

「マグネシウム鍛造部材 技術開発プロジェクト」

議題5.2 プロジェクトの詳細説明（公開）

研究開発項目②「マグネシウム合金鍛造加工における 微細組織と変形機構の関連性の解明」

- (独)産業技術総合研究所
- (財)素形材センター
- 長岡技術科学大学
- 大阪府立大学

平成23年11月18日

p.1/46

研究開発項目② 背景

研究の必要性

現状のマグネシウム合金鍛造素材(押出材)を現状の鍛造装置(メカニカルプレス)で試作鍛造した部材の特性評価から次の結論を得た。

- ・400°Cの鍛造では割れの発生は無いが、鍛造部材の強度は素材と同等以下。
- ・鍛造温度250°Cでは、鍛造部材の強度は素材を超える場合もあるが、割れが発生。

マグネシウム合金鍛造の課題

- 1) 鍛造素材として押出材を使用するため部材が高コスト化。
- 2) 鍛造による部材強度の向上が不十分。



高機能マグネシウム鍛造部材創製のためのシンプルで低コストの鍛造技術の開発が必要

高信頼性マグネシウム合金鍛造部材作製のためのキーポイント

- ・鍛造素材: 易成形加工性 ⇒ 微細結晶粒組織 (結晶粒径 $10\mu\text{m}$ 以下)
- ・鍛造部材: 高強度・高延性 ⇒ 微細結晶粒組織 (結晶粒径 $10\mu\text{m}$ 以下)

鍛造プロセスにおいて、結晶粒微細化を実現することが重要。



結晶粒微細化効果を鍛造プロセスに利用するためには、結晶粒微細化挙動に関する基礎データが不可欠。



そこで次のように最終目標を設定した。

研究開発項目②

「マグネシウム合金鍛造加工における微細組織と変形機構の関連性の解明」

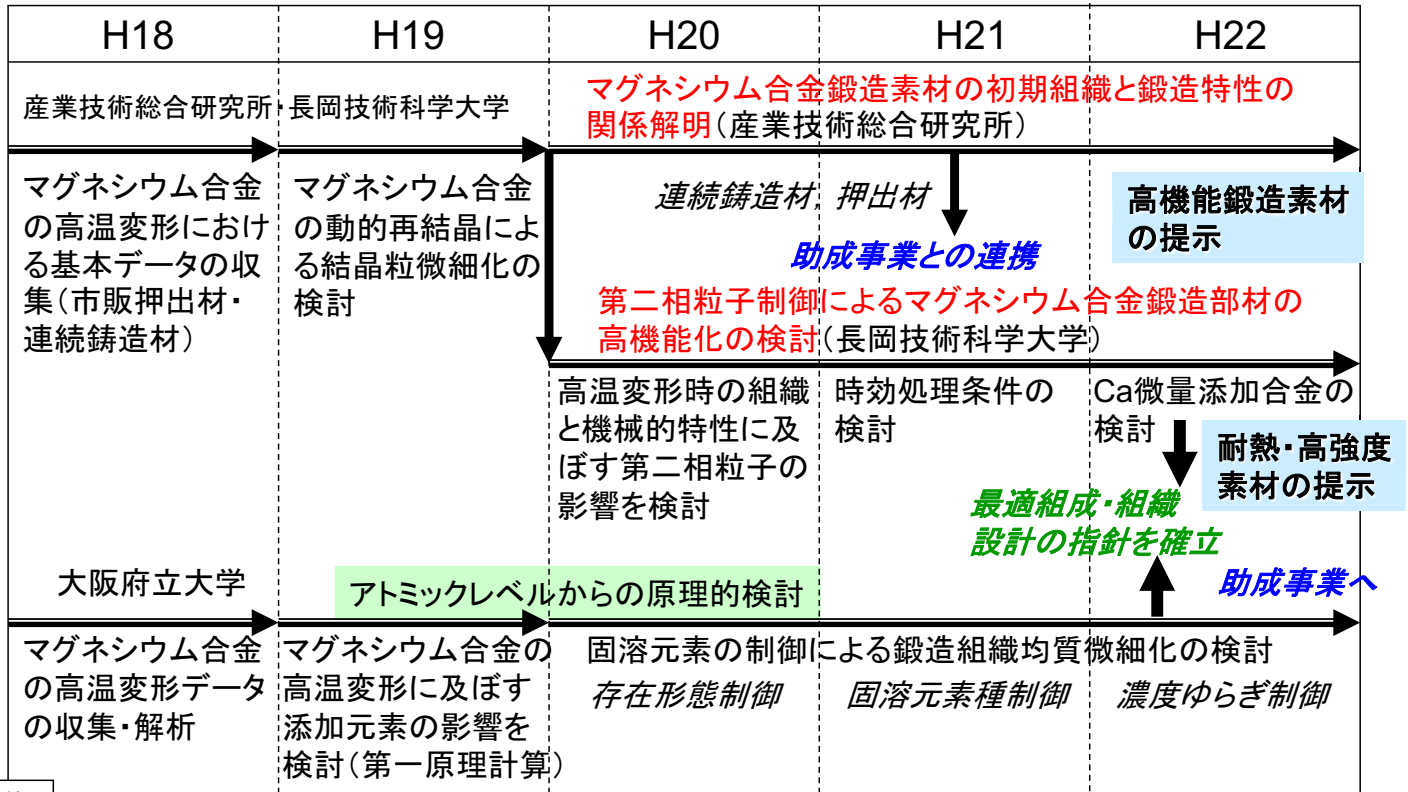
【最終目標(平成22年度末)】

鍛造用素材の組織の結晶粒子と変形機構との関係についてデータベース化を進め、鍛造加工マップとして整備し、鍛造温度低温化技術を開発するとともに、実用化レベルの部材として 170MPa (10^7 回)の疲労強度を持つ構造用マグネシウム鍛造部材の最適な鍛造加工手順を導出するための鍛造組織形成技術の基盤技術を構築する。

【目標の設定根拠】

マグネシウム合金の高性能鍛造部材の利用が拡大するためには、コストの関係から連続鍛造材を対象とする必要がある。鍛造条件を決定するためには、鍛造用素材の組織の結晶粒子と変形機構との関係を解明する必要がある。

本研究課題の全体概要



事業原簿
p.III-2.2-1

p.5/46

研究開発の達成度

最終目標	達成度	根拠
鍛造用素材の組織の結晶粒子と変形機構との関係についてデータベース化を進め、鍛造加工マップとして整備	○	鍛造加工マップを整備した
鍛造温度低温化技術を開発する	○	150℃での鍛造技術を開発した
170MPa(10 ⁷ 回)の疲労強度を持つ構造用マグネシウム鍛造部材の最適な鍛造加工手順を導出するための鍛造組織形成技術の基盤技術を構築する	○	マグネシウム合金鍛造部材で170MPa(10 ⁷ 回)の疲労強度を達成した

◎:最終目標を超えている ○:最終目標を達成 ×:最終目標未達成

事業原簿
p.III-2.2-37

p.6/46

研究開発項目②

「マグネシウム合金鍛造加工における微細組織と変形機構の関連性の解明」

具体的開発内容

- (1) 鍛造温度低温化技術を開発する。
- (2) 170MPa(10^7 回)の疲労強度を持つ構造用マグネシウム鍛造部材の最適な鍛造加工手順を導出するための鍛造組織形成技術の基盤技術を構築する。
- (3) 鍛造加工マップを構築する。

検討内容－1)

鍛造低温化技術の構築

鍛造温度低温化のキーポイント

鍛造温度低温化のためには、**鍛造素材の結晶粒微細化**が必要である。

そのため、マグネシウム合金の高温変形時における結晶粒微細化に寄与する、**動的再結晶挙動に関する基礎的な研究**を大学に再委託した。

◆大阪府立大: ②(1)a(ア) 鍛造素材の組成及び微細組織と鍛造加工性との関係解明

動的再結晶に及ぼす合金元素の効果を検討。動的再結晶に対する合金元素の効果を整理。その結果は、高Al含有Mg合金の鍛造素材としての有効性を示唆。

◆長岡技科大: ②(1)b(ア) 鍛造素材及び鍛造部材の第二相粒子による高機能化の検討

AZ系マグネシウム合金の動的再結晶挙動の解析。鍛造前処理(均質化処理)の重要性を指摘。

事業原簿

p.III-2.2-2

p.9/46

各研究項目の関係

大学での基礎研究開発

②(1)a(ア)
鍛造素材の組成及び微細組織と
鍛造加工性との関係解明

合金組成と動的再結晶
挙動の関係を検討

②(1)b(ア)
鍛造素材及び鍛造部材の
第二相粒子による高機能化の検討

第二相粒子と動的再結晶
挙動の関係を検討

動的再結晶しやすい素材

第二相粒子を利用した結晶粒
微細化

②(1)b(イ)
鍛造部材のミクロ組織解析と
機械的性質との関係解明

大学で得られた基礎技術を
活用し、産総研で実施！

結晶粒微細化を積極的に活用し鍛造低温化を実現する

事業原簿

p.III-2.2-2

p.10/46

②(1)a(ア)

鍛造素材の組成及び微細組織と 鍛造加工性との関係解明

大阪府立大学

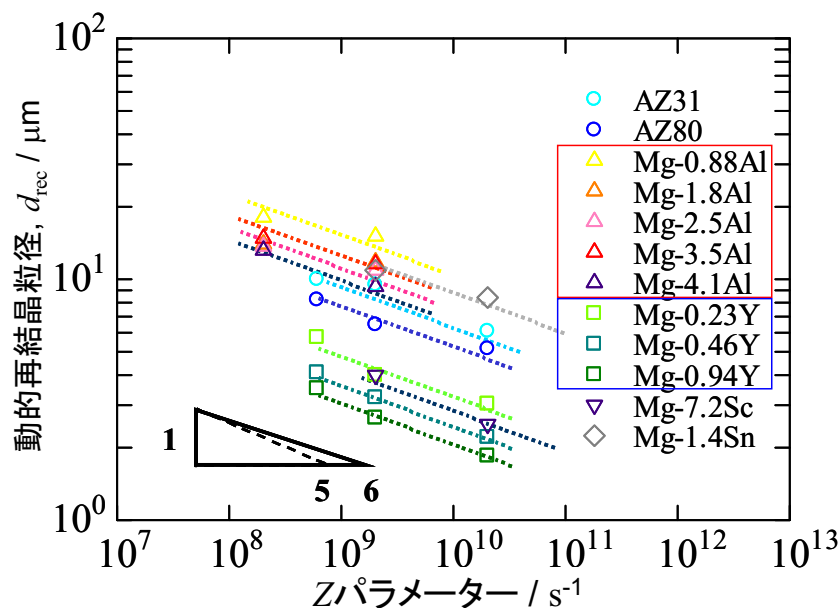
p.11/46

研究開発項目②(1) 鍛造温度低温化の検討 ②(1)a(ア) 鍛造素材の微細組織と鍛造加工性との関係解明

マグネシウム合金の動的再結晶挙動に対する合金元素の効果

高温圧縮試験後に動的再結晶粒径を測定

○試験温度: 300°C、○ひずみ速度: $1 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$ 、○ひずみ: 1.0



世界初の成果!

$$Z = \dot{\epsilon} \exp\left(\frac{Q}{RT}\right)$$

Z: 加工条件を表す項

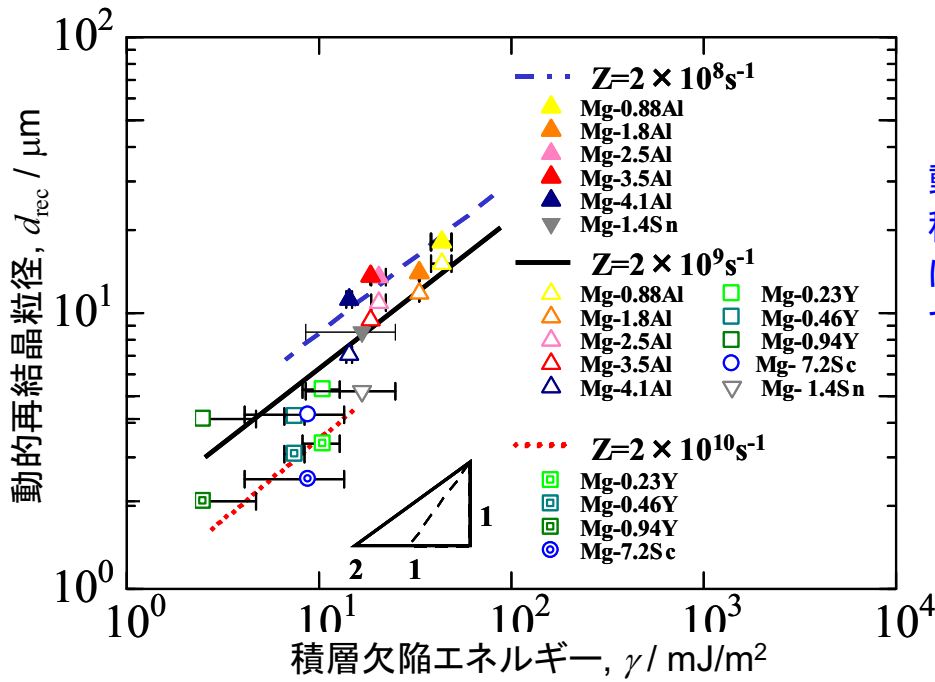
$\dot{\epsilon}$ ひずみ速度

T 加工温度

Q 活性化エネルギー

合金元素の固溶量を変えた材料で高温圧縮試験後の動的再結晶粒径を系統的に調べ、固溶量と粒径との関係を世界で初めて明らかにした。

同一Zに対する動的再結晶粒径の積層欠陥エネルギー依存性



世界初の成果!

動的再結晶粒径が積層欠陥エネルギーに依存することを世界で初めて見出し報告した。

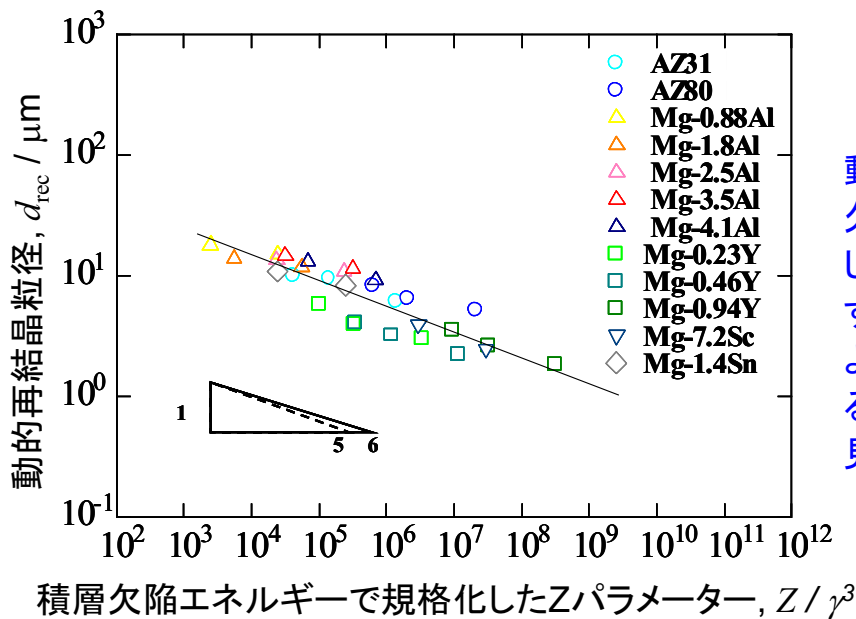
積層欠陥エネルギーが減少すると動的再結晶粒径(d_{rec})は微細化する。

動的再結晶粒径は積層欠陥エネルギーに依存する

p.13/46

事業原簿
p.III-2.2-3

積層欠陥エネルギーを用いた規格化プロット



世界初の成果!

動的再結晶粒径を積層欠陥エネルギーで規格化したZパラメーターで整理すると、合金の種類によらず単一の直線で示されることを世界で初めて見出し、報告した。

いずれの合金でもほぼ単一の直線で示される。

積層欠陥エネルギーを低下させる元素をマグネシウムに添加すれば動的再結晶粒は微細化する。

そこで第一原理計算によって積層欠陥エネルギーを求めた。

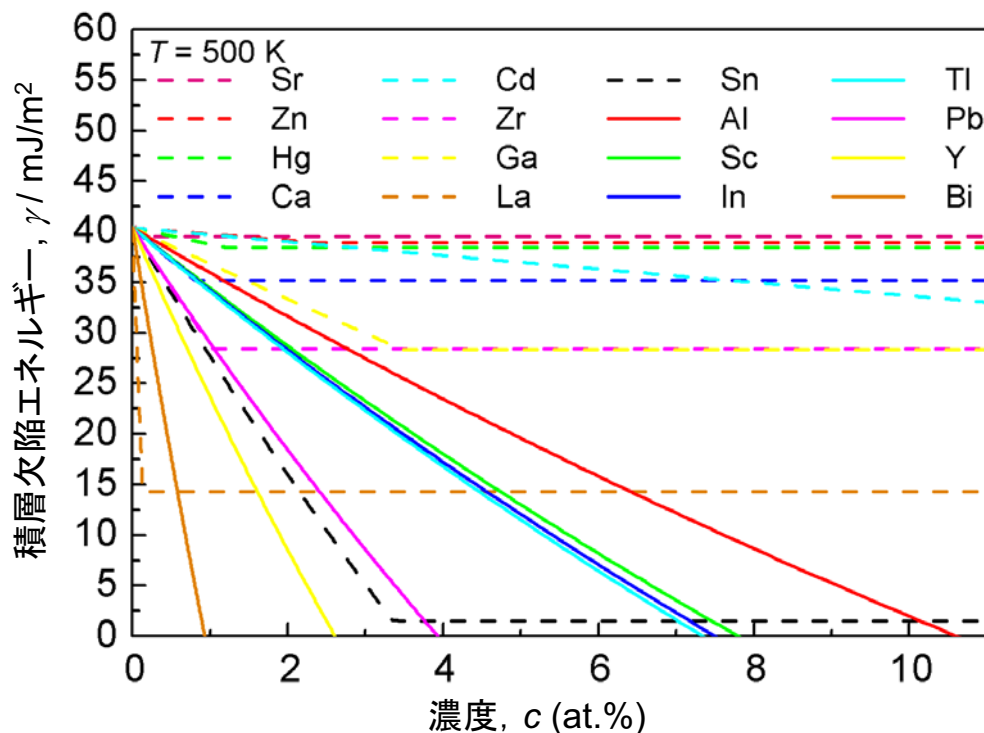
p.14/46

事業原簿
p.III-2.2-4,5

第一原理計算による積層欠陥エネルギー算出

(最大固溶限を考慮)

世界初の成果!



積層欠陥エネルギーに対する合金元素の効果を世界で初めて系統的に明らかにした。

事業原簿
p.III-2.2-4,5

マグネシウムに添加した場合に積層欠陥エネルギーを低下させるのに有効な固溶元素はY, Sc, Sn, Alである。

p.15/46

マグネシウム合金の動的再結晶挙動に対する合金元素の効果

有効な固溶元素はY, Sc, Sn, Alであるが、経済性の観点からはAl, Snが優れた元素である。

【成果】

マグネシウムの動的再結晶粒微細化に有効な添加元素の種類と添加量についての指針を出した。

この結果から、本研究の試作鍛造で用いたAZ91(Mg-9%Al-1%Zn)は、通常鍛造素材として用いられるAZ31(Mg-3%Al-1%Zn)やAZ61(Mg-6%Al-1%Zn)よりも結晶粒微細化という点では有利であると言える。

本研究における鍛造素材選択の妥当性が学術的に裏付けられた。

事業原簿
p.III-2.2-5

p.16/46

②(1)b(ア)

鍛造素材及び鍛造部材の 第二相粒子による高機能化の検討

長岡技術科学大学

p.17/46

研究開発項目②(1) 鍛造温度低温化の検討 ②(1)b(ア) 鍛造素材及び鍛造部材の第二相粒子による高機能化の検討

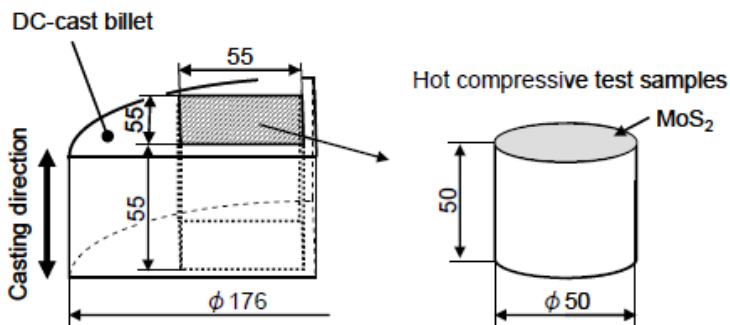
AZ系マグネシウム合金の動的再結晶挙動

AZ91合金の動的再結晶挙動を高温圧縮試験とマイクロ組織解析から検討。

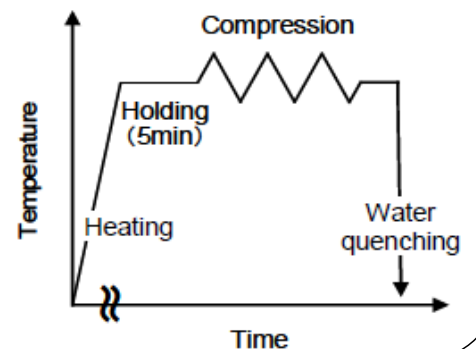
供試材

合金	Al	Zn	Mn	Si	Fe	Cu	Mg	(mass%)
AZ91	9.1	0.88	0.17	0.010	0.003	<0.002	Bal.	

高温圧縮試験片の採取位置と形状



高温圧縮の過程

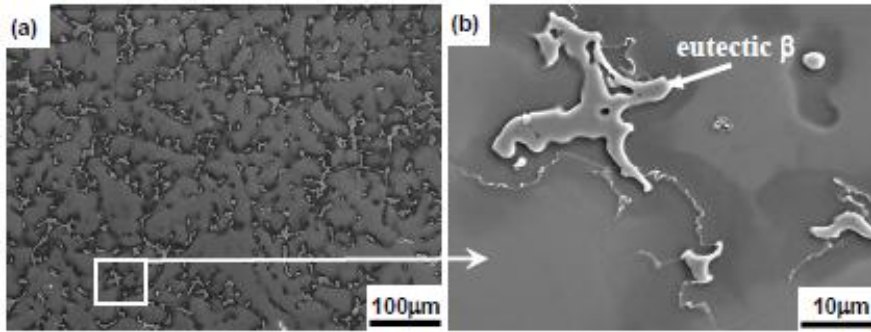


均質化処理条件

415°C / 24h

供試材の組織

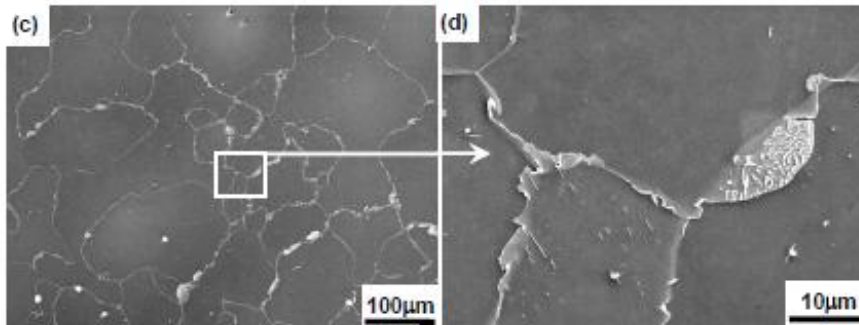
鑄造まま材



粒界に $\beta(\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12})$ 晶出相が見られる。

平均結晶粒径: $183\mu\text{m}$

415°C - 24h均質化处理材



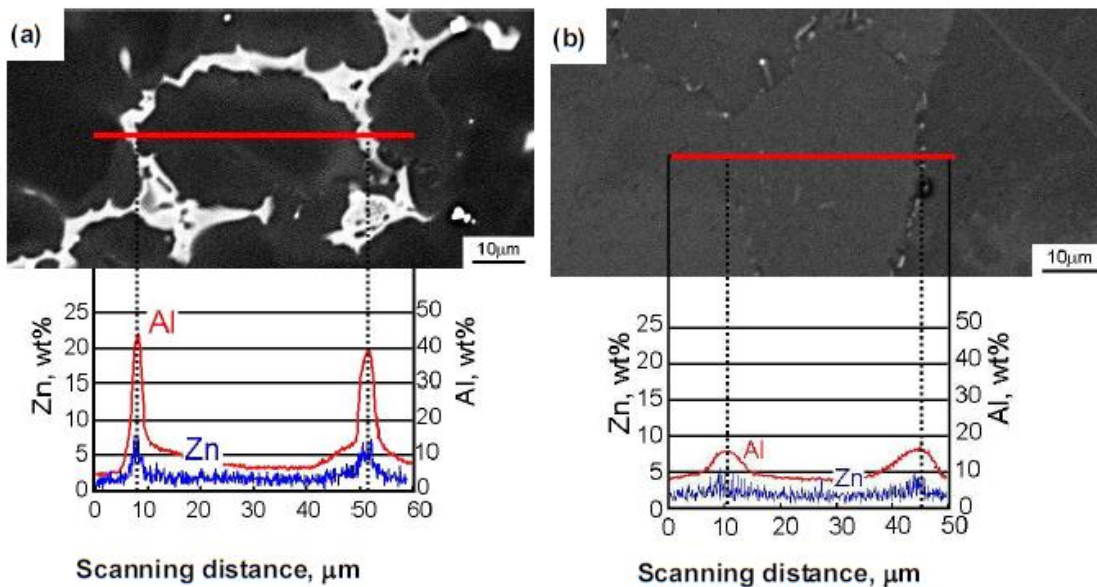
均質化处理により粒界の β 相はほぼ消失する。

平均結晶粒径: $173\mu\text{m}$

事業原簿
p.III-2.2-16

p.19/46

供試材の組織

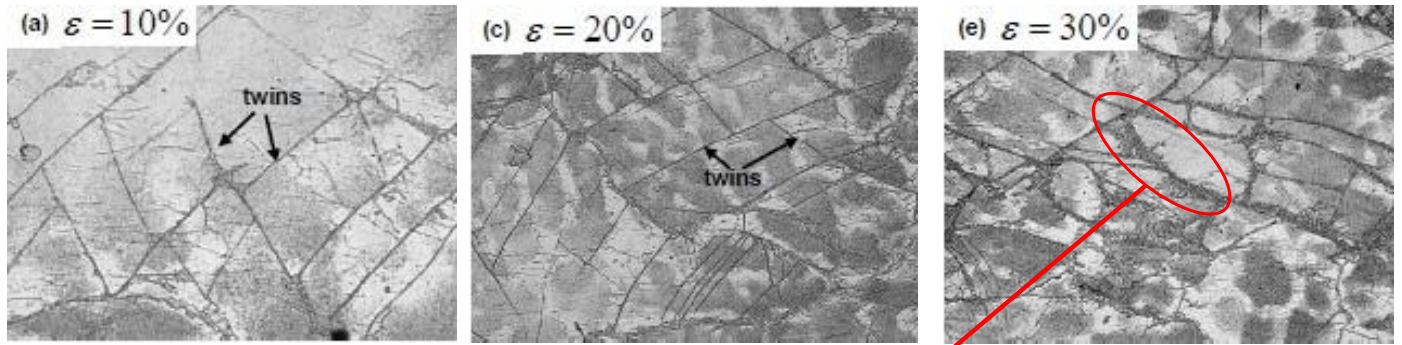


415°C - 24時間の均質化处理後、粒界の β 相はほぼ消失するものの、粒界での溶質濃度は粒内よりもやや高い。

事業原簿
p.III-2.2-16

p.20/46

300°Cにおける高温圧縮変形中のAZ91均質化材の再結晶挙動



- 双晶同士が交差する箇所や双晶内部およびその近傍に、**動的再結晶**により微細結晶粒が形成する。

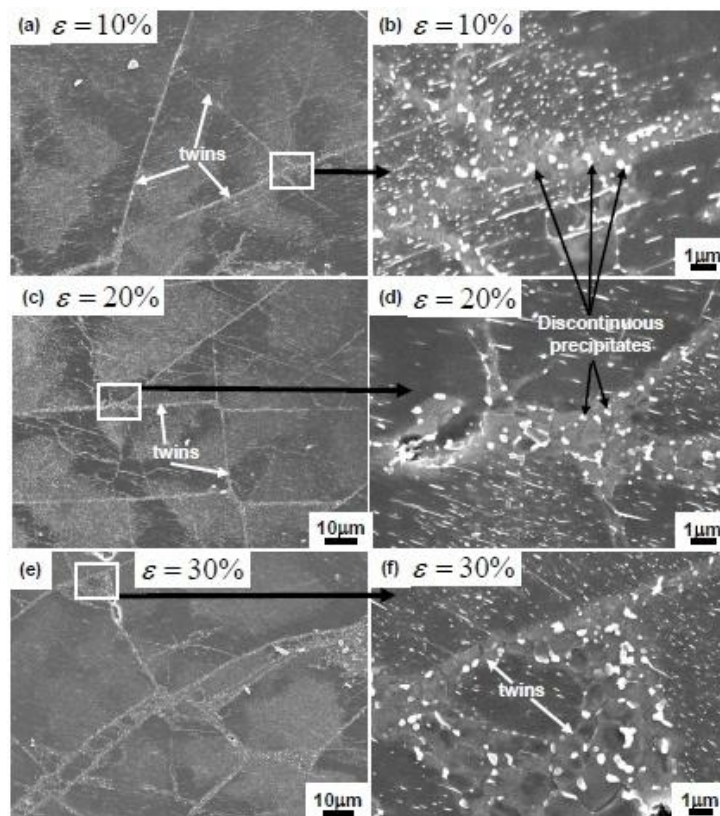
世界初の知見！

動的再結晶粒が双晶同士が交差する箇所や双晶内部およびその近傍から形成されることを世界で初めて明らかにし、報告した。

事業原簿
p.III-2.2-15,16

p.21/46

300°Cにおける高温圧縮変形中のAZ91均質化材の再結晶挙動



- **均質化処理**によって粒内に溶質元素が十分に固溶しているため、圧縮加工中に**動的析出**が再結晶粒の粒界で生じる。そのため、再結晶粒の粗大化が顕著に抑制される。

動的再結晶と**動的析出**の相乗効果によって結晶粒微細化が起こる。

高温変形後の結晶粒微細化に対して**均質化処理**は有効である。

AZ91合金の高温圧縮後の結晶粒微細化は動的再結晶と動的析出の相乗効果で生じることを世界で初めて明らかにした。

事業原簿
p.III-2.2-15,17

世界初の知見！

p.22/46

マグネシウム合金の動的再結晶挙動に対する第二相粒子の効果

【成果】

マグネシウム合金の動的再結晶粒微細化に対する均質化処理の有効性、動的析出の効果を一層明らかにした。

この結果から、本研究の試作鍛造で用いたAZ91(Mg-9%Al-1%Zn)は、通常鍛造素材として用いられるAZ31(Mg-3%Al-1%Zn)やAZ61(Mg-6%Al-1%Zn)よりも動的析出が利用できるために結晶粒微細化という点では有利であると言える。

本研究における鍛造素材選択の妥当性が学術的に裏付けられた。

事業原簿

p.III-2.2-18

p.23/46

②(1)b(イ)

鍛造部材のミクロ組織解析と 機械的性質との関係解明

産業技術総合研究所
素形材センター

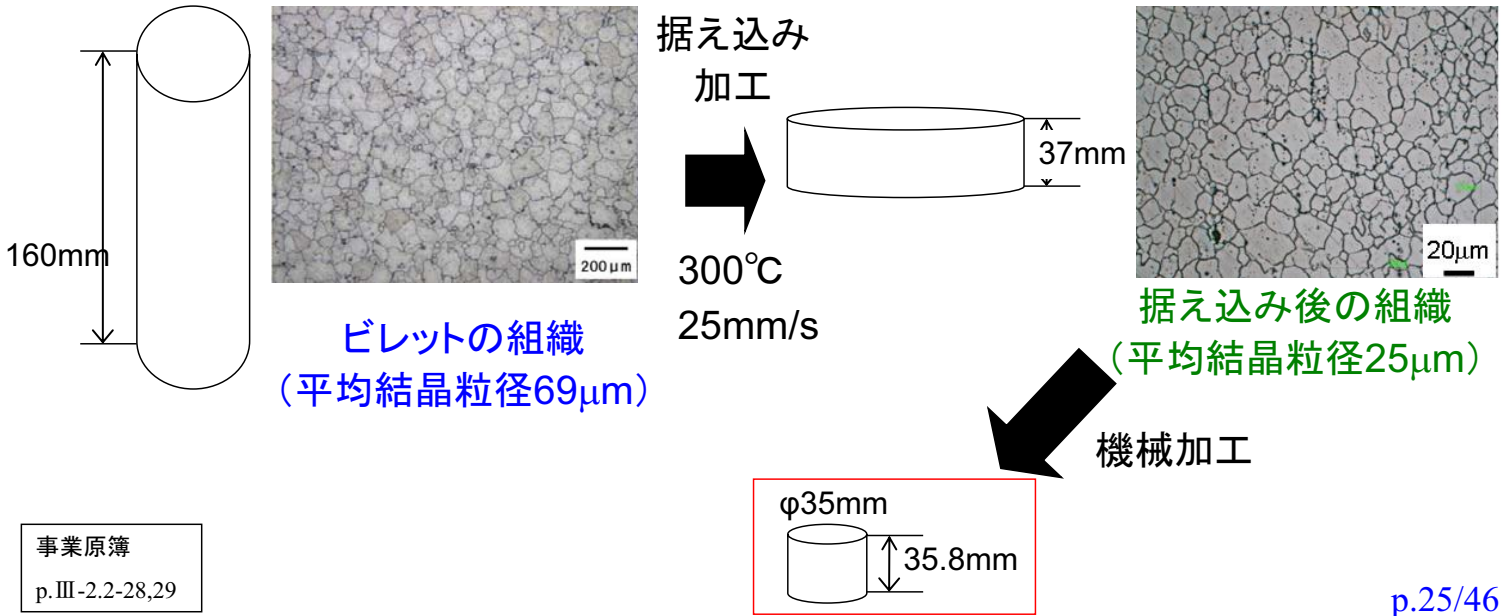
p.24/46

AZ91合金連続鍛造材の鍛造温度低温化

素材: AZ91 マグネシウム合金連続鍛造材 (外径56mm)

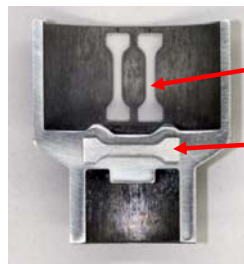
鍛造前処理: 410°C - 24時間の均質化熱処理

- ・ 連続鍛造材ビレットから下の手順でブランク材を作製した。
- ・ 黒鉛系潤滑剤を使用。



鍛造条件および引張試験条件

- 金型表面にはDLCをコーティングし、金型潤滑はシリコンオイルを使用。
- 材料潤滑はシリコンオイルを使用。
- 鍛造温度: 250°C、225°C、200°C、175°C、150°C
- 鍛造速度: 1mm/sec

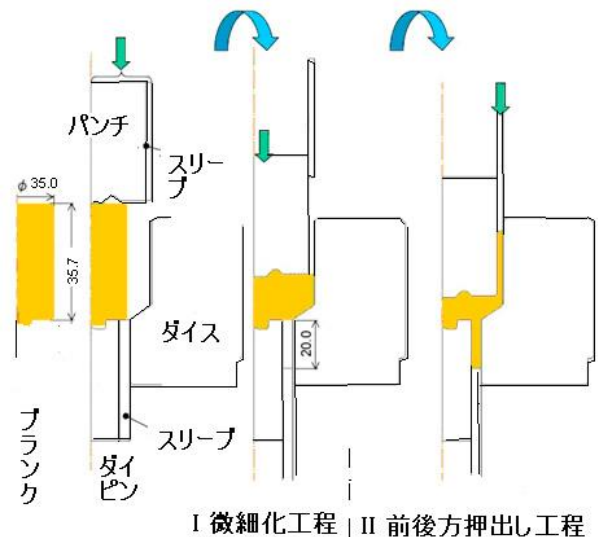


後方押出部

底部

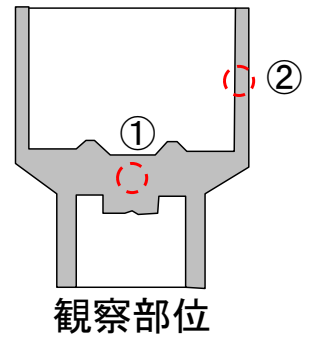
試作鍛造品形状 引張試験片採取位置

試験片寸法:
平行部長さ10mm、
標点間距離8mm
幅2mm、
厚さ2.5mm

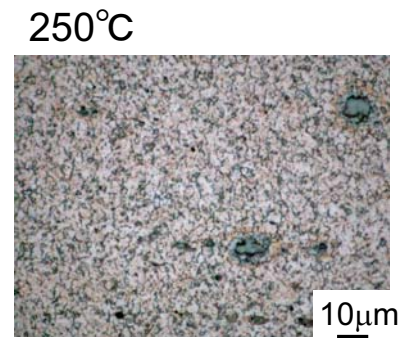
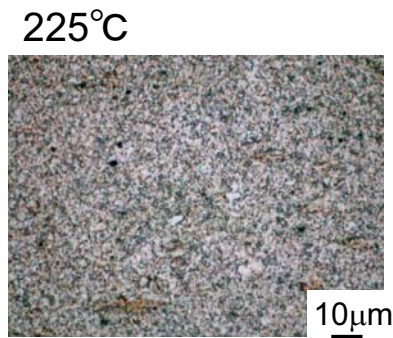
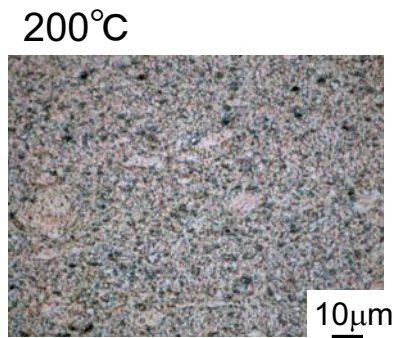
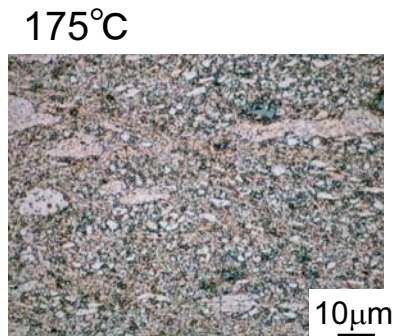
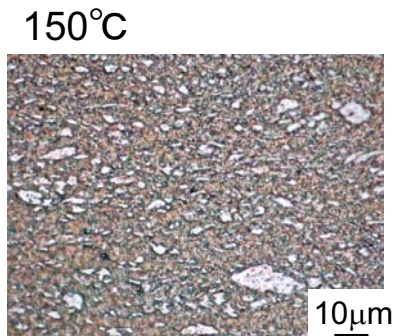


部位①

鍛造品の組織(1)



観察部位

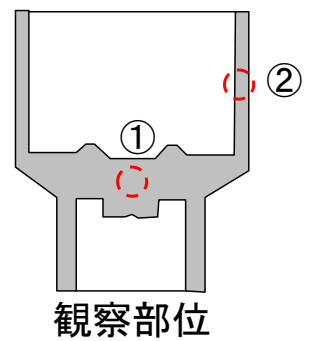


- 温度250°Cでは全体に均一で極めて微細な結晶粒組織になっている。
- 鍛造温度が低いと微細組織の中に粗い結晶粒が混在するようになる。
- 温度175°C以下になると不均質な組織になる。

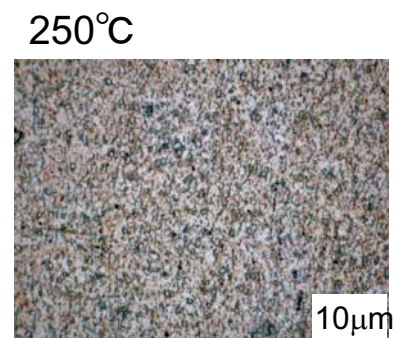
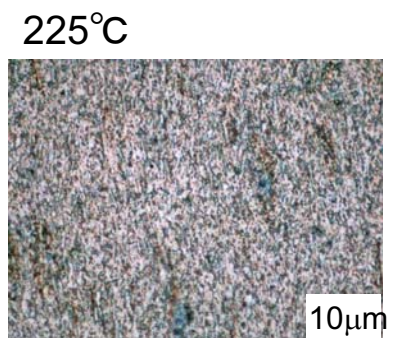
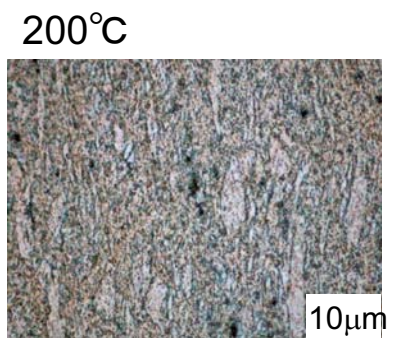
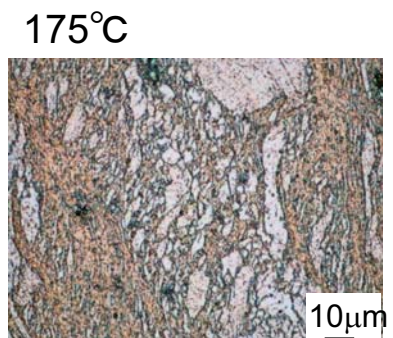
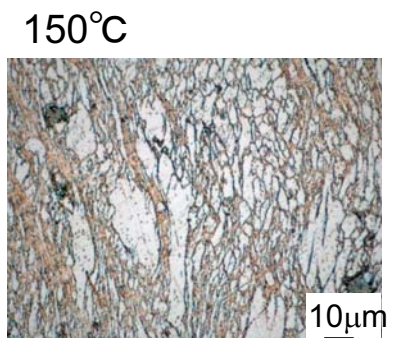
事業原簿
p.III-2.2-31

部位②

鍛造品の組織(2)



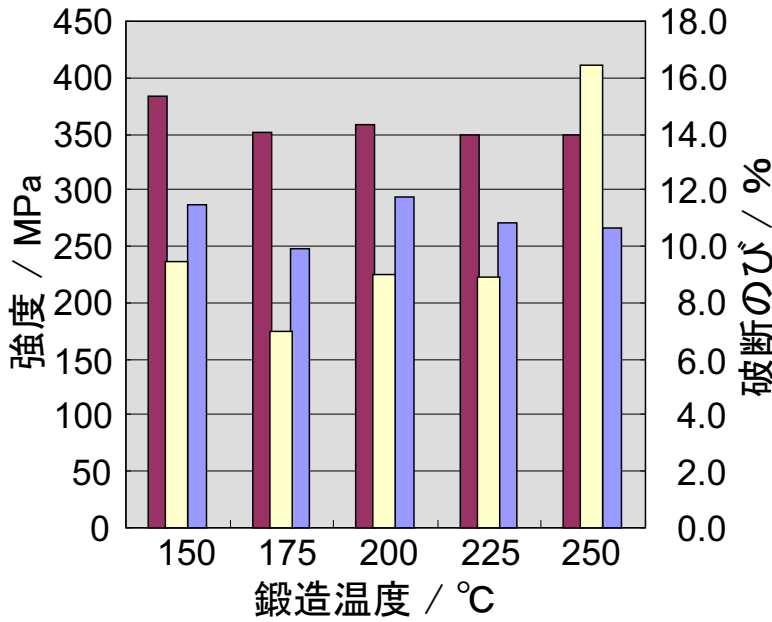
観察部位



- 部位①と同様に、温度175°C以下になると不均質な組織になる。

事業原簿
p.III-2.2-31

室温引張特性(底部)



150°Cでの鍛造は、
世界初の成果！

最終鍛造温度 (°C)	引張強度 (MPa)	0.2%耐力 (MPa)	破断伸び (%)
150	383	288	9.5
175	351	247	7.0
200	358	293	9.0
225	354	282	6.8
250	348	267	16.4
300	334	204	20.7

AZ91マグネシウム合金連続鍛造材を150°Cという低温で鍛造した例は他になく、世界で初めての成果である。

	引張強度 (MPa)	0.2%耐力 (MPa)	破断伸び (%)
鍛造素材	275	120	20.0

○鍛造温度250°Cで伸びと強度のバランスがすぐれていた。

事業原簿
p.III-2.2-32

p.29/46

鍛造温度の低温化

○適切な素材を選択し、適切な熱処理を行い、動的再結晶による結晶粒微細化を十分に発現させ、金型に適切なコーティングを施すことで鍛造温度の低温化が可能である。

○しかし、鍛造温度が低くなると組織が不均質になる。この結果は、AZ91合金において組織と機械的特性のバランスがとれた鍛造条件が存在することを示唆している。

事業原簿
p.III-2.2-32

p.30/46

検討内容－2)

疲労強度の向上

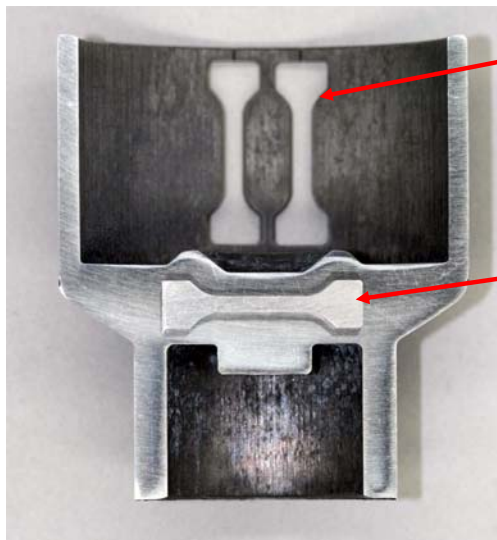
p.31/46

研究開発項目②(2) 疲労強度の向上

鍛造組織形成技術の基盤技術の構築

AZ91合金(DC鋳造材、均質化処理材)をさまざまな条件で鍛造したあと、鍛造品から試験片を採取し、室温で疲労試験を行なった。

疲労試験片採取位置と試験片寸法



後方押出部

底部

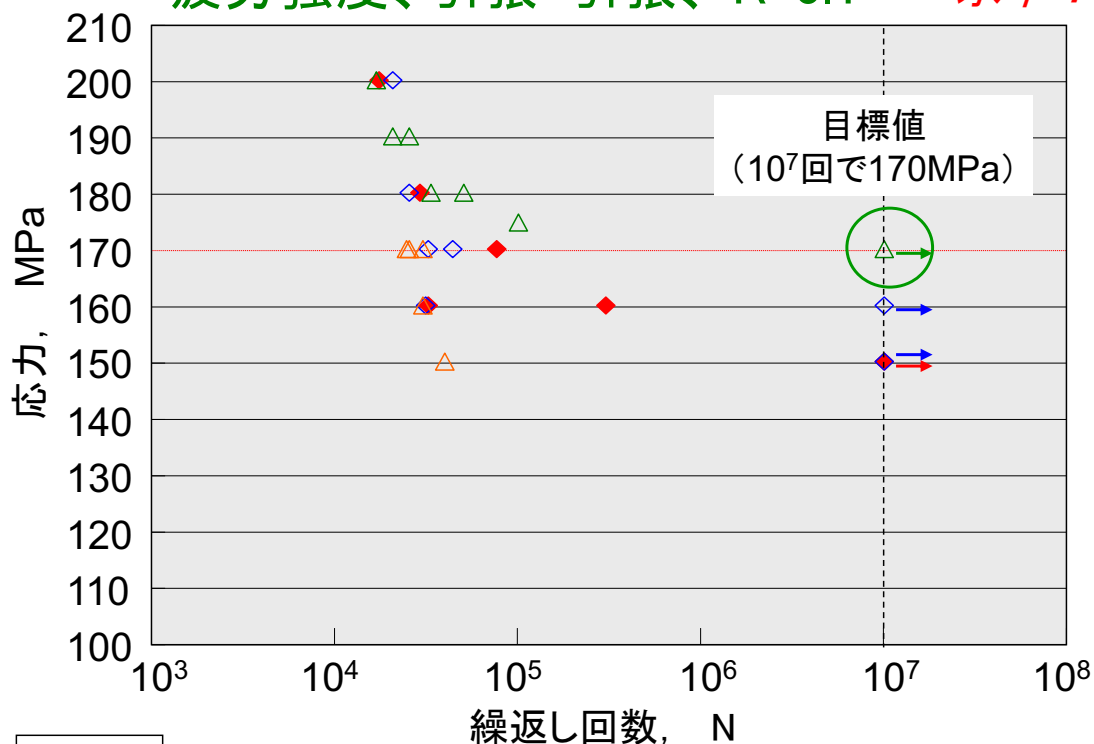
試験片寸法：
平行部長さ10mm、
標点間距離8mm
幅2mm、
厚さ2.5mm

鍛造速度：1mm/s

室温疲労特性

AZ系マグネシウム合金の
疲労強度としては世界最高
水準！

疲労強度、引張-引張、R=0.1



- ◆ 300°C空冷、底部
- ◇ 300°C水冷却、底部
- △ 300°C水冷却、底部
- △ 250°C水冷却、底部

鍛造温度を低温化し、
微細結晶粒組織を
形成させることで、
疲労強度向上を実現
した。

事業原簿

p.III-2.2-33

p.33/46

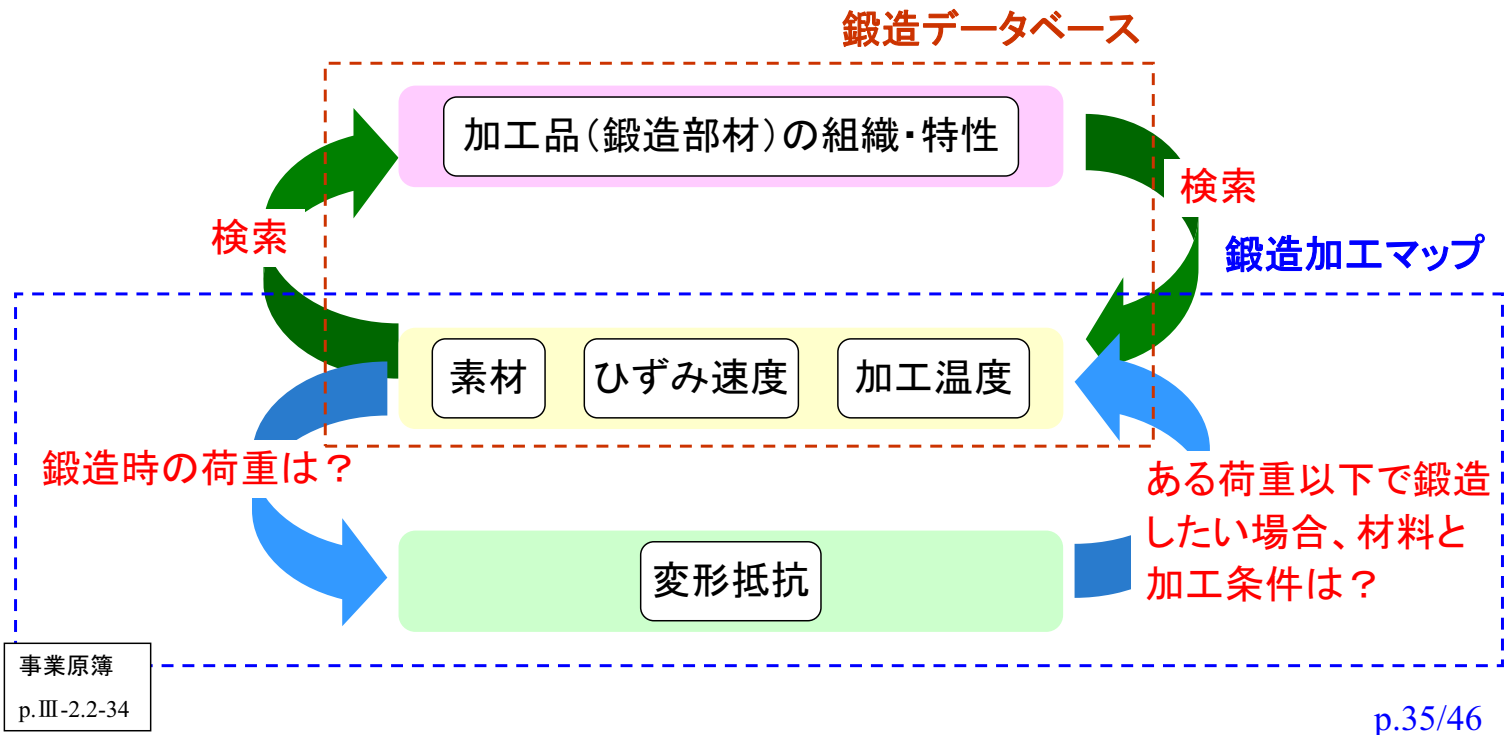
検討内容-3)

鍛造加工マップの構築

p.34/46

鍛造加工マップの構築

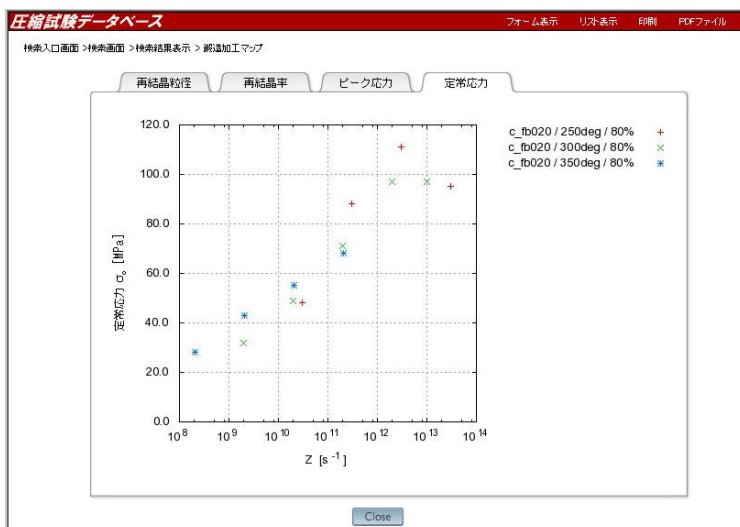
- 鍛造加工マップとは、鍛造条件と変形抵抗の関係をまとめたもの。
- マップから最適鍛造条件が導出できるようにする。
- マップとデータベースは下のような関係になる。



鍛造加工マップの構築

【第一ステップ】

研究開発項目①で構築した鍛造データベースから、素材の鍛造条件(Zパラメータ)と鍛造加工性(変形抵抗)の関係をグラフ化する。



$$Z = \dot{\epsilon} \exp\left(\frac{Q}{RT}\right)$$

Z: 加工条件を表す項

$\dot{\epsilon}$ ひずみ速度

T 加工温度

変形抵抗(σ)とZパラメータがほぼ直線関係にある。

鍛造加工マップの構築

【第二ステップ】

- 変形抵抗(σ)とZパラメータを直線で近似する。

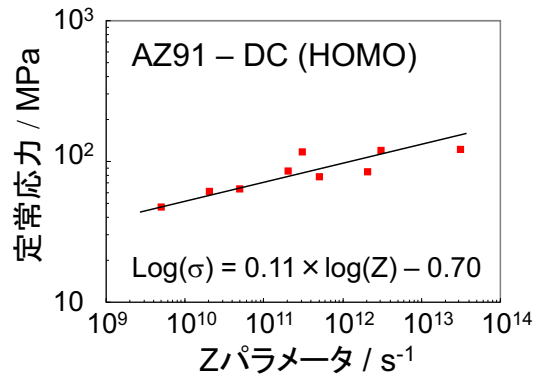


【第三ステップ】

- 求めた関係式を使い、変形抵抗(σ)が50MPaから300MPaの範囲でZパラメータを求める。



σ_p (MPa)	Z(s^{-1})	log(Z)
50	2.69E+09	9.429601
60	1.49E+10	10.17428
70	6.37E+10	10.8039
80	2.24E+11	11.3493
90	6.77E+11	11.83038
100	1.82E+12	12.26072
110	4.47E+12	12.65001
120	1.01E+13	13.0054
130	2.15E+13	13.33233
140	4.32E+13	13.63502
150	8.26E+13	13.91682
160	1.52E+14	14.18042
170	2.68E+14	14.42804
180	4.59E+14	14.6615
190	7.63E+14	14.88233
200	1.24E+15	15.09184
210	1.95E+15	15.29112
220	3.03E+15	15.48113
230	4.6E+15	15.66269
240	6.86E+15	15.83652
250	1.01E+16	16.00325
260	1.46E+16	16.16345
270	2.08E+16	16.3176
280	2.93E+16	16.46614
290	4.07E+16	16.60947
300	5.6E+16	16.74794



鍛造加工マップの構築



【第四ステップ】

- ひずみ速度が $0.01s^{-1}$ から $10s^{-1}$ の範囲で、第二ステップで求めたZパラメータから温度を求める。
- これによって、ひずみ速度、加工温度、変形抵抗の関係が分かる。

AZ91 – DC (HOMO) $\phi 155mm$

σ_p (MPa)	Z (s^{-1})	ひずみ速度(s^{-1})					
		0.01	0.1	1	10	1.0E+02	1.0E+03
50	2.69E+09	617	676	748	837	950	1097
60	1.49E+10	580	631	693	769	863	983
70	6.37E+10	551	598	653	720	801	904
80	2.24E+11	529	571	622	682	755	845
90	6.77E+11	510	550	596	651	718	799
100	1.82E+12	495	532	575	627	688	762
110	4.47E+12	482	517	558	606	662	731
120	1.01E+13	470	504	542	588	641	705
130	2.15E+13	460	492	529	572	623	683
140	4.32E+13	451	482	517	558	606	663
150	8.26E+13	443	473	507	546	592	646
160	1.52E+14	436	465	498	535	579	631
170	2.68E+14	429	457	489	525	568	617
180	4.59E+14	423	450	481	516	557	605
190	7.63E+14	418	444	474	508	548	594
200	1.24E+15	413	438	467	501	539	583
210	1.95E+15	408	433	461	494	531	574
220	3.03E+15	404	428	456	487	523	565
230	4.6E+15	399	423	450	481	516	557
240	6.86E+15	396	419	446	476	510	550
250	1.01E+16	392	415	441	470	504	543
260	1.46E+16	388	411	436	465	498	536
270	2.08E+16	385	407	432	461	493	530
280	2.93E+16	382	404	428	456	488	524
290	4.07E+16	379	401	425	452	483	518
300	5.6E+16	376	398	421	448	478	513

鍛造加工マップの構築

鍛造温度を150°C~400°Cとし、前のスライドの表を整理する。ひずみ速度ごとに縦軸に変形抵抗、横軸に温度をプロットしたものが鍛造加工マップとなる。

AZ91 – DC (HOMO)
φ155mm

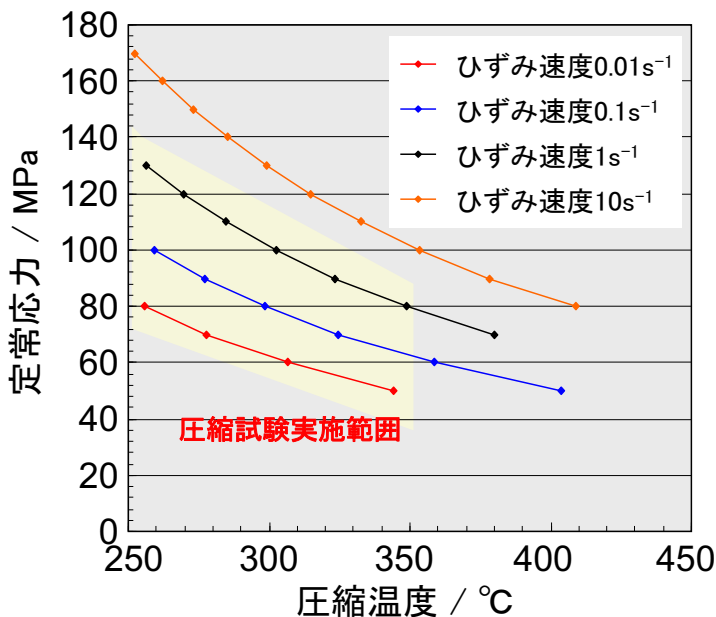
- ひずみ速度、加工温度、変形抵抗の関係が分かる。

σ_p (MPa)	ひずみ速度(s^{-1})					
	0.01	0.1	1	10	100	1000
	鍛造温度 (°C)	鍛造温度 (°C)	鍛造温度 (°C)	鍛造温度 (°C)	鍛造温度 (°C)	鍛造温度 (°C)
50	344	403				
60	307	358				
70	278	325	380			
80	256	298	349	409		
90	237	277	323	378		
100	222	259	302	354		
110	209	244	285	333	389	
120	197	231	269	315	368	
130	187	219	256	299	350	410
140	178	209	244	285	333	390
150	170	200	234	273	319	373
160	163	192	225	262	306	358
170	156	184	216	252	295	344
180	150	177	208	243	284	332
190		171	201	235	275	321
200		165	194	228	266	310
210		160	188	221	258	301
220		155	183	214	250	292
230		150	177	208	243	284
240			173	203	237	277
250			168	197	231	270
260			163	192	225	263
270			159	188	220	257
280			155	183	215	251
290			152	179	210	245
300				175	205	240

事業原簿
p.III-2.2-36

試作した鍛造加工マップの例

AZ91 (DC – 直径155mm – HOMO)



研究成果を汎用性のあるものに再構築！

この図から、任意の鍛造温度とひずみ速度で加工した場合の変形抵抗を見積もることが可能となる。

マップ作成の基となる圧縮試験の温度とひずみ速度が限られているため、その範囲外については推測値となる。

鍛造加工マップと鍛造データベースを組み合わせることで更に強力なツールとなる

事業原簿
p.III-2.2-36

まとめ

p.41/46

研究開発項目② 成果の意義

成果の意義(1)

○新しい技術領域の開拓

組織制御技術と塑性加工技術を融合した新しいものづくりのための基盤技術を開発した。

○成果の水準

本研究は、マグネシウム合金の鍛造時の組織制御を、計算機支援技術、原子オーダーからマイクロレベルまでの組織解析技術を駆使して明らかにするものであり、動的再結晶粒径が積層欠陥エネルギーに依存すること、AZ91合金の高温圧縮後の結晶粒微細化は動的再結晶と動的析出の相乗効果で生じることなどを世界で初めて見出すなど、世界初の成果も得られており、非常に高い水準にある。

成果の意義(2)

○成果の優位性

マグネシウム合金の組織制御に関する理論的な裏づけのもとに、最適鍛造条件を企業に提案することが出来る点で、本事業の成果が従来の研究よりも優位性を持つ。

○成果の汎用性

本研究の成果のひとつである鍛造加工マップは、任意の鍛造条件(鍛造温度とひずみ速度)と変形抵抗の関係を示すものであり、鍛造現場で最適鍛造条件を導出するためのツールとして汎用性を持つ。

事業原簿

p.III-2.2-37

p.43/46

成果の普及

	H18	H19	H20	H21	H22	合計
論文(査読あり)		3	2	9	5	19
研究発表・講演	3	7	17	17	18	62
特許出願						
受賞実績		1		3	4	8
展示会への出展				3	3	6

○ 受賞: 日本金属学会論文賞若手講演論文部門(2009年9月15日)ほか

○ 展示会: nanotech 2011(2011年2月16日～18日)ほか

実用化への見通し

集中研および大学で得られた基礎的知見に基づき新規鍛造プロセスを開発、その成果を企業でのものづくりに活用することで実用化を図る。

実用化に資する委託事業の成果

- ★高信頼性マグネシウム鍛造部材創製プロセスの開発
 - ・結晶粒微細化制御技術の適用
 - ・鍛造温度低温化、鍛造部材の疲労強度向上
- ★マグネシウム鍛造加工マップの構築

マグネシウム鍛造最適化、試作、実用化

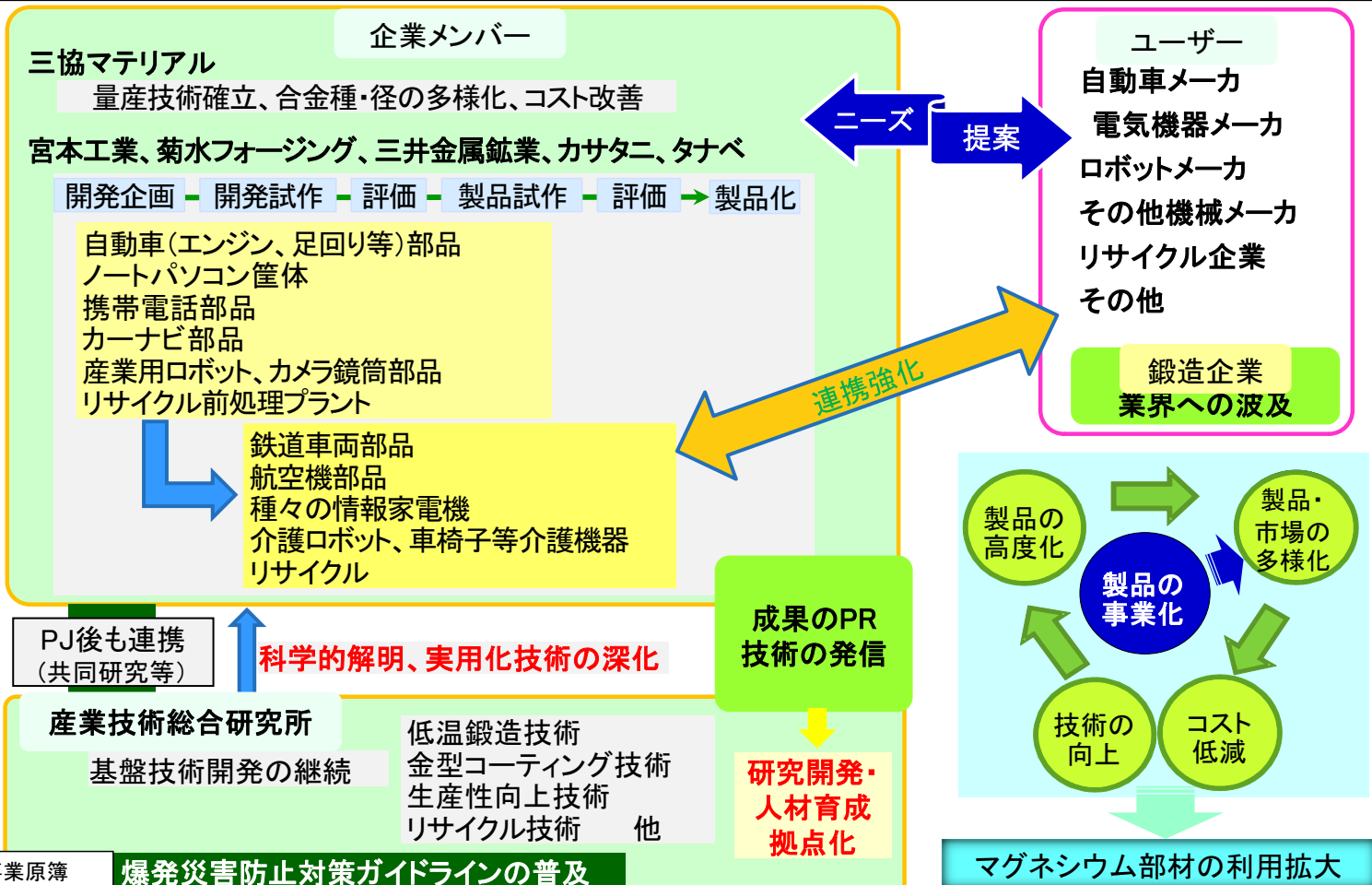
- 材料の最適化(高強度、高靱性)、低コスト化
- 機械的特性の確保(高強度、伸び)
- 鍛造加工性の向上、鍛造温度の低温化

- 高品質Mg部品の試作
⇒事業化での品質確保、高生産性、低コスト化に見通し

事業原簿
p.IV-1-1~6

p.45/46

研究開発項目② 波及効果



事業原簿
p.IV-1-16,17

p.46/46