

機関番号：34310

研究種目：基盤研究(C)

研究期間：2008～2010

課題番号：20560118

研究課題名（和文）6軸連続 ECAP 超微細加工法による耐熱マグネシウム合金の高じん性化の研究

研究課題名（英文）Research which creates a heat-resistant Magnesium alloy into material with high toughness using a continuation ECAP micro-machining method with six axes.

研究代表者

田中 達也 (TANAKA TATSUYA)

同志社大学・理工学部・教授

研究者番号：70434678

研究成果の概要（和文）：

連続加工時の押出し形状の確認と強度特性の改善のために、AC4CH鋳造用Al合金を6軸連続ECAP加工法により押出した。背圧を作用させることで急激な圧力変動によるボイドの発生を抑えることができた結果、引張り強度の低下を防止し伸びを向上させることができた。また、引張り強度は半凝固材で著しく向上した。さらに、押出し成形品の形状は、連続して次のPassへ供給できる状態であった。結果として、半凝固鋳造で伸びを維持し、ECAP微細加工法により強度を向上させる材料の創生が可能となった。

研究成果の概要（英文）：

In order to check the extrusion form at the time of continuation processing and improve the mechanical properties, the AC4CH aluminum casting alloy was extruded by the 6 axes ECAP method. When back pressure was applied, generating of the void due to a rapid pressure drop was suppressed. As a result, the improvement in a tensile strength was remarkable at semi-solid material. Furthermore, a continuous feeding is possible for the shape by which was extruded enough to the next pass. As a result, the distortion was maintained by the semi-solid casting and creation of the material whose strength improved by the addition to ECAP method was attained.

交付決定額

（金額単位：円）

	直接経費	間接経費	合計
2008年度	1,300,000	390,000	1,690,000
2009年度	1,400,000	420,000	1,820,000
2010年度	800,000	240,000	1,040,000
年度			
年度			
総計	3,500,000	1,050,000	4,550,000

研究分野：工学

科研費の分科・細目：機械工学・生産工学・加工学

キーワード：アルミニウム鋳造合金，半凝固材料，ECAP 加工法，連続加工，金属組織微細化，背圧，衝撃強度，引張り強度

## 1. 研究開始当初の背景

地球温暖化防止のため CO<sub>2</sub> 削減への要求は強く、削減効果の高い自動車軽量化による燃費改善の研究が盛んに行われている。具体的

な要求値も定められている。

- ▶ （欧州）2008 年 140 g /km 以下(燃費 16.7km/ℓ)
- ▶ （日本）2010 年までに対 1995 年比で平

均 23%改善(機械学会ロードマップ:2015年 18.5km/l)

これら日欧での規制値は、通常の技術開発でクリアできるものではない。米国で 2005 年に制定された側突安全性 IIHS (Insurance Institute for Highway Safety)のように安全性向上も強化され、軽量化と安全性両面の成立には革新的な技術開発を必要としている。

軽量化技術は、一般にプラスチック類への材料変更が効果的であるが、①リサイクル性が悪い、②耐熱性不足、③機械的特性不足の問題により、内装材など限定された部材への適用に止まっている。

一方、軽金属の Al 合金、Mg 合金等の適用が進んでいる中で、プラスチックに密度に近い Mg 合金(約 1.8g/cc)を多用することによる軽量化効果への期待は大きい。しかし、軽量化効果の高いエンジン回りで Mg 合金を適用するには、①Al 合金に対しても耐熱性が低く、②加工性(歩留まり)が悪いため展開が遅れている。日本マグネシウム協会が作成した技術ロードマップでは、150~200°Cの耐熱 Mg 合金材が実用化されるのは 2015 年前後と予想している。

近年、耐熱 Mg 合金材の研究は数多く行われており、最近の研究成果から、希土類元素や Ca を適量添加すれば耐熱性が数十°C向上することが報告されている。希土類元素に比べ Ca 添加は大きなコストアップとはならないため注目度は大きい。しかし、加工性が悪い Mg 合金が、Ca の添加によりさらに加工性が悪化する。この課題を解決する手段として、申請者は広島大学グループと連携し、新半凝固射出成形法を考案し、平成 14 年~17 年まで地域新生コンソーシアムおよび広島県補助金実用化研究として、200ton 型締め力の Mg 半凝固射出成形機を試作し、成形技術の研究を行った。成果として、半凝固射出成形法は金属スラリーの粘性が増加し、従来のダイカスト法と異なり、金型内での流れが連続でガス欠陥が少なく成形性が向上することを明らかにした。さらに、従来の Al 合金製と同じ形状設計で、耐熱 Mg 合金製クランクピストンを試作し、耐久性を評価した。結果は、ADC12-Al 合金の 1/2 以下の耐久性寿命しかなく耐久性はクリアできなかった。静的強度の差に比べて耐久性で大きな差となった主原因は、剛性が Al 合金に比して約 2/3 の Mg 合金は、①ひずみ量が 1.5 倍と大きく、さらに②耐熱 Mg 合金は伸びが小さい等の影響が考えられた。以上の理由から、耐熱 Mg 合金を Al 合金の設計形状で使用する絶対必要条件は、脆性の耐熱 Mg 合金に Al 合金と同等のじん性(伸び)を付与することである。

一方、ECAP (Equal-Channel Angular Pressing) 超微細加工法により強せん断ひずみを作用し、Al 合金、Mg 合金の機械的特性

を向上した報告が数多くなされている。また、申請者らは、先の地域コンソにおいて、半凝固耐熱 Mg 合金材は高温伸びが向上することを明らかにした。そこで、ECAP 超微細加工法により初晶部(粒径約 100 $\mu$ m の純 Mg)と共晶部(粒径数  $\mu$ m Mg 合金)を同時に超微細化し、高いじん性(初晶部)と高い強度(共晶部)を持つ複合化耐熱 Mg 合金の加工法を考案した。

## 2. 研究の目的

本研究では、耐熱 Mg 合金の伸びが小さい欠点を克服し、Al 合金と同等のじん性(伸び)を付与することを目的とする。この目的を達成するために、耐熱 Mg 合金の半凝固材を作成し、ECAP 超微細加工法により金属組織を超微細化し、高い伸びをもつ初晶部(延性材部分)を高じん性をもつ共晶部(マトリックス部分)中へ均一に分散させた組織形態を作り出す。それには、①再結晶化しない高温状態での微細化技術、②微細粒子の均一分散技術が必要であり、これを実現するための加工方法として、6 軸アクチュエータによる新規な連続 ECAP 超微細化加工技術を確立する。本技術により、比強度で優る Mg 合金を Al 合金と同等の応力レベルで設計が可能となり、現在自動車軽量化を目的に Mg 合金の利用拡大が期待されているにも関わらず特性的にネックとなっている耐熱性や延性不足の問題を解決することが可能となる。

## 3. 研究の方法

耐熱 Mg 合金の高じん性化技術を達成するためには、①再結晶化しない高温状態での微細化技術、②微細粒子の均一分散技術の達成が重要となる。これら技術を達成するための方法を以下に示す、

- (1) 【第 1 ステップ】半凝固 Al 合金 AC4CH を用い、押し出し出口で背圧が作用する ECAP 加工法による金属組織の超微細化
  - (2) 【第 2 ステップ】半凝固耐熱 Mg 合金を用い背圧が作用する ECAP 加工法による金属組織の超微細化
  - (3) 【第 3 ステップ】6 軸アクチュエータによる連続 ECAP 加工法による半凝固 Al 合金 AC4CH の高じん性化
  - (4) 【第 4 ステップ】6 軸アクチュエータの連続 ECAP 法による半凝固耐熱 Mg 合金の高じん性化
- の 4 つのステップに分けて研究を実行する。

### (1) 【第 1 ステップ】

Ca が添加され延性に乏しい耐熱 Mg 合金を ECAP 超微細加工して形状保持するには、半凝固状態にするだけでなく、押し出し時の急激な圧力の開放を防止する必要がある。形状保持とその後の連続加工の可能性を確認するた

め、第1ステップとして、背圧作用の効果を確認する。まず、大きな改善効果が見られた半凝固 Al 合金 AC4CH 用い、ECAP 加工時の強せん断ひずみを作用させながら、材料押し出し出口側からアクチュエータにより背圧を作用させ、形状保持ができる装置を試作開発し、背圧が超微細化に及ぼす影響について調べる。この実験では、形状保持に必要な適正な圧力を把握し、背圧を作用させても初晶部と共晶部をそれぞれ超微細化し均一分散でき、かつ形状維持できることを確認する。その後の連続超微細化プロセスに活かせるデータを取得する。

(2) 【第2ステップ】

延性に乏しい半凝固耐熱 Mg 合金材を安定して ECAP 超微細加工するために、【第1ステップ】で実施した手法を適用する。耐熱 Mg 合金は難加工材であるため、金型の高温化が必要になることが想定される。Mg 合金に対する高温での ECAP 超微細加工法は酸化と再結晶化を促進する可能性が高いため、押し出し加工が可能な成形温度データを取得し、最適な加工温度と背圧条件を把握する。高温化による Mg 合金の酸化および再結晶の有無の状況や背圧の効果を確認し、後の連続超微細化プロセスに活かせるデータを取得する。

(3) 【第3ステップ】

6 軸方向から加圧押し出し可能な連続 ECAP 超微細加工装置を試作する。従来の ECAP 加工法では、強せん断ひずみを作用させながら、材料はチャンネル外部へ押し出す。次の 2Pass 目は、せん断ひずみが作用する面を変えるように再び入口側に再配置し、繰り返し違った面に強せん断ひずみを作用させて Pass 数に応じて超微細化した素材を得ていた。一方、回転式 ECAP 法によれば、金型を回転させ連続的に強せん断ひずみを作用させることができるが、せん断加工面は 0° で Pass 毎に変更することはできず、また背圧の作用もない。申請者は、1 回の Pass 毎に 90° 回転させ、せん断作用面を変更させる方法が超微細化と均一分散に最も効果があることを確認しており、連続加工するには 6 軸での押し出しが必要となる。また、耐熱 Mg 合金の場合、熱間状態で加工する必要があり、1Pass 毎に素材が冷却と加熱を繰り返され、かつ毎回系外へ押し出され、精緻な加工温度制御が難しく、材料の温度履歴が安定しないために、部分的に再結晶化や酸化が生じた。さらに、押し出し圧力が開放される結果、脆性材料であるが故に、安定した形状保持が困難であった。そこで、6 方向から連続的に押し出し圧力・背圧により強せん断ひずみが作用できる 6 軸連続 ECAP 超微細加工技術を考案する。この方法によれば、Pass 回数および 90° の回転方向を自由に設定可能となる。常温で加工が可能な Al 合金 AC4CH の半凝固材を用いてバッチ式での再現

性を確認する。基礎実験技術が確立すれば、強せん断加工面を自由に選択できる自動制御が可能な 6 軸連続 ECAP 超微細加工装置の試作につなげることができる。

(4) 【第4ステップ】

試作した 6 軸連続 ECAP 超微細加工装置を用い、最適加工温度に金型を制御し、半凝固耐熱 Mg 合金を加工する。初晶部 (Mg) および共晶部 (Mg 合金) の超微細化と均一分散による高じん性化が実現する。Pass 途中の系外への押し出しが無いため、高温加工時の Mg 合金の酸化や再結晶の問題が解決でき、背圧作用で脆性破壊することなく健全なサンプルを得る。加工終了後のサンプルによる機械的特性および TEM や EBSD 等による金属組織の評価と併せて、加工時のパラメータである (押し出し圧力、背圧、Pass 回数、加工温度、ひずみ速度等) のデータを取得し、成形加工法の実用化・装置化を目指したスケールアップのための設計データとする。

4. 研究成果

提案時の研究目的は、6軸連続ECAP加工法により耐熱Mg合金の半凝固材を高じん性化することであったが、耐熱Mg合金の半凝固材が安定して実験に供試することが困難であったために、入手可能でより実用的なAC4CHアルミニウム casting 合金 (AC4CH-Al合金) を耐熱Mg合金に替わる供試材として、6軸連続ECAP加工プロセスの検討を行った。

まず、高じん性化について検討した。図1に示す初晶の Al 相と共晶部が分離した金属組織を持つ Al 半凝固材 (AC4CH 合金) に、図2に示す ECAP 超微細加工による強せん断ひずみを押し出し出口部に背圧を与えながら熱処理無し材 (F)、T6 処理材 (T)、半凝固材 (S) の 3 種類の材料について繰り返し作用させた。

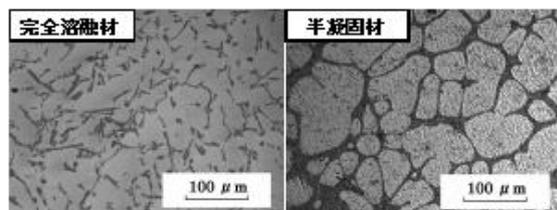


図1 Al 合金 (AC4CH) の金属組織写真

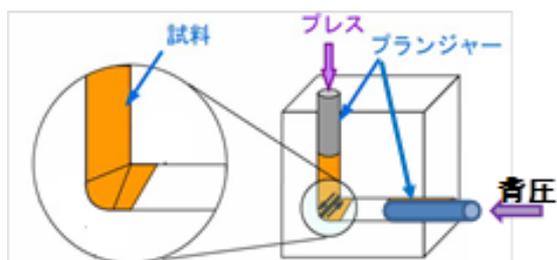


図2 ECAP 超微細加工

図3に ECAP 超微細加工の有無に関する引張り強度の比較結果を示す。繰り返し回数は、0 Pass と 8 Pass で比較した。全て同じ合金組成であるにも関わらず、熱処理によって大きな違いがある。一方、全ての条件で、ECAP 超微細加工により引張り強度と伸びは向上した(破線と実線の比較)。特に半凝固材は、高強度を維持したまま、熱処理と ECAP 超微細加工を施していない熱処理無し材に比べて引張り強度で2倍、伸びで4倍以上と著しく特性が向上し、A1000 系の熱処理無し材に匹敵する伸びを得た。

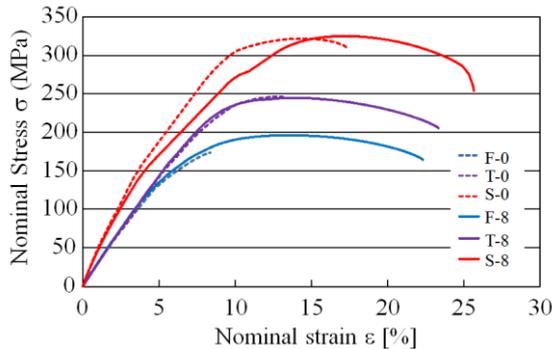


図3 ECAP 超微細加工の有無による比較 (各熱処理の違い: 0 Pass と 8 Pass)

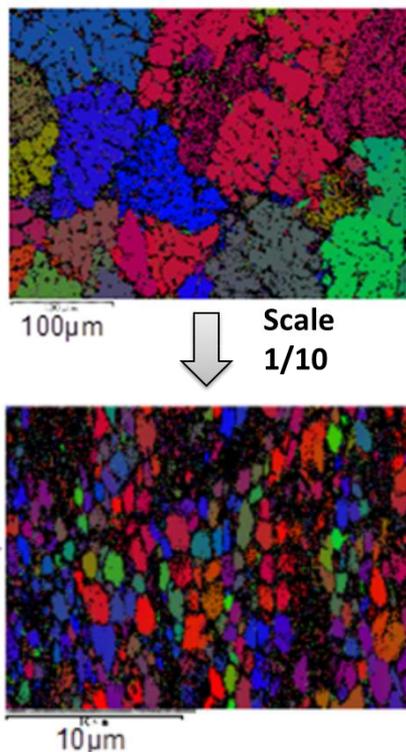


図4 EBSD測定による初晶純Al相の分散

その理由を検討するため、EBSD により Al 相を同定する結晶方位の測定を行った。図4に、半凝固材の0 Pass と 8 Pass の場合の測定結果を示す。Pass 数の増加と共に初晶部の Al 相(原色部)と共晶部の合金相(黒色)が

それぞれ微細化(8Pass はスケールが元の1/10である)されながら均一に分散されていることが分かる。この結果から、半凝固材を ECAP 超微細加工することにより、結晶粒の微細化による強度向上と同時に、本来はトレードオフの関係にある伸びも初晶の Al 相のままで均一に分散されることによって大きく向上できることが明らかとなった。

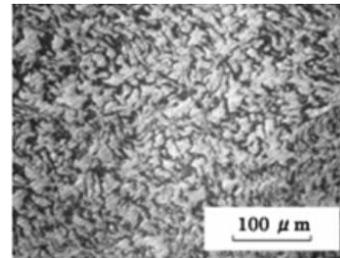


図5 微細化された金属組織写真

次に、ECAP 超微細加工法の課題は、連続押し出しが困難で押し出し Pass 毎に金型から成形品を系外に押し出す必要があることである。最近、産総研で新しい連続押し出しが考案されたが、Mg や Al 合金の ECAP 法による微細押し出しに適していると言われるルート bc (押し出す毎に 90 度軸方向に回転する)の押し出し経路が上記の方法では困難である。

そこで、基礎実験として、まず加熱しないが同じ動作が可能な樹脂および金属製2種類の6軸連続 ECAP 加工金型を試作し、模擬材料で連続押し出し可能なことを確認した。次に、Al 合金(AC4CH 合金)を使って、屈曲部流路形状の最適角度の検討を行った。屈曲部角度(押し出し経路内側の角度:  $\Psi$ )を R 部分の無い形状(この場合、 $\Psi=0^\circ$ )とした場合の滞留部の有無について調べた。 $\Psi=0^\circ$ の場合でも、Al 合金は滞留せずに往復流動が可能であることを確認した。その後、背圧制御が可能で  $\Psi$  を変えた4軸押し出し金型を試作した。図6に各 Pass 回数に対する引張り強度を示す結果として、 $\Psi=15^\circ$  の場合は変形伸びが向上し、 $\Psi=0^\circ$  の場合は引張り強度が向上することが分かった。その理由は、 $\Psi=0^\circ$  は、 $\Psi=15^\circ$  よりも、大きなせん断変形を与えることができるため、結晶粒がより微細化して強度が向上したものと考えられる。そして、衝撃値は流路の形状に関係なく ECAP のパス数の増加とともに向上することも分かった。

今後の連続押し出し加工の問題点として、押し出し毎に試料が膨張するため、その後の Pass で押し出し荷重が上昇することが分かった。その結果、連続押し出し加工には試料の変形を抑える対策が重要であり、今後の装置検討に反映していく必要がある。

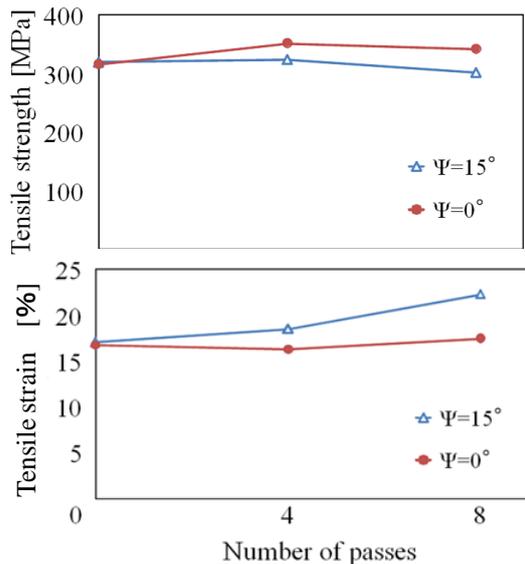


図 6 Pass 回数に対する引張り強度 (屈曲部角度の違いによる)

## 5. 主な発表論文等

(研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線)

[雑誌論文] (計 4 件)

- (1) F. NOMURA, T. MATSUBA, T. TANAKA, Y. IMAIDA, "Improvement of mechanical properties of semi-solid alloys by ECAP processing", Multi-Functional Materials and Structures III, Advanced Materials Research, Vol. 123, pp.483-486(2010)
- (2) K. Watanabe, N. Natori, T. Tanaka, Y. Imaida, "Study on the Bauschinger effect with increasing of tensile strength in dual phase steel sheets", High Performance Structures and Materials VI, WIT Transactions on The Built Environment, Vol.112, pp.119-131(2010)
- (3) 渡辺憲一, 吉原伸太朗, 名取恵子, 田中達也, 今井田豊, "Dual Phase 鋼板における Bauschinger 効果のひずみ速度依存性", 日本塑性加工学会誌 (塑性と加工), 51巻, 594号, pp.674-679(2010)
- (4) 田中達也, 今井田豊, 篠崎賢二, 吉田誠, 藤井敏夫, "Study on New Semi-Solid Injection Molding Method for Heat-Resistant Magnesium Alloys-Trial Production and Process Verification of Machine-", 同志社大学理工学研究報告, 51, No.2, pp.89-97(2010)

[学会発表] (計 3 件)

- (1) 田中達也, 今井田豊, 松葉卓也, 半凝固材料における ECAP 微細加工での機械的特性の研究, 平成 20 年度, 塑性加工

春季講演会講演論文集, 平成 20 年 5 月 23 日, 日本大学生産工学部

- (2) 田中達也, 今井田豊, 松葉卓也, 半凝固材料における ECAP 微細加工での機械的特性の研究, 平成 21 年度, 塑性加工春季講演会講演論文集, 平成 21 年 5 月 31 日, 京都大学
- (3) 野村史弥, 今井田豊, 田中達也, "ECAP 加工による半凝固軽合金材料のじん性化の研究", 日本塑性加工学会, 第 61 回塑性加工連合講演会講演論文集, 平成 22 年 10 月 17 日, 山形大学

[産業財産権]

○出願状況 (計 1 件)

名称: 高じん性軽合金材料及びその製造方法  
 発明者: 理工学部 田中 達也, 鈴木 毅, 松葉 卓也

権利者: 同志社大学

種類: 特許

番号: 特願 2008-52393

出願年月日: 2008 年 3 月 3 日

国内外の別: 国外・国内で審査請求中

[その他]

ホームページ等

<http://www1.doshisha.ac.jp/~ouyouzai/index.html>

## 6. 研究組織

(1) 研究代表者

田中 達也 (TANAKA TATSUYA)

同志社大学・理工学部・教授

研究者番号: 70434678