マグネシウム合金鍛造部材の強度・延性改善のための技術開発

斎藤 尚文*・渡津 章*・袴田 昌高*
岩崎 源**・坂本 満*

Journal of Japan Institute of Light Metals, Vol. 60, No. 2 (2010), pp. 88-92

Improvement in strength and ductility of magnesium alloy parts by hot forging

Naobumi SAITO*, Akira WATAZU*, Masataka HAKAMADA*
Hajime IWASAKI** and Michiru SAKAMOTO***Keywords:** *magnesium alloys, hot forging, dynamic recrystallization, grain refinement strengthening*

1. 緒 言

実用金属中最軽量であるマグネシウム合金を構造部材用の材料として応用する場合、形状付与の容易さと、高強度・高延性が同時に求められる。マグネシウム合金の形状付与にはダイカスト等の casting 法が有効であり、実用化も先に進んでいるが、より一層の高強度化・信頼性が求められている。このためには、高温での塑性加工中に起こる動的再結晶・結晶粒微細化などの現象を利用し¹⁾、材料組織を制御する必要がある。とくに熱間鍛造は形状付与と組織制御を同時に行えることから、マグネシウム合金部材の製造技術として有力だが、大規模な普及には至っていない。素材コストの高さ、また六方最密構造を有するマグネシウム特有の塑性加工の難しさ²⁾が、マグネシウム合金鍛造部材の実用化を阻んでいる。

このような現状に対し、著者らは、新エネルギー・産業技術総合開発機構 (NEDO) の事業「マグネシウム鍛造部材技術開発プロジェクト」(以下「プロジェクト」と称する) に参画し、企業や大学の協力のもとで、マグネシウム鍛造技術の開発を進めている。本技術報告ではプロジェクトの一環として行った、以下2点の研究成果を報告する。まず、種々のマグネシウム合金押出材から試作されたモデル鍛造品の機械的性質を調べ、現行の鍛造技術を評価した。次に、新しい鍛造用マグネシウム合金素材として連続鍛造材に注目し、これを熱間鍛造により組織制御することで機械的性質の向上を試みた。

2. 押出材を素材としたマグネシウム合金鍛造部材 (モデル鍛造品)

マグネシウム合金の鍛造技術開発にあたり、まず現行の鍛造プロセスの水準を把握する必要がある。このため、現在鍛造用素材として用いられうるマグネシウム合金押出材を素材に用い、プロジェクトの参加企業においてモデル鍛造が行わ

れた。そのマクロ・ミクロ組織観察、および室温の機械的性質の調査結果を報告する。

2.1 マクロ組織観察

素材として用いたマグネシウム合金押出材の公称組成は、質量 % 濃度で Mg-6Al-1Zn (AZ61), Mg-8Al-0.5Zn (AZ80), Mg-6Zn-0.5Zr (ZK60), Mg-5Al-2Ca-2Mn (ACM522) (Mn はミッシュメタル) である。各押出材の組織観察の結果を Fig. 1 に示す。押出材の結晶粒径は 10~30 μm であった。

プロジェクト参加企業において鍛造されたモデル鍛造品は4種類あり、以降これを A, B, C, D と称する。鍛造時の材料温度は 250~420°C、金型温度は 150~300°C であった。鍛造品の大まかな外形は材料温度や金型温度によらず、一見、良好に鍛造成形が行われているようであった。しかし詳細な表面観察の結果、材料温度が低いほど表面のき裂等が多かった。

Fig. 1 Microstructures of extruded Mg alloys: (a) AZ61, (b) AZ80, (c) ZK60, (d) ACM522.

* 独立行政法人産業技術総合研究所 サステナブルマテリアル研究部門 (〒463-8560 愛知県名古屋市守山区下志段味穴ヶ洞 2266-98)。Materials Research Institute for Sustainable Development, National Institute of Advanced Industrial Science and Technology (AIST) (2266-98 Anagahora, Shimoshidami, Moriyama-ku, Nagoya-shi, Aichi 463-8560). E-mail: masataka-hakamada@aist.go.jp

** 財団法人素材センター (東京都)。The Materials Process Technology Center (Minato-ku, Tokyo)。

受付日: 平成 21 年 7 月 27 日 受理日: 平成 21 年 10 月 21 日

Fig. 2 Observation of forged part A showing material flow during hot forging of extruded AZ80 bars at (a) 250 and (b) 400°C.

Fig. 3 Observation of forged part D showing material flow during hot forging of extruded AZ80 bars at (a) 250 and (b) 420°C.

モデル鍛造品 A および D の代表的なマクロ組織（鍛流線）観察結果を、それぞれ **Fig. 2** および **Fig. 3** に示す。AZ80 押出材を、低温（250°C）および高温（400°C または 420°C）で鍛造したものである。この鍛流線観察により、鍛造品内部の材料組織は、鍛造時の材料温度に大きく影響されることがわかる。

例えば鍛造品 A については、鍛造時の材料温度が 250°C の場合、最も材料が細くなる部位で鍛流線の偏りが生じている。また、表面からは確認されないようなき裂の発生も確認された。一方、鍛造時の材料温度が 400°C の場合は、最も材料が細くなる部位で鍛流線が比較的均一に分布している。また、き裂などの内部欠陥も観察されなかった。

鍛造品 D についても、鍛造時の材料温度が 250°C のものでは、変形の集中する角の部分において鍛流線が分断されている。一方、鍛造時の材料温度が 400°C のものでは鍛流線がなめらかに湾曲している。

すなわち、材料温度が低い（250°C）場合でも鍛造により外形は成形できるものの、内部での変形が著しく不均一であり、結果として材料組織も不均一になる。

2.2 室温の機械的性質とミクロ組織

モデル鍛造品 A, B, C の大きな変形を受けたと考えられる部位から引張試験片を切出し、室温引張試験に供した。その結果を引張強さ－破断伸びの関係にまとめ、**Fig. 4** に示す。Fig.

Fig. 4 Relationship between tensile strength and elongation to failure of forged parts A, B and C.

4 には各押出材の鍛造前の引張強さ－延性の関係（白抜きのプロット）、ならびに引張試験片を切出した場所も示してある。総じて、鍛造品の破断伸びは鍛造前の押出材より少し大きくなるが、引張強さは鍛造前の押出材と同等、もしくは低くなる場合がほとんどであった。鍛造品、また合金種により少し傾向の違いがみられるものの、押出マグネシウム合金素材の室温における機械的性質が熱間鍛造により向上されたとは言いがたい。

モデル鍛造品のミクロ組織観察結果の一例を **Fig. 5** に、また室温引張試験の応力－ひずみ線図の一例を **Fig. 6** に示す。どちらも AZ80 合金についての例である。鍛造時の材料温度が低い場合、結晶粒が約 10 μm まで微細になっている。また、その結晶粒微細化により室温での降伏強度が向上していると考えられる。結晶粒微細化は熱間鍛造中の動的再結晶により起こったと考えられる。しかしその再結晶粒径は、マグネシウムの室温変形における延性の有意な向上をもたらす³⁾ ような、例えば 5 μm という値ほどまでは微細でないこと、また **Fig. 2** や **Fig. 3** に示されたような組織の不均質が原因となり、延性が向上していないと考えられる。その結果として、引張強さは鍛造前とほとんど変わっていない。

2.3 モデル鍛造品のまとめ

これらの結果は、マグネシウム合金部材の押出材を出発素材とする現行の鍛造技術では、成形そのものはある程度可能だが、製品の機械的性質は必ずしも向上できないことを示している。鍛造とはその名が示すように「鍛えて造る」プロセ

Fig. 5 Microstructures of forged part A. Forging temperatures were (a) 250, (b) 300 and (c) 350°C.

Fig. 6 Nominal stress-strain curves for room-temperature tension tests on specimens cut from forged part A.

スであるから、上の結果のように、鍛造により機械的性質がほとんど向上しない、あるいは下がってしまう、ということは望ましくない。

上で説明したように、熱間鍛造プロセスにおいて動的再結晶粒径のさらなる微細化（例えば $5\mu\text{m}$ 以下）、その微細組織の均一化を実現すれば、強度と延性の両面で優れた鍛造部材を提供できる可能性がある。

3. 連続鍛造マグネシウム合金の高温圧縮鍛造

市販のマグネシウム合金押出材は高温での押出を経るため、

Fig. 7 Sample preparation for tension and compression tests of hot-compressed Mg alloys.

単価 3000~5000 円/kg と比較的割高なのが現状であり、これを素材とする鍛造プロセスの低コスト化には限界がある。

一方、マグネシウム合金の連続鍛造では、難燃性付与成分⁴⁾であるCaを加えることで現状より低コスト化できる可能性があり、また鍛造技術の改良による組織微細化も実現しつつある⁵⁾ため、新しい鍛造用素材として期待される。そこで本研究ではより安価な鍛造プロセスとして、押出を経ない連続鍛造材を素材に用い、これを鍛造することを検討した。ここでは通常の室温引張試験のほか、マグネシウム合金の室温における機械的性質で問題となる異方性⁶⁾を調査するため、室温圧縮試験も行い、市販のマグネシウム合金圧延板の異方性と比較した。

3.1 実験方法

素材は連続鍛造 Mg-9Al-1Zn (AZ91) および Mg-9Al-1Zn-1Ca (AZX911) 合金（組成は質量 %）を用いた。410°C、24 時間の均質化熱処理が施されている。直径 10 mm、高さ 12 mm の圧縮試験片を切出し、熱間鍛造を模擬して高温圧縮試験（温度 300°C、真ひずみ速度 0.1s^{-1} 、圧縮率 80%）を行った。高温圧縮後、試験片は速やかに水冷された。高温圧縮前後の試料から試験片を切出し、室温で引張試験および圧縮試験を行った。高温圧縮後の試料からの切出しは放電加工により Fig. 7 のように行った。室温引張試験および圧縮試験の変形方向は高温圧縮時の変形方向と垂直となる。比較対照のため、市販の Mg-3Al-1Zn (AZ31, 組成は質量 %) 圧延板にも室温で引張試験および圧縮試験を行った。組織観察の結果、AZ31 圧延板の結晶粒径は約 $25\mu\text{m}$ であった。AZ31 圧延板の引張試験および圧縮試験の変形方向は圧延方向と平行とした。

試料の組織観察を光学顕微鏡で、また高温圧縮後試料の集合組織測定を X 線回折分析装置（シュルツの反射法）で行った。

3.2 実験結果および考察

3.2.1 高温圧縮による結晶粒微細化強化

Fig. 8 に高温圧縮前後の AZ91 および AZX911 マグネシウム合金連続鍛造材の組織写真を示す。圧縮前の組織は結晶粒径 $100\sim 200\mu\text{m}$ であり、AZX911 合金では Al-Ca 化合物とみられる第二相が分散している。圧縮後試料の組織写真によれば、結晶粒が $3\sim 5\mu\text{m}$ まで微細化している。高温圧縮中の動的再結晶により結晶粒が微細化したと考えられる。

高温圧縮前後の室温引張試験で得られた、引張強さと破断伸びの関係を Fig. 9 に示す。引張強さは、高温圧縮前の試料

では約 200 MPa であったのに対し、高温圧縮後では 320 MPa 以上まで向上していた。また、破断伸びも向上している。この Fig. 9 を Fig. 4 と比較すれば、連続鋳造材の鋳造前の室温における機械的性質は押出材に比べ劣るが、高温圧縮により強度・延性ともに改善され、押出材と同等かそれ以上の引張強さを得ていることが明らかである。これは、結晶粒径が

Fig. 8 Microstructures of (a) AZ91 and (b) AZX911 Mg alloys before and after hot compression at 300°C with 0.1 s^{-1} to true strain of 1.6.

Fig. 9 Relationship between tensile strength and elongation to failure of AZ91 and AZX911 Mg alloys.

Fig. 11 Nominal stress-strain curves for tension and compression tests on (a) hot-compressed AZ91, (b) hot-compressed AZX911 and (c) rolled AZ31 sheet.

$5 \mu\text{m}$ 以下にまで微細化されたことにより、ホール・ペッチ則に従って降伏強度が改善されるのと同時に、粒界近傍において起こるといわれる非底面すべりの活性化⁷⁾や粒界すべりの発現³⁾などにより室温においても変形の自由度が増し、延性も向上したためと考えられる。

3.2.2 異方性の低減

高温圧縮した AZ91 および AZX911 マグネシウム合金連続鋳造材、および比較対象である AZ31 圧延板の (0002) 面極点図を **Fig. 10** に示す。圧縮面および圧延面にほぼ平行に、底面が配向している。この傾向は過去の研究⁸⁾とも一致する。

Fig. 11 に、高温圧縮した AZ91 および AZX911 マグネシウム合金連続鋳造材、および AZ31 圧延板の室温圧縮試験・室温引張試験の応力-ひずみ線図を示す。いずれの応力-ひずみ線図においても、圧縮試験における降伏応力は引張試験におけるそれより低い。各材料の降伏応力の比を計算すると **Fig. 12** のようになる。この比が 1 より大きいほど異方性が顕著であることを示すが、AZ31 圧延板に比べて高温圧縮した AZ91 および AZX911 の応力比は 1 に近く、異方性が低減している。

各試料の室温における 2% 変形 (引張および圧縮) 後の組織観察結果を **Fig. 13** に示す。降伏応力の異方性が大きかった AZ31 圧延板では、2% 圧縮後には双晶が多く観察されたのに対し、2% 引張の後には双晶はあまり観察されなかった (**Fig. 13 (c)**)。一方、高温圧縮した AZ91 および AZX911 では、引張試験後、圧縮試験後ともに双晶はほとんど観察されなかった。これより、降伏応力の異方性は双晶変形に起因す

Fig. 10 (0002) pole figures for (a) hot-compressed AZ91, (b) hot-compressed AZX911 and (c) rolled AZ31 sheet. Hot-compression direction is vertical to paper plane in (a) and (b). In (c), RD=rolling direction and TD=transverse direction.

Fig. 12 Tension/compression 0.2% proof stress ratios for hot-compressed AZ91, hot-compressed AZX911 and rolled AZ31 sheet.

Fig. 13 Microstructures of (a) hot-compressed AZ91, (b) hot-compressed AZX911 and (c) rolled AZ31 specimens deformed with 2%-strain at room temperature.

ることが示唆される。とくに高温圧縮した AZ91 および AZX911 合金では、結晶粒が $5\mu\text{m}$ 程度に微細化されたことにより $\{10\bar{1}2\}\{10\bar{1}1\}$ 双晶の発生が抑えられ⁹⁾、異方性が低減したと考えられる。

マグネシウム合金の温間鍛造では、Fig. 10 に示すような底面集合組織の形成、それに起因する力学的な異方性は避けられない。その際に結晶粒を $5\mu\text{m}$ 程度まで微細化することで双晶変形を抑制し、異方性を低減できる。すなわち、結晶粒径の微細化は、単なる強度改善のためだけでなく、異方性低減にも有効な手段であることがわかった。

3.3 連続鍛造材の高温圧縮試験のまとめ

連続鍛造マグネシウム合金を高温圧縮した結果、動的再結晶により結晶粒が微細化し、室温強度・延性を向上させることができた。また、結晶粒径を $5\mu\text{m}$ 以下にまで微細化したことで、力学的異方性も低減された。このことより、連続鍛造 AZ91 および AZX911 マグネシウム合金材の鍛造用素材としての可能性が示された。

4. 結 言

マグネシウム合金の鍛造技術の開発にあたり、まず現行プロセスの把握のため、押出材を素材として各企業で鍛造成形を行い、それらモデル鍛造品の機械的性質などの調査を行った。その結果、温間鍛造により成形はできるものの、強度は鍛造前とさほど変わらず、鍛造に望まれるような機械的性質の大幅向上は認められなかった。組織観察の結果、さらなる結晶粒の微細化と、組織の均一制御が必要であると推測された。

低コスト化の観点から、高温押出を経ていない連続鍛造マグネシウム合金を鍛造素材として活用することを考え、連続鍛造 AZ91 および AZX911 マグネシウム合金材の高温圧縮試験を行った。高温圧縮中の動的再結晶により結晶粒は $5\mu\text{m}$ 以下まで微細化し、引張強さ・破断伸びとともに高温圧縮前より向上した。また、結晶粒微細化は室温変形時の双晶変形を抑制するため、異方性の低減にも有効であった。

上記結果に基づきプロジェクトでは、連続鍛造マグネシウム合金を素材として、また変位や変形速度などの緻密な制御が可能なサーボプレスを活用し、複雑形状成形のための鍛造プロセスを開発中である。試作鍛造品の室温引張強さはプロジェクトの目標である 340 MPa を超えるものもあり、マグネシウム合金の鍛造技術の実用化に向けて、さらなる鍛造技術の高度化を行っている。

謝辞

本研究は新エネルギー・産業技術総合開発機構 (NEDO) の事業「マグネシウム鍛造部材技術開発プロジェクト」の一環として行われたものである。

参 考 文 献

- 1) 三浦博己, 酒井 拓: 軽金属, **59** (2009), 320–329.
- 2) A. Couret and D. Caillard: Acta Metall., **33** (1985), 1447–1454.
- 3) J. Koike, R. Ohyama, T. Kobayashi, M. Suzuki and K. Maruyama: Mater. Trans., **44** (2003), 445–451.
- 4) 秋山 茂, 上野英俊, 坂本 満, 平井寿敏, 北原 晃: まてりあ, **39** (2000), 72–74.
- 5) D. H. StJohn, M. Qian, M. A. Easton, P. Cao and Z. Hildebrand: Metall. Mater. Trans. A, **36** (2005), 1669–1679.
- 6) Y. Chino, K. Kimura, M. Hakamada and M. Mabuchi: Mater. Sci. Eng. A, **485** (2008), 311–317.
- 7) 小林孝幸, 小池淳一, 吉田 雄, 鎌土重晴, 鈴木真由美, 丸山公一, 小島 陽: 日本金属学会誌, **67** (2003), 149–152.
- 8) H. L. Ding, L. F. Liu, S. Kamado, W. J. Ding and Y. Kojima: Mater. Sci. Eng. A, **452–453** (2007), 503–507.
- 9) 吉永日出男: 稠密六方晶金属の変形双晶—マグネシウムを中心として, 内田老鶴園, (2007), 68–72.