特集号

研究論文

ボールミリングによる 6063アルミニウム合金
切削粉の高強度化館 弘樹*・喜多 和彦*
永洞 純一*・永井 嘉隆**Reinforcement of 6063 aluminum
alloy cutting chips by ball millingKoji TACHI*, Kazuhiko KITA*
Jun-ichi NAGAHORA* and Yoshitaka NAGAI**

In order to develop a recycled material with good mechanical properties, investigations about ball milling (BM) process to the 6063 aluminum alloy cutting chips from manufacturing process of architectural products were carried out. 6063 aluminum alloys are utilized for architectural products due to their good workability and corrosion resistance, and cutting chips of 6063 aluminum alloy from its manufacturing process are produced as much as hundreds tons per year. Application of BM process to 6063 aluminum alloy cutting chips causes grain refinement and improves its mechanical properties. With the progress of BM process, grain size of cutting chips reduced as fine as 200 nm, and its Vickers hardness became as high as 140 after 259.2 ks BM process. The extruded bar made of the cutting chips ball milled for 259.2 ks showed as high as 400 MPa in tensile strength and 30% of elongation.

Keywords: ball milling, 6063 aluminum alloy, cutting chips, grain refinement, extrusion

(Received June, 7, 1996)

1. 緒 言

統計によれば、1994年度の日本国内でのアルミニウム製品総需要は約366万トン、そのうちアルミニウムサッシ等、アルミニウム建材の需要は約66万トンであった¹⁾。これらの製品は押出しによって製造され、その際に大量の切削粉が発生する。仮にその量を型材の生産量に対して0.1%であるとしても、年間で600トンを超える値となる。

リサイクルの観点から見ると、この切削粉は3~5 mm角程度、厚さ約50 μ mの非常に細かな薄片であり、溶湯表面に浮いてしまうために再溶解には不適な形状である。現在は溶解炉に溶湯を攪拌する装置等を用いて、アルミニウム資源としての回収を行っている。

しかし、切削粉をボールミリング処理用の原料として考えると、この形状と大きさは非常に処理に適している。しかも、切断工程で付着する切削油等の不純物も、焼付き防止剤として有効に働く。これらの不純物はボールミリング処理の際に次第に分解して、炭化物や酸化物

を形成して均一に分散し、成形物の分散強化材として働くと考えられる。

アルミニウム建材に用いられる合金は、表面処理性や押出性に優れたAl-Mg-Si系の6063であり、この合金はT5熱処理を施しても引張強度は約240 MPaと決して高強度な材料ではない。しかし、ボールミリング処理を行うことによる結晶組織の微細化と、生成化合物による分散強化を導入することにより、合金元素の添加によらずに強度の向上が期待できる。

本研究では、リサイクルプロセスによる高付加価値型材料の開発を目的として、6063型材切断工程で生じる切削粉に対してボールミルによるボールミリング処理を行うことで微細な結晶組織を形成し、優れた機械的性質を有する材料として再利用するための検討を行った。

2. 実験方法

用いた原料は、型材切断工程から生じる切削粉を、70°C、86.4 ksの乾燥を行った後、ボールミリング処理に供した。型材切断工程では市販の水溶性切削油が付着し

* YKK(株) YKK 仙台金属材料研究所 (黒川郡)。YKK Corporation, YKK Sendai Institute of Material Science and Technology (Kurokawa-gun, Miyagi).

** YKK(株)研究開発本部 (黒部市)。YKK Corporation, R & D division (Kurobe-shi, Toyama).

Fig. 1 Cross sectional optical micrograph of 6063 cutting chips.

ているが洗浄等の処理は行っていない。Fig. 1は切削粉の実体顕微鏡写真を示す。Table 1にはボールミリング処理条件を示す。

得られたボールミリング処理粉末は目開き0.5 mmのふるいによって分級した後、アルミニウム合金製の缶に詰めて押出比10:1で押出しを行い、φ8.2 mmの棒材に固化成形した。押出しに際して脱ガスなどの処置は行わなかった。Table 2に押出条件を示す。また、分級した粉末は樹脂埋めの後鏡面研磨を行い、粉末のビッカース硬さの測定およびX線回折により結晶粒の大きさを評価した。

この押出棒をNC旋盤によってφ3.5 mm、長さ8 mmの平行部を持つダンベル状試験片に加工し、引張試験を行った。またつかみ部を切り出して鏡面研磨を行い、ビッカース硬さの測定、光学顕微鏡観察を行った。

3. 実験結果

Fig. 2に実体顕微鏡によるボールミリング粉末の光学顕微鏡観察結果を示す。Fig. 2(a)に示すように、ボールミリング処理の初期では、薄片状のままであるが、処理の進行に伴ってその厚みが薄くなっていく。さらに次

Table 1 Conditions for ball milling of 6063 cutting chips

Pot size	φ160 mm × 150 mm (SUS304)
Media size	φ15.8 mm (SUS304)
Ratio of media to cutting chips	50:1
Revolution	90 rpm
Milling time	36~259.2 ks

Table 2 Extrusion parameters

Temperature	723 K
Extrusion ratio	10:1
Extrusion speed	30 mm/min

の段階では、薄片が碎かれて細かな粉末になってきている。この段階で、粉末の厚みは約1 μmまで薄くなっていることがわかる。

さらに処理が進むと、それまで処理時間とともに細くなってきた粉末が、造粒が起り始め、処理の進行とともに大きくなる段階へ進む。

造粒した粉末の観察結果から、粒子内に非常に微細な層状の結晶組織が形成されており、粉末同士の凝着が生じていることがわかる。また、Fig. 2(b)の写真からわかるように、その層状の結晶組織が大きく屈曲していることから、処理粉末に対してボールミリング処理に特有の圧延-圧接-破碎の作用が働いていることが言える。Fig. 2(c)は259.2 ks処理粉末の観察結果を示し、結晶粒が一層微細になっていることがわかる。このときの粗粉を除いた後の処理粉末の回収率は約95%であり、ボールへの焼付きなどによって失われる割合は非常に小さい。

光学顕微鏡観察の結果、切削粉のボールミリング過程はFig. 3に示すように、切削粉がメディアにはさまれ、薄くつぶされていく「薄片化」、十分に薄くなった切削粉が、更に衝撃を加えられることで細かく碎かれる「破碎」、そしてそれらの粉末が互いに折り畳まれながら融

Fig. 2 Cross sectional optical micrographs of 6063 cutting chips. (a) ball milled for 82.8 ks, (b) for 129.6 ks and (c) for 259.2 ks.

Fig. 3 Flow chart for milling process of 6063 cutting chips.

着して大きな粒子を形成する「造粒」の各段階を経て進むことが明らかになった。

次に、マクロ的な粉末の形状変化に伴い、粉末の硬さの変化について調査した。Fig. 4 にボールミリング処理時間による処理粉末の硬さの変化を示す。この結果から、61.2 ks までのボールミリング処理粉末の硬さは、6063-T5 材や切削粉の値とまったく変わっていないことがわかる。その後82.8 ks 経過した時点での処理粉末は硬さが HV100 近くまで上昇しており、259.2 ks 処理した粉末では HV140 の硬さを示した。

このことから、薄片化の進行や分断の過程の段階では、あまり硬度が上昇しておらず、圧接および造粒作用の働く段階において、結晶粒の微細化が起こってボールミリングの効果が現れてくると言える。

そこで、形態の変化に伴う硬さの上昇の原因を調べるために、X 線回折による〈311〉面のピークの半値幅より Scherrer の式を使って、ミリング処理粉末の結晶粒の大きさを求めた²⁾。標準試料としては、純アルミニウムの鋳塊を用いている。Fig. 5 にその結果を示す。切削粉はボールミリング処理を行わなくても、すでに 1 μm 程度の微細な亜結晶粒組織となっている。これは切削の際に加えられる変形と、その際に生じる加工熱による急激な加熱とその後の急冷によって起こったものと考えられる。

Fig. 4 Effect of milling time on Vickers Hardness of ball milled 6063 cutting chips.

Fig. 5 Effect of milling time on grain size of ball milled 6063 cutting chips.

ボールミリング処理によって結晶粒はさらに微細化し、259.2 ks の処理粉末ではその大きさは約200 nm 以下と非常に小さな値を示していることがわかった。

Fig. 6 に259.2 ks 処理粉末の透過型電子顕微鏡観察の結果を示す。通常の 6063 合金に比べ、非常に微細な亜結晶粒組織を示している。その結晶組織の大きさは、X 線回折の結果より求めた大きさとよい対応を示しており、ボールミリング処理により、6063 合金において結晶粒がナノスケールまで微細化していることが確かめられた。

また、ボールミリング処理を行うことで、粉末の変形に伴って新生面が生じ、その面が雰囲気中の酸素と結合して酸化物を生成すると考えられる。Fig. 7 に酸素窒素分析装置によって測定したボールミリング処理時間による粉末中の酸素量の変化を示す。切削粉の状態では酸素量は約0.02 mass%であり、表面酸化物による酸素含有量は極めて少ない。処理時間の増加に伴って酸素量は増加し、微粉化による比表面積の増大により、82.8 ks 経過で極大値を示す。このときの粉末は非常に小さな薄片

Fig. 6 TEM image of 6063 cutting chip ball milled for 259.2 ks.

Fig. 7 Effect of milling time on the oxygen concentration of ball milled 6063 cutting chips.

状を示しており、見かけ上の酸素量が多くなったものと思われる。その後の造粒に伴い酸素量はやや減少し、172.8 ks以降は一定値を示した。この量はポット内雰囲気中の酸素量とよい対応を示し、ボールミリング処理によってポット内の酸素がアルミニウムと反応して Al_2O_3 を形成するものと考えられる。

このようにして生じた酸化物は、押出成形時などの高温下における粒成長をピンニングにより抑制し、ボールミリングによって形成された微細な結晶組織を安定化させる働きがある。

また、微量ではあるが、切削粉の表面には切削油分の残存があり、ボールミリング処理中にこの切削油は分解し、アルミニウムと反応することで炭化物を形成すると考えられ、これもまた同様に分散強化と高温での結晶組織の安定化に寄与しているものと思われる。

次に、ボールミリング処理時間による押出材の引張強度と伸びの変化を Fig. 8 に示す。処理初期段階では、引張強度、伸びともに低い値しか得られていない。この

Fig. 8 Effect of milling time on tensile strength and elongation of extruded bars obtained from ball milled 6063 cutting chips.

Table 3 Specific gravity of extruded bars

Ball milling time (ks)	Specific gravity (Mg/m^3)	Relative s.g. (%)
46.8	2.573	95.5
82.8	2.580	95.7
129.6	2.701	100.2
172.8	2.670	99.0
259.2	2.709	100.5
IM6063*	2.695	100.0

* reference

時点では粉末の形状は薄片状を示し、押出成形を行っても粉末同士が互いに滑りながら移動するために、粉末に対して新生面を生じるような変形が起こらず、不十分な固化成形体しか得られていないためである。Table 3 にボールミリング処理時間による押出材の比重測定結果を示す。82.8 ks 以下のボールミリング処理材では溶製材の95%程度の比重であり、129.6 ks 以上の処理材に比べて、不十分な固化成形体となっていることが明らかである。

129.6 ks 以降の造粒を示した処理粉末では、押出成形により良好な固化成形体を得られ、ボールミリング処理時間とともに引張強度は増加することがわかる。

259.2 ks の処理材では約400 MPa の非常に高い引張強度と30%の伸びを持つ、優れた機械的性質を有する材料を作製することができた。

メカニカルアロイング処理をした粉末冶金法アルミニウム合金では、時効硬化型とされる合金系でも、その時効硬化能は著しく低くなることが報告されている³⁾。今回作製した材料についても同様の挙動を示すと考えられ、6063の組成を持ちながら、熱処理を要せずに高い機械的性質を示す材料であるといえる。

Fig. 9 に押出材の TEM 写真を示す。ボールミリング

Fig. 9 TEM image of extruded bar obtained from ball milled 6063 cutting chips.

処理によって微細化された結晶組織は、押出しを行った後も $0.5\mu\text{m}$ 程度であり、通常の6063合金（～数 $10\mu\text{m}$ ）よりも微細なままであることがわかる。引張強度が向上した原因は、微細化強化によるものと考えられる。

4. 結 言

(1) ボールミリング処理の進行に伴い、処理粉末の結晶粒径は微細となることが確認された。結晶粒微細化に伴い処理粉末の硬さは上昇し、259.2 ksの処理によりHV140の値を示した。

(2) 259.2 ksのボールミリング処理によって、処理粉末中の酸素量は0.01%から0.63%まで増加した。この量はポット内に存在する酸素量とほぼ等しく、処理によって酸化反応が進行したためと考えられる。

(3) 良好な機械的性質を示す押出成形体を得るには、切削粉の粉砕を経て、造粒が起こるまでボールミリング処理を行う必要がある。形材切削粉を259.2 ks ボールミリング処理した粉末から作製した押出材は、400 MPaの引張強度と約30%の伸びを示した。

参 考 文 献

- 1) カロス出版編：アルトピア，3（1996），67.
- 2) カリティ：X線回折要論，（1987），94.
- 3) 龍田雅昭，仲 成憲，金子純一，菅又 信：軽金属学会第81回秋期大会講演概要，（1991），121.