

軽金属鑄造材を用いた鍛造技術に関する試験研究事業(第 5 報)

行武栄太郎* 磯山亮** 勝山秀信**

1. はじめに

地球的規模での環境が問題視されている昨今、温暖化効果ガスとしての CO₂ 排出量の増加は深刻な課題である。排出される CO₂ の約 20% が自動車等の輸送機器にかかわる排出であり、CO₂ 排出量削減に向けた取り組みの一つとして輸送機器の軽量化が求められている。輸送機器をはじめとする様々な工業製品や、構造材料における軽量化ニーズは需要が高く、軽金属材料を適用することが強く求められている。マグネシウム合金は、実用金属中で最も軽量であり、これら軽量化の課題を解決すべく近年、注目されている軽金属材料の一つである。

茨城県では、「茨城マグネシウムプロジェクト」等を実施し、マグネシウム合金を用いた種々加工技術（プレス加工、接合加工、表面処理等）の開発を進めており、茨城県をマグネシウム産業の一大集積地とすべく、基盤技術の研究開発、製品化支援などに取組んでいる。

マグネシウム合金の製品化支援において、展伸材の素材コストが他軽金属材料（アルミニウム合金等）と比較して高額であることが課題である。一方、マグネシウム地金（インゴット：鑄塊）はアルミニウム地金単価と同等であることから、鑄造材及び鑄造製品は、比較的安価である。しかし、鑄造材の機械的特性（強度、延性等）は、一般的に展伸材と比較して劣ることが課題である。そこで、軽量化ニーズに対応する技術として安価な鑄造材を用いた成形加工技術を高めることを目指した。

2. 目的

本研究事業は、安価な鑄造材を用いた成形加工技術に関する試験研究が目的であり、鑄造材を鍛造加工することで緻密な金属組織及び機械的特性向上を実現できる加工技術の開発を目指している。

平成 28 年度¹⁾には超音波を溶湯に付加させながらマグネシウム合金を凝固させることで、一般的な鑄造法による金属組織と比較して微細な金属結晶組織を得ることに成功した。

平成 29 年度²⁾は、液相と固相が混在する溶湯を凝固させる半凝固鑄造について検討し、凝固率、凝固温度を調整することで、一般的な鑄造材と比較して微細（平均粒径：20 μm 以下）な結晶組織を得ることに成功した。

平成 30 年度³⁾は、鑄造材を鍛造加工可能とする金型設計（数値解析手法による塑性流動特性の検討等）及び鍛造加工条件が得られ、カップ形状の鍛造加工品を得ることに成功した。

令和元年度⁴⁾は、鑄造材の鍛造加工適性を向上さ

せるため、合金組成の見直しを検討し、鑄造材の鍛造加工に適した軽金属材としての AZXM9122 マグネシウム合金を得ることに成功した。

今年度は、昨年度得られた AZXM9122 鑄造材への熱処理条件や溶湯保持時間の影響を評価した。また、鍛造加工後の鍛造製品の機械的特性についても評価した。

3. 研究内容

3.1 供試材

本試験研究ではマグネシウム合金として、一般的に市販しており容易に入手できる AZ 系（アルミニウム、亜鉛添加型合金）を用いて、必要な元素を添加した供試材を大型溶解炉を用いて製作した。AZ 系マグネシウム合金には数種類の合金が存在するが、一般的な鑄造合金である AZ91 マグネシウム合金を用いた。

表 1 に入手した AZ91 マグネシウム合金の代表的な元素成分を示す。マグネシウムを母材とした合金であり、アルミニウム約 9mass%、亜鉛約 1mass% が添加された汎用鑄造合金である。

表 1 AZ91Mg 合金の元素成分 (mass%)

Al	Zn	Mn	Cu	Fe	Si	Bal
9.18	0.72	0.22	0.004	0.002	0.03	—

表 2 に本試験研究で開発した AZXM9122 合金の代表的な元素成分を示す。金属カルシウム約 2mass% とミッシュメタル約 2mass% を添加した鑄造合金（AZXM9122）の 2 種類を作製した。なお、添加したミッシュメタルはランタン（La）、セリウム（Ce）の混合比率（mass%）が約 1:2 である。

表 2 AZXM9122Mg 合金の元素成分 (mass%)

Al	Zn	Mn	Ca	La	Ce	Bal
9.25	0.81	0.25	1.63	0.67	1.43	—

マグネシウム合金は大気溶解では溶湯表面が発火するため、防燃ガス（アルゴン、窒素、六フッ化硫黄等）中での溶解が一般的である。しかし、溶湯に金属カルシウムを添加することで、溶湯表面にカルシウムを主成分とする保護膜が形成され、大気中でのマグネシウム溶解を可能とする。この特性は、国立研究開発法人産業技術総合研究所（九州センター）の坂本⁵⁾らによる試験研究で確認された。このように、カルシウム添加により大気中での溶解が可能と

なることで、取り回し等、実用化面での利点（危険性の低下）が大きくなることが期待できる。本試験研究では、燃焼による酸化物等の溶湯への混入が鍛造特性に影響することが過去の試験評価にて確認されていることから、金属カルシウムが添加された合金においても防燃ガス（アルゴンガス、六フッ化硫黄（以下 SF_6 とする）の混合ガス）を用いて $700^\circ\text{C} \sim 750^\circ\text{C}$ で鍛造しており、溶湯表面の発火は確認されない。

3.2 熱処理評価

図 1 に供試材作製の大型溶解炉を示す。鍛造材の熱処理評価では、約 100kg の溶解が可能な大型溶解炉を用いて、防燃ガス中（アルゴン + SF_6 ）で AZ91 合金に金属カルシウム



図 1 大型溶解炉

（2mass%）、ミッシュメタル（2mass%）を添加して AZXM9122 合金を溶解鍛造した。溶湯温度は $700^\circ\text{C} \sim 750^\circ\text{C}$ とし、各添加元素を投入、一定時間の攪拌後、溶湯温度 700°C で約 30 分保持した後に鑄型に注湯した。

評価用サンプル製作鑄型にはランズレー鑄型と呼ばれる純銅製金型を用いた。本鑄型は、一般的に鍛造材の品質評価に用いられており、円柱状（約 $\phi 12\text{mm} \times$ 約 100mm ）のサンプルを得ることがでる。また、金型素材に純銅を用いることで冷却速度が大きくなり、偏析の少ない健全なサンプルが得られる。評価用には円柱状サンプルのみを用い、熱処理、機械的特性及び組織観察に必要な各種評価用サンプルを採取した。なお、機械的特性を評価する円柱状サンプル内部の欠陥観察には X 線 CT 装置（非破壊観察）を用いて、 $100\mu\text{m}$ 以上のポロシティのないことを確認した。機械的特性の評価では、円柱状のサンプルからダンベル試験片（引張試験）、円柱試験片（圧縮試験）をそれぞれ機械加工により作製した。

熱処理条件としては、鍛造まま材を $450^\circ\text{C} \sim 530^\circ\text{C}$ の温度範囲で加熱し油冷し熱処理材とした。また、 500°C 以上では表面酸化が著しいため、不活性ガス（アルゴンガス）雰囲気中で熱処理した。熱処理時間は目標温度達成後 8 時間とした。

3.3 鍛造評価

鍛造評価には、 $\phi 50\text{mm} \times 300\text{mm}$ の円柱状の評価用サンプルが得られる鑄型を用いた。鑄型素材には SKD 61（ダイス鋼）を用い、鍛造評価用サンプル作製方法と同様に、防燃ガスを噴霧しながら各供試材の溶湯を鑄型に注湯した。鑄型表面はガスバーナーを用いて十分に乾燥させ、鑄型表面温度が 100°C 以上になるよう加熱した。溶湯と接する鑄型表面には BN

（窒化ホウ素）離型剤を均一に塗布し、注湯時の溶湯温度は 700°C とした。

円盤状の評価用サンプルは任意の大きさに精密コンター及び汎用旋盤を用いて加工した。予備実験により鑄型底部は冷却速度が高いことが確認されており、均一な鍛造組織を有するサンプルを得るため、鑄型底部より 50mm 程度離れた箇所から評価用サンプルを上部方向に 4 個程度採取した。なお、全ての評価用サンプルは X 線 CT 装置（非破壊観察）により $100\mu\text{m}$ 以上の欠陥がないことを確認した。

図 2 に使用した鍛造金型の模式図を示す。鍛造評価には、平成 30 年度に作製した鍛造評価用金型³⁾を用いて、(株)アマダ製 110t 油圧サーボプレスで鍛造加工した。加工条件は、ストローク速度 1mm/s 一定で、金型温度を室温 $\sim 400^\circ\text{C}$ の温度範囲とした。パンチおよびダイを電気式ヒータで加熱し、潤滑剤には耐熱性の高いモリブデン系の固形潤滑剤を用いた。評価用サンプルは、金型内に設置後、評価用サンプル表面が金型温度と同温度となるまで保持し、さらに同温度で 5 分間保持後、鍛造加工を開始した。評価用サンプル温度は汎用接触式温度計を用いて測定した。

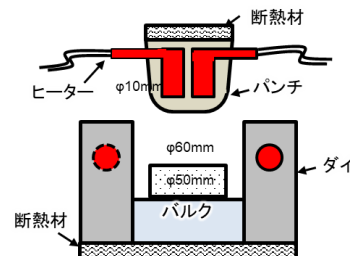


図 2 鍛造金型の模式図

4. 研究結果と考察

4.1 熱処理評価

図 3 に、各供試材のランズレー鑄型で得られた鍛造評価用サンプルを各条件で熱処理した金属組織の光学金属顕微鏡による金属組織観察写真を示す。

鍛造まま材 (as-cast) では、一般的な α 相（初晶）と β 相とが混在する組織であることが確認された。 β 相は XRD（X 線回折）及び SEM（走査型電子顕微鏡）による元素マッピングにより Al と Mg との金属間化合物 ($\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$) であることが確認された。また、 β 相以外にもネットワーク状に分布している相が確認され、 β 相同様に SEM による元素マッピングを実施し、Al と Ca の化合物であることが確認され、XRD により Al_2Ca 金属間化合物と同定された。

熱処理温度 450°C では、鍛造まま材と比べ β 相が減少したことが確認されたが、ネットワーク状の Al_2Ca 等の大きな変化は確認されない。 450°C は β 相の融点程度であるため、 β 層は初晶へ固溶されることで β 層が減少すると考えられる。硬さは鍛造まま材と比べ 10% 程度低下した。これは、粒界上に存在する硬質の β 相が熱処理による急冷により α 相内に拘束されることが起因している。

熱処理温度 500°C ではネットワーク状の Al_2Ca の連続形態の分断が確認された。これは、晶出物であ

る Al_2Ca の晶出温度 (約 500°C) に近づいたことで起きることが予測される。 β 相については 450°C と同様に、光学顕微鏡での確認はできない程度に減少していることが確認された。

熱処理温度 510°C 、 520°C では 500°C に比べネットワーク状の Al_2Ca は細かく分断され、個々に分割された粒状の金属間化合物への変化が観察された。これのように金属間化合物が細かく分散することで、ネットワーク状の金属組織と比べ塑性変形抵抗の低下が予測され耐力の低下への影響が考えられる。

熱処理温度 530°C では、一部再溶解したことが確認できるデントライト铸造組織が確認された。また、 Al と Ca との各二元系状態図により Al_2Ca 金属間化合物の晶出温度が約 530°C 付近であることもあり、 530°C 以上での熱処理は不可と判断した。

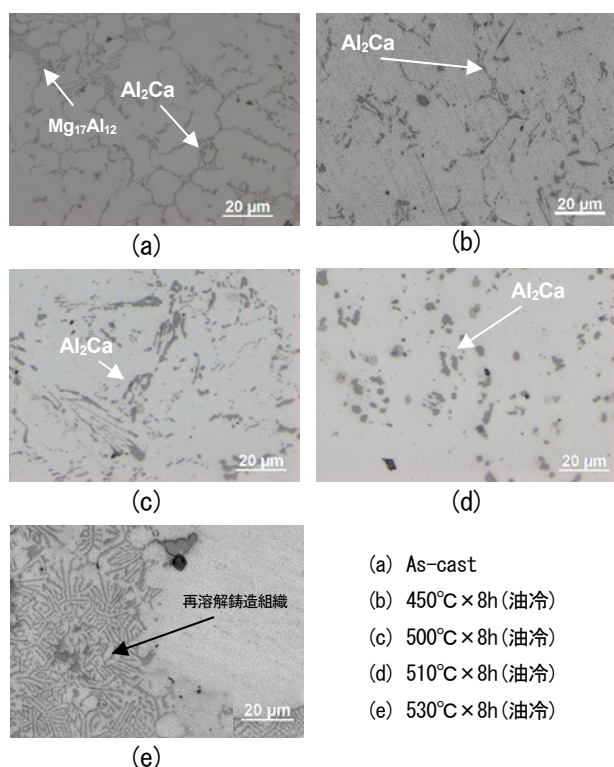


図 3 各熱処理温度での金属組織写真

図 4 に AZXM9122 合金の SEM 観察による金属組織写真を示す。铸造まま材に線状に並んだ組織が観察され、SEM-EDS で元素分析を実施した結果、 Al 、 La 、 Ce が検出された。XRD による分析結果から、 AlCe_3 、

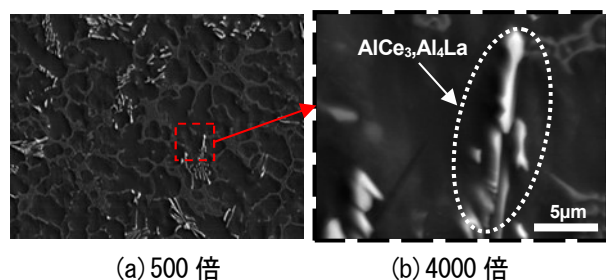


図 4 AZXM9122 合金の SEM 観察写真

Al_4La と同定された。これにより、AZXM9122 は Al_2Ca 、 AlCe_3 、 Al_4La の金属間化合物を含む合金であることが確認された。

図 5 に各熱処理後の铸造材から機械加工で引張試験片を作製し、室温で引張試験した結果 (左軸 耐力:MPa、右軸 伸び:% - 熱処理温度の関係) を示す。熱処理温度が高くなると耐力が低下し、 $500^\circ\text{C} \times 8\text{h}$ の熱処理を施した材料は、铸造まま材と比べて約 20% の低下が確認された。一方、伸びについては熱処理温度が高くなるにつれて大きくなり、铸造まま材と熱処理条件 $500^\circ\text{C} \times 8\text{h}$ とでは、铸造まま材の 1.5 倍以上の伸びが確認された。熱処理温度 450°C では、 α 相周囲に存在する硬質の β 相が消失したことで結晶粒の変形が容易となり耐力が低下したと考えられる。熱処理温度 500°C 以上では、ネットワーク状の Al_2Ca 金属間化合物が粒状に分断されることで結晶粒の変形が容易となり、さらに耐力が低下することが考えられる。耐力が低下し、伸びが向上することで鍛造加工時の負荷低減や割れの抑制が期待できる。熱処理温度 530°C では一部再溶解する箇所が発生することで伸びが低下することも確認された。

これらの結果から、AZXM9122 における铸造まま材の熱処理温度条件としては、 β 層が減少し、ネットワーク状の Al_2Ca 金属間化合物が分断され粒状となる $510^\circ\text{C} \times 8\text{h}$ (油冷) が有効であると考えられる。

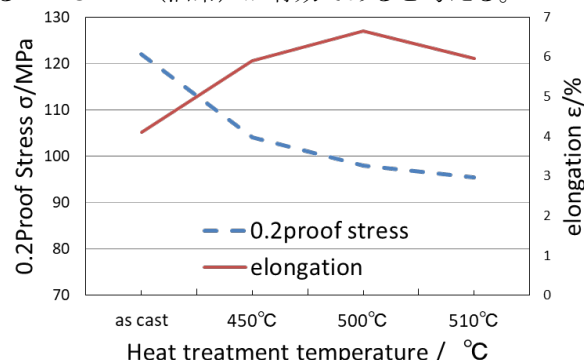


図 5 熱処理温度の耐力、伸びへの影響

図 6 に鍛造加工を想定した铸造材の温間圧縮試験結果を示す。縦軸に公称圧縮応力 (MPa)、横軸に公称圧縮ひずみ (%) を示す。圧縮試験温度は鍛造加工試験と同様に、室温、 200°C 、 400°C の 3 種とした。圧縮試験片は、引張試験片同様に铸造材より機械加工により採取した。 $\phi 10\text{mm} \times 15\text{mm}$ の円柱試験片を用いて、テフロンシート (厚さ: 0.1mm) を潤滑剤として試験した。変形量は初期高さ (15mm) の 50% 減 (7.5mm) までとした。

圧縮試験温度が高くなるにつれ最大圧縮応力が低下することが確認された。 200°C では室温と比較して最大圧縮応力が 50% 以下となり、 400°C では室温での 10% 程度まで低下した。圧縮試験温度 400°C で大きく変形抵抗が低下する要因として、動的な再結晶⁶⁾による変形抵抗の低下が考えられる。

また、室温では変形量 30% 以下で試験片の高さ方

向 45 度でせん断破壊が確認された。圧縮試験温度 200℃では、せん断破壊は確認されないが、試験片表面に小さなクラックが観察された。圧縮試験温度 400℃では、せん断破壊、クラック等の発生無く変形量 50%迄変形した。

一方、铸造まま材と熱処理材 (510℃×8h 油冷) とでは、圧縮試験温度が室温 (RT)、200℃では、熱処理材の圧縮変形抵抗が小さいことが確認された。これは、図 3 で示すネットワーク状の Al_2Ca 金属間化合物が粒状に分断されたことにより変形抵抗の低下が影響していると考えられる。圧縮試験温度 400℃では、熱処理の有無による違いは小さく、熱処理による金属結晶組織の影響を受けないことが観察された。

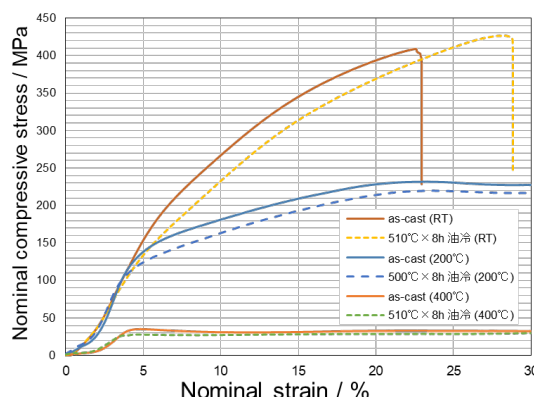


図 6 各熱処理における温間圧縮挙動

4.2 鍛造評価

金型温度は室温、200℃、300℃、400℃の 4 条件とした。熱処理条件は圧縮耐力が低く、伸びが大きくなる条件である 510℃×8h とした。鍛造加工評価には $\phi 50 \times 25$ mm のバルク材を用いた。図 7 に铸造材を鍛造加工 (200℃) した時の荷重-変位曲線を示す。

室温での鍛造加工では、铸造まま材及び熱処理材の両方とも鍛造加工機の負荷能力 110 トン以上を示し、鍛造加工機が停止してしまう。

金型温度 200℃では、铸造まま材は鍛造加工中にバルク材が複数に破壊してしまう。一方、熱処理材 (510℃×8h) ではバルク材は複数に破壊することなく鍛造加工サイクルを終了した。しかし、十分な変形量は得られなく、多数の割れがバルク材の周囲に確認された。鍛造加工サイクルの初期において、鍛造加工負荷が铸造まま材と比較して 4

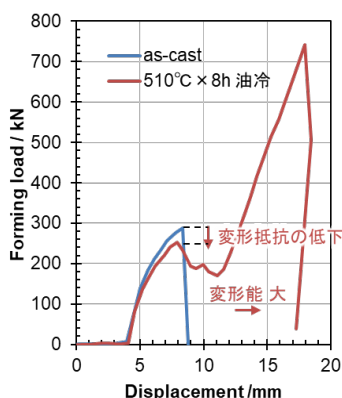


図 7 鍛造加工時の負荷と変位との関係

t 程度低下することも確認された。したがって、铸造材に適切な熱処理を実施することで鍛造加工負荷を低減できることが確認できた。

金型温度 300℃では、铸造まま材及び熱処理材 (510℃×8h) とともに鍛造加工サイクルを終了したが、円周端部に大きな割れが確認された。そこで、金型温度を 400℃とし、鍛造加工を実施した。

図 8 に金型温度 300℃、400℃で鍛造加工した熱処理材 (510℃×8h) の鍛造加工品を示す。金型温度を 400℃とすることで鍛造最大加工負荷は 30 t 以下 (室温と比べ 50%以下) となり、カップ端部に割れなく健全なカップ成形品を得ることができた。



(a) 金型温度 300℃

(b) 金型温度 400℃

図 8 カップ形状温間鍛造製品

5. まとめ

AZ91 マグネシウム合金へ Ca、Mn (ミッシュメタル) を添加することで得られた AZXM9122 合金铸造材の熱処理特性による铸造組織と機械的特性への影響及び鍛造加工特性への影響を評価した。

- ・ 熱処理により铸造組織に変化が確認された。
- ・ 450℃×8h で熱処理することで β 層が減少。
- ・ 510℃以上で熱処理することでネットワーク状組織の Al_2Ca 金属間化合物が粒状となる。
- ・ Al_2Ca が粒状となることで铸造材の耐力が低下し、伸びが向上した。
- ・ 510℃×8h で熱処理した AZXM9122 合金を金型温度 400℃で鍛造することで健全な鍛造製品 (カップ形状) が得られた。

参考文献

- 1) 行武栄太郎他：茨城県工業技術センター研究報告，第 45 号 (2017)
- 2) 行武栄太郎他：茨城県工業技術センター研究報告，第 46 号 (2018)
- 3) 行武栄太郎他：茨城県産業技術イノベーションセンター研究報告，第 47 号 (2019)
- 4) 行武栄太郎他：茨城県産業技術イノベーションセンター研究報告，第 48 号 (2020)
- 5) 坂本満：軽金属，66(5)，2016，240-245
- 6) Eitaro Yukutake 他：Materials Transactions，44 (4)，2003