

マグネシウム合金の気相－固相法による高純度広幅 リサイクル材の作製

富山高等専門学校 機械システム工学科

教授 井上 誠

(平成 25 年度一般研究開発助成 AF-2013009)

キーワード：マグネシウム，真空蒸留法，塑性加工

1. 研究の目的と背景

マグネシウムは密度が 1.74gcm^{-3} で，実用金属中最も軽く，比強度が他の汎用合金に比べて大きく，被削性も優れており，リサイクル性にも優れている。したがって，軽量化の要望が強い利用分野ではもっとも有望な材料である。しかしながら，耐食性が劣り，溶解・ casting 時あるいは切削加工時に酸化燃焼しやすく，コスト高であるなどの理由から，構造材料としての利用は限られていた。近年，耐食性高純度合金の開発，表面処理技術および製造技術の改善などによって上記の問題点が見直され，軽量化の強いニーズを背景に資源的に恵まれているマグネシウム合金の利用は最近著しく活発になっている¹⁾。

マグネシウムの結晶構造は最密六方構造であり，面心立方構造のアルミニウムや体心立方構造の鉄に比べ，室温における塑性加工が困難であり，引張特性の異方性があるが，熱間圧延，熱間押出の熱間加工性はアルミニウムに劣らない^{2),3)}。

マグネシウムは一般的に腐食性の高い材料と言われている。大気中では保護膜として表面に酸化マグネシウムが形成されるため耐食性は鉄より優れているが，塩素イオン，酸，塩類が存在する雰囲気ではマグネシウムの耐食性は良くない。

マグネシウムの精製技術のひとつに気相法の真空蒸留法がある。金属はそれぞれ固有の蒸気圧を有しており，真空中で適当な温度に加熱すれば蒸気となって蒸発する。金属の蒸留は，粗金属を真空中で加熱し主成分金属

を蒸発させ，その蒸気を低温部に拡散させ凝縮するもので，蒸気圧の差を利用して高純度金属を得るものである。この際，蒸気圧の低い不純物は蒸留残渣中に残留し，蒸気圧の高い不純物は排気あるいは低温部部に凝縮することで不純物が除去できる。

マグネシウムは低い温度で高い蒸気圧を持つため，粗マグネシウムあるいはマグネシウム合金を減圧下で融解させた際にマグネシウムは蒸発し，不純物だけが残る。蒸発したマグネシウムを凝縮させて回収することで高純度のマグネシウムを得ることができる。この方法により Cu, Fe, Ni などの耐食性に悪影響を及ぼす元素を除去することができる。

真空蒸留法で得られたマグネシウム凝縮物を液相法の溶解・ casting 法で構造品の作製も可能であるが，燃焼を防止するために防燃ガス，フラックスの使用の必要があり，不純物の混入の恐れがあり，通常の金属に比べ，歩留まりも良くない。

本研究室では，気相法の真空蒸留法で得られたマグネシウム凝縮物を溶解 casting せず，固相法の熱間押出を行い，幅 30mm，厚さ 2mm 以下の板材の作製の検討を行ってきて，溶解 casting により行った押出材と大差がないことを確認してきた^{4),5)}。

しかしながら，マグネシウムは塑性加工方向に対しての引張特性の異方性が知られており，引張特性の異方性を確認できる広幅の板材の作製を行い，引張特性を確認することが必要である。

そこで本研究では、マグネシウム合金の気相-固相法による高純度広幅リサイクル材の作製について検討した。

2. 実験方法

2.1 試料作製

本研究では、Mg と蒸気圧が近く、混入しやすい Zn の含有量が少ない AM60B マグネシウム合金 (Mg-6.0%Al-0.29%Mn) を使用した。

真空蒸留試験で使用したるつぼとコンデンサは Ni を含まないステンレス鋼を使用し、小るつぼは SUS410 ステンレス鋼、大るつぼおよびコンデンサは SUS430 ステンレス鋼である。

原料、コンデンサ、るつぼの重量を測定した後、原料を小るつぼに入れ、大るつぼを挿入し、レトルト内に入った。コンデンサの温度(回収温度)を設定した後、油回転真空ポンプで真空排気し、電気炉でレトルト内を 600°C まで加熱した。その後 600°C で所定の時間保持した。この保持時間を蒸留時間とした。コンデンサは内径 50mm のものを使用した。

2.2 圧延材の作製

図 1 に回収したマグネシウム凝縮物の加工方法の概略を示す。マグネシウム凝縮物のまま圧延を行った場合、凝縮物の粒や形状の影響を受けるため状態の悪い圧延材になる。そのため直径 50mm のマグネシウム凝縮物から幅 30mm の押出材を作製し、長さ 80mm で切断し、押出方向に 90° の方向で圧延加工を行った。

押出用ダイスの形状に合ったピレットを作製する必要があるため、内径 50mm のコンデンサを用いて真空蒸留を行った。ピレットにはコンデンサ温度 340°C で蒸留して得られたマグネシウム凝縮物を使用した。押出加工は、押出温度 325°C、350°C、375°C、押出比 R11 (厚さ 6mm)、R33 (厚さ 2mm) で行った。押出比 R11 では実験圧縮用押出プレス 400t 型(縦型)を、押出比 R33 では 100t 型(横型)

を用いて押出加工を行った。

圧延加工は、圧下率 30%/パス、ロール速度 7.0mm/min、ロール温度 80°C で行い、厚さ 0.7mm まで圧延を行った。圧延前に加熱用のヒーターで材料を 450°C まで加熱した。比較のため厚さ 6.0mm の市販純 Mg 板材を厚さ 0.7mm まで圧延した。得られた圧延材の化学組成は、ICP 発光分光分析法を用いて調べた。

引張試験の試験片は、得られた圧延材から長さ 70mm、標点間距離 15mm、圧延方向に対して 0°、45°、90° となる試験片を 3 つずつ作製した。引張試験の前に試験片を厚さ 0.5mm まで研磨し、ひずみ速度 $5.5 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$ で引張試験を行った。

3. 実験結果および考察

3.1 圧延材の外観および化学組成

図 2 に押出材の外観を示す。押出比 R33 の方が、押出比 R11 に比べ、清浄な外観となった。

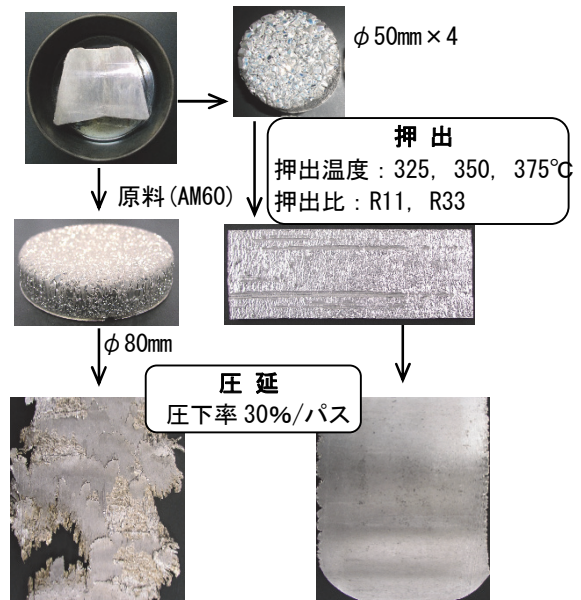


図 1 回収したマグネシウム凝縮物の加工方法の概略

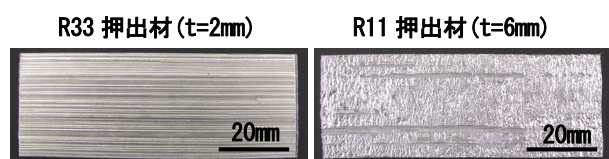


図 2 押出材の外観

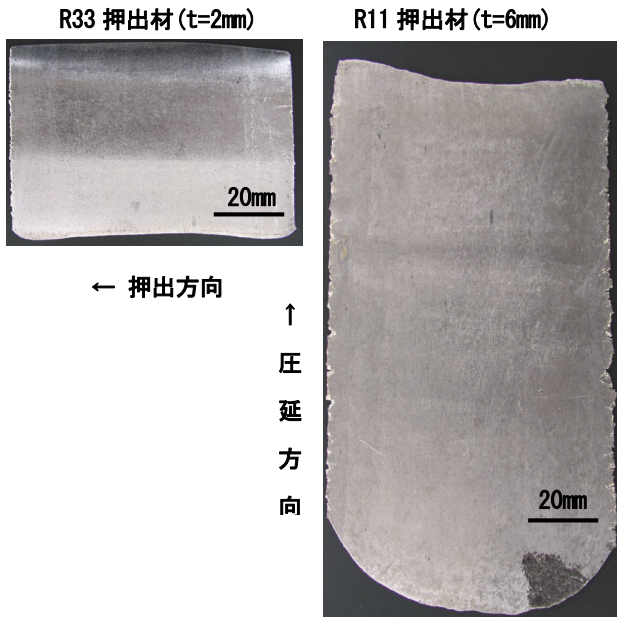


図3 押出材からの圧延材の外観

表1 押出比 R11 の押出材からの圧延材の化学組成

	元素濃度 (mass ppm)						
	Al	Mn	Zn	Cu	Fe	Ni	Mg
原料 AMGOB	6.0 × 10 ⁴	0.29 × 10 ⁴	270	15	20	<10	残
押出材	30	1	10	<3	<3	<3	残
JIS MI1A	100	60	50	50	30	10	>99.95

表2 押出比 R33 の押出材からの圧延材の化学組成

	元素濃度 (mass ppm)						
	Al	Mn	Zn	Cu	Fe	Ni	Mg
原料 AMGOB	6.0 × 10 ⁴	0.29 × 10 ⁴	270	15	20	<10	残
325°C 押出材	10	1	30	5	<3	<3	残
350°C 押出材	<8	<1	120	8	5	<3	残
375°C 押出材	30	<1	40	20	6	<3	残
JIS MI1A	100	60	50	50	30	10	>99.95

図3に押出材からの圧延材の外観を示す。押出比 R11 の押出材からの圧延材の方が、押出比 R33 の押出材からの圧延材に比べ、端部が若干、悪くなったが、幅 80mm の広幅のリサイクル材を作製することができた。

表1に押出比 R11 の押出材からの圧延材の化学組成を

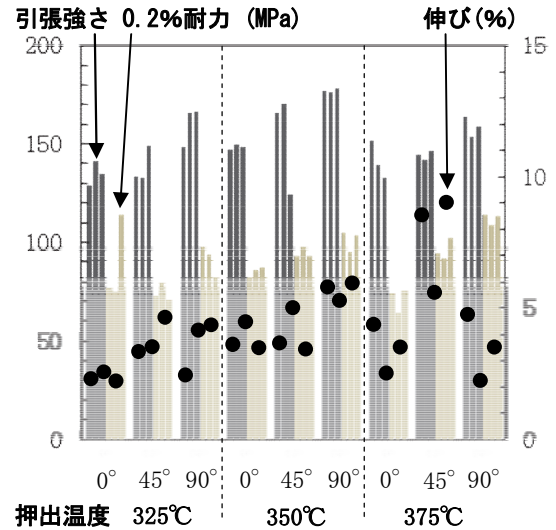


図4 押出比 R33 の押出材からの圧延材の引張特性

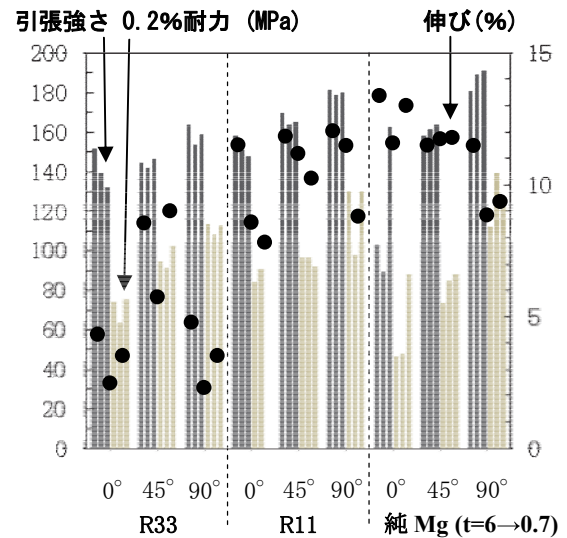


図5 押出温度 375°Cでの圧延材の引張特性

示す。比較として、JIS H 2150 マグネシウム地金 MI1A の規格を示す。マグネシウム地金 1 種 A の規格を満足し、耐食性に影響を及ぼす Fe, Cu, Ni の混入はほとんどなかった。

表2に押出比 R33 の押出材からの圧延材の化学組成を示す。比較として、JIS H 2150 マグネシウム地金 MI1A の規格を示す。350°C押出材の Zn 以外はマグネシウム地金 1 種 A の規格を満足していた。Zn は Mg と近い蒸気圧を持ち、気相法の真空蒸留において混入しやすい元素であるが、マグネシウムの耐食性には悪影響を及ぼさない

と考えられている。

3.2 圧延材の引張特性

図4に押出比 R33 の押出材からの圧延材の引張特性を示す。押出温度 325°C, 350°C および 375°C の結果を示す。押出温度によって若干バラツキはあるが、引張強さおよび 0.2%耐力は 90° 方向になるほど、大きくなった。

図5に押出温度 375°C での圧延材の引張特性を示す。押出比 R33 の押出材、押出比 R11 の押出材および純マグネシウム地金からの圧延材の結果を示す。伸びはバラツキが大きかったが、引張強さおよび 0.2%耐力は 90° 方向になるほど大きくなった。また、押出比 R11 の押出材からの圧延材の方が、押出比 R33 の押出材からの圧延材より、純マグネシウム地金からの圧延材の引張特性に近い結果になった。これは、圧延回数(押出比 R11 から圧延 6 回、押出比 R33 から圧延 3 回)の多い押出比 R11 の押出材からの圧延材の方が、延性が大きくなり、強度も大きくなったのではないと思われる。

4. 結言

本研究では、マグネシウム合金の気相-固相法による高純度広幅リサイクル材の作製について検討した。得られた結果をまとめると以下の通りである。

(1) 気相法の真空蒸留で得られた直径 50mm のマグネシウム凝縮物から幅 30mm の押出材を作製し、長さ 80mm で切断し、押出方向に 90° の方向で固相法の圧延加工を行い、幅 80mm の広幅のリサイクル材を作製することが

できる。

(2) 得られた広幅リサイクル材の化学組成は、マグネシウム地金 1 種 A の規格をほぼ満足し、耐食性に影響を及ぼす Fe, Cu, Ni の混入はほとんどなかった。

(3) 押出比 R33 の押出材から得られた広幅リサイクル材の引張特性は、押出温度によって若干バラツキはあるが、引張強さおよび 0.2%耐力は 90° 方向になるほど、大きくなる。押出温度 375°C において、押出比 R11 の押出材からの圧延材の方が、押出比 R33 の押出材からの圧延材より、純マグネシウム地金からの圧延材の引張特性に近い結果になった。

謝 辞

本研究は、公益財団法人天田財団からの一般研究開発助成 (AF-2013009) の交付により実施されたものであり、心より深く感謝の意を表します。

参考文献

- 1) 里 達雄：軽合金材料，コロナ社，(2011)。
- 2) 日本塑性加工学会：マグネシウム加工技術，コロナ社 (2004)。
- 3) 小島 陽，井藤忠男：マグネシウム合金の製造と応用，(2006)。
- 4) 井上 誠，島 政司，会田哲夫，松澤和夫：軽金属，**59**(2009)，637-641。
- 5) 井上 誠，松澤和夫，会田哲夫，高廣政彦：軽金属，**66**(2016)，119-123。