

高純度マグネシウム押し出し成形における 細線形成に適合したダイス形状の検討 ～高純度マグネシウムの押し出しねじり加工による室温圧縮特性～

会田 哲夫*

[要 旨]

真空蒸留法により高純度化したマグネシウムに押し出しねじり加工を行うことで、結晶粒微細化および結晶方位のランダム化が生じることにより、室温圧縮特性をはじめとする機械的特性が向上することがわかった。

1 緒言

マグネシウム合金は実用金属中で最軽量であり、優れた比強度や比剛性と特有の物理的特性を有し、リサイクル性も良好で資源も豊富に存在することから自動車産業や電子機器産業などで注目を集めている¹⁾。他方、縫合糸に代わる血管の止血結紮器のクリップ状の生体分解性材料としてマグネシウムを用いたクリップ状デバイスの創製を目指した Mg-0.2Zn-0.1Ca 合金が報告されている^{2), 3)}。鋳造材を 300℃で押し出し加工後に 400℃で 2 時間の焼鈍処理を施すことにより、変形中にサブグレインが形成することで動的回復し、破断時の真ひずみが約 0.44 と大幅に改善するため、スプリングバックを考慮に入れてもマグネシウム合金製クリップの適用の可能性はある。

高純度マグネシウムは、マグネシウム合金に比べ強度は劣るが延性や耐食性が優れることから、真空蒸留法により精製した高純度マグネシウムビレットを用い、押し出し直後にねじり加工を施すことで機械的特性の向上を検討した。

2 実験方法

2. 1 真空蒸留法

実験に用いるためのビレットの製作には真空蒸留法⁴⁾を用いた。真空蒸留法の概略図を Fig. 1 に示す。原料をレトルト内のるつぼに入れ、るつぼ上のコンデンサに蒸発したマグネシウムを凝縮させる構造となっている。Table 1 に原料と蒸留後のマグネシウムの定量分析結果を示す。

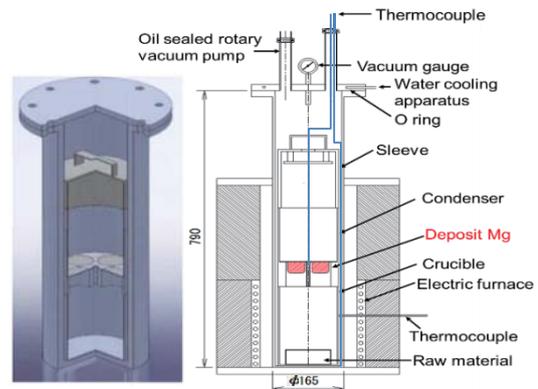


Fig. 1 真空蒸留装置概略図

Table 1 定量分析結果

	mass%									
	Mg	Fe	Si	Ni	Cu	Al	Cl	Mn	Na	Zn
原料	99.92	0.0035	0.019	0.0006	0.0015	0.0018	0.002	0.0021	0.002	0.0024
蒸留後	99.97	0	0	0.0012	0	0	0.012	0.013	0	0.0002

* 富山大学大学院理工学研究部（工学）准教授

2. 2 押しねじり加工

Fig. 2 に加工装置の概略図, Table 2 に加工条件を示す。実験ではビレットを挿入したコンテナを電気炉で加熱し, 熱電対でコンテナ内の温度を測定し押し温度まで加熱した。その後チャックでつかめる長さまで頭出しをした。押しを一旦停止させ, その間にチャックで押し材をつかむ。押し再開後, 10 mm押ししてからチャックを回転させてねじり加工を行う。加工終了後, 切断した押しねじり材は水冷した。

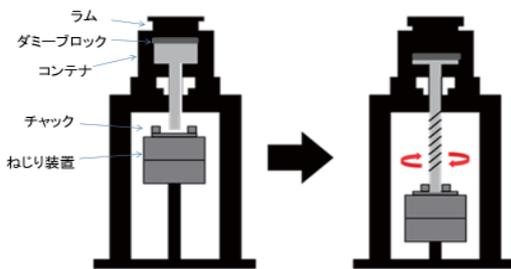


Fig. 2 押しねじり加工装置概略図

Table 2 押しねじり加工条件

実験装置	100t縦型油圧プレス機
ビレット材質	原料Mgビレット, 真空蒸留後Mgビレット
ビレット形状[mm]	φ 50×H 50
コンテナ内径[mm]	φ 50.5
押し断面直径[mm]	φ 7.1(押し比50)
押し温度[°C]	225, 250, 275, 300, 325, 350, 375, 400
ラム速度[mm/s]	0.1
ねじり回転速度[rpm]	0, 5, 15, 25

3. 実験結果

3. 1 X線回折による結晶方位の同定

Fig. 3 に押し温度 400°C(蒸留後)の試験片のX線回折結果を示す。測定面は, 押し方向に対して垂直な断面による結晶方位を行った。0rpm では錘面である(10 $\bar{1}$ 1)面の強度が強く, 異方性が示されている。しかし 15rpm, 25rpm, と大きい回転数

を加えると(10 $\bar{1}$ 1)面のピークは減少する傾向を示した。またねじりを加えることで 0rpm では見られなかった(0002)面, (10 $\bar{1}$ 3)面のピークも現れている。ねじり加工を行うことで結晶方位をランダム化させ, 異方性を緩和する事がわかった。

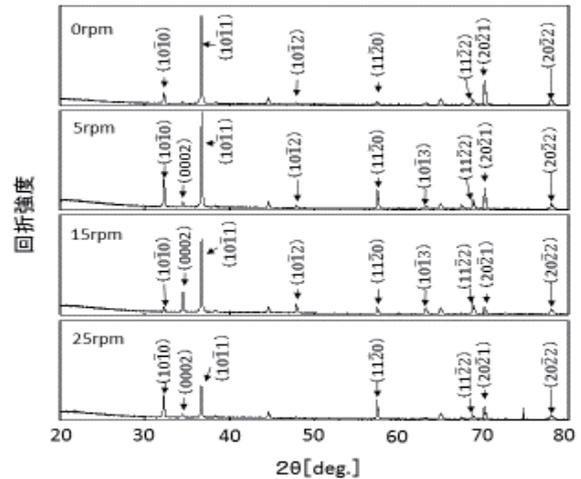


Fig. 3 押し温度 400°C(蒸留後)の試験片におけるX線回折による結晶方位の同定結果

3. 2 ビッカース硬さ試験

Fig. 4 に押し温度 400°Cの試料のビッカース硬さ試験の結果を示す。ビッカース硬さ試験は試料の押し方向に対して垂直な断面に, 中心, 中心から八方向に 1.75mm および 3.5mm の位置を測定した。原料の押しまま材は中心から 1.75mm, 3.5mm と表面層に近づくと硬さ値が減少し, 蒸留後のねじり回転数が 5rpm で硬さ値が向上した。蒸留後の押し材では, 15rpm までねじり加工を施すことで中心よりも 1.75mm 離れた箇所での硬さ値の増加が認められた。しかし加工量の最も大きい表面付近では硬さ値が減少する傾向も認められた。押し加工時における工具摩擦により加工発熱が生じ, ひずみ量を多く蓄積したことで表面層が優先的に再結晶を生じたことが要因と考えられる。

3.3 室温圧縮試験

Fig. 5 に押し出し温度 400°C で行った押し出し材を室温で圧縮試験した真応力-真ひずみ線図結果を示す。試験片は直径 7mm × 高さ 10.5mm, 初期ひずみ速度を 0.01 s^{-1} , クロスヘッド速度を 0.1mm/s とした。最大圧縮応力は 0rpm の原料と比較すると蒸留後に押し出し加工すると全ての条件で減少した。Fig. 6 に圧縮試験後の破断ひずみを示す。破断ひずみは原料の押し出し材が 0.22 であるのに対して, 蒸留後の 25rpm では 0.25 に増加した。ねじり加工により異方性が緩和されたことで延性が向上し, 荷重が低下して圧縮加工性が向上することが示唆された。

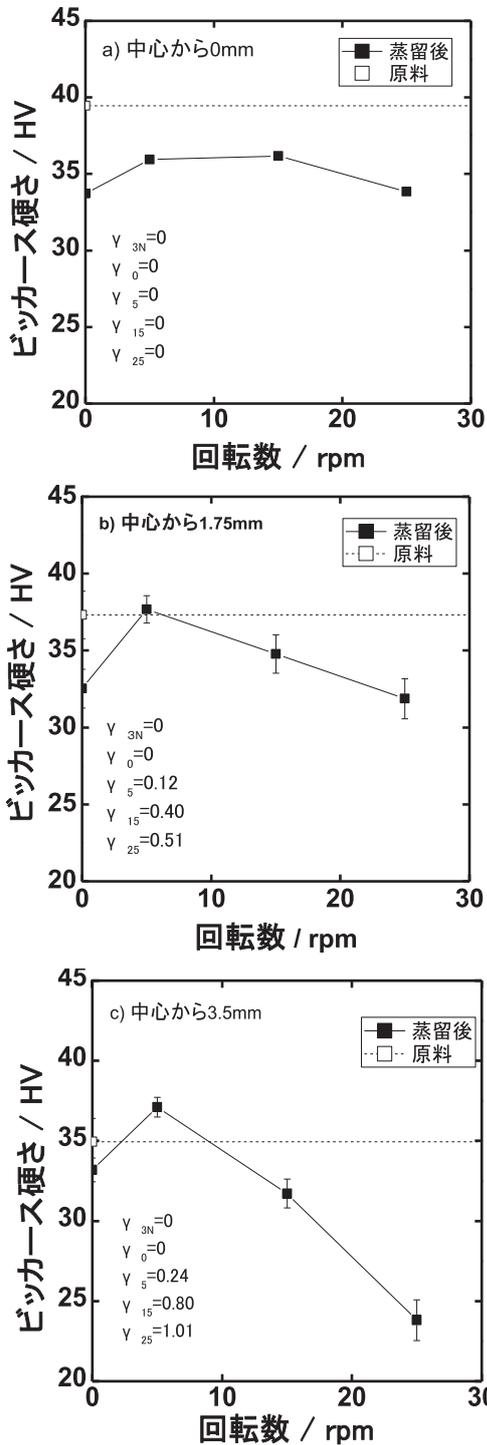


Fig. 4 押し出し温度 400°C の試験片における各地点でのビッカース硬さ

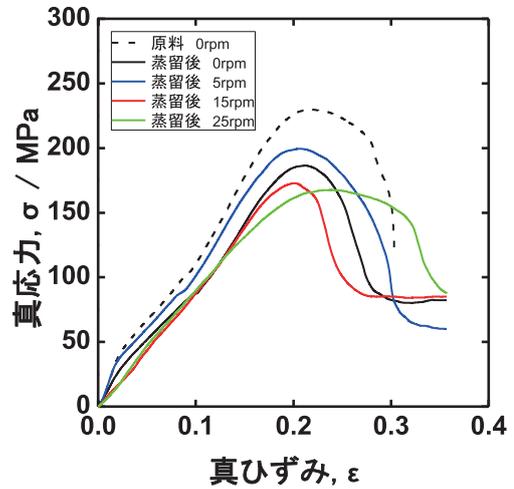


Fig. 5 押し出し温度 400°C における真応力-真ひずみ線図

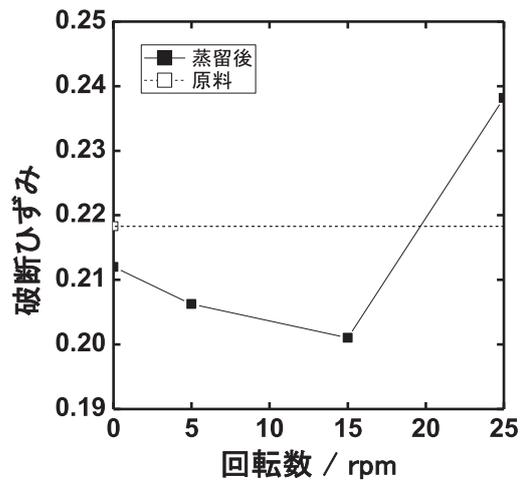


Fig. 6 圧縮試験後の破断ひずみ

Fig. 7 に室温における圧縮試験結果を示す。蒸留前の押し出し材では圧縮率 20%まで破断しなかったが、ねじり加工を施すことにより、圧縮率 30%程まで破断しないことがわかる。蒸留後の 0rpm では圧縮率が 10%でも押し出し方向に平行な亀裂が生じている。蒸留後の押し出し材に 15rpm でねじり加工することで圧縮率 20%においても割れは生じていない。これはねじり加工を施したことで結晶方位の異方性が緩和され、延性が向上したことで変形しやすくなり、加工荷重が減少したといえる。

Fig. 8 に押し出し材の各回転数でのマイクロ組織観察結果を示す。測定位置は硬さ測定した極近傍にて行った。Fig. 9(a)~(c)に各回転数における結晶粒径を示す。Fig. 9(a)より中心での結晶粒径は蒸留後の試料の結晶粒径は各回転数も原料の押し出し材よりも大きく、回転数での変化はほとんど認められなかった。しかし Fig. 9(b), Fig. 9(c)では、中心から 1.75mmの位置での結晶粒径は 5rpm, 15rpm では中心での結晶粒径よりも小さくなった。また原料の試料と比べても低い値を示した。一方

25rpm では中心での粒径より大きくなった。中心から 3.5mmの位置での結晶粒径は 5rpm では更に小さい粒径を示し、15rpm では原料の試料の粒径よりも粒径が大きくなった。25rpm でも更に大きな粒径となった。このことより 5rpm においては表面に近づく程ねじり加工による結晶粒微細化の効果が認められることがわかった。一方で 15rpm, 25rpmにおいて試料表面での結晶粒径が大きくなったのは回転数が大きいことでひずみの影響を受けやすくなり粒成長が生じ、結晶粒が粗大化したと考えられる。

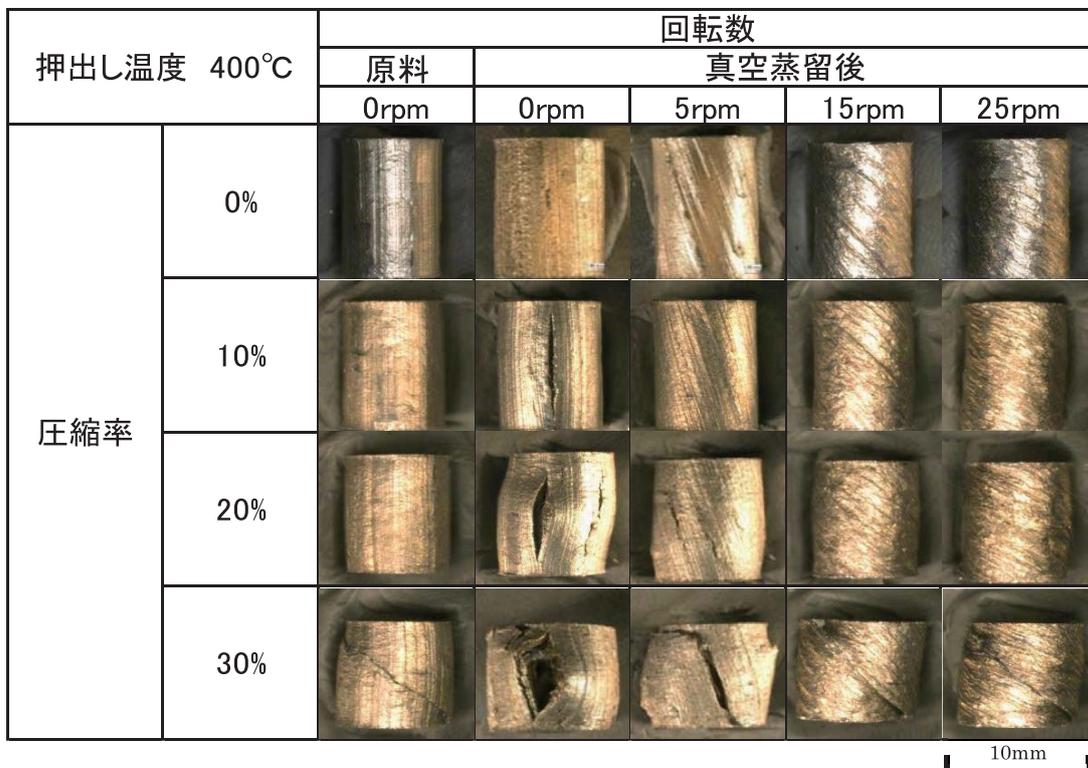


Fig. 7 室温圧縮試験結果

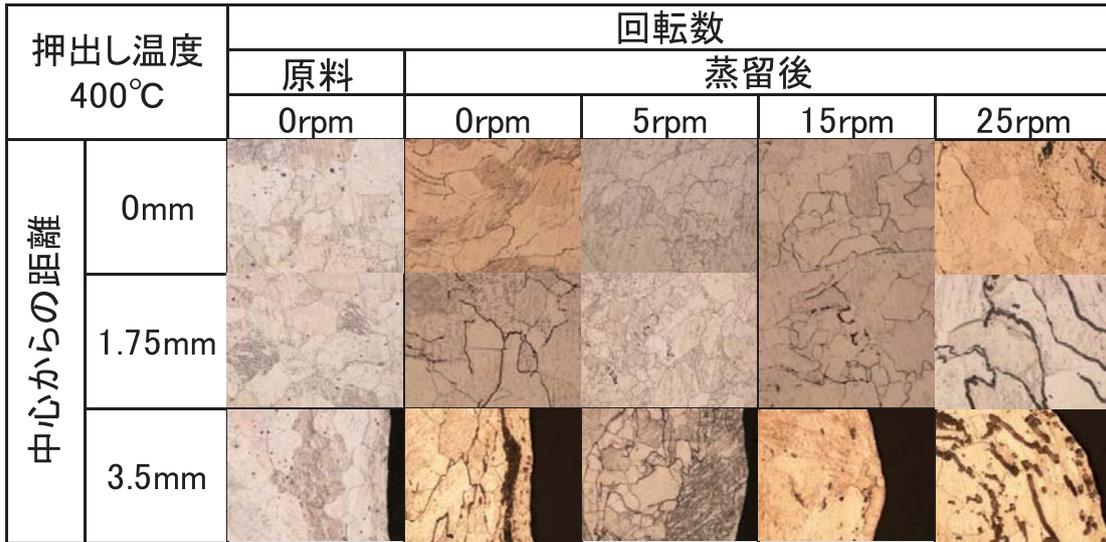


Fig. 8 ミクロ組織観察結果

100μm

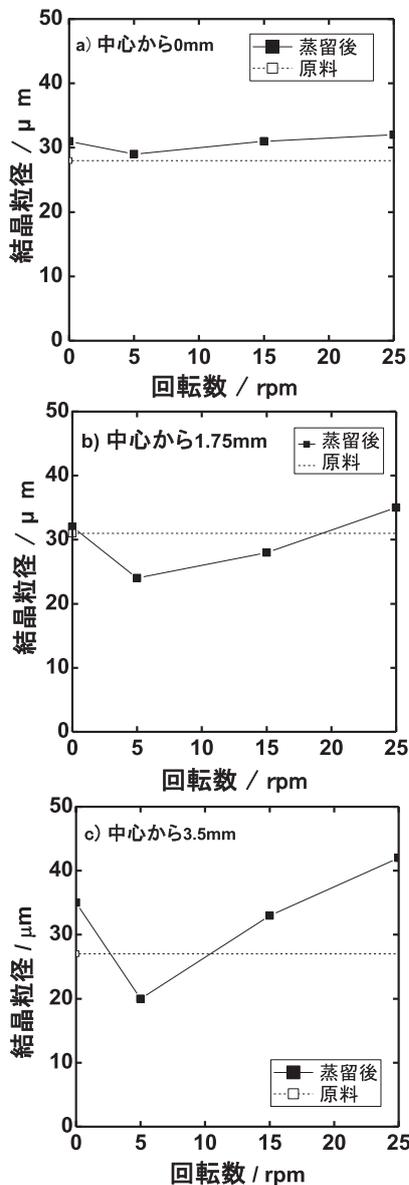


Fig. 9 各回転数における結晶

3. 4 断面観察

真空蒸留法により精製したマグネシウムビレットは内部に多くの空隙を持つため、押し出し材の内部にも空隙が入る可能性が考えられる。そこでデジタルマイクロスコープで試験片の断面を観察し、圧縮試験と同じ寸法の試験片の押し出し方向に平行な断面における断面積あたりの空隙の割合を Fig. 10 に示す。蒸留後 0rpm では5%以上だった空隙が 5rpm では 0.03%まで減少させることができた。適切なねじり加工は空隙を減少する事がわかった。

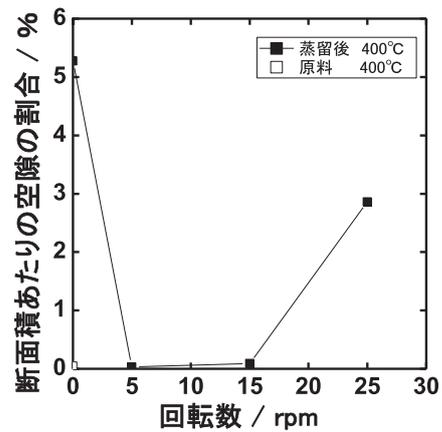


Fig. 10 試験片断面積あたりの空隙の割合

結論

本研究では、真空蒸留法により高純度化したマグネシウムに押しねじり加工を行うことで、結晶粒微細化、結晶方位をランダム化させ室温圧縮特性をはじめとする機械的特性への影響を調査した結果、以下のことが明らかになった。

(1)押しねじり加工を5rpmで行なうことにより、試料表面の結晶粒径を微細化し、圧縮率20%まで割れを生じることなく変形が可能であり、かつ、ビッカース硬さおよび強度も向上することができる。

(2)ねじり加工を施すことにより0rpmでは認められなかった(0002)面や、(10 $\bar{1}$ 3)面のピークが現れた。0rpmで支配的だった(10 $\bar{1}$ 1)面が15rpm, 25rpmとすることで回折ピーク強度が低下し、異方性を緩和された。

(3)ねじり加工を加えることで押し材の試料表面付近に含まれる空隙を減少させることができた。

(参考文献)

- 1) 日本マグネシウム協会:マグネシウム技術便覧, p. 105
- 2) 中村亮太, 仲康介, 池尾直子, 向井敏司, 生体分解性デバイスに向けたマグネシウム合金の高延性化:軽金属学会第127回秋期大会講演概要 p. 153 (2014)
- 3) 染川英俊, 向井敏司, 純マグネシウムの変形挙動に及ぼす結晶粒径の影響:第58回日本学会材料工学連合講演会論文集, p. 359
- 4) 井上誠, 高廣政彦, 川淵浩之, 島政司, 岩井正雄, 真空蒸留精製した高純度マグネシウムの特性:富山工業高等専門学校紀要, 第38巻, p. 15(2004)