AZ31 マグネシウム合金の casting 組織および加工性に及ぼす
冷却速度の影響

熊川 敬亮*・鈴木 寿穂*

Journal of Japan Institute of Light Metals, Vol. 59, No. 1 (2009), pp. 19-23

Effect of cooling rate on cast structure and formability of AZ31 magnesium alloy

Keisuke KUMAGAWA* and Toshio SUZUKI*

The purpose of the present work is to make clear effect of cooling rate on as-cast microstructure and the formability of AZ31 magnesium alloy. In order to investigate the effect, the AZ31 ingots solidified at 3 kinds of cooling rates were prepared (0.2K/s, 1.8K/s and 10.1K/s). The grain sizes were measured by microstructure observation using an optical microscope. To estimate the formability, the compression examination and rolling test were performed. As the results, the experimental formula between grain size and cooling rate was obtained. As the cooling rate is faster, as-cast microstructure is refined. Simultaneously, β phases crystallizing at grain boundaries are also refined, resulting in a decrease in holding time of homogenization heat treatment. The formability is improved remarkably in the compressive examination when the grain size is smaller than about 120 μm . For example, maximum reductions enable to compress without surface cracks at 523K were improved by 100% when using the specimen with a grain size of 121 μm .

(Received June 20, 2008 Accepted October 1, 2008)

Keywords: magnesium, AZ31, cooling rate, formability, microstructure

1. 緒 言

マグネシウム合金は軽量かつ高比強度であるため、携帯用電子機器筐体、小型家電製品筐体などとして使用されている。また、近年では環境問題の観点から、自動車および輸送機器の軽量化のニーズが強まっており、マグネシウム合金板材の構造部材への適用が徐々に進んできている。

現在、マグネシウム合金のほとんどがダイキャストを始めとする casting プロセスで製造されているが、casting 材では大型の薄板製造が困難、高強度や高剛性が得られにくい、casting 欠陥が発生するなどの問題があり、適用製品の拡大ができずにいる。

そこで、最近では casting に替わり、塑性加工プロセスの研究^{1),2)} が盛んに行われてきており、その中でも工業的に量産可能である圧延加工プロセス^{3),4)} が注目されてきている。圧延材は casting 材と比べて、組織が微細であるため、成形性⁵⁾、強度、剛性に優れ、また圧延時に素材の casting 欠陥を圧着できるというメリットもある。

しかし、マグネシウム合金の結晶構造は hcp であるため、すべり系が少なく、加工性が非常に悪いことが知られている。そのため、高強度材 (>6mass%Al) については、圧延加工の成功事例はほとんどない。最近の研究で小圧下、多パス工程により、実験室規模において AZ61 の圧延に成功したという報告があるが^{6),7)}、工業的な規模での圧延成功例は未だ少ない。また、現在、一般的に流通している低強度の圧延材 (~3mass%Al) についても、大型 (広幅) スラブの圧延加工

には、高度な加工技術を要する。さらに、casting 歩留が低いことなども起因して、製品価格が高くなっており、マグネシウム合金の使用は一部の電化製品の筐体など、特定の分野に限られている。

今後、マグネシウム合金の需要を拡大するためには、展伸材量産化によるコスト削減および高強度展伸材の製造が重要であり、そのためには圧延用スラブの casting 品質制御による圧延性向上が必要である。

casting 組織の制御により加工性を向上させる基本的な手法として、凝固時の冷却速度アップによる casting 組織の微細化が有効であると考えられる。しかし、マグネシウム合金における冷却速度と casting 組織の関係は解明されておらず、微細 casting 組織が加工性に及ぼす影響も未だ不明のままである。

そこで本報では、冷却速度と casting 組織の関係を明らかにするとともに、その加工性を評価し、量産レベルでの圧延加工の可能性を検討した。

2. 供試材料

2.1 供試材料

供試材は弊社保有の抵抗加熱炉により溶解 - casting を行った AZ31 (Mg-3%Al-1%Zn) を使用した。その成分を Table 1 に示す。表中合金名の末尾に示しているアルファベットは後述するインゴット製造方法に対応させたものである。

2.2 インゴット製造法

本実験では、所定の冷却速度を得るために3種類のインゴット製造方法を行った。AZ31 (a) は冷却速度を小さくす

* 大同特殊鋼(株)研究開発本部 (〒457-8545 愛知県名古屋市中南区大同町 2-30)。Research & Development Center., Daido Steel Co., LTD (2-30 Daido-cho, Minami-ku, Nagoya-shi, Aichi 457-8545). E-mail: k-kumagawa@ac.daido.co.jp

Table 1 Chemical composition of AZ31 magnesium alloy used in this study (mass%)

Alloy	Al	Zn	Mn	Si	Fe	Mg
AZ31 (a)	2.85	0.95	0.05	<0.01	0.004	Bal.
AZ31 (b)	2.74	1.05	0.12	0.03	<0.010	Bal.
AZ31 (c)	2.79	0.93	0.12	<0.01	<0.005	Bal.

Table 2 Mold sizes and cooling rates

	Mold	Mold size (mm)	Cooling rate (K/s)
AZ31 (a)	Iron pot	$\phi 80 \times 200L$	0.2
AZ31 (b)	Water-cooled Iron mold	$75t \times 750W \times 1800L$	1.8
AZ31 (c)	Water-cooled Copper mold	$30t \times 170W \times 300L$	10.1

るために、つば内から分析用試料の採取に使用しているサンプリングポット（柄杓）を用いてマグネシウム溶湯を採取し、ポット内でそのまま凝固させたものである。AZ31 (b) は鉄製の水冷鋳型内に鋳造し、凝固させたものであり、AZ31 (c) は、大きな冷却速度を得るために、熱伝導率が高い銅製の水冷鋳型を用いて製造したものである。各製造条件によって得られた固液共存域の平均冷却速度を **Table 2** に示す。温度測定には K タイプシース熱電対を使用し、温度測定位置は AZ31 (a) では $1/2D$, $1/2L$ とし、AZ31 (b), (c) では $1/2T$, $1/4W$, $1/2L$ とした。

3. 冷却速度と鋳造組織の関係

3.1 冷却速度と鋳造組織

Fig. 1 の左側に各冷却速度における鋳造組織を示す。結晶粒は冷却速度が大きくなるにつれて微細になる。**Fig. 2** に冷却速度と平均結晶粒径の関係を示す。結晶粒径は、光学顕微鏡写真より結晶粒をランダムに 50 個程度抽出し、それぞれの面積を画像解析ソフトによって求め、得られた面積から、結晶粒を真円と仮定して直径を算出し、その平均を平均結晶粒径とした。冷却速度と平均結晶粒径を両対数プロットすると線形の関係が得られ、その関係は $D = 254R^{-0.39}$ であった。ここで、 D : 平均結晶粒径 [μm], R : 冷却速度 [K/s] である。この結果より、マグネシウム合金における結晶粒径と冷却速度の関係を明確にでき、冷却速度コントロールにより目標の結晶粒径を得ることが可能となった。

3.2 冷却速度と β 相の相関性

Fig. 3 に冷却速度と β 相の関係を示す。 β 相サイズの測定は、 β 相が比較的に円形であることから、結晶粒径測定と同様に画像解析ソフトにより β 相の面積を求め、得られた面積から β 相を真円近似することにより求めた。冷却速度と β 相面積率に明確な相関は確認できなかったが、 β 相のサイズとは相関が認められた。冷却速度が小さい場合、 β 相は粒界に偏析するような形で現れ、またそのサイズは粗大である。一方、冷却速度が大きい場合、 β 相は組織全面にわたって微細に現れている。これは、冷却速度が大きいほど、核生成のための

Fig. 1 Microstructures of as-cast and homogenized AZ31 alloy specimens. Homogenization treatment was carried out at 693 K for 9 h. **Fig. 2** Relation between grain size and cooling rate. **Fig. 3** Effect of cooling rate on size, area fraction and number of β phase.

駆動力が大きくなり、多くの凝固核が生成することに起因すると考えられる。つまり、冷却速度が大きいほどデンドライトアーム間距離が小さくなり、固相から液相への溶質の排出

Fig. 4 Effect of homogenization time on area fraction of β phase. Homogenization treatment was carried out at 693 K.

が多く、多くの場所で起きること、 β 相の晶出が微細に分散すると推察する。

3.3 均質化挙動

Fig. 1の右側に各インゴットにおける均質化処理後の組織を示す。均質化条件は693 K, 9 hの条件で実施しており、組織からわかるとおり、均質化処理を行っても結晶粒は比較的大粗大せず、铸造組織で観察された粒径を保ったままであった。

また、Fig. 4にはAZ31 (a), (c)における均質化挙動の結果を示す。冷却速度が小さいAZ31 (a)では β 相が固溶するまでに6 hを要したが、冷却速度が大きいAZ31 (c)では固溶するまでの時間は3 h程度であり、冷却速度が均質化条件に影響を及ぼすことを確認した。これは、前節で述べた通り、冷却速度が β 相サイズに影響を及ぼすことに起因しており、 β 相サイズが小さいほど固溶化が速くなると言える。以上より、冷却速度のコントロールにより均質化時間は短縮でき、スラブ熱処理コストを削減できる可能性を見出した。

4. 端面拘束圧縮試験

前節までに冷却速度が铸造組織に及ぼす影響を調べ、冷却速度が大きくなるにつれて铸造組織が微細になることを明らかにした。次に、得られた微細铸造組織が加工性に及ぼす影響を調査すべく、端面拘束試験を実施した。

4.1 端面拘束圧縮試験

Fig. 5に端面拘束圧縮試験の概要を示す。端面拘束圧縮試験とは金型に同心円状の溝を付与し、試験片端面の摩擦係数を1としたものである。つまり試験片端面を完全に拘束した状態で圧縮変形を行うことができるため、圧縮時の摩擦係数の影響を取り除いた試験であるといえる。また、本実験で使った装置はロードセルを使用することで荷重、変位の導出が可能であり、これらのデータから応力-ひずみ曲線を求めて実験の考察に使用した。

4.2 試験条件

500 t プレス機を使用し、試験温度473~623 K、圧縮率20~75%、ひずみ速度6.7/s一定で行った。試験片は、各インゴットからFig. 6に示す位置から20 mm角のサンプルを切出し、旋盤加工により $\phi 15 \text{ mm} \times 22.5 \text{ mm}$ の試験片を作製した。また、試験片の加熱方法は加熱誘導コイルを使用し、試験片

Fig. 5 Schematic illustration of apparatus for compression test.

Fig. 6 Extracted positions of compressive test specimens from ingot.

Reduction	AZ31 (a, GS=471 μm)	AZ31 (b, GS=218 μm)	AZ31 (c, GS=121 μm)
30%			
40%			
50%			
60%			
70%			

Fig. 7 Outer views of specimens compressed at 523 K after homogenization at 693 K for 9 h.

側面に熱電対をセットすることにより試験片の温度測定をした。さらに、試験片両端部に雲母シートをセットし、金型への抜熱を抑制した。本実験では、圧縮試験中の変形抵抗も測定しており、加工性の評価は、圧縮試験後の試験片表面の割れの有無により行った。

4.3 結晶粒径と変形能

Fig. 7に523 Kにおける圧縮試験後の試験片外観写真を示す。各試験片の表面には凹凸が生じているが、铸造組織が微

細である試験片ほど表面は滑らかであることがわかる。この傾向から、圧縮試験により生じる表面凹凸の程度は、試験片の結晶粒径と相関があり、圧縮変形中に試験片表面の結晶粒が不均一に変形したために生じたと考えられるが、詳細については今後調査する必要がある。ただし、変形中に生じる試験片表面の凹凸は、この部位を起点とする割れの原因となる可能性があることを考慮すると、鑄造組織微細化は材料の加工性向上に有効であるといえる。

Fig. 8 に今回実施した圧縮試験の結果をまとめた。すべての試験温度において鑄造組織の微細化により限界圧縮率は向上していた。特に AZ31 (c) は他の 2 材料と比較し、急激に加工性が向上し、試験温度 623 K で限界圧縮率は 35% 以上向上した。AZ31 (c) は試験後の表面状態も非常に良好であったことから、AZ31 では鑄造組織が 100~200 μm の間に急激に加工性が向上する粒径が存在すると考えられる。本実験ではこの変局点の見極めは行っていないが、今後調査していきたい事象である。

4.4 動的再結晶挙動

Fig. 9 に試験温度 523 K で得られた応力-ひずみ曲線を示す。鑄造組織が微細なほど、変形抵抗が大きくなる。これ

Fig. 8 Relationships between compression temperatures and maximum reductions enable to compress without surface cracks using specimens homogenized at 693 K for 9 h.

Fig. 9 Flow stress-strain curves of specimens homogenized at 523 K.

は、結晶粒が微細なほど粒界が多く存在するためであり、他の金属で得られる関係と同様の結果であった。また、本実験の結果から、鑄造組織が微細なほど応力のピークが低ひずみ側へ移行していることがわかる。圧縮加工中、初期段階では変形によりひずみが導入され加工硬化を起こすが、変形が進行すると動的再結晶が生じ始め、ひずみが緩和されていく。つまり、圧縮試験における応力のピークは動的再結晶の発現を意味しており、鑄造組織が微細なほど早期に動的再結晶が発現したといえる。

Fig. 10 に試験温度 523 K における各圧縮率で得られた試験片の縦断面端部の組織を、**Fig. 11** に試験温度 523 K における AZ31 (a), AZ31 (c) の再結晶分率の推移を示す。AZ31 (a) と比較し AZ31 (c) は動的再結晶が早期に起こっており、圧縮率 20% において顕著な差が確認された。更に、本実験での AZ31 (a) の加工限界であった圧縮率 40% における動的再結晶分率にも差が確認でき、微細鑄造組織ほど動的再結晶が起こりやすいことがわかった。これらの結果は前述した動的再結晶挙動を証明するものであり、動的再結晶によるひずみ緩和が加工性を向上させた要因の一つと考えられる。

4.5 破壊挙動

Fig. 12 に試験温度 523 K、圧縮率 40% における圧縮試験

Fig. 10 Microstructures of homogenized specimens after compression test at 523 K.

Fig. 11 Effect of compressive reductions on recrystallization ratios of homogenized specimens at 523 K.

Fig. 12 Microstructures of cross sections near free surfaces of specimens compressed to reduction of 40% at 523 K.

Fig. 13 Outer views of plates rolled to reduction of 40% at specimen temperature of 523 K, roll temperature of 423 K and rolling speed of 6.7 m/min.

後の組織を示す。組織観察部は試験片の縦断面端部である。圧縮率 40% は AZ31 (a) における限界圧縮率であり、割れが観察されるが AZ31 (c) では割れは確認されなかった。また、AZ31 (a) の組織をみると、割れは直線的なものと非直線的なものがあり、前者は双晶割れ、後者は未再結晶粒の粒界割れであると考えられる。つまり、圧縮変形中に導入されたひずみが粒界および双晶界面に蓄積されて割れが発生、さらに拡大し、試験片表面に割れとして現れ、最終的に破壊へと繋がると考えられる。また、結晶粒が粗大であるほど結晶粒自体が不均一に変形しやすく、粒界割れが発生しやすい可能性も挙げられる。一方、鑄造組織が微細なほど粒界へのひずみの蓄積および結晶粒の不均一な変形が少ないとともに、動的再結晶によるひずみ緩和も大きいと粒界割れが生じにくく、結果として加工性の向上に繋がったと考えられる。

5. 圧延試験

限界圧縮試験により、鑄造組織微細化が材料の加工性向上に有効であることを見出した。ここでは、鑄造組織微細化が本研究の目的である圧延加工性にどのような影響を及ぼすかについて検証する。

5.1 試験条件

AZ31 (a) および AZ31 (c) から鋸切断により、厚さ 20×幅 170×長さ 60 の試験片を切出した。この試験片をフライス加工により厚さ 10×幅 150×長さ 60 に加工した後、693 K で 9 h の均質化処理を実施した。均質化処理後、更にエメリー紙で試験片表面を研磨し、これを圧延母材とした。圧延試験機には弊社保有の 2 段圧延機を使用し、潤滑にはシリコン系の潤滑剤を用いた。試験条件については、材料温

度 523 K、ロール温度 423 K、圧下率 10~40%、送り速度 6.7 m/min で実施した。

5.2 試験結果

Fig. 13 に圧下率 40% における圧延試験後の外観写真を示す。AZ31 (a) では、エッジ割れが多数確認でき、最大割れ長さは 40 mm 程度であった。一方、AZ31 (c) ではエッジ割れはほとんど見られず、鑄造組織微細化は圧延加工性向上にも有効であることが確認できた。

6. 結 言

本実験において AZ31 合金の鑄造組織を冷却速度により制御し、得られた材料を圧縮試験、圧延試験により加工性の評価を行った。得られた結果を以下にまとめる。

(1) 冷却速度 (R) が大きくなるにつれて鑄造組織は微細になり、結晶粒径 (D) = $254R^{-0.39}$ の関係が成立することを確認した。

(2) 冷却速度が大きくなるにつれて鑄造組織に見られる β 相も微細になり、この β 相が微細なほど均質化処理時間を短縮できる可能性を見出した。

(3) 693 K, 9 h の条件で均質化処理を施した試験片を用いて端面拘束圧縮試験を実施した結果、微細組織を有する試験片ほど、圧縮加工性は良好であった。また、均質化処理後の平均結晶粒径が 120 μm 程度まで微細であると、大幅に圧縮加工性は向上し、500 μm 程度の粗大粒材と比較し、30% 程度限界圧縮率が向上した。

(4) 693 K, 9 h の条件で均質化処理を施した試験片を用いて圧延試験を実施した結果、圧延試験でも圧縮試験と同様に、微細組織を有する試験片ほど加工性は向上した。

参 考 文 献

- 1) Y. Miyahara *et al.*: Materials Science Forum, 488-489 (2005), 473-476.
- 2) A. A. Luo *et al.*: 64th Annual World Magnesium Conference Proceedings, May 13-15 (2007), 67-74.
- 3) 灰谷 直, 田村洋介, 為広 博, 河野紀雄: 軽金属, **57** (2007), 185-190.
- 4) 戸梶恵郎: 材料, **52** (2003), 821-826.
- 5) 松本 良: 軽金属学会第 113 回秋期大会講演概要, (2007), 309-310.
- 6) 廣中智久: 第 57 回塑性加工連合講演会論文集, (2006), 29.
- 7) 廣中智久: 軽金属学会第 112 回春期大会講演概要, (2007), 235-236.
- 8) 藤井徹也: 鉄と鋼, **60** (1974), 59.