

# 軽金属の塑性加工

## — 金属組織制御によるアプローチの事例 —

伊藤 吾朗\*

### 1. はじめに

地球温暖化問題の高まりの中で、輸送分野を中心に、従来の鉄鋼からアルミニウムやマグネシウムなど軽金属材料への材料転換が、本格的に検討されてきている。しかし、①強度や耐熱性の不足や、②コスト上昇が大きな障害となり、その転換は迅速に進んでいるとはいえない。コスト上昇の要因は、②(i)金属地金本体のコスト上昇以外に、②(ii)成形加工コストの上昇が挙げられる。本稿では、アルミニウム合金における①の欠点を塑性加工を利用して改善する試みと、②(ii)に関係してマグネシウム合金の成形性を高める試みを、いずれも金属組織制御の観点から行った筆者らの結果を簡単に紹介する。

### 2. 超強力・超耐熱アルミニウム合金創製のための塑性加工プロセスの開発<sup>1)</sup>

#### 2. 1 目的

アルミニウムには変態がなく、多量に固溶する合金元素がほとんどないという状態図上の制約から、熱処理のみにより第二相を高い体積率で微細分散させることは、一般に困難である。これを打開する方法として、急冷凝固法やメカニカルアロイング法が試みられているが、これらの方法は粉末冶金法であるため、酸素を始めとする不純物が混入しやすく、高コストとなるといった問題点があり、ほとんど実用には至っていない。しかし、メカニカルアロイング法は基本的に繰返し塑性加工法であるので、バルク材料にも適用可能と考えられる<sup>2)</sup>。近年、バルク材の組織を微細化させる新しいプロセスとして、図1に概念的に示した ECAP (Equal Channel Angular Pressing) と呼ばれる繰返し塑性加工法が注目され、関係

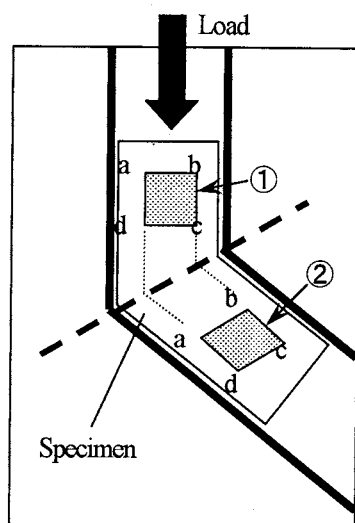


図1 ECAP法の概念図。

研究が盛んになされている<sup>3)</sup>。

本研究ではこの加工方法を、鑄造状態において粗大な第二相を形成する Al-Ti 系合金に適用し、第二相の微細化を図ることを目的とした。単相材料に比べて当然変形抵抗の点で、加工が困難と予測されたので、まずダイスや加工可能温度等の条件について検討した後、次に、微細化の程度に及ぼす加工温度、繰返し数の影響を調べることにした。ここで Ti を添加元素として選んだのは、アルミニウムの軽量性を損なわないこと、またアルミニウム中での拡散が遅く、高温で加工しても組織の粗大化が生じにくいと期待されることにある。さらに、母相のアルミニウムを固溶強化することにより、第二相に高いせん断応力を与えることを目的として、Al-Ti 二元合金に Cu、または Mg を添加した合金についても同様の検討を行った。そして微細化の程度に及ぼす母相の変形応力の影響についても考察することにした。

#### 2. 2 試料および実験方法

純度 99.99mass% の Al, Cu, Mg, 99.9mass% の Ti を原料とし、目標組成 Al-5mol%Ti (以下組成はとくに断りのないかぎり mol% で表記する)、Al-5Ti-1Cu, Al-5Ti-1Mg の各合金を、アルゴン雰囲気中で高周波誘導溶解し、金型鑄造した。ここで Cu や Mg を合金元素として加えたのは、母相のアルミニウムを固溶強化することにより、第二相に高いせん断応力を与えようと考えたからである。

鑄塊から、10×20×65mm および 10×10×40mm の繰返し加工用の試片を切出した。まず 10×20mm 断面の試片を用い、繰返し加工を行った。試片をダイス (材質: SKD11, 600HV) 内に配置し、ステンレス製のボルトによってダイスを固定する (図2)。次に、試片をダイスとともに 600°C で 1 h 均熱処理し、ダイスごと均熱炉から取り出し、荷重容量 200kN の油圧式万能試験機を用い、直ちに室温にて約 100kN の荷重を試料長手方向に負荷して繰返し加工 (プレス) に供した。このダイスで 1 回のプレスによって得られる真ひずみは約 1 である<sup>3)</sup>。

しかし保持炉を使用せず、10×20mm 断面の試片、ボルトによる固定と油圧式試験機を用いた上記の実験では、ボルトやダイスの変形を生じ、加工を行うことができなかった。そこで 10×10mm 断面の試片を図3に示したジグ内に収め、ジグごと電気抵抗炉の中で 200~600°C の所定の温度にまで加熱し、30min 経過後その温度に保持した状態で、荷重容量 100kN のインストロン社製万能試験機を用いて、クロスヘッドスピード 1mm/min でプレスすることにより繰返し加工を行った。第1回目のプレスは、試料中の鑄造欠陥を潰すことを目的に、主に 600°C (Cu や Mg など融点を低下させる元素を含む合金では 550°C)

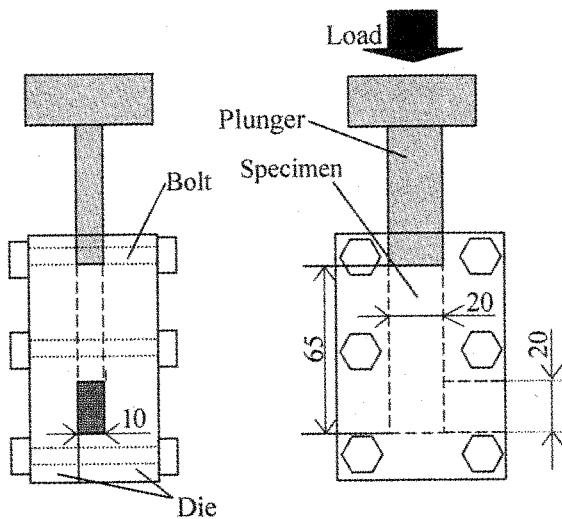


図2 当初用いたダイスおよびその周辺のジグ。寸法の単位：mm。

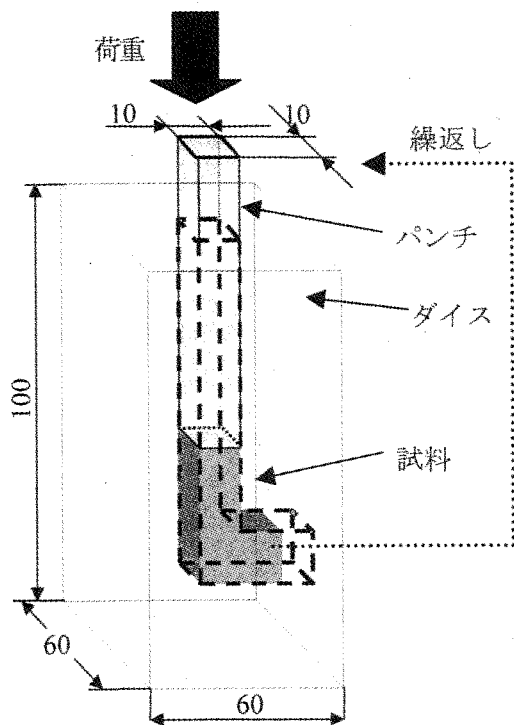


図3 改良後のダイスおよびその周辺のジグ。寸法の単位：mm。

で行った。この場合も1回のプレスにおいて得られる真ひずみは約1である。2回目以降は、200℃、400℃、600℃（550℃）の各温度にて、3回加工し、計4回の繰返し加工を行い、約4の真ひずみを与えた。また1パス毎に試料の長手方向を軸に90°ずつ回転させた。このように回転することによって、単相材においては最も効果的に結晶粒微細化がなされると報告されている<sup>3)</sup>。

加工中のダイスの焼付きを防止し、摩擦抵抗の低減を図るため、各パス毎に二硫化モリブデンとグラファイトの混合潤滑剤を使用した。加工後の光学顕微鏡観察によ

り微細化の程度を定性的に評価するとともに、10×10×20 mm に切出した試験片を室温での圧縮試験に供し、0.2%耐力を測定し、これにより微細化の程度を定量的に見積った。

### 2.3 実験結果および考察

図2に示したダイスおよび10×20mm断面の試片を用い、実際の繰返し加工を600℃で試みたが、1回目の加工途中でダイスを固定していたボルトの強度不足のため、型に隙間を生じてしまい、続行不能となった。そこで、図3に示すダイスと10×10mm断面の試片を用いることにした。

図4に、繰返し数と、圧縮試験により求めた0.2%耐力との関係を示す。いずれの合金においても、繰返し数が多くなるほど、0.2%耐力が増加することが明らかである。これに対応して、光学顕微鏡観察により、繰返し数とともに、第二相が微細化されることを確認した。

各試料において1回加工後と4回加工後の0.2%耐力の差 $\Delta PS(4-1)$ を比較すると、Al-5Ti合金では25MPaであるのに対して、Al-5Ti-1Cu合金では56MPa、Al-5Ti-1Mg合金では42MPaと、 $\Delta PS(4-1)$ がCu、Mg添加により増加している。つまり、Cu、Mgを添加して母相を固溶強化したことにより、繰返し加工の効果が高められた可能性がある。ここで4回加工後の耐力を、 casting (0回加工)後の耐力ではなく、1回加工後の耐力と比較したのは、観察していないが、 casting状態に比べ、加工材では母相の結晶粒径が小さく、また転位密度も高いため、第二相の微細化以外の要因が、強度上昇に寄与するので、これを除くためである。加工温度が高いため、回復・再結晶と加工硬化は速やかに（1回の加工中に）バランスすると考えられる。すなわち1回目以降は、母相の結晶粒径や転位

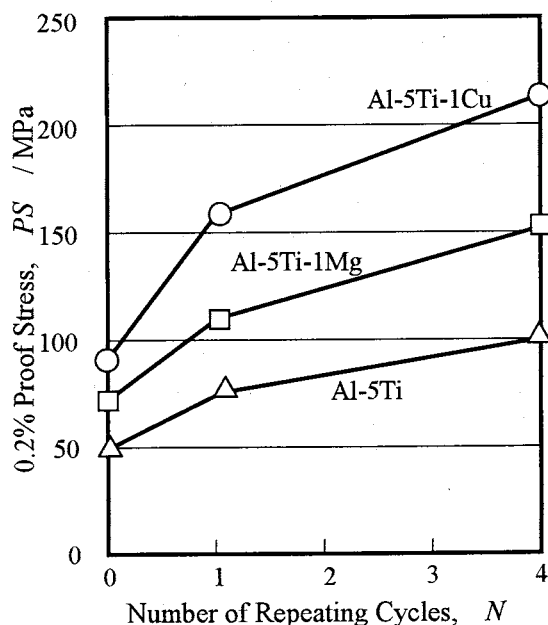


図4 各合金試片に対する繰返し数と0.2%耐力の関係。

密度に大きな変化を生じなくなると推察される。

## 2. 4 まとめ

超強力・超耐熱アルミニウム合金創製のための塑性加工プロセスとして、これまで行われてこなかった高体積率の第二相を含む Al-Ti 系合金に対しての繰返し加工 (ECAP) プロセスの適用を試みた。

10×10mm 断面の試片、およびボルトを使用せず円筒で固定するダイス方式にしたところ、550℃または600℃の加工では、少なくとも4回の加工が可能であることが示された。そして繰返し回数の増加とともに、第二相が微細化され、また0.2%耐力が増加することが見出された。また、母相を固溶強化することにより、第二相の微細化を促進できると考えられた。

終わりに、本研究経費のほとんどは天田金属加工機械技術振興財団の開発研究助成によって賄われたものであり、同財団に深甚なる謝意を表します。他方、本研究遂行にあたり、熱意をもって取り組んでくれた当時大学院生の栗原淳記君に深く感謝します。また合金試料の溶解にあたってお世話になりました東京大学工学系研究科材料学専攻菅野幹宏教授ならびに菅野研究室の関係各位に厚く御礼申し上げます。そして、成分分析をして下さいました古河電気工業(現、古河スカイ)株式会社の関係各位に感謝致します。

## 3. 冷間圧延とその後の焼鈍による AZ31 マグネシウム合金の延性改善

### 3. 1 目的

近年、地球環境問題に対する関心が高まりつつある中で、エネルギーを削減する方法として軽量でありかつリサイクル性に優れたマグネシウムが注目されている。現在は主に既存の方法であるダイカスト法やチクソモール法など casting に基づくプロセスにより、自動車やパソコン部品が製造されている。今後の展望として、更なる需要が高まると考えられ、特に薄板での利用が望まれているが、マグネシウムは結晶構造が最密六方構造であることに起因して、室温でのすべり面が底面のみであるために塑性加工性に劣るという欠点がある<sup>4)</sup>。この欠点は結晶粒を微細化することにより改善される可能性があり、よって本研究では、展伸材をさらに冷間圧延した後、焼鈍処理を施すという低コストの処理により結晶粒の微細化を試み<sup>5)</sup>、そしてこの処理を施した AZ31 マグネシウム合金の塑性加工性について調べ、処理を行わない板材と比較検討することにした。

### 3. 2 試料および実験方法

市販の AZ31 マグネシウム合金の熱延材を図5に破線で示すように切り出し、約15%の最終圧延を室温で施した。このとき、元の圧延方向に対する最終圧延方向のなす角度を最終圧延角  $\theta$  とし、 $\theta=0^\circ$ 、 $45^\circ$ 、 $90^\circ$  として最終圧延を行った。その後350℃で1h焼鈍し、顕微鏡組織を観察し、平均結晶粒径を切断法により測定した。結晶粒

径(切片長)は、L, LT, ST 各方向について測定したが、ほとんど異方性が見られなかったため、各方向の単純平均を取り、平均結晶粒径とした。一方、各板材から引張試験片を切り出し、おもに室温で引張試験を行った。

### 3. 3 実験結果及び考察

最終圧延・焼鈍処理の有無および圧延角の違いによる試料の顕微鏡組織の違いを図6に、また各試料の平均結晶粒径を図7に示す。無処理材は平均粒径  $7.3\mu\text{m}$  で、結晶粒の大きさはほぼ均一であった。圧延角  $\theta=0^\circ$  で処理を行った試料は平均粒径が  $7.2\mu\text{m}$  になり、局所的に小さな結晶粒が生じている。そして圧延角の増加とともに結晶粒は微細化され、圧延角  $\theta=90^\circ$  になると平均結晶粒径は  $6.4\mu\text{m}$  になり、小さな結晶粒の占める割合はさらに増える。

以上より、冷間圧延後、焼鈍処理を施すと結晶粒径が小さくなること、さらに元の圧延方向に対する最終圧延角度を大きくするほど、結晶粒径はより小さくなることが分かった。処理を施すことにより微細化したのは静的再結晶によるものと考えてよいが、圧延角による違いについては、既報<sup>6)</sup>で考察したように、圧延角を大きくすることにより転位の切合いが起りやすくなり、加工直後の転位密度が高くなり、再結晶核の発生頻度が高くなったと考えられる。

図8には処理の有無および圧延角の増加に伴う破断伸びおよび強さの変化を示す。結晶粒が微細化されたことにおおむね対応して、処理により引張性質が向上している。 $\theta=45^\circ$  をピークに、その後圧延角の増加とともに破断伸びや引張強さが低下しているが、これは、引張方向を最終圧延方向に一致させているためであり、最終圧延方向と直角方向の伸びや引張強さは増加していることを確認している。すなわち処理により、結晶粒が微細化されたことに対応して、引張性質が向上することが明らかになった。

### 3. 4 まとめ

AZ31 マグネシウム合金について、冷間圧延とその後の焼鈍処理という比較的簡便な手法により、結晶粒を微細化することができることが示された。そして結晶粒微細化に対応して、強度と延性の両方が向上することが見出された。

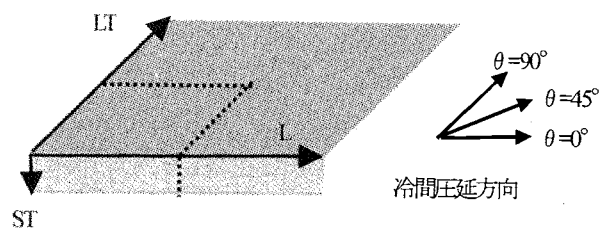


図5 熱延材からの試料の切出し方を示す模式図  
L: 熱間圧延方向

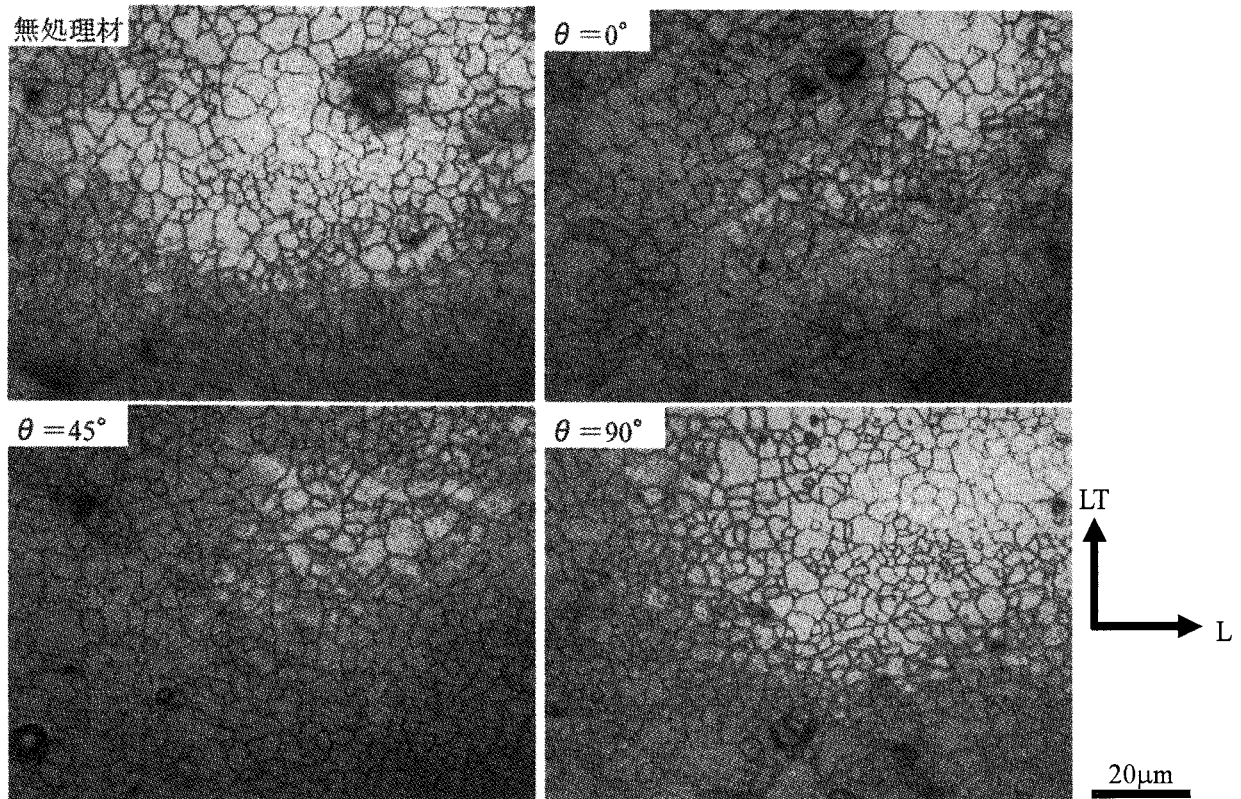


図6 出発材(無処理材)と、各圧延角で冷延・焼鈍処理後の処理材の光学顕微鏡組織。

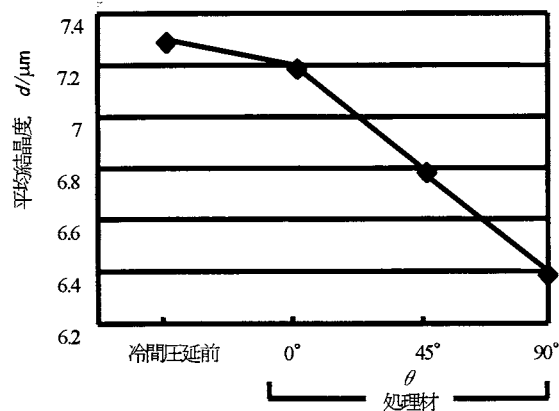


図7 冷延・焼鈍処理の有無および圧延角と結晶粒度の関係。

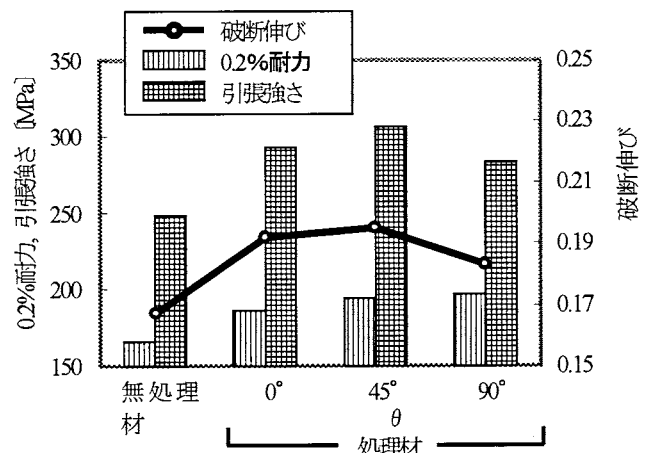


図8 冷延・焼鈍処理の有無および圧延角と引張性質の関係。

#### 4. おわりに

塑性加工を利用した組織制御により機械的特性が向上することの例を述べたが、新しい組成の合金を開発することに比べて、今後この分野は大いに進展するものと期待している。本稿がその進展の一助となれば幸である。

#### 参考文献

1) 伊藤吾朗: 天田金属加工機械技術振興財団研究概要報告書, 15号(2003), 41.

2) 新宮秀夫: 軽金属, 40(1990), 850.  
 3) 堀田善治, 古河 稔, T. G. Langdon, 根本 實: まてりあ, 37(1998), 767.  
 4) 佐藤裕之: マグネシウム技術便覧, カロス出版, (2000), 105.  
 5) 伊藤吾朗, 伊勢野陽平, 本橋嘉信: 日本金属学会誌, 66(2002), 16.