繰返し押出加工, 多軸鍛造, 等速圧延および 異周速圧延による Al–7%Si–1%Fe 合金中の 板状 β -AlFeSi 金属間化合物粒子の破碎

鍵本 亮*・山田 素子**・佐藤 尚**
渡辺 義見**・山中 昇***

Journal of The Japan Institute of Light Metals, Vol. 68, No. 12 (2018), 673–676
© 2018 The Japan Institute of Light Metals

Fragmentation of platelet-shaped β -AlFeSi intermetallic compound particles in Al–7mass%Si–1mass%Fe alloy by equal-channel angular pressing, multi-directional forging, symmetric rolling and asymmetric rolling

Ryo KAGIMOTO*, Motoko YAMADA**, Hisashi SATO**
Yoshimi WATANABE** and Noboru YAMANAKA***

Since β -AlFeSi intermetallic compound particles formed during solidification of Al–Si–Fe alloys are brittle, large β -AlFeSi particles will decrease the mechanical properties of the as-cast alloys. In this study, fragmentations of β -AlFeSi particles in Al–7mass%Si–1mass%Fe alloy are carried out by ECAP (Equal-Channel Angular Pressing), MDF (Multi-Directional Forging), symmetric rolling and asymmetric rolling. It is found that the β -AlFeSi particles in the Al–7mass%Si–1mass%Fe alloy can be fragmented by the above methods.

(Received July 6, 2018 Accepted October 3, 2018)

Keywords: aluminum–silicon–iron; equal-channel angular pressing (ECAP); multi-directional forging (MDF); asymmetric rolling; β -phase

1. 緒 言

アルミニウムスクラップの再生利用が進んでいるが¹⁾, 再生利用したアルミニウム合金には, 不純物, 特に鉄が混入しやすい²⁾. Al–Si系合金に鉄が不純物として混入した場合, 初晶として骸骨状の α -AlFeSiまたは板状の β -AlFeSiが晶出する^{2), 3)}. 特に β -AlFeSiは硬くて脆いといった性質を持つため, 粗大な β -AlFeSi粒子は合金の機械的強度に悪影響を及ぼす⁴⁾. ところで, A2091アルミニウム合金に加工熱処理を施し, Al₂Cu, Al₂CuMg, Al₃ZrおよびAl₃Tiを微細化させることによって, A2091アルミニウム合金の力学的性質が改善されることが報告されている⁵⁾. また, 著者らはAl–Al₃Ti微細化剤に巨大ひずみ加工を施すと, 板状Al₃Ti粒子の破碎によりヘテロ凝固核粒子の数密度が増加する⁶⁾と同時に, 破碎によって発生した新生界面がアルミニウム相との結晶マッチングが高いことも見いだしている⁶⁾.

そこで, 本研究では板状 β -AlFeSi粒子を有する合金に対し

て, いくつかの加工を施し, 板状 β -AlFeSi粒子の破碎の様相を調査した. 本研究で採用した加工法は, 巨大ひずみ加工であるECAP (Equal-Channel Angular Pressing) 加工⁷⁾とMDF (Multi-Directional Forging) 加工⁸⁾, また異周速圧延⁹⁾である. 異周速圧延においては, 圧延中の中立点位置が異なるため, それらの間にはさまれた領域では両表面で摩擦の方向が逆となり, 材料は厚さ方向全体にせん断変形する⁹⁾. したがって, 異周速圧延では等速圧延のような圧縮変形のみでなく, せん断変形を伴う. 過去の研究で, 高純度アルミニウムに室温で異周速圧延を施すと, 約2 μ mの結晶粒を持つ微細粒組織が得られることが報告されている¹⁰⁾. この結晶粒径はECAP加工などのひずみ量が4以上の巨大ひずみ加工で得られる結晶粒径とほぼ同等である¹¹⁾.

2. 実験方法

2.1 ECAP加工

本研究では供試材としてAl–7mass%Si–1mass%Fe合金を

*名古屋工業大学大学院生 (〒466–8555 愛知県名古屋市昭和区御器所町) Graduate Student, Nagoya Institute of Technology (Gokiso-cho, Showa-ku, Nagoya-shi, Aichi 466–8555)

**名古屋工業大学 (名古屋市) Department of Physical Science and Engineering, Graduate School of Engineering, Nagoya Institute of Technology (Nagoya-shi, Aichi) E-mail: yoshimi@nitech.ac.jp

***都城工業高等専門学校 (都城市) National Institute of Technology, Miyakonojo College (Miyakonojo-shi, Miyazaki)

用いた。Ar雰囲気中で温度700℃にて鑄造し、長さ110mm×直径15mmの棒状鑄造材を作製し、長さ60mm×直径10mmのECAP試料を機械加工にて作製した。1パスあたりに導入できる公称ひずみ量は1であり、本研究では1パスのみのECAP加工を室温で施した。加工の際、摩擦を抑制するために試料と金型内部にグラファイト潤滑剤を塗布した。ECAP加工を施した試料の長さ方向と垂直になる面の中心部に対し、走査型電子顕微鏡（Scanning Electron Microscope: SEM）を用いて組織観察を行った。SEM写真については β -AlFeSi粒子を観察しやすくするために、コントラストを高く設定している。得られた6枚のSEM写真より、 β -AlFeSi粒子の長軸長さを1000個以上測定した。

2.2 MDF加工

Al-7mass%Si-1mass%Fe合金インゴットから、機械加工により幅14mm×長さ19.5mm×厚さ10mmの試料を作製した。作製した試料に対して、圧縮速度5mm/minで1パスあたりに導入されるひずみ量0.67のMDF加工を1から3パスまで室温で施した。加工の際、試料のバリリングを防ぐために金型を用い、かつ摩擦を抑制するために試料と金型内部にh-BN潤滑剤を塗布した。MDF加工を施した試料の最終圧縮方向と垂直になる面の中心部に対し、SEMを用いて組織観察を行い、 β -AlFeSi粒子の長軸長さを測定した。

2.3 異周速圧延

Al-7mass%Si-1mass%Fe合金インゴットから、機械加工により幅20mm×長さ20mm×厚さ10mmの試料を作製した。作製した試料に対して1パスごとの圧下率4%で、総圧下率28%まで異周速圧延を室温で施した。このとき、上ロールの回転速度は594mm/min、下ロールの回転速度は509mm/minである。圧延条件としては、常に圧延方向が同じである一方向圧延と、1パスごとに圧延方向を90°回転させたクロス圧延の2種類とした。また、それぞれの圧延を行う際に、上ロールと接する面が常に同じになるような圧延（以下、通常圧延と表記）と圧延ごとに表裏を逆にしてパスごとに上ロールに接する面を変えた圧延（以下、上下反転圧延と表記）の計4通り（通常・一方向圧延、上下反転・一方向圧延、通常・クロス圧延および上下反転・クロス圧延）の条件で圧延を行った。また、比較材として総圧下率28%と32%の等速圧延材（一方向圧延）を作製した。それぞれ圧延を施した試料の最終圧延方向と平行になる面の中心部に対し、SEMを用いて組織観察を行い、 β -AlFeSi粒子の長軸長さを測定した。

上下反転・一方向の異周速圧延材に対してシリアルセクション法¹²⁾による β -AlFeSi粒子の3次元観察を行った。3次元構築ソフトAmira6.0.0を用いて3次元構築像を作成した。

3. 実験結果および考察

3.1 Al-7%Si-1%Fe合金中の β -AlFeSiに及ぼす加工の影響

3.1.1 ECAP加工

鑄造により作製した未加工材およびECAP加工材のSEMによる組織写真をそれぞれFig. 1(a)および(b)に示す。黒色部分がAl母相、白色部分が β -AlFeSi粒子である。また、Table 1に測定した β -AlFeSi粒子の平均長軸長さを示す。Fig. 1(a)より、未加工材の β -AlFeSi粒子は粗大な板状を有しており、ランダムに分散していることがわかる。これに対し、

Fig. 1 SEM photomicrographs showing (a) cast specimen before the ECAP and (b) ECAPed specimen.

Fig. 2 SEM photomicrographs showing MDFed specimens. (a) before the MDF, (b) after 1 pass, (c) after 2 passes and (d) after 3 passes.

Table 1 Average length of β -AlFeSi particles.

Specimen	Condition		Length, L/ μ m
None deformed			12.6
ECAPed	1 pass		3.3
MDFed	1 pass		4.6
	2 passes		3.2
	3 passes		2.9
Asymmetric rolling	Normal-one way		2.7
	Turn upside down-one way		1.8
	Normal-cross		2.9
	Turn upside down-cross		2.3
Symmetric rolling	Reduction ratio	28%	6.3
		32%	5.0

たった1パスのECAP加工を施すことでも β -AlFeSi粒子は破碎されて、細かくなった。しかしながら、ECAP加工中に試験片自体が破断したため、繰り返し加工は行えなかった。

3.1.2 MDF加工

未加工材、1パス、2パスおよび3パスのMDF加工を行った試料のSEMによる組織写真をそれぞれFig. 2(a), (b), (c)および(d)に示す。また、組織写真より測定した β -AlFeSi粒子の長軸長さの分布を示すヒストグラムをFig. 3に、その図より求めた平均長軸長さをTable 1に示す。Fig. 2からわかるように、 β -AlFeSi粒子はMDF加工を施すことで破碎しており、加工回数の増加に伴い β -AlFeSi粒子がより微細となっ

Fig. 3 Length of β -AlFeSi particles in MDFed specimens.

た。また、Table 1 からわかるように、 β -AlFeSi 粒子の長軸長さは未加工材の $12.6\mu\text{m}$ から 3 パス材の $2.9\mu\text{m}$ まで減少した。このことから、MDF 加工により導入された累積ひずみが増加するほど、 β -AlFeSi 粒子が微細になる。

Fig. 3 より、加工回数の増加に伴い、粗大な β -AlFeSi 粒子が減少し、微細な β -AlFeSi 粒子が増加している。また、 β -AlFeSi 粒子の長軸長さの分布の幅も加工回数の増加に伴い、狭くなっている。これは、粗大な β -AlFeSi 粒子の方が加工によって破碎されやすいためであると考えられる。MDF 加工を施した Al-Al₃Ti 複相材料における Al₃Ti 粒子寸法の分布も同様の傾向を示しており¹³⁾、本研究の結果はそれと矛盾しない。

3.1.3 異周速圧延

通常・一方向圧延、上下反転・一方向圧延、通常・クロス圧延および上下反転・クロス圧延の条件で行った異周速圧延材と一方向の等速圧延材の SEM による組織写真をそれぞれ Fig. 4(a), (b), (c), (d), (e) および (f) に示す。Fig. 4 より、 β -AlFeSi 粒子は異周速圧延および等速圧延を施すことで破碎しており、上下反転の異周速圧延材で最も β -AlFeSi 粒子が微細となっていることがわかる。

異周速圧延材と圧下率 32% の等速圧延材を比較すると、異周速圧延材の方が β -AlFeSi 粒子が微細になっていることがわかる。等速圧延では圧縮変形のみであるが、異周速圧延では圧縮変形+せん断変形が生じる。このことから、 β -AlFeSi 粒子の破碎には圧縮変形よりもせん断変形の方がより有効であると考えられる。

また、異周速圧延材では一方向圧延はクロス圧延に比べて β -AlFeSi 粒子をより破碎していた。一方向圧延では圧延方向が変わらないため、常に同じ面上でせん断変形が生じる。しかし、クロス圧延では圧延方向を 90° 回転させるため、せん断面も 90° 回転する。そのため、一方向圧延の方が大きな累積せん断ひずみ量を与えることができ、 β -AlFeSi 粒子を効果的に破碎できると言える。また、上下反転圧延は通常圧延に比べて β -AlFeSi 粒子をより破碎していた。上下反転圧延では通常圧延と同様に圧延方向は常に同じであるため、せん断面も加工ごとに同じである。しかし、上下反転していることによって、せん断変形が毎回逆向きに生じている。このことから、 β -AlFeSi 粒子の破碎には同じ向きの変形を繰り返すよりも、逆向きの変形を繰り返し施す方が有効であると考えられる。

過去の研究において、Al-Al₃Ti 複相材料に ECAP 加工¹⁴⁾ あ

Fig. 4 SEM photomicrographs showing asymmetric rolled specimens (a) normal-one way rolling, (b) turn upside down-one way rolling, (c) normal-cross rolling, (d) turn upside down-cross rolling and symmetric rolled specimens with (e) 28% and (f) 32% reduction ratio.

Fig. 5 3-D microstructures of β -AlFeSi in asymmetric rolled specimen by turn upside down-one way rolling. (a) Low magnification and (b) high magnification view.

るいは圧延加工¹⁵⁾を施すと、板状 Al₃Ti 粒子の粒子長手方向が加工方向に配向することが報告されている。一方で、本研究では MDF 加工材と異周速圧延材では、破碎した β -AlFeSi 粒子の配向は見られない。これは、MDF 加工と異周速圧延では 1 パスあたりに導入されるひずみ量が小さく β -AlFeSi 粒子が配向しないため、累積ひずみが増加しても β -AlFeSi 粒子が配向しなかったと考えられる。また、ECAP 加工材についても配向は見られなかった。

過去の研究において、Al-Al₃Ti 複相材料に MDF 加工を 3 パス施した場合、Al₃Ti 粒子の粒子寸法が $28.1\mu\text{m}$ から $9.1\mu\text{m}$ まで微細化すると同時に、ビッカース硬さが向上することが報告されている¹³⁾。よって、本研究で β -AlFeSi 粒子の長軸長さを $12.6\mu\text{m}$ から最小で $1.8\mu\text{m}$ まで破碎したことで、強度の向

上が期待される。

3.2 破碎した β -AlFeSi粒子の3次元構築像

シリアルセクションニング法により作成した、上下反転・一方向の異周速圧延材の β -AlFeSi粒子の3次元構築像をFig. 5に示す。Fig. 5より、 β -AlFeSi粒子が完全に割れている箇所と途中で割れが止まっている箇所が存在していることが見いだされた。これは、異周速圧延では1パスあたりに導入されるひずみ量が小さく、累積ひずみも小さかったため、完全に割ることができなかったと考えられる。また、 β -AlFeSi粒子は板状³⁾であるにもかかわらず、圧延方向にのみ破碎されており、幅方向に対しては破碎されていないこともわかる。

4. 結 言

Al-7mass%Si-1mass%Fe合金に対してECAP加工、MDF加工および異周速圧延を施し、 β -AlFeSi粒子の破碎を試みた。得られた結果を以下に示す。

(1) Al-7mass%Si-1mass%Fe合金に対してECAP加工、MDF加工および異周速圧延を施すことで β -AlFeSi粒子は破碎された。

(2) MDF加工では累積ひずみの増加に伴い、 β -AlFeSi粒子はより微細となった。また、粗大な β -AlFeSi粒子ほど破碎されやすいことが見いだされた。

(3) 異周速圧延は合金中の粒子を破碎する手法としても有効であることがわかった。中でも、上下反転の異周速圧延により、最も効率よく粒子の破碎が可能であることが見いだされた。

(4) β -AlFeSi粒子の破碎には圧縮変形よりもせん断変形の方が有効である。

(5) 上下反転の異周速圧延材内の β -AlFeSi粒子を2次元にて組織観察した結果、 β -AlFeSi粒子は割れているように見えた。しかし、3次元的に観察した結果、この β -AlFeSi粒子は完全に割れていない箇所も存在することが明らかとなった。

謝 辞

本研究は、国立研究開発法人 科学技術振興機構 (JST) による産学共創基礎基盤研究「革新的構造用金属材料創製を目指したヘテロ構造制御に基づく新指導原理の構築」の支援を受けて行われた。

参 考 文 献

- 1) 大西 忠一: 鑄造工学, **69** (1997), 995-1002, 10.11279/jfes.69.995.
- 2) 栗野 洋司, 清水 吉広: 鑄物, **59** (1987), 233-238, 10.11279/imon.59.4_233.
- 3) N. C. W. Kuijpers, F. J. Vermolen, K. Vuik and S. van der Zwaag: Mater. Trans., **44** (2003), 1448-1456, 10.2320/matertrans.44.1448.
- 4) 加藤 鋭次, 品田 与志栄, 村川 悟: 鑄物, **64** (1992), 531-536, 10.11279/imon.64.8_531.
- 5) 戸田 裕之, 高橋 明宏, 小林 俊郎: 軽金属, **51** (2001), 361-367, 10.2464/jilm.51.361.
- 6) 渡辺 義見, 佐藤 尚: 軽金属, **64** (2014), 157-163, 10.2464/jilm.64.157.
- 7) 堀田 善治: 溶接学会誌, **74** (2005), 88-91, 10.2007/qjwjs1943.74.88.
- 8) 三浦 博己, 松本 洸太, 小林 正和: 日本金属学会誌, **79** (2005), 295-302, 10.2320/jinstmet.J2014055.
- 9) 中村 雅勇: 鉄と鋼, **75** (1989), 205-212, 10.2355/tetsutohagane.1989.75.2_205.
- 10) Q. Cui and K. Ohori: Mater. Sci. Technol., **16** (2000), 1095-1101, 10.1179/026708300101507019.
- 11) Y. Iwahashi, Z. Horita, M. Nemoto and T. G. Langdon: Acta Mater., **45** (1997), 4733-4741, 10.1016/S1359-6454(97)00100-6.
- 12) 榎本 正人: 鉄と鋼, **90** (2004), 183-189, 10.2355/tetsutohagane.1995.90.4_183.
- 13) 佐藤 尚, 手島 史貴, 渡辺 義見: 軽金属, **68** (2018), 2-8, 10.2464/jilm.68.2.
- 14) Y. Watanabe, P. D. Sequeira, O. Sitdikov, H. Sato, Z. Zhang and I. S. Kim: Mater. Sci. Forum, **561-565** (2007), 251-254, 10.4028/www.scientific.net/MSF.561-565.251.
- 15) H. Sato, K. Ota, M. Furukawa, M. Azuma, Y. Watanabe, Z. Zhang and K. Tsuzaki: Mater. Trans., **54** (2013), 1554-1561, 10.2320/matertrans.MH201322.