

# 冷間成形性に優れた高強度マグネシウム合金と そのプレス成形技術の開発

大阪府立大学 大学院工学研究科 マテリアル工学分野

講師 高津正秀

(平成 23 年度一般研究開発助成 AF-2011018)

キーワード： 集合組織制御, プレス成形性, マグネシウム合金

## 1. 研究の目的と背景

CO<sub>2</sub> 削減のため軽量高比強度のマグネシウム合金の自動車への利用が進められているが<sup>1)</sup>, シェル構造部材においては, 携帯用電子機器の筐体と違い, 冷間でプレス成形できないと高張力鋼板やアルミニウム合金板に対抗できないと言われている. 六方晶マグネシウム合金板は, 六方晶の底面が板面に平行に配向した集合組織を形成する傾向があり, それが低温成形性, 特に冷間成形性を著しく害する<sup>2),3)</sup>. せん断変形などで底面を傾ける集合組織制御が種々試みられているが<sup>4),5)</sup>, 焼鈍後も底面が傾斜した状態を保つのは難しい.

申請者は, AZ31 マグネシウム合金板の最終圧延パス (250°C・15%) の前後に 500°C で 1h (前) と 20 min (後) の焼鈍を行うことで, 特定方位への配向のないランダム方位板を得た<sup>6)-9)</sup>. その冷間成形性は, 90°V 曲げでの最小曲げ半径が通常の約 1/2, エリクセン値が約 2 倍, 通常不可能な深絞りでも限界絞り比 1.67 を得たが, ひずみ速度依存性が大きく, 実用速度での成形は難しい<sup>10)</sup>. しかし, しわ押さえ板のみの 100~150°C 程度の加熱で, 実用速度での絞り比 1.8 の深絞りが可能になる<sup>11),12)</sup>. また, 同等のランダム方位と曲げ性は, 自動車用構造部材としてより有利な時効硬化性合金 AM60 圧延板でも得られた<sup>13)</sup>.

本研究では, AM60 ランダム方位板のプレス成形性を検討するとともに, 他の合金系に対しても集合組織制御の可能性を検討し, 成形性を評価する.

## 2. 実験方法

### 2・1 供試材

供試材の化学組成を表 1 に示す. AM60 以外は特注した鋳塊で, Mg-3Al-1Zn も Mn を含む市販の AZ31 とは異なる. これには結晶方位分布のランダム化現象に主な添加元素がどのように関与するかを突き止めるねらいもある. 純 Mg は圧延が難しい上に, ランダム化のための 500°C の高温焼鈍により結晶粒が超粗大化し, 集合組織測定ができないので除外した. 添加元素は 500°C で液相が出ない量にとどめた. Zr は結晶粒微細化効果に期待し, 0.6Ca は難燃性に期待して試してみた. 0.1Ca 添加合金は強度は低い強い底面配向が生じず, AZ31 ランダム方位材に匹敵する張出し性を有することが示されているが<sup>14)</sup>, 深絞り性は示されていないので検証した.

### 2・2 集合組織, ミクロ組織

集合組織は, 銅 X 線管球 (40 kV, 100 mA) を用いた Schulz の反射法で測定し, {0001} 極点図として示した. 規格化した走査傾斜角の範囲は, 圧延面の法線周りに 0~75° で, その回折強度はマグネシウム粉末を 1 として規格化した. ミクロ組織は, バフ研磨後酢酸ピクリルで腐食した試料を光学顕微鏡で観察した. 平均結晶粒径は切断法により求めた.

### 2・3 プレス成形性評価方法

引張試験による強度・延性の評価とともに, 90°V 曲げ試験, 円筒深絞り試験でプレス成形性を評価した.

90°V 曲げ試験は試験片の幅 15 mm, V 溝間隔 14 mm, 試験速度 10 mm min<sup>-1</sup> (一定) で行い, 割れずに曲がる最小 R/t (R: パンチ先端半径, t: 板厚) で曲げ性を評価した. この試験値は, JIS 化のための複数公的研究機関での検証実験において, エリクセン値と非常に良い相関を示すことが立証されている.

表1 供試材の化学組成 (mass%)

合金種	Al	Zn	Mn	Si	Fe	Cu	Ni	その他	Mg
Mg-6Al-0.3Mn (AM60)	6.00	0.12	0.23	0.01	0.0005	0.002	0.0007	-	Bal.
Mg-3Al	3.18	<0.01	0.02	0.02	0.004	0.001	0.0002	-	Bal.
Mg-3Al-1Zn	3.25	1.04	0.02	0.02	0.004	0.001	0.0002	-	Bal.
Mg-3Zn	0.02	2.95	0.02	0.02	0.003	0.001	0.0002	-	Bal.
Mg-3Zn-0.6Zr (ZK30)	<0.01	2.72	0.02	0.01	0.001	0.001	0.0005	0.65Zr	Bal.
Mg-2.5Zn-0.1Ca	0.01	2.51	0.02	0.02	0.002	0.002	0.0002	0.12Ca	Bal.
Mg-2.5Zn-0.6Ca	0.01	2.41	0.02	0.02	0.001	0.001	0.0002	0.64Ca	Bal.

深絞り試験は、厚さ 0.8 mm の板に対しては直径  $D_p = 15$  mm、肩半径 2 mm のパンチと穴径 17 mm、肩半径 4 mm のダイスを用い、厚さ 0.5 mm の板に対しては直径  $D_p = 18.6$  mm、肩半径 2 mm のパンチと穴径 20 mm、肩半径 3 mm のダイスを用いた。AZ31 での過去の実験において、前者ではパンチ肩部での引張曲げによる割れ発生で、後者ではカップ口辺部の割れ発生でそれぞれ成形限界が決まる。しわ押えはいずれも隙間+バネ方式とし、潤滑剤には二硫化モリブデンを用いた。加熱試験も行いどこまで温度を低減できるか調べた。その際、装置ごと炉中で加熱し、温度は素板中心に当てた熱電対で測定した。

### 3. 実験結果および考察

#### 3.1 AM60 合金の組織と成形性

厚さ 1.1 mm、幅 210 mm の権田金属製 AM60 双ロール鋳造・圧延板を元板とし、ランダム方位材は、550°C・1h の前焼鈍後 240°C に予加熱して 0.8 mm に圧延し (圧下率 27%)、430°C・10 min 後焼鈍した (試料 A)。また、前焼鈍なしに同条件で圧延し、(B) 430°C・10 min および (C) 300°C・30 min で後焼鈍した試料も作製した。各試料のマイクロ組織と {0001} 極点図およびその RD (圧延方向) 断面図を図 1 に示す。

室温 90° V 曲げ試験における割れの有無を図 2 に ○× で示す。ランダム方位材 A の最小  $R/t$  は 1.4 で、極点図ピーク強度の大きい底面配向材 C の 4.6 に比べてはるかに小さく、AZ31 ランダム方位材の 1.2 と大差ない。

深絞り試験はパンチ肩部での曲げが厳しい板厚 0.8、パンチ径 15 mm で行った。荷重-ストローク線図を図 3 に

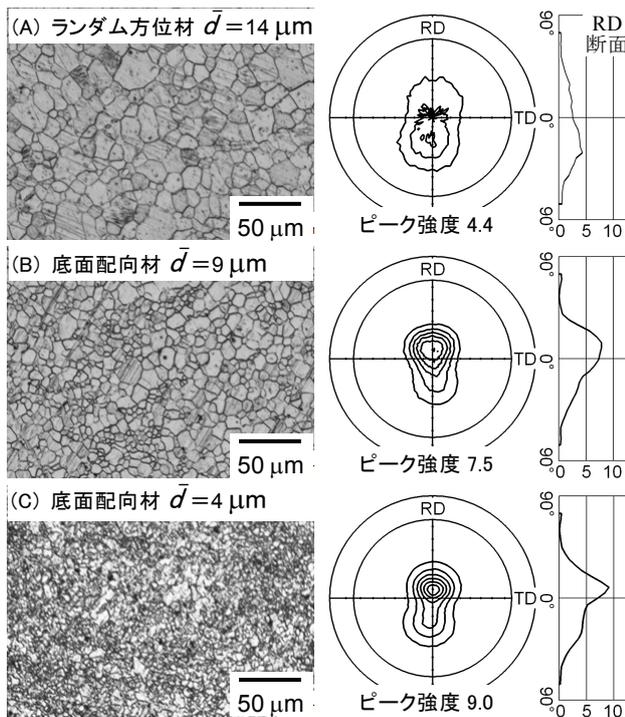


図 1 試料板面の光学顕微鏡組織と {0001} 極点図

示す。同一絞り比 1.67 で割れずに絞れたのは、ランダム方位材 A と微細粒底面配向材 C の 150°C 以上・5 mm min<sup>-1</sup> と 200°C・50 mm min<sup>-1</sup> 以下のみであった。図 4 は、C の 150°C・50 mm min<sup>-1</sup> および底面配向でやや粒径の大きい B の 200°C・50 mm min<sup>-1</sup> での成形品の外観を示す。いずれも、絞りきれたもののパンチ肩上で割れが生じた。

種々の温度・速度での引張試験における引張強さを図 5 に示す。粒径 14 μm のランダム方位材 A のひずみ速度 0.1 s<sup>-1</sup> (実線) での引張強さに対し、粒径 9 μm の底面配向材 B は室温から 200°C の各温度で約 15 MPa 高くなるが、室温で約 45 MPa も高い粒径 4 μm の微細粒底面配向材 C は 200°C では逆に約 55 MPa も低くなる。

AM60 ランダム方位材の室温での加工硬化指数は 0.3 と非常に大きく、このことが深絞りでのフランジ部の硬化に伴うダイス肩上で過大な張力をもたらす。また、

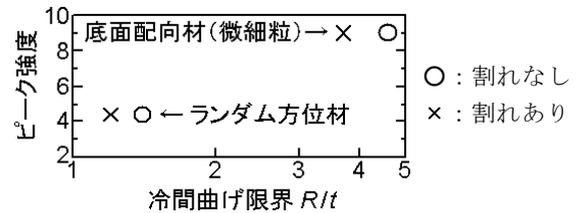


図 2 AM60 合金の曲げ性と極点図ピーク強度の関係

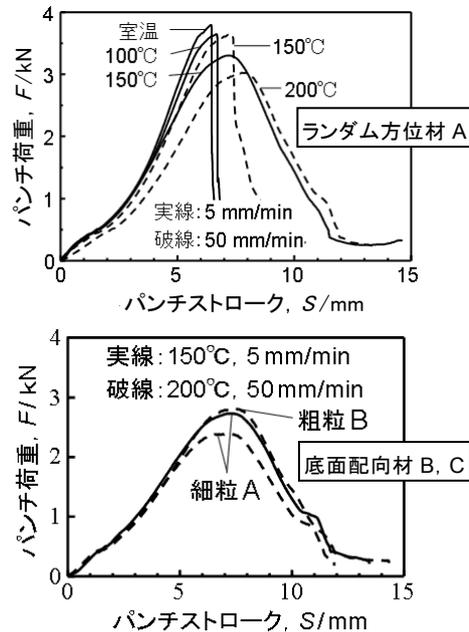


図 3 深絞り試験における荷重-ストローク曲線



図 4 深絞り後のカップ外観 (絞り比 1.67)

200℃の深絞りではフランジ部でβ相の動的析出が生じ、高温での流動応力の低下は小さくなる。高温では結晶粒微細化が流動応力の低減に効果的で、200℃以上の深絞りでは結晶方位ランダム化より結晶粒微細化の方が有利になると考えられる。

AM60に限らず、結晶方位ランダム化は曲げ性や張出し性向上には効果的だが、深絞り性向上効果は限定的である。これは六方晶マグネシウム合金特有の降伏応力の強い負荷方向依存性にも起因していると考えられる<sup>15)</sup>。図6に押し棒の引張と圧縮での応力-ひずみ曲線の一例を示す。マグネシウムのC軸は圧縮方向（縮む方向）に配向し、押し棒の場合は押し棒軸に垂直に配向している。これを押し棒軸方向に引っ張るとさらにその配向が強められるのに対し、押し棒軸方向に圧縮すると臨界分解せん断応力の低い{101̄2}引張双晶（C軸伸長双晶）の発生により降伏し、その後、c軸配向方向が押し棒方向に変化する。その結晶回転の過程では、すべりやすい底面が傾くので低応力で変形が推移する。底面配向した板（C軸⊥板面）の深絞りの場合も、縮みフランジ変形ではこれと同様の現象が生じて変形抵抗が減少するが、異方性の小さいランダム方位板ではその効果が小さい。そのため、板厚を薄くしてパンチ肩上で曲げによる割れを回避してもフランジ外縁での口辺割れが成形限界を律することになる。

### 3・2 添加元素と結晶方位ランダム化の可否

マグネシウムの延性を向上させる安価な元素はアルミ

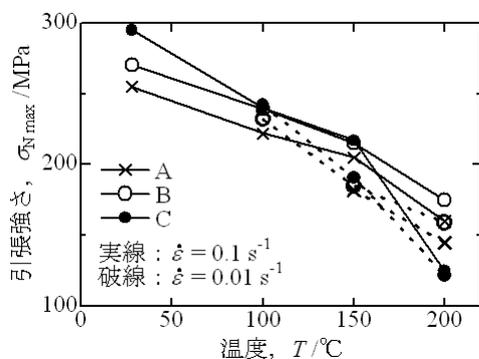


図5 引張強さと試験温度・速度の関係

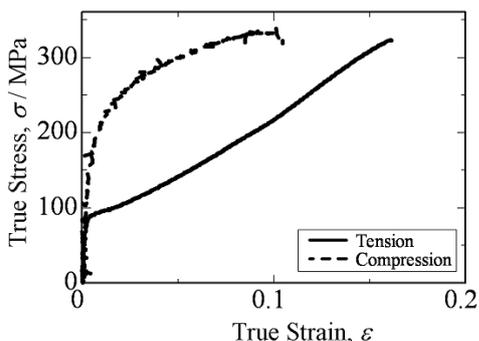


図6 引張と圧縮での応力-ひずみ曲線の相違

ニウムと亜鉛しかなく、いずれも3%程度の添加で伸びが最大となることが知られている。そこで、表1のAM60を除く6種類の合金について結晶方位ランダム化の可否を検証した。Mg-3AlおよびMg-3Al-1Znは通常のAM系、AZ系に必ず含まれるMnを除外したものである。鋳塊から切り出した厚さ4mmの試料を300℃・30minの予加熱で1.2mmまで圧延した後、前焼鈍500℃・1h、圧延250℃・15~25%、後焼鈍500℃・5minの結晶方位ランダム化処理を行った。後焼鈍の時間を短くしたのはZr添加合金を除く各合金において粒成長が激しく集合組織測定における統計処理が困難になるからである。Zn添加量を減らしたCa添加合金ではそれでも500℃・5minの後焼鈍でも粒成長し過ぎるのでこの検証実験から除外した。

図7は各種合金のランダム化処理の過程での集合組織の変化で、ここでは{0001}極点図のRD断面のみで示している。Al主体の合金はいずれもランダム化しており、Mnはランダム化に関与しないと言える。一方、Alを含まないZn主体の合金はいずれもランダム化していない。このことから結晶方位ランダム化にはAlが関与しているか、またはMg本来の特性でありそれをZnが阻害しているかのいずれかと考えられる。前述のように純Mgでの実験が出来なかったためそれ以上のことは言えない。

Zn主体の合金はAl主体の合金以上に温間での圧延性が良好であったが板材で市販されておらず、プレス成形性のデータが見当たらない。そこで、Mg-3%ZnおよびMg-3%Zn-0.6%Zr合金板の引張、曲げおよび深絞り特性を検証した。試験片は、いずれも250℃で厚さ0.8mmおよび0.5mm（深絞り用）まで圧延した板から切り出し300℃・30min焼鈍した。その集合組織とマイクロ組織を図8に示す。Mg-3%Zn合金は単相で粒成長しているが粒径は揃っている。一方、Mg-3%Zn-0.6%Zr合金はZnZrの第二相が混在する微細な組織でとなる。

これらの合金の90°V曲げ試験の結果を図9に示す。室温では、Mg-3%Zn合金の曲げ性はAZ31底面配向材と同程度で、AZ31やAM60のランダム方位材には到底及ばない、微細なマイクロ組織を有するZr添加合金は、室温では脆くほとんど曲げられないが、150度以上の加熱で急激に曲げ性が向上する。

深絞り試験は、パンチ肩上で曲げを緩和した大径パンチ（板厚0.5mm、肩半径は同じ2.0mm）を用い、絞り比1.65（固定）で行った。図10に示すように、Mg-3%Zn合金でも150℃では準静的な低速でかろうじて成形できる程度で、深絞り性はAZ31の底面配向材と比べてもやや劣る。成形不可条件での破断はすべて口辺部から生じた。ここでは確認していないが、250℃以上の高温ではZr添加合金の深絞り性が急激に向上する可能性はある。

これらの合金の引張試験結果を図11に示す。Mg-3%Zn合金は200℃で大きな伸びを示すが、250℃になると局部収縮が小さくなり伸びが減少する。Mg-3%Zn-0.6%Zr合金は、室温での強度は大きい伸びはほとんどない。

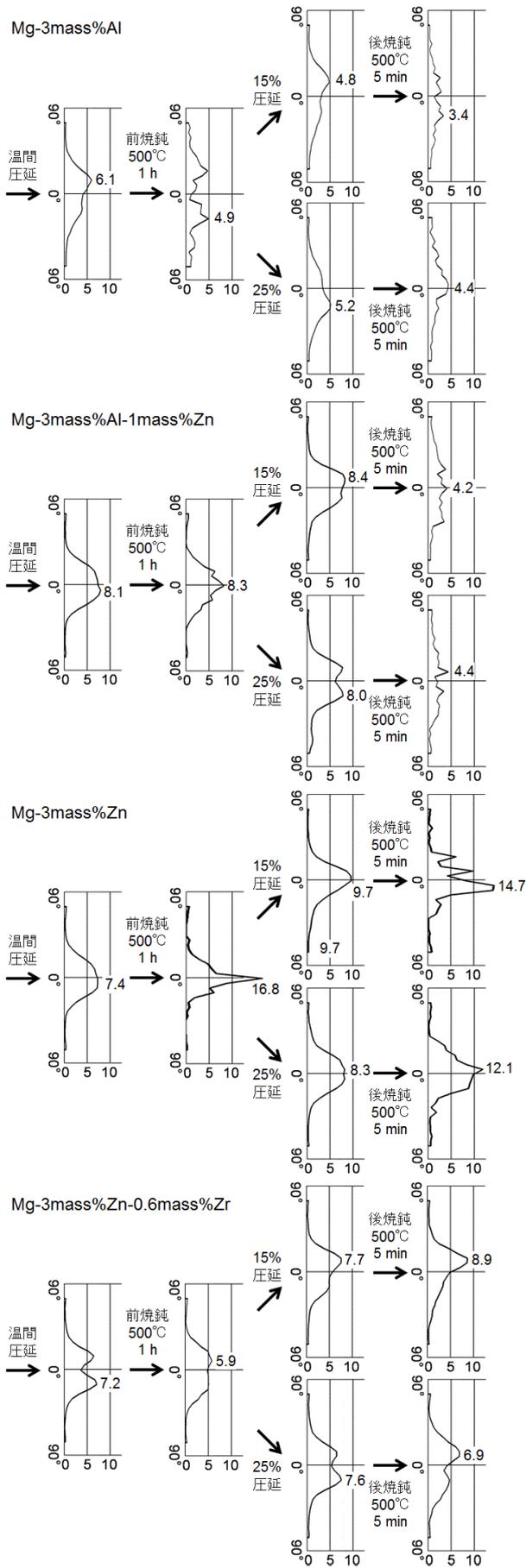


図7 合金組成と結晶方位ランダム化の可否

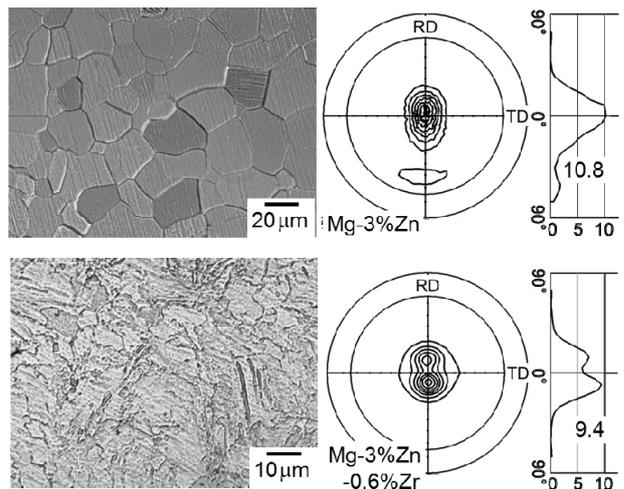


図8 通常の圧延・焼鈍した Mg-Zn 系合金の組織

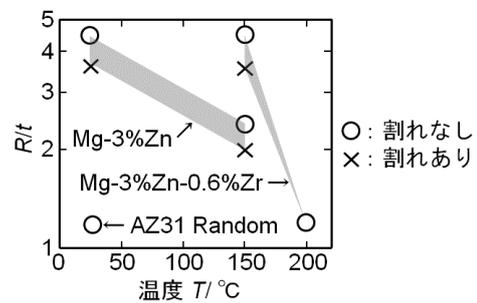


図9 Mg-Zn 系合金の曲げ性に及ぼす温度の影響

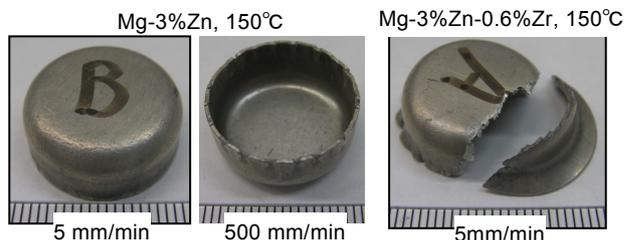
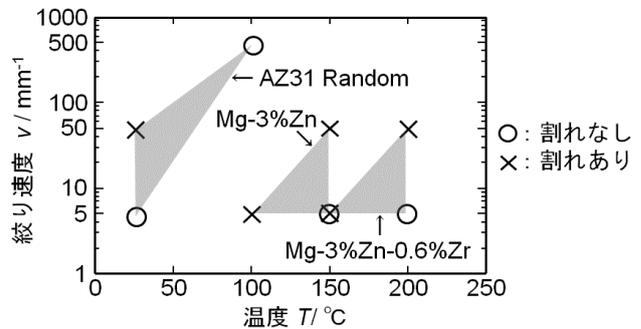


図10 Mg-Zn 系合金の深絞り性 (絞り比 1.67)

250°Cでもまだ高い耐力を維持しながら 20%程度伸びるが、くびれは小さい。

最後に、Mg-2.5%Zn-0.1%Ca 合金の集合組織と深絞り試験結果を図 12 に示す。安価な Ca はレアアースの Ce と同様の底面集合組織の形成を抑制する効果があり、良好な張出し成形性が確認されている。板厚 0.5mm まで

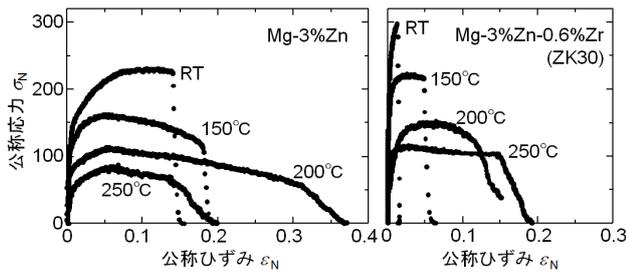


図 11 Mg-Zn 系合金の単軸引張特性

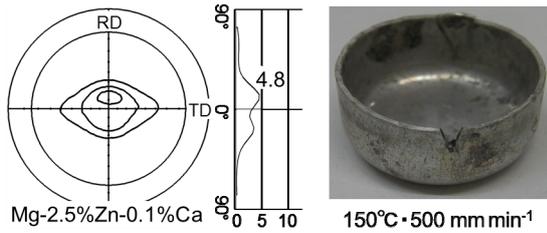


図 12 Ca 添加合金の集合組織と深絞り性

250～300℃予加熱での通常の温間圧延を行った後、300℃・30min 焼鈍した試料を絞り比 1.65 で絞った。素板の{0001}極点図はダブルピークで、その強度も低く抑えられている。しかし、AZ31 ランダム方位材で可能であった室温での低速絞り (5mmmin<sup>-1</sup>)、150℃での高速絞り (500mmmin<sup>-1</sup>)ともそれぞれパンチ肩および口辺部で割れが生じ、その深絞り性は Mg-3%Zn の二元合金と大差なかった。表 1 の最下段に示した合金は、難燃効果が現れる 0.5%Ca を少し超える添加量にしたものだが、淵割れが生じやすく 1mm 以下まで圧延することすら難しいので、成形性試験は行わなかった。

## 5. 結言

高強度マグネシウム合金板の冷間プレス成形を実現するため、筆者が AZ31 合金で見出した結晶方位ランダム化現象を利用しようとしたが、六方晶マグネシウム合金全般にわたって、成形性改善のためのその手法の限界が見えてきた。そこで、ランダム化現象に及ぼす添加元素の影響を明らかにするとともに、ランダム化にとらわれず、種々の組成の合金に対してプレス成形性を評価した。その結果を以下に要約する。

- 析出硬化型合金 AM60 のランダム方位板は、曲げ性では AZ31 ランダム方位板と大差ないが、深絞り性はかなり劣り、冷間では全く絞れなかった。マグネシウム特有の強度や延性の負荷方向依存性により、曲げや張出しのような面内引張変形では結晶方位ランダム化が極めて有効であるが、縮みフランジ変形のような面内圧縮変形では通常の底面配向に比べてむしろ不利になる。
- 本実験の範囲において、Mg-Al 系合金では結晶方位ランダム化が生じたが、Mg-Zn 系では生じなかった。こ

のことから、Al がランダム化に寄与したか、もしくは Zn がランダム化を阻害したと考えられる。

- Mg-Zn 系合金板は通常の底面配向した Mg-Al 系合金板と比較しても、全体的に成形性が劣る。
- 曲げ性、張出し性、深絞り性のすべてにおいて、AZ31 ランダム方位板を超える冷間ないしそれに近い低温での成形性を有する合金は見出せなかった。
- 調査したすべての六方晶マグネシウム合金板において、プレス成形性に及ぼすひずみ速度の影響は大きく、実用的な高速でのプレス成形は難しい。

## 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るものであり、関係各位に深く感謝致します。また、素材をご提供いただいた権田金属(株)、ならびに実用化に向けた取り組みにご協力いただいた(株)カサタニの関係各位に深く感謝致します。

## 参考文献

- Easton, M. Beer, A., Barnett, M., Davies, C., Dunlop, G., Durandet, Y., BLACKET, S., HILDITCH, T. & BEGGS, P.: JOM, 60-11 (2008), 57-62. (軽量自動車部品)
- Kohzu, M., Nakatsuka, S., Higashi, K.: Mater. Trans., 49-9 (2008), 2096-2099.
- 高津正秀・中塚章太・東 健司: 軽金属, 59-9 (2009), 498-501.
- Watanabe, H., Mukai, T. & Ishikawa, K.: J. Mater. Processing Technol., 182 (2007), 644-647.
- Chino, Y., Sassa, K. & Mabuchi, M.: J. Mater. Sci., 44-7 (2009), 1821-1827.
- 高津正秀・喜井健二・西尾浩之・辻川正人・東 健司・井上博史: 平 21 年塑加春講論, (2009), 243-244.
- 高津正秀: 塑性と加工, 50-576 (2009), 13-17.
- Kohzu, M., Kii, K., Nagata, Y., Nishio, H., Higashi, K., Inoue, H.: Mater. Trans., 51-4 (2010), 749-755.
- 高津正秀・喜井健二・長田祐希・西尾弘之・東 健司・井上 博史: 軽金属 60-5 (2010), 237-243.
- 高津正秀・沼倉 宏・杉本圭二・中浦祐典・渡部 晶・中 哲夫・吉田総仁・森 謙一郎: 118 回軽金属春講概, (2010), 213-214.
- 高津正秀・沼倉 宏・杉本圭二・中浦祐輔・渡部 晶・中 哲夫, 森 謙一郎: 61 回塑加連講論, (2010), 249-250.
- 高津正秀: 天田研究成果発表資料集, (2011), 39-56.
- 山川尊史・高津正秀・沼倉 宏・杉本圭二・中浦祐輔・渡部 晶: 120 回軽金属春講概, (2011), 373-374.
- Chino, Y., Huang, X., Suzuki, K. & Mabuchi, M.: Mater. Trans., 51-4 (2010), 818-821.
- 高津正秀・沼倉 宏・福井正人・水沼 晋: 61 回塑加連講論, (2010), 247-248.