

繰り返し押出接合（AEB）による純アルミニウムの 結晶粒超微細化と超高強度化

弘前大学 大学院理工学研究科
准教授 紙川 尚也
(平成 27 年度 一般研究開発助成 AF-2015029)

キーワード：結晶粒超微細化，超強加工，押出加工

1. 研究の目的と背景

超強加工は、平均結晶粒径が $1\ \mu\text{m}$ 以下のバルク状超微細結晶粒金属材料を創製する手段として極めて有効な塑性加工法¹⁾である。これまでの研究において、様々な超強加工法が考案されており、特に、high pressure torsion (HPT)、equal-channel angular extrusion (ECAE)、accumulative roll-bonding (ARB)などの手法が有名である。これらの手法を種々の金属材料に適用し、結晶粒超微細化と高強度化に成功した研究例は多数報告されている。しかしながら、従来までに考案されている超強加工法では、多くの場合、その実現のためには特殊で大型の加工装置が必要になるという製造上の制約があった。

そこで本研究では、通常の万能試験機に加工治具を設置することで、実験室規模でも比較的容易にバルク状超微細結晶粒材料の創製が可能になる超強加工法として、繰り返し押出接合 (accumulative extrusion-bonding; AEB) を新たに考案し、その手法を確立することを目的に実験を行った。AEB 加工法の原理図を図 1 に示す。AEB 法では、角棒試験片に対して断面減少率 50%の平面ひずみ押出を施す。これは、通常の圧延変形と等価な変形である。押出変形を受けた試料を長手方向に二等分し、脱脂・ワイヤブラッシングの表面処理を施した後に積層し、元の板厚に戻す。その後、再び、断面減少率 50%の平面ひずみ押出変形を施し、一体化したバルク材を得る。この押出は接合プロ

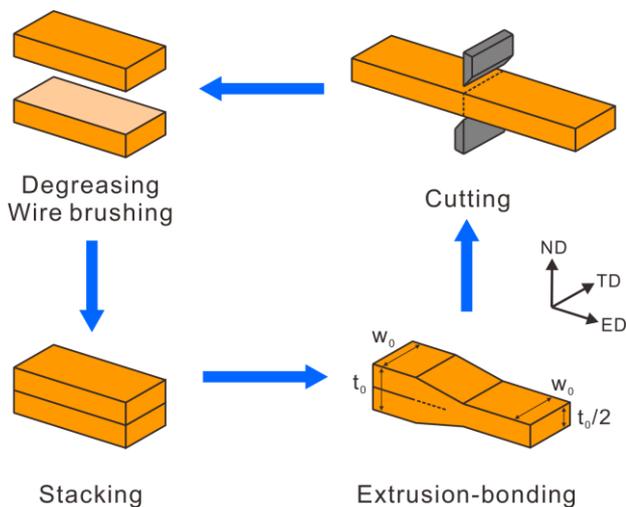


図 1 AEB 加工の原理図.

セスも兼ねているため、押出接合 (extrusion-bonding) と呼ぶ。切断、表面処理、積層、押出接合を繰り返し施すことにより、材料に大きなひずみを付与し、結晶粒超微細化と超高強度化を実現する超強加工法である。

本実験では、最初の試みとして、変形抵抗が比較的小さい純アルミニウムに対して AEB を適用し、その手法の確立と結晶粒超微細化・超高強度化を試みた。

2. 実験方法

2.1 供試材

本研究では、純度 99.99%の高純度アルミニウムを用いて実験を行った。鋳造インゴットに対して、断面減少率 86.5%の溝ロール圧延を施した後、 350°C 1 h の焼鈍を施し、平均結晶粒径 $58\ \mu\text{m}$ の完全再結晶組織を得た。これを出発材とした。

2.2 繰り返し押出接合 (AEB)

2.2.1 押出加工装置

通常の万能試験機に設置可能な押出加工装置を作製した。図 2 に加工装置の外観写真と模式図を示す。図 3 に押

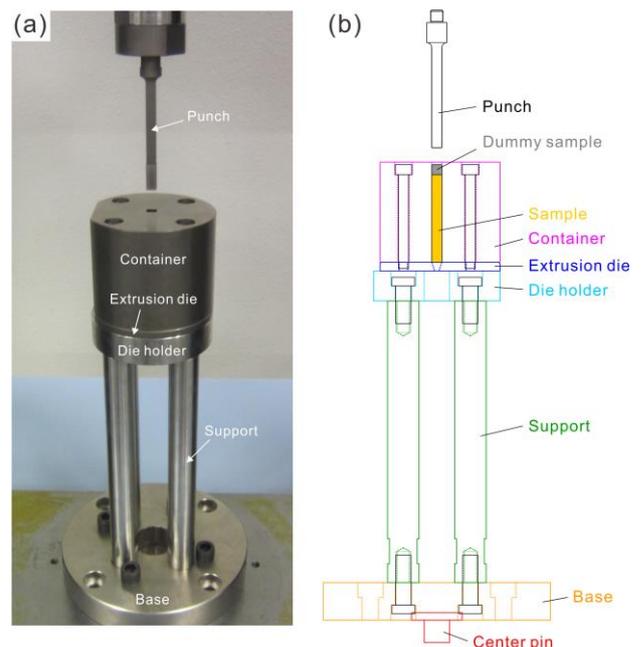


図 2 AEB 加工装置の (a) 外観写真および (b) 模式図.

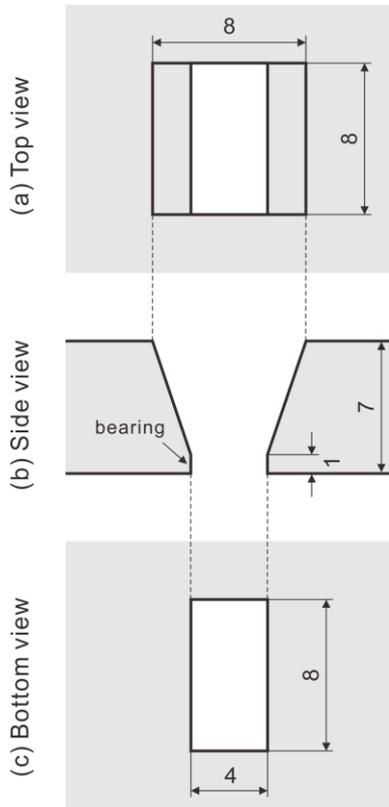


図3 押出ダイスの変形部. (a) 上部、(b) 側面、(c) 下部.

出ダイスの変形部の模式図を示す。押出ダイスの入口と出口はそれぞれ、8 mm x 8 mm、8 mm x 4 mm の断面を持っている。出口には長さ 1 mm の軸受を設け、押出ダイスの摩耗により生じる押出後の試料板厚のばらつきが小さくなるようにしている。図 2b に示すように、8 mm x 8 mm の断面を持つ角棒試験片をコンテナに挿入し、上部からパンチで押し込む。試料が押出ダイスを通過する際に、角棒試験片の幅が不変のまま厚さが半分になる平面ひずみ押出変形を受ける。なお、押出時に試料の上に、出発材で作製した 8 mm x 8 mm x 8 mm のダミー材を挿入し、試料と一緒に押出変形を与えることにより、試料を押出ダイスから取り出せるようにした。

2・2・2 押出加工条件の最適化

作製した押出加工装置を用いて良好な押出変形を実現するための押出加工条件の最適化を行った。押出加工により得られる荷重・変位曲線に及ぼす潤滑剤、試験片長さ、押出速度の影響を調べ、最適な加工条件を模索した。

2・2・3 AEB 加工材の作製

2・2・2 の実験で決定した押出加工条件を用いて、AEB 加工材を作製した。8 mm x 8 mm x 70 mm の角棒試験片に対して、切断、表面処理、積層、押出接合を 1 サイクルとする AEB 加工を最大 5 サイクルまで行った。各サイクルに

おける押出加工は、断面減少率 50% の平面ひずみ押出とした。

2・3 メタルフロー観察

2・3・1 押出中断試験

作製した押出加工装置を用いて良好な押出変形を実現するための押出加工条件の最適化を行った。押出加工により得られる荷重・変位曲線に及ぼす潤滑剤、試験片長さ、押出速度の影響を調べ、最適な加工条件を模索した。

2・3・2 ひずみ測定

格子線ケガキ法により、押出加工時に導入されるひずみ量の定量化を行った。8 mm x 4 mm x 70 mm の出発材を 2 本用意し、そのうちの 1 本の試料の 8 mm x 70 mm の断面を鏡面に研磨したのち、ハイトゲージにて 2 mm 間隔のけがき線を描き、けがき線を描いた面が内側になるように 2 本の試験片を重ね合わせた。その後、ケガキ線を描いた面が TD 面となるように押出加工を施した。押出加工前後での格子模様の変化からひずみ量を算出した。

2・4 組織観察

得られた AEB 加工材に対して電子線後方散乱回折 (electron backscatter diffraction; EBSD) による結晶方位測定を行い、変形組織の発達過程を調べた。

2・5 引張試験

出発材および AEB 加工材に対して室温引張試験を行った。板厚 4mm、板幅 5 mm、標線間距離 10 mm の板状試験片を各試料から切り出し、引張試験に供した。引張試験はクロスヘッド速度 0.5 mm/min の一定の条件で行った。初期ひずみ速度は $8.3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ である。

3. 実験結果および考察

3・1 押出加工条件の最適化

AEB 加工材を作製するにあたり、まず押出加工条件の最適化を行った。押出時の潤滑材、試験片長さ、押出速度の影響を調べた。種々の条件で押出加工を行った際に得られた荷重・変位曲線を比較することにより、押出加工条件を決定した。

図 4 に押出加工時に得られる荷重・変位曲線に及ぼす (a) 潤滑剤、(b) 試験片長さ、(c) 押出速度の影響を示す。試験片長さを 35 mm、押出速度を 0.5 mm/s とし、一般的な固体潤滑剤である二硫化モリブデン (MoS_2) グリースとポリテトラフルオロエチレン (PTFE) を用いて押出加工を行った。さらに比較のために、無潤滑条件での押出も行った。

図 4 a に示すように、無潤滑押出では、荷重の増加が著しく、10 mm 程度の押込み後に既に万能試験機の許容荷重である 100 kN に到達してしまったため、試験を中断した。一方、潤滑剤を用いた押出では、いずれの場合も押出荷重

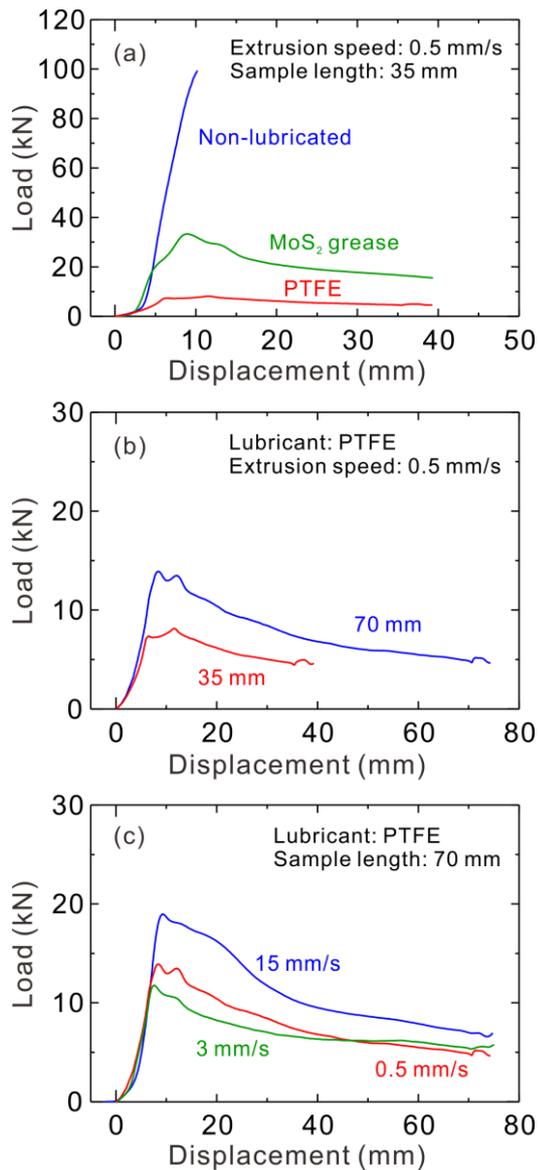


図4 押出加工時に得られる荷重・変位曲線に及ぼす (a)潤滑剤、(b)試験片長さ、(c)押出速度の影響.

を大きく低下させることができ、試験片の押出に成功した。ただし、MoS₂潤滑では最大押出荷重が30 kN程度になっているのに対して、PTFE潤滑による押出においては最大押出荷重を8 kN程度に抑えられている。よって、より摩擦の小さい条件下で均一な押出加工を行うためには、PTFEを用いた押出加工が適当である。

次に、効率的にAEB材を作製するために、出発材の試験片長さの検討を行った。試験片長さ70 mmとして押出加工を行い、図4aに示した35 mm試験片の結果と比較した(図4b)。なお、この場合の潤滑剤はPTFEとし、押出速度は0.5 mm/sで一定とした。長さ70 mmの試験片を用いた押出では、最大荷重が約15 kNであり、依然として万能試験機の許容荷重に比べて十分に小さくなっていることから、試験片長さは70 mmとしても問題なく押出加工ができる。

最後に押出速度の影響について調べた。AEBによる試験片の作製においては、一体化したバルク状試験片を得るために、良好な接合を実現することが重要である。AEBによる接合は圧接の一種と考えることができる²⁾。圧接による接合強度を向上させるためには、一般に、接合面における原子の拡散を促進させることが有効であるため、より高温での塑性加工が接合強度の向上につながると考えられるが、一方で、高温での接合は超強加工によって形成された超微細粒組織の粗大化を引き起こす可能性がある。そこで本実験では、押出速度をできるだけ高くし、加工発熱の工具への熱伝達をできるだけ抑制した条件で押出加工を施すことを試みた。図4cに示すように、押出速度を0.5 mm/s、3 mm/s、15 mm/sに変化させた。潤滑剤はPTFEを用い、試験片長さは70 mmとした。押出速度0.5 mm/s、3 mm/sでは押出荷重に大きな違いはなく、いずれも最大荷重が15 kN程度以下になっている。一方、使用した万能試験機で実施可能な最大押出速度に近い速度である15 mm/sの場合には、他の2条件に比べてやや荷重が増加し、最大押出荷重が約20 kN程度となっている。この場合も、最大荷重は、依然として使用した万能試験機の許容荷重に比べて十分に小さくなっていることから、問題なく押出加工ができることを確認した。

以上の実験より、AEB材を作製するための押出条件は、PTFE潤滑、試験片長さ70 mm、押出速度15 mm/sに決定して以降の実験を行った。

3・2 ひずみ分布測定

3・1の実験で決定した押出加工条件を用いて、押出加工時に導入されるひずみ量の定量化を格子線ケガキ法により求めた。

図5に押出加工前後における格子模様の変化を示す。押出加工前にけがいた2 mm間隔の格子模様が、押出加工に伴い変形している様子が見られる。板厚中心部の格子は長方形を示しており、平面ひずみ圧縮変形と近似できる比較的均一な押出変形が導入されていることが見て取れるが、表面付近の格子模様はやや湾曲しており、表面においてせん断変形が導入されていることも確認できる。

次に、これらの格子模様の変形から、相当ひずみを計算し、プロットしたものを図6に示す。各格子の相当ひずみは図中に示すカラーバーで色分けをして示している。断面

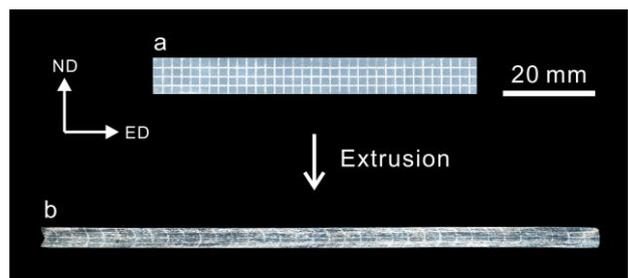


図5 押出変形前後での格子模様の変化.

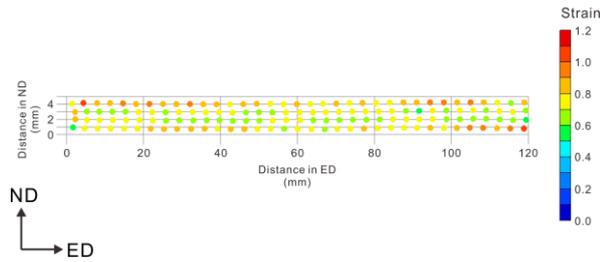


図6 押出加工時に導入される相当ひずみ分布.

減少率 50%の理想的な平面ひずみ圧縮変形の押出が導入された場合、そのひずみ量は0.8となる。図6に示すひずみ分布図では、多少のばらつきはあるものの、ひずみの分布は相当ひずみ0.6~1.0の範囲に収まっており、比較的均一な変形が導入されていると考えられる。よって、この押出条件を用いて、AEB加工を繰り返し施し、高サイクルのAEB材を作製することにした。

3・3 AEB材の作製

本研究では、最大5サイクルまでのAEB加工を施した。押出条件は、3・1の実験で決定したように、PTFE潤滑、

初期試料長さ70mm、押出速度15mm/sとした。

図7に出発材から5サイクルAEB材までの各試料の外観写真を示している。なお、写真中の格子線の1目盛の間隔は5mmである。出発材(図7a)は厚さ8mm、幅8mmの角棒であり、1サイクル目の押出(図7b)により、厚さが4mmになるように断面減少率50%の平面ひずみ押出変形を受けるため、長手方向に約2倍の長さに伸長する。ただし、この押出変形は接合プロセスを含まない通常の押出変形である。2サイクル目以降は、接合を伴う押出変形を行っているが、いずれの場合も一体化したバルク状試験片を得ることに成功している。なお、サイクル数の増加に伴って、試験片の長さが減少しているのは、各サイクル時の切断プロセスの際に、積層する2本の角棒の長さを同一にするために前後端を切り揃えているためである。5サイクルのAEBにより、長さ約30mmの試験片を得ることに成功した。

3・4 変形組織

得られた試験片に対して、電子線後方散乱回折(EBSD)による結晶方位測定を行い、ひずみ量の増加に伴う微細組

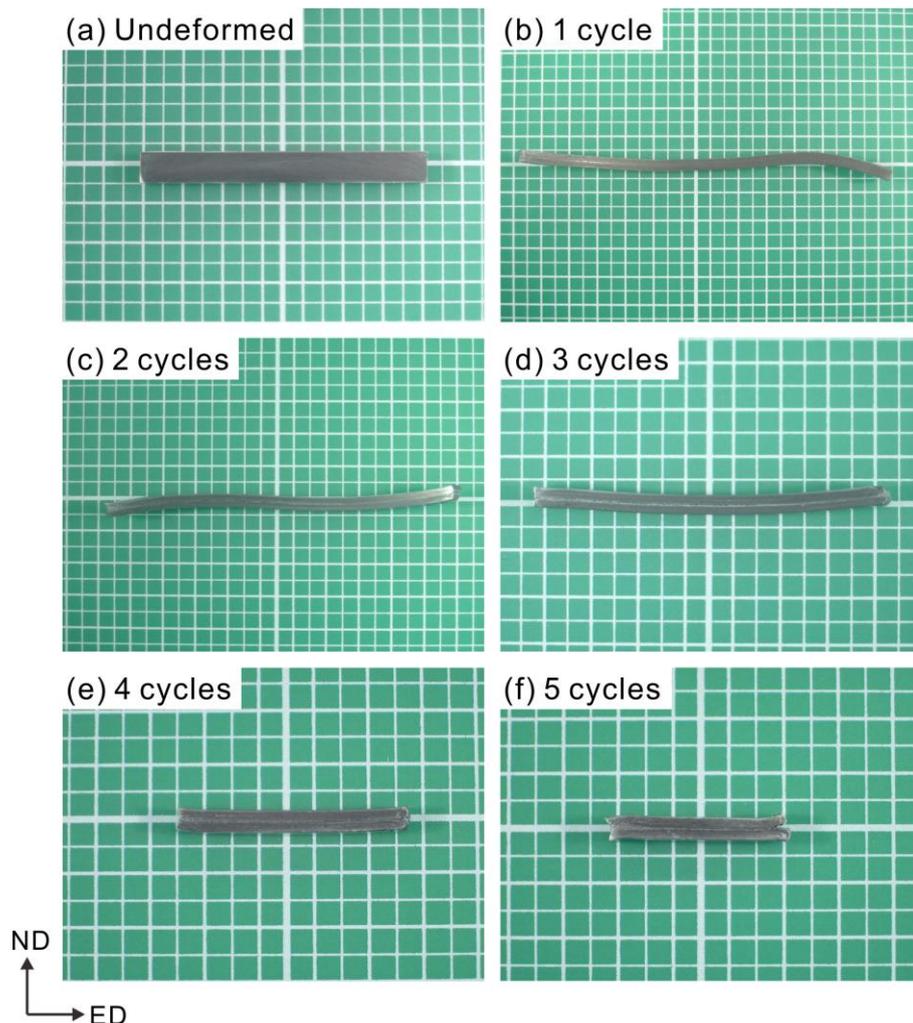


図7 種々のサイクル数までAEB加工された試験片の外観写真.

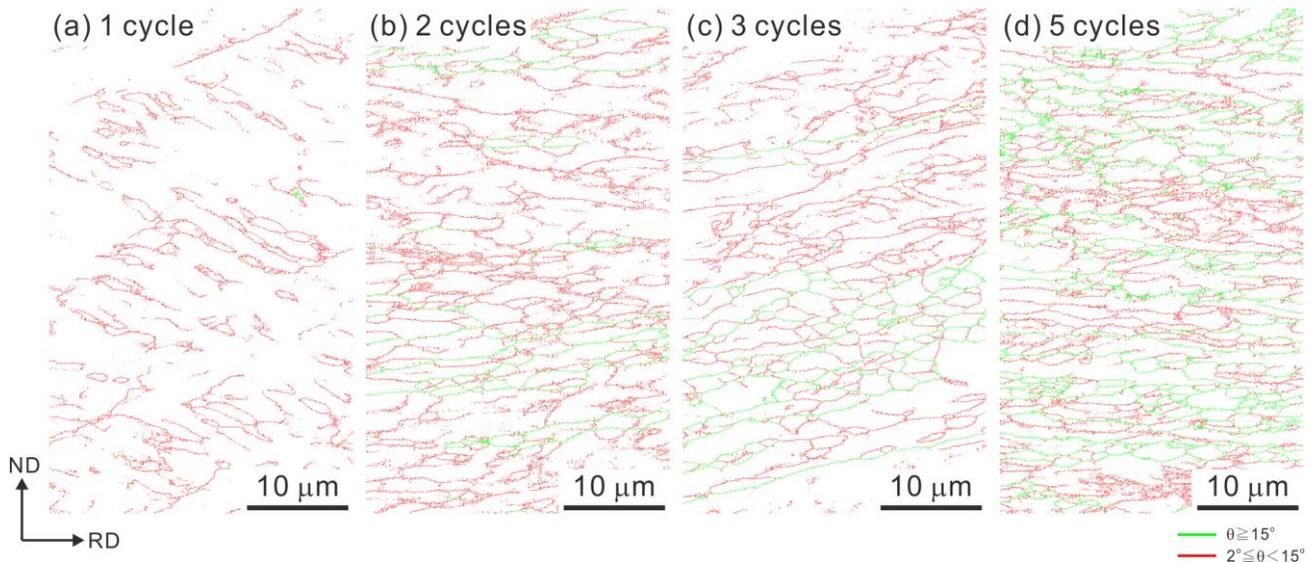


図8 EBSD測定により得られたAEB加工材の粒界分布図。

織の発達過程を調べた。図8には各サイクルまでAEB加工を施された試料の粒界分布図を示している。1サイクルAEB材では、大部分の粒界が方位差 15° 未満の小角粒界であるが、ひずみ量の増加とともに、方位差 15° 以上の大角粒界の割合が増えていくことが確認できる。5サイクルAEB後には、依然として広い領域で小角粒界が見られるものの、約50%の粒界が大角粒界に成っていることがわかった。すなわち、AEBによる超強加工により、結晶粒超微細化が徐々に進行していく様子が確認できる。さらに高サイクルのAEBを施すことにより、大角粒界の分布がより均一な超微細粒組織を形成することができるものと予測できる。

3.5 応力・ひずみ曲線

得られた試験片に対して、室温引張試験を行い、応力ひずみ曲線を得た。図9に公称応力・公称ひずみ曲線を示す。出発材の特性は、降伏応力14 MPa、引張強さ53 MPa、均一伸び32%、全伸び73%である。出発材に対してAEB加工

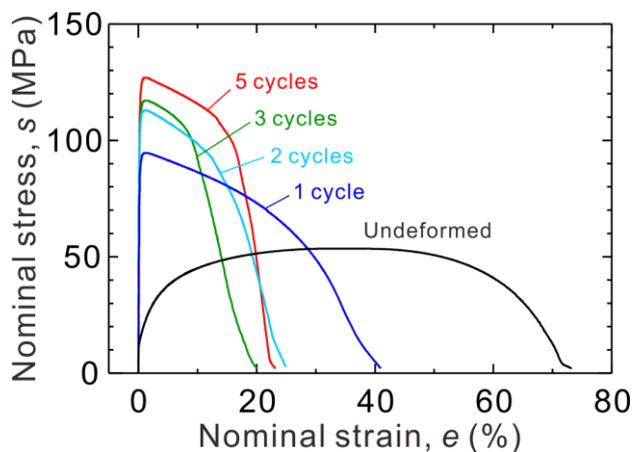


図9 AEB加工材の公称応力・公称ひずみ曲線。

を施すと、1サイクル後に著しい強度の上昇が見られ、その後、サイクル数の増加とともに緩やかに強度が増加していく様子が確認できる。5サイクルAEB加工により、材料の引張強さは約130 MPaまで高強度化された。これは出発材の引張強さの2.4倍である。AEBによる超強加工により、部分的ではあるが、結晶粒超微細化が達成され、超強度化を実現することに成功した。一方で、材料の延性は、1サイクル加工後に急激に減少し、その後、大きな変化は見られず、均一伸びが1%程度、全伸びが20%程度で一定値を示している。材料の強度と延性には一般にトレードオフの関係があり、結晶粒超微細化により材料の超高強度化を実現すると、必然的に延性の著しい低下をもたらす³⁾。したがって、超微細粒材料の強度と延性の両立を実現するのは、今後の大きな課題となる。

4. 結論

本研究では、実験室で容易に実現可能な超強加工法として、繰り返し押出接合(AEB)を新たに考案し、純アルミニウムへの適用を試みた。5サイクルまでのAEB加工を施すことにより、大角粒界で囲まれた超微細粒組織を部分的に形成するとともに、出発材の約2.4倍までの超高強度化に成功した。

謝辞

本研究は、(公財)天田財団による平成27年度一般研究開発助成(交付番号AF-2015029)の支援を受けて遂行されたものである。ここに感謝の意を表す。

参考文献

- 1) R. Z. Valiev et al.: JOM, 58 (2006), 33.
- 2) 日本塑性加工学会編: 接合, (1990), コロナ社
- 3) N. Tsuji et al.: Scripta Mater., 47 (2002), 893.