

# 異形ダイスを用いた高加工率押出による組織微細化と材質向上

北海道大学 大学院工学研究科 材料科学部門  
教授 松浦 清隆  
(平成 25 年度一般研究開発助成 AF-2013030)

キーワード：ベンディング，プレスブレーキ，曲げ荷重

## 1. 研究の目的と背景

構造材料の高強度化・高延性化のためには結晶粒微細化が有効である。そのため、近年、ECAP(Equal-Channel Angular Pressing)法、HPT(High-Pressure Torsion)法やARB(Accumulative Roll Bonding)法といった巨大歪加工法による結晶粒微細化が注目されている<sup>1,2)</sup>。これらの加工法はいずれも優れた方法ではあるが、実用化にあたってまだ課題が残されている。例えば、多くの繰り返しのプロセスが必要であることやピレットのサイズや形状が限られていることなどの問題がある<sup>3,4)</sup>。

そこで、本研究では一度だけの加工で大きな歪を導入でき、しかも不必要な寸法変化を伴わない加工法として、特殊なダイスを用いた押出加工を提案し、その有効性を検討する。その特殊なダイスを本論文では異形ダイスと呼ぶ。押出加工という既存の生産技術を用いて通常の形状付与に併せて巨大歪加工が同時にできれば実用化が期待できる。本研究では異形ダイスの効果を明らかにするために、模型合金として Al-Cu 合金を用いて押出加工し、その組織観察及び機械的特性の調査を行った。

## 2. 実験方法

実験に用いた試験材は Al-4.0mass%Cu 合金である。99.99%Al と 99.96%Cu を原料に大気中で溶製し、直径 45mm の丸棒状インゴットを作製した。インゴットに対し、530°C、2 時間の溶体化処理を行った後、200°C、2 時間の時効処理を行った。押出加工前に時効処理を行った理由は、 $\theta$  相粒子を析出させることで熱間押出工程における粒成長を抑制するためである。

図 1 に押出装置の模式図を示す。押出加重を低くするため間接押出法を用いた。電気炉内に設置したコンテナにピレット、ダイス、ラムを下からこの順に置き、ラムに上から荷重をかけ、合金を上方に押出した。押出温度は、予備実験においてなるべく低い押出可能温度を探し、490°C とした。ダイスの詳細を図 2 に示す。歪付与ダイスは直径 5mm の穴を六つ有しており(図 2 (a))、成形ダイスには 9mm×15mm の矩形の穴が一つ空いている(図 2 (b))。どちらのダイスの厚さも 10mm となっており、これら 2 つのダイスが触れないよう外径 45mm、内径 24mm、高さ 10mm のリング状スペーサー(図 2 (c))を両者の間に置いた(図 2 (d))。図 2 (d)は歪付与ダイスと成形ダイス及びス

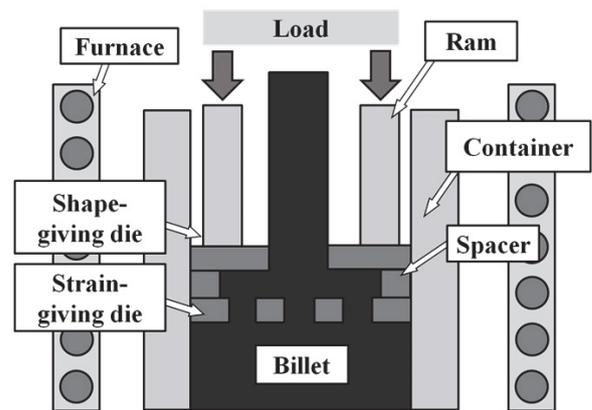


図 1 押出装置の模式図

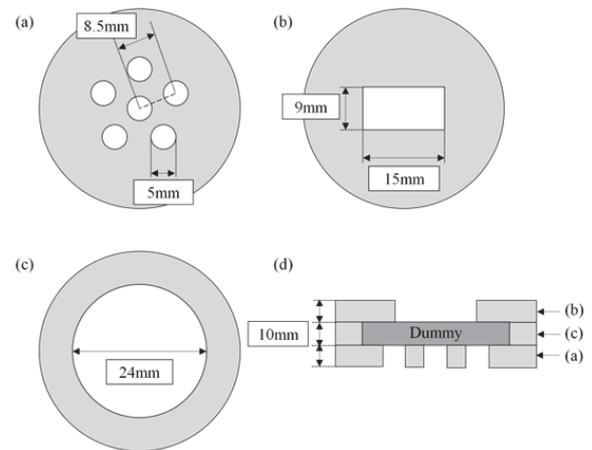


図 2 ダイスの形状

(a) 歪付与ダイス、(b) 形状付与ダイス、(c) スペーサー、(d) 異形ダイス

(すべてのダイスの直径は 45mm、高さは 10mm)

ペーサーを組み合わせて一つのダイスセットとした状態を示しており、本論文ではこのセットを異形ダイスと称する。異形ダイスの中のスペースには、図 2 (d)に示すようににダミーとして Al-Cu 合金を置いた。始めに押出されたピレットはまず歪付与ダイスの六つの小さな穴から出て

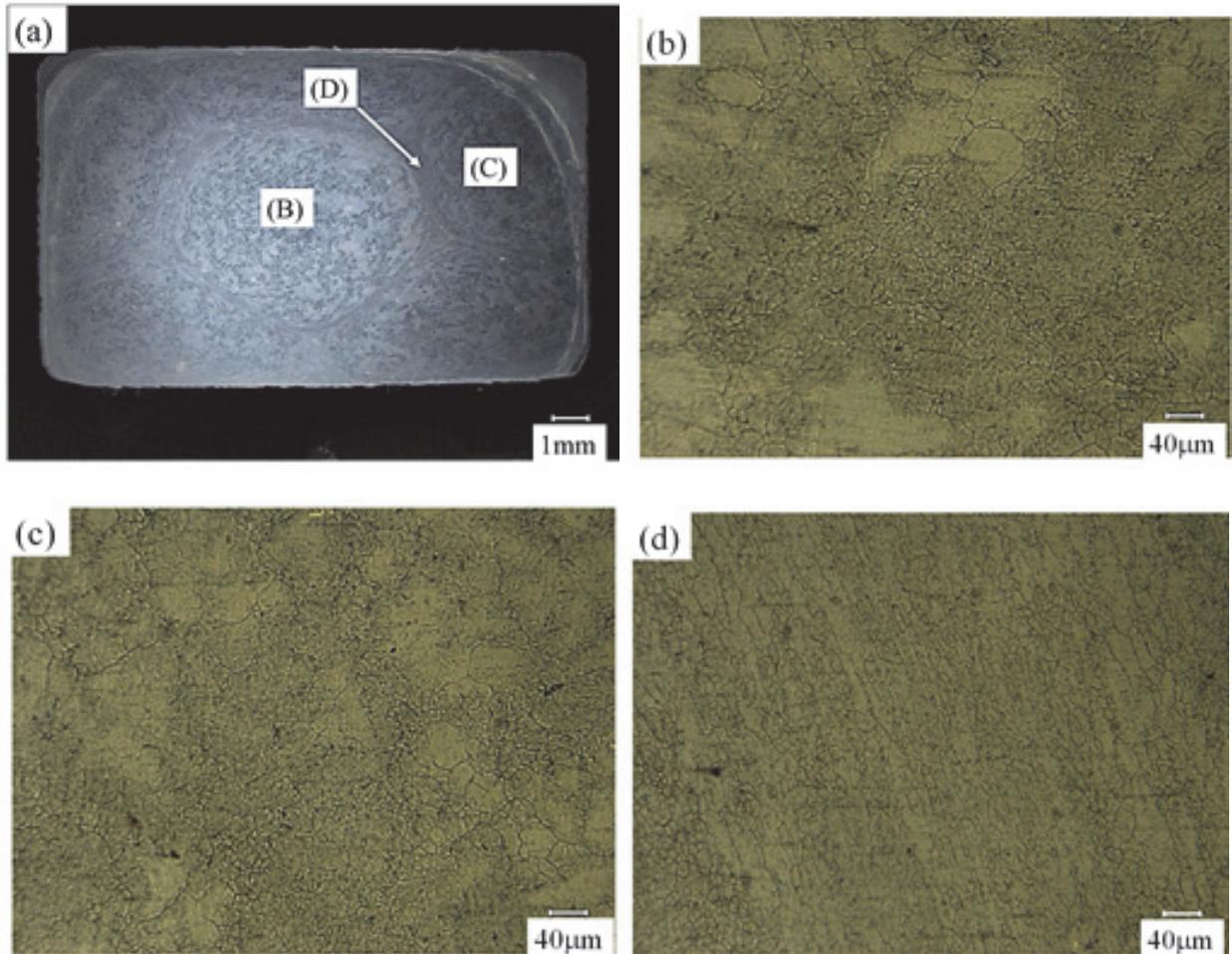


図3 異形ダイス押出された角棒の断面組織

ダミーを押し出しつつスペース内に充填し、さらに成形ダイスから上に出て角棒状に押出される。

歪付与ダイスと成形ダイスの穴面積はほぼ同じであり、その穴面積から見積もった見かけの加工率はいずれも約92%である。異形ダイスの効果の有無を明らかにするため、歪付与ダイスを通さず成形ダイスのみによる押出も比較として行った。押出は一定加重440kNで行ったので、ラム速度は異形ダイスによる押出では $0.25\text{mm}\cdot\text{min}^{-1}$ 、成形ダイスのみによる押出では $10\text{mm}\cdot\text{min}^{-1}$ と異なった。したがって、押出された後に高温下に曝される時間が両者の間で異なるので、この影響の有無を明らかにするため、押出後に熱処理した試料も用意して調査の対象とした。つまり、成形ダイス押出材およびピレット材を $490^\circ\text{C}$ の炉で約2時間保持することによって異形ダイス押出材と同じ熱履歴とした試料も用意し、押出ままの試料と比較した。

このように作製した試料に対して、微細組織観察と引張試験を行った。組織観察に関しては、断面をエメリー紙で#1500まで研磨した後粒径100nmのアルミナ研磨剤を用いて精密研磨を行い、1%フッ酸水溶液でエッチングしてから、光学顕微鏡による結晶粒観察を行った。引張試験に関しては、ワイヤ放電加工機を用いて、試験片の長手方

向が押出方向と平行になるようにゲージ長さ8.6mm、厚さ2.0mm、幅6.0mmの試験片を切り出し、室温においてクロスヘッドスピード $1.0\times 10^{-3}\text{mm}\cdot\text{sec}^{-1}$ の条件で引張試験を行った。全ての試料に対しそれぞれ2回ずつ試験を行い、再現性を確認した。なお、引張試験片の採取にあたり、厚さ9mmの角棒状押出材を厚さ方向にほぼ4等分するように薄板材を4枚切り出し、表面を含む2枚は避けて中央部の2枚を採用した。

### 3. 実験結果と考察

#### 3.1 組織観察結果

図3(a)は異形ダイス押出材の横断面全体を低倍で撮影した写真を示している。ここには歪付与ダイスの6つの穴から押出されてきた6つの領域が認められ、それぞれの境界には帯のような模様が見られる。図3(b)と(c)は、図3(a)中に記入した(B)と(C)の部分を高倍で撮影した組織写真であり、それぞれ異なるダイス穴から押出された領域の中央部を示しているが、どちらの領域もほぼ同じような結晶粒組織を持っている。一方、図3(a)中で見られた領域境界の带状組織に関しては、(B)/(C)の境界を(D)としてその高倍写真を図3(d)に示した。この部分では(B)や(C)の各領域内部の組織と比べてやや微細粒が多く見られる

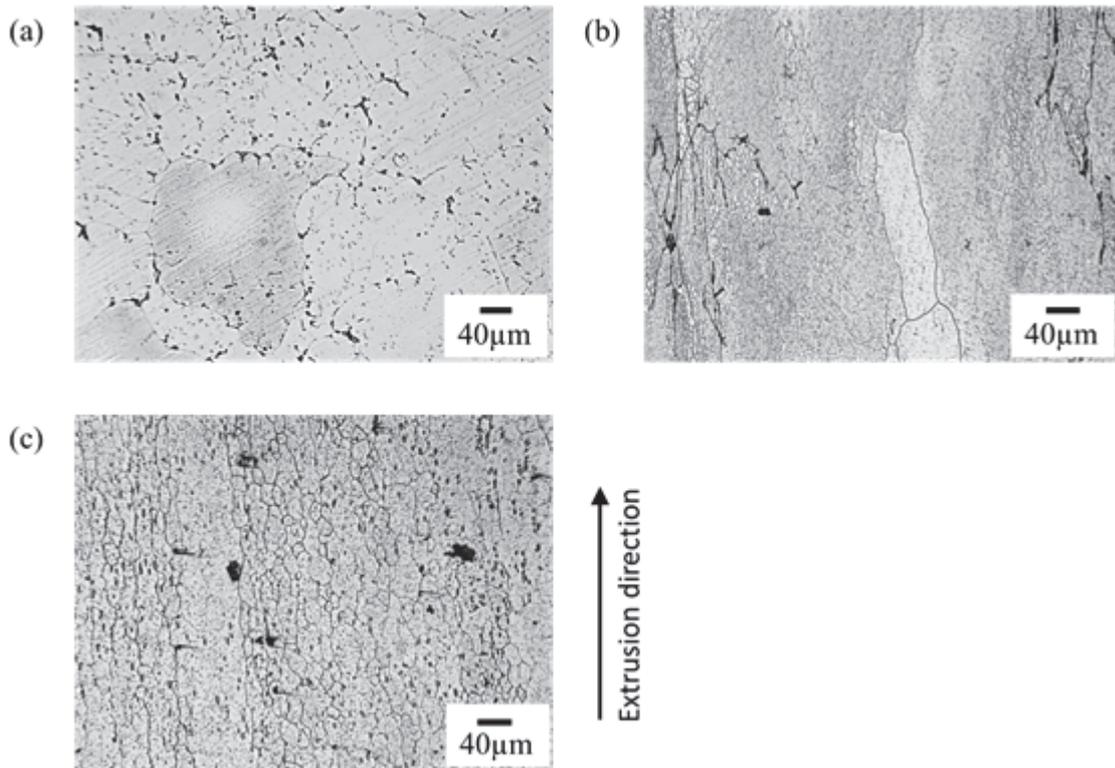


図4 Al-Cu合金の微細組織

(a) 押出前、(b) 形状付与ダイスのみによる押出、(c) 異形ダイスを用いた押出

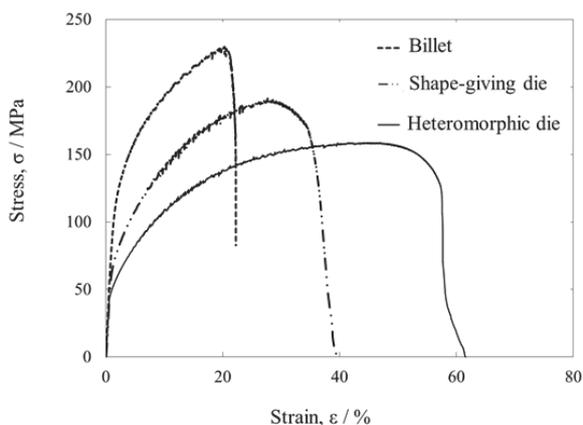


図5 室温での引張試験結果

ものの、基本的には領域内と領域境界部はほぼ同じ組織を持っている。また高倍写真では各領域の間には明瞭な境界はなく、隣接領域の組織は互いに連続している。すなわち、歪付与ダイスはその穴の配置を反映して巨視的な領域の広がりを持つ組織を生じさせるが、微視的にはほぼ均一な結晶粒組織となっている。

図4に試料の縦断面上の結晶粒組織を示す。(a)は押出前のビレット、(b)は成形ダイスのみで押出した角棒、(c)は異形ダイスで押出した角棒の組織である。ビレットの組

織は荒く、黒く見える部分はデンドライト樹間へのCu偏析により生じた共晶組織である。これを成形ダイスのみで押出すると、一部で再結晶により生じた小さな結晶粒がみられたが、押出方向に伸長した100 $\mu\text{m}$ ほどの粗大な未再結晶粒も多く残っている(図4(b))。これに対し異形ダイスを用いて押出した場合、全面で再結晶が起こり平均粒径20 $\mu\text{m}$ の非常に微細な組織となった。(図4(c))。すなわち、図4(b)と4(c)の間ではビレットの断面積と押出された角棒の断面積から見積もられる見かけの加工率は同じであるが、後者ではより大きな歪をより均一に受けたため、全体に再結晶粒が発達したものと推察される。これは、後者ではビレット材が角状のダイス穴を通る前に多数の小さな丸穴を通して押出されているためである。このとき、小さな丸穴の合計面積と角状のダイス穴の面積は同じであるので、1枚目のダイスを通るときに約92%の加工を受けるが、2枚目のダイスを通るときには面積変化はないので加工率の追加はないものとみなせる。それにもかかわらず図4(c)の組織のみが微細になった理由は、後述するようにダイス穴の周囲長の違いが影響していると考えた。

### 3.2 引張試験結果

図5に引張試験における応力-歪曲線を示す。ビレット材の破断伸びは21%であったが、成形ダイスで押出すと35%まで伸びた。異形ダイスで押出したものはさらに大き

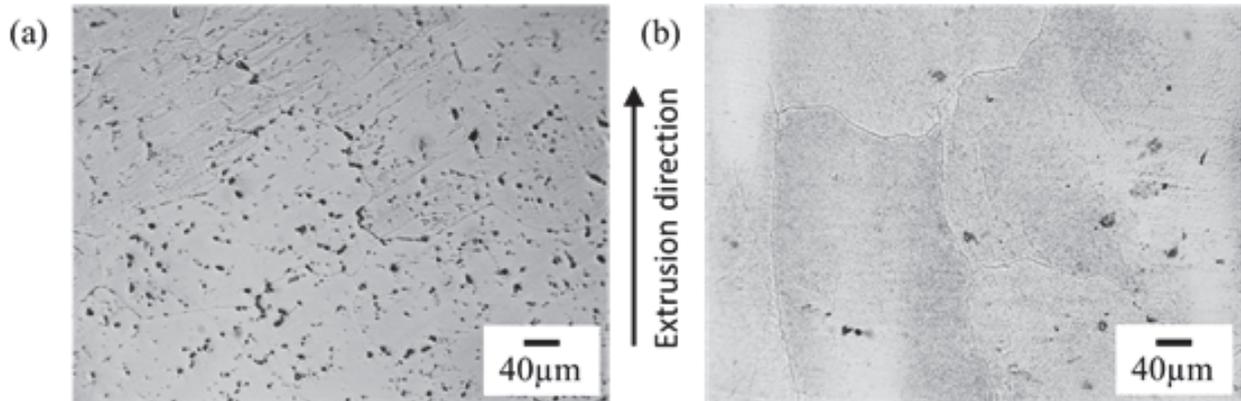


図6 焼鈍後の Al-Cu 合金の微細組織

(a) ビレット材、(b) 形状付与ダイスのみによる押出材

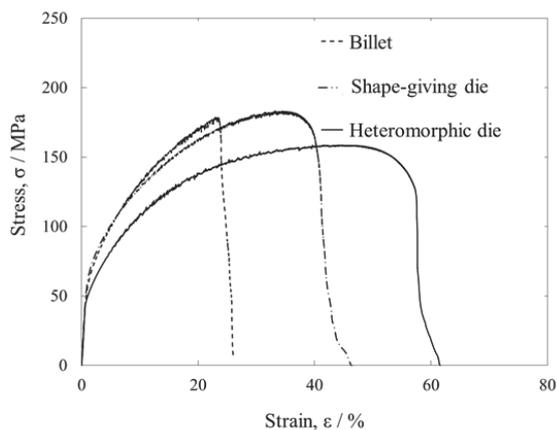


図7 焼鈍後のビレット材と形状付与ダイス押出材の室温引張試験結果および比較のために示した異形ダイス押出材の結果

な伸びを示し、その値は 57%に達した。成形ダイスによる押出材における延性の向上は、ビレット内にあった気孔などの製造欠陥が押出時の高温高压のもとで圧着され著しく軽減されたためであり、異形ダイスによる押出材におけるさらなる延性の向上は再結晶による組織の均一微細化のためであると推察される。一方で引張強さに着目すると、破断伸びとは逆にビレット材が最も高く、異形ダイスによる押出材が最も低かった。Hall-Petch 則によれば小さな結晶粒径を持つ異形ダイスによる押出材が最も高強度を示すことが予測されるが、図5の引張試験結果はこれと反している。この原因として、押出速度の違いによる押出材の高温保持時間の違いを疑った。すなわち、異形ダイスによる押出では加工中の抵抗のためにラム速度が  $0.25\text{mm} \cdot \text{min}^{-1}$  と遅く、一方成形ダイスのみによる押出では  $10\text{mm} \cdot \text{min}^{-1}$  であったため、押出時間には約 2 時間の差がある。異形ダイス押出材はこの 2 時間ずっと加熱炉の中に置かれたので、この間に回復や再結晶が十分に起こり軟化したものと考えた。一方の成形ダイス押出材では加

工がわずか数分で終わったために加工時の歪が残っていたものと推察された。また、ビレット材が高強度を示したのは、図4(a)に見られたように樹間に残存した共晶金属間化合物  $\theta$  相によるものと推察された。それゆえ、異形ダイス押出材と同じ熱履歴を他の試料にも与えて熱履歴を統一した上で、再度組織観察および引張試験を行った。

### 3.3 熱履歴統一試料の組織観察

ビレット材と成形ダイス押出材のそれぞれに  $490^{\circ}\text{C}$ -2 時間の熱処理を追加して施し、組織観察を行った結果を図6に示す。ビレットでは、熱処理前(図4(a))と比べて共晶組織が固溶してわずかに少なくなっている(図6(a))。成形ダイス押出材では熱処理前に見られた細かい再結晶粒がかなり成長しており、また再結晶が新たに起こった形跡がないことから、再結晶は完了し歪は完全に解放されたとみられる(図6(b))。

### 3.4 熱履歴統一試料の引張試験

図7に熱履歴統一試料の引張試験結果を示す。熱処理の追加によりビレット材と成形ダイス押出材の伸びがわずかに増加したが、それでもなお異形ダイス押出材の伸びが最も高い値を示している。すなわち、異形ダイス押出材の優れた延性は、押出後の軟化によるのではなく微細で均一な結晶粒組織によるものであることが明らかとなった。一方引張強さに関しては、ビレット材、成形ダイス押出材ではほぼ同程度となったが、異形ダイス押出材はそれらよりやや低い値を示している。結晶粒組織が微細であるにも関わらず強度が低い原因として、本研究で観察される  $10\sim 100\mu\text{m}$  程度の粒径範囲では粒径の変化に対して強度がそれほど鋭敏に変化しないこともあるが、むしろ以下のように集合組織の影響が考えられる。アルミニウム合金の熱間押出において  $\langle 111 \rangle + \langle 100 \rangle$  の二重織維組織が発達することが知られており<sup>5,7)</sup>、また加工後の焼鈍等で再結晶が起こった場合、再結晶粒は  $\langle 100 \rangle$  方位を示すことが知られている<sup>7)</sup>。この再結晶  $\langle 100 \rangle$  集合組織は強度低下をもたらすことが報告されており<sup>8)</sup>、本実験結果における異形ダイス押

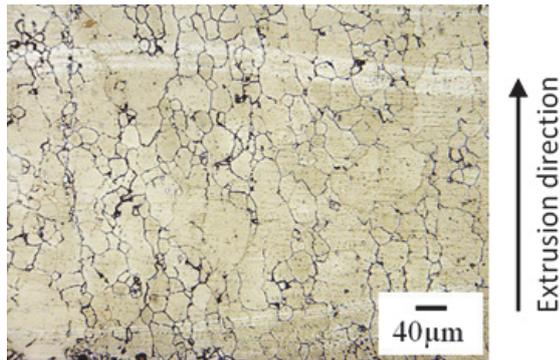


図8 時効処理を加えた試料の微細組織

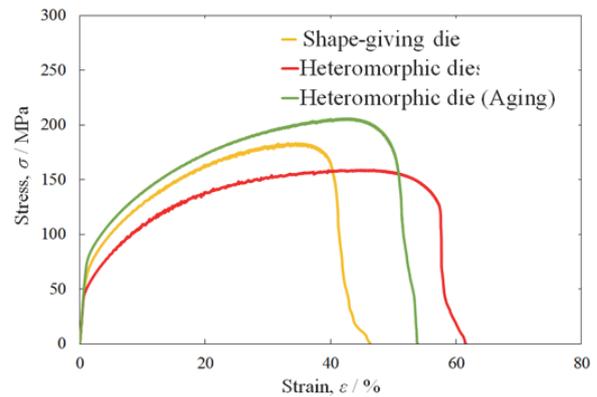


図9 時効処理した試料の引張試験結果

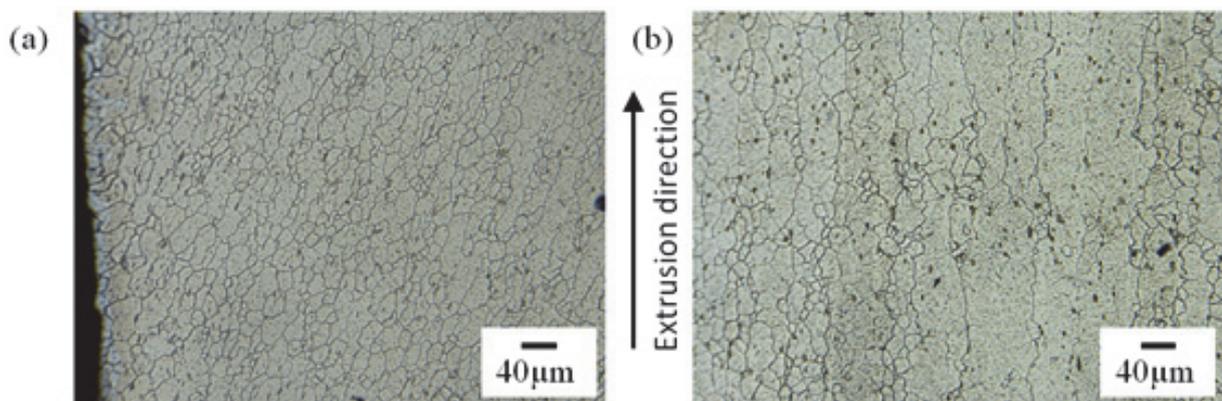


図10 押出途中の試料の微細組織 (a) ダイスイの壁面近傍、(b) ダイスイの中心部

出材の低強度はこれによるものと推測される。また、集合組織の影響により強度が低くなる時には延性が高くなることも報告されており<sup>9)</sup>、これは本研究結果と符合する。

### 3.5 時効処理

図7に示した通り、異形ダイスイ押出材は成形ダイスイ押出材と比較して延性には優れるが強度がやや低い。高延性を保ったまま強度を向上させるため、押出材に対し時効処理を行うことを考えた。異形ダイスイ押出材に対して 530°C、30 分の溶体化処理を行った後、200°C、2 時間の時効熱処理を行った。このようにして得た試料に対して組織観察及び室温での引張試験による機械的特性の調査を行った。

図8に異形ダイスイ押出材に対して時効処理を加えた試料の組織写真を、図9にその試料の引張試験結果をそれぞれ示す。図8において熱処理による多少の粒成長は認められるが、組織はまだ微細な結晶粒に占められており、平均粒径は 21μm である。図9には、比較として異形ダイスイ押出材の試料及び熱履歴を統一した成形ダイスイ押出材の結果もそれぞれ図7から転載している。時効処理を加えた異形ダイスイ押出材の引張強度は、異形ダイスイ押出材の試料及び成形ダイスイ押出材試料よりも大きな値を示しており、これは時効処理による析出強化が寄与していると考えられる。延性に関しても、時効熱処理によりわずかに低

下してはいるものの、十分に高い値を示している。これらの結果より、異形ダイスイ押出材に対して時効処理を加えることによって高延性・高強度をとともに達成できることが明らかとなった。

### 3.6 異形ダイスイによる結晶粒微細化のメカニズム

3.1ですすでに述べたように、異形ダイスイを用いた押出において結晶粒が著しく微細化した原因としては、ダイスイの断面積から見積もられる見かけの加工率ではなく、ダイスイの周囲長の影響が考えられる。すなわち、ダイスイ穴を通してピレット材が押出される時、ダイスイ穴壁面とピレット材の摩擦により壁面近傍のピレット材内部にせん断歪が発生し、このときの歪量は全てのダイスイ穴の合計周囲長が長いほど大きいと考えられる。それゆえ異形ダイスイ押出材では、同じ見かけ加工率を持つ成形ダイスイ押出材よりも大きな歪を受け、そのために再結晶による微細組織が発達したものと推察される。これを確かめるため、押出途中の異形ダイスイを内部の合金試料ともども縦に切断し、多穴ダイスイ近傍とダイスイ穴中心付近の試料組織を観察した。図10(a)はダイスイ穴の壁面近傍の組織、(b)はダイスイ穴の中心部の組織を示している。壁面近傍、中心部のどちらでも再結晶が起こっているが、組織を比較してみると壁面近傍の方が全面で再結晶を起こしており、粒径は細かい。これは、

図3に示した押出材の横断面組織の観察結果とも符合する。このようにビレット材料がダイス穴を通る際に壁面近くの組織の方がより微細になる理由として、壁面では摩擦のためにビレット材料が壁に拘束され、一方において拘束のない穴の中心部では比較的自由に流動できるので、両者の間の流動速度差により壁面近傍のビレット材にせん断歪が生じて再結晶が促されたことが考えられる。このため、成形ダイスと比べて穴の周囲長が長い多穴歪付与ダイスを通した押出材において微細結晶粒組織が観察されたものと考察した。

#### 4. 結言

本研究では多穴ダイスを組み合わせた異形ダイスを用いて Al-Cu 合金の熱間押出を行い、押出材の組織観察及び引張試験による機械的特性の調査を行った。結果を以下に要約する。

- (1) 一般的な成形ダイスを用いた押出材では部分的な再結晶にとどまったが、これと同じ見かけ加工率を持つ異形ダイスを用いた押出材ではほぼ全面が再結晶し、非常に微細な結晶粒組織が得られた。
- (2) ビレット材、成形ダイス押出材、異形ダイス押出材の室温での伸びはそれぞれ 21%、35%、57%となり、本研究で提案した異形ダイスが延性の増加をもたらすことが示された。
- (3) 異形ダイス押出材に時効処理を加えると高延性を維持したまま強度が大きく上昇した。
- (4) 異形ダイスを用いた押出による結晶粒微細化はダイス穴壁面の摩擦の影響によるものと考察された。

#### 文献

- 1) N. Tsuji: The Japan Inst. Light Metals. vol. 62. 11 (2012) 392-397.
- 2) R. Yonemoto, M. Arita and Z. Horita: The Japan Inst. Light Metals. vol. 62. 11 (2012) 459-463.
- 3) G. Sakai, Z. Horita and T. G. Langdon: Mater. Sci. Eng. A. 393 (2005) 344-351.
- 4) Y. Harai, K. Edalati, Z. Horita and T. G. Langdon: Acta Mater. 57 (2009) 1147-1153.
- 5) T. Takahashi and Y. Kobayashi: The Japan Inst. Light Metals. vol.18. 12 (1967) 81-87.
- 6) G. Wasserman, (Trans.) Y. Masuda: The Japan Inst. Light Metal. vol.17. 1. (1967), 5-13.
- 7) C. J. McHargue, L. K. Jetter and J. C. Ogle: Trans. Met. Soc. AIME, 215 (1959), 831.
- 8) T. Takahashi and Y. Kobayashi: The Japan Inst. Light Metals. vol.19. 1 (1968) 17-23.
- 9) N. Inakazu, M. Kitamura and H. Matsumoto: The Japan Inst. Metals. vol. 50. 11 (1986) 1016-1022.
- 10) Chenot, J.L., Bellet, M., The viscoplastic approach for the finite-element modelling of metal forming processes, P. Hartley, I. Pillinger, C.E.N. Sturgess (Eds.), Numerical Modelling of Material Deformation Processes, Springer-Verlag, London, Berlin (1992), pp. 179-224.
- 11) Trong Son CAO . Modeling ductile damage for complex loading paths. PhD thesis, Ecole nationale supérieure des Mines de Paris, 10 2013.