6061 アルミニウム合金押出型材の表面粗さに及ぼす 硬質膜被覆ダイスの影響

政 誠一*・松岡 信一**・矢後 俊郎***

Journal of Japan Institute of Light Metals, Vol. 54, No. 8 (2004), pp. 318-322

Effect of hard-coated die on surface roughness of 6061 aluminum alloy extrusions

Seiichi MASA*, Shin-ichi MATSUOKA** and Toshiro YAGO***

Effects of hard-coated die on surface roughness of extruded sheets of aluminum alloy are investigated. Roughness (R_a) of coated area is $0.05\ \mu\text{m}$, $0.1\ \mu\text{m}$ and $0.2\ \mu\text{m}$. Hard-coat films of $3\ \mu\text{m}$ thickness, CrN, TiN and TiAlN, are prepared by Arc Ion Plating. R_a of coated area is observed before extruding, after extruding and after removal of adhesive layer. Average thickness of adhesive layer on the coated area is calculated from volume adhered. When R_a of bearing area (coated area) was decreased, thickness of adhesive layer and R_a of extruded sheets were decreased. However, after removal of adhesive layer, CrN and TiN film ($R_a=0.05\ \mu\text{m}$) had been peeled, and TiAlN film remained unchanged. TiAlN surface roughness (R_a) was also unchanged during extrusion. As a result, roughness (R_a) of extruded sheet could be reduced to less than $0.1\ \mu\text{m}$ by TiAlN-coated die.

(Received January 19, 2004)

Keywords: surface roughness, bearing, extrusion, arc ion plating, TiAlN

1. 緒 言

建築用アルミニウム型材は、高級感の要求とともにダイライン隠蔽性艶消し塗装¹⁾やダイラインを選択的に消すエッチング方法等が表面処理に採用されている。また機械部品用型材においてもダイラインの抑制が求められ、パイプ材では、押出工程のみで高い真円度と表面粗さの低減が要求される。このアルミニウム押出型材の表面粗さの低減には、ダイスベアリング部近傍の温度を通常より高くする方法やボロンやマンガン等の潤滑剤を含むビレットを用いる方法等がある。これらは、いずれもダイスベアリング部のクラックの発生率が高く、ダイスの寿命は短い。ベアリング部のアルミニウム凝着層の性状はダイラインの形成とベアリング部の寿命にとって重要であり多くの研究^{2), 3)}があるが、ダイラインの抑制に関する研究は少ない。また TiAlN や TiAlCrN 等、耐摩耗性・耐酸化性に優れた硬質膜が開発されダイキャストに多用されているが、押出ダイスの実用例は極めて少ない。本研究では、ダイラインを抑制するため、ベアリング部の硬質膜がアルミニウム凝着層の形成や押出型材の表面粗さに与える影響とその硬質膜の耐摩耗性について検討した。

2. 実験方法

2.1 押出方法

本実験では、6061 アルミニウム合金の押出棒を $\phi 60$ に旋

削仕上げした円柱ビレットを用いた。ビレットの組成を **Table 1** に示す。**Fig. 1** に示す熱間工具鋼で作製した実験用押出治具を 2000 kN 縦型油圧プレスに組み込み、無潤滑で押出加工した。**Fig. 2** に本実験で用いた分割ダイスの形状および

Table 1 Chemical composition of 6061 aluminum alloy (mass%)

Si	Fe	Mg	Mn	Cr	Cu	Zn	Ti
0.66	0.2	1.0	0.03	0.08	0.35	0.01	0.01

Fig. 1 Schematic view of tool for extrusion.

* 富山県立大学大学院 (〒934-0098 富山県高岡市上牧野 126-10)。Graduate School, Toyama Prefectural University (126-10 Kamimakino, Takaoka-shi, Toyama 934-0098).

** 富山県立大学 (富山市)。Toyama Prefectural University (Toyama-shi, Toyama).

*** (株)北熱 (富山市)。Hokunetsu Co. Ltd. (Toyama-shi, Toyama).

Fig. 2 Shape and dimensions of die.

寸法を示す。ベアリング中央部の表面から深さ 0.5 mm の位置に熱電対を挿入し、押出温度の設定と測定を行った。ベアリング長さは 4.0 mm、ベアリング角度は -0.5° 一定とした。押出温度 450°C 、ラム速度 0.5 mm/s、押出比 47.1 で押出加工し、得られた押出型材の形状は、厚さ 2 mm、幅 30 mm の平板である。ここでは、化粧材に対応するため、押出型材の表面粗さ (R_a) の目標値を $0.1\ \mu\text{m}$ 以下とした。

2.2 被覆法と条件

アークイオンプレートイング法 (AIP) により、99.9% の Cr, Ti および原子量比 1/1 の Ti/Al の金属焼結体をターゲットとして CrN, TiN および TiAlN をベアリング部に被覆 (以下コーティング) し、膜厚は $3\ \mu\text{m}$ とした。成膜温度は 450°C 、真空度は 3.99 Pa、成膜時間は 1 時間、加熱・冷却時間は 5 時間である。

2.3 ベアリング部および押出型材の表面粗さ測定

コーティング前のベアリング面を押出方向と垂直な方向に研磨し表面粗さを調整した。コーティングの種類により表面粗さが異なるため、コーティング後のベアリング部を再度、押出方向と垂直な方向にダイヤモンド砥粒で研磨し表面粗さを一定に調整した。ベアリング部の表面粗さの測定位置を Fig. 3 に示す。押出型材の表面粗さの測定位置は、押出長さ 500, 1000, 1500, 2000 mm とし、全測定値の平均値を押出型材の表面粗さ (R_a) とした。表面粗さ計は Mahr 社製表面形状測定機 (触針半径 $2\ \mu\text{m}$ 、負荷荷重 100 mg、先端角 90° 、評価長さ 4.0 mm) を用いた。

2.4 アルミニウム凝着層の観察

アルミニウム凝着層は Cahl Zeiss 社製レーザ顕微鏡により観察した。凝着層厚さはベアリング中央部 (長さ 2.844 mm、幅 1.896 mm) の凝着層除去前後の体積変化量から算出した。なお、アルミニウム凝着層は、10% NaOH 水溶液中に 20°C で 2 時間浸漬後、超音波洗浄して除去した。

2.5 摩擦係数の測定

CSEM 社製摩擦摩耗試験機 (Ball-on-disk) を用い、膜厚 $3\ \mu\text{m}$ のコーティング試験片 (SKD61 : HRC49 $\pm$ 1) の摩擦係数を測定した。ボール径 6.0 mm (A6061-T6)、負荷荷重 10 N、摩擦回転半径 3.0 mm、周速度 100 mm/s、摺動距離 50 m で試験を行った。

2.6 臨界荷重の測定

CSEM 社製スクラッチ試験機を用い、コーティング試験片

Fig. 3 Measuring points on the bearing area of die.

Fig. 4 Relationship between ram stroke and extrusion pressure.

(SKD61 : HRC49 $\pm$ 1) の臨界荷重を測定した。スクラッチ速度 10 mm/min、負荷速度 100 N/min、ロックウェル圧子で測定した。

2.7 硬さ試験と内部応力測定

Fisher 製微小硬さ計を用い、コーティング試験片 (SKD61 : HRC49 $\pm$ 1) の硬さを測定した。荷重増減条件 20 mN/20 s、クリープ時間 1 秒、押込み深さ $0.1\sim 0.2\ \mu\text{m}$ 、ベルコピッチ圧子で塑性変形硬さ⁴⁾を測定した後、ビッカース硬さに換算した。また SUS304 の試験片 (長さ 40 mm、幅 5 mm、厚さ 0.5 mm) に膜厚 $3\ \mu\text{m}$ のコーティングを施し片持梁法により内部応力を測定した。

2.8 EDS 測定

走査型電子顕微鏡 (日立製作所製 S4100) を用いて、コーティング層とアルミニウム凝着層の界面を Al, Mg, Cr, Ti について線分析した。

3. 実験結果と考察

3.1 硬質膜の機械的性質^{5)~10)}

SKD61 の試験片に CrN, TiN および TiAlN をコーティングした場合とコーティング無 (母材 : Non) の場合の表面粗さ (R_a)、摩擦係数、ビッカース硬さおよび臨界荷重を Table 2 に示す。TiN の場合は母材と同等の平滑な表面が得られたが、CrN および TiAlN はアークによる溶融粒子が発生しやすく試験片表面に高さおよび径が $1\ \mu\text{m}$ 程度のドロップレットが形成したためコーティング後の R_a は母材に比べ大きくなった。ビッカース硬さは TiAlN > TiN > CrN の順に高く、臨界荷重は CrN > TiN = TiAlN の順に高くなった。摩擦摩耗試験では、摩擦係数は CrN > TiN > TiAlN の順に高く、いずれのコーティングにもアルミニウムが移着した。移着物質を除去後、光学顕微鏡で観察した結果、CrN と TiN は剥離が認められたが、TiAlN は剥離が認められなかった。

3.2 ベアリング部の表面粗さ (Ra) と押出挙動

3.2.1 ベアリング部の粗さ (Ra): $0.05\ \mu\text{m}$ の場合

ベアリング部に CrN, TiN および TiAlN をコーティングしたダイスとコーティング無 (Non) のダイスを用いて押出実験を行った。Fig. 4 にラムストロークと押出圧力の関係を示す。コーティングの新生面にアルミニウムが接触する押出開始直後の圧力の最高値は, Non>CrN>TiN>TiAlN の順となり, 摩擦係数の大きさの順序と類似した。コーティングダイスのストローク進行に伴う圧力の変化はいずれも同じ傾向であるが, コーティング無 (Non) のダイスは押出後期に圧力が低下する。この時点におけるコーティングダイスのベアリング近傍温度は, いずれも押出直後に最高温度 466°C に達し, 徐々に 457°C まで低下した。これに対して, コーティング無 (Non) の場合は, 467°C まで達した後, 462°C までの低下にとどまった。コーティングダイスの摩擦発熱量はコーティング無 (Non) のダイスに比べて少ないため, 押出後期の圧力の違いが生じたものと推測された。Fig. 5 に押出加工後のベアリング部の概観写真を示す。白色の部分が凝着層を示す。(b) CrN ダイスはベアリング部とアルミニウムが強く凝着し, ダイスと型材を分離する際, 凝着層を伴ったコーティング層が, 母材から带状 (長さ 2 mm , 幅 26 mm) に剥離した。(c) TiN ダイスは, ダイスと型材を分離する際, 凝着層を伴ったコーティングの表層が, 带状 (長さ 2 mm , 幅 26 mm) に剥離した。(d) TiAlN ダイスでは, ベアリング部前方域に带状 (長さ 1 mm , 幅 28 mm) の凝着層が観察された。ベアリング角度 -0.5° のダイスを用いた場合, ベアリング部前方域にアルミニウムが強く接触摺動し, この部分の表面物性が耐摩耗性や凝着層の性状および押出型材の表面粗さに影響すると思われる。コーティングの剥離や摩耗に対する強度は, 剥離の面積と深さから判断して $\text{TiAlN}>\text{TiN}>\text{CrN}$ の順に強いと推測される。しかし, Table 2 に示す内部応力 (圧縮応力) は CrN が最も小さく, 臨界荷重は CrN が最も大きいこと, さらに耐酸化温度は $\text{TiAlN}>\text{CrN}>\text{TiN}^{(9), (10)}$ の順であることからコーティング初期の機械的性質だけで剥離や摩耗に対する強度の順序を説明することはできない。

アルミニウムとコーティングの親和性を調べるため凝着層断面を EDS 線分析した結果を Fig. 6 に示す。母材からコーティングが剥離した CrN の場合はアルミニウム凝着層への Cr の反応域が $3\ \mu\text{m}$ 程度に達し, 界面は強固な接合面である

Fig. 5 Example of adhesive layer on PVD coated area.

Table 2 Mechanical properties of coating film

Properties	Non	CrN	TiN	TiAlN
Roughness Ra (μm)	0.033	0.096	0.033	0.092
Hardness (HV)	540	1297	1425	1786
Critical load (N)	—	49.5	32.2	31.2
Friction coefficient	0.529	0.519	0.497	0.452
Internal stress (— GPa)	—	1.30	3.61	3.88

Fig. 6 EDS lines scan for the elements of Al, Cr, Ti and Mg across the adhesive layer on the PVD coat.

Table 3 Roughness (R_a) of various extruded (μm)

	Non	CrN	TiN	TiAlN
(a) Before extrusion	0.057	0.054	0.061	0.042
(b) After extrusion	0.176	—	—	1.369
(c) After removal of adhesive layer	0.065	0.077	0.114	0.046
(d) Extruded sheet	0.108	0.185	0.075	0.086
(e) Thickness of adhesive layer	24.3	—	—	19.8

Fig. 7 Relationship between ram stroke and extrusion pressure.

ことを裏付けている。コーティングの表層が剥離した TiN の Ti の反応域は $1\mu\text{m}$ 程度、局所的な凝着層が形成した TiAlN の Ti の反応域は $1\mu\text{m}$ 以下と推測される。これらのことから、TiAlN はアルミニウムとの親和性に乏しく、Ti の移動量が少ないため、最も耐摩耗性に優れると考えられる。**Table 3** はそれぞれ押出加工前のベアリング部 (a)、押出加工後のベアリング部 (b)、凝着層除去後のベアリング部 (c)、押出型材 (d) の粗さ (R_a) およびベアリング部のアルミニウム凝着層厚さ (e) を示す。TiAlN の場合、局所的な凝着層の形成により押出加工後のベアリング部の R_a は高いが、ベアリング部の平均凝着層厚さは $20\mu\text{m}$ 以下で、押出型材の R_a も目標の $0.1\mu\text{m}$ 以下である。また凝着層除去後の R_a は、 $0.046\mu\text{m}$ と押出加工前の状態と同等であり、耐摩耗性に優れることが確認された。

3.2.2 ベアリング部の粗さ (R_a): $0.1\mu\text{m}$ の場合

ベアリング部の表面に粗さをつけて、その凹凸の谷の部分にアルミニウムを凝着させた。これは摺動面積を低減させるためにベアリング部の山の部分のみで摺動を行うものである。**Fig. 7** にベアリング部の R_a を $0.1\mu\text{m}$ 前後に調整した場合のラムストロークと押出圧力の関係を示す。ストローク: 15mm の圧力で比較すると、 R_a が $0.05\mu\text{m}$ の場合に比べてコーティング無 (以下 Non), CrN および TiN は、 35MPa 程度低下する。また TiAlN は約 15MPa の低下にとどまった。**Fig. 8** に押出加工後のベアリング部の概観写真を示す。白色の部分は凝着層を示す。Non, CrN および TiN はベアリング部後方域に研磨方向に沿った凝着層が観察されるが、TiAlN

Fig. 8 Example of adhesive layer on PVD coated area.**Table 4** Roughness (R_a) of various extruded (μm)

	Non	CrN	TiN	TiAlN
(a) Before extrusion	0.085	0.106	0.101	0.103
(b) After extrusion	0.128	0.167	0.127	0.069
(d) Extruded sheet	0.089	0.121	0.114	0.067
(e) Thickness of adhesive layer	26.1	24.1	21.1	18.5

Fig. 9 Relationship between ram stroke and extrusion pressure.

は凝着層が薄く局所的な形成も見当たらなかった。**Table 4** に各コーティングの押出加工前 (a)、押出加工後 (b) および押出型材 (d) のそれぞれの粗さ (R_a) を示す。TiAlN の凝着層厚さは $20\mu\text{m}$ 以下で押出型材の R_a も目標の $0.1\mu\text{m}$ 以下となった。

3.2.3 ベアリング部の粗さ (R_a): $0.2\mu\text{m}$ の場合

Fig. 9 にベアリング部の粗さ (R_a) を $0.2\mu\text{m}$ 前後に調整した場合のラムストロークと押出圧力の関係を示す。コーティングの種類にかかわらず押出圧力の傾向は類似する。**Fig. 10** に押出加工後のベアリング部の概観写真を示す。白色の部分

Fig. 10 Example of adhesive layer on PVD coated area.

Table 5 Roughness (R_a) of various extruded (μm)

	Non	CrN	TiN	TiAlN
(a) Before extrusion	0.214	0.175	0.203	0.212
(b) After extrusion	0.200	0.152	0.134	0.161
(d) Extruded sheet	0.157	0.102	0.104	0.116
(e) Thickness of adhesive layer	32.3	25.9	24.1	26.4

は凝着層を示し、押出加工前の研磨痕に沿った凝着層が観察される。コーティング無 (a) はベアリング部全域に厚い凝着層が観察され、他の (b)~(d) ダイスは、ベアリング部中央部から後方にかけて凝着層が次第に厚くなる様子が観察された。ベアリング部の押出加工前 (a)、押出加工後 (b) および押出型材 (d) のそれぞれの粗さ (R_a) を Table 5 に示す。CrN、TiN および TiAlN の押出加工後 (b) の R_a と凝着層の厚さ (e) はコーティングとアルミニウムとの親和性にかかわらず同等となり、ベアリング部とアルミニウムとの実質的な摺動面積は一定になると考えられる。Fig. 11 に凝着層厚さと押出型材の R_a との関係を示す。コーティングの種類にかかわらず凝着層が薄くなると、押出型材の R_a が減少することが確認される。これらのことから R_a が $0.1 \mu\text{m}$ 以下の押出型材を得るには、凝着層厚さを $20 \mu\text{m}$ 以下にする必要がある、これに対するコーティングとして TiAlN が最適と考えられる。

4. 結 言

押出型材のダイラインを抑制するため、押出加工前のベア

Fig. 11 Relationship between thickness of adhesive layer and R_a of extruded sheet.

リング部の表面粗さ (R_a)、コーティングの物性、押出加工後のベアリング部の凝着層厚さおよび押出型材の表面粗さの関係を調べ、以下の知見を得た。

(1) 押出加工前の金型の表面粗さ (R_a) が低下して $0.05 \mu\text{m}$ に達するとアルミニウムとベアリング部の摺動面積が増加して押出圧力が高くなる。アルミニウムの凝着層厚さが減少するため、押出型材はコーティングの表面物性の影響を受けやすく、ダイラインは抑制される。また、コーティングの構成元素の一部がアルミニウム凝着層へ移動し反応域が形成される。

(2) 押出加工前の金型の表面粗さ (R_a) が増加して $0.2 \mu\text{m}$ に達するとアルミニウムとベアリング部の摺動面積が減少し、凝着層厚さが増加する。押出型材はコーティングの表面物性の影響を受けにくく、コーティングの種類にかかわらず表面粗さ (R_a) は一定となる。

(3) ベアリング部に CrN、TiN および TiAlN をコーティングした場合、コーティングとアルミニウム凝着層界面の反応域の幅は $\text{CrN} > \text{TiN} > \text{TiAlN}$ の順に拡大する。

(4) ベアリング部に TiAlN をコーティングして表面粗さ (R_a) を $0.1 \mu\text{m}$ に調整した場合、凝着層厚さが $20 \mu\text{m}$ 以下となり、ダイラインが抑制された押出型材を得ることができる。

参 考 文 献

- 1) 政 誠一, 宮崎哲郎: 日本機械学会第 6 回機械材料・材料加工技術講演会講演論文集, **13** (1998), 21.
- 2) M. Tokizawa and N. Takatiji: Transactions of the Japan Institute of Metals, **29** (1988), 69.
- 3) 時沢 貢, 堂田邦明, 室谷和雄: 精密機械, **41** (1975), 67.
- 4) 中上光明, 川上信之, R・D: 神戸製鋼技報, **52** (2002), 74.
- 5) 政 誠一, 松岡信一, 矢後俊郎: 軽金属学会第 104 回春期大会講演概要, (2003), 141.
- 6) 政 誠一, 松岡信一, 矢後俊郎: 日本機械学会 2003 年度年次大会講演論文集, **1** (2003), 399.
- 7) 政 誠一, 松岡信一, 矢後俊郎: 第 54 回塑性加工連合講演会講演論文集, (2003), 359.
- 8) 政 誠一, 松岡信一, 矢後俊郎: 軽金属学会第 105 回秋期大会講演概要, (2003), 141.
- 9) P. H. Mayrhofer, H. Willmann and C. Mitterer: Surface and Coating Technology, **146-147** (2001), 222.
- 10) T. Ikeda and H. Satoh: Thin Solid Films, **195** (1991), 99.