

# 高成形性マグネシウム素材開発のためのプロセス設計指針の構築

地方独立行政法人大阪市立工業研究所 加工技術研究部  
研究主任 渡辺博行  
(平成 22 年度一般研究開発助成 AF-2010017)

キーワード：マグネシウム，局所伸び，塑性加工プロセス

## 1. 研究の背景と目的

輸送機器の CO<sub>2</sub> 排出量削減や情報端末機器の携帯性向上，そして寿命製品のリサイクル性向上など種々の要因のために軽金属材料に対する注目は年々増加している。マグネシウム合金は超軽量構造用部材として期待されるものの，実際に輸送機器に用いるには，主な製造方法であるダイキャスト品では十分な強度特性や信頼性が得られない。そこで，マグネシウムの板材や棒材などの展伸材を塑性加工により成形するための研究が世界的に行われている。

圧延や押し出しなどの一次加工にとめない，一般的にマグネシウム合金の結晶粒は微細化し，室温付近で引張試験を行うと強度や破断伸びが向上する。延性を改善する手段として集合組織の制御が有効である。例えば，ECAE（または ECAP）や異周速圧延でせん断ひずみを導入して，結晶の底面配向が加工方向と平行にならないように傾斜させ，底面すべりの Schmid 因子を大きくする方法が検討されている。このような加工を受けた材料では，アルミ合金に匹敵するほどの大きな破断伸びを示すものの，ほとんどくびれることなく破断に至り，局所伸び（局部伸び）は小さい。しかしプレス加工を念頭に置く場合には局所伸びが大きいことも重要な指標であろう。成形性に優れたアルミ合金（例えば 3003 合金）の場合には，破断伸びが大きいだけでなく，10%を超える大きな局所伸びを示す。一方マグネシウムの場合，一般に局所伸びはほとんどなく<sup>1)</sup>，成形性（特に伸びフランジ性）を高められない要因となっている。

現在のところ，マグネシウム合金に関して，局所伸びをどの程度まで向上させることができるのか分かっていない。しかも局所伸びはどのような組織学的因子と関連関連づけられるかについても十分に理解されていない。そこで本研究では種々の塑性加工プロセスを施したマグネシウム合金を準備し，これらに対して室温での引張試験を実施した。3003 アルミ合金の特性に匹敵する特性をマグネシウム素材に持たせることが可能かどうかを明らかにするために，室温引張特性に関して，耐力 250 MPa と局所伸び 15% が得られる材料／プロセスの探索を行った。また，この探索を通じてどのような塑性加工プロセス，あるいは材料組織が局所伸びを向上させるのに有効であるかの知見を得ることを目的とした。

## 2. 実験方法

### 2・1 材料

以下の 4 種類の塑性加工プロセスを経た材料を準備した。

#### (1) 押し出し材 (AM60)

AM60 合金を温度 508 K，押し出し比 25 にて押し出し加工して丸棒を得た。丸棒に対して焼鈍 (523 K，30 min) を施した。焼鈍材の TEM 組織と EBSD map をそれぞれ図 1，図 2 に示す。TEM 組織からは結晶粒内に微細な析出物が分散していることが分かる。EBSD map はカラーで表示すると緑色や青色の結晶粒の比率が多かったことから，押し出し方向と平行に  $\langle 11-20 \rangle$  や  $\langle 10-10 \rangle$  方向が配向していることが示され，押し出し材に典型的な底面集合組織を形成していた。この材料に関して得られた結果は 3・1 に示す。

#### (2) 押し出し材 (ZK60)

市販の押し出し材 (T5) を入手した。押し出し材の直径は 31 mm であった。典型的な T5 処理条件は 423 K，24 h である。光学顕微鏡組織を図 3 に示す。押し出し材は等軸粒，および図の下側にあるような伸長した結晶粒 (soft stringer<sup>2,3)</sup>) から構成されていた。結晶粒内の TEM 組織を図 4 に示す。数 10nm の析出物が密に分散していた。この押し出し材に関して，673 K で 2 時間および 4 時間の焼鈍を行った試料も準備した。これらの材料に関して得られた結果は 3・1 に示す。

#### (3) 異周速圧延材 (ZK60)

ZK60 押し出し材 (上記 (2)) から h10 mm×w9 mm の断面形状を有する圧延用試料を採取した。せん断変形を付与して，c 軸配向を圧延方向に傾斜させる目的で高温で圧下率 2% の異周速圧延を 1 パスのみ実施した。この材料に関して得られた結果は 3・2 に示す。

#### (4) 底面集合組織弱体化材 (AZ91)

マグネシウム合金は超塑性条件で圧縮変形すると，変形前に発達していた集合組織が速く弱体化することを予め確認した<sup>4,5)</sup>。この変化を利用して集合組織を弱体化させた材料を次のように作製した。AZ91 合金を押し出し加工し，直径 8 mm の丸棒を得た。この押し出し材を温度 548 K，ひずみ速度  $4 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  にて一軸の圧縮変形を  $-0.18$ ，および  $-0.47$  の真ひずみまで付与した。この変形条件の下では，500%以上の超塑性伸びが発現することを予め確認し

た。この高温変形を付与した材料に関して得られた結果は3・3に示す。

## 2・2 引張試験

2・1のとおり準備した材料から、引張軸が塑性加工方向と平行になるように引張試験片を採取し、室温で引張試験を行った。クロスヘッド速度は初期ひずみ速度が $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ となるように設定した。9%までのひずみはゲージ長10 mmの伸び計を用いて測定した。それぞれの材料に関して、オフセット法による0.2%耐力 (YS)、引張強さ (TS)、全伸び ( $A$ )、局所伸び ( $A_t - A_{gt} \equiv A_{loc}$ ) を算

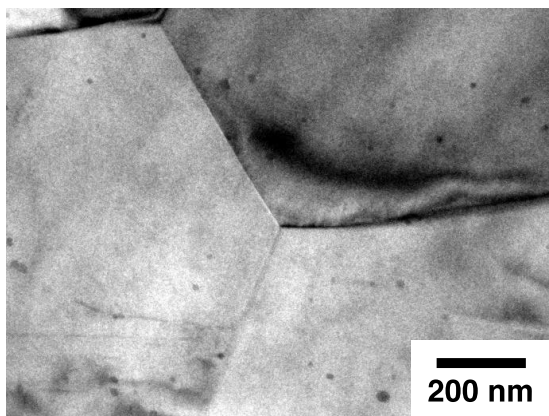


図1 AM60 押出し材 (523 K, 30 min 焼鈍後) の TEM 組織  
押出し方向と平行な面

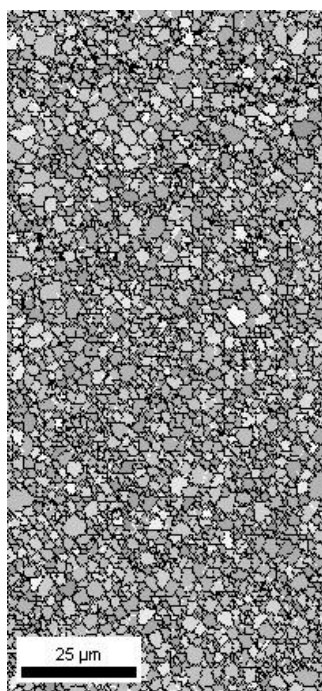


図2 AM60 押出し材 (523 K, 30 min 焼鈍後) の EBSD map  
押出し方向と垂直な面

出した。なお、局所伸びは、破断時全伸び ( $A_t$ ) から最大試験力時全伸び ( $A_{gt}$ ) を引いた値とした。

## 3. 結果および考察

### 3・1 押出し加工材の引張特性

AM60 合金押出し材 (523 K, 30 min 焼鈍後) と ZK60 押出し材 (T5) の公称応力-公称ひずみ曲線を図5に示す。AM60 と ZK60 合金の押出し材およびこれらの焼鈍材の引張特性は表1にまとめた。

AM60 合金 (焼鈍後) は、 $A = 30\%$  という大きな全伸びを示した。また、局所伸びも  $A_{loc} = 11\%$  と比較的大きく良好な延性を示した。一方、ZK60 合金は全伸びは AM60 合金よりも小さいものの、局所伸びは  $A_{loc} = 17\%$  と極めて大きかった。しかも ZK60 合金の耐力は 268 MPa であり、目標とした耐力 250 MPa と局所伸び 15% がマグネシウムでも達成可能な値であることが分かった。

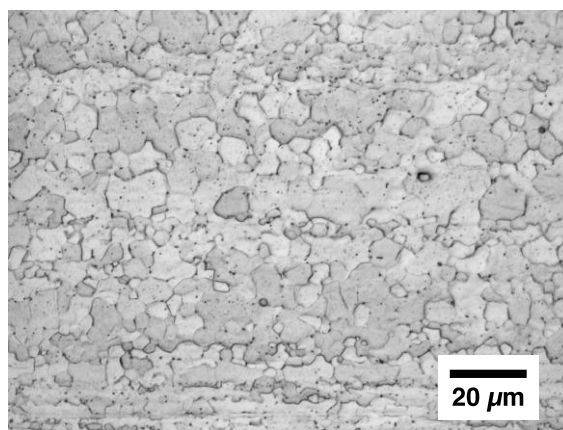


図3 ZK60 押出し材 (T5) の光顕組織  
押出し方向と平行な面

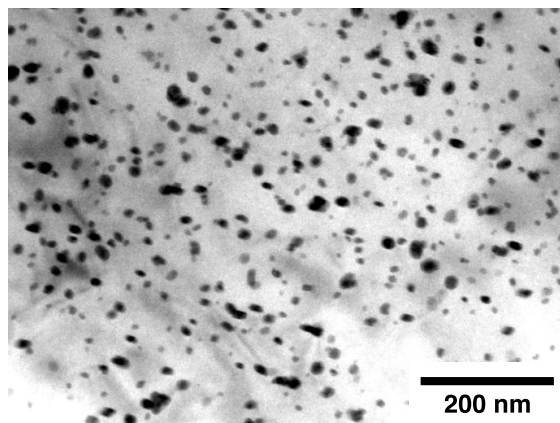


図4 ZK60 押出し材 (T5) の結晶粒内の TEM 組織  
押出し方向と平行な面



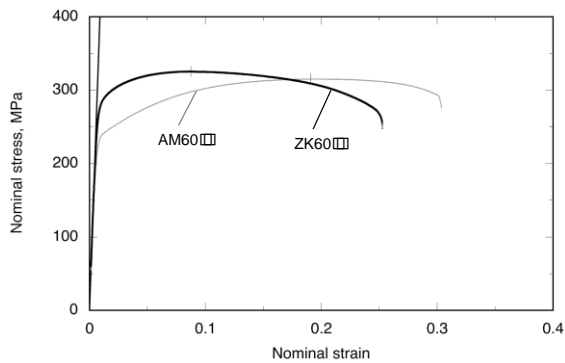


図5 AM60 押し出し材 (523 K, 30 min 焼鈍後) および ZK60 押し出し材 (T5) の公称応力-公称ひずみ曲線  
 | : 最大試験力が得られたひずみ

表1 マグネシウム合金押し出し丸棒の室温引張特性

材料	YS, MPa	TS, MPa	A, %	A <sub>loc</sub> , %
AM60 押し出し材 (押し出しまま)	242	335	23	5
AM60 押し出し材 (焼鈍 523 K, 30 min)	218	316	30	11
ZK60 押し出し材 (T5)	268	326	25	17
ZK60 押し出し材 (T5+焼鈍 673 K, 2 h)	244	321	20	9
ZK60 押し出し材 (T5+焼鈍 673 K, 4 h)	236	319	22	11

AM60 合金押し出し材 (523 K, 30 min 焼鈍後) と ZK60 押し出し材 (T5) の引張試験後の破断面を SEM で観察した結果を図 6 に示す。いずれの材料でもディンプル破壊の様相を呈しており、延性破壊であったことが分かる。

ディンプルは第二相を起点とした微小空洞の発生と合体により形成されると考えられており、また第二相の体積率が大きいほど絞りが小さくなるのが一般的である<sup>6)</sup>。今回用いた ZK60 合金は AM60 合金よりも第二相の体積率が大きい、ZK60 合金の第二相は非常に微細であったため、空洞の形成が抑制され結果として高い局所伸びが得られたと考えられる。

ZK60 押し出し材 (T5) における引張試験後の光顕組織を図 7 に示す。変形部であるが破面から離れている位置での組織には双晶がほとんど観察されなかった (図 7a)。一方、破面近傍では多くの双晶が観察された (図 7b)。同様の組織変化は Mg-5%Zn 合金の時効材でも報告されている<sup>7)</sup>。しかし、Mg-5%Zn 合金でも析出物の分散がないと破面近傍以外でも多くの双晶が観察される事実<sup>7)</sup>は興味深い。

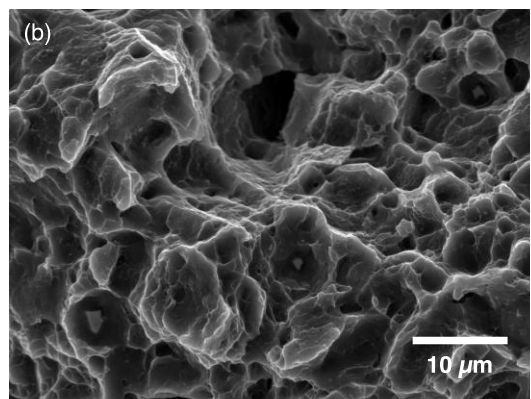
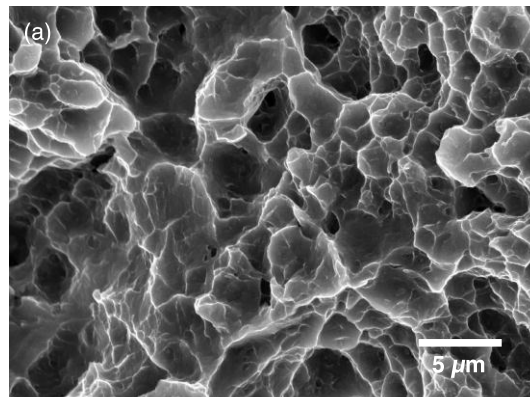


図6 押し出し材の引張試験後の破面  
 (a) AM60 押し出し材 (523 K, 30 min 焼鈍後), (b) ZK60 押し出し材 (T5)

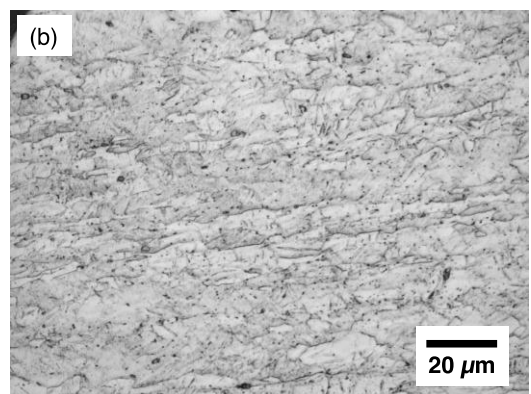
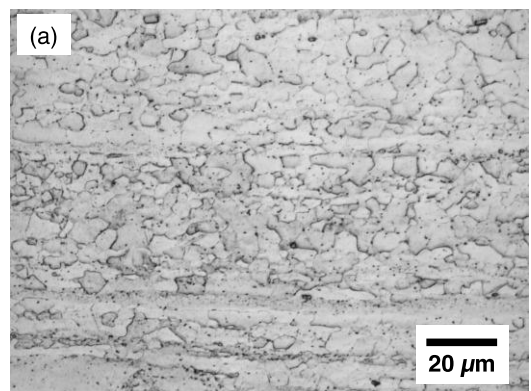


図7 ZK60 押し出し材 (T5) における引張試験後の組織  
 (a) 変形部で破面から離れている位置, (b) 破面近傍

### 3・2 異周速圧延加工材の引張特性

圧延後の ZK60 合金の引張特性を表 2 に示す。異周速圧延後の耐力は、圧延前の値 (268 MPa) よりも低下した。異周速圧延によって c 軸配向が圧延方向に傾斜したことや高温での圧延による結晶粒成長が原因であると推測される。また、異周速圧延によって全伸びも局所伸びも向上させることができなかった。このことから、底面集合組織の形成は、局所伸びに必ずしも悪影響を及ぼさないと考えられる。

### 3・3 底面集合組織を弱体化させた材料の引張特性

検討した AZ91 合金の中で最も局所伸びの大きかった押し出しま材の公称応力-公称ひずみ曲線を図 8 に示す。AZ91 合金の引張特性は表 3 にまとめた。押し出材 (焼鈍後) の全伸びは  $A = 18\%$  であり、同合金のダイキャスト材 (F) のハンドブック値<sup>8)</sup> ( $A = 3\%$ ) と比較すると、大幅な全伸びの改善は達成できた。しかしながら局所伸びは大きくなく、底面集合組織を弱体化せると (予め超塑性変形を付与すると) さらに低下し、 $A_{loc} < 1\%$  であった。この AZ91 合金押し出材には結晶粒界に数百 nm の比較的大きな球状析出物が分散していたことから、このような第二相の存在は局所伸びを向上させるには望ましくないと示唆される。

## 4. まとめ

種々の塑性加工プロセスを経たマグネシウム合金について局所伸びに着目して引張特性を評価したところ、

表 3 AZ91 合金の室温引張特性

加工条件	YS, MPa	TS, MPa	A, %	$A_{loc}$ , %
押し出しま	258	372	17	3
押し出し+焼鈍 (548 K, 30 min)	247	359	18	2
高温変形後 ( $\epsilon_p = -0.18$ )	241	351	13	< 1
高温変形後 ( $\epsilon_p = -0.47$ )	218	338	14	< 1
ダイキャスト (F材) <sup>8)</sup>	150	230	3	-

ZK60 合金押し出材 (T5) において 17% という大きな局所伸びが得られることが分かった。この破面はディンプルから構成されており延性破壊であったことがわかる。また、破断面近傍においてのみ多くの双晶が確認できた。

今後、大きな局所伸びを達成するために必要な材料科学的因子を詳細に解明することが必要となるが、現時点では以下のような指針が提案できる。今回検討した中で最も大きな局所伸びの得られた ZK60 合金押し出材 (T5) の組織学的特徴として、(1) 底面集合組織が形成すること、(2) 押し出材中に等軸粒と soft stringer という押し出し方向に伸長した結晶粒が形成されていること、(3) 結晶粒内に微細な析出物が分散していること、が挙げられる。また、2 番目に良好な局所伸びを示した AM60 合金押し出材は、これら 3 つの中で (1)、(3) を満たす。よって、これらの組織学的特徴を合金設計と塑性加工プロセスの組み合わせによって作り込むことが局所伸びを増加させる要件であると示唆される。

## 謝 辞

本研究は公益財団法人天田財団の一般研究開発助成により実施されました。援助に対して深く感謝します。

## 参考文献

- 1) 西村尚: Form Tech Review 14 (2004), 35.
- 2) M. Shahzad・L. Wagner: Scripta Mater. 60 (2009), 536.
- 3) M. Shahzad・L. Wagner: J. Alloy Comp.: 486 (2009), 103.
- 4) H. Watanabe・K. Kurimoto・T. Uesugi・Y. Takigawa・K. Higashi: Mater. Sci. Eng. A558 (2012), 656.
- 5) H. Watanabe・K. Kurimoto・T. Uesugi・Y. Takigawa・K. Higashi: Phil. Mag., DOI: :10.1080/14786435.2013.793460, in print.
- 6) 村上裕則・大南正瑛: 破壊力学入門, (1979), 223, コロナ社
- 7) N. Stanford・M.R. Barnett: Mater. Sci. Eng. A516 (2009), 226.
- 8) AMS Specialty handbook, Magnesium and Magnesium Alloys, (1999), 231, ASM International

表 2 ZK60 合金異周速圧延材の室温引張特性

圧延温度, K	異周速比	YS, MPa	TS, MPa	A, %	$A_{loc}$ , %
673	1	254	324	23	15
673	3	254	325	23	15
673	4	261	326	20	12
623	3	253	324	20	12

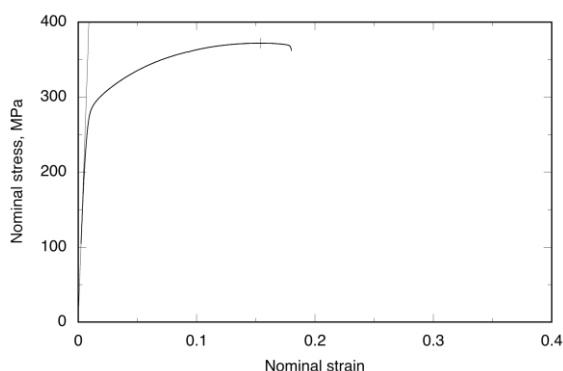


図 8 AZ91 押し出材の公称応力-公称ひずみ曲線  
| : 最大試験力が得られたひずみ