

摩擦攪拌を利用した金属粉末の固化成形

秋田県立大学 機械知能システム学科
助教 中山 昇
(平成 17 年度奨励研究助成 AF-2005028)

1. 緒言

近年、構造用部品の材料に対する高強度化が要求されている。結晶粒径微細化は材料強度を向上させるために有効な手段である⁽¹⁾⁽²⁾。バルク材に強ひずみ加工を行い、結晶粒を微細化する方法があるが⁽³⁾、複数回の工程であるので成形が複雑であるという欠点がある。

粉末冶金法を利用した強ひずみ加工を行うことができれば、微細結晶化された材料を容易に製造することができるのではないと思われる。金属粉末の固化成形には温度、圧力、せん断変形が必要である。微粒子金属粉末は、固化成形のために金属の再結晶温度以上まで加熱すると、結晶粒が粗大化して機械的性質の大きな向上は期待できない。即ち、結晶粒径が微細で高強度の金属を製造するためには、成形温度を再結晶温度以下で成形する必要がある。

本研究では、純アルミニウム粉末を用いて摩擦熱によりアルミニウム粉末を軟化、攪拌させ、塑性流動を起こしアルミニウムを成形する新しい成形法を開発することを目的とする。また、成形したアルミニウムの評価を行う。

2. 試料粉末及び攪拌ツール

本研究で使用した粉末は、ガスアトマイズ法で作製した純度 99.76 %、平均粒径約 28.46 μm のアルミニウム粉末である。

図 1 にアルミニウム粉末固化用の攪拌ツールを示す。材質は炭素鋼の S45C である。攪拌部はネジ形状であり、M4、M6、M8 の 3 種類の攪拌ツールを用いた。アルミニウム粉末を充填するコンテナと攪拌ツールとの摩擦低減のため接触部分を 1 mm 残した。機械的性質の測定のために、ネジ部の半径方向を r 、長手方向を L とした。

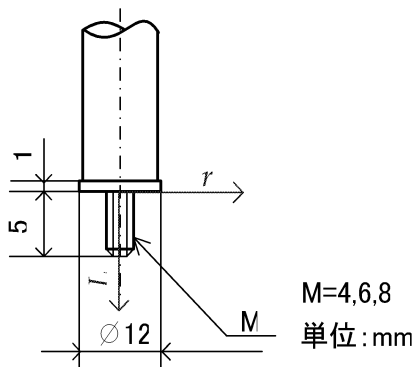


図 1 攪拌ツールの形状

3. アルミニウム粉末固化装置

本研究で使用したアルミニウム粉末固化装置を図 2 に示す。コンテナにアルミニウム粉末を充填し、試験片をフライス盤により回転させつつ、圧縮荷重を負荷した。回転速度は、820、1375、1786r/mim と変化させて成形した。圧縮荷重はコンテナ下部のパンチに取り付けられた

ひずみゲージを介して PC により記録した。最大荷重は 5 kN 一定とした。作製時の最高温度はコンテナに設けられた穴に温度計を差し込んで測定した。作製時の最高温度は 100~200 $^{\circ}\text{C}$ の範囲であった。所定の圧縮荷重まで負荷した後、回転を停止し、その後、圧縮荷重を除荷して空冷した。本研究での最高温度はコンテナの温度であり、アルミニウム粉末の自体の最高温度とは異なる。

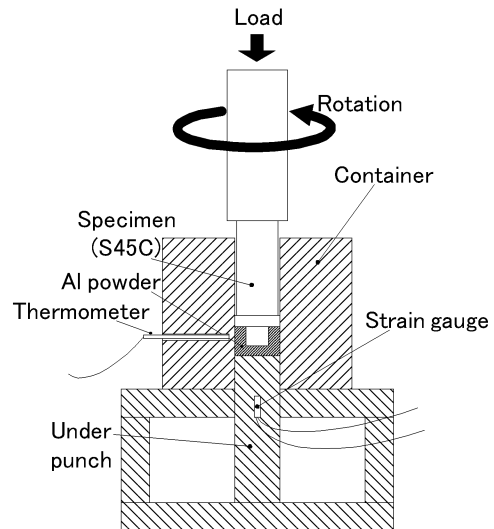


図 2 アルミニウム粉末固化装置

4. ネジの形状と成形速度に依存する機械的性質の関係

4.1 試験片の概観

図 3 に本作製装置を用いて作製した (M6, 1375 r/min) の試験片の外観図を示す。図 3 より、S45C のネジ周りにアルミニウムが固化されたことが分かる。アルミニウム周りに黒く見えるのは、試料離型のために塗布したカーボングラファイト潤滑材である。

図 4 に M6, 1375 r/min の条件で作製した試料の半径方向断面写真を示す。同心円上に成形されていることがわかる。

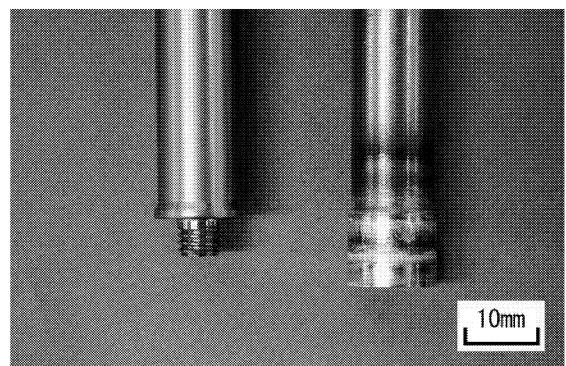


図 3 作製前後の試験片 (M6, 1375 r/min)

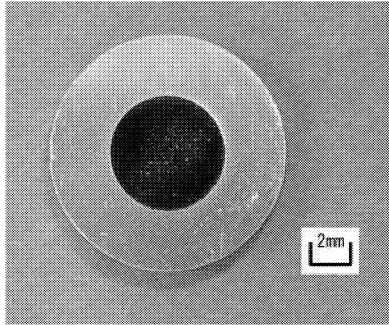


図4 試験片の半径方向断面図 (M6, L=1.5)

4.2 相対密度

純アルミニウムの真密度を ρ_g 、作製したアルミニウムの密度を ρ_0 、相対密度を ρ として次式で求めた。

$$\rho = \rho_0 / \rho_g \quad (1)$$

まず、試験片の表面に付着した離型剤のカーボングラファイトを取り除き、作製したネジ部とアルミニウムの部分からアルミニウム部分だけを切出した。その後、アルミニウム部分の成形密度 ρ_0 を精製水を用いて電子比重計 (ミラージュ貿易株式会社 SD-200L) で測定し、アルキメデス法から求めた。

回転数 1375r/min でネジ部を M4, M6, M8 と変化したアルミニウムの長手方向に対する相対密度を図5に示す。次に、ネジ径を M6 で回転数を 820, 1375, 1785r/min と変化したアルミニウムの長手方向に対する相対密度を図6に示す。

図5, 図6より、作製したアルミニウムの相対密度は、ネジ形状や回転数に関係なくネジ根元から 3mm までは高い値であった。しかし、3mm 以降は全体的に減少していた。

4.3 ビッカース硬さ

図7に長手方向を横軸にしたときのビッカース硬さを示す。図中の Rolling, P.M. はそれぞれ圧延材と粉末冶金で作製したアルミニウムのビッカース硬さを示している。図6よりビッカース硬さはネジ根元より離れた L=4.5 mm 以降ではすべての半径距離で圧延材よりも同等かそれより小さかった。粉末冶金で作製したアルミニウムと比べると全ての箇所において本研究で作製したアルミニウムの方が向上していることがわかる。

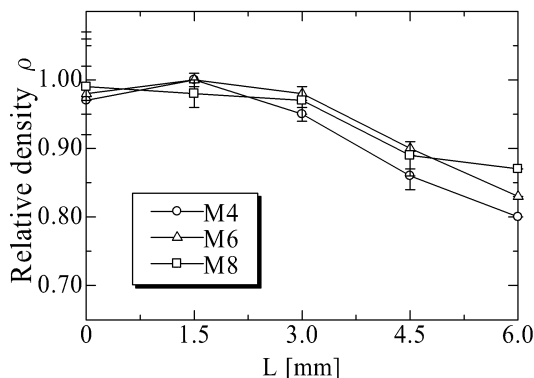


図4 異なるネジ形状でのアルミニウムの相対密度 (1375r/min)

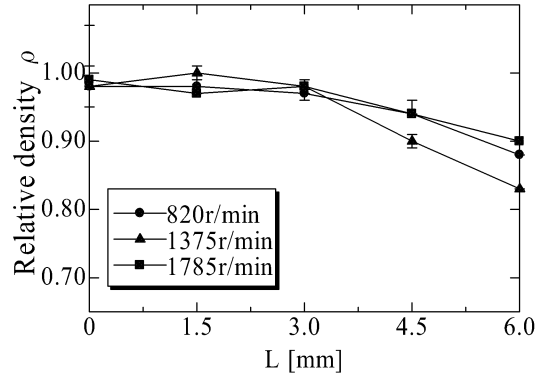


図6 異なる作製速度でのアルミニウムの相対密度 (M6)

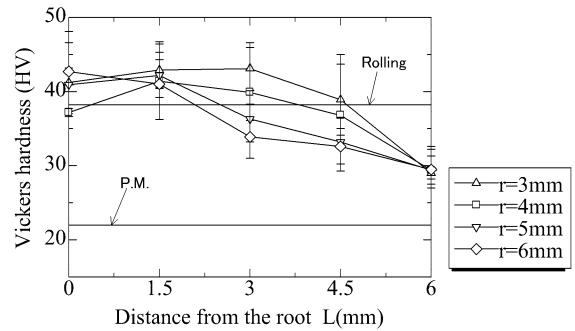


図7 ビッカース硬さ (M6, 1375 r/min)

4.4 表面組織観察

作製条件が M6, 1375r/min での (L=0, r=3) と (L=6, r=6) の位置での金属顕微鏡写真をそれぞれ図 6(a), (b) に示す。図 6(a)よりネジ根元部分ではこれは、アルミニウムは緻密に成形できていることがわかる。しかし、ネジから離れた箇所 (L=6, r=6) では空孔が見られた。この空孔の存在により相対密度が減少した原因と考えられる。空孔が見られた原因として考えられるのは、ネジから離れた部分はネジか攪拌範囲から外れ、熱と荷重のみによって成形される粉末冶金の状態であったためである。さらに、本研究では荷重を小さく設定しており、熱が小さかったため緻密に成形できなかったと考える。作製条件の変化に対する相対密度の影響は、ほぼないといえる。

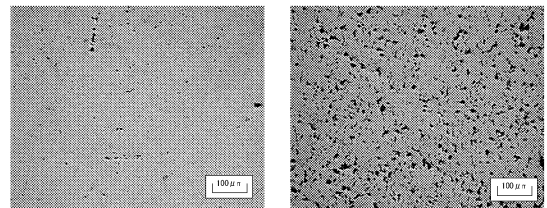


図7 光学顕微鏡写真図 (M6, 1375r/min)

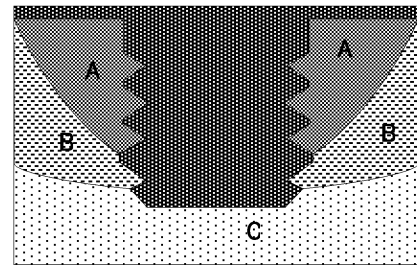
4.5 内部組織観察と微小硬度

0.8%NaOH 水溶液で試験片を腐食させることにより組織観察を行った。

図 8 (a)~(c)に代表的な試験片断面図として、1375r/min を一定としてネジをそれぞれ M3, M4, M6 と変化したときの組織を示す。腐食させた断面図では、全ての作成条件において塑性流動が明確に表れていた。他の回転速

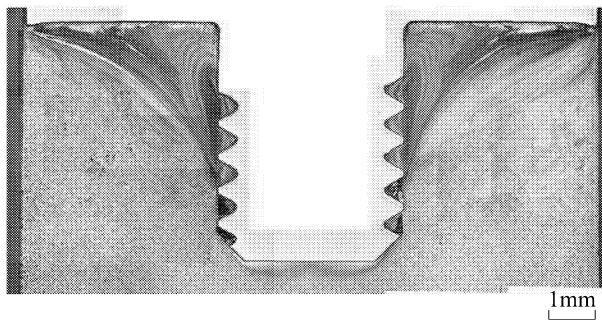
度で成形した試料にでも同じような塑性流動を確認することができた。また同図から、全ての作成条件においてネジ周りに欠陥が生じていることがわかる。この欠陥は試験片を切断した時点ですでに発生しており、成形時に発生したものと考えられる。

図9に断面図の模式図を示す。本研究で作製した試験片の断面はほぼ図9のように表すことができる。Aは攪拌部(SZ: Stir Zone)といい、ネジによりアルミニウム粉末が攪拌された部分である。Bを加工熱影響部(TMAZ: Thermo-Mechanically Affected Zone)といい、直接攪拌されていないが攪拌部の塑性流動の影響と、熱影響をともに受けている部分である。Cは熱影響部(HAZ: Heat Affected Zone)といい、熱影響のみ受けている部分である。本研究ではTMAZとHAZの境界は明確に現れなかった。

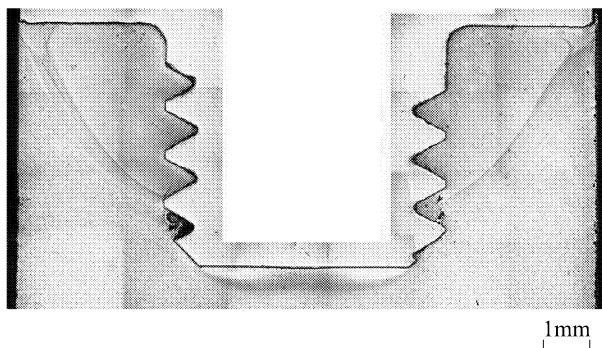


A 攪拌部 (SZ: Stir Zone)
B 加工熱影響部 (TMAZ: Thermo-Mechanically Affected Zone)
C 熱影響部 (HAZ: Heat Affected Zone)

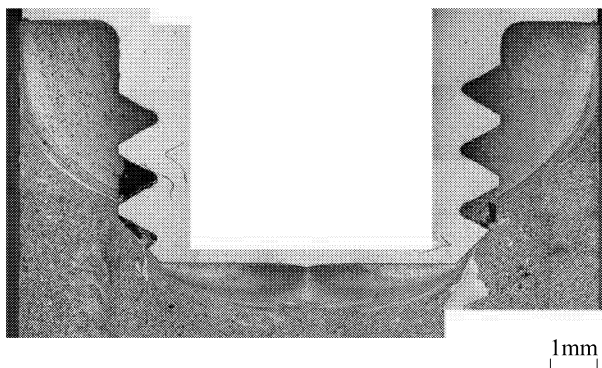
図9 断面図の模式図



(a) M4



(b) M6

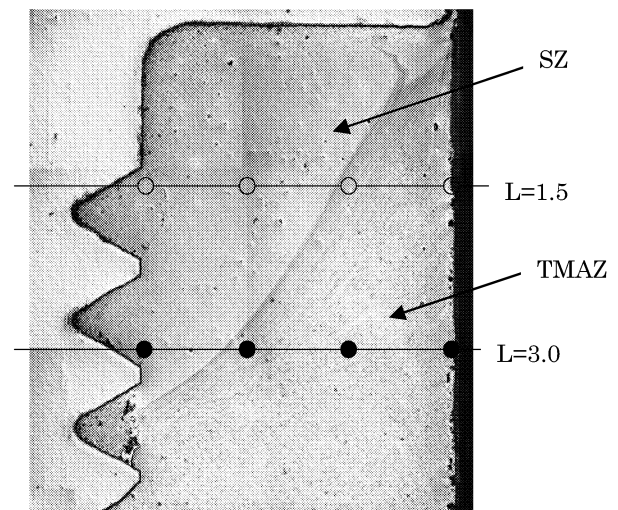


(c) M8

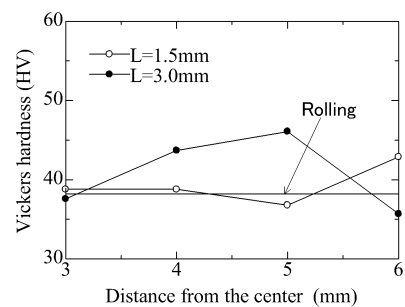
図8 0.8%NaOH水溶液による腐食後の長手方向断面組織写真(1375r/min)

これら断面組織と微小硬度の関係を明らかにするために、ビッカース硬度試験によって硬度を調べた。その代表的な例としてM6, 1375 r/minの条件で作製した試料の断面組織と微小硬度の関係を図10(a), (b)に示す。図10(a)中の黒丸(●)および白丸(○)で指示している箇所がビッカース試験を行なった場所である。硬度を求めた場所はそれぞれ、軸根元から1.5mmと3mm離れた場所で、半径方向に1mm間隔で測定をした。

SZでの硬さは圧延材とほぼ同じであるが、TMAZで最も硬さが向上している。TMAZが最も硬かった原因として、軸から離れており、熱が伝わりにくいため再結晶が起こらず結晶粒が微細化したままであること、さらに回転によるせん断応力の発生に伴う加工硬化したことによると考えられる。



(a) 顕微鏡写真図



(b) ビッカース硬さ

図10 組織写真とビッカース硬さ(M6, 1375 r/min)

4・6 X線回折結果と集合組織，結晶粒径

高分解能 X 線回折装置 (Bruker AXS DISCOVER D8)

を用いて X 線回折測定を行い，構造解析および結晶粒径を測定した。管球は Cu (1.542 Å)， $\theta - 2\theta$ 測定の測定開始角度は 5° ，測定間隔は 0.02° である。

図 11 に X 線回折測定箇所をの模式図を示す。図 12 には測定結果を比較するためにアルミニウムの JCPDS カードを示す。

図 13(a)~(n)に実験で得られた X 線回折結果を示す。それぞれ(a)~(d)は $L=1.5\text{mm}$ ，(e)~(h)は $L=2.5\text{mm}$ ，(i)~(l)は $L=4.0\text{mm}$ ，(m)~(n)は $L=6.0\text{mm}$ である。図 13(a)~(n)のアルファベットは図 11 中の測定箇所を示しているアルファベット (a~n) に対応している。

図 13(a)~(f)は SZ の X 線回折結果であり強制的に攪拌されている箇所である。この SZ では，図 12 の JCPDS カードと比較すると(220)への強い配向性があることがわかる。

図 13(g)~(l)は TMAZ であり，直接攪拌されていないが攪拌部の塑性流動の影響と，熱影響をともに受けている部分である。SZ ほどの追配向性は見られないものの，JCPDS カードと比較すると SZ に近い箇所である(g)や(h)は(220)への配向があることがわかる。しかし，SZ から離れるに従い，JCPDS カードと同様な X 線回折結果になることがわかる。

図 13(g)~(l)は HAZ である。配向性がみられず，攪拌の影響はあまりないと考えられる。HAZ の X 線回折結果は JCPDS カードと同じ結果であった。

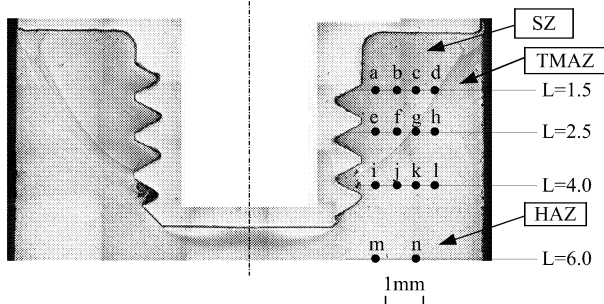


図 11 X 線回折測定箇所をの模式図

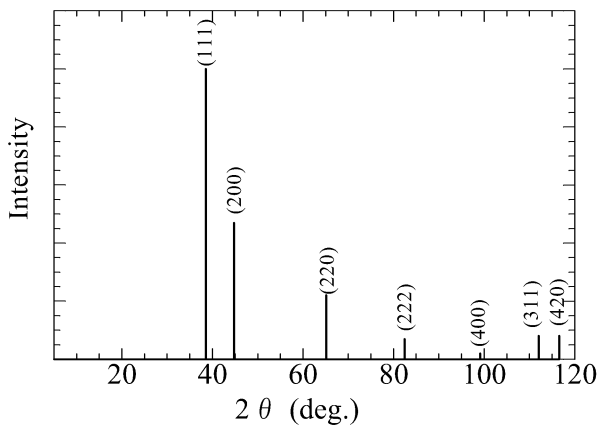


図 12 JCPDS カード(AL)

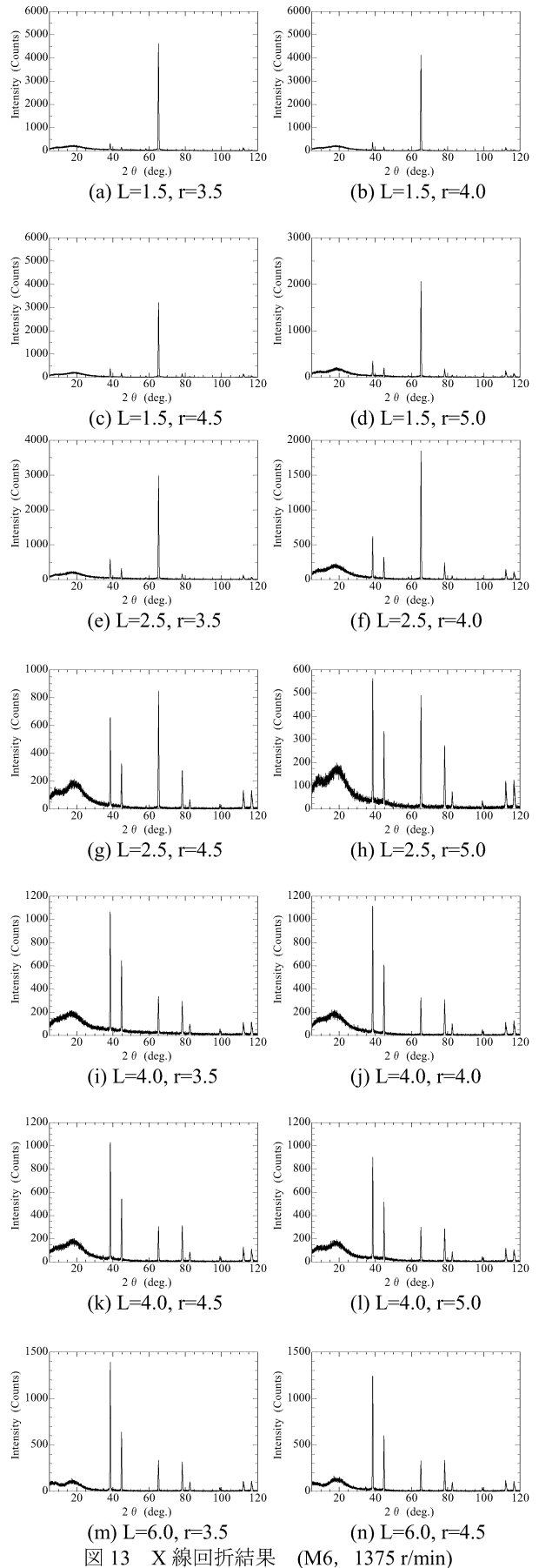


図 13 X 線回折結果 (M6, 1375 r/min)

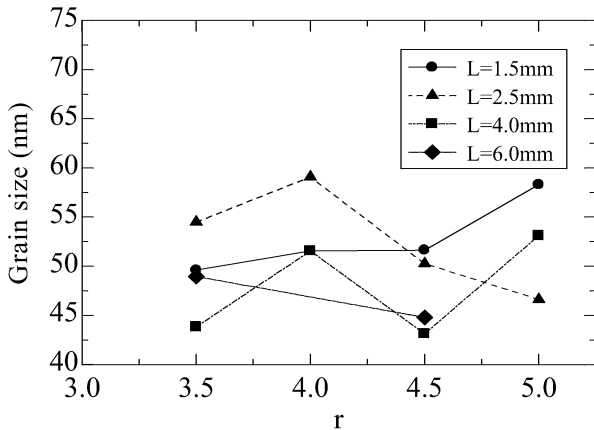


図14 結晶粒径 (M6, 1375 r/min)

各測定箇所での X 線回折結果から結晶粒の大きさを次のシェラーの式⁽⁴⁾によって求めた。

$$T=0.9\lambda/(B \cdot \cos\theta) \quad (2)$$

ここで、 θ : 回折角, B : 半値幅 (rad), λ : 回折に用いた X 線の波長 (nm) である。本研究では, Cu から出る単色光を用いたので $\lambda=1.5406\text{nm}$ を用いた。

図 13(a)~(n)より求めた結晶粒径を図 14 に示す。全ての箇所において, 40~60nm の微細な結晶粒径を得ることができた。つまり, 成形時の温度が再結晶温度以下であるので, 母材が再結晶しなかったことで結晶粒径が小さいのではないかと考えられる。

$L=1.5\text{mm}$ (SZ) の結晶粒径は約 50nm で一定であった。 $r=5.0\text{mm}$ は, SZ と THAZ の境界であり, (220)への配向の低下や熱などの影響から結晶粒径が多少粗大化していると考えられる。

$L=2.5\text{mm}$ における $r=3.5, 4.0\text{mm}$ の範囲 (SZ) では結晶粒径は大きく, $r=4.5, 5.0\text{mm}$ の範囲 (TMAZ) では結晶粒径は微細化している。Hall-Petch の経験則^{(5),(6)}で知られるように, 材料の強度と結晶粒径とは関係がある。従って, 図 10(b)の $L=2.0$ のビッカース硬さの結果から, SZ では結晶粒径は大いため硬さも低い, TMAZ では結晶粒径が小さいので硬さが向上したのではないかと考えられる。

また, $L=4.0\text{mm}$ や $L=6.0\text{mm}$ の結果から TMAZ や HAZ の結晶粒径は, 相対的に若干の減少が見られる。これは,

TMAZ や HAZ では強制的な攪拌ではなく, 攪拌による熱によって成形したことにより配向性もなく再結晶を起さなかったことで結晶粒の成長がなかったのではないかと考えられる。但し, HAZ では Al 粉末同士の結合力は低く, 強度はあまり無かった。

つまり, 結晶粒径を微細化させ, 強度を向上させるためには SZ や HAZ の範囲を少なくし, TMAZ の範囲を拡大させる必要がある。

5. 結言

本研究ではアルミニウム粉末を用い摩擦攪拌により固化を試みた。その結果, 以下のことがわかった。

- (1) アルミニウムを摩擦攪拌によって, 固化成形することができた。
- (2) アルミニウムの相対密度とビッカース硬さはネジ根元から離れた箇所では減少していた。これは, ネジの攪拌の影響を受けていなかったためであると考えられる。
- (3) 試験片断面を腐食させた結果, アルミニウムの流れを確認することができた。流れの始点に欠陥が生じていた。また, TMAZ が最も硬かった。これはせん断変形による加工硬化の影響であると考えられる。
- (4) SZ では (220)への強い配向性が確認されたが, TMAZ や HAZ では配向性を確認できなかった。
- (5) 摩擦攪拌によって成形した Al 金属の結晶粒径は, 40~60nm であった。

以上, アルミニウム粉末を固化成形できた。攪拌ツールの改良によりさらなる向上が可能であると考えられる。

参考文献

- (1) E. O. Hall: Proc. Phys. Soc., 64, (1951), 747-753.
- (2) N. J. Petch: Journal of the Iron and Steel Institute, 174(1), (1953), 25-28.
- (3) Richert, J. & Richert, M.: Aluminum, 62 (1986), 604-607.
- (4) 早稲田, 松原: X 線構造解析, 内田老鶴圃, (2002), 123.
- (5) E. O. Hall: Proc. Phys. Soc., 64, (1951), 747-753.
- (6) N. J. Petch: Journal of the Iron and Steel Institute, 174(1), (1953), 25-28.