アルミニウム熱間押出し材表面粗大再結晶粒層 の成因について

池田 千里*・池田 圭介**・田中 英八郎**

The origin of peripheral coarse grains in hot-extruded aluminum

UDC: 669.71 : 621.777 : 548.53

Senri IKEDA*, Keisuke IKEDA** and Eihachiro TANAKA**

This work on indirect extrusion of aluminum shows that a tendency to excessive grain growth depends on the effective angle of the deformation zone, but not on the dead metal. The fact is contrary to the conventional hypothesis in which the origin of the coarse-grained peripheries in aluminum hot-extrusions is intense local shear at the dead zone interface and that in the peripheral metal adjacent to the container wall. The strain and the strain rate are only minor factors contributing to producing the peripheral coarse-grained zone. A steep gradient of strain rate, i.e. "acceleration of strain" near the die edge appears most likely to be the origin of the peripheral coarse-grained structure in aluminum extrusions.

(Received August 3, 1979)

1. 緒 言

アルミニウム合金の熱間押出し時、あるいはその後の熱処理時に、表層部に粗大再結晶粒が現われ易いことは古くから知られており、従来ほとんどが直接押出しで研究されていたこともあつて、コンテナ壁面、デッド・ゾーン界面で受ける大きなせん断変形と変形熱による温度上昇が再結晶駆動の原因であるという考え方が支配的であつた¹⁾。アルミニウム合金の表面粗大再結晶粒防止の一般的な方法はないが、合金の種類に応じて再結晶を抑制する元素を添加するとか、押出しピレットの熱処理、押出し条件を適正化する²⁾ ことによつて表面粗大粒の発生を抑えている。

表面粗大再結晶粒発生がコンテナ壁面、デッド・ゾーン界面での過大なせん断変形に起因するという考えの背景には、熱間押出し材であつても冷間押出し材とまったく類いのせん断組織を呈する³⁾ ことがある。しかしながら Jonas ら³⁾ の研究によれば、熱間押出し材に見られるせん断組織の下部構造は亜結晶粒からなり、亜結晶粒径は Zener-Hollomon 係数と一義的な関係にあることが示されている。押出し変形では、ダイ・エッジ近傍で歪み速度が大きくなることが知られている⁴⁾ から、ダ

イ・エッジ近傍における大きな歪み速度が表面粗大再結晶粒をもたらす主要因子であると考えられなくもない。

今もつて表面粗大再結晶粒の発生機構が漠としているのは、1 つには押出し変形における変形の動力学が定量的に考慮されていなかったことにも原因があるように思われる。そこで本研究では、間接押出し法により表面粗大再結晶粒の発生に検討を加えてみた。間接押出しを採用したのは、第一にコンテナ壁面、デッド・ゾーン界面で受けるせん断変形をなくすことにより、粗大再結晶粒発生に及ぼすせん断変形の影響を知ることができることである。第2には、著者らは過去に上界接近法に基づく間接押出しの解析を行なつており^{5), 6)}、後方押出しにおける変形の動力学をある程度把握していることによる。

2. 実験方法

工業用純アルミニウム1050熱間押出し材を実験用素材として使用した。直径80 mm の熱間押出し材を冷間鍛造、中間焼鈍、冷間鍛造の工程を経て45 mmφとし、40 mmφに切削した後、560℃にて1時間の焼鈍を行なつた。焼鈍温度として560℃は高いが、押出し時の加熱で組織の変化がないようにするため、最高押出し温度より高い

*宮城高専金属工学科 (名取市)。Department of Metallurgical Engineering, Miyagi Technical College (Natori).

**東北大学金属材料研究所 (仙台市)。The Research Institute for Iron, Steel and Other Metals, Tohoku University (Sendai).

温度で焼鈍した。平均結晶粒径は 0.05 mm 程度でほぼ均一であった。

押出し実験には 30 t の高温用試験機を使用した。押出し終了までは、押出し材、ピレット部とも所定の温度に保持されて、押出し終了後直ちに空冷された。押出し温度は 400℃～520℃とし、押出し速度は 4, 20, 100 mm/min, 押出し比は 7.5, 20 とした。またダイス半角を 60° から 120° まで変化させた。潤滑剤としては、オイルダック単用、もしくは二硫化モリブデンと高温用シリコン・オイル併用で使われた。摩擦係数としては、二硫化モリブデンとシリコン・オイル併用の方が低い値となる。

3. 実験結果

Photo 1 は押出し比 20, 押出し温度 460℃ の条件で、表面粗大粒発生に及ぼす押出し速度の影響を示している。もつとも低速の 4 mm/min の押出し速度では粗大粒は認められず、押出し速度が 20, 100 mm/min と高くなるにつれて粗大再結晶粒層が厚くなっているのが見られる。押出し比 7.5 でも傾向はまったく同じであり、4 mm/min を除く押出し速度で粗大再結晶粒の発生が観察された。**Photo 2** は押出し温度の影響を示している。押出し比 7.5, 押出し速度 100 mm/min の条件である。温度が高くなるにつれて粗大再結晶粒層の厚みが増すのが明瞭に見られる。Photo 1, Photo 2 で見られた傾向は、間接押出しであつても直接押出しに関して従来から言われていること¹⁾とまったく同様の結果であることを示している。

直接押出しではデッド・ゾーンが形成され、その界面での大きなせん断変形が粗大再結晶粒発生の原因であるように受け取られている。間接押出しではデッド・ゾーンの形成もなく、コンテナ壁面での摩擦もないから粗大再結晶粒が発生しにくいのかのごとくに思われるが、実際には、すでに見たように、粗大粒の発生が起こる。直接押出しでデッド・ゾーンの形成があるならば、界面で大きなせん断変形を受ける一方、実質ダイス角度の減少に伴う歪みの減少があるから、直接押出し材表面での歪みが間接押出し材のそれを上回ることはないことを、著者らは先に報告した⁶⁾。したがって粗大再結晶粒発生が歪みに起因するという前提に立つならば、間接押出し材で粗大再結晶粒が発生するのは当然とも言える。

そこで同一条件下で直接、間接押出しを行ない、粗大再結晶粒の比較を行なつてみた。その結果が**Photo 3** である。表面での歪みの大きさから予測されるごとく、間接押出し材の方が粗大再結晶粒層の幅が広い。これらの押残り部を観察してみると、明らかに直接押出しではデッド・ゾーンが形成されており、一方間接押出しではダイス面直下まで変形域が広がっていた。この結果で見る

Photo 1 Grain growth in the peripheral zone in aluminum indirect-extruded at different ram speeds with a flat die: extrusion ratio 20, extrusion temperature 460℃.

Photo 2 Peripheral coarse-grained structures of aluminum indirect-extruded at different temperatures with a flat die: extrusion ratio 7.5, ram speed 100 mm/min.

Photo 3 Peripheral coarse-grained zones in aluminum direct and indirect-extruded through a flat die: temperature 460℃, extrusion ratio 7.5.

限り、前方押出しにおけるコンテナ壁面、デッド・メタル界面で受けるせん断変形は粗大粒発生の直接原因とは言えず、むしろ実質の変形域の角度が重要であること

Photo 4 Flows in aluminum indirect-extruded through lubricated dies having different die angles; extrusion ratio 7.5.

Photo 5 Peripheral coarse-grained zones in aluminum indirect-extruded through lubricated dies having different die angles at extrusion ratio 7.5.

を示唆している。この点をより明確に確めるべく、粗大再結晶粒層のダイス角による変化を検討してみた。

Photo 4 はダイス半角を 60° から 120° まで変化させた時の流れの状態を示す写真である。 100° 、 120° ダイスでの押し出しではデッド・ゾーン²⁾の形成が見られるが、 90° 以下のダイスではデッド・ゾーンの形成はない。非常に興味深いことには、 90° ダイスでの変形域はダイス面直下まで広がっているのに対し、 120° ダイスでは変形域が 90° より小さく、ほぼ 65° 前後の変形域角度となってい

る。このような現象については別報²⁾で詳細に述べることにする。**Photo 5** は粗大再結晶粒層のダイス角依存性を示している。ダイス半角が $80^\circ \sim 100^\circ$ の場合にもつとも粗大再結晶粒層が厚く、 60° および 120° ダイスでは幅が減少している。 120° ダイスではデッド・ゾーンが形成されているにもかかわらず、変形域角度がほぼ同等の 60° ダイスでの粗大粒層と同程度になっている。このような結果は、デッド・ゾーン界面でのせん断変形は粗大粒発生³⁾の原因ではなく、変形域角度に大きく依存するという

ことを明確に示している。

4. 考 察

表面粗大再結晶粒が変形終了後の静的再結晶によるものであることはほぼ疑問の余地がないと言ってよい。アルミニウムの静的再結晶挙動に関しては多くの研究があり⁸⁾、表面粗大再結晶粒の発生について、金属学的な立場からのある程度の推論が可能である。

アルミニウムの回復の活性化エネルギーは再結晶のそれよりも小さいことが知られている。回復と再結晶とがほぼ同時に起こるように熱処理するならば、再結晶のための駆動力が十分残されているから、再結晶はすみやかに進行し、再結晶粒も比較的微細になる。しかし再結晶に先立って回復を完了させると、再結晶の駆動力が減少するため、再結晶が遅れるだけでなく、再結晶粒が粗大になることはよく経験することである。高速冷間押出し（押出し速度 ~ 10 m/sec）したアルミニウムを焼鈍すると、熱間押出し材とは逆に、中心部に粗大な再結晶粒が発生することが報告されており⁹⁾、押出し時の大きな発熱により中心部での回復が著しく進んだためと考えられている。

変形条件に依存して回復時に、一般的なサブ結晶粒を形成する場合と、ポリゴン化を生じる場合とがあることもよく知られている事実である。高温変形時の回復組織は主としてポリゴン化によるもので、熱間押出し材の組織もポリゴン化組織であることが報告されている⁹⁾。ポリゴン化組織は、一般的サブ結晶粒組織に比較して蓄積歪みエネルギーの解放量が大きく、再結晶が起こりにくいと言われている。事実アルミニウム熱間押出し材の中心部は後の熱処理で再結晶しにくいことが報告されている¹⁰⁾。この実験でも熱間押出し材の中心近傍に再結晶粒がほとんど認められないから、過去の研究でも示されているように、変形中に動的回復が十分進行してポリゴン化組織になっていると考えられる。一方押出し材表面近傍では、何らかの原因によつてポリゴン化が不完全な、一般的サブ結晶粒組織に近い状態がもたらされ、回復の進行もある程度起こることから、粗大再結晶粒になると考えられる。

上述の推論が成立つとするならば、表面近傍での過大な歪みが粗大再結晶粒発生要因であるとする従来の考えを支持することは難しい。高温変形組織は、臨界値以上の歪みを受けると、歪みではなく歪み速度に依存したポリゴン化組織になることが知られているからである^{3,11)}。過去の前方押出しでの研究からは、粗大粒層は押出し比に依存するが、大きな押出し比でも表面近傍に限定されていることが知られている¹²⁾。このことがデッド・ゾーン界面でのせん断変形が原因であるとする歪

Fig. 1 Distribution of effective strain in indirect-extruded rods predicted by an upper bound approach.

み原因説の拠り所となつているが、デッド・ゾーン界面は表面粗大再結晶粒発生に何らの影響も与えないという本実験結果とは相容れない。しかし実質の変形域角度に依存するという事は必ずしも歪み原因説を否定する結果ではない。Fig. 1 は押出し比7.5における歪み分布のダイス角依存性を上界接近法から求めた結果である。仮りに60°ダイスでの表面歪みが粗大再結晶粒をもたらし臨界歪みであると見做すと、ダイス角が大きくなるにつれて同じ歪み量の位置が少しずつ内側に移行するから、粗大再結晶粒発生の原因が歪みであると考えても実験結果とは矛盾しない。しかるに押出し比20、ダイス半角90°で押出された棒内の歪み分布と比較するならば、半分以上が粗大再結晶粒で覆われることになるが、実際は押出し比20でも粗大粒層は表面近傍に限られていた。以上の考察から歪み原因説は除外してもよいであろう。

第2の要因として歪み速度の違いが考えられ、押出し速度依存性を説明するのには都合がよいが、実験結果からはやはり否定的である。押出し変形における歪み速度分布の測定例は幾つか報告されており^{5),13),14)}、ダイ・エッジ近傍での歪み速度は中心部の約2～3倍程度になることが示されている。詳細は省略するが、Fig. 2 は著者らが提案した間接押出しに対する動的許容速度場をもとに、仮定をおいて歪み速度分布を試算した例である。コンテナ近傍を除けば、大要は実測例とよく近似しており、やはりこの図でもダイ・エッジ部での歪み速度は中心部の3倍弱の値となつている。しかるに押出し比20、

Fig. 2 Constant strain-rate trajectories estimated from an admissible velocity field proposed for indirect extrusion: billet radius 12 cm, extrusion ratio 9, ram speed 1 cm/sec.

押出し速度100 mm/minでのダイス出口近傍における歪み速度は、単純に計算しても、押出し比7.5、押出し速度20mm/minでの値の約18倍に相当する。とするならば押出し比20、押出し速度100 mm/minの条件では、押出し材全体が粗大再結晶粒組織にならなければならないことになる。

歪み、歪み速度を除いて他に考えられる要因としては、歪み速度の勾配、すなわち“歪みの加速度”が考えられる。Fig. 2において、ダイ・エッジ近傍での歪み速度変化が大きいことに気付かれよう。歪み速度が変形中に変化するならば、対応してポリゴン化組織も変化しなければならない。もし歪み速度が急速に上昇するようなことがあれば、ポリゴン化が不完全のまま変形が進行するであろうことは容易に想像される。別の表現をとるならば、歪み速度の急激な上昇は転位の著しい増殖を招く一方、動的回復が遅れるために冷間変形の要素が強まり、再結晶にとって都合のよい組織になると思われる。ただ高温変形組織に及ぼす歪み速度履歴の影響が詳細に知られていない現状では推論の域を出ないが、可能性が高いことを示唆する程度のことはできるであろう。

Fig. 2をもとにして流線に沿つての歪み速度変化が求められる。もし歪み速度変化に組織の変化が十分に追従するとしたならば、高温変形における歪み速度と流動応力との関係式¹⁵⁾から、歪み速度変化に対応した流動応力変化が知られる。この手順に従つて流動応力変化を求め、流線経路に沿つての歪み変化に対して表示した図がFig. 3である。すなわち流線経路に沿つての“応力-歪み曲線”とも言うべき関係が得られる。この“応力-歪み曲線”は変形中の歪み速度変化に組織が追従する、換言すれば変形中動的回復が十分に進行することを前提にしているが、この曲線の勾配には当然限界がなければならない。動的回復が起こらない変形での真の応力-歪み曲線における加工硬化係数が知られるならば、1つの限

Fig. 3 Variation of the flow stress along the flow line obtained by assuming that the structure enables to reform immediately in response to the instantaneous strain rate. The slope of short lines shows the amount of work hardening of aluminum deforming without recovery.

界となりうる。軟化機構として動的回復が起こらないならば、応力と歪み、は近似的に次の関係にある。

$$\sigma = K \cdot \epsilon^N \quad (1)$$

この式を歪み ϵ で微分することによって加工硬化係数が得られる。

$$\frac{d\sigma}{d\epsilon} = N \cdot K^{1/N} \cdot \sigma^{1-1/N} \quad (2)$$

アルミニウムの常温付近での加工硬化指数 N は大よそ0.27程度であり、高温でも動的回復が起こらないとするならば、同じ加工硬化指数値をもつと考えてよい。一方 K の値であるが、アルミニウムでは約200℃以下の変形温度で、一定歪みでの流動応力の対数値は変形温度(°K)の逆数と近似的に直線関係にある。したがつてこの直線を外挿することによって、所定の温度で動的回復が起こらないとした場合の K の値を求めることができる。400℃を例にとると、 K は約5.74程度である。 $N=0.27$ 、 $K=5.74$ を(2)式に代入すると

$$\frac{d\sigma}{d\epsilon} \div 173 \sigma^{-2.7} \quad (3)$$

が得られる。この式から求められた加工硬化の大きさをFig. 3の“応力-歪み曲線”上に図示した。変形域内で押出し方向と85°の角度をなす流線では出口近傍で両者の勾配が同程度になっており、出口近傍では動的回復が起こり難いことを意味している。出口近傍での“応力-歪み曲線”の勾配は流線角度の減少につれて小さくなり、(3)式から求めた加工硬化をはるかに下回つて、動的回復の十分な進行を予想させる。流線角度85°については、押出し速度による変化を示しているが、4 mm/minの速度では曲線の勾配が加工硬化係数の勾配より小さくなつ

ており、実験結果との一致を示している。この図で流線角度 60° では動的回復が進行することが示されているが、そのまま 60° ダイスでの押出しには適用できないことに注意すべきである。Fig. 3 はあくまでも 90° ダイスで押出した際の 60° の流線における状態を示すものであつて、 60° ダイスで押出した際のダイス面直下出口近傍での歪み速度勾配はより大きくなることが上界解析から知られるからである。

Fig. 3 は歪み速度変化が動的回復の追従を許さない上限を示しているに過ぎない。実際にはより小さな歪み速度変化で徐々に動的回復の遅れがあるであろうと想像される。上限を考えてすらダイ・エッジ部での歪み速度変化に動的回復が追従し得ないという結果が得られるのであるから、表面粗大再結晶粒発生にダイ・エッジ近傍での大きな歪み速度の変化、すなわち“歪みの加速度”が関与している可能性は大きいと結論されるであろう。

5. 結 論

アルミニウムおよびその合金の熱間押出し材に現われる表面粗大再結晶粒の成因については、従来前方押出しによる研究がほとんどであり、しかも変形の動力学との定量的な対応がなされなかつたため、デッド・ゾーン界面でのせん断変形が過大に評価されていた傾向があつた。そこで間接押出しを採用することによりデッド・ゾーンの影響を明確にするとともに、変形の動力学と対応させることにより以下の結論を得た。

1) 同一押出し条件下では、表面粗大再結晶粒層は直接押出しより間接押出しにおける方が著しい。

2) デッド・ゾーンは表面粗大再結晶粒発生に直接影響を与えることはなく、実質の変形域角度が重要であることが明らかにされた。

3) 押出し変形における歪み分布、歪み速度分布との対応から、歪み、歪み速度は表面粗大再結晶粒の発生に対して関与する要因ではないことが示された。

4) ダイ・エッジ近傍における大きな歪み速度勾配、すなわち“歪みの加速度”が押出し材表面に粗大再結晶粒をもたらす主要因子であろうことが、金属学的、変形の動力学的立場からの考察により示唆された。

参 考 文 献

- 1) D. H. Locke: *Metallurgia*, **50** (1954), 268.
- 2) A. J. Bryant: *Metals Technology*, **2** (1975), 21.
- 3) W. A. Wong, H.J. McQueen and J.J. Jonas: *J. Inst. Metals*, **95** (1967), 129.
- 4) E. G. Thomsen and J. Frisch: *Trans. ASME*, **77** (1955), 1343.
- 5) 池田(千), 池田(圭): 軽金属, **26** (1976), 406.
- 6) S. Ikeda, K. Ikeda and E. Tanaka: *Trans. JIM*, **19** (1978), 181.
- 7) 池田(千), 池田(圭), 田中: 軽金属, **30**, 3(1980)
- 8) R. A. Cahn: *Physical Metallurgy* (ed. R. A. Cahn) North-Holland Pub. Co., (1970), 1129.
- 9) 大山, 池田, 和泉: 日本金属学会誌, **29** (1965), 277.
- 10) 幸田, 諸住, 加藤: 軽金属, **12** (1962), 20.
- 11) J. J. Jonas, C. M. Sellars and W. J. McG. Tegart: *Met. Rev.*, **14** (1969), 1.
- 12) F. W. Lynker, M. Markworth, W. Rosenkranz and H. Winther: *Z. Metallkde.*, **64** (1973), 321.
- 13) T. H. C. Childs: *Metals Technology*, **1** (1974), 305.
- 14) M. M. Farag and C. M. Sellars: *Metals Technology*, **2** (1975), 220.
- 15) W. A. Wong and J. J. Jonas: *Trans. Met. Soc. AIME*, **242** (1968), 2271.