

AZ61 マグネシウム合金押し出し棒材に
おける直接温間精密鍛造技術の開発

17560084

平成17年度～平成18年度科学研究費補助金
(基盤研究(C)) 研究成果報告書

平成19年5月16日

研究代表者 浅川 基男
早稲田大学 理工学術院 教授

<はしがき>

本研究報告は、平成 17～18 年度科学研究費補助金・基盤研究 C「AZ61 マグネシウム合金押し棒材における直接温間精密鍛造技術の開発」（課題番号 17560084，代表：浅川基男）によるものである。

研究組織

研究代表者：浅川基男（早稲田大学 理工学術院 教授）
 研究分担者：林郁彦（早稲田大学 理工学術院 名誉教授）
 研究分担者：松崎邦男（独立行政法人産業技術総合研究所 主任研究員）
 研究分担者：初鹿野寛一（独立行政法人産業技術総合研究所 主任研究員）
 研究分担者：清水透（独立行政法人産業技術総合研究所 主任研究員）

交付決定額（配分額）

（金額単位：円）

	直接経費	間接経費	合計
平成 17 年度	2,500,000	0	2,500,000
平成 18 年度	1,000,000	0	1,000,000
総計	3,500,000	0	3,500,000

研究発表

発表者名	テーマ名			
浅川基男，松崎邦男，初鹿野寛一，李道錫，小林勝	多軸鍛造による難燃性マグネシウム合金の結晶粒微細化と機械的特性			
学会誌名	巻・号	発行年	ページ	
日本金属学会講演概要		2 0 0 6	188	

発表者名	テーマ名			
浅川基男，松崎邦男，初鹿野寛一，李道錫，小林勝	多軸鍛造による難燃性マグネシウム合金の結晶粒微細化と機械的特性			
学会誌名	巻・号	発行年	ページ	
第56回塑性加工連合講演会		2 0 0 5	121-122	

発表者名	テーマ名			
浅川基男，松崎邦男，初鹿野寛一，肥沼宏樹	AZ61マグネシウム合金押し棒材における温間圧縮挙動			
学会誌名	巻・号	発行年	ページ	
平成17年度塑性加工春季講演会		2 0 0 5	223-224	

研究成果による工業所有権の出願・取得状況

計 0 件

工業所有権の名称	発明者	権利者	工業所有権の種類、番号	出願年月日	取得年月日

概要

本研究は AZ61 マグネシウム合金押し出し材を用い、塑性加工の中でも寸法精度が高く、直接製品の最終形状が得られる温間精密鍛造に注目した。鍛造品の機械的性質と集合組織との関連性を解析し、マグネシウム合金の塑性加工に関する新たな知見を得て、今後の使用拡大への貢献に寄与することを目的とする。マグネシウム合金の鍛造においては、押し出し材などの一次加工を施した供試材を用いるのが一般的であるが、本研究では生産プロセスの簡略化の観点から、押し出し材だけではなく鋳造材においても鍛造を試みた。本研究では精密鍛造において研究例が極めて少なく、管継手、バルブボディなどの実部材への適用範囲が広い T 型鍛造品の最適鍛造条件を見出し、さらに、温間拘束時に初期結晶方位の影響による不良現象についても考慮し、マグネシウム合金における鍛造性を評価した。その結果、以下のような知見が得られた。

- 1) T 型成形試験において、鍛造温度 463 K、押し込み速度 14 mm/min で、割れ・不良現象が発生することなく成形が可能であった。
 - 2) 押し出し材温間拘束圧縮時における不良現象は初期集合組織状態に依存し、押し出し軸方向に圧縮すると、加工面に結晶の底面が揃っている場合のみ発生した。
 - 3) 鋳造材の T 型成形は 483 K において押し出し材の 3 倍以上の速度で成形可能であった。成形後の硬さ、圧縮強度ともに良好であるため、今後鋳造材を用いた鍛造技術が期待される。
-

目次

第1章 緒言	P.1~2
第2章 研究目的	P.3
第3章 マグネシウムの性質	P.4~11
3.1 物理的性質	P.4
3.2 化学的性質	P.5
3.3 機械的性質	P.5
3.4 その他の性質	P.7
3.4.1 減衰能	
3.4.2 切削性	
3.4.3 耐くぼみ性	
3.4.4 電磁波遮断性	
3.4.5 寸法安定性	
3.4.6 溶接性	
3.4.7 リサイクル性	
3.4.8 生体との関係	
3.5 マグネシウムの塑性変形と成形性	P.9
3.5.1 すべり変形	
3.5.2 双晶変形	
3.5.3 加工集合組織	
3.5.4 マグネシウム合金展伸材の成形性	
3.6 マグネシウムの成形方法	P.11
3.6.1 鋳造	
3.6.2 圧延	
3.6.3 押出し	
3.6.4 鍛造	
第4章 亜鉛の性質	P.13~15
4.1 亜鉛の物理的性質	P.13
4.1.1 亜鉛の物理的性質	
4.1.2 結晶構造	
4.2 亜鉛の機械的性質	P.14
4.2.1 引張試験による諸性質	
4.2.2 圧縮強さ	
4.2.3 かたさ	
4.3 亜鉛の特徴	P.15

第5章 鍛造加工の基礎特性	P.16~17
第6章 実験装置	P.18~24
6.1 多ラム鍛造試験機	P.18
6.2 電気炉付きオートグラフ	P.21
6.3 デジタル温度計	P.21
6.4 旋盤	P.22
6.5 自動研磨機	P.22
6.6 卓上マッフル炉	P.23
6.7 光学顕微鏡	P.23
6.8 ドラフター	P.24
第7章 実験方法	P.25~31
7.1 リング圧縮試験	P.26
7.2 端面拘束圧縮試験	P.27
7.3 鍛造試験	P.28
7.4 組織観察	P.30
7.5 硬さ測定	P.30
7.6 亜鉛による端面拘束圧縮試験	P.30
第8章 実験結果および考察	P.32~43
8.1 温間端面拘束試験について	P.32
8.1.1 各圧縮率における双晶の観察	
8.1.2 結晶初期配置とマッシュルーム変形の関係	
8.1.3 亜鉛によるマッシュルーム現象の検討	
8.2 鍛造性について	P.37
8.2.1 リング圧縮試験による潤滑剤評価	
8.2.2 押出し材による鍛造試験	
8.2.3 鋳造材による鍛造試験	
8.2.4 押出し材と鋳造材の比較	
第9章 結言	P.45
参考文献	P.46

第 1 章

緒言

1. 緒言

近年、環境負荷の低減や製品のモバイル性向上への要請から、達成すべき技術課題として輸送機関、民生機器の軽量化が求められている。そうした中、マグネシウム合金が 21 世紀のキーマテリアルとして注目を集めている。現在、国内(文部科学省科学研究費特定領域研究「高性能マグネシウムの新展開」)だけではなく、ドイツ(SFB390 プロジェクト-「マグネシウムに関する特定領域研究」-)の支援のもと 56 大学が重点研究)、米国(The US Automotive Materials Partnership(MPCC, 2003))などを中心にマグネシウムに関する研究プロジェクトや実用化が活発に進められている(()内は研究報告例)。

マグネシウム(Mg)は実用金属材料中最軽量で比強度が高く、樹脂に比べてリサイクル性も良好で、切削加工性、耐くぼみ性、電磁波遮蔽性などにも優れており、一般構造材として Mg-Al 系、Mg-Al-Zn 系、Mg-Zn-Zr 系、Mg-Zn-Cu 系、耐熱性マグネシウム合金として Mg-Zn-RE-Zr 系、Mg-RE-Zr-Ag 系、Mg-Y-RE 系などさまざまな種類の合金が開発され、使用されている。

また、マグネシウムは、資源的にも無尽蔵にあり、かつ国内で将来的にも自給できる唯一の金属である。マグネシウムは、1808 年に H.Davy により発見された銀白色の非鉄金属であり、地殻表層部での存在比重量は 1.93mass% で、マグネサイト $MgCO_3$ 、ドロマイト $MgCO_3CaCO_3$ が主なマグネシウム鉱物として存在する。また海中にも金属元素としてはナトリウム(Na)について多く存在する。

以上のことから構造物や運送機器にマグネシウム合金を適用することで、より地球環境に対する負荷を軽減することが期待できることは言うまでもない。現在、自動車(ex.シートフレーム、タイヤホイール)、航空機、電動工具、電子機器(ex.ノートパソコン、パソコン部品、携帯電話)、電気機器(ex.テレビ、MD、CD、プロジェクター、ヘッドホン)、スポーツ・レジャー用品など実に多様な分野でマグネシウム合金の使用例が報告されている(Fig.1 参照)。

現在、マグネシウムが用いられた製品はそのほとんどがダイキャストやチクソモールディングといった鋳造法により成形されており、塑性加工による成形は少ない現状である。

しかし、鋳造プロセスは湯流れによる表面欠陥、地球温暖化物質六フッ化硫黄ガス(SF_6)発生による地球環境の問題などがある。その一方、生産性が非常に高く、歩留まりの向上、製品の更なる軽量化が見込める塑性加工は、マグネシウム合金使用量の増加において今後の発展が非常に期待される加工プロセスであると言える。



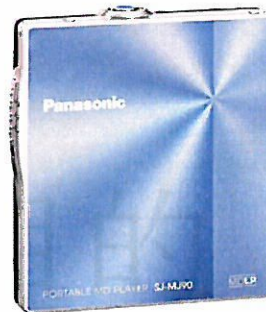
Note PC case



Cellular phone case



Automobile components



Portable MD case

Fig.1 Various products of Magnesium alloy

第 2 章

研究目的

2.研究目的

マグネシウム合金の結晶構造は最密六方構造であり、常温ではすべり面が底面(0001)のみであるために、延性に乏しく常温での塑性加工性に劣る。しかし、473K 前後の温度域にまで加熱すると、底面すべりとともに柱面すべりや錘面すべりの非底面すべりが低せん断応力で働きやすくなるため、変形能が増加し、塑性加工性は向上する。

塑性加工の中で、精密鍛造は寸法精度がよく、最終製品形状が直接得られる加工法であり、材料強靱化、製品のさらなる軽量化が見込める加工法である。マグネシウム合金において温間精密鍛造を行うことで脆性が改善され、複雑形状への加工が可能になると考えられる。しかし、マグネシウム合金の温間精密鍛造は Fig.2 のような製品に適用されているが、その使用例、研究例も少ない現状である。

そこで本研究では展伸材の 2 次加工として、高強度とともに塑性加工性が良いと言われている AZ61 マグネシウム合金の押し棒材における温間精密鍛造加工に注目した。その中でも研究例が極めて少なく、管継手、バルブボディ(Fig.3)などの実部材への適用範囲が広い T 型鍛造品の温間精密鍛造を対象とした。

そこで、本研究は押し棒材の鍛造試験で得られた基礎データをもとにして AZ61 鋳造材における最適鍛造条件を究明し、さらに、温間拘束圧縮時に初期結晶方位の影響から現れる不良現象についても考慮し、鍛造性を評価する。鍛造品の機械的性質と集合組織との関連性を解析し、マグネシウム合金の塑性加工に関する新たな知見を得て、今後の使用拡大への貢献に寄与することを目的とする。

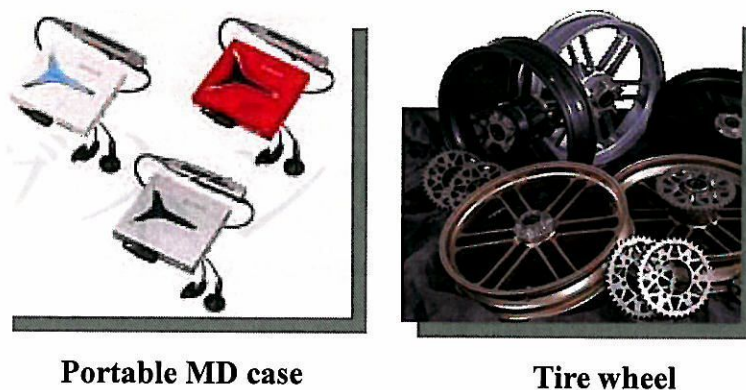


Fig.2 Forgings of Magnesium alloy

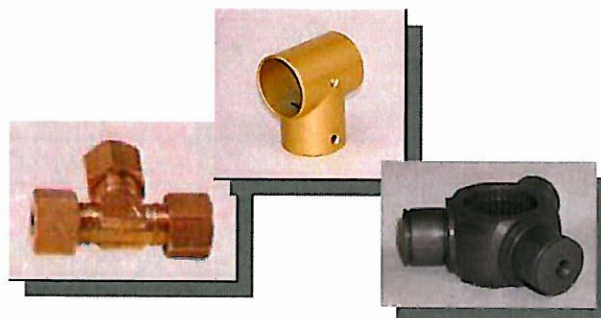


Fig.3 T-shape forgings

第3章

マグネシウムの性質

3.マグネシウムの性質

3.1 物理的性質

マグネシウムの結晶構造は Fig.4 に示すような最密六方格子であり、298K における格子定数は、 $a=0.32092\text{nm}$ 、 $c=0.52105\text{nm}$ 、 $c/a=1.6236$ である。したがって単位格子の体積 V は $\sqrt{3}/2a^2c=0.046473\text{nm}^3$ となる。

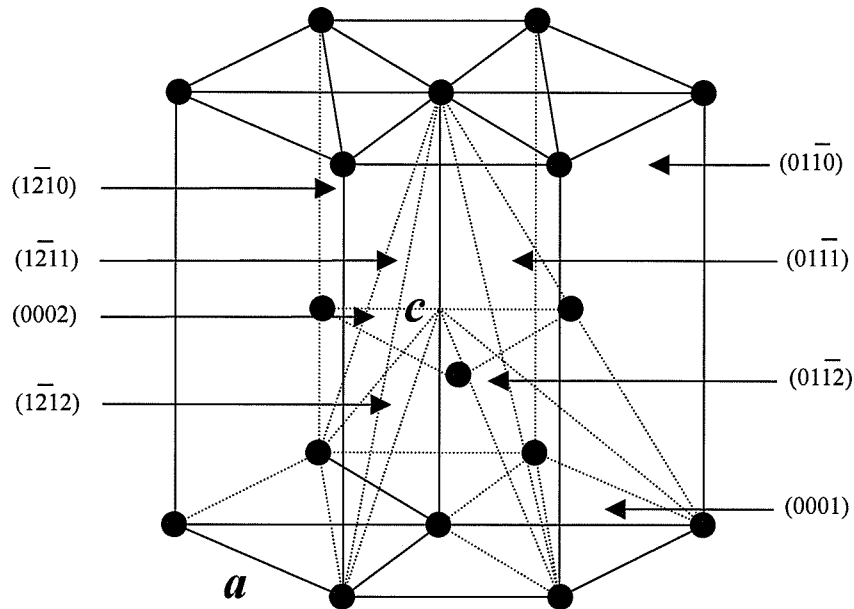


Fig.4 Crystal structure of Magnesium

マグネシウムの密度は 1.74g/cm^3 であり、これは実用金属中最も小さい。熱的な性質としては、線膨張係数は $27.0 \times 10^{-6}/^\circ\text{C}$ 、比熱は $1.03\text{ J/g}\cdot^\circ\text{C}$ 、熱伝導率は $1.59\text{ J/cm}\cdot\text{sec}\cdot^\circ\text{C}$ となっており、他金属と比べて大きい。Table 1 にマグネシウムと各種金属の比較、Table 2 に各種マグネシウム合金の物理的性質をまとめる。

Table 1 Physical properties of Magnesium and another metal

		マグネシウム	アルミニウム	鉄
密度	g/cm^3	1.74	2.70	7.87
融点	$^\circ\text{C}$	650	660	1539
沸点	$^\circ\text{C}$	1110	2060	2740
比熱	$\text{J/g}\cdot^\circ\text{C}$ (20 $^\circ\text{C}$)	1.03	0.90	0.46
結晶構造		最密六方構造	面心立方構造	体心立方構造
ヤング率	GPa	44.1	68.6	196.0
線膨張係数	$10^{-6}/^\circ\text{C}$ (20~200 $^\circ\text{C}$)	27.0	24.0	12.3
熱伝導率	$\text{J/cm}\cdot\text{sec}\cdot^\circ\text{C}$	1.59	2.22	0.75

Table 2 Physical properties of Magnesium alloys

合金	比重 (室温)	融点		線膨張係数 $10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ (20~200 $^{\circ}\text{C}$)	熱伝導率 $\text{J}/\text{cm}\cdot\text{sec}\cdot^{\circ}\text{C}$ (20 $^{\circ}\text{C}$)	比熱 $\text{J}/\text{g}\cdot^{\circ}\text{C}$ (20 $^{\circ}\text{C}$)
		固相点 $^{\circ}\text{C}$	液相点 $^{\circ}\text{C}$			
純 Mg	1.74	650	650	27.0	1.67	1.05
AZ31B,C	1.78	575	630	26.0	0.75	1.05
AZ61A	1.80	510	610	27.3	0.79	1.00
AZ91A	1.83	470	595	27.0	0.75	1.00
ZK11A	1.80	625	645	27.0	-	-
ZK31A	1.80	600	640	27.1	-	-
ZK60A	1.83	530	630	26.0	1.17	1.00

3.2 化学的性質

マグネシウムは一般的に腐食性の高い金属と言われているが、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、鉄より優れている。塩素イオン、酸、塩類の存在する雰囲気では、マグネシウム合金の耐食性は良くないが、大部分のアルカリおよび多くの有機化合物に耐える。

マグネシウム合金は、一般的に防食のために表面処理がなされて使用されるが、この他にも装飾、耐磨耗性、耐熱性向上のためになされることがある。そのため、化成処理、陽極酸化、塗装、めっきなどの各種処理法が行われる。

電気化学的にはマグネシウムは非常に卑な金属であり、実用金属の中では低い標準電極電位を示す。そのため、マグネシウムは他の金属を接触させておくと、マグネシウムが先に腐蝕する。マグネシウム合金を異種金属と接触させて使用する場合には注意が必要である。また、マグネシウムが先に腐食するという特徴を利用して、鋼鉄製船舶、土中に埋設する石油パイプラインなどにあらかじめマグネシウムを付属し、船舶、パイプなど本体の腐食を防止する、いわゆる防食用アノードとしても使われている。

3.3 機械的性質

マグネシウム合金と他の金属材料の常温での機械的性質の例を、Table 3 に示す。マグネシウム合金は構造用金属材料としては、比重が非常に小さいため比強度が大きく、常温における引張試験による破断伸びが小さい。また、硬さは鉄鋼、アルミニウムに比べて低い。

Table 4 に各種金属材料のヤング率を示す。材料の主な構成元素によってヤング率はほぼ決まり、マグネシウム系材料のヤング率はアルミニウム系材料の約 2/3 である。なお、マグネシウムの比重がアルミニウムの約 2/3 であることから、比重で正規化したヤング率はアルミニウムの同等程度となる。

Table 3 Physical properties of Magnesium alloys and other materials

合金		比重	引張強さ [MPa]	0.2%耐力 [MPa]	伸び [%]	硬さ [HB]	比強度 [MPa]
マグネシウム合金	圧延材 (AZ31C-F)	1.78	255	200	12	73	143
	押出し材 (AZ80A-F)	1.8	345	250	6	72	192
	鋳物 (AZ92-T6)	1.82	275	150	3	81	151
アルミニウム合金	圧延材 (5052)	2.67	290	250	14	85	109
	押出し材 (2017)	2.79	430	280	22	105	154
	鋳物 (AC6A-T6)	2.77	290	230	4	85	105
鉄鋼	ステンレス鋼	8.02	1220	1080	15	350	152
	炭素鋼	7.86	630	430	22	175	80
	鋳鋼	7.84	630	420	25	185	80

比強度：引張強さ/比重

Table 4 Young's modulus on each materials

材料	ヤング率 [GPa]
純マグネシウム	45
Mg 合金 (AZ91D)	45
Mg 合金 (AM60B)	45
Mg 合金 (AZ31D)	45
純アルミニウム	69
Al 合金 (7075)	71
Al 合金 (5052)	70
チタン	106
Ti 合金 (Ti6Al4V)	113
銅	117
鉄	192

マグネシウム合金は加工による組織制御の効果がある展伸材の方が、高い強度と耐力を示している。一般に、報告されているマグネシウム合金の材料特性にはわずかな差がある場合が多いが、そのおもな原因は、マグネシウムの強度特性が、加工熱処理履歴や凝固速度等によって変わる金属間化合物析出物の性状や結晶粒径等の材料の微構造に強く影響されるためである。結晶粒径の効果としては、マグネシウムの強度 σ_y は、ホールペッチの法則

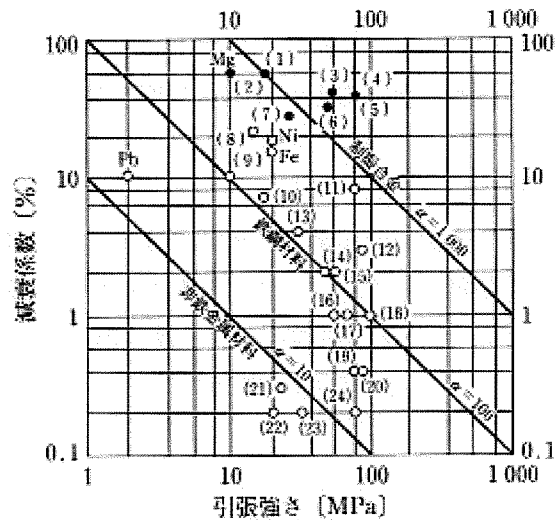
$$\sigma_y = \sigma_0 + k \cdot d^{-1/2} (\sigma_y: \text{降伏応力}, d: \text{結晶粒径})$$

に従い、結晶粒径の微細化によって顕著に高強度化し、しかも、粒径の影響はアルミニウムや鉄に比べて大きいことが知られている。

3.4 その他の性質

3.4.1 減衰能

Fig.5 に各種の金属材料の強度と減衰係数を示す。この減衰係数は材料に 0.2% 永久ひずみを引き起こす引張応力の 1/10 のせん断応力振幅を用いて測定したものである。純マグネシウムおよびマグネシウム-ジルコニウム合金は、振動のエネルギーを熱として吸収・消散させる減衰能が高い。それ以外の Mg-Al-Zn 系等のマグネシウム合金は、大きな減衰能を示さない。一般に重い金属ほど減衰能は大きく、鋳鉄が減衰能の大きな材料として知られているが、純マグネシウム合金と Mg-Zr 合金は大きな減衰能を示す軽量材料として、貴重な材料である。



- (1) Mg-Zr 合金 (2) Mg-Mg₂Ni (3) Mn-Cu 合金
 (4) Cu-Al-Ni 合金 (5) Cu-Zn-Al 合金 (6) TiNi (7) Al-Zn 合金
 (8) 高炭素片状黒鉛鋳鉄 (オーステナイト地) (9) 片状黒鉛鋳鉄 (FC-10)
 (10) Mg 合金 (AZ 81 A) (11) 12 Cr 鋼 (12) フェライト系ステンレス鋼 (13) 極軟鋼
 (14) 可鍛鋳鉄 (パーライト地) (15) 球状黒鉛鋳鉄 (パーライト地) (16) 18-8 ステンレス鋼
 (17) 0.45% C 鋼 (18) 0.95% C 鋼 (19) 0.65% C 鋼 (20) 0.80% C 鋼
 (21) Al 合金 (鋳造用) (22) 青銅 (23) 黄銅 (24) Ti 合金

Fig.5 各種金属材料の減衰能

大きな減衰能を生かす用途としては、チェーンソーや釘打ち機等のボディーがある。それらは工具振動の作業者への負担の軽減を目的とした用途である。また、自動車のエンジンからの騒音をマグネシウム製のエンジンカバーで吸収することも考えられる。

3.4.2 切削性

マグネシウムおよびマグネシウム合金は、他の金属と比べて軟質で、かつ比較的脆いため切削抵抗が小さく、したがって発熱も小さいため、工具寿命が長くなる。さらに、容易に鏡面加工ができ、最も速い速度で機械加工ができる。マグネシウムの所要切削動力は軟鋼の約 1/6、アルミニウムの約 1/2 と最も小さい。

しかし、切り屑の燃焼や飛散、逃げ面付着物の発生などの特異な現象も見られる。よってマグネシウムの切削に際しては、発火燃焼に対する安全対策と正しい切り屑処理を行う必要がある。

3.4.3 耐くぼみ性

マグネシウム合金は、物体が衝突したときに生じるくぼみがアルミニウムや軟鋼に比べて小さいという特徴がある。

3.4.4 電磁波遮断性

マグネシウム合金は良導体ゆえに優れた電磁波遮断性を示すので、ノートパソコン、携帯電話などの電子機器類の筐体として近年、急速に使用されるようになった。他金属において必要であった内面のNi, Cuめっきを必要としないため、工程の簡略化及び良好なリサイクル性を示す。

3.4.5 寸法安定性

マグネシウム合金は373Kまでは長時間保っても寸法安定性に優れ、変形はほとんど認められない。

3.4.6 溶接性

一般に、マグネシウムはMIGおよびTIG溶接で容易に溶接できるが、化学成分の相違によって溶接性の良否が分かれ、溶接の難しい合金もある。また、スポット溶接も正確な溶接条件を選択する必要があるが容易に可能である。さらに、電子ビーム溶接、レーザー溶接、摩擦溶接、爆発溶接など、ほとんどの溶接方法がマグネシウム合金には使用可能である。

3.4.7 リサイクル性

マグネシウムはアルミニウムと同様に、再溶解、精錬に必要なエネルギー(リサイクルエネルギー)は鉱石から新塊を得るのに必要なエネルギー(生産エネルギー)の数%で済み、資源的にはリサイクルして使用することが極めて有用である。また、マグネシウムは不純物として混入するFe, Niなどの除去が容易であり、リサイクル性に優れた金属材料といえる。

マグネシウム部品の成形では、製法や部品デザインにもよるが、鑄造ショット重量の25~50%がスクラップとなる。特に小物や薄肉製品ほどショットあたりの製品率が小さく、したがってリターン材(スクラップ)の発生量が増える。マグネシウム材料の有効利用のためには、リターン材の発生量を極力抑えることが重要であり、これはコスト低減にも重要である。またリサイクルに際してはメタル品質、リサイクルコスト、作業環境、安全などに十分配慮する必要がある。

3.5 マグネシウムの塑性変形と成形性

マグネシウムの塑性変形は、すべり面で転位がすべり運動することによってずれるすべり変形、双晶面を境に原子配列が対称になる双晶変形、さらに高温では転位の非保存運動によって生じる。

3.5.1 すべり変形

マグネシウムの最密面は底面(0001)で、最密方向は $\langle \bar{1}120 \rangle$ である。結晶のすべり変形は最密面の最密方向に起こることが多く、マグネシウムの場合も主すべり系は底面すべりである。Taylor と von Mises によれば、多結晶体がすべり変形によって連続を保ったまま任意の形状に変形するためには、独立な5つの変形のモードが活動しなければならない。マグネシウムの主すべり系である底面すべりでは2つのモードが独立で、マグネシウムが室温で延性に乏しいのは底面すべり以外のすべり系が活動しにくいことがその主な理由である。

底面すべりの臨界せん断応力は室温でも0.6~0.7Mpa程度と小さく、温度依存性が小さい。一方非底面すべりの臨界せん断応力は40Mpaを超え、また温度依存性が大きい。底面すべりの臨界せん断応力と非底面すべりの臨界せん断応力の差が大きい473K以下では変形初期の加工硬化率が大きい。高温で臨界せん断応力の差が小さくなると、非底面すべりの活動が容易になり、変形能も向上する。

3.5.2 双晶変形

双晶は六方晶において重要な変形モードのひとつであり、前節で述べたすべり変形とともに多結晶体の連続的な変形に寄与する。すべり変形では変形方向(すべり方向)がある方向に沿って、正負どちら向きにも可能で、また、すべり面の上下では結晶の原子配列が不変であるが、双晶変形では変形方向は双晶のモードによって定まる一方向で、Fig.6のように双晶面を境界として原子配列が対称になる。マグネシウムの場合、変形はc軸方向の引張か柱面法線方向への圧縮によって起こる。この双晶の臨界せん断応力は3MPa程度と考えられており、容易に活動し得る。c軸方向に圧縮した時に生じる双晶の臨界せん断応力は、室温においても100MPa以上で非底面すべりの臨界せん断応力よりも高い。なお、双晶の臨界せん断応力は変形温度に強く依存する。

双晶によるせん断ひずみは0.2とそれほど大きくはないが、方位変化は約 90° と大きいため、それぞれのすべり系に作用する分解せん断応力も変化する。したがって、双晶の形成はさらに容易なすべり変形を誘起することで、変形特性に複雑に影響を与える可能性がある。

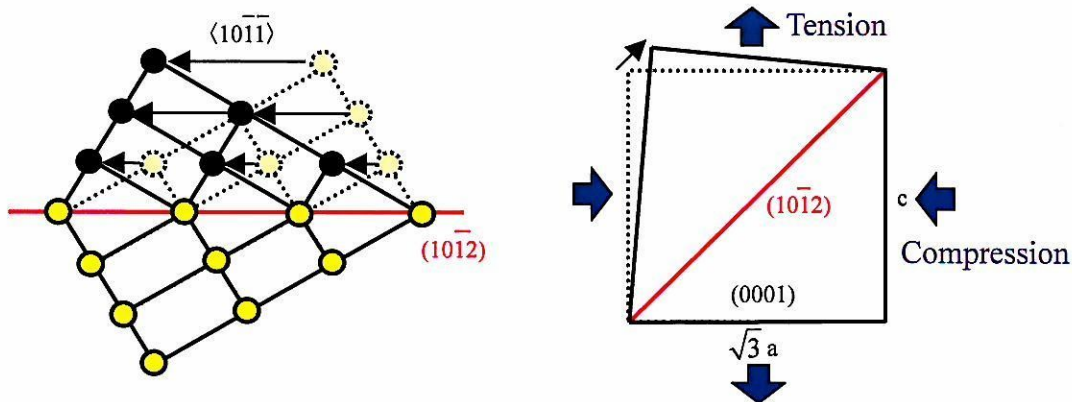


Fig.6 Twinning model of Magnesium

3.5.3 集合組織

展伸用マグネシウム合金の異方性については以下のような一般的特徴が報告されている。

- ・ 六方晶金属では種々の結晶方向で弾性定数は大きくは変化しないので、室温での展伸材の剛性に異方性は影響しない
- ・ 低温での押出しでは、底面及び $(10\bar{1}0)$ が押出し方向にほぼ平行になる傾向がある。より高温では優先方位は顕著でない
- ・ 圧延では、底面が圧延面に、 $(10\bar{1}0)$ が圧延方向にほぼ平行になる傾向がある
- ・ 実際には二重加工集合組織が普通であり、2つの底面の極が加工方向に並び、2つの極は $15\sim 40^\circ$ をなす。このように縦方向に底面の極が集積すると、板においては横方向の特性が向上する
- ・ 異方性は表面より内部への深さによって変化する
- ・ 圧延板および圧縮された試料に観察される圧縮帯(compression band)と呼ばれる一種の方向性は、多くの研究者により報告されている。この圧縮帯は二重双晶機構によって形成され、底面がバンドのほぼ平行であることが示唆されている。圧延の際に発生する微視的な割れはほとんど圧縮帯に沿って起こり、さらに圧縮帯に沿って伝播する。組織上は銅やアルミニウムにおけるせん断帯に類似している

3.5.4 マグネシウム合金展伸材の成形性

板成形の例を挙げると、曲げ成形、伸びフランジ成形、張出し成形、深絞り成形の四つの基本成形に区分される。JISで規格化されているエリクセン値は板の張出し性を、コニカルカップ値は複合成形性(張出し+絞り)を評価する値である。

最小曲げ半径は、AZ31-H24の場合、室温では板厚の7~8倍であるが、453Kまで加熱すると板厚の3倍程度になる。

軸対称の伸びフランジ成形である穴広げ成形では、AZ31-O($t=1.0\text{mm}$)の場合、373K程度まではほとんど成形が不可能であるが、473K以上になると同じ温度のアルミニウム合金板や室温での鋼板と同程度の成形が可能になる。

エリクセン値はAZ31, M1共に室温では3mm程度に過ぎないが、温度の上昇と共に飛躍的に高くなる。AZ31-Oの結果によれば、473K以上ではアルミニウム合金板とほぼ同じ値になっている。

コニカルカップ値についても温度の上昇によって改善され、エリクセン値と同様に473K以上ではアルミニウム合金板とほぼ同じ値になる。

上記のいずれの値においても非底面すべりが活動しやすくなる473K以上において、成形性の向上が見られる。室温における成形性に関する報告として、リチウムを6~12%添加したマグネシウム合金(hcpの α 相とbccの β 相からなる二相合金)では、穴広がり率80%、エリクセン値9.0mm、LDR 2.2が得られている。

3.6 マグネシウムの成形方法

3.6.1 鋳造

すべり系が少なく加工性が悪いマグネシウムの成形は、ダイキャスト、チクソモールドイングといった鋳造によるものが主となっている。マグネシウムは融点が低く、かつ溶解潜熱が小さいため、速く固まり、鋳造におけるショットサイクルを速めることができる。さらに、金型への熱衝撃も小さく、鉄を侵食しない利点があるため、金型寿命が長くなる。

鋳造欠陥には湯回り不良、湯じわ、湯境、割れ、ひけ、巣などの欠陥があり、特にマグネシウムにおいては溶湯、金型温度管理が重要となる。

3.6.2 圧延

マグネシウム合金は常温塑性加工性が悪く、10～15%程度の圧延しか行うことができない。これ以上の圧下率で圧延すると、板の端から全体に割れが生じることになる。このため、マグネシウム合金の圧延は他金属とは異なり、厚板から薄板まで温間あるいは熱間圧延で行わなくてはならない。また、最終圧延として一部冷間圧延を加え、機械的性質を向上させることがある。

最近、一般的な長手方向の圧延の他に、長手に対して直角方向に圧延するクロス圧延技術のマグネシウム合金への適用が検討され、マグネシウムのような異方性の顕著な材料への新しい圧延方法として注目されている。

3.6.3 押出し

押出し加工法は、ピレットと呼ばれる素材に圧力を加え、一定の断面を持つ型材を連続的に製造する方法である。現在、製作されている型材は、Table 5に示すような丸棒などの単純型材から、ヒートシンクのような複雑形状まで多岐にわたっている。

マグネシウム合金の融点、熱伝導、熱膨張、そして熱間変形抵抗はアルミニウム合金と大きな違いはないことから、設備をはじめ、ダイス設計、押出し条件などはアルミニウム合金をもとに考えられている。

多くのマグネシウム合金は 523～723K の温度範囲で押出しするが、温度によって、割れ、ムシレを生じやすく、低温、低速での押出しが要求される。低温もしくは低速押出し条件ほどマグネシウム合金型材の組織は微細となり、強度は高くなると言われている。

Table 5 Extruded products of Magnesium alloys

特徴	分野	製品例
軽量・高強度	家電	壁掛け TV 枠, ノートパソコン, 携帯電話筐体
	輸送機器	自転車, 人工衛星フレーム, バイクフレーム, 自動車構造材
	産業機械	ローラーコンベヤ, FA フレーム, 台車, 機械工具
軽量	生活機器	机, 椅子, 車椅子, はしご
	レジャー	スーツケース, テニスラケットフレーム, キャンプ用品
	土木資材	足場板, 作業台, 一輪車フレーム, 柵, パレット

3.6.4 鍛造

マグネシウム合金は最密六方晶金属のため、鍛造加工の際に異方性を生じやすく、その機械的性質はメタルフローの影響を受けやすい。従って、鍛造に際しては鍛造温度、鍛造速度、加工量のコントロールを鉄鋼、銅合金やアルミニウム合金と比べてより精密にしなければならない。また、マグネシウムのひずみ速度感受性指数 m 値はアルミニウムに比べて約 2 倍で、ハンマー等による高速度鍛造が困難である。

鍛造によって作られる製品は切削、鋳造によっても作ることができる。しかし、鍛造には鍛錬効果や鍛流線によって他の加工法と比べ、強靱化が望め、軽量化できるという利点がある。さらに冷間、温間で行う精密鍛造に関しては、加工後の切削が不必要なネットシェイプも可能となり、歩留まり、生産性の向上にもつながる。鍛造成形にはこれらの利点があるにもかかわらず、マグネシウムの成形性の悪さから、ダイキャストやチクソモールディングといった鋳造による成形に頼っているのが現状である。

第4章

亜鉛の性質

4. 亜鉛の性質

本研究では、マグネシウム合金の特性を調べるために比較材として亜鉛を用いた。そこで、本章では亜鉛について性質、特徴を簡単に説明する。

4.1 亜鉛の物理的性質

4.1.1 亜鉛の物理的性質

亜鉛の主要な物理的性質を Table 6 に示す。

Table 6 Physical properties of Zinc

原子番号		30
原子量		65.38
結晶構造, 格子定数	Å	a 2.6669 c 4.9470
密度 (20°C)	g/cm ³	7.133
線膨張係数 (20°C付近)	cm/cm/°C	39.7 × 10 ⁻⁶
融点	°C	419.5050
沸点	°C	906
比熱 (20°C)	cal/°C/g	0.0915
融解熱	cal/g	24.09
熱伝導度 (20°C付近)	cal/cm ² /cm/°C/sec	0.27
電気比抵抗 (20°C)	μΩ cm	5.916
縦弾性係数	kg/mm ²	9,400

4.1.2 結晶構造

亜鉛の結晶構造は稠密六方格子である。各金属の軸比との関係および各金属のすべり面、双晶面などを Table 7 に示す。Table 7 よりわかるように Zn は理想的な稠密六方格子より室温では C 軸方向に伸びており、すべり面、双晶面も単純である。

Table 7 各金属の比較

金属	c/a	理想的な稠密六方格子よりの偏差 (%)	低温		高温		双晶面
			すべり面	すべり方向	すべり面	すべり方向	
Cd	1.886	+15.5	{0001}	⟨2110⟩			{1012}
Zn	1.856	+13.6	{0001}	⟨2110⟩			{1012}
理想的な稠密六方	1.633	0					
Mg	1.624	-0.55	{0001}	⟨2110⟩	{0001} {1011} {1012}	⟨2110⟩ (2110)	{1012}
Ti	1.587	-2.81	{1010} {1011}	⟨2110⟩			{1012} {1121} {1122}

4.2 亜鉛の機械的性質

4.2.1 引張試験による諸性質

純亜鉛は常温付近で再結晶し、クリープを示す。また温度を一定にして試験する必要がある。また、引張試験の引張速度によっても見掛け上の引張強さ、伸びが異なる。

4.2.2 圧縮強さ

圧縮試験の場合も引張試験の場合と同様な注意を必要とする。また、高純度亜鉛では柱状晶のどの方向に加わるかにより圧縮強さが異なる。高純度亜鉛で平型鑄塊より Fig.7 のように柱状晶の成長方向に平行、垂直、 45° の試料を採取し、これに静圧縮を加えた場合の 21°C の結果を Fig.8 に示す。Fig.8 で T は柱状晶の成長方向に平行、Y は垂直、S は 45° である。A は直径 20mm の金型に鑄造し、同様に直径 10mm、高さ 16mm の試験片としたもので、この場合の柱状晶の成長は金型の壁に垂直になるため上から見れば Fig.9 のようになる。また 100°C 、 200°C の結果を Fig.10, 11 に示す。圧縮後の試験片の断面形状は符号 T がだいたい円形で、その他は一方向に伸びた楕円形に近づく。

この圧縮応力-ひずみ曲線と変形状態、亜鉛の鑄造集合組織が六方軸冷却面に平行になるように環状集合組織を示すことにより、次のように考えられる。符号 T の柱状晶の成長方向に圧縮応力の加わる場合は、ちょうど亜鉛の $\{0001\}$ に平行に圧縮応力が加わることになり、まずキンク (kink) を生ずる。これにともない応力集中が大になれば、せん断による双晶の発生をともなう。この双晶の発生までの過程は $\{0001\}$ が圧縮軸となす傾きの小なることより見掛け上の圧縮応力は大となる。しかし双晶の発生にともない $\{0001\}$ はすべり変形が容易な位置にくるため、圧縮応力の低下をもたらす。以下はすべり、双晶を繰返しつつ変形が進む。そのため、圧縮応力-有効ひずみ曲線に極大点が示される。

4.2.3 硬さ

硬さ試験についても引張試験と同様の注意を必要とし、また、ブリネル、ビッカースなど試験方法の選択、またその記録などを比較するためには各方面の条件をそろえるよう注意する必要がある。ブリネル硬さに及ぼす負荷時間の影響を Fig.12 に、また 10%Al, 2%Cu, 0.03%Mg の亜鉛合金についてのブリネル硬さの例を Fig.13 に示す。

4.3 亜鉛の特徴

亜鉛は周期表では第Ⅱ族bに属し、融点は一般の構造材料として用いられる鉄、アルミニウム、銅およびその合金に比べて低い。また結晶構造が立方格子ではなく稠密六方格子である。この融点が低いことが鑄造には適しており、ダイカスト用合金として用いられる一方、高温での強度メンバーとして用いる場合には不適當となる。

一方亜鉛は鉄に対する犠牲防食作用が強いことより、鉄鋼の防食には欠くことのできない金属である。すなわち亜鉛鉄板、亜鉛めっき鋼管、亜鉛めっき鋼線、構造物、鑄物、接手類の亜鉛めっきなど鉄鋼表面への熔融亜鉛めっき、電気めっきなどの被覆のほか、亜鉛溶射、さらにはシェラダイジングのごとき拡散被覆法で亜鉛皮膜をつけている。これは亜鉛皮膜に傷がついても、亜鉛の犠牲で鉄がさびるのを防ぐことができるためである。これが塗装その他の皮膜ではこの作用を期待できない。この他ジンクリッチペイント、ダクロメタルなどの亜鉛末を用いた塗料を用いるとか、抵抗の小さい海水中とか淡水中、土中などでは亜鉛を用いた流電陽極方式による電気防食法で鉄鋼の腐食を防ぐのに役立っている。

また亜鉛は他の金属に添加し合金としての特徴を発揮するために欠くことのできない元素である。すなわち黄銅、溶接構造用アルミニウム合金、各種マグネシウム合金などがそれである。また酸化亜鉛、硫化亜鉛などはその半導体特性によって日常生活に欠くことができない。亜鉛の適当量は人間の生命維持にも必要とされる。

第5章

鍛造加工の基礎特性

5.鍛造加工の基本特性とマグネシウム合金における実用例

5.1 鍛造の定義および分類

鍛造とは、材料の一部または全体を工具によって押しつぶすことによって比較的短い素材，ならびに各種製品を作る塑性加工法の総称である。鍛造は塑性加工の元祖であり，その歴史は古い。紀元前4000年の少し先から，エジプトやメソポタミアにおいて自然産の金，銀，銅が人類に利用され始めたとき，石塊を手工具として貴族の装飾品，礼拝対象物，武器，武具を自由鍛造することが始まった。今日の鍛造は，大型品を鑄塊から鍛錬し成形する一，二次加工を兼ねた伝統的鍛造とともに，圧延や押し出しによって鍛錬された長尺の素材を切断して部品，製品に成形する純然たる二次加工としての鍛造とから成っている。

鍛造は金属素材の加熱温度により，熱間・温間および冷間鍛造に分けられる。また，鍛造の伝統的な分類方法として自由鍛造と型鍛造がある。

自由鍛造は表面が平面か，あるいは単純な曲面をした汎用工具を用い，素材表面の大部分を自由にしたまま直接圧縮を与える鍛造のことである。一般に，材料または工具を移動・回転させて，間接的に順々に加工する。自由鍛造には代表的な例として，広げ，伸ばし，幅広げ，穴広げ，押し込み，せぎり，ラジアルフォーミングなどがある。(Fig.14)

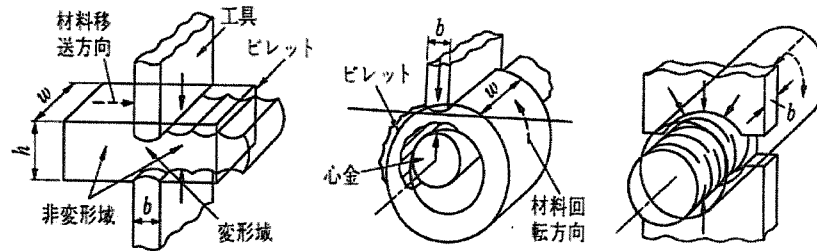


Fig.14 Open die forging

これに対して型鍛造は成形すべき鍛造品の表面形状に合わせた型をもつ金型によって，材料の表面の大部分を同時に加圧あるいは拘束して成形する鍛造である。型鍛造には，型内で材料を拘束して行なう据込みや，伸ばし，2段打ちヘッディング，型を用いる揺動鍛造，据込み-押し出しなどがある。

(Fig.15)

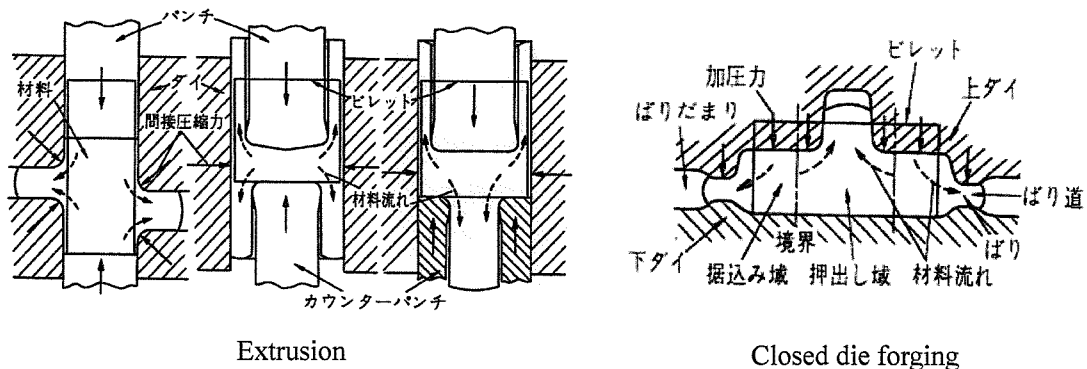


Fig.15 Various forgings with die set

5.2 特徴

薄板を素材として湾曲を主とする板成形と異なり、鍛造は厚さ、あるいは太さの比較的大きい素材を圧縮成形するので、鍛造品の肉が厚い、強度および剛性の高い品物が大部分である。鍛造の長所と短所を **Table 8** に示す。

Table 8 Features of forging process

長所	短所
大きな変形を与えることが可能	工具に負担が大きい
材料の強靱化, 異材料の圧接	作業が危険を伴い, 騒音・振動が大きい
寸法精度が良好	自由鍛造は熟練が必要
生産性が非常に高い	型鍛造は, 型と機械のコストが高い
多品種少量生産に適する	段取替えが長時間

5.3 マグネシウム合金における鍛造の現状

マグネシウム合金の鍛造加工においては大阪大学大学院小坂田らより ZK60 合金において温間後方押し出し加工を行い、

- ・試験温度 523~673K 程度で温間後方加工が可能であり、工具コーティングなどにより無潤滑で加工できる可能性が十分にある
- ・熱特性を用いた加熱法(工具により素材へ熱を伝達)および極微量の液体潤滑油の使用により温間鍛造が可能である

などの知見が得られている¹⁾。

5.4 鍛造の用途

おもに鍛造して利用されている製品には、自由鍛造で最も大型なものでは原子力発電用タービンのローターシャフトで、重量約 500tf のものがある。このほか、オイルタンカーのかじ、原子炉用圧力容器など数百 tf 級のものが作られている。熱間型鍛造ではディーゼルエンジン用クランクや自動車などの車両部品にも利用されている。最近ではマグネシウム合金を用いて自動車のシートフレームやホイールなども作られている。おもな鍛造品を **Fig.16** に示す。



Fig.16 Products of forging

第 6 章

実験装置

6.実験装置

6.1 多ラム鍛造試験機

Table 9 Equipment of the multi-al forging testing machine

	Horizontal actuator (4sets)	Vertical actuator (1sets)
Maximum load kN	500	2500
Displacement mm	±125	150
Control mode	Load, Stroke, Strain	
Control ripple	Sine wave, Triangle wave, Square wave	
Main body dimension mm	5220(W)×5220(D)×3828(H)	
Main body weight kg	About 18000	

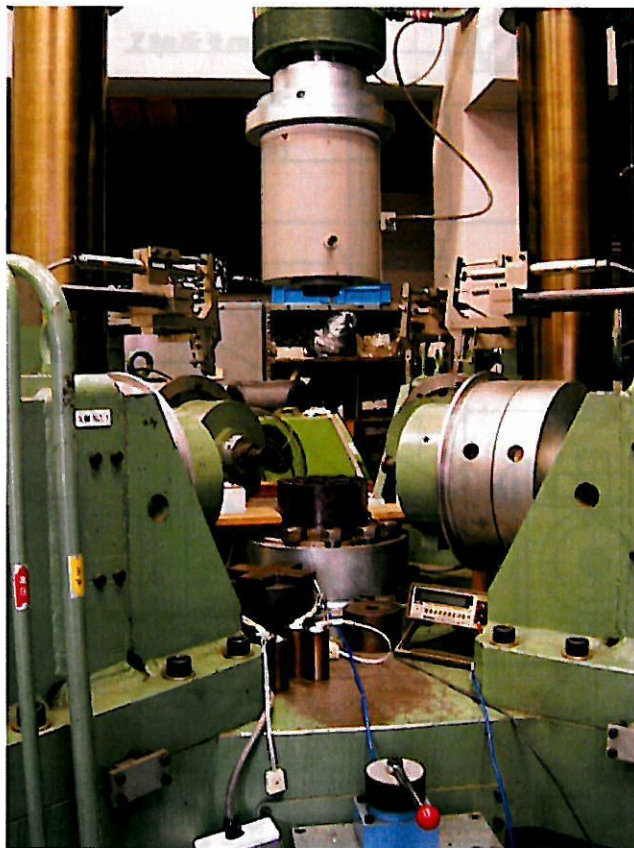
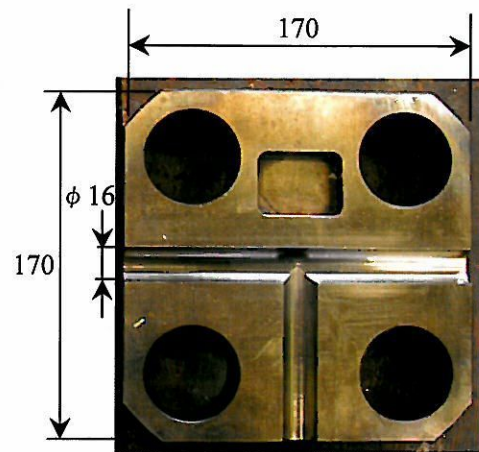
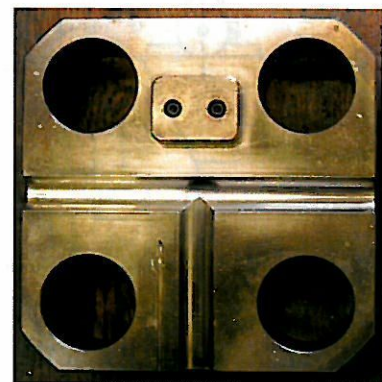


Fig.17 The multi-al forging testing machine



Upper die



Lower die

Unit: mm

Fig.18 T-shape die set

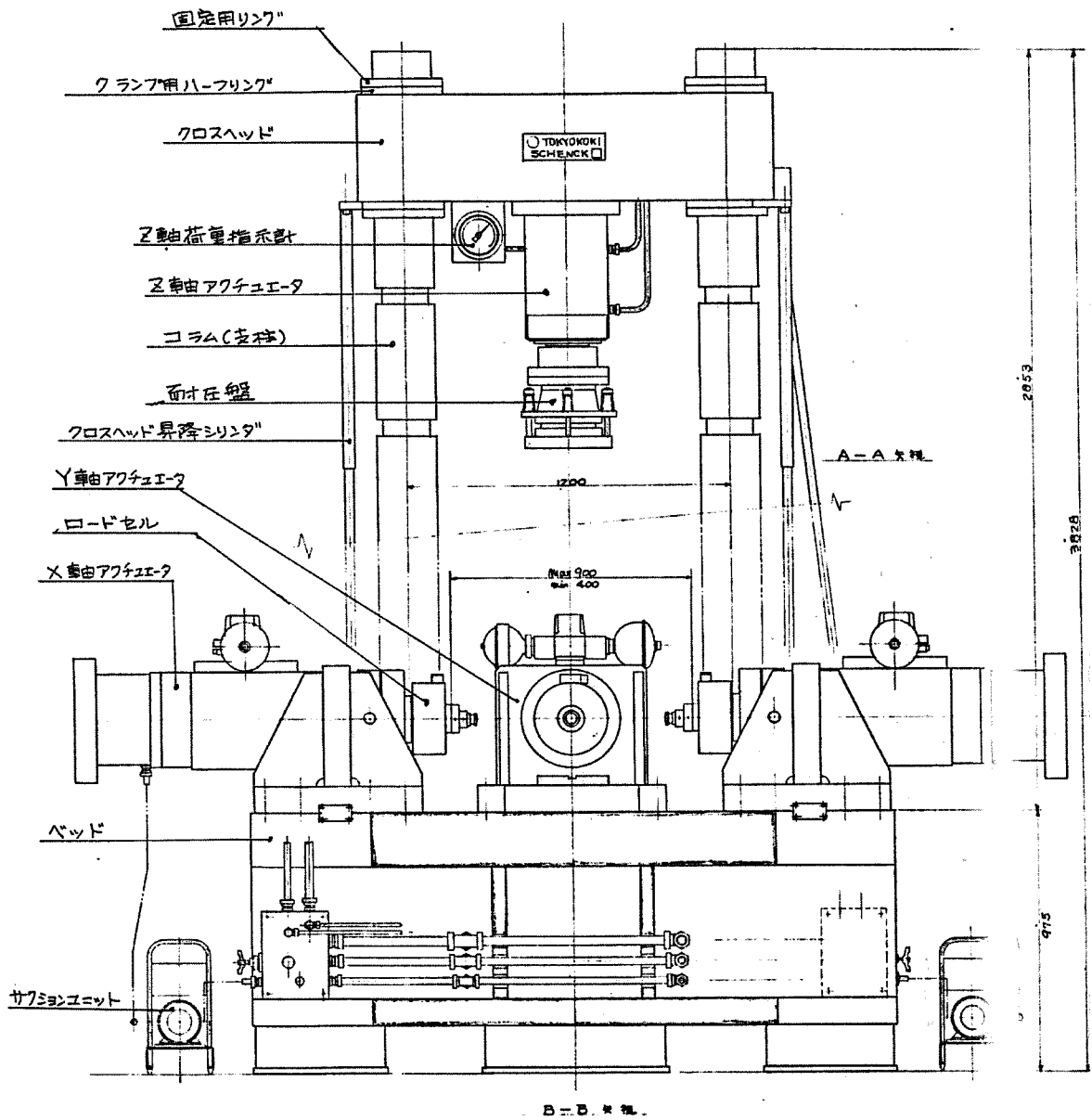


Fig.19 Front view of forging machine

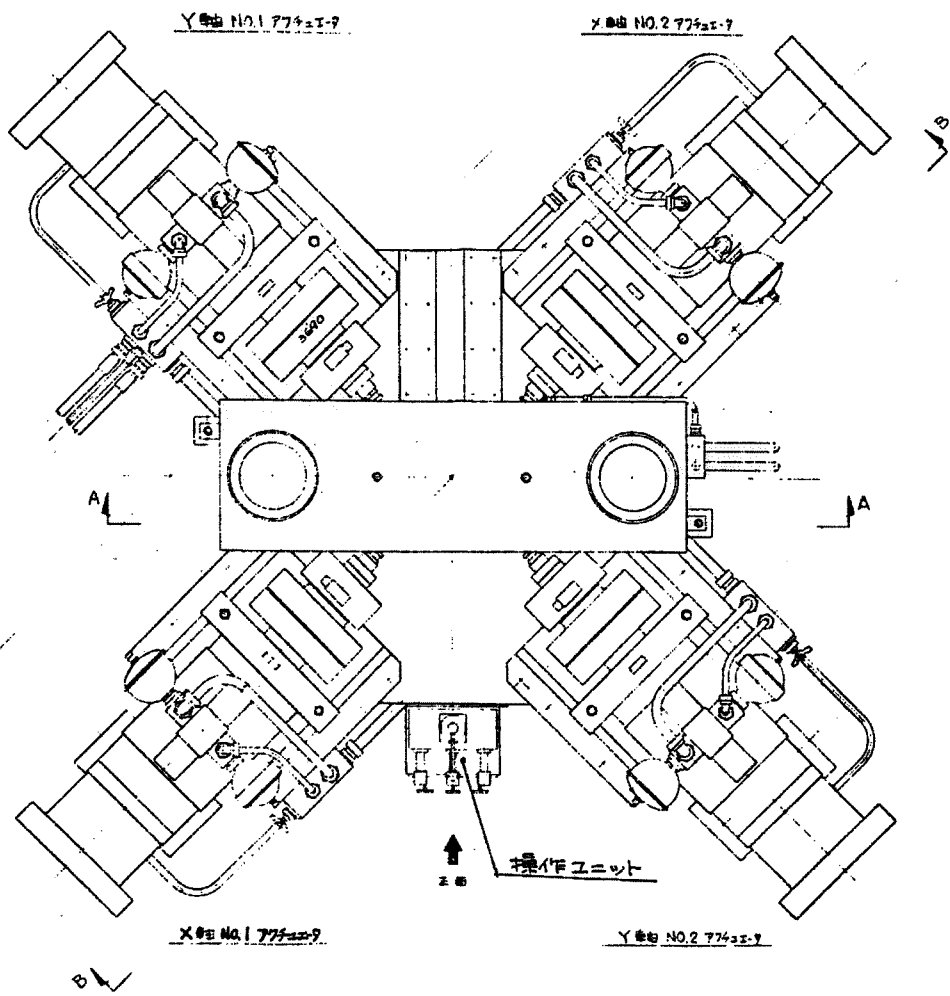


Fig.20 Top view of forging machine

6.2 電気炉付きオートグラフ

Table 10 Equipment of compression test machine

Manufacturer	SHIMADZU
Type	AG-25TG
Serial number	86954
Load cell	SFL-10AG
Serial number	67090
Full scale load t	10
Electric furnace K	heating range R.T.~573



Fig.21 Autograph with electric furnace



Fig.22 Sub-press

6.3 デジタル温度計

Table 11 Equipment of digital thermometer

Manufacturer	NATIONAL
Measurement range K	223~923



Fig.23 Digital thermometer

6.4 旋盤

Table 12 Equipment of lathe turning machine

Manufacturer	WASINO
Type	LR-55A
Serial number	16418

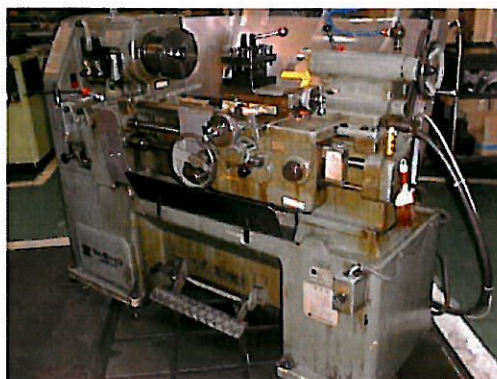


Fig.24 Lathe turning machine

6.5 自動研磨機

Table 13 Equipment of automatic grinding machine

Manufacturer	Marumoto Struers
Type	Abramin

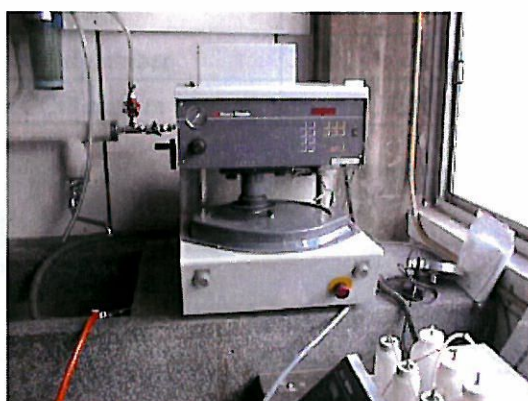


Fig.25 Grinding machine

6.6 卓上マッフル炉

Table 14 Equipment of electric furnace

Manufacturer	DENKEN
Type	KDF S90
Serial number	380317
Power supply-voltage	AC200V single-phase
Working temperature range K	373~1423
Thermal control range K	273.5
Thermal control system	PID control



Fig.26 Electric furnace

6.7 光学顕微鏡

Table 15 Equipment of optical microscope

Manufacturer	Olympus
Type	BX60M
Serial number	6c06469
CCD camera	FUJIFILM HC-300

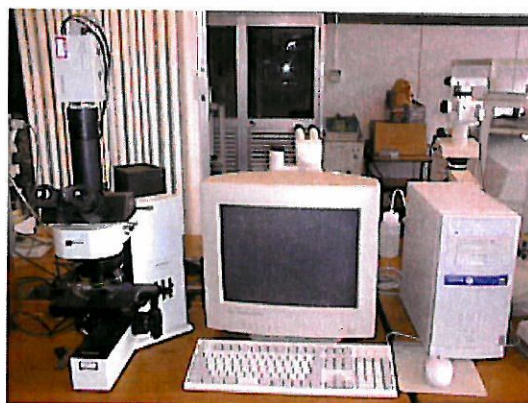


Fig.27 Optical microscope

6.8 ドラフター



Fig.28 Drafter

第7章

実験方法

7. 実験方法

本研究では試料として AZ61 押出し材および鋳造材($\phi 16 \times 60$)に 523K, 1h の熱処理を施したものをを用いた(Fig.29). 縦断面組織写真を Fig.30 に, 試料の成分を Table 16 に示す.

本実験は AZ61 押出し材および鋳造材を用いて温間端面拘束圧縮試験を行い, 鍛造に関する据込み性を究明し, 押出し材を用いてリング圧縮試験により鍛造に最適な潤滑剤を選定する. これらの諸データを生かして AZ61 マグネシウム合金における温間精密鍛造条件を究明する. 最後に作製した鍛造品の性質分析を行い, 鋳造材と押出し材による鍛造の比較をする. また, 本実験には直接関わりはないが, マグネシウム合金と比較するためにサブ実験として純亜鉛を用いて端面拘束圧縮試験を行った. この実験の流れを Fig.31 に示す.



Fig.29 AZ61 extruded billet

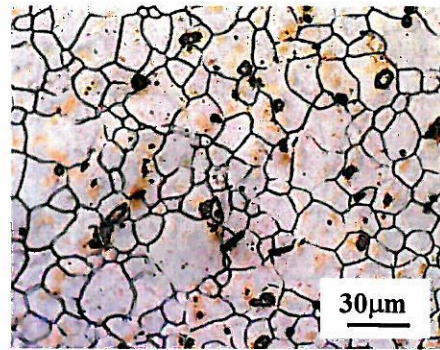


Fig.30 Microstructure of initial billet (cross section)

Table 16 Chemical compositions of Magnesium alloy used

Component	Mg	Al	Zn	Mn	Fe	Ni	Si	Cu
Mass %	92.4	6.40	0.81	0.35	0.001	0.0012	0.015	0.003

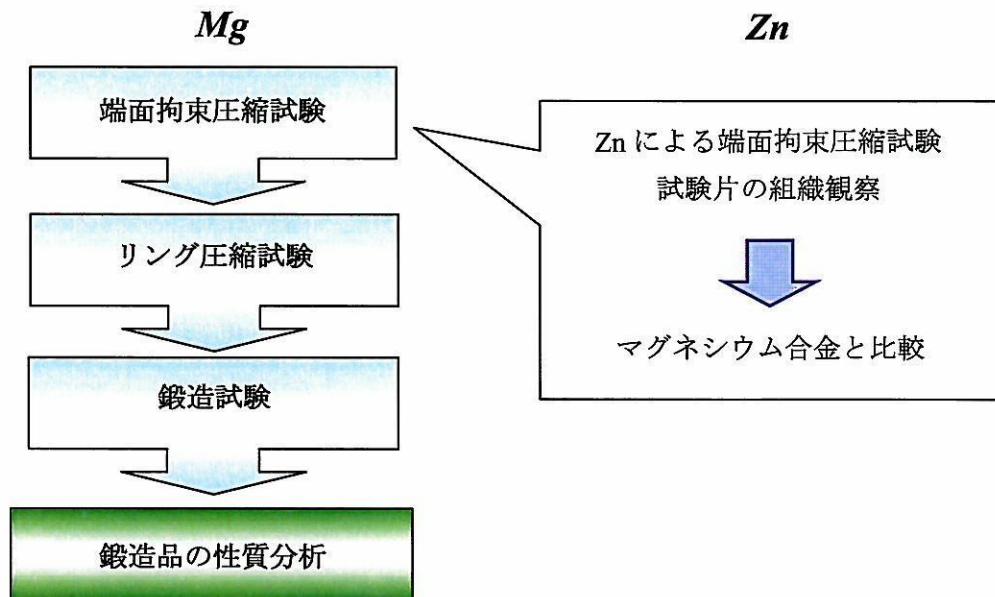


Fig.31 The flow of experiment

7.1 端面拘束圧縮試験

AZ61 押出し棒材($\phi 16$)の軸方向温間据込み性を端面拘束圧縮試験で評価した。端面拘束試験は Fig.32 のような溝付き工具を用い、試料の両端面を拘束することで端面のすべりを防ぎ、かつ摩擦係数を考慮せずに圧縮を行うことができる。試験装置はリング圧縮試験と同様な 250kN 容量のオートグラフとサブプレスを用い、試験温度に変化を与えて高温における AZ61 押出し棒材の変形挙動を究明した。試験条件を Table 17 に示す。試験は試料をセットし、設定温度になってから 30 分間保持後開始した。ただし、本圧縮試験で潤滑剤は用いていない。

また、圧縮時に現れる不安定形状において、速度、圧縮率、材料組織などを変化させ、そのメカニズムを究明した。詳細は後に述べるが、マグネシウム合金との比較実験のため、純亜鉛を用いて同様に試験を行った。

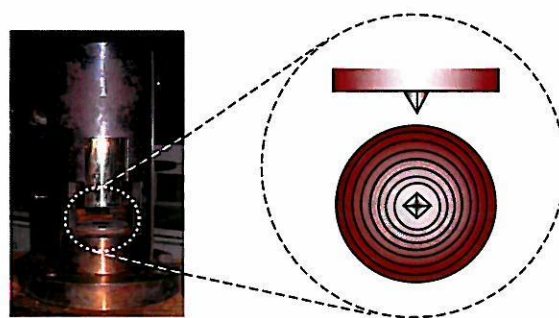


Fig.32 Grooved tools on upsetting test

Table 17 Experimental condition of upsetting test with grooved tools

Initial dimension of billet	mm	$\phi 16 \times h24$
Compression temperature	K	R.T.~583
Compression speed	min/min	1~250
Reduction in height	$\Delta h/h_0$ %	10~80

7.2 リング圧縮試験

AZ61 押出し棒材からリング状の試料($\phi 15 \times \phi 7.5 \times h5$)を採取し、リング圧縮試験により各種潤滑剤の評価を行った。

試験装置としては 250kN 容量の電気炉付きオートグラフとサブプレスを用いた。サブプレスを用いてリング状の試料を炉内にセットし、設定温度になってから 30 分保持後試験を開始した。リング圧縮試験は Fig.33 のように試料端面の摩擦と内径変化率の関係を利用した試験であり、潤滑剤を試料の両端面に塗り、圧縮の範囲においてリング圧縮試験で得られた内径変化率を内径変化率-圧縮率のノモグラフ⁴⁾上にプロットすることによって温間圧縮における摩擦係数を求め、潤滑剤を評価するものである。試験条件を Table 18 に示す。潤滑剤は昨年度の実験により、二硫化モリブデン(MoS₂)、グラファイト、BN、試作油の温間鍛造用潤滑剤 2 種類、合わせて 5 種類を評価した。本年度は、試作油 X-1956 の改良版である試作油 X-2110 を評価した。それぞれの潤滑材の特徴を Table 19 に示す。

本試験において信憑性のあるデータを得るためには試料の両端面に潤滑油を塗る際、綿棒などを用いて均等に塗らなければならない。

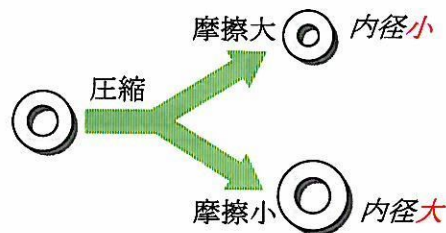


Fig.33 The ring upsetting method

Table 18 Experimental condition of the ring upsetting method

Initial dimension of billet	mm	$\phi 15 \times \phi 7.5 \times h5$
Compression temperature	K	523
Compression speed	min/min	1
Reduction in height	$\Delta h/h_0$ %	25~50
Surface roughness	Ra μm	1.6

Table 19 Features of lubricant used

二硫化モリブデン(MoS ₂)	固体潤滑剤, 黒色
ボロンナイトライド(BN)	噴射剤, 白色
グラファイト	噴射剤, 灰色
試作油 X-1956 試作油 X-2110	固体潤滑剤を分散した白色の液状潤滑剤 マグネシウム合金板材成形用試作油
(X-1956 の改良版) 試作油 U.F	淡黄色半透明液状, 炭素鋼熱間鍛造用試作油

7.3 鍛造試験

リング圧縮試験および端面拘束圧縮試験より得られた知見をもとに、T型鍛造品を作製し、鍛造品の性質を分析した。試験機は多ラム鍛造試験機を用いて、温度、背圧などの負荷条件を変化させて鍛造を行った。潤滑剤においてはリング圧縮試験より良い潤滑効果を示したものを2種類選び、金型や試料、ポンチの全面に均等に潤滑し、実際のT型鍛造に適用してその効果の確認を行った。試験条件をTable 20に示す。

試料の加熱は試料を金型にセットしてから上下金型の側面についているスペースヒーターで行った。試料の温度は熱電対温度計を金型に挿し込んで測定した。

Table 20 Experimental condition of warm forging

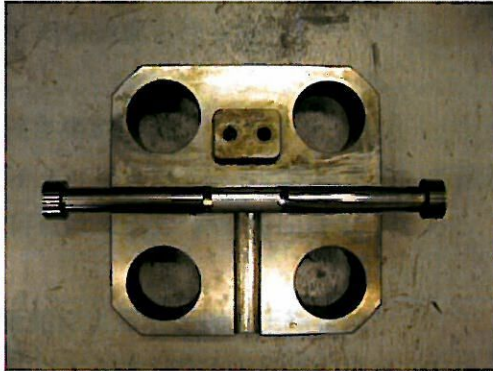
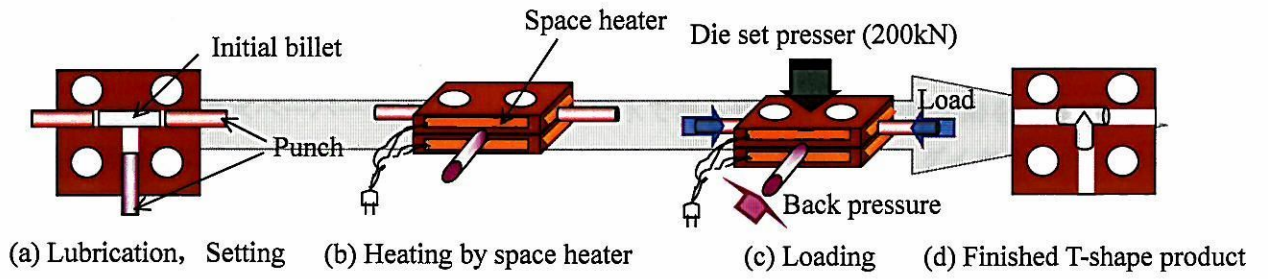
Initial dimension of billet	mm	$\phi 15 \times h60$
Compression temperature	K	293~483
Compression speed	min/min	14~213
Reduction in height	$\Delta h/h_0$ %	30
Back pressure	kN	0~100
Lubrication※		
Die		T-shape

※Use lubricant selected by ring upsetting method

本試験で用いる方法は閉塞鍛造方式で、通常の型をさらに型とポンチとに分割してまず型を合わせ、型空間を作り、ここに試料を閉じ込め、ポンチで材料を排除して型空間を埋めつくして成形する方法である。閉塞鍛造は塑性加工的に次のような特徴を有する。

- ・複数個のパンチを使用して、加工荷重を分割して付与できる。
- ・変形域内の圧力分布をより均一化できる。
- ・局部変形は、その場所に近いパンチを用いて加工すれば余分の仕事を省ける。
- ・加工圧力並びに材料流動の制御が行い易い。

このような特徴から閉塞鍛造を行うには多ラム鍛造試験機が必要とされる。本鍛造試験の流れをFig.34に示す。



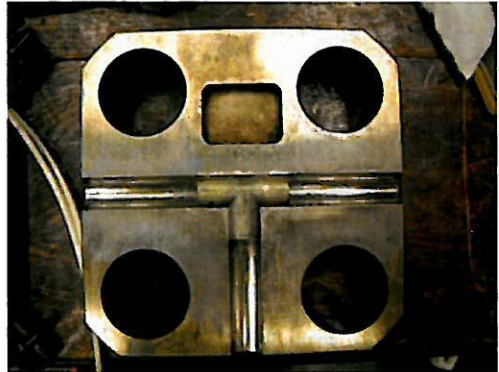
(a)



(b)



(c)



(d)

Fig.34 Flow of warm forging

7.4 組織観察

研磨する断面が円形もしくはそれに近い形状の場合は、そのまま固定台に固定する。断面形状がそれ以外の場合は、研磨面を出した状態で樹脂詰めを行った後に固定台に固定する。

まず320番の耐水ペーパーをエタノールまたは水で湿らせた後で90秒間研磨を行い、面を出した。その後研磨盤に交換し、エタノールまたは水で湿らせながら30秒おきにダイヤモンドスプレーをかけて120秒間研磨した(15→3→1 μ mの順)。

研磨が終了した後に、エッチングを行った。エッチング液は、ピクリン酸 2.1g, エタノール 32.9ml, 水 5ml, 酢酸 5ml の混合溶液を用い、13秒程度表面を浸漬した後に薬品を水で洗い流し、光学顕微鏡にて組織観察を行った。

7.5 硬さ測定

マイクロビッカス硬さ試験機を用いて鍛造品の縦断面において縦横2mmピッチで硬さを測定した。試験荷重は300gf, 保持時間は10sである。

7.6 亜鉛による端面拘束圧縮試験

亜鉛はマグネシウムと同様に稠密六方格子である。そこで、比較実験としてマグネシウム合金と同様に純亜鉛押し出し材による端面拘束圧縮試験を行った。その後、圧縮試験片の縦断面を光学顕微鏡によって組織観察した。組織観察に至るまでの過程および方法を以下に示す。

7.6.1 純亜鉛の準備

純亜鉛押し出し材(ϕ 16)を入手することは困難であり、鑄造材(Fig.35)から押し出し材を作製することとした。鑄造材は産業技術総合研究所の松崎氏に協力を得て、純亜鉛を鉄製坩堝で高周波溶解し凝固させ作製した。その後、三協アルミニウム工業(株)の村井氏に依頼し、 ϕ 16の押し出し材を作製した。なお、押し出し材を作製する前に切削にて鑄造材の表面を滑らかにしておく必要がある。特に、上部には鑄造材特有のシュリンケージパイプがある可能性が高いので、数mm程度切削して確認しなければならない。本供試材では2cmほどのシュリンケージパイプが存在したため、それを除去して ϕ 16 \times h143の押し出し材を作製した。

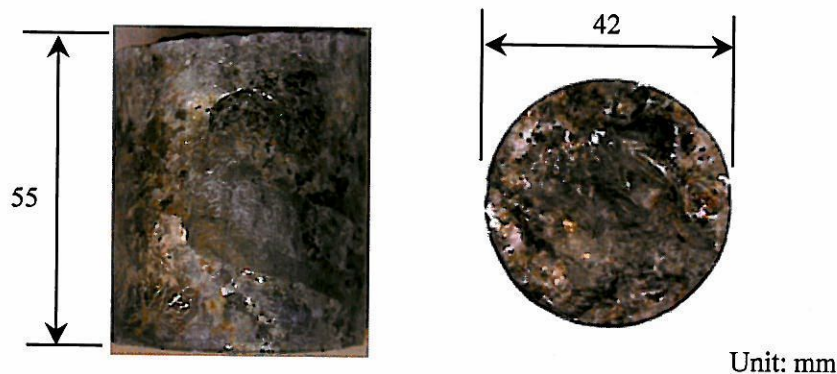


Fig.35 Zn casting billet

7.6.2 端面拘束圧縮試験

最初に、純亜鉛の押出し材を用いて $\phi 14 \times h21$ （アスペクト比 1:1.5）の試験片を作製した。作製には旋盤を用いて切削するのだが、切削には十分に油を用いてマグネシウム合金を切削する時よりもゆっくり行う。なお、切削回転速度は 460rpm で行った。

純亜鉛による端面拘束圧縮試験方法は 7.1 と同様である。試験速度は 1mm/min, 圧縮率は 30% とし、試験温度は常温（292K）、323K、373K、423K の 4 種類とした。

7.6.3 組織観察

マグネシウム合金は研磨する前にホットプレスを用いて樹脂詰めできたが、亜鉛の再結晶温度は 373K 付近と非常に低く、ホットプレスを用いると再結晶温度を超えてしまう。そこで、エポキシ樹脂によって樹脂詰めする。元の溶剤と硬化剤を混合した後、半日以上置いておく。水を張ったケースにつけておくと温度上昇も防げ、より確実に樹脂詰めが可能となる(Fig.36)。

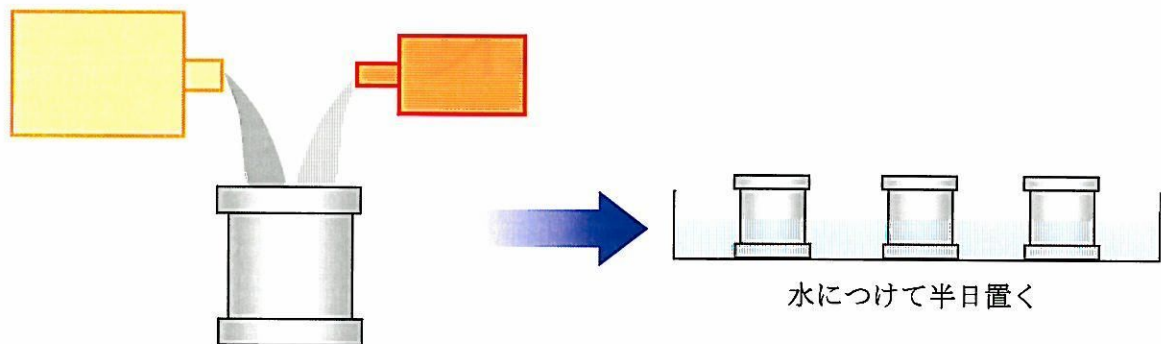


Fig.36 樹脂詰め

樹脂詰めが完了したら研磨を行った。研磨には耐水ペーパーとバフ研磨機を用いて手作業で行った。180番→320番→600番→1000番→1200番→1500番→2000番→3000番の順で研磨し、バフ研磨機で $9\mu\text{m} \rightarrow 3\mu\text{m} \rightarrow 1\mu\text{m}$ の順で仕上げた。研磨を行った後にエッチングを行い、エッチングには無水クロム酸 125g, 硫酸 20g, 硝酸 1.5g, 酢酸 20g に純水を加えて 500ml の腐食液を作製したものを用いた。これらの溶媒は大変危険であり、十分に注意をしながら混ぜる必要がある。ドラフターを使用し、十分に換気できる環境で行い、純水少量→無水クロム酸→硫酸→硝酸→酢酸→残りの純水という順で混合する。十分に混合した腐食液は恒温機を用いて 293~303K になるようにする。できあがった腐食液に樹脂詰めした試験片を 2 分間浸し、光学顕微鏡を用いて組織観察を行った。

第 8 章

実験結果および考察

8.実験結果および考察

8.1 温間端面拘束試験について

8.1.1 各圧縮率における双晶の観察

523K にて端面拘束をして圧縮率 5, 15, 45%でそれぞれ圧縮試験を行った試験片の縦断面を組織観察した。圧縮率 5, 15%の観察結果を Fig.35 に、圧縮率 45%の観察結果を Fig.36 に示す。その結果、圧縮率 5%では上部（工具を動かした側）に双晶が多く発生し、下部（固定した側）ではあまり発生していなかった。圧縮率 15%にもなると上部・下部関係なく双晶が多く発生しているのがわかる。圧縮率を 45%にすると上部・下部に双晶は認められるものの、一番変形している部分では双晶が見られない。これは双晶が消えてしまっているわけではなく、全体に広がっているのだと考えられる。

なお、5%圧縮したときに上部に多く双晶が見られることからマッシュルーム変形は上部（工具を動かした側）から双晶をきっかけに結晶回転を優先的に生じ、それにより起こっていると考えられることができる。

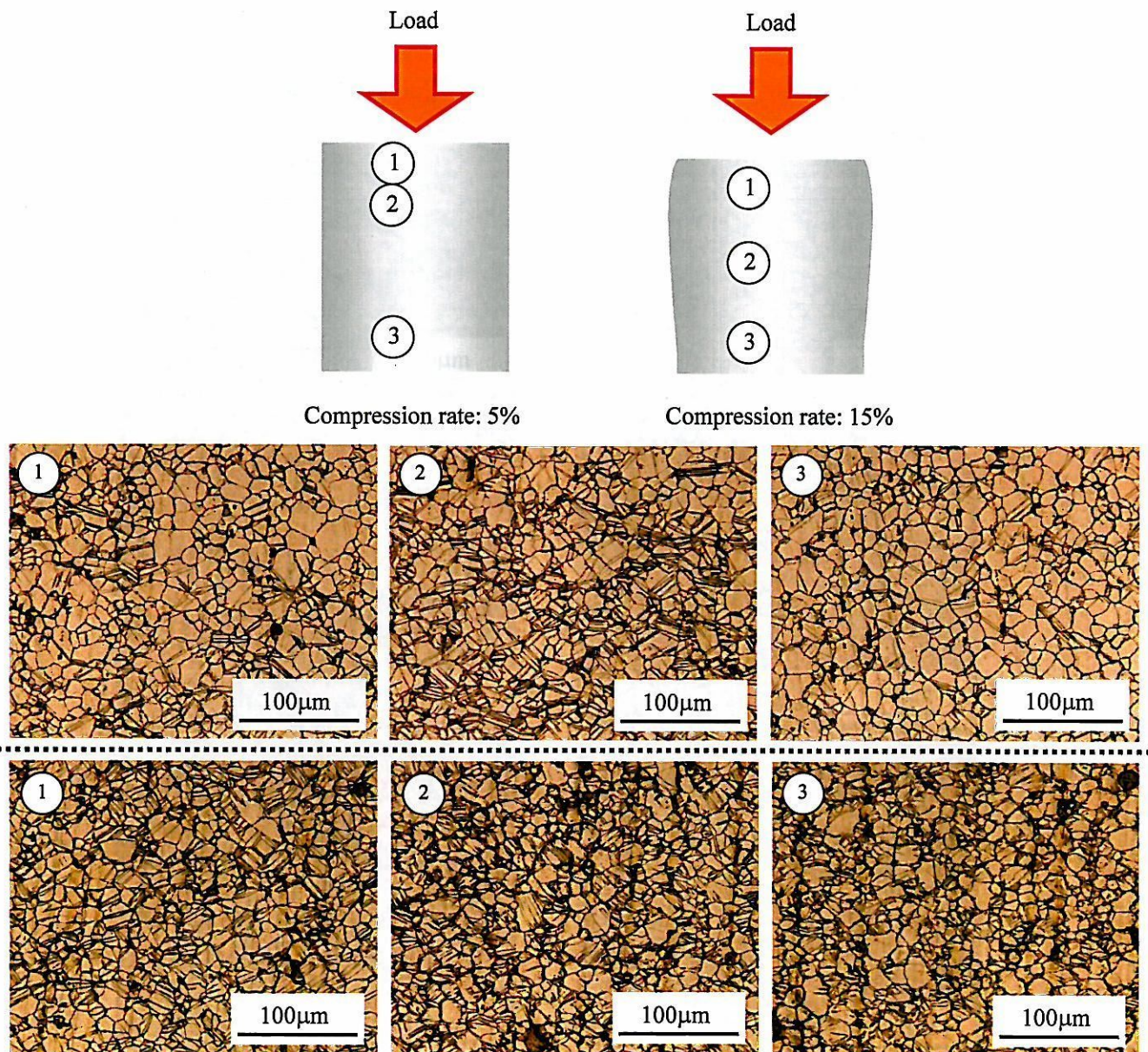


Fig.35 Microstructure on each compression rate (Upper: 5%, Lower: 15%)

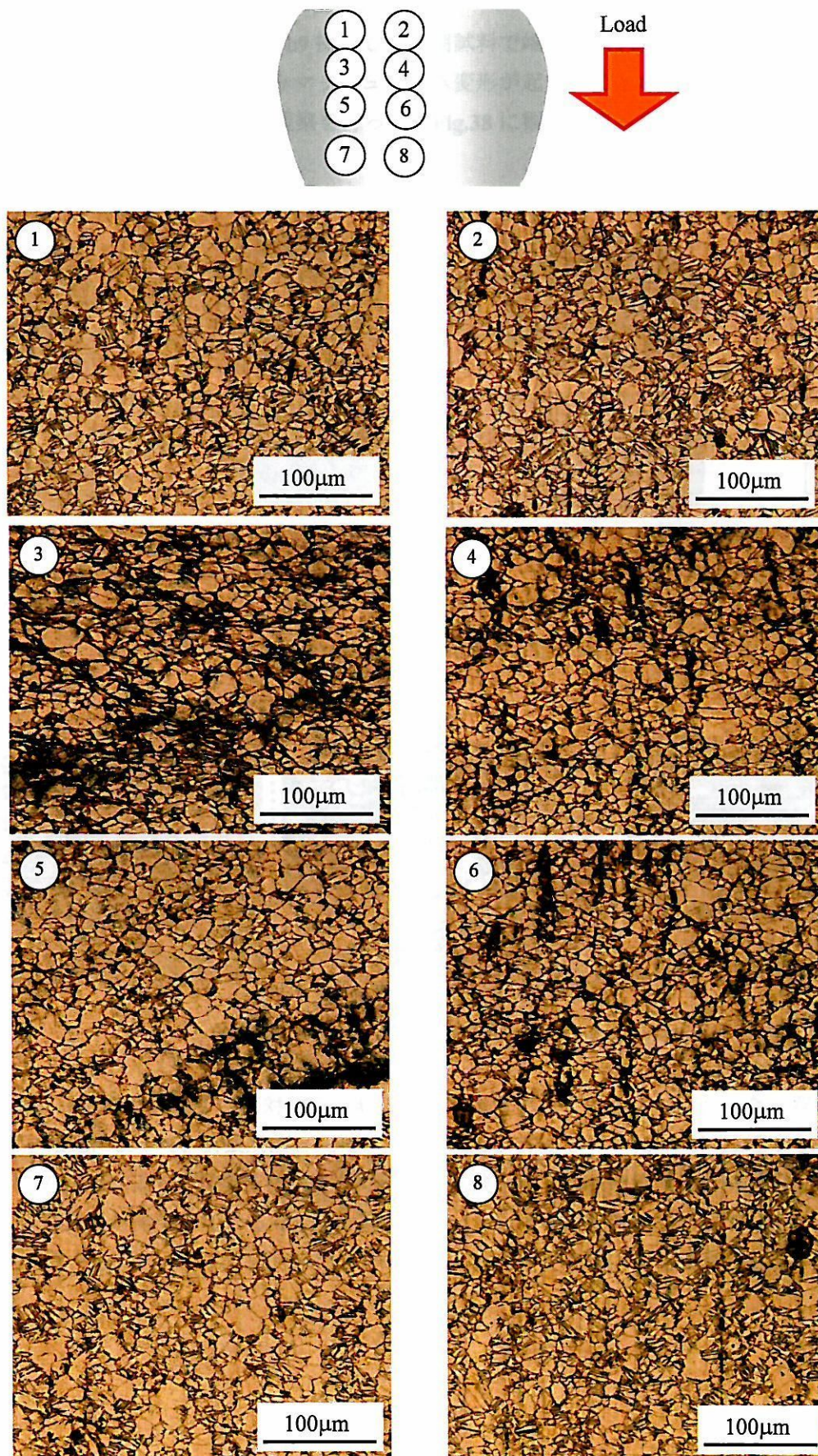


Fig.36 Microstructure on compression rate 45%

8.1.2 結晶初期配置とマッシュルーム変形の関係

0, 45, 90° 方向にそれぞれ $\phi 9 \times h9$ 採取した初期試料で端面拘束試験を行うと, Fig.37 のように 0° の時のみマッシュルーム変形が起きることが確認された. それぞれの縦断面の組織観察を行った. Fig.38 に観察結果を示す.

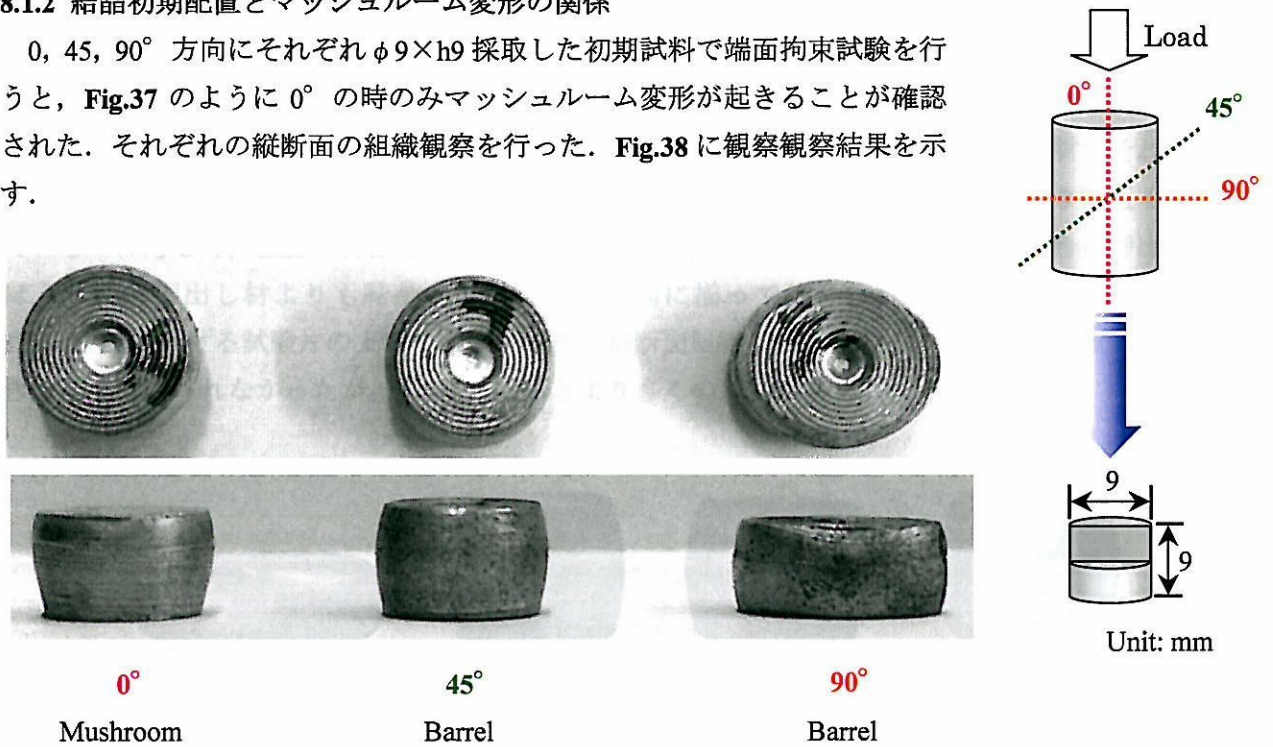


Fig.37 Compressed billet with sampling direction 0, 45, 90°

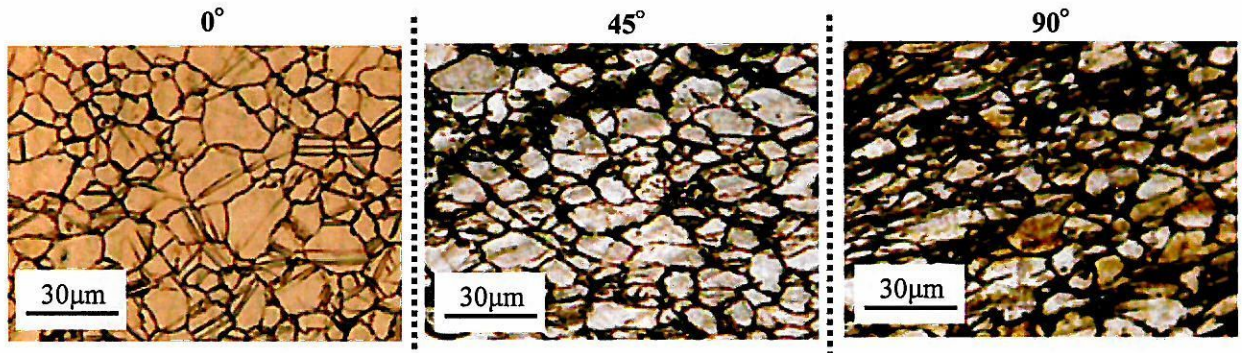


Fig.38 Microstructures at each sampling direction

0° では双晶が観察されるのに対して, 45, 90° ではほとんど観察されなかった. 双晶変形には双晶の形態と軸比によって, 引張双晶と圧縮双晶が存在し, 押し出し材の軸方向に圧縮すると引張双晶が現れる. この結果により, 双晶が発生するには初期試験片の集合組織が大きく関与していることがいえる. また, 双晶が発生している 0° の時のみマッシュルーム変形が起こっていることから双晶との関連性が考えられる. このことからマッシュルーム変形が生じるには初期集合組織が関与しているといえる.

8.1.3 亜鉛によるマッシュルーム現象の検討

マグネシウム合金と同じ最密六方構造をとる亜鉛についても同様に拘束試験を行い、マグネシウム合金と比較検討を行った。試験温度は 293~423K の範囲で行ったが、Fig.39 に示すようにマッシュルーム変形が起こらなかった。これは AZ61 マグネシウム合金押し材と亜鉛押し材でそれぞれ押し出し比が異なるためであると考えられる。マグネシウム合金の押し出し率は 89.3%と約 9 割近く減面しているのに対して、亜鉛の押し出し率は 60%となっている。このため、マグネシウム合金押し材のほうが亜鉛押し材よりも結晶底面が押し出し方向に揃って集合組織になっている。Fig.40 に 323~423K における試験片の上部・中部・下部の縦断面組織観察を示す。それぞれの温度にて特に大きな差異は見られなかったが、423K になるとより多くの双晶が見られた。



Fig.39 Zn barrel deformation on each temperature

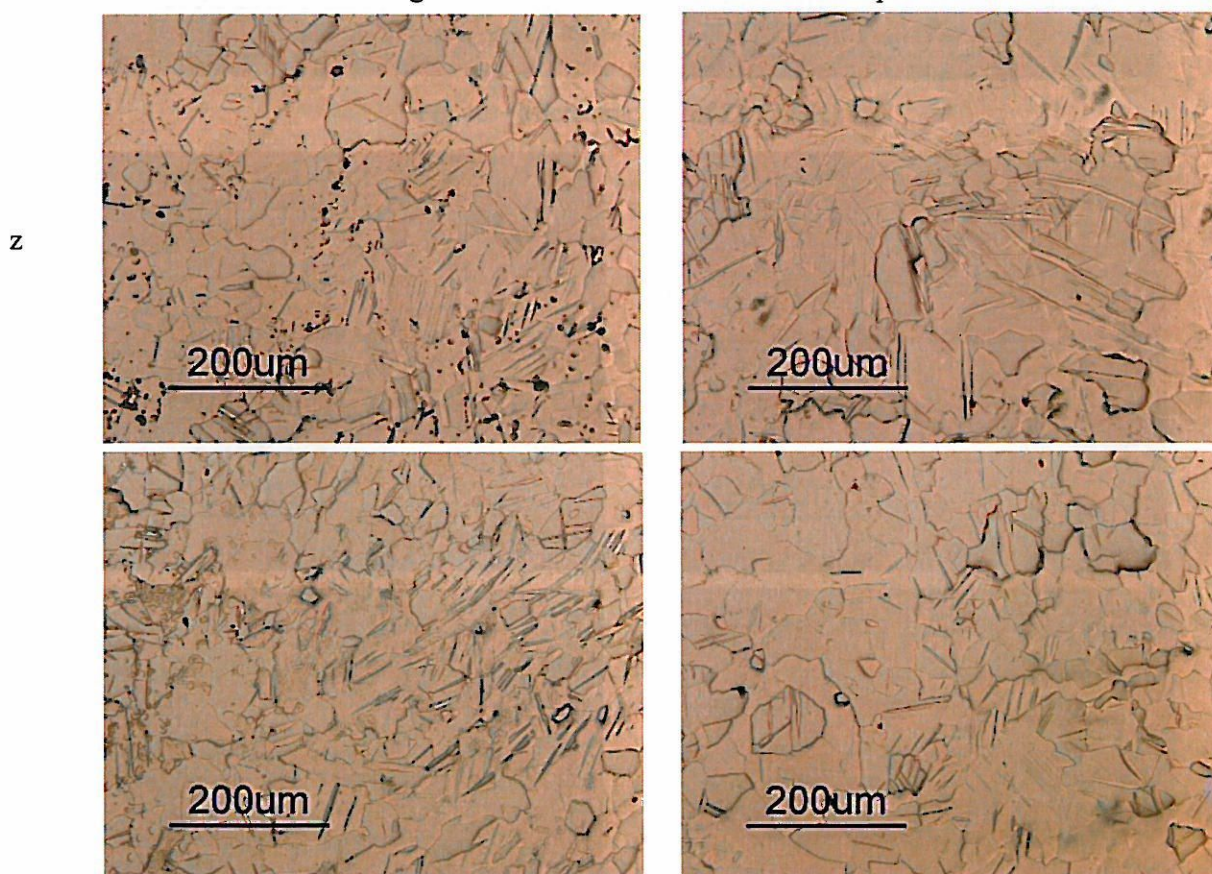


Fig.40 Microstructure of Zn (323K)

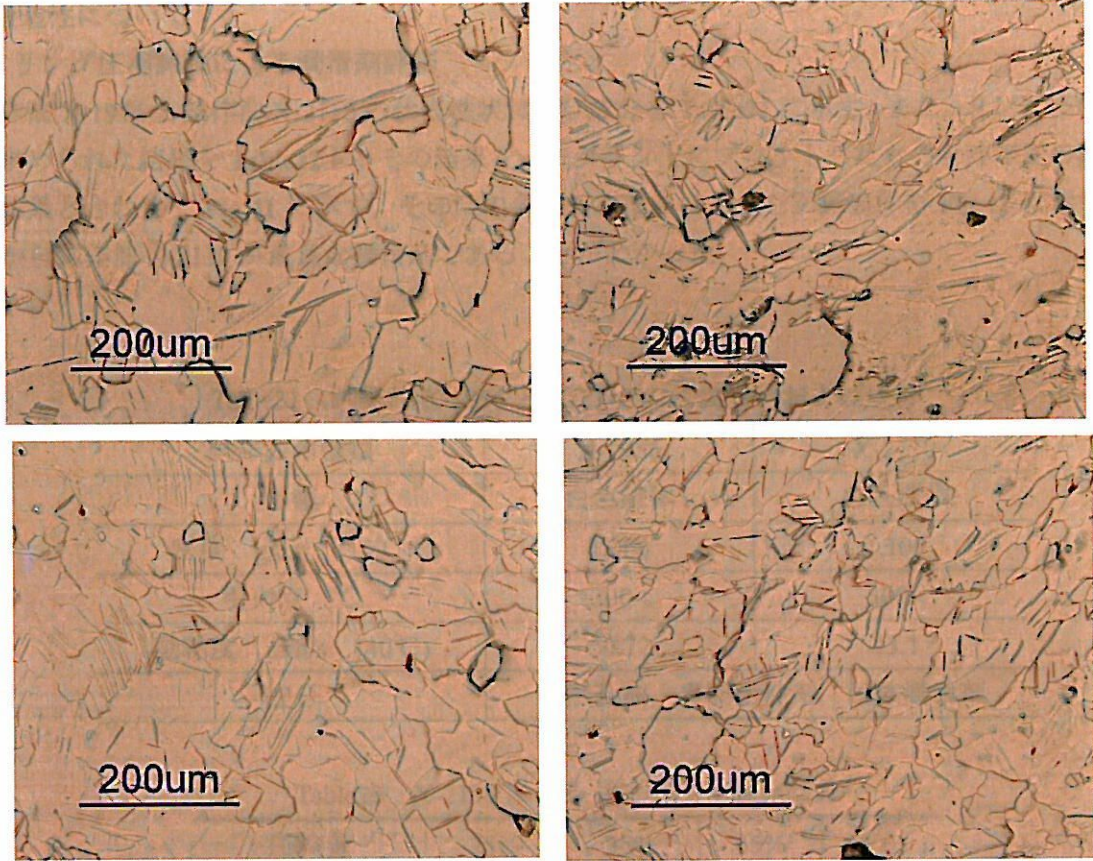


Fig.40 Microstructure of Zn (373K)

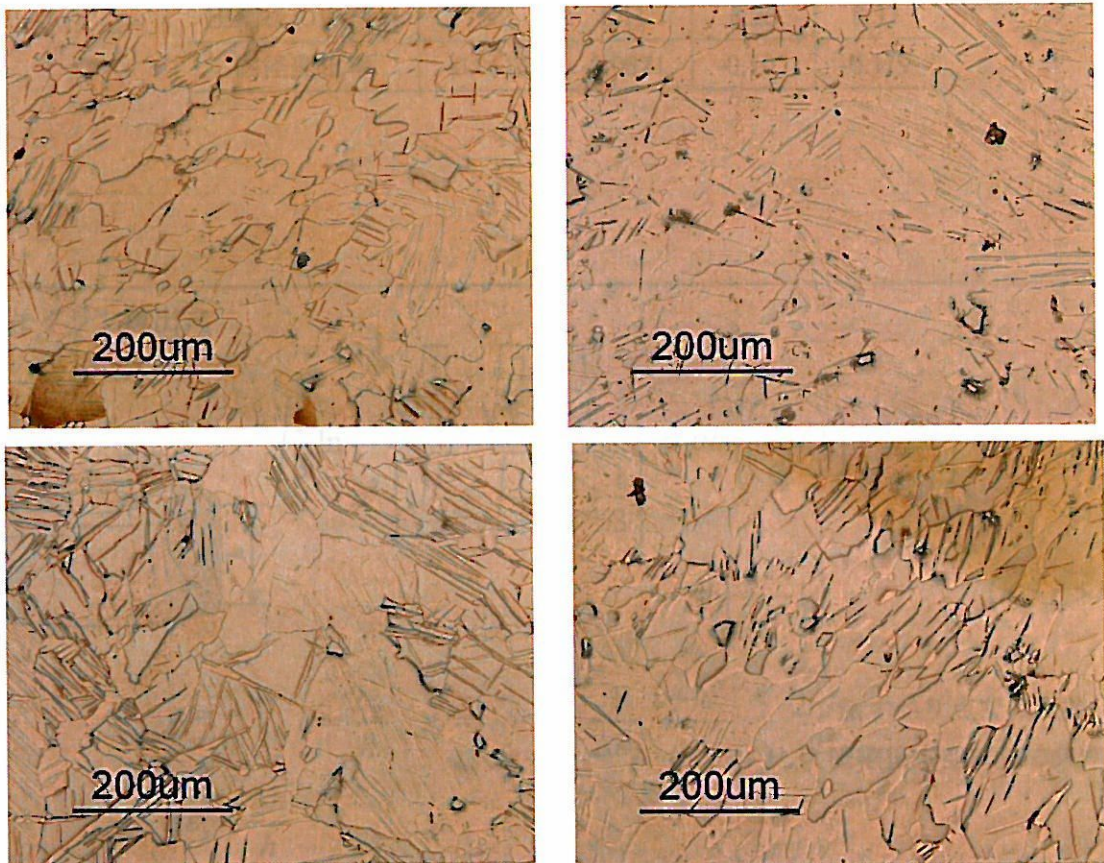


Fig.40 Microstructure of Zn (423K)

8.2 鍛造性について

8.2.1 リング圧縮試験による潤滑剤評価

試作油 X-1956 と試作油 X-2110 の代表性状および成分を **Table21** に示す。また、リング圧縮試験により求められた結果を **Table22** に、その結果をノモグラフ上にプロットしたものを昨年度の潤滑油の試験結果と合わせて **Fig.41** に示す。その時の各圧縮率におけるリング試験片を **Fig.42** に示す。この結果から試作油 X-2110 が最良な潤滑剤であることがわかった。

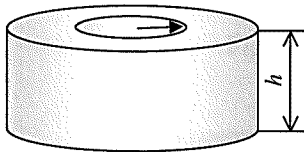
Table21 試作油 X-1956 と X-2110 の代表性状および成分

試作油の種類	X-1956	X-2110
外観	白色液体	白色液体
密度 g/cm (15°C)	1.066	1.100
引火点 °C	300<	300<
動粘度 mm/s (40°C)	60.72	43.1
成分	耐熱基油, 界面活性剤, 固体潤滑剤	

Table22 X-2110 によるリング圧縮試験結果

圧縮量	25%	35%	45%	50%
圧縮前の内径 r	7.46	7.46	7.46	7.48
圧縮後の内径 r'	7.92	8.11	8.26	8.37
内径変化率	-0.0616	-0.0871	-0.107	-0.119

※ノモグラフ導出式



$$\sqrt{\frac{1}{3}} \ln \frac{\sqrt{\frac{1}{3} + \sqrt{\frac{1}{x_i^2} + \frac{1}{3}}} + \sqrt{\frac{1}{3} + \sqrt{\frac{1}{a^4 x_i^2} + \frac{1}{3}}}}{a^2 \left\{ \sqrt{\frac{1}{3} + \sqrt{\frac{1}{x_i^2} + \frac{1}{3}}} + \sqrt{\frac{1}{3} + \sqrt{\frac{1}{a^4 x_i^2} + \frac{1}{3}}} \right\}} = \mu b \left\{ \left(\frac{1}{a} + 1 \right) - 2\sqrt{x_i} \right\} \quad (r_0 > r_c \geq r_i)$$

$$= \mu b \left(\frac{1}{a} - 1 \right) \quad (r_0 > r_i > r_c)$$

$$a = \frac{r_i}{r_0} \quad b = \frac{2r_i}{h} \quad x_i = \left(\frac{r_c}{r_0} \right)^2 = \frac{1}{\Delta \epsilon_z} \frac{v - v'}{v} \quad \begin{array}{l} 2r_c \text{ 無すべり点での直径} \\ v, v' \text{ 圧縮後中空部分の体積} \end{array}$$

$$\Delta \epsilon_z = \frac{\Delta h}{h}$$

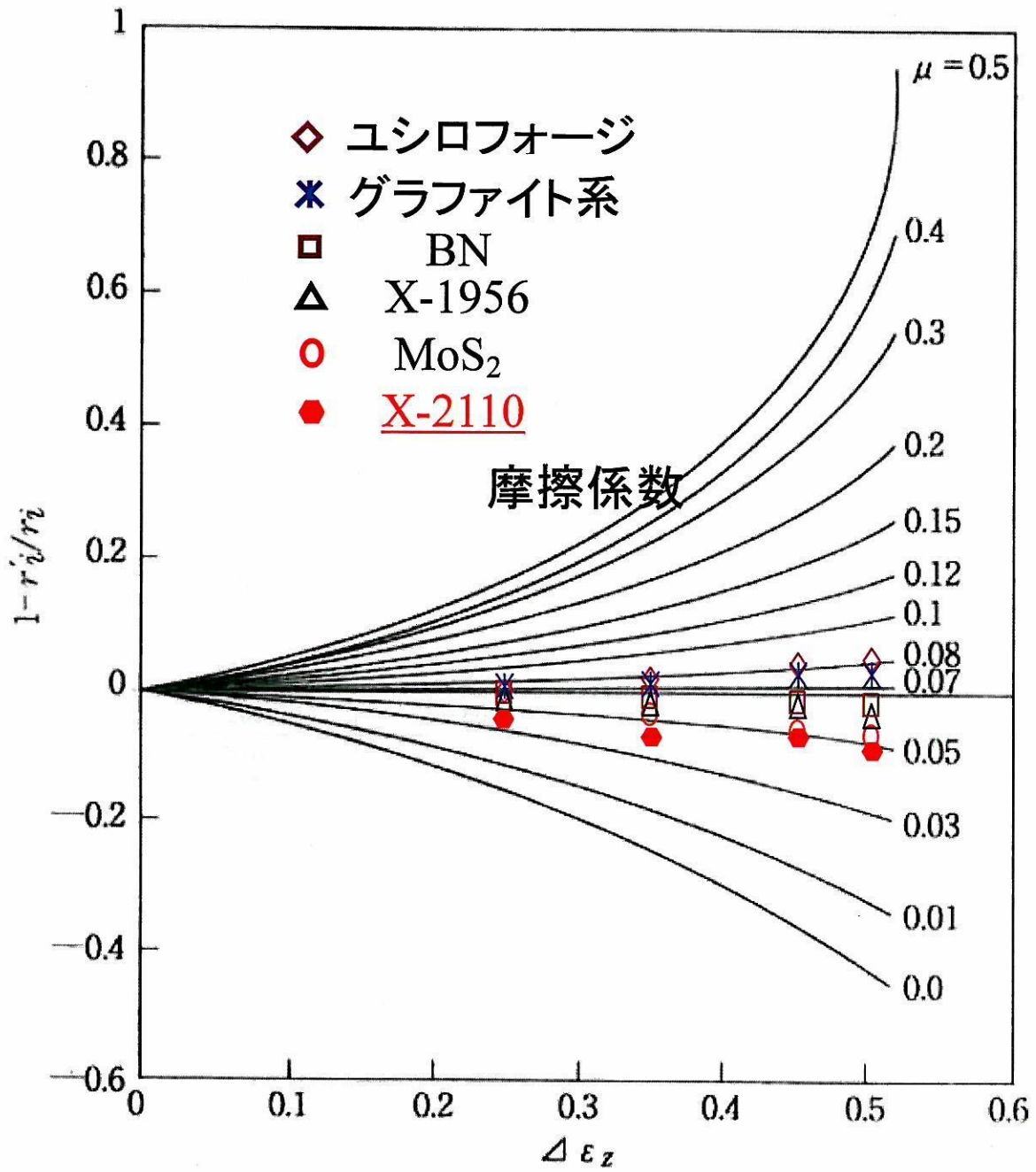


Fig.41 Coefficient of friction of each lubricant



Fig.42 Surface on each compression rate

8.2.2 押出し材による鍛造試験

250℃1H 熱処理を施した $\phi 16 \times h60$ の押出し棒材で鍛造試験を行った。温度条件は 180℃~210℃、押込み速度条件は 14mm/min (0.01Hz)~72mm/min (0.05Hz)とし、押込み量は左右それぞれ 10mm とする。なお、背圧をかける場合は 250kN とし、潤滑剤には試作油 X-2110 を用いた。Table 23 に各条件での成形可能性についてまとめる。特に 180℃-14mm/min, 200℃-44mm/min, 210℃-72mm/min の場合について荷重-変位線図を Fig.43 に示す。

Table 23 Each condition of forging test (extruded billet)

Temperature °C	Velocity mm/min	Back pressure	Forging possibility
180	14		×
185	14		×
185	14	○	○
190	14		○
190	29		×
190	44		×
195	14		○
200	44		○
200	51		○
200	60		×
210	60		○
210	72		△

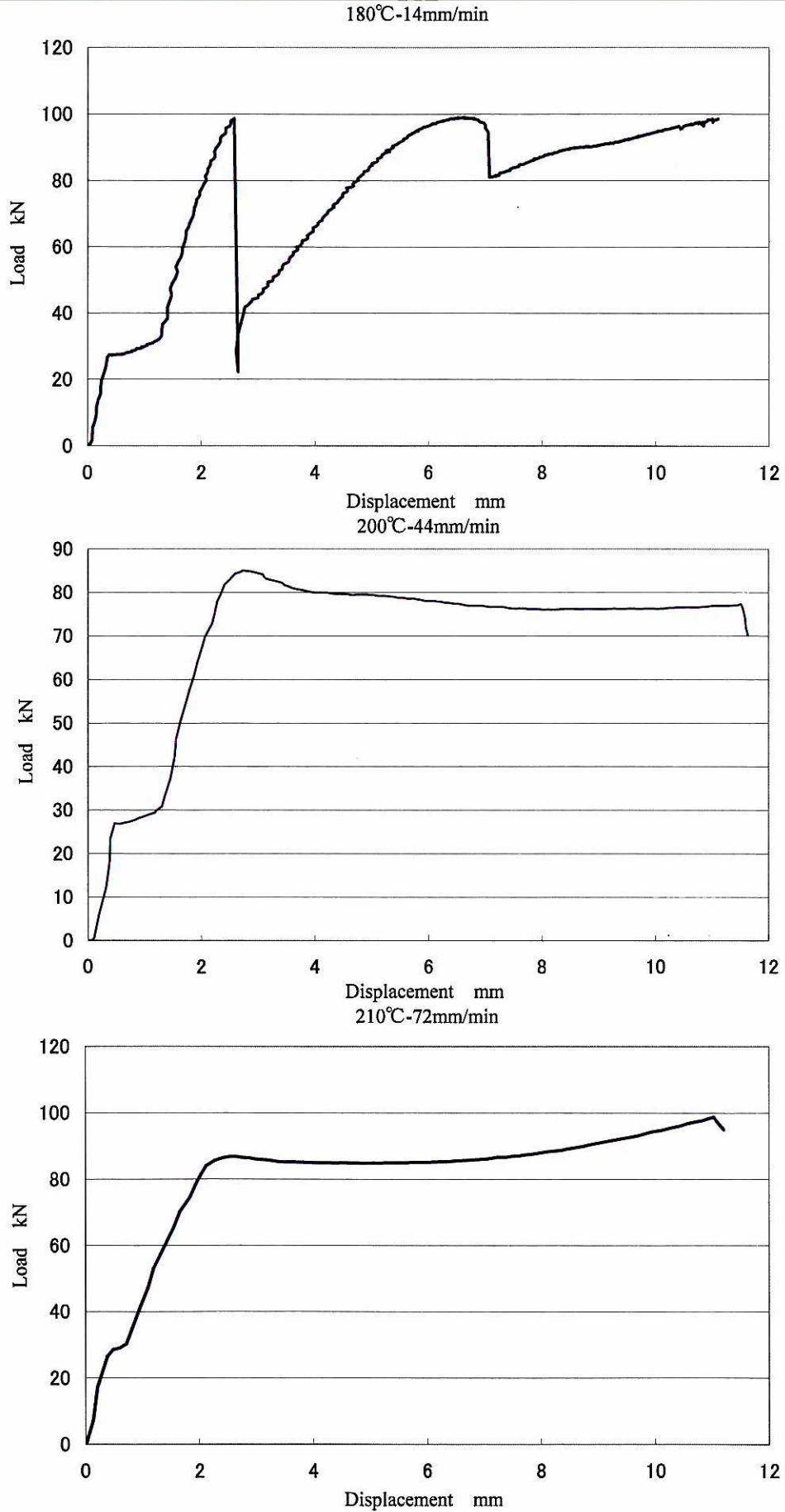


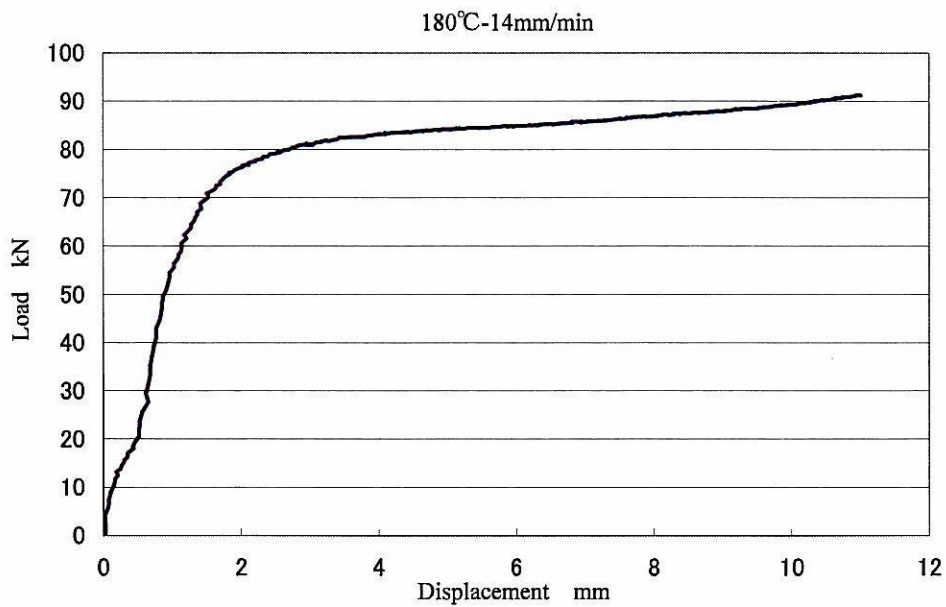
Fig.43 Deformation resistance in each loading condition (extruded billet)

8.2.3 鋳造材による鍛造試験

鋳造材を用いて同様に鍛造した結果を **Table 24** に示す。なお、背圧はかけていない。それぞれ得られた荷重-変位線図で特に 180°C、185°C、210°C のものを **Fig.44** に示す。押し出し材に比べて非常に高い速度で成形できることがわかる。

Table 24 Each condition of forging test (cast billet)

Temperature °C	Velocity mm/min	Forging possibility
170	14	×
180	14	○
185	14	○
200	110	○
210	44	○
210	213	○



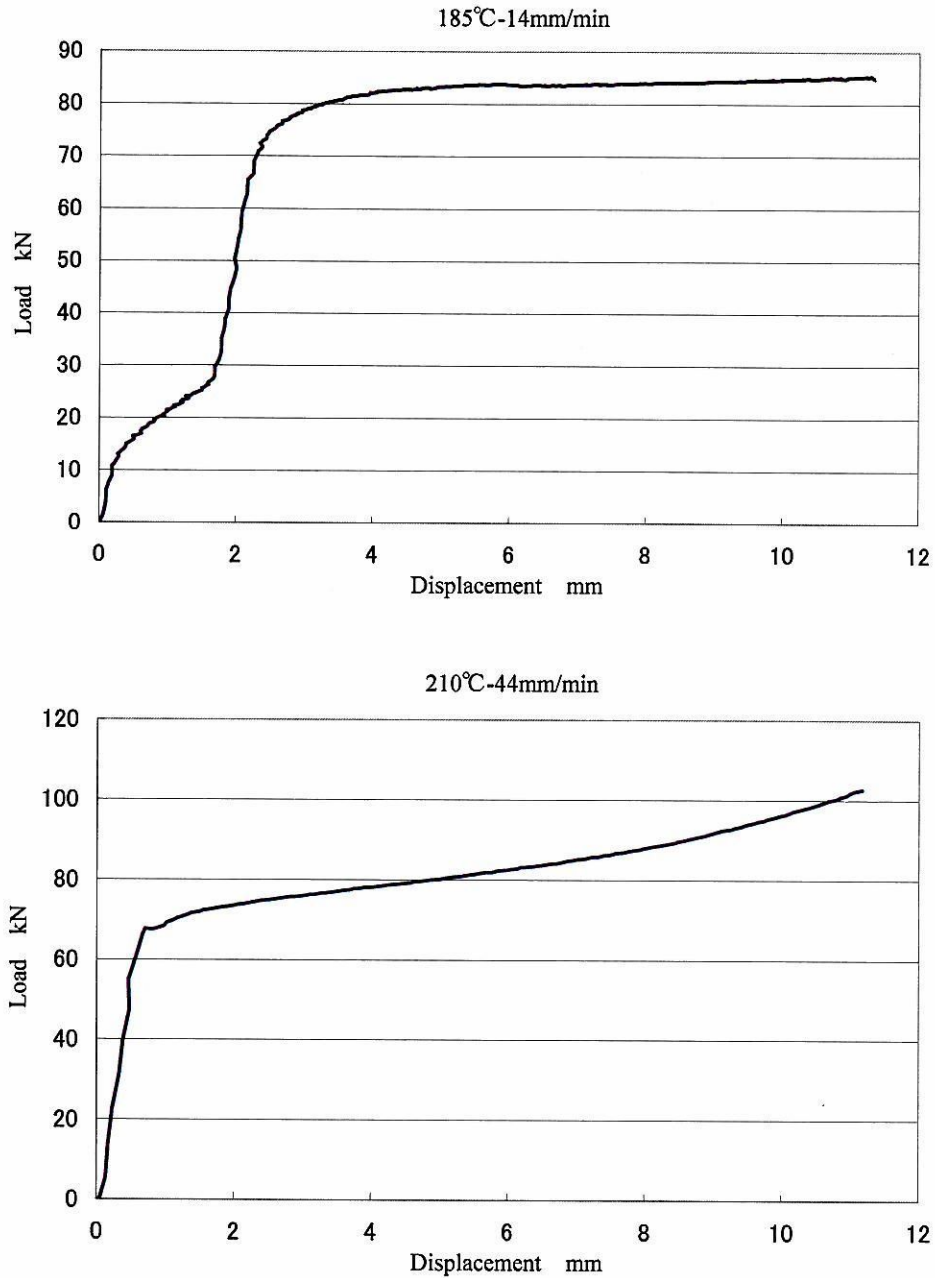


Fig.44 Deformation resistance in each loading condition (casting billet)

8.2.4 押出し材と鋳造材の比較

8.2.4.1 成形限界

試験温度と押込み速度を変化させ、鋳造材・押出し材それぞれの成形性を調査した。試験温度と押込み速度の関係を Fig.45 に示す。

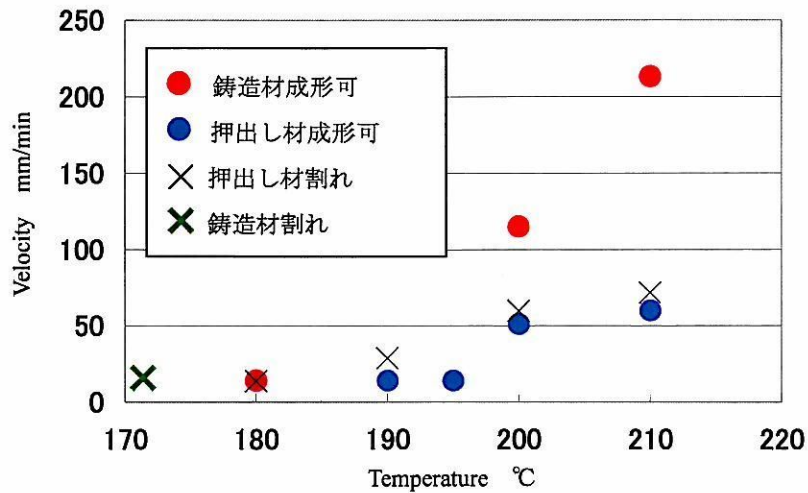


Fig.45 Relationship between temperature and velocity

Fig.45 より、温度が上がるごとに鍛造速度が高くなっても成形可能である。鋳造材・押出し材それぞれ室温成形も行ったが、背圧負荷により多少の改善は見られるものの割れなく完全に成形することは不可能であった。成形温度に関して、押出し材は 190℃以上で成形可能に対し、鋳造材は 180℃以上で成形可能であった。また、鋳造材は押出し材の 2~3 倍以上の速度でも成形可能である。これは押出し材、鋳造材それぞれの初期集合組織が関係しているためである。押出し材は押し出し方向に結晶方位が揃い、異方性が強いのに対して、鋳造材は結晶方位がランダムであり異方性が弱いため押し出し方向にすべり面も多く、成形性に富んでいる。

8.2.4.2 硬さ・圧縮強度

マイクロビッカース硬さ試験機を用いて鍛造試験片の硬さを調査した。その分布を Fig.46 に示す。この結果より鋳造材は硬さにばらつきが確認され、押出し材と同様な硬さ値を示していることが確認された。鋳造材・押出し材ともに材料の流れがぶつかり加工が集中している部分が一番高い硬さを示している。

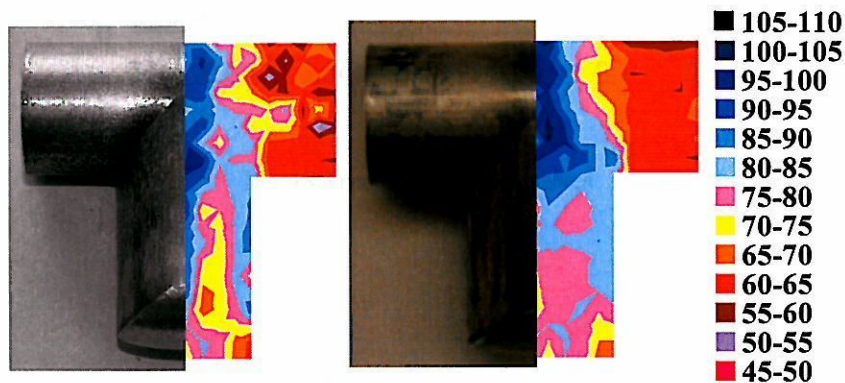


Fig.46 Hardness distribution (Left: Casting, Right: Extruded)

鑄造材・押出し材それぞれの鍛造品を Fig.47 に示すように中央部（もっとも加工が集中している部分）と流出部を $\phi 12 \times h12$ に切り出し室温にて圧縮試験を行い，強度を評価した。

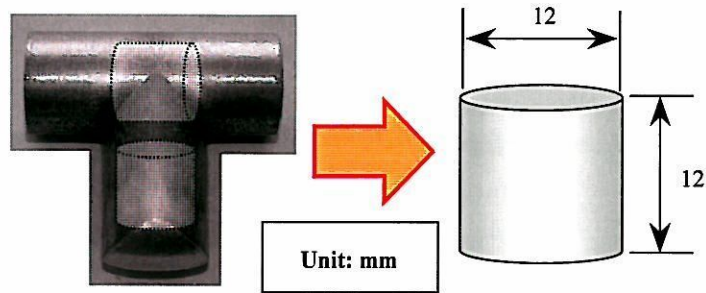


Fig.47 Compression test billet

鑄造材・押出し材それぞれ210℃で鍛造した試験片を中央部と流出部で比較した図を Fig.48 に示す。Fig.48 を見てわかるように，押出し材・鑄造材ともに流出部は中央部よりも圧縮強度が高くなっている。また，硬さ値にばらつきが確認されたが，鑄造材が押出し材並の値を示し，圧縮強度でも押出し材に近い値を示していることがわかる。

これらの実験結果から，鑄造材は成形性に優れていて，鍛造後も高い強度を示すと考えられる。

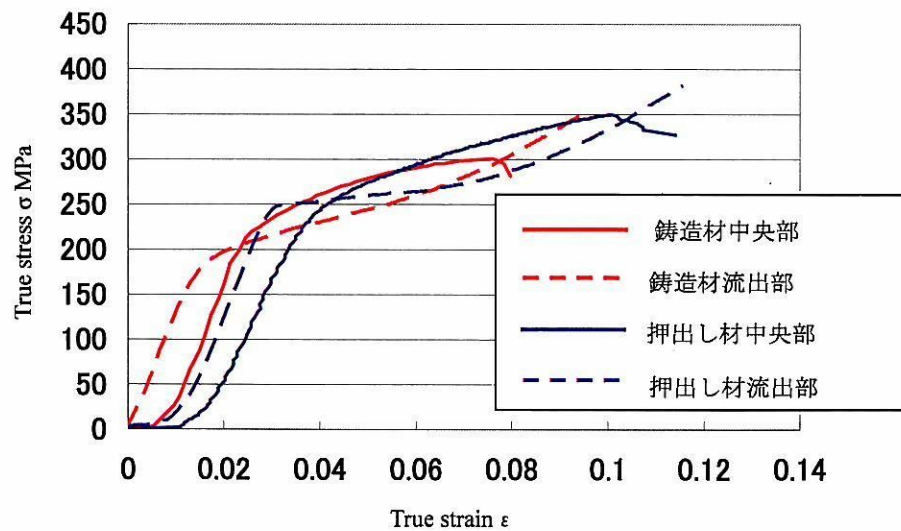


Fig.48 True stress-strain curves

第 9 章

結言

《マッシュルーム変形について》

- ・ マッシュルーム変形は、押出し材の初期集合組織状態に依存する。押出し軸方向に圧縮すると、加工面に結晶の底面が揃っている場合のみマッシュルーム変形が発生した。マッシュルーム現象は工具を動かした側から双晶が発生し、結晶回転が優先的に起こることにより生じる。

《鍛造について》

- ・ 押出し材温間拘束圧縮時における不良現象は初期集合組織状態に依存し、押出し軸方向に圧縮すると、加工面に結晶の底面が揃っている場合のみ発生した。
 - ・ 押出し材の鍛造限界温度が 190℃であるのに対して鋳造材では 180℃で鍛造可能であった。鋳造材の鍛造は 210℃において押出し材の 3 倍以上の速度で成形可能であり、鍛造後の性質を分析したところ、硬さ、圧縮強度ともに良好なことから、今後鋳造材を用いた鍛造技術に期待が持たれる結果となった。
-

10. 参考・引用文献

10.1 引用文献

- [1] 秋山茂, 上野英俊ほか: 難燃性マグネシウム合金の開発, まてりあ, 第 39 巻 第 1 号, (2000), 72-74.
- [2] Y. Tanno, M. Asakawa, D. Lee, M. Kobayashi : Twin-Roll Strip Casting and Structure-Control Rolling of AZ61 Magnesium Alloy, 2nd International Conference on Materials and Processing, (2005), NTM-05.
- [3] 日本マグネシウム協会: マグネシウム技術便覧, カロス出版株式会社.
- [4] 日本塑性加工学会: マグネシウム加工技術, コロナ社.
- [5] 渡津章, 馬愛斌ほか: 回転式 ECAP 法による軽金属の高機能化, Journal of the JSTP, vol.45 no.526, (2004), 887-891.
- [6] 鈴木弘: 塑性加工, 裳華房.
- [7] 横山亨: 図解合金状態図読本, オーム社.
- [8] 川上義邦, 勝田基嗣ほか: AZ31 マグネシウム合金板の常温成形性に及ぼす Mn 化合物の影響, 軽金属学会第 102 回春期大会講演概要, (2002), 331-332.
- [9] 日本塑性加工学会: 最新塑性加工便覧, ニッセイエプロ株式会社.

10.2 参考文献

10.2.1 難燃性マグネシウム合金

- [10] 秋山茂, 上野英俊ほか: 難燃性マグネシウム合金の開発, まてりあ, 第 39 巻 第 1 号, (2000), 72-74.
- [11] 秋山茂, 上野英俊, 坂本満: 難燃性マグネシウム合金の溶湯処理, 鑄造工学, 第 72 巻 第 8 号, (2000), 521-524.
- [12] 上野英俊ほか: マグネシウム合金の難燃化と塑性加工, 九州工業技術研究所材料基礎工学部.
- [13] 清水和紀, 山下友一, 向山準: 堅型半連続鑄造による Ca 添加 AZ 系マグネシウム合金ビレットの組織と特性, 軽金属学会第 108 回春期大会講演概要, (2005), 1-2.
- [14] 田中恭自, 秋山茂: 金型鑄造法による難燃性マグネシウム合金の機械的特性, 岡山県工業技術センター材料基礎工学部.
-

[15] 附田之欣, 山口毅ほか: Ca 添加 AZ31 マグネシウム合金鍛造材の機械的性質, 軽金属学会第 108 回春期大会講演概要, (2005), 7 - 9.

[16] 附田之欣, 斑目広和, 青木康祐ほか: Mg-Al-Ca 系マグネシウム合金多軸鍛造材の機械的性質, 軽金属学会第 109 回秋期大会講演概要, (2005), 87-88.

[17] 金子ほか: 軽金属概要集, 93, (1997), 17.

[18] 日本産業技術振興協会: 資源高度リサイクル利用技術, 1992.

[19] 山本厚之, 奥田純也ほか: Ca を添加した AM60 マグネシウム合金のプレス曲げ成形による組織微細化, 軽金属学会第 108 回春期大会講演概要, (2005), 23-24.

[20] 鈴木寿穂, 高橋宏之ほか: Ca 添加マグネシウム合金の鑄造組織と溶体化挙動, 軽金属学会第 108 回春期大会講演概要, (2005), 3-4.

10.2.2 鍛造加工

[21] 松本良, 小坂田宏造ほか: マグネシウム合金の温間鍛造法の開発, 塑性と加工, 第 44 巻 第 510 号, (2003), 760-764.

[22] マグネシウム委員会, MWT 委員会: AZ80 マグネシウム合金鍛造用押出し棒材の押出し比および押出し形状による機械的性質の変化, 軽金属, Vol. 38 No. 12, (1988), 807-810.

[23] 梅瀬悠樹, 松本良ほか: マグネシウム合金の温間鍛造性に及ぼすプレス圧縮モーシヨンの効果, 第 56 回塑性加工連合講演会概要集, (2005), 137-138.

[24] 日本塑性加工学会, 鍛造分科会: わかりやすい鍛造加工, 日刊工業新聞社

[25] マグネシウム委員会, MWT 委員会: AZ80 マグネシウム合金鍛造材の組織と機械的性質, 軽金属, Vol.39 No.2, (1989), 129-135.

10.2.3 多軸鍛造

[26] 野田雅史, 広橋光治, 船見国男: 多軸鍛造により結晶粒微細化した Al-Mg 合金の低温超塑性と変形機構, J. Japan Inst. Metals, Vol. 67 No. 2, (2003), 98-105.

[27] 邢劼, 惣田裕司, 楊統躍ほか: AZ31 マグネシウム合金の降温中多軸鍛造による微細粒組織の生成, Journal of Japan Institute of Light Metals, Vol. 54 No. 11, (2004), 527-531.

[28] 邢劼, 惣田裕司, 楊統躍ほか: マグネシウム合金 AZ31 の大ひずみ加工に伴う微細粒組織の生成と機械的性質, 軽金属学会第 106 回春期大会講演概要, (2004), 241-242.

[29] 附田之欣, 斑目広和, 青木康祐ほか: Mg-Al-Ca 系マグネシウム合金多軸鍛造材の機械的性質, 軽金属学会第 109 回秋期大会講演概要, (2005), 87-88.

[30] 野田雅史, 広橋光治ほか: 多軸鍛造法により創製した超微細粒 Al-Mg 合金の機械的特性と低温超塑性, 塑性加工春季講演会, (2002), 63-64.

10.2.4 その他

[31] 會田哲夫, 高辻則夫ほか: AZ31 マグネシウム合金切削チップの ECAP 均質固化成形, 軽金属, 第 54 巻 第 11 号, (2004), 532-537.

[32] 吉田雄, Lawrence CISAR ほか: ECAE 加工した AZ31 マグネシウム合金の引張特性に及ぼすミクロ組織因子の影響, 軽金属, 第 52 巻 第 11 号, (2002), 559-565.

[33] シーザーローレンス, 吉田雄ほか: ECAE 加工した AZ31 マグネシウム合金大径丸棒のミクロ組織と引張, 軽金属学会第 102 回春期大会講演概要, (2002), 324-326.

[34] 松原聖, 槇井浩ほか: ECAP 加工した Mg-0.6%Zr 合金の微細粒組織と超塑性, 軽金属学会第 102 回春期大会講演概要, (2002), 327-328.

[35] 矢野英治, 田村洋介ほか: Mg-Al 系合金の鑄造組織及び機械的性質に及ぼす Mn 量の影響, 軽金属学会第 102 回春期大会講演概要, (2002), 311-312.

[36] 雄澤悟, 勝田基嗣: AZ31 マグネシウム合金板の機械的性質に及ぼす Mn 添加の影響, 軽金属学会第 102 回春期大会講演概要, (2004), 237-238.

[37] 大山礼, 小池淳一ほか, AZ61 マグネシウム合金圧延材における破断伸びの異方性と配向性の関係, まてりあ, 第 68 巻 第 1 号, (2004), 27-33.

[38] 軽金属学会: マグネシウム材料の新展開, 第 72 回シンポジウム予稿集

[39] 酒井孝, 古島剛ほか: 微視組織制御による塑性加工性向上へのアプローチ, 第 54 回塑性加工連合講演会, (2003), 195-196.

[40] 鹿取一男, 牧口利貞ほか, 鑄造工学, コロナ社

[41] 岡本平, 鈴木章: 金属の凝固, 丸善株式会社

[42] 大塚頼三ほか：機械的性質，岩波書店

[43] 浅井武二，大沢真澄ほか：知りたい熱処理，ジャパンマシニスト社

[44] 日本機会学会：マグネシウム合金の成形加工技術の最先端，No05-108 技術フォーラム

[45] 池田誠，柿白賢紀ほか：加工熱処理による AZ31 マグネシウム合金の結晶粒微細化，軽金属学会
第 104 回春期大会講演概要，(2003)，391-392.

[46] 村上雄：マグネシウム合金展伸材の集合組織，軽金属，第 52 巻 第 11 号，(2002)，536-540.
