

6061 合金切削チップを用いた熱間押出材の機械的特性と腐食特性

鈴木 一孝*・重松 一典*・徐 元斌*・今井 恒道*・斎藤 尚文*

Journal of Japan Institute of Light Metals, Vol. 53, No. 11 (2003), pp. 554-560

Mechanical and corrosion properties of 6061 aluminum alloys recycled by hot-extrusion of cutting chips

Kazutaka SUZUKI*, Ichinori SHIGEMATSU*, Yuan-bin XU*
Tsunemichi IMAI* and Naobumi SAITO*

From cutting chips of 6061 aluminum alloy, recycled materials' plates were fabricated by extrusion and rolling. Three kinds of cutting chips, which were dry-cutting chips without cutting oil, wet-cutting chips with cutting oil and clean chips obtained by washing of the wet-cutting chips, were used for the recycling process. Moreover, non-recycled materials' plates which processed by the same extrusion and rolling using virgin materials of the same alloy as the case of the recycled materials were prepared for comparison. These four kinds of plates were characterized by carrying out ultimate analysis by fluorescent X-ray spectrometer and infrared absorption spectrometer, optical microscopic and SEM observation, tensile test, and corrosion test. Consequently, a significant difference in structures, tensile properties, and corrosion resistance was not recognized among three kinds of recycled materials, it became clear that cutting oil and detergent hardly influence the characteristics. Moreover, it was found that recycled materials had smaller crystal grain than that of non-recycled materials, and excelled in both strength and corrosion resistance. The conclusion that recycling of the cutting chips by extrusion and rolling was very promising in 6061 aluminum alloys was obtained.

(Received May 6, 2003)

Keywords: 6061aluminum alloy, recycle, extrusion, tensile property, corrosion

1. 緒 言

日本におけるアルミニウム消費量は世界トップクラスであり、製品スクラップだけでなく、機械加工で生じる端材や切屑も極めて多量である。近年、ニアネットシェイプ化によって加工屑を減らす努力がなされてきたが、航空機部材のような高い性能と精度を必要とするものでは、加工による製品化率が5%以下ということも珍しくない。環境問題や厳しい経済情勢に対処するために、こうした加工屑をできる限り環境に負荷のかからない方法で高度にリサイクルするプロセスの開発が求められている。

今日、アルミニウム系スクラップの再生はほとんどが溶解法によって行われているが、700°Cを超える高温に加熱する必要があり大量のエネルギーが消費される。また、コストや技術上の問題から十分な分別や前処理を行うことは難しく、純度の低下や非金属介在物の混入が避けられない。そのため、大部分のリサイクル材は鋳物やダイキャスト用原料としての利用に限られている。さらに、多量のドロスが発生することも溶解法では問題となる。最近になって、電磁気力を利用した介在物除去法¹⁾や連続結晶分別精製法²⁾といった技術が開発され大きな前進がみられるが、展伸材としてリサイクルするためにはなお解決すべき課題も多い。

一方溶解法と異なり、押出等によって加工屑を固相状態の

ままバルク化する方法が検討されている。この固相リサイクルプロセスは、溶解するよりもずっと低温で処理できるため省エネ性に優れている。また、少量多種生産に対応しやすく、品質管理の容易な加工屑に対し最も適したリサイクル方法と考えられる。加えて、再生品としての歩留まり率は100%に近く、省資源性も高い。これまでのところ、固相リサイクルの適用はマグネシウム合金を対象としたものに限られているが、強度特性や腐食特性において鋳造材に匹敵する結果が報告されており^{3)~8)}、アルミニウム合金についても十分期待がもてる。

アルミニウム合金の加工屑を固相リサイクルする場合、リサイクル材中のポイドや結合不良を如何に抑えるかが重要となる。加工屑の表面は酸化層で覆われているため、そのままでは結合し難く、流動性にも劣るため欠陥を生じやすい。高い信頼性を確保するには高度な組織制御が不可欠である。また、機械加工時には潤滑・冷却・防食等のために多くの場合加工油が使用されているが、その成分が残留すればリサイクル材の諸特性に悪影響を与えることも考えられる。

そこで著者らは、消費量の多い6061合金を採り上げ、切削チップから押出しと圧延によって板状のリサイクル材を製作し、その機械的特性と腐食特性について調べるとともに、加工油や洗浄剤の影響について検討した。

*独立行政法人 産業技術総合研究所 (〒463-8560 名古屋市守山区下志段味字穴ヶ洞 2266-98)。National Institute of Advanced Industrial Science and Technology (AIST) (2266-98 Anagahora, Shimoshidami, Moriyama-ku, Nagoya-shi, Aichi 463-8560).
E-mail: kzt.suzuki@aist.go.jp

2. 実験方法

2.1 切削チップの回収

素材として市販の6061アルミニウム合金丸棒(80φ)を用意し、旋盤加工による切削チップの回収を行った。切削工具には、刃先形状を長時間保つために超硬チップを用い、周速約1m/s、切込み3mm、送り0.15mmの一樣条件とした。その際、切削油を用いないドライ加工と、切削油を用いたウェット加工を実施した。これ以後ドライ加工で得た切削チップをDチップと称す。ウェット加工に用いた切削油は市販の水系エマルジョンタイプで、20倍希釈液を加工部に1ml/s滴下させる方法で用いた。ウェット加工で得た切削チップの半量については、アルミニウム合金用洗浄剤による常温下300sの超音波洗浄と、蒸留水による超音波すすぎを300sずつ2回実施した後、120°Cで3.6ks乾燥させた。以後、これをCチップと称す。残る半量については、洗浄することなく同様の乾燥処理のみを行った。これをWチップと称す。

使用した切削油と洗浄剤について、理学製自動蛍光X線分析装置RIX3000で得られた半定量元素分析結果をTable 1に示す。また、回収した切削チップの外観写真をDチップとWチップの場合についてFig. 1(a), (b)に各々示す。一方、切削チップ表面の清浄度を把握するために、切削チップを水に浸漬して長時間超音波処理した後、得られた溶出液に対し蛍光X線分析を実施した。その結果をTable 2に示す。

2.2 リサイクル材の作製

回収した切削チップを固化成形させるために、押出を行った。その際、以下の手順により離型潤滑剤の混入防止を図った。

Table 1 Results of semi-quantitative elemental analysis for a cutting oil and a detergent by fluorescent X-ray spectrometer

Elements	Content (mass%)	
	Cutting oil	Detergent
Na	0.003	0.4
Mg	0.001	—
Si	0.06	0.002
P	0.002	0.8
S	0.03	0.5
Cl	0.002	0.001
K	0.004	2
Ca	0.03	<0.001

た。まず、片封じの純アルミニウムパイプ(1050合金、内径φ37mm×長さ100mm×肉厚1.2mm)を用意し、その中に切削チップを少量ずつ小型プレスによって詰める操作を繰返し行い(加圧力20MPa)、充填部が90mmに達したところで栓をした。それを内径φ40mmの押出装置にセットし、型温度600°Cにてφ14mm(押出比約8.2)に押出した。この押出条件に設定した理由は、575°C以下の場合や押出比7以下の場合には組織に多くのボイドが確認されたこと、また、装置上の制約から、必要とする試料サイズを確保する上で押出比をこれ以上大きくできないことによる。熱分析(DSC)の結果によれば、使用した6061合金の溶融開始温度は593°Cであった。押出型内の温度分布を考慮しても一部で融解が生じた可能性は否定できないが、マクロ的には固体であり特段の問題は認められなかった。

押出によって得たロッドを長さ100mmごとに切断し、長手方向と直角な方向に圧延を繰返して厚さ4mmの板材とした。常温のままでは切削チップ界面の痕跡に沿って割れが生じやすいため、400°Cの焼鈍を繰返し適用した。圧延後は、フライス加工により純アルミニウム層を除去し、最終的に100mm×25mm×3mmの寸法に仕上げた。この板材における押出方向と圧延方向の関係、並びに断面の表示方法をFig. 2に示す。

以上の手順により、D、W、Cの切削チップからなるリサイクル材を各々作製するとともに、6061バーজন材に同様の

Table 2 Results of semi-quantitative elemental analysis for eluate from cutting chips by fluorescent X-ray spectrometer

Elements	Amount of elution (μg)		
	D	W	C
Mg	12	25	2.5
Al	27	74	2.8
P	—	0.41	0.29
S	—	0.91	0.59
Cl	—	2.8	—
K	—	0.20	0.40
Ca	—	1.0	1.0
Fe	0.54	1.4	—

Each value is corrected as the amount of elution per 1g of cutting chips

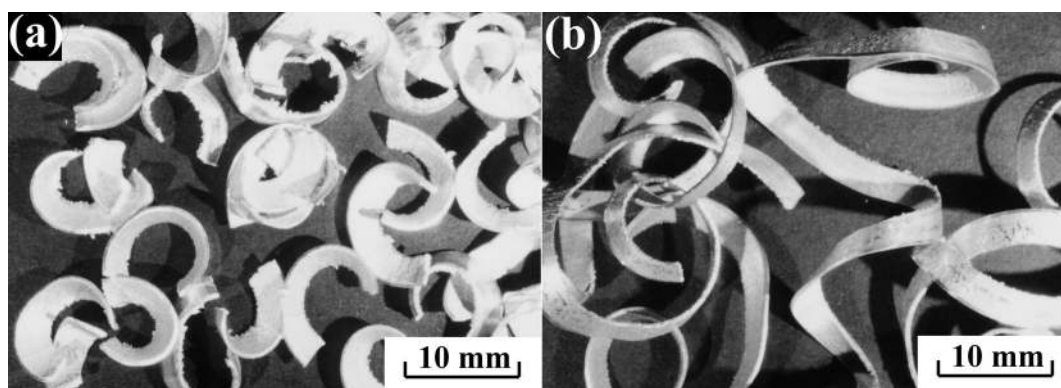


Fig. 1 Macrographs of dry-cutting chips (a) and wet-cutting chips (b).

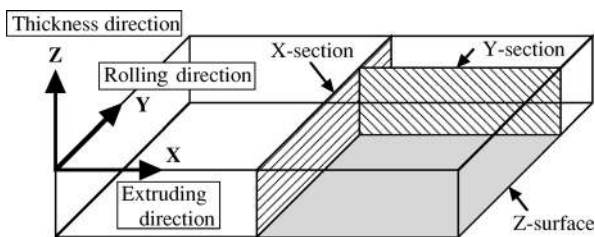


Fig. 2 Directions of extrusion and rolling on finally fabricated plates, and expression of cross-sections in this paper.

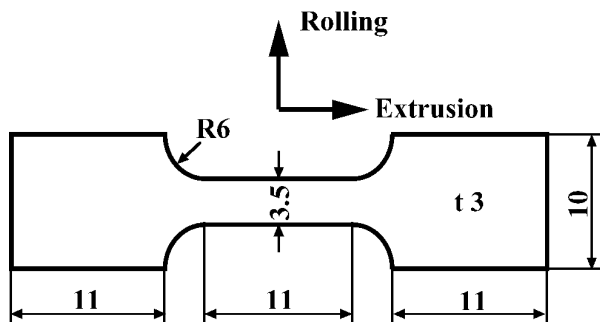


Fig. 3 Shape and dimensions of specimens prepared for tensile tests and corrosion tests.

押出と圧延を施した比較試料（以後 R 材と称す）を準備した。熱処理に関しては，O（400°C 空冷）および T6 処理（520°C 水冷 + 160°C - 18 hours 時効）を実施した。

2.3 リサイクル材の特性評価

作製した 4 種類の板材について，理学製自動蛍光 X 線分析装置 RIX3000 による半定量元素分析，および赤外線吸収法による炭素および酸素の定量分析を実施した。また，組織を光学顕微鏡と SEM によって観察するとともに，EBSP (JEOL JSM-5910 に付属) により結晶粒径を求めた。一方，インストロン試験機 (MODEL4204) によるクロスヘッドスピード 2 mm/min の引張試験を実施し，機械的特性について評価した。さらに，Berkeley ら⁹⁾ や Minoda ら¹⁰⁾ の報告を基に T6 処理材に対する腐食試験を実施し，組織観察と引張試験によって耐食性を評価した。具体的には，腐食液に 3.5 mass% NaCl 水溶液 (HCl 添加により pH.3 に調整) を使用し，25°C 一定下での無負荷浸漬試験および検力器負荷式応力腐食試験を行った。応力腐食試験における負荷は，0.2% 耐力の 80% に相当する応力 (240 MPa) とした。引張試験および腐食試験に供した試験片の形状を Fig. 3 に示す。

3. 結果と考察

3.1 組成および組織

作製した 4 種類の板材について，蛍光 X 線による元素分析結果 (Table 1 で検出された元素のみ抽出) と赤外線吸収法で求めた炭素と酸素の含有率を，各々 Table 3 および Table 4 に示す。炭素については，すべてのサンプルで含有率が極めて低く，影響ないレベルとみてよい (Table 4)。酸素についてはサンプル間に有意な差を認めることができ，含有率は R < D < W < C の順に高く，C のそれは D の約 3 倍である。D 材に用いたチップの方が切削時の到達温度は明らかに高いが，そのことよりも切削油や洗浄剤の利用が酸素量の増加に大きく影響することが明らかとなった。ただし，酸素量の増加が

Table 3 Results of semi-quantitative elemental analysis for O-treated sample plates R, D, W and C by fluorescent X-ray spectrometer

Elements	Content (mass%)			
	R	D	W	C
Na	—	—	—	—
Mg	0.7	0.8	0.8	0.8
Si	0.6	0.6	0.7	0.6
P	—	—	—	—
S	0.02	0.02	0.03	0.02
Cl	0.01	0.01	0.02	0.01
K	—	—	0.002	0.002
Ca	0.006	0.007	0.009	0.006

Table 4 Content of carbon and oxygen in O-treated sample plates R, D, W and C measured by infrared absorption spectrometer

Sample	Content (mass%)	
	C	O
R	≦0.005	0.001
D	≦0.005	0.008
W	0.006	0.013
C	0.005	0.023

直接酸化物の増大に結びついているとの証拠は得られていない。原子番号 9 以上の元素については，検出精度の問題もあって正確に評価することは難しいが，特定の元素でサンプル間に含有率差が生じていることは間違いないようである (Table 3)。Table 2 に示した切削チップ表面溶出物の分析結果からは，W チップと C チップにおいて切削油や洗浄剤成分の残留によると思われる影響が認められている。D チップから検出されなかった元素のうち，リン，イオウ，カリウムおよびカルシウムが W と C の両チップから検出されるとともに，W チップからは塩素も検出されている。これらの成分がリサイクル材中にも残留することは，W 材におけるイオウ，塩素およびカルシウムの含有率が他材よりも高いことから明らかである (Table 3)。含有率の数値自体は大きくはないが，チップ界面に集中して存在すれば，強度特性や腐食特性に何らかの影響を与えることは十分に考えられる。ところで，Table 2 中のサンプル C においてアルミニウムとマグネシウムの溶出量が極端に少ないのは，チップがすでに超音波洗浄されており，付着していた微細な切削粉があらかじめ除去されたことによるもので，異常ではない。

Fig. 4 に，R と D の T6 処理材における Y 断面と Z 断面の光学顕微鏡組織を示す。D には，押出 (X) 方向に平行に並ぶ黒線がみてとれるが，これらは切削チップ界面に相当する部分とみられる。押出によって切削チップの長手方向が X 方向に配向し，それに続く圧延によって Y 方向に延ばされた結果，切削チップ界面部が Z 面では幅広に観察されるのに対し，Y 面では狭小で目立っていない。W および C についてはともに D と類似しており，リサイクル材の光学顕微鏡組織に有意な相違点はみられなかった。Fig. 1 に示したように切削

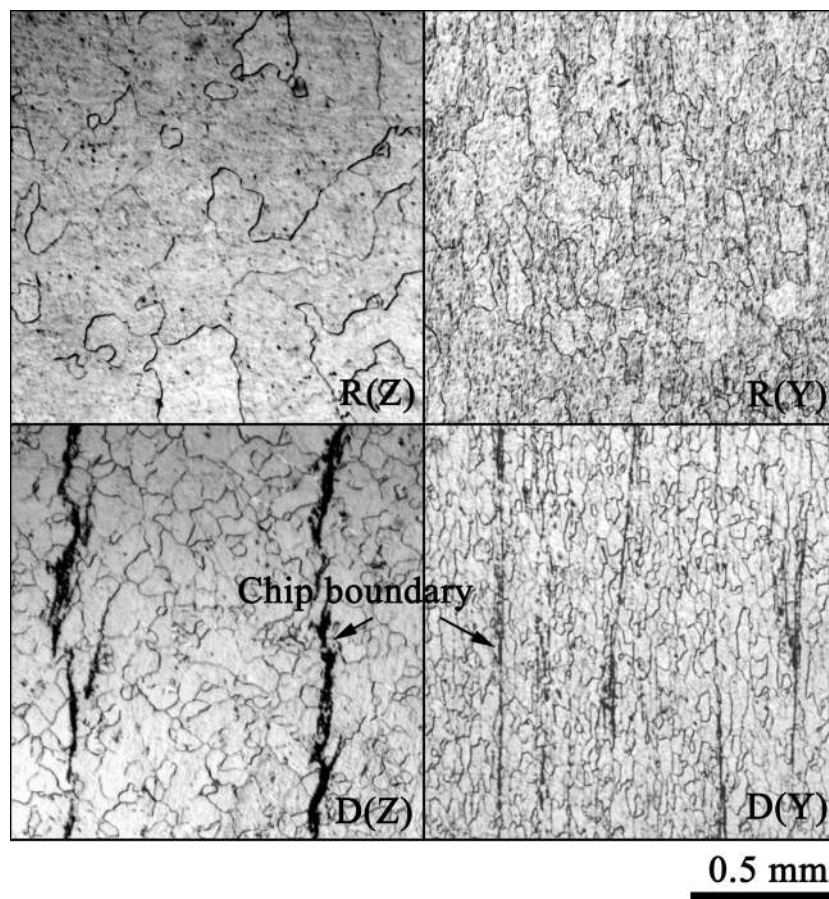


Fig. 4 Optical micrographs of Z- and Y-section in sample R and D heat-treated to T6. Vertical direction agrees with extruding direction.

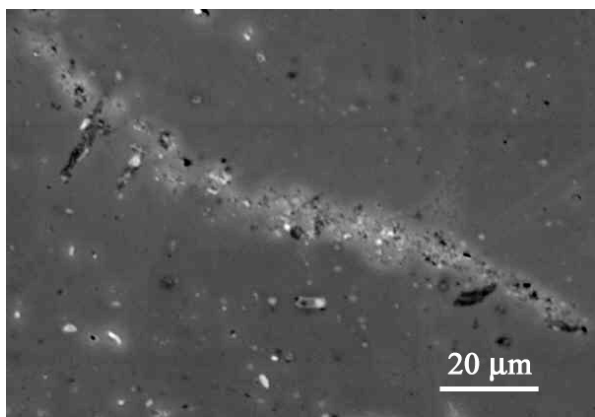


Fig. 5 SEM image near a chip boundary in sample D heat-treated to T6. A lot of traces of small inclusions lost by electropolishing are observed.

チップの形態はDとそれ以外で大きく異なっていたが、WとCでは予備充填時に切削チップの折れや屈曲が生じ、Dとの差異が緩和されたものと推察される。**Fig. 5**に、切削チップ界面近傍の典型的なSEM像を示す。チップ界面部に分散した介在物が電解研磨によって脱落した穴が多数観察される。電解研磨していない試料ではこのような穴はほとんど観察されず、十分に緻密化していた。3種類のリサイクル材についてSEM組織を比較した結果からは、切削チップ界面部の微構造についても明らかな相違はなく、上述した酸素含有率の

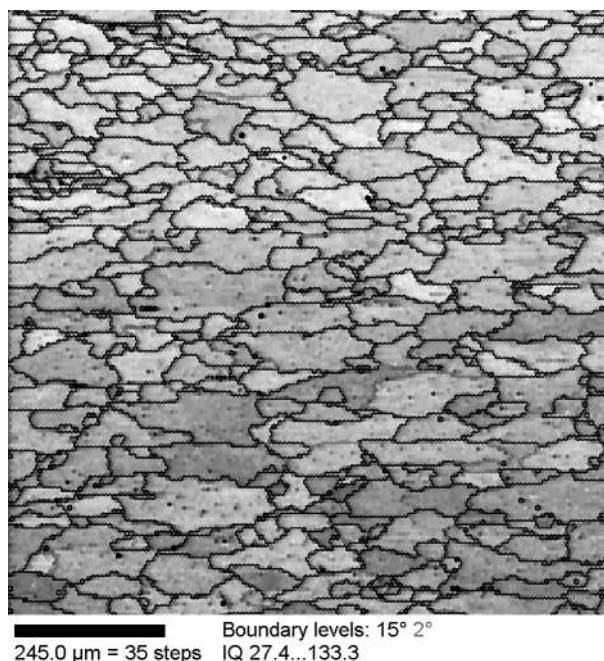


Fig. 6 Typical crystal direction map by EBSP. Y-section in T6-treated sample C.

差を組織からは認識できなかった。次に、EBSPによって結晶粒を解析した一例を、C材のY断面について**Fig. 6**に示す。方位差が15°以上ある境界を結晶粒界としたが、15°に

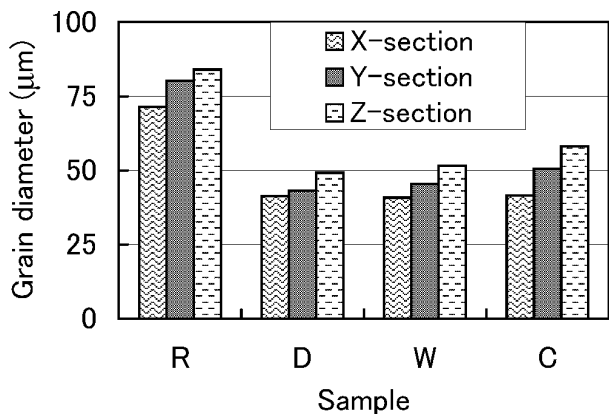


Fig. 7 Comparison of T6-treated samples R, D, W and C in average grain diameter.

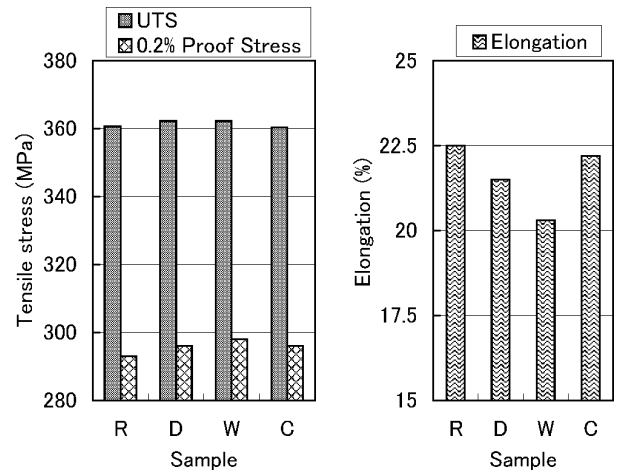


Fig. 8 Comparison of T6-treated samples R, D, W and C in ultimate tensile strength, 0.2% proof stress and elongation.

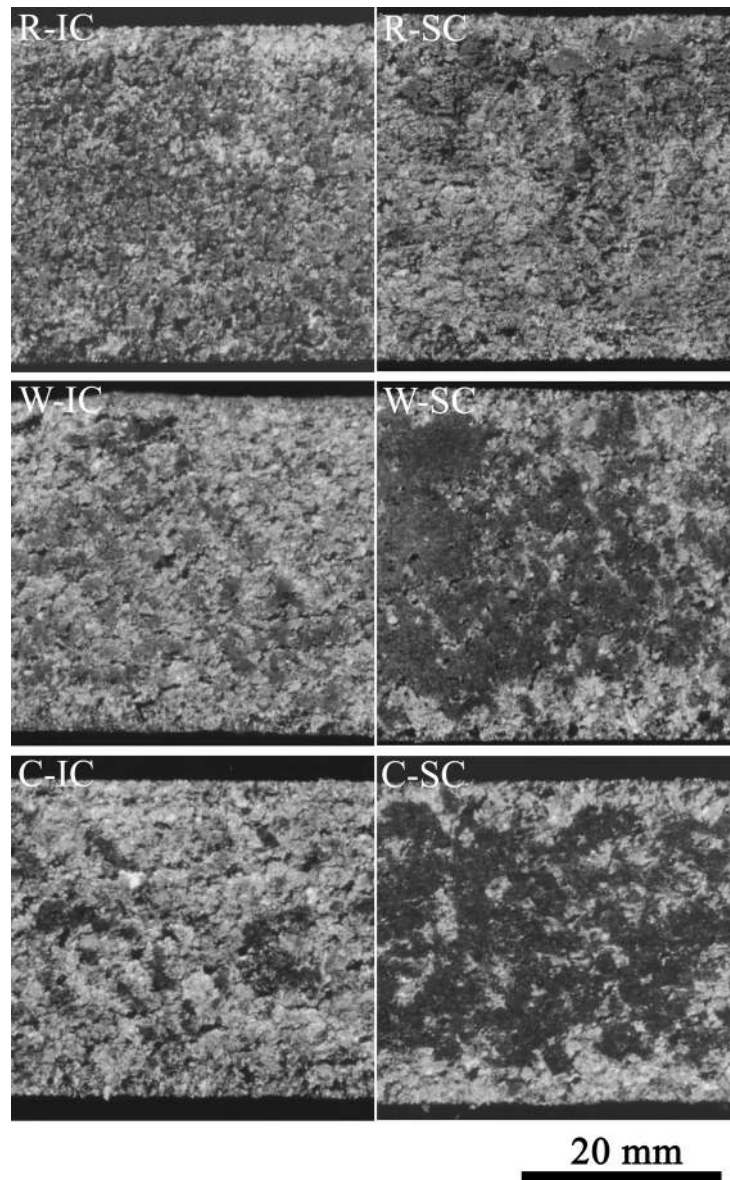


Fig. 9 Macrographs of Z-surface in samples R, D, W and C after immersion corrosion (IC) or stress corrosion (SC) for 100 ks.

満たない境界は数少なく、大きな影響はなかった。**Fig. 7**に、結晶粒一個当たりの単純平均面積によって求めた粒径について、各サンプルを比較して示す。T6 処理材のため細粒とはいえないが、いずれの方向においてもリサイクル材である D, W, C の粒径はほぼ等しく、R 材よりも明らかに小さいことが判明した。押出材中のチップ界面に分散した酸化物等の介在物が粒成長を抑えることが考えられるが、D, W, C 材における酸素量と結晶粒径の間には明確な相関はなく、疑問である。

3.2 引張強度特性

リサイクル材 D, W, C および非リサイクル材 R の T6 処理材について、引張試験から得られた最高強度 (UTS)、0.2% 耐力および破断伸びの各項目を **Fig. 8** に示す。最高強度はいずれも 360~362 MPa の範囲内にあり、サンプル間の差はないといえる。0.2% 耐力については、サンプル間に若干の相違を認めることができ、リサイクル材の 3 種類はすべて R (293 MPa) よりも高い値となっている。また、リサイクル材の中では W (298 MPa) がわずかながら高い。一方、破断伸びについては、R が 22.5% と最も高く、W が 20.3% で最も低い。破断伸びのこうした傾向は、0.2% 耐力でみられた傾向とちょうど反対の関係になっており、興味深い。ここで、T6 処理材と同様の傾向が O 処理材でも認められたことを付記しておく。

以上述べた引張特性についての特徴は、組織と関連付けて以下のように解釈できる。前節で示したように、すべてのリサイクル材には組織上の配向や結晶粒径に高い類似性が認められており、その点では引張特性に差を生じる可能性は低い。実際、リサイクル材間に引張特性上の差はあまりなく、特に D と C は極めてよく似た特性値を持つことが示されている。しかし、切削油や洗浄剤の残留成分および酸素量といった組

成面においては D と C の間に有意な差が認められている。これらの成分の含有率自体は低いため、引張特性に大きく影響することはないであろうが、関連がまったくないとは言い切れない。関連が疑われる現象の一つに、わずかではあるが W において 0.2% 耐力の向上と破断伸びの低下が認められたことがある。W に特有の組織・組成上の違いとして確認されていることは、切削油の残留と思われるイオウ、塩素およびカルシウムが増加している点だけであり、それらが影響していることは十分に考えられる。一方、リサイクル材と非リサイクル材を比較した場合、0.2% 耐力においてリサイクル材の方が高い値を示す点については、二つの理由を挙げることができる。一つは不純物や酸化物による固溶強化や分散強化効果であり、もう一つは結晶粒径が細かいことによる Hall-Petch 効果¹⁾である。ここで破断ひずみに注目してみると、リサイクル材の方が非リサイクル材に比べて低いことが認められている。しかし、これにはチップ界面が影響している可能性が高く、結晶粒微細化の効果を否定することにはならないと考えられる。

3.3 腐食特性

浸漬試験および応力腐食試験を 100 ks 実施した T6 処理材について、流水で軽く洗浄し乾燥させたときの特徴的な外観写真を **Fig. 9** に示す。写真ではあまりはっきりしないが、応力腐食におけるリサイクル材の Z 表面には当初の研磨面がかなりの部分で残っているのに対し、R では完全に消失していた。断面の寸法を測定した結果からも、R の減少率がリサイクル材に比べて大きいことが確認できた。**Fig. 10** に、浸漬試験後の X 断面における Z 表面近傍と Y 表面近傍の光学顕微鏡像を、サンプル R と W の場合について示す。R において結晶粒界に沿った激しい腐食の跡がみとれる。一方、W を始めとするリサイクル材においては、切削チップ界面に

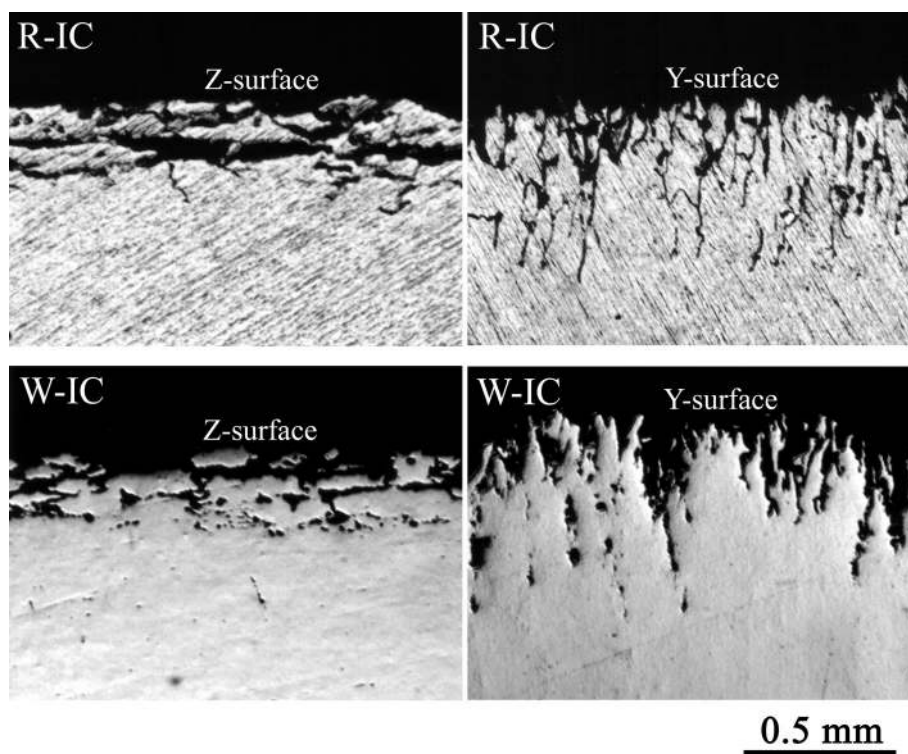


Fig. 10 Optical micrographs near Z-surface and Y-surface of X-section in sample R and W after immersion corrosion for 100 ks.

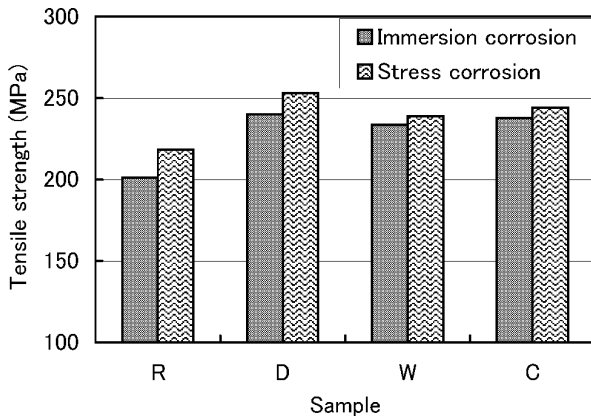


Fig. 11 Comparison of T6-treated samples R, D, W and C after immersion corrosion or stress corrosion for 100 ks in ultimate tensile strength.

沿って相対的に深い腐食が生じているものの、粒界腐食自体には R ほどの激しさはみられない。圧延による配向の結果として、切削チップ界面は Z 面に平行に近づくため、Z 表面における切削チップ界面の出現頻度は低下すると同時に、深さ方向への到達距離は短くなる。リサイクル材において Z 表面での腐食が少ないのはそのためであろう。

Fig. 11 に、腐食の程度を比較するために行った引張試験の結果について示す。ここで引張強度は、腐食前の試験片断面積を用いて計算された。まず材質で比較してみると、リサイクル材間には有意な差が認められない（強いていえば W がわずかに低く、前節でも指摘したように切削油の影響があるのかもしれない）が、リサイクル材と非リサイクル材の間には明らかな差をみてとれる。腐食前の強度は同等であったことから、非リサイクル材の方がリサイクル材よりも腐食による強度低下が大きいことは間違いない。この傾向の原因は、結晶粒径の違いから説明できる。一般に、結晶粒界には腐食の原因となる成分や欠陥が存在しやすいため、結晶粒の微細化によりそれらが分断あるいは低濃度化されることで耐食性が高まると考えられる。前に示したようにリサイクル材の方が非リサイクル材よりも結晶粒径が小さいことから、試験結

果に矛盾はないといえる。一方、負荷の影響について注目してみると、どの材質においても、応力を負荷した場合の方が無負荷の場合よりも強度低下が小さいことがわかる。これと同じ傾向が、Berkeley ら⁹⁾によっても報告されている。それによれば、応力を負荷したケースでは、初期のクラック先端部で水素イオン濃度の急速な低下が生じており、そのことが応力腐食割れの抑制に作用すると述べられている。今回のケースも同様の現象によるものと考えられる。

4. 結 言

6061 アルミニウム合金の切削チップから押出と圧延によってリサイクル材を作製し、その組織を調べるとともに引張強度特性と腐食特性について評価した。その結果、リサイクル材は非リサイクル材に比べて結晶粒径が小さく、強度特性と腐食特性の両面で同等以上の性能を有すること、また、切削油や洗浄剤の影響は小さいことが明らかとなり、本手法が切削チップのリサイクル方法として極めて有望であるとの結論を得ることができた。

参 考 文 献

- 1) 谷口尚司, 高橋功一: までりあ, **41** (2002), 792.
- 2) T. Sotome and M. Ohtaki: Proceedings of ICAA-6, (1998), 351.
- 3) 馬淵 守, 久保田耕平, 東 健司: 粉体および粉末冶金, **40** (1993), 397.
- 4) 中西 勝, 馬淵 守, 久保田耕平, 東 健司: 粉体および粉末冶金, **42** (1995), 373.
- 5) 千野靖正, 岸原竜二, 下島康嗣, 山田康雄, 文 翠娥, 岩崎源, 馬淵 守: 日本金属学会誌, **65** (2001), 621.
- 6) Y. Chino, R. Kishihara, K. Shimojima, H. Hosokawa, Y. Yamada, C. Wen, H. Iwasaki and M. Mabuchi: Material Trans., **43** (2002), 2437.
- 7) M. Mabuchi, K. Kubota and K. Higashi: Mater. Trans. JIM, **36** (1995), 1249.
- 8) M. Nakanishi, M. Mabuchi, N. Saito, M. Nakamura and K. Higashi: J. Mater. Sci. Lett., **17** (1998), 2003.
- 9) D. W. Berkeley, H. E. Sallam and H. Nayeb-Hashemi: Corrosion Sci., **40** (1998), 141.
- 10) T. Minoda and H. Yoshida: Metall. and Mater. Trans. A, **33A** (2002), 2891.
- 11) N. J. Petch: Acta Met., **12** (1964), 2358.