

平成 23 年度
広島大学博士論文

自動車部品への適用のためのマグネシウム合金の
強度改善とその成形法に関する研究

(A Study on Strength Improvement and Forming Methods of
Magnesium Alloy for Applying to Automobile Parts)

平成 24 年 3 月

山本 幸男

目次

	頁
1 緒論	1
1.1 緒言	2
1.2 自動車を取りまく環境問題	2
1.3 自動車への軽量化要求	4
1.4 軽量化技術の動向	6
1.5 マグネシウム合金およびマグネシウム技術の概観	11
1.6 自動車へのマグネシウム適用の現状	21
1.7 自動車部品へのマグネシウム合金の適用拡大の課題	25
1.8 マグネシウム合金の高強度化に関する従来の研究の展望	27
1.9 本研究の目的と意義	31
1.10 結言	34
2 Al-Zn 系マグネシウム合金連続鋳造材の結晶粒径および材料組成が鍛造性と強度特性に及ぼす影響	35
2.1 緒言	36
2.2 実験方法	36
2.3 実験結果と考察	44
2.4 実部品への適用性検討	56
2.5 結言	62
3 Al-Zn 系マグネシウム合金の強度特性に及ぼす結晶粒径の影響と鋳造鍛造法の自動車部品への適用性	63
3.1 緒言	64
3.2 実験方法	64
3.3 実験結果と考察	67
3.4 自動車部品への適用性検討	73
3.5 結言	78

4	半溶融射出成形法を適用した Al-Zn 系マグネシウム合金の鑄造鍛造法 の実用性検討	79
4.1	緒言	80
4.2	実験方法	80
4.3	実験結果と考察	84
4.4	実部品への適用性検討	87
4.5	結言	94
5	半溶融射出成形を適用したマグネシウム合金鑄造鍛造材の強度特性に及ぼす 内部欠陥と熱処理条件の影響	95
5.1	緒言	96
5.2	半溶融射出成形法を適用した鑄造鍛造法	96
5.3	実験方法	97
5.4	実験結果と考察	100
5.5	結言	107
6	半溶融射出成形をした Al-Ca 系マグネシウム合金の鍛造性と鍛造部材 の機械的性質	108
6.1	緒言	109
6.2	実験方法	109
6.3	実験結果と考察	110
6.4	結言	121
7	今後のマグネシウム合金鍛造部材の設計指針	121
7.1	緒言	122
7.2	マグネシウム合金鍛造部材の設計指針	122
7.3	結言	124
8	結論	125
	参考文献	132
	本論文関連出願特許	149
	本論文関連発表	152
	謝辞	155

第 1 章

緒論

第1章 緒論

1.1 緒言

マグネシウムの比重は構造用の金属材料の中で最も小さく、半世紀にわたり自動車部品への適用実績のある材料である。近年の地球温暖化防止に向けた自動車の低燃費化に関連する日欧米の自動車メーカーの活発な技術競争のなか、マグネシウムは有力な自動車の軽量化材料として期待をされている。しかし、鉄系材料やアルミニウムに比較し、適用部位の要件を満足させるマグネシウム合金の種類も少なく、今後の適用展開にむけて研究課題も多く存在する。本章では、自動車の軽量化に関連する技術動向を展望し、軽量化手段としてのマグネシウムの位置づけを明らかにする。さらに、マグネシウム技術の現状と今後の自動車への適用拡大にむけた課題を整理し、その課題に関連する従来研究を総括した上で、本研究の目的と意義を述べる。

1.2 自動車を取りまく環境問題

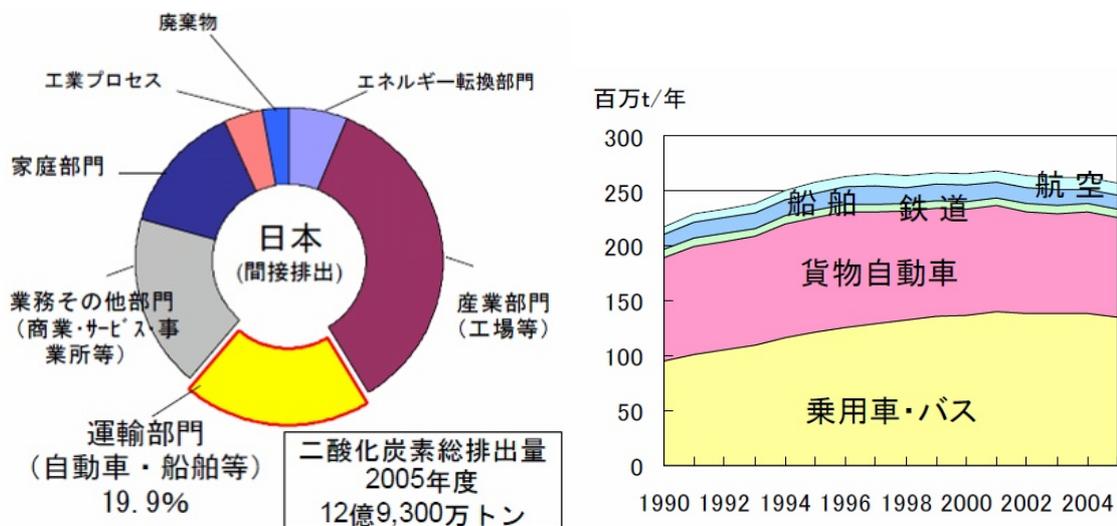
1.2.1 自動車の燃費規制

石油などの地球資源の枯渇、環境負荷物質の排出や二酸化炭素(CO₂)増加による地球温暖化など、環境問題への対応という社会的要請が一層、高まってきており、自動車には、CO₂排出削減にむけた更なる燃料消費量の低減と、水素、バイオマス、電気など化石燃料を代替するエネルギーの利用拡大が求められている。図 1.1 は日本の 2004 年の CO₂ 排出量を示す⁽¹⁾。図 1.1(a)は、その部門別比率を、図 1.1(b)は運輸部門の内訳を示す。運輸部門のエネルギー消費量は自動車はその 8 割を占めている。特に自家用自動車による消費量増加は大きく、1990 年から 2001 年の間に約 60% 増加している。図 1.2 は EU、日本、米国の燃費規制動向を示す。このなかでは EU の CO₂ 削減に基づいた規制が最も厳しく、2012 年から段階的に実施し、2015 年までに走行距離 1 km 当たりの CO₂ 排出量を現状の 160g (EU 平均) から 130g まで抑える規制策である。これはメーカーごとに排出枠を設定して、超過した企業には制裁金を課すものである。2020 年には 95 g/km (換算値で約 25km/L) という基準が検討されており、1995 年時点の実績値である 185 g/km から考えると、厳しい基準である。

2007 年 7 月に日本の経済産業省と国土交通省は 2015 年までに自動車の燃費基準値を 2004 年実績に比べ、乗用車で 23.5% 改善することを求めた乗用車等の新たな燃費基準を策定したが、2011 年には、目標年度を 2020 年度とする乗用自動車の新たな燃費基準案を発表した。新燃費基準を達成した場合、乗用車における 2020 年度の燃費の推計値は 20.3km/L。2009 年度の実績値 16.3km/L と比べると 24.1%、現行燃費基準 (2015 年度目標) の水準の 17.0km/L と比べると 19.6%、燃費改善が必要とされる。

米国は 1975 年に世界で最初に燃費規制を施行した国である。自動車メーカーが生産する乗用車と小型トラックに対して燃費平均の改善を規定した企業平均燃費 (CAFE: Corporate Average Fuel Economy) が実施された。2007 年の基準 27.5miles/gallon (約 11.69km/L) に対して、2020 年までに 35miles/gallon (約 14.88km/L) の改善基準を検討している。

一方、交通事故による死亡事故増加という社会問題に対応し、衝突時の安全性を確保するために車両重量は増加傾向にあり、これが燃費悪化の要因になる。このような背景から日米欧の自動車メーカーによる燃費開発競争は一層激しくなっている。



(a) 部門別比率

(b) 交通機関別比率

Fig. 1.1 Amount of energy consumption in Japan in 2004⁽¹⁾

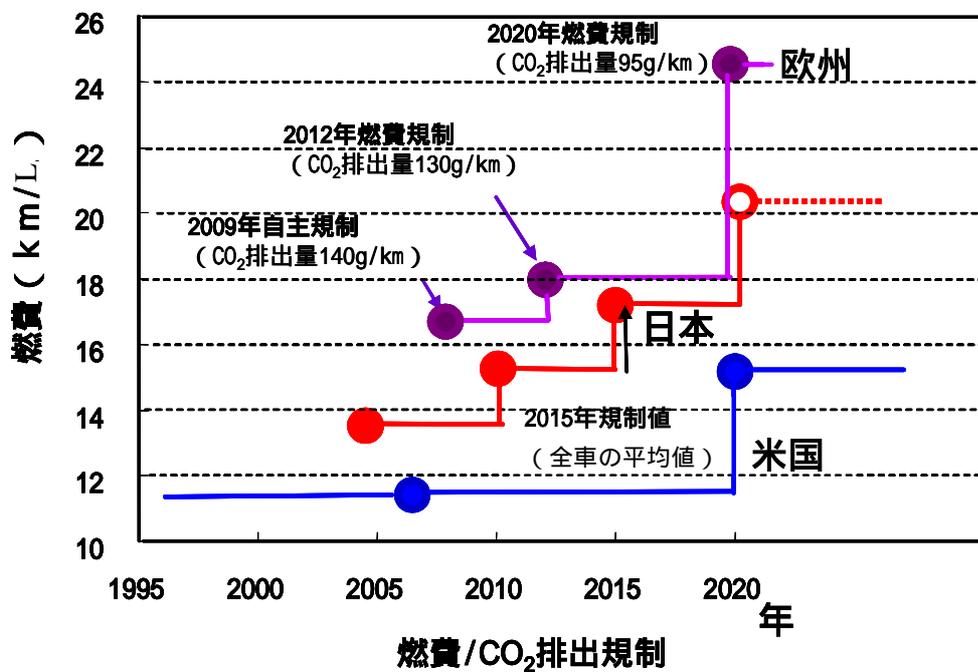


Fig. 1.2 Regulation trend on fuel consumption in Europe, US and Japan

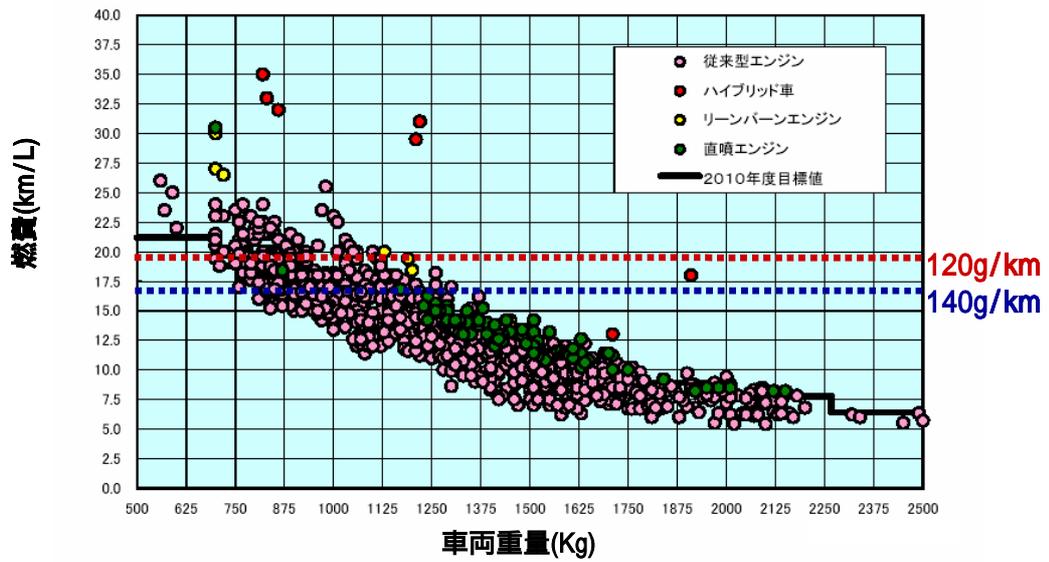


Fig. 1.4 Relationship between vehicle weight and fuel consumption ⁽²⁾

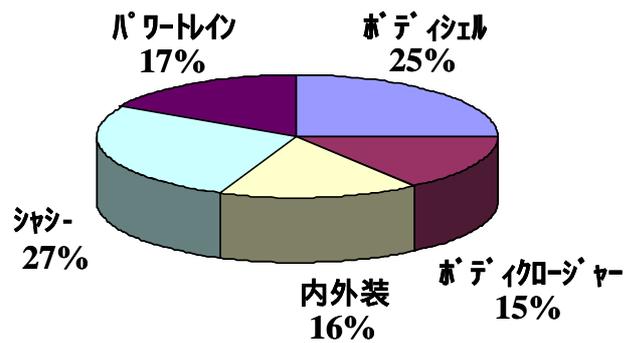


Fig. 1.5 Ratio of each part to total vehicle weight

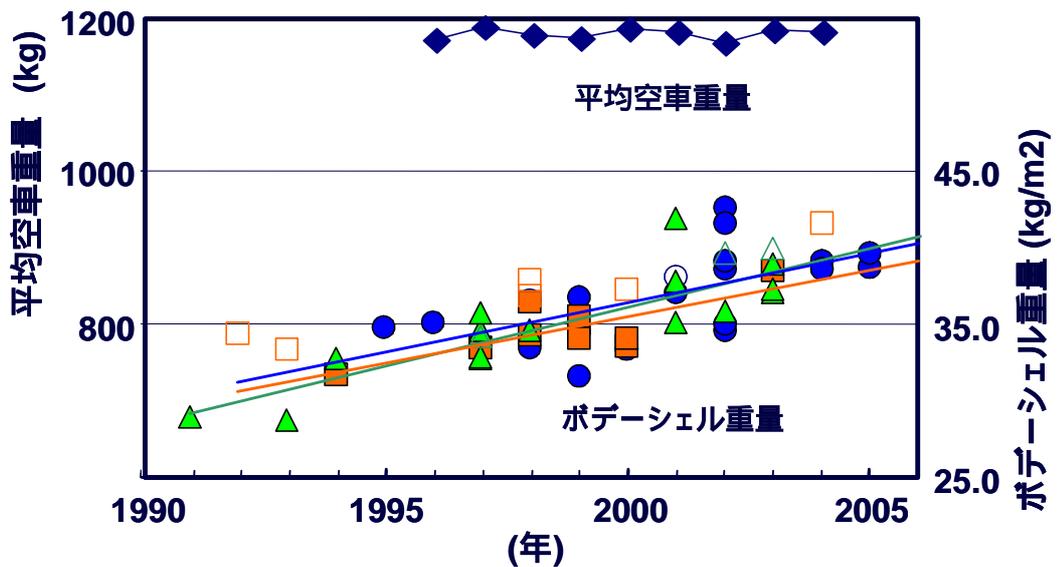


Fig. 1.6 Transition of body weight for recent 30 years in Japan

1.4 軽量化技術の動向

1.4.1 鉄鋼関連の軽量化技術

表 1.1 は 1973 年から約 30 年間の自動車に適用されている材料別比率の推移を示す。2001 年の比率は鉄系材料が約 70%を占めており、アルミニウムは約 8%、樹脂は約 8%である。これまで、自動車用材料には原料価格の安い鉄系材料が採用されてきた。しかし、エンジンプロックやロードホイールなどへのアルミニウム鋳造品の適用が徐々に増えており、現在では、ほぼ標準化されてきている。また、形状自由度が大きく、部品統合化のできる樹脂部品も内装品を主体にその適用を増やしてきている。鋼板については 1980 年代の燃費規制に対応するために、高張力鋼板の比率が増えたが、1990 年代には一旦、減少傾向にあった。計算解析手法の進歩による構造の最適化がその要因であるが、最近の軽量化ニーズに応えるために、一層の高強度鋼板による薄肉化と、その薄肉化による剛性低下を補うために連続溶接や接着剤などの適用が検討されている⁽³⁾⁻⁽⁸⁾。

1994 年から、国際鉄鋼協会(International Iron and Steel Institute)が中心となった軽量化プロジェクト ULSAB(Ultra Light Steel Auto Body)が実施された。これは世界の鉄鋼会社 35 社が出資し、鉄鋼材料と加工法を駆使して、安全・軽量の鋼板車体を開発するプロジェクトである。当時の量産車のボディ重量 271kg に対して、価格増加なしで約 70kg (25%) の軽量化が可能であることが示された。また、ドアやトランクリッドなどを対象にした ULSAC (Ultra Light Steel Auto Closure)、サスペンションを対象にした ULSAS(Ultra Light Steel Auto Suspension)も実施され、価格増なしに約 30%の軽量化が可能なが示されている。そして、これらの成果は 1997 年から 2001 年にかけて実施された ULSAB-AVC (Ultra Light Steel Auto Body - Advanced Vehicle Concept) プロジェクトに反映され、車両レベルでの軽量化が検討された。その結果、高い衝突安全性を確保しつつ低価格で約 20~30%の軽量化を達成することができたことを報告している⁽⁹⁾⁻⁽¹¹⁾。

ULSAB-AVC に織り込まれた主要軽量化技術は以下のとおりである。

- 高張力鋼板：構成部材のほぼ 100%に適用。そのうちの約 80%を降伏応力が 400MPa を超える高張力鋼板 AHSS (Advanced High Strength Steel)が占める。
- ハイドロフォーム： 鋼管の内部に高圧の液体を注入し成形加工する技術。
- テーラードブランク： 板厚の異なる鋼板をつないでいちどにプレスする技術。
- レーザー接合： レーザーによる連続溶接。

この他、最近では、熱間でプレス成形と同時に焼入れすることで、1800MPa の引張強さを得る製造法も採用されてきている。

図 1.7 は 2007 年に商品化された小型自動車のボディへの高張力鋼板の種類とその適用部位を示す。ULSAB で検討された技術が織り込まれ、特に、高張力鋼板は UHSS(Ultra High Strength Steel)と呼ばれる引張強さが 780 MPa を超える超高張力鋼が適用されるとともに、590MPa 級高張力鋼板の適用比率も前モデルに比較して拡大している。

Table1.1 Transition of weight ratio of materials applied to automotive car

		1973年	1977年	1980年	1983年	1986年	1989年	1992年	1997年	2001年
鉄鉄	鉄鉄	3.2	3.2	2.8	2.2	1.7	1.7	2.1	1.8	1.5
普通鋼鋼材	冷延薄板	38.9	37.9	33.8	29.4	26.0	22.5	15.0	13.3	13.5
	高張力鋼板	-	0.5	1.4	4.1	7.3	6.4	3.9	3.8	2.7
	亜鉛メッキ鋼板	1.6	3.8	5.7	5.5	5.4	10.0	14.8	12.3	14.6
	その他表面処理鋼板		0.6	1.5	2.3	2.8	2.9	5.4	6.7	5.7
	小計	60.4	61.6	60.5	59.5	57.7	56.9	54.9	52.1	54.8
特殊鋼鋼材	炭素鋼鋼材	7.9	6.8	6.1	6.0	6.1	6.0	5.8	6.8	5.8
	合金鋼鋼材	5.6	4.6	3.8	3.6	3.4	3.5	3.7	3.3	4.3
	ステンレス鋼・耐熱鋼鋼材	0.4	0.9	0.9	0.9	1.0	1.0	1.4	1.5	1.7
	小計	17.5	16.1	14.7	14.3	15.0	15.1	15.3	16.9	16.7
非鉄金属	アルミ	2.8	2.6	3.3	3.5	3.9	4.9	6.0	7.5	6.2
	小計	5.0	4.7	5.6	5.6	6.1	7.4	8.0	9.6	7.8
樹脂	塩化ビニル樹脂	0.9	1.1	1.4	1.7	1.7	1.6	1.1	1.1	1.0
	ポリプロピレン樹脂	0.5	0.5	0.9	1.2	2.0	2.4	2.5	2.8	4.0
	高機能樹脂	-	-	-	0.2	0.7	0.9	1.1	1.3	1.0
	小計	2.9	3.5	4.7	5.7	7.3	7.5	7.3	7.5	8.2
その他	塗料	2.1	1.6	1.8	1.7	1.7	1.4	1.5	1.7	1.4
	ゴム	4.8	4.3	3.7	3.5	3.0	2.7	3.1	3.3	3.0
	ガラス	2.8	2.7	3.1	3.2	3.3	3.0	2.8	2.8	2.5
	小計	11.0	10.9	11.7	12.7	12.2	11.4	12.4	12.1	11.0
合計		100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0
原単位総重量推移		100.0	106.5	105.9	102.7	106.8	115.1	136.8	141.3	162.6

出展：日本自動車工業会「自動車生産用材料構成比調査」より抜粋

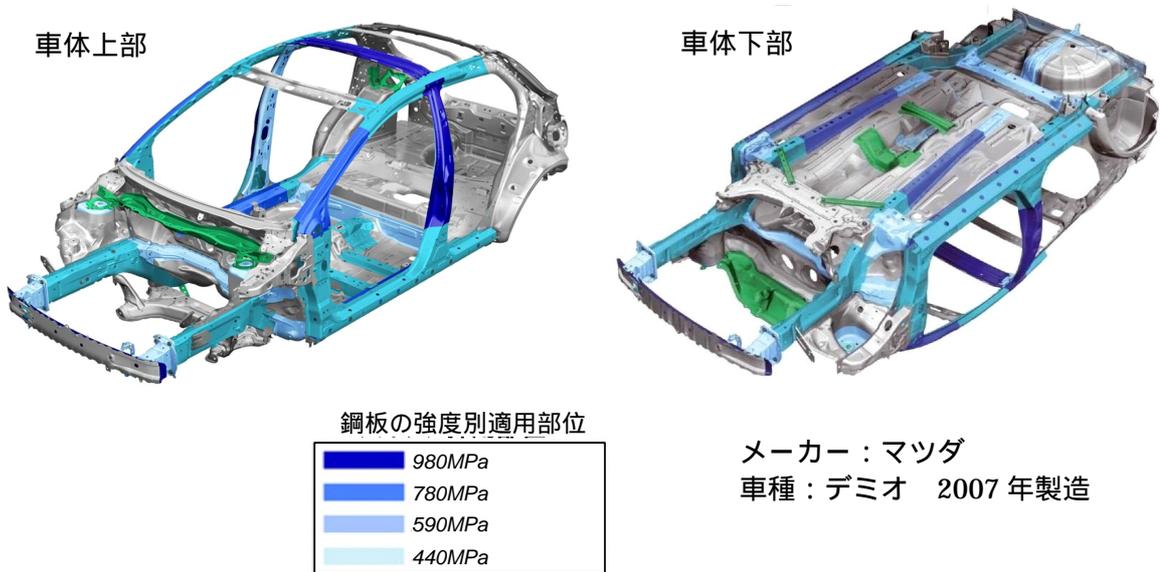


Fig. 1.7 Parts and their grades of high-tensile strength steel applied to body of small size car

1.4.2 軽金属代替による軽量化技術

軽金属による材料置換も有力な軽量化手段であり、アルミニウムの適用例は多い^{(12)~(15)}。自動車に採用されているアルミニウム部品の約 80%は鋳造品であり、エンジンブロック、ピストン、トランスミッションケースやホイールなどに古くから採用されている。特に、アルミニウムダイカスト法は、複雑な形状の成形や生産性の高さからパワートレイン部品を主に多くの部品に適用されている。アルミニウムダイカスト法は材料特性として伸びが 2%以下と小さいため、高真空ダイカスト法や合金開発などにより、伸びを 10%以上に向上させることにより、ボディ本体へ適用した例がある⁽¹⁶⁾。

一方、板材は、ボンネット、ドア、トランクリッドなどのいわゆる蓋ものに採用されてきている。また、一部の自動車にはボディ本体への適用例もある⁽¹⁷⁾。図 1.8 はボディへのアルミニウムの適用動向を示す。板材は価格が鋳造材に比べ高いため、いずれも、スポーツカーなどの高級少量生産車への適用が多い。アルミニウム板はプレス成形性が鉄板に比べ、劣るため、最近では温間成形や熱間ブロー成形の開発も行われている。また、鉄系材料と併用するために鉄/アルミニウムの異種金属接合法の開発も行われている。

図 1.9 は今後のボディの軽量化と対応技術の動向予測を示す。将来、現在(2010年時点)の車両重量を鉄系材料だけにより 20%以上軽量化することは技術的にも難しく、軽量材料による鉄系材料の置換が重要になってくる。既に実用化例や適用化研究例の多いマグネシウムは将来の軽量化のために有効な手段になると考えられる^{(18)~(27)}。

		'85	'86	'87	'88	'89	'90	'91	'92	'93	'94	'95	'96	'97	'98	'99	'00	'01	'02	'03	'04	'05	'06	'07	'08	'09	'10
アルミクローザー	エンジンフード	RX7(マツダ)					ロードスター(マツダ)										ロードスター(マツダ)					ロードスター(マツダ)					
							ロードスター(マツダ) フェアレディZ(日産) スカイラインGTR(日産) ランサーEvo(三菱) インプレッサ(富士) スープラ(トヨタ)										セドリック/グロリア(日産) シーマ(日産)					S2000(本田)					
	フェンダー						スカイラインGTR(日産)										レガシー(富士重)										
	ルーフ																ソアラ(トヨタ) ランサーEvo(三菱) アウトランダー(三菱)										
	トランクリッド																シーマ(日産)										
	リフトゲート						Taurus(Ford) A6(Audi) CL(Daimler) 940(Volvo) Lupo3L(VW)										Lincoln(Ford) SL(Daimler) CL(Daimler) Lupo3L(VW)										
オールアルミボデー	スペースフレーム						928(Porsche) Range Rover(RL) A6(Audi) M3(BMW) CL(Daimler)										Lupo3L(VW) RX-8(マツダ) SL(Daimler) インサイト(本田) ハイパーミニ(日産) A2(Audi) Elise(Lotus) SPIDER(RENAULT) Z8(BMW) Prowler(Chrysler)										
	モノコックフレーム						NSX(本田)										Vanquish(Aston Martin)										

Fig. 1.8 Application trend of aluminum alloy to automotive car body

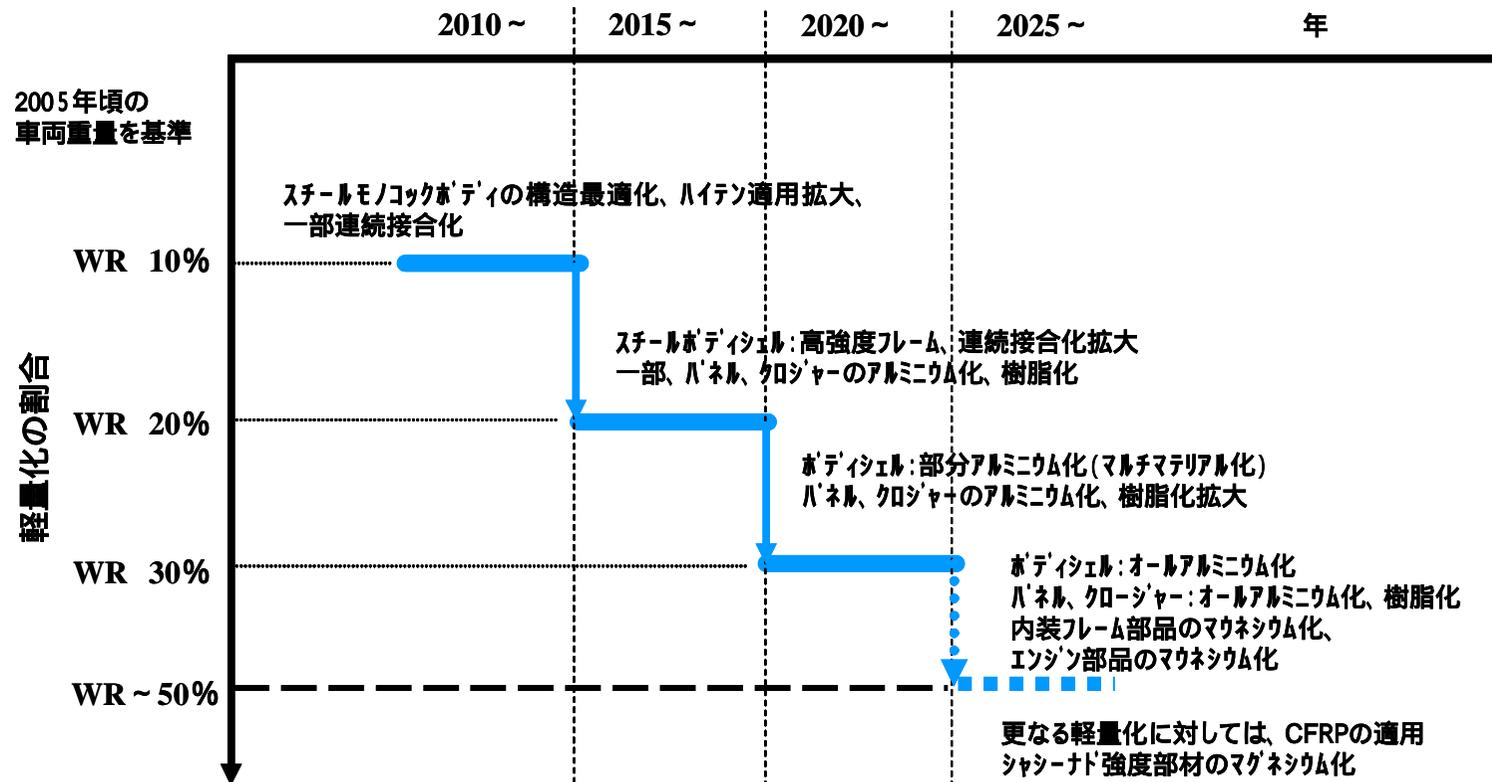


Fig. 1.9 Weight trend of vehicle body in the future and forecast of countermeasure technology

1.4.3 材料置換による軽量化の課題

図 1.10 は燃費向上技術のコストパフォーマンスを示す。横軸は燃費向上率であり、縦軸は、その燃費向上率に対して必要とする技術の現行技術に対する価格の増加率を表す。この燃費向上率と価格の増加率の比を燃費向上技術のコストパフォーマンスとして評価する。材料置換を他の手段と比較すると、必ずしもコストパフォーマンスは高くない。

軽合金や樹脂などの材料置換による軽量化の最大の課題は価格増加をいかに抑制するかであり、材料特性や製造法を活かしたモジュール化による部品点数削減や、生産性向上などによる価格低減を検討することが重要である。設計により理想的な構造を導出し、それを低価格で実現できる最適な材料、製造法を開発する必要がある。

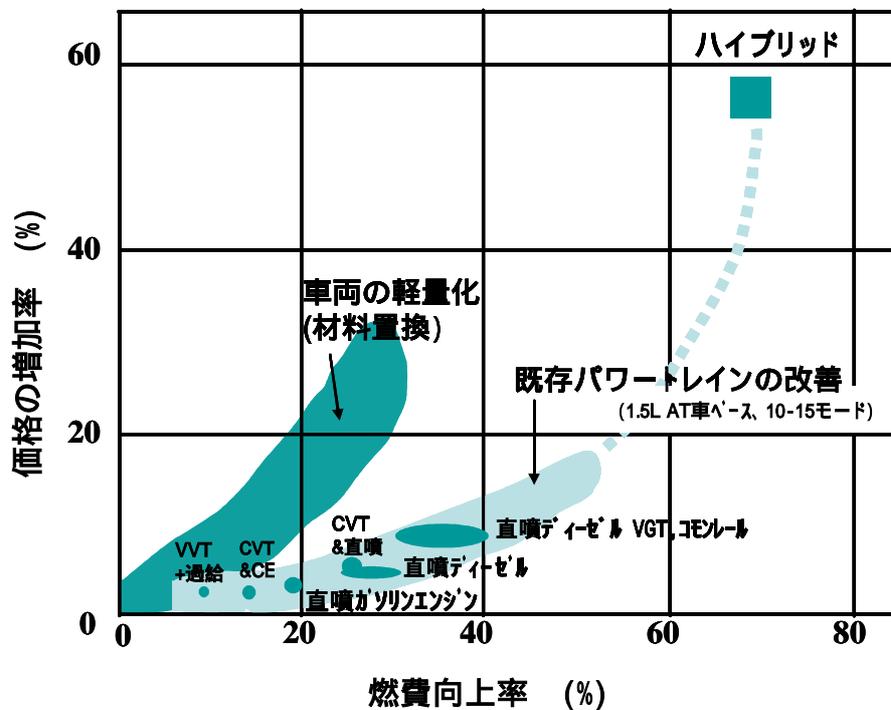


Fig. 1.10 Comparison of cost performance of countermeasure for fuel consumption improvement

Table 1.2 Production region of magnesium in the world ⁽²⁸⁾

(2004版)

国名	会社名	所在地	製錬方法	使用原料	製錬能力
米国	US Magnesium	Rowly	新電解法	塩水	38,000
ブラジル	Brasmag	Bocaiuva	熱還元法	ドロマイト	12,000
カナダ	Norsk Hydro Canada	Becancour	電解法	マグネサイト	45,000
	Timminco.	Haley Station	熱還元法	ドロマイト	7,000
イスラエル	Dead Sea Magnesium	Sdom	電解法	塩水	2,500
中国	太田市金属有限公司	太原市	熱還元法	ドロマイト	30,000
	山西聞喜有限公司	山西聞喜県	熱還元法	ドロマイト	50,000
	山西稷山有限公司	稷山県	熱還元法	ドロマイト	20,000
	その他		熱還元法	ドロマイト	500,000
インド	Hyderabad等		電解法	海水	1,500
ロシア	Solikamsk	Solikamsk	電解法	カーナライト	20,000
	Avisma	Berezniki	電解法		35,000
カザフスタン	Kamenogorsk	Kamenogorsk	電解法		45,000
ウクライナ	Kalush		電解法		18,000
	Zaporozhye		電解法		23,000
セルビア		Bela Stema	Magnetherm法	ドロマイト	5,000
合計	合計				852,000

1.5 マグネシウム合金およびマグネシウム技術の概観

1.5.1 マグネシウムの特徴

(1) 資源としてのマグネシウム

マグネシウムは地表付近に存在する元素の割合を示すクラーク数が 8 番目であり、アルミニウムの 1/4、鉄の 2/5 の存在量である。原鉱石はドロマイト ($MgCO_3 \cdot CaCO_3$)、マグネサイト ($MgCO_3$) であり、また、海水中にもナトリウムに次いで多く含有されている。従って、マグネシウム元素は資源的にはほぼ無尽蔵にあるといえる。この豊富な資源を構造材料に活用することが大きく期待されている。

マグネシウム地金の製造方法は電解法と熱還元法の二つに大別される。電解法は原料から一旦、塩化マグネシウムを得て、これを電気分解して精製する方法である。一方、熱還元法は原料から酸化マグネシウムを得て、フェロシリコンなどの還元剤を添加し、減圧下で高温に加熱することにより製錬する方法である。

表 1.2 は世界のマグネシウム地金の生産地を示す。資源が豊富であり、製造価格の安い中国が生産地のほとんどを占めている⁽²⁸⁾。かつて、マグネシウムを生産していた北米のメーカーの多くは撤退をしている。

(2) 純マグネシウムの特性

表 1.3 はマグネシウム、鉄およびアルミニウムの物性比較を示す⁽²⁹⁾。マグネシウムの密度は $1.74g/cm^3$ であり、アルミニウムの約 2/3、鉄の約 1/4 である。その他、マグネシウムは振動減衰能が高い、耐くぼみ性が良い、切削性が良い、人体に無害であることなどの性質を有する。

図 1.11 はマグネシウムの結晶構造と結晶面を示す⁽³⁰⁾。マグネシウムは最密六方構造であり、4つのすべり系がある。図 1.12 はその4つのすべり系を示す。六方晶の底面である(0001)面、柱面である(10 $\bar{1}$ 0)面および錐面である(00 $\bar{1}$ 1)および(11 $\bar{1}$ 2)面であり、それぞれ底面すべり系、柱面すべり系、錐面すべり系と呼ばれる。(10 $\bar{1}$ 1)面は一次錐面、(11 $\bar{1}$ 2)面は二次錐面と呼ばれる。この二次錐面以外のすべり系のすべり方向は、すべて底面に平行な方向である。柱面すべりと錐面すべりを合わせて非底面すべりと呼ばれる。図 1.13 は底面すべりと非底面すべりについての臨界せん断応力の温度依存性を示す。室温付近では、非底面すべりの臨界せん断応力が底面すべりに比べて大きく、すべり系は底面すべりが主になる。底面すべりにおいては、底面上の3方向がすべり方向であるので、すべり系の数としては3つに限られていることになる。このように、マグネシウムはすべり系が少ないため、室温での塑性加工が難しいという欠点がある。しかし、573K(300)を超える温度域では、非底面すべりの臨界せん断降伏応力が低下し、活動するすべり系の数が増大するため、塑性加工は容易になる⁽³¹⁾⁻⁽³⁴⁾。

Table 1.3 Comparison of physical properties between magnesium, iron and aluminum⁽²⁹⁾

金属名	比重	融点 (°C)	沸点 (°C)	溶融潜熱 (kJ/kg, J/cm ³)	比熱 (kJ/kg·K, J/cm ³ ·K)	線膨張係数 × 10 ⁻⁶ /K	引張強さ (MPa)	伸び (%)	硬さ HB
マグネシウム	1.74	651	1110	368,640	1.05, 1.84	25.5	98	5	30
アルミニウム	2.74	660	2486	398,1088	0.88, 2.43	23.9	88	45	23
鉄	7.86	1535	2754	272,2139	0.46, 3.68	11.7	265	45	67

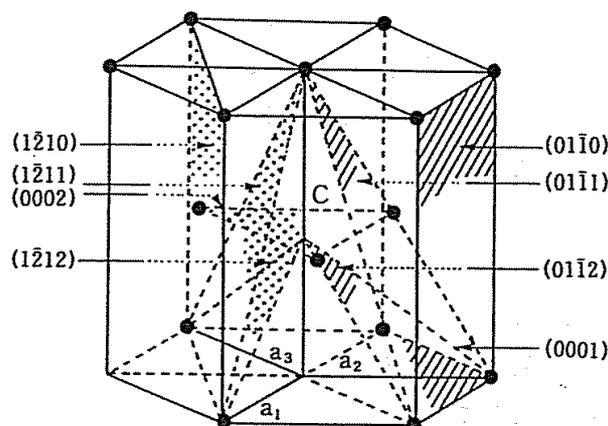


Fig. 1.11 Crystal structure and crystal face of magnesium⁽³⁰⁾

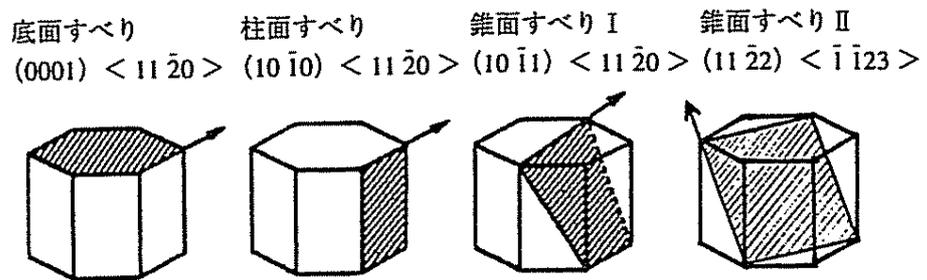


Fig. 1.12 Four slip systems of magnesium ⁽³⁰⁾

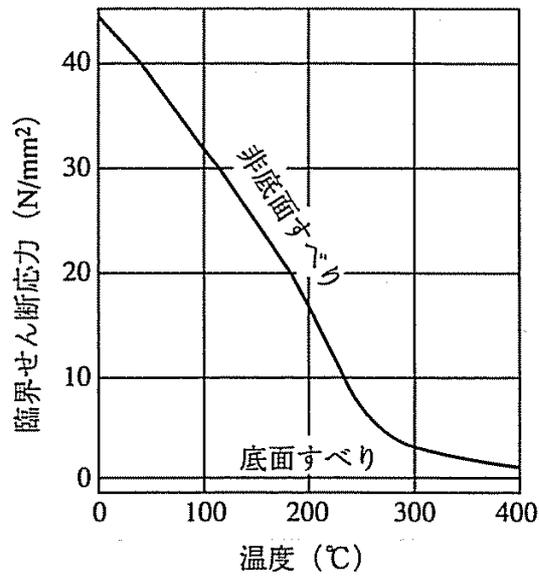


Fig. 1.13 Temperature dependencies on critical shearing stress of basal sliding and non-basal sliding ⁽³⁰⁾

(3) マグネシウム合金の一般的特性

構造用材料としてのマグネシウム合金は鋳造、圧延、押出し、鍛造などの種々の加工法により成形され使用されている。しかし、ダイカスト法が主流であり、圧延、押出、鍛造などは極めて少ない。表 1.4 は代表的な鋳造用マグネシウム合金の一覧を、表 1.5 は同じく、代表的な展伸用マグネシウム合金の一覧を示す⁽³⁵⁾。いずれの表も世界で一般に用いられている米国材料試験協会 (American Society for Testing and Materials) ASTM 規格を用いて示している。自動車用部品に使用されているマグネシウム合金は鋳造合金の AZ91D (Al-Zn 系)、AM60 もしくは AM50 (Al-Mn 系) 合金がほとんどであり、耐熱性の要求される部品に AS41(Al-Si 系)が僅かに使用されている。これらは、いずれもダイカスト法により製造されている。これらの Al を主要な強化元素とするマグネシウム合金は腐食の要因となる不純物の Fe、Ni や Cu の含有量を低減することにより、アルミニウム合金ダイカスト並みの耐腐食性を確保できている。自動車部品においても、耐腐食性の市場実績がある合金系である。

ダイカスト法以外には AZ31D の薄板材や AZ80 の押出し材などが、限定的ではあるが少量使用されている。しかし、大量生産車への適用はない。

表 1.6 は現在、自動車部品に使用されているマグネシウム合金の材料特性を、同じく自動車部品に使用されている代表的なアルミニウム合金の材料特性との軽量比較で示す。AZ91D、AM60B とともに比剛性はアルミニウム合金の比剛性よりも大きい。剛性が要求される部品においては、アルミニウム合金からマグネシウム合金に置換することにより軽量効果が出てくる。比強度については、マグネシウム合金とアルミニウム合金との差は小さい。また、強度部品に使用されている溶湯鍛造の AC4C や押出し材の鍛造の AA6061 に比べ、マグネシウム合金は伸びが小さい。材料特性から考えると、エンジンのケース類などに多用されているアルミニウムダイカスト合金の JIS-ADC12 のマグネシウム合金による置換は可能であるが、強度部品に使用するには、比強度と伸びの改善が必要である。

Table1.4 Chemical composition and material strength of representative magnesium casting alloys ⁽³⁵⁾

種 類		標準化学組成 (mass%)	質 別	引張強さ (MPa)	耐力 (MPa)	伸び (%)
ASTM	JIS					
AM100A	MC5	Al 10.0, Mn0.1	F	140	70	-
			T4	240	70	6
			T6	240	110	2
AM60A*	MDC2A	Al 6.0, Mn0.13 (AM60B:Cu<100ppm, Ni<20ppm, Fe<50ppm)	F	220	130	8
AM60B*	MDC2B					
AM50A*	-	Al 5.0, Mn0.13 (Cu<100ppm, Ni<20ppm, Fe<40ppm)	F	210	125	10
AZ63A	MC1	Al 6.0, Zn3.0, Mn0.15	F	180	70	4
			T4	240	70	7
			T5	180	80	2
			T6	240	110	3
AZ91C	MC2A	Al 8.7, Zn0.7, Mn 0.13 (AZ91E:Cu<150ppm, Ni<10ppm, Fe<50ppm)	F	160	70	.
AZ91E	MC2B		T4	240	70	7
			T5	160	80	2
			T6	240	110	3
AZ91A*	MDC1A	Al 9.0, Zn2.0, Mn 0.10 (AZ91D:Cu<300ppm, Ni<20ppm, Fe<50ppm)	F	230	160	3
AZ91B*	MDC1B					
AZ91D*	MDC1D					
AZ92A	MC3	Al 9.0, Zn 2.0, Mn 0.10	F	160	70	-
			T4	240	70	6
			T5	160	80	-
			T6	240	130	-
AS41A*	MDC3A	Al 4.3, Si 1.0, Mn 0.35 (AS41B:Cu<200ppm, Ni<20ppm, Fe<35ppm)	F	210	140	6
AS41B*						
AE42*	-	Al 4.0, RE 2.7, Mn 0.13	F	230	145	10
ZK51A	MC6	Zn 4.6, Zr 0.7	T5	240	140	5
ZK61A	MC7	Zn 6.0, Zr 0.7	T5	270	180	5
			T6	270	180	5
EZ33A	MC8	RE 3.3, Zn 2.7, Zr 0.6	T5	140	100	2
ZE41A	MC10	Zn 4.2, RE 1.2, Zr 0.7	T5	200	140	3
QE22A	MC9	Ag 2.5, RE 2.1, Zr 0.7	T6	240	180	2
ZC63A	-	Zn 6.0, Cu 2.7, Mn 0.5	T6	210	125	4
WE54A	-	Y 5.2, RE 3.0, Zr 0.7	T6	250	172	2
WE43A	-	Y 4.0, RE 3.4, Zr 0.7	T6	250	165	2

Table1.5 Chemical composition and material strength of representative magnesium wrought alloys ⁽³⁵⁾

区分	種類		標準化学組成 (mass%)	質別	引張強さ (MPa)	耐力 (MPa)	伸び (%)
	ASTM	JIS					
圧延板材	AZ31C	MP1	Al 3.0, Zn 1.0, Mn 0.15	O	220	105	11
				H14	260	200	4
	-	MP4	Zn 1.2, Zr 0.6	H112	240	160	5
	-	MP5	Zn 3.3, Zr 0.6	H112	250	160	6
	-	MP7	Al 2.0, Zr 0.1, Mn 0.05	O	190	90	13
継目無管	AZ31C	MT1	Al 3.0, Zn 0.10, Mn 0.15	H112	230	140	6
	AZ61A	MT2	Al 6.4, Zn 1.0, Mn 0.28	H112	260	150	6
	-	MT4	Zn 1.2, Zr 0.6	H112	250	170	8
押し棒材	AZ31C	MB1	Al 3.0, Zn 0.10, Mn 0.15	H112	230	140	6
	AZ61A	MB2	Al 6.4, Zn 1.0, Mn 0.28	H112	260	150	6
	AZ80A	MB3	Al 8.4, Zn 0.6, Mn 0.25	H112	280	190	5
	-	MB4	Zn 1.2, Zr 0.6	H112	250	170	8
	-	MB5	Zn 3.3, Zr 0.6	H112	270	190	8
	ZK60A	MB6	Zn 5.5, Zr 0.6	H112	300	210	5
				T5	310	230	5
押し形材	AZ31C	MS1	Al 3.0, Zn 0.10, Mn 0.15	H112	230	140	6
	AZ61A	MS2	Al 6.4, Zn 1.0, Mn 0.28	H112	260	150	6
	AZ80A	MS3	Al 8.4, Zn 0.6, Mn 0.25	H112	280	190	5
	-	MS4	Zn 1.2, Zr 0.6	H112	250	170	8
	-	MS5	Zn 3.3, Zr 0.6	H112	270	190	8
	ZK60A	MS6	Zn 5.5, Zr 0.6	H112	300	210	5
				T5	310	230	5

注記：質別基本記号の説明

F：鋳造のまま

T4：溶体化処理後自然時効させたもの

T5：人工時効硬化処理をしたもの

T6：溶体化処理後に人工時効処理したもの

O：焼きなましたもの

H：熱処理の有無に拘わらず加工硬化によって強さを増加したもの

H112：熱間加工かまたは、ごくわずかの冷間加工を加えただけの状態で機械的性質を保証するもの

Table 1.6 Comparison of characteristic between typical magnesium alloys and another light weight material applied for automotive car

材料		密度 () (g/cm ³)	ヤング率 (E) (GPa)	引張強度 (b) (MPa)	耐力 (0.2) (MPa)	伸び () (%)	比強度 (0.2/) (MPa)	比強度 (b/) (MPa)	比剛性 (MPa ^{1/3})	適用例
マグネシウム合金 (ダイカスト)	AZ91D	1.82	45	230	160	3	89	127	20	ケース類など
	AM60B	1.79	45	220	130	8	72	122	20	内装品など
アルミニウム合金 (ダイカスト)	JIS ADC10	2.7	71	315	190	3	70	117	15	エンジンブロック、 ケース類など
アルミニウム合金 (溶湯鍛造)	JIS AC4C	2.7	71	310	210	10	81	119	15	足回り部品 エンジン部品など
アルミニウム合金 (押し出し材-鍛造)	AA 6061	2.7	69	315	275	19	102	117	15	足回り部品など

* 1熱処理はダイカストはF, 溶湯鍛造, 押し出し材はいずれもT6処理

* 比剛性 = E^{1/3} /

注記 表中の材料強度特性は平均的な数値であり, その特性を保証するものではない。

(4) リサイクル

金属はプラスチックと比べ, 溶解して再利用できる点において, リサイクル性に優れている。マグネシウムは, 比熱が小さく融点が低いので, 再溶解してリサイクルする際に必要なエネルギーが新材製造時の 4%程度と小さいことが利点となる。マグネシウムの需要が大幅拡大し, リサイクルにより相当量の地金が確保できるようになれば, マグネシウムは省エネルギーに貢献する材料といえる。将来は, 部品製造工場内でのリサイクル化を目指して, 廃材や切削屑をリサイクルする技術も開発されている⁽³⁶⁾⁻⁽⁴⁰⁾。

(5) 地金価格

図 1.14 は日本における地金でのマグネシウムの輸入価格を示す。アルミニウムと比べると高価ではあるものの, ここ数年は低下傾向にある。2000 年時点では, 地金で 180~190 円/kg, 合金地金で 280 円/kg 程度である。これは, ロシアが大量に保有していたマグネシウム地金を輸出したり, 原料の豊富な中国が低い生産価格を武器に安い地金を生産し始めたことによる。アルミニウムダイカスト部品を同じ体積でマグネシウムにより置換可能な場合は, 部品重量は 2/3 となるため, マグネシウム合金の地金価格がアルミニウム合金の 1.5 倍を下回ればマグネシウム部品の方が安くなるといわれている。2000 年以降のアルミニウム地金価格は 2000 \$ /ton で推移しており, マグネシウム代替は, 材料費的には有利な状況にある。圧延板や押し出し型材などの加工材ビレットは 1,000~3,000 円/kg のレベルである。アルミニウムの場合は 500 円/kg 以下であり, この材料価格の高いことが, マグネシウムの板成形品や鍛造部品が普及しない理由のひとつにある。

(6) マグネシウムの需要動向

図 1.15 は 1985 年度から 2003 年の世界におけるマグネシウムの需要(消費量)の推移を示す⁽²⁸⁾。総需要は約 26 万トンから 37.5 万トンに増加している。特に、最近の中国の需要は大きく増加している。これは電化製品や自動車の生産量が急速に伸びており、それに伴い、マグネシウム適用部品の生産量が増加しているためである。一方、これまで、マグネシウムの適用を牽引していた米国では需要量が減少傾向にある。これは中国で生産される低価格のマグネシウム地金に対抗できず、米国に生産拠点のあった大手マグネシウム原料メーカーが撤退したことも影響している。日本においても、自動車の生産量が減少傾向にあるため、需要は伸びていない。

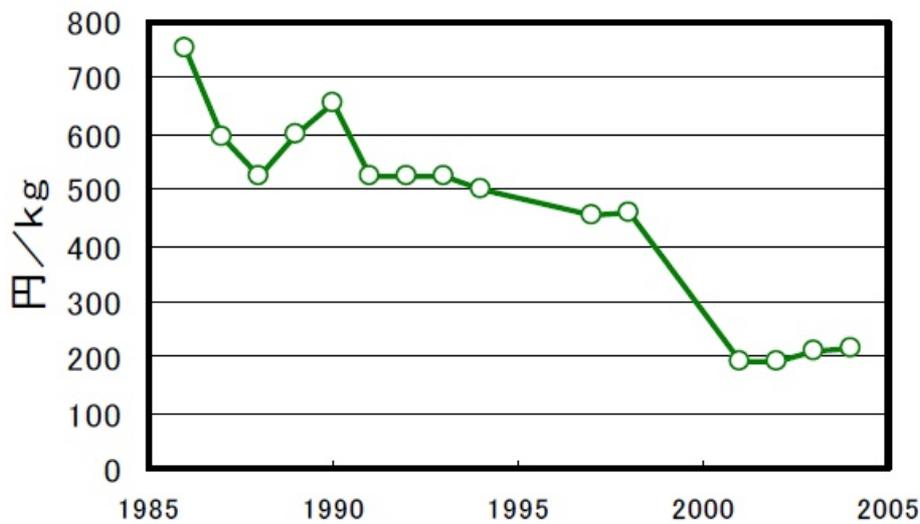


Fig. 1.14 Transition of import price of magnesium ingot in Japan⁽²⁸⁾

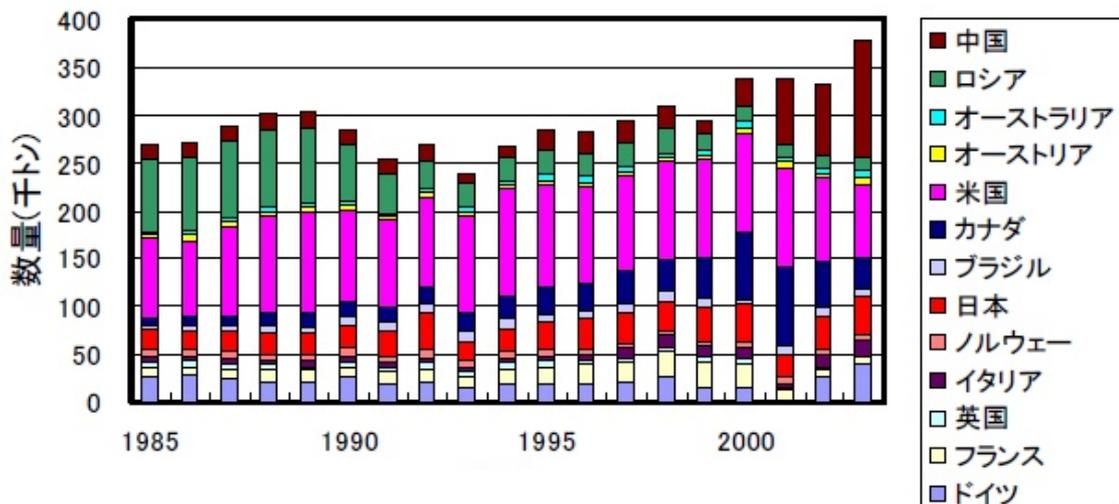


Fig. 1.15 Transition of magnesium demand in the world⁽²⁸⁾

1.5.2 マグネシウム部品の成形法

マグネシウム部品の成形法は鑄造と塑性加工に大別されるが、基本的に他の金属の成形加工法と同じであり、マグネシウム特有の成形法は極めて少ない。鑄造法は重力砂型鑄造、ダイカスト法、半溶融射出成形法などがある。工業的に実用化されている成形法の中では、この半溶融射出成形法が唯一マグネシウム特有の成形法といえる。主な成形法の概略とこの方法に関する従来の研究を展望し、問題点を指摘する。

(1) 重力鑄造法

重力鑄造法は基本的にアルミニウムなどと変わらず、砂型、金型、石膏型などが用いられる。マグネシウム溶湯は大気中にて激しく酸化するために、溶解炉には溶湯表面を SF₆ と CO₂ の混合不活性ガスで覆うための付帯装置が必要である。溶解工程での爆発を避けるために、十分な工程管理が必要でありマグネシウム鑄造が敬遠される要因にもなっている。

(2) ダイカスト法

ダイカスト法はアルミニウム合金や亜鉛合金などにも用いられるものであり、成形品形状のキャビティを有する可動型固定型に締めつけられ、次に、熔融金属が金型に高圧力で注入される成形方法である。大量生産に適した成形法であり、寸法精度が高く、薄肉、複雑形状への対応が可能である。一般にマグネシウム合金に用いられるダイカスト法にはコールドチャンバー法とホットチャンバー法がある⁽⁴¹⁾。図 1.16 はそれぞれの成形法の概略図を示す。コールドチャンバー法はアルミニウムダイカスト法と全く同様の装置を使用するものである。ホットチャンバー法は、射出機構がマグネシウム溶解炉中に納められており、その機構上から、コールドチャンバー法に比べ、鑄造圧力が低い、鑄造サイクルが早い、空気の巻き込みが少ないなどの利点がある。また、マグネシウムは鉄製の金型との焼きつきがないため、金型寿命はアルミニウムダイカスト法に比べ長いという利点がある。

しかしながら、ダイカスト法は熔融した金属が高速度の噴霧状態で金型内に充填されるため、空気の巻き込みなどによる内部欠陥は避けられない。また、成形部品の肉厚変化が大きい場合は、厚い部位の凝固が遅くなり凝固収縮により引け巣も発生しやすい。これらの欠陥は材料強度の低下を来すため、ダイカスト法では高い強度の必要な部品や厚肉な部品の成形には適さないと考えられている。

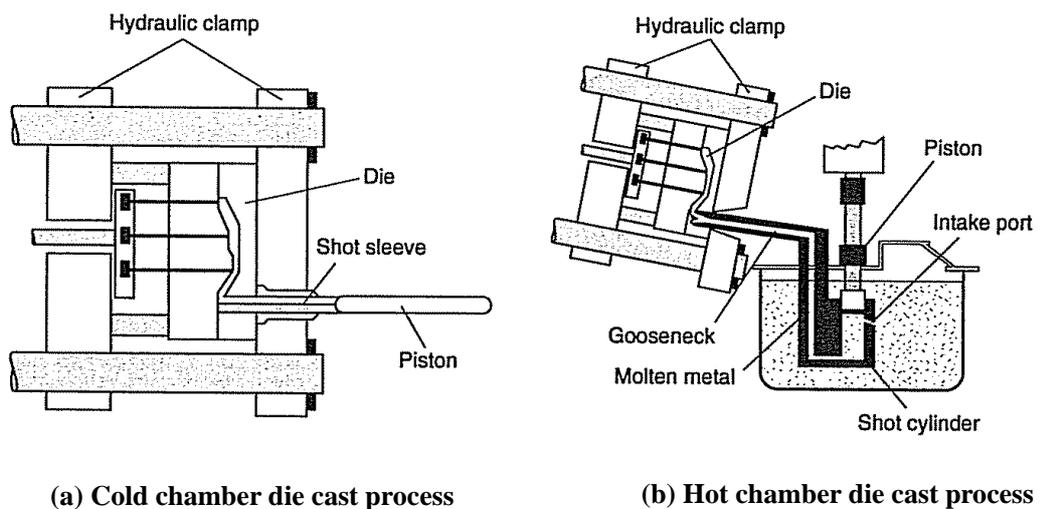


Fig. 1.16 Magnesium die cast process ⁽⁴¹⁾

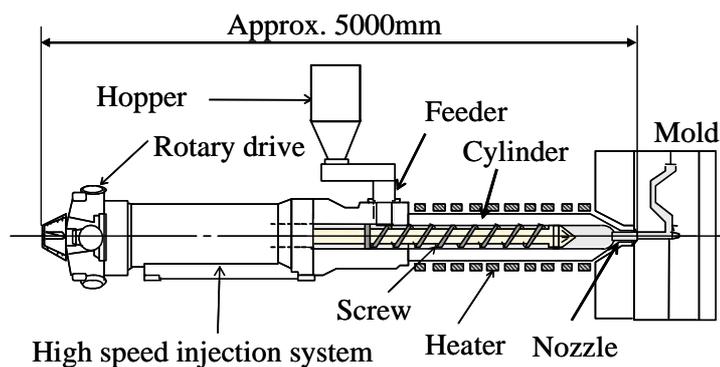


Fig. 1.17 Schematics of magnesium semi solid injection machine

(3) 半溶融成形法

1971年にマサチューセッツ工科大の Fleming がアルミニウム合金において固液共存状態の金属がせん断応力の影響下では完全溶融状態に近いような低粘性となり、しかも応力の大小により粘性が可逆的に変わる性質があるという発見がなされた。その後、種々の合金の半溶融材料特性を調べる研究や成形法に応用する多くの研究が実施されてきた^{(42) - (51)}。そのなかで、実用性の高い成形法として、1977年から米国のダウケミカルとバットル研究所⁽⁵²⁾が、プラスチックの射出成形装置により、マグネシウムの射出成形を行う方法（一般にチクソモールディング法と呼ばれる）の開発を行っている。耐久性のある成形機が実現するまでに時間を要したが、2004年に日本のマツダがプロセス使用権を取得し、射出成形機の製造権を取得した日本製鋼所より商品化1号機を導入している。図 1.17 はマグネシウム合金の射出成形装置と工程の概要を示す。

この形式の半溶融射出成形法は、危険性が高いと敬遠されているマグネシウム溶解炉を必要としないため、導入する部品成形メーカーが次第に増え、ダイカスト法と並ぶまでの成形法に成長しており、この成形法に係る研究例も多くある⁽⁵³⁾⁻⁽⁷¹⁾。

しかしながら、これまで本成形法は、ダイカスト法を代替手段として認識されていたことから、従来のダイカスト法に用いられている AZ91D や AM60 などのマグネシウム合金を半溶融射出成形した場合の材料特性に関する研究が多い。

固相と液相が共存した状態の半溶融金属は溶融金属よりも粘性が大きい、さらに成形時の温度が低いため、半溶融射出成形法は以下の利点が期待できる。

凝固割れを起こし易いためにダイカスト法では成形できない高強度マグネシウム合金の適用
液相部が少ないことによる空気の巻き込みや凝固収縮による生じる内部欠陥の低減と厚肉品
への適用

従来の鋳造法により得られる組織とは異なることによる新しい材料特性の発現

金属の半溶融成形法としては、初めて実用化された成形法にも拘わらず、その特徴を十分に活かせる研究がなされていないのが現状である。

(4) 塑性加工法

部品形状に成形する塑性加工法としては、他の材料と同様に鍛造、プレス、押出し、曲げ加工があるが、展伸材や板のプレス成形に関する研究がある⁽⁷²⁾⁻⁽⁷⁷⁾。マグネシウム合金は塑性加工によりダイカスト品より高強度な特性を得ることができるが、室温での成形は困難であるため、通常、熱間で成形が行われる。特に鍛造における加工性改善の研究がなされてきている⁽⁷⁸⁾⁻⁽⁹²⁾。

しかしながら、それらは既に結晶粒が微細化された ASTM 規格 AZ80 の押出し材の鍛造性の改善であり、結晶粒径との関係から鍛造性や材料強度特性の解明が充分になされているとは言えない。マグネシウム合金の鍛造性や材料強度特性の改善のためには、それらの特性に及ぼす結晶粒径、材料組織ならびに合金組成などの影響を解明し、部品性能を満足させるための適切な条件を確定する必要がある。また、自動車用としては、競争車用などに限定的に鍛造部品が実用化されているが⁽⁹³⁾⁻⁽⁹⁵⁾、用いられているのは耐腐食性に劣る Zr-Zn 系マグネシウム合金であり、腐食環境の厳しい量産車には適さないことが問題とされている。自動車の適用には、耐腐食性の良好な Al-Zn 系マグネシウム合金を採用することが適切であり、この鍛造性を改善する必要がある。

また、最近では、プレスフォーミング法と呼ばれる成形法が実用化されている⁽⁹⁶⁾⁻⁽¹⁰⁴⁾。これはマグネシウム合金板を、約 573K で鍛造、曲げ、絞り加工を連続工程で行う方法であり、高品質の薄肉品を得ることができるため、電子機器筐体の量産に適用されている。薄肉品が対象であり、自動車の高強度を要求される部品には適さないと考えられる。

この他、マグネシウムの塑性加工性の低さを補う成形法として、鋳造により予成形体（プリフォーム）を製作し、その後、それを鍛造し、形状を付与する鋳造鍛造法を試みた研究もなされているが、部品適用にあつたての問題点を解決するなどの実用性に関する検討があまりされていない。⁽¹⁰⁵⁾⁻⁽¹⁰⁹⁾

1.6 自動車へのマグネシウム適用の現状

1.6.1 適用動向

図 1.18 は日本の 1960 年頃から現在までの乗用車のマグネシウム部品の主な適用部位を示す⁽¹¹⁰⁾。乗用車へのマグネシウム合金部品の適用は、1963 年の東洋工業（現マツダ）が最初であり、6 部品に適用している。当時は精錬技術の未熟さなどからマグネシウム合金の耐腐食性は現在ほど高くなく、地金価格も高かったため、自動車への適用展開は進まなかった。

図 1.19 は海外における適用動向を示す⁽¹¹⁰⁾。1940 年代後半のドイツフォルクスワーゲン社のビートルへの適用に端を発しており、材質は Mg-Al-Zn 系の AZ81 合金と Mg-Al-Si 系の AS41 合金が用いられた。その後、1990 年代に精錬技術の進化により不純物元素の極めて少ない合金と地金価格の低下が、当時の自動車の軽量化ニーズと相まって、ダイカスト法による AZ91D 合金エンジンヘッドカバー、ロックハウジング等のカバー類への適用から、高延性を利用した AM50A 並びに AM60B がステアリングホイール、シートフレーム、インスツルメントパネル等に適用され始めた。日本に比べると、欧州と北米の自動車メーカーではマグネシウム合金の採用が進んでいる⁽¹¹¹⁾⁽¹¹²⁾。

1.6.2 研究開発動向

海外の研究開発動向を眺めると、欧州、北米、中国等は、マグネシウムを戦略材料として位置づけ、国家レベルでの研究開発を積極的に進めている。以下にそれぞれの地域の研究開発動向をまとめる。

(1) 欧州

欧州の EUCAR プロジェクトは、自動車メーカーの共同研究機構に大学、研究所、部品メーカーが参画したプロジェクトである。材料設計指針、新接合技術、押し出し材ならびに耐熱マグネシウム合金の開発が共通テーマとされている。

特にドイツにおいては、政府が資金的な援助を行い、いくつかのマグネシウム研究開発のプロジェクトが推進されている。現在、政府機関の科学研究促進協会による「SFB390 プロジェクト」が実施されており、1996 年～2005 年の期間で約 50 億円の研究投資がなされている。このなかで、微細結晶構造、製造技術、複合材料などの研究が行なわれている。

(2) 米国

1995 年に「United States Automotive Materials Partnership (USAMP)」を開始して、各種材料の研究開発に着手した。このなかの自動車金属分科会が 2004 年に Magnesium Vision 2020 を策定しており、2020 年にはマグネシウムの自動車への使用量が車両重量に対して現在の 0.3% から 12.2% に達すると予測している。さらに、2002 年、エネルギー省は、「フリーダム・カー・パートナーシップ (Freedom CAR Partnership)」と名づけられた全米自動車研究協会 (U.S. Council for Automotive Research) との研究開発パートナーシップの結成を発表した。フリーダム・カー・パートナーシップは、手頃な価格の水素燃料電池自動車の大量生産を可能とする技術開発に重点をおいている。このプロジェクトは、以前はアルミニウム合金の適用が主体であったが、さらなる軽量化を図るために、マグネシウムパワートレイン部品の開発も行なわれることになった。エンジン部品を対

象に、マグネシウム合金の耐クリープ性向上，耐腐食性向上，鑄造技術，価格低減技術などが検討されている。

(3) 中国

世界のマグネシウム地金の生産拠点は、現在、急速に中国に集約されつつある⁽¹¹³⁾。価格の安い原料供給により市場の拡大を図る一方で、材料の付加価値を高めるべく、鑄造技術，成形技術開発にも注力してきている。2001年から10年間で約4,000万ドルが投入されて、中国に進出している自動車メーカーや中国国内の大学の参加のもと、マグネシウムの精錬や加工技術の研究開発がはじめられた。精華大学，上海交通大学，重慶大学などで、マグネシウム合金ダイカストの研究が開始されている。

(4) 日本

日本におけるマグネシウム研究の有名なプロジェクトは1999年から4年間実施された文部科学省の「高性能マグネシウムの新展開 21世紀の超軽量金属材料」である。この研究開発の中で、Mg-Zn系，Mg-Al-Ca系，Mg-Y-Zn系などの合金系において、高強度，耐クリープ特性，耐熱性などに優れたマグネシウム新合金が見出された。

また、新エネルギー・産業技術総合開発機構（NEDO）の支援による「マグネシウム鍛造部材技術開発プロジェクト」が2007年より5年間実施されている。マグネシウム部材の強度を向上させるための材料，成形法ならびにリサイクル方法が研究されている。日本では欧米のように、最終ユーザーである自動車メーカーや家電メーカーが参画して共同研究を実施する大型プロジェクトは過去から現在までない。

1.6.3 従来のマグネシウム技術の問題点

1.5 において従来のマグネシウム技術とその研究を，1.6.1 においてマグネシウムの自動車への適用の現状を展望した。そこで，マグネシウムを自動車に適用する上での問題点を以下にまとめる。

(1) マグネシウム合金に関する問題点

自動車用として実用性のある合金は，Al 系マグネシウム合金である ASTM 規格の AZ91D と AM60 合金しかないのが現状である。

上記合金はダイカスト法用であり，高い材料強度は有していない。

鍛造用には ASTM 規格 AZ80 などの押出し材や ZK60 合金があるが，需要が少ないため価格が高い。

(2) 部品の成形法に関する問題点

重力鋳造法は生産性が低いため大量生産には向かない。

ダイカスト法では，鋳造欠陥により高い材料強度を得ることが難しい。

半溶融成形法は，新たな材料特性を発現させる可能性があるが，半溶融金属の特性を活かす研究が充分になされていない。

鍛造はマグネシウムの高強度化の手段になるが，押出し材の鍛造に関する研究が主であり，サイズの自動車の鍛造部品に適用できる大径の押出し素材を得ることが困難である。アルミニウムのように直接，鍛造に供試できる鍛造性の良い大径の連続鋳造材がなく，その研究もほとんど見られない。

従って，マグネシウムを自動車部品に適用するには高強度化のための材料特性の改善と部品成形法の改良が必要となる。

1.7 自動車部品へのマグネシウム合金の適用拡大の課題

1.6.3 にまとめたように、マグネシウム合金を自動車部品に適用するためには、マグネシウム合金の材料特性の改善とこの部品を成形する成形法の改良が必要である。すなわち、マグネシウム合金により代替する対象材料は鉄鋼、鋳鉄などの鉄系材料とアルミニウム合金である。衝突時の強度特性を要求される車体やエンジンなどの 373K 以上の温度で使用される耐熱性部品を代替する必要があり、これらの部品に要求される高い材料強度特性を実現する必要がある。

また、図 1.20 は現在、自動車部品に多く採用されている主なアルミニウム合金部品とマグネシウム合金部品の軽量化量と軽量化価格の関係を示す。アルミニウム部品については、軽量化のための価格は高くても、部品重量が小さいために、絶対的な価格増加の少ないエンジンや足回り部品に採用されているのがわかる。これらは慣性重量低減による部品性能向上効果が得られ、絶対重量軽減に加えて付加価値を発揮する部品である。従って、価格の高いマグネシウム合金については、これらの部品への適用を可能にすることが一層、重要であり、高強度な材料特性や耐摩耗性が必要とされる。さらに、車体や足回り部品は、厳しい被水環境で使用されるため、耐腐食性の高い材料や防錆性能を確保する表面処理が必要とされる。

以下にマグネシウム合金を自動車部品へ適用拡大していくための主な課題をまとめる。

- (1) 室温での強度特性（引張強さ、耐力、伸び、衝撃値）に優れる合金と成形法の開発
- (2) 423K までの強度特性、耐クリープ特性に優れる合金の開発
- (3) 耐腐食性、耐摩耗性に優れる合金と表面処理の開発
- (4) 健全な厚肉部品を得るための成形法の開発
- (5) 高強度素材に還元するリサイクル技術の開発

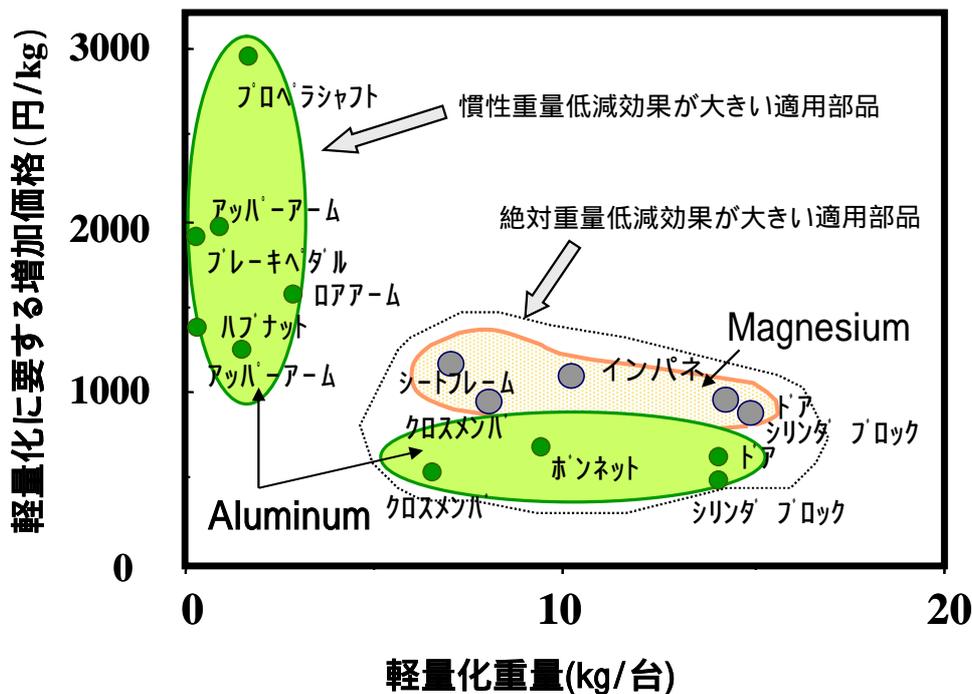


Fig. 1.20 Relationship between reduced weight and cost for reduced weight on aluminum alloy parts and magnesium alloy parts applied to car

1.8 マグネシウム合金の高強度化に関する従来の研究の展望

1.7 でマグネシウムを自動車に適用拡大するための課題を述べた。これらの課題のうちで、付加価値の高い部品への適用を実現するためには、1)と2)の高強度化に関する課題が優先される。

そこで、マグネシウム合金の高強度化に関する従来の研究の展望し、その問題点を以下に述べる。

1.8.1 結晶粒微細化による機械的性質向上

金属の機械的強度は結晶粒の大きさに依存し、式(1.1)に示されるようなホール・ペッチと呼ばれる関係がある。マグネシウム合金の結晶粒の微細化による機械的性質の向上度合いは、他の金属の場合より大きいことが知られている⁽¹¹⁴⁾。以下にマグネシウム合金の機械的性質を向上させるための結晶粒微細化の研究例について述べる。

$$\sigma = \sigma_0 + k \times d^{(-1/2)} \quad (1.1)$$

d : 結晶粒径
σ : 結晶粒径 d のときの降伏点や引張強さ
σ₀ : 基準とする降伏点や引張強さ
k : 比例定数

(1) 鋳造品の結晶粒微細化

鋳造品の結晶粒を微細にするには、一般には鋳造する前の溶湯を処理する方法がとられる。その方法としては、合金成分にアルミニウムを含む場合は、加熱処理法や炭素添加が行われ、アルミニウムを含まない場合は、ジルコニウム添加が従来から行われている⁽¹¹⁵⁾ ⁽¹¹⁶⁾。鋳造品の結晶粒は100 μm程度が限界である。このため、鋳造品の材料強度は結晶粒径100 μmで得られる強度以上にはならない。鋳造による高強度が難しいのはこの理由による。

(2) 強加工を利用した結晶粒微細化

マグネシウム合金の室温での塑性加工は困難を伴うが、温間および熱間加工ではアルミニウム合金並みの加工性を有するとともに、動的再結晶が生じやすく、その結果、結晶粒微細化も比較的容易に達成できる。押し出しや鍛造により強加工を施し、結晶粒微細化する最近の研究例が多く見られる^{(117)~(140)}。

齊藤ら⁽¹⁴¹⁾は、AZ91Dの動的再結晶挙動に及ぼす組織因子の影響を原子レベルでの理解に基づいて明らかにし、かつ高温での圧縮試験条件を最適化することで、鍛造により優れた微細粒組織を有するマグネシウム素材を得ている。

また、1981年 Segal らによって考案された大きいせん断ひずみと動的再結晶の組み合わせにより結晶粒を微細化する「同径角度付き押し出し法」(ECAP法もしくはECAE法(Equal Channel Angular Pressing/Extrusion))を応用したマグネシウム合金の結晶粒微細化の研究も多くなされている^{(142)~(145)}。

図1.21は同径角度付き押し出し法の概要を示す。これは押し出し方向角度が直角の例である。図1.21(a)に示されるように材料を上部から投入する。その後、ポンチにより加圧することで、図1.21(b)に示されるように材料は大きなせん断ひずみを受けながら直角方向に塑性変形をし、金型

から押出される。大きなせん断ひずみを受けることにより、動的再結晶が起こり、結晶粒径が微細になるメカニズムである。図 1.22 は、この加工を施すことにより AZ31 の結晶粒が微細化し、強度と伸びが大きくなった研究例である⁽¹⁴³⁾。同径角度付き押し出し法の 1 パスごとに加工温度を下げながら、互いに直行する三軸方向を圧縮する降温多軸鍛造を行い、サブミクロンオーダーの結晶粒が得られた報告例もある^{(146)~(148)}。また、近藤らは同様に大きいせん断ひずみを与える方法として「反復式塑性加工法」を考案し、粉末合金に適用することで、高強度で高靱性のマグネシウム合金を得ている^{(149)~(151)}。

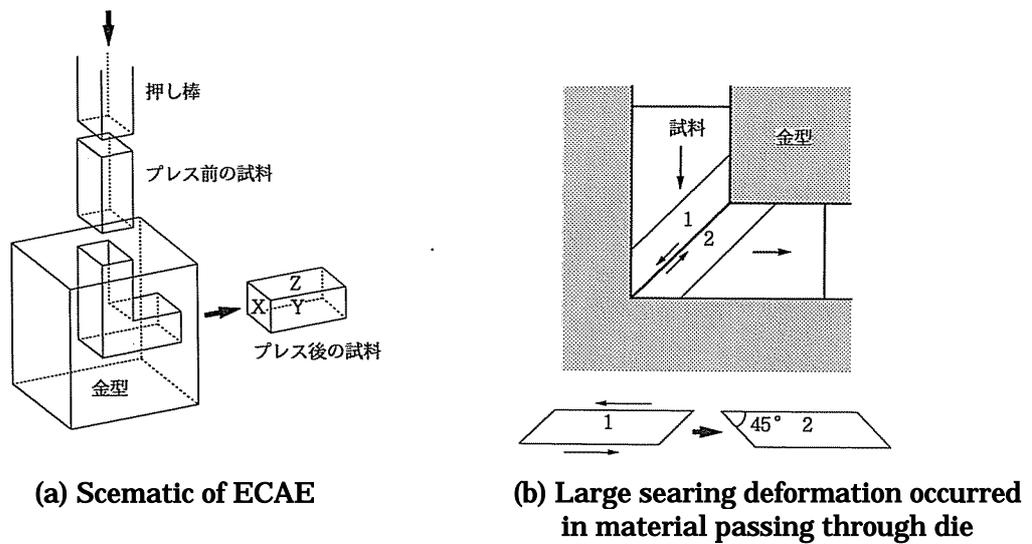


Fig. 1.21 Schematics of Equal Channel Angular Extrusion⁽¹⁴²⁾

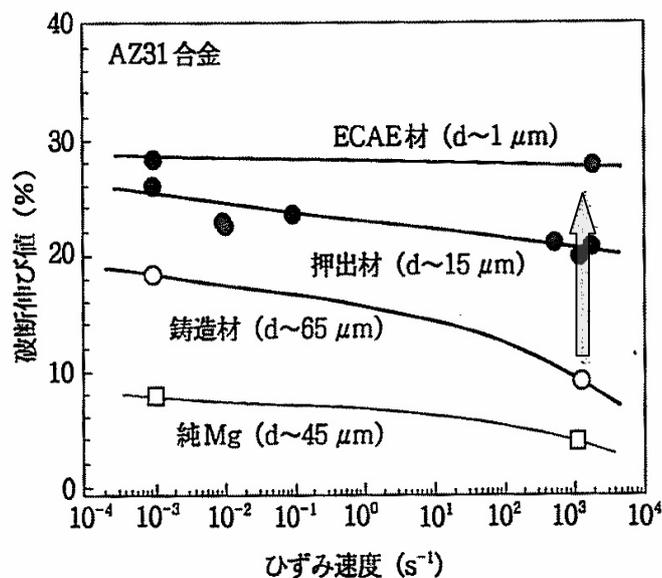


Fig. 1.22 Improvement of elongation of magnesium alloy AZ31 by Equal Channel Angular Extrusion⁽¹⁴³⁾

しかしながら、自動車部品に要求される材料特性からは、ECAE 法で得られ高い材料強度は必要無く、AZ80 並みの特性の鍛造素材を低価格で得ることの方が望まれている。逆に、これらの方法による高強度化は工程が複雑であり、素材価格が上がるという問題点がある。また、結晶粒径を過度に微細にしても、鍛造中の加熱や鍛造後の熱処理により結晶粒径が粗大化するという問題が生じる。すなわち、従来研究では素材の高強度化に関する研究はされているが、部品成形後の材料強度特性が重要であり、部品成形法と併せた材料改善の検討はあまり行われていない。

1.8.2 合金開発による高強度化

河村らは、急凝固粉末による $Mg_{97}Zn_1Y_2$ 合金の開発に成功している。開発された合金は β -Mg 相と濃度変調を伴った新規な長周期積層構造相の二相合金である。その後、長周期積層構造という特殊な原子配列を持つこの合金が、一般的な合金成形法である鋳造でも得られることをはじめ、イットリウム (Y) 以外の希土類元素の中で Dy, Ho, Er の添加によっても同様な効果があることを見出した。さらに、この長周期積層構造型鋳造合金の加工強化および加工延性化が図られ、強度と高延性を併せ持つ合金が得られている^{(152)~(154)}。

図 1.23 は $Mg_{97}Zn_1Y_2$ 合金の特性を既存合金との比較で示す。この合金の比強度は、既存マグネシウム合金の約 3 倍であり、チタン合金や超々ジュラルミンと比べても大きい。

しかしながら、マグネシウム合金は希土類元素を多く含むと耐腐食性が低下するという問題が一般にあり、この問題を解決する必要がある。さらに、希土類元素の添加は材料価格を上げる要因となる。

1.8.3 耐熱性合金の開発

耐熱マグネシウム合金として AS21, AS41, AE42, WE43 等の合金が開発されたが、コスト、鋳造性、クリープ特性のすべてを満足できる合金はまだない。そこで、自動車への適用を目的としたマグネシウム合金の高温強度特性、クリープ特性を改善するための研究が多くなされている^{(155)~(165)}。マグネシウムの支配的なすべり系は底面すべりであるので、底面での積層欠陥に注目し、積層欠陥エネルギーを低下させる添加元素の検討がなされている。特に、Y の添加による積層欠陥エネルギーの低下は顕著であり、クリープ特性の向上する高価な希土類元素の Y に代わり、Ca 添加もクリープ特性改善に効果があるという報告がされている^{(166)~(170)}。これらの合金は、ダイカスト法で用いると一般に湯流れ性が低下したり、凝固割れを起こしやすくなる。これを解決するために、ダイカスト法よりも低温で成形する半溶融射出成形を適用した研究例もある^{(171)~(179)}。しかしながら、Ca 添加量と凝固割れ性の改善度合い、また、半溶融射出成形した Ca 添加マグネシウム合金の鍛造材としての適用性などの研究例はほとんどない。

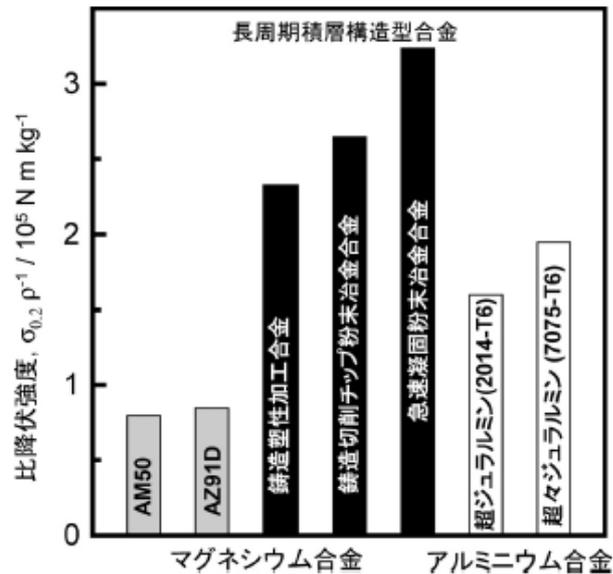


Fig.1.23 Comparison of specific proof stress of rapid solidified magnesium powder alloy $Mg_{97}Zn_1Y_2$, conventional magnesium alloy and aluminum wrought alloys.⁽¹⁵⁴⁾

1.8.4 マグネシウム合金の高強度化に関する従来の研究の問題点

1.8.3 で、マグネシウム合金の高強度化に関する従来の研究を展望した。それらの問題点を以下にまとめる。

(1) 鑄造品の結晶粒は約 100 μm が限界であり、鑄造法によるマグネシウム部材の高強度化は困難である。

(2) 熱間加工中の動的再結晶を利用した結晶粒微細化とそれによるマグネシウム合金の高強度化の研究が多くなされているが、工程が複雑であるために高価格な材料となる。

(3) 希土類元素を添加することにより高強度なマグネシウム合金の研究例があるが、耐腐食性が劣る可能性があること、ならびに材料価格が高いために自動車用には適さない。

(4) 耐熱性を向上させる添加元素として、安価な Ca 添加の Al-Ca 系マグネシウム合金の研究例が多く見られるが、凝固割れなど鑄造性が劣るために通常のダイカスト法には適さない。また、この問題を解決する方法として、半熔融射出成形への適用研究例があるが、実部品を成形するための詳細な検討はなされていない。

(5) (4) で述べた Al-Ca 系マグネシウム合金の研究目的は耐熱性向上が主であるが、鍛造による強度向上の研究例はほとんどない。

1.9 本研究の目的と意義

1.7 で述べたように、将来的にマグネシウムの軽量性を自動車部品に活かすためには、材料特性の高強度化が不可欠である。加えて、製品価格が低いことが適用拡大の大きな駆動力となる。すなわち、高強度化と低価格化の両立という課題を解決する成形プロセスの確立が急務である。

そこで、本研究の目的は、結晶粒微細化による高強度化を基本として、自動車に適用可能な高強度なマグネシウム部材を得るための材料強度改善と部品成形法の研究をすることにある。

図 1.24 はマグネシウム部材の高強度化と低価格化の両立にむけて本研究が目指す考え方の概念図である。従来のマグネシウム材料や成形法の技術では、軽量効果を発揮させるための強度と価格がトレードオフ関係にある。そこで、高い材料強度と低い価格を両立させる新しい成形法の可能性を検討していく。

上述の課題を解決し、マグネシウム合金を自動車部品に適用するには、以下の研究をする必要があると考えられる。

- 鍛造に直接、供試するための大径連続鋳造材の鍛造性の改善
- 鍛造工程を削減するための鋳造鍛造法の可能性の検討
- 鋳造鍛造法の生産性を向上させるための半熔融射出成形法の適用性の検討
- 半熔融射出成形材の材料強度改善のための熱処理条件の適正化
- 安価な耐熱性マグネシウム合金の鍛造性の検討

従い、次のような考え方で研究を実行していく。まず、研究対象とする合金としては、マグネシウム合金のなかでは市場性があり、安価な強化合金元素である Al を添加した Al 系マグネシウム合金を採用する。373K 以下の温度下で使われる車両関係部品には、耐腐食性が良好な Al-Zn 系マグネシウム合金を彩用する。373K を超える温度下で使われ、耐熱性を要求されるエンジン部品には、同じく安価な Ca を添加元素とした Al-Ca 系マグネシウム合金を採用する。これらのマグネシウム合金の材料強度改善を図る。

高強度化のための成形法として、既存の鍛造を適用する。鍛造に供する素材は、押出しや ECAP 法などの塑性加工を施して、結晶粒を数 μm に微細化したものではなく、溶湯から鋳造したままのものを用い、低価格化を図る。これを熱間で鍛造をすることにより、部品形状付与とともに動的再結晶を利用し、所望の強度を得るための結晶微細化を図る。さらに、熱処理により自動車部品に適した材料強度特性に改善する。これの実現性を検証するために、次の点を明らかにしていく。

(1) Al-Zn 系マグネシウム合金の鋳造材の鍛造性と結晶粒径の関係を調べ、通常の鍛造工程で成形可能な結晶粒径を明らかにし、実際の連続鋳造材でその結晶粒径を得るための条件を示す。次に鍛造後の結晶粒径と材料強度特性の関係を調べ、適用部品に必要な強度特性を得るための結晶粒径と、それを鍛造により実現するための諸条件を明らかにする。これらの基礎検討結果を適用し、実部品において高強度な材料特性が得られることを実証する。 (第2章)

(2) さらに、素材の歩留まり向上と鍛造工程を削減するために、鍛造素材を連続鋳造材から変更して、仕上げ鍛造前の形状の素材を重力鋳造によりを得るマグネシウムの鋳造鍛造法の適用可能性を示す。(第3章)

(3) さらなる生産性向上のために、半溶融射出成形にて鋳造鍛造素材を成形する。半溶融射出成形材の鍛造性と鍛造後の材料強度特性を調べるにより、半溶融射出成形の鋳造鍛造法への適用性を示す。(第4章)

(4) 鋳造鍛造法に半溶融射出成形を適用する際の課題となる厚肉部材内に発生する鋳造欠陥量と鍛造後の材料強度特性を調べ、健全な鍛造成形品を得るための半溶融射出成形材の鋳造欠陥量と、材料強度特性改善のための熱処理条件を示す。(第5章)

(5) 耐熱性向上のために Ca を添加した Al-Ca 系マグネシウム合金の半溶融射出成形材の鍛造性と機械的特性を調べ、本材料の鋳造鍛造法への適用可能性とエンジン部品などへの適用可能性を示す。(第6章)

上記研究により低価格で高強度なマグネシウム部材が実現可能となり、自動車の軽量化、エンジンの高性能化に貢献できる。また、自動車のみならず、他の産業の部品にも適用展開可能であり、マグネシウムの需要拡大が期待できることが、本研究の意義であると考えられる。

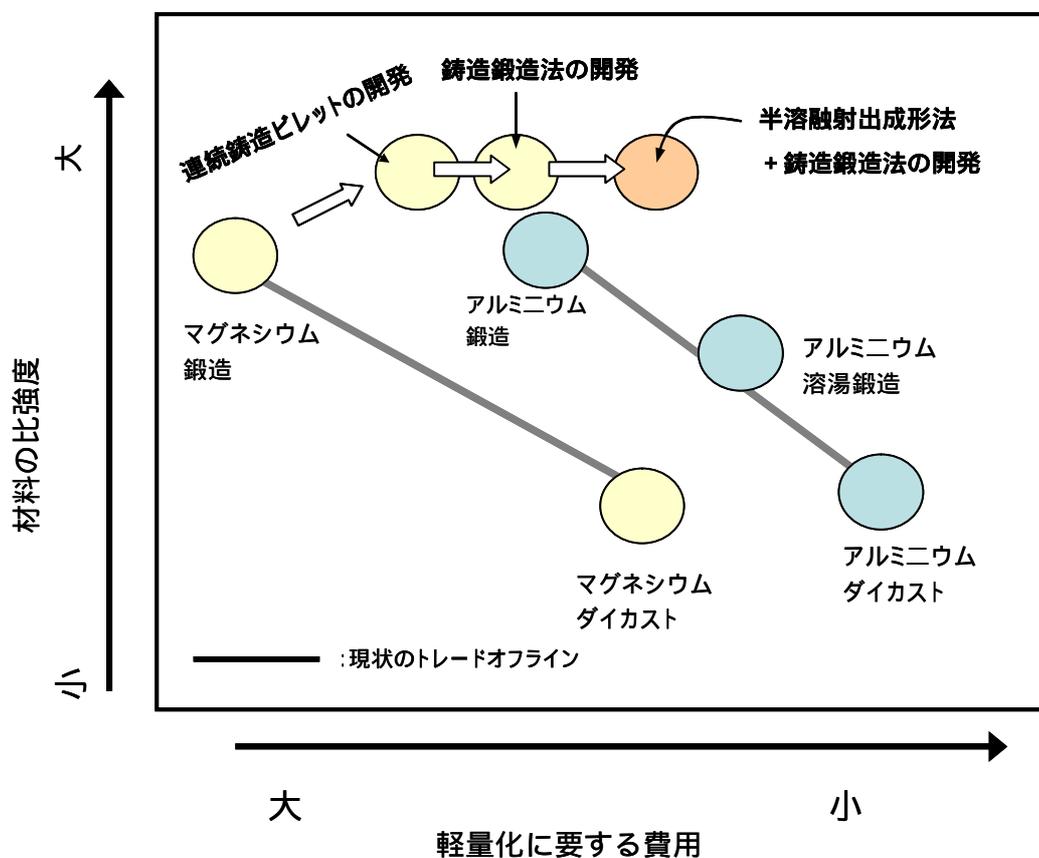


Fig. 1.24 Concept to realize the high strength and low cost penalty for weight reduction of magnesium application

1.10 第1章の結言

本章では、マグネシウム合金に関する従来の研究を展望し問題点を挙げ、この問題点を克服し、今後の自動車の軽量化にマグネシウム合金の適用が重要であることを指摘した。本章を以下にまとめる。

- (1) マグネシウム合金の自動車への適用にあたっての問題点を指摘した。すなわち、材料置換共通の課題であるコストパフォーマンス向上のための材料特性の強度改善と部品価格の低減である。
- (2) マグネシウム合金の部品成形法に関する従来の研究を展望し問題点を指摘した。すなわち、マグネシウム部品の成形はほとんどダイカスト法である。そのため、適用は低強度な部品が主である。高強度化のための部品成形法の研究は少ない。新しい成形法である半熔融射出成形の特徴を活かすための研究もあまり見られないため、その研究が必要である。
- (3) マグネシウム合金の高強度化に関する従来の研究を展望し、問題点を指摘した。すなわち、動的再結晶を利用した結晶粒の微細化による高強度材料の研究が多くあるが、耐腐食性など他の材料特性を鑑みると自動車部品には適さないと考えられる。従って、それらの問題点を解決する研究が必要である。
- (4) 従来の研究を展望し、自動車の軽量化にあたり、マグネシウム合金を自動車部品に適用するために行わなくてはならない研究課題を指摘した。

すなわち、

- 鍛造に直接、供試するための大径連続鋳造材の鍛造性の改善
- 鍛造工程を削減するための鋳造鍛造法の可能性の検討
- 鋳造鍛造法の生産性を向上させるための半熔融射出成形法の適用性の検討
- 半熔融射出成形材の材料強度改善のための熱処理条件の適正化
- 安価な耐熱性マグネシウム合金の鍛造性の検討

これらの研究課題を解決することが、本論文の目的である。

- (5) 上記(4)の目的を達成するために、以下の研究を行うことが本論文の内容であることを示した。

- Al-Zn系マグネシウム合金連続鋳造材の結晶粒径および材料組成が鍛造性と強度特性に及ぼす影響 ----- (第2章)
- Al-Zn系マグネシウム合金の強度特性に及ぼす結晶粒径の影響と鋳造鍛造法の自動車部品への適用性 ----- (第3章)
- 半熔融射出成形法を適用したAl-Zn系マグネシウム合金の鋳造鍛造法の実用性検討 ----- (第4章)
- 半熔融射出成形を適用したマグネシウム合金鋳造鍛造材の強度特性に及ぼす内部欠陥と熱処理条件の影響 ----- (第5章)
- 半熔融射出成形をしたAl-Ca系マグネシウム合金の鍛造性と鍛造部材の機械的性質 ----- (第6章)

上記の研究の意義は、自動車の軽量化に大きく寄与するだけでなく、地球資源的に豊富なマグネシウムを有効利用する方法としても環境問題に対して貢献が期待できることを示した。

第 2 章

Al-Zn 系マグネシウム合金連続鋳造材の結晶粒および 材料組成が鍛造性と強度特性に及ぼす影響

第2章 Al-Zn系マグネシウム合金連続鋳造材の結晶粒径および材料組成が鍛造性と強度特性に及ぼす影響

2.1 緒言

マグネシウムは現在のところ、自動車部品に適用される構造系金属材料の中では、最も比重が小さく、近年、一層高まっている軽量化ニーズの対応に適切な軽量材料である。マグネシウム合金を自動車部品へ適用する場合の製造法としては、ダイカストや半溶融射出成形などの鋳造法が主流であり、適用部品はケース類など薄肉部品が多い。鋳造法をホイールやサスペンションなどの強度部品に適用する場合、部品内部に生じる鑄巣などの欠陥が材料強度低下の原因となるため、部品要求強度を満たすには、形状を厚肉にせざるを得ず、マグネシウムの軽量性を十分に活かすことは難しいのが現状である。

一方、鍛造法では鍛練効果により機械的性質の向上が期待でき、かつ内部欠陥の問題をなくすることができるため、アルミニウム鍛造材並みの鍛造性と機械的性質を有すれば、マグネシウム本来の軽量性を十分に活かせる部材を実現することができる。現状の塑性加工用マグネシウム合金としては ASTM 規格の ZK60 に代表される Zn-Zr 系マグネシウム合金や AZ80 に代表される Al-Zn 系マグネシウム合金が存在する⁽³⁵⁾。Zn-Zr 系マグネシウム合金の鍛造成形性は、良好であるが、耐食性に劣ることに加え、さらに価格が高い。一方、Al-Zn 系マグネシウム合金の耐食性は Zn-Zr 系マグネシウム合金に比べ良好であるが、鍛造成形性に劣る。このため、現状では鑄塊から押出し、圧延、鍛造などの二次加工を経て、結晶粒を微細化したマグネシウム合金素材を使用しており、価格が高くなる要因となっている。マグネシウム合金の鍛造性、強度特性を改善するための結晶粒微細化手法の研究がなされているが、複数回の塑性加工工程を必要とするなど、価格面においては現実性が低いものが多い^{(142)~(154)}。価格を低減するには鍛造用素材は大半のアルミニウム鍛造で用いられているように連続鋳造材とする必要があるが、連続鋳造材の結晶粒径を微細化する研究例は少なく、また、その鍛造性に関する研究例も少ない。

そこで、本研究では、直接、鍛造に供することが可能な Al-Zn 系マグネシウム合金の連続鋳造材を実現することを目的に、まず、連続鋳造材の結晶粒径を微細化するための添加剤の影響を調べ、さらに鍛造性ならびに鍛造後の機械的性質に及ぼす結晶粒径と合金成分の影響を調べることで、自動車用鍛造部材としての材料強度特性を得るための条件を明らかにする。次に、その連続鋳造材の実用性を検討するために、自動車用ロードホイール（以下ホイールと略す）への適用を試みる。

2.2 実験方法

2.2.1 供試材

表 2.1 と表 2.2 は本研究に用いた供試材の化学成分を示す。表 2.1 の合金 A は鍛造用マグネシウム合金である ASTM 規格 AZ80 に相当する合金である。主として、結晶粒微細化剤の効果を調べるために用いる。表 2.2 に示す 3 種類の合金は、材料強度特性の改善を検討するために用いた合金である。Al-Zn 系マグネシウム合金において、Zn 含有量を 0.7~0.9 mass%、Mn 含有量を 0.22~0.27 mass% とし、さらに、その他の不純物元素である Fe、Si、Cu、および Ni を表 2.1 の合金 A 並みに一定として、Al 含有量のみを 6.0、6.9 および 8.2mass% に変化させた合金を用いる。

Table 2.1 Chemical composition of magnesium alloy for grain refining (mass %)

	Al	Zn	Mn	Fe	Si	Cu	Ni	Mg
Alloy A	8.1	0.45	0.27	0.0018	0.03	0.0025	0.0009	Bal.

Table 2.2 Chemical composition of magnesium alloy for improvement of mechanical properties (mass %)

	Al	Zn	Mn	Fe	Si	Cu	Ni	Mg
Alloy B	6	0.9	0.27	0.0018	0.03	0.0025	0.0009	Bal.
Alloy C	6.9	0.7	0.27	0.0018	0.03	0.0025	0.0009	Bal.
Alloy D	8.2	0.7	0.22	0.0018	0.03	0.0025	0.0009	Bal.

2.2.2 結晶粒微細化剤

結晶粒微細化剤には CaCN_2 (カルシウムシアナミド)を選定した。溶解中に微細化剤の C 元素が供試材の Al と反応し、 Al_4C_3 を形成する。これが結晶核となり、結晶粒の微細化に作用すると仮定した。微細化剤の添加量は 0.25mass% , 0.5mass% , 1.0mass% および 1.5mass% の四条件である。

2.2.3 鑄造実験条件

図 2.1 はマグネシウム合金の連続鑄造法の概要を示している。上部より合金溶湯を注ぎ、まず、素材端部を凝固させ、その上に鑄造をしながら下方に引き下げ、水冷により連続的に凝固させて素材を製造する方法である。図 2.2 は連続鑄造材と同程度の大きさの直径の大小二つの円柱状キャビティを有する金型(二つ割り型)の概略図を示す。キャビティの直径は、実際の連続鑄造設備で製造できる連続鑄造材の直径に合わせ、大径の方が 178mm、小径の方が 127mm である。図 2.3 は金型中の熱電対の設定位置を示す。

中心および周辺に熱電対を配置しており、大径キャビティでは、深さ 127mm、内壁より 10mm と 65mm の位置、小径キャビティでは深さ 127mm、内壁より 10mm と 40mm の位置で冷却温度を測定する。図 2.4 は金型を開いた状態の写真を示す。

図 2.5 は金型を合わせ、熱電対が設置された鑄造前の実際の金型の写真を示す。鑄造時の金型温度は、約 493K (220)として、約 1063K (790)の溶湯温度の合金 A を上部の湯口より注湯する。図 2.6 は溶湯が凝固後に金型より取り出した鑄塊の写真を示す。この鑄塊の熱電対設置部位の冷却速度と、設置部位近傍の凝固後の材料組織の結晶粒径を測定し、冷却速度と結晶粒径の関係を求める。

図 2.7 は注湯した合金が冷却する際の温度経過を示している。注湯温度から凝固が開始するまでの温度差 T と時間 t を計測し、この比である T/t (K/s) を冷却速度と定義した。

また、微細化剤添加による連続鋳造材の結晶粒微細化効果を調べるために、約 1083K (810) で溶解した供試材中に粉末の CaCN_2 を添加し、その後 360s 攪拌、540s 溶湯沈静化させた後に、金型へ注湯する。

結晶粒径の測定については、試験片に T4 処理(673K にて 36ks 保持後空冷)を施し、その後、研磨、エッチングをして、光学顕微鏡により組織観察をする。なお、エッチングにはエチレングリコール 75ml、硝酸 1ml、蒸留水 25ml の割合の混合液を用いる。そして、画像解析装置により結晶粒の等価円直径を求め、その平均値を算出する。

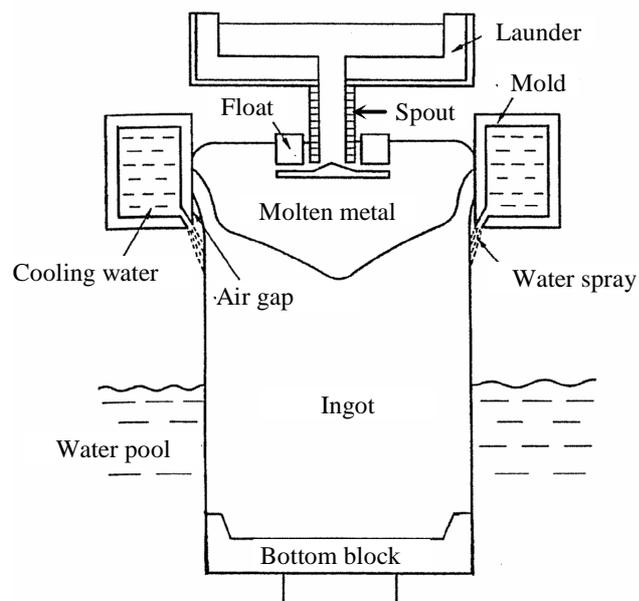


Fig. 2.1 Schematic of direct chill casting for billet

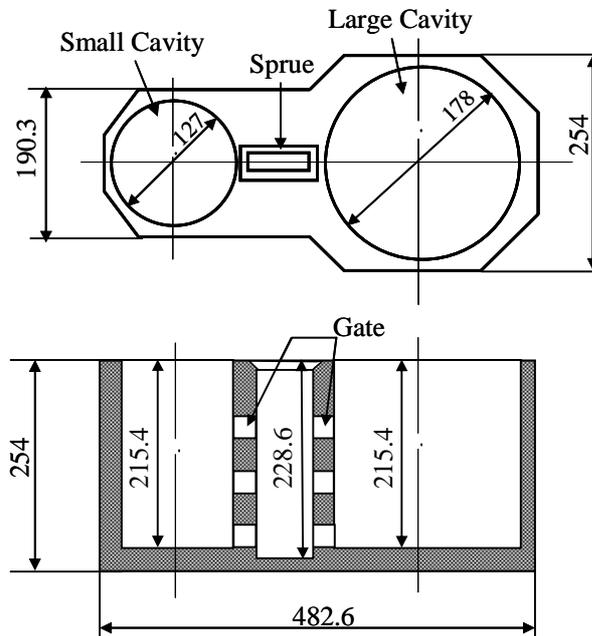


Fig. 2.2 Schematic of casting mold for experiment of grain refining

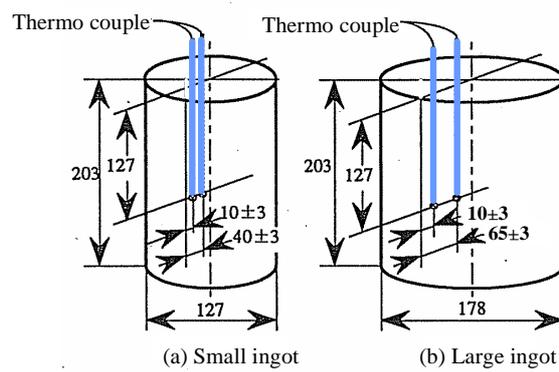


Fig. 2.3 Position of thermocouples in cavities of mold die



Fig. 2.4 Position of thermocouples in cavities of mold die



Fig. 2.5 Position of thermocouples in cavities of mold die.



Fig. 2.6 Position of thermocouples in cavities of mold

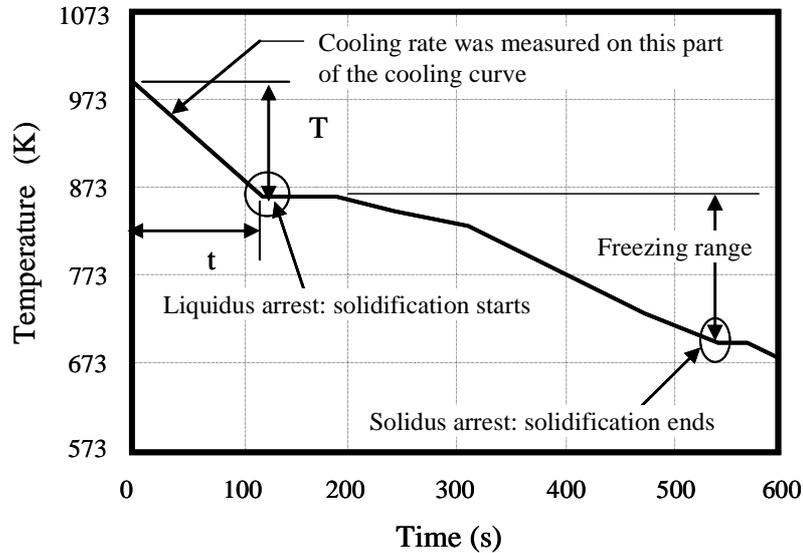


Fig. 2.7 Melt cooling curve to show the definition of cooling rate

2.2.4 鍛造性評価方法

連続鋳造材の鍛造性を評価する方法として端面拘束圧縮試験法⁽¹⁸¹⁾を用い、限界据込み率を測定した。図 2.8 は試験方法の概要を示す。試験片は鋳造材から切り出した直径 28mm、高さ 42mm の円柱である。これを赤外線イメージ炉内にて、623K に加熱し試験片が均熱化した後に、据込み試験を行う。据込みには油圧式万能試験機を用い、据込み速度は 0.23mm/s である。試験片は据込みにつれ、次第に樽状に変形する。そして、試験片外周面にき裂が生じた時を据込み限界とする試験法である。なお、試験片と試験金型の接触部の摩擦の影響を排除するために、金型端面に同心円状の溝を形成し、試験片と金型の接触面のすべりを拘束している。式(2.1)は据込み試験時の試験片高さにより定義される据込み率 P を示す。式(2.2)は外周にき裂が生じた時の高さ H_{limit} の時の据込み率であり、これを限界据込み率 P_{limit} と定義する。

$$\text{据込み率} \quad P (\%) = 100 \times (H - H') / H \quad (2.1)$$

H (mm); 初期試験片高さ

H' (mm); 据込み後試験片高さ

$$\text{限界据込み率} \quad P_{limit} (\%) = 100 \times (H - H_{limit}) / H \quad (2.2)$$

H_{limit} (mm); き裂が生じた時点の試験片高さ

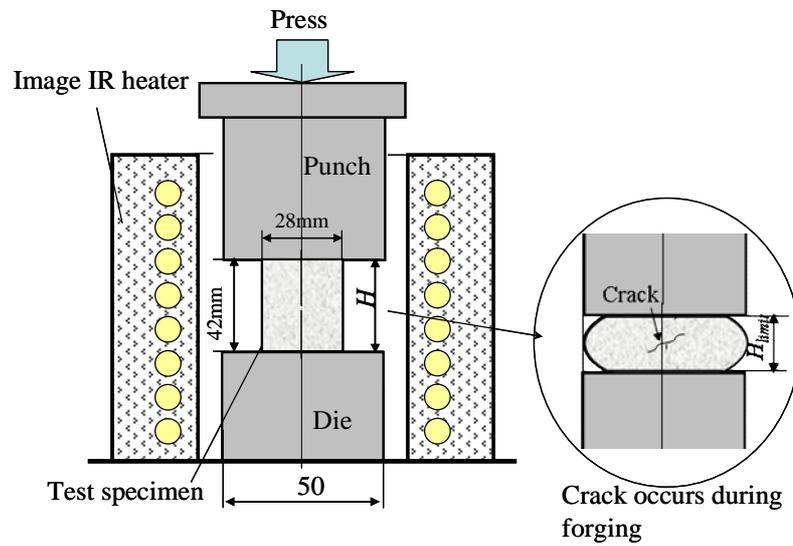


Fig. 2.8 Schematic of upset forging to evaluate limit forging rate

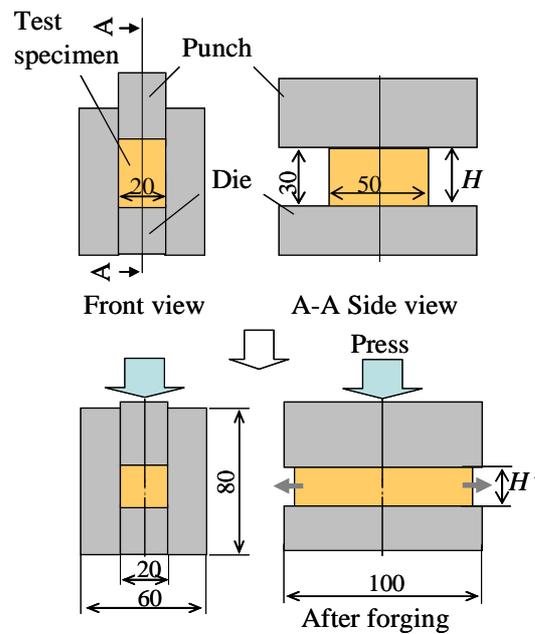


Fig. 2.9 Schematic of equipment for forging test specimen

2.2.5 試験片の鍛造条件

図 2.9 は試験片の鍛造の概要を示す。鍛造に供する試験片は鋳造材より切り出した $20^w \times 30^h \times 50^l$ mm の角柱である。鍛造には 5.1×10^3 N の油圧プレスを用いた。試験片側面の変形を拘束し、垂直方向の圧縮により水平の長手方向のみに延びるようにした。鍛造温度は 623K であり、イメージ加熱炉内で試験片を均一加熱した。圧縮の金型と試験片の摩擦抵抗を低減するために、金型と接触する試験片両端部には、潤滑剤として二硫化モリブデンを塗布した。鍛造により試験片が受ける鍛造加工率は式(2.1)と同定義であり、試験片の初期高さとの高さにより算出する。なお、加工速度は 300mm/s と 0.3mm/s である。ひずみ速度に換算すると、それぞれ $10^3\%/s$ と $1\%/s$ になる。

2.2.6 熱処理条件

熱処理として、鍛造後に T6 処理（溶体化処理後に人工時効処理）を施した。表 2.3 は強度特性を改善するために用いた合金 B, C と D の三種類の熱処理条件を示す。

Table 2.3 Heat treatment conditions for alloy A, B and C

	Solution treatment		Artificial aging treatment	
Alloy B	36ks at 673K	Air cooling	28.8ks at 448K	Air cooling
Alloy C	36ks at 673K	Air cooling	57.6ks at 448K	Air cooling
Alloy D	36ks at 673K	Air cooling	57.6ks at 448K	Air cooling

2.2.7 材料強度試験

材料強度試験を行うために、鍛造後の試験片中央部から、それぞれの試験に供試する試験片素材を切り出した。図 2.10 は材料強度試験の試験片形状を示す。図 2.10 (a)は引張試験片であり、直径 5mm、平行部 25mm である。引張試験はインストロン型引張試験機（島津製作所製オートグラフ AG5000A）を使用し、室温において、歪速度 $6.6 \times 10^{-4}/s$ の条件にて実施する。図 2.10 (b)は小野式回転曲げ試験に供する平行部直径 8mm、長さ 16mm の平滑試験片である。回転数 2600/60/s (2600rpm) にて疲労試験を実施する。

図 2.10 (c)はシャルピー衝撃試験片である。一辺 10mm の正方形断面、長さ 55mm の角柱試験片形状であり、幅 2mm、深さ 2.5mm、R=1mm の U ノッチを有している。

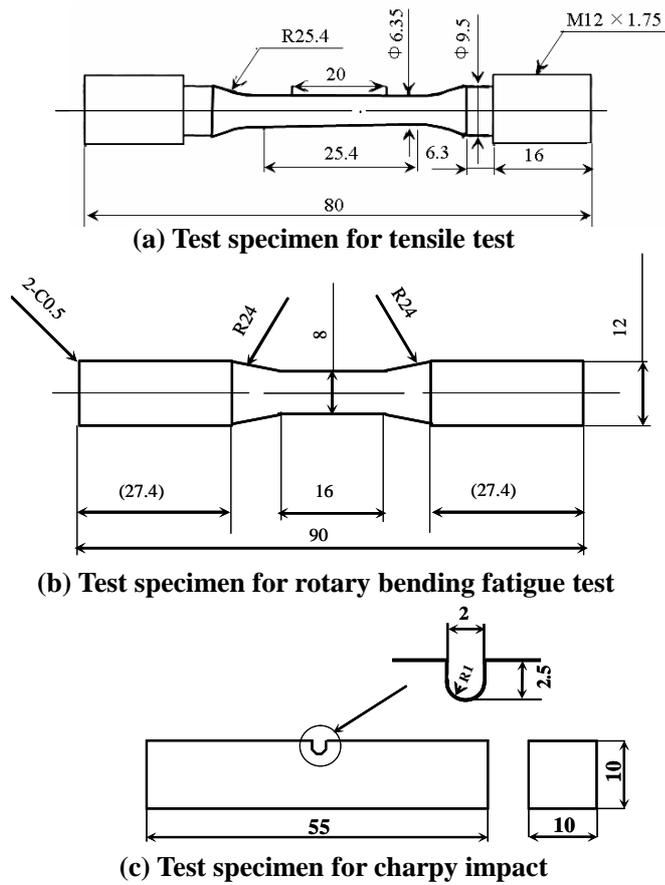


Fig. 2.10 Dimensions of test specimens for measuring material strength

2.3 実験結果と考察

2.3.1 結晶粒径に及ぼす冷却速度と微細化剤の効果

図 2.11 は合金 A を鋳造した時の溶湯の冷却速度と結晶粒径の関係を示す。微細化剤を添加しない場合、金型キャビティ中心付近での冷却速度は $3\text{K/s} \sim 4\text{K/s}$ であり、結晶粒径は約 $350\ \mu\text{m} \sim 480\ \mu\text{m}$ である。金型キャビティ外壁付近では、冷却速度は大きくなり、それにつれて、結晶粒径は微細になっているが、約 $130\ \mu\text{m}$ が微細化の限界である。

方、微細化剤を添加した場合、 CaCN_2 を核にした結晶成長が起こるため、結晶の数が増加し、結晶粒径は微細化する。結晶粒径は同の冷却速度において、微細化剤を添加しない場合の約 50% 小さくなっている。結晶粒微細化剤の有無に関わらず、結晶粒径に及ぼす冷却速度の効果は同じであった。すなわち、冷却速度 4K/s と 8K/s における結晶粒径を比較すると、微細化剤無添加では結晶粒径は約 54% 小さい。微細化剤添加の場合、結晶粒径は約 50% から 58% 小さくなって

おり、減少率に大差はない。しかし、微細化剤添加の場合、結晶粒径の絶対値は、より小さくなるため連続鋳造材の断面内で、結晶粒径の均質な材料を得ることが可能である。

図 2.12 は冷却速度が 4K/s 付近の材料組織写真を示す。図 2.12 (a)は微細化剤を添加しない場合であり 結晶粒径は約 320 μm である。図 2.12(b)は CaCN_2 を 0.5mass% を添加した材料組織であり、結晶粒径は約 155 μm に微細化されている。また、微細化剤添加量の影響については、0.5mass% の添加量が最もその効果が大きく、これ以上の添加量では、微細化効果は飽和している。

図 2.13 は実際の連続鋳造材の製造設備を用い、合金 A の直径 228.6mm の連続鋳造材を製作し、その中心部の材料組織を示す。結晶粒径は外周部、中心部とも約 160 μm であった。この結晶粒の大きさから、実際の連続鋳造材の冷却速度は約 4K/s であり、素材断面内で、それほど冷却速度に差はないものと推察される。

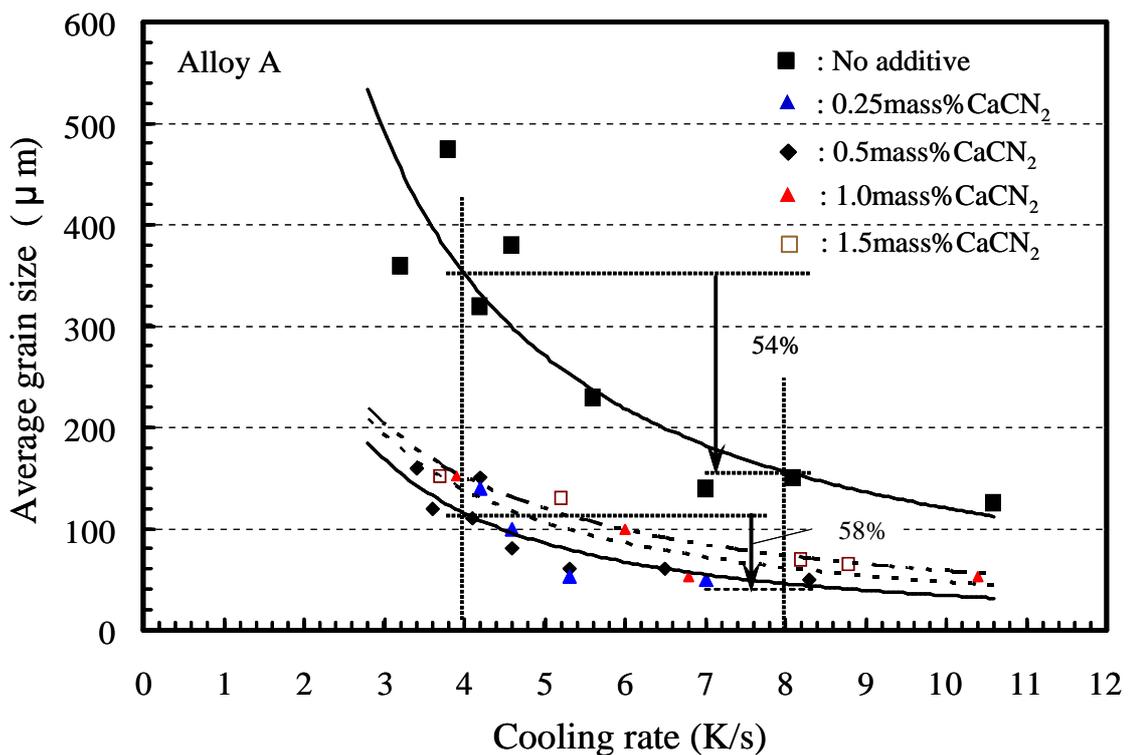
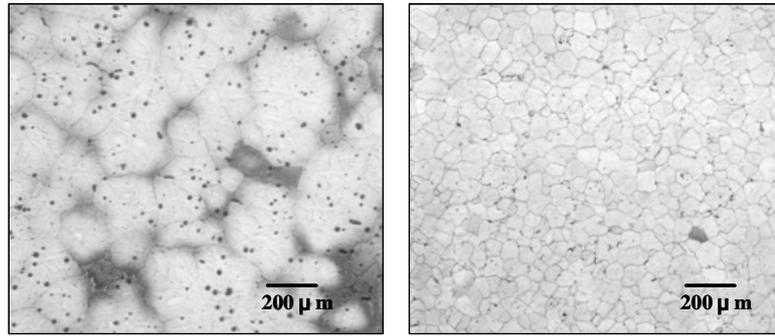


Fig. 2.11 Relationship between cooling rate and average grain size of Alloy A with/without additive CaCN_2



(a) No addition of grain refiner (b) 0.5 mass (%)CaCN₂ addition

Fig. 2.12 Microstructure of magnesium cast without refining and with refining by CaCN₂

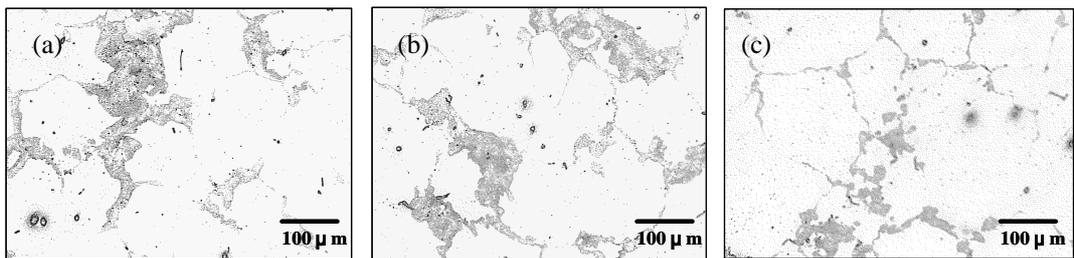
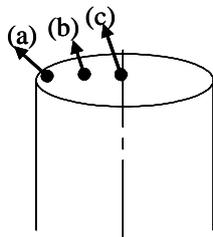


Fig. 2.13 Microstructure of continuous cast chilled billet refined by CaCN₂

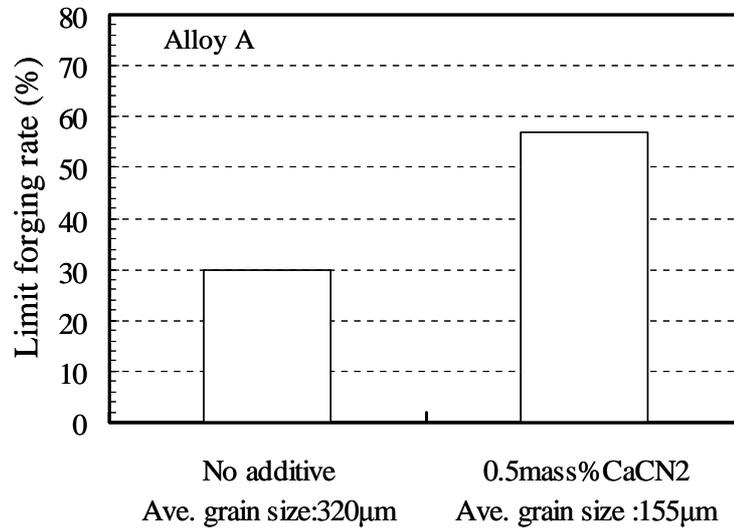


Fig. 2.14 Limit forging rate of alloy A with/without additive for refining grains (permanent mold)

2.3.2 鍛造性評価結果

図 2.14 は 2.3.1 の図 2.12 で示したのと同じ試験片について鍛造性を評価した結果である。結晶粒径が約 320 μm の微細化剤無添加の試験片の限界据込み率 P_{limit} は 30% である。この値は鍛造材としては小さく、鍛造は困難な材料である。これに対し微細化剤を添加した結晶粒径が約 155 μm の試験片の限界据込み率 P_{limit} は 56% までに増大している。

2.3.3 Al 含有量と機械的性質の関係

自動車の強度部材として具備すべき機械的性質のうち靱性は特に重要である。Al-Zn 系マグネシウム合金の成分のなかで機械的性質に強く影響を及ぼす合金元素は Al と考えられる。そこで Al 含有量と機械的性質の関係を調べた。表 2.2 に示す Al 含有量の異なる三種類の合金の連続鋳造材を製作した。いずれも微細化剤は CaNC₂ を 0.5mass% 添加しており、平均結晶粒径は約 160 μm である。それぞれの連続鋳造材とそれらに鍛造加工率 60% の鍛造を施した材料の熱処理後の強度特性を調べた。それぞれの合金は表 2.3 に示す条件により熱処理 (T6 処理) を施している。図 2.15 は引張試験と衝撃試験の結果を示す。図 2.15 (a) は引張強さ、図 2.15 (b) は 0.2% 耐力、図 2.15 (c) は伸びを、さらに図 2.15 (d) はシャルピー衝撃値を示す。

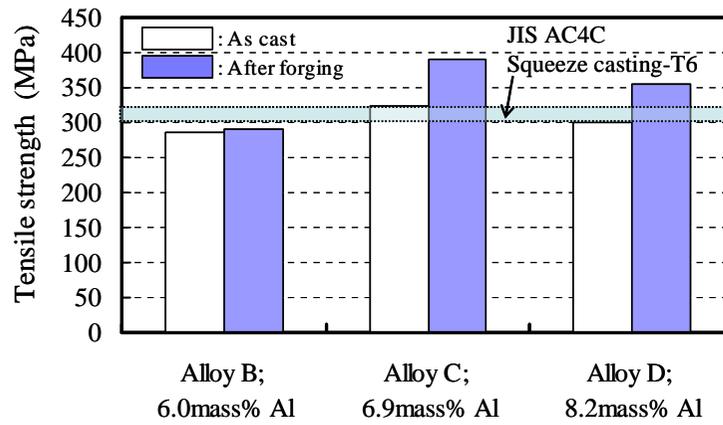
図 2.15 中には、自動車のホイールやサスペンションアームなどに適用されているアルミニウム合金 JIS 規格 AC4C の溶湯鍛造材の特性を併記している。この特性を勘案すると、合金 C の鍛造後の 0.2% 耐力は AC4C 溶湯鍛造材よりも小さい。しかし、この不足は部材の肉厚増大等に対応できるため、引張強さ、伸び、衝撃値は優っている合金 C が自動車用の強度部材に適用するマグネシウム合金としては、三種類の合金の中では最も適していると考えられる。

図 2.16 は合金 B, C 及び D の鍛造前後の T6 処理後の材料組織写真を示す。この材料組織とそれぞれの機械的性質は対応している。すなわち、鍛造、熱処理後の試験片においては、Al 含有量の増加に伴い、図 2.16 の写真に認められる様に $Mg_{17}Al_{12}$ の金属間化合物と 相の共析組織（組織写真中の黒っぽい部分）が粒界に析出する。この共析組織の量が増加するに伴い、弾性変形までの特性である 0.2% 耐力は大きくなるが、一方、この共析組織は脆いため、伸びや衝撃値は小さくなると考えられる。

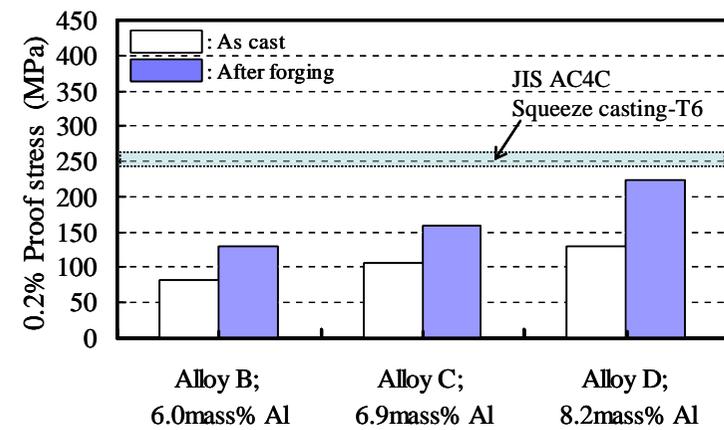
鍛造後の強度特性は合金 B (Al 含有量 6.0mass%) の伸び以外は、三種類の合金のどの特性も鍛造前の特性よりも大きくなっている。特に合金 C の伸びの向上率は大きい。鍛造後の材料組織を観察すると合金 C が最も結晶粒径が小さくなっており、伸びの向上は結晶粒微細化の効果であると考えられる。合金 B の鍛造後の結晶粒径は不均一であり、大きな結晶が混在している。結晶粒微細化剤として $CaCN_2$ を添加したが、この Ca 成分と Al が $AlCa_2$ を形成し、熱処理時の結晶成長を転位のピン止め効果により、抑制している可能性がある。Al 含有量の少ない合金 B は他の合金よりも、その抑制効果が少なく結晶が粗大化したと推察される。従って、合金 B の鍛造後の特性の向上率が三種類の合金中で最も小さい理由はこの不均一な結晶粒径に起因すると推察するが、結晶成長のメカニズムを含め詳細は今後、解明していく必要がある。

Al 含有量 6.9mass% の合金 C の鍛造後の結晶粒径が Al 含有量 8.2mass% の合金 D よりも小さい理由を次のように考察した。図 2.17 は Al 系マグネシウム合金の鑄造組織の模式図を示す。結晶粒界に $Mg_{17}Al_{12}$ の金属間化合物と 相の共晶が晶出する組織である。 $Mg_{17}Al_{12}$ の結晶構造は bcc 構造であるため hcp 構造の 相よりもすべり変形を起こしやすい。従って、高温で圧縮された際に、この $Mg_{17}Al_{12}$ の晶出量の多い合金 D は、 $Mg_{17}Al_{12}$ の変形にエネルギーを費やされ、結晶粒内に蓄積されるエネルギーは合金 C に比べ小さいと推測される。逆に、合金 C の結晶粒内に蓄積されるエネルギーは合金 D に比べ大きいため、動的再結晶による微細化がより進行したと推察される。

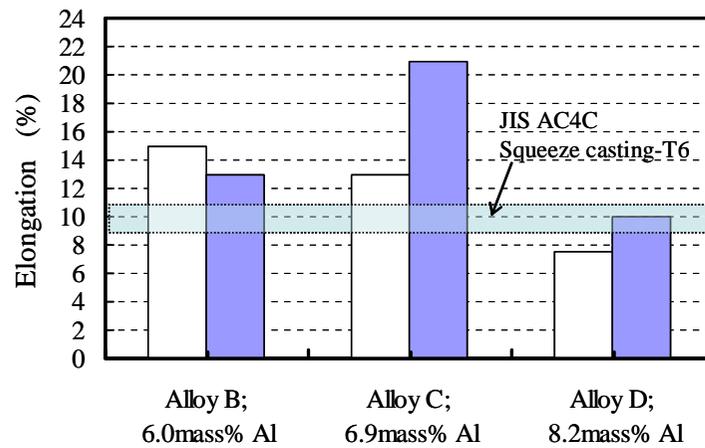
このメカニズムを考察するために、高温にて圧縮試験を行い、応力 - ひずみ曲線を採取した。図 2.18 は合金 C と D の 523K と 623K における圧縮の応力 - ひずみ曲線を示す。初期の平均結晶粒径はいずれも約 $200\mu m$ である。圧縮変形速度は $48mm/s$ である。623K において、ひずみが 0.4 以上では、応力は一定値を示している。これは、変形中の再結晶による硬化と回復による軟化がバランスした状態であり、動的再結晶が生じた場合の典型的な応力 - ひずみ曲線⁽¹¹⁷⁾である。このことから 623K では、動的再結晶が起きていると考えられる。そして、623K においては、合金 C のほうが合金 D よりも、いずれのひずみにおいても圧縮応力は小さい。これは、上述のように、 $Mg_{17}Al_{12}$ の晶出量の少ない合金 C の方が小さい応力で、同じひずみ量を得られるためと考えられる。



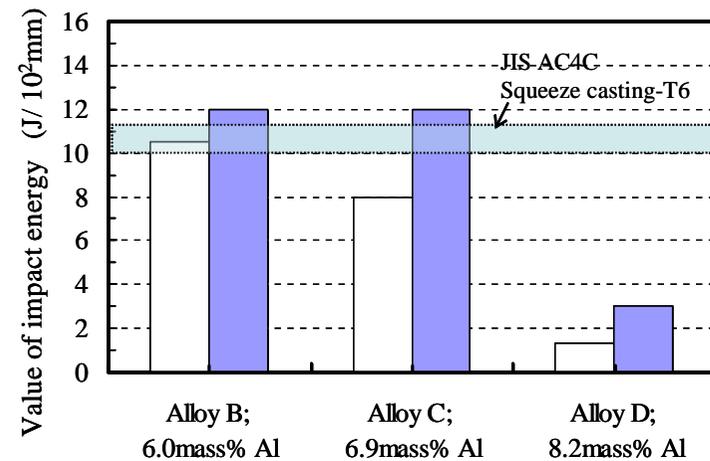
(a) Tensile strength



(b) 0.2% proof stress



(c) Elongation



(d) Value of impact energy

Fig. 2.15 Influence of Al content on mechanical property of Al-Zn

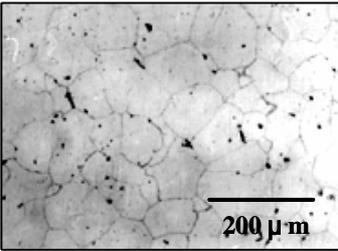
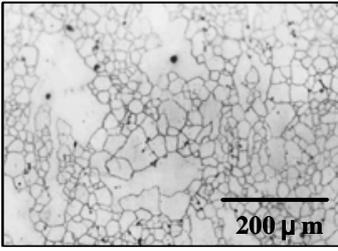
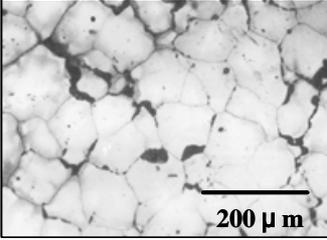
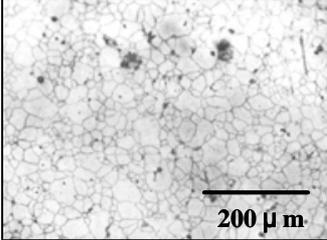
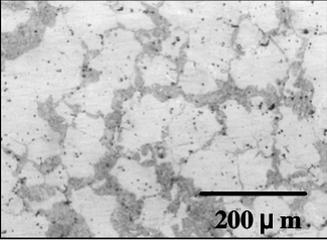
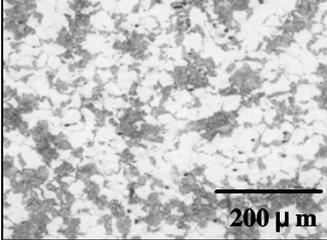
	As cast -T6	Forged -T6
Alloy B	 <p>Micrograph showing the microstructure of Alloy B in the as-cast -T6 condition. The structure consists of large, equiaxed grains with a grain boundary network. There are several dark, irregularly shaped particles (likely precipitates or inclusions) scattered throughout the matrix. A scale bar in the bottom right corner indicates 200 μm.</p>	 <p>Micrograph showing the microstructure of Alloy B in the forged -T6 condition. The grains are significantly smaller and more elongated compared to the as-cast state, indicating grain refinement due to forging. The dark particles are still present but appear more finely distributed. A scale bar in the bottom right corner indicates 200 μm.</p>
Alloy C	 <p>Micrograph showing the microstructure of Alloy C in the as-cast -T6 condition. The grains are large and somewhat irregular in shape. There are dark, elongated features, possibly precipitates or inclusions, visible within the grains. A scale bar in the bottom right corner indicates 200 μm.</p>	 <p>Micrograph showing the microstructure of Alloy C in the forged -T6 condition. The grains are much smaller and more uniform in size compared to the as-cast state. The dark features are also smaller and more dispersed. A scale bar in the bottom right corner indicates 200 μm.</p>
Alloy D	 <p>Micrograph showing the microstructure of Alloy D in the as-cast -T6 condition. The grains are large and have a somewhat irregular, polygonal shape. There are dark, irregularly shaped particles scattered throughout. A scale bar in the bottom right corner indicates 200 μm.</p>	 <p>Micrograph showing the microstructure of Alloy D in the forged -T6 condition. The grains are significantly smaller and more uniform in size compared to the as-cast state. The dark particles are also smaller and more finely distributed. A scale bar in the bottom right corner indicates 200 μm.</p>

Fig. 2.16 Microstructure of Alloy B,C and D before and after forging

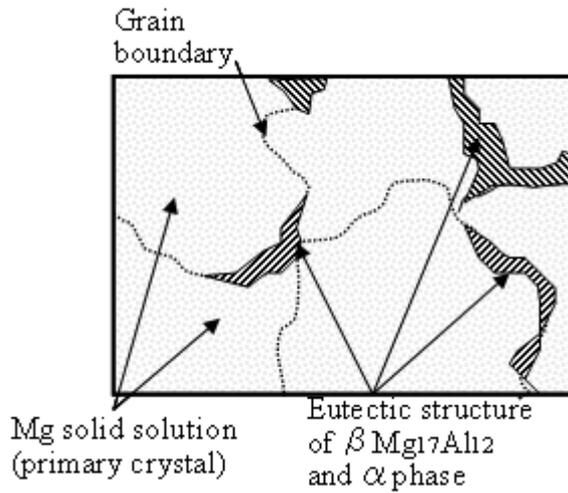


Fig. 2.17 Schematic structure of Al-Mg alloy

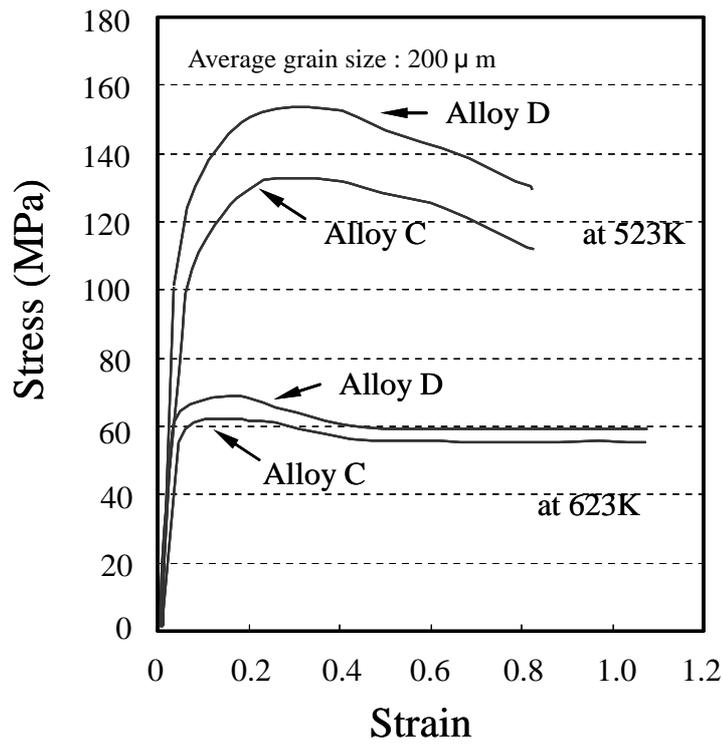


Fig. 2.18 Compressive stress-strain curve of alloy A and alloy B at 523K and 623K

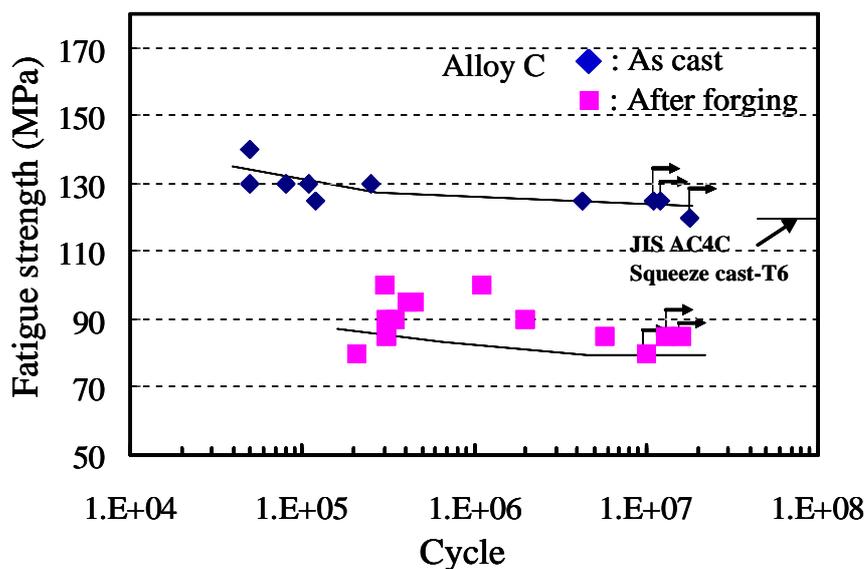


Fig. 2.19 Fatigue strength of alloy C (Rotary bending fatigue)

2.3.4 合金 C の連続鋳造材の疲労強度

図 2.19 は合金 C の回転曲げ疲労試験の結果を示す。連続鋳造材の疲労限は約 80MPa である。加工率 60% 鍛造後の連続鋳造材の疲労限は約 125MPa である。比較として、アルミニウム合金 AC4C 溶湯鍛造 T6 処理材の疲労強度を併記する。合金 C 鍛造材の疲労限は AC4C 溶湯鍛造材の疲労限と同等であることが分った。

2.3.5 鍛造性に及ぼす加工温度の影響

合金 C の連続鋳造材の限界据込み率におよぼす加工温度の影響を調べた。試験前の結晶粒径は約 120 μm と 200 μm の二種類である。図 2.20 は加工温度を 523K, 573K, 623K および 673K の四条件にて限界据込み率を評価した結果を示す。523K での限界据込み率は 64% であり、加工温度が増加するにつれて、限界据込み率はほぼ直線的に大きくなる。

図 2.21 はそれぞれの加工温度における鍛造加工率 $P=30\%$ 後の材料組織を示す。523K と 573K での据込み試験後の材料組織は、微細化されていない粗大な結晶粒が観察される。特に 523K は据込み試験前よりも大きい結晶が認められる。マグネシウムは室温において変形可能なすべり系が底面すべりしかないが、523K を超える温度から、非底面すべり系が活発になるが、このように粗大な組織が混在している理由を以下に考察する。

図 2.22 は図 2.21 の 573K 以下の温度で加工した時の粒径の混在する組織とその模式図を示す。573K 以下の温度で鍛造を行うと動的再結晶を生じる結晶粒と、動的再結晶が充分に行われず、明確な亜粒界が形成されない結晶粒が現れると推測される。後者は鍛造後の熱処理時に粒界部分に集積した転位の消失し、粒界が無くなると考えられる。従って、図 21 に見られるような凹凸状の結晶粒が現れたと視察される。従って、合金 C において、均質な微細結晶を得るためには、623K 以上の加工温度で鍛造する必要がある。

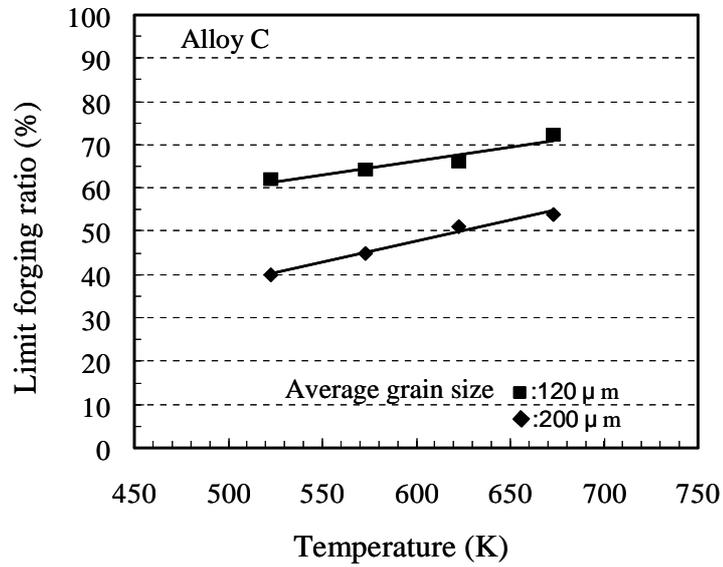
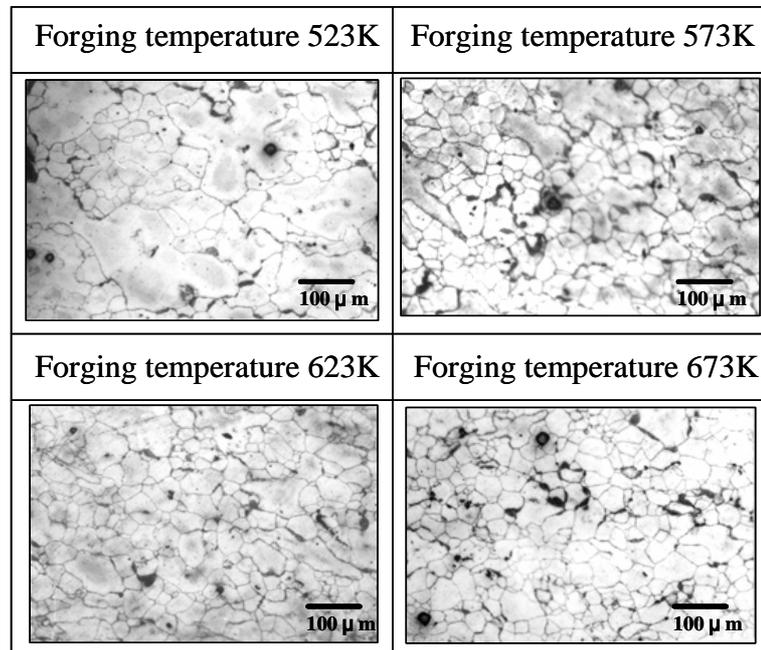


Fig. 2.20 Limit forging rate of alloy C of average grain size 120μm and 200μm



P=30%

Fig. 2.21 Microstructure of alloy C after forging at various forging temperature

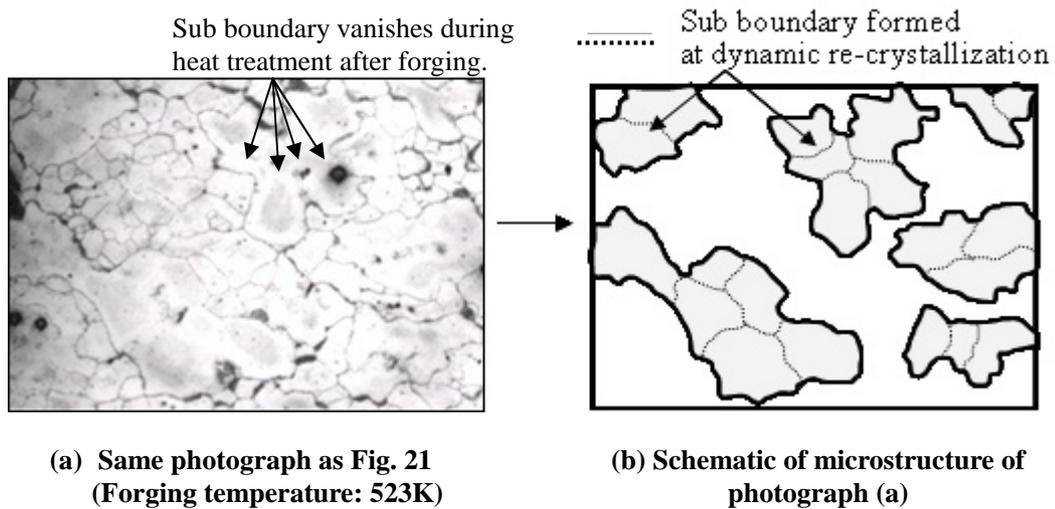


Fig. 2.22 Schematic of microstructure of mixed grain size

2.3.6 鍛造性に及ぼす加工速度の影響

実部品を製造する鍛造装置には、加工速度の小さい油圧プレスから加工速度の大きいメカニカルプレスなどがある。製造法の対応性の評価するために、合金Cの連続鍛造材の鍛造性に及ぼす加工速度の影響を調べた。加工温度は623Kである。

図2.23は据え込み試験時の平均ひずみ速度と $10^3\%/s$ の場合における試験片の限界据え込み率を調べた結果を示す。試験片の結晶粒径は $250\mu m$ 、 $200\mu m$ と $120\mu m$ の三種類である。ひずみ速度 $10^3\%/s$ の場合の据え込み限界率は $1\%/s$ の場合のそれよりも小さい。結晶粒径が小さくなるにつれて、その据え込み限界率の差は小さくなっている。

図2.24は結晶粒径が約 $120\mu m$ の試験片を、ひずみ速度 $1\%/s$ と $10^3\%/s$ で据込んだ時の据え込み率30%と50%の場合の組織写真である。据え込み率が50%の場合の組織はいずれのひずみ速度においても同程度に結晶粒は微細になっているが、据え込み率30%の場合においては、ひずみ速度が大きい方が大きな結晶粒の混在する組織になっている。

高温変形中に再結晶と回復を同時に繰り返す動的再結晶では、一般に式(2.3)で表されるZener-Hollomon式によるZ値が大きいほうが結晶粒径は小さくなる。すなわち、ひずみ速度の大きいほうが結晶粒径は小さくなると言われているが、本実験結果には、それは当てはまっていない。圧延や押し出しのような強加工でないことが、その一因かもしれないが、メカニズムは不明である。

本実験結果から、加工速度の大きい鍛造機を使用する場合は、部材中に鍛造後の加工率の小さい部位が存在しないような設計上の工夫を要することが明確になった。

$$Z = \dot{\epsilon} \times \exp(Q/RT) \quad (2.3)$$

Z: Zener Hollomon parameter

$\dot{\epsilon}$: ひずみ速度, Q: 活性化エネルギー, R: 気体定数, T: 変形中の温度

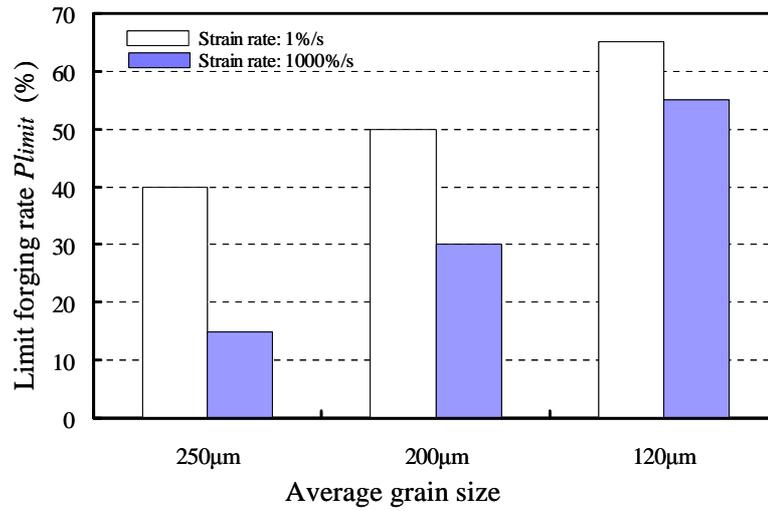
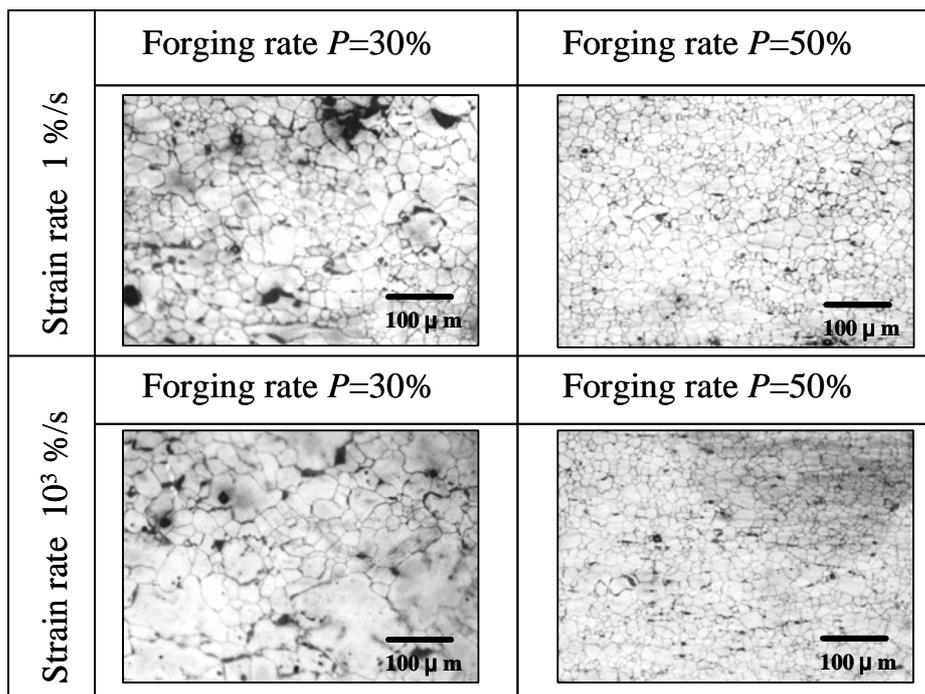


Fig. 2.23 Limit forging rate of alloy C of different grain sizes



Forging temperature 623K

Fig. 2.24 Microstructure of alloy C after forging at different strain rates

2.4 実部品への適用性検討

2.4.1 ホイールの製造法

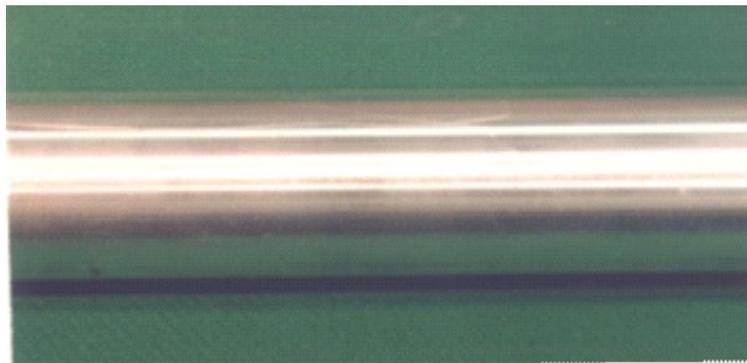
2.3 までの実験結果に基づいて自動車用ホイールの製作を試みる。鍛造には $8.16 \times 10^5 \text{N}$ の油圧プレス機を用いた。表 2.4 は連続鑄造材の化学成分を示す。ホイールには衝撃力を受けても破断してはならないため、大きい衝撃値を示した合金 C に近い化学成分を採用した。結晶粒微細化剤は CaCN_2 を 0.5mass% 添加した。図 2.25 は合金 C の連続鑄造材の写真である。表面は切削加工され直径は 228.6mm (9inch) に仕上げられている。この連続鑄造材から、鍛造に供するために長さ 350mm の素材に切り出した。

図 2.25 はホイールの鍛造工程の概要を示す。リム径 457.2mm (18inch) の大きさのホイールを製作するために、まず、の連続鑄造材を温度 643K に加熱保持し、据込みにより約 460mm の円盤状の素材より製作した(図 2.26(a))。この時の金型温度は約 423K である。加工速度は 12mm/s である。次にその円盤状素材をホイール金型にセットする。この金型はホイールリム製造部(タイヤ取り付け部)を割り型にしてあり、上部金型によりプレス成形を施すことで、後方押出しのような工程によりホイール素材を成形する(図 2.26(c))。これは、素材の流動が 90° 方向を変えることにより、大きなせん断ひずみを生じさせ、動的再結晶により結晶粒が微細になること、および一回の鍛造で成形品形状を得ることを期待した工法である。素材温度は約 643K であり、金型温度を約 523K にし、加工速度 12mm/s にて鍛造をする。成形後に金型を開き、ホイール素材を取り出す。

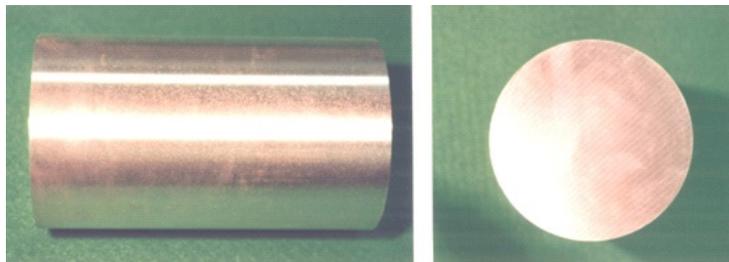
図 2.27 は鍛造後のホイール素材を示す。この素材に T6 処理 (673K にて 3.6Ks 保持後、空冷。その後、423K にて 5.4Ks 保持後空冷) を施し、最終形状に切削加工する。図 2.28 は切削加工後のホイールを示す。このマグネシウム鍛造ホイールの重量は 5.9Kg であり、同サイズのアルミニウムホイールに対して、約 30% の軽量化を実現することができる。なお、本ホイールを JASO 規格 (日本自動車技術会規格) に則った曲げ耐久試験と衝撃落下試験を実施した結果、いずれの基準値も満足していた。

Table 2.4 Chemical composition of Al-Zn magnesium alloy for forged road wheel (mass%)

	Al	Zn	Mn	Fe	Si	Cu	Ni	Mg
Alloy E	7.1	0.6	0.3	0.0018	0.04	0.002	0.0009	Bal.



229.5



229.5 × 350

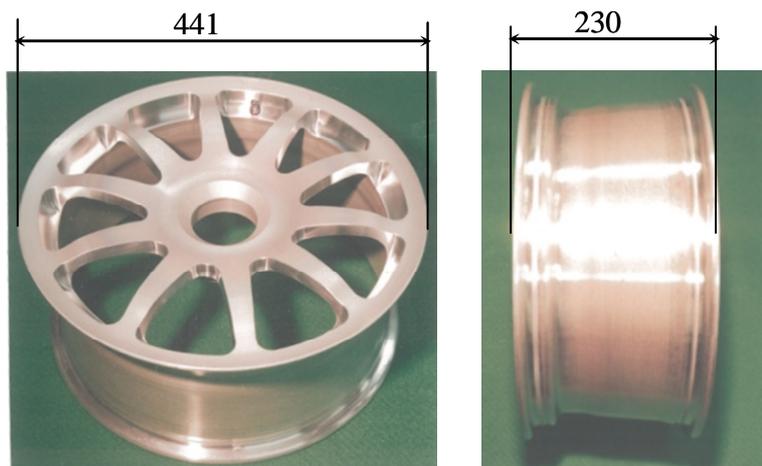
Fig.2.25 Photographs of continuous chilled cast of alloy C

知的財産権上非公開

Fig. 2.26 Schematic of forging process for road wheel



Fig.2.27 Photograph of as-forged wheel



(a) Top view (Disc surface)

(c) Side view



(b) Rear view

Fig. 2.28 Photographs of road wheel after machining

2.4.2 試作ホイールの材料強度特性

鍛造と T6 熱処理を施した、ホイールの各部位から試験片を切り出し引張試験とシャルピー衝撃試験を実施した。図 2.29 は試験片切り出し位置を示している。ディスク部とリム部において、材料の流動方向と直行する方向に試験片を切り出した。

表 2.5 はその試験結果を示す。参考として、市販の溶湯鍛造製アルミニウムホイールより切り出し強度試験した結果も併記している。アルミニウム合金は JIS 規格の AC4C である。図 2.30 はホイール各部の材料組織を示す。図 2.30(a) ~ (e) はディスク部、図 2.30(f) ~ (j) はリム部の組織写真である。部位(f) 以外はいずれの部位も、結晶粒径は $50\ \mu\text{m}$ 程度であり、均等に微細化されているのが観察される。部位(f) は材料が滞留しやすい部分のために、他の部位よりは受けるせん断ひずみが小さかったためと考えられる。

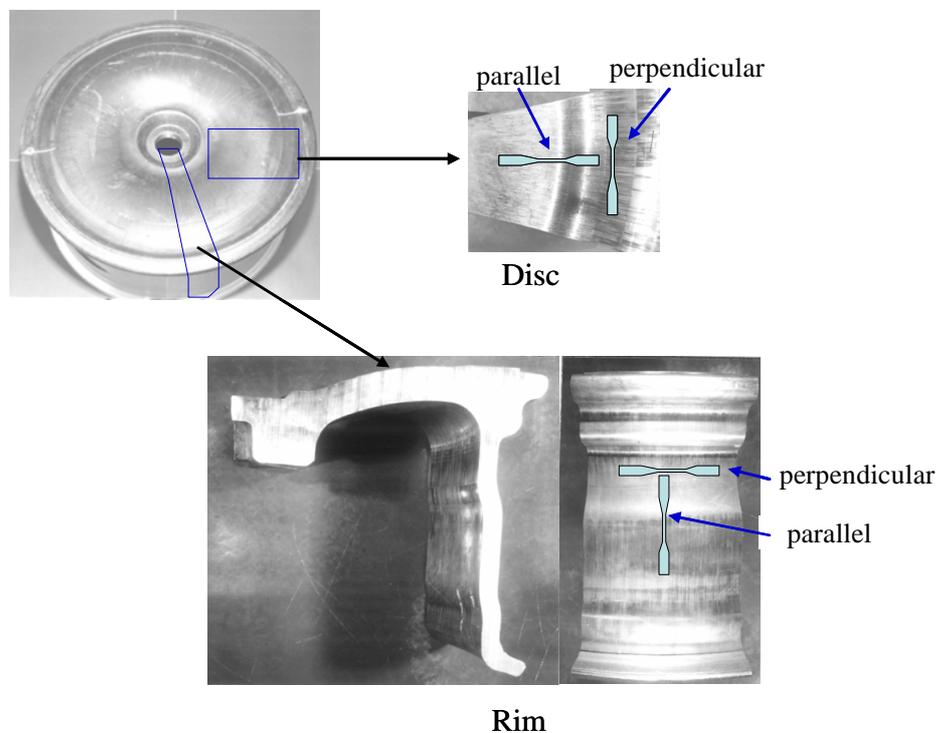


Fig. 2.29 Portions of test specimen cut out from forged wheel

Table 2.5 Mechanical property of disc and rim portion of forged wheel

Portion	Direction	Tensile strength (MPa)	0.2% Proof stress (MPa)	Elongation (%)	Charpy impact energy J/100mm ²
Disc	Parallel	376	193	20.8	12.0
	Perpendicular	355	187	20.0	11.0
Rim	Parallel	360	186	20.0	12.0
	Perpendicular	350	182	19.1	10.0
(Ref.)	AC4C Squeeze cast	343	237	10.9	10.0

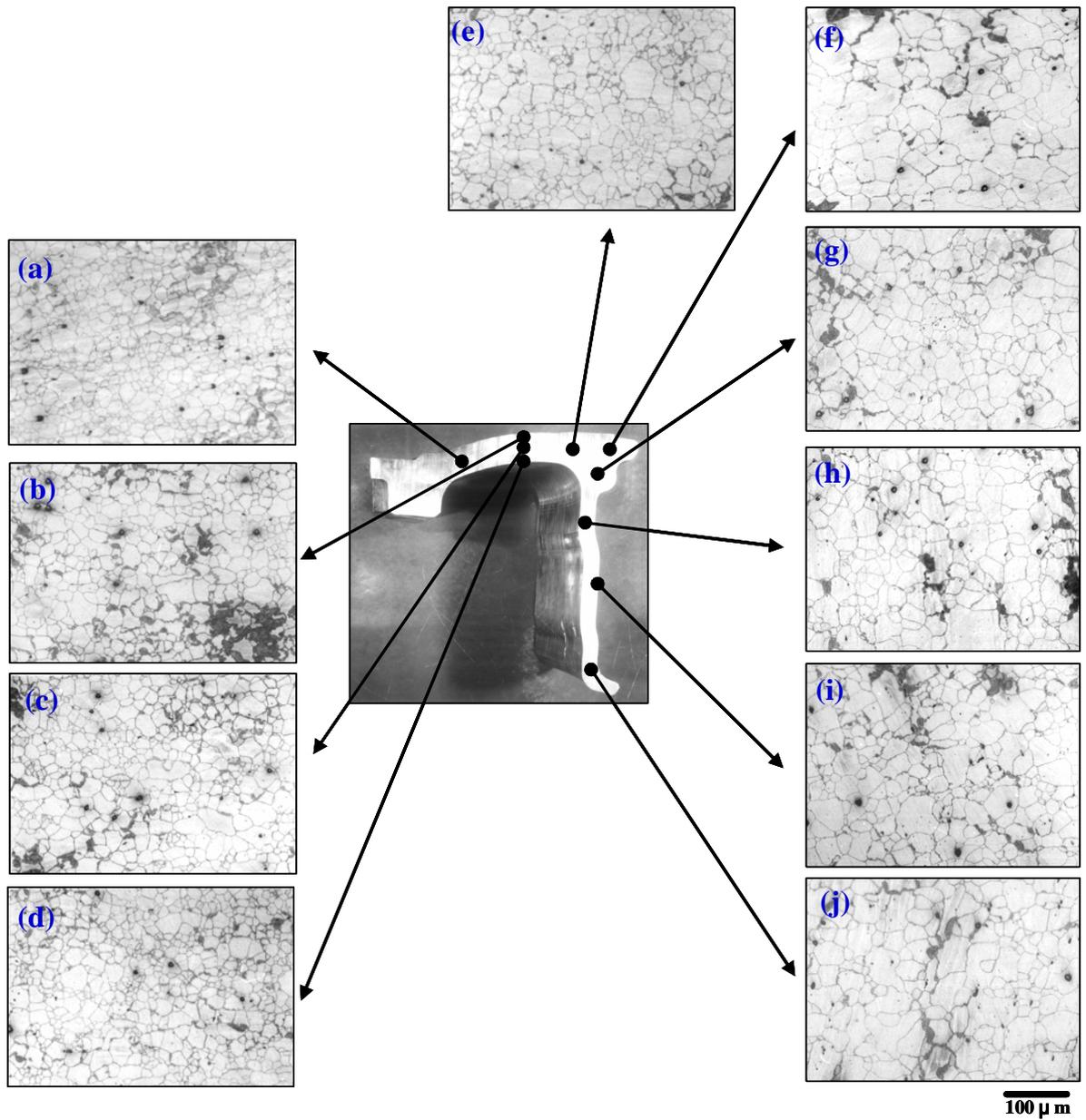


Fig. 2.30 Microstructure of forged road wheel

2.5 第2章の結言

本章では、鍛造に供することが可能な Al-Zn 系マグネシウム合金の連続鋳造材を実現することを目的に、マグネシウム連続鋳造材の結晶粒径を微細化するための添加剤の影響ならびに、鍛造性と鍛造後の機械的性質に及ぼす結晶粒径と合金成分の影響を調べた。さらに、結晶粒径を微細化したマグネシウム連続鋳造材の実部品への適用性を検討した。得られた結果は以下である。

(1) ASTM 規格 AZ80 相当のマグネシウム連続鋳造材の結晶粒を微細化する方法として、 CaCN_2 添加が効果がある。その添加量は 0.5mass% が最適であり、マグネシウム連続鋳造材の結晶粒径を無添加の場合の約 $320\ \mu\text{m}$ からに 0.5mass% 添加より約 $160\ \mu\text{m}$ までに微細化することが可能であることを示した。さらに、この連続鋳造材の 623K における限界据込み率 P_{limit} は 60% であることが分かった。

(2) AZ80 相当合金の合金成分である Al 含有量を 6.0~8.2% に変化させ、その材料強度特性を調べた結果、Al 含有量が約 7.0% の合金は加工率 60% の鍛造と T6 熱処理を施すことにより、AZ80 相当合金よりも大きい引張強さ、伸びおよびシャルピー衝撃値を示すことが分かった。しかし、0.2% 耐力は Al 含有量に比例して増加することが分かった。

(3) 鍛造性に及ぼす加工温度の影響を調べた結果、加工温度が高くなるほど限界据込み率は大きくなることが分かった。しかし、均質な微細結晶粒を得るには 623K 以上の加工温度で鍛造する必要があることも分かった。

(4) 鍛造性に及ぼす加工速度の影響を調べた結果、ひずみ速度の小さい 1%/s の方が、ひずみ速度の大きい $10^3\%/s$ の場合よりも、限界据込み率は大きくなることが分かった。また、623K の加工温度においても、ひずみ速度が大きい場合は、結晶粒径が均一に微細化しにくい傾向があることが分かった。

(5) 上記の実験結果を踏まえて、Al 含有量 7.2 mass%、Zn 含有量 0.6 mass% を主成分とする Al-Zn 系マグネシウム合金を用いて結晶粒径が約 $160\ \mu\text{m}$ の連続鋳造材を製作し、加工速度の小さい油圧プレスにより、ホイールの鍛造を実施した。鍛造ならび T6 熱処理後のホイール実体から切り出した試験片を調べた結果、結晶粒径は約 $50\ \mu\text{m}$ になっており、材料強度は 0.2% 耐力を除き、引張強さ、伸びおよびシャルピー衝撃値は JIS 規格 AC4C アルミニウム合金の溶湯鍛造材を超える特性を示すことが分かった。

第3章

Al-Zn系マグネシウム合金の強度特性に及ぼす結晶粒径 の影響と鋳造鍛造法の自動車部品への適用性

第3章 Al-Zn系マグネシウム合金の強度特性に及ぼす結晶粒径の影響と鑄造鍛造法の自動車部品への適用性

3.1 緒言

マグネシウム合金は、原料価格がアルミニウム合金に比べると高価であるため、単なる重量軽減だけでなく、回転部品や往復運動部品など慣性重量低減に寄与できる付加価値部品への適用を図ることが重要である。これの実現には、マグネシウム部材の高強度化が必須であり、工法面からは鍛造による高強度化が、有力な手段と位置づけられる。一般にマグネシウム合金はその結晶構造から塑性加工性が劣るが、第2章では連続鑄造材の結晶粒径の微細化により、鍛造性を向上するとともに、動的再結晶による材料強度の向上が可能であることを示した。

一方、鍛造の工程回数を削減する方法として、鍛造素材の加工性を向上する以外に、鑄造鍛造法があり、アルミニウム部品の成形に適用された例がある。これは、最終形状に近い予成形品（以下プリフォームと呼ぶ）を鑄造により成形し、一回の仕上げ鍛造により、最終鍛造成形品に加工する方法である⁽¹⁰⁵⁾。しかし、アルミニウム鍛造素材は比較的鍛造加工性が良好なこと、さらには、溶湯鍛造のような高強度特性を得るための鑄造法や高強度合金がいくつかあるために、この鑄造鍛造法はアルミニウムに対しては普及していない。むしろ、鑄造鍛造法はマグネシウムのような難成形材料に有用な工法と考えられ、これに対するいくつかの基礎的研究例はあるが⁽¹⁰⁶⁾⁻⁽¹⁰⁸⁾、自動車部品レベルでの適用性を検証した研究例はほとんど見当たらない。

そこで、本章ではAl-Zn系マグネシウム合金の鑄造鍛造法を実部品で実現するための成形条件を明らかにすることを目的にする。そのために、まず、結晶粒径が強度特性と鍛造加工性に及ぼす影響を調べ、次に、高強度部品であるサスペンション部品への鑄造鍛造法の適用を試み、有限要素法解析と実験の両面により本法の妥当性を示す。

3.2 実験方法

3.2.1 鑄造鍛造法

図3.1は本章で研究対象としている鑄造鍛造法の概略を示す。従来のマグネシウム合金の鍛造では、押出しによる鍛造用の素材を数回の鍛造工程を経て、最終形状に成形している(図3.1(a))。本研究では、この工程を一回の鍛造工程で形状を付与することを目的としている(図3.1(b))。

3.2.2 供試材

表3.1は本研究に用いた合金の化学成分を示す。合金BはASTM規格のAZ80Aに相当する。AZ80Aは従来から、多くは押出しにより二次加工され、鍛造素材や型材に用いられている合金である。合金Aは第2章でも述べたように鍛造後に熱処理として、T6処理（溶体化処理（T4処理）+人工時効処理（T5処理））を施すことにより、AZ80Aよりも伸びを改善できることを見出された合金成分であり、Al成分量を約7mass%にした合金である⁽⁹³⁾⁽¹⁸⁰⁾。本章では、合金Aを中心に鑄造鍛造法への適用性を検討する。

鍛造を施す試験片は、金型鑄造により製作した素材と連続鑄造の円柱材から切り出し、 $20^W \times 30^H \times 50^L$ (mm)の角柱素材としたものである。表 3.2 は試験片の鍛造前の結晶粒径（初期結晶粒径）を示す。なお、結晶粒径については、2.2.2 と同じく、試験片を研磨、エッチング後に組織観察をし、画像解析装置により等価円直径を求め、その平均値を算出する。

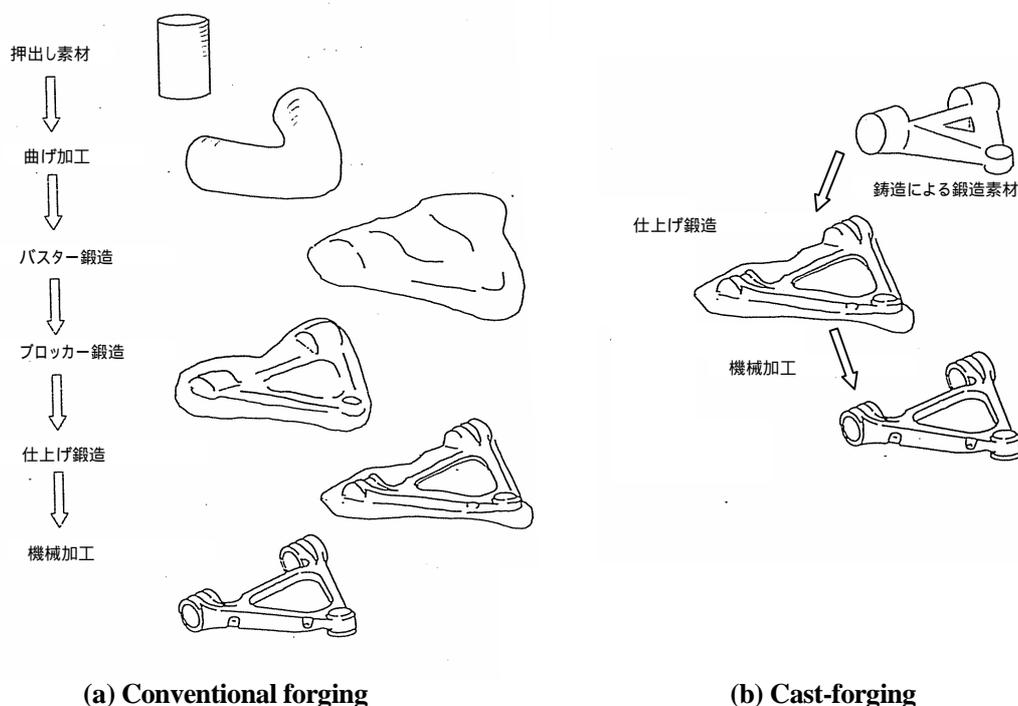


Fig. 3.1 Schematic of cast-forging compared with conventional forging

Table 3.1 Chemical composition of magnesium alloy A and B (mass%)

	Al	Zn	Mn	Fe	Si	Mg
Alloy A	6.8-7.2	0.7-0.8	0.3-0.5	< 0.0025	< 0.05	Bal.
Alloy B*	8.1-8.2	0.7-0.8	0.2-0.3	< 0.0025	< 0.05	Bal.

* Alloy B is equivalent to ASTM AZ80A.

Table 3.2 Grain size of magnesium alloy for test piece

	Used alloy	Initial average grain size (μm)	Casting process
Test piece 1	Alloy A	766	CC
Test piece 2	Alloy A	583	CC
Test piece 3	Alloy A	305	CC
Test piece 4	Alloy A	91	CC
Test piece 5	Alloy A	60	PM
Test piece 6	Alloy A	110	CC
Test piece 7	Alloy B	250	PM

CC: Continuous chilled casting, PM: Permanent molding

3.2.3 鍛造加工試験条件

試験片の鍛造としては、据え込み試験を実施した。図 3.2 は据え込み試験の概要を示す。加工温度は 623K である。赤外線イメージ加熱炉内で試験片温度を均一加熱し、据え込み試験を行った。据え込みの型具と素材間の摩擦抵抗を極力低減するために、型具と接触する素材両端部には、潤滑剤として、二硫化モリブデンを塗布した。式(3.1)は鍛造加工率を示す。この鍛造加工率は 2.2.3 の式(2.1)と同じ定義である。また、実際の鍛造では、油圧プレスのように低速で加工する場合と、メカニカルプレスのように高速で加工する場合がある。それを想定し、式(3)で定義する加工速度の $P'=1\%/s$ と $1000\%/s$ の二条件で据え込み試験を実施する。

$$\text{鍛造加工率} ; P (\%) = 100 \times (H - H') / H \quad (3.1)$$

H' (mm); 据え込み後の試験片高さ

H (mm); 初期試験片高さ

$$\text{加工速度} ; P' (\%/s) = P/t \quad (3.2)$$

t ; 所定の加工率を要するまでの時間

3.2.4 熱処理条件

熱処理は、鍛造後に T6 処理を施した。T6 処理条件は、溶体化処理 (673K × 36,000s 保持後、空冷)、人工時効処理 (448K × 57,600s 保持後、空冷) である。

3.2.5 強度測定試験

強度試験を行うために、鍛造後の素材中央部から、直径 5mm、平行部 20mm を有する引張り試験片を切り出した。オートグラフを使用し、ひずみ速度 $8 \times 10^{-3}/s$ にて引張り試験を行う。

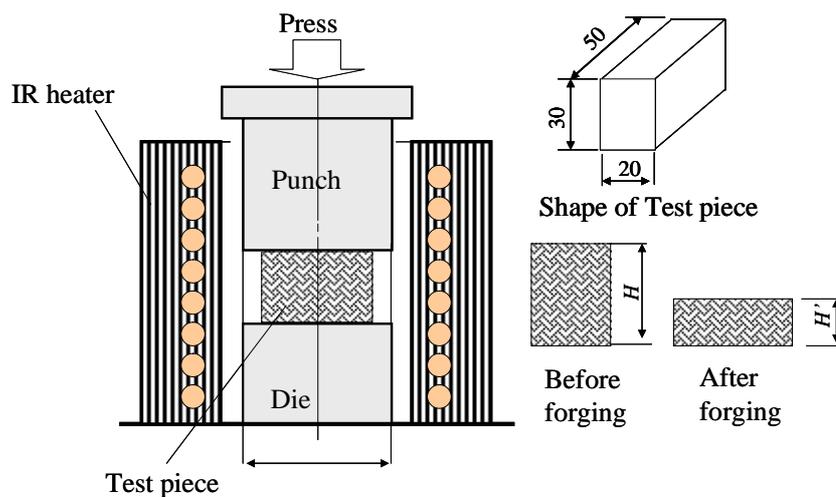


Fig. 3.2 Schematic of forging test equipment

3.3 実験結果と考察

3.3.1 結晶粒径と強度特性の関係

鑄造後に表 3.2 に示す結晶粒径を有する試験片と、それらを $P = 60\%$ の鍛造加工率を付与することにより、種々の結晶粒径を有する試験片を製作し、その強度特性を評価する。強度特性として、引張強さ σ_b 、0.2% 耐力 $\sigma_{0.2}$ および伸び ϵ を測定する。

図 3.3 (a) は結晶粒径と引張強さおよび 0.2% 耐力の関係を示す。図 3.3 (b) は結晶粒径と伸びの関係を示す。ホール・ペッチの式との相関性を見るために、図 3.3 (a) および図 3.3 (b) とともに横軸は結晶粒径の平方根の逆数で示している。Al-Zn 系マグネシウム合金では、結晶粒径は各特性に大きく影響を及ぼし、結晶粒径が小さくなるほど特性は向上している。合金 A, B と同じ結晶粒径であれば、ほぼ同じ強度特性を示している。ホール・ペッチの式 (1.1) で整理すると、各特性は次式で表すことができ、結晶粒径と各特性の相関は高い。

$$\sigma_b \text{ (MPa)} = 889 \times d^{-1/2} + 196 \quad (3.3)$$

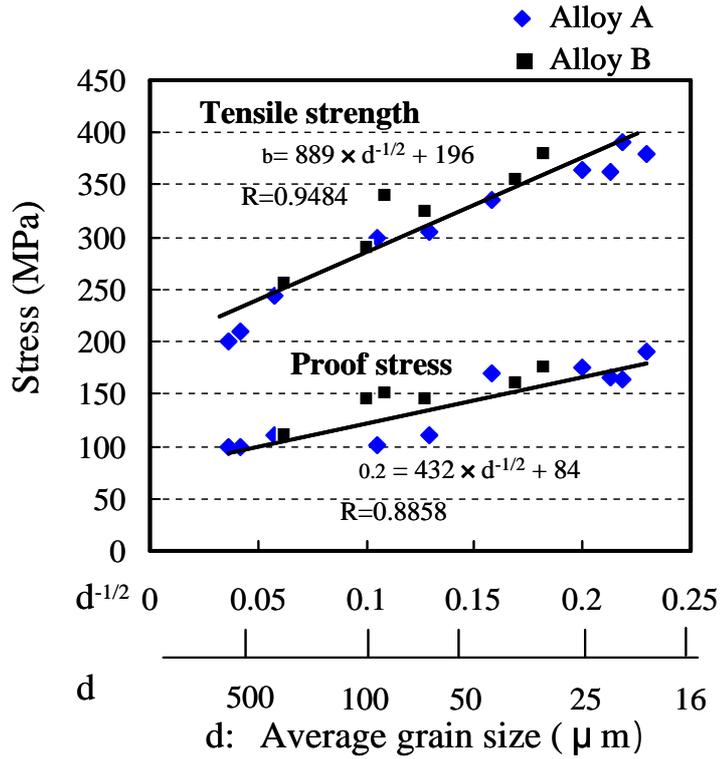
$$\sigma_{0.2} \text{ (MPa)} = 432 \times d^{-1/2} + 84 \quad (3.4)$$

$$\epsilon \text{ (%) } = 70 \times d^{-1/2} + 3.4 \quad (3.5)$$

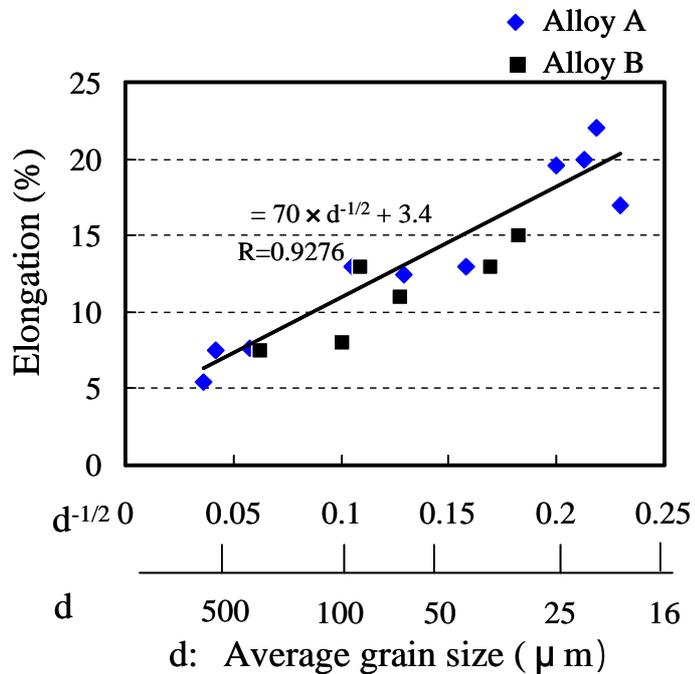
d ; 結晶粒径 (μm)

通常の金属の場合、伸びについては、ホール・ペッチの式は適用されていない。しかし、本実験に用いた合金の鍛造と熱処理後の試験片の伸びと結晶粒径の関係には、ホール・ペッチの式が適用できる。マグネシウム合金の室温での変形機構は a 転位の底面すべりに限定されるが、多結晶体の場合、粒界に変形応力が集中し、底面 a 転位は容易に柱面に交差すべりを生じる。この柱面 a 転位は粒界近傍にのみ生じるが、結晶粒径が小さければ、柱面 a 転位が粒界全体にわたり活動することとなり、変形能が大きくなると報告されている⁽³³⁾。図 3.4 は模式図的にそのメカニズムを示したものである。本合金においても、同様の現象が起きており、結晶粒径が小さくなるほど伸びは大きくなり、ホール・ペッチの式に適用したと考えられる。

このように、本実験で用いた Al-Zn 系マグネシウム合金は、鍛造と熱処理を施し、結晶粒径を微細にすることにより、強度特性の向上する材料である。本合金をアルミニウム強度部品への代替材料として使用することを考えると、自動車用のアルミニウム強度部材に、一般的に用いられている JIS 規格アルミニウム合金 AC4C の溶湯鍛造材並みの材料特性 ($\sigma_b =$ 約 300MPa, $\sigma_{0.2} =$ 約 250MPa, $\epsilon =$ 約 10%) が必要となる。これを考慮すると、本研究で用いた合金では、約 100 μm 以下の結晶粒径を得る必要がある。ただし、第 2 章で述べたように、0.2% 耐力は本合金では、結晶粒を微細化しても 250MPa を達成することは困難であるため、部品適用にあたっては形状により必要強度を確保する必要がある。



(a) Tensile strength, Proof stress



(b) Elongation

Fig. 3.3 Relationship between grain size and mechanical property of magnesium alloy A and B

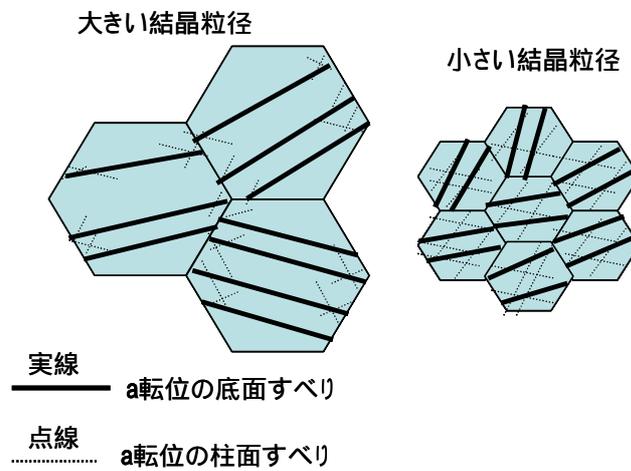
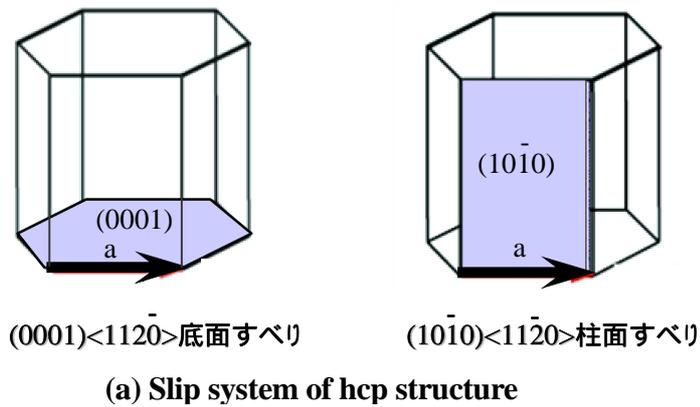


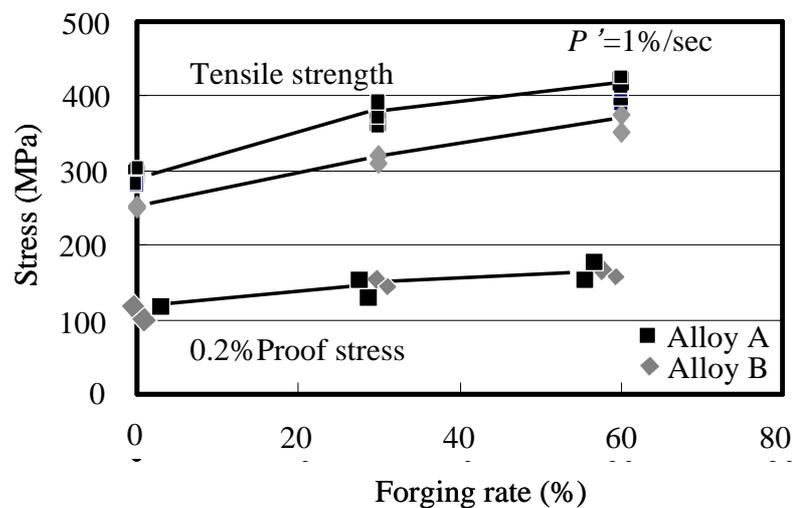
Fig. 3.4 Schematic of the difference of sliding mechanism between large grain and small grain

3.3.2 鍛造加工率と結晶粒径の関係

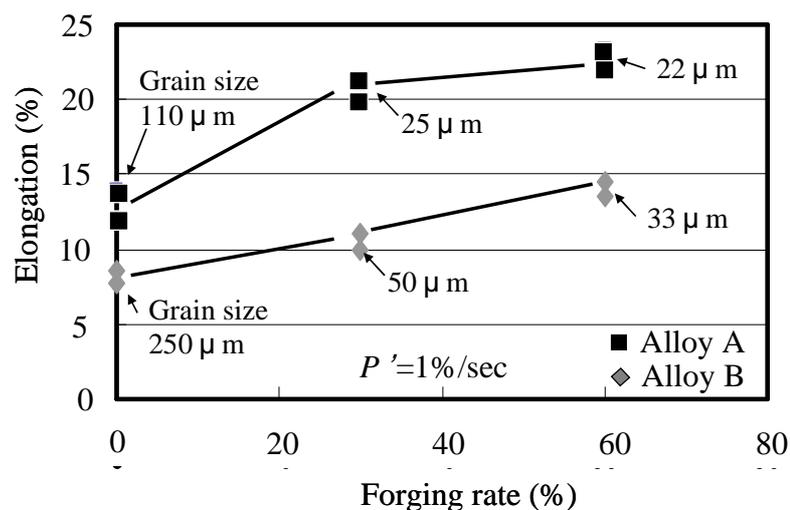
図 3.5 は約 250 μm と 110 μm の初期結晶粒径を有する表 3.2 に示す試験片 6 (合金 A) と試験片 7 (合金 B) について、鍛造加工率と結晶粒径の関係を調べた結果を示す。鍛造加工速度は $P=1\%/s$ である。図 3.5 (a) は鍛造加工率と引張強さおよび 0.2%耐力の結果を示す。図 3.5 (b) は伸びの結果を示す。図 3.5 (b) のグラフ中には、それぞれの鍛造加工率での結晶粒径を記載している。鍛造加工率が大きくなるにつれて結晶粒が小さくなり、それぞれの特性は向上する。

合金 A の場合、鍛造加工率 30% で結晶粒径は 25 μm になっているが、その後は、加工率が大きくなっても、微細化はそれほど進行していない。合金 B は、鍛造加工率 30% の時点で、結晶粒径は約 50 μm になっているが、その後、さらに加工率 30% を加えても、合金 A のように 20 μm 程度には至っていない。

図 3.6 は合金 A の初期結晶粒径と鍛造加工率 60%を加えた後の結晶粒径の関係を示している。初期結晶粒径が 500 μm 程度であっても、60%の鍛造後の結晶粒径は約 20 μm になることがわかる。しかし、試験片 2 や 試験片 3 に見られるように、初期結晶粒径が大きい場合は、一部、粗大な結晶粒も混在しているため、初期結晶粒径はできるだけ微細にしておくのが望ましい。合金 A は初期結晶粒径がばらついていても、60%程度の鍛造加工率で、合金 B よりも小さい 20 μm 程度の結晶粒径を得ることができるため、強度特性の点から優位性がある。特に 100 μm 程度に初期結晶粒径を設定できれば、小さい鍛造加工率でも 25 μm 程度になり、部材断面内で受ける鍛造加工率が異なっても、結晶粒径をより均質化させることが可能である。



(a) Tensile strength, Proof stress



(b) Elongation

Fig. 3.5 Effect of forging rate on mechanical property of magnesium alloy A and B

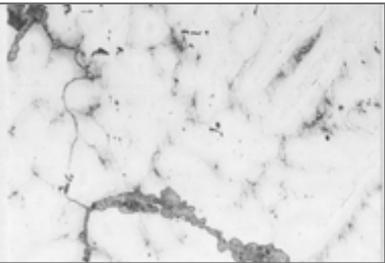
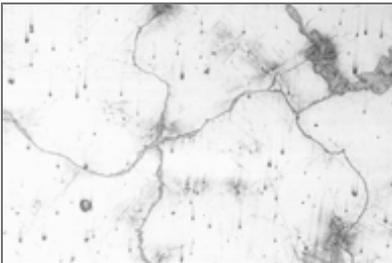
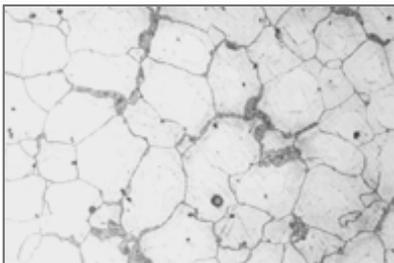
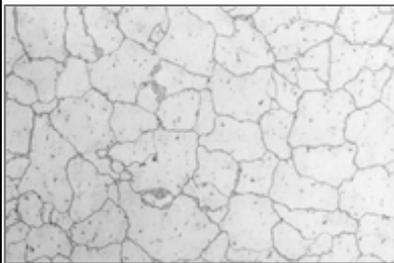
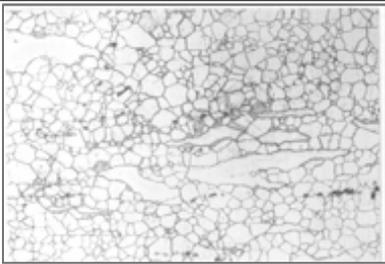
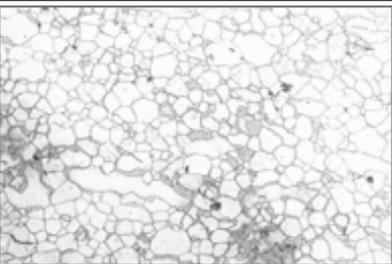
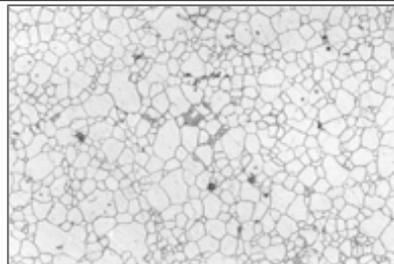
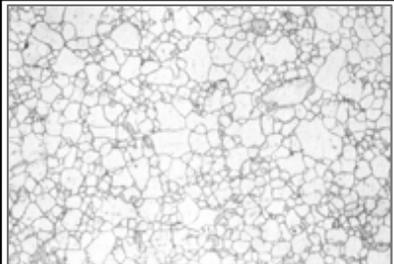
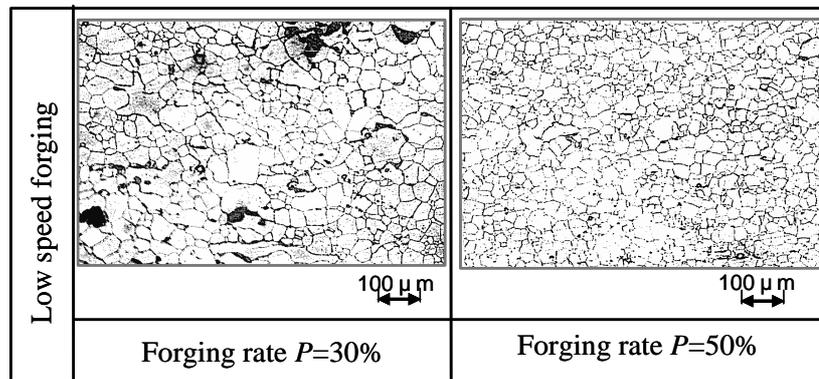
	Test piece 2	Test piece 3	Test piece 4	Test piece 5
Before forging				
	583 μ m	305 μ m	91 μ m	60 μ m
After forging				
	22 μ m	25 μ m	21 μ m	19 μ m

Fig. 3.6 Average grain size after forging of various test piece with initial grain size

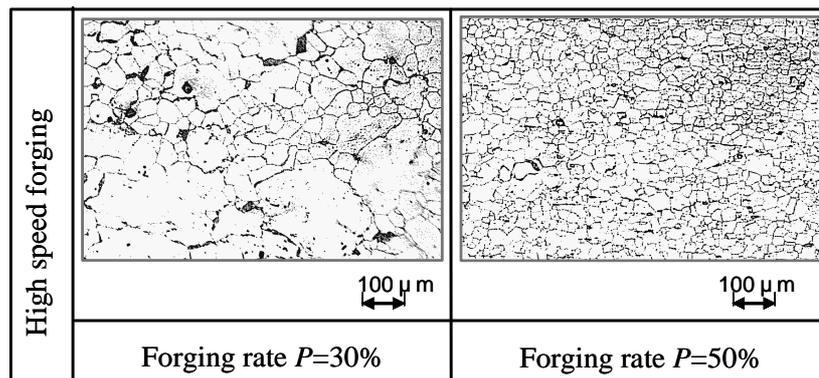
3.3.3 加工速度と結晶粒径の関係

加工速度の結晶粒径微細化への影響を調べるために、加工速度が $P'=1\%/s$ と $1000\%/s$ において、鍛造加工率 30%、50%を付与した場合の材料組織を観察した。図 3.7 は光学顕微鏡により観察した組織写真を示す。図 3.7 (a) は加工速度 $P'=1\%/s$ により、図 3.7 (b) は加工速度 $P'=1000\%/s$ により鍛造した結果の材料組織である。鍛造加工率 30%の方の結晶粒径は、どちらの加工速度においても、ほぼ同じ $30\sim 50\ \mu\text{m}$ であり、結晶粒の微細化状況に有意差はない。

一方、鍛造加工率 50%の方では、加工速度 $P'=1\%/s$ では結晶粒径は $25\ \mu\text{m}$ であり、結晶粒は均一に微細化しているが、加工速度 $P'=1000\%/s$ の方は、大きな粒径の結晶の残存が認められ、微細化状況が不均一である。これは、高速で鍛造した場合、鍛造中の動的再結晶が低速の場合のように均一に起こらないためと推察されるが、2.3.6 でも述べたように、加工速度の影響による動的再結晶の不均一性のメカニズムに関しては今後の解明課題である。



(a) Low speed forging



(b) High speed forging

Fig. 3.7 Microstructure of test pieces obtained by different forging speed

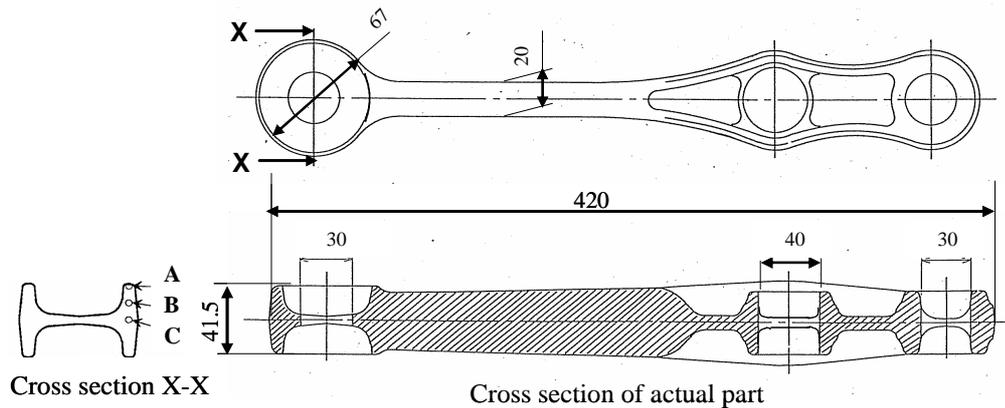
3.4 自動車部品への適用性検討

3.4.1 自動車部品の仕様と実験条件

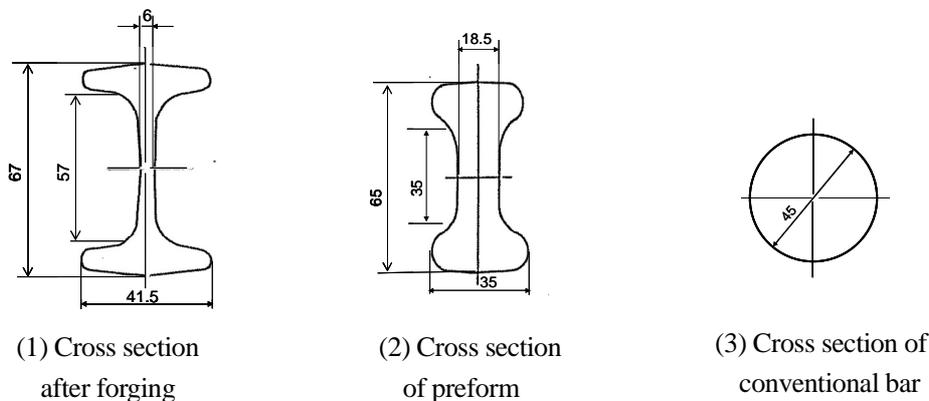
上述の試験片による結果より、実部品への鋳造鍛造法の適用可能性を検討する実験を行った。金型重力鋳造の場合、鋳造性の点から金型を予熱するための注湯後の冷却速度に制限を受け、本実験では、結晶粒径は $250\ \mu\text{m}$ 程度になった。結晶粒径 $250\ \mu\text{m}$ のプリフォームを形成した場合、最終形状を得るまでに、鍛造加工率が 30% 以上になるようにプリフォーム形状を決定しなければならない。

図 3.8 (a) は本研究で検討した実部品の概略形状を示す。これは自動車のサスペンション部品であり、現行品は、アルミニウム合金の鍛造品が適用されている。押し出し丸棒材 45mm を荒鍛造、仕上げ鍛造の二工程により機械加工前の製品形状を得ている。

そこで、本実験では、マグネシウム鋳造鍛造法に用いるプリフォームとして、荒鍛造後の形状を鋳造により製作した。図 3.8 (b) 中の (1) は製品の A-A 部断面形状、図 3.8 (b) 中の (2) は同部のプリフォーム形状を示す。また、アルミニウム鍛造と同じサイズの丸棒素材 (図 3.8 (b) 中の (3)) も準備した。使用した合金は合金 A である。このプリフォームを表 3.3 に示す条件により鍛造および熱処理を実施している。



(a) Dimensions of actual part



(b) A-A cross section

Fig. 3.8 Schematic of application part and its cross section

3.4.2 自動車部品製作結果

図 3.9 は鑄造鍛造法により成形した実部品の外観を示す。比較として、連続鑄造の丸棒からアルミニウム合金と同様に鍛造二工程により成形した実部品の外観も示す。図 3.9 (a)はプリフォーム外観である。図 3.9 (b)はプリフォームを最終仕上げ鍛造のみを施した後の外観である。引張り応力状態になるバリの部位に割れが見られるが、製品部には至っていない。一方、図 3.9 (d)は丸棒を鍛造した後の外観であるが、最終製品形状を得ることは出来なかった。鑄造鍛造法による場合の材料歩留まり（鍛造後素材重量/鍛造素材重量）は 80%であった。これは、図 3.9 (b) に示す形状の丸棒を現行の荒鍛造および仕上げ鍛造による二工程で成形した場合の歩留まりは 55%である。これに比べると、大きな改善効果が得られた。部品形状によって、工程数が三工程以上になる現行鍛造の場合には、本鑄造鍛造法の適用により、さらなる歩留まり向上が期待できる。

Table 3.3 Forging and heat treatment condition of actual part in automobile

Forging condition	Blank temperature: 623K, Forging force: 15680KN
Heat treatment condition	T4 treatment: 673K ×36,000s Air cooling, T5 treatment: 448K ×57,600s Air cooling

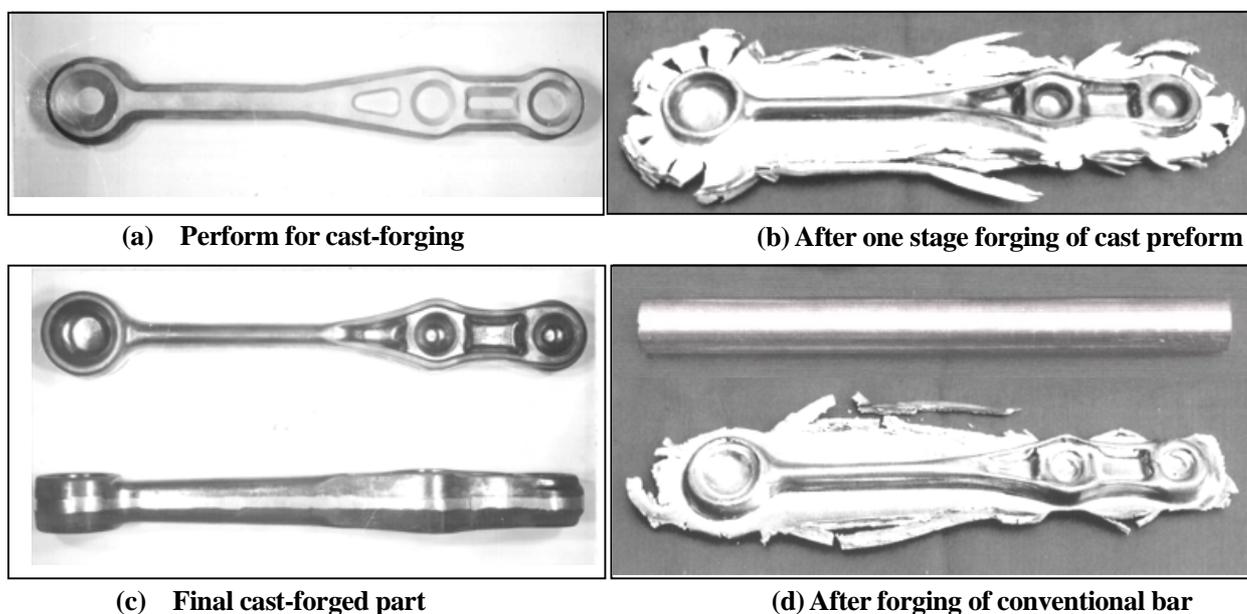


Fig 3.9 Photograph of preform and parts after forging

3.4.3 有限要素法解析結果と実部品との相関性

実部品の断面について、有限要素法により鍛造加工性を解析する。使用した解析ソフトは塑性加工解析ソフト NASKA である。2.3.2 の図 2.18 で示したように、合金 A の 623K での圧縮変形抵抗を測定し、そのデータを解析に用いる。金型と合金素材との摩擦係数を 0.05 として計算を行う。解析は図 3.8 (b) のプリフォーム形状と丸棒形状の二通りを 1/4 断面の二次元モデルにて行う。図 3.10 は、その解析結果であり、部品断面内の相当塑性ひずみ分布を示す。プリフォームのものは、実部品結果と同じように最終形状まで加工できている。一方、丸棒の方は、欠肉が生じている。これは実際の部品においても見られた現象である。図 3.11 はプリフォームを鍛造した際の途中段階の解析結果と実部品との比較を示している。有限要素法による解析結果と実部品での結果に整合があることが判る。

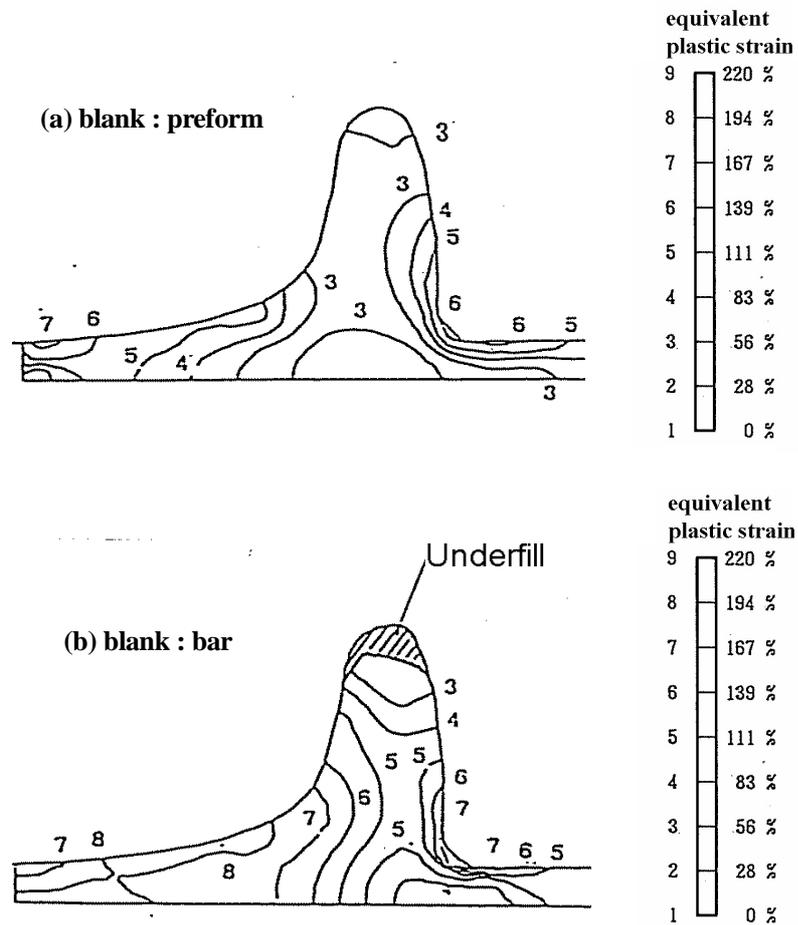


Fig. 3.10 Equivalent plastic strain contour of cross section obtained from FEM analysis

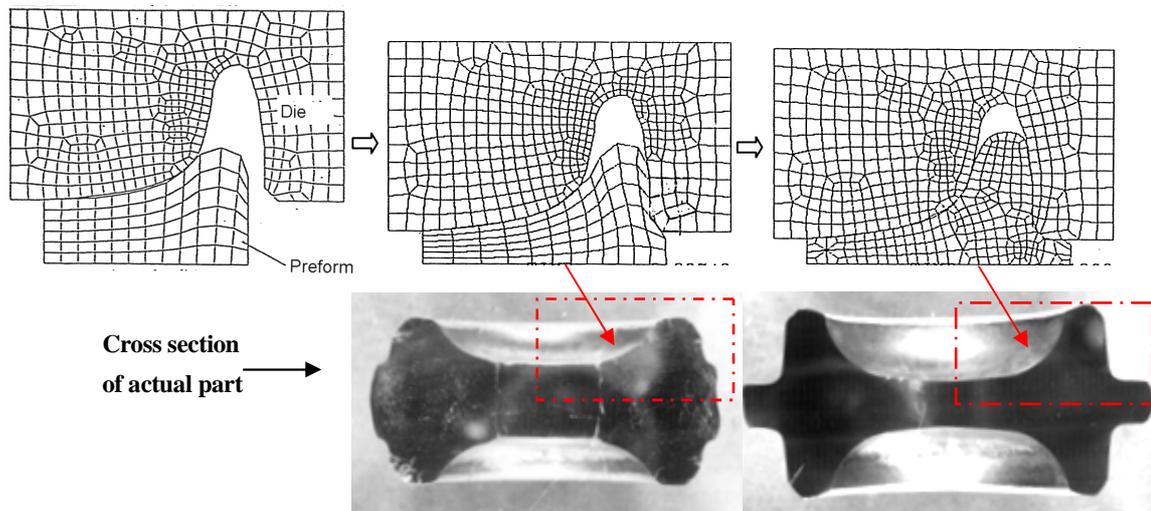


Fig. 3.11 Comparison of formability between FEM analysis and actual forged part

3.4.4 鍛造後の結晶粒微細化状況

図 3.12 は実部品の断面の材料組織写真を示す。また、図 3.13 は、この部位の結晶粒径の状態を示す。図 3.10 の塑性相当ひずみ分布と同一サイズの結晶粒径の分布状況は、かなりよく類似している。3.2 で述べたように素材が受ける塑性ひずみに比例して結晶粒径は微細になっている。しかし、図 3.5 の試験片結果の場合に比べ、実部品の場合には、試験片と同等の塑性ひずみを受けた部位の結晶粒径は大きい傾向にある。

これは、実部品の場合、鍛造中に金型により冷却され、部品表面部の温度が低下するため、結晶の微細化が進まなかったためと考えられる。断面内部に付与される加工度の状況ならびに結晶粒径を、有限要素法を用いて予測することは可能であり、金型への熱伝導による断面内部の温度分布など詳細な条件を設定することにより、結晶粒径とそれに比例する強度特性の予測精度は向上すると考えられる。

本実部品の鍛造後の結晶粒径は、どの部位も $100\ \mu\text{m}$ 以下であり、部材の材料強度特性は、 $\sigma_b = 300\text{MPa}$ 以上が得られている。しかしながら、部材内部の強度特性に不均一さを生じるため、より微細な初期結晶粒径を有するプリフォームを得る方法の検討が必要であると推測される。

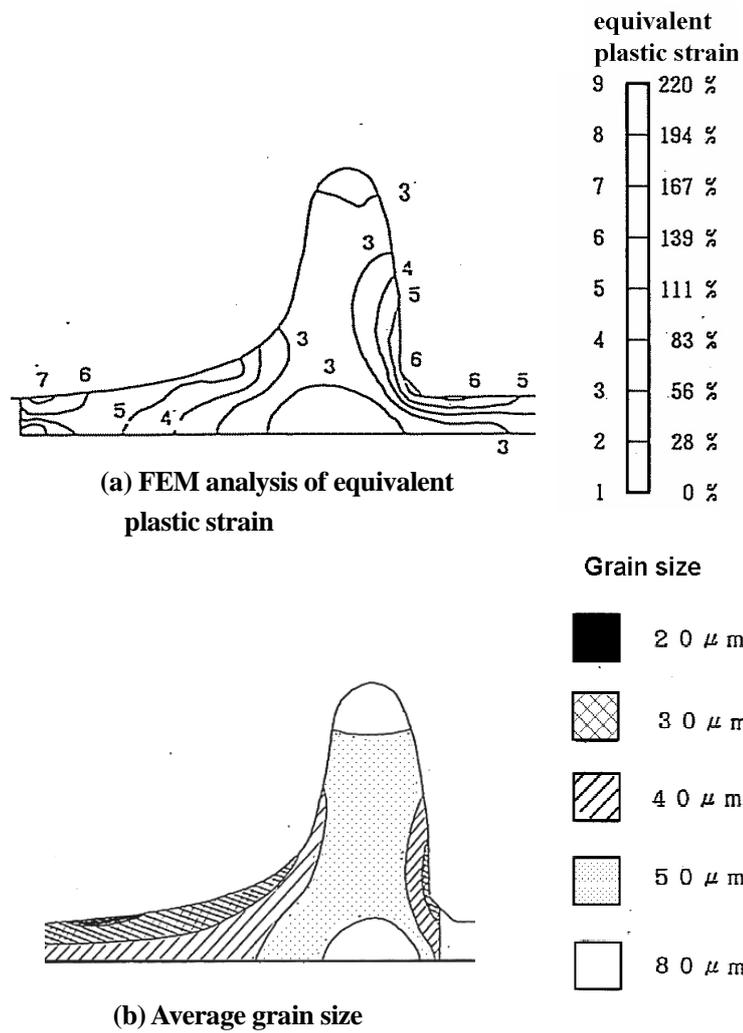


Fig. 3.12 Comparison of contour pattern between FEM analysis and grain size of actual part in automobile

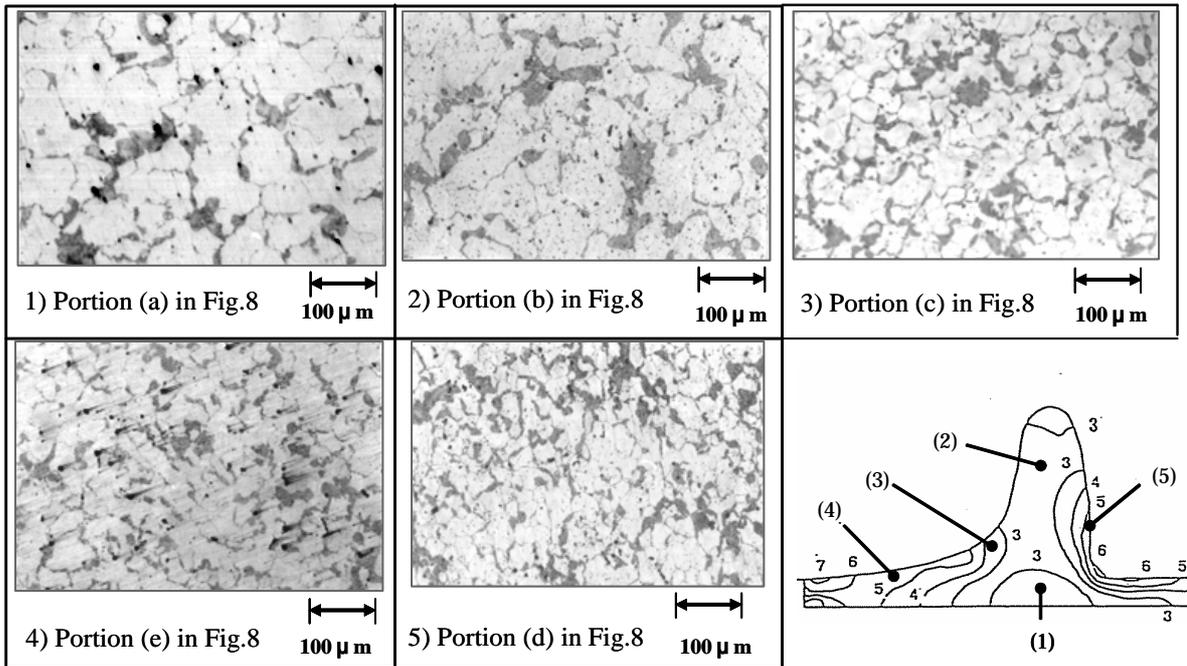


Fig. 3.13 Microstructure of various portion of actual part compared with FEM result

3.5 第3章の結言

本章では、Al-Zn系マグネシウム合金の鋳造鍛造法の実部品への適用性を検討するために、結晶粒径と強度特性の関係、鍛造加工率と結晶粒の微細化度の解明を行い、さらに自動車用サスペンションへの適用を試みた。有限要素法と実験による検討を行い、以下の結論を得た。

- (1) Al-Zn系マグネシウム合金の鍛造、T6熱処理後の結晶粒径と強度特性は高い相関があり、引張強さ、0.2%耐力および伸びとも、結晶粒径が小さくなるほど向上し、ホール・ペッチの関係が適用できることを示した。
- (2) アルミニウム強度部材並みの特性を得ようとする場合、結晶粒径は100 μm以下にすることが望ましい。また、これを得るには、鋳造素材の初期の結晶粒径を200~300 μm以下として、鍛造加工率を30%以上付与する必要があることが分かった。
- (3) (1)、(2)の条件を考慮して実部品へ鋳造鍛造法を適用した結果、所望の形状に鍛造することができ、さらに部品断面の結晶粒径が100 μm以下のものを得ることができた。
- (4)有限要素法により実部品の断面の加工性を予測した結果、実際の加工状況と整合が認められた。また、解析により得られた断面内部の相当ひずみ分布と、実部品の結晶粒径分布にも相関が見られた。
- (5) 以上の結果より、塑性加工性に劣るマグネシウム合金の鍛造部品の成形法として、鋳造鍛造法の適用は可能であることが示され、適正形状のプリフォームを設計することで、形状付与と高強度化の両立が可能であることが示された。

第 4 章

半熔融射出成形法を適用した Al-Zn 系マグネシウム合金 の鑄造鍛造法の実用性検討

第4章 半溶融射出成形法を適用した Al-Zn 系マグネシウム合金の鑄造鍛造法の実用性検討

4.1 緒言

第3章において、マグネシウム合金の難加工性を改善するために、小さな鍛造加工率でも、鍛造品の最終形状を形成できる製造法として、最終形状に近いプリフォームを鑄造により製作し、その後にプリフォームを鍛造する鑄造鍛造法の適用性を検討した。すなわち、金型重力鑄造により製造したプリフォームを使用し、マグネシウム合金の結晶粒径が鍛造性と強度特性に及ぼす影響を調べ、マグネシウム鑄造鍛造法の実現性を検討した結果、実部品への適用可能性が高いことを示した。さらに、実部品の断面内での強度特性の差を小さくするには、より微細な結晶粒径を有するプリフォームを成形することが、重要な課題であることも明らかにされた。

そこで、本章では、ダイカストに替わるマグネシウムの新しい金型鑄造法として普及しつつある半溶融射出成形法^{(52)~(56)}により鑄造鍛造用のプリフォームを製造し、結晶粒径を微細化することにより、鍛造加工性の向上と鍛造部材の強度を向上させることを目的とする。しかしながら、後述するように、半溶融射出成形材の材料組織は均質でなく、それに起因する塑性加工特性を調べた例はほとんどない。従って、Al-Zn 系マグネシウム合金を使用し、半溶融射出成形材の鍛造性、強度特性に及ぼす結晶粒径などの諸因子の影響を調べ、次に、自動車部品への適用を試みることにより、半溶融射出成形法との組み合わせによる鑄造鍛造法の妥当性を示す。

4.2 実験方法

4.2.1 半溶融射出成形法

図 4.1 は本研究で用いた半溶融射出成形装置の外観の写真を示す。これは日本製鋼所社製の型締め力 4410kN の装置である。図 4.2 は原料として用いるペレット状に粉碎したマグネシウム合金の写真を示す。図 4.3 は射出成形主要部分の概略構造と工程を示す。この製造法はプラスチックの射出成形法とほとんど同じ工程である。

まず、3mm 程度に粉碎したマグネシウム合金のペレットを装置上部のホッパー部からシリンダー内に投入する(図 4.3 (b) 中の(1))。ペレットはスクリュウで攪拌されながら半溶融温度域まで加熱し、シリンダー先端の計量部に集められる(図 4.3 (b) 中の(2)と(3))。その後、ノズル部より半溶融状態のマグネシウム合金を金型内に高圧力で充填する(図 4.3 (b) 中の(4))。金型内で凝固が完了すると、金型を開き成形品を取り出す(図 4.3 (b) 中の(5))。以上が本成形法の一連の工程である。この成形法により得られる成形品の材料組織は、半溶融状態時に固相であった部分と液相であった部分の混在した組織になる。シリンダーの加熱温度を制御することにより、この固相部の比率を変化させることができる。

半溶融状態時の合金中の固相の割合(以下、固相率： α と呼ぶ)はシリンダーの加熱温度により制御される。この射出成形法により得られる材料組織は、結晶粒径が $10\mu\text{m}$ 以下の微細になること、さらに、固相率を大きくすることにより、凝固収縮巣など鑄造欠陥を減少できることを期待し、プリフォームの製造法として採用した。

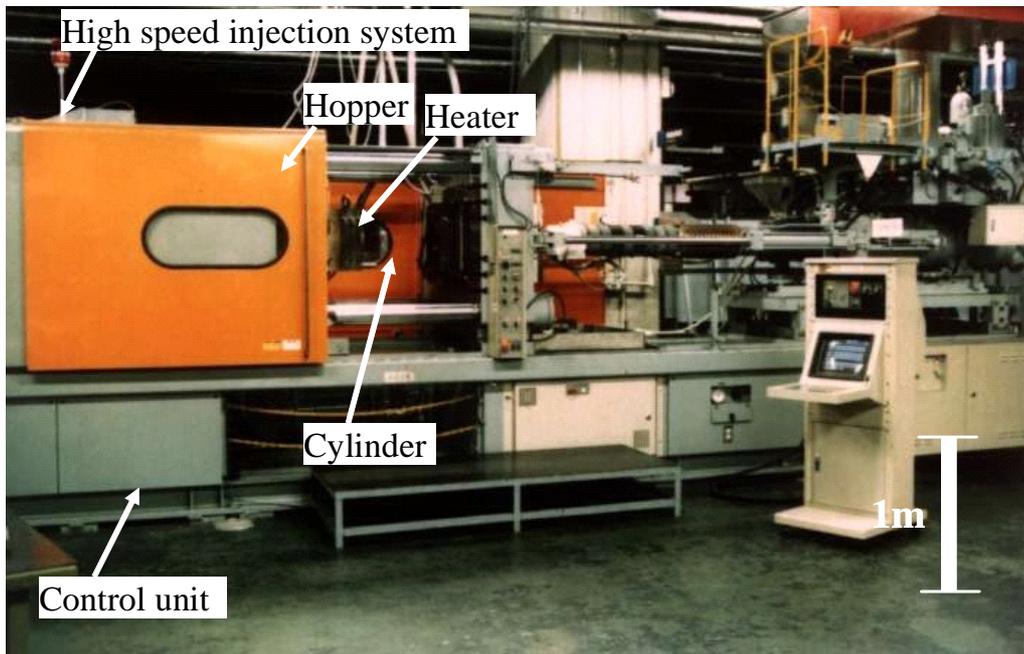


Fig. 4.1 Photograph of semi solid magnesium injection

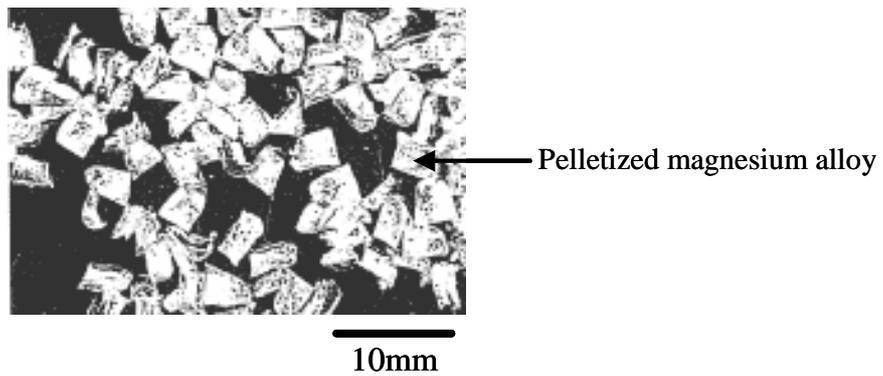
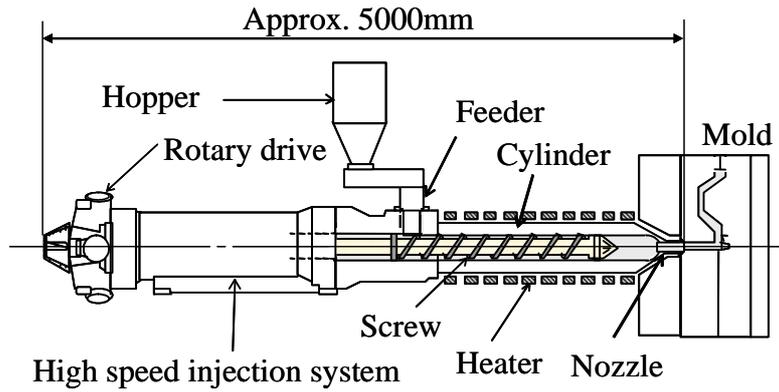
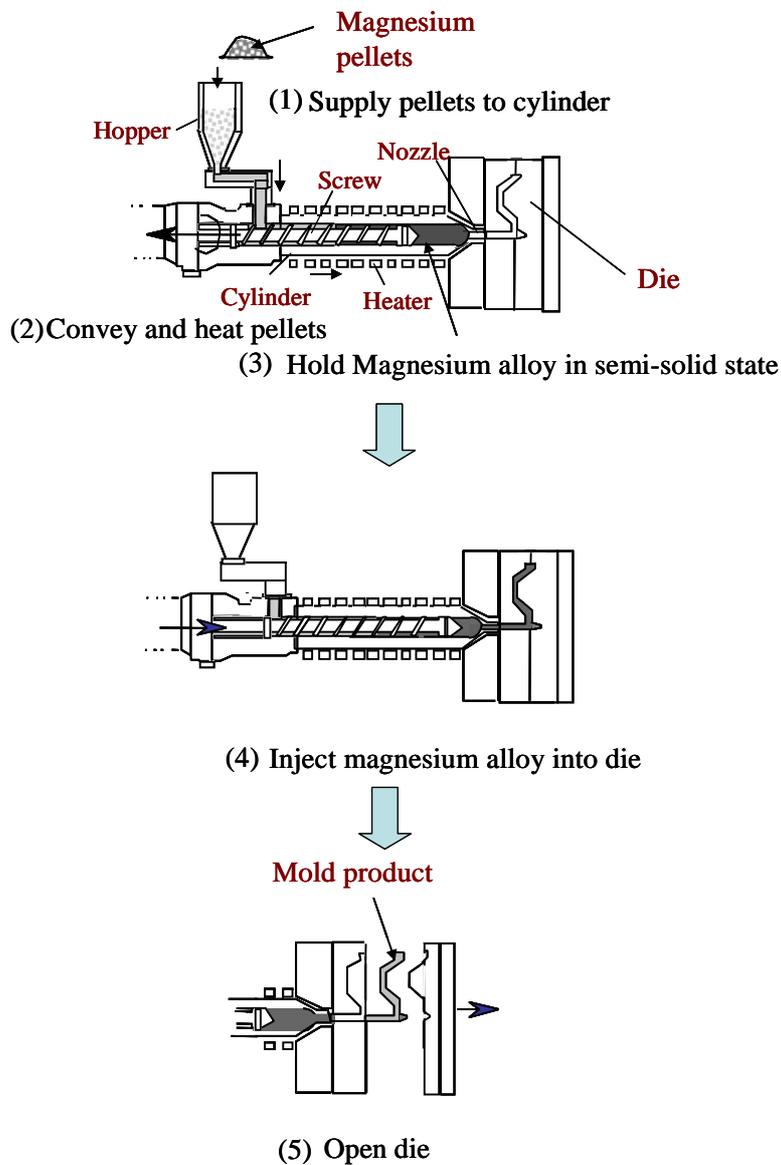


Fig. 4.2. Magnesium pellets chipped by machining



(a) Schematic of semi solid injection machine



(b) Schematics of each process of semi solid injection molding

Fig. 4.3 Schematics of magnesium semi solid injection machine and process

Table 4.1 Chemical composition of magnesium alloy (mass %)

	Al	Zn	Mn	Fe	Si	Mg
Alloy A	7.2	0.7	0.17	0.0018	0.04	Bal.
Alloy B*	9.2	0.72	0.22	0.004	-	Bal.

*Alloy B is equivalent to ASTM AZ91D.

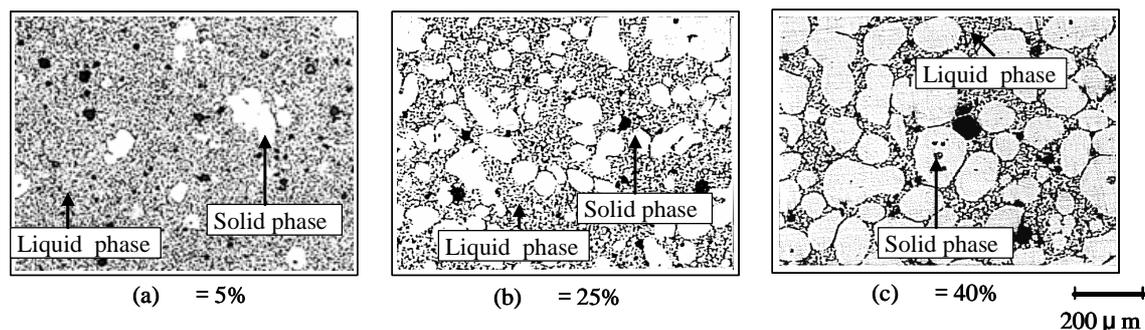


Fig. 4.4 Microstructure of various solid phase rate of Alloy B (ASTM AZ91D)

4.2.2 供試材

本研究に用いた合金は、2.2.1 で検討した合金と同じである。鍛造後に熱処理の T6 処理（溶体化処理 + 人工時効処理）を施すことにより、鍛造材として一般に使用される ASTM 規格 AZ80A よりも伸びを改善できる合金成分であり、Al の含有量を約 7mass% にした合金である。この合金 A とダイカスト用合金として、よく使用される ASTM 規格 AZ91D 相当の合金 B を使用する。表 4.1 はそれらの化学成分を示す。原材料として用いるペレット状の粉砕材は連続鋳造により製造した丸棒から切削により製作している。図 4.4 は合金 B を使用し、固相率を =5%、25% および 40% に変化させた時の組織状態を示す。写真中の白い楕円状の組織が、半熔融状態時に固相であった部分である。原料であるペレットを加熱した場合、結晶粒界より溶融し始め、加熱温度の上昇に伴い、次第に液相部が増えていく。従って、固相率の小さい方が、固相サイズも小さくなる。

また、本研究では、種々の固相率の異なる素材を準備する。また、半熔融射出材と比較するために、連続鋳造材より切り出した結晶粒径が約 200 μm の素材も準備している。

4.2.3 鍛造性評価試験法

素材の鍛造性を評価する方法としては、2.2.3 と同じ端面拘束圧縮試験法⁽¹⁸²⁾を用い、限界据込み率を測定した。据込み率は式(1)の P と同じ定義のものを用いる。据込みが進むにつれ、試験片は次第に樽形状に変形し、試験片外周面にき裂が発生する。このき裂が発生した時点を据込み限界とし、その時の試験片高さ H_{limit} での据込み率を限界据込み率 P_{limit} とし、式(2.2)(p.41)で求める。

4.2.4 鍛造条件

強度試験に供試するため、半溶融射出成形法により製作した素材から $20^w \times 30^h \times 50^l$ mm の角柱試験片を切り出し、これに鍛造を施した。鍛造として実施した圧縮加工の条件は 2.2.4 と同じである。なお、加工速度は 300mm/s である。鍛造により試験片が受ける鍛造加工率 P は 2.2.4 の式(2.1)と同じ定義である。

4.2.5 熱処理条件

熱処理として、鍛造後に T6 処理を施した。溶体化処理の条件としては、673K \times 36,000s 加熱保持後に空冷を行った。その後、448K \times 57,600s 加熱保持後に空冷を施し、人工時効処理を行った。

4.2.6 引張強度試験

強度試験を行うために、鍛造後の試験片中央部から、それぞれの試験に供試する試験片素材を切り出し、平行部直径 5mm、平行部長さ 25mm を有する引張試験片を製作した。

4.3 実験結果と考察

4.3.1 固相率と限界据込み率の関係

図 4.5 は合金 A の射出成形時の固相率と限界据込み率の関係を示す。固相率が 4%、38%および 43%の 3 種類の試験片の鍛造性を調べた。加熱温度は 573K、623K および 673K の 3 条件である。比較として連続鍛造材から切り出した試験片の 623K における限界据込み率も調べた。据込み時の加熱温度がいずれの場合においても半溶融射出成形材の限界据込み率は連続鍛造材の 623K における限界据込み率 52% (図 4.5 中 印) よりも向上している。

第 2 章および第 3 章で述べたように Al-Zn 系マグネシウム合金は結晶粒径が小さいほど鍛造性は向上する。半溶融状態時に液相である部分が射出成形時の金型内充填の際に、金型による冷却で微細な組織となる。このことが、半溶融射出成形材の限界据込み率が連続鍛造材のそれよりも向上する理由である。一方、固相率が大きくなるとともに、限界据込み率は低下している。これは、固相部が増えると、微細組織の液相部が減少することと固相部自体のサイズが大きくなることによると考えられる。

しかし、その高固相率の場合においても、固相部の粒径は 100 μ m 以下であり、連続鍛造材の結晶粒径よりは小さいため、限界据込み率は連続鍛造材よりも優っている。また、加熱温度が上昇するにつれて、限界据込み率は向上している。

図 4.6 は固相率 =5%の半溶融射出成形材の 623K における据込み時の試験片外観を示す。図 4.6 (a)は据込み前、図 4.6 (b) は据込み率 80%の場合の外観写真である。図 4.7 は据込み率 52%の場合の半溶融射出成形材と連続鍛造材試験片の外周部外観である。図 4.7 (a) は半溶融射出成形材であり、試験片表面は平滑である。図 4.7 (b) は連続鍛造材であり、試験片表面は粗く、き裂が認められる。

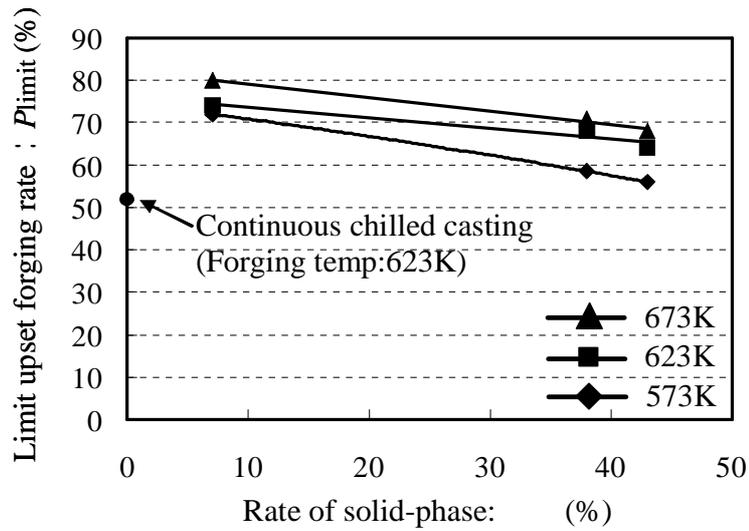


Fig. 4.5 Limit up set forging rate vs. rate of solid-phase of injection molded alloy



15mm x 22.5mm

(a) before forging

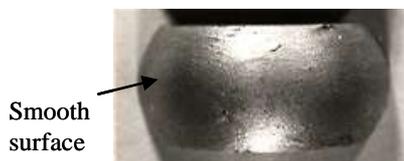


Forging temperature: 623K

Upset forging rate: 80%

(b) after forging

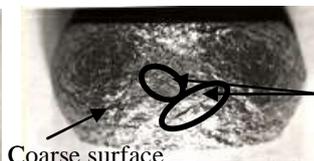
Fig. 4.6 Photographs of test specimens before and after upset forging



Forging temperature: 623K

Upset forging rate: 52%

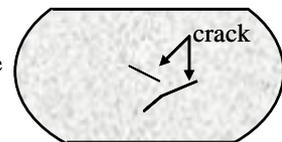
(a) Injection molding



Forging temperature: 623K

Upset forging rate: 52%

(b) Permanent molding



(c) Schematic of permanent molding's surface

Fig. 4.7 Comparison of surface of upset forged test specimens between injection molding and permanent molding

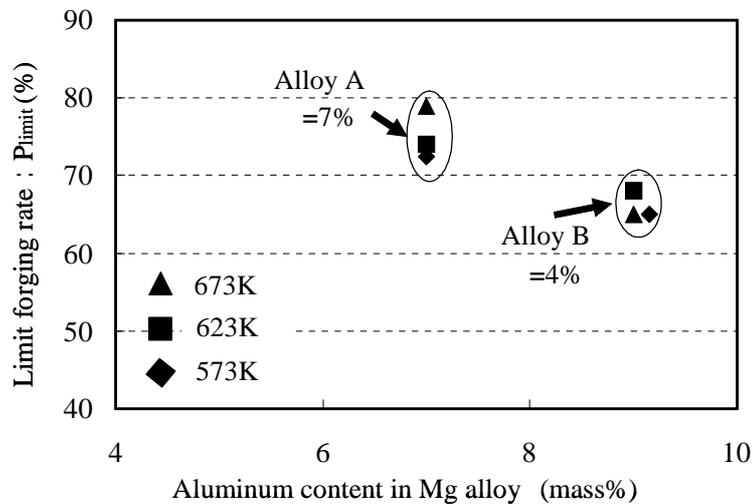


Fig. 4.8 Effect of aluminum content of injection molded alloy on limit forging rate

4.3.2 素材の Al 含有量と限界据込み率の関係

半溶融射出成形材の Al 含有量が、限界据込み率に及ぼす影響を調べた。図 4.8 は、合金 A (Al 含有量 7mass%) と ASTM 規格 AZ91D 相当の合金である合金 B (Al 含有量 9mass%) の 573K, 623K および 673K の各温度での限界据込み率を示す。合金 A の限界据込み率の方が合金 B のそれよりも大きい。固相率は同一ではないが、4.3.1 の結果から、合金 A の固相率 =4% の限界据込み率は、固相率 =7% の場合のそれよりも大きいと推測されるため、Al 含有量が少ないほうが鍛造性は向上すると考えてよい。これは、材料組織中の脆い金属間化合物である $Mg_{17}Al_{12}$ の晶出量が減少するためである。 $Mg_{17}Al_{12}$ 自体は微細な晶出物であるが、マトリックスの結晶粒径が微細な半溶融射出成形材の場合、 $Mg_{17}Al_{12}$ 量が鍛造性に大きく影響する。

4.3.3 鍛造加工率と引張強度特性の関係

表 4.1 に示した合金 A について 固相率 =7% と 46% にて半溶融射出成形した試験片について、それぞれの強度特性に及ぼす鍛造加工率の影響を調べた。強度特性として、引張強さ σ_b , 0.2% 耐力 $\sigma_{0.2}$ および伸び ϵ を測定した。

ダイカストや半溶融射出成形は高速で金属を金型内に充填するために、金型内の空気や不活性ガスを巻き込むため、成形材は一般には、423K 程度の低温で実施する、ひずみとり焼鈍のような熱処理しか行わない。そこで、まず、非熱処理材の強度特性を調べる。

図 4.9 は鍛造後の熱処理を施していない場合の合金 A の引張試験結果を示す。図 4.9(a) は引張強さ σ_b 、図 4.9 (b) は 0.2% 耐力 $\sigma_{0.2}$ および図 4.9 (c) は伸び ϵ の結果を示す。高固相率 (固相率 = 46%) では、鍛造加工率の増加に伴い、引張強さ σ_b 、0.2% 耐力 $\sigma_{0.2}$ はそれぞれ向上している。

一方、低固相率（固相率 =7%）では、鍛造加工率 25%までは、引張強さ、0.2%耐力共に向上し、固相率 =46%のそれらを上回っているが、鍛造加工率 25%を超えると、特性は向上せず、ほぼ一定になる。従って、鍛造加工率 50%では、どちらの固相率の試験片とも、同等の強度特性になっている。鍛造加工率 25%以上において、強度差が小さいことは、実部品を製造する上では、部材内部の強度差が小さくなる点において有利である。一方、伸びについては、固相率 =7%の合金 A の伸びは鍛造加工率が増えるにつれて低下している。鍛造加工率が増加すると、加工硬化を伴うため、伸びは減少すると考えられる。固相率 = 46%の合金 A は、逆に、鍛造加工率が増加すると伸びの増加を示している。高固相率の場合は、半熔融射出成形時に液相部において、凝固割れが発生しやすい。すなわち、金型内に充填する際にゲート部分が早期に凝固し、十分な射出圧力が材料に伝達されにくいために、このような凝固割れが発生したと考える。しかし、成形後に凝固割れを内部に生じた試験片であっても、鍛造を施すことにより、凝固割れ部が密着し、伸びが回復したと推察される。

図 4.10 は、鍛造後に T6 処理を施した場合の強度特性を示す。図 4.10 (a)は引張強さ、図 4.10 (b)は 0.2%耐力および図 4.10 (c)は伸びを示す。熱処理をしない F 材と比較すると T6 処理材の引張強さと 0.2%耐力は減少する。この傾向は固相率の違いで大差はない。しかし、伸びは T6 処理を施すことにより向上し、特に、固相率 =7%の合金 A の伸びは 10%近くまで増加する。靱性の要求される部品では、T6 処理を施すことが有効であるが、鍛造後の熱処理条件については、実部品の要求特性に応じて選定する必要がある。また、本研究では、2 章と 3 章で研究対象にした金型重力鋳造材や連続鋳造材と同じ熱処理条件を用いたが、半熔融射出成形材は元来、微細な結晶組織であるため、半熔融射出成形材に適した熱処理条件の検討が必要であると考えられる。

図 4.11 は、これらの試料の鍛造前と熱処理前後の組織写真を示す。図 4.11 (a)は鍛造前（半熔融射出成形のまま）の組織、図 4.11 (b)は鍛造加工率 50%後の組織および図 4.11 (c)は鍛造後に T6 処理を施した組織である。図 4.11 (d)は図 4.11 (c)と同じ状態の組織をより拡大して観察したものを示す。これを見ると、溶体化処理により晶出物が固溶し、時効処理後に結晶粒径 20 数 μm の均等な結晶粒に再結晶した状態になっている。熱処理前の固相部と液相部組織の区別は無く、また、結晶粒界にも、 $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ の析出もほとんど無い均質な組織になっている。

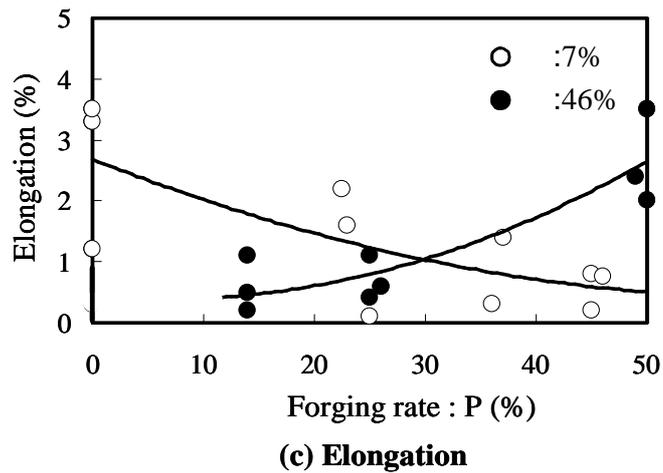
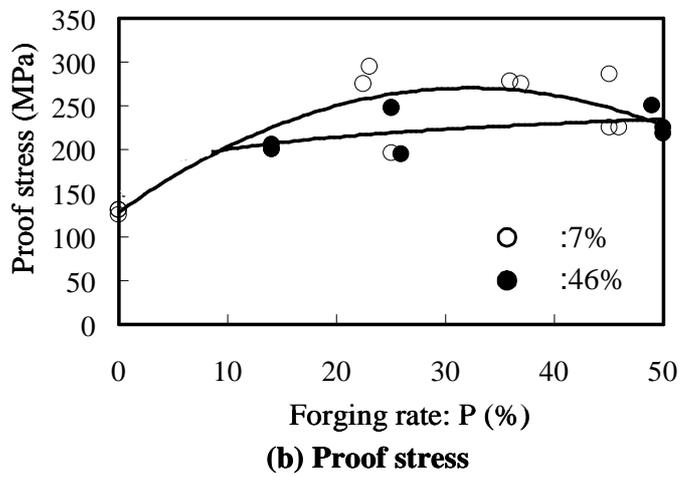
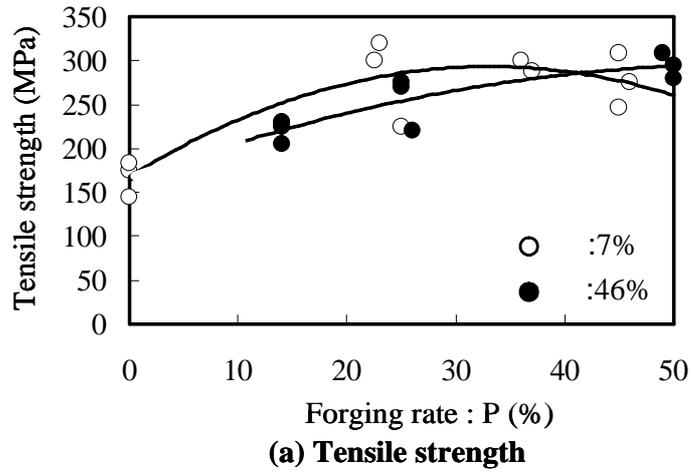


Fig. 4.9 Relationship between mechanical properties and forging rate for injection molded alloy A

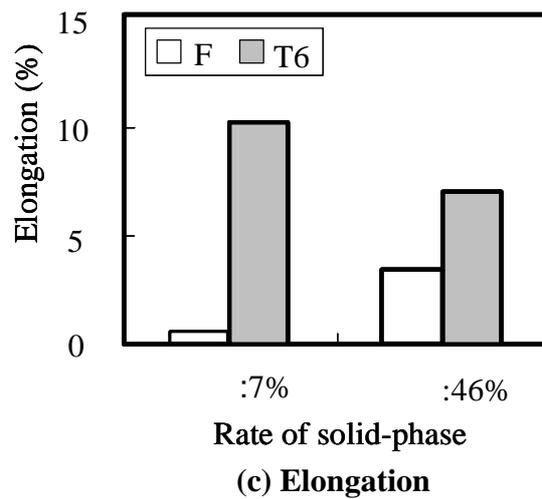
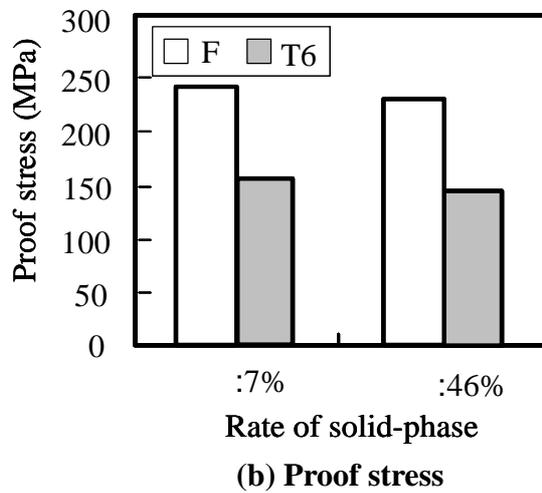
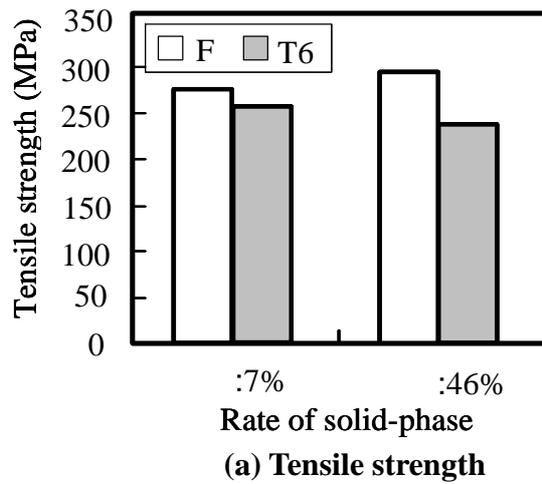


Fig. 4.10 Relationship between mechanical properties and rate of solid-phase on injection molded alloy A

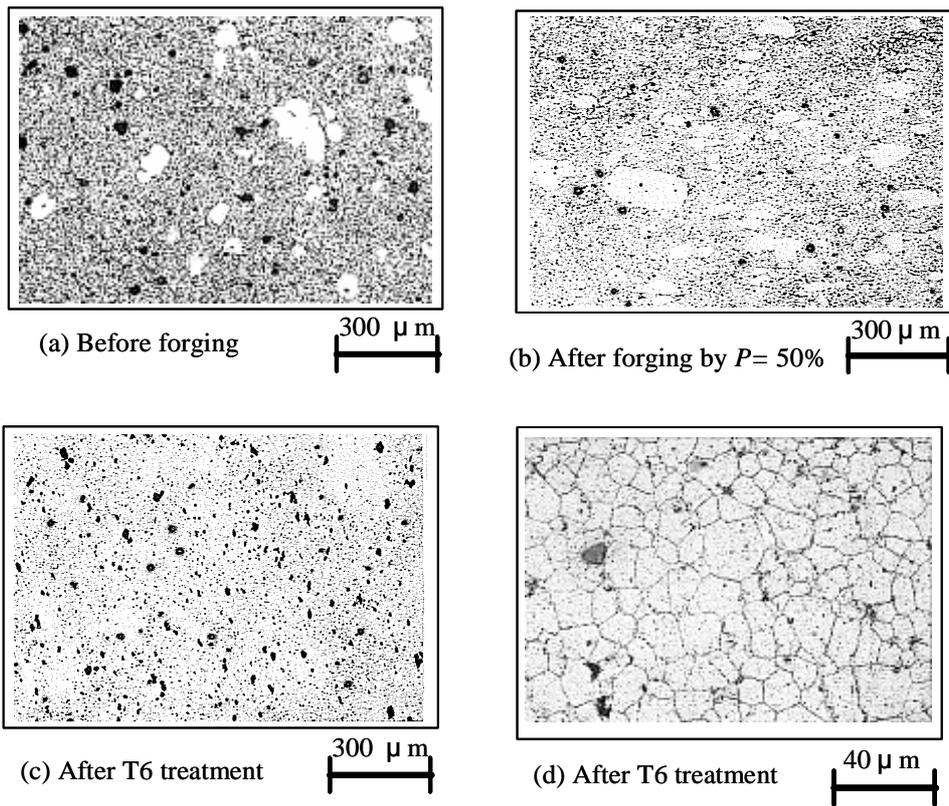


Fig. 4.11 Photographs of microstructures after forging and after T6 treatment

4.4 実部品への適用性検討

4.4.1 実部品の仕様と実験条件

上述の基礎的検討結果より，半溶融射出成形法により製造した部材は，鍛造性ならびに鍛造後の強度特性も良好であり，強度特性面からはアルミニウム部材を置換することが可能な特性であることが判った。そこで，これを実部品へ適用することにより，半溶融射出成形法による鑄造鍛造法の実用性を検証する。本研究で検討する実部品は自動車のサスペンション部品であり，現行仕様では，アルミニウム合金の鍛造品が適用されている。6000系アルミニウム合金の押し丸棒 45mm を荒鍛造，仕上げ鍛造の二工程により，機械加工前の製品形状を得ている。この現行工程の荒鍛造後の形状に近似した形状にプリフォームを成形することとした。

図 4.12 は，その概略形状を示す。合金 A を使用し，半溶融射出成形法によるプリフォームと比較のため，金型重力鑄造法によるプリフォームをそれぞれ製作した。半溶融射出成形法の方は，固相率 =5% で成形した。鍛造は素材加熱温度を 643K ~ 663K とし，15680kN のフリクシヨンプレスにより行う。鍛造後の熱処理条件は，溶体化処理が 673K × 36,000s 加熱保持後空冷，人工時効処理が 448K × 57,600s 加熱保持後空冷である。

4.4.2 試作結果

図 4.13 は半溶融射出成形法と金型重力鑄造により成形したプリフォームの外観である。金型重力鑄造材の結晶粒径は約 250 μm であった。図 4.14 は，それらのプリフォームに鍛造加工を施した後の外観である。本試作品においては，いずれのプリフォームも欠肉や割れを発生することなく，最終形状部品を得ることができている。

4.4.3 鍛造後の結晶粒微細化状況

図 4.15 は，鍛造後に T6 処理を施した試作部材の端部断面の材料組織を示す。端部において，鍛造加工度の異なる断面中の 3 箇所を代表として選定し，それぞれの材料組織を観察する。A 部は鍛造加工度の大きい部位であり，C 部は逆に，鍛造加工度の小さい部位である。B 部はその中間の部位である。図 4.15 の上段部は半溶融射出成形材であり，下段部は金型重力鑄造材の組織写真を示している。半溶融射出成形法と鍛造の組み合わせによる部材（図 4.15 写真上段）は，結晶粒径が断面部位で差のない約 20 数 μm の均質な材料組織を示している。一方，金型重力鑄造によりプリフォームを製作した部材（図 4.15 写真下段）は，結晶粒径が鍛造加工率により影響を受け，不均一になっている。鍛造加工率の小さい中央部 C 部の結晶粒径が大きい。従って，均質な材料特性を有する部材を得る点において，半溶融射出成形法でプリフォームを製造するほうが，金型重力鑄造法に対して有利である。

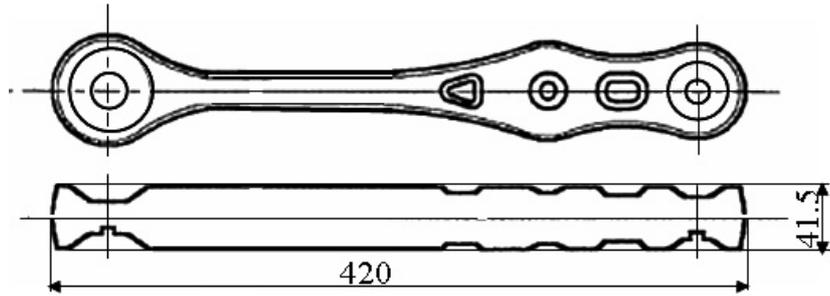
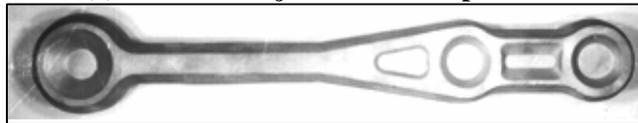


Fig. 4.12 Schematic of injection molded preform

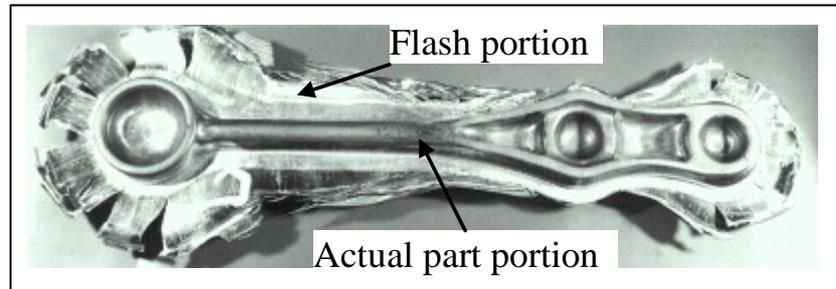


(a) Semi solid injection molded preform

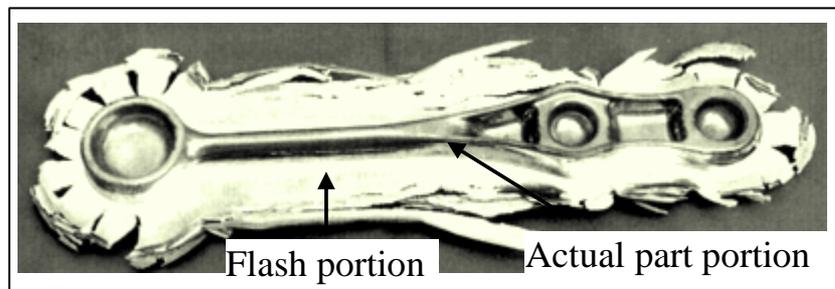


(b) Permanent molded preform

Fig. 4.13 Appearance of injection molded preform



(a) Injection molding and forging



(b) Permanent molding and forging

Fig. 4.14 Photographs of Cast forged part and conventional forged part

	A	B	C
Injection molding and forging			
Permanent molding and forging			

100 μm

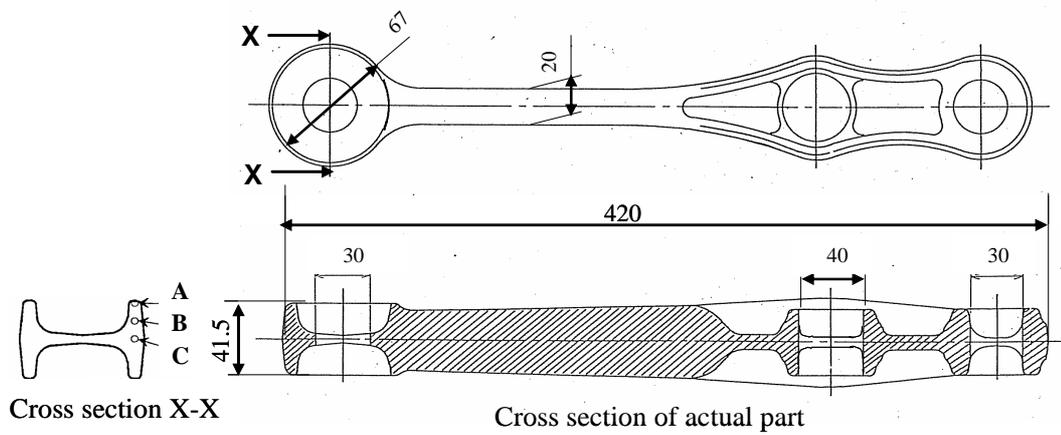


Fig. 4.15 Microstructure at cross section X-X in actual

4.5 第4章の結言

本章ではプリフォーム製造に半溶融射出成形を適用した Al-Zn 系マグネシウム合金の鑄造鍛造法の適用性を検討するために、半溶融状態時の固相率と限界据込み率や強度特性の関係、鍛造加工率と強度特性などの関係を調べ、以下の結論を得た。

- (1) 半溶融成形法により製造した Al-Zn 系マグネシウム合金 (Al 含有量: 7mass%) の限界据込み率は、固相率 = 7% の場合において約 80% であり、良好な鍛造性を示すことが分った。これは、2 章で検討した鍛造に適用される連続鑄造材 (結晶粒径: 約 160 μm) のそれよりも大きい。しかし、半溶融状態時の固相率が大きくなるにつれて、限界据込み率は次第に減少することも分った。
- (2) 限界据込み率は、合金中の Al 含有量の多いほうが小さい。これは、材料組織中の脆い金属間化合物である $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ の晶出量が多いためである。
- (3) 半溶融射出成形材の鍛造加工率と材料強度特性の関係を調べた結果、鍛造加工率が大きくなるほど、鍛造後の試験片の引張強さ、0.2% 耐力は向上するが、伸びについては、固相率の小さい試験片は鍛造加工率が増えるにつれて低下する傾向にある。しかし、固相率が大きい試験片は逆に、伸びは増加する傾向にある。これは、半溶融射出成形時に生じた成形材内の凝固割れなどの鑄造欠陥が鍛造により減少したためと推察される。
- (4) 鍛造後の試験片を T6 処理した場合の引張強さ、0.2% 耐力はともに低下するが、伸びは改善される。特に、固相率の小さい方が、その向上率は大きいことが示された。
- (5) (1) ~ (4) の基礎的な試験結果を考慮して、半溶融射出成形法を適用した鑄造鍛造法により、実部品を製作した結果、鍛造割れや欠肉を生じることなく、所望の形状に鍛造加工することができる。さらに、T6 処理を施すことにより、部材断面の結晶粒径が 20 数 μm 以下の均質な組織を得ることができる。これは半溶融射出成形法を用いることの最大の利点であることが示された。
- (6) 以上のことから、半溶融射出成形法によりプリフォームを製造し、それに鍛造を施すことで、塑性加工性に劣るマグネシウム合金の鍛造部品の製造が可能になることを示した。これは連続鑄造棒や押し棒の鍛造よりも、材料歩留まりを向上させることができ、價格的にも安価に鍛造部材を得る可能性の高い製造法であると期待できる。
- (7) 固相率を大きくすることにより、凝固割れなどの内部欠陥を低減できると期待したが、逆に内部欠陥が増加する結果となった。これを解決するには、金型法案等、成形条件の最適化が必要である。

第5章

半熔融射出成形を適用したマグネシウム合金鑄造鍛造材 の強度特性に及ぼす内部欠陥と熱処理条件の影響

第5章 半溶融射出成形を適用したマグネシウム合金鑄造鍛造材の強度特性に 及ぼす内部欠陥と熱処理条件の影響

5.1 緒言

プリフォームの製造法として半溶融射出成形法を適用し、結晶粒径の微細化により鍛造性を向上させ、さらに、鍛造後の熱処理として T6 処理を組み合わせた鑄造鍛造法が強度特性を得る上で有効であることを第4章で報告した。しかし、半溶融射出成形法は成型型内へ高圧力で半溶融状態の金属を充填する方法である⁽⁵²⁾⁽⁵³⁾。従って、金属が高速で金型内を流動する際に、成型型内の空気やマグネシウムの酸化防止の不活性ガスなどが、プリフォーム内部に巻き込まれるのは避けがたく、この低減を試みる研究例も見られる。鑄造鍛造法において、プリフォーム内部に巻き込まれたガス欠陥により起こり得る問題点としては、次の二点が考えられる。ひとつは鍛造材の強度特性の低下であり、もうひとつは鍛造材熱処理の溶体化処理時より生じるブリストア（素材表面近傍のガス欠陥の膨張により発生する表面欠陥）である。しかしながら、これらの問題点を解決するための研究例や、さらには、半溶融射出したマグネシウム合金の熱処理に関する研究例もほとんど見当たらない。

そこで、本章では Al-Zn 系マグネシウム合金を対象に、半溶融射出成形法を適用した鑄造鍛造法により高強度な部材を得ることを目的に、まず、プリフォーム成形段階で発生する部材内部の欠陥量と鍛造前後の強度特性の関係を調べる。次に、ブリストアの発生を無くすための熱処理条件を検討するとともに、熱処理条件と強度特性を調べ、材料強度特性改善のための適正な条件を明らかにする。

5.2 半溶融射出成形法を適用した鑄造鍛造法

本研究で用いた半溶融射出成形装置は4.2で示したものと同一である。図5.1は半溶融射出成形により得られる Al-Zn 系マグネシウム合金の材料組織を示す。写真中の白色の粒状部分が固相部（初晶相）である。その周辺が液相部であり、黒く見える部分が欠陥（マイクロポロシティ）である。この欠陥のほとんどは凝固収縮による鑄巣とガス巻き込みによる空孔がほとんどであるが、光学顕微鏡観察では判別は難しい。図5.2は走査型電子顕微鏡により、欠陥部分を観察した写真を示す。図5.2(a)はガスの巻き込みにより生じたマイクロポロシティの表面であり、図5.2(b)は凝固収縮巣の表面の観察写真を示す。図5.2(a)の方は表面がガスに押されたようになっている。一方、図5.2(b)の写真では、凝固時に妾出した表面の平滑で、粒状の初晶相が観察される。

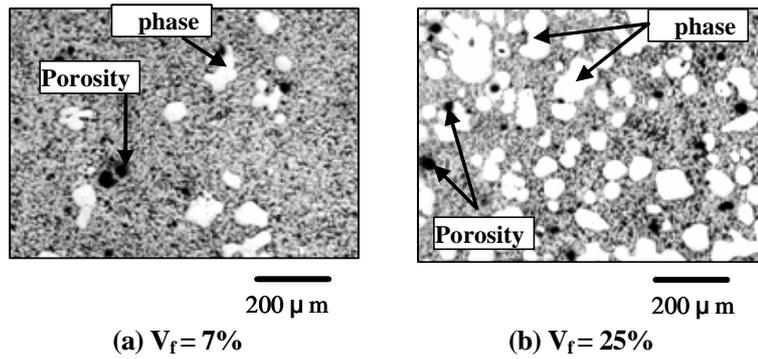


Fig. 5.1 Microstructure of magnesium alloy by semi solid injection mold (7mass%Al-1mass%Zn magnesium alloy)

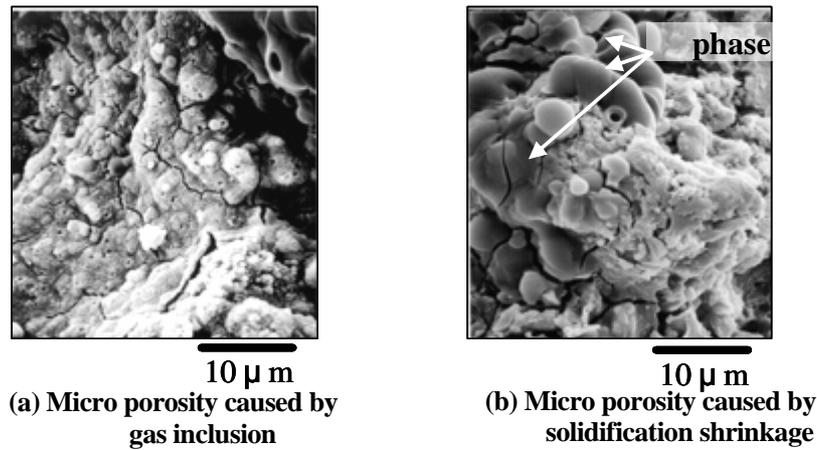


Fig. 5.2 SEM photograph of surface of micro porosities

Table 5.1 Chemical composition of magnesium alloy (mass %)

Al	Zn	Mn	Fe	Si	Mg
7.2	0.7	0.17	0.0018	0.04	Bal.

5.3 実験方法

5.3.1 供試材

表 5.1 は本研究に用いたマグネシウム合金の化学成分を示す。この合金は本論文で検討している Al を約 7mass% 含有し、鍛造と熱処理後に高い強度特性を示す合金である。半溶融射出成形の原料であるペレットは、この成分の連続鋳造の丸棒を切削することにより製作した。図 5.3 は本研究で用いた射出成形素材の形状を示す。100^W×170^L×10^t の板状試験片である。本報告では詳細は省略するが、素材内のガス欠陥量に大きく影響する因子は、半溶融のマグネシウム合金が金型のゲート部を通過する速度（以下ゲート速度と略す）と固相率であると考えられる。そこで、ゲート速度を変えるためにゲート部の厚さ 2mm と 10mm の二種類の金型で試験片を成形した。これにより、内部欠陥率の異なる試験片を複数準備した。鍛造性評価の試験片については、別の金型で射出成形した直径 16mm、長さ 100mm の丸棒素材より採取した。なお、射出成形素材の固相率は $V_f=7\%$ である。

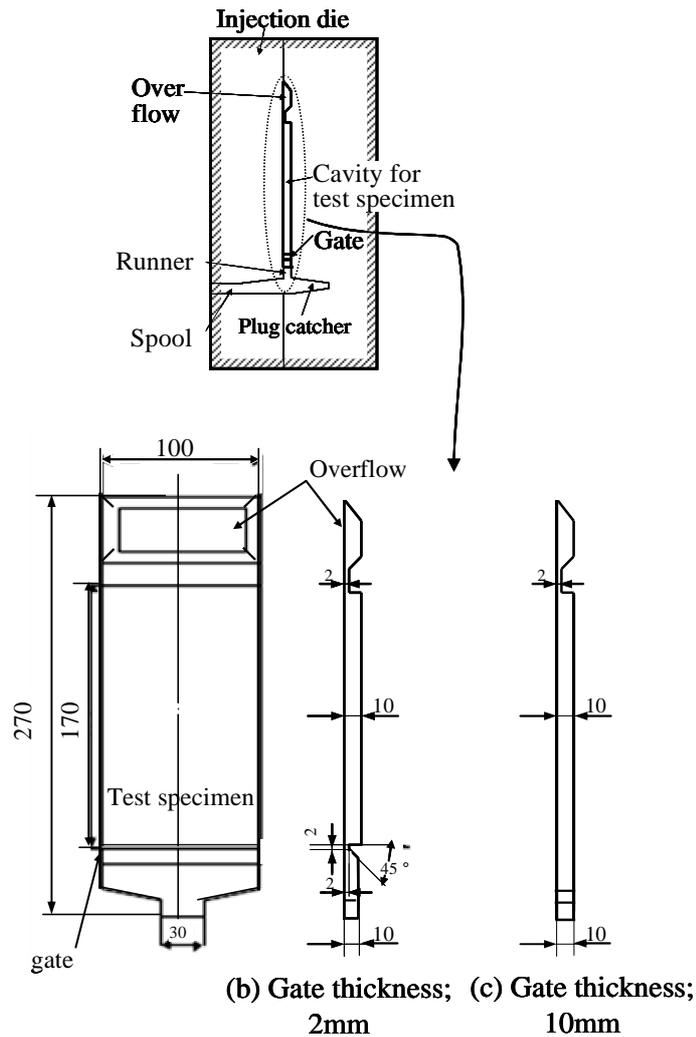


Fig. 5.3 Dimensions of cavity and test specimen for semi solid injection

5.3.2 限界据込み率評価

半溶融射出成形材の鍛造性を評価するために、2.2.3 で示した端面拘束据込み試験を実施した⁽¹⁸⁸⁾。試験片は、射出成形材から切り出した直径 15mm、高さ 22.5mm の円柱である。これをイメージ加熱炉内で、623K に均一加熱した後に、据込み試験を行なった。限界据込み率 P_{limit} は同じく 2.2.3 で定義した式(2.2)を用いる。

5.3.3 鍛造条件

鍛造を施す試験片の形状は、5.3.1 で述べた板状試験片から切り出した $10^W \times 21^H \times 35^L$ mm の角柱である。図 5.4 は鍛造試験概要を示す。基本的に 2.2.4 で述べた方法と同じであるが、試験片形状が異なるため、型の寸法も異なる。また、鍛造のためのプレスにはフリクションプレスを用いた。加工速度は 400mm/s である。鍛造加工率 P は鍛造時の試験片高さにより定義される式(2.1)を用いる。

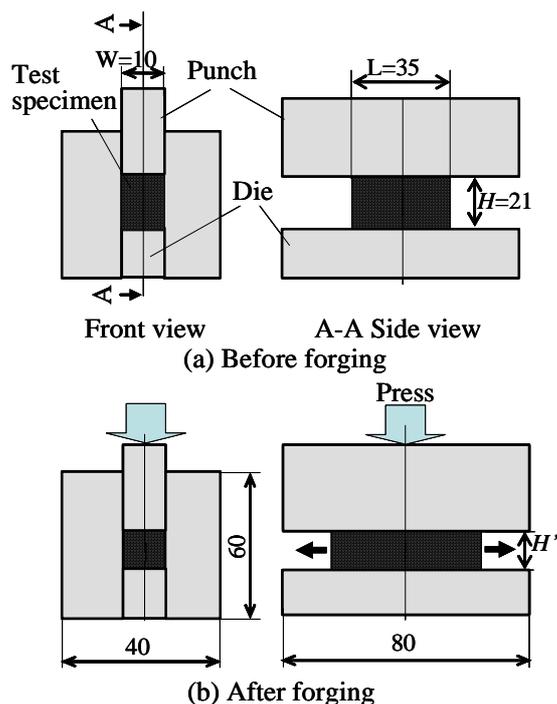


Fig. 5.4 Schematic of forging test specimen

5.3.4 熱処理条件

鍛造後の熱処理は T6 処理を施す。これは溶体化処理 (T4 処理: $673\text{K} \times 36,000\text{s}$ (10 時間) 保持後空冷) の後に人工時効処理 (T5 処理: $448\text{K} \times 57,600\text{s}$ 保持後空冷) を施す。本研究では, プリスターの発生を阻止するために, 鍛造前に溶体化処理を行い, 鍛造後に人工時効処理を施すことを検討する。鍛造前の溶体化処理条件は従来と同じであるが, 鍛造後の熱処理条件を変化させ, 強度特性との関係を調べる。表 5.2 はその熱処理条件を示す。鍛造後の熱処理は(a) ~ (h)の条件で行う。

5.3.5 引張試験条件

引張試験をするために, 鍛造後の試験片中央部から, 角材を切り出し, 平行部の直径 5mm, 平行部の長さ 25mm の引張試験片を製作する。引張試験はインストロン型引張試験機 (島津製作所製オートグラフ AG5000A) を使用し, 室温において, ひずみ速度 $6.6 \times 10^{-4}/\text{s}$ の条件にて実施する。

5.3.6 内部欠陥率測定

空孔に起因する試験片内部の欠陥率は, アルキメデス法により求めた密度と合金の化学成分から算出した理論密度から式 (5.1) により算出する。

$$\text{内部欠陥率 ; } D (\%) = (1 - \frac{\rho}{\rho_0}) \times 100 \quad (5.1)$$

ρ ; 実測密度
 ρ_0 ; 理論密度

Table 5.2 Heat treatment conditions after forging

	T4 condition before forging	heat tretment condition after forging
(a)	673K×36,000s Air cooling	448K×14,400s Air cooling
(b)		523K ×14,400s Air cooling
(c)		573K ×14,400s Air cooling
(d)		673K ×14,400s Air cooling
(e)		623K×3,600s Air cooling
(f)		623K×14,400s Air cooling
(g)		623K×36,000s Air cooling
(h)		623K×54,000s Air cooling

5.4 実験結果と考察

5.4.1 内部欠陥率と材料強度特性の関係

(1) 半溶融射出成形材の材料強度特性

プリフォーム内の内部欠陥率が半溶融射出成形材の強度特性に及ぼす影響を調べた。図 5.5 はその結果を示す。内部欠陥率 $D=0.5\%$ の場合の引張強さ 230MPa , 0.2%耐力 145MPa および伸び 8% である。 $D=5\%$ では、引張強さ 150MPa , 0.2%耐力 125MPa および伸び 1% となり、 $D=0.5\%$ の場合に比べると、それぞれ引張強さは 37% , 0.2%耐力は 14% 及び伸びは 88% 低下している。内部欠陥は材料の延性に大きく影響することが分る。

(2) 鑄造鍛造材の材料強度特性

半溶融射出成形後の内部欠陥率の異なる試験片を鍛造加工率 $P=50\%$ で鍛造し、T6 処理した試験片の強度特性を調べた。図 5.6 はその結果を示す。引張強さと伸びは、内部欠陥率が $D=2\%$ を超えるあたりから低下をするが、0.2%耐力は内部欠陥率に拘わらず、ほぼ一定となっている。内部欠陥には、先述のようにガスの巻き込みだけでなく、凝固収縮巣も存在する。その場合は、空孔内が真空に近いため、鍛造中に圧着され空孔は消滅する可能性が高い。

一方、ガス欠陥の場合は圧潰されても、欠陥内面同志が圧着することは少ない。内部欠陥率が $D=2\%$ 以下では、ガス欠陥の割合が鑄巣に比べ、小さいために、強度低下はほとんどない。内部欠陥率が $D=2\%$ を超えると、ガス欠陥が支配的になり、欠陥率の増大につれてガス欠陥も増え、比例的に強度低下すると推察する。これらの結果から、鍛造前の部材の内部欠陥率は $D=2\%$ 以下とすることにより、T6 処理後に強度低下の小さい部材を得ることができる。

(3) 鍛造加工率と内部欠陥率の関係

内部欠陥率が $D=5\%$ 前後の試験片を鍛造し、プリフォーム内部の欠陥率と鍛造加工率の関係を調べた。図 5.7 は、その鍛造加工率と内部欠陥率の関係を示す。内部欠陥率は鍛造加工率 $P=10\%$ 以上にな

ると、急激に低下し、 $D=0.5\%$ 程度までに減少している。すなわち、大きな鍛造加工率を与えなくても内部の欠陥は圧潰することが分った。しかし、この鍛造加工率 $P=50\%$ の試験片に T6 処理を施すと内部欠陥率は $1\sim 2.2\%$ までに増大している。これは、ガス欠陥が T4 処理の 673K での保持中に熱膨張したためである。欠陥率がばらついているのは、欠陥の発生している位置により膨張量が異なるためである。すなわち、部材の表面近傍のガス欠陥は膨張しやすいためと考えられる。

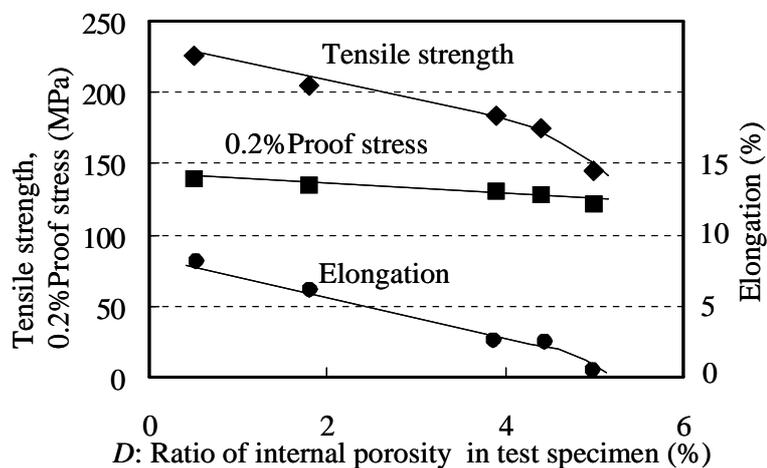
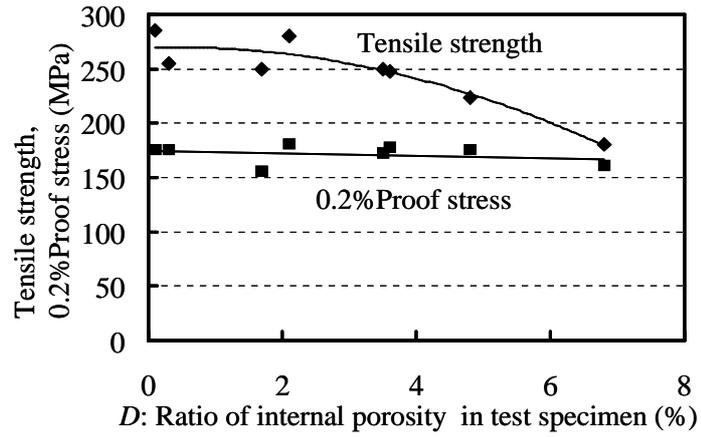
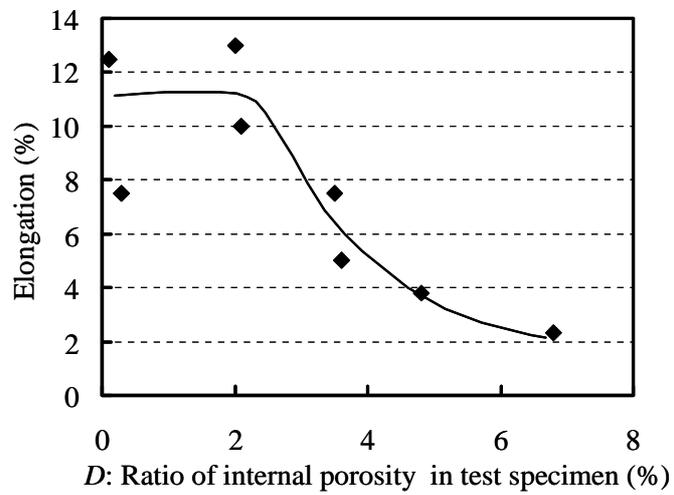


Fig. 5.5 Relationship between mechanical property and $D(\%)$ in test specimen fabricated by semi solid injection.



(a) Tensile strength and 0.2% Proof stress



(b) Elongation

Fig. 5.6 Effects of D in test specimen after T6 treatment on tensile strength, 0.2% Proof stress and elongation

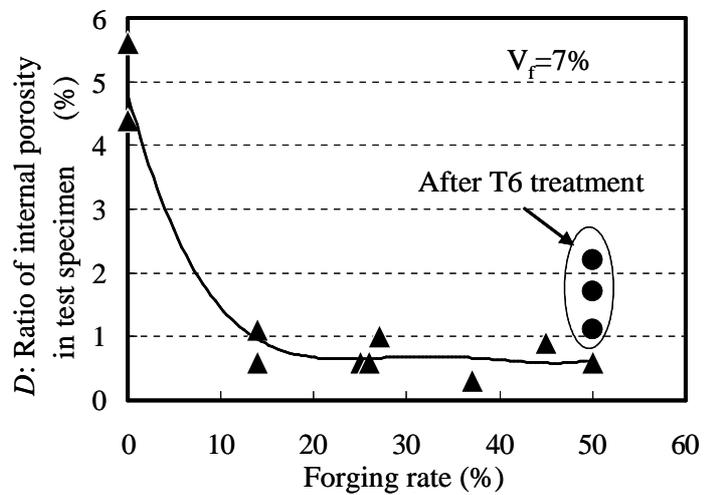
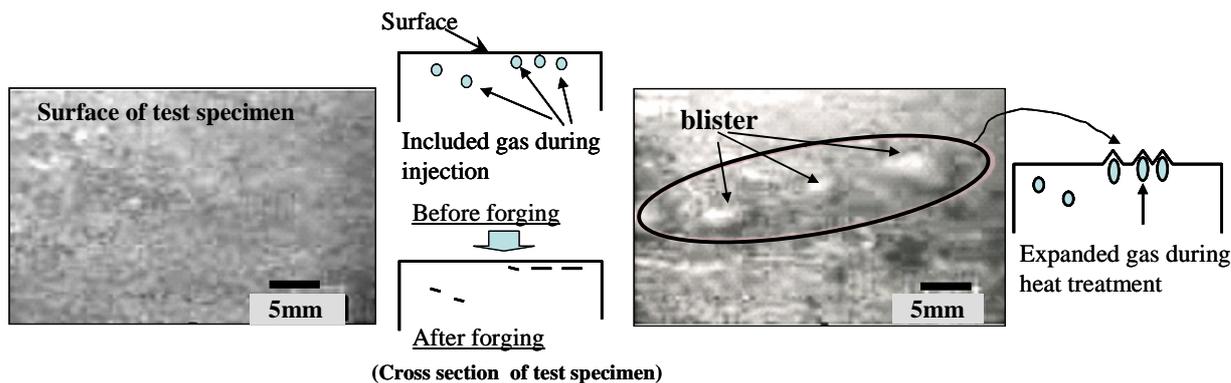


Fig. 5.7 Relationship between Forging ratio and D (%) in test specimen



(a) After forging

(b) After heat treatment T6

Fig. 5.8 Surface appearance of test specimen after T6 treatment

(2) ブリスター発生状況

素材表面に存在するガス欠陥は、鍛造中に圧着することがなければ、溶体化処理中に内部のガスの膨張によるブリスターを発生する可能性がある。そこで、鍛造後に T6 処理を実施した試験片を観察した。図 5.8 は表面に認められたブリスターの写真を示す。これはガス欠陥が鍛造中に圧着されないことにより生じたと考えられる。

5.4.2 熱処理条件の検討

(1) T4 処理後の限界据込み率

最終製品にブリスターが生じることを防止するため、ブリスターの発生原因となっている溶体化処理を鍛造前に実施し、この過程で発生したブリスターを鍛造により圧潰する工程を検討した。これを成立させるには、溶体化処理後の鍛造性が悪化しないことが前提であるため、まず、プリフォームの溶体化処理後の限界据込み率 P_{limit} を調べた。図 5.9 は、その結果を示す。溶体化処理後の限界据込み率は、これまでの射出成形後の限界据込み率と同等であり、溶体化処理後の鍛造は可能である。

(2) 鍛造後の熱処理条件と材料強度特性の関係

鍛造前に溶体化処理した試験片を鍛造後に表 5.2 に示した条件で熱処理を施し、それぞれの材料強度特性を調べた。まず、熱処理温度の影響を調べた、温度は 448K ~ 673K であり、通常の人工時効処理温度よりは高い温度範囲まで実施し、熱処理温度と材料強度特性の関係を調べた。なお、従来の鍛造後に T6 処理をする場合の時効処理の加熱保持時間は 57,600s としていたが、14,400s 後の特性と大差がなかったため、本実験では加熱保持時間を 14,400s に固定している。

図 5.10 は、鍛造後の熱処理温度と材料強度特性の結果を示す。従来の人工時効処理と同じ温度である 448K にて熱処理を実施した場合、材料強度特性は鍛造後に T6 処理を施した従来の場合のそれとほぼ同じであった。523K では 0.2% 耐力は 210MPa まで向上する傾向にあるが、伸びは逆に低下する傾向にある。573K になると、0.2% 耐力は 160MPa まで低下し、それ以上の熱処理温度では一定の値を示した。一方、伸びは 573K 以上では、逆に増大し、623K で 16 % を示した。熱処理温度が引張強さ

に及ぼす影響は小さく、その値は 270~280MPa であった。

本研究では 623K で伸びが大きくなることに注目し、さらに、623K での保持時間を変化させた場合の材料強度特性を調べる。図 5.11 は、その結果を示す。保持時間 3,600s において伸びは最高値の 18% を示し、その後、低下している。一方、引張強さと 0.2% 耐力は若干の低下を示すのみである。靱性を必要とする部品では、この大きい伸びは有益である。以上の結果から、熱処理条件を適正に選定することにより、適用部品の要求特性に応じることが可能である。

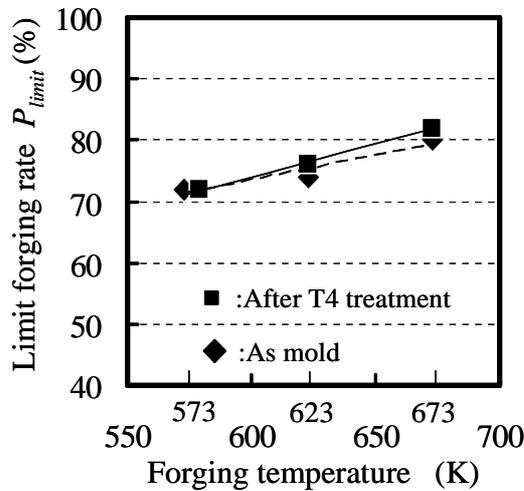


Fig. 5.9 Limit forging rate after T4 treatment

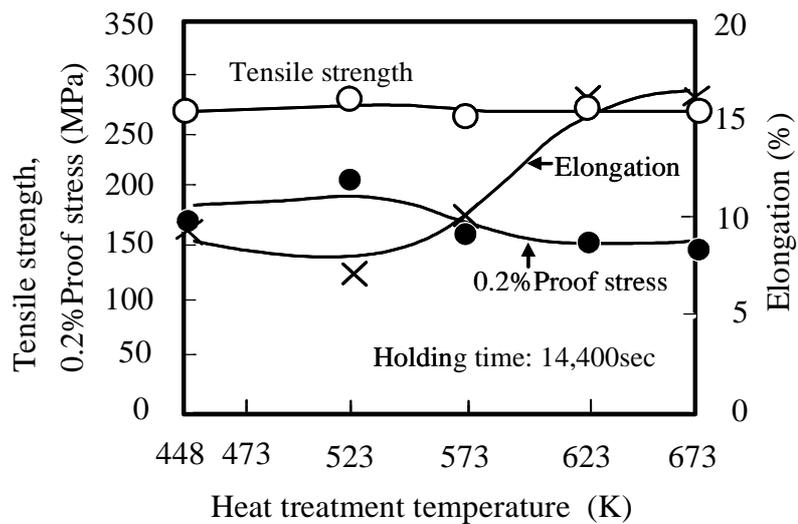


Fig. 5.10 Effect of heat treatment temperature on mechanical properties

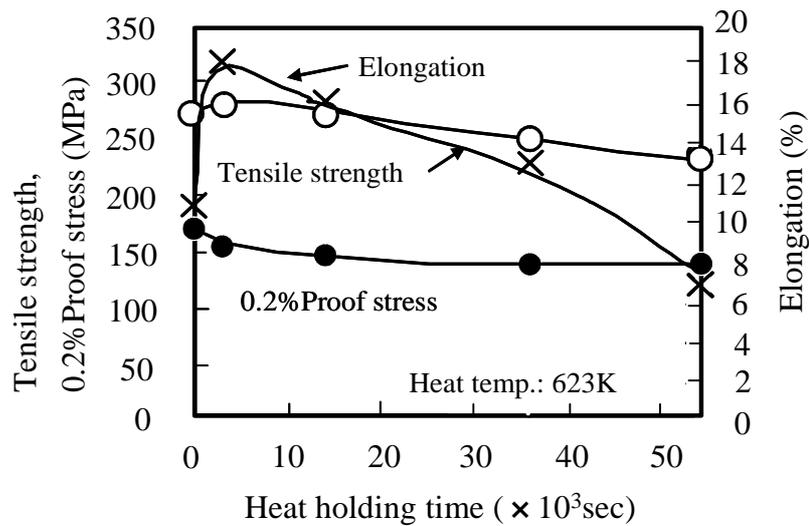


Fig. 5.11 Effect of heat holding time on mechanical properties

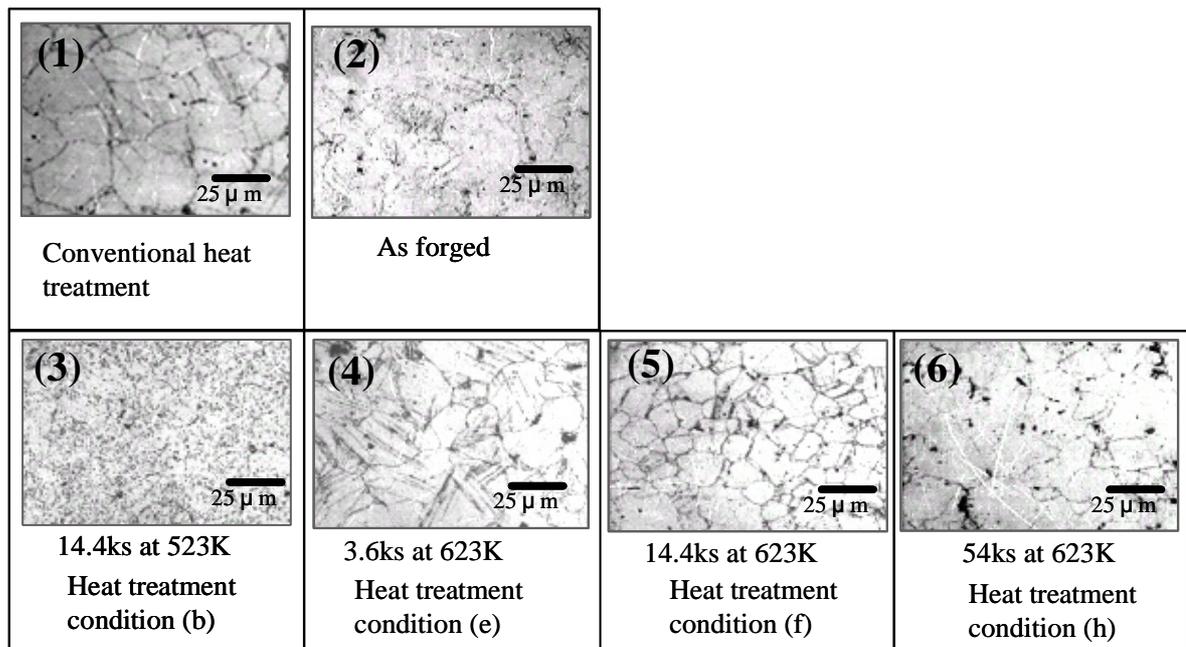


Fig. 5.12 Microstructure of test specimen after heat treatment by condition (b),(e), (f) and (h) in Table 5.2

図 5.12 は異なる条件にて熱処理した際の材料組織写真を示す。図 5.12 (1) は、従来の鍛造後に T6 処理を施した材料組織である。(2) は T4 処理を施した後に鍛造した試験片の材料組織である。(3) は 523K にて 14.4ks 加熱保持をした後に空冷による時効処理を施した試験片の材料組織である。これは最も大きい 210MPa の 0.2% 耐力を示した材料組織である。結晶粒界はあまり明確には認められないが、微細な $Mg_{17}Al_{12}$ の金属間化合物が多く析出しており、このことが 0.2% 耐力向上に寄与していると考えられる。

(3), (4)と(5)は623Kにて、それぞれ3.6ks, 14.4ks および54ks 加熱保持し熱処理を施した試験片の材料組織である。このうち、(5)は最も大きい伸び18%を示した材料組織である。623Kにて熱処理を施した材料組織には明確な結晶粒界が現れており、従来の熱処理組織である(1)と比べると、(4)と(5)の材料組織の結晶粒径は小さい。伸びが大きい理由は、このことに起因すると考えられる。熱処理時間の最も長い材料組織である図5.12(6)は結晶粒径が粗大化しているため、伸びが従来の熱処理条件の場合と同等になったと推察される。なお、623Kで熱処理をした材料組織には添加元素が相中に固溶していると考えられ、金属間化合物は、あまり観察されない。

鍛造後にT6処理を施した従来の材料組織よりも鍛造前にT4処理を施す新しい熱処理条件の方が、結晶粒径が小さくなる理由は次のように考えられる。連続鋳造材の鍛造特性において、鍛造前に本研究のT4処理に近い熱処理条件にて均質化処理を施した方が、素材中のAl成分が均一になり、動的再結晶が生じる結晶と動的再結晶を生じにくい結晶がなくなり、より微細化が均等に進むといわれている⁽⁷⁹⁾。

半溶融射出成形材の場合は固相と液相が混合した材料組織であり、連続鋳造材よりも一層Al成分が不均一になる。図5.13は半溶融射出成形後の試験片をX線マイクロアナライザー(EPMA)によりMg, AlおよびZn成分を線分析した結果である。固相部と液相部の粒界と液相部が固相部よりもAl成分が多いことが分かる。従って、鍛造前にT4処理を施すことにより材料組織が均質になり、動的再結晶が進行したと推察される。これにより、従来の熱処理条件よりも結晶粒径が微細になり、伸びが向上したと考えられる。しかし、引張強さと0.2%耐力は向上しておらず、この理由は今後の解明課題である。

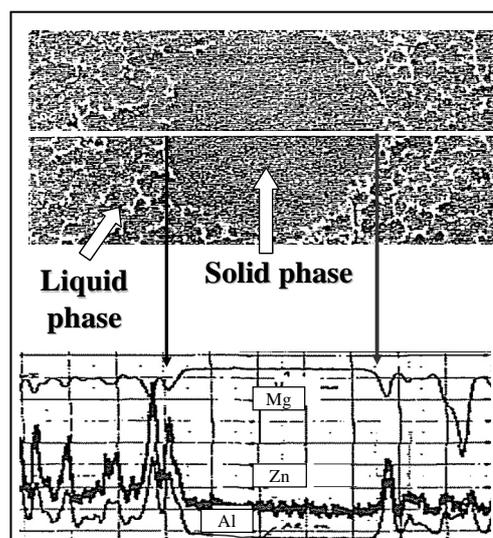


Fig. 5.13 Line profile of Mg, Al and Zn in test specimen of semi solid injection by EPMA

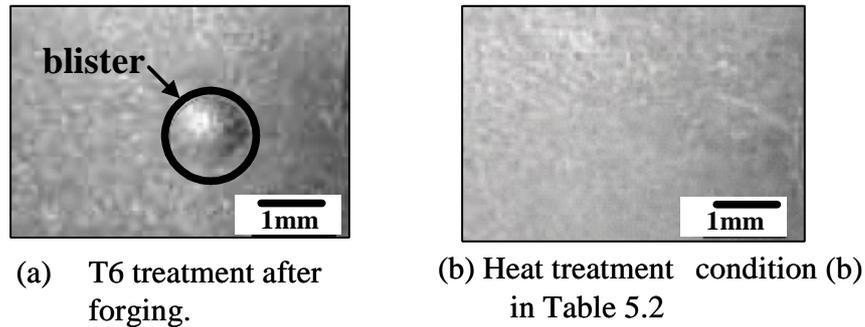


Fig. 5.14 Surface appearance of test specimens after heat treatment by condition (a) and (b) in Table 5.2

(3) 新熱処理条件でのプリスターの発生状況

図 5.14 は射出成形後の内部欠陥率 D が約 2% の試験片を従来の鍛造後に T6 処理した場合と表 5.2 の熱処理条件 (b) により処理した場合の試験片表面を示す。従来の熱処理条件では、プリスターが観察されるが、熱処理条件 (b) の試験片表面にはプリスターは観察されていない。また、熱処理条件 (c) から (h) においてもプリスターは観察されなかった。

5.5 第 5 章の結言

プリフォーム製造に半溶融射出成形を適用した Al-Zn 系マグネシウム合金の鑄造鍛造法の検討において、プリフォーム内部の欠陥率と強度特性の関係を調べ、以下の結論を得た。

- (1) プリフォーム内部欠陥率 D が約 2% を超えると、鍛造、T6 処理後の引張強さおよび伸びは大きく低下する。従って、本鑄造鍛造法を実部品に適用する際には、プリフォームの内部欠陥率 D を 2% 以下にすることが重要であることを示した。
- (2) プリフォーム内のガス欠陥は鍛造により潰されるが、完全に圧着することは無く、溶体化処理中の加熱によりガス欠陥は膨張し、強度特性低下の要因になるとともに、表面近傍のガス欠陥はプリスターを発生させることが分った。
- (3) 鍛造前に溶体化処理 (T4 処理) を施し、鍛造後に人工時効処理 (T5 処理) を施すことで、ガス欠陥によるプリスターは除去できる。さらに、この鍛造後の熱処理条件を適正化することで、従来の鍛造後に T6 処理した部材以上の強度特性を得ることが可能なことを示した。
- (4) 以上のことから、半溶融射出成形、鍛造ならびに新しい熱処理条件を組み合わせた本鑄造鍛造法は、自動車部品に要求されるような高強度なマグネシウム部材の成形法として適用性があることを示している。

第6章

半溶融射出成形をした Al-Ca 系マグネシウム合金 の鍛造性と鍛造部材の機械的性質

第6章 半溶融射出成形をした Al-Ca 系マグネシウム合金の鍛造性と鍛造部材の機械的性質

6.1 緒言

マグネシウムの軽量性を活かすには、慣性重量低減効果の大きい往復運動や回転運動をするエンジンや駆動系のインターナル部品へ適用していくことも重要である。しかし、マグネシウム合金は 373K を越えると、強度特性が低下するため、エンジン部品などに適用するには、423K 付近まで室温時の強度特性を維持する耐熱マグネシウム合金が必要である。従来の ASTM 規格 AE41 などに代表される耐熱マグネシウム合金は合金成分に希土類元素を多く含むため、最近では、低価格元素の Ca, Si などの元素を添加し耐熱性を向上させる研究が多く試みられている⁽¹⁶⁶⁾⁻⁽¹⁷⁰⁾。さらに、Ca 含有量の多い合金では、凝固割れを起こしやすい、湯流れ性が悪化するという欠点があり、これを改善するために半溶融射出成形法と組み合わせた Al-Ca 系マグネシウム合金の研究事例がある⁽¹⁷¹⁾⁻⁽¹⁷⁷⁾。この Al-Ca 系マグネシウム合金が鍛造や鋳造鍛造法に適用できれば、低価格な耐熱強度部材の製造が可能となるが、耐熱マグネシウム合金の鍛造に関する研究はほとんど見当たらない。

そこで、本研究ではエンジンなどの高温強度を要求される部品へのマグネシウム合金の適用を可能とすることを目的に、Al-Ca 系マグネシウム合金の半溶融射出成形材の強度特性と鍛造性を調べ、次にその鍛造後の高温強度特性を調べることにより、本合金の鋳造鍛造法への適用性を示す。

6.2 実験方法

6.2.1 半溶融射出成形法

本研究で用いた半溶融射出成形装置は 4.2.1 で示した日本製鋼所社製の型締め力 4410kN のものである。また、ペレットは丸棒を鋳造し、それを切削することにより大きさが 3mm 程度の粒状のものを製作した。

6.2.2 供試材

Al-Ca 系マグネシウム合金の半溶融射出成形材において、Al 含有量と Ca 含有量が増えるにつれて強度特性が向上するが、Al 含有量 4mass% 以上、Ca 含有量が 3mass% 以上では、その特性が飽和傾向にあることが報告されている⁽¹⁷¹⁾。そこで、本研究では Al-Ca 系マグネシウム合金として、Al 含有量 4mass%、Ca 含有量を 3mass% の合金（以下、ACa43 と略号で呼ぶ）を用いる。さらに、この合金と特性を比較するために ASTM 規格の AZ91D と AS41 を準備した。AZ91D は耐熱合金ではないが、従来からダイカスト、半溶融射出成形の両方に用いられ実用化実績のある合金である。AS41 は耐熱用としてダイカストにより自動車の駆動系部品ケースなどに実用化実績のある合金である。表 6.1 は、それらの合金の化学成分を示す。ACa43 は固相率 = 3.7%、AZ91D は固相率 = 4% で半溶融射出成形により試験片を製作する。第 4 章で述べたように、固相率が大きい場合は、鋳造性の良好な AZ91D においても、凝固割れが発生しやすい。従って、元来、ACa43 は AZ91D よりも凝固割れの起き易いため、小さい固相率の試験片を製作する。なお、AS41 はダイカストにて試験片を製作している。

Table 6.1 Chemical composition of magnesium alloys

	Al	Zn	Mn	Ca	Si	Cu	Fe	Ni	Mg	Remarks
ACa43	4.2	-	0.35	3.3	0.12	0.001	0.004	0.001	Bal.	=3.7%
AZ91D	9.2	0.72	0.22	-	-	0.002	0.004	0.0008	Bal.	=4.0%
AS41	4.3	-	0.35	-	0.9	0.001	-	0.0001	Bal.	Diecast

6.2.3 鍛造性評価

半熔融射出成形材の鍛造性を評価する方法は、2.2.3 で示した端面拘束据込み試験を実施した。試験片は、射出成形材から切り出した直径 15mm、高さ 22.5mm の円柱である。これをイメージ加熱炉内で、623K に均一加熱した後に、据込み試験を行なった。限界据込み率 P_{limit} は同じく 2.2.3 で定義した式(2.2)を用いる。

6.2.4 試験片の鍛造条件

図 6.1 は試験片の鍛造の概要を示す。これは 3.2.4 で示した方法と同じであるが、鍛造に供する試験片は $10^w \times 100^h \times 170^l$ mm の板状の射出成形材より切り出した $10^w \times 21^h \times 35^l$ mm の角柱である。鍛造にはフリクションプレスを用いた。鍛造温度は 623K であり加工速度は 300mm/s である。鍛造により試験片が受ける鍛造加工率 P は式(2.1)と同定義であり、試験片の初期高さ⁰と鍛造後の高さにより算出する。

6.2.5 引張試験

半熔融射出成形材とダイカスト材の引張試験には平行部直径 6.4mm、平行部長さ50mmの引張試験片を用いる。試験片は鋳肌のままである。一方、鍛造材の引張試験片は鍛造後の試験片中央部から切り出し、平行部直径 5mm、平行部長さ21mmのものを製作している。引張試験はインストロン型引張試験機（島津製作所製オートグラフAG5000A）を使用し、室温と373 Kから473 Kの温度範囲（本研究では高温と定義する）において、初期ひずみ速度 6.6×10^{-4} /s の条件にて実施する。高温試験の引張試験片は引張試験温度と同じ温度にて360,000sほど加熱保持され、その後に引張試験を実施する。

6.2.6 内部欠陥率測定

試験片内に存在する空孔は強度特性低下に影響する。従って、この空孔に起因する試験片内部の欠陥率を求める。内部欠陥率 D (%)は 5.3.6 で示した式 (5.4)で定義する。これはアルキメデス法により求めた密度と合金の化学成分から算出した理論密度により求めるものである。

6.3 実験結果と考察

6.3.1 ACa43 射出成形材の材料組織

図 6.2 は固相率 =3.7%の ACa43 の半熔融射出成形材の光学顕微鏡により観察した材料組織を示す。図 6.2 (a)の組織写真中の白い大きな相は半熔融状態時に固相であった部分である。その周囲の部分は液相であった部分であり、射出成形時に金型により急冷された微細組織である。図 6.2 (b)は、その液

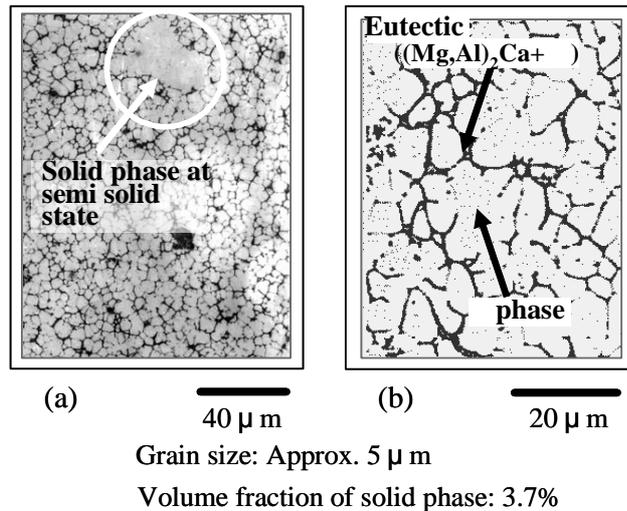


Fig. 6.2 Microstructure of A Ca43 mold by semi-solid injection molding process

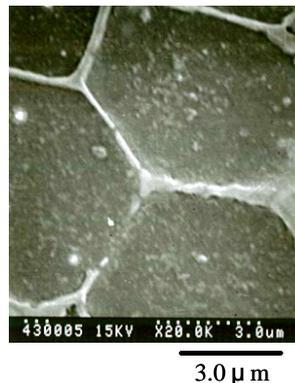


Fig. 6.3 SEM image of liquid phase area in A Ca43

相部をさらに拡大した組織写真である。白い樹枝状組織（デンドライト）は初晶相（Mg）であり、その周囲の粒界に化合物の $(Mg, Al)_2Ca$ と相の共晶組織が晶出している。マグネシウムダイカストに多く採用されている AZ91D においては、強度向上に寄与する金属間化合物 $Mg_{17}Al_{12}$ が多く晶出するが、A Ca43 においては、 $Mg_{17}Al_{12}$ はほとんど存在しない。図 6.3 は走査型電子顕微鏡により、液相部をさらに拡大して観察した材料組織写真を示す。相の周囲を金属間化合物が取り囲んでいる様子が認められる。

6.3.2 A Ca43 射出成形材の結晶粒径と引張強度特性

Al-Zn 系マグネシウム合金の引張強度特性は、一般的に結晶粒径の影響を受ける。すなわち、結晶粒径が小さいほど大きい強度特性を示す。そこで、A Ca43 合金についても引張強度特性と結晶粒径の関係を調べる。射出成形時の金型温度を変えることにより、液相部結晶粒径が約 $5 \mu m$ と約 $13 \mu m$ の 2 種類の試験片を製作した。図 6.4 は室温における引張試験の結果を示す。相の粒径が約 $5 \mu m$ の材料の方が約 $13 \mu m$ の材料に比較し、引張強さ、0.2% 耐力および伸びのいずれも大きい値を示して

いる。結晶粒径が約 13 μm と約 5 μm の 2 種類だけの比較ではあるが, A Ca43 は材料強度特性について結晶粒径の依存性のある合金であると推察される。

本論文の第 3 章にて ASTM 規格 AZ80A, AZ91D などの Al-Zn 系マグネシウム合金も結晶粒径依存性を有し, その粒径が 50 μm 以下では, 強度特性に大きな変化は認められなくなることを明らかにしている。しかし, A Ca43 の場合は Al-Zn 系マグネシウム合金よりもさらに小さい 13 μm 以下の結晶粒径において, 強度特性は結晶粒径の影響を受けている。これは Al 含有量が 4mass% であり, 材料強度向上に寄与する金属間化合物 (Mg, Al)₂Ca 量が少ないため, 材料強化因子としての 相の粒径の寄与度が大きくなったためと考える。このように強度特性の結晶粒径依存度が大きい合金では, 射出成形時に肉厚の不均一により, 成形品の冷却速度に差を生じる。このような場合は, 成形品の部位による結晶粒径のばらつき, すなわち強度特性のばらつき要因となるため, 金型温度を制御するなどの成形上の注意を要する。

6.3.3 A Ca43 射出成形材の高温引張強度特性

半熔融射出成形の A Ca43, AZ91D およびダイカスト成形の AS41 の室温と 480K までの高温引張強度特性を調べた。A Ca43 の固相率は $\approx 3.7\%$, AZ91D については固相率 $\approx 4\%$ である。なお, A Ca43 の試験片は約 5 μm の粒径であった。図 6.5 は, その結果を示す。比較のためにアルミニウムダイカスト合金 ADC10 の強度特性 (文献値⁽¹⁸³⁾) を記載している。図 6.5 (a) は引張強さ, 図 6.5 (b) は 0.2% 耐力および図 6.5 (c) は伸びを示す。マグネシウム合金の中では, 室温の引張強さにおいて, AZ91D が最も大きい値を示すが, 373K を越える付近にて, A Ca43 の特性が AZ91D のそれを逆転している。さらに, A Ca43 の高温での引張強さと 0.2% 耐力はアルミニウムダイカスト合金 ADC10 と同等の特性を示すことが分った。一方, 従来, 耐熱合金として規格設定されている AS41 は, どの試験温度範囲においても, 引張強さ, 0.2% 耐力とも AZ91D および A Ca43 のそれらよりも小さい。

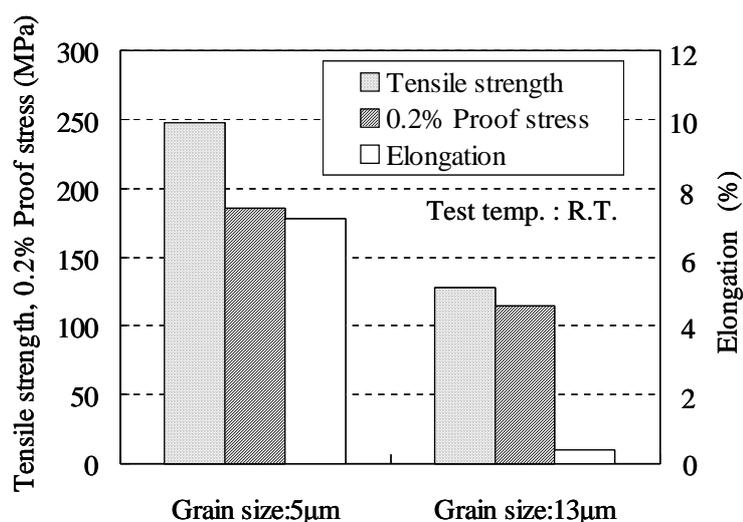
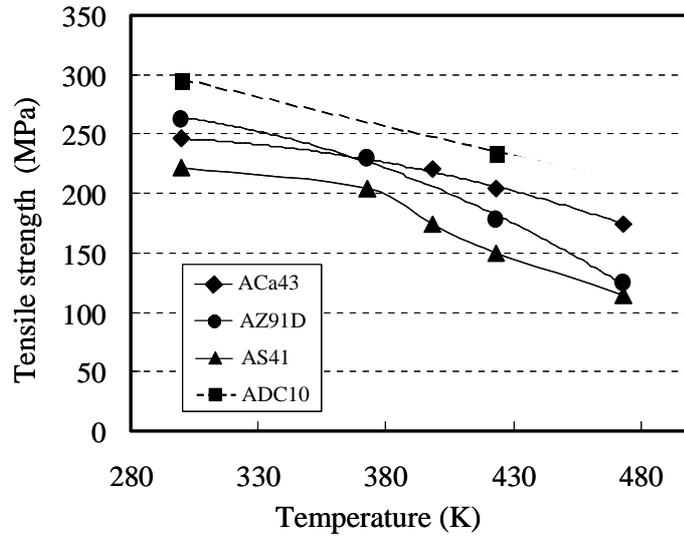
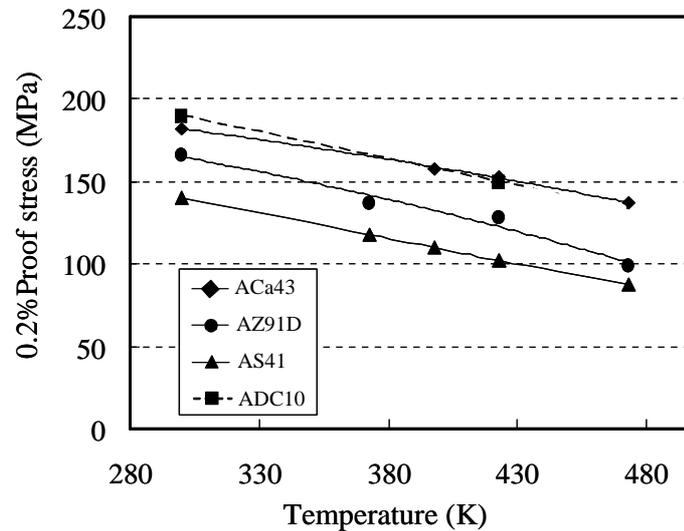


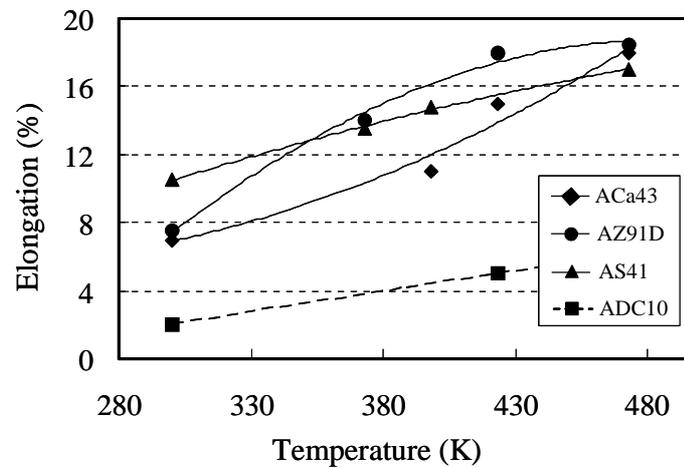
Fig. 6.4 Relationship between mechanical property and grain size for injection mold A Ca43



(a) Tensile strength



(b) 0.2% proof stress



(c) Elongation

Fig. 6.5 Mechanical properties of ACa43, AZ91D and AS41

*Data of ADC10 is referred from Aluminum handbook⁽¹⁸³⁾.

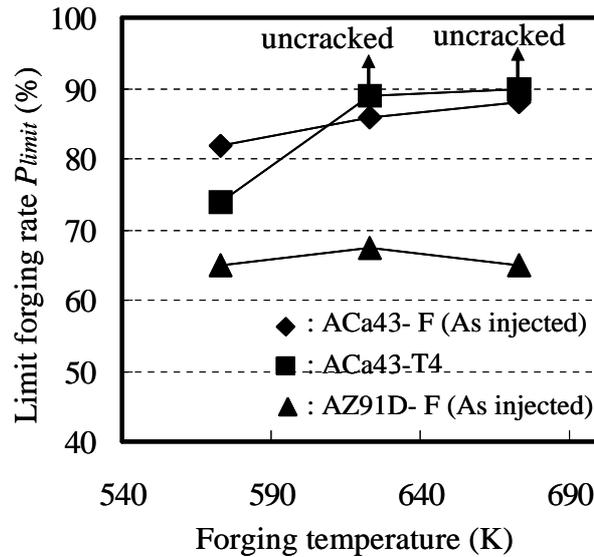


Fig. 6.6 Limit forging rate of ACa43 and AZ91D

6.3.4 限界据込み率

ACa43 の鍛造性を評価するために限界据込み率を調べた。半溶融射出成形のままの F 材と T4 処理 (683K × 576,00s の溶体化処理) を施した 2 種類の ACa43 と、それらと比較のために AZ91D の F 材の鍛造性を評価した。据込み温度は 573K, 623K と 673K の 3 条件である。ACA43 の T4 処理は実部品の鍛造で用いられる材料組織の均質化 (均質化処理) の効果を調べる目的で行った。図 6.6 は、それぞれの合金の据込み試験の結果を示す。AZ91D の限界据込み率 P_{limit} は約 60% であり、据込み温度が高くなっても、ほとんど向上せず、この試験温度範囲では限界据込み率はほぼ一定となっている。

一方、ACa43 の限界据込み率は AZ91D のそれよりも大きい値を示している。ACa43 の F 材と T4 処理材とも試験温度が高くなるにつれて限界据込み率は大きくなる。据込み温度が 573K においては、射出成形のままの F 材の方が T4 処理材よりも大きい限界据込み率を示すが、それより高温での 623K と 673K では逆転し、T4 処理材の方が F 材よりも大きい値を示す。T4 処理材は $P=90\%$ の据込み率においても、試験片にき裂は発生していない。第 4 章で Al-Zn 系マグネシウム合金の半溶融射出成形材の据込み限界を調べ、Al 含有量が少ない方が限界据込み率は大きいことを述べている。たとえば、623K での据込み試験では、Al 含有量 9mass% の射出成形材の限界据込み率 P_{limit} は 68% であり、Al 含有量 7mass% の射出成形材の限界据込み率 P_{limit} は 75% であった。ACa43 はさらに Al 含有量が少ないために、鍛造性はより良好になったと推察される。Al 含有量が少ないことは $Mg_{17}Al_{12}$ や $(Mg, Al)_2Ca$ など脆性な金属間化合物の晶出量が少ないことに関係するが、Al 含有量と限界据込み率との関係は今後の研究課題である。限界据込み率 P_{limit} が 80% 以上は、自動車の鍛造部品に用いられる 6000 系のアルミニウム合金並みの特性であり、これより大きい限界据込み率を示す ACa43 は鍛造材として有望なマグネシウム合金である。

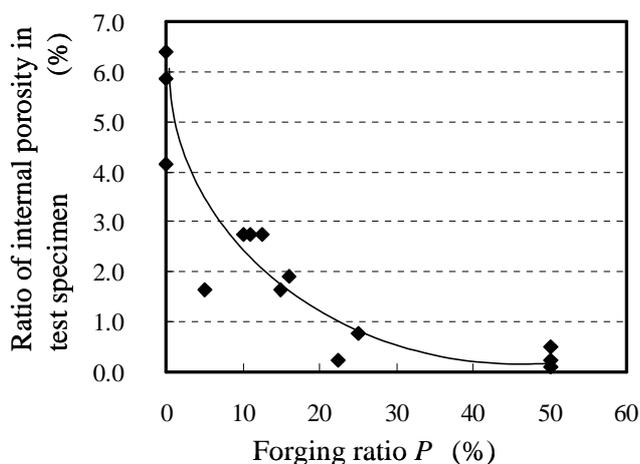


Fig. 6.7 Relationship between forging ratio and internal porosity ratio

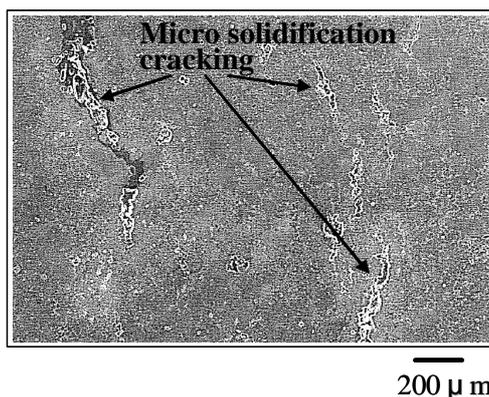


Fig. 6.8 Photograph of micro solidification cracking in injection mold AC43

6.3.5 鍛造加工率と内部欠陥率の関係

ダイカストや半溶融射出成形では、溶融もしくは半溶融の金属を高速で金型へ充填するために、金型内の空気を巻き込みガス欠陥を生じる。また、Al-Ca系マグネシウム合金は凝固割れを起こしやすい特性がある。そこで、ACa43についても射出成形後の試験片内部の欠陥量ならびに、鍛造による欠陥量の変化を調べた。図6.7は、その結果を示す。鍛造前の試験片内部には約6%の内部欠陥が存在している。これはガス欠陥と凝固収縮による微細な鑄巣と凝固割れによる欠陥が含まれている。鍛造を行うことにより、この欠陥量は小さくなり、鍛造加工率 $P=10\%$ において内部欠陥率 D は2%以下となる。鍛造加工率 $P=25\%$ で内部欠陥率 D は1%以下となっている。

図6.8は鍛造前の試験片内部の断面を観察した写真である。射出成形時に生じた凝固割れが数箇所認められる。幅約 $100\mu\text{m}$ 、長さ約 $1000\mu\text{m}$ の大きな凝固割れも存在する。このようにACa43は凝

固割れを発生し易く、他の欠陥よりも大きい割合で存在するが、鍛造過程で凝固割れは圧着し消失すると推察される。

6.3.6 鍛造加工率と引張強度特性の関係

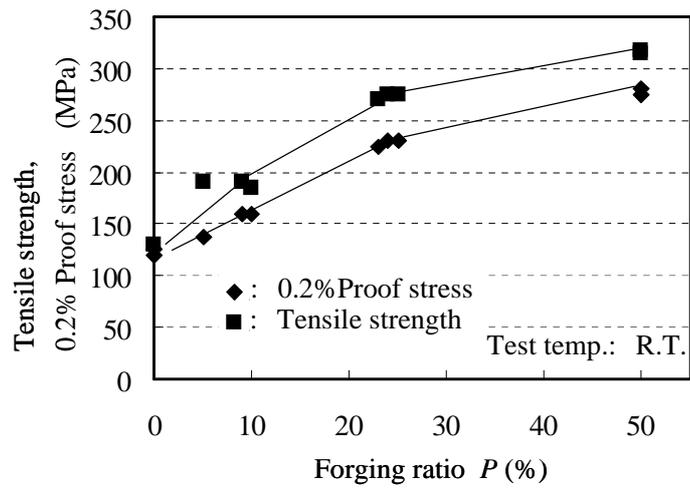
図 6.9 は A Ca43 の鍛造加工率と室温での引張強度特性の関係を示す。図 6.9 (a)は引張強さと 0.2% 耐力を、図 6.9 (b)は伸びを示す。鍛造前の射出成形材の液相部結晶粒径は約 10 ~ 15 μm である。これは鍛造用試験片を切り出すための成形材が厚肉であったため、凝固冷却速度の関係から比較的大きな結晶粒径となった。それゆえ、鍛造前の引張強度特性は引張強さが 125MPa、0.2% 耐力が 120MPa であり、その値は図 6.5 で示した結晶粒径が約 5 μm の A Ca43 射出成形材の引張強さと 0.2% 耐力よりも小さい。しかしながら、鍛造加工率 $P=10\%$ を付与すると、急激に特性は向上し、鍛造加工率 $P=25\%$ では、引張強さが 275MPa、0.2% 耐力が 230MPa に達している。

図 6.10 は鍛造前 (図 6.10 (a))と鍛造加工率 $P=10\%$ (図 6.10 (b))、 $P=25\%$ (図 6.10 (c)) および $P=50\%$ (図 6.10 (d))を付与した後の組織写真を示す。図 6.10 (a)中の白い大きい結晶が、半熔融状態時の固相部であり、その周囲が液相部である。鍛造加工率が大きくなるにつれ、固相部は変形をしており、鍛造加工率 $P=50\%$ では扁平な形状になっている。さらに、液相部の結晶粒径も鍛造加工率が大きくなるとともに、徐々に微細になっているのが観察される。

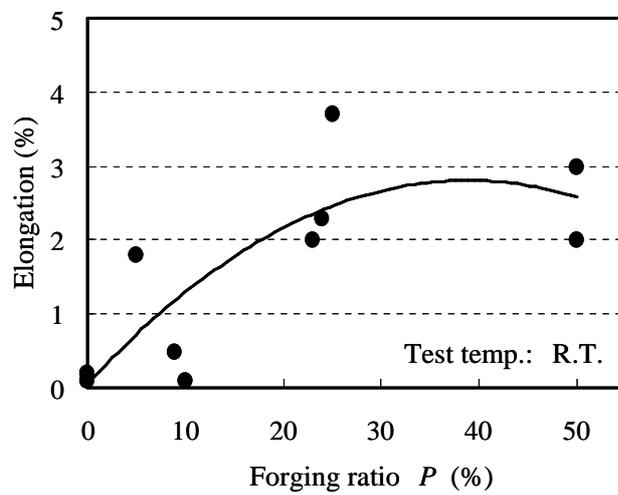
この鍛造による結晶粒の微細化は動的再結晶によるものと考えられる。図 6.11 は鍛造中の結晶粒微細化のメカニズムを考察した概略図である。図 6.11(a)は図 6.3 と同じ鍛造前の SEM 写真である。図 6.11(b)はそれを模式的に表した図である。6.3.1 で述べたように初晶 相と、その粒界に $(\text{Mg}, \text{Al})_2\text{Ca}$ と 相の共晶組織が晶出した組織である。 $(\text{Mg}, \text{Al})_2\text{Ca}$ の結晶構造は C36 型構造と呼ばれる hexagonal に属する Laves 相であり、熱的に安定といわれる⁽¹⁶⁹⁾⁽¹⁷³⁾。図 6.11(c)は鍛造中における組織の変形状態を示している。粒界の熱的に安定な $(\text{Mg}, \text{Al})_2\text{Ca}$ と 相の共晶組織は初晶 相を囲んだままの状態を維持しつつ変形をしながら、結晶粒内で動的再結晶を起こし、粒内に亜粒界(Sub-boundary)が形成される。

図 6.10(d)示される鍛造加工率 $P=50\%$ 後の組織においては、液相部の結晶粒径は約 4 μm になっているが、これは結晶粒内で再結晶が起こった結果であると推察される。また、A Ca43 の引張強度特性は結晶粒径の依存度の大きいため、結晶が微細化した鍛造試験片は、その材料強度特性が向上したと考えられる。

結晶粒径が約 10 ~ 15 μm の A Ca43 に鍛造加工率 $P=50\%$ 鍛造を施すことにより結晶粒径が約 4 μm の試験片の引張強さ、0.2% 耐力が、結晶粒径がほぼ同等の射出成形のままの試験片の特性よりも大きい理由は、6.3.5 で述べたように、鍛造を施すことにより、試験片の内部欠陥が減少したことによると考えられる。



(a) Tensile strength, 0.2% Proof stress



(b) Elongation

Fig. 6.9 Effect of forging rate to mechanical property at room temperature

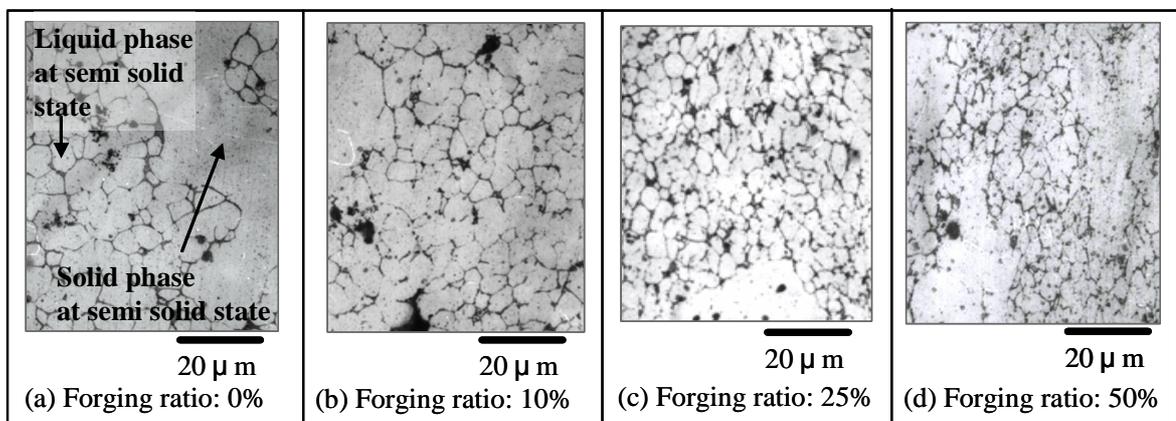


Fig. 6.10 Microstructure of A Ca43 under various forging rate

6.3.7 A Ca43 鍛造材の高温引張強度特性

鍛造加工率 $P=50\%$ を付与した A Ca43 の 423K での引張強度特性を調べた。図 6.12 は、室温と 423K での引張試験の結果を示す。比較として、結晶粒径が約 $5\mu\text{m}$ の射出成形のままの ACA43 とアルミダイカスト合金の ADC10 を併記している。鍛造後 A Ca43 の 423K での引張強さは室温時に比較すると約 10% 小さくなる。同様に 0.2% 耐力は約 20% 小さくなるが、いずれも、ADC10 のそれらの値を上回っている。伸びは射出成形のままの A Ca43 が最も大きい。鍛造を付与した A Ca43 の伸びも部品適用可能な十分な値を示している。

鍛造後の A Ca43 の室温での引張強度特性が向上する理由は、6.3.6 で述べたように結晶粒微細化によるものである。423K においては、引張強さ、0.2% 耐力は低下する。この低下の大きさは射出成形材と同等である。鍛造材の引張り試験においては、主に $(\text{Mg}, \text{Al})_2\text{Ca}$ の晶出のない亜粒界ですべり変形が進行するために強度低下を生じるが、熱的に安定な $(\text{Mg}, \text{Al})_2\text{Ca}$ の晶出している結晶粒界でのすべり変形は生じず、423K では $(\text{Mg}, \text{Al})_2\text{Ca}$ 相がすべり変形の抵抗となっているために、アルミダイカスト合金並みの大きい引張強さと 0.2% 耐力を得ることができると考えられる。

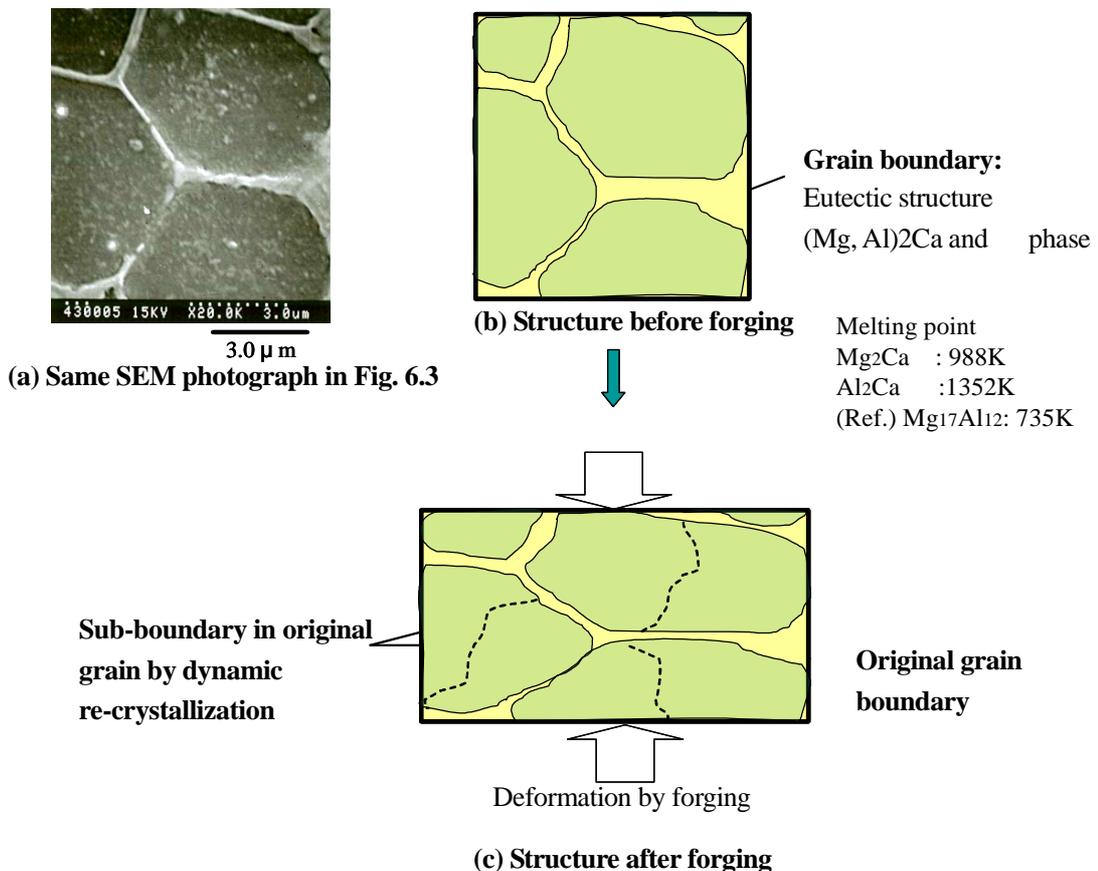
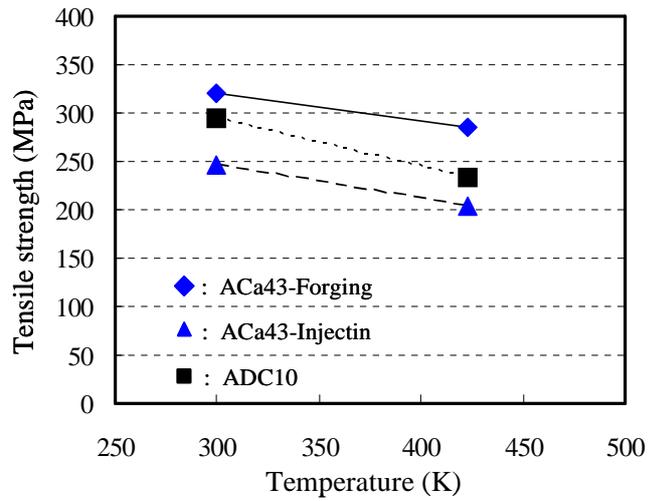
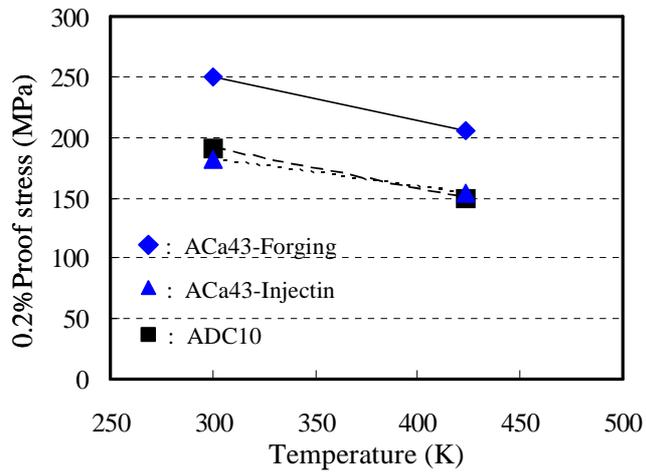


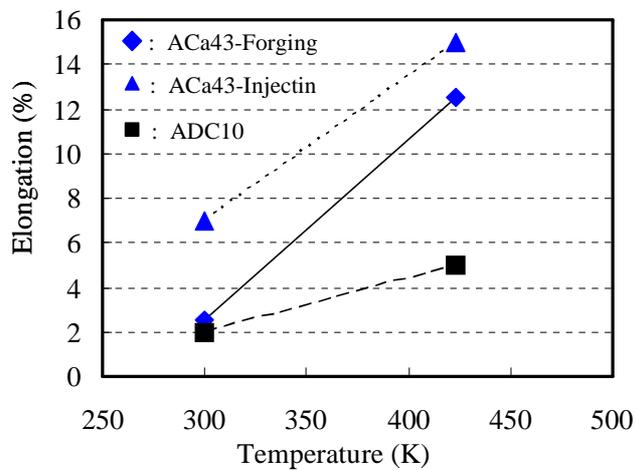
Fig. 6.11 Schematic of re-crystallization of A Ca43 during forging



(a) Tensile strength



(b) 0.2% Proof stress



(c) Elongation

Fig. 6.12 Mechanical property of forged ACa43 by $P=50\%$ in forging rate

6.4 第6章の結言

4mass%のAl, 3mass%のCaを主な添加元素とするマグネシウム合金ACa43の鍛造性と高温引張強度特性を調べ、以下の結論を得た。

- (1) 半溶融射出成形したACa43の強度特性は結晶粒径の影響を受ける。初晶相の結晶粒径を $5\mu\text{m}$ 以下のACa43の室温から423Kまでの引張強度特性は、アルミダイカスト合金であるJIS規格ADC10並みの特性が得られた。
- (2) 半溶融射出成形したACa43は良好な鍛造性を示し、特にT4処理を施した試験片は623K以上の温度での限界据込み率 P_{limit} は90%を超えた。
- (3) 半溶融射出成形したACa43の試験片内部には凝固割れなどの欠陥が約6%存在するが、鍛造により減少する。鍛造加工率 $P=10\%$ を付与するだけで、欠陥率は半減し、 $P=50\%$ において、欠陥は0.5%以下になることが分った。
- (4) ACa43に鍛造加工率 $P=50\%$ を付与した試験片は、内部欠陥が減少することに加え、結晶粒径が微細化することより、アルミニウムダイカスト合金のJIS-ADC10の特性を超える高温強度特性を示した。これは、鍛造中の動的再結晶により結晶粒が微細化したことによると推察される。
- (5) 以上のことから、半溶融射出成形したACa43は、鍛造することにより優れた高温強度特性を示すマグネシウム合金であることが分った。この結果、本合金の半溶融射出成形法と鍛造を組み合わせた鋳造鍛造法への適用可能性は高く、これにより低価格な耐熱強度部材を得ることができると期待される。

第7章

今後のマグネシウム合金鍛造部材の設計指針

第7章 今後のマグネシウム合金鍛造部材の設計指針

7.1 緒言

本論文第2章から第6章までで、Al-Zn系マグネシウム合金とAl-Ca系マグネシウム合金の結晶粒径を鍛造により微細化することにより、自動車部品に適用可能な材料強度を得られることが分った。さらに、鑄造鍛造法が従来のマグネシウム合金鍛造の問題点である鍛造性の低さを解決する成形法になり得ることを示した。そこで、本章では、本論文での研究成果に基づいて、マグネシウム合金鍛造部材を自動車などの実際の部品に適用する際の設計指針を示す。

7.2 マグネシウム合金鍛造部材の設計指針

(1) マグネシウムへの代替可能性の判断

まず、代替をする適用部品の必要強度特性、剛性を明確にする。本研究で得られるマグネシウム合金の引張強さは、最大で約380MPaであり、比強度は約210MPaである。現状の適用材料の比強度が210MPa以下であれば、同じ形状でマグネシウム合金に代替することで、比重比の軽量化が見込める。例えば、アルミニウム合金であれば、マグネシウム合金に代替することで約30%軽量化が可能になる。もし、比強度が210MPaを越える場合は、適用部品の肉厚を増大させて部品の要求強度を満たす必要があるため、軽量化効果は減少していく。適用部品の形状が剛性によって決定している場合、マグネシウム合金は鉄鋼やアルミニウム合金に比べヤング率が小さいため、部品剛性を確保するためには、断面係数を増大させなければならない。この変更によっても、重量が増大し軽量化効果は減少していく。最終形状による軽量化効果と材料代替による素材の価格増加分との関係で、代替する価値の有無を判断する必要がある。

(2) 合金成分の検討

環境温度が373K以下で使用される部材を代替する場合の合金は本論文で対象にしたAl-Zn系マグネシウム合金を採用する。エンジン部品のように373K以上の温度環境に晒される場合は、Al-Ca系マグネシウム合金を採用する。前者のAl-Zn系マグネシウム合金の場合、Al成分量によって材料強度特性が変化するため、6mass%から8mass%の範囲で適正化するのが好ましい。部品特性上、延性の必要な部材については、伸びや衝撃値の増大するように、Al成分量を小さくする。逆に、強度上、0.2%耐力が大きいほうが良い場合は、Al成分量を大きくする。

(3) 材料強度と結晶粒径の関係調査

適用部品の要件として必要な強度特性を得るための結晶粒径を調べる。(2)で選定した成分のマグネシウム合金を用い、2.2.4で述べた実験方法により鍛造による加工率を変化させた試料について結晶粒径と強度特性の関係を明らかにする。そして、必要強度を得るための結晶粒径と鍛造加工率を把握する。

(4) 鍛造性の調査

2.2.3 で述べた実験方法により、素材の限界据込み率を調べる。(3) で調べた部品特性に必要な結晶粒径を得るための鍛造加工率よりも、限界据込み率が小さい場合は、実部品の鍛造が困難になるが、半溶融射出成形で素材を成形する場合は、結晶粒径が微細であるために、そのようなことは起こらない。従って、半溶融射出成形法によるプリフォームの製造を推奨する。

(5) 熱処理条件の決定

熱処理条件により材料強度特性は変化する。従って、要求特性に応じた熱処理条件を選定しなければならない。特に T6 処理の保持時間により材料特性は変る。一般に T6 処理は 673K にて実施する。処理時間を変化させて、T5 処理後の材料特性を調べ、要求特性に合う熱処理時間を決定する。なお、T5 処理条件は 448K にて 36ks 保持後、空冷に固定してよい。鍛造素材を半溶融射出成形法で製造する場合は、鑄造欠陥によるプリスター発生を避けるために、5.4.2 で述べた鍛造前に溶体化処理を実施する熱処理条件を推奨する。

(6) 鍛造素材の成形法の選択

適用部品から要求される強度特性と鍛造性の両面から、部品が複雑形状でない場合は、内部欠陥を有しない連続鑄造材を選定するのが良い。丸棒形状から成形できない場合は、半溶融射出成形により成形したプリフォーム素材の鍛造を推奨する。

(7) プリフォーム形状の決定

鍛造後に(3)で把握した結晶粒径を得るための鍛造加工率が付与されるようにプリフォームを設計する。大きなせん断ひずみを付与することで、結晶粒微細化を行う必要があるため、部材内で材料滞留することがないことを考慮して、有限要素解析によりプリフォームの設計をする。

(8) 半溶融射出成形によるプリフォーム成形の留意点

(7) で設計したプリフォーム形状について、部位による肉厚変動が大きい場合は、半溶融射出成形時の金型内での冷却速度の差により、厚肉部に凝固収縮巣が発生し易くなる。鍛造加工率を確保しながら、できるだけ肉厚変動を小さくするようにプリフォーム形状の変更をする。また、第5章で述べたようにプリフォームの内部欠陥率は2%以下になるように、射出成形金型内のゲート位置や金型温度、射出圧力など鑄造条件を選定する。

(9) 鍛造条件

熱間加工中の動的再結晶は 623K 以上で安定的に起こりやすい。また、鍛造加工速度は小さい方が結晶粒は均一に微細化しやすいので、油圧プレスにて 623K 以上で鍛造することを推奨する。

(10) 実部品での組織調査

鍛造後の部材の材料組織を調べ、所望の結晶粒径になっているかを確認する。部位によって、鍛造加工率の違いによるばらつきが生じるため、もし、結晶粒径が大きい場合は、プリフォーム形状の再検討を行う。

(11) 実部品適用における設計上の留意点

代替をする現行部材が鍛造品の場合は、特に問題にしなくてよいが、鋳造品の場合は製造法に起因する設計変更が必要である。すなわち、鍛造型からの取り出しのために、抜き勾配がとられているが、一般に、この勾配は鋳造品よりも大きい。最終成形品の形状に反映させなければならない。これらは、本研究で開発した製造プロセス特有ではなく、従来のマグネシウム鍛造に共通することである。それらについては、Robert S. Busk の著書「マグネシウム製品設計」⁽¹⁸⁴⁾を参照することを薦める。

7.3 第7章の結言

本論文の研究成果に基づいて、自動車部品に適用可能な高い材料強度特性と少ない工程数で鍛造部材を得るための設計指針をまとめた。すなわち、1) マグネシウム合金成分の検討、2) 結晶粒径と鍛造性および材料強度特性の検討、3) 要求特性を達成するプリフォーム形状の検討、4) 熱処理条件の検討、5) 成形品の材料強度特性の確認の順に検討を実施すれば、最も大きい軽量効果と従来法より低価格な部品を実現するための部品構造と成形条件が確定できると考えられる。

第 8 章

結論

第8章 結論

地球環境保全の観点から、二酸化炭素排出量の多い自動車の燃費改善は急務であり、それに寄与する車両の軽量化は重要な課題である。実用合金の中で、最も比重の小さいマグネシウム合金による材料置換は軽量化の有力手段であり、欧米の自動車を中心に従来から多くの適用例がある。しかしながら、これまでの適用例をみると、ダイカスト法に代表される鋳造品が主流であり、適用はエンジン・バルブカバー、トランスミッション・ケースなど低強度部品が多い。また、原料価格もアルミニウム合金に比べると高価であるため、単なる重量軽減だけでなく、回転部品や往復運動部品など慣性重量低減に寄与できる付加価値部品への適用を図ることが重要である。さらに、エンジン部品への適用を可能とするための高温強度特性の向上を含めたマグネシウム部材の高強度化が必須である。高強度化のためには、成形法面からは、鍛造が有力な手段と位置づけられるが、マグネシウム合金は、その結晶構造から塑性加工性が劣るため、自動車部品には鍛造を適用した例は極めて少ない。

本論文は Al-Zn 系マグネシウム合金の材料強度特性の結晶粒径の依存度が大きいことに注目し、材料特性に及ぼす結晶粒径の影響を調べた。さらに、その基礎的研究結果から大量生産に適するマグネシウム高強度部材の成形法を提案するとともに、実部品での適用性に重点を置き検討したものであり、各章において得られた結論と、材料強度および成形法のさらなる改善のための今後の研究課題を以下にまとめる。

第1章「緒論」では、自動車の燃費規制に起因する車両軽量化の動向を概観し、軽量材料による材料置換の位置づけを明確に示した。そのなかで、将来的に技術開発の必要なマグネシウム部材の高強度化の重要性を述べ、現状の問題点を述べるとともに解決すべき課題を挙げ、本研究の意義目的を述べている。すなわち、本論文の目的は、マグネシウム合金の結晶粒径などの材料因子と強度特性の関係を解明し、自動車用部品に適用するために要求される強度特性を安価なマグネシウム素材と特殊な成形法ではなく、汎用性の高い鋳造法や鍛造法の応用により実現することである。さらに、そのことが、価格と生産性が重視される自動車部品へのマグネシウム合金適用に最も重要であることを述べている。

第2章「Al-Zn 系マグネシウム合金連続鋳造材の結晶粒径および材料組成が鍛造性と強度特性に及ぼす影響」では、マグネシウム鍛造部材を鍛造に用いられる連続鋳造製ビレットの鍛造性と強度特性に及ぼす結晶粒径と合金組成の影響を調べ、鍛造性と強度特性の向上を図っている。鍛造性に優れる新しい合金組成の連続鋳造ビレットを提案するとともに、実部品へ適用し、本方法の有効性を実証した上で、以下の結論を得ている。

- (1) ASTM 規格 AZ80 相当のマグネシウム連続鋳造材の結晶粒を微細化に対して、 CaCN_2 添加は有効であることが分かった。その添加量は 0.5mass% が最適であり、マグネシウム連続鋳造材の結晶粒径を無添加の場合の約 320 μm から 0.5mass% 添加より約 160 μm までに微細化することが可能であることを示した。
- (2) マグネシウム連続鋳造材の結晶粒径を約 160 μm に微細化することにより、623K における限界据込み率 P_{limit} は 60% に向上することが示された。

- (3) 連続鋳造材の合金成分のうち、Al含有量を6.0～8.2 mass%に変化させ、その材料強度特性を調べた結果、Al含有量が約7.0 mass%の合金が、鍛造と熱処理後の引張強さ、伸びおよびシャルピー衝撃値において、最も大きい値を示すことが分かった。
- (4) 上記の実験結果を踏まえて、Al含有量7.2 mass%、Zn含有量0.6 mass%を主成分とするAl-Zn系マグネシウム合金を用いて結晶粒径が約160 μmの連続鋳造材を製作し、自動車用ホイールの鍛造を実施した。鍛造ならびにT6熱処理後のホイール実体の材料特性を調べた結果、結晶粒径は約50 μmになっており、材料強度は0.2%耐力を除き、引張強さ、伸びおよびシャルピー衝撃値はJIS規格AC4Cアルミニウム合金の溶湯鍛造材を超える特性を示した。
- (5) 鍛造性に及ぼす加工速度の影響を調べた結果、加工速度が大きくなると、鍛造後の結晶粒径が均一な微細組織になりやすく、結晶粒径の大きいものと小さいものが混在した組織になる。この現象のメカニズムについては、今後、解明していく必要がある。
- (6) 本研究では、CaCN₂を錬増鋳造材の結晶粒微細化剤として用いたが、この微細化剤のCaは溶解時に合金中に溶解し、その後、Al₂Caとして素材に晶出すると考えられる。Al₂Caは高温時の結晶粗大化を防止する働きがあるため、本連続鋳造材においても、その効果の有無を確認する必要がある。

第3章「Al-Zn系マグネシウム合金の強度特性に及ぼす結晶粒径の影響と鋳造鍛造法の自動車部品への適用性」では、塑性加工性に劣るマグネシウム合金の欠点を解決する方法として、鍛造の工程回数を削減するための鋳造鍛造法のマグネシウムへの適用性を検討している。鋳造鍛造法は鋳造により、最終製品形状に近い素材（プリフォーム）を成形し、それを一工程で最終製品形状に鍛造する方法である。金型鋳造により成形したプリフォームの鍛造性、鍛造後の強度特性に及ぼす結晶粒径の影響を調査し、マグネシウム合金へ適用するための鋳造鍛造法の要件を提案した。さらに、実部品へ適用し、その有効性を検証した上で以下の結論が得られた。

- (1) Al-Zn系マグネシウム合金の鍛造およびT6熱処理後の結晶粒径と強度特性は高い相関があり、引張強さ、0.2%耐力および伸びとも、結晶粒径が小さくなるほど向上し、結晶粒径の平方根の逆数と比例関係で表されるホール・ペッチの関係式に適用することが分かった。結晶粒径が小さくなるに伴い、伸びが増大するメカニズムについては今後、結晶学面からより詳細に解明していく必要がある。
- (2) 自動車の強度部品に適用されているアルミニウム合金の強度特性を得ようとする場合、結晶粒径は100 μm以下にすることが望ましいことが示され、これを得るには、鋳造素材の初期の結晶粒径を200～300 μm以下として、鍛造加工率を30%以上付与する必要があることが分かった。
- (3) 自動車用サスペンション部品への本鋳造鍛造法の適用性を検討した。(1)、(2)の条件を考慮して、金型重力鋳造により、プリフォームを成形し、それを鍛造した結果、所望の形状に鍛造することができ、さらに部品断面の結晶粒径が100 μm以下のものを得ることができた。すなわち、アルミニウム合金と同等の材料強度特性を有する実部品が得られ、鋳造鍛造法の妥当性が示された。
- (4) プリフォーム形状の鍛造性を検討するために、有限要素法により実部品の断面の加工性を予測した結果、実際の加工状況と整合が認められた。また、解析により得られた断面内部の相当ひずみ分布と、実部品の結晶粒径分布にも相関が見られ、有限要素法により、プリフォーム形状ならびに鍛造後の材料強度の予測ができることを示した。

(5) 以上の結果より、塑性加工性に劣るマグネシウム合金の鍛造工程数削減と歩留まり改善のための成形法として、鑄造鍛造法の適用は可能であることが示され、適正形状のプリフォームを設計することで、形状付与と高強度化の両立が可能であることを示した。

第4章「半溶融射出成形法を適用した Al-Zn 系マグネシウム合金の鑄造鍛造法の実用性検討」では、結晶粒径のさらなる微細化を図るために、鑄造鍛造法におけるプリフォーム成形に半溶融射出成形を適用することを考案した。半溶融射出成形した素材の鍛造性と鍛造後の機械的特性を調べ、その結果から新しい鑄造鍛造法方法を提案している。**第2章**の金型鑄造による鑄造鍛造法との比較検討により、本方法の優位性を示すとともに、半溶融射出成形によりプリフォームを成形する際の課題も把握され、以下の結論が得られた。

- (1) 半溶融射出成形法により成形した Al-Zn 系マグネシウム材の限界据込み率は、半溶融状態時の固相率が大きくなるにつれて、限界据込み率は減少することが分った。しかし、**第2章**で検討した連続鑄造材（結晶粒径：約 160 μm ）のそれよりも大きく、鍛造性の良好なプリフォーム材が得られることを示した。
- (2) 限界据込み率は、合金中の Al 含有量の多いほうが小さい。これは、材料組織中の脆い金属間化合物である $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ の晶出量が多いためである。
- (3) 半溶融射出成形材の鍛造加工率と材料強度特性の関係を調べた結果、鍛造加工率が大きくなるほど、鍛造後の試験片の引張強さ、0.2%耐力は向上するが、伸びについては、固相率の小さい試験片は鍛造加工率が増えるにつれて低下する傾向にある。しかし、固相率が大きい試験片は逆に、伸びは増加する傾向にあることが示された。
- (4) 鍛造後の試験片を T6 処理した場合の引張強さ、0.2%耐力はともに低下するが、伸びは改善される。特に、固相率の小さい方が、その向上率は大きいことが分った。
- (5) (1)~(4)の結果を基に、半溶融射出成形法を鑄造鍛造法のプリフォーム成形に適用し、自動車用サスペンション部品を製作した結果、鍛造割れや欠肉を生じることなく、所望の形状に鍛造加工することができた。さらに、T6 処理を施すことにより、部材断面の結晶粒径が 20 数 μm 以下の均質な組織が得られることを示した。これは半溶融射出成形法を用いることの最大の利点であることが分った。
- (6) 半溶融射出成形法によりプリフォームを成形し、それに鍛造を施すことで、塑性加工性に劣るマグネシウム合金の鍛造部品の成形が可能になることを示した。これは連続鑄造棒や押し棒の鍛造よりも、材料歩留まりを向上させることができ、価格的にも安価に鍛造部材を得る可能性の高い成形法と期待できる。
- (7) しかしながら、半溶融射出成形は高圧鑄造法の範疇にある成形法であるために、素材内部の欠陥を皆無にすることは難しい。材料強度に影響を及ぼさないように内部欠陥を削減する成形条件の検討が必要である。また、材料強度改善のための半溶融射出成形材に適した熱処理条件の検討も重要な研究課題である。

第5章「半溶融射出成形を適用したマグネシウム合金鑄造鍛造材の強度特性に及ぼす内部欠陥率と熱処理条件の影響」では、**第4章**の方法にて成形した鍛造部材の強度特性のさらなる改善を図ることを目的に熱処理方法の検討を行っている。半溶融射出成形した素材内に存在する欠陥率と強度特性の関係を調べ、その適正量を示すとともに、内部欠陥により発生する熱処理時の表面欠陥（ブリストア）を排除するための新しい熱処理条件の有効性を示し、以下の結論が得られた。

- (1) 半溶融射出成形をした試験片内部の欠陥率が約 2%を超えると、鍛造、T6 処理後の引張強さおよび伸びは大きく低下する。従って、本鍛造鍛造法を実部品に適用する際には、プリフォームの内部欠陥率を 2%以下にすることが重要であることが分った。
- (2) プリフォーム内のガス欠陥は鍛造により潰されるが、完全に圧着することは無い。溶体化処理中にガス欠陥は膨張し、強度特性低下の要因になるとともに、表面近傍のガス欠陥はプリスターを発生させることが分った。一方、内部欠陥のうちの凝固収縮巣は鍛造中に圧潰され、消滅すると推察される。
- (3) 鍛造前に溶体化処理 (T4 処理) を施し、鍛造後に人工時効処理 (T5 処理) を施すことで、ガス欠陥によるプリスターの発生を防止することができることを示した。さらに、従来の鍛造後に T6 処理した部材以上の強度特性が得られる熱処理条件を把握した。しかしながら、半溶融射出成形材の熱処理条件と材料組織ならびに材料強度特性の関係については、動的再結晶の観点から今後、詳細なメカニズム解明が必要であることも分った。
- (4) 以上のことから、半溶融射出成形、鍛造ならびに新しい熱処理条件を組み合わせた本鍛造鍛造法を適用することにより自動車部品に要求されるような高強度なマグネシウム部材の成形が可能であることを示した。

第 6 章「半溶融射出成形した Al-Ca 系マグネシウム合金の鍛造性と鍛造部材の機械的性質」では、マグネシウム合金部材の 423K までの高温強度特性を向上させるために、Al-Ca 系マグネシウム合金の適用を検討している。半溶融射出成形した 4 mass%Al-3 mass%Ca 系マグネシウム合金 (ACa43) の鍛造性に及ぼす固相率の影響、鍛造後の高温強度特性などを調べ、本合金と鍛造鍛造法との組み合わせによる高温強度特性の要求される自動車部品への適用可能性を示し、以下の結論が得られた。

- (1) 半溶融射出成形した ACa43 の強度特性は結晶粒径の影響を受けることが分った。すなわち、初晶相の結晶粒径を 5 μm 以下にすることにより、室温から 423K までの引張強度特性は、アルミニウムダイカスト合金である JIS 規格 ADC10 並みの特性が得られることが分った。
- (2) 半溶融射出成形した ACa43 は良好な鍛造性を示し、特に T4 処理を施した試験片は 623K 以上の温度において限界据込み率 P_{limit} は 90%を超えることが分った。これは、主に結晶粒径が微細であることに起因すると考えられるが、詳細なメカニズムの検討が必要である。
- (3) 半溶融射出成形した ACa43 の試験片内部には凝固割れなどの欠陥が約 6%存在するが、鍛造することにより急激に減少し、鍛造加工率 $P=50\%$ では、欠陥は 0.5%以下になることが分った。
- (4) ACa43 に鍛造加工率 $P=50\%$ を付与した試験片は、内部欠陥が減少することに加え、結晶粒径が微細化することより、アルミニウムダイカスト合金の JIS-ADC10 を越える高温強度特性を示した。半溶融射出成形時に結晶粒界に晶出する $(\text{Al, Mg})_2\text{Ca}$ と 相の共晶組織は鍛造後も結晶粒界に存在しており、これが鍛造後の材料の高温強度特性改善に寄与していると推察されるが、そのメカニズム解明については、さらなる研究が必要である。
- (6) 以上のことから、半溶融射出成形した ACa43 は、鍛造することにより優れた高温強度特性を示すマグネシウム合金であることが分った。従って、本合金の半溶融射出成形法と鍛造を組み合わせた鍛造鍛造法への適用可能性は高く、これにより低価格な耐熱強度部材を得ることが期待されることを示した。

第7章「今後のマグネシウム合金鍛造部材の設計指針」では、第2章から第6章までの研究結果から、マグネシウム合金の鍛造部材を自動車部品に適用するための設計指針を述べている。

第8章「結論」では、各章における得られた結論をまとめて述べている。さらに、各章における今後、解明すべき研究課題についてもまとめている。

本論文では、自動車への適用拡大をねらい、最終的に図 8.1 に示す工場内リサイクルも考慮にいれた製造プロセスの実現を目指している。このプロセスの確立に向け、最後に、今後のマグネシウム技術研究における重要な課題を以下にまとめる。

- (1) 自動車部品の特性として、衝突時に大きいエネルギー吸収量を要求するものが多い。材料組織と材料強度特性の関係の解明、とりわけ高ひずみ速度下での強度特性および破壊靱性値の材料データを構築すること。
- (2) Al-Ca系マグネシウム合金の材料組織とクリープ特性の関係をより詳細に解明すること。さらに、より低価格な耐熱合金を開発すること。
- (3) 耐摩耗性を確保するための表面処理、硬度を上げるための硬質粒子などを複合化させた材料の可能性を検討すること。
- (4) 被水環境下における防錆性能を確保するための、安価な表面処理方法を確立すること。
- (5) 切削屑のリサイクルプロセスを確立すること。

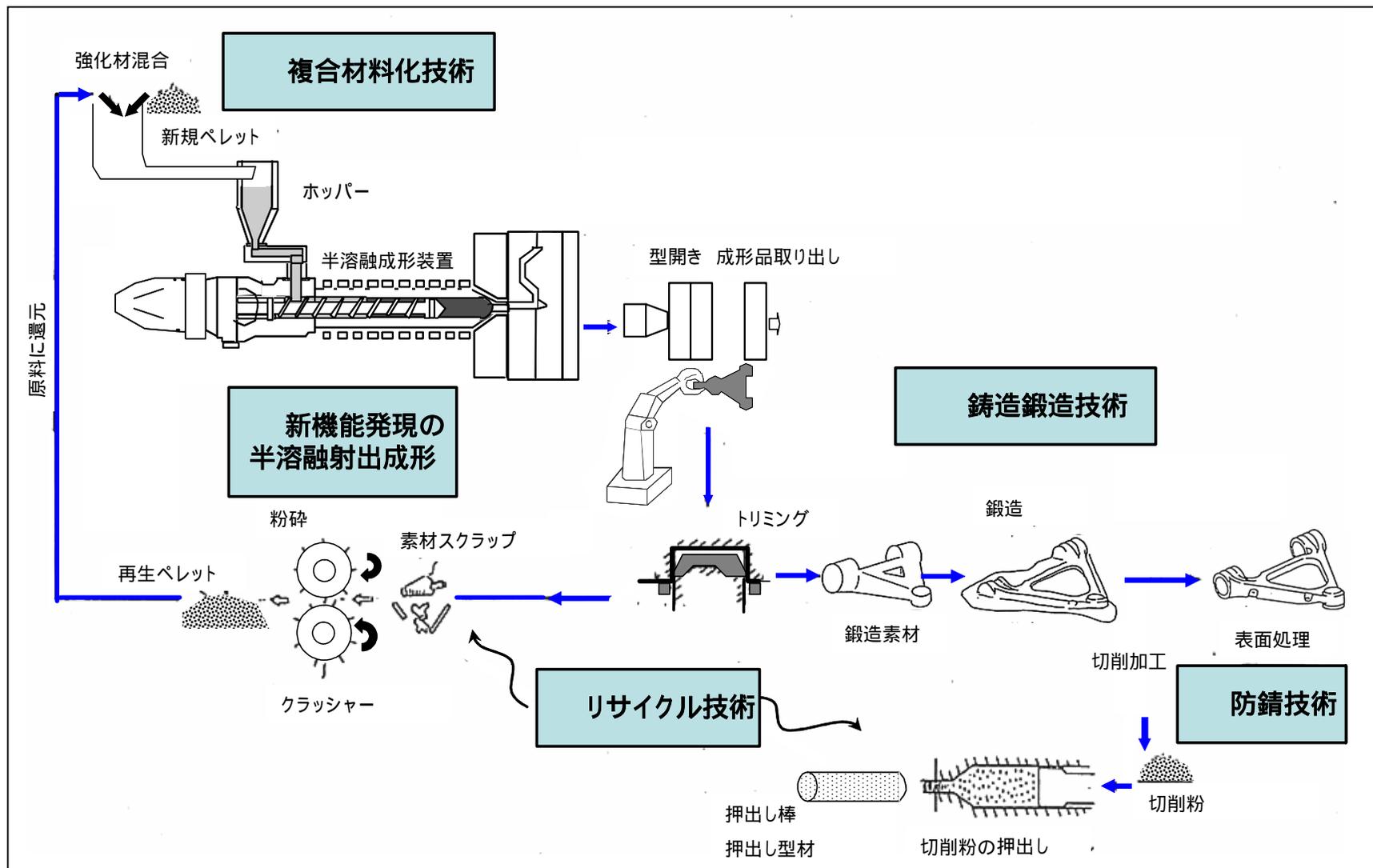


Fig. 8.1 Schematic of new manufacturing process for expanding the magnesium application to automobile

参考文献

参考文献

- (1) 国立環境研究所, “公開シンポジウム(2007年) 脱温暖化社会に向けた交通とまちづくり”,
http://www.nies.go.jp/sympo/2007/lecture/pdf/slide_4.pdf. (参照日 2011.07.25)
- (2) 国土交通省, “車両重量別燃費及びCO₂排出状況について”,
<http://www.mlit.go.jp/jidosha/nenpi/nenpulist/05.pdf>. (参照日 2011.08.21)
- (3) 尾谷敬造, “「自動車の軽量化」自動車の軽量化と材料技術”, 素形材, Vol.45, No.11 (2004), pp.1-7.
- (4) 臼木秀樹, “自動車材料の現状と動向, 電気製鋼”, Vol.75, No.1 (2004), pp.43-48.
- (5) 広瀬明夫, 小林紘二郎, “自動車軽量化技術の動向と軽金属への期待”, 軽金属, Vol.56(2006), No.3, pp.184-188.
- (6) 川本親, 中西伸行, 高末鉄幹, “燃費向上への挑戦 ボデーの軽量化”, 自動車技術, Vol.62, No.3 (2008), pp.74-79.
- (7) 佐藤千明, “自動車の軽量化を支える材料と塑性加工技術 車体軽量化からみた接合技術-現状と未来-”, 塑性と加工, Vol.46, No.533 (2005), pp.436-440.
- (8) 松井仁志, “5年後の溶接技術はどうか?-自動車編-, 溶接技術”, Vol.56, No.1 (2008), pp.89-92.
- (9) 栗山幸久, 高橋学, 大橋浩, “自動車の軽量化を支える基礎技術 高強度鋼材を用いた車の軽量化の現状と今後の動向”, 自動車技術, Vol.55, No.4 (2001), pp.51-57.
- (10) 新日鉄-NKK-神戸製鋼 ULSAB-AVC プロジェクト, “超軽量自動車用鋼の開発”, Vol.72, No.5(2002), pp.440-442.
- (11) 末廣正芳, “自動車用高強度鋼板及びその適用を支える各種技術開発”, 自動車技術, Vol.65, No.6 (2011), pp.23-28.
- (12) 塩田正彦, “自動車軽量化技術の動向と軽金属への期待 自動車用鋳物およびダイカスト用アルミニウム合金の開発動向”, 軽金属, Vol.55, No.10 (2005), pp.524-528.
- (13) 大宮良信, 佐野豊和, 箕浦忠行, “自動車車体用材料 自動車車体用材料の現状と動向”, R&D 神戸製鋼技報, Vol.57, No.2 (2007), pp.2-7.
- (14) 高行男, “自動車素材の変遷”, JAMAGAZINE, 自動車工業会, Vol.40, No.3, pp.2-7 (2006)

- (15) 牛尾英明，“自動車へのアルミニウム合金適用の現状と今後の展開”，軽金属，Vol.56，No.11 (2006)，pp.580-583.
- (16) 林央，“自動車車体軽量化と軽量化材料の動向”，素形材，Vol.44，No.5 (2003)，pp.9-15.
- (17) 福水良太，“軽量化材料としての高強度鋼板とアルミニウム合金板の適用”，塑性と加工，Vol.46，No.534 (2005)，pp.590-594.
- (18) 岡野忍，“マグネシウム部品製造用素材の現状と新技術”，素形材，Vol.51，No.7 (2010)，pp.22-27.
- (19) LOGAN Stephen, KIZYMA AI, PATTERSON Craig, RAMA Suresh, "Lightweight Magnesium Intensive Body Structure”，2006SAE International Congress and Exposition, Specific Publication SAE No.SP-203 (2006), pp.95-112.
- (20) 小原久，“マグネシウム材料の最近技術動向と応用展開 マグネシウムの市場動向と応用展開”，工業材料，Vol.56，No.7 (2008)，pp.26-32.
- (21) 鎌土重晴，“最新のマグネシウム研究状況”，アルトピア，Vol.40，No.2 (2010)，pp.9-14.
- (22) 小池俊勝，稲波純一，鈴木敦，塚本健二，鈴木貴晴，素形材，Vol.51，No.12 (2010)，pp.34-37.
- (23) 小原久，“マグネシウム材料の最近技術動向と応用展開 マグネシウムの市場動向と応用展開”，工業材料，Vol.56，No.7 (2008)，pp.26-32.
- (24) 小原久，“ここまで来たマグネシウムの用途開発-現状と将来展望-”，アルトピア，Vol.40，No.10 (2010)，pp.131-141.
- (25) Hines J. A., Mccune R.C., Allison J.E., Powell B.R., Oumit L.J., Miller W.L., Beals R., Kopka L., Ried P.P., "The USAMP Magnesium Powertrain Cast Components Project", 2006 SAE World Congress and Exposition, SAE Technical Paper, SAE-2006-01-0522.
- (26) 地西徹，“マグネシウム合金の開発・製造・応用の最新動向 [応用の新しい動向] マグネシウム合金の航空機への応用”，金属，Vol.80，No.8 (2010)，pp.664-667.
- (27) 平成 17 年度特許出願技術動向調査報告書，マグネシウム合金構造材料の製造技術，特許庁 (2006.3)

- (28) 経済産業省, “日本のマグネシウム産業の現状と課題”,
http://www.meti.go.jp/policy/nonferrous_metal/strategy_magnesium.htm, (参照日 2011.08.10)
- (29) 監修 小島陽, 井藤忠男, “マグネシウム合金の製造と応用(2001)”, pp.12, シーエムシー出版.
- (30) 監修 小島陽, 井藤忠男, “マグネシウム合金の製造と応用(2001)”, pp.50-51, シーエムシー出版.
- (31) 日本マグネシウム協会 マグネシウム技術便覧編集委員会, マグネシウム技術便覧(2000), pp.105-112, カロス出版.
- (32) 吉永日出男, “純金属の高温変形機構をめぐって”, 軽金属, Vol.39, No.9(1989), pp651-659.
- (33) 小池淳一, 宮村剛夫; “多結晶マグネシウム合金における塑性変形の微視的機構” 軽金属, Vol.54, No.11 (2004), pp.460-464.
- (34) 村上陽太郎, 圃城敏男, 久保宏; “マグネシウム合金の高温変形にともなう組織の変化について”, 軽金属, Vol.11, No.5 (1961) pp342 - 354.
- (35) 日本マグネシウム協会, “マグネシウム合金の規格”,
<http://www.magnesium.or.jp/> (参照日 2011.08.11)
- (36) 藤田誠, 平原庄司, 山本幸男, 坂手宣夫, “押し出し法によるマグネシウム切削屑のリサイクルプロセス”, 軽金属学会大会講演概要, Vol.85th, pp.77-78 (1993)
- (37) 中西勝, 馬淵守, 斎藤尚文, 中村守, “マグネシウム切削粉のリサイクル”, 名古屋工業技術研究所報告, Vol.48, No.1, pp.49-51 (1999)
- (38) 日本マグネシウム協会, “マグネシウム合金切削粉くずのリサイクル技術の確立報告書”, 素形材センター, 平成13年度素形材センター研究調査報告書, No.564 (2002).
- (39) 千野靖正; “熱間押出を利用したマグネシウム合金切削屑の新再生法” 軽金属, Vol.57, No.6 (2007), pp.250-255.
- (40) 會田哲夫, 高辻則夫, 松木賢司, 川辺祐良, 鎌土重晴, “AZ91D マグネシウム合金切削チップの熱間押出による結晶粒微細化と高速超塑性”, 軽金属, Vol.57, No.9 (2007), pp.391-397.

- (41) 日本マグネシウム協会 マグネシウム技術便覧編集委員会, マグネシウム技術便覧 (2000), pp.165-192, カロス出版 .
- (42) 吉田千里, “ 軽合金鋳物の各種鋳造法 半溶融鋳造法 ”, 鋳造工学 Vol.71 ,No.4 (1999) ,pp.279-287.
- (43) 西直美, “ 軽合金鋳物の各種鋳造法 ”, 鋳造工学, Vol.70 , No.7 (1998) , pp.515-516.
- (44) Nussbaum A I, "Semi-Solid Forming of Aluminum and Magnesium." Light Metal Age, Vol.54, No.5-6 (1996), pp.6-22.
- (45) 黒木孝一, 末永高弘, 谷川仁, 鈴木篤, 山崎雅和, “ 「半溶融・半凝固加工」アルミニウム合金製 シリンダブロックへのレオキャスト技術の適用 ”, 鋳造工学, Vol.77 (2005) , No.8 , pp.531-536.
- (46) 岩澤秀, 大竹正寿, 榊原康博, 杉浦泰夫, “ 超軽量アルミホイールの開発 半溶融法による軽量 鋳物の製造技術 ”, 静岡県静岡工業技術センター研究報告, No.5 (2007) , pp.25-28.
- (47) 初山圭司, “ わかりやすい半溶融・半凝固加工 (11) アルミニウム合金製自動車制動部品への半 凝固鋳造法の適用 ”, 塑性と加工, Vol.49 , No.568 (2008) , pp.384-388 .
- (48) 板村正行, “ 明日のダイカストを築く最新技術 セミソリッドダイカスト法(ナノキャスト) ”, 素 形材, Vol.51 , No.9 (2010) , pp.25-29.
- (49) Wallace G, Jackson A. P. Midson S. P., " Semi-Solid Casting of High-Quality Aluminum Turbocharger Impellers.", Die Casting Engineer, Vol.54, No.6 (2010), pp.30-34.
- (50) 鎌土重晴, 小島陽, “ 軽金属の半凝固・半溶融加工 ”, 軽金属, Vol.50 , No.12 (2000) , pp.682-688.
- (51) 安斎浩一, “ 地域新生コンソーシアム研究開発事業 自動車対応微細結晶化 軽金属セミソリッ ドダイカスト法の開発 ”, アルトピア, Vol.40 , No.6 (2010) , pp.19-23.
- (52) Decker R. F., Carnahan R. D., Newman R. O., Bradley N. L., Frederick P. S., Schafer W. J., Mihelich J. L., Thompson L. G., Jones J. C., "Thixomolding Process", Annual Meeting of International Magnesium Association, Vol.47th, pp.106-116 (1990).
- (53) 坂本和夫, 坂手宣夫, 石田恭聡, 山本幸男, 西村一明, “ マグネシウム半溶融射出成形技術の開 発 ”, 自動車技術会学術講演会前刷集, No.974 (1997) , pp. 237-240.

- (54) Lebeau S. E., Sakamoto K., Yamamoto Y., "Thixomolding of Magnesium Automotive Components.", 1998SAE International Congress and Exposition, SAE technical paper, SAE 980087 (1998).
- (55) 斉藤研, 木原勇二, 武谷健吾, 附田之欣, " チクソモールディング法によるマグネシウム合金の高固相率成形 ", 軽金属学会大会講演概要, Vol.90th, pp.3-4 (1996).
- (56) 大西智, 平田幸四郎, 鎌土重晴, 小島陽, " Mg-Al 系合金の半溶融成形加工時の流動性 ", 軽金属, Vol.46, No.128(1996), pp.644-649.
- (57) 平田幸四郎, 福池渉, Rudi R. S., 鎌土重晴, 小島陽, " Mg-Al 系合金半溶融成形加工材の引張特性に及ぼす Al 量および熱処理の影響 ", 軽金属, Vol.47, No.12 (1997), pp.672-678.
- (58) 辻和也, " わかりやすい半溶融・半凝固加工 (8) チクソモールディング法による半溶融成形品の特性塑性と加工 ", Vol.48, No.561 (2007), pp.911-915.
- (59) 山岡充昌, 小林俊郎, 小林慶三, 西尾敏幸, " 半溶融成形した Mg-Zn 合金の組織と機械的性質 ", 軽金属学会大会講演概要, Vol.93rd, pp.13-14 (1997)
- (60) 福池渉, 高野浩聡, 鎌土重晴, 小島陽, " 半溶融成形加工した AZ91D マグネシウム合金のミクロ組織に及ぼすピレット製造条件の影響 ", 軽金属学会大会講演概要, Vol.93rd, pp.15-16 (1997)
- (61) 上村誠, 高橋孝誠, 森山芳生, 平沢純一, 武田龍象, 三浦秀士, " チクソモールディング法における成形条件の最適化 マグネシウム合金半溶融射出成形技術の実用化における要素技術の開発研究 (第 1 報) ", 熊本県工業技術センター研究報告, No.38 (2000), pp.44-51.
- (62) Tsukeda T, Takeya K, Saito K, Kubo H, "Mechanical and metallurgical properties of injection molded AZ91D magnesium alloy", 軽金属, Vol.49, No.7 (1999), pp.287-290.
- (63) Czerwinski F, "The Microstructural Development of Mg-9 % Al-1 % Zn Alloy during Injection Molding". Metal Material Transaction A, Vol.33A, No.982002, pp.2963-2972.
- (64) Czerwinski F, "Injection molding magnesium alloys.", Advanced Material Process, Vol.160, No.11 (2002), pp.31-33.
- (65) 三輪謙治, " AZ91D マグネシウム合金の半溶融加工と機械的性質 ", アルトピア, Vol.34, No.8 (2004), pp.33-37.

- (66) Wang J.G, Lu P., Wang H.Y., Liu J.F., Jiang Q.C. "Semisolid microstructure evolution of the predeformed AZ91D alloy during heat treatment.", *Journal of Alloy and Compound*, Vol.395, No.1/2 (2005), pp.108-112.
- (67) Czerwinski F, "Expanding Applications of Magnesium Semi-solid Molding.", *Die Casting Engineer*, Vol.49, No.6 (2005), pp.34-36,38.
- (68) 三輪謙治, Rachmat R, 田村卓也, 阪口康司, "AZ91D 合金における半溶融射出成形時の固相率と鑄造欠陥の関係", *鑄造工学*, Vol.78, No.4 (2006), pp.187-193.
- (69) Fan Z., Liu G, Wang Y., "Microstructure and mechanical properties of rheo-diecast AZ91D magnesium alloy.", *Journal of Material Science*, Vol.41, No.12 (2006), pp.3631-3644.
- (70) Dux. H., Wu B. L., Zhang E. L., "Microstructure and mechanical properties of AZ91D alloy prepared by a semi-solid diecasting process.", *International Journal of Material Research*, Vol.98, No.3 (2007), pp.235-238.
- (71) Czerwinski F, "Injection Molding of Thin-Wall Components from Magnesium Alloys.", *Die Casting Engineer*, Vol.51, No.5 (2007), pp.18-22.
- (72) 清水亨, 石原正仁, "アマグネシウム展伸材について" *アルトピア*, Vol.30, No.4(2000), pp.30-35.
- (73) 小林勝, "マグネシウム合金のプレス加工, 鍛造加工の現状", *鍛造技報*, Vol.25, No.81 (2000), pp.1-10.
- (74) 千野靖正, 馬淵守, "マグネシウム合金の塑性加工プロセス", *軽金属*, Vol.51, No.10 (2001), pp.498-502.
- (75) 高津正秀, "国内外におけるマグネシウム合金塑性加工の研究開発動向", *軽金属*, Vol.54, No.11 (2004), pp.493-498.
- (76) 鎌土重晴, "マグネシウム合金の材料特性と加工技術", *塑性と加工*, Vol.48, No.556 (2007), pp.358-366.
- (77) 大貫秀樹, "マグネシウム板のプレス成型法について", *アルトピア*, Vol.30, No.18 (2000), pp.33-36.

- (78) 坂本満, 渡津章, 斎藤尚文, 重松一典, 袴田昌高, 岩崎源, “ マグネシウム合金の開発・製造・応用の最新動向[製造技術の新しい展開]マグネシウム合金の鍛造技術 ”, 金属, Vol.80, No.8 (2010), pp.689-694.
- (79) 斎藤尚文, 袴田昌高, 岩崎源, 坂本満, “ マグネシウム合金連続鍛造材の鍛造特性 ”, 金属, Vol.80, No.11 (2010), pp.923-928.
- (80) 鎌土重晴, “ マグネシウム合金の材料特性と加工技術 ”, 塑性と加工, Vol.48, No.556 (2007), pp.358-366.
- (81) 軽金属協会マグネシウム委員会, “ ZK60A 合金の鍛造基礎実験 ”, 軽金属, Vol.32, No.9 (1982), pp.488 - 501.
- (82) 千野靖正, 下島康嗣, 山田康雄, WEN C, 馬淵守, “ 自由鍛造された AZ31,ZK60 マグネシウム合金のミクロ組織と機械的特性材料 ”, 軽金属, Vol.50, No.11 (2001), pp.1228-1232.
- (83) 金森陽一, 樋尾勝也, 柴田周治, “ マグネシウム合金の機械的性質に及ぼす加圧の効果 ”, 三重県科学技術振興センター工業研究部研究報告, No.28 (2004), pp.17-22.
- (84) 日本マグネシウム協会マグネシウム委員会, “ AZ80 マグネシウム合金鍛造用押し出し素材の押し出し比および押し出し形状による機械的性質の変化 ”, 軽金属, Vol.38, No.12 (1988), pp.807 - 810.
- (85) 日本マグネシウム協会マグネシウム委員会, “ AZ80 マグネシウム合金の鍛造比および加工流れ方向による機械的性質の変化 ”, 軽金属, Vol.39, No.1 (1989), pp.52-57.
- (86) 日本マグネシウム協会マグネシウム委員会, “ 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), pp.129-135.
- (87) Feng J., Zihui X., Diak B.J., "Modeling and Simulation of Mg AZ80Alloy Forging Behavior.", SAE Technical paper, SAE2008-01-0214.
- (88) 清水皇次, 小幡義彦, 勝田基嗣, 青木顕一郎, “ AZ80 マグネシウム合金鍛造材の破壊じん性 ”, 軽金属学会大会講演概要, Vol.70th (1986), pp.179-180.
- (89) 諸住正太郎, 勝田基嗣, 水嶋輝夫, 村上雄, 大森悟郎, “ AZ80 マグネシウム合金鍛造材の機械的性質に及ぼす圧下率の影響 ”, 軽金属学会大会講演概要, Vol.68th, pp.207-208 (1985)

- (90) 李道錫, 浅川基男, 丹野洋平, 初鹿野寛一, 松崎邦男, 小林勝, “AZ61 マグネシウム合金の据込み成形性に及ぼす熱処理及び圧縮条件の影響”, 日本金属学会講演概要, Vol.133rd, pp.171
- (91) 船見国男, 清水秀治, “高速塑性加工による Mg 合金部品の加工限界の評価”, 千葉工業大学プロジェクト研究年報, Vol.7 (2010), pp.19-20.
- (92) 宮本尚明, 山下友一, 護法良憲, 関口常久, “マグネシウムの開発動向と鍛造技術開発”, アルトピア, Vol.41, No.2 (2011), pp.9-15.
- (93) Fujita M., Sakate N., Hirahara S., and Yamamoto Y., “Development of Forged magnesium Road Wheel”, SAE International Congress and Exposition, SAE technical paper, SAE950442, (1995).
- (94) 藤田誠, 坂手宣夫, “マグネシウム鍛造材の材料特性とホイールへの適用”, 熱処理, Vol.36, No.58 (1996), pp.305-309.
- (95) 梅谷修, “鍛造マグネシウム合金ホイール軽金属”, Vol.54, No.11 (2004), pp.516-517.
- (96) 渡辺洋, “新材料・加工技術で需要を伸ばすマグネシウム合金 プレスフォーミング”, 工業材料, Vol.50, No.8 (2002), pp.50-53.
- (97) 山浦秀樹, “プレスフォーミングによる携帯電子機器用マグネシウム合金筐体”, 軽金属, Vol.54, No.11 (2004), pp.508-509.
- (98) 渡辺洋, 山浦秀樹, “マグネシウム合金のプレスフォーミング法の開発とポータブルMD, デジタルカメラ筐体への応用”, 機能材料, Vol.25, No.8 (2005), pp.31-38.
- (99) Sheng Z.Q., Shivpuri R. "A hybrid process for forming thin-walled magnesium parts.", Material Science and Engineering A, Vol.428, No.1-2 (2006), pp.180-187.
- (100) Chen F., Huang T., Wanf S., "A study of flow-through phenomenon in the press forging of magnesium-alloy sheets.", Journal of Material Processing Technology, Vol.187-188, pp.770-774 (2007)
- (101) 千野靖正, “マグネシウム/チタンのプレス・鍛造加工最前線 冷間成形性を飛躍的に改善したマグネシウム合金圧延材の開発”, プレス技術, Vol.48, No.7 (2010), pp.23-27.
- (102) 佐藤雅彦, 山崎一正, “マグネシウム/チタンのプレス・鍛造加工最前線 マグネシウム合金の板圧延技術とその応用”, プレス技術, Vol.48, No.7 (2010), pp.28-33.

- (103)西野創一郎，“マグネシウム/チタンのプレス・鍛造加工最前線 マグネシウム合金板の冷間曲げ加工”，プレス技術，Vol.48，No.7 (2010)，pp.34-38.
- (104)白石光信，新川真人；Mg 合金製薄板の温間部分鍛造による補強リブ付きキャビネットの成形”，塑性と加工，Vol.51，No.598，pp.1068-1072.
- (105)神戸洋史，榊和夫，吉岡英夫，三部隆宏，北岡山治，藤井拓己，“鑄造鍛造プロセスによるアルミニウムロードホイールの実用化”，軽金属，Vol.48，No.2 (1998)，pp.103-108.
- (106)Kopp R., Moeller T., Neudenmerger D., Winning G., "Thixoforging and thixoextrusion benefits of innovative forming technologies.", Advanced Technology of Plasticity 1999, Vol.3 pp.1677-1682 .
- (107)藤井敏男，府山伸行，苅山信行，丹下俊之，草部一郎，“軽金属(アルミニウム・マグネシウム)の高機能部材化技術の開発) AZ91D マグネシウム合金の恒温鍛造プロセスの開発”，広島県立西部工業技術センター研究報告，No.46 1 (2003)，pp.29-32.
- (108)金森陽一，樋尾勝也，“AZ91 マグネシウム合金鑄造鍛造材の機械的性質とミクロ組織”，三重県科学技術振興センター工業研究部研究報告 No.31 (2007)，pp.30-35.
- (109)高林宏之，清水哲也，“AZ61 鑄造材の熱間加工性に及ぼす熱処理と Ca 添加の影響”，電気製鋼，Vol.77，No.2 (2006)，pp.123-132.
- (110)日本マグネシウム協会，“マグネシウム合金の自動車への適用年表”，
<http://www.magnesium.or.jp/contents/Mg2010Car.pdf>. (参照日 2010.10.30).
- (111)日本マグネシウム協会 マグネシウム技術便覧編集委員会，マグネシウム技術便覧(2000)，pp.385-394，カロス出版．
- (112)鈴木克美，“鑄物の高付加価値化への挑戦-軽量化・コストダウン事例-”，素形材，Vol.45，No.6 (2004)，pp.26-31.
- (113)Meng S., Wu X.，“中国マグネシウム産業の動向 (2006 年)”，アルトピア，Vol.37，No.8(2007)，pp.31-40.
- (114)日本マグネシウム協会 マグネシウム技術便覧編集委員会，マグネシウム技術便覧 (2000)，pp.163-165，カロス出版．

- (115) 矢野英治, 田村洋介, 茂木徹一, 佐藤英一郎, “ AZ91 マグネシウム合金の加熱処理による結晶粒微細化機構 ”, 軽金属, Vol.51, No.11 (2001), pp.594-598.
- (116) 牧野邦彦, 河田俊郎, 羽根秀男, “ AZ91E マグネシウム合金のカルシウムシアナミドによる結晶粒微細化 ”, 軽金属, Vol.42, No.12 (1992), pp.810-814.
- (117) 牧正志, 田村今男, “ 動的再結晶の組織的特徴および静的再結晶との比較 ”, 鉄と鋼, Vol.70, No.15 (1984), pp.283-290.
- (118) 小松崎和久, 行武栄太郎, “ マグネシウム合金の組織微細化と加工特性に関する研究 ”, 茨城県工業技術センター研究報告, No.34 (2006), pp.15-16.
- (119) Guo Q., Yan H.G., Chen Z.H., Zhang H., "Grain refinement in as-cast AZ80 Mg alloy under large strain deformation.", *Material Characterization*, Vol.58, No.2 (2007), pp.162-167.
- (120) 鎌倉光利, 戸梶恵郎, 柴田英明, 別宮宣克, “ マグネシウム合金の押出加工による結晶粒微細化と疲労強度の改善 ”, 材料, Vol.50, No.3 (2005), pp.245-250.
- (121) Cáceresa C.H., Davidsonb C.J., Griffithsb J.R., Newtona C.L., "Effects of solidification rate and ageing on the microstructure and mechanical properties of AZ91 alloy.", *Materials Science and Engineering: A*, Vol. 325, No.1-2 (2002), pp.344-355.
- (122) 毛利猛, 西脇武志, 木下武彦, “ 塑性加工法によるマグネシウム合金の組織制御 ”, 名古屋市工業研究所研究報告, No.86 (2001), pp.9-12.
- (123) 吉田雄, Cisar L., 関根卓義, 鎌土重晴, 小島陽, 小池淳一, “ AZ61 マグネシウム合金の変形特性に及ぼす結晶粒径の影響 ”, 軽金属学会大会講演概要, Vol.104th, pp.225-226 (2003)
- (124) 三浦博己, 酒井拓, “ マグネシウム基礎講座 4 マグネシウム的高温変形と組織微細化機構およびその応用 ”, 軽金属, Vol.59, No.6 (2009), pp.320-329.
- (125) 近藤勝義, 住田雅樹, 荻沼秀樹, 塩崎修司, 護法良憲, “ 結晶粒微細化処理マグネシウム合金の機械的特性 ”, 日本機械学会年次大会講演論文集, Vol.2005, No.1 (2005), pp.651-652.
- (126) 三浦博己, Yang X., 酒井拓, “ マグネシウム合金の高温変形と動的再結晶挙動の粒径依存性 ”, 軽金属学会大会講演概要, Vol.108th, pp.27-28 (2005).

- (127) Yang X, 三浦博己, 酒井拓, "AZ31 マグネシウム合金の高温変形による動的微細粒組織の生成", 軽金属, Vol.52, No.78 (2002), pp.318-323.
- (128) 間淵博, 中山豊, "マグネシウム多結晶の高温変形における粒界挙動", 日本金属学会誌, Vol.46, No.2 (1982), pp.198-204.
- (129) Gholinia A., Humphreys F. J., Prangnell P. B., "Production of ultra-fine grain microstructures in Al-Mg alloys by conventional rolling.", *Acta Materialia*, Vol.50, No.18 (2002), pp.4461-4476.
- (130) 野田雅史, 船見国男, 清水秀治, 森久史, 辻村太郎, "AZ31 マグネシウム合金の高温変形中における組織変化と機械的特性", 日本金属学会誌, Vol.71, No.98 (2007), pp.678-683.
- (131) 鎌倉光利, 戸梶恵郎, 柴田英明, 別宮宣克, "マグネシウム合金の押出加工による結晶粒微細化と疲労強度の改善", 材料, Vol.54, No.3 (2005), pp.245-250.
- (132) Yang X., Miura H., Sakai T., "Recrystallization behaviour of fine-grained magnesium alloy after hot deformation.", *Transaction of nonferrous metals society of china*, Vol.17 (2007), pp.1139-1142.
- (133) 西澤正行, 森宏治, 大石幸広, 河部望, 鎌土重晴, "マグネシウム合金再結晶挙動のEBSD その場観察", 軽金属, Vol.59, No.7 (2009), pp.333-338.
- (134) 三浦博己, Yang X., 酒井拓, "マグネシウム合金の高温変形と動的再結晶挙動の粒径依存性", 軽金属学会大会講演概要, Vol.108th, pp.27-28 (2005)
- (135) Al-Samman T., Gottstein G., "Dynamic recrystallization during high temperature deformation of magnesium.", *Materials Science and Engineering A*, Vol.490, No.1-2 (2008), pp.411-420.
- (136) Ion S. E., Humphreys F. J., White S. H., "Dynamic recrystallization and the development of microstructure during the high temperature deformation of magnesium.", *Acta Metallurgica*, Vol.30, No.10 (1982), pp.1909-1919.
- (137) 野田雅史, 船見国男, 清水秀治, 森久史, 辻村太郎, "AZ31 マグネシウム合金の高温変形中における組織変化と機械的特性", 日本金属学会誌, Vol.71, No.9 (2007), pp.678-683.
- (138) Del Valle J. A., Perez-Prdo M. T., Ruano O. A., "Texture evolution during large-strain hot rolling of the Mg AZ61 alloy *Material Science and Engineering A*, Vol.A355, No.1/2 (2003), pp.68-78.

- (139)三野峻, 浅川基男, 加藤正仁, 小林勝, “難燃性マグネシウム合金の多方向鍛造・圧延による結晶粒微細化と2次成形性の向上”, 軽金属, Vol. 58, No. 9 (2008), pp. 462-463.
- (140)Watanabe H., Mukai T., Ishikawa K., Okanda Y., Tsutsui H., Kohzu M., Higashi K., "Platform Science and Technology for Advanced Magnesium Alloys. Grain Size Control of Commercial Wrought Mg-Al-Zn Alloys Utilizing Dynamic Recrystallization.", Material Transaction, Vol.42, No.7 (2001), pp.1200-1205.
- (141)斎藤尚文, 渡津章, 袴田昌高, 坂本満, 岩崎源, “マグネシウム合金鍛造部材の強度・延性改善のための技術開発”, 軽金属, Vol.60, No.2 (2000), pp.88-92.
- (142)古川稔, 堀田善治, 根本實, Terence G. Langdon, “ECAP法による結晶粒微細化と超塑性”, 金属, Vol.70, No.11 (2000), pp.971-978.
- (143)向井敏司, 東健司, “ECAEプロセスによる軽量金属材料の結晶粒微細化と機械的性質の改善 高強度・高延性化のトレード・オフ・バランスング”, 金属, Vol.70, No.11 (2000), pp.979-985.
- (144)Tong L.B., Zheng M.Y., Hu X.S., Wu K. Xu S.W., Kamado S. Wang G.J., Lu X.Y. "Room-temperature compressive deformation behavior of Mg-Zn-Ca alloy processed by equal channel angular pressing", Materials Science & Engineering A. Structural Materials: Properties, Microstructure and Processing, Vol.528, No.2 (2010), pp.672-679.
- (145)Figueiredo R., Langdon T. G., "Grain refinement and mechanical behavior of a magnesium alloy processed by ECAP", Journal of Material and Science, Vol.45, No.17 (2010), pp.4827-4836.
- (146)酒井拓, 三浦博己, “大ひずみ多軸鍛造による結晶粒微細化プロセスと機構”, 鉄と鋼, Vol.94, No.12(2008), pp.590-598.
- (147)Noda M, Hirohashi M., Funami K., "Low Temperature Superplasticity and Its Deformation Mechanism in Grain Refinement of Al-Mg Alloy by Multi-Axial Alternative Forging.", Material Transaction Vol.44, No.118 (2003), pp.2288-2297.
- (148)Miura H., Yang X., Sakai T., "Evolution of Ultra-Fine Grains in AZ31 and AZ61 Mg Alloys during Multi Directional Forging and Their Properties.", Material Transaction, Vol.49, No.5 (2008), pp.1015-1020.

- (149)Liao J., 堀田真, 閻師昭彦, 金子貫太郎, 近藤勝義, “高耐衝撃性マグネシウム合金の製造技術の開発”, *まてりあ*, Vol.49, No.1 (2010), pp.23-25.
- (150)藤井徳雄, 金子貫太郎, 塩崎修司, 近藤勝義, 護法良憲, “高強度・高靱性(高強靱性)マグネシウム合金の製造技術の開発(第1報)”, *クリモト技報*, No.55 (2006), pp.24-29.
- (151)近藤勝義, “マグネシウム合金の高機能化材料技術に関する実用化研究”, *軽金属*, Vol.54, No.5 (2004), pp.187-191.
- (152)河村能人, “KUMADAI マグネシウム合金の研究開発動向”, *アルトピア*, Vol.40, No.2 (2010), pp.15-24.
- (153)河村能人, “長周期積層構造型マグネシウム合金”, *軽金属*, Vol.54, No.11 (2004), pp.503-504.
- (154)山口毅, 斉藤研, 河村能人, “Mg₉₆Zn₂Y₂ 合金チップ連続押出固化成形体の機械的性質”, *軽金属*, Vol.57, No.7 (2007), pp.286-292.
- (155)鎌土重晴, 本間智之, “マグネシウム合金の開発・製造・応用の最新動向 [機能性合金の開発] ダイカスト用耐熱マグネシウム合金の開発”, *金属*, Vol.80, No.8 (2010), pp.631-636.
- (156)Lee C. W., Song D. H., Nam K. Y., Park Y. H., Cho K. M., Park I. M., "Effect of Al on the Castability, Tensile and Creep Properties of Mg-x Al -Zn.", *Key Engineering Materials*, Vol.321/323, No.2 (2006), pp.1370-1373.
- (157)篠田徹, “マグネシウム合金の最新の動向 マグネシウム系クリープ耐熱合金の開発”, *金属*, Vol.71, No.68(2001), pp.516-523.
- (158)Mori Y., Terada Y., Sato T., "Microstructure Stability and Creep Strength in a Die-Cast AX52 Magnesium Alloy", *Material Transaction*. Vol.46, No.8 (2005), pp.1749-1752.
- (159)Bob R. P., Alan A. L., Vadim R., John J. B., Basant L.T., ""Development of Creep-Resistant Magnesium Alloys for Powertrain Applications: Part 1 of 2."" , SAE Technical paper, SAE 2001-01-0422.
- (160)Yan Jingli, Sun Yangshan, Xue Feng, Bai Jing, Xue Shan, Tao Weijian, “Creep deformation mechanism of magnesium-based alloys”, *Journal of Material Science*, Vol.43, No.21 (2008), pp.6952-6959.

- (161) 篠田徹, “ マグネシウム合金の最新の動向 マグネシウム系クリーブ耐熱合金の開発 ”, 金属, Vol.71, No.6 (2001), pp.516-523.
- (162) リョービ, “ わが社の新素材材 ダイカスト用耐クリーブマグネシウム合金 ”, 素材材, Vol.42, No.1 (2001), pp.13.
- (163) 鷲頭和裕, “ 耐熱マグネシウム合金を適用した軽量エンジンオイルパンの開発 ”, アルトピア, Vol.30, No.8 (2000), pp.9-16.
- (164) Aghion E., Bronfin B. "A Comparative Study of New Magnesium Alloys Developed for Elevated Temperature Applications in Automotive Industry", SAE transaction, Vol.112, No.5 (2003), pp.30-36.
- (165) Sohn K.Y., Yurko J.A., Jones J.W., Kearns J.E., Allison J.E., ""Bolt-Load Retention Behavior of Die-Cast AZ91D and AE42 Magnesium"", 1998 SAE World Congress and Exposition, SAE Technical paper SAE80090.
- (166) Xue F., Min X., Sun Y., "Microstructures and mechanical properties of AZ91 alloy with combined additions of Ca and Si.", Material Science, Vol.41, No.15 (2006), pp.4725-4731.
- (167) 鈴木敦也, 後閑康裕, 鎌土重晴, 小島陽, Anyanwuia, 武田秀, 石田武敏, “ Mg-Zn-Al-Ca-RE 系合金ダイカスト材の耐熱性に及ぼす添加元素の影響 ”, 軽金属学会大会講演概要, Vol.104th, pp.223-224 (2003)
- (168) Kondori B., Mahmudi R., "Effect of Ca additions on the microstructure, thermal stability and mechanical properties of a cast AM60 magnesium alloy", Material Science and Engineering A, Vol.527, No.7-8 (2010), pp.2014-2021.
- (169) 川畑博之, 西野直久, 相川智広, 大竹和実, 弦間喜和, “ Mg-Al2Ca(Mg)擬二元系合金の耐熱性および铸造性に及ぼす合金組成の影響 ”, 軽金属, Vol.60, No.11 (2010), pp.596-601.
- (170) 藤井敏男, 府山伸行, 寺山朗, 筒本隆博, 小田信行, 篠崎賢二, 山本元道, “ 自動車用耐熱 Mg 部品の铸造割れ予測技術の開発 ”, 広島県立総合技術研究所西部工業技術センター研究報告, No.52 (2009), pp.20-23.

- (171)坂本和夫,山本研一; Mg-Al-Ca 系合金半溶融射出成形材の機械的性質と組織”, 軽金属, Vol.52, No.10 (2002), pp. 437-441.
- (172)柴田顕弘, 鈴木真由美, 丸山公一, 附田之欣, 斉藤研, “ Mg-Al-Ca 系チクソモールディング材の粒界および粒内第 2 相によるクリープ強化”, 日本金属学会誌, Vol.70, No.12, pp.968-974.
- (173)Tsukeda T., Maehara A., Saito K., Suzuki M., Koike. J, Maruyama K., Kubo H., “Mechanical properties and microstructure of heat-resistant Mg-Al-Ca alloys formed by thixomolding.”, Magnesium Technology Symposium 2000, pp.395-402 (2000)
- (174)附田之欣, 山口毅, 斉藤研, 鈴木真由美, 小池淳一, 丸山公一, “ Mg-Al-Ca 系チクソモールディング材の耐熱特性”, 軽金属学会大会講演概要, Vol.105th, pp.39-40. (2003)
- (175)附田之欣, “ チクソモールディングによる耐熱性マグネシウム合金製造技術”, 機械の研究, Vol.58, No.1 (2006), pp.159-165.
- (176)Eibisha H., Lohmueller A., Koempel N., Singer R. F., "Effect of solidification microstructure and Ca additions on creep strength of magnesium alloy AZ91 processed by Thixomolding.", International Journal of Material Research, Vol.99, No.1(2008), pp.56-66.
- (177)坂井徹也, RAMESH C., 鎌土重晴, 小島陽, 松沢和夫, “ Mg-Li-Al-Ca 系合金の半溶融成形加工”, 軽金属, Vol.48, No.1 (1998), pp.13-18.
- (178)Carahan R. D., Decker R. F., Nyberg E. A., Jones R. H., Pitman S. G., "Development of semi-solid molded magnesium components from alloys with improved high temperature creep properties.", Magnesium Technology 2000, pp.403-409 (2000)
- (179)附田之欣, 山口毅, 斉藤研, “ チクソモールディング法により成形した耐熱マグネシウム合金の機械的性質”, 軽金属学会大会講演概要, Vol.93rd, pp.11-12 (1997).
- (180)マツダ株式会社, “ 鍛造加工用マグネシウム合金新素材, 及びその鍛造加工技術” 日本国特許第 2676466
- (181)日本塑性加工学会編, 塑性加工技術シリーズ 4 鍛造, (1995), p159, コロナ社.

- (182)坂本和夫，石田恭聡，山本幸男，“ Mg-9mass% Al 半溶融射出成形材の機械的性質に及ぼす Si，
Ca 添加の影響 ”，軽金属学会第 94 回春季大会講演概要（1998），pp.25-26.
- (183)軽金属協会アルミニウム技術便覧編集委員会，アルミニウム技術便覧(1996)，pp.132，カロス出版．
- (184)Robert S. Busk ，マグネシウム製品設計（訳），1988，pp.308，(社) 軽金属協会マグネシウム委員会．

本論文関連出願特許

関連出願特許(日本国出願分のみ)

No.	出願番号	出願日	名称
(1)	PH04-286864	1992/09/30	マグネシウム合金製部材の製造方法
(2)	PH04-356928	1992/12/22	鍛造成形品の製造方法
(3)	PH05-022722	1993/02/10	マグネシウム合金製鋳物の製造方法
(4)	PH05-024114	1993/02/12	マグネシウム合金製部材の製造方法
(5)	PH05-039357	1993/02/02	マグネシウム合金製部材の製造方法
(6)	PH05-054984	1993/02/19	複合金属部材の製造方法
(7)	PH05-054985	1993/02/19	軽合金製部材の製造方法
(8)	PH05-059442	1993/02/23	マグネシウム合金製部材の製造方法
(9)	PH05-063151	1993/02/26	マグネシウム合金部材の製造方法
(10)	PH05-076163	1993/03/09	マグネシウム合金製部材およびその製造方法
(11)	PH05-157877	1993/06/03	鍛造成形品の製造方法
(12)	PH05-253701	1993/09/16	鍛造成形品の製造方法
(13)	PH05-318076	1993/12/17	塑性加工用マグネシウム合金鋳造素材、それを用いたマグネシウム合金部材及びその製造方法
(14)	PH06-013629	1994/02/07	マグネシウム合金製部材の製造方法
(15)	PH06-036853	1994/03/08	塑性加工成形品の製造方法
(16)	PH06-045278	1994/02/18	マグネシウム合金製部材の製造方法
(17)	PH06-081925	1994/04/20	塑性加工用マグネシウム合金鋳造素材、それを用いたマグネシウム合金部材及びそれらの製造方法
(18)	PH07-084784	1995/03/15	マグネシウム合金部品の製造方法
(19)	PH07-172487	1995/07/07	マグネシウム合金材の高耐食性塗膜形成方法
(20)	PH07-192943	1995/07/28	マグネシウム合金及び該合金からなる部品の製造方法
(21)	PH07-192944	1995/07/28	半熔融射出成形部品及びその製造方法
(22)	PH07-192945	1995/07/28	金属の半熔融射出成形装置及びその方法
(23)	PH08-017584	1996/02/02	マグネシウム合金及び該合金からなる部品の製造方法
(24)	PH08-021747	1996/01/12	ダイカスト製ドアパネル及びその製造方法
(25)	PH08-077748	1996/03/29	半熔融射出成形部品の製造方法
(26)	PH08-082829	1996/04/04	耐熱マグネシウム合金部材の製造方法およびそれに用いるマグネシウム合金、並びにマグネシウム合金成形部材
(27)	PH08-082832	1996/04/04	耐熱マグネシウム合金成形部材の成形方法
(28)	PH09-094800	1997/03/27	金属の半熔融射出成形方法及びその装置
(29)	PH09-206738	1997/07/31	軽合金鋳物の熱処理方法
(30)	PH09-263888	1997/09/29	軽金属合金鍛造製品の製造方法
(31)	PH09-263893	1997/09/29	マグネシウム合金射出成形用金型構造及び該金型構造を用いたマグネシウム合金部品の成形方法
(32)	PH09-263903	1997/09/29	軽金属合金塑性加工用素材および塑性加工材の製造方法

- (33) PH09-263905 1997/09/29 軽金属合金の半溶融射出成形法および半溶融射出成形装置
- (34) PH09-263920 1997/09/29 軽金属合金複合材の射出成形法
- (35) PH09-263931 1997/09/29 軽金属合金射出成形用素材およびそれを用いる軽合金部材の製造方法
- (36) PH10-150563 1998/05/13 マグネシウム合金鋳物部材
- (37) PH10-189162 1998/07/03 金属の半溶融射出成形方法及びその装置
- (38) PH10-204337 1998/07/03 金属の半溶融射出成形方法及びその装置
- (39) PH10-252046 1998/08/20 接合金属部材及び該部材の接合方法
- (40) PH10-278507 1998/09/30 マグネシウム合金鍛造素材、及び鍛造部材並びに該鍛造部材の製造方法
- (41) PH10-370686 1998/12/25 金属部材の射出成形方法
- (42) PH11-088551 1999/03/30 金属部材の射出成形装置及び射出成形方法
- (43) PH11-088565 1999/03/30 金属部材の射出成形装置及び射出成形方法
- (44) PH11-088579 1999/03/30 軽金属部材の半溶融射出成形方法
- (45) PH11-088584 1999/03/30 マグネシウム合金部材の製造方法
- (46) PH11-091932 1999/03/31 鍛造用素材の成形方法、成形装置、並びに上記素材を用いた鍛造部材の製造方法
- (47) PH11-091933 1999/03/31 鍛造部材の製造方法
- (48) PH11-251738 1999/09/06 マグネシウム合金成形部材
- (49) UH06-004165 1994/04/20 マグネシウム合金製ホイール

本論文関連発表

学術論文

- (1) Fujita M., Sakate N., Hirahara S., and Yamamoto Y., "Development of Forged magnesium Road Wheel", SAE 1995 Transaction, Journal of Material and Manufacturing, Vol.104, pp.327-331.
(SAE Technical paper No.950422) **第2章に対応**
- (2) 山本幸男, 坂手宣夫, 坂本和夫, "Al-Zn系マグネシウム合金の鑄造鍛造法の実部品への適用性(強度特性に及ぼす結晶粒径の影響)", 日本機械学会論文集 A 編, Vol.77, No.775(2011), pp. 573-581 **第3章に対応**
- (3) 山本幸男, 坂手宣夫, 坂本和夫, "半溶融射出成形法を適用したAl-Zn系マグネシウム合金の鑄造鍛造法の実用性検討について", 日本機械学会論文集 A 編, Vol.77, No.777(2011), pp. 829-901. **第4章に対応**
- (4) 山本幸男, 坂手宣夫, 坂本和夫, "半溶融射出成形を適用したマグネシウム合金鑄造鍛材の強度特性に及ぼす内部欠陥と熱処理条件の影響", 自動車技術会論文集, Vol.42, No.5(2011), pp.1169-1174. **第5章に対応**
- (5) 山本幸男, 坂手宣夫, 坂本和夫, "半溶融射出成形をしたAl-Ca系マグネシウム合金の鑄造鍛造法への適用性検討", 日本機械学会論文集 A 編, Vol.77, No.780(2011), pp. 1388-1397. **第6章に対応**

学会発表

- (6) 宮崎直治, 平原庄司, 山本幸男, "マグネシウム合金の耐食性に及ぼす諸因子の影響", 腐食防食講演集, Vol.1995, pp.297-298 (1995) **第2章に対応**
- (7) 坂手宣夫, 山本幸男, 藤田誠, 平原庄司, "Mg-Al-Zn系合金の結晶粒微細化に及ぼすSr添加の影響", 軽金属学会大会講演概要, Vol.86th, pp.141-142 (1994) **第2章に対応**
- (8) Lebeau S. E., Sakamoto K., Yamamoto Y., "Thixomolding of Magnesium Automotive Components.", 1998SAE International Congress and Exposition, SAE technical paper, SAE 980087(1998). **第4章に対応**
- (9) 坂本和夫, 石田恭聡, 山本幸男, "Mg-Al系合金半溶融射出成形材の機械的性質", 軽金属学会大会講演概要, Vol.92nd, pp.5-6 (1997) **第4章に対応**
- (10) 坂本和夫, 坂手宣夫, 石田恭聡, 山本幸男, 西村一明, "マグネシウム半溶融射出成形技術の開発", 自動車技術会学術講演会前刷集, No.974, pp.237-240(1997) **第4章に対応**

(11) 坂本和夫, 石田恭聡, 山本幸男, “ Mg – 9mass%Al 半熔融射出成形材の機械的性質に及ぼす Si, Ca 添加の影響 ”, 軽金属学会第 94 回春季大会講演概要, pp.25-26 (1998).

第 6 章に対応

(12) 藤田誠, 平原庄司, 山本幸男, 坂手宣夫, “ 押出し法によるマグネシウム切削屑のリサイクルプロセス ”, 軽金属学会大会講演概要, Vol.85th, pp.77-78 (1993).

第 8 章に対応

解説・総説

(13) 藤田誠, 坂手宣夫, 平原庄司, 宮崎直治, 山本幸男, “ マグネシウム鍛造ホイールの開発, まてりあ, Vol.34, No.4 (1995), pp.474-476.

第 2 章に対応

(14) 藤田誠, 山本幸男, 坂手宣夫, 平原庄司, “ マグネシウム鍛造ホイールの開発 ”, アルトピア, Vol.24, No.11 (1994), pp.9-13.

第 2 章に対応

(15) 山本幸男, “ マグネシウム成形の可能性を探る 成形事例 自動車部品 ”, 工業材料, Vol.46, No.10 (1998), pp.113-117.

第 1 章に対応

(16) 坂本和夫, 坂手宣夫, 石田恭聡, 山本幸男, “ マグネシウム射出成形技術の開発 ”, マツダ技報, No.16 (1998), pp.172-178.

第 4 章に対応

謝辞

本論文をまとめるにあたり、広島大学大学院工学研究院 澤 俊行教授に終始、懇切なる御指導、御鞭撻を賜りました。先生の御力添え無くしては、本論文は完成し得ませんでした。ここに深潭の謝意を表します。

また、広島大学大学院工学研究院 永村 和照教授、池田 隆教授、佐々木 元教授、関口 泰久准教授から適切な御教示と有益な御助言を頂きました。心より感謝をいたします。

本研究の遂行にあたっては、マツダ株式会社 技術研究所 坂手 宣夫主幹研究員、坂本 和夫主幹研究員ならびに藤田 誠氏（現中央精機株式会社 開発主査）の多大なる御尽力を頂きました。深く感謝を申し上げます。

さらに、まだ実用化されていなかった半熔融射出成形法を自動車業界で初めて、米国から導入するにあたっては、米国ミシガン州にある Thixomat 社の Raymond F. Decker 博士、Robert D. Carnahan 博士には格別の御厚意を賜りました。心から謝意を表します。研究初期段階では、多くのトラブルを経験しましたが、その後、本成形法がダイカストと肩を並べるほどに普及していきまされたことは、喜びに堪えません。この技術に関わられた我が国の多くの方々に敬意を表したいと思います。

本論文をまとめるために、広島大学大学院へ入学することとなりましたが、その機会を快く与えて頂きました上司の技術研究所長 農沢 隆秀氏には、厚くお礼を申し上げます。

最後に、これまでの長い研究業務において、多くの先輩諸兄から先進性探究の重要性を学びました。将来を嘱望される後輩たちがこの精神を受け継ぎ、世界から注目される優秀な技術者になることを切に願っております。本論文が、その一助になれば幸いです。

平成 24 年 3 月
山本 幸男