

# ひずみ速度を制御した高温プレス加工による高延性 マグネシウム合金板の開発

首都大学東京大学院 システムデザイン研究科 航空宇宙システム工学域

准教授 北菌 幸一

(平成 23 年度一般研究開発助成 AF-2011019)

キーワード：マグネシウム合金，加工熱処理，伸び

## 1. 緒言

マグネシウム合金は構造金属中最も低い密度を有するだけでなく、リサイクル性や制振性にも優れた構造材料である。一方、マグネシウムの塑性加工性は、鉄やアルミニウムに比べて劣っており、その原因はマグネシウムの結晶構造(hcp)にある。したがって、展伸用合金に比べて鋳造・ダイカスト用合金が広く用いられている。

マグネシウム合金の大部分は、Mg-Al-Zn 系合金であり、展伸用マグネシウム合金として AZ31B 合金、ダイカスト用マグネシウム合金として AZ91D 合金がよく用いられる。それぞれの標準的な機械的特性を表 1 に示す。このデータだけを見ると、引張強度、耐力、伸びの全てにおいて、AZ31B 合金は AZ91D 合金よりも優れている。しかしながら AZ91D 合金は、析出強化型合金であるため、適切な熱処理によって機械的特性の向上が可能である。通常、溶体化(T4)処理で伸びが、人工時効(T6)処理で引張強度および耐力が上昇する。加えて、アルミニウム添加量の高い AZ91D 合金は、優れた铸造性と耐食性といった AZ31B 合金では得られない利点を有する。

これまでマグネシウム合金の延性を改善する研究は、展伸用の AZ31 系合金<sup>2)</sup>に関するものが多かった。筆者らは、AZ31 系合金よりも AZ91 系合金の可能性に注目し、加工熱処理による機械的特性の可能性を調べている。その結果、繰り返し高温プレス加工を施すことにより、350 MPa 以上の引張強度と 25%以上の伸びを両立できることを見出した<sup>3)</sup>。

本研究では、マグネシウム合金の新しい加工熱処理法として繰り返し加工でなく、単純な高温プレス加工に注目し、加工熱処理条件が AZ91D 合金の機械的特性に与える影響について調べる。そして、高温プレス中の加工集合組織、金属間化合物相( $\beta$ 相,  $Mg_{17}Al_{12}$ )といった微細組織の形成過程を明らかにする。

表 1 AZ31B 合金と AZ91D 合金の機械的特性の比較

Property	Unit	AZ31B-H24	AZ91D-F
Tensile strength	MPa	288	250
Proof stress	MPa	220	160
Elongation	%	15	7.0

表 2 AZ91D 合金板の化学組成(mass%)

Al	Zn	Mn	Si	Fe	Mg
9.12	0.550	0.306	0.0240	0.00220	Bal.

## 2. 実験方法

厚さ 3 mm の AZ91D マグネシウム合金板を日本マグネシウム協会より購入した。化学組成を表 1 に示す。供試材から 10×30 mm<sup>2</sup> の試料を切り出し、アズワン製小型熱プレス機に設置した。圧盤の温度を 673 K とし、一定荷重 15tonf で高温プレスを行った。圧縮変形は大気中で行われ、圧盤との接触部分に BN 潤滑剤を塗布した。試料が所定の圧縮ひずみ( $\epsilon_c = 0-67\%$ )に達した後、荷重をゼロにし、さらに等温保持( $t_H = 10-120$  min)を行った。

等温保持後、試料を室温まで空冷し、688 K の電気炉中で 18 h 溶体化処理(T4 処理)を行った。試料を耐水研磨紙にて研磨後、Nikon 製光学顕微鏡 ECLIPSE MA200 を用いて結晶粒の観察を行った。

リガク製試料水平型 X 線回折(XRD)装置 Ultima IV を用い、XRD 測定および極点図測定を行った。X 線源は Cu であり、極点図の測定には、Schultz の反射法を用い、極点図の描画には、リガク製ソフトウェア(3D Explore)を用いた。

高温プレスされた板材から、放電加工により平行部長さ 9 mm、幅 3.5 mm の引張試験片を採取した。試験片の厚さは高温プレスの際の圧縮ひずみ量に応じて異なる。島津製作所製万能試験機(AUTOGRAPH AG-50kNIS)を用いて、室温で引張試験を行った。クロスヘッド速度を 1 mm/min とした。耐力を測定するために試験片の両面にひずみゲージを貼り付け、変形初期のひずみを計測した。引張試験後、試験片の破断面を日本電子製走査電子顕微鏡(SEM) JSM-6510A を用いて観察した。

## 3. 結果および考察

図 1 に高温プレス後の光学顕微鏡観察結果の一部を示す。観察面はプレス方向に平行な断面である。高温プレス後の平均結晶粒径は、0%-0 min、33%-60 min、50%-60 min では 50  $\mu$ m、67%-60 min では 16  $\mu$ m、67%-10 min では 21  $\mu$ m であった。すべての結晶粒の形状が等軸であることから、高温プレス中に動的再結晶が生じたと考えられる。結

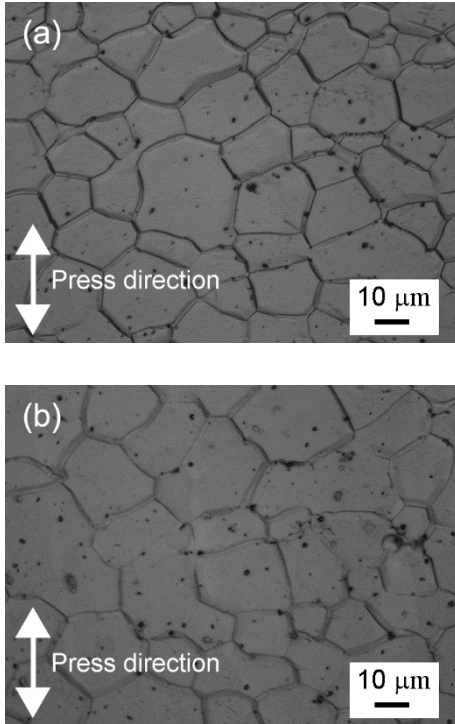


図 1 高温プレスした AZ91D 合金板の光学顕微鏡写真。  
(a)  $\varepsilon_c = 67\%$ ,  $t_H = 10$  min, (b)  $\varepsilon_c = 67\%$ ,  $t_H = 60$  min.

晶粒径は圧縮ひずみの増加とともに減少し、その後の等温保持中にやや増加した。等温保持中に結晶粒成長したと考えられる。

図 2 に AZ91D 合金板の(0002)極点図を示す。出発材はダイカスト材であるため、底面の配向はほぼランダムであった[図 2(a)]。圧縮ひずみが増加するにつれて、hcp 構造の c 軸が圧縮方向と平行になるような、底面集合組織が形成された[図 2(b)-(c)]。これは高温圧縮変形による変形集合組織である。なお、67%圧縮変形後、10-60 min 等温保持しても集合組織に変化は見られなかった[図 2(d),(e)]。極点図測定結果より、今回の高温プレス加工では、延性を向上させるような集合組織のランダム化はほとんど達成さ

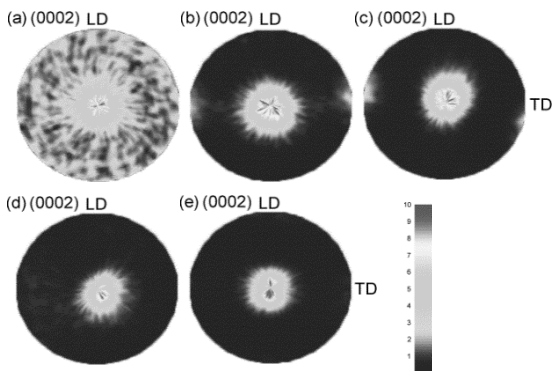


図 2 673 K で高温プレスされた AZ91D 合金板の(0002)極点図。(a)0%-0 min, (b)33%-60 min, (c)50%-60 min, (d)67%-60min, (e)67%-10 min.

れていないことがわかった。

高温プレスした AZ91D 合金板に対して、XRD 測定を行った結果を図 3 に示す。出発材には、 $\beta$ 相の回折ピークが観察された。これは共晶反応によって生成したものと考えられる[図 3(a)]。これを高温プレス条件である 673 K に加熱すると、 $\beta$ 相の回折ピークは消失し、母相である Mg の回折ピーク角度は、高角度側にシフトした[図 3(b)]。 $\beta$ 相が固溶することにより、母相の Al 濃度が増加する。Al 原子は Mg 原子よりも原子径が小さいため、母相の Al 濃度の増加は、回折ピークの高角度側へのシフトをもたらす。

さらに、67%高温圧縮変形すると、 $\beta$ 相の弱い回折ピークが観察され、母相の回折ピーク角度は低角度側にシフトした[図 3(c)]。この結果は母相に固溶していた Al 原子が  $\beta$ 相に取り込まれたためと考えられる。この試料を 60 min 等温保持すると、 $\beta$ 相の回折ピークが完全に消失し、母相の回折ピーク角度が高角度側にシフトした[図 3(d)]。これは全ての  $\beta$ 相が母相に固溶し、母相が単相になったことを意味する。

SEM による微細組織観察結果を図 4 に示す。出発材には結晶粒界に粗大な第 2 相が存在した[図 4(a)]。図 3(a)の XRD 測定結果より、これは共晶  $\beta$ 相と考えられる。673 K に加熱すると結晶粒界の  $\beta$ 相はほとんど消失した[図 4(b)]。

さらに 67%圧縮変形すると  $\beta$ 相の分布はあまり変化せず、ポイドが消失した[図 4(c)]。これは塑性変形によってポイドが分断され、拡散によって欠陥がなくなったため

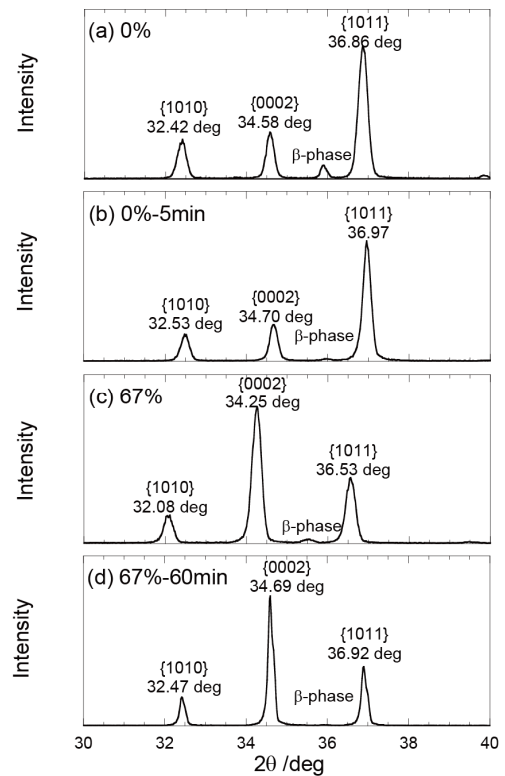


図 3 673 K で高温プレスされた AZ91D 合金板の XRD 測定結果。(a)0%, (b)0%-5 min, (c)67%, (d)67%-60 min.

ある。ここから 60 min 保持すると結晶粒界に存在したβ相はほとんど消失した。そして、結晶粒内に非常に微細な析出粒子が観察された[図 4(d)]. また、出発材と比べるとβ相のサイズは大幅に減少し、ポイドもほとんど観察されなかった。

室温引張試験で得られた公称応力-ひずみ曲線を図 5 に示す。出発材は、引張強度、伸びが最も低かった。高温プレス処理した試験片はすべて出発材よりも変形応力画像化した。そして高温プレスの圧縮ひずみ量が大きいほど変形応力も大きかった。圧縮ひずみ $\epsilon_c = 67\%$ では 350 MPa 以上の高い引張強度が得られた。圧縮ひずみが 67%で等温保

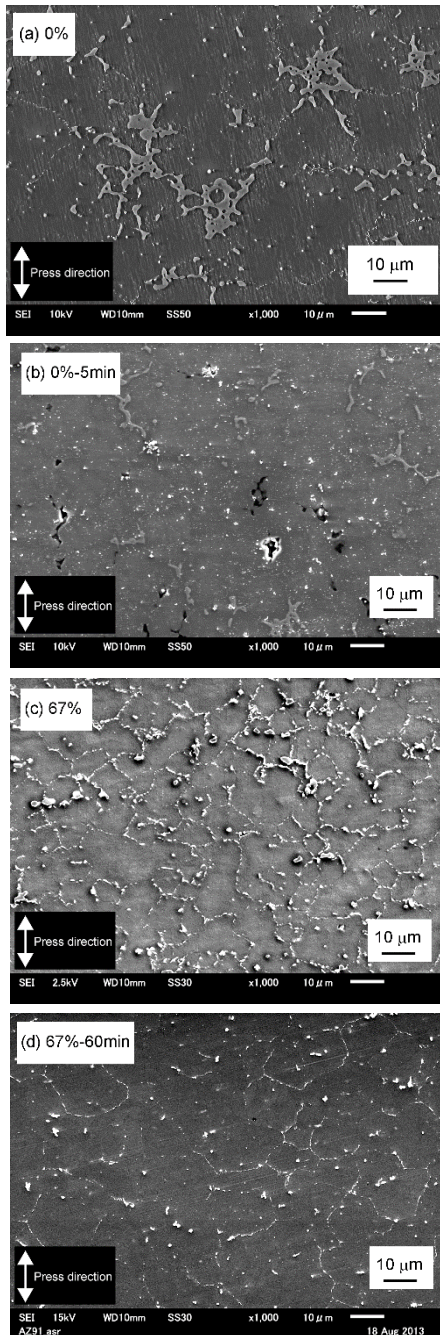


図 4 673 K で高温プレスされた AZ91D 合金板の SEM 写真。(a)0%, (b)0%-5 min, (c)67%, (d)67%-60min.

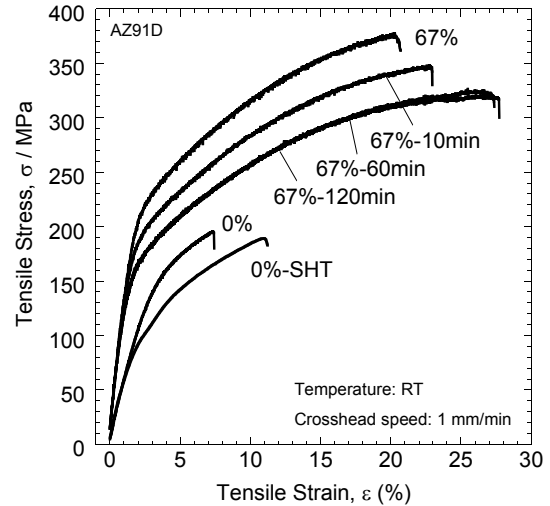


図 5 673 K で高温プレスされた AZ91D 合金板の室温引張試験結果。0%-SHT は出発材を溶体化処理したもの。

持時間を増加させると引張強度は低下し、破断伸びが増加した。 $t_H = 60 \text{ min}$  以上で破断伸びの増加は飽和し、25%以上の大きな破断伸びが得られた。なお、出発材およびその溶体化材で弾性率が低かった原因は、欠陥の体積が大きいことと集合組織がほぼランダムであるためと考えられる。

図 6 に引張試験で得られた引張強度、破断伸びについて、高温圧縮ひずみ[図 6(a)]および等温保持時間[図 6(b)]に対してプロットした。圧縮ひずみが多いほど引張強度が増加した。今回の実験条件では 67%までしか圧縮ひずみを与えることができなかったが、積層材の結果を考慮すると、75~85%まで圧縮するとさらに強度が上昇すると考えられる。

等温保持時間が 60 min 以上において、破断伸びの値の増加はほぼ飽和した。したがって 673 K の高温プレス条件では、60 min の等温保持で最大の延性が得られることがわかった。ただし、今回の破断伸びは 25%程度であったが、圧縮ひずみ量をもっと大きければ、さらに破断伸びは増加すると考えられる。

最後に引張試験後の試験片の破断面についての SEM 観察結果を図 7 に示す。破断伸びが小さかった試験片に関しては、破断面にファセットが観察された。これは脆性破壊によって破断したことを意味する。反対に破断伸びが大きかった試験片に関しては、破断面にディンプルが観察された。これは延性破壊の特徴である。破壊の起点に関してはさらに調査する必要があるが、出発材や 10 min 保持材では、粗大なβ相の界面で破壊したのに対し、60 min 保持材では、β相が微細に分散していたため、ディンプル破壊を示したと考えられる。

#### 4. 結言

塑性加工性に優れたマグネシウム合金を開発することを目的とし、従来、鋳造・ダイカスト合金と見なされてき



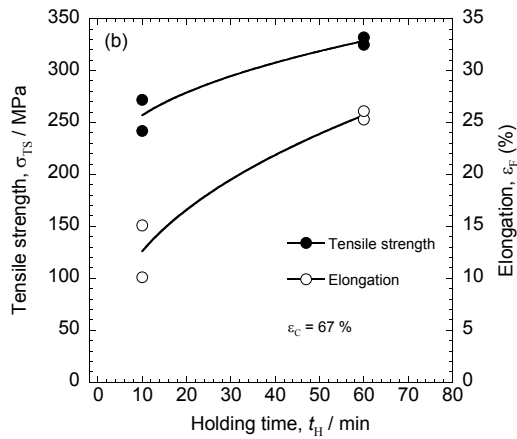
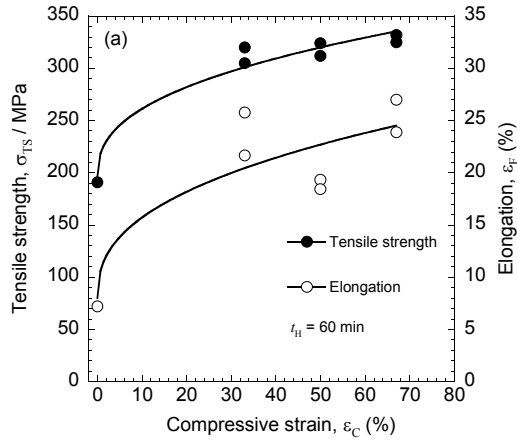


図6 673 K で高温プレスされた AZ91D 合金板の引張強度と伸びの(a)圧縮ひずみ, (b)等温保持時間依存性.

た AZ91D 合金に対して, 加工熱処理を施すことにより, 機械的特性の改善を試みた. 本研究で得られた結果は以下の通りである.

- (1) 大気中, 673 K で高温プレス加工を施すことにより, 350 MPa 以上の引張強度, 25%以上の破断伸びが得られた.
- (2) 圧縮ひずみ量が大きいほど強度が増加し, 等温保持時間が長いほど破断伸びが増加した.
- (3) 結晶粒径は微細化しておらず, 集合組織のランダム化も生じていないことから, 機械的特性の向上は結晶粒

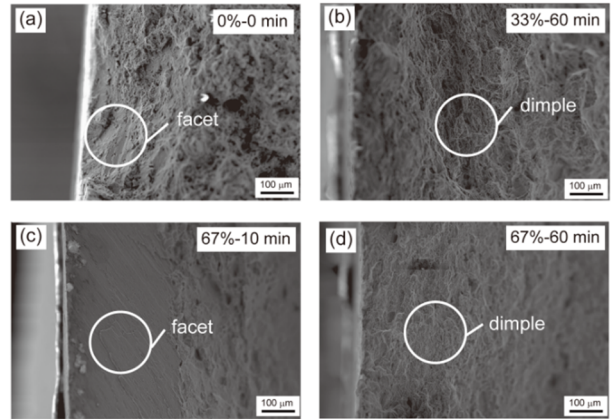


図7 高温プレスされた AZ91D 合金板の室温引張試験後の破断面写真. (a) 0%-0 min, (b) 33%-60 min, (c) 67%-10 min, (d) 67%-60 min.

とは関係ない.

- (4) 析出粒子であるβ相のサイズが微細化しており, かつ結晶粒内に分散していた. これにより結晶粒界での割れや母相との界面剥離が抑制されたと考えられる.
- (5) 本研究により他のマグネシウム合金であっても, 加工熱処理条件を最適化すれば, アルミニウム合金に匹敵する機械的特性を得られることが証明された.

### 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行われたものであり, ここに謝意を表する.

### 参考文献

- 1) 日本塑性加工学会編: マグネシウム加工技術, コロナ社(2004).
- 2) T. Mukai, M. Yamanoi, H. Watanabe and K. Higashi: Scr. Mater., 45 (2001), 89.
- 3) K. Kitazono, Y. Shimoda and S. Kato: Mater. Sci. Forum, 735 (2013), 87.
- 4) 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, 50 (2010), 237.