075	AZ91D
Extrusion temperature, T_e ($^{\circ}\text{C}$)	540, 560, 580, 600, 615	475, 500, 525, 550
Extrusion ratio, R_e	36, 144,	36, 100
Ram speed, V_R (mm/s)	5, 10, 20	0.5, 1, 2, 5, 10, 20

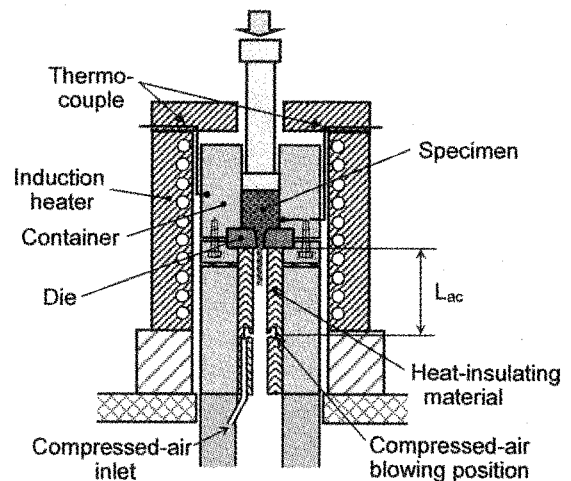


Fig.3 Schematic illustration of experimental equipment for semi-solid extrusion.

約 600s で昇温させて 300s 保持後、各押出条件で主として円形断面の棒 (線) 材の押出成形を行った。

3. 実験結果と考察

3.1 7075 アルミニウム合金

$V_R=5\text{mm/s}$, $R_e=36$ の押出加工条件においては、未攪拌試料の $T_e=540\sim 600^{\circ}\text{C}$ では、いずれの温度にお

いても、Fig.4(a)に示すように押し材表面には割れ(矢印)が無数に入っていた。Fig.4(c)の $T_e = 615^\circ\text{C}$ では、割れは発生しなくなったが、矢印の箇所のように、部分的に凝固表面のようになって直径が細くなっていた。これは、液相が多くなることで流動性が上がって割れにくくなったが、固相と液相が均一に混ざらず、固相率が下がったために生じたと推測される。これに対して、半凝固試料では、Fig.4(b), (d)の典型例で示すように、すべての温度範囲で表面割れの無い健全な押し材となっていた。Fig.5は、Fig.4(c), (d)の押し材のマイクロ組織であり、半凝固試料は押し加工前に比べてかなり粗大化しているが、かなり均一な組織となっている。これに対して、未攪拌試料では微細な領域と粗大な組織が混在して不均一な組織となっており、このような半凝固と未攪拌試料の押し材におけるマイクロ組織の特徴は、押し温度が違っても、温度が低いほど平均粒径が細かいことを除いて、類似していた。既報¹⁴⁾においては、 $V_R=2\text{mm/s}$ と今回よりもラム速度が遅かったが、未攪拌試料のような樹枝状組織の場合には同様に割れが発生し、押し材のマイクロ組織は不均一となっていた。この要因は粗大な固相粒子による流動性の悪さに関係すると推察した。今回の $V_R=5\text{mm/s}$ でも未攪拌試料の押し材は不均一な組織となっており、割れ発生は同様の要因によると思われる。

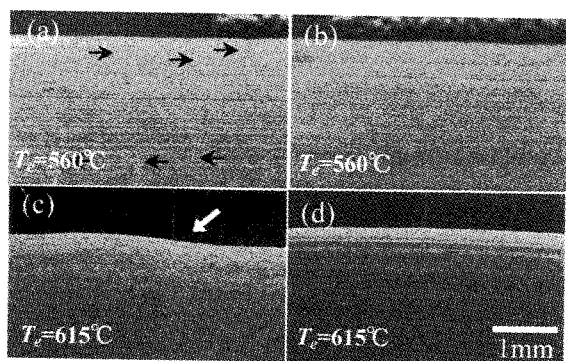


Fig.4 Surface conditions of bars extruded at $V_R=5\text{mm/s}$, $R_e=36$. (a), (c) stirring-free and (b), (d) rheocast.

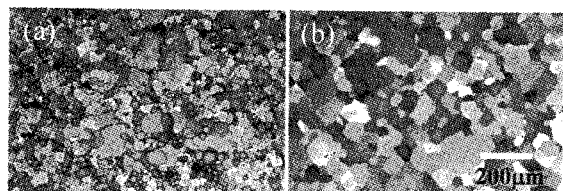


Fig.5 Optical microstructures of bars extruded at $T_e=615^\circ\text{C}$, $V_R=5\text{mm/s}$, $R_e=36$. (a) stirring-free and (b) rheocast.

Table 4は、本実験の各種条件で押ししたときの、表面状態をまとめたものである。本実験で使用したプレスの最高ラム速度である $V_R=20\text{mm/s}$ の高速では、範囲はかなり狭くなるが、半凝固試料のみが健全な押し

材に成形可能であり、半熔融押し加工においても、通常の半熔融成形加工のように非樹枝状の微細組織素材が有効であることが確認された。

Table 4 Summary of surface conditions for 7075 alloy bars extruded at different extrusion conditions.

$V_R=5\text{mm/s}$						
T_e ($^\circ\text{C}$)		540	560	580	600	615
Stirrig-free	$R_e=36$	×	×	×	×	×
	$R_e=144$	×	×	×	×	×
Rheo-cast	$R_e=36$	○	○	○	○	○
	$R_e=144$	-	-	○	○	○
$V_R=10\text{mm/s}$						
T_e ($^\circ\text{C}$)		540	560	580	600	615
Rheo-cast	$R_e=36$	○	○	○	○	○
	$R_e=144$	-	-	○	○	○
$V_R=20\text{mm/s}$						
T_e ($^\circ\text{C}$)		540	560	580	600	615
Rheo-cast	$R_e=36$	×	×	×	○	○
	$R_e=144$	-	-	-	○	○

○: crack-free, ×: surface crack, -: extrusion impossible ($\because P_{\text{extrusion}} > 20\text{ton}$)

Fig.6は、半凝固試料の押し材 ($T_e=560^\circ\text{C}$, $R_e=36$, $V_R=5\text{mm/s}$) の時効硬化能を調べたものである。既報¹⁴⁾において液相の流出が著しく、そのために溶質元素濃度が元の組成よりもかなり低くなった $V_R=0.2\text{mm/s}$ の押し材と比べて、時効硬化能が大きく改善されている。ラム速度が 5mm/s 以上では液相の流出が防止されたことによると思われる、熱間押し材と比べても同等の硬化能が確保されている。このピーク強度時 (T_6) の各試料を引張試験したときの応力-ひずみ曲線が図Fig.7であるが、最高強度に達する前には脆性的に破断が生じ、伸びが極端に小さい。

この熱間押し材と同等の時効硬化能を持ちながらも、極端に低い延性を改善するために、ダイス通過後の

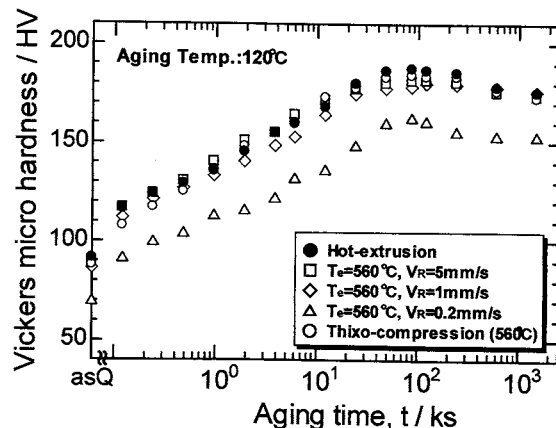


Fig.6 Age-hardening behavior of bars extruded from rheocast specimen at $R_e=36$ and hot-extruded bar.

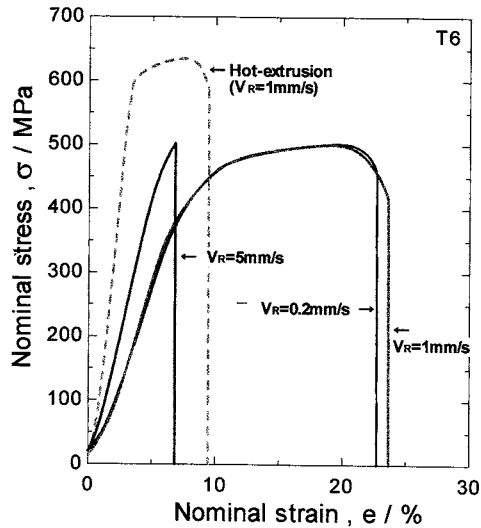


Fig.7 Nominal stress-nominal strain curves of specimens at T6 (maximum hardness) conditions corresponding to Fig.6.

Table 5 Conditions of extrusion ($R_e=36$) and forced-air cooling.

T_e (°C)	560	540
V_R (mm/s)	10, 20	10
Quantity of air, Q_{AC} (ℓ/min)	20, 45, 80, 160	20, 45, 80
Distance between die-outlet and blowing position, L_{AC} (mm)	30, 50, 70, 140	50, 70, 140

押出材に強制空冷を施した。これまで過去に、半熔融押出加工時にダイス冷却^{8),13)}が行われたことがあるが、本研究では、ダイス厚さが薄いので、圧縮空気がダイスを冷却して押出温度を低下させる。これを極力抑えるために、ダイス穴よりも少し大きい直径 6mm の穴を空けた断熱材製の円筒をダイス出口側に固定し、円筒内部に押出材に対して垂直に対称位置に空けた4カ所の小円孔から、押出直前から空気を吹き付けて押出加工を行った。

本研究では、 $R_e=36$ 一定とし、 $T_e=560^\circ\text{C}$ と 540°C で $V_R=10\text{mm/s}$ と 20mm/s の2種類の高いラム速度の場合に、Table 5に示すような空気量(Q_{AC})と空気吹き付け位置(L_{AC})を種々変えて強制空冷を行った。この強制空冷の効果を、押出材から引張り試験片を機械加工で仕上げて溶体化処理を施した後、直ちに引張り試験を行うことで調べた。Fig. 8は、 $T_e=560^\circ\text{C}$ で $V_R=10\text{mm/s}$ の押出条件における $Q_{AC}=80\ell/\text{min}$ の強制空冷の効果を比較したものであるが、 L_{AC} が70mm以上で、空冷無しと比べて分かるように、強度、伸びともに改善されている。特に $L_{AC}=70\text{mm}$ で、図中に併記した熱間押出材を上回る伸びが得られている。同様の

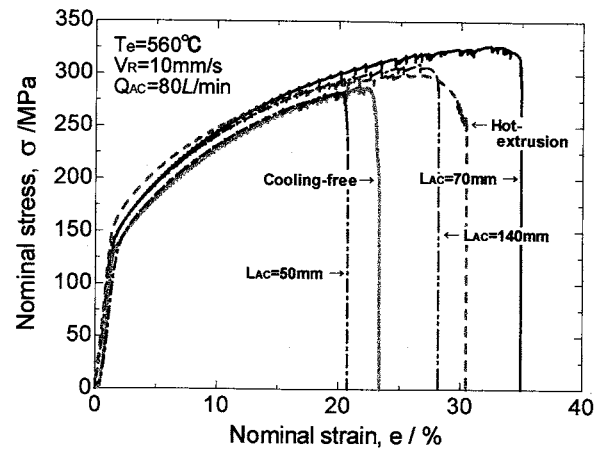


Fig.8 Effect of forced-air cooling ($Q_{AC}=80\ell/\text{min}$) on tensile behavior of specimens just after solution treatment (for 3.6ks at 460°C). The specimens were extruded at $T_e=560^\circ\text{C}$, $R_e=36$, $V_R=10\text{mm/s}$.

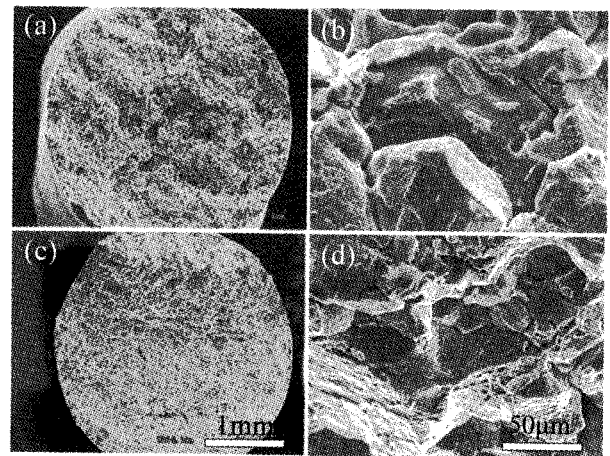


Fig.9 Fractograph of tensile specimens corresponding to Fig.8. (a),(b) cooling-free and (c),(d) forced-air cooling ($Q_{AC}=80\ell/\text{min}$, $L_{AC}=70\text{mm}$).

改善効果は $Q_{AC}=45\ell/\text{min}$ でも得られた。しかしながら、これら以外の V_R や T_e の押出条件では、Table 5の Q_{AC} と L_{AC} の空冷条件では、Fig.8ほどの改善が見られず、より適正な Q_{AC} と L_{AC} の組み合わせを、さらに見出す必要がある。

Fig.9は、最も改善効果があったFig8の $L_{AC}=70\text{mm}$ と空冷無しの破断面を比較したものである。空冷無しの方が、欠陥が多く存在しており、粒界破断が顕著であると同時に、特徴的には元々粒界面が密着していない箇所が頻りに観察される(Fig.9(b)参照)。伸びが改善される場合には、粒界破断も存在するが、粒界面が密着していないような欠陥は見られない(Fig.9(d)参照)。従って、押出条件に対して適切な強制空冷を行えば、このような欠陥の発生が抑制されて、伸びの改善につながると推察している。

3.3 AZ91D マグネシウム合金

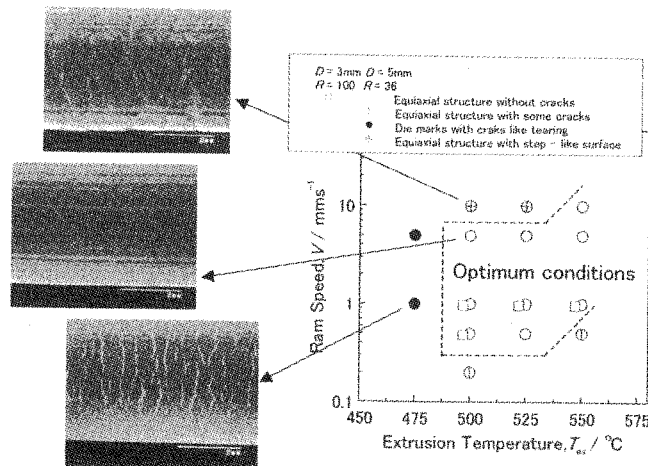


Fig.10 Surface conditions at relation between T_e and V_R in AZ91D magnesium alloy ingot cast into metal mould preheated to 200°C.

まず、最初に 200°C に予熱した金型に鑄造した鑄塊を素材として、7075 アルミニウム合金で使用したのと同じ形状のダイスを用いて、ダイス出口側でアルゴンガスを流しながら、Table 3 に示した種々の押し出し条件で丸棒の押し出し加工を行った。押し出し材表面の健全性を調べた結果の一例として、Fig.10 に押し出し温度とラム速度の関係でまとめたものを示すが、半凝固試料でなくとも図中に破線で区切ったように、表面割れのない適正加工条件が存在することが見出された。また、これらの押し出し材のミクロ組織観察例として、Fig.11 に、押し出し温度と押し出し比がミクロ組織に及ぼす影響を示す。ラム速度は粒径にほとんど影響を及ぼさないが、押し出し温度が低い場合や押し出し比が高くなると、微細化する傾向が見られ、各押し出し温度に昇温時の粒径に比べて、いずれの押し出し条件によっても著しく微細化していた。

Fig.12 は、押し出し材を引張り試験した結果であり、ダイキャスト材と比較して、押し出し温度が低い場合には強度が 300MPa 程度に上昇し、特に伸びが 20% 以上と、ダイキャスト材からは想像できないような高延性が得られている。また、さらに注目すべきは 0.2% 耐力が低いことであり、高加工硬化性を示している点である。このことは、半溶融押し出し加工により薄板が製造できれば、従来、鑄造用途が主であった本合金でも、プレス成形用素材となることを示唆している。従って、本半溶融押し出し加工は、マグネシウム合金の機械的性質、特に延性改善のための新しいプロセスとして期待できる。

以上は、200°C に予熱した金型に鑄造した鑄塊を用いて得られた結果であるが、素材組織が特に引張り特性に及ぼす影響を、実験方法で述べた(a)、(c)の鑄塊及び(b)、(d)の予ひずみ材を素材として、 $T_e=560^\circ\text{C}$ で V_R を 1~20mm/s 間で変えて $R_e=36$ の押し出し成形を行い調べた。Fig.13(a)、(b)、(c)はそれぞれ、室温金型鑄塊、500°C 余熱金型鑄塊及び予ひずみ材の引張り

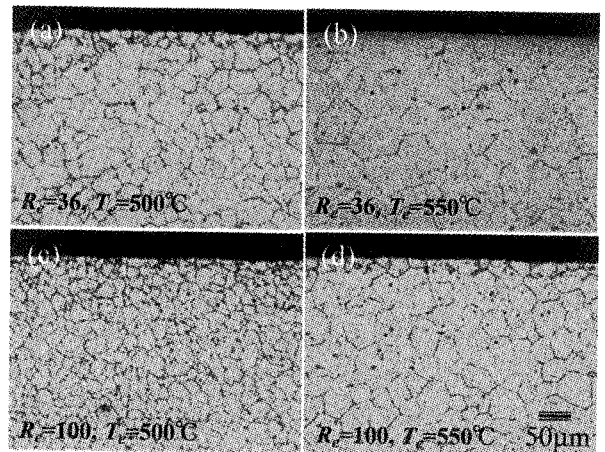


Fig.11 Optical microstructures of AZ91D alloy bars extruded at $V_R=1.0\text{mm/s}$.

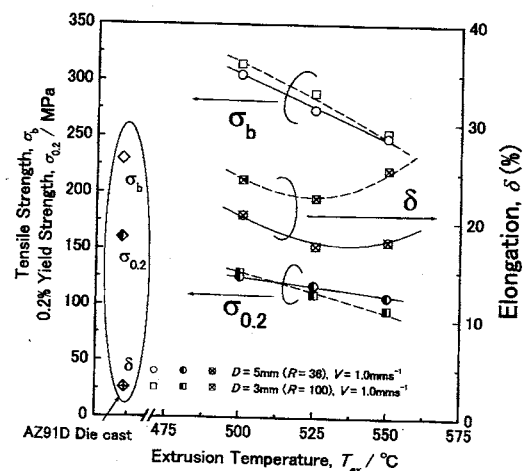


Fig.12 Tensile properties of AZ91D alloy bars extruded at $V_R=1.0\text{mm/s}$.

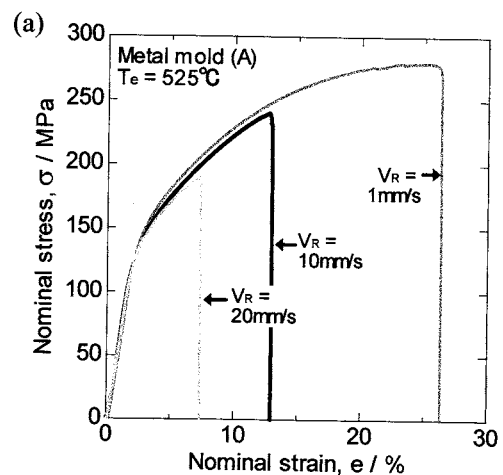


Fig.13(a).

試験の結果であるが、 V_R の低い 1mm/s では、いずれの素材も先の 200°C 余熱金型鑄塊と同様の強度、伸びが得られており、素材による差異は見られない。ところが、 V_R が大きくなると、(a)と(b)の金型鑄塊では強

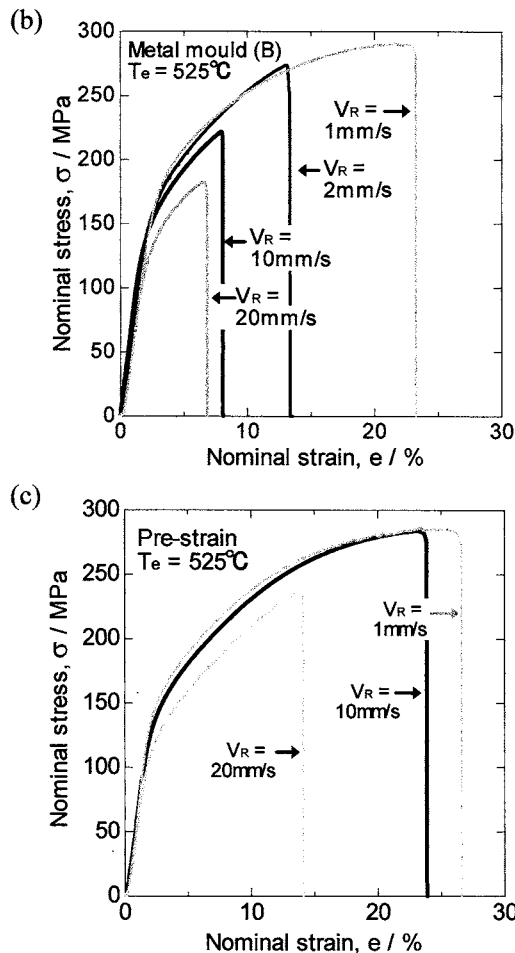


Fig.13 Nominal stress - nominal strain curves of AZ91D alloy bars extruded at different V_R , $T_e=525^\circ\text{C}$, $R_e=36$. (a) metal mould (A), (b) metal mould (B) and (c) pre-strained ingots.

度と伸びが低下し、最も素材組織が粗大な(b)では、 $V_R=2\text{mm/s}$ 以上になると大きく劣化している。これに対して、予ひずみ材では $V_R=10\text{mm/s}$ でも良好な引張り特性が維持されている。しかし、 $V_R=20\text{mm/s}$ では、Fig13(a)や(b)ほどではないが強度と伸びの低下が大きくなり、破断面観察によれば、7075 アルミニウム合金の場合に類似した欠陥が多数存在した。従って、引張り特性の改善には前項の 7075 アルミニウム合金で提唱した強制空冷が有効と思われる。

4. まとめ

微細組織を有する 7075 アルミニウム半凝固ビレットは、樹枝状組織の未攪拌ビレットに比べて、優れた押出成形能を有し、ラム速度が高速の半溶融押出材の時効硬化能は熱間押し材のそれに匹敵した。しかし、この高速での半溶融押出材は低延性であり、押し材をダイス出口側で適当な位置と空気量で強制空冷することにより、低延性の要因と思われる欠陥が抑制でき、熱間押し材なみに改善できた。

AZ91D マグネシウム合金は、半凝固素材でなくても、適正な半溶融押出条件を選定すれば、健全な押し材に成形が可能であった。また、押し材はダイキャスト材に比べて、優れた機械的性質、特に伸びの著しい改善効果が得られ、高強度、高延性マグネシウム合金部材の新しい製造法としての可能性が見出された。一方、高速での半溶融押出加工において押し材の引張り特性は、半溶融時に細かな固相粒子となる予ひずみを導入した素材が優れていた。

本研究は天田金属加工機械技術振興財団の平成12年度研究開発助成(AF-2000014)により遂行された。ここに記して深甚な謝意を表する。

参考文献

- 1)平成10年度 我が国機械産業に資する非鉄金属産業技術戦略策定に係る調査研究報告書, (社)日本機械工業会, (社)日本アルミニウム協会, (1999), 59.
- 2)難波明彦:軽金属, **45**(1995), 346.
- 3)岡野 忍:軽金属, **47**(1997), 598.
- 4)木内 学, 福岡新五郎, 新井博雄:塑性と加工, **18**(1977), 633.
- 5)木内 学, 杉山澄雄, 新井博雄:塑性と加工, **20**(1979), 762.
- 6)木内 学, 杉山澄雄, 新井博雄:塑性と加工, **20**(1979), 826.
- 7)木内 学, 川桐 純:生産研究, **36**(1984), 6.
- 8)木内 学, 杉山澄雄, 川平哲也:生産研究, **37**(1985), 15.
- 9)木内 学, 杉山澄雄, 川平哲也:生産研究, **38**(1986), 4.
- 10)B.C.Lancini, E.J.Zoqui and M.H.Robert : Proc. of the 6th Int. Conf. on Aluminum Alloys (ICAA-6), (1998),285.
- 11)S.Laplante, N.Legros, F.Ajersch, B.Clement and S.Turenne : Proc. of the 4th Int. Conf. on Semi-Solid Processing of Alloys and Composites, (1996), 301.
- 12)J.H.Hwang, D.C.Ko, B.M.Kim, J.C.Choi and G.S.Min : Proc. of the 5th Int. Conf. on Semi-Solid Processing of Alloys and Composites, (1998), 291.
- 13)R.Kopp, H.-P.Mertens, M.Wimmer, G.Winning and N.Witulski : ibid. 283.
- 14)上谷保裕, 早川敦史, 森本英樹, 松田健二, 品川不二雄, 池野 進:鑄造工学, **70**(1998), 641,
- 15)上谷保裕, 高木英俊, 松田健二, 池野 進:軽金属, **50**(2000), 203,

*富山県立大学大学付 助教授