

ねじり戻し調製による難押出し性軽金属材料の 低温・高速押出しプロセスの開発

富山大学大学院理工学研究部(工学)

准教授 古井光明

(平成 19 年一般度研究開発助成 AF-2007021)

キーワード：ねじり・ねじり戻し調製，AZ31B マグネシウム合金，最大押出し荷重，押出し低温化

1. 研究の目的と背景

マグネシウム合金の押出し生産性は、マグネシウム合金の中では加工性が良好な AZ31 合金においても、6000 系アルミニウム合金に比べてかなり劣っている¹⁾。高速で押出し加工を行うことは、生産性向上やコスト低減につながると共に、ストレッチャーによる形状矯正が可能な温度以上に型材温度が保持されるため、矯正加工が容易になるメリットがある。また、押出し温度を低温に設定する方が微細なマイクロ組織が得られ、型材の機械的性質が飛躍的に改善される。今後、情報家電製品のみならず、自動車をはじめとする輸送機器や福祉機器などの様々な産業分野にマグネシウム合金押出し型材の利用を拡大していくためには、マグネシウム合金の特徴を生かしながら、押出しの生産性や型材の品質などの問題を克服していかねばならない。

その一方、工業的に実用化されているシンプルな塑性加工のひとつにねじり加工²⁾がある。ねじり加工は被加工材のねじり中心から表面に向けて、導入されるひずみ量が増加する原理的な特徴がある³⁾。図 1 のように、このねじり加工を押出しの前工程に組み込み、押出しに先立ってピレットにねじり加工を施すと、多量のひずみを付与されたピレット表層部が押出し時の雰囲気温度やコンテナ、ダイスとの摩擦による加工発熱によって局部的に動的連続再結晶を起こし、微細粒組織を形成する。最密六方格子構造に起因して加工性に乏しいマグネシウムはまた本質的に結晶粒径依存性が高い材料であり、結晶粒を微細化することによって延性が著しく改善される⁴⁾。すなわち、ねじりによって多量のひずみを表層部に蓄積したマグネシウムピレットでは、微細結晶粒組織の形成に伴う加工性の改善によって押出し荷重が減少し、ひいては押出しの低温・高速化や押出し比の増加

をはじめとする押出し性の改善が図れる。また、押出しコンテナやダイスの寿命向上、潤滑剤の無塗布が期待できるなどの特徴がある。

環境調和性の高いプロセス制御型材料加工研究の一環として、ねじり・ねじり戻し加工を利用した押出し用ピレットの調製による低温・高速押出しプロセスを開発することが本研究の目的である。すなわち、押出し荷重の効果的な低減をもたらす温度、速度、角度の各パラメータから成るねじり・ねじり戻し加工の最適条件を確立する。また、ねじりによるせん断変形と押出しによる高い静水圧のシナジー効果によって微細組織を形成し、高強度と高靱性、良好な表面性状と耐食性を併せ持つマグネシウム合金型材の創製を目指す。それらによる知見に基づいて、さらなる結晶粒超微細化・マイクロ組織制御に向けたねじり・ねじり戻し調製押出しプロセスの設計指針を得る。

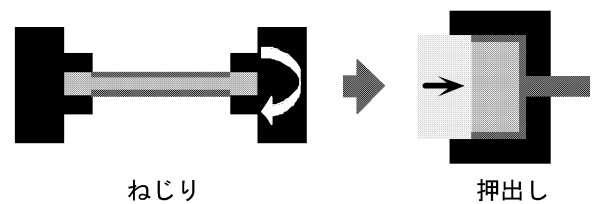


図 1 ねじり調製押出しプロセス

2. 実験方法

2.1 ねじり調製とその評価

直径 10mm、長さ 230mm の市販 AZ31B マグネシウム合金押出し丸棒に、673K、72.0ks の均質化処理を施した。用いた AZ31B マグネシウム合金の化学組成を表 1 に示す。その後、片側回転式ねじり加工機を用い、室温、473K、523K、573K、623K の 5 種類のねじり開始温度において、標点間長さ 150mm の試料が破断するまでねじり加工を行った。ねじりの回転速度は 1rpm である。ねじり破断した 5 種類の

試料は、均質化処理状態のそれと共に、直径 10mm、高さ 15mm の圧縮試験片に加工した。インストロン型万能試験機による圧縮試験は、473~573K の温度にて、 $10^{-3} \sim 10^{-1} \text{s}^{-1}$ のひずみ速度を用いて実施した。

圧縮試験後の試料は機械研磨の後、ミクロ組織観察と硬さ試験に供した。ミクロ組織観察は試料を機械研磨した後、観察面を 10% 硝酸エタノールで腐食させ、光学顕微鏡により実施した。硬さ試験はピッカース硬さ試験機を用い、圧下荷重 0.96N、圧下時間 10s の条件下で行った。また、圧縮試験前の試料については、圧縮面とそれに垂直な 2 面について、それぞれ中心部と端部での X 線回折を行った。X 線回折パターンは回折角度 $20^\circ \sim 80^\circ$ の範囲を $2.4^\circ / \text{min}$ で走査し、CuK α 線を用いて測定した。

表 1 供試材の化学組成

(mass%)								
Al	Zn	Mn	Ca	Si	Fe	Cu	Ni	Mg
3.02	0.95	0.4	0.02	0.02	0.003	0.002	0.0004	bal

2.2 押出し加工の実施と最適条件の導出

直径 30mm、長さ 230mm の市販 AZ31B マグネシウム合金押出し丸棒に、673K、72.0ks の均質化処理を施した。その後、片側回転式ねじり加工機を用い、室温、473K、523K、573K、623K の 5 種類のねじり開始温度において、標点間長さ 150mm の試料に対し、等量のせん断ひずみ約 0.6 を与える 270° ねじりと共に、試料が破断するまでねじり加工を行った。ねじりの回転速度は 1rpm である。

種々のねじり加工を施した試料は、その評点間部より 40mm 長さの試料を切り出し、押出し加工に供した。押出し装置は 400 トンプレス機に金属製コンテナやプランジャーを組み込んだものである。押出しは 473K、523K、573K、623K、673K の温度において、押出し速度を 1mm/s、10mm/s、30mm/s、50mm/s に変化させた。なお、押出し比は 47 一定である。押出し形材の機械的特性は、ピッカース硬さ試験機による、圧下荷重 0.96N、圧下時間 10s のピッカース硬さ測定により評価した。

3. 実験結果および考察

3.1 ねじり・ねじり戻し調製とその評価

図 2 は圧縮温度 473K、ひずみ速度 10^{-1}s^{-1} の圧縮試験より得られた真応力-真ひずみ曲線を示す。ねじりなし材の応力が激減している。これは、圧縮試験中に試料が座屈したためである。また、ねじりなし材に比べて室温ねじり材、623K ねじり材は最大圧縮応力が低下した。

この最大応力を圧縮試験温度についてまとめた結果を図 3 に示す。ねじり加工した試料では、破線で表されるねじりなし材に比べて、圧縮最大応力が低下した。つまり、ねじり加工を与えることにより、その後の圧縮変形に要する応力を減少させることができる。事実、573K ねじり材を 523K で圧縮すると、ねじりなしの試料に比べて約 30% もの応力低下が認められる。ただし、473K ねじり加工材を 473K で圧縮すると、最大圧縮応力はねじりなし材とほぼ同程度であった。

図 4 は 473K で圧縮試験した試料の外観を示す。圧縮に要する応力が高い 473K ねじり材では、圧縮に対して 45° 方向に亀裂が進展して座屈する。一方、623K ねじり材では試料厚さ 5mm まで均一に圧縮変形できることがわかった。

圧縮試験前の試料の端部と中心部におけるミクロ組織を図 5 に示す。ねじりなし材は、端部、中心部共に、細かい結晶粒と粗大な結晶粒の混粒組織を呈する。一方、ねじりを加えると試料全域に変形双晶が現れる。また、中心部の方が端部よりも多くの双晶が観察された。ここで見られる双晶はレンズ状であり、引張双晶であると考えられる⁵⁾。また、室温ねじり材と 623K ねじり材では、ねじりなし材には見られない微細な結晶粒が確認された。これはねじり加工中に動的再結晶が生じたためだと考えられる。

図 6 には圧縮試験前の試料断面の端部と中心部における平均結晶粒径の面積割合を示す。室温ねじり材では $10 \mu\text{m}$ 以下の微細粒の面積割合が多いことに起因して、平均結晶粒径 d が最も小さい。一方、図 4 の最大圧縮応力の結果に対応して、473K ねじり材はねじりなし材と同等な d をもつ。ねじり材ではねじり温度が低いほど 6 つの平均結晶粒径範囲における面積割合が均一であり、ねじり温度の増加に伴って特に $60 \sim 70 \mu\text{m}$ の面積割合が増加して、全体的に不均一となる傾向があ

る。

図7は573Kで圧縮試験した試料の断面端部と中心部におけるマイクロ組織を示す。せん断ひずみ ϵ が0のねじりなし材では、端部と中心部のマイクロ組織の差が大きく、それに対応してビッカース硬さも有意差が確認される。一方ねじり材では、ねじり温度が低いほど端部と中心部のマイクロ組織の差が小さく、試料断面において均一なマイクロ組織を呈す。ねじり温度が最も高い623Kねじり材では、特に中心部での結晶粒成長が顕著であり、端部と中心部のマイクロ組織の細かさはねじりなし材と同程度になる。

573Kでの圧縮試験により得られたひずみ速度感受性指数を図8に示す。ここでは0.4~0.8の真ひずみにおける流動応力から求めたひずみ速度感受性指数 m 値をプロットしている。超塑性変形のしやすさの指標となる m 値は真ひずみが0.2において最も大きく、真ひずみの増加に伴って低下する。それらはいずれも超塑性の発現を示すしきい値0.3よりも小さくなった。

図9は圧縮面端部のX線回折結果を示す。473Kねじり材と623Kねじり材では、ねじりなし材において検出されなかった双晶面である(1012)と(1013)面のピークが確認された。

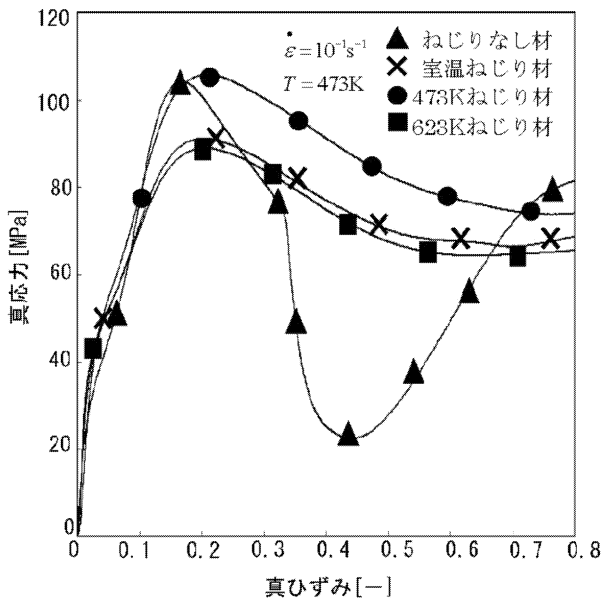


図2 真応力-真ひずみ曲線

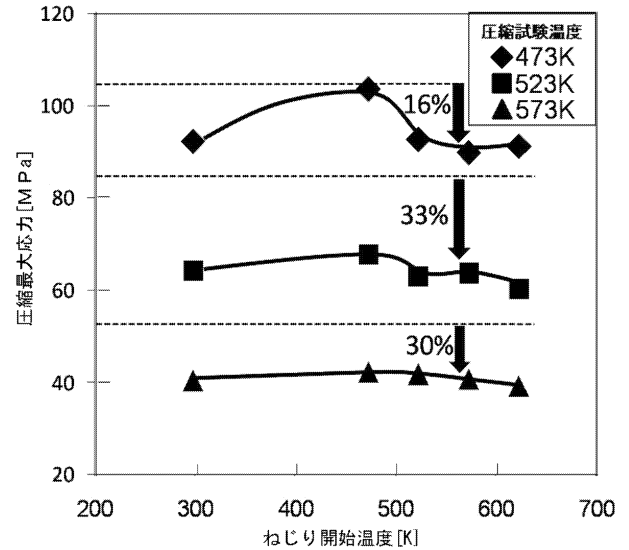


図3 圧縮試験より得られた圧縮最大応力

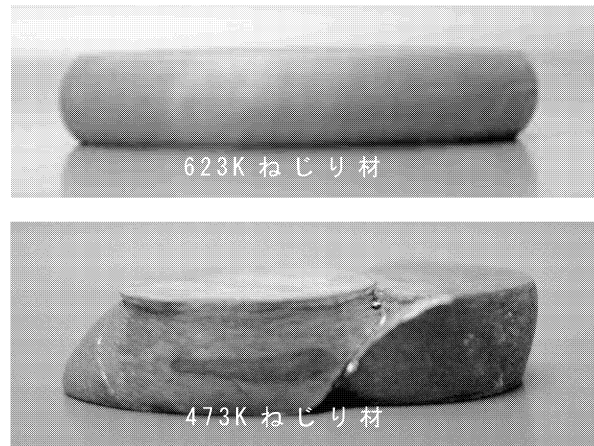
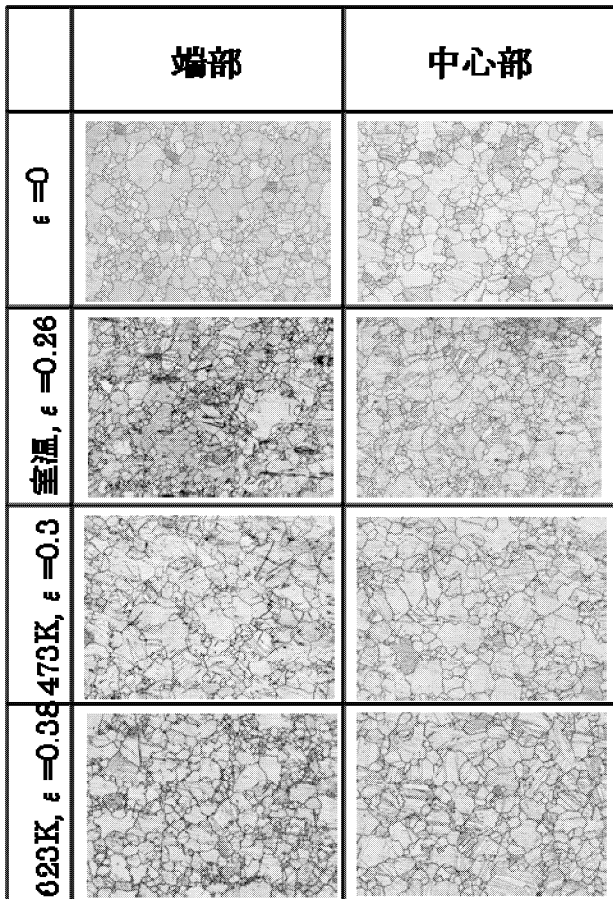


図4 圧縮変形した試料の外観



50μm

図 5 圧縮試験前の圧縮面におけるマイクロ組織

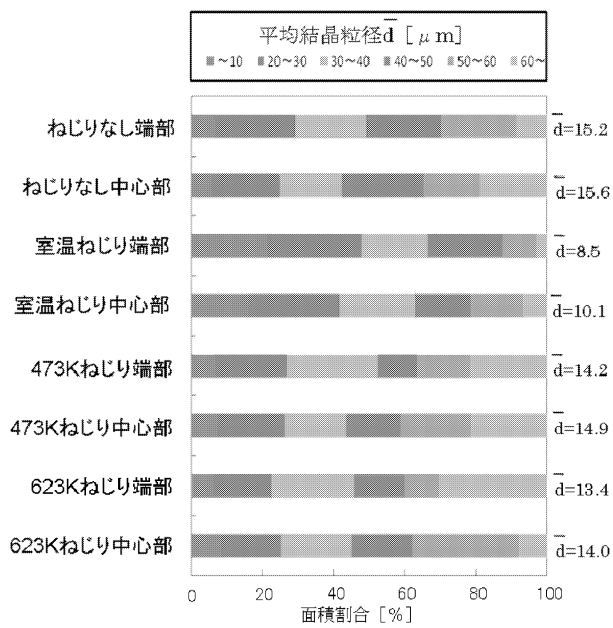


図 6 平均結晶粒径の面積割合

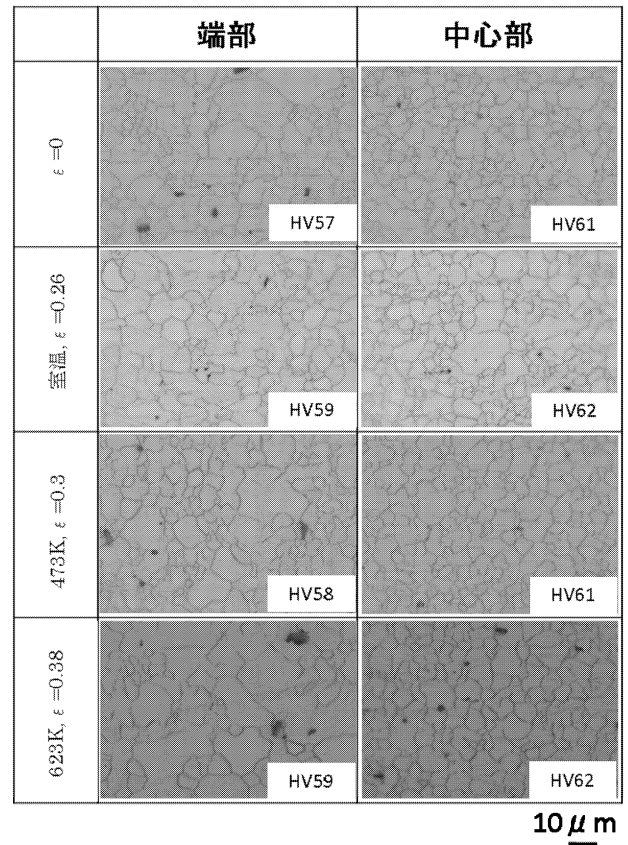


図 7 圧縮試験後のマイクロ組織

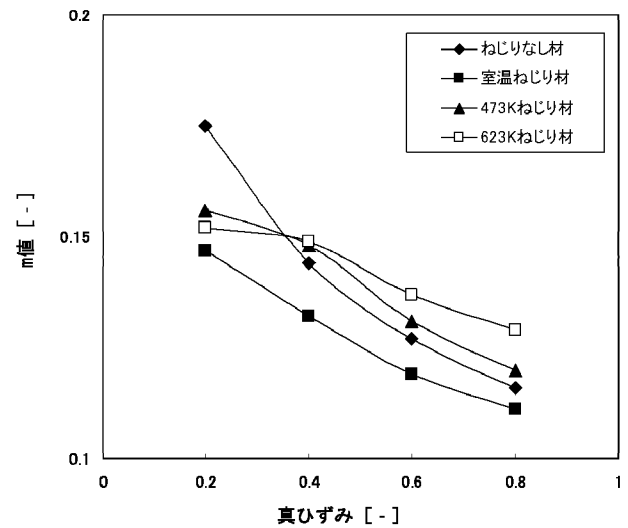


図 8 圧縮試験によるひずみ速度感受性指数

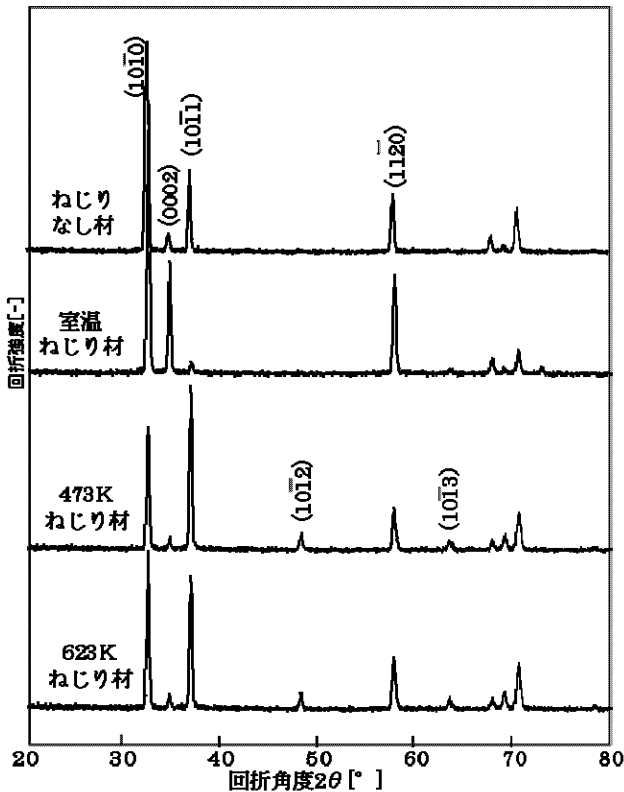


図 9 圧縮面端部における X 線回折パターン

3.2 押し出し加工の実施と最適条件の導出

室温，473K および 623K でねじりを加えた試料を種々の温度で押し出し加工したときの最大押し出し荷重をねじりなし材と比較した結果を図 10 に示す。ここで押し出し速度は 1mm/s，押し出し比はいずれも 47 である。473K ねじり材では、先の図 4 の最大圧縮応力の結果に対応して、得られる最大押し出し荷重がねじりなし材のそれとほぼ同じであった。すなわち押し出し加工に先立って、473K で試料にねじり変形を与えても、押し出しの高速・低温化につながるような荷重減少は得られない。一方、623K ねじり材では押し出し温度 523K において約 30% の顕著な応力低下が確認された。623K ねじり材の押し出し温度 523K における最大押し出し荷重は、ねじりなし材の押し出し温度 573K におけるそれにほぼ等しいことから、323K の押し出し低温化が達成されたことになる。

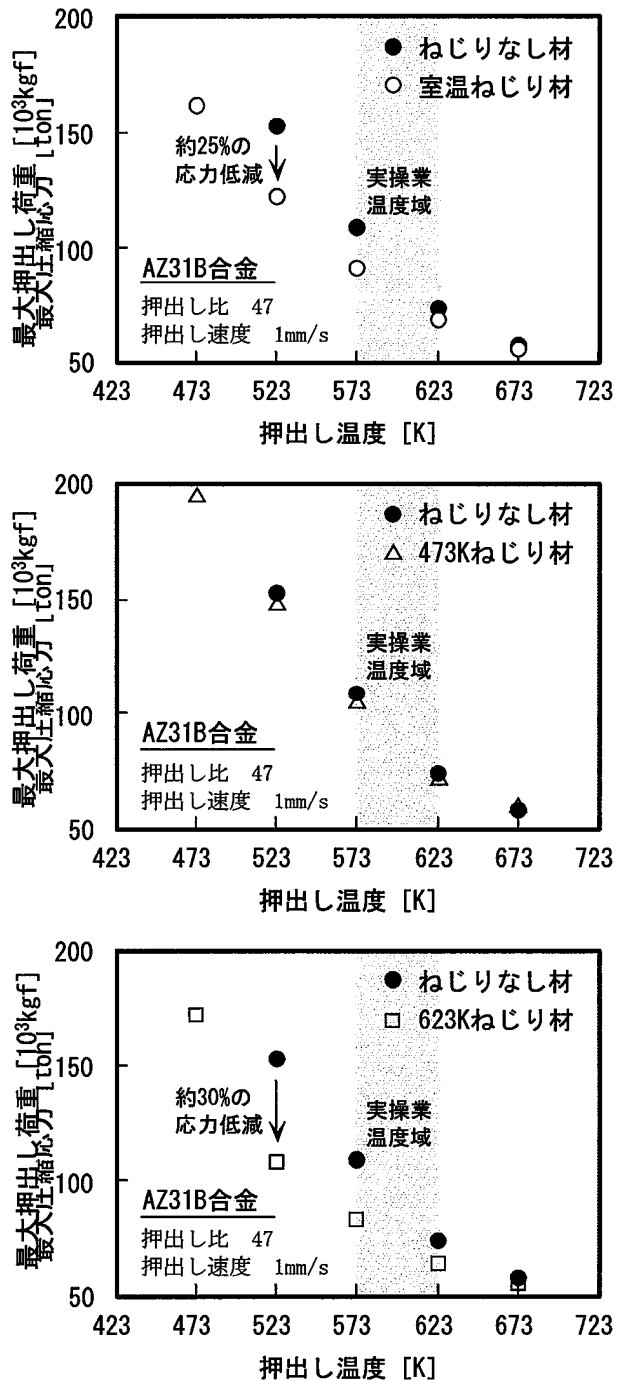


図 10 最大押し出し荷重と押し出し温度の関係

表 2 には 623K ねじり材を 523K で押し出し加工したときの最大押し出し荷重の減少割合を押し出し温度で整理した結果である。図 10 にあるように、押し出し速度 1mm/s では、ねじりなし材に対する荷重減少割合は 30% であり、それは押し出し速度の増加に伴って小さくなる傾向がある。

表 2 押出し速度と最大押出し荷重の減少割合の関係

押出し速度(mm/s)	1	10	30	50
応力減少割合(%)	30	18	10	7

以上の結果をまとめると、AZ31B マグネシウム合金にねじり調製押出し加工を適用する場合の最適加工条件は、ねじり温度 623K、押出し温度 523K、押出し速度 1mm/s となった。特にねじり・ねじり戻し調製によって、押出し温度の低温化を実現できることを見出したことが本研究の最大の成果である。

4. 結言

マグネシウムの押出し加工性は、押出し条件の管理や設備の改良、ダイス形状などの実作業上の工夫や押出し用の合金を設計開発することによってその向上が計られているものの、頭打ちの感があり、新たな発想に基づく革新的技術による大きなブレイクスルーが求められている。

押出し性が悪いとされるマグネシウムの代表的な展伸用合金 AZ31 を供試材とし、押出し荷重の低減に伴う、押出し温度の低温化、押出し速度の高速化を目指したねじり・ねじり戻し調製押出し加工プロセスの開発を行った。特に、型材の機械的性質の飛躍的な改善につながり、省エネルギーとも合致する押出し温度の低温化に力点を置いた。得られた結果を以下に示す。

- (1) AZ31B マグネシウム合金にねじり加工を加えると、変形双晶が出現する。
- (2) AZ31B マグネシウム合金にねじり加工を与えることにより、その後の圧縮変形に要する最大応力が低下する。特に、室温および 623K でねじり加工した AZ31B マグネシウム合金において顕著である。
- (3) AZ31B マグネシウム合金にねじり調製押出し加工を適用する場合の最適加工条件は、ねじり温度 623K、押出し温度 523K、押出し速度 1mm/s となった。
- (4) 最適加工条件でねじり調製押出し加工した AZ31B マグネシウム合金の最大押出し荷重は、ねじり加工を施さずに押出し加工したそれに比べて、

約 30% の顕著な減少が確認された。これは、AZ31B マグネシウム合金の実作業条件に比べて 323K の押出し低温化が達成されたことになる。

謝 辞

本研究は、財団法人天田金属加工機械技術振興財団の平成 19 年度研究開発助成 (AF-2007021) として採択されたものである。ここに記して同財団に心より御礼申し上げます。また、押出し加工の実施にあたり多大なご協力をいただいた、富山大学大学院理工学研究部 (工学) の會田哲夫准教授に謝意を表します。また、修士研究として実験を担当された、富山大学大学院理工学教育部大学院生 (現パナソニックセミコンダクターエンジニアリング) の森田崇広氏に感謝申し上げます。

参考文献

- 1) 村井 勉：軽金属，54(2004)，472.
- 2) 穴田 博、田中 巖、古井光明、佐治重興：軽金属，53(2003)，20-26.
- 3) 加藤健三：金属塑性加工学，丸善，(1997)，34.
- 4) H. Watanabe, T. Mukai and K. Higashi: Mater. Trans. , 42(2001)，1200.
- 5) 小池淳一、宮村剛夫：軽金属，54(2004)，460-464.