

ナノテクスチャ工具を利用したマグネシウム合金の マイクロ微細管成形技術の実現

富山大学 学術研究部工学系

助教 船塚 達也

(2021 年度 奨励研究助成 (若手研究者枠) AF-2021032-C2)

キーワード: マイクロ押し出し, 純 Mg, 表面テクスチャリング

1. 研究目的と背景

近年, 医療, 電子機器, 化学といった様々な分野で塑性加工技術を用いたマイクロスケール部品の生産性の向上が注目を浴びている¹⁾. その中でもマイクロ押し出し加工は微細部品成形加工技術の一つとして, 産業界からも多くの注目を集めている. 押し出し加工などの従来のマクロスケールの加工技術をマイクロスケールに適用すると, 再現性や精度に問題が生じる. これはいずれも被加工材の結晶粒径や摩擦のばらつきによるサイズ効果が原因と考えられる. Engel らは, マイクロスケールでのダブルカップ押し出し試験によって, 製品寸法の微小化がトライボロジーに与える影響を明らかにし, 製品寸法の減少に伴い, 工具-ピレットの接触面積で潤滑油を保持するポケットが減少し, 直接接触する面積が増加することで, 摩擦が高くなることを報告した²⁾.

Cao らは, マイクロ押し出しの一連の研究^{3~5)}として, ピレットの結晶粒径, 形状やその向きなどの微細構造や界面の状態の加工への影響を検討した. さらに, 加工中の摩擦の安定化を図るために, 硬質被膜の有効性について検討した. ダイス表面への高強度, 低摩擦の硬質被膜の適用が有効であり, 特に Deposit silicon containing diamond like carbon (DLC-Si) コーティングが最も効果的であると報告した⁶⁾. Ngail ら⁷⁾は, 超音波マイクロ押し出し成形用工具を設計し, 成形荷重や表面仕上げへの影響を観察した. 超音波の影響によって, 成形荷重は減少し, 成形部品の表面に有意な改善がみられた.

マグネシウム (Mg) は実用金属中で最も軽い構造金属で, 生体材料としても今後の更なる応用が期待されている. 一方で, 稠密六方構造を持ち, 室温での塑性加工性が悪く, 耐食性などの問題もあることから, Equal Channel Angular Pressing (ECAP) などの結晶微細化処理などの研究が行われている⁸⁾. 超音波マイクロ押し出し成形用工具を適用し, 加工技術で室温でのマイクロ押し出し成形性を向上したと報告された⁹⁾. これらの研究のように Mg のマイクロ押し出し加工の実現は期待されているものの, 実現可能性についてはまだ確立していない.

マイクロ塑性加工では, マイクロサイズに適した表面性状を整えることが困難とされ, 摩擦の低減や成形性の向上を図るためには, 最適な工具表面状態を見極めることが不可欠となる. マイクロスケールの成形では, 相対的に加工

スケールに対して表面が粗くなる. この表面の粗さが摩擦や塑性挙動に大きなばらつきを及ぼすことが明らかになっている¹⁰⁾. マイクロ機械加工分野では, 工具表面での摩擦の低減や潤滑ポケット領域の拡大を図るためにマイクロテクスチャが適用され, 十分な効果が得られている¹¹⁾. マイクロ塑性加工でも, 工具接触面積の低減, 潤滑剤の保持による成形性の安定化をもたらすことが予想される. これらの報告により, マイクロ押し出し加工では, 結晶粒径の制御や工具-材料界面でのトライボロジーが, 成形荷重や材料流れなどの成形性に大きな影響を与えることがわかる.

これらの報告により, マイクロ押し出し加工では, 結晶粒径の制御や工具-材料界面でのトライボロジーが, 成形荷重や材料流れなどの成形性に大きな影響を与えることがわかる.

本研究では, マイクロ塑性加工技術の実現を目的として, A6063 合金の微細部品の後方押し出し加工の研究を行った^{12,13)}. 過去の研究報告として, パンチ表面にナノテクスチャを適用することで, 成形性の向上が実現した. 本報では, 材料を純マグネシウム (Mg) に変更した. Mg のマイクロ後方押し出しにマイクロからナノスケールのテクスチャ工具を用いて, 工具接触面積の低減, 潤滑剤の保持による成形性の安定化を図る. パンチ表面にマイクロスケールの溝を付与し, パンチ表面の性状の影響を調査した. パンチ表面の溝がマイクロ押し出し成形性に及ぼす影響を, 押し出し荷重, 成形後のピレット形状, パンチへの凝着量, 製品のマイクロ組織分析から観察した.

2. 実験方法

Fig. 1 にマイクロ押し出し装置と装置の概略を示す. マイクロ押し出し装置は, サーボモーター駆動のスクリュープレスである. スクリュー軸とロードセルを介して連結したパンチの成形速度, 位置制御を行う. 装置の最大出力は 30 kN, 最大ストローク 11.0 mm である. 押し出し荷重及びパンチのストローク量は, ロードセルと変位計から制御装置にフィードバックされ, それぞれのデータを得ることができる.

Fig. 2 に, ダイスとパンチの概略を示す. ダイスは, 押し出し後のピレットを取り出すために, 中央部で分割されている. ダイスはコンテナ内径が $\phi 1.71$ mm である. コンテ

ナ内部の算術平均粗さは $Ra = 0.18 \mu\text{m}$ である。パンチは、後方押しとなるように選定し、成形部径が $\phi 1.47 \text{ mm}$ である。

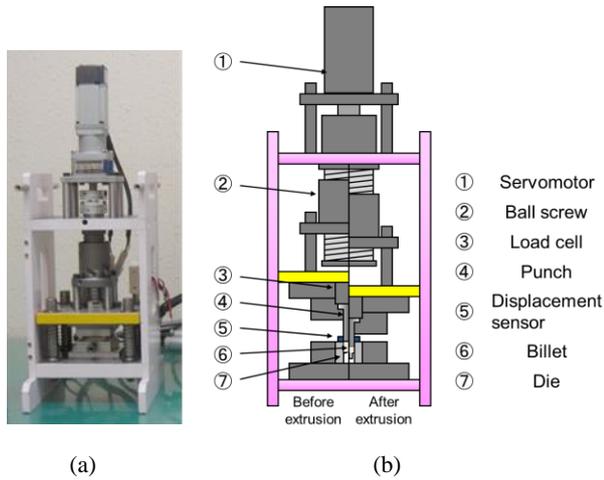


Fig. 1 (a) Photograph of the experimental setup for micro extrusion; (b) Schematic diagram of extrusion apparatus

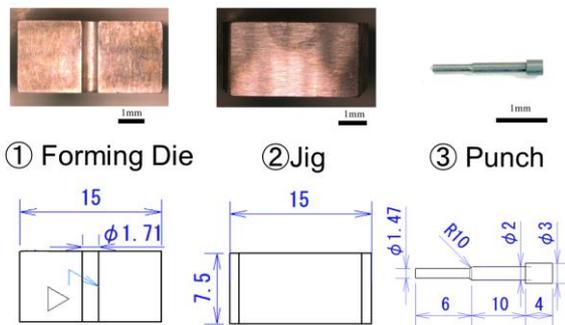


Fig. 2 Dimensions of die and punch

Fig. 3 に本研究で使用したパンチを示す。溝の測定は非接触三次元粗さ測定装置を用いた。Fig. 3 (a) は表面を研削仕上げした鏡面状態のパンチである。Fig. 3 (b) は Fig. 3 (a) に粒度 400 の研磨紙を用いて $10 \mu\text{m}$ 程度の溝を掘ったパンチである。溝パンチは深さ $5 \mu\text{m}$ 、ピッチ $100 \mu\text{m}$ 程度のマイクロサイズの溝が多数入っていることがわかる。Fig. 3 (c) は Fig. 3 (a) に示した研削仕上げ状態の鏡面パンチに極短パルスレーザーによりナノスケールの溝周期構造 ($Ra=0.099 \mu\text{m}$) を付与した。また、ナノ溝方向はパンチ進行方向に対して平行に付与した。

供試ビレットは、純 Mg の丸線材 $\phi 1.70 \text{ mm}$ より切り出し、長さ 4.0 mm に仕上げた。Table 1 にビレットの形状寸法、結晶粒径、機械的性質、組織図を示す。ビレットの平均結晶粒径は $55.1 \mu\text{m}$ であり、平均ビッカース硬度は 39.2HV であった。

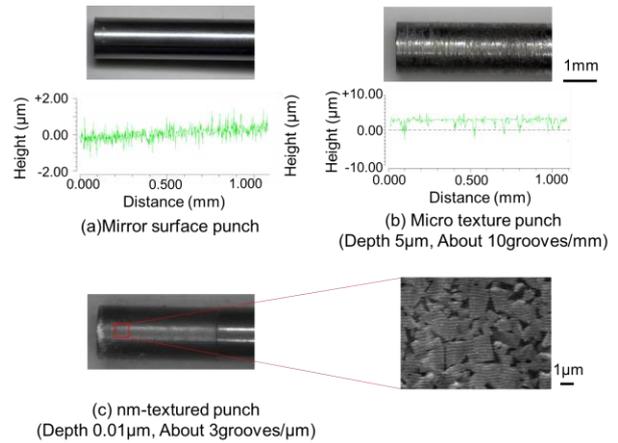
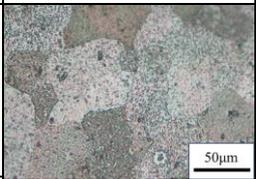


Fig. 3 Grooved punches

Table 1 Dimension and properties of billet

Billet Material	Pure Mg
Billet Shape	$\phi 1.7 \times 4.0 \text{ mm}$
Vickers Hardness	$39.2 \pm 3.0 \text{ HV}$
Micro structure	
Grain size	$55.1 \mu\text{m}$

押し出し条件は、ラム速度 0.1 mm/s 、ラムストローク 1.0 mm で、室温とした。本実験では、各ビレットでの押し出し試験を 5 回繰り返して、再現性の確認をしている。ダイへの凝着評価は Electron Probe Micro Analyzer (EPMA) を用いた。製品マイクロ組織分析は Electron Back Scattered Diffraction Pattern (EBSD) を用いた。

3. 実験結果

3.1 押し出し荷重線図と製品形状

Fig. 4 に鏡面パンチ、ミリテクスチャパンチ、マイクロテクスチャパンチ、ナノテクスチャの表面性状を変えたパンチを用いた時の押し出し荷重-ストローク線図を示す。最大押し出し荷重は鏡面パンチが最も高く 3.98 kN となった。また、マイクロテクスチャパンチでは 3.63 kN となり、テクスチャサイズを小さくすることで荷重を低減できた。一方、ナノテクスチャパンチまでパンチ表面テクスチャを小さくした場合に 2.96 kN と、更なる荷重低減に至った。

Fig. 5 にラムストローク 1.0 mm でのそれぞれのパンチのマイクロ後方押し出し加工後の断面形状と各製品における後方押し出し長さ (lb) を示す。lb は鏡面パンチ、マイクロテクスチャ、ナノテクスチャでそれぞれ 1.72 mm 、 1.92 mm 、

1.93mmとなった。lbは同じような長さとなったが、テクスチャを施し真実接触面積を減少させることで摩擦が低減し、材料流動が適正になることでlbが増加したことが考えられる。テクスチャ深さを小さくすることによってパンチのAl凝着を分断し摩擦の低減が起こる。それにより塑性流動がより円滑になり後方押し出し長さが長くなると考えられる。このようなことからマイクロスケールでの塑性加工ではテクスチャ深さを小さくすることによって摩擦低減効果が得られると考えられる。

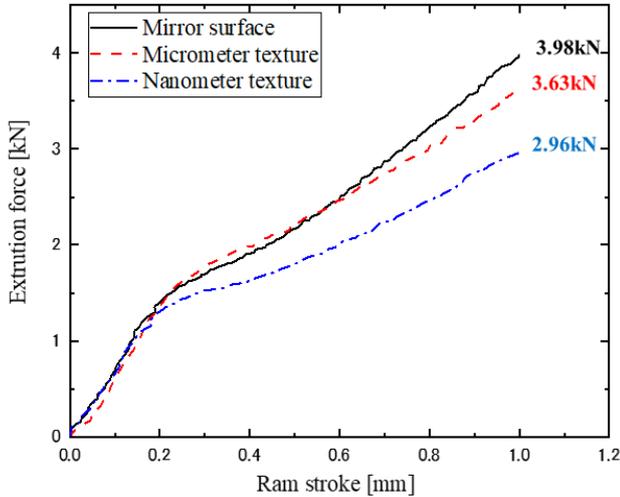


Fig. 4 Extrusion force - Ram stroke curve in each punch

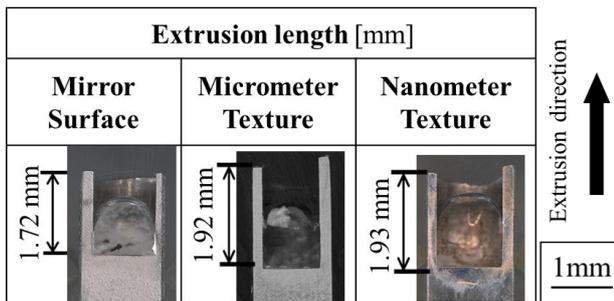


Fig. 5 Cross-sectional images of the extrusion

Fig. 6 にマイクロ後方押し出し後の製品硬度分布を示す。鏡面パンチでは、先端部が 48-54HV、中間部から後端部が 42-48HV となり、ピレット時の 39.2HV より製品硬さが増加した。マイクロテクスチャパンチでは、先端部が 42-51HV、中間部が 42-48HV、後端部 42-48HV となり、加工硬化度合い鏡面パンチと比べて小さくなった。ナノテクスチャパンチでは、一部硬度が高い箇所が観察されたが先端部が 42-45HV、中間部および後端部 42-45HV となり、加工硬化度合いが鏡面パンチ、マイクロテクスチャパンチと比べて小さくなった。

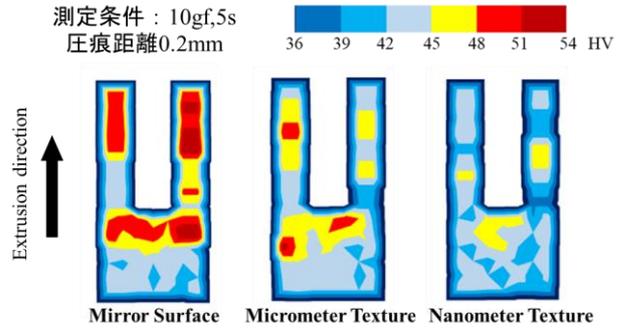


Fig.6 Vickers hardness distribution of the extrusion
(Measurement condition: 10gf, 5s, Indentation distance: 0.2mm)

3.2 パンチ表面への凝着評価

Fig. 7 に鏡面パンチ、マイクロテクスチャパンチ、ナノテクスチャパンチの表面性状を変えたパンチを用いて加工した後のパンチ表面状態の凝着量を示す。パンチ表面の分析はEPMAを使用した。

実験結果からテクスチャを付与することで円周上の溝に Mg が入り込み凝着が分断される形になった。また、工具表面のテクスチャサイズが異なる 2 つのパンチで凝着を比較した場合、マイクロテクスチャパンチよりナノテクスチャパンチの方が凝着量が少なくなった。これは溝サイズを小さくすることによって材料が流入するポケットが小さくなり、凝着を細かく分断できるからと考えられる。また、凝着を分断することで摩擦力も小さくなり荷重が低減したと考えられる。特に、ナノテクスチャパンチの場合に最も凝着が少なく、ナノスケールでの凝着の細かな分断が発生したと考えられる。

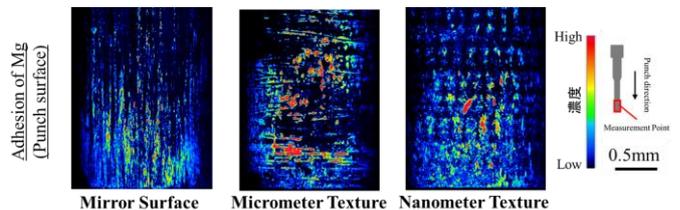


Fig. 7 Evaluation of adhesion to punch by EPMA

3.3 押し出し製品の結晶組織観察

Fig. 8 に鏡面パンチ、ナノテクスチャパンチを用いた時の Inverse Pole Figure (IPF Map) の結果を示す。IPF Map は結晶面で定義されたもので色によって結晶方位を判別する測定方法である。押し出材先端の結晶粒はせん断されずにそのまま流れ出る。材料の後端になる程、材料が縦方向にせん断され結晶粒径が伸びていることが分かっている¹³⁾。測定位置は押し出し初期の非定常状態を除くため、先端から 300μm-600μm の範囲を拡大したものである。鏡面パンチに比べテクスチャパンチはせん断され結晶粒が縦に

伸びていることがわかる。また、マイクロテクスチャの方がナノテクスチャよりも強くせん断され、大きく縦に伸びている。したがって、押出材長さもマイクロテクスチャパンチが長くなったと考えられる。

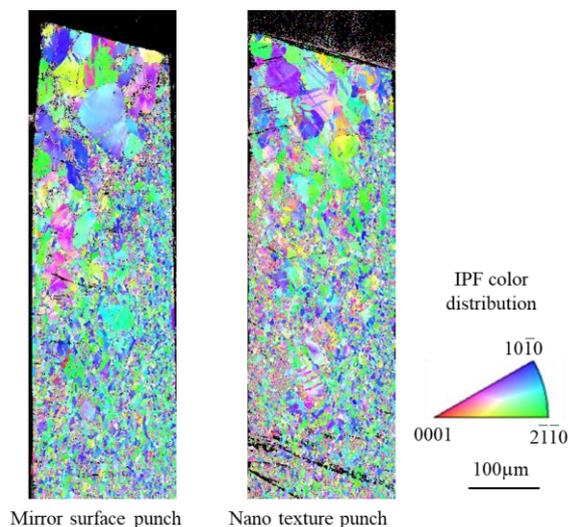


Fig. 8 IPF Map of the extrusion by EBSD

Fig. 9 に Kernel Average Misorientation (KAM Map) の結果を示す。KAM Map は結晶方位差情報から測定試料の内部の残留歪などの定量評価する測定方法である。鏡面パンチは材料先端が方位差 1~2°程度の緑や黄色が多いのに対して材料後端部は方位差 3~5°程度の赤や黄色が多く分布していることがわかる。それに対してナノテクスチャパンチは3~5°以上のひずみが均一に入っていることがわかる。このことから、テクスチャパンチでは摩擦が低下し、材料流れがより流れやすくなったことから均一にひずみが入り加工進展を促進させたと考えられる。また、鏡面パンチでは摩擦が大きく材料流れが流れにくくなり、ひずみが不均一に溜まる形になったと考えられる。

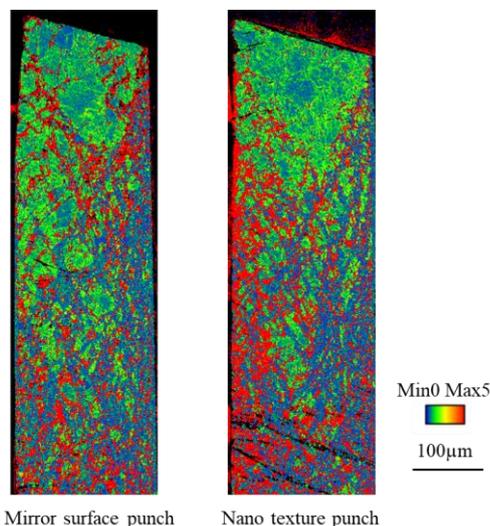


Fig. 9 KAM Map of the extrusion by EBSD

ナノテクスチャをパンチ表面に付与することによって結晶粒変形が均質化し、局所的な塑性ひずみを蓄積せず結晶粒径を微細化できた。低摩擦な加工環境を実現できることから、加工限界の向上も期待できると考えられる。

4. まとめ

本研究では、純 Mg のマイクロ後方押し出しでパンチ表面にマイクロスケールの溝を付与し、パンチ表面の性状の影響を調査した。パンチ表面の溝がマイクロ押し出し成形性に及ぼす影響を、押し出し荷重、成形後のビレット形状、パンチへの凝着量、製品のマイクロ組織分析から観察し、以下の結果が得られた。

- (1) マイクロ後方押し出し加工の押し出し荷重—ストローク線図はストロークの増加と共に徐々に増加した。押し出し荷重はパンチ表面にナノテクスチャを付与することで低減した。
- (2) EPMA によるパンチ表面の凝着評価から、パンチ表面にナノスケールのテクスチャを付与する事によって凝着サイズを加工スケールに適した状態まで分断する事が可能になった。
- (3) EBSD による IPF Map および KAM Map から、ナノスケールのテクスチャをパンチに付与することで、材料流動性が向上し、製品内部のひずみ分布が均一化した。

謝辞

本研究は 2021 年度奨励研究助成（若手研究者枠）AF-2021032-C2 の助成の下、研究を遂行いたしました。ここに感謝申し上げます。本研究に対して、有意義なご助言をいただきました、Northwestern University の堂田邦明教授、富山大学の高辻則夫名誉教授（故）、白鳥智美教授に感謝申し上げます。また、実験の遂行にご協力をいただいた、当時富山大学大学院理工学教育部の堀内俊介氏に感謝申し上げます。

参考文献

- 1) Jeswiet, J., Geiger, M., Engel, U., Kleiner, M., Schikorra, M., Dufloy, J., Neugebauer, R., Bariani, P., and Bruschi, S., CIRP J. Manuf. Sci. Technol., 1-1(2008), 2-17.
- 2) Engel, U., and Eckstein, R., J. Mater. Tech., 125-126(2002), 35-44.
- 3) Cao, J., Krishnan, N., Wang, Z., Lu, H., Liu, W. K., and Swanson, A., ASME J. Manuf. Sci. ENG., 126-4(2004), 642-652.
- 4) Parasiz, S. A., Kinsey, B., Krishnan, N., Cao, J., and Li, M., ASME J. Manuf. Sci. ENG., 129-4(2007) 690-697.
- 5) Parasiz, S. A., Kinsey, B. L., Mahayatsanun, N., and Cao, J., J. Manuf. Process., 13-2(2011), 153-159.
- 6) Krishnan, N., Cao, J., and Dohda, K., ASME J. Manuf. Sci. ENG., 129(2007), 669-676.

- 7) Bunget, C., and Ngaile, G., *Ultrasonics*, **51**-5(2011), 606-616.
- 8) Máthis, K., Köver, M., Stráská, J., Trojanová, Z., Džugan, J., and Halmešová, K., *Materials*, **11**-9(2018), 1644.
- 9) Lou, Y., Liu, X., He, J., and Long, M., *Ultrasonics*, **83**(2018), 194-202.
- 10) Fu, M. W., and Chan, W. L., *Int. J. Advanced Manuf. Tech.*, **67**-9-12(2013), 2411-2437.
- 11) Obikawa, T., Kamio, A., Takaoka, H., and Osada, A., *Int. J. Machine Tools and Manuf.*, **51**-12(2011), 966-972.
- 12) Funazuka, T., Dohda, K., Shiratori, T., Hiramiya, R., and Watanabe, I., *Micromachines*, **12**-11(2021), 1299.
- 13) Funazuka, T., Dohda, K., Shiratori, T., Horiuchi, S., and Watanabe, I., *Micromachines*, **13**-11(2022), 2001.