高力 Al–Zn–Mg–Cu 系合金の熱間押出における
テアリング発生挙動ゲンバンルン スカンタカン*・船塚 達也**
高辻 則夫**・村上 哲***・堂田 邦明****Journal of The Japan Institute of Light Metals, Vol. 68, No. 12 (2018), 660–666
© 2018 The Japan Institute of Light Metals

Tearing mechanism for high-strength Al–Zn–Mg–Cu alloys in hot extrusion

Sukunthakan NGERNBAMRUNG*, Tatsuya FUNAZUKA**, Norio TAKATSUJI**
Satoshi MURAKAMI*** and Kuniaki DOHDA****

In hot extrusion, tearing plays an important role on surface quality of profiles. In this study, extrudability of 7075 aluminum alloy without tearing was quantified by extrusion limit diagram, which is a relationship between temperatures and speeds. Tearing appearance and distribution of elements were investigated to assess tearing mechanism. According to the diagram, tearing easily occurs at high temperature and high speed conditions. Micro-solid bridge was observed at tearing surface to indicate the localization of melting of soluble Al_2CuMg and MgZn_2 compounds because temperature increased by friction coupled with tension stress at a die region. During hot extrusion, recrystallization affects the grain growth, intermetallic compounds were formed at grain boundaries reducing bonding strength between grains promoting tearing sensitivity. Zinc and magnesium concentration is high at the vicinity of grain boundaries because of diffusion into aluminum-matrix whereas insoluble $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$ particles were large and remained at grain boundaries resulting in tearing. Grain refinement can decrease a size of insoluble compounds and promote scattering of soluble compounds. Therefore, to reduce tearing sensitivity, grain refinement has to be controlled during hot extrusion process by controlling chemical composition of billet and friction at bearing region. This causes temperature to increase and thus, induce recrystallization.

(Received June 7, 2018 Accepted August 28, 2018)

Keywords: aluminum alloy; high-strength alloy; hot extrusion; tearing mechanism

1. 緒 言

7000系アルミニウム合金は、高強度合金であり、輸送機器や航空宇宙分野で軽量化を目的に多種多様な製品に使用されている。また、7000系アルミニウム合金¹⁾は、比強度が高く、耐腐食性、電気および熱伝導性に優れ、熱処理によって強度を向上させることができる。7000系アルミニウム合金の中でもA7075合金は、最も強度が高く、航空機部品やスポーツ用品など幅広い分野でのさらなる応用が期待されている。

アルミニウム合金の加工には、一度の変形で任意の形状を得られ、生産性の高い熱間押出加工が多く用いられている²⁾。しかし、A7075合金の変形抵抗が高く、難加工アルミニウム合金であるため、押出材生産速度は約2.0m/minと押出速度が著しく制限される。加えて、A7075合金は、熱間押出加工中に押出材表面にテアリングと呼ばれる割れ状欠陥が発生することが知られている^{3), 4)}。

熱間押出に用いられる合金の押出性は、押出限界線図により評価され、テアリングが発生する押出限界は、ビレット温度および押出速度が大きく関係している。Arifら⁵⁾は、高押出速度およびビレット温度が高い条件でテアリングを発生しやすくなると報告した。Pradip⁶⁾は、熱間押出中に、ビレットと工具界面での摩擦熱が、ビレットの初期溶融温度に達することで、境界面で局所的な溶融が発生すると報告した。MetzとFlemings^{7), 8)}は、Al–4%Cu, Al–4%SiおよびAl–7%Siを含むアルミニウム合金の半溶融状態における結晶粒、せん断応力および溶融比の影響を調べるために、せん断試験機を開発し、成形中に加わる引張応力により、結晶粒界でテアリングが発生することを報告した。また、Rappazら⁹⁾は、溶融した金属間化合物は高温で結晶粒界に堆積し、せん断変形時に引張応力が生じることによって、結晶粒界からテアリングが発生すると報告した。また、結晶粒界に堆積した化合物であるMicro-solid bridgeが発生し、粒界割れの起点となること

* 富山大学大学院理工学教育部 大学院生 (〒930–8555 富山県富山市五福3190) Graduate student, Graduate School of Science and Engineering for Education, Toyama University (3190 Gofuku, Toyama-shi, Toyama, 930–8555)

** 富山大学大学院理工学研究部 (富山市) Graduate School of Science and Engineering for Research, Toyama University (Toyama-shi, Toyama)

*** アイシン軽金属株式会社 (射水市) AISIN KEIKINZOKU Co., Ltd. (Imizu-shi, Toyama)

**** Department of Mechanical Engineering, Northwestern University (Evanston, IL, USA)

Fig. 1 (a) The 200-ton horizontal oil press machine, (b) extrusion tooling.

Table 1 Chemical composition of A7075 (mass%).

Alloy	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn	Zr	Ti	Al
A7075	0.08	0.21	1.78	0.05	2.46	0.19	5.61	—	0.01	Bal.

を報告した。加えて、A7075合金は高温時に亜鉛（Zn）、マグネシウム（Mg）、銅（Cu）および鉄（Fe）などの合金元素が結晶粒界に移動し、特にZn濃度が最も高くなることが報告されている^{10)~12)}。以上のように、成形速度向上を目的に、テアリングが発生する加工条件の影響について様々な研究が行われてきた。しかし、熱間押出加工におけるテアリングの発生条件や合金元素や金属間化合物が割れのメカニズムに与える影響などについては、まだ十分に明らかにされていない。

本研究は、難加工アルミニウム合金であるA7075合金の熱間押出におけるテアリング発生条件を押出限界線図より明らかにすることを目的に、押出後の押出材の表面観察およびテアリング近傍の合金元素による金属間化合物の偏析を観察し、テアリングの発生メカニズムを明らかにする。

2. 実験方法

本実験では、供試のA7075合金を用いて熱間押出加工を行った。合金の組成をTable 1に示す。押出に用いたビレットは、均質化処理を施した鋳造材から旋削により作製した。ビレットの形状は、 $\phi 41.5$ mm、長さ120mmである。Fig. 1に熱間押出実験で使用する200ton横型油圧プレス機を示す。コンテナ内にカートリッジヒーターと熱電対が取り付けられている。ビレット温度とラム速度は、コントローラによって設定することができる。熱間押出における押出荷重はプレス機の油圧制御装置に取り付けられた圧力センサーで測定し、ラムストロークは、レーザー変位計から測定される。

Fig. 2 Die shaped.

Table 2 Hot extrusion testing conditions.

Billet size (mm)	$\phi 41.5 \times 120$
Billet temperature ($^{\circ}\text{C}$)	425, 450, 475, 500
Ram speed (mm/s)	0.5–11.5
Ram stroke (mm)	80
Extrusion ratio	49

本実験で使用したダイスの形状をFig. 2に示す。ダイスの材質は窒化処理を施したSKD61（HRC48）である。ダイスベアリング部の形状は、幅18.6mm、厚さ1.5mmの長方形であり、ベアリングの長さは3mmである。また、本実験の押出比は49である。ビレット温度は425～500 $^{\circ}\text{C}$ とし、ラム速度は0.5～11.5mm/sとした。押出前に、ビレットとダイスを設定した押出温度で2.5h加熱保持した。熱間押出実験から調査に必要である押出材を採取した。本実験の熱間押出条件をTable 2に示す。押出実験から得られた結果を用いて押出限界線図を作成する。

押出材表面のテアリング観察には、デジタルマイクロスコプ（Digital Microscope）を用いた。押出材と押残材のミクロ組織観察は光学顕微鏡（Optical Microscope: OM）、電子線マイクロアナライザ（Electron Probe Micro Analysis: EPMA）の走査型電子顕微鏡（Scanning Electron Microscopy: SEM）を用いた。Zn, Mg, CuおよびFe濃度を含む金属間化合物観察はEPMAの波長分散分光法（Wavelength-Dispersive Spectroscopy: WDS）とエネルギー分散型X線分光法（Energy Dispersive X-ray Spectrometry: EDS）を用いた。観察前に押出材の表面はバフ研磨により鏡面研磨し、1% NaOH水溶液中で3min腐食後、5% HNO₃水溶液中で洗浄した。

3. 実験結果および考察

3.1 押出材表面観察と押出限界曲線

ラム速度1.5mm/s、ビレット温度450 $^{\circ}\text{C}$ の時の押出材表面の外観図をFig. 3に示す。熱間押出実験後の押出材の全長は3600mmである。押出材先端から600mm（記号：(I)）、1800mm（記号：(II)）、3000mm（記号：(III)）地点の押出材の表面を観察した。600mm地点では、き裂が発生していないが、1800mm地点では押出材表面に小さなき裂が発生している。3000mm地点でき裂が明らかに発生していることがわかる。以上のことから、テアリングは押出後半で顕著に観察されるため、本実験では押始めから3000mm地点での押出材

Fig. 3 Surface appearance of extruded part at temperature 450°C with extrusion speed of 1.5 mm/s at difference distance from the tip head by z-axis view; (I) 600 mm, (II) 1800 mm, (III) 3000 mm.

Fig. 4 Effect of extrusion temperature on generated tearing on surface of extruded part of A7075 at extrusion speed of 1 mm/s by z-axis view; (a) without tearing (temperature 425°C), (b) micro-tearing (temperature 475°C), (c) macro-tearing (temperature 500°C).

Fig. 5 Extrusion limit diagram of A7075.

の表面観察を行う。

Fig. 4にラム速度1 mm/s、ビレット温度が425, 475, 500°Cの時の押出材表面の外観図を示す。テアリングのない表面を記号：○とし、テアリング深さが50 μm未満のマイクロテアリングを記号：△とし、テアリング深さが50 μm以上のマクロテアリングを記号：×とした。

本実験で得られたA7075合金の押出限界線図をFig. 5に示す。Arifら⁵⁾の報告と同様に、高温・高速条件でテアリングが多く発生する傾向が見られた。

3.2 押残材と押出材の組織観察

A7075合金の熱間押出中の現象を観察するために、ダイス

ベアリング付近の押出材と押残材の組織観察を行った。押出速度1 mm/s、500°Cで押出した押残材の組織およびSEM像をFig. 6に示す。主変形領域、せん断領域およびベアリングの出口部を観察した。観察箇所として、ディスクカード内の主変形領域を①とし、ダイベアリング流入部の主変形領域を②とした。同様に、ディスクカード内の内部せん断領域を③とし、ダイベアリング流入部の内部せん断領域を④とした。最も強いせん断変形が起こるダイベアリング部付近の押出材表面を⑤として観察を行った。主変形領域での結晶粒の形状の変化として観察箇所①では粒状の結晶組織が、観察箇所②では結晶粒に引張と圧縮がかかることで長方形に粒状が変化している。さらに成形が進むと、観察箇所③、④のように繊維状の結晶組織となる。ベアリング内の組織をFig. 6の⑤-1に示す。ベアリング出口部で最表面の結晶粒は再結晶を起こし、結晶粒が粗大化している。また、ベアリング部出口近傍の⑤-2と⑤-3のSEM像から、さらに再結晶が進んだ組織で初期のき裂が発生していることがわかる。

3.3 押出材表面のテアリング破面観察

押出材に発生したテアリングについて、さらに詳細に破壊原因や破壊機構の情報を得るため破面観察を行った。Fig. 7(a) および (b) に本実験で発生したマクロテアリングの破面先端のSEM像を示す。押出材表面のき裂の先端に、き裂の開始地点があり、き裂が伝播した線が押出材内部に伸びていることがわかる。熱間押出中に材料がベアリング部を通り過ぎる際、ベアリング出口部の端部で強い引張応力が加わ

Fig. 6 Microstructure of residual material at main deformation zone, shear deformation zone and metal flow out zone and SEM image of initial crack by z-axis view of A7075 extrusion at temperature 500°C and extrusion speed of 1 mm/s.

Fig. 7 SEM image of tearing surface of A7075 at temperature 500°C and extrusion speed of 1 mm/s by x-axis view; (a) Initial crack at the edge and crack propagation line, (b) tearing surface morphology.

ることでき裂が発生し、押出材内部に伝播したと考えられる。Fig. 7(b) より、高倍率で破面を観察すると、破面には無数の粒状の突起が見られ、凝固割れ破面であることがわかる。また、Fig. 8 にテアリング破面で観察された Micro-solid bridge を示す。Micro-solid bridge の発生からも押出材の一部の領域が溶融していることが確認できた。凝固割れは、熔融金属の最終凝固部が完全に凝固していない半溶融状態で収縮ひずみが加わるため生じるとされている。また、低融点化合物や元素は凝固する際に固まりにくい。そのため、最終凝固力に対して抵抗力がなく、割れが生じやすいとされている。したがって、熱間押出中に溶融する低融点化合物や元素を特定する必要がある。

A7075 合金の主添加元素は Zn, Cu, Mg, Fe である。それらによって casting 時に $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$, Al_2CuMg , MgZn_2 などの金属間化合物が形成される。そのため、熱間押出では、 $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$ や

Fig. 8 SEM image of micro-solid bridge at tearing surface of A7075 by x-axis view at temperature 500°C and extrusion speed of 1 mm/s.

Fig. 9 Element of Zn and Mg at the vicinity of grain boundaries and element of Cu and Fe at grain boundaries of A7075 billet before extrusion.

Al_2CuMg , MgZn_2 などの金属間化合物が結晶粒界に存在することが考えられる。熱間押出前のビレットのEPMAのWDS観察結果をFig. 9に示す。 $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$ や Al_2CuMg , MgZn_2 が結晶粒界に存在していることがわかる。熱間成形時にビレット組織が粗大化することで、金属間化合物も大きくなると考えられる。また、可溶性の金属間化合物は、その一部がダイスベアリング部通過後の空冷中にアルミニウムマトリックス内に拡散することが考えられる。 Al_2CuMg および MgZn_2 の溶融

Table 3 Element at micro-solid bridge by EDS analysis.

Formula	Mass (%)	Atom (%)
Al	73.95	92.23
Zn	5.37	2.77
Mg	1.79	2.47
Cu	0.78	0.42
Fe	nd	nd
Cr	0.24	0.15
Si	0.12	0.14
Total	83.50	100.00

Fig. 10 Element of Zn and Mg at the vicinity of grain boundary and element of Cu and Fe at grain boundary of extruded part of A7075 observation by z-axis view.

点は $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$ の溶融点と比較して低く、加えて、 Al_2CuMg および MgZn_2 は可溶性の金属間化合物で部分的にアルミニウムマトリックス相に溶け込むことができる。一方、 $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$ は不溶性の金属間化合物であることがわかっている^{13)~16)}。Micro-solid bridgeをEDSで分析した結果をTable 3に示す。EDSの分析結果から、Micro-solid bridgeはZn, Cu, Mgを明らかに多く含んでいることがわかる。

押出材表面のテアリング近傍におけるEPMAのWDS観察の結果をFig. 10に示す。アルミニウムマトリックス内に拡散したZnやMg, Cuが結晶粒界の近傍に明らかに観察される。また、結晶粒界では、CuとFeが高濃度で観察され、アルミニウムマトリックスに不溶性の金属間化合物である $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$ が結晶粒界に留まっていることがわかる¹⁷⁾。

押出材中央の繊維状組織部分におけるEPMAのWDS観察の結果をFig. 11に示す。Zn, Mg, Cu, Feの偏析が少なく、金属間化合物の大きさも小さいことがわかる。

以上の結果から、熱間押出中に、可溶性の金属間化合物である Al_2CuMg および MgZn_2 が粗大化した結晶粒の粒界に偏析し、溶融したことがわかる。

3.4 テアリング発生メカニズムの考察

3.1節から3.3節の結果から、テアリング発生のメカニズムを

Fig. 11 Element of Zn, Mg, Cu and Fe at fibrous structure of extruded part of A7075 observation by z-axis view.

Fig. 12 An idealized presentation of tearing mechanism relation to grain size and element distribution during hot extrusion.

Table 4 Chemical composition of developed alloys (mass%).

Alloy	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn	Zr	Ti	Al
Developed alloy	0.05	0.15	0.25	0.25	1.70	—	6.65	0.20	0.02	Bal.

Fig. 13 Microstructure of billet before hot extrusion; (a) A7075 (grain size 429 μm), (b) developed alloy (grain size 84 μm).

考察する。**Fig. 12**にテアリング発生メカニズムモデルを示す。

熱間押出加工などの熱間塑性加工では、加工中に工具-素材間の摩擦によって温度が上昇する^{(18), (19)}。熱間押出加工では材料がコンテナからダイスベアリング角部へ流入するとき、ダイスベアリング部で大きな圧縮応力と摩擦による加工発熱が発生し、最大100°C程度温度が上昇する^{(20), (21)}。したがって、加工発熱によってダイスベアリング出口部の押出材表面の結晶粒が粗大化している。加えて、その結晶粒界に介在する金属間化合物のサイズも大きくなり、結晶粒界に偏析する。また、材料がダイスベアリング部を通過する際、押出材の表面の温度は固相線温度以上となり、材料の一部が熔融し、固相と液相が混在する半熔融状態となる。押出材はダイスベアリング部通過後に冷却されることで、半熔融部分に凝固による引張応力が加わり、完全に凝固していない液相から割れが生じると考えられる。A7075合金の場合は、 Al_2CuMg 、 MgZn_2 などの可溶性の金属間化合物が粒界で溶解することで割れの起点となると考えられる。大きな引張応力が発生することで、き裂が進展すると考えられる。

テアリングの発生には熱的要因が大きく影響することが明らかになった。テアリング抑制には、加工発熱を抑える必要がある。また、材料が固相線温度を超えた場合に優先的に熔融する低融点化合物が偏析した結晶粒界を起点とした凝固割れが起こりやすいと考えられ、微細繊維組織化に寄与する組織制御が有用であると考えられる。

4. テアリング抑制方法の検討

3章で熱間押出中の加工発熱によって押出材表面の結晶粒径が粗大化することがわかった。加えて、結晶粒界に介在する金属間化合物が粗大化し、それらが偏析するためテアリングが発生することがわかった。そこで、テアリングを抑制するために、結晶組織および金属間化合物の大きさを制御する必要がある。そこで、微細繊維組織化に寄与すると考えられる金属元素を添加したAl-Zn-Mg-Cu系合金（開発合金）を開

Fig. 14 The extrusion limit diagram of developed alloy and A7075.

開発し、A7075合金の押出限界曲線と比較する。**Table 4**に開発合金の組成を示す。一般的に7000系アルミニウム合金では、Cu、Mg、Znに加えてマンガン（Mn）などが合金の強度の向上のために添加される。開発合金では、合金中の結晶粒の微細化に寄与するとされるジルコニウム（Zr 0.20 mass%）を添加し、同時に、結晶粒界で熔融する合金相を減少させるために、Cu（1.78 mass%から0.25 mass%）、Mg（2.46 mass%から1.70 mass%）およびFe（0.21 mass%から0.15 mass%）の添加量を減少させた。開発合金のZn（5.61 mass%から6.65 mass%）の添加量を**Table 1**のA7075合金より多く設定することで、冷間での引張強度が500 MPa級となり、A7075合金と同等の強度を持っている⁽²²⁾。一方で、熱間ではA7075合金より変形抵抗が低く、加工性が良い。**Fig. 13**(a)にA7075合金、(b)に開発合金の押出前のビレットのミクロ組織を示

す。押出前の結晶粒径はA7075合金で $429\mu\text{m}$ 、開発合金で $84\mu\text{m}$ となり、Zrなどの添加元素の影響によって開発合金の結晶粒は明らかに小さくなった。

Fig. 14にFig. 5で示したA7075合金と開発合金の押出限界曲線の比較を示す。開発合金はA7075に比べて押出限界が高く、高温・高速条件でもテアリングが発生しにくくなった。

以上のことから、テアリングの抑制に結晶組織の微細化に寄与する金属元素を添加することは有効な手段の一つであることがわかった。

5. 結 言

A7075合金の熱間押出におけるテアリング発生に及ぼす押出条件の影響と発生機構の検討を行った。実験結果から以下のことが明らかとなった。

(1) 熱間押出実験の結果より、押出条件が高温・高速になるとテアリングが多く発生する傾向となった。また、押出前半部分と比べて押出後半部分でテアリング深さが大きくなる傾向となった。

(2) テアリングの破面観察の結果、熱間押出中に材料の一部が溶融したことによって発生する凝固割れ破面となった。

(3) ミクロ組織観察と元素分析の結果、 Al_2CuMg 、 $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$ および MgZn_2 が観察された。テアリング近傍では再結晶組織と結晶粒界でのこれらの金属間化合物の偏析が無数に観察された。金属間化合物の偏析は繊維状組織部分では観察されなかった。

(4) テアリング抑制には、金属間化合物を構成するMgやCu、Feといった合金成分を減少させることや、ZrやMnなどの結晶粒微細化に寄与する金属元素を添加するなどの結晶組織制御が有効であった。

謝 辞

アイシン軽金属株式会社の吉田朋夫氏、柴田果林氏、当時、富山大学大学院に在籍した鈴木雄大氏（現 ファナック株式会社）が実験遂行に協力をされたことに深く感謝申し上げます。

参 考 文 献

- 1) W. Z. Misiolek: Metalworking: Bulk Forming, ed. by S. L. Semiatin, ASM Handbook Vol. 14A, (2005), 522–527.
- 2) S. K. Pradip: Aluminum Extrusion Technology, ed. by ASM Int., (2000), 187–209.
- 3) R. Akeret and P. M. Stratman: Light Met Pt. I–II. Age, **31** (1973), 15–18.
- 4) E. Tempelman, H. Shercliff and B. N. van Eyben: Manufacturing and Design, Butterworth-Heinemann, (2014), 69–83.
- 5) A. F. M. Arif, A. K. Sheikh, S. Z. Qamar, M. K. Raza and K. M. Al-Fuhaid: KFUPM, **5** (2002), 137–154.
- 6) S. K. Pradip: Wear, **218** (1998), 179–190.
- 7) S. A. Metz and M. C. Flemings: AFS Trans., **77** (1969), 329–334.
- 8) S. A. Metz and M. C. Flemings: AFS Trans., **78** (1970), 453–460.
- 9) M. Rappaz, I. Farup and J.-M. Drezet: The Merton C. Flemings Symposium, MIT, (2000), 213–222.
- 10) A. Joshi, C. R. Shastri and M. Levy: Metall. Trans. A, **12A** (1981), 1081–1088.
- 11) G. Sha, L. Yao, X. Liao, S. P. Ringer, Z. C. Duan and T. G. Langdon: Ultramicroscopy, **111** (2011), 500–505.
- 12) X. L. Zou, H. Yan and X. H. Chen: Nonferrous Met. Soc., **27** (2017), 2146–2155.
- 13) W. D. Vernam and B. W. Lifga: US Patent, No. 4711762, (1987).
- 14) H. V. Atkinson, K. Burke and G. Vaneetveld: Mater. Sci. Eng., **A490** (2008), 266–276.
- 15) B. Binesh and M. Aghaie-Khafri: Mater. Charact., **106** (2015), 390–403.
- 16) P. Rambabu, N. Eswara Prasad, V. V. Kutumbarao and R. J. H. Wanhil: Aerospace Materials and Material Technologies, Vol. 1, Springer Verlag, Singapore, (2017), 29–52.
- 17) X. Zou, H. Yan and X. Chen: Trans. Nonferrous Met. Soc. China, **27** (2017), 2146–2155.
- 18) 堂田邦明, N. Mahayotsanun: 塑性と加工, **54** (2013), 575–580.
- 19) K. Dohda, C. Boher, F. Rezai-Aria and N. Mahayotsanun: Friction, **3** (2015), 1–27.
- 20) P. Zhao, Z. Chen and C. Dong: Mech. Mater., **112** (2017), 28–29.
- 21) 谷村将吾, 竹下晴久, 鈴木智典, 福増秀彰, 高辻則夫, 沖田真吾: 軽金属学会第131回秋期大会講演概要, (2016), 91–92.
- 22) 鈴木雄大, 高辻則夫, 村上 哲, 吉田朋夫, 柴田果林, 堂田邦明: 軽金属学会第133回秋期大会講演概要, (2017), 39–40.