

連続鋳造と冷間塑性加工技術を融合した 新たな材料創成技術の開発

岡山大学 大学院自然科学研究科
教授 岡安 光博
(平成 27 年度 一般研究開発助成 AF-2015007)

キーワード：圧延、塑性加工、軽金属

1. 研究の目的と背景

マグネシウムは実用金属の中で最も比重が小さく、比強度・比剛性に優れていることから、燃費の向上を目的とした自動車を始めとする輸送機器への需要が高まっている。1970 年代のオイルショック期を発端に、各国ではエネルギー消費や CO₂ 排出の削減を目的とした政策がとられるようになり、部品メーカーや自動車業界の戦略に大きな影響を与えている。同じく軽量であり、比強度が高い材料として CFRP などの複合材料が挙げられるが、金属材料との接合が難しく、リサイクル性に乏しいことが課題として挙げられる。マグネシウムは異種金属との接合が可能であり、低融点でリサイクル性に優れていることから複合材料と差別化することができ、近年の環境問題から、燃費規制が厳しくなり、自動車部品の軽量化が必要不可欠になっている。しかし、マグネシウムは鉄やアルミニウムなど他の金属構造材料と比べると強度が劣るため、信頼性向上が求められる。これまでに耐食性や機械的強度を向上させた様々な合金の開発が行われているが、耐熱性に乏しいなど問題が残る。これらの弱点を克服した耐熱合金 (Mg-Zn-Y 系、Mg-Zn-Gd 系合金など) や不燃合金 (Mg-Al-Ca 系合金) が開発されている。これらの合金は機械的特性にも優れており、アルミニウム合金に代わる新たな合金として注目されている。しかし、これらの合金は添加元素に Y や Gd などのレアメタルを使用しており、原料のコストが高いことやリサイクル方法が確立されていないなど問題が残る。現在、マグネシウム製品の生産には融点が低く比熱が大きいという特性から鋳造を用いるのが主流となっている。鋳造は複雑形状の製品を成形できる、サイクルが短いなどの利点を持つが、強度が低く、欠陥が発生しやすいなどの欠点がある。このため、高い強度マグネシウム合金の開発には鍛造や圧延など塑性加工による成形が期待される。そこで本研究では、加工熱処理を導入してマグネシウム合金の機械的特性の向上に取り組む。またこの原因の解明についても明確にする。

2. 実験方法

2.1 供試材

本研究では供試材として AZ91 マグネシウム合金を使用した。AZ91 は Al が 9mass%、Zn が 1mass% 添加された合金である。マグネシウム合金における添加元素の効果は次

のようになっている。Al には固溶体強化や β 相 ($Mg_{17}Al_{12}$) の晶出による析出強化によって強度を向上させる効果があり、 β 相の晶出により耐食性を改善することができる。含有量が増えるに従い強度は増すが、延性及び衝撃値は減少する。Zn は機械的性質、鋳造性を向上させ、時効による析出を促進させることが知られている。2mass% 以上添加すると鋳造割れ感受性を高めるため、Zn の添加は 1mass% までに抑えることが多い。Mn は Al と化合物 (Al_6Mn など) を形成し組織内に析出する。この析出物は Fe、Ni 及び Cr といった不純物を固溶させるため、耐食性を改善することが可能となっている。AZ91 は機械的性質、耐食性、鋳造性などのバランスの取れた代表的なマグネシウム合金である。

本研究では連続鋳造 (GC) によって製造された AZ91 マグネシウム合金を用いて、圧延加工や熱処理を加えることによる高強度化に取り組む。図 1 に AZ91 マグネシウム合金のマイクロ組織写真を示す。図から明らかのようにマグネシウム固溶体 α 相に加え、 $Mg_{17}Al_{12}$ 相と Al_6Mn 相で構成されている。Mn の濃度が高い領域にデンドライト組織が形成されており、 β 相はデンドライトアーム間に偏析している。

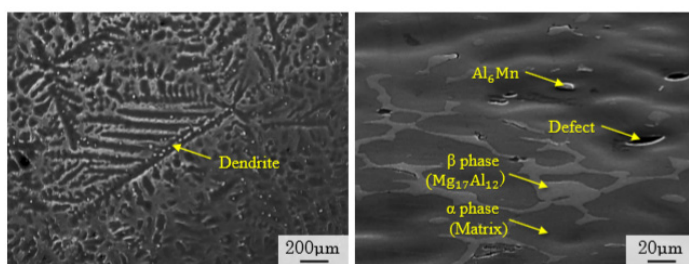


図 1 SEM images of AZ91 magnesium alloy.

2.2 熱処理

析出強化合金は高温で一様な α 固溶体であった合金を冷却するに従い第二相である β 相を飽和し、低温で β 相を析出する過程において硬化をもたらしている。 β 相 ($Mg_{17}Al_{12}$) を晶出する AZ91 は析出物を制御することで機械的特性を改善することが可能であると考えられる。本研究では組織観察及び硬度測定を行うことで適切な熱処理条件を検討している。

2・2・1 溶体化処理 (S T)

溶体化処理を 200°C~350°Cの温度範囲において実施しても組織の変化はほとんど確認できなかった。しかし 400°C 付近から β 相は固溶により微細化し、410°Cでは β 相は確認できなくなった。さらに高温に加熱することにより短時間で溶体化が可能となった。420°C以降は試料の酸化による消耗が激しく形状を維持できなかった。これらの結果から 410°C・24h を溶体化処理 (S T) 条件とした。

2・2・2 時効処理 (A G)

最適な時効条件を決定するため、温度と保持時間を変化させながら加熱を行った。加熱温度は 150°C、200°C、250°C とし、2 時間から 24 時間までの間で 2 時間ごとに各試料のビッカース硬さを測定した。最も高い硬度を示した熱処理条件を時効処理 (A G) とした。

2・3 強加工法

強加工法は巨大ひずみ加工法または形状不変加工法とも呼ばれ、試料形状を変化させることなく塑性変形を行うことができる加工法である。原理的に無限にひずみを導入することが可能であり、微細な結晶組織を得ることができる。微細化による影響を受けやすいマグネシウムには非常に有効な加工法と考える。本研究では A F B 法、M D F 法とし、マグネシウムの高強度化に取り組んだ。

2・4 A F B 法

A F B (Accumulative Forge Bonding) 法のプロセスの概略を図 2 に示す。A F B はプレス加工によって成形されたプレートを重ね合わせ、それをさらにプレスすることで圧着させる加工法である。一方向から繰り返しひずみを導入し続けるのが特徴であり、マグネシウムは構造上、塑性変形による集合組織を形成しやすいため、結晶方位のそろった組織形態をとることが予想される。本研究では各温度において、2 枚の板を圧着させた試料 (once) と、それを二分しさらに圧着させた試料 (twice) を作製した。

2・5 M D F 法

M D F (Multi-Directional Forging) 法のプロセスの概略を図 3 に示す。M D F は試験片に所定のひずみを自由鍛造で付与し、パス毎に試料を 90 度回転させる加工法である。A F B とは異なり、パス毎にプレスの方向が異なるため、加工による組織的な偏りを抑制することが可能であると考えられる。

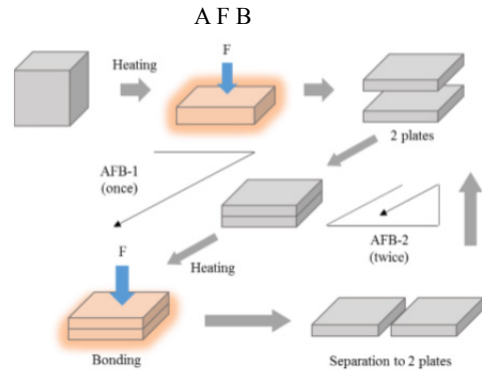


図 2 Schematic illustration of accumulative forge bonding.

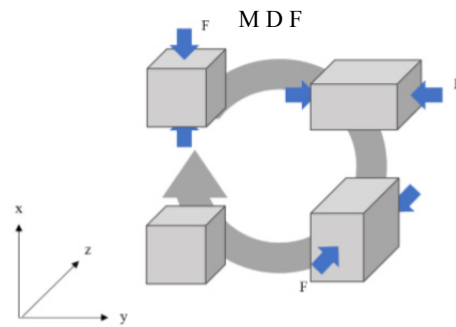
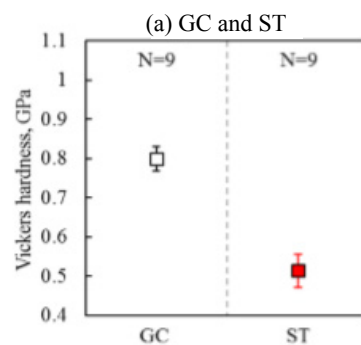


図 3 Schematic illustration of multi-directional forge bonding.

3. 結果及び考察

3・1 硬さ試験

図 4 に G C 材、S T 材及び A G 材のビッカース硬さ試験の結果を示す。まず熱処理のみを行った試料の硬度を比較することで熱処理による組織構造が及ぼす硬度の影響について調査した。(a) は G C 材と S T 材の硬度を比較したものである。溶体化処理を施した S T 材は基準となる G C 材と比較して硬度は低い値を示している。(b) は S T 材に時効処理を施したサンプルの硬度測定結果を示す。150°C で加熱した場合、試料硬度は時間の経過と共に緩やかに上昇している。24 時間以降も硬度が上昇することが予想される。250°C で加熱した試料は短時間で急激に硬化した後、ほぼ一定の値を示した。200°C で加熱した試料は 12 時間で最も高い硬度を示し、その後、低下傾向を示した。この結果から 200°C・12 時間の加熱熱条件が適切と考えた。



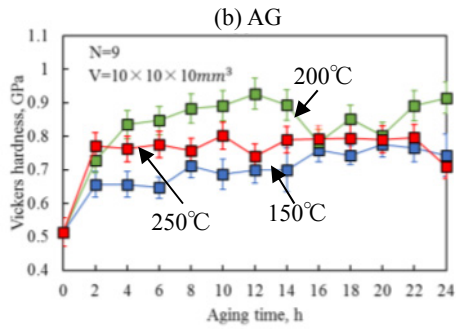


図 4 Vickers hardness of (a) GC- and ST-sample; (b) AG sample.

図 5 に冷間及び温間の単軸鍛造を施した試料のビッカース硬さ試験の結果を示す。これは各組織構造に対する鍛造のみの影響と加熱温度による加工硬化への影響について調査するためである。図には、圧下率、温度を変化させ温間鍛造 (WUF) を施した試料の硬度を比較したものである。どの試料も圧下率の増加に伴い硬度も増加していることが見て取れる。これは加熱により塑性変形が可能になったためである。また、どの試料も 200-250°C で最も高い硬度を示した。しかし、さらに加熱を続けると塑性加工しても硬度の増加はほとんど確認できなかった。

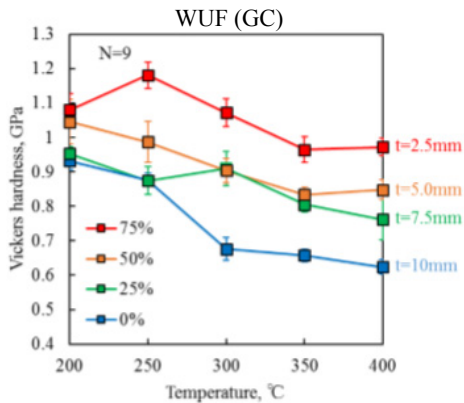


図 5 Vickers hardness of WUF samples.

3. 2 引張試験

熱処理及び加工熱処理が AZ91 の機械的特性に与える影響について調査するため引張試験による強度及び延性の評価を行った。図 6 に各試料の引張試験の結果を示す。まず、熱処理のみを施した試料について検討する。引張特性は各試料において異なる傾向を示している。それぞれの引張強度は GC:150MPa、ST:250MPa、AG:200MPa である。ST 材は GC 材の約 70% 高い強度を示した。また ST 材は破断ひずみが約 10% であり、GC 材に比べ約 70% 延性が向上していた。溶体化処理を施した試料は飛躍的に機械的特性が向上しており、硬さ試験とは異なる傾向を示していることがわかる。一方、硬さ試験で優れた硬度を示した AG 材は ST 材に比べ強度があまり向上しておらず、延性も低下していることが確認できる。このことから析出強化

による高強度化はビッカース硬度を向上させるには有効ではあるが、引張強度を向上させるには適していないことがわかる。次に加工熱処理を施した試料について検討する。各試料の引張強度は AG-WUF:300MPa、ST-WUF:420MPa である。どちらも優れたビッカース硬度を示した試料であるが、ST-WUF 材の引張強度と延性は特に優れていた。熱処理のみを施した試料と同様に、時効処理により試料の延性は低下し、さらに強度の向上も確認できない。ST 材は引張の塑性領域において強度が向上しており、ST-WUF 材は強ひずみが付与されていることから、引張強度の向上には加工硬化が有効であると考えられる。

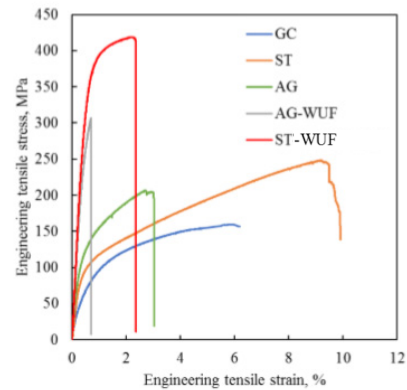


図 6 Relationship between tensile stress and tensile strain.

3. 3 組織観察

図 7 に熱処理を施したベース試料の組織写真を示す。GC 材は Mg 固溶体である α 相、晶出物 $Mg_{17}Al_{12}$ である β 相、析出物 Al_6Mn が確認できる。溶体化処理を行った ST 材は β 相が消失していることから、母相である α 相に固溶していることがわかる。析出物 Al_6Mn は溶体化処理を行っても固溶することなく、組織内に残留することが確認できた。ST 材は β 相が固溶し組織が一樣となったため、応力集中の発生を低減し加工性を向上させたと考えられる。時効処理を行った AG 材は粒界付近に析出物が発生する不連続析出が起きており、粒内においてもデンドライト状の組織が確認できる。この析出物は β 相と同様の $Mg_{17}Al_{12}$ であり、重力 casting で作製した GC 材とは分布形態が異なっている。粒界付近の析出物をさらに拡大して観察したところ、ラメラ状の組織が確認できた。この粒界及び粒内における析出物により析出強化が起こり、硬度が増加したと考えられる。図 8 に加工熱処理を施した試料の組織写真を示す。AG-WUF (200°C) と、最も高い硬度を示した試料である ST-WUF (225°C) の 2 つを選出し、組織観察を行っている。AG-WUF 材は時効処理を行った後、水冷することなく 75% 温間鍛造を施したものである。どちらの試料も中心に寄るほどひずみが大きく組織が微細化しており、表面付近ほどひずみが小さく変形量が小さい。これは圧延を行う際、金型と試料との間に摩擦が発生し、変形が拘束されたためである。表面付近の組織形態は異なっている。AG-WUF (200°C) 材は双晶変形による

レンズ状の組織が重なっているのが見て取れる。試料中心に向かうほど双晶は著しく発生しており、塑性変形は双晶変形で支配されていると考える。一方、ST-WUF材は粒界付近に不連続析出による組織が確認できる。このことから、短い加熱時間においても析出物は発生することがわかる。時効処理を行う際に、短時間で試料が急激に硬化したのはこの不連続析出が原因であると考えられる。試料中心はMDF及び温間鍛造により組織が非常に微細であるため、粒界付近に発生する析出物を確認することはできなかった。このため、組織内に非常に微細な状態で析出していることが予想できる。AG-WUF材とは異なり、双晶変形を確認できなかった。これはMDFにより試料中心部が微細化しており、温間鍛造時に粒界すべりで変形が容易になり、さらに加熱によりCRSSが低下し変形を起こしやすくなったと考えられる。

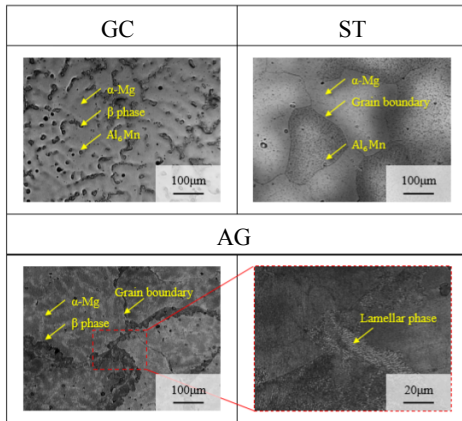


図7 Optical micrographs of GC-, ST-, AG-sample.

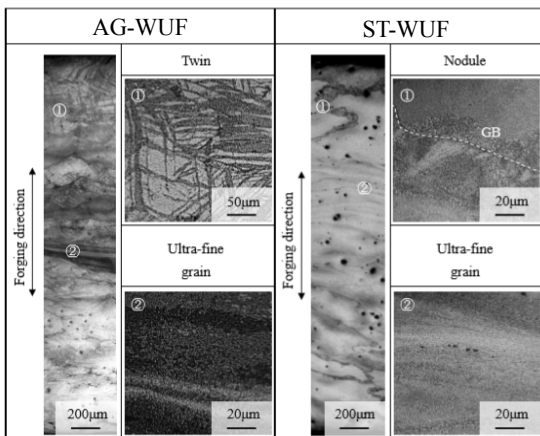


図8 Optical micrographs AG-WUF and ST-WUF samples.

4. 結言

マグネシウム合金 AZ91 を連続的に熔融と圧延加工を加え、さらに加工熱処理を施すことで機械的特性を向上させた。まず、熱処理のみの影響について調査するため、連続鍛造材 (GC) に対し、溶体化処理 (ST) 及び時効処理 (AG) を施し組織構造を変化させた。ST材の硬度は低く、AG材は高い硬度を示した。組織観察及び硬さ試験

の結果から、組織内のβ相の存在比が高いほど、高い硬度を示した。引張特性については強度、延性ともにST材が優れた値を示した。また、優れた強度を持つ試料を作製するため、GC、ST、AG材を基準としたサンプルとして様々な条件で圧延加工を施した。結晶粒の微細化及び高ひずみの導入をするため、単軸鍛造に加え、強加工法であるAFB法及びMDF法を採用した。引張特性を調査した結果、ST材にMDF (5%×15) 及び75%温間鍛造 (225°C) を施した試料が最も優れた引張強度 (420MPa) を示した。一方、AG材に鍛造を施した試料はST材をベースとした試料と比較して引張特性が劣っていた。

謝辞

本研究は、公益財団法人天田財団の助成金で実施した。研究成果は、国際ジャーナル (IF: 1.331) と学会にて発表させていただいた。天田財団には、心より感謝申し上げます。

参考文献

- 1) Mitsuhiro Okayasu, Takuya Muranaga, High strength of Mg-9%Al-1%Zn alloys achieved by severe working *Journal of Materials Engineering and Performances*, Vol. 26,10 (2017)pp. 4977-4989.