

高速回転偏心ねじり押し出し法の開発

大阪府立大学 大学院工学研究科 マテリアル工学分野
講師 高津正秀
(平成 20 年度一般研究開発助成 AF-2008024)

キーワード：強加工微細化プロセス、ねじり押し出し、マグネシウム合金

1. 研究の目的と背景

金属材料の結晶粒（あるいは組織）微細化は室温強度・靱性の向上と高温での加工性向上に有効であり、近年、動的再結晶を利用した強加工プロセスが種々提案されている^{1)~4)}。しかし、従来の微細化プロセスは、微細化しやすい特定材料で工業化されている一部のプロセスを除き、概して、工数、時間、量（サイズ）、歩留り、加工設備などの点で非効率・高コストであり、均一微細化が難しい、脆性材料への適用が難しいなどの問題点もある。

ダイスまたはコンテナの回転により材料をねじりながら押し出すねじり押し出し法⁵⁾⁶⁾は、単一連続工程で効率よく巨大ひずみを導入でき、ねじり変形では難しい中心部の微細化もできる。また、マグネシウム合金のような脆性的な材料にも適用でき、微細化により良好な熱間あるいは温間加工性を付与できる。筆者は、この加工法に摩擦攪拌現象を応用し、ビレット-ダイス間の円周方向の空すべりを許容した高速回転ねじり押し出し法を考案した^{7)~13)}。この方法では、材料によっては加熱装置なしで摩擦発熱だけで押し出すことができ、また、小さな減面率でも十分な微細化が可能である。ここでは、自動車の軽量化（CO₂削減）に有効で、通常速度での熱間/温間鍛造に結晶粒微細化が不可欠なマグネシウム合金を対象とし、微細粒大型鍛造素材の効率的な創製プロセスとしての本加工法の可能性を追求する。

2. 実験方法

2・1 高速回転偏心ねじり押し出し装置の概要

試作した高速回転ねじり押し出し装置の構造を図 1 に示す⁷⁾。ここでは、ビレットをコンテナ、押し棒とともに高速回転（ ≤ 450 rpm）させながら静止したダイスを通して押し出す。本装置は 50 t 油圧万能試験機のテーブル上に置かれ、スラストベアリングを介して加力された。ダイスは、図 2 に示すようにアプローチ部の形状を楕円とし、その穴の軸をビレット半径に対して 10% 偏心させた。アプローチ形状を楕円にすることにより、コンテナダイス境界付近での試料へのねじれせん断ひずみの集中を緩和し、ここでのねじ切れを防止する。また、ダイス穴の偏心により中心部にもせん断ひずみを導入することができる。偏心はダイス面上での円周方向の空すべりを抑制する効果もあるが、大き過ぎるとねじ切れの原因になる。

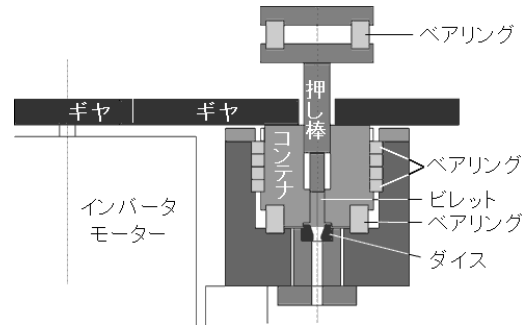


図 1 高速回転ねじり押し出し装置

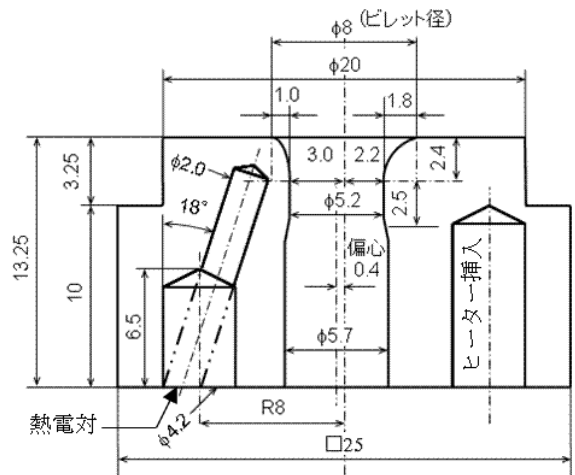


図 2 ダイス穴の軸を偏心させた偏心ダイス

このダイス穴形状は、AZ 系マグネシウム合金において安定した押し出し成形と組織制御（特に中心部の微細化）が可能な形状である⁷⁾。

本装置は摩擦攪拌による摩擦熱と加工発熱を利用するものだが、補助的にダイスも加熱できるようになっている。試料が強加工を受けるダイスアプローチ部の表面温度は、ダイス表面から 1 mm, 2 mm, 3 mm の各位置まで挿入した熱電対での測定値より推測した。加工の開始は、図 2 の状態からコンテナを回転させ、所定の速度 f_0 に達した後上部スラストベアリングを介して押し棒を押し込む。このとき、静止していた押し棒が速やかにコンテナの回転速度に達することから、コンテナ内のビレットも同じ速度 f_0 で回転していることが分かる。この f_0 とビデオ画像より求めたダイス出口側の回転速度 f_1 の差が試

料のねじれ速度になる。ねじり押しは、一般的な特性として小さな減面率での大きな塑性ひずみの導入および押し圧の大幅な低減を可能にする。このことより、大型微細粒素材の効率的な製造プロセスとして注目される。

2・2 供試材およびねじり押し条件

供試材として、AZ31 および AZ80 の市販押し材φ16 mm を用い、φ8×25 mm (片側 C1.5 mm 面取り) に切削してねじり押し用ビレットとした。その化学組成を表 1 に、マイクロ組織を図 3 に示す。

高速回転偏心ねじり押しは、非加熱で減面率 57%、ダイス穴偏心率 10% のダイス (図 2) を用い、コンテナ回転速度 $f_0 = 150, 300, 450 \text{ rpm}$ 、押し込み速度 $v = 0.06, 0.12, 0.18 \text{ mm s}^{-1}$ の各 3 通りで行った。加工中、押し込み圧、ダイス表面温度および上記ねじれ速度の経時変化を測定した。

2・3 鍛造性の評価

材料の鍛造性は、図 4 に示す両端固定圧縮試験での割れ発生限界 (温度、圧縮率) で評価した。試験速度は、メカニカルプレスでも実現可能な実用速度を想定し、初期ひずみ速度 $1 \times 10^0 \text{ s}^{-1}$ とした。圧縮率は、上下の型の最小間隔を決めるスペーサーの厚さと試料長さで設定した。

表 1 供試材の化学組成

	(Mass%)							
	Al	Zn	Mn	Fe	Si	Cu	Ni	Mg
AZ31	3.2	0.78	0.33	0.002	0.009	0.001	0.001	Bal.
AZ80	8.2	0.47	0.16	0.004	0.014	0.002	0.002	Bal.

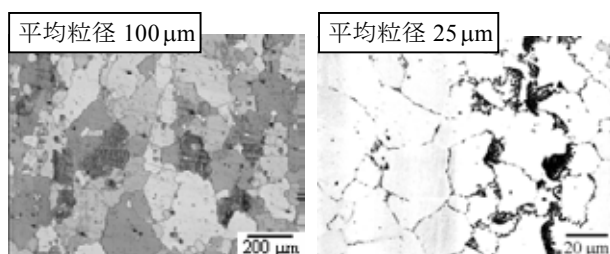


図 3 AZ31 (左), AZ80 (右) 供試材のマイクロ組織

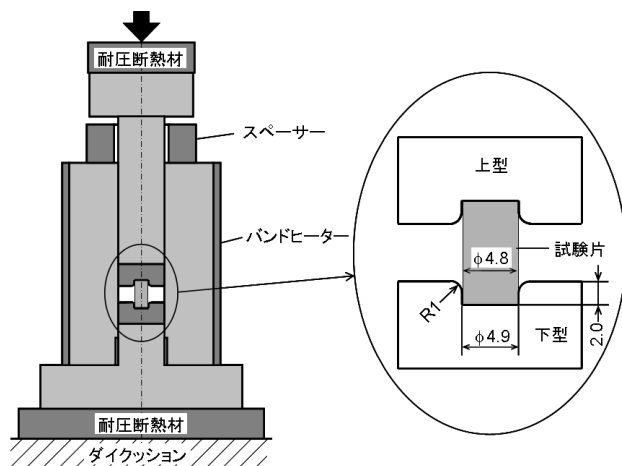


図 4 鍛造 (両端固定圧縮) 試験装置

3. 高速回転ねじり押しの基本特性

本装置を試作した 2007 年当初、工業用純アルミニウム A1100 押し棒を用い、図 5 左のような円錐ダイスを 250°C に加熱して試験されたが、コンテナ-ダイス境界面でねじ切れが生じ、ビレット先端がダイス穴を出ることはなかった⁴⁾。そこで、図 5 右のような楕円ダイスに変え、さらに、押し込み速度比 (コンテナ回転速度に対する比) を大きくしたところ、表面状態は悪いが、何とかねじ切れなしに押し出すことができた。一方、楕円ダイスを用いたマグネシウム合金 (AZ31, AZ91 とその Ca 添加合金) での試験では、小さな押し込み速度比でもねじ切れることなく良好な表面状態で押し出すことができた。また、ダイス加熱温度もかなり低減でき、非加熱の押し出しも可能であった。

以上の実験結果は、ダイス面上での摩擦がせん断摩擦であることから説明できる。すなわち、単位面積当りのクーロン摩擦力が材料のせん断降伏応力を超え、ダイス表面の凝着膜面上でせん断破壊が生じ、そこで滑っている。図 5 左のような円錐ダイスでは、この摩擦力によるねじりせん断変形が、コンテナ-ダイス境界面近傍に集中してねじ切れを生じると考えられる。このねじ切れ防止には、トルクの大きい大半径のダイス入口部を水平にしてコンテナ-ダイス境界面と揃え、出口に向かって急激に穴半径を小さくしてトルクを抑えた楕円形状が有効となる。この場合、ねじれ域は図 5 右のようにダイスアプローチ部全域に拡がり、ひずみの集中が回避できる。また、純アルミニウムに比べてマグネシウム合金がねじ切れ難いのは、せん断降伏応力の割にせん断破壊応力が低いためであり、ダイス表面の凝着膜も薄く押し出し後の表面も滑らかである。マグネシウム合金で実測したねじれ速度は、コンテナ回転速度のわずか 1~3% 程度であるが、それでも動的再結晶が生じるに十分なひずみが導入されている。言い換えると、高速回転ねじり押し出しでは、ほとんど空すべりしていなければならないのである。

ねじり押しのもうひとつの重要な特性として、押し出し圧の大幅な低減がある。これは、相当塑性ひずみ速度に占めるねじりせん断ひずみ速度成分の割合の増加に伴う偏差垂直ひずみ速度成分の減少によるもので、高速回転のねじり押し出しに限らない。高速回転ねじり押し出しでは、ダイス表面温度を抑えた通常押し出しの 10~20% の圧力で押し出しており、加工エネルギーの大半はコンテナを回転させるモーターが負担していることになる。

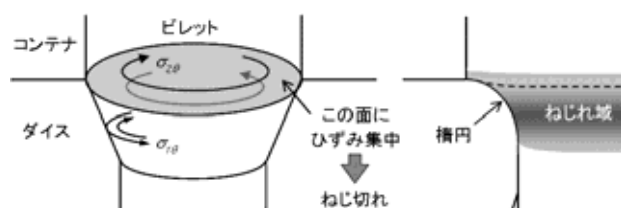


図 5 高速ねじり押し出しにおける変形と破壊

4. マグネシウム合金のねじり押し出しと鍛造性

4.1 予備実験の結果と条件設定

本助成研究の準備段階において、(1) 前章に記したすべてのマグネシウム合金において非加熱押し出しが可能、(2) 中心部の微細化と適度な空すべり抑制に約 10%のダイス穴偏心が有効、の 2 点が実証されており⁹⁾、ここではこの条件に限定した結果を報告する。なお、(1)の非加熱押し出しではシェブロンクラック^{14),15)}が多発したが、ピレット先端(ダイス側)を面取りして押し出し開始時に速やかにダイス面に沿うようにすることで回避できた⁴⁾。また、減面率は、本研究のねらいが大型微細粒バルク素材の作成にあることから、有効なねじりせん断ひずみの導入が可能な範囲でできるだけ小さく採っており、その値は 58%である(図 2)。

ダイス面での円周方向の空すべりを許容し、摩擦熱を利用する高速回転ねじり押し出しでは、材料の組織(主に粒径)を決定するひずみ、ひずみ速度および温度を直接制御できない。ダイス形状固定で非加熱の場合、直接制御できる条件はコンテナ回転速度と押し込み速度のみになり、これらの種々の組み合わせに対して、前章で述べた方法により、ダイス表面温度とねじれ速度を測定した。本加工法において相当ひずみの大部分を占めるねじりせん断ひずみおよびひずみ速度(断面平均)は、以下の式で概算できる⁹⁾。

$$\left. \begin{aligned} \varepsilon &= 2\pi R\Delta f / 3v \\ \dot{\varepsilon} &= 2\pi R\Delta f / 3h \end{aligned} \right\} \quad (1)$$

ここで、 R は押し出し前後の平均半径は、 Δf はねじれ速度、 v は押し込み速度、 h はダイスアプローチ部長さである。

4.2 AZ31 合金のねじり押し出し条件とマイクロ組織

図 6 は、AZ31 合金をコンテナ回転速度 450 rpm、押し込み速度 0.06 mm で押し出したときのダイス温度の経時変化を示す。後に示すねじり押し出しの特性値とマイクロ組織は、経過時間 150~170 s に対応している。ダイス表面(摩擦面)の温度は押し出し開始時と終盤で急激に上昇する。

図 7 は、ねじり押し出し条件(回転速度、押し込み速度)に対する種々の加工特性を示す。ダイス表面温度(到達温度)は回転速度の増加とともに上昇するが、押し込み速度(加工時間)による有意差は認められない。ねじれ速度(相当ひずみ速度に比例)は不安定で、加工条件に対

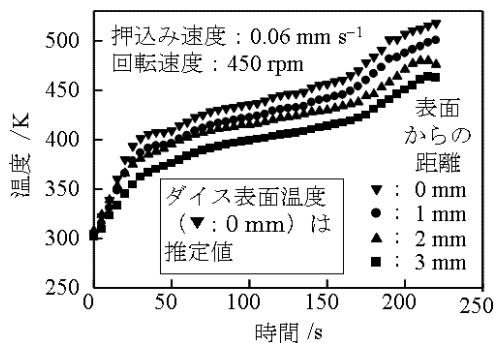


図 6 AZ31 合金のねじり押し出し中の温度変化

する一定の傾向は見出せなかったが、導入される全相当ひずみでは、加工時間の長い低押し込み速度 0.06 mm s⁻¹のときに最も大きくなった。押し出し圧は回転数の増加とともに下がり、低押し込み速度で低くなる傾向がある。動的

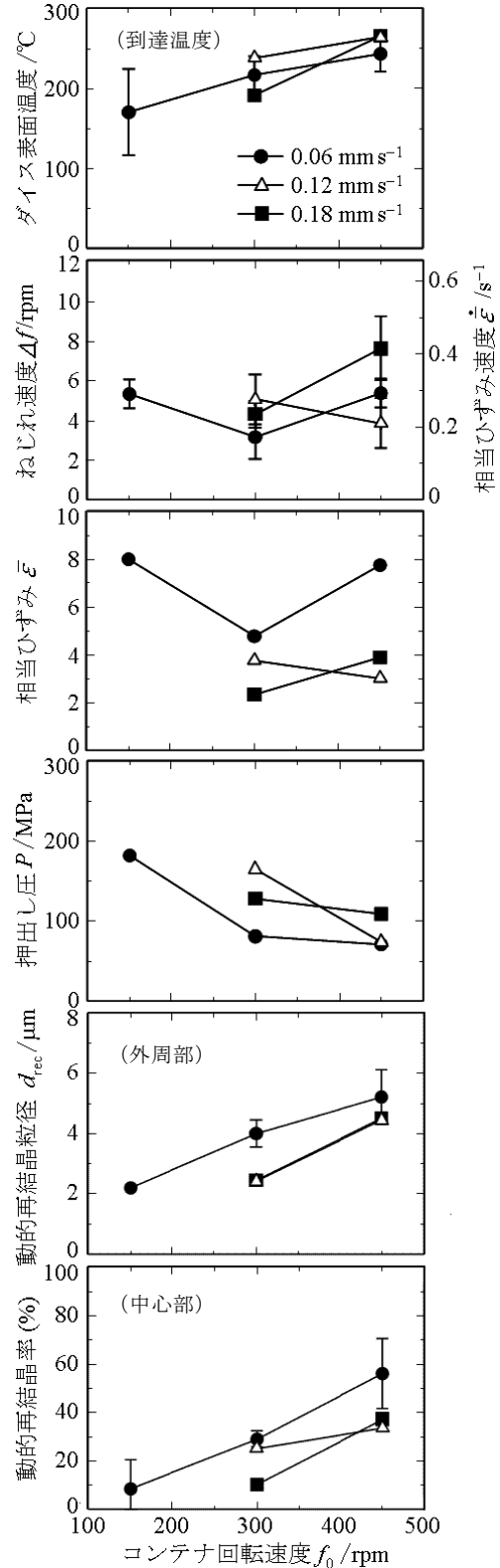


図 7 AZ31 合金のねじり押し出し特性 (温度以外は組織観察位置と対応)

再結晶粒径と動的再結晶率は、いずれも回転速度の増加とともに大きくなり、また、低押し込み速度で大きくなる傾向がある。このことは、高速回転、低押し込み速度で温度と相当ひずみが大きくなることと整合している。

図8は、AZ31合金のねじり押し出し条件とマイクロ組織の関係を示す。外周部の結晶粒径は、加工温度の高い高速回転、低押し込み速度のときに最も大きい、それでも5~7 μm で、一気に素材粒径の1/20程度まで微細化されている。中心部でも、動的再結晶粒径は13~15 μm と細かいが、最も動的再結晶率の高いこの条件でも、面積率で約20%の未再結晶粒が残る。

4・3 AZ80合金のねじり押し出し条件とマイクロ組織

図9は、AZ80合金のねじり押し出し条件に対する加工特性を示す。ダイス表面温度は、AZ31の場合と同様に回転速度の増加とともに上昇する。ねじれ速度（相当ひずみ速度に比例）は、低押し込み速度では回転速度依存性が見られないが、押し込み速度が速くなると300 rpm以上の回転速度依存性が大きくなり、450 rpmではほぼ押し込み速度に比例する。一方、加工時間は押し込み速度に反比例するので、450 rpmの押し出しで導入される全相当ひずみは、押し込み速度によらずほぼ一定値になる。この点

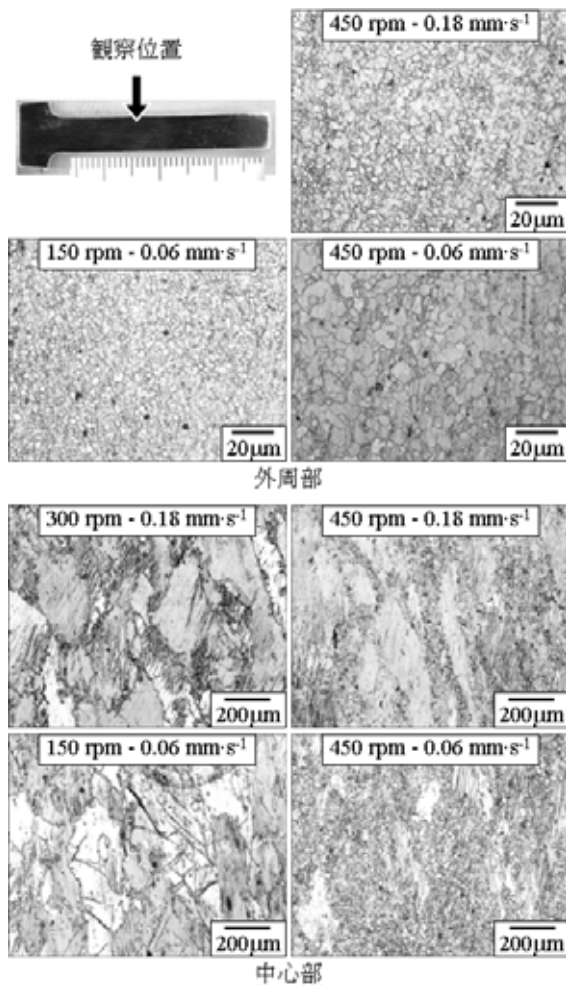


図8 AZ31合金のねじり押し出し条件とマイクロ組織

がAZ31の場合との大きな相違点であり、Al含有量の多いAZ80が低温で硬く、高温（概ね200 $^{\circ}\text{C}$ 以上）で急に軟化するためと考えられる。押し出し圧は、AZ31の場合と同様に、回転速度の増加とともに減少するが、AZ31のような押し込み速度依存性は見られなかった。

図10は、AZ80合金のねじり押し出し条件とマイクロ組織の関係を示す。この場合、素材（通常押し出し材）の平均粒径が約25 μm と小さく、動的再結晶粒径も外周、中心を問わず2~3 μm まで小さくなる。AZ80では、 α 結晶粒径のみならず、硬くて脆い β 相（ $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ ）の存在形態が重要であり、後述するように、鍛造性に大きく影響する。Al含有量の多いAZ80では、 β 相が凝固過程で初晶 α の間隙に非平衡晶出し、さらに、冷却過程で粒界に沿ってラメラ析出する。そして、本素材のような小さな減面率の通常押し出し材では、図3右のように凝固組織が残存する。これを、450 rpmでねじり押し出すと、いずれの押し込み速度でも十分なひずみが導入されるので、第二相を微細分散させることができる。しかしながら、Al濃度の低い未再結晶 α 粒内には第二相は存在しない。

AZ80の析出相をより均一に微細分散させるために、420 $^{\circ}\text{C}$ - 24 h 溶体化処理した素材でのねじり押し出しを試みた。しかしながら、各押し出し条件で得られた組織に有意差は認められなかった。析出は、試料を取り出す時間を含めても10 min以内のごく短時間で生じていることになり、機械的な攪拌による動的析出と考えられる。

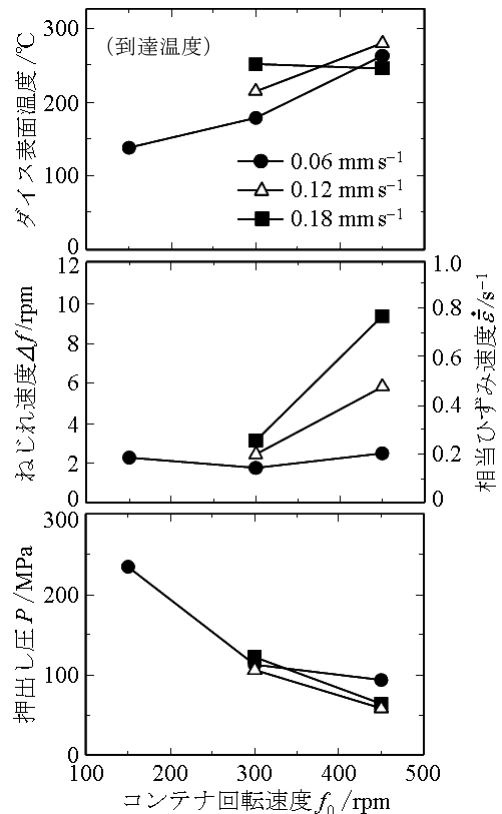


図9 AZ80合金のねじり押し出し特性
(温度以外は組織観察位置と対応)

図 11 は、ねじり押し材の Zener-Hollomon パラメータ $Z [= \dot{\epsilon} \exp(Q/RT)]$ 、 Q : 活性化エネルギー、 R : 気体定数] と動的再結晶粒径 d_{rec} の関係を示す。図中に併記した文献値^{16),17)}は、初期粒径 d_0 の影響を加味した式 $d_{rec}/d_0 = 10^3 Z^{-1/3}$ に従い、概ね傾き $-1/3$ の直線上に乗る¹¹⁾。しかし、ねじり押しで得られた粒径は、この関係が崩れる微細化の限界領域に達している。

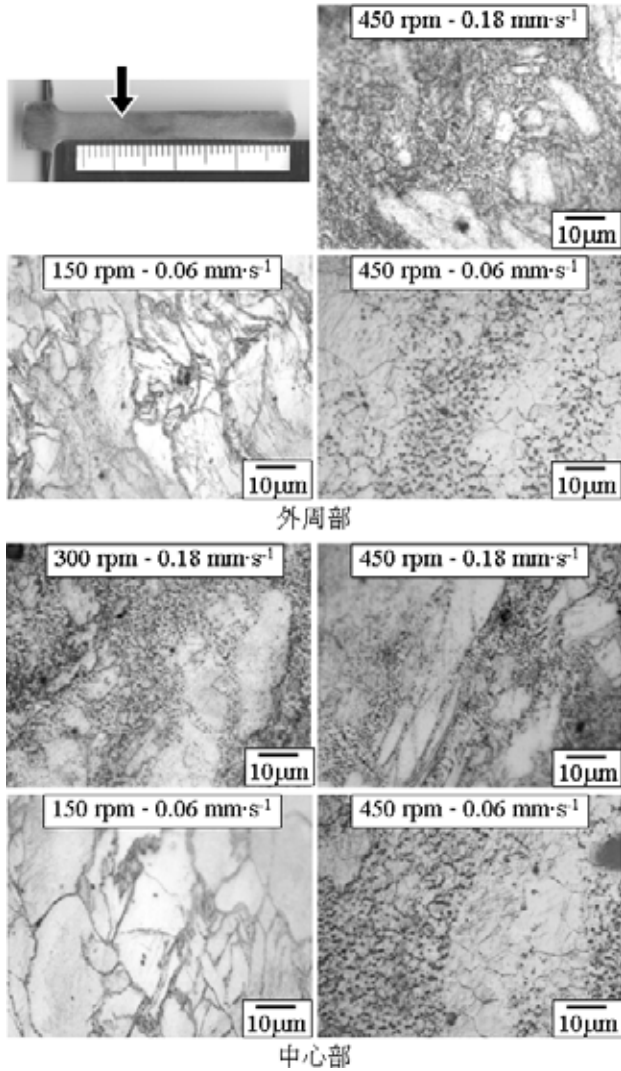


図 10 ねじり押し条件とマイクロ組織

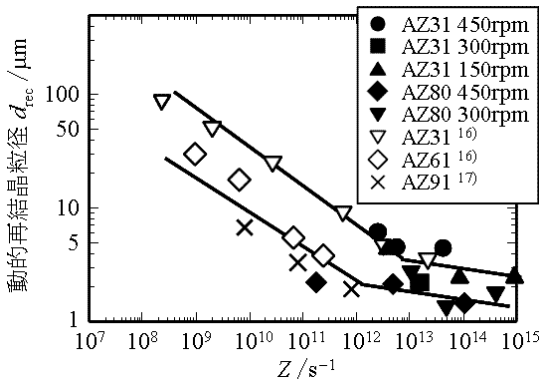


図 11 ねじり押し材の Z パラメータと動的再結晶粒径

4・4 ねじり押し材の鍛造性

図 12 は、AZ31 の鍛造試験後の外観とマイクロ組織を示す。平均結晶粒径 $100\mu\text{m}$ の素材 (図 3 左) は 300°C でも自由表面にクラックが発生したが、外周部粒径 $5\sim 7\mu\text{m}$ のねじり押し材は 200°C で割れず、表面状態も良好であった。また、下図左のような残存未再結晶粒も鍛造によって動的再結晶し、下図右のように粗大粒はほとんど消滅した。通常、鍛造で特に割れが生じやすいのは、張力が発生する自由表面であり、その防止に表面層の微細化は極めて効果的であると言える。一方、中心部は通常高静水圧下 (圧縮応力下) にあり、多少の粗大粒の残存は問題にならないことが多い。また、この場合のように、鍛造時の動的再結晶による残留微細粒の消滅も期待できる。とはいえ、あまりに低い動的再結晶率は好ましくなく、多少外周部の粒径が大きくなって、高めの変形温度になるようなねじり押し条件が好ましいと言える。

図 13 は、AZ80 の 200°C での鍛造試験後の外観とマイクロ組織を示す。ここでは、素材 $25\mu\text{m}$ → ねじり押し材 $2\sim 3\mu\text{m}$ で、AZ31 に比べて素材粒径が小さいにもかかわらず、ブランク全体を貫くせん断割れが発生した。一方、ねじり押し材では割れはなく、AZ31 より粒径が小さいこともあって、よりなめらかな表面状態に仕上がった。前節でも述べたように、AZ80 の場合は粒径だけでなく、 β 相の存在形態が鍛造成形性に大きく影響する。すなわち、素材 (図 3 右) のように、粒界にネットワーク状に脆い β 相が存在 (晶出・析出) する状態では鍛造性は極めて悪くなる。かと言って、高温長時間の加熱で溶体化すると結晶粒が粗大化する。その点、ねじり押しでは、 α 結晶粒の微細化と同時に β 相が粒界粒内を問わず微細分散した理想的な組織になる。さらに、この状態は鍛造後も維持され、鍛造品の強度・靱性向上に寄

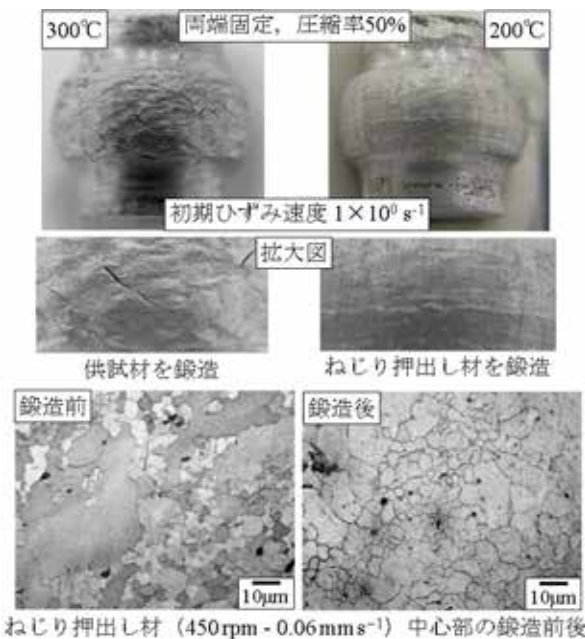


図 12 AZ31 の 200°C 鍛造試験後の外観とマイクロ組織

与するものと考えられる。

図 14 は、ねじり押し材 ($450\text{rpm} - 0.06\text{mm s}^{-1}$) の鍛造限界 (温度と圧縮率) を供試材 (通常押し材) との比較で示す。AZ31 は、30%程度の圧縮率なら、粒径 $100\ \mu\text{m}$ の供試材でもかなり低い温度での鍛造が可能だが、圧縮率が 50%になると、鍛造可能温度が 200°C 近くも違ってくる。一方、AZ80 の場合、 β 相が粒界にネットワーク状に存在する供試材では、粒径 $25\ \mu\text{m}$ でも 200°C 未満での延性は極めて低い。しかし、このような組織でも 250°C 以上になると AZ31 をはるかに上回る鍛造性を示す。 α 相の微細化とともに β 相を微細分散させた AZ80 ねじり押し材では、50%以上の鍛造可能温度が 50°C 以上低下し、 250°C での限界圧縮率は 75%に達した。

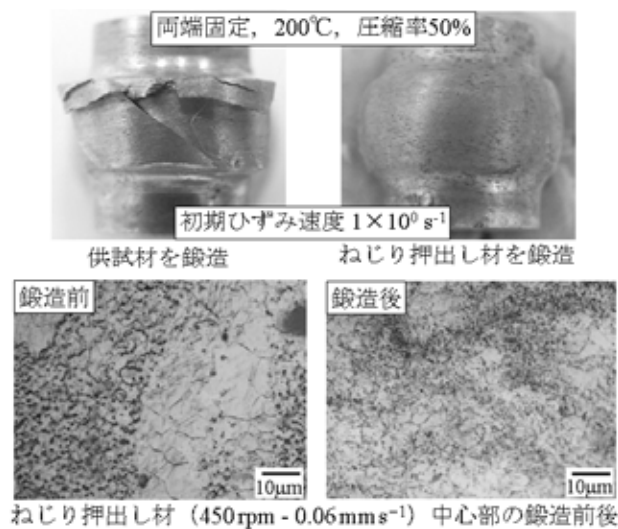


図 13 AZ80 の 200°C 鍛造試験後の外観とマイクロ組織

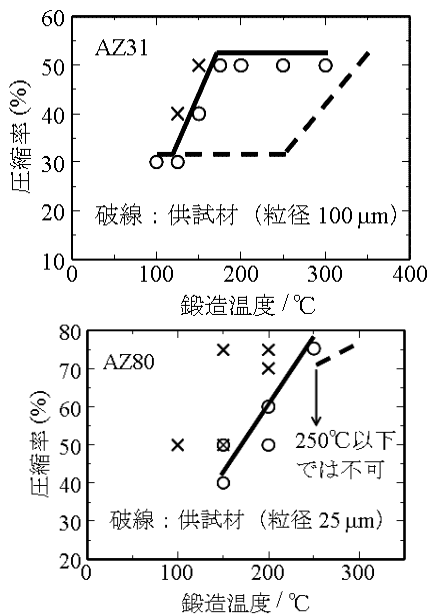


図 14 ねじり押し材 ($450\text{rpm} - 0.06\text{mm s}^{-1}$) の鍛造限界

5. 結言

単一連続プロセスで、大型微細粒バルク素材の高効率生産の可能性を秘めた高速回転ねじり押しを、特に熱間/温間鍛造性に微細化の効果が大きいマグネシウム合金に適用してその加工特性を調べ、組織制御を検討した。その結果、2種類の合金、AZ31とAZ80において、大幅な鍛造性向上を可能にする組織制御が達成できた。本加工法では、摩擦熱とその熱伝導が装置のサイズに依存するため、装置の大型化にはサイズ効果を考える必要がある。これには、(高速回転でない)ねじり押し材の考案者である水沼 (神奈川工大) との共同で、DEFORMによる熱連成 FE 解析を検討している。

謝辞

本研究は公益財団法人天田財団の一般研究開発助成によるものであり、関係各位に深く感謝致します。また、材料をご提供頂いた三協マテリアル(株)に深く感謝致します。

参考文献

- 1) T.C. Lowe and R.Z. Valiev: JOM, 56 (2004), 64~68.
- 2) Q. Guo, H. Yan, Z. Chen and H. Zhang : Acta Metallurgica Sinica, 42-7 (2006), 739-744.
- 3) Y. Miyahara, N. Emi, K. Neishi, K. Nakamura, K. Kaneko, M. Nakagaki and Z. Horita: Materials Science Forum, 503-504 (2006), 949-954.
- 4) 金武直幸: 塑性と加工, 50-578 (2009), 192-196.
- 5) 水沼 晋・金井良樹・高橋 肇: 56 回塑加連講論, (2005), 23-24.
- 6) Mizunuma: Mater. Sci. Forum, 503-504 (2006).
- 7) 寺西大志・高津正秀・辻川正人・水沼 晋・高橋 肇: 58 回塑加連講論, (2007), 169-170.
- 8) 高津正秀・辻川正人・水沼 晋・高橋 肇, 寺西大志: 平 20 塑加春講論, (2008), 197-198.
- 9) 高津正秀・長田祐希・辻川正人・高橋 肇・水沼 晋: 1 59 回塑加連講論, (2008), 99-100.
- 0) 高津正秀, 長田祐希, 辻川正人, 水沼 晋, 高橋 肇: 平 21 塑加春講論, (2009), 251-252.
- 11) 高津正秀, 水沼晋: 特開 2009-107019, (2009).
- 2) 高津正秀・長田祐希・福井正人・沼倉 宏・水沼 晋: 1 60 回塑加連講論, (2009), 225-226.
- 3) 高津正秀, 長田祐希, 福井正人, 沼倉 宏, 水沼 晋: 平 22 塑加春講論, (2010), 95-96.
- 4) 早川邦夫: FORM TECH REVIEW, 19-1 (2009), 47-51.
- 5) J.S. Choi, H.C. Lee and Y.T. Im: J. Mech. Sci. Technol., 1 24-9 (2010), 1885-1890.
- 6) H. Watanabe, M. Kohzu, K. Higashi, et al, Mater. Trans. 1 42 (2001) 1200-1205.
- 7) S.W. Xu, S. Kamado, et al, Mater. Sci. Eng. A 517 (2009) 354-360.