

高強度マグネシウム合金の熱間鍛造に関する研究

2015年 3月

平渡 末二

目次

第1章 序論	6
1.1. 自動車の環境問題	6
1.2. 自動車の軽量化要求と技術動向	7
1.3. 自動車軽量化における軽量材料の位置づけ	8
1.4. マグネシウムおよびマグネシウム合金の概要	11
1.4.1. マグネシウムの性質	11
1.4.2. マグネシウム合金の性質	12
1.4.3. マグネシウム合金の成形法	16
1.4.4. マグネシウム合金の鍛造加工における課題	22
1.4.5. 高強度化に及ぼす結晶組織の影響	22
1.4.6. 連続鋳造材からの直接鍛造の可能性	23
1.4.7. 強加工による高強度化	24
1.4.8. 高強度耐熱マグネシウム合金の開発	25
1.4.9. 高強度化における問題点	27
1.5. 本研究の目的と意義	28
1.6. 本研究の構成	28
第2章 Mg-Al-Ca-Mn 系合金の変形挙動	30
2.1. 緒言	30
2.2. 材料試験による変形抵抗と摩擦係数の算出	31
2.2.1. 供試材料	31
2.2.2. 変形抵抗および摩擦係数の測定	31
2.2.3. 単軸圧縮試験	32
2.2.4. リング圧縮試験	34
2.2.5. プレスモーシオンと摩擦係数	37
2.2.6. 有限要素法解析による材料等温変形抵抗の算出	41
2.3. 実験結果	43
2.3.1. 単軸圧縮試験による変形特性	43
2.3.2. 潤滑剤の摩擦係数の算出	50
2.3.3. プレスモーシオンが摩擦係数に与える影響	54

2.3.4. 等温変形抵抗の算出	56
2.4. 結論	63
第3章 二重円筒形部品の鍛造成形性および機械的特性の評価	64
3.1. 緒言	64
3.2. 実験方法	65
3.2.1. 供試材料	65
3.2.2. 二重円筒部品の鍛造試験	65
3.2.3. 鍛造試験におけるプレスモーション	69
3.2.4. 機械的特性の評価	71
3.3. 実験結果	72
3.3.1. 鍛造条件が成形性に及ぼす影響	72
3.3.2. 鍛造成形品の硬度	76
3.3.3. 鍛造成形品の機械的特性	78
3.3.4. 鍛造成形品のマイクロ組織	78
3.3.5. プレススライドモーションが鍛造成形性に及ぼす影響	80
3.3.6. プレスモーションが硬度に及ぼす影響	83
3.3.7. 鍛造成形品のマイクロ組織	84
3.3.8. 鍛造成形品の結晶方位解析	87
3.4. 結言	89
第4章 スクロール部品の鍛造成形性および機械的特性の評価	90
4.1. 緒言	90
4.2. 実験方法	92
4.2.1. 供試材料	92
4.2.2. スクロールの鍛造試験	92
4.2.3. 据え込み鍛造試験	97
4.2.4. 機械的特性の評価	100
4.2.5. 硬度測定およびマイクロ組織観察	102
4.3. 実験結果	103
4.3.1. 鍛造成形性に及ぼす潤滑剤の影響	103
4.3.2. 鍛造成形性に及ぼす押し込み量の影響	106
4.3.3. 鍛造成形性に及ぼす背圧荷重の影響	110

4.3.4. 鍛造成形性に及ぼす試験温度の影響	118
4.3.5. 鍛造成形性に及ぼす鍛造速度の影響	121
4.3.6. 鍛造成形品の機械的特性の評価	124
4.3.7. 鍛造成形品の高温(150℃)における機械的特性	128
4.3.8. 鍛造成形品の硬度	134
4.3.9. 鍛造成形品のマイクロ組織	135
4.4. 据え込み鍛造実験結果	139
4.4.1. 据え込み鍛造成形品の成形性	139
4.4.2. 据え込み鍛造成形品の硬度	141
4.4.3. 据え込み品のマイクロ組織	143
4.4.4. 据え込み鍛造成形品の機械的特性	145
4.4.5. アルミニウム合金製品との強度比較	146
4.5. 結言	147
第5章 双ロール鑄造材の鍛造部品への適用および鍛造成形性の検討	148
5.1. 緒言	148
5.2. 実験方法	149
5.2.1. 供試材料	149
5.2.2. 単軸圧縮試験	151
5.2.3. 鍛造実験	152
5.2.4. 機械的特性の測定	156
5.2.5. 硬度測定およびマイクロ組織観察	157
5.3. 実験結果	157
5.3.1. 単軸圧縮試験	157
5.3.2. 鍛造予備試験の結果	159
5.3.3. 鍛造成形品の硬度	164
5.3.4. 鍛造成形品のマイクロ組織	165
5.3.5. 鍛造成形品の機械的特性	168
5.3.6. 鍛造成形試験の結果	170
5.3.7. 鍛造成形品の硬度	180
5.3.8. 鍛造成形品のマイクロ組織	181
5.4. 結言	183

第 6 章 結論	184
6.1. 研究の総括	184
6.2. 今後の課題	187
謝辞	188
参考文献	189

第1章 序論

1.1. 自動車の環境問題

世界各国は地球温暖化に対応するため、自動車の環境規制を制定し燃費の改善を促している。日本でも燃費の改善計画が発表されており 2015 年度に乗用車全体の平均燃費を 17km/L にする計画である。この数値目標は 2009 年度比で 24.1%の改善を意味しており大変厳しい基準である^{[1][2]}。日本以外の欧州、米国、中国も同等の数値目標を掲げており各国自動車メーカーは厳しい技術競争を強いられている。

このような背景からマグネシウム合金は有力な軽量材料として注目されている。マグネシウム合金は構造用金属材料の中では最も密度が小さく、アルミニウム合金の 2/3 程度である。また地殻存在度順位は上位第 8 位であり、地球資源として豊富に存在する元素でもある。さらに適度な機械的強度を有し、比強度は鉄鋼とアルミニウム合金を大きく上回りチタンに次ぐ強さを有している。また、比剛性は鉄鋼、アルミニウム合金およびチタンを上回っている。このようにすぐれた可能性を持ち得ている材料にも関わらず、マグネシウム合金は鉄鋼やアルミニウム合金に比べると実用化の実績ははるかに少ない。

本章では、自動車本体および自動車部品に関連した環境問題と軽量化技術の動向について述べ、軽量材料としてのマグネシウム合金の位置づけと今後の動向を整理することによって、本研究の意義を説明している。

地球温暖化の原因である二酸化炭素 (CO₂) はメタンやフロンとともに温室効果ガスと呼ばれている。CO₂ は産業の発展とともに排出量が増え続け、今後もこれまでと同様な活動が地球上で続けられると 21 世紀末には現在の 2 倍以上になると報告されており、削減対策が急務である^[3]。産業界にも徹底した省エネやエネルギー転換などの積極的な対策が求められている。自動車産業では CO₂ 排出削減に向けた更なる燃料消費量の低減が強く要求されており、あわせて、水素、バイオマス、電気など化石燃料からの代替エネルギーへの転換が迫られている。

Table 1.1 は日本、米国および欧州の自動車の燃費改善計画を示している^[4]。日本では新燃費基準案が発表され、乗用車の平均燃費を 2020 年度までに 20.3km/L とする計画が示されている。これは 2015 年度の実績値 17.0km/L と比べ約 19.6%の改善に相当する厳しい基準である。自動車の燃費は車体重量と密接に関係し、車体重量が軽量になると燃費は向上する傾向にある^[5]。ところが自動車の車体重量は交通事

故による死亡者の増加という社会問題に対応して衝突時の安全性を確保する必要性によって増加傾向にある。このため自動車の燃費開発は一層厳しいものになっている。

Table 1.1 Automobile fuel economy improvement plan of countries ^[4]

Country	Target vehicle	2009 average	Requirement			
			2015	2016	2020	2025
United States	Cars and Trucks	11.7km/L		37.8mpg (16.1km/L)		54.5 mpg (23.2km/L)
European Union	Cars and Trucks	14.6km/L	17.8km/L		24.3km/L	
Japan	Cars and Trucks	13.7km/L	17km/L		20.3klm/L	

1.2. 自動車の軽量化要求と技術動向

Fig 1.1 は自動車の燃費改善策を示している^[6]。燃費向上のための技術的手段としては「単体効率の向上」と「走行抵抗の低減」がある^[7]。このうち車両・部品の軽量化は走行抵抗の低減にも貢献する。また駆動系部品の軽量化は摺動抵抗や慣性モーメントの低減になるため、燃費改善効果が大きい^{[8]-[10]}。今後のさらなる厳しい燃費規制に対応するために、自動車メーカーは重量の増加要因となる衝突安全性、操縦安定性、静粛性などの車両性能の向上を目指しつつ軽量化を両立させる研究開発が重要課題とされている。

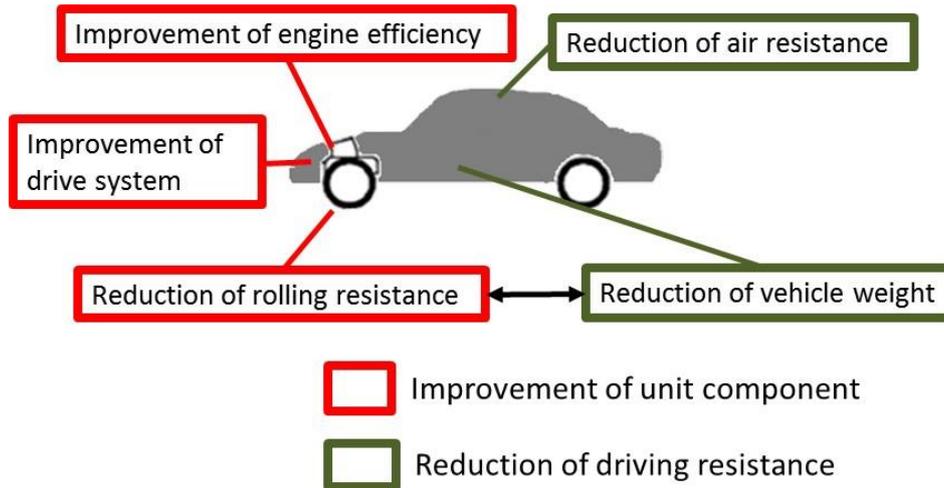


Fig 1.1 Technical measures to improve the fuel economy of automobiles ^[6]

1.3. 自動車軽量化における軽量材料の位置づけ

本節では軽量金属材料としてのアルミニウムおよびマグネシウムの自動車への適用について述べる。Fig 1.2 は自動車の軽量化における技術的な方向性を示している。Fig 1.2 に示すように軽量化の手段には設計変更，構造の合理化および材料置換の三方法があり，それぞれの組み合わせによって軽量化の効果を高めることができる。設計変更と構造の合理化については従来からあらゆる部品の最適化がなされ，衝突時の安全性確保と両立しながら細やかな検討が重ねられてきた。材料置換においては，アルミニウム，マグネシウムおよびプラスチックなどへの置換が進んでいる^{[11]-[13]}。Fig 1.3 に自動車に使用される軽量材料の将来予測を示す。Fig 1.3 では，現在，自動車用の材料は 50%以上を鉄鋼材料が占めているが，約 20 年後の 2035 年にはその比率は 20%まで低下し，残りをハイテン材，樹脂，アルミニウム，マグネシウムが占めると予想している。今後も，自動車の厳しい軽量化の要求に対して軽量金属材料であるマグネシウムの必要性がますます高まるもの考えられる。このように，現状では実用化の例が少ないマグネシウムもアルミニウムと同等以上の適用が期待されている将来性のある有望な軽量金属材料である^[14]。

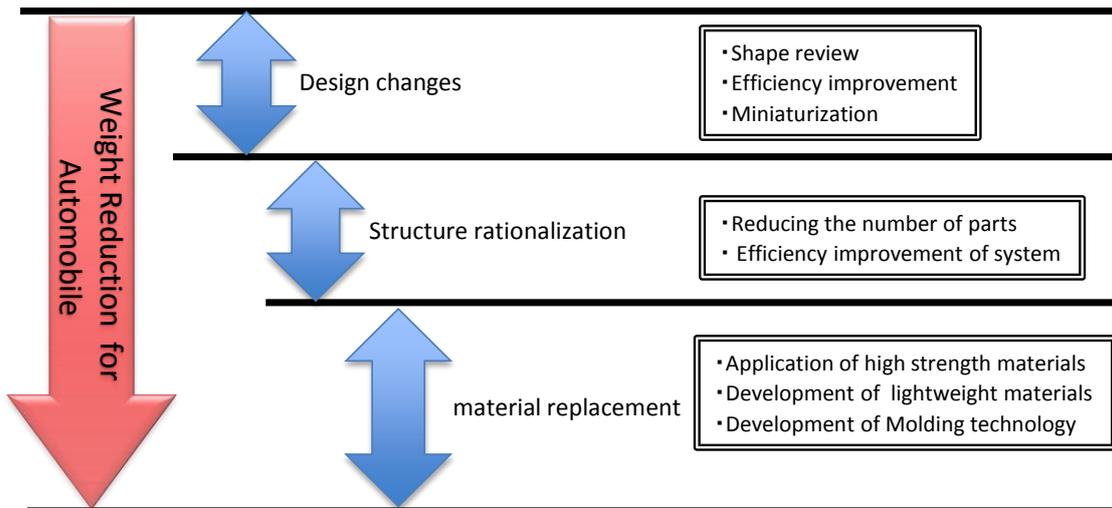


Fig 1.2 Concept of lightweight technology of automotive parts

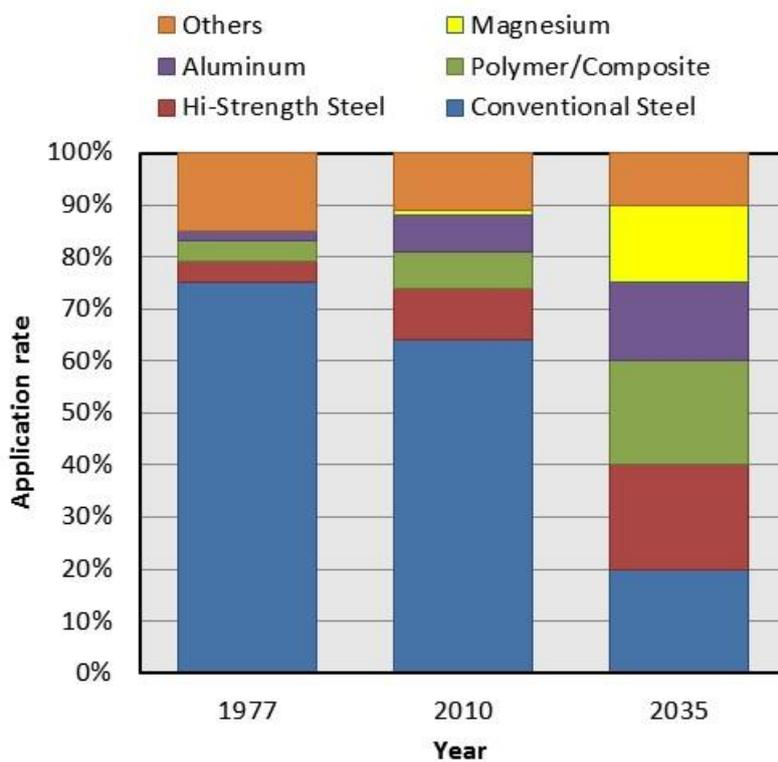


Fig 1.3 Typical composition of past and present cars versus a future lightweight vehicle ^[14]

Fig 1.4 は本論文と関連している自動車および自動車部品の設計から組み立てまでの流れ図を示している。本研究ではマグネシウム合金用の金型を設計し、熱間鍛造で自動車用部品を製造することを目指している。軽量化を実現するためには、マグネシウム合金部品の製造の全工程における本研究と関連する要素技術の位置づけを把握することが重要である。軽量マグネシウム合金部品を製造する場合には **Fig 1.4** に示すように設計、材料、加工の各分野における要素技術を開発する必要があるが、同時に製造ライン全体を見据えた生産的な研究も必要である。本論文は材料、加工、金型の各要素技術における生産技術的な側面も含めて新しい技術を開発し、それら一連の結果をまとめ上げたものである。

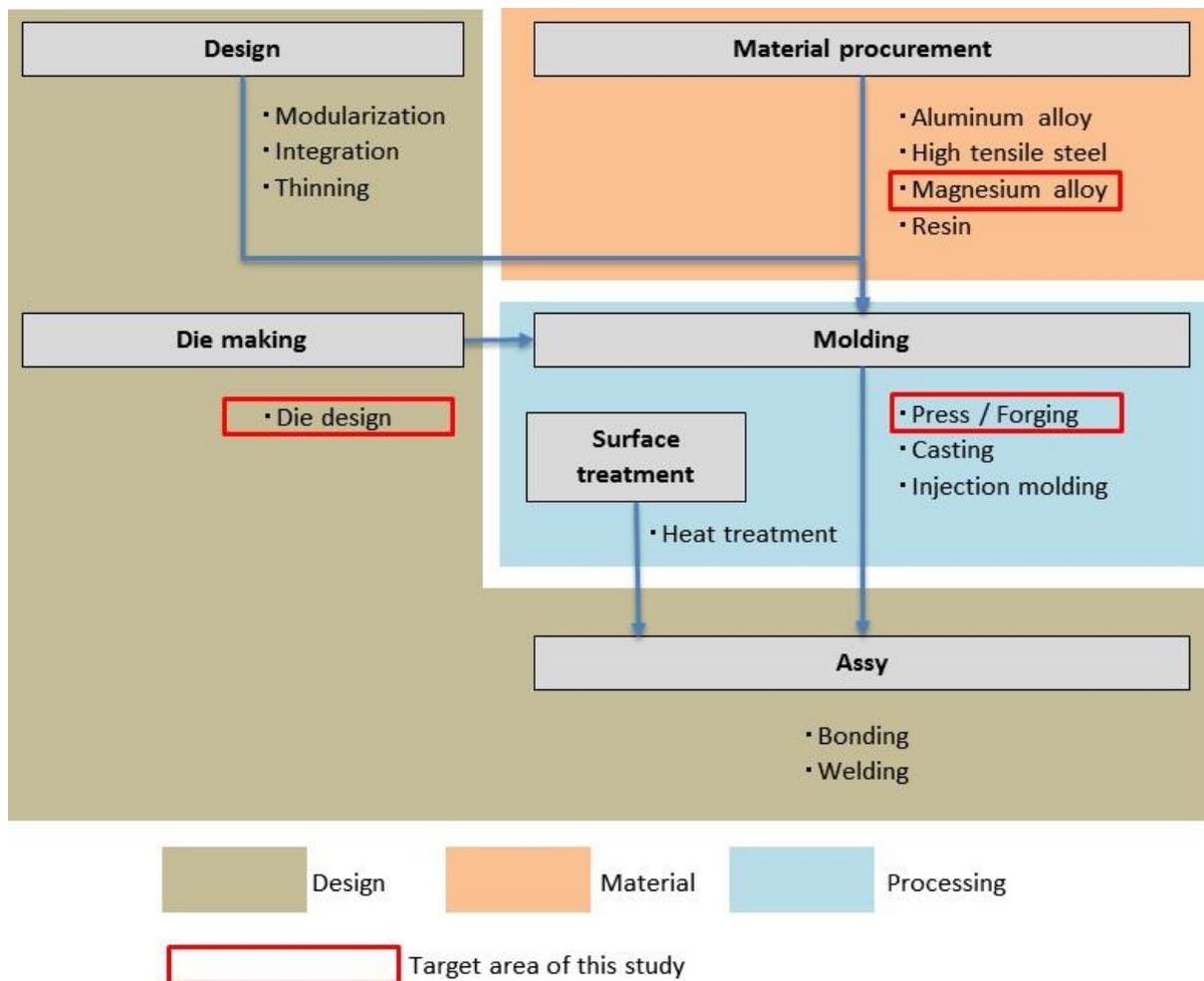


Fig 1.4 Elemental technology of automotive and automotive parts

1.4. マグネシウムおよびマグネシウム合金の概要

1.4.1. マグネシウムの性質

Table 1.2 はマグネシウム、アルミニウムおよび鉄の物理的性質を示している。

マグネシウムの比重は 1.74 と鉄の 1/4, アルミニウムの 2/3 であり, 実用金属中, 最軽量である。また, 結晶構造は最密六方格子である。**Fig 1.5** にマグネシウムのすべり系を示す。最密六方晶の中で原子が最も密に並んでいる面は(0001)であり, 底面あるいは基底面と呼ばれている。**Fig 1.6** に底面すべりと非底面すべりの臨界せん断応力の温度依存性を示す。底面すべりの臨界せん断応力はきわめて小さく温度依存性がほとんどない。しかし, 非底面すべりの臨界せん断応力は 300°C以上で急激に低下するが室温では 40MPa 以上と高く, このためマグネシウムは面心立方晶であるアルミニウムや体心立方晶である鉄に比べ, 室温での塑性加工は難しい。300°C以上では **Fig 1.6** に示すように非底面すべりが容易に起こるため, マグネシウムの塑性加工は一般的には 250°Cから 400°C程度で行われているのが実情である^{[16]-[19]}。

Table 1.2 Physical properties of magnesium, aluminum and iron ^[15]

Item		Magnesium	Aluminum	Iron
Density	g/cm ³	1.74	2.70	7.87
Melting point	°C	650	660	1539
Boiling point	°C	1110	2060	2740
Specific heat	J/g·°C (20°C)	1.03	0.90	0.46
Crystal structure	-	hexagonal closed-pack	face-centered cubic	body-centered cubic
Young's modulus	GPa	44.1	68.6	196
Linear expansion coefficient	10 ⁻⁶ /°C (~200°C)	27.0	24.0	12.3
Thermal conductivity	J/cm·sec·°C	1.59	2.22	0.75

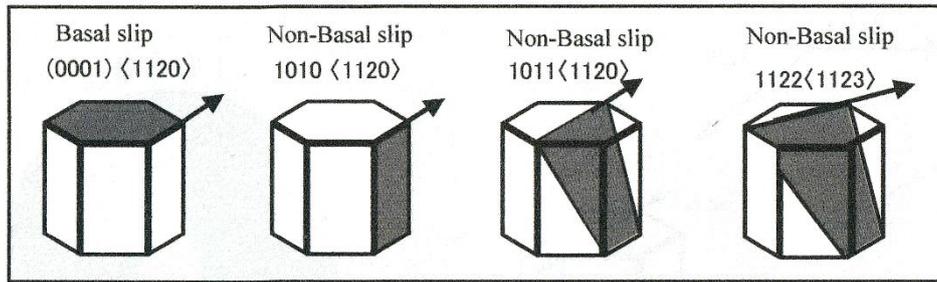


Fig 1.5 Slip system of magnesium [20]

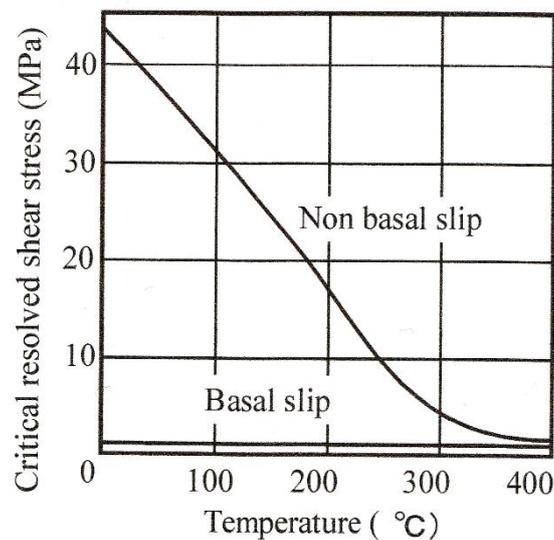


Fig 1.6 Temperature dependency of critical resolved shear stress [20]

1.4.2. マグネシウム合金の性質

マグネシウム合金は純マグネシウムに、目的に適した元素を添加することで構造用材料として使用できる。最も一般的な添加元素は、アルミニウム(Al)、亜鉛(Zn)、マンガン(Mn)、ジルコニア(Zr)である。マグネシウム合金の用途拡大に伴い、多種類の合金が開発されており、JIS(日本工業規格)、ISO(国際標準化機構: International Organization for Standardization)、ASTM(American Society for Testing and Materials)等に準拠した呼称を用いている。一般には ASTM による合金名が用いられることが多い。構造用マグネシウム合金は、鋳造用マグネシウム合金、ダイカスト用マグネシウム合金そして展伸用マグネシウム合金に分類されている[21]。

(1) 鑄造用マグネシウム合金^[22]

鑄造用マグネシウム合金は、添加元素として鑄造性と強度を得るための Al, Zn, 結晶微細化のための Zr, 耐熱性を持たせるための希土類金属などを一般的に添加する。その用途から次の4つに種類に分類できる。

一般構造用合金: AM (Mg-Al-Mn 系), AZ (Mg-Al-Zn 系)

高力合金: ZK (Mg-Zn-Zr 系), ZC (Mg-Cu-Zn 系)

耐熱合金: EZ (Mg-RE-Zr 系), QE (Mg-Zr-RE-Ag 系), WE (Mg-Y-RE 系),
AS (Mg-Al-Si 系), AE (Mg-Al-RE 系)

制振合金: M (Mg-Mn 系)

(2) ダイカスト用マグネシウム合金^[22]

ダイカスト用マグネシウム合金は、鑄造性、機械的特性および耐食性を改善のために添加元素として Al および Mn を添加している。Table 1.3 にダイカスト用マグネシウム合金の合金成分の分類を示す。アルミニウムの含有量が多い合金ほど熱伝導率および電気伝導率は低くなる。また、液相線温度が高くなるとともに、急冷により非平衡凝固となるために凝固温度範囲は広がる。このことから、アルミニウム含有量の少ない合金ほど鑄造性は悪くなるため、成形温度と鑄湯温度を高くしなければならず金型寿命が低下する。

Table 1.3 Classification of die casting magnesium alloy

Series name	Alloy name
Mg-Al-Zn system	AZ91A, AZ91B, AZ91D
Mg-Al-Mn system	AM20A, AM50A, AM60A, AM60B
Mg-Al-Si system	AS21, AS41A, AS41B
Mg-Al-RE system	AE42

(3) 展伸用マグネシウム合金

展伸用マグネシウム合金は、鑄造用合金と同類の合金が用いられるが、加工性を高めるために元素の添加量を若干少なめにしている。一般的な展伸合金には Mg-Al-Zn 系, Mg-Zn-Zr 系および Mg-Mn 系が主要な合金系である。これ以外にも耐熱性を改善した Mg-RE 系や塑性加工性を高めるために結晶構造を体心立方格子に変化させた Mg-Li 系がある。

(4)鍛造用マグネシウム合金

鍛造用合金は JIS 規定がなく, 海外では ASTM などに規定されている. **Table 1.4** は ASTM の鍛造用マグネシウム合金の化学組成と機械的特性を示す. 主要な合金, Mg-Al-Zn 系, Mg-Zn-Zr 系, Mg-Mn 系, Mg-Li 系などである. これらの合金は鑄造合金と同類のものもあるが鍛造用合金として加工性を改善するために添加量を若干変化させている.

Table 1.4 Chemical composition and mechanical properties of forging Mg alloy ^[17]

Alloy name	Chemical composition [mass%]	Heat treatment	Tensile strength [MPa]	Proof stress [MPa]	Elongation [%]	Hardness [HR]
AZ31B	Al 3.0 Mn 0.2 Zn 1.0	F	260	170	15	50
AZ61A	Al 6.6 Mn 0.15 Zn 1.0	F	295	90	12	55
AZ80A	Al 8.5 Mn 0.15 Zn 1.0	T5	345	250	6	72
		T6	-	-	11	75
ZK60A	Zn 5.5 Zr 0.45	T5	305	215	16	65
ZK61A	Zn 6.0 Zr 0.8	T5	275	160	7	-
ZM21A	Mn 0.5 Zn 2.0	F	200	125	9	-

Table 1.5 はマグネシウム合金と他の合金の機械的特性を比較している. マグネシウム合金はアルミニウム合金や鉄鋼に比べてと機械的強度は低い. 特に耐熱性は課題となっている. 合金組成にもよるがマグネシウム合金は室温と比較して高温強度は約 20%から 50%程度低下する. しかしながら, 近年, 耐熱性マグネシウム合金の研究が進みマグネシウム合金に希土類金属であるガドリニウム(Gd), ジスプロシウム(Dy) およびネオジム(Nd)を添加することで 200℃までの引張特性がほとんど低下しない合金も開発されている. 機械的強度についても改善の取り組みが進みつつあるが, いまのところ耐熱性・機械的強度を大幅に改善できる合金系はほとんどが希土類金属を添加した組成である. 希土類金属については生産性, 市場性などの懸念もあるため, 汎用合金のみを添加して特性改善する研究も進められている.

Table 1.5 Mechanical property at room temperature of Mg and other alloy ^[16]

Alloy name		Heat Treatment	Specific gravity	Tensile strength MPa	0.2% Proof stress MPa	Elongation %	Young's modulus GPa
Magnesium alloy	AZ31C	F	1.78	255	200	12	45
	AZ80A	F	1.80	345	250	6	45
	AZ92	T6	1.82	275	150	3	45
Aluminum alloy	A5052	F	2.67	290	250	14	71
	A2017	F	2.79	430	280	22	69
	AC6A	T6	2.77	290	230	4	71
Steel	Carbon steel		7.86	630	430	22	205
	Cast iron	F	7.21	450	420	2	100
	Stainless steel		8.02	1220	1080	15	200

1.4.3. マグネシウム合金の成形法

マグネシウム合金のおもな成形法を **Fig 1.7** に示す. マグネシウム合金の成形法はアルミニウム合金に適用される成形法とほぼ同様で, マグネシウム合金特有の成形法は少ない. 主な成形法についてその概略と課題点を要約する.

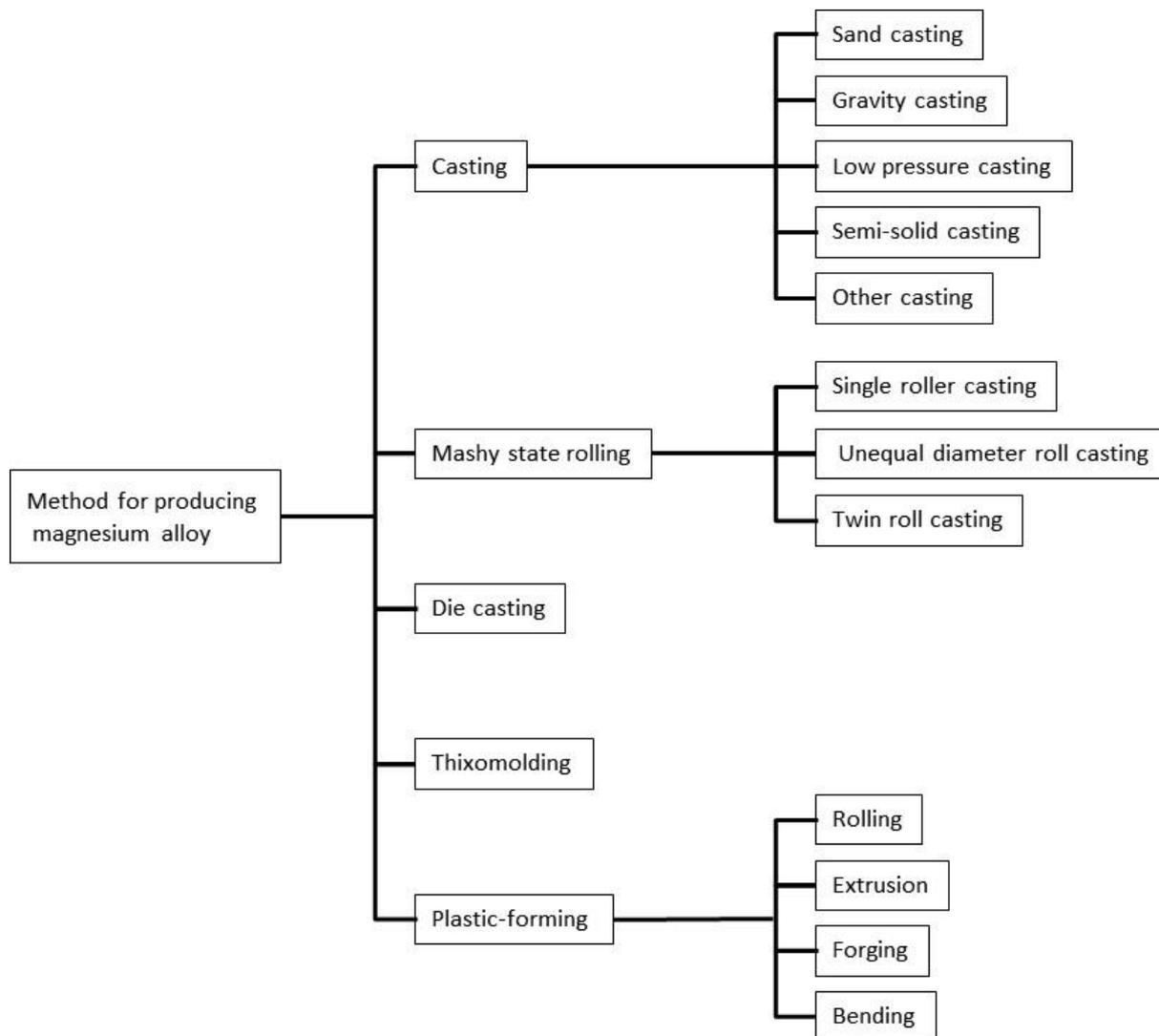


Fig 1.7 Production method for magnesium alloys

(1) 鑄造法

鑄造法は基本的にはアルミニウム合金で用いられている方法と大差はない。マグネシウム合金は反応性が高いため溶融状態になると空気と反応し燃焼しやすい。そのため溶解中は空気との接触をさけるために SF₆ ガスなどの不活性ガスを用いて溶湯表面を保護する必要がある。近年ではカルシウム (Ca) を添加することで溶湯表面に緻密で非常に薄い Ca 酸化皮膜が形成されマグネシウムの酸化を抑制することが知られるようになってきた^[22]。

鑄造方法は砂型鑄造と金型鑄造を含む重力鑄造法と低圧鑄造法が一般的である。その他に半凝固鑄造法がある。このうち重力鑄造法は酸化物を混入しやすい欠点がある。一方、低圧鑄造は溶湯を下から上に押し上げて注湯し湯道や製品形状に応じてコンピュータにより鑄込み速度を制御する。そのため酸化物欠陥の少ない高品質な鑄物が得られる^[16]。

鑄造法のうち砂型・金型鑄造などではダイカストや半凝固鑄造などに比べて冷却速度が遅くなるため結晶粒が粗大化し機械的特性の劣化や耐食性の低下を招く。そのため、鑄造後の製品に T6 処理などの熱処理が実施される。

(2) 半凝固・半溶融加工法

半凝固・半溶融加工法とは液相と固相が共存した状態で成形する方法である。半凝固加工法にはレオキャスト法、半溶融加工にはチクソキャスト法がある。半凝固加工法は溶湯を液相と固相の間の温度領域で溶湯攪拌して急冷凝固により発生した初晶デンドライトを粉砕、分散させて半凝固状態金属を加工する方法である。例えば半溶融スラリーを直接ダイカストマシンに流入させ成形品を得る方法などがある。半溶融鑄造法は結晶粒界が部分的に溶解しているものの、半溶融の結晶粒も固相成分として残存させた半溶融金属を加工する方法である。半溶融加工法は半溶融状態のスラリーに機械的攪拌あるいは電磁攪拌を加えながら凝固させ、これを再加熱して半溶融状態として加圧成形する方法である。加圧成形の方法には、大別して、ダイカストのように金型キャビティ内に充填させる方法と、鍛造あるいは押出のように開放させた金型に直接加圧成形する方法がある。半凝固・半溶融加工法はともに液相線以上の温度から凝固させる普通の鑄造法に比べて結晶粒の微細化などが図られ、機械的性質の向上が期待できる^{[23]-[27]}。

初期の半凝固・半溶融の研究は、Spnecer, Flemings ら^[28]の半凝固金属の粘性挙動の研究、福岡ら^[29]の半溶融金属の変形抵抗の報告が知られている。その後、半凝固金属の特性ならびに加工法の研究が精力的に行われ、レオキャスト、チクソキャストなどが検討されるようになった。日本では木内ら^[30]の半溶融金属の押出、鍛造、圧延などの加工法に関する研究、市川ら^[31]による結晶粒微細化や複合材の研究がある。

これまでの研究により、凝固時間の短縮および結晶粒の微細粒状化に伴う生産効率の向上ならびに塑性加工性の改善が見込めるようになってきている。また、茂木ら^[32]は固相粒子を球状化させる方法として傾斜冷却板を用いた連続鋳造法を提案している。

マグネシウム合金への半溶融・半凝固加工法の応用例としては、Young^[33]らは、結晶微粒化剤として黒鉛を添加した AZ91 マグネシウム合金の DC ビレットを用いて半溶融加工を行い機械的特性の評価を検討している。また、関原ら^[34]は AZ91D マグネシウム合金にひずみを導入後半溶融成形加工することにより室温、高温いずれにおいても as-cast 材より高い引張強さが得られることを報告している。今後マグネシウム合金に半溶融加工が適用されれば、マグネシウムの課題である発火の危険性を防止できる可能性もあり期待される加工法である。

(3)溶融圧延法

マグネシウム合金板材は現状のスラブからの圧延では圧延ごとの熱処理も含め多くの工程を必要とするため、高コストになる課題がある。一方、溶融圧延では溶融金属から直接肉薄の鋳造板を製造できるため圧延工程数を大幅に少なくすることができる。また、急冷凝固による組織の微細化により強度、耐食性に優れた材料が得られる。さらに従来法では製造が困難であるアルミニウム添加量の高い合金への対応が期待できる。溶融圧延は双ロール法、単ロール法、異径ロール法に大別される。

Fig 1.8 は双ロール法による鋳造板製造の概略を示す。溶湯はノズルを介してロール隙間に供給され、ロールへの接触の際に熱伝達で急冷凝固される。溶融圧延の技術は古く、1970 年代後半に双ロール法によるステンレスや鉄鋼板材の技術開発が進み、その後アルミニウム合金などへ展開が進んでいる^{[35]-[45]}。近年では双ロール法の急冷凝固効果を活かし金属間化合物を微細化し、延性や曲げ特性を改善する研究も進み、その効果が確認されている^{[46],[47]}。

塑性加工用の展伸マグネシウム合金板材の製造においては、スラブから多くの熱間圧延を繰り返す必要がある。このため、展伸用マグネシウム合金板材の価格は高価となる。溶湯から直接薄板を作製することができれば省工程・省エネルギーの効果はアルミニウム合金より大きい。1982 年に Hunter は双ロール法でマグネシウム合金板材の鋳造を行っている^{[48],[49]}。その他ではオーストラリアの CSIRO^[50]、ドイツの MgF^[51]、韓国の POSCO、中国の Yiggung グループ、日本の三菱アルミニウム^[52]などがマグネシウムの双ロール法の研究や薄板の試作を行っている。

また、マグネシウムの双ロール法では急冷凝固により、従来の鋳造法では難しいアルミニウム添加量の高いマグネシウム合金板材の製造も可能である。渡利ら^[53]は Mg-Al-Mn 系と Mg-Al-Zn 系合金の中でも比較的高アルミニウム含有である AZ61, AZ91, AM60 について双ロール鋳造の検討を行っている。さらに AZ91 よりもアルミニウム添加

量の高い AZ101, AZ111, AZ121 の双ロール鑄造を試み AZ121 についてはビッカース硬度 90HV が得られている^{[53]-[54]}. 今後, 双ロール法の利点を生かしてさまざまな合金種への対応や自動車ボディー用に対応した板幅の広幅化の開発が進むことが期待されている.

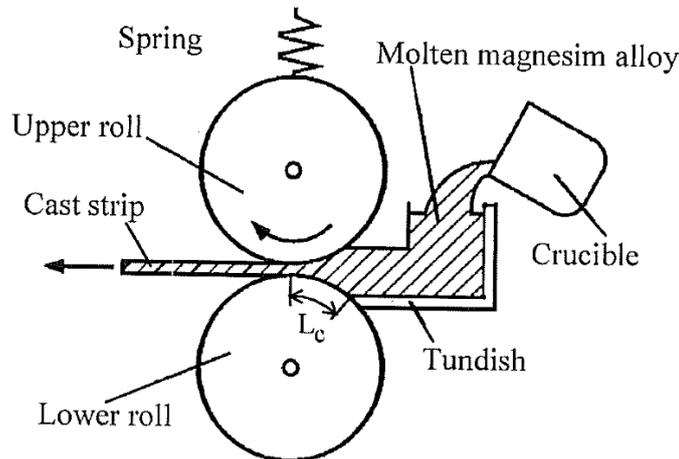


Fig 1.8 Schematic illustration of a horizontal twin casting process ^[53]

(4)ダイカスト

ダイカストは溶融金属を高圧で金型内へ射出充填して凝固させ所定の形状の部品を成形する方法である. 工業的にはアルミニウム合金, 亜鉛およびマグネシウム合金に適用されている. 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^[57]. コールドチャンバー法は, 鑄造圧力は 40~80MPa と高く大物製品の鑄造に適している. ホットチャンバー法は鑄造圧力 40MPa 以下と低いが, 射出部が溶解炉中に納められているため湯廻り性が良好である. コールドチャンバー法よりも薄肉化, 生産性において優れている. 溶融マグネシウム合金に対する鉄の最大固容量は無視できるほど小さい. このため金型寿命の点では, マグネシウムのダイカストはアルミニウムのダイカストに比べ優位である. しかし, マグネシウムのダイカストは, アルミニウムのダイカストに比べて鑄造歩留まりが悪く, また再溶解の場合の高品質化技術が確立されておらず費用も高い. また, 厚みの変化が大きい部品の製造では, 凝固が遅くなり凝固収縮による引け巣も発生しやすい. これらの要因により, ダイカストによる高強度マグネシウム部品の成形の例は少ない.

(5) 塑性加工

マグネシウムの結晶構造は最密六方格子のためアルミニウムや鉄に比べて室温での塑性加工性は劣る。しかし、300℃程度になると圧延や押出などが容易になる。マグネシウム合金の塑性加工法は鍛造、プレス、押出、曲げ加工などがあり通常は熱間で成形が行われる。近年では展伸材や板プレス成形に関する研究や鍛造における加工性改善の研究が行われている^{[58]-[64]}。

Fig 1.9 はマグネシウム合金およびアルミニウム合金における 0.2%耐力と結晶粒径の関係を示す^[58]。マグネシウム合金の機械的性質はアルミニウム合金に比べて結晶粒径に大きく依存し結晶粒を微細化することで室温強度、延性の向上が期待できる。

マグネシウム合金の塑性加工プロセスのメリットは熱間または温間加工により動的再結晶が誘発され微細な結晶粒を有する金属組織が得られることにある。特に熱間押出加工では金型内に置ける静水圧成分を高めることが可能なため、加工性に乏しいマグネシウム合金に強加工を加えることが可能となり結晶粒径が微細化しやすい。

熱間押出加工後の AZ91 合金で約 5 μm 以下の微細な結晶組織が得られた報告もある^[65]。**Table 1.6** にマグネシウム合金の鑄造材と押出材の引張特性を示す^[58]。押出材は鑄造材に比べて高い強度を示し、伸びも大きい。押出により延性が向上するメカニズムについて、Mohri ら^[66]は結晶粒が微細化すると破壊形態が粒界破壊から粒内破壊になるためと報告している。

千野ら^[67]は結晶粒径が 8 μm 程度まで微細化された試料を用いて 150℃、200℃および 300℃で圧下率 86%までの自由鍛造を行い、割れのない良好な鍛造成形品が得られることを報告している。また、微細化したマグネシウム合金を鍛造用素材として用いることで成形性が改善されることが示されている。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^{[68],[69]}。さらに予成形体(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鑄造鍛造法の研究も行われている^{[70],[71]}。しかし、いずれも強度面や生産性の面で課題があり自動車のような高強度が要求される部品の実用例はない。

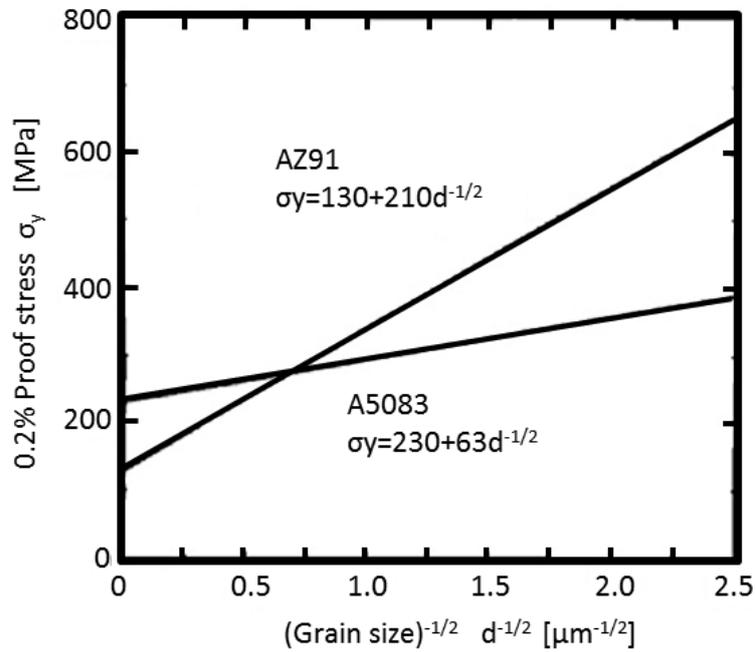


Fig 1.9 Relationship between 0.2% proof stress and grain size of AZ91 and A5083 ^[58]

Table 1.6 Strength at room temperature of cast and extruded material of Mg alloy ^[57]

Material		Tensile strength MPa	0.2% proof stress MPa	Elongation %
Casting	AZ91(F)	131	72	1-3
	AZ91(T6)	235	108	3
Forging	ZK60(F)	275	196	5
	ZK60(T5)	314	265	4
Extrusion	AZ91	341	244	13
	ZK60	371	288	18

1.4.4. マグネシウム合金の鍛造加工における課題

マグネシウム合金の鍛造加工法は成形と組織制御を同時に行える可能性があり、今後大変有効な製造プロセスと言える。しかし、現状では大規模な普及には至っていない。その原因はマグネシウム合金特有の課題である生産性と冷間における塑性加工性の低さにある。さらに、自動車部品等では満足すべき機械的強度が得られていないことも実用化への障害の一つである。マグネシウム合金の鍛造加工法には生産性、塑性加工性(鍛造加工性)、機械的強度の改善といった複数の課題がある。本節ではマグネシウム合金の鍛造加工法の技術課題と展望について述べる。

1.4.5. 高強度化に及ぼす結晶組織の影響

(1) 双晶変形^{[72]~[74]}

マグネシウムのすべり変形は底面すべり、柱面すべり、錐面すべりの三種類に分類される。またマグネシウムの変形過程において双晶が観察されることはよく知られている。最もよく観察される双晶はC軸に引張応力が負荷された場合に(10 $\bar{1}$ 2)を双晶面として生じる。(10 $\bar{1}$ 2)双晶は引張双晶のためC軸に圧縮応力が付加される条件では形成されない。双晶変形により生じるひずみはそれほど大きくないが、双晶が形成されると結晶方向が大きく変化するため、各すべり系に作用するせん断応力も変化する。従って、双晶変形は容易なすべり変形を誘発し、室温および高温における変形特性に複雑な影響を与え、その結果として延性、加工性、再結晶挙動、機械的特性にも影響を及ぼす。

(2) 強度の結晶粒径依存性

金属の機械的強度は結晶粒の大きさに依存し(1)式に示されるホールペッチ則で表される。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^[75]。

$$\sigma_y = \sigma_0 + k_y \cdot d^{-1/2} \quad (1)$$

σ_y : 結晶粒径 d のときの降伏応力

d : 結晶粒径

σ_0 : 摩擦応力

k_y : ホールペッチ係数

マグネシウムのように双晶変形が生じる場合においても、結晶粒径依存性が調べられている^[76]。また、温度が高くなるにつれて、ホールペッチ係数が2倍から8倍程度に変化することが報告されている。

一般にマグネシウム合金は双晶変形を伴うため引張強度と圧縮強度の強度比がア

ルミニウム合金に比べて大きくなる。例えば押出材ではマグネシウムの底面は押出方向に平行に配向した集合組織を形成するため、押出方向の引張試験では底面にすべり変形が生じ、押出方向の圧縮試験では底面に双晶変形が生じる。このようにマグネシウム合金は強度異方性を伴う。Wangら^[76]はAZ31押出材を用いて降伏応力の異方性と結晶粒径の関係について調べ、結晶粒径4 μm 以下で異方性がほとんどなくなること明らかにしている。このように、マグネシウム合金における結晶粒径の微細化は高強度化だけでなく異方性の改善にも寄与し、機械的特性の改善にも有効である。

(3)動的再結晶

マグネシウム合金の結晶粒微細化についてはその生成機構が明らかになりつつある。坂本ら^[78]はAZ91連続鋳造材の圧縮試験により動的再結晶が生じ結晶粒が微細化することを明らかにしている。Mohriら^[79]はマグネシウム合金の高温変形中の組織変化を観察し、連続再結晶により動的な微細組織が得られることを明らかにした。

鎌土^[80]はマグネシウム合金の動的再結晶挙動について、従来の鋼やアルミニウム合金で生じるような高ひずみ領域でひずみの無い新しい結晶が形成される場合の動的連続再結晶とは異なり、元の結晶粒の分割によって動的な連続再結晶が生じることを明らかにしている。マグネシウム合金の機械的特性の改善に有効な動的再結晶の研究は進みつつあるが、結晶粒微細化を生じさせる塑性加工技術についての研究例は少なく、また、成形性までを検討している研究例はあまり見られない。

1.4.6. 連続鋳造材からの直接鍛造の可能性

マグネシウム合金の結晶粒の微細化について、鎌土^[80]の報告では動的な連続再結晶で得られる結晶粒径が再結晶前の粒径に依存することを明らかにしている。これは、結晶粒が微細な素材を鍛造加工など強加工することできわめて微細な再結晶粒組織が得られることを意味しており、機械的特性の改善に有効であると考えられる。ここで、結晶粒が微細な素材としては押出材^[81]が候補として考えられるが、鍛造用の素材に押出材を用いることは、価格面での優位性が低い。一方で、マグネシウム合金の連続鋳造材の微細化についても研究が進んでおり鍛造用素材として適用することは技術的には可能である。

マグネシウム合金連続鋳造ビレットの製造技術においては、アルミニウム合金の技術が応用された研究が進められ、凝固組織の微細化とマグネシウム特有の発火の課題などについて進展が見られている^{[82]~[88]}。山下ら^[89]は急冷凝固による凝固組織の微細化技術のうち鋳型を断熱構造として鋳型下部からの直接水冷により連続的に鋳塊を形成する方法を開発し、晶出物間隔(DAS: Dendrite Arm Spacing)を15 μm 以下に微細化できることを報告している。

宮本ら^[90]は、AZX910 合金 (Mg-9%Al-1%Zn-0.5%Ca) 鋳造材を用いて DAS と限界据え込み率の関係を調べ、DAS および結晶粒径が小さくなると限界据え込み率は向上し鍛造性が改善することを明らかにしている。斉藤らの研究^{[91]~[94]}では、鋳造材から直接熱間鍛造を行い、動的再結晶を生じることで結晶粒径が微細化していることが報告されている。これらの成果は微細化した鋳造材を鍛造素材に用いることによって鍛造成形性と機械的強度を向上することが実現できることを示した結果であり、さらに押出材を用いず鋳造材からの直接鍛造が可能であることを示している。すなわち、押出材を使用しないため価格面での問題を改善できる。

岩崎ら^{[95],[96]}は凝固組織を平均粒径 150 μm まで微細化した AZ91 マグネシウム合金連続鋳造材を 300 $^{\circ}\text{C}$ で据え込み、結晶粒の挙動を調べた。その結果、据え込み後の結晶粒は約 6.1 μm まで微細化することを明らかにした。また、鍛造用素材のブランク高さを 35mm から 48mm へ変更し結晶組織に及ぼすひずみ速度の影響を調べた結果、ひずみを与えることで結晶粒はさらに微細化することを明らかにした。この結果、強ひずみの付与が動的再結晶を促進し、300 $^{\circ}\text{C}$ 程度の低温でも割れない成形品が得られていることを報告している。

このように、凝固組織を微細化した鋳造材を鍛造用素材に用いることで押出材を用いずに鋳造材から直接鍛造しても良好な鍛造成形性が得られることが明らかになってきた。しかしながら、現状ではマグネシウム合金は自動車部品に使用されるような高強度部品への適用性についての検討は充分おこなわれてはいない。

1.4.7. 強加工による高強度化

マグネシウム合金はホールペッチ係数が大きく、微細化が機械的強度に有効に作用する^{[58],[80]}。近年では、マグネシウム合金の動的再結晶を利用した結晶粒径微細化の最適生成プロセスの検討が進んでいる。邢ら^[97]は AZ31 合金押出材を用いて温間の多軸鍛造加工を行い微細組織の生成過程および機械的特性の改善効果を調べ、加工温度 130 $^{\circ}\text{C}$ において累積ひずみ 5.6 の大ひずみ加工をおこなうことで 0.23 μm まで結晶粒を微細することを明らかにしている。このとき室温の引張強さは 500MPa 以上が得られ、強加工における機械的特性の著しい改善結果を定量的に示した。

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試みとして ECAP もしくは ECAE (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例がある^{[98]~[100]}。また、動的再結晶を利用した強加工プロセスの提案もある^{[101],[102]}。さらに、ダイスまたはコンテナの回転により材料をねじりながら押出するねじり押出法は単一連続工程で効率よく巨大ひずみを導入でき、ねじり変形では難しい中心部の微細化も可能である。また、マグネシウム合金のような脆性的な材料にも適用できるため良好な熱間あるいは温間加工性を付与できる利

点がある^{[103]-[108]}.

HPT(High-Pressure Torsion)法は、上下の金型で試料に高圧力を加えたまま金型を相対的に回転させて試料をねじることによって、ひずみを加える方法である。原井ら^[108]は AZ61 に関して 150℃と室温で HPT 加工を加えることで結晶粒をそれぞれ 0.22μm と 0.11μm まで微細化することに成功し、HPT 法の有効性を明らかにしている。また、ECAE 法を用いても高強度化することが報告されている^{[97],[100]}。

このようにマグネシウム合金における強加工プロセスの取り組みは多い。しかしながら、自動車部品のような汎用性の高い部品へ工程が複雑化するプロセスを適用することは高コスト化を招くという課題もあり、今後、工程を簡略化するための研究が必要である。また強加工プロセスの研究では押出材を用いたものが大部分であり、コスト面で優位性を得るためには鍛造材を用いることが有利と考えられるが研究事例は少ない。また、これまでの報告では結晶粒径の微細化の視点では良好な結果が得られているものの、塑性加工中の加熱や加工後の熱処理による微細組織の変化を調べた報告はあまりない。マグネシウム合金の熱間鍛造を実用化するためには成形する部品の形状に類する調査が必要と考えるが、従来実用化を意識した研究例は少ないのが現状である。

1.4.8. 高強度耐熱マグネシウム合金の開発

河村ら^{[109],[110]}は長周期積層構造という新規な原子配列構造を持つマグネシウム合金を見出し、粉末冶金法や鍛造法などを用いて超ジュラルミンを上回る降伏強度を持つマグネシウム合金を開発した。現在のところイットリウム(Y)のほかにジスプロシウム(Dy)、ホルミウム(Ho)、エルビウム(Er)の三種類の希土類金属に対しても長周期積層構造が形成されることがわかっている。

長周期積層構造型鍛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も得られている^{[111],[112]}。一方、マグネシウムで問題となる可燃性については発火温度が 470~550℃とされるが、マグネシウムにカルシウム(Ca)、酸化カルシウム(CaO)、イットリウム(Y)などを 1~2wt% 添加することで発火温度を 620~810℃に改善されることが報告されている^{[113],[114]}。河村ら^[115]は Mg-Al-Ca 系合金の Al と Ca の添加量をそれぞれ 8~11wt%、4.0~6.5wt% 添加することで(Mg,Al)₂Ca 金属間化合物と α-Mg の二相で構成され合金を塑性加工することで、金属間化合物を微細分散して高い機械的強度が発現することを明らかにした。この研究は、これまでマグネシウム合金がアルミニウム合金に比べて不利とされてきた発火性と機械的強度を同時に改善できる画期的な成果と言える。Fig 1.10 に長周期積層構造型マグネシウム合金(KUMADAI-Mg 合金)の比強度を示す。KUMADAI-Mg 合金はアルミニウム合金を凌駕する機械的強度にまで改善されている。

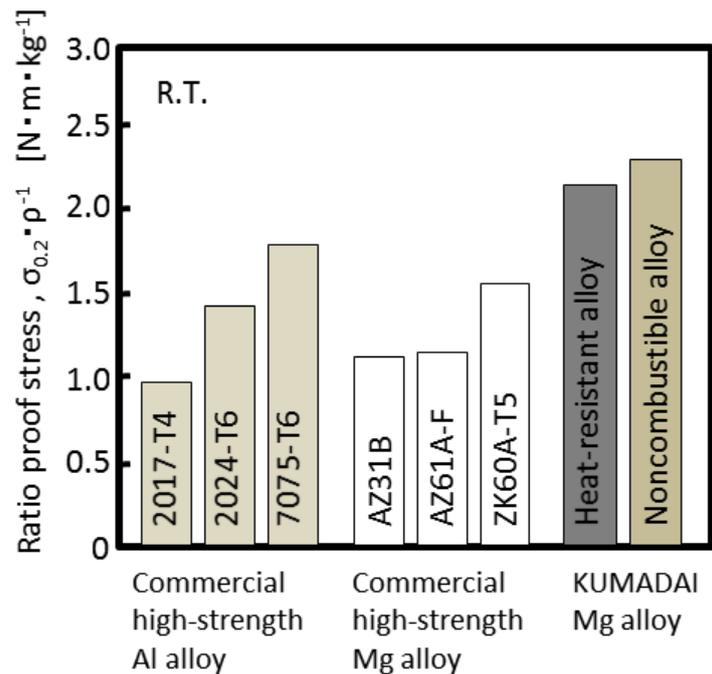


Fig 1.10 Specific strength of heat resistant Mg Alloys with Long Period Stacking Ordered Structures ^[115]

一方, Mg-Zn-RE 系合金で析出する規則 GP ゾーンが汎用型合金となりうる Mg-Zn-Ca 系および Mg-Al-Ca 系でも金属間化合物が析出し, 顕著な時効硬化を発現することが報告されている^[116]. 鎌土ら^{[117],[118]}は Mg-Al 系合金に Ca と Mn を添加した Mg-Al-Ca-Mn 系合金の機械的特性と耐熱性の改善を検討した結果, Mg-3.6Al-3.3Ca-0.4Mn (mass%) 合金の DC 連続鋳造材を用いて押出加工した押出材において **Fig 1.11** に示すように, 引張強さ 420MPa, 引張耐力 410MPa, 伸び 5.6% が得られることを明らかにした. これは既存の展伸材マグネシウム合金やアルミニウム合金に匹敵する強度である. このように Mg-3.6Al-3.3Ca-0.4Mn 合金は汎用型合金にもかかわらず高強度アルミニウム合金並みの機械的特性が得られるため今後の応用が期待される.

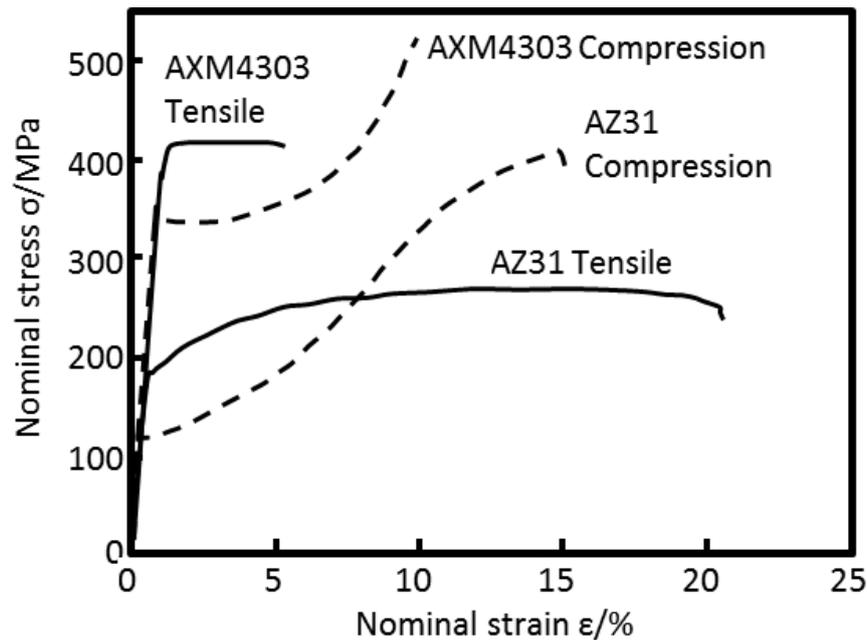


Fig 1.11 Mechanical strength of Mg-3.6Al-3.3Ca-0.4Mn alloy extruded material ^[80]

1.4.9. 高強度化における問題点

本章においてマグネシウム合金の高強度化における問題点について以下に要約する。

- (1) マグネシウム合金の高強度化において強加工技術の研究，提案がなされているがいずれも複雑工程を要する。提案の多くが押出材を用いており汎用性の高い部品への適用は高コスト化を招くおそれがある。
- (2) マグネシウム合金の連続鋳造材を直接鍛造して高強度化，生産性向上させる研究も実施されている。しかし現状では自動車機構部品の要求特性を満足できるような機械的強度は得られていない。鍛造成形についても複雑形状部品への応用研究は進んでおらず十分な知見がない。
- (3) マグネシウム合金の材料に関する研究は活発に行われ，アルミニウム合金より高強度，耐熱性を有することが報告され，その詳しい機構も明らかにされつつある。しかし，このような合金を用いた成形加工の研究は押出加工に留まる程度である。鍛造加工やその他の加工法を適用した研究はほとんど行われていない。

1.5. 本研究の目的と意義

これまでマグネシウム合金に関しては、材料特性の改善および高強度化の研究は活発に行われてきている。同様にマグネシウム合金の加工プロセスについても結晶粒微細化プロセスの考案や従来プロセスの高度化が積極的に研究されている。マグネシウム合金が高強度部品へ適用された事例はほとんどない。これについてはさまざまな理由が考えられるが、従来の高強度マグネシウム合金に関する研究は、材料開発と加工プロセス開発の両面を見据えた取り組みが行われていないこともその一因と考えられる。

本研究の目的は、自動車用部品へのマグネシウム合金の適用を目的として、マグネシウム合金の成形性と機械的強度の同時に実現できる鍛造加工法の開発をおこなうことにある。

本研究は次のような考えにもとづきマグネシウム合金の高強度化の研究を実施していく。まず、研究対象の部品として自動車の燃費改善に大きく影響する自動車エアコン用圧縮機を想定し、そのうちの駆動部品となるスクロール部品の軽量化を目指すことを目標とする。マグネシウム合金組成は、市場性を考慮し希土類金属フリーの合金系とする。本研究では鎌土らの開発した¹⁸⁰Mg-3.6Al-3.3Ca-0.4Mn 合金 (AXM4303 合金) を断熱鋳型法により急冷凝固した連続鋳造ビレット¹⁸⁹を用いる。また、汎用マグネシウム合金 AZ91 合金ならびに高アルミニウム含有高強度マグネシウム合金 AZ101, AZ121 および AZ131 合金を双ロール法で急冷凝固した連続鋳造材¹⁵³-¹⁵⁶を用いる。部品の成形加工プロセスは生産性向上をねらい既存の鍛造加工法を高度化する取り組みを目指す。これらの検討を実施することにより、これまで実現不可能であった汎用マグネシウム合金を用いた高強度部品の鍛造プロセスを開発し、そのメカニズムを解明することが本研究の目的である。

本研究で得られた成果は自動車エアコン用圧縮機の部品軽量化の実現に寄与するだけでなく、他の自動車部品、さらには他の産業分野にマグネシウム合金の利用を拡大することに貢献できる。

1.6. 本研究の構成

本論文は以下の 6 章から構成される。各章の概要は以下の通りである。

第 1 章では自動車部品の軽量化の背景とマグネシウム合金の可能性について概要を述べる。その後マグネシウム合金の性質と特徴についてまとめてからマグネシウム合金の高強度化に関する従来研究の事例と課題について整理し本研究の位置づけと目的および研究意義について述べる。

第 2 章では、近年開発された耐熱性マグネシウム合金 Mg-Al-Ca-Mn 系合金 (AXM4303) の連続鋳造材を直接鍛造加工するための基礎的特性を調べるために、まず円柱試験片を用いた圧縮試験を実施し、温度およびひずみ速度に対する変形抵抗を調べる。次に、材料と金型間の摩擦係数に及ぼす潤滑剤の影響について調査するため、リング圧縮試験を実施し金型への固着状態を調査し 300℃と 400℃における潤滑剤の摩擦係数を算出する。さらに圧縮加工時の変形抵抗に関して、有限要素解析によって得られた解析値と実験値を比較することでその妥当性を検証する。

第 3 章では、AXM4303 合金連続鋳造材の直接鍛造加工法の確立を目指す。本章では前方押出と後方押出の成形部位を有する二重円筒型形状の金型を用いて、鍛造成形性に及ぼす加工温度および加工速度の影響を調査する。さらに実験で得られた鍛造成形品から引張試験片を採取し、機械的特性の評価を行い、AXM4303 合金の鍛造成形品の強度を明らかにする。また、得られた鍛造成形品の組織観察と結晶方位解析によって成形品の機械的強度の向上メカニズムを検討し最適な鍛造加工条件を提案する。

第 4 章では、第 2 章と第 3 章で得られた知見をもとに AXM4303 合金を用いて自動車エアコン用圧縮機部品であるスクロールの鍛造加工を試みる。本章では、スクロール形状の鍛造金型を用いて実験を行い、試験温度 350℃以下での鍛造成形性および機械的特性の向上を目的として、背圧が鍛造成形に与える影響について調査する。また、マグネシウム合金の熱間鍛造において背圧を付与した場合の鍛造成形限界および機械的特性について調査する。さらに、高強度マグネシウム合金のスクロールの最適製造条件を明らかにするため、鍛造成形品の組織観察および結晶方位解析を行い、機械的特性を向上させるためのメカニズムを検討する。

第 5 章では、Al 量を 9~13% に調整した AZ91, AZ101, AZ111, AZ121, AZ131 マグネシウム合金板材を双ロール法によって製造し、これを鍛造用素材として使用することを試みる。双ロール法によって得られた高強度マグネシウム合金鋳造材の変形抵抗曲線を求めるために圧縮試験を実施し、変形特性に及ぼす Al 含有量の影響を調査する。また、ピン形状の鍛造金型を用いて高 Al 含有マグネシウム合金鋳造材の鍛造試験を実施し、鍛造成形性、機械的特性および結晶組織を調査し、高 Al 含有マグネシウム合金鋳造材の熱間鍛造における基礎的な成形性を明らかにする。さらに、双ロール法によって得られる高 Al 含有マグネシウム合金鋳造材の鍛造部品への有効性を検討する。

第 6 章では本研究で得られた結論を述べ、本研究の総括と今後の課題について述べる。

第2章 Mg-Al-Ca-Mn 系合金の変形挙動

2.1. 緒言

自動車等の輸送機器では CO₂ 排出規制の強化にともない部品軽量化の取り組みが進んでいる。マグネシウム(Mg)合金はアルミニウム(Al)合金に比べ軽量で比剛性が高いことから輸送機器への適用が検討され実用化も進んでいる。しかし、実用例の大部分が鋳造部品であり、高い強度が要求される構造部材への適用は限られている。今後さらにマグネシウム合金の適用範囲を広げるためには鋳造部品よりもさらに部品強度や寸法精度、生産性に優れる鍛造部品の実用化が欠かせない。近年、押出加工を施すことで再結晶組織とし機械的強度の向上や鍛造加工性の改善が進み^{[119]-[121]}、押出材を素材とする鍛造加工に関する研究が進みつつある。鍛造加工における生産性を考慮した場合、押出材を加工したのちに鍛造加工をするよりも鋳造材を直接鍛造加工するほうが有利である。しかしながら、鋳造材から直接鍛造加工する方法では加工性や機械的強度の面で課題が多いため、これまでは十分な検討が進んでいるとは言いがたい。

高強度マグネシウム合金の研究においては、河村らは Mg-Al-Ca 系合金の Al と Ca の添加量をそれぞれ 8~11wt%、4.0~6.5wt% 添加することで(Mg,Al)₂Ca 金属間化合物と α-Mg の二相で構成された合金とし、この合金を塑性加工することで金属間化合物を微細に分散して高い機械的強度を発現できることを報告している^[115]。鎌土らは Mg-Al 系合金に Ca と Mn を添加した Mg-Al-Ca-Mn 系合金の機械的特性と耐熱性の改善を検討した結果、Mg-3.6Al-3.3Ca-0.4Mn (mass%) 合金の連続鋳造材を用いて押出温度 350℃、押出ラム速度 0.1mm/s、押出比 20 の条件で押出した押出材において引張強さ 420MPa、引張耐力 410MPa、伸び 5.6% が得られることを明らかにしている^{[80],[118]}。

一方、マグネシウム合金は高温で活性なため熱間鍛造時に金型への付着が発生し、成形品の排出が困難となることや、鍛造加工時の成形荷重が大幅に上昇するため、マグネシウム合金の熱間鍛造に適切な潤滑剤の開発が必要である。マグネシウム合金の熱間鍛造に関するこれまでの研究においては、潤滑剤に着目した検討例は少ない。特に加工中のマグネシウム合金素材と金型間の摩擦係数に関する定量的な報告は少ない。

鍛造加工では素材と工具間の摩擦係数はリング圧縮試験法により測定する方法が知られている^[122]。リング圧縮試験法では素材の変形抵抗も実測できる。加田らは摩

擦や加工発熱，熱移動の影響を定量化し，実測した変形抵抗からこれら影響を除外した熱連成剛塑性有限要素法による等温変形抵抗の算出方法を報告している^[123]。

本章では近年開発された耐熱性マグネシウム合金 Mg-Al-Ca-Mn 系合金 (AXM4303) の連続鋳造材^[117]を直接鍛造加工するための基礎的特性を調べるために，まず円柱試験片を用いた圧縮試験を実施し，温度およびひずみ速度に対する変形抵抗を明らかにする。次に，材料と金型間の摩擦係数に及ぼす潤滑剤の影響について調査するため，リング圧縮試験を実施し金型への固着状態を調査し 300℃と 400℃における潤滑剤の摩擦係数を算出する。さらに圧縮加工時の変形抵抗に関して，有限要素解析によって得られた解析値と実験値を比較することでその妥当性を検証する。

2.2. 材料試験による変形抵抗と摩擦係数の算出

2.2.1. 供試材料

供試材料は AXM4303 合金 Mg-4%Al-3%Ca-0.3%Mn(mass%) の連続鋳造材 (φ75mm, 三協マテリアル製 現:三協立山) を用いて円柱試験片およびリング圧縮試験を切り出した。試験片は旋盤加工後，研磨紙で研磨しアセトンで脱脂した。鋳造材の平均結晶粒径は 150~200μm である。Table 2.1 は JIS4 号試験片の常温引張試験から得られた AXM4303 連続鋳造棒の鋳造方向と直径方向における機械的特性を示す。

Table 2.1 Mechanical properties of continuous casting material AXM4303

Direction of test piece	0.2% proof stress [MPa]	Tensile strength [MPa]	Elongation [%]
Casting direction	103	147	0.95
Diametrical direction	100	148	0.84

2.2.2. 変形抵抗および摩擦係数の測定

本章では材料の変形抵抗は単軸圧縮試験から求め，潤滑環境下の金型と材料の摩擦係数はリング圧縮試験から算出した。Table 2.2 に実施した圧縮試験の各条件をそれぞれ示す。表中の No.1 は単軸圧縮試験により AXM4303 合金の変形抵抗を取得するための条件を示す。No.2 はリング圧縮試験により三種類の潤滑剤での材料と

金型間の摩擦係数を求め、同時にそれぞれの潤滑環境下での変形抵抗も求めるための条件を示す。さらに No.3 は鍛造用プレス機を用いて異なるプレスモーショでリング圧縮試験を実施し、摩擦係数に及ぼすプレスモーシヨンの影響を明らかにするための実験条件を示している。No.3 のリング圧縮試験では、得られた変形抵抗曲線を用いて有限要素解析を実施し、加工発熱を考慮しない場合の等温変形抵抗曲線を算出する試みを行った。

Table 2.2 Compression test conditions for simple and ring compression tests

No.	Test method	Test temperature [°C]	Strain rate [s ⁻¹]	Head rate [mm/s]	Compression rate [%]	Lubricant
1	Simple compression	300	0.1	1.2	70	Mica plate
		350	0.1	1.2		
		400	0.01, 0.1, 1	0.1, 1.2, 1.0		
2	Ring compression	300	0.7	3.5	50	GM-100 HF5164 YAFU-156
3	Ring compression	300	Constant motion ^{a)}	Constant motion ^{a)}	50	GM-100
			Puls motion ^{b)}	Puls motion ^{b)}		

a) Shown in Fig 2.7, b) Shown in Fig 2.8

2.2.3. 単軸圧縮試験

Fig 2.1 は単軸圧縮試験に用いる円柱試験片の形状を示している。円柱試験片は、供試材料を機械加工にて半径の 1/2 の位置における円柱試験片を棒の長手方向とすえ込み方向が平行となるように直径 8mm、長さ 12mm の円柱形状を削り出した。

圧縮試験では熱間加工再現試験装置 (THERMECMASTOR-Z 富士電波工業製) を用いて高周波コイルにて所定の試料温度で試験を行った。圧縮試験中の試験片温度の低下を防ぐため、断熱材として **Table 2.2** に示す雲母薄板を用いた。圧縮試験の温度プロファイルを **Fig 2.2** に示す。試験片は大気中で高周波誘導加熱により試験温度より 20°C 低い温度まで 10°C/sec で昇温し、その後、試験温度まで 1°C/sec にて昇温し 10min 保持したのちに圧縮試験を開始した。試験後は Ar ガスにて直ちに冷

却した。Table 2.3 に圧縮試験の条件を示す。

圧縮試験後に得られた試料は中心で縦切りに切断した後、樹脂埋めし、炭化シリコン耐水研磨紙 #500, #800, #1000, #1200, #2400, #4000 で研磨し 粒径 $15\mu\text{m}$ と $3\mu\text{m}$ のダイヤモンド研磨液で仕上げ、腐食(腐食液:ピクリン酸 3g, 酢酸 3g, 蒸留水 9ml, エタノール 90ml)させた後、試料断面と組織を光学顕微鏡で観察した。

試料断面の硬度測定はマイクロビッカース硬度計により荷重 9.8N, 保持時間 15s で行った。

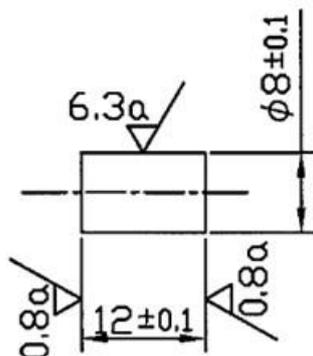


Fig 2.1 Compression test piece (Unit: mm)

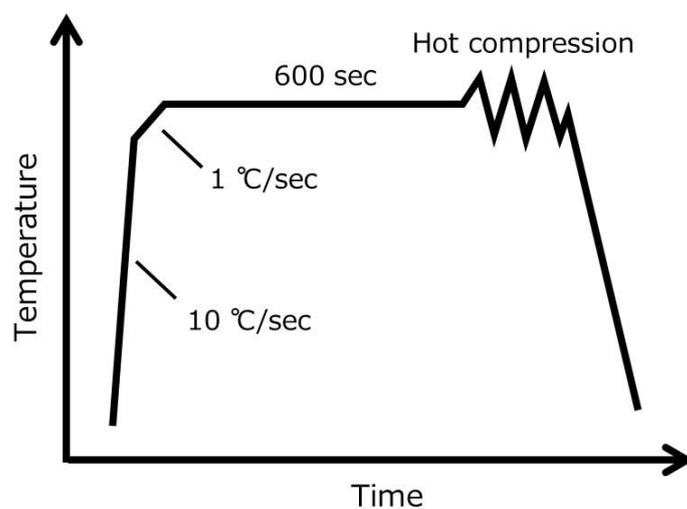


Fig 2.2 Temperature profile in compression test

Table 2.3 Test conditions of compression test

No.	Compression ratio [%]	Test temperature [°C]	Strain rate [s ⁻¹]	Compression rate [mm/s]
1		300	0.1	1.2
2		350	0.1	1.2
3	70	400	0.01	0.1
4		400	0.1	1.2
5		400	1.0	12

2.2.4. リング圧縮試験

リング圧縮試験は **Fig 2.3** に示すリング状の試験片を圧縮し、変形前と変形後の内径と高さから金型と試験片との間の平均的な摩擦係数を求める方法である。摩擦係数が小さい場合には内径が大きくなり、反対に摩擦係数が大きい場合には内径が小さくなる。従って、圧縮率に対する内径変化率を読みとることにより摩擦係数を算出することができる^[122]。

本章では三種類の潤滑剤を用いた場合の金型と材料間の摩擦係数を算出している。摩擦係数はリング圧縮試験前後の内径と高さを測定し、(2)式および(3)式に示す圧縮率 $\Delta h/h_0$ と内径変化率 De から、有限要素解析により算出した校正曲線を用いて求めた^[137]。校正曲線は、熱連成剛塑性有限要素法で算出した等温変形抵抗をせん断摩擦係数ごとにリング圧縮試験を再現して作成した。**Fig 2.4** にリング圧縮試験片の寸法を示す。試験片は外径 20mm、内径 10mm、高さ 5mm とし表面粗さを 0.2 μ m Ra に調整した。



Fig 2.3 Deformation of ring specimen during compression

$$\Delta h / h_0 = (h_0 - h) / h_0 \times 100 \quad (2)$$

$$De = (d_0 - d) / d_0 \times 100 \quad (3)$$

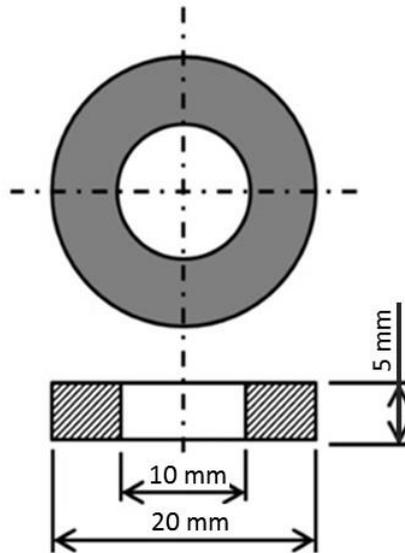


Fig 2.4 Ring compression specimen

Table 2.4 に試験に用いる潤滑剤の詳細を示す. Table 2.5 にリング圧縮試験の条件を示す. Fig 2.5 と Fig 2.6 にリング圧縮試験に用いた試験装置と圧縮治具の外観を示す. 試験にはテンシロン万能試験機 (RTF-2430 型 エー・アンド・デイ製) を用いた. Fig2.6 に示すように試験機の上側ロッドと下側筐体部にそれぞれ圧縮プレートを固定した治具を設置し試験を行った. 試験中の温度は熱電対とコントローラーにより一定になるように制御した.

試験片は旋盤加工後, 研磨紙で研磨しアセトンで脱脂した. 潤滑剤は刷毛を使って試験片表面に塗布した. 潤滑剤は所定の温度に加熱された圧縮プレート上下面にも塗布し, その後, 試験片を下側の圧縮プレート中央部に設置した. 上側圧縮プレートを試験片近傍まで移動させ試験片を加熱した. 試験片の温度は表面温度計で計測し試験温度の $\pm 2^{\circ}\text{C}$ になったことを確認した後に材料を圧縮した.

Table 2.4 Details of lubricant

Lubricant name	Property	Viscosity mPa·s	Density g/cm ³
GM-100 NIHON KOHSAKUYU CO.,LTD.	Oil-based liquid	1587 (40°C)	1.08
YAF U156 YUSHIRO CHEMICAL INDUSTRY CO.,LTD.	Inorganic compound- based pastes	7310 (25°C)	1.10
HF5164 YUSHIRO CHEMICAL INDUSTRY CO.,LTD.	Graphite-based pastes	3460 (25°C)	1.03

Table 2.5 Condition of ring compression

Ring specimen size [mm]	D ₀ = 20, d ₀ = 10, h ₀ = 5
Forming temperature [°C]	300, 400
Strain rate [s ⁻¹]	0.7
Compression ratio [%]	50
Number of test	3
Tool material	SKD61

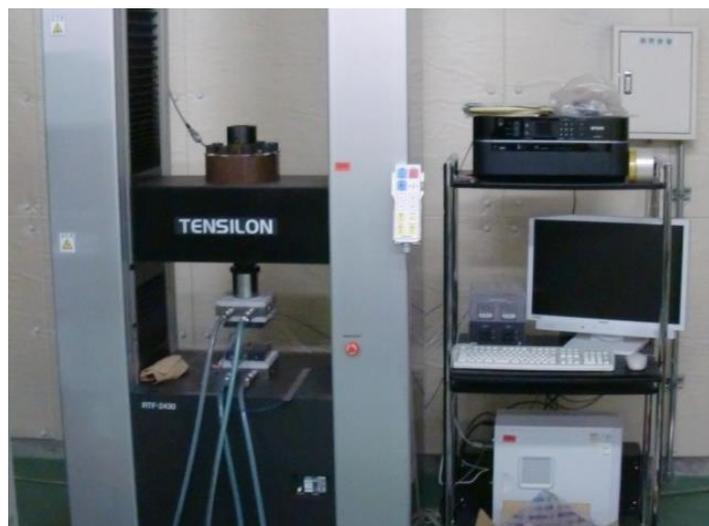


Fig 2.5 Compression test equipment

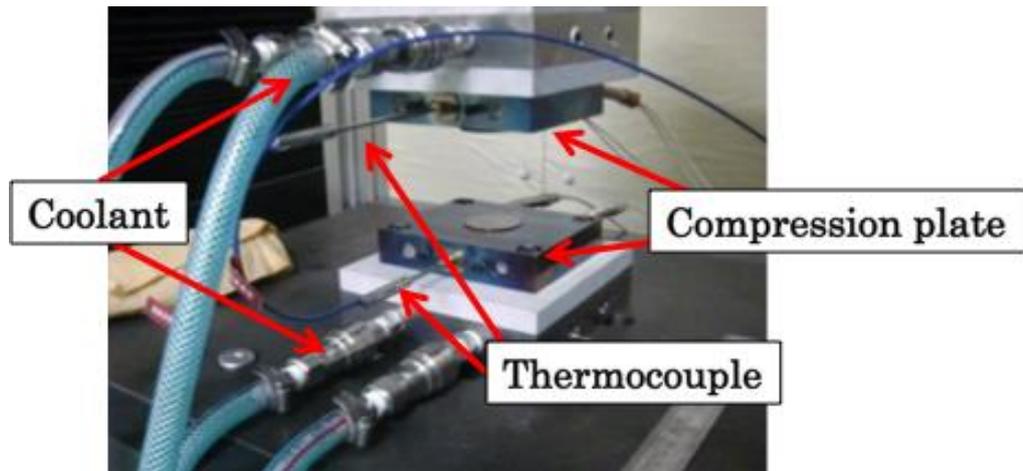


Fig 2.6 Details for compression test equipments

2.2.5. プレスモーショント摩擦係数

本実験では、摩擦係数に及ぼすプレスモーシヨンの影響を調査するため、等速モーシヨンとパルスモーシヨンの二種類のモーシヨンでリング圧縮試験を実施した。Fig 2.7 は等速モーシヨンにおける時間とストロークの関係を示している。等速モーシヨンでは圧縮速度を 0.5mm/s (ひずみ速度 $1 \times 10^{-1} \text{s}^{-1}$) となるように設定した。Fig 2.8 にパルスモーシヨンの時間とストロークの関係を示している。パルスモーシヨンでは Fig 2.8 に示すように圧縮速度を 0.5mm/s (ひずみ速度 $1 \times 10^{-1} \text{s}^{-1}$)、下降移動量を 0.5mm と上昇移動量を 0.25mm として加振を繰り返した。

Table 2.6 にリング圧縮試験の試験条件を示す。リング圧縮試験は、潤滑剤の揮発および試験片の割れの問題のない試験温度である 300°Cで行い、圧縮率は 50%とした。摩擦係数に及ぼすプレスモーシヨンの影響を調査するためのリング圧縮試験においては Table 2.2 (No.3) に示すように、最も粘度の低い GM-100 (Table 2.4 参照) を使用した。

圧縮試験に用いたプレス機は、Fig 2.9 に示す油圧デジタル電動サーボプレス (SDE1522:アマダ (株)) を使用した。プレス機の仕様は Table 2.7 に示すように最大加圧能力は 1500kN、最大背圧能力は 400kN となっている。Fig 2.10 は金型の概略図を示している。リング圧縮試験に用いる金型は工具鋼 SKD61 焼入材で、ダイスとパンチの両側には差し込み式のヒーターが内蔵され、温度コントローラーで金型温度を制御している。金型圧縮面の表面粗さは $0.7 \mu\text{m Ra}$ である。

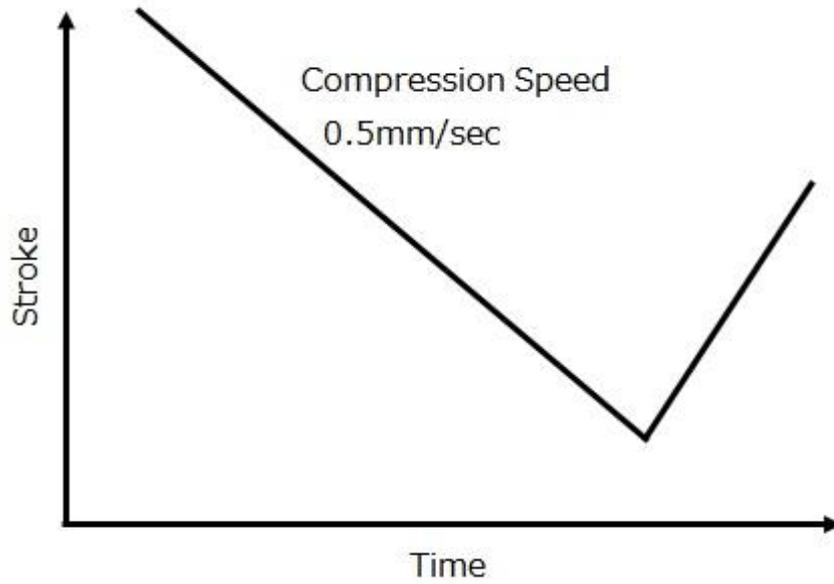


Fig 2.7 Schematic view of constant speed motion

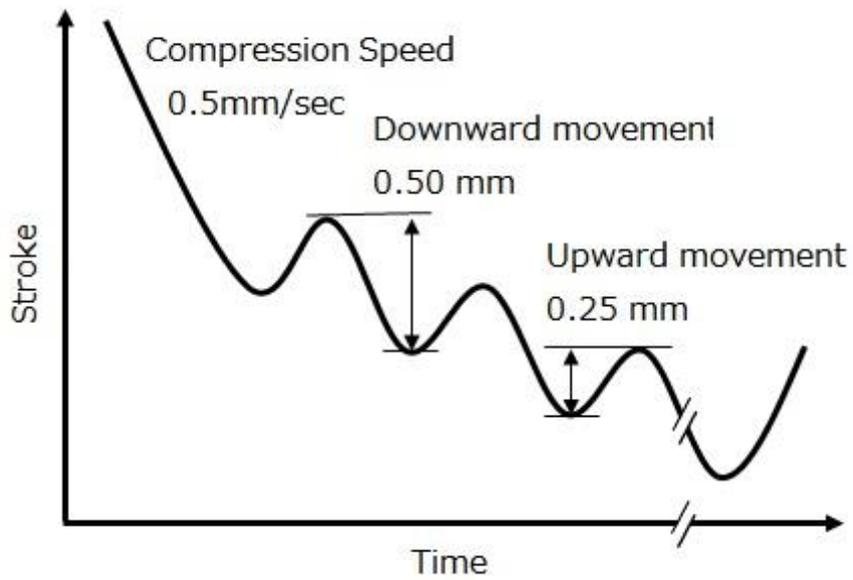


Fig 2.8 Schematic view of pulse motion

Table 2.6 Condition of ring compression test

Ring specimen size [mm]	$D_0 : d_0 : h_0 = 20 : 10 : 5$
Compression temperature [$^{\circ}\text{C}$]	300
Compression rate [%]	50
Number of test	2
Tool material	SKD61

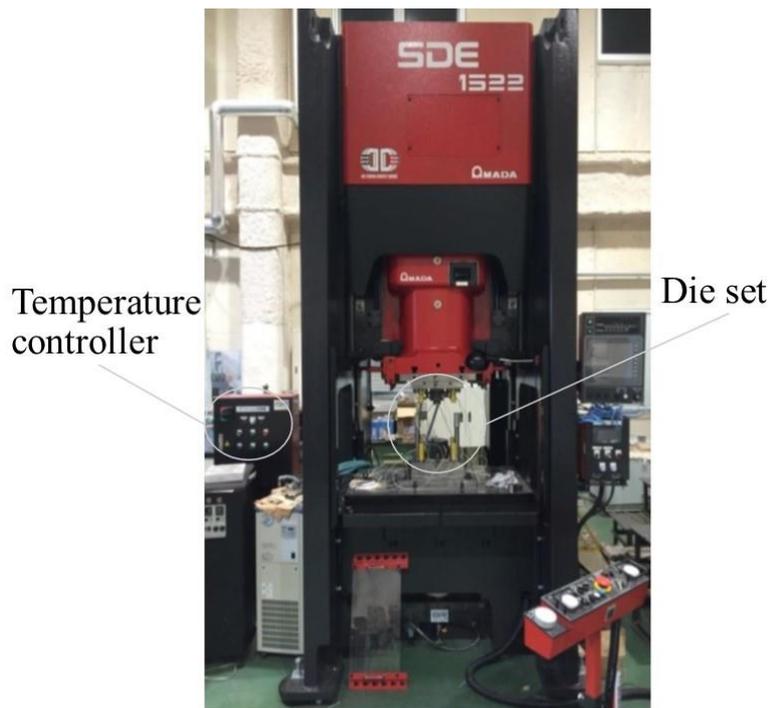


Fig 2.9 Photograph of press machine

Table 2.7 Performance of servo press (SDE1522)

Pressing capacity [kN]	1500
Ability generating position [mm]	5
Stroke length [mm]	225
Stroke per minute [spm]	~50
Die height [mm]	430
Servo motor [kW]	35
Machine mass [ton]	20
Air pressure [MPa]	0.5
Die cushion [kN]	~400

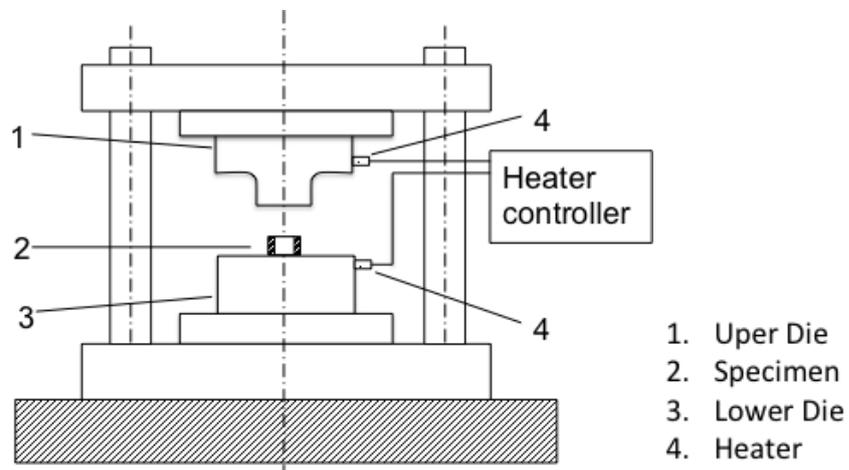


Fig 2.10 Schematic view of die

2.2.6. 有限要素法解析による材料等温変形抵抗の算出 ^[123]

本章ではリング圧縮試験で得られた変形抵抗から摩擦力，加工発熱，および熱移動の影響を取り除いた純粋な材料の変形抵抗，すなわち等温変形抵抗曲線は熱連成剛塑性有限要素を用いて算出した．始めにリング圧縮試験を実施し得られた変形抵抗曲線を(4)式により見かけの変形抵抗 $\bar{\sigma}_{nom,EXP}$ とする．なお， $\bar{\sigma}_{nom,EXP}$ は 2.2.4 節のリング圧縮試験から求めた．

$$\bar{\sigma}_{nom,EXP} = P_{max} / S_{max} \quad (4)$$

ここで， P_{max} は最大荷重， S_{max} は試験片最大断面積を示す．

見かけの変形抵抗 $\bar{\sigma}_{nom,EXP}$ は圧縮率 50%程度では摩擦，加工発熱，熱移動が小さいと仮定し等温変形抵抗の第一近似 $\bar{\sigma}_{iso,0}$ として与える．

次に摩擦による変形拘束の影響を見積もるために等温変形抵抗の第一近似 $\bar{\sigma}_{iso,0}$ を用いて熱連成剛塑性有限要素解析を行う．ここで，リング圧縮試験の高さ減少率で定義した圧縮率 $\Delta h / h_0$ をひずみに換算するために，(5)式のようにエネルギー消散率に重みを付けた平均相当ひずみ $\bar{\epsilon}_{ave}$ を求める．

$$\bar{\epsilon}_{ave} = \sum_j^n (\dot{W}_j \cdot \epsilon_i) / \dot{W} \quad (5)$$

ただし， \dot{W} は全エネルギー消散率， \dot{W}_j は各要素のエネルギー消散率， ϵ_i は各要素の相当ひずみ， $\sum \dot{W}_j / \dot{W} = 1$ である．

この結果を用いてリング試験により得られた圧縮率 $\Delta h / h_0$ と見かけの変形抵抗 $\bar{\sigma}_{nom,EXP}$ との関係，平均相当ひずみ $\bar{\epsilon}_{ave}$ と見かけの変形抵抗 $\bar{\sigma}_{nom,EXP}$ との関係に置き換える．また，等温変形抵抗の第一近似 $\bar{\sigma}_{iso,0}$ も平均相当ひずみ $\bar{\epsilon}_{ave}$ との関係に置き換える．

次に新たに変形抵抗を用いて有限要素解析により(4)式で表される見かけの変形抵抗 $\bar{\sigma}_{iso,FEM}$ を算出し，平均相当ひずみ $\bar{\epsilon}_{ave}$ の関数とする．ここで算出した見かけの変形抵抗 $\bar{\sigma}_{nom,FEM}$ と，始めに第一近似した等温変形抵抗 $\bar{\sigma}_{iso,0}$ の差が，摩擦力，加工発熱，熱移動によって生じたものと考えられる．有限要素解析で求められた見かけの変形抵抗 $\bar{\sigma}_{nom,FEM}$ と等温変形抵抗の第一近似 $\bar{\sigma}_{iso,0}$ との比をとったものを(6)式のように修正係数 g で表す．

$$g = \bar{\sigma}_{nom,FEM} / \bar{\sigma}_{iso,0} \quad (6)$$

得られた修正係数 g を用いて，リング圧縮試験で得られる見かけの変形抵抗 $\bar{\sigma}_{nom,EXP}$ を g で除して，摩擦力，加工発熱，熱移動の影響を取り除いた等温変形抵抗を求める．上記のフローを繰り返して行い，等温変形抵抗 $\bar{\sigma}_{iso,i}$ を一定値に収束させて精度の高い等温変形抵抗を算出した．

解析には有限要素解析ソフト DEFORM-3D を使用した。解析モデルは対称性を考慮して **Fig 2.11** に示す 1/4 モデルを採用し、**Table 2.8** に示す条件で解析を行った。解析対照モデルを剛塑性体、上下ダイを剛体とし、分割要素数 50000、パンチ速度 0.5m/s、試験温度 300°C で解析を行った。摩擦係数はせん断摩擦を使用し、一般的に用いられる 0.2 を採用した。材料と金型間の熱伝達率は $5000 \text{ W/m}^2 \cdot \text{k}$ とし、加工発熱として扱われる塑性エネルギー熱変換率を 0.2 とした。これはリング圧縮試験でリング試験片を圧縮した際に、試験片の側面 から熱電対を接触させ、下死点後の温度上昇を測定して、シミュレーションと実験から算出した値である。

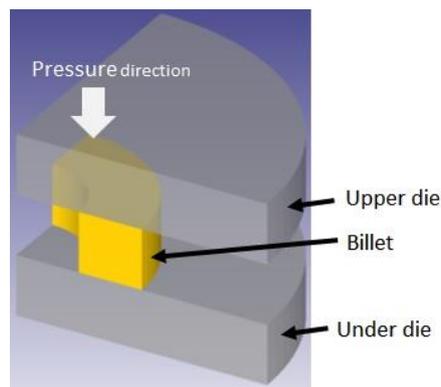


Fig 2.11 Ring compression calculation model (1/4)

Table 2.8 Analytical condition

Software	DEFORM-3D
FEM model size	1/4
Material	AXM4303
Object of billet	Rigid-plastic body
Object of die	Rigid body
Element number	50000
Punch velocity [mm/s] (Strain rate [s^{-1}])	0.5 (0.1)
Compression temperature [$^{\circ}\text{C}$]	300
Compression ratio [%]	50
Friction coefficient	0.22
Heat transfer coefficient [$\text{W}/(\text{m}^2 \cdot \text{K})$]	5000
Thermal conversion rate of plastic energy	0.2

2.3. 実験結果

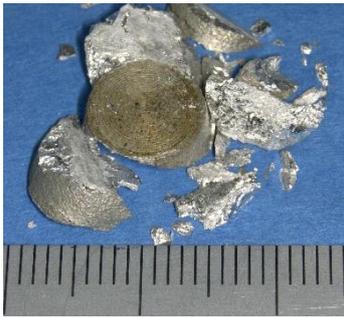
2.3.1. 単軸圧縮試験による変形特性

Fig 2.12 に圧縮試験後の試験片の外観を示す。300°C, 0.1s⁻¹ で著しい割れが発生した。その他の試験条件では割れは認められなかった。**Fig 2.13**, **Fig 2.14** は圧縮試験における真応力－真ひずみ線図を示している。ひずみ速度が 0.1s⁻¹ で一定の場合は 300°C でひずみの増加にともない加工硬化が進行し、ひずみ 0.4 程度で割れが発生した。試験温度 350°C と 400°C, ひずみ速度 0.1s⁻¹ の条件ではひずみの増加とともに応力は極大を示したのちに急激に低下しその後ほぼ一定になる。この傾向は試験温度 300°C, ひずみ速度 0.01 s⁻¹ から 1s⁻¹ においても同様であった。**Fig2.13** および **Fig2.14** に示される挙動はひずみ増加にともない応力が極大値を示した後に軟化する動的再結晶特有^{[126],[127]}の傾向と推測できる。

Fig 2.15 から **Fig 2.18** は **Fig 2.13** と **Fig 2.14** の真応力－真ひずみ線図から極大応力と極大ひずみを読み取り、圧縮温度とひずみ速度の関係で整理したものである。**Fig 2.15**, **Fig 2.16**, **Fig 2.17** および **Fig 2.18** に示すように極大応力とひずみは、ひずみ速度が小さいほどまたは試験温度が高温になるほど小さくなる傾向を示す。

Fig 2.19 は圧縮試験後の試験片断面写真を示している。300°C, 0.1s⁻¹ の場合は試験途中で破損した一部の断面を観察した。350°C, 0.1s⁻¹ の場合は表面にわずかなき裂が確認できるが、他の試験片からはき裂等は観察されていない。

Fig 2.20 と **Fig 2.21** は圧縮試験片断面のビッカース硬度を示している。図中にそれぞれの試験片断面の組織写真を示す。断面の硬度は温度が低くなるほど高くなり、また、ひずみ速度が増すと向上する。**Fig 2.20** に示す組織写真から、試験温度が高いほど微細な結晶粒になっている。**Fig 2.21** よりひずみ速度が小さいほど微細な結晶粒になっている。一般に動的再結晶は高温になるほど、またはひずみ速度が遅いほど容易に進行すると言われており、本結果から動的再結晶が起こっていることが推測される。結晶粒が微細になるほど硬度が低下しているのは動的再結晶したことで内部に蓄積しているひずみが解放されたことに起因するものと考察した。



300°C 0.1 s⁻¹



350°C 0.1 s⁻¹



400°C 0.01 s⁻¹



400°C 0.1 s⁻¹



400°C 1 s⁻¹

Fig 2.12 Photograph of test piece after compression test. Temperature and strain rate is indicated in each photograph.

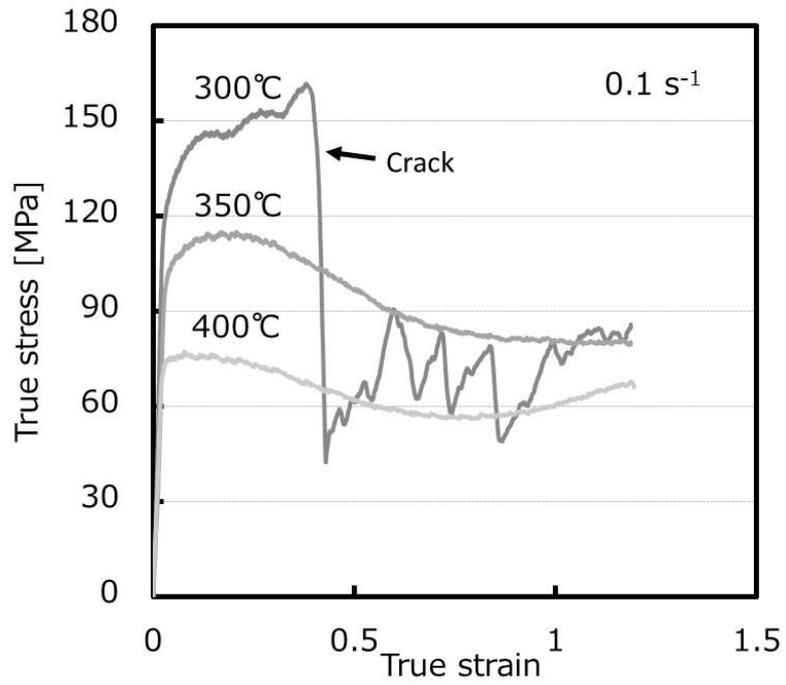


Fig 2.13 True stress-strain curves (Temperature: $300\sim 400^\circ\text{C}$, Strain rate: 0.1s^{-1})

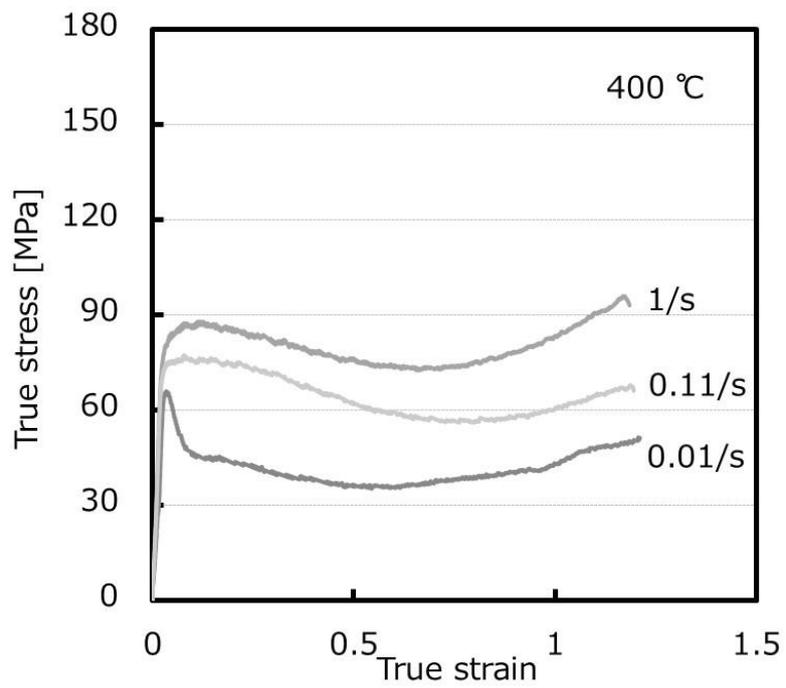


Fig 2.14 True stress-strain curves (Temperature: 400°C , Strain rate: $0.1\sim 1\text{s}^{-1}$)

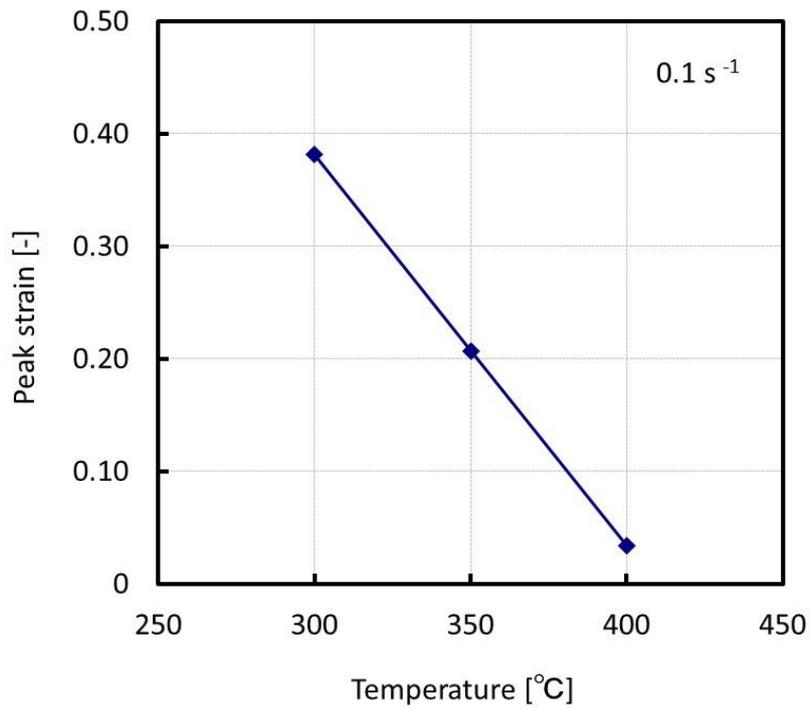


Fig 2.15 Influence of temperature on peak strain (Strain rate: 0.1 s⁻¹)

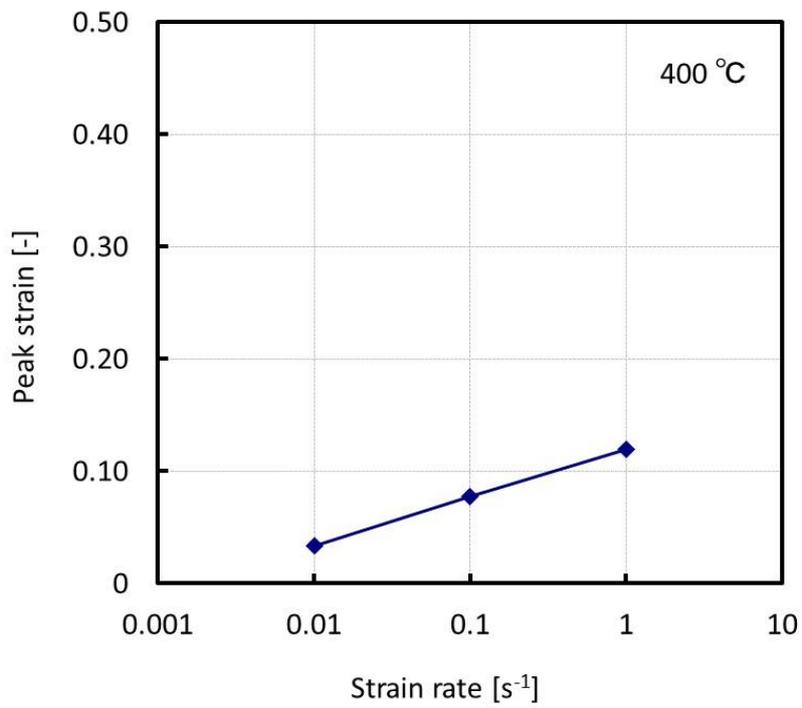


Fig 2.16 Influence of strain rate on peak strain (Temperature: 400 °C)

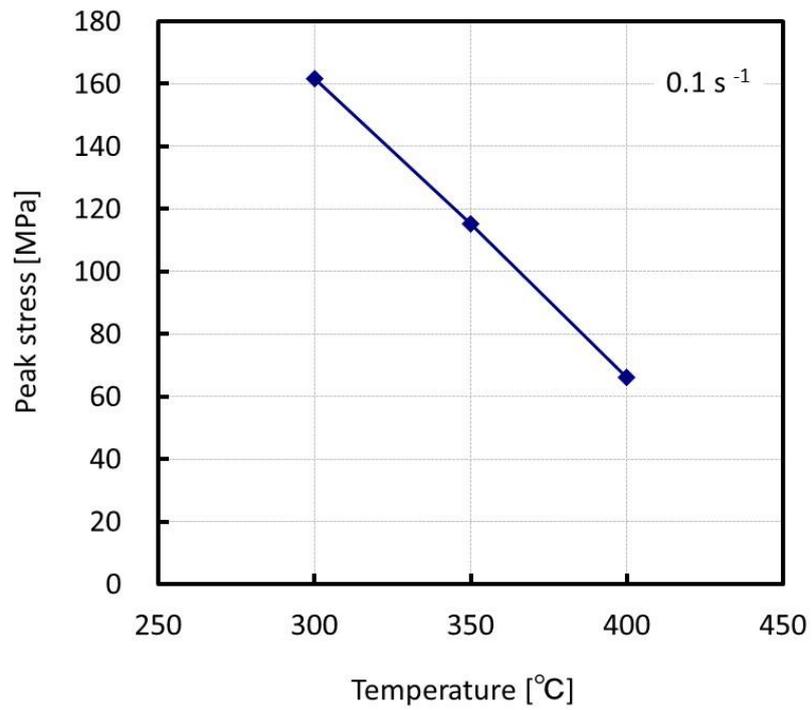


Fig 2.17 Influence of temperature on peak stress (Strain rate: 0.1 s^{-1})

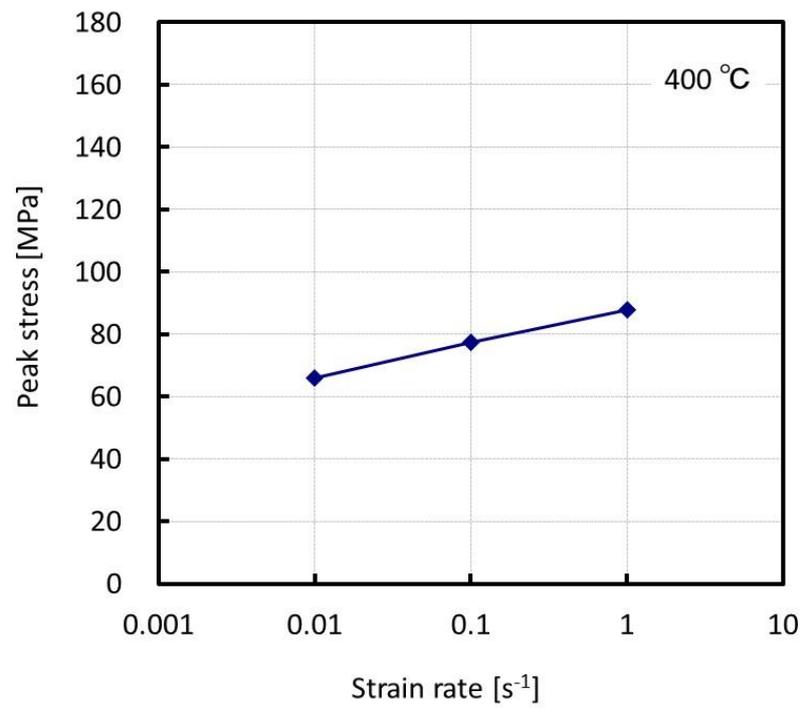


Fig 2.18 Influence of strain rate on peak stress (Temperature: $400 \text{ }^{\circ}\text{C}$)

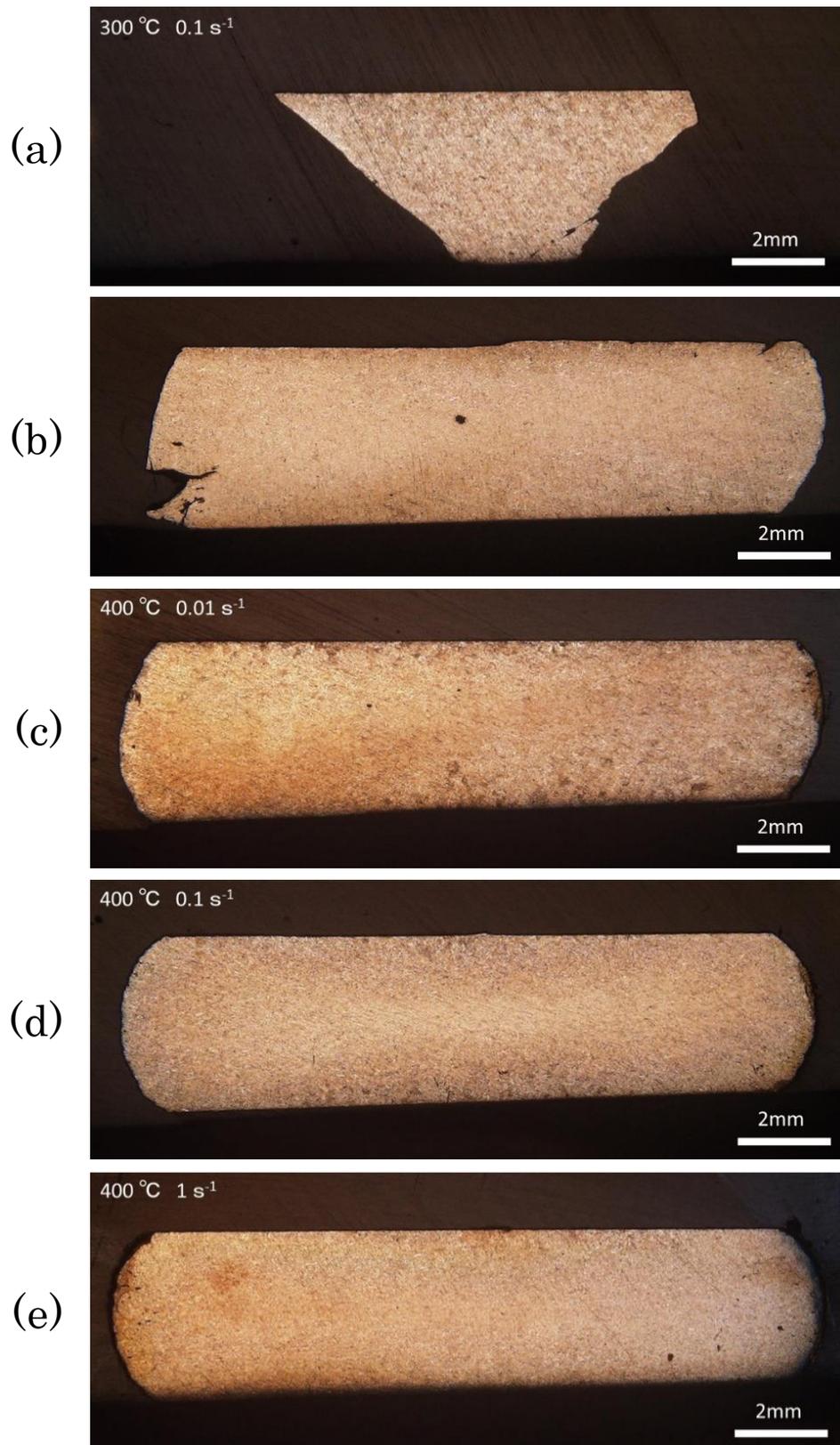


Fig 2.19 Cross-sectional photograph of test piece after compression test of (a)300°C, 0.1s⁻¹ (b)350°C, 0.1s⁻¹ (c)400°C, 0.01s⁻¹ (d)400°C, 0.1s⁻¹ (e)400°C, 1s⁻¹

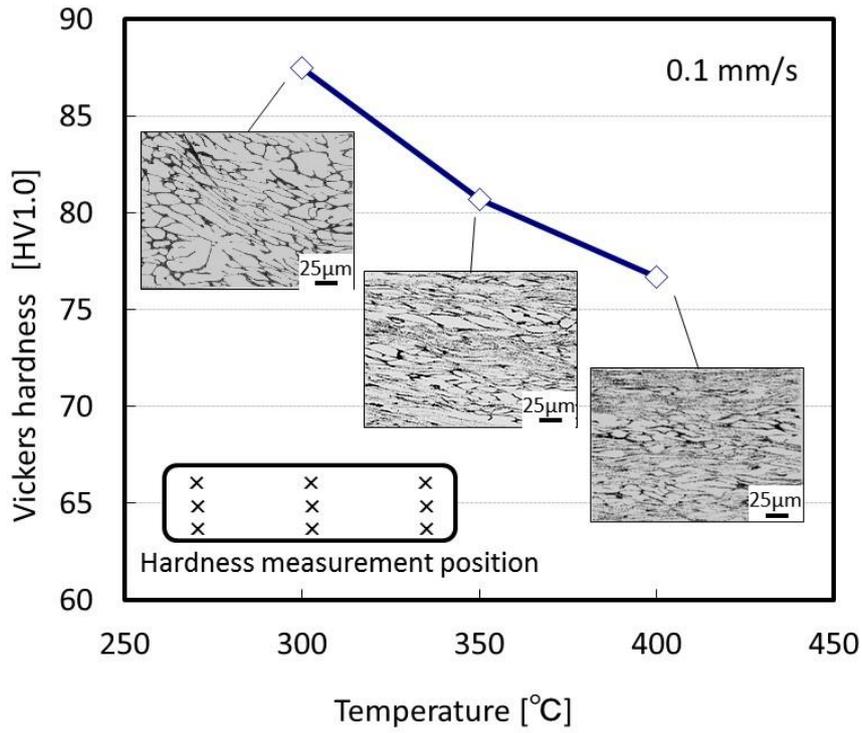


Fig 2.20 Relationship between vickers hardness and temperature, microstructures

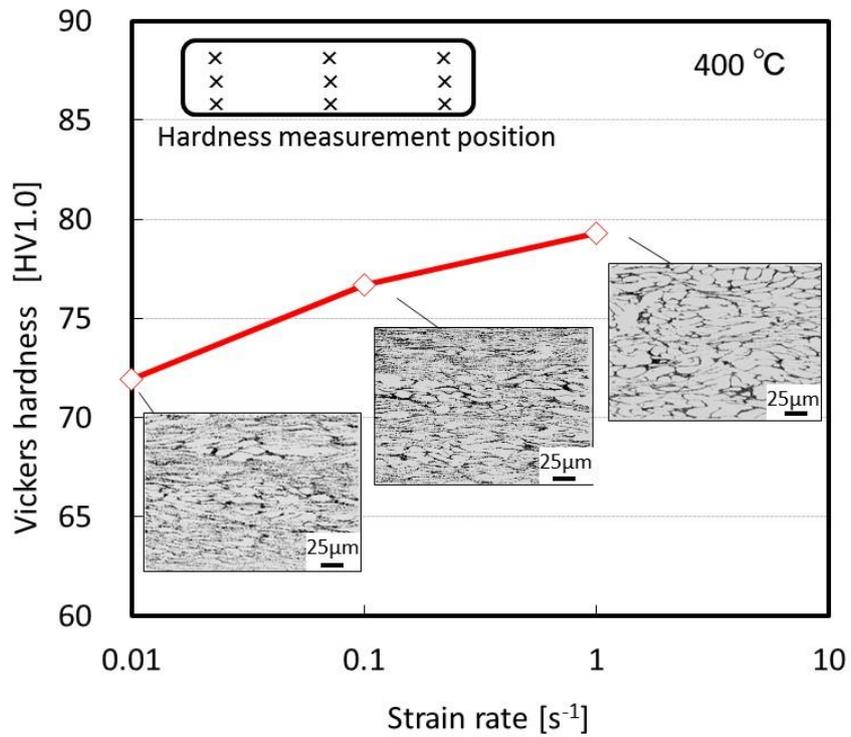


Fig 2.21 Relationship between vickers hardness and strain rate, microstructures

2.3.2. 潤滑剤の摩擦係数の算出

Fig 2.22 と **Fig 2.23** は三種類の潤滑剤を用いて 300℃と 400℃でそれぞれリング圧縮試験を行い、得られた圧縮率と内径変化率を校正曲線図上に示した結果を表している。**Table 2.9** は得られた潤滑剤ごとの摩擦係数を示す。300℃では GM-100 の摩擦係数は 0.6 程度、YAFU156 は 0.15 程度、HF5164 は 0.1 程度である。400℃では GM-100 の摩擦係数は 0.45 程度、YAFU156 と HF5164 は 0.1 程度である。300℃から 400℃になると GM-100 の摩擦係数は約 25%程度低下する。これは油分が揮発し摺動抵抗が増加しているためと推測できる。YAFU156 と HF5164 については 300℃から 400℃の範囲ではいずれも摩擦係数は低く温度の違いによる差異はない。400℃では試験結果のばらつきが見られるが、これは高温で潤滑剤粘度が低下し金型と材料間に介在する潤滑剤の皮膜量の変化が大きいため生じたものと考えられる。なお、検討した三種類の潤滑剤ではリング圧縮試験後に金型と材料の固着は発生していない。

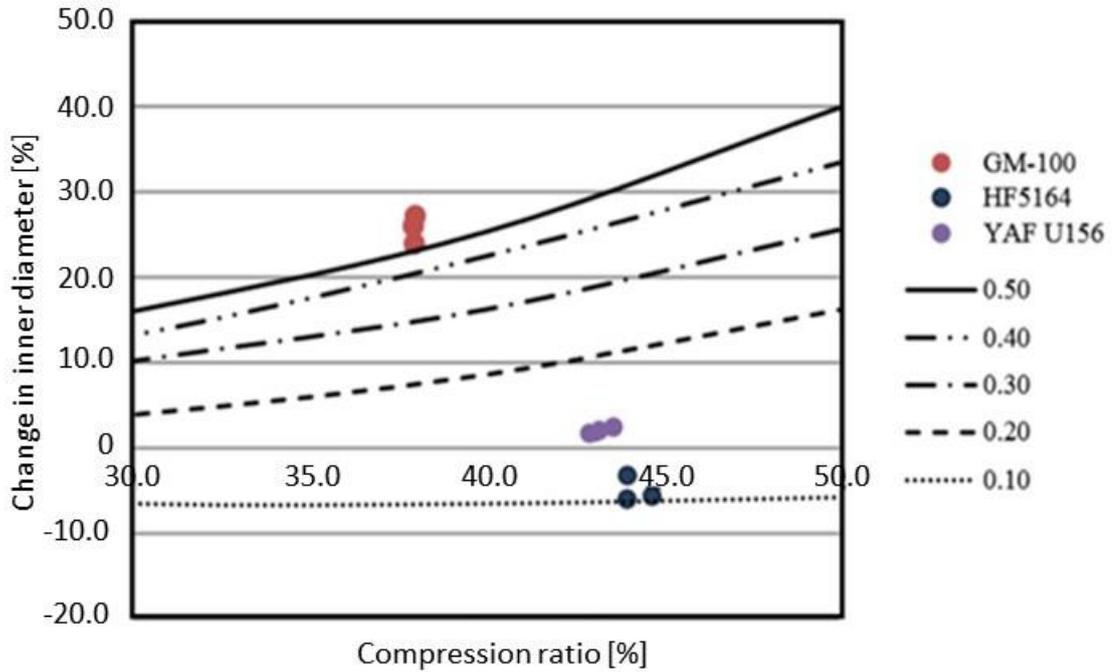


Fig 2.22 Relationship between inner diameter change rate and compression rate in ring compression test (Temperature: 300°C, Strain rate: 0.7s⁻¹)

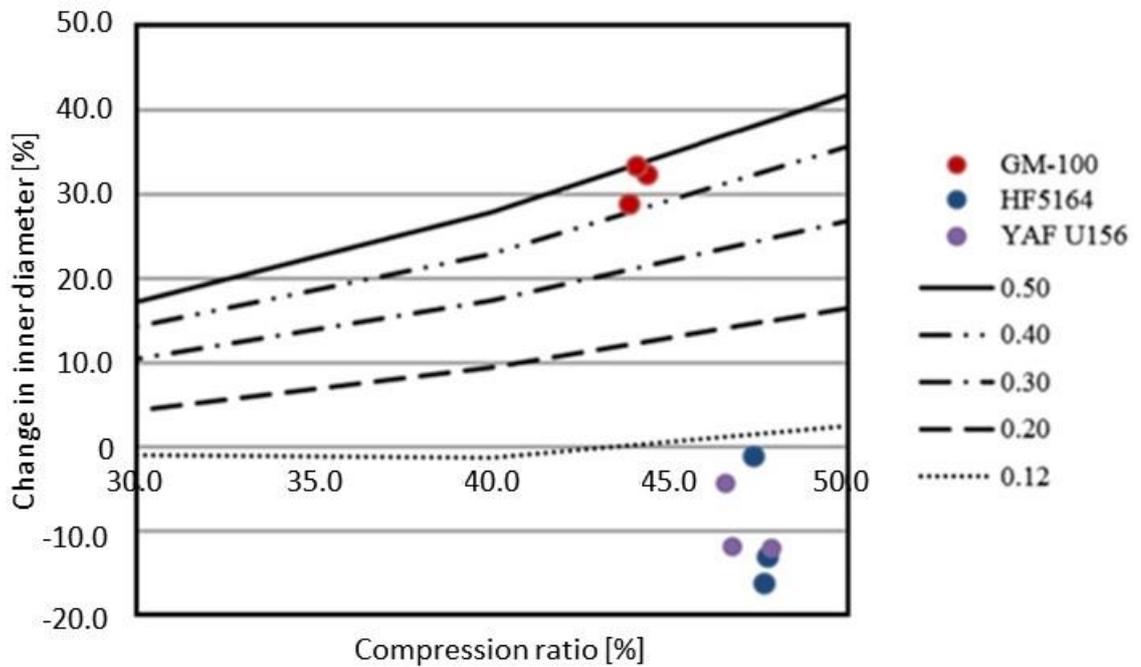


Fig 2.23 Relationship between inner diameter change rate and compression rate in ring compression test (Temperature: 400°C, Strain rate: 0.7s⁻¹)

Table 2.9 Friction coefficient of lubricants

Lubricant	Friction coefficient [-]	
	300°C 0.7s ⁻¹	400°C 0.7s ⁻¹
GM-100	0.60	0.45
HF5164	0.10	0.10
YAF U-156	0.15	0.10

Fig 2.24 と **Fig 2.25** は試験温度 300°C および 400°C の場合にリング圧縮試験で得られた真応力-真ひずみ線図を示す。**Fig 2.13** に示す単軸圧縮試験では 300°C, 0.1s⁻¹ の場合にひずみ 0.4 付近で割れが発生していたが, 本結果は **Fig 2.13** の試験条件よりひずみ速度が 7 倍程度大きいにもかかわらず割れは発生していなかった。これは潤滑の効果によるための考えられる。ただし, GM-100 以外の潤滑剤ではひずみが 0.2 以上で応力がわずかに上昇し加工硬化の兆候があらわれているため 300°C は成形限界に近い状態であると推測される。GM-100 を用いた時のみひずみ 0.2 以上で加工軟化が認められていることについては, ひずみ速度が 0.7s⁻¹ と高速になったことによって初期の変形抵抗は単軸圧縮試験に比較すると高くはなるものの, それ以降は他の潤滑剤よりも発熱量が増し急激な軟化を招いたと推測する。400°C における真応力-真ひずみについてはいずれの潤滑剤を用いてもひずみが 0.2 付近で加工軟化することが確認できる。この結果は単軸圧縮試験の結果 **Fig 2.13** と同様の傾向である。

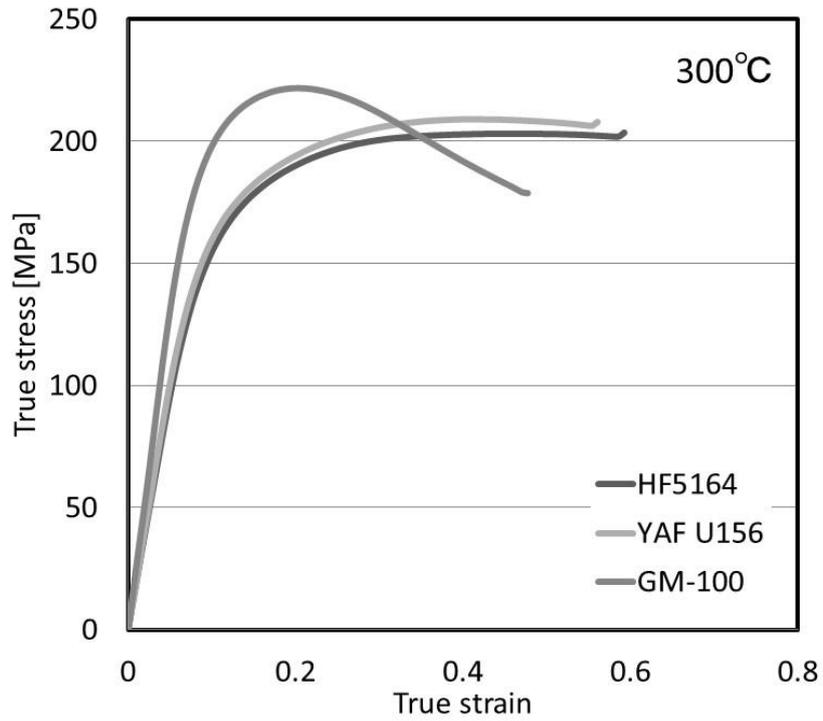


Fig 2.24 Relationship between true strain and true stress (Strain rate: $0.7s^{-1}$)

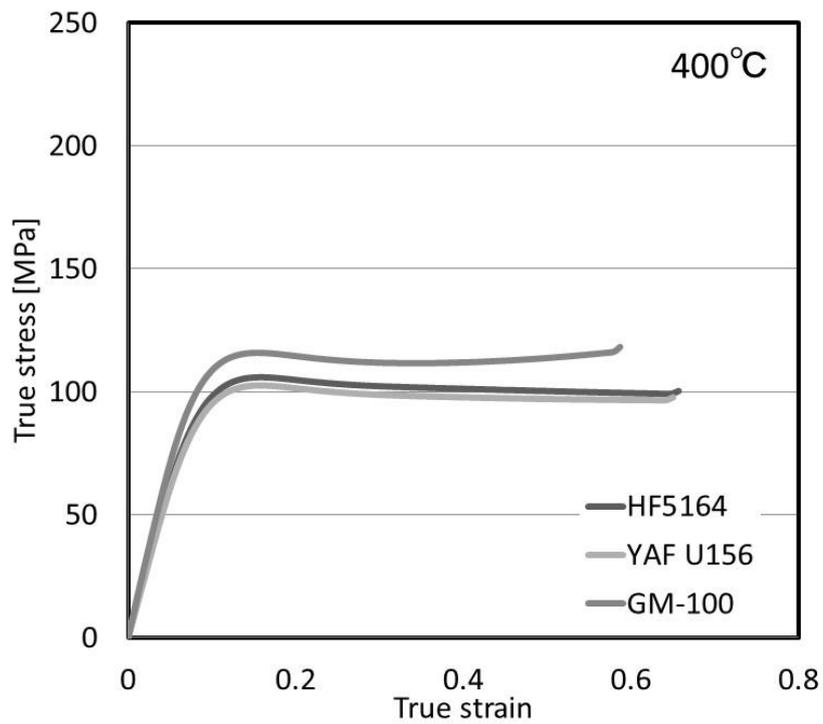


Fig 2.25 Relationship between true strain and true stress (Strain rate: $0.7s^{-1}$)

2.3.3. プレスモーションが摩擦係数に与える影響

Table 2.10 は等速モーションおよびパルスモーションの二種類のプレスモーションでリング圧縮試験を実施した場合の摩擦係数および金型と材料の固着の状態を示している。**Fig 2.26** は摩擦係数を算出するために用いた較正曲線の一例を示す。較正曲線は 2.3.4 節で述べる剛塑性有限要素解析によって算出した。

Table 2.10 Result of ring compression test

Lubricant type	Friction Coefficient		Material adhesion to die (material - tool)	
	Constant speed	Pulse	Constant speed	Pulse
Non lubricant	0.50	-	NG	-
GM-100	0.24	0.44	OK	OK

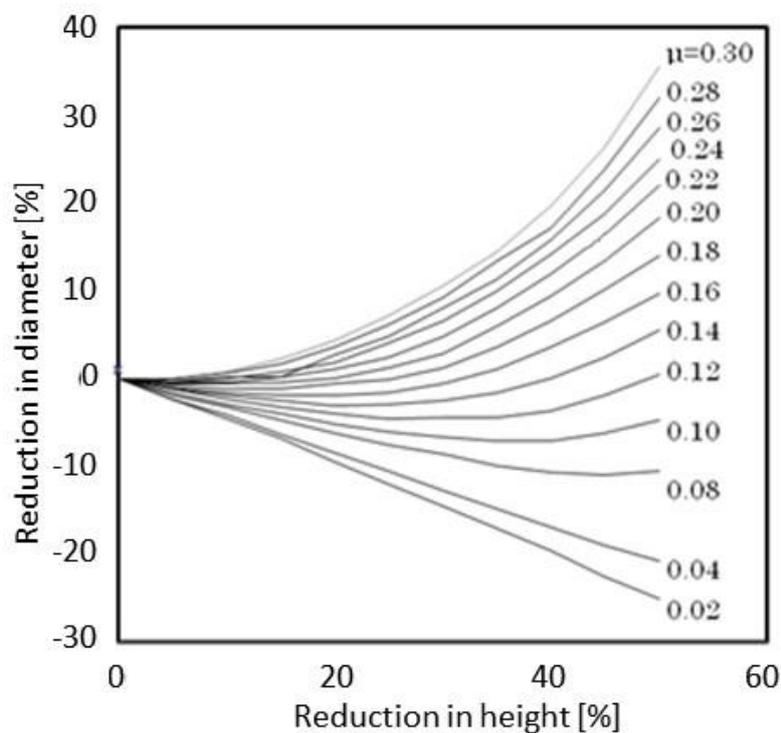


Fig 2.26 Calibration curve for friction coefficient

Fig 2.27 は潤滑剤を用いた場合の等速モーショーンとパルスモーショーンにおける摩擦係数と無潤滑でリング圧縮試験をおこなった場合の摩擦係数を比較したものである。

Fig 2.27 よりパルスモーショーンの摩擦係数は等速モーショーンの場合と比較して2倍近く大きくなり、無潤滑の場合の摩擦係数にほぼ等しい。パルスモーショーンでは加工中に無潤滑に近い状態になっていたことが推察できる。パルスモーショーンの場合には等速モーショーンと比較して加工中の発熱が大きく油分の揮発が顕著になっていたものと考えた。

Fig 2.28 は等速モーショーンでリング圧縮試験を行った場合の真応力-真ひずみ線図を示している。パルスモーショーンでは加工時間が長くなり使用したプレス機ではデータの容量が限界を超え取得できていない。等速モーショーンの場合の真応力-真ひずみ線図は、**Fig 2.24** のリング圧縮試験の結果とは異なる傾向となっている。これはひずみ速度を $0.1s^{-1}$ と円柱試験と同様に低く設定したため発熱量が小さくなり軟化が抑制されたものと考えられる。**Fig 2.28** ではひずみ 0.2 以上でわずかながら加工硬化を示した結果が得られている。なお、試験温度が $300^{\circ}C$ 、ひずみ速度が $0.1s^{-1}$ の場合には単軸圧縮試験において割れが発生していたが、本実験では潤滑剤の効果により割れが発生していない。

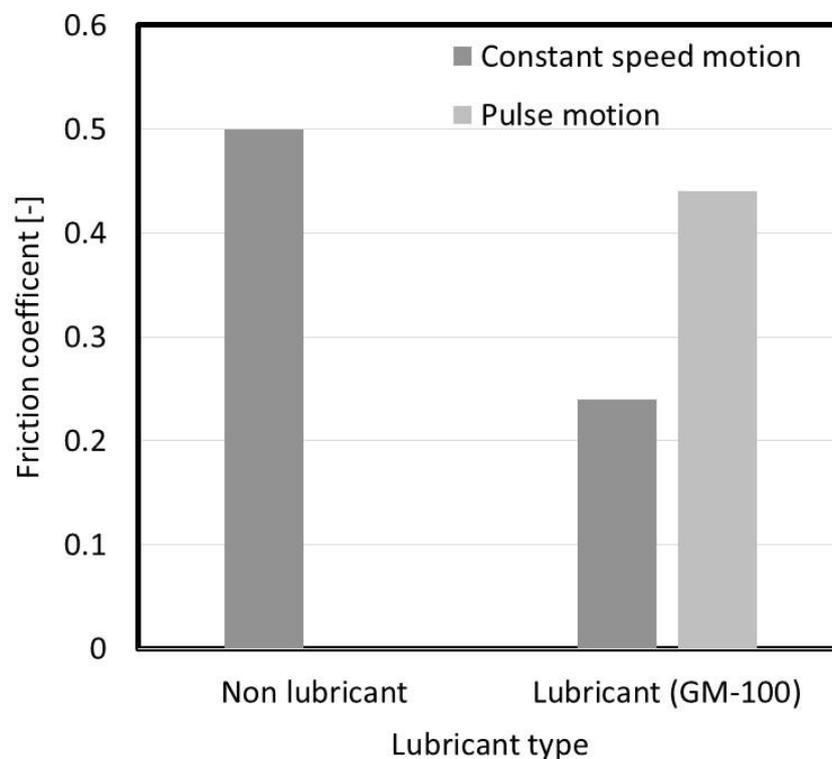


Fig 2.27 Influence of press motion and lubricant on friction coefficient

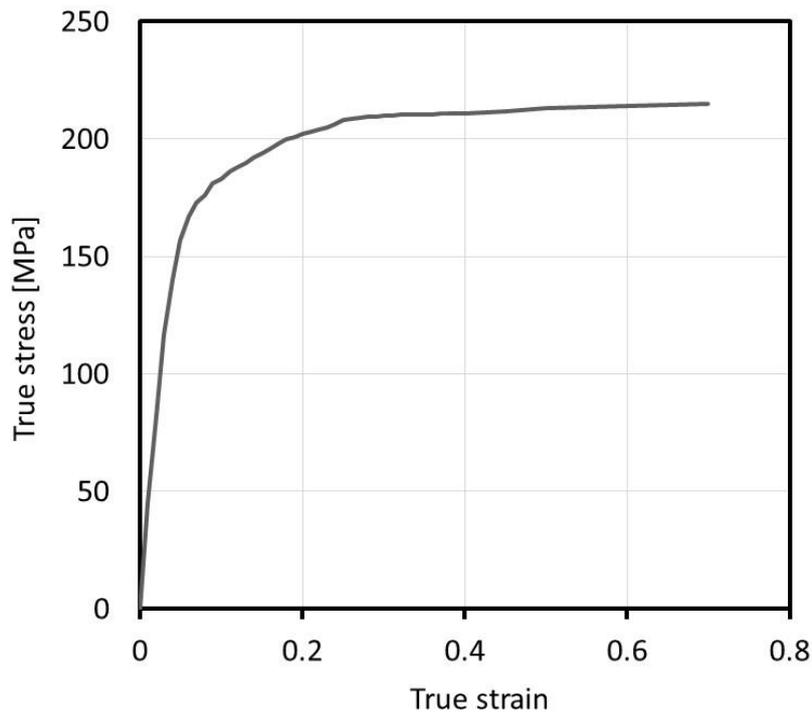


Fig 2.28 Relationship between true strain and true stress using GM-100
(Temperature: 300°C)

2.3.4. 等温変形抵抗の算出

Fig 2.29 は有限要素解析から算出した等温変形抵抗曲線と **Fig 2.28** のリング圧縮試験で得られた変形抵抗を示している. 解析により算出した等温変形抵抗は実験値に比べて低い傾向が確認できる.

Fig 2.30 は解析によって得られた等温変形抵抗曲線を用いて 300°C, 0.1s⁻¹ の条件でリング圧縮試験をした場合の圧縮荷重-変位曲線を示す. **Fig 2.30** の実線は実験で得られた荷重-変位曲線を示している. **Fig 2.30** より解析値と実験値との荷重の差は約 5kN ほどある. 線図でも示しているように変位 0.5mm 付近から荷重は一定の傾きを保持した状態で上昇しており, 解析においても同様の伸びを有していることが確認された. **Fig 2.31** は解析におけるリング圧縮試験において 45% 圧縮した場合の変形を示している. **Table 2.11** は解析と実験の内径変化率を表している. **Table 2.11** より解析から得られた内径変化率は実験値とよく一致している. 従って, **Fig 2.29** において解析で得られた等温変形抵抗曲線はほぼ妥当であると考えている.

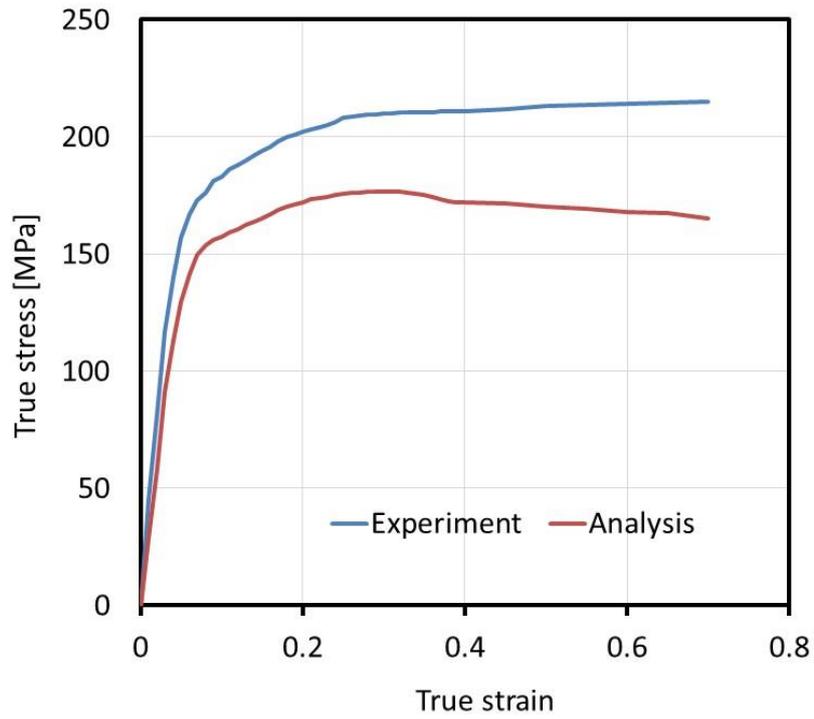


Fig 2.29 Relationship between true stress and true strain obtained from experiment and analysis

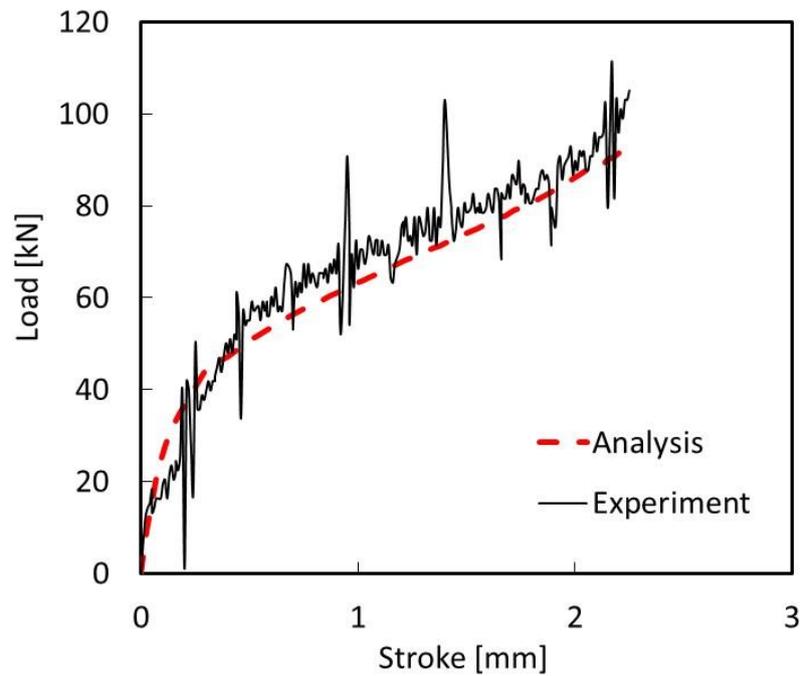


Fig 2.30 Comparison between experimental and analysis load-stroke curve (Temperature: 300°C, Strain rate: 0.1s⁻¹)

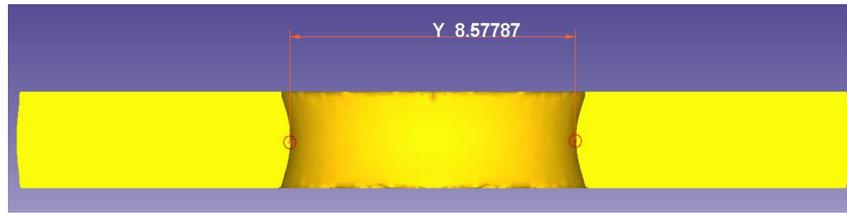


Fig 2.31 Inner diameter of ring compression test (Compression rate 45%)

Table 2.11 Comparison of experiment and analysis

	Experiment	Analysis
Inner diameter [mm]	8.47	8.57
Change in inner diameter [%]	15.39	16.68
Compression rate [%]	44.70	45.00

Fig 2.26 に示した較正曲線は、Fig 2.29 で得られた等温変形抵抗曲線を用いて解析上でリング圧縮試験を行い各摩擦係数の内径変化率と圧縮率を求めて作成したものである。

Fig 2.32, Fig 2.33 に圧縮率 50% の場合の各せん断摩擦係数におけるメタルフローを、Fig 2.34, Fig 2.35 に温度分布を示している。Fig 2.32 および Fig 2.33 より摩擦係数が小さい条件ではリング試験片の半径方向底側に材料が流れ、摩擦が大きい条件では半径方向内側に材料が流れる傾向が認められる。Fig 2.34 および Fig 2.35 より摩擦係数が大きい場合に温度上昇が認められる。摩擦係数が大きい個所で材料と金型間の発熱によって温度が上昇し同時にリングの内径の変化率も上昇したと考えられる。

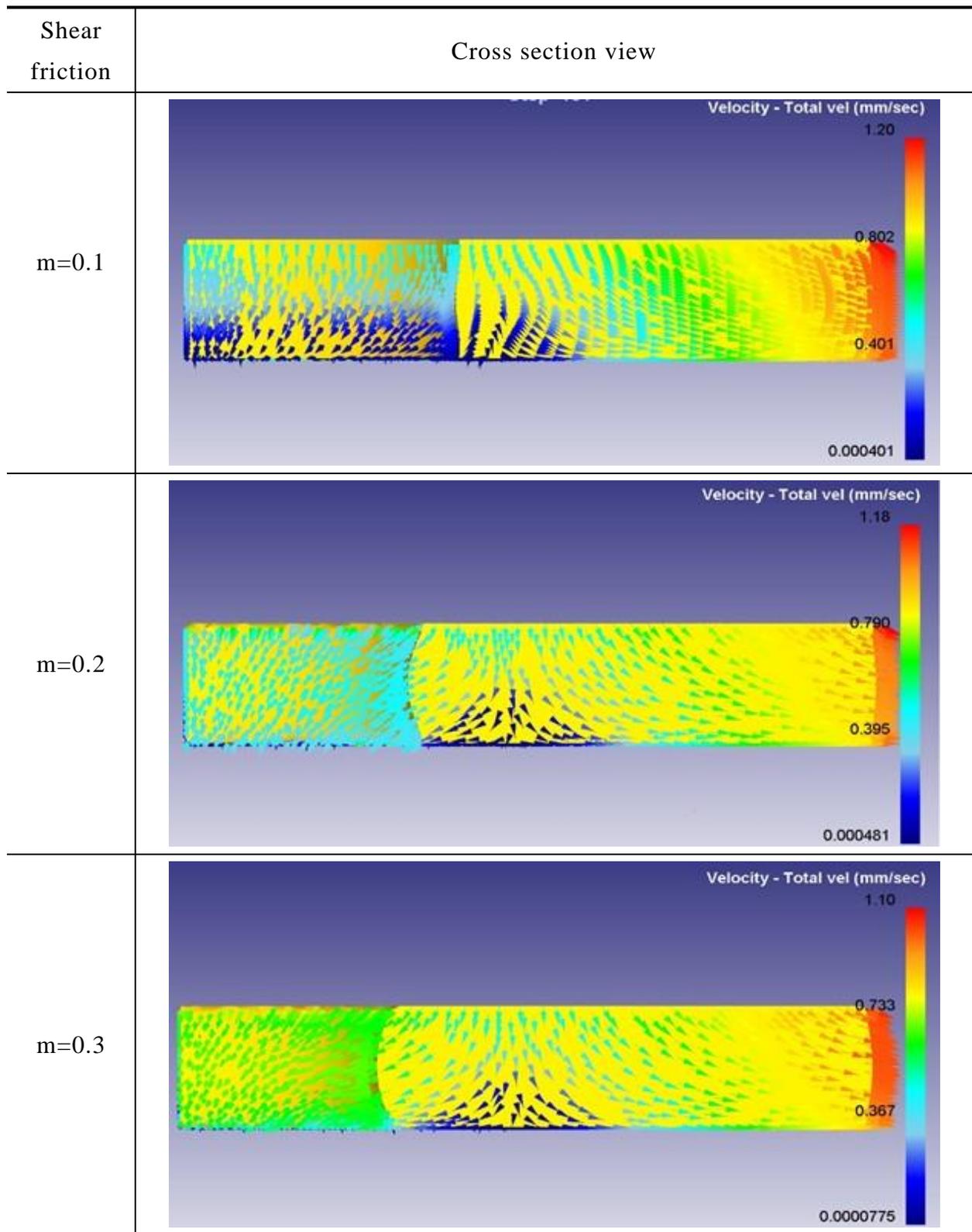


Fig 2.32 Comparison of metal flow with increase in friction coefficient (Cross section view , Compression rate 50%)

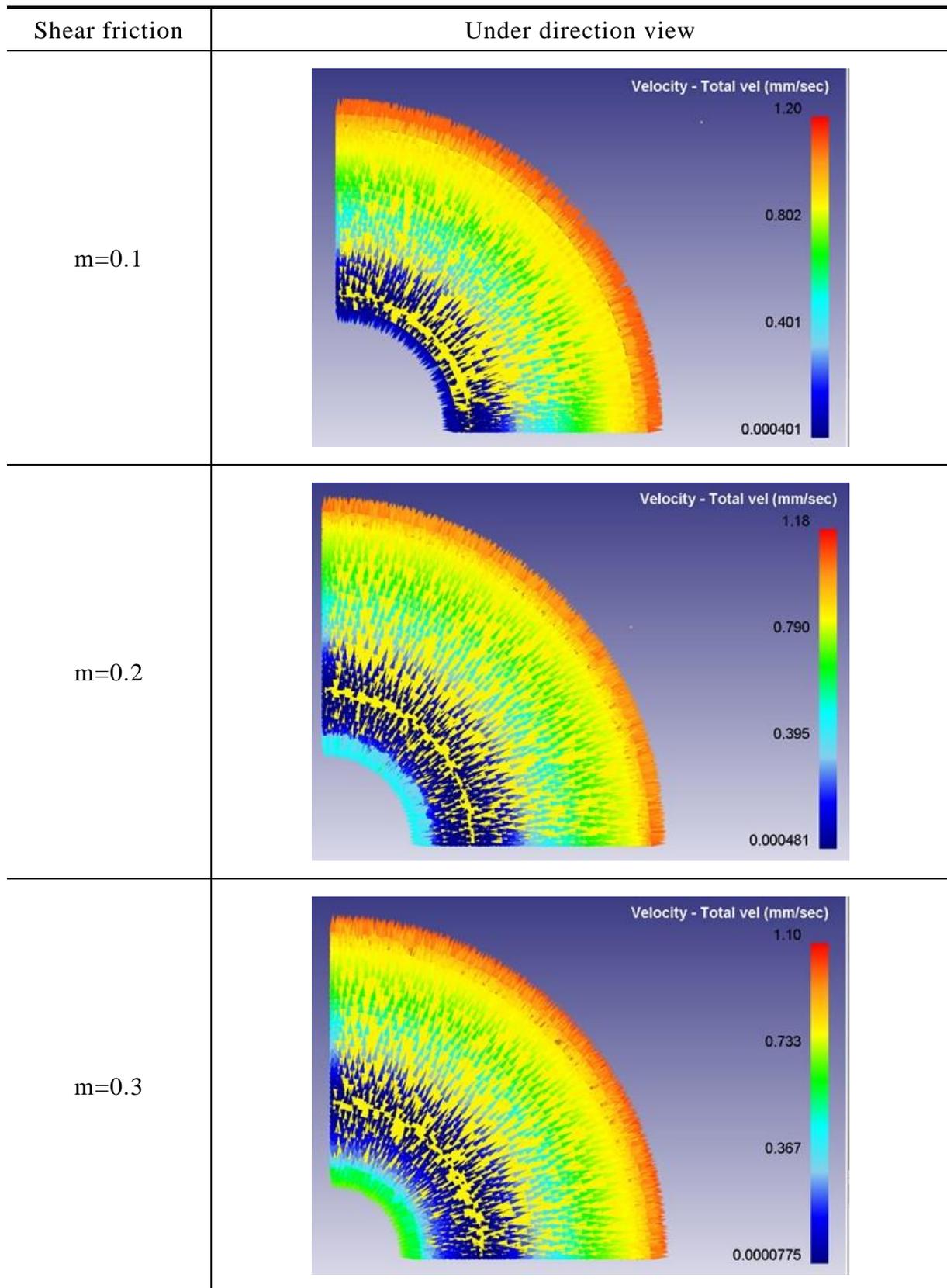


Fig 2.33 Comparison of metal flow with increase in friction coefficient (Under direction view , Compression rate 50%)

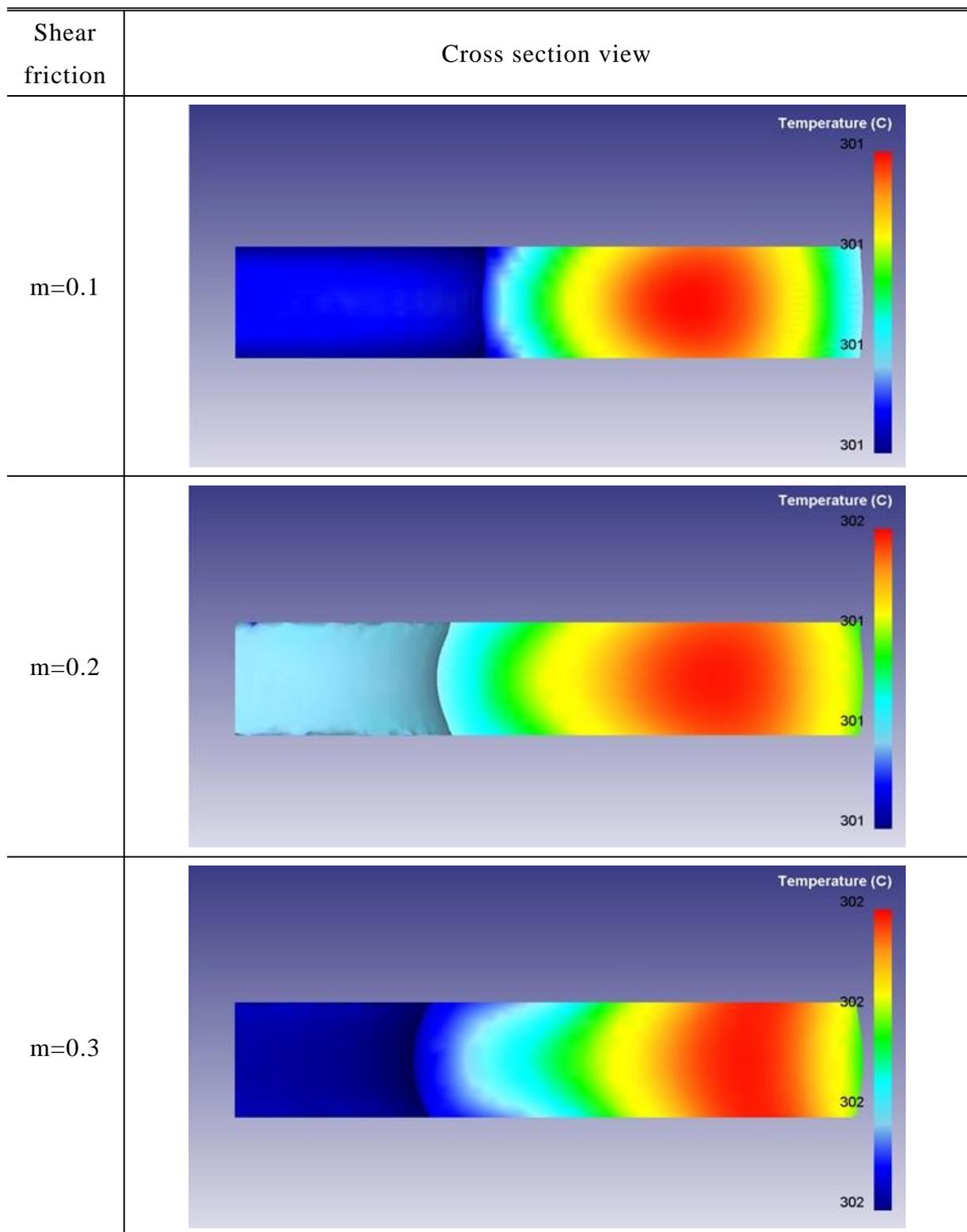


Fig 2.34 Comparison of temperature with increase in friction coefficient (Cross section view , Compression rate 50%)

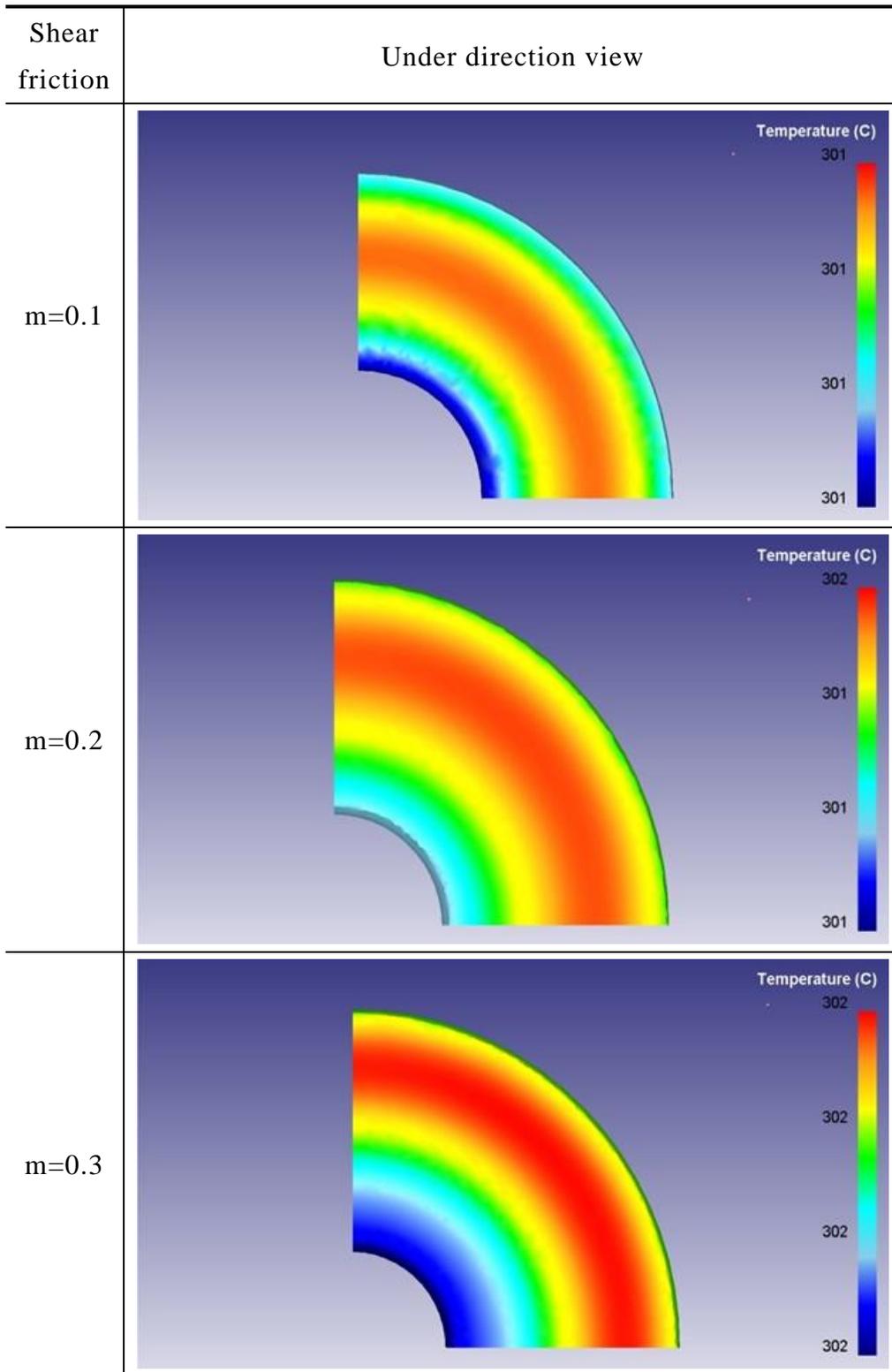


Fig 2.35 Comparison of temperature with increase in friction coefficient (Under direction view , Compression rate 50%)

2.4. 結論

耐熱性マグネシウム合金 Mg-Al-Ca-Mn 系合金 (AXM4303 合金) の連続鋳造材を直接鍛造加工するための基礎的特性を調べるために圧縮試験を実施し、さらに解析による変形抵抗を算出する試みをおこなった。その結果、以下の知見を得ることができた。

- (1) AXM4303 材の単軸圧縮試験の結果、ひずみ速度 $0.1s^{-1}$ のとき $300^{\circ}C$ では割れが発生した。 $350^{\circ}C$ と $400^{\circ}C$ ではひずみの増加にともない応力の軟化が確認できる。 $350^{\circ}C$ 程度で動的再結晶の生成を示唆する結果が得られた。
- (2) 単軸圧縮試験後の硬度は温度が低くなるほど高くなり、また、ひずみ速度が増加すると高くなる。組織観察の結果、結晶粒が微細になるほど硬度は低下していた。これは動的再結晶によって内部に蓄積しているひずみが解放され硬度が低下したものと考えられる。
- (3) リング圧縮試験から三種類の潤滑剤を用いたときの材料と金型間の摩擦係数を算出した結果、油系潤滑剤と比較して黒鉛系、無機系のペースト状潤滑剤は低摩擦であることがわかった。また、油系潤滑剤は $400^{\circ}C$ から $300^{\circ}C$ になると摩擦係数が約 30% 程度低下し、黒鉛系、無機系のペースト状潤滑剤は $300^{\circ}C$ から $400^{\circ}C$ では摩擦係数に著しい変化はないことが確認できた。いずれの潤滑剤も材料と金型間での固着はなくマグネシウム合金の鍛造加工に有効な潤滑剤であることが明らかになった。
- (4) 油系潤滑剤を用いて等速モーションおよびパルスモーションの二種類のプレスモーションで摩擦係数を算出した結果、パルスモーションの場合の摩擦係数は等速モーションの場合の 2 倍の値になった。油系潤滑剤はパルス動作時に油分が揮発し無潤滑に近い状態になっていることが考えられる。
- (5) 解析から得た等温変形抵抗を用いて試験温度 $300^{\circ}C$ 、ひずみ速度 $0.1s^{-1}$ の条件下でリング圧縮試験を行った。解析で得られたリング内径変化率と実験で得られた内径変化率が一致していることから解析で得られた変形抵抗曲線は妥当であると判断した。
- (6) リング圧縮試験を解析により再現した結果、摩擦係数が大きくなると材料と金型間の発熱によって材料の流動性に影響を与える可能性があることが明らかになった。

第3章 二重円筒形部品の鍛造成形性および機械的特性の評価

3.1. 緒言

マグネシウム合金は実用金属中密度が最も小さい金属として知られアルミニウム合金につづく軽量材料の候補として期待されている。近年ではマグネシウム合金製の自動車部品の検討も進み実用化した事例もある。しかしながら実用化されている部品はごく少数で大部分がダイカスト工法を採用した部品である^{[13],[22],[124]}。塑性加工が困難なマグネシウム合金の展伸材は価格が高価なため実用化は進んでいない。

これまで加工を容易にした ECAE (Equal Channel Angular Extrusion)法^{[98]-[100]}や HPT (High Pressure Torsion) 法^{[101],[104],[106],[108]} および MDF (multidirectional forging)法^{[97],[105]} などが開発され成形性や機械的特性が向上することが報告されている。しかしながらこれらの加工法では工程が複雑になるなどの課題もある。

アルミニウム合金は熱間加工により高強度部品が製造させているがマグネシウム合金は現状の汎用合金を熱間加工しても機械的強度の改善は難しい。

第2章では AXM4303 合金の鍛造部品への適用を目的に単軸圧縮試験とリング圧縮試験により変形抵抗および材料と金型間の摩擦係数を明らかにした。

本章では低コストで量産性の可能性の高いマグネシウム合金鍛造加工の開発をめざし AXM4303 合金の鑄造材料を直接鍛造加工することを検討した。また、本章では前方押出と後方押出の成形部位を有する二重円筒型形状の金型を用いて、鍛造成形性に及ぼす加工温度および加工速度の影響を調査した。さらに実験で得られた鍛造成形品から引張試験片を採取し、機械的特性の評価を行い、AXM4303 合金の鍛造成形品の強度を明らかにした。また、得られた鍛造成形品の組織観察と結晶方位解析によって成形品の機械的強度の向上メカニズムを検討し最適な鍛造加工条件を提案する。

3.2. 実験方法

3.2.1. 供試材料

供試材料は第 2 章で用いた AXM4303 (Mg-4%Al-3%Ca-0.3%Mn)連続鋳造材(φ75mm, 三協マテリアル製 現:三協立山)とした. 鋳造材の平均結晶粒径は 150~200μm である. AXM4303 の機械的特性は 2.2.1 節 (Table2.1) に示してある.

3.2.2. 二重円筒部品の鍛造試験

鍛造試験にはハイブリット油圧サーボプレス (SDH110 アマダ製)を用いた. Fig 3.1 はプレスの外観を示す. プレス機は, 金型, 温度制御装置により構成されている. Fig 3.2 に鍛造金型, Fig 3.3 に鍛造成形品の形状を示す. 金型の材質は SKD61 製で Fig 3.2 に示すようにパンチとダイスともに台座との間にセラミック板を設置しボルスター等への伝熱を防ぐ構造となっている. 鍛造成形品は底板の一方側が二重円筒形状であり, もう一方側がボス形状である. 鍛造加工では円筒側が後方押出, ボス側は前方押出の変形様式になる. 金型はパンチ側が二重円筒形状で円筒部の抜き勾配は 2°とし, ダイス側のボス部の抜き勾配は 1°とした. 円筒壁の厚みは最大 5mm, 高さは 20mm, 底板の厚さが 6.5mm となるよう押出ストロークを決定した. 押出ストロークの理論値は 10.5mm であるが, プレス機および金型の弾性変形を考慮して, 実験での押出ストロークは 11.5mm となるように下死点を設定している. 鍛造成形後はノックアウトピンにより金型からの成形品を排出することが可能である.

Fig 3.4 は鍛造実験に使用したビレットの形状を示している.ビレットは供試材料の棒の中心位置から長手方向と鍛造方向が平行となるように直径 50mm, 長さ 17 mm の円柱形状を削り出し, その後, 1000 番のサンドペーパーで研磨した.潤滑剤は 2 章で用いた油系潤滑剤 GM-100 を使用し, 加熱前のビレットに刷毛により全面塗布した. 所定の温度まで加熱されたダイスにビレットを投入し一定時間加熱後に鍛造試験を実施した. また, 材料の均質化処理の影響も調べるため, 電気炉を用いてビレットを 500°C, 48 時間の熱処理を行った後に鍛造試験に使用した.



Fig 3.1 Photos of the appearance of forging press

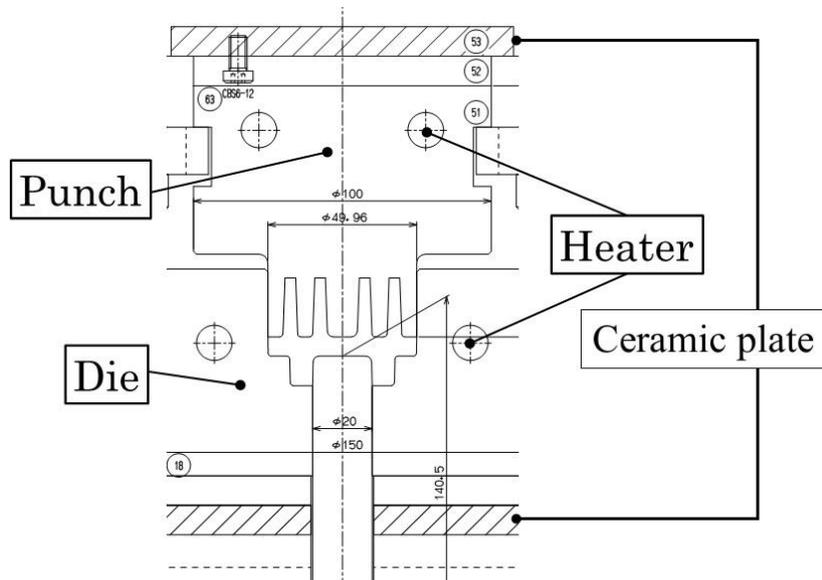


Fig 3.2 Photo of forging die set

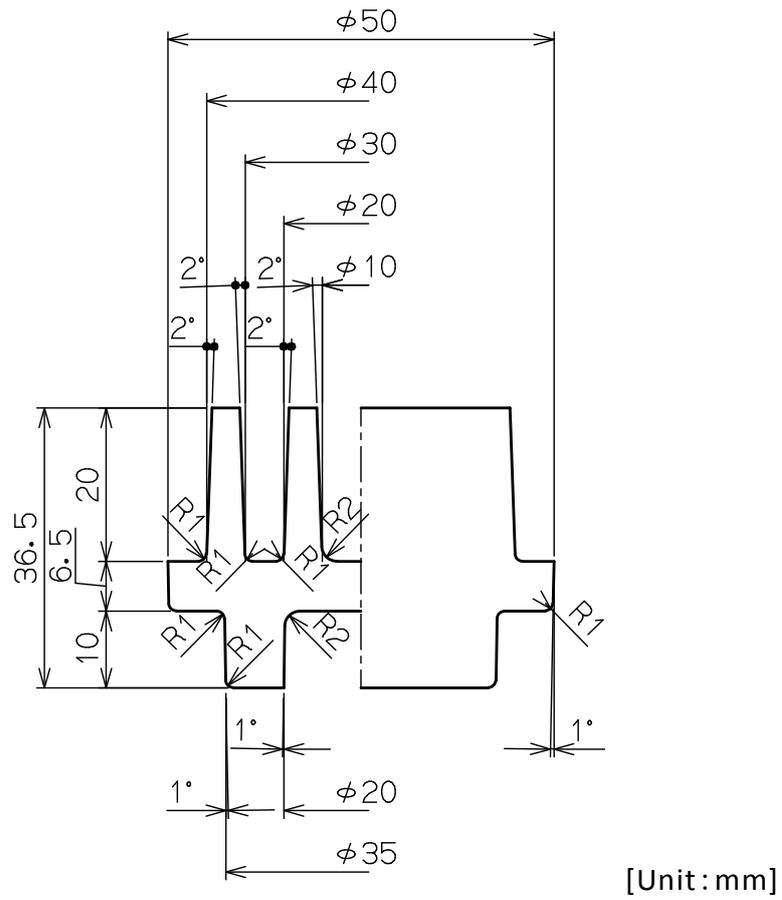


Fig 3.3 Shape of forging product

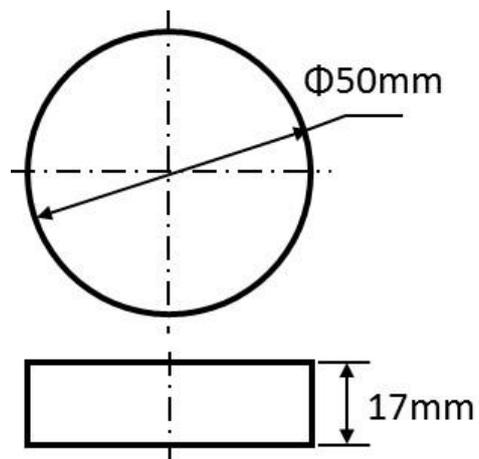


Fig 3.4 Billet shape for forging

Table 3.1 に鍛造実験の条件を示す。鍛造成形品についてはノギスにより底板面からの壁高さおよびボス高さの寸法を測定した。鍛造成形品の組織は、中心で縦方向に切断した後、樹脂埋めし、炭化シリコン耐水研磨紙 #500, #800, #1000, #1200, #2400, #4000 で研磨し、その後粒径 15 μm と 3 μm のダイヤモンド研磨液で仕上げた。その後 2.2.3 節において述べたように腐食させた後に、光学顕微鏡で組織を観察した。鍛造成形品の断面は、背面反射電子回折装置を備えた走査型電子顕微鏡 (SEM/EBSD) を用いて結晶方位解析を行った。

Table 3.1 Condition of forging test

Material	AXM4303
Billet thickness [mm]	17
Punch stroke [mm]	11.5
Temperature [$^{\circ}\text{C}$]	300, 350, 400, 450
Forging speed [mm/s]	0.1
Motion	Constant speed
Lubricant	GM-100

3.2.3. 鍛造試験におけるプレスモーション

マグネシウム合金の鍛造成形性の改善ではサーボプレスを用いた取り組みが行われている。サーボプレスにより動的再結晶を生じさせ成形性を改善した報告もある [92],[125],[126]。本研究においては AXM4303 鋳造材の鍛造成形性に及ぼすプレスモーションの影響について検討した。

Table 3.2 は鍛造試験の条件を示している。鍛造試験は二種類のモーションにより行った。**Fig 3.5** および **Fig 3.6** は実験で使用したクランクモーションとアップセットフォーミングモーションの時間とストロークの関係を示している。アップセットフォーミングモーションでは **Fig 3.6** に示すようにストローク 11.5mm から 8mm では 0.1mm/s で、それ以後下死点までは、クランクモーションとほぼ同等の加工速度となるようにストローク 1mm を 3mm/s で移動するモーションとした。アップセットフォーミングモーションの適用による成形性の改善を期待して、これを 3 サイクル繰り返した。最後に下死点においてスライドを 3sec 間保持するモーション設定にしてある。

Table 3.2 Condition of forging test

Slide Motion	Crank motion	Upset forging motion
Material	AXM4303	←
Billet thickness [mm]	17	←
Punch stroke [mm]	11.5	←
Temperature [°C]	350	←
Forging Speed	Ref. Fig 3.5	Ref. Fig 3.6
Lubricant	Boron nitride	←

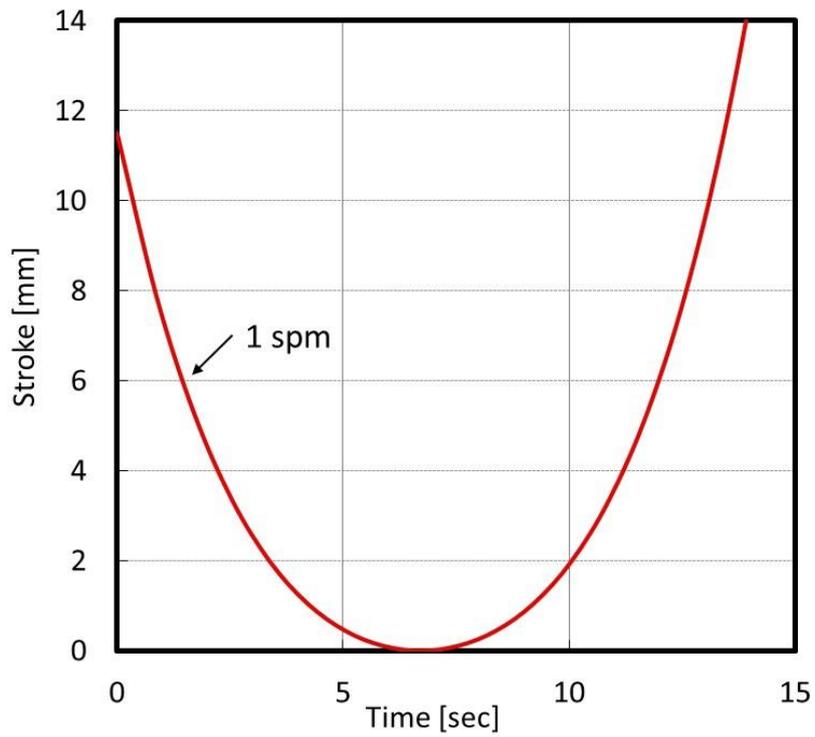


Fig 3.5 Stroke-time curve of crank motion

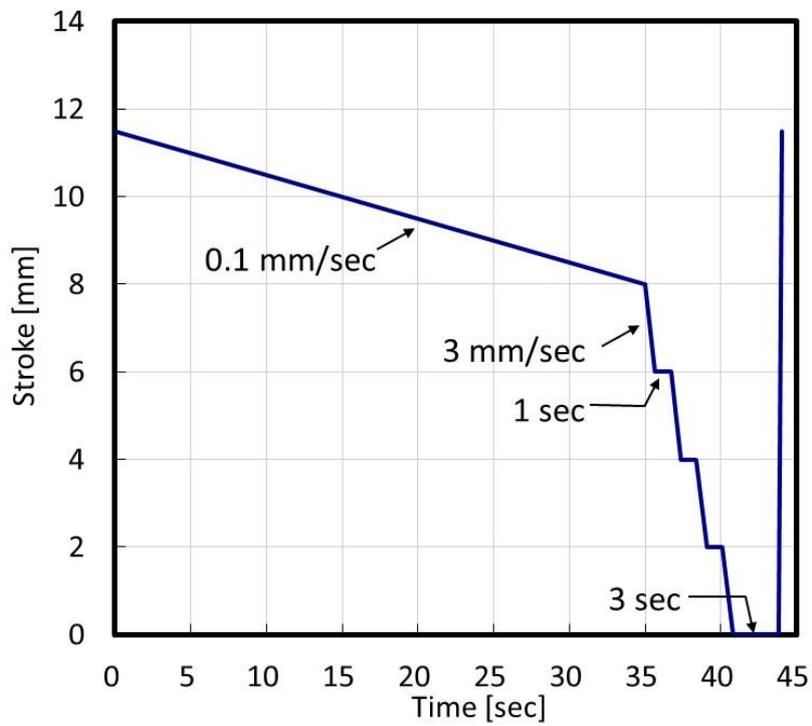


Fig 3.6 Stroke-time curve of upset forging motion

3.2.4. 機械的特性の評価

二重円筒部の壁内部から引張試験片を切り出して引張特性の測定を行った。Fig 3.7 に鍛造成形品からの引張試験片を採取した位置を示している。Fig 3.8 に引張試験片の形状を示す。引張試験はインストロン 5566 型精密万能試験機 (インストロン社製) を用いて 0.2% 耐力, 引張強さ, 伸びを測定した。試験速度は 0.2% 耐力の測定においては 0.2mm/min, 引張強さの測定においては 2.4mm/min で行った。伸びはひずみゲージと試験片の破断前後の平行部の長さから測定した。試験片の破断位置は A, B, C の記号を付記して区分けた。破断位置が標点間中心から標点距離の 1/4 以内のときを A, 標点間中心から標点距離の 1/4 を超え標点以内のときを B, 標点外るときを C とした。硬度はマイクロビッカース硬度計により荷重 9.8N (保持時間 15 s) で測定した。

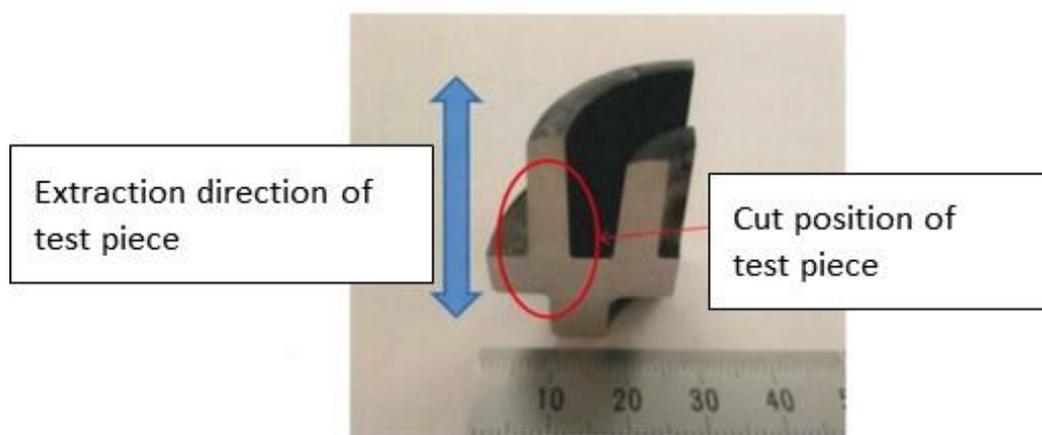


Fig 3.7 Cut position of test piece from product

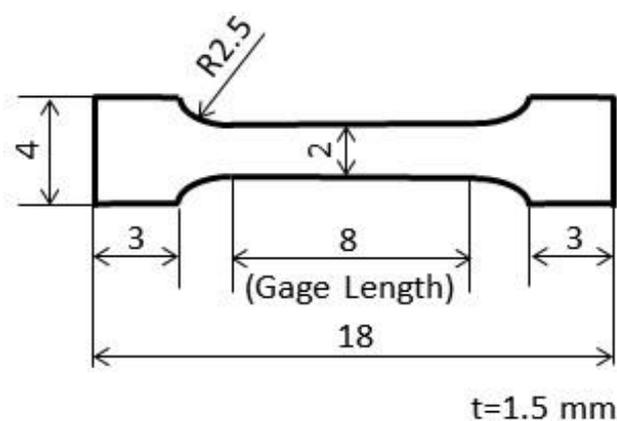


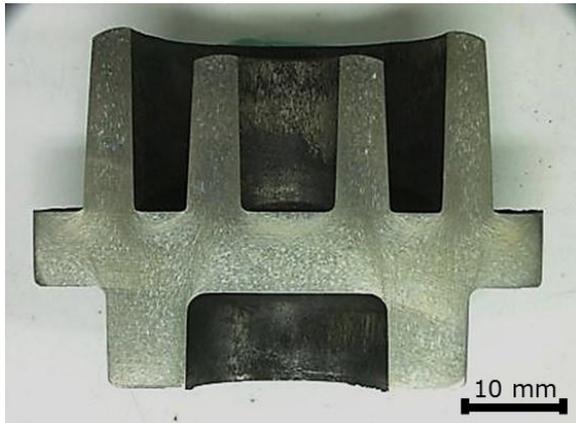
Fig 3.8 Test piece for tensile test

3.3. 実験結果

3.3.1. 鍛造条件が成形性に及ぼす影響

Fig 3.9 は試験温度 300℃から 450℃までの各温度で得られた鍛造成形品の断面写真を示している. 試験温度 300℃では円筒壁の高さが外側と内側で異なっている. これに対して, 試験温度 400℃, 450℃では外側と内側の壁高さはほぼ等しい. **Fig 3.10** は試験温度が 450℃の場合に鍛造速度を変えた時の成形品の断面写真を示している. **Fig 3.10** より 0.1mm/s 以上であれば内側と外側の壁高さはほぼ等しくなることが明らかになった.

Fig 3.11, **Fig 3.12** は鍛造成形品の円筒壁高さに及ぼす試験温度および鍛造速度の影響をそれぞれ示している. **Fig 3.11** より試験温度が 350℃までは外側円筒と内側円筒のそれぞれの壁高さで差が認められるが 400℃以上では外側と内側の壁高さは一定になり成形性は良好となる. ポスの高さは試験温度に影響せずほぼ一定に成形されている. 押出比はボス側のほうが円筒部に比べ大きくなるため材料が流入しやすいと推測できる. **Fig 3.12** より試験温度が 450℃の場合に鍛造速度を 0.1mm/s から 10mm/s まで変えて鍛造を行った結果, 成形性に差は認められなかった.



(a) 300°C



(b) 350°C



(c) 400°C

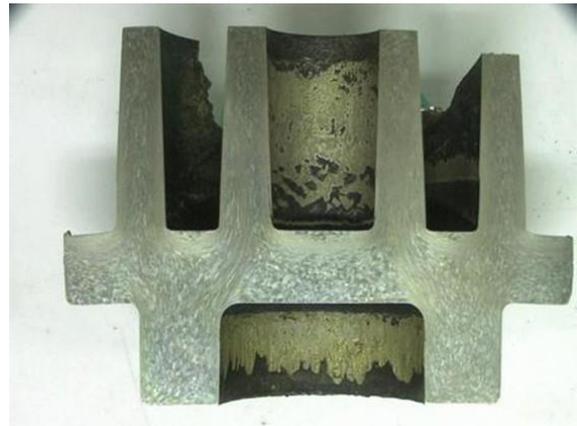


(d) 450°C

Fig 3.9 Relation between forging temperature and formability
(Forging speed: 0.1mm/s)



(a) 0.1 mm/s



(b) 1 mm/s



(c) 10 mm/s

Fig 3.10 Relation between forging temperature and formability
(Forging temperature: 450°C)

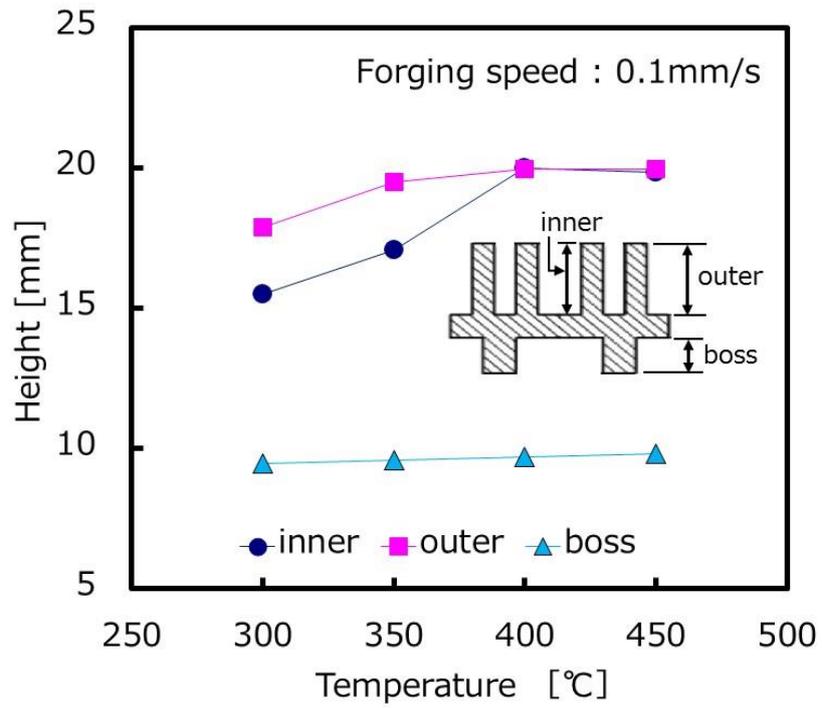


Fig 3.11 Effect of forging temperature on wall height of forgings

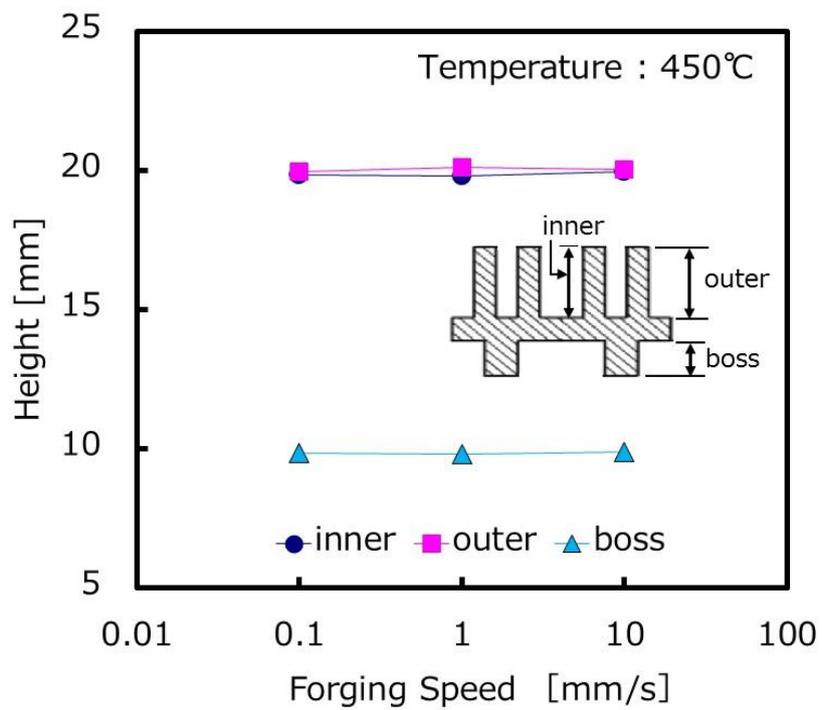


Fig 3.12 Effect of forging speed on wall height of forgings

3.3.2. 鍛造成形品の硬度

鍛造成形品断面の硬度を測定した。Fig 3.13 は各測定点でのビッカース硬度を試験温度ごとに示している。Fig 3.13 より、硬度は試験温度が低くなるほど向上する傾向を示している。試験温度 300℃と試験温度 450℃の場合の鍛造成形品の硬度の差は約 20HV ほどになる。また、測定位置による硬度差はわずかであるが、鍛造成形品の外周側すなわち測定位置 20 に近づくほど硬度は高くなる。この傾向は試験温度によらず同様である。鍛造成形品は中心部より外周部のほうが加工硬化しやすく結晶が引き伸ばされ、晶出物が分散していることが要因と考えられる。

Fig 3.14 は鍛造成形品の機械的特性を向上させることを目的として 500℃、48 時間で均質化処理した鍛造用ビレットを用いた成形実験において、得られた製品の硬度分布を示している。Fig 3.14 に示すように、均質化により大幅に硬度が低下していることがわかる。均質化処理を行った時の硬度は、連続鑄造材の硬度とほぼ同等である。これは均質化処理により晶出物の粒成長が進行したためと推測できる。従って、ビレットを均質化した後に鍛造成形を行っても機械的特性の向上には至らないことを確認した。

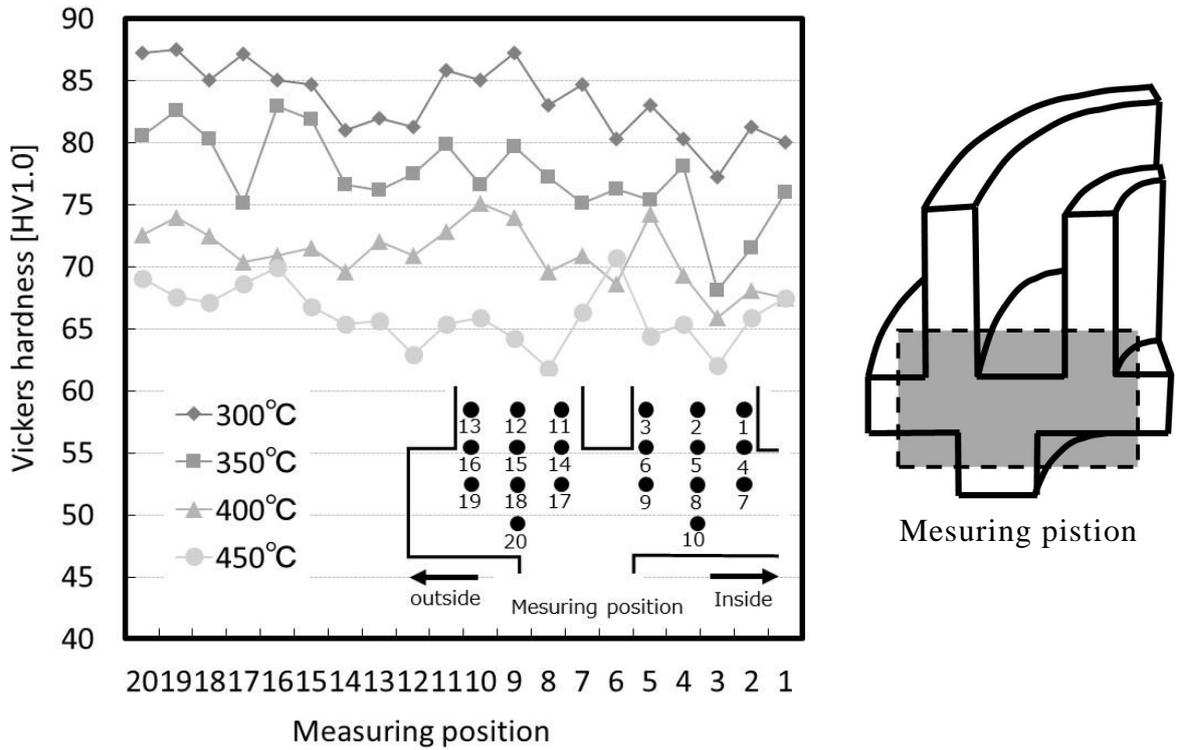


Fig 3.13 Effect of forging temperature on hardness (Forging speed: 0.1mm/s)

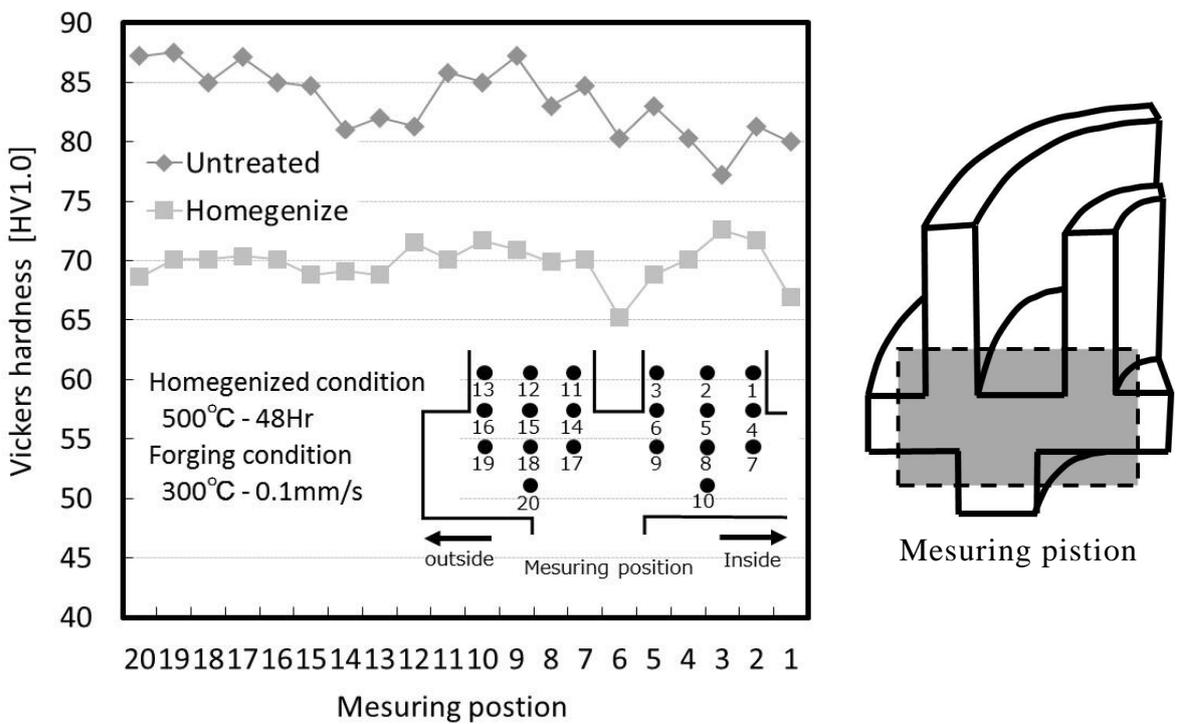


Fig 3.14 Effect of heat treatment on hardness

3.3.3. 鍛造成形品の機械的特性

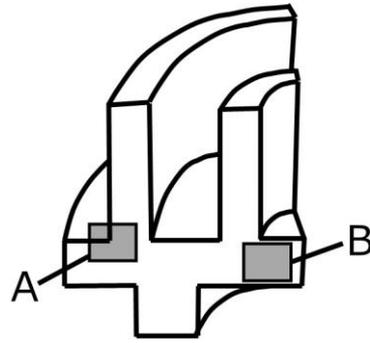
Table 3.3 は試験温度 300℃から 400℃の条件で得られた鍛造成形品の引張特性を示している。引張強さと 0.2%耐力は試験温度が低いほど上昇するが、伸びは 1%から 4%であり低い値を示している。鍛造成形品は試験温度が低いと加工硬化の影響を受けやすいが本実験範囲内では 400℃で鍛造成形しても伸びは低いままである。

Table 3.3 Mechanical characteristic of the forging product (Forging speed: 0.1 mm/s)

Forging Temperature	0.2% Proof Stress [MPa]	Tensile Strength [MPa]	Elongation [%]	Fracture position
300℃	315	334	1	B
350℃	276	306	4	B
400℃	252	259	1	B
450℃	220	271	3	B

3.3.4. 鍛造成形品のミクロ組織

Fig 3.15 に 300℃から 450℃の試験温度で鍛造成形した鍛造成形品の断面組織を示す。観察位置は **Fig 3.15** に示すように外側円筒壁の根元部(A)と底板中央部(B)である。**Fig 3.15** に示すように試験温度 300℃および 350℃の場合は円筒壁根元部(A)の組織は、鍛流線が形成されている部分とそうでない部分が混在している。試験温度 400℃と 450℃では全体に均一な鍛流線が認められる。底板中央部(B)では 400℃でわずかに変形しているが大部分は鑄造組織のまま残留している。以上の結果より、鍛造成形品の組織は試験温度によらず組織が不均一であった。特に底板部分の鍛流線はほとんど形成されていない。



Observed position

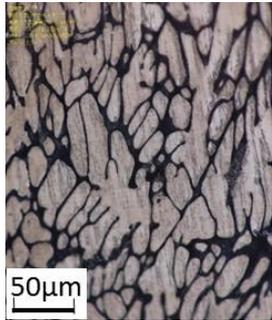
	300°C	350°C	400°C	450°C
A				
B				

Fig 3.15 Microstructure of forged products

3.3.5. プレススライドモーションが鍛造成形性に及ぼす影響

Fig 3.16 はクランクモーションとアップセットフォーミングモーションにより得られた鍛造成形品の外観写真を示している。どちらも割れ等のない成形品が得られている。

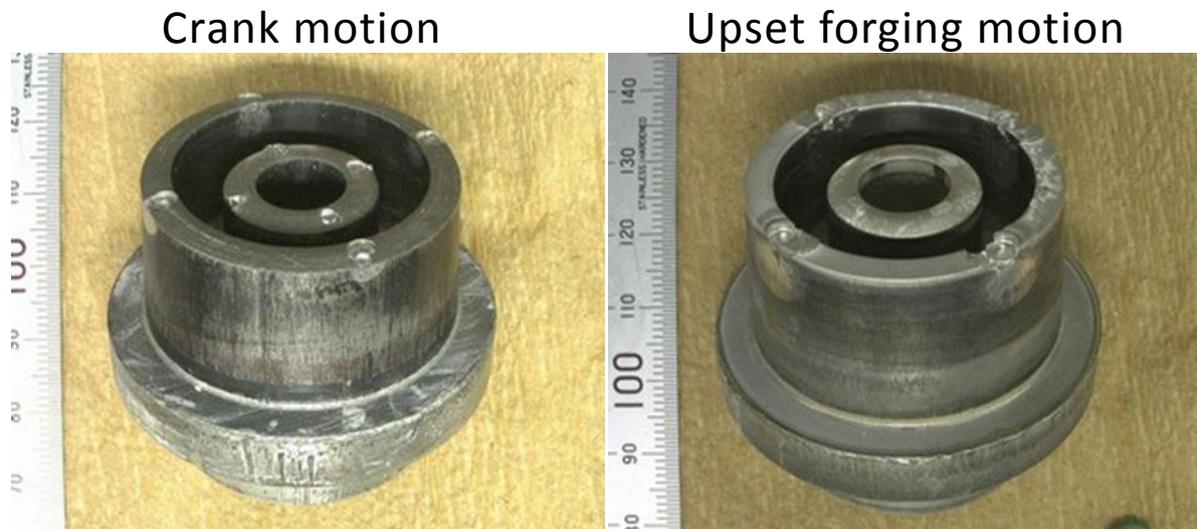


Fig 3.16 Photos of the forging product (Temperature: 350°C)

鍛造成形品の寸法精度を評価するために **Fig 3.17** に示す A~H の各寸法を測定した。 **Fig 3.17** は測定箇所における測定値と設計値との寸法の差を求め設計値で規格化した値を示している。 **Fig 3.17** に示す値が 0 に近いほど鍛造成形品の寸法は設計値に等しくなることを表している。クランクモーションの場合とアップセットフォーミングモーションの場合では、A, B, G および H で示している鍛造成形品の外形およびボス高さに大差はなかった。しかし、C から F で示されている円筒壁高さおよび底板厚さは、アップセットフォーミングモーションの場合の方が設計値に近くなり成形性は改善している。この結果より鍛造成形性はアップセットフォーミングモーションの場合のほうが良好である。

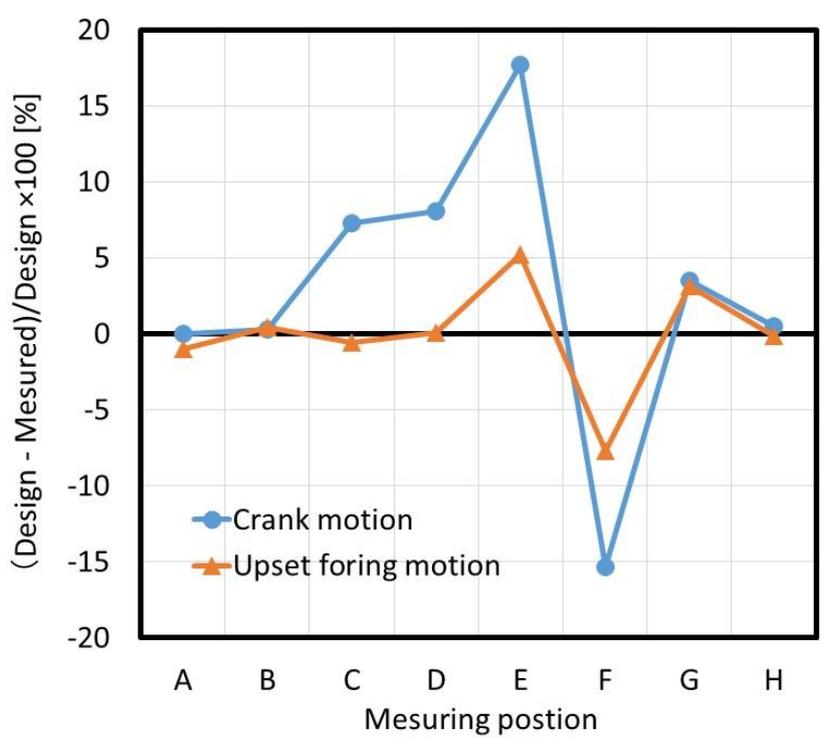
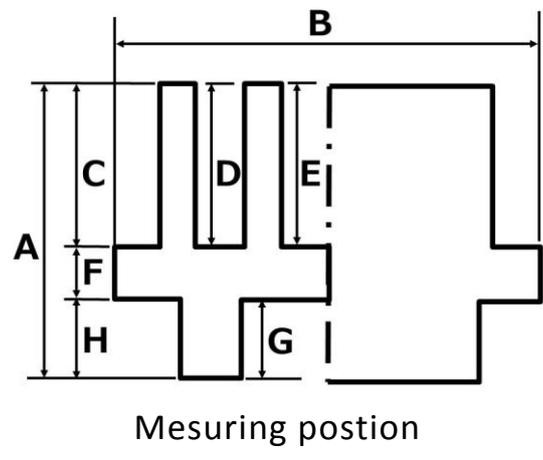


Fig 3.17 Forgings size comparison in the crank motion and upset forging motion

Fig 3.18 はクランクモーションとアップセットフォーミングモーションにより得られた鍛造成形品断面のマクロ組織を示している。クランクモーションでは円筒壁とボス部で材料流れが確認できるが一部に材料流れが停滞している部分も認められる。アップセットフォーミングモーションでは円筒壁、ボス部ともに一様な材料流れが認められ、クランクモーションの場合と比較して良好である。

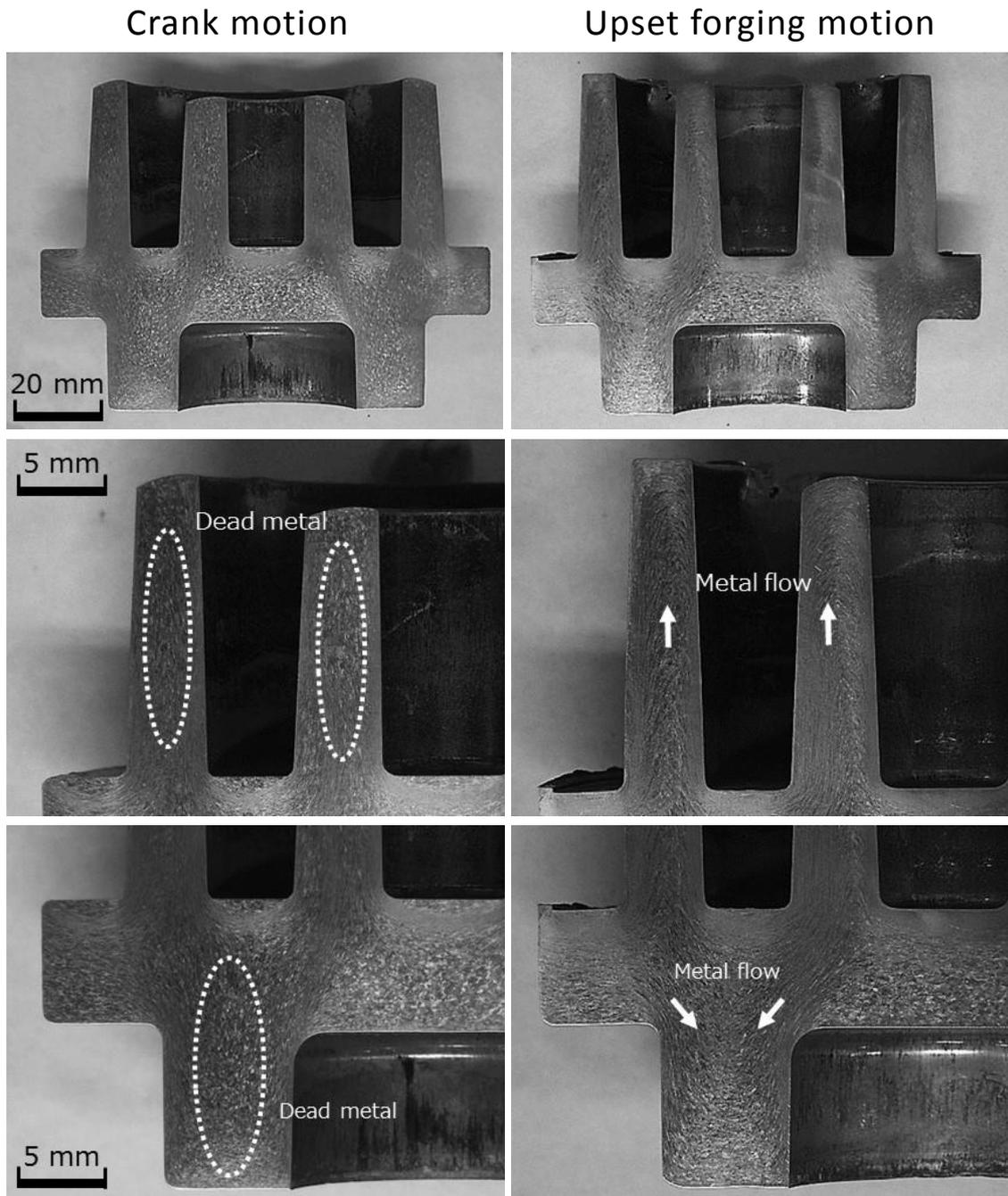


Fig 3.18 Forging cross-sectional observation of crank motion and upset forging motion

3.3.6. プレスモーションが硬度に及ぼす影響

Fig 3.19 はプレスモーションがビッカース硬度に及ぼす影響を示している。**Fig 3.19** よりクランクモーションのほうが高い硬度を有する箇所が多いことが確認できる。硬度測定は **Fig 3.19** に示すように円筒壁根元と底板中央部で行った。このような結果が得られた原因を考察すると、アップセットフォーミングモーションによる成形では、**Fig 3.6** に示しているように鍛造時間が約 40 秒であるのに対して、クランクモーションによる成形の鍛造時間は **Fig 3.5** に示しているように約 7 秒であるため、材料が金型内で加熱される時間が長くなり結晶粒や晶出物が成長したためであると考えられる。

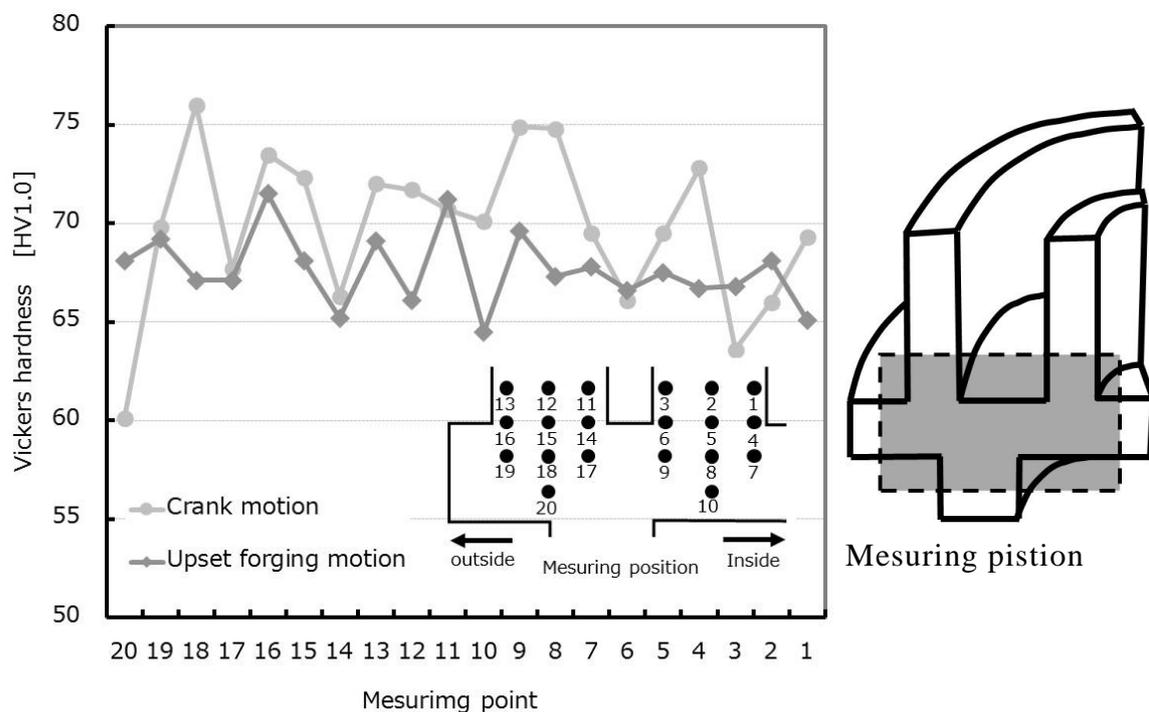


Fig 3.19 Measurement results of vickers hardness of forgings of crank and upset forging motion

3.3.7. 鍛造成形品のマイクロ組織

Fig 3.20, Fig 3.21 はそれぞれクランクモーションとアップセットフォーミングモーションで得られた鍛造成形品の組織を示す。観察は鍛造成形品の円筒壁根元部 (A,B,C) とボス根元 (D,E) そして底板中央部 (F) で行った。**Fig 3.20** で示しているクランクモーションの組織は観察箇所 A~F のどの場所でも充分には引き伸ばされていない。一方,**Fig 3.21** で示しているアップセットフォーミングモーションの組織ではクランクモーションと比較して観察箇所 A~B で示している円筒壁根元で良好な材料流れが認められ、クランクモーションとの違いが明確に示されている。ただし、観察箇所 F で示している底板中央部の組織はアップセットフォーミングモーションでもわずかに組織が引き伸ばされている程度である。

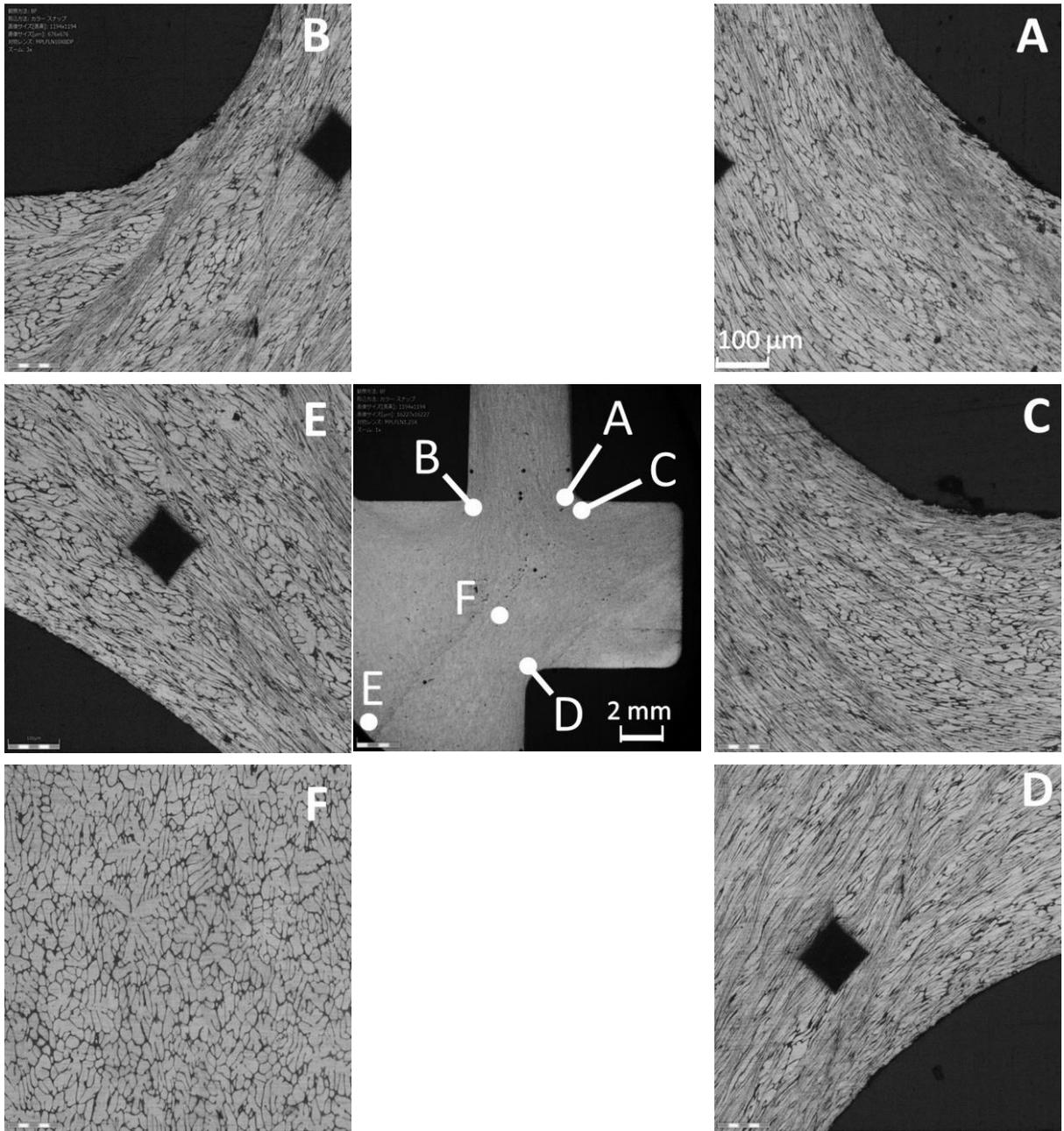


Fig 3.20 Microstructure of forged product by crank motion

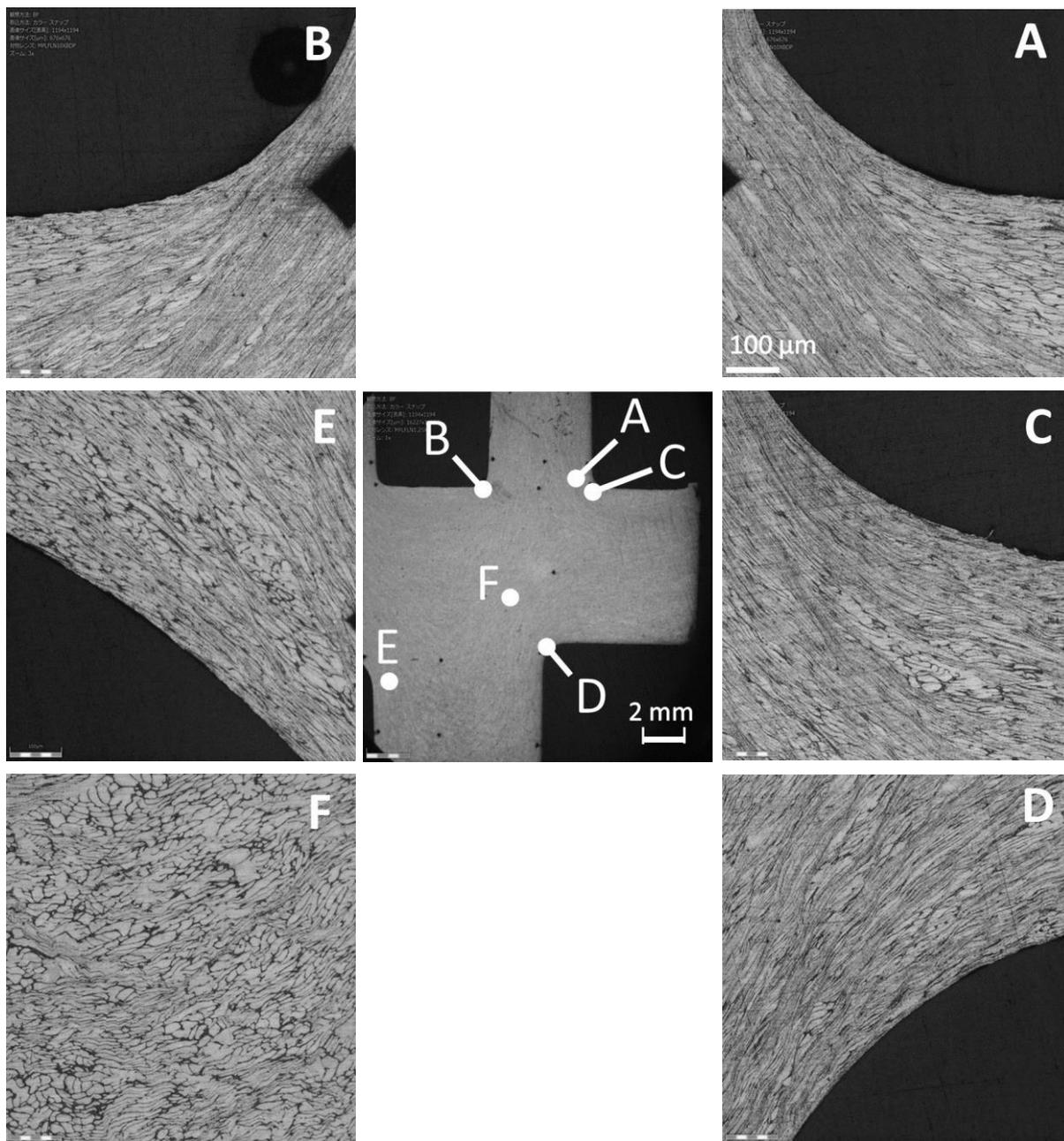


Fig 3.21 Microstructure of forged product by upset forging motion

3.3.8. 鍛造成形品の結晶方位解析

Fig 3.23 は試験温度 300°C, 350°C, 400°C および 450°C における鍛造成形品の結晶方位解析 (EBSD: Electron Backscatter Diffraction) を示す。ただし, 鍛造速度は 0.1mm/s の条件で行っている。

観察位置は **Fig 3.22** に示すとおり円筒壁の外側壁根元部 (Edge) と壁中心部 (Center) とした。解析結果から結晶粒の状態を見ると, 試験温度 300°C と 350°C では, 再結晶と未再結晶領域の混粒である。試験温度 400°C と 450°C では広い範囲で再結晶粒が進み粒成長している。結晶配向は, 300°C, 350°C でやや強い底面配向が見られる。400°C, 450°C の端部では配向はランダムになっている。

試験温度 350°C 以下では動的再結晶が進んでいる部分もあるが残りは未再結晶領域でやや強い底面配向を持つ集合組織となっている。また試験温度 400°C 以上では動的再結晶が進み結晶配向がランダム化している。**Fig 3.23** の結果より, **Table 3.3** において試験温度が 300°C および 350°C の場合に引張強さと 0.2% 耐力が高くなっている原因は, 動的再結晶が抑制され加工硬化が顕著になったことと, 未再結晶領域での底面配向が引張試験方向と平行になっていたことが要因と考える。一方, 試験温度 400°C および 450°C の場合に引張強さが低くなるのは動的再結晶が進み結晶配向がランダム化したこと, および再結晶が進み結晶粒径が粒成長したことが要因と考える。

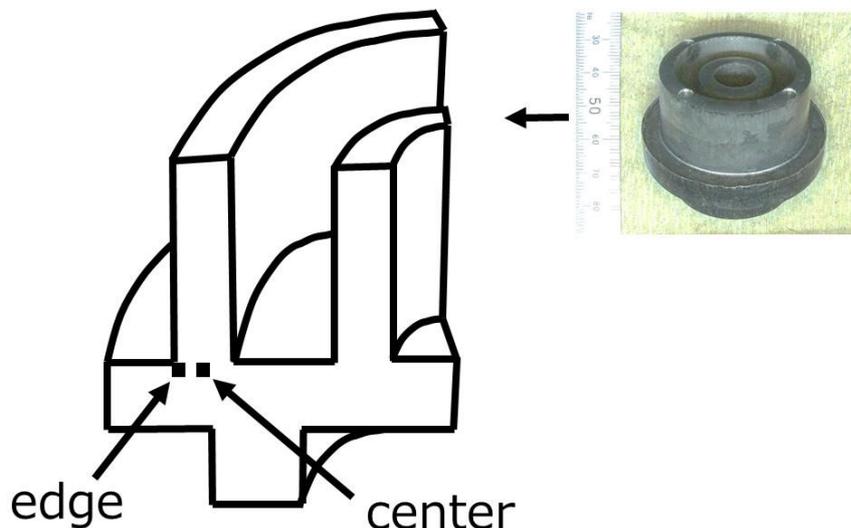


Fig 3.22 EBSD observed position

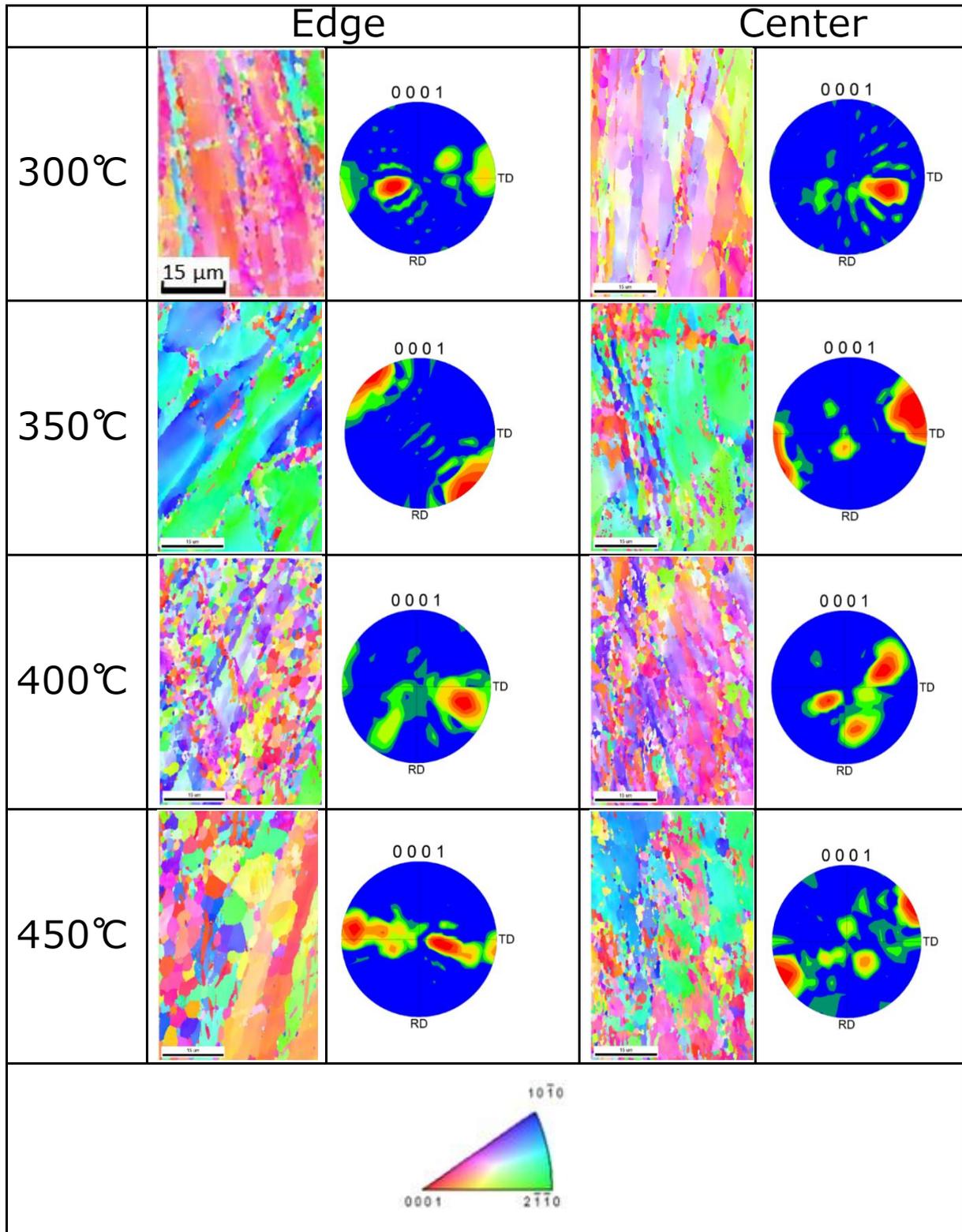


Fig 3.23 Results of EBSD analysis

3.4. 結言

Mg-Al-Ca-Mn 系合金を用いて鋳造材から直接鍛造成形するための基礎的な検討を行うために、二重円筒型形状の鍛造成形実験を実施し、得られた鍛造成形品の機械的特性に及ぼす成形条件の影響を調査した結果、以下の知見を得ることができた。

- (1) 試験温度 300℃の場合の鍛造成形品の引張強さは 334MPa と 0.2%耐力は 315MPa となり強度の高い成形品が得られた。しかしながら、鋳造材から直接加工した場合の成形品の伸びは小さいため、機械的特性をさらに改善する必要性がある。
- (2) 鍛造成形品の精度に与えるプレスモーションの影響を調査した結果、アップセットフォーミングモーションの方がクランクモーションよりも寸法のばらつきは少ないことが明らかになった。材料流れに関してはクランクモーションよりもアップセットフォーミングモーションの方が良好であった。
- (3) 結晶方位解析の結果、試験温度 300℃と 350℃の場合には、やや強い底面配向が認められ、400℃と 450℃の場合の結晶配向はランダムになっていることが明らかになった。試験温度が 300℃および 350℃の場合に引張強さと 0.2%耐力が高くなっている原因は、動的再結晶が抑制され加工硬化が顕著になったことと、未再結晶領域での底面配向が引張試験方向と平行になっていたためであることを確認した。逆に、試験温度 400℃および 450℃の場合に引張強さが低くなるのは動的再結晶が進んで結晶配向がランダムになったこと、および動的再結晶が進み結晶粒径が粒成長したことが原因であることを明らかにした。
- (4) 以上のことから、Mg-Al-Ca-Mn 系合金の鋳造材を熱間鍛造する場合には、成形品の機械的強度を向上させるため、動的再結晶を抑え集合組織を形成することが可能な 350℃以下での鍛造が有効であることが判明した。

第4章 スクロール部品の鍛造成形性 および機械的特性の評価

4.1. 緒言

昨今の CO₂ 排出規制による自動車の燃費基準は非常に厳しくなっており、これまで以上の自動車の軽量化や動力効率の改善が要求されている。従来、自動車の軽量化は比較的重量の大きいケース部品や内装部品を樹脂やマグネシウム合金等の材料置換によって変更することで実現されてきた。しかしながら、さらなる燃費向上に対応するためには駆動部品等の軽量化が必要である。例えば、自動車エアコン用の圧縮機は圧縮機構にピストンやスクロールが使用されているが、これら部品を軽量化できれば運転中の慣性モーメントを低く抑えられるため自動車の燃費改善に有効である。特にスクロールはピストンに比べ重量が大きく、圧縮機一台あたりに二つのスクロールが組み込まれるため軽量化の効果は大きい。スクロールの材料はこれまでに鋳鉄からアルミニウム合金に置換され軽量化が図られている。現在、アルミニウム合金製のスクロールは、チクソキャスト法^[128]、熱間鍛造法等によって製造されている^{[129],[130]}。さらなる軽量化の試みとしては、マグネシウム合金を用いたスクロールの鍛造加工の検討が報告されているが、鍛造成形品の機械的特性や結晶方位等に関する詳細なデータは少ない^[131]。

マグネシウム合金は常温での加工性が低く、高強度な成形品を得るための塑性加工プロセスはあまり多くない。近年では動的再結晶による結晶粒微細化を期待した強加工プロセスの研究例が報告されているが、これらは複雑な工程となるため実用化するにはさらなる改善が必要である^{[97]-[100]}。マグネシウム合金の鍛造加工については以前より研究が進められており基礎的知見も得られてきている^{[132],[133]}。

近年、鍛造加工においては、サーボモータによりスライドの動きを自由に制御することができるサーボプレスが適用されつつある^[134]。アルミニウム合金の熱間鍛造において、サーボプレスのスライドモーション機能を活用することで変形抵抗が低減され鍛造成形性の改善につながった報告例がある^[135]。また、複雑形状部品の鍛造では背圧付与の効果も有効であることも確認されている^[136]。マグネシウム合金の鍛造加工においては、スライドの自由なモーションや成形中に付与する背圧を積極的に活用することによって複雑な形状の部品の成形を実現できる可能性がある。

第 3 章では、鋳造材料から二重円筒形状部品の直接鍛造を試み、鍛造成形性と機械的特性を調査した。その結果、良好な鍛造成形品が得られる試験温度は 400℃ 以上

であるが、この条件で得られた成形品の機械的強度は充分ではなかった。この原因を結晶方位解析により調査したところ、機械的強度を向上させるためには動的再結晶を抑制し集合組織を形成することが有効であることが確認できた。従って、適切な試験温度は 350℃以下であると考えられる。

本章では、スクロール形状の鍛造金型を用いて、実験を行い、試験温度 350℃以下での鍛造成形性および機械的特性の向上を目的として、背圧が鍛造成形に与える影響について調査する。なお、本章ではスクロールのように複雑な形状の部品を鍛造すること、および 350℃以下での鍛造成形性を向上させるため、第 2 章において使用した二つの潤滑剤を用いて実験を行った。

また、マグネシウム合金の熱間鍛造において背圧を付与した場合の鍛造成形限界および機械的特性について調査した。そのうえ、高強度マグネシウム合金のスクロールの最適製造条件を明らかにするため、鍛造成形品の組織観察および結晶方位解析を行い、機械的特性を向上させるためのメカニズムを検討した。

さらに、一工程中に予成形工程としてビレットの据え込みをすることによって加工ひずみを蓄積し、そのまま連続的に熱間鍛造を行い、成形品の機械的性質の向上を目指すために据え込み鍛造実験を行い、得られた鍛造成形品の機械的特性を調査した。

4.2. 実験方法

4.2.1. 供試材料

本章で使用した供試材料は、第 2 章 2.2.1 節および第 3 章 3.2.1 節で用いた AXM4303 (Mg-4% Al-3% Ca-0.3% Mn) 連続鋳造材 ($\phi 75\text{mm}$, 三協マテリアル製 現: 三協立山) である。鋳造材の平均結晶粒径は $150\sim 200\mu\text{m}$ である。AXM4303 の機械的特性は 2.2.1 節 (Table 2.1) に示してある。

4.2.2. スクロールの鍛造試験

鍛造試験にはデジタル電動サーボプレス (SDE1522 アマダ製) を用いた。Fig 4.1 にサーボプレス機および金型の外観を示している。Fig 4.2 に鍛造試験で使用したダイセットの外観、Fig 4.3 に金型の構造を示している。Fig 4.2 に示すように上型と下型にはともにヒーターと熱電対が組み込まれ、温度コントローラーによって金型の温度が制御されている。金型の材質は SKD61 であり、上型と下型にはともに台座との間にセラミック板を設置しボルスターおよびスライドへの伝熱を防いでいる。Fig 4.3 に示すように本章で用いる金型はスクロールの壁が前方押出、ボスが後方押出となるような構造 (第 3 章の鍛造試験で用いた二重円筒形状の金型構造とは反対の構造) で、スクロールの壁先端側より背圧を付与できるようにした。押出成形される壁先端側にはスクロール形状のダイクッションプレートが設置されこれをピンで加圧して背圧を付与する構造になっている。背圧を利用して成形後のノックアウトも行う。ダイクッションはプレス機に組み込まれている油圧システム (エスアールエンジニアリング社製) を使用し、背圧荷重は背圧供給油の圧力を計測することによって値が出力される。

Fig 4.4 に鍛造試験に使用した鍛造ビレットに形状を示す。ビレットは供試材料の棒の中心位置から長手方向と鍛造方向が平行となるように直径 50mm 、長さ 14.5 mm の円柱形状を削り出し、その後、1000 番のサンドペーパーで研磨した。潤滑剤は第 2 章および第 3 章で用いた油系潤滑剤 GM-100 および黒鉛系ペースト剤 HF-5164 を用い、加熱前のビレットに刷毛により全面塗布した。所定の温度まで加熱されたダイスにビレットを投入し一定時間加熱後に鍛造試験を実施した。

Fig 4.5 はスクロールの形状を示している。Fig 4.5 に示すようにスクロール壁の厚みは 5mm で、スクロールの渦巻外周端に向かって壁の厚みが薄くなっている。

Table 4.1 は鍛造試験の条件を示す。鍛造成形品の底板面からのスクロール壁高さおよびボス高さの寸法を測定することによって成形の状態を評価した。スクロール壁高さの測定位置を Fig 4.6 に示す。Fig 4.7 に示すように、20 箇所の壁高さを測定しスクロール壁高さの最大値 (Max) と最小値 (Min) からスクロール壁高さ差 (Δh) を求めた。

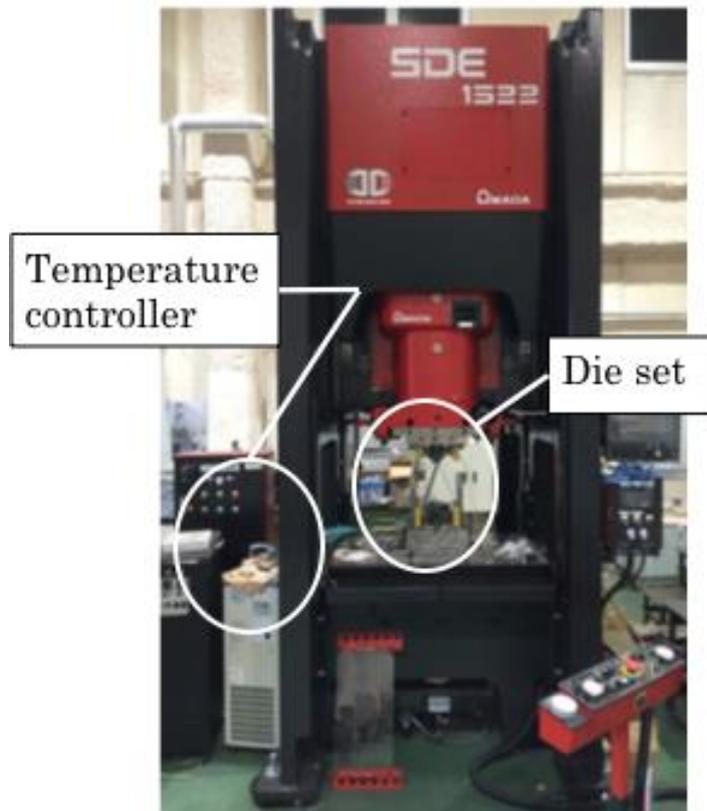


Fig 4.1 Photos of serve press and die

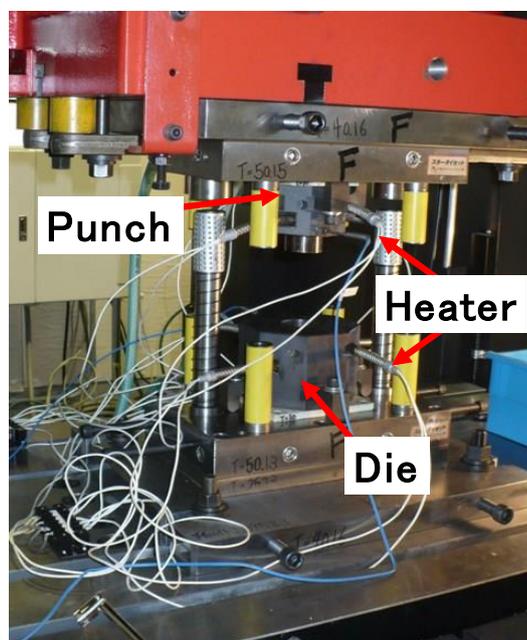


Fig 4.2 Photo of forging die set

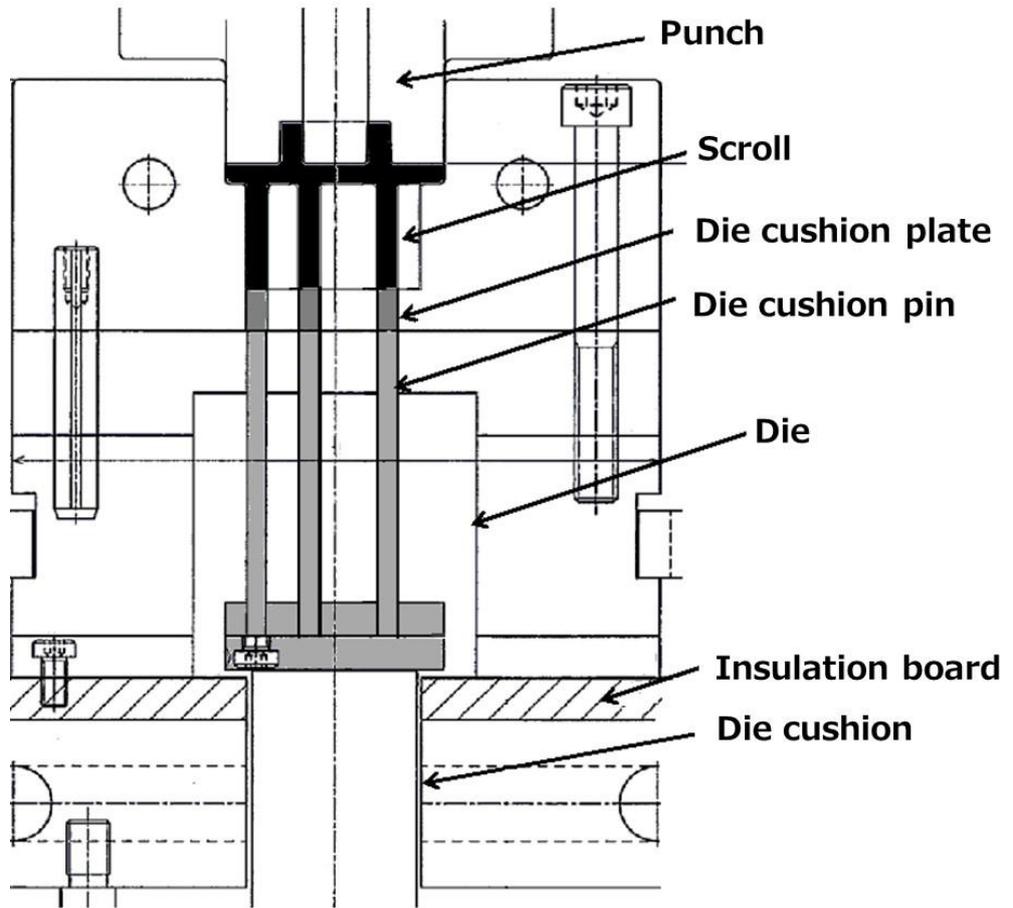


Fig 4.3 Die structure

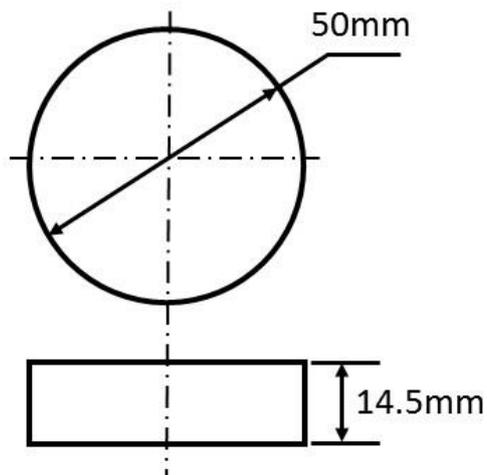


Fig 4.4 Billet shape for forging

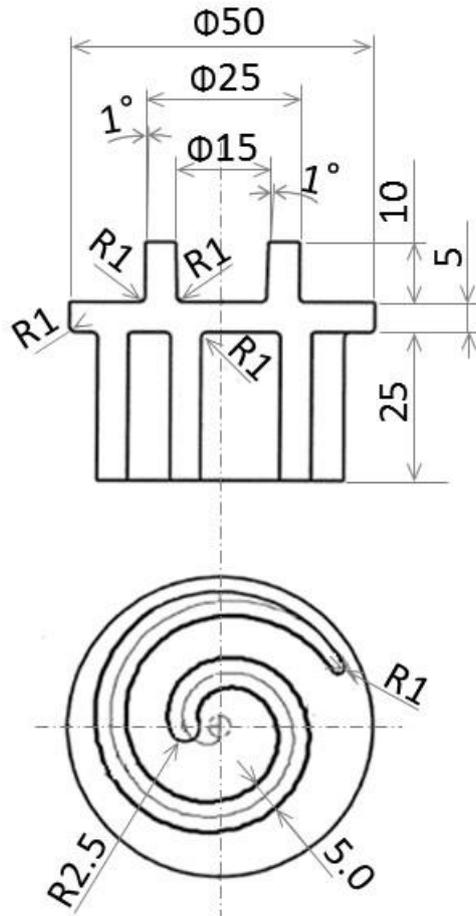


Fig 4.5 Shape of scroll (Unit: mm)

Table 4.1 Condition of forging test

Alloy name		AXM4303
Billet thickness [mm]		14.5
Billet diameter [mm]		50
Stroke [mm]		5.5, 7.5, 9.5, 11.5
Forging temperature T_f [°C]		250, 300, 350, 400
Forging speed V_f	Constant speed [mm/s]	1, 0.1, 40
	Crank motion [spm]	10
Back pressure P_b [kN]		0, 1, 20, 70, 100, 130, 150
Lubricant		HF5164

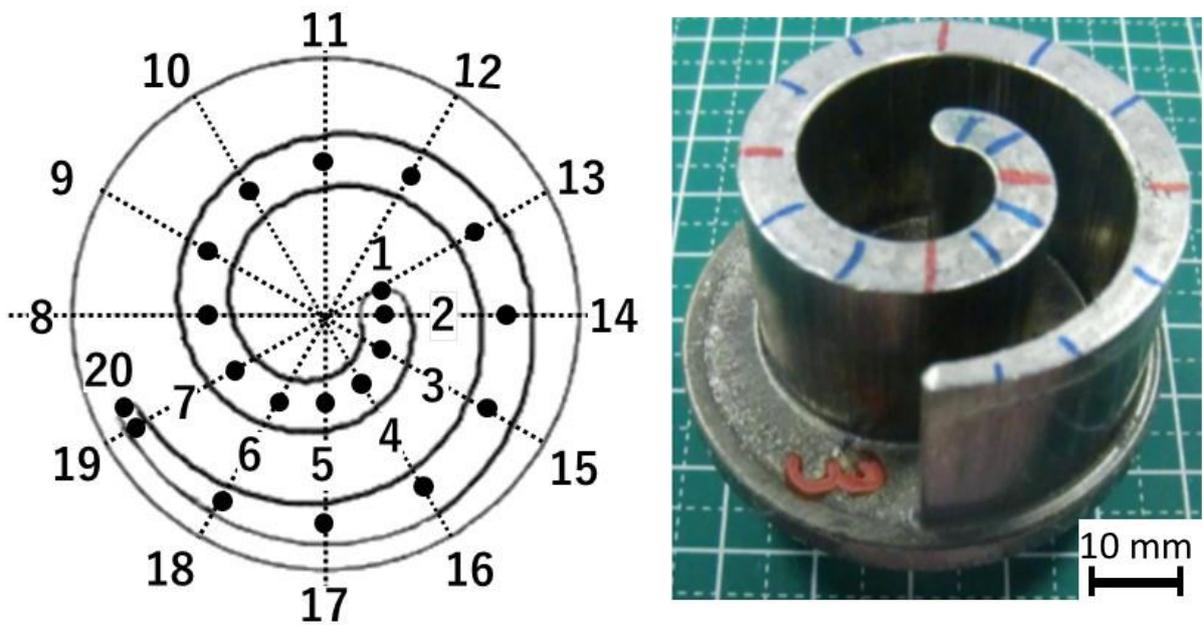


Fig 4.6 Measurement position of wall height of forging scroll

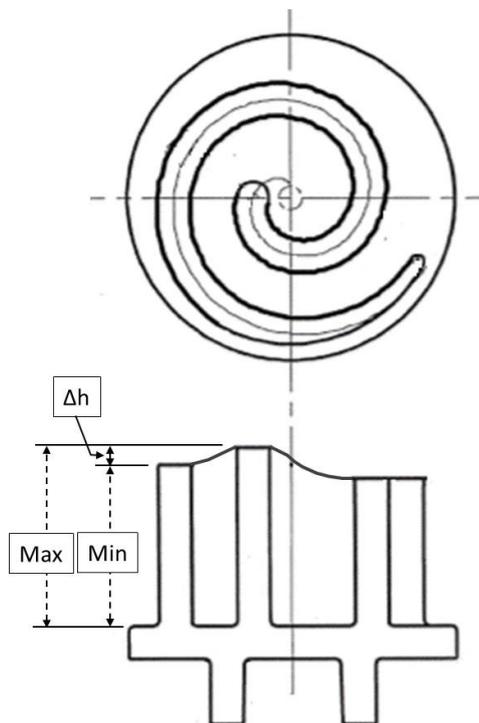


Fig 4.7 Maximum and minimum value and height difference of wall height

4.2.3. 据え込み鍛造試験

Fig 4.8 は据え込み鍛造試験に用いた鍛造ビレットの外観を示している. **Fig 4.8** に示すように鍛造ビレットの高さは, それぞれ 14.5mm, 20.5mm および 29.6mm であり, 据え込み率はそれぞれ 0%, 30%と 50%に対応している. 据え込み鍛造試験においては, 一工程中に予成形工程としてビレットの据え込みをすることによって加工ひずみを蓄積し, そのまま連続的に熱間鍛造を行い, 成形品の機械的特性の向上を目指すものである.

Fig 4.9 は据え込み鍛造工程の概略を示している. 鍛造ビレットを金型内へ投入しビレット高さが 14.5mm になるまで据え込みを行った後にそのまま連続的に熱間鍛造を行う. **Table 4.2** は据え込み鍛造試験の条件を示す. 据え込み速度は, 割れを抑制するために 6 mm/s と 8mm/s と比較的遅い速度に設定している. 鍛造速度は 40mm/s とした. **Fig 4.10**, **Fig 4.11** および **Fig 4.12** は試験中のスライド位置と時間の関係を示す.

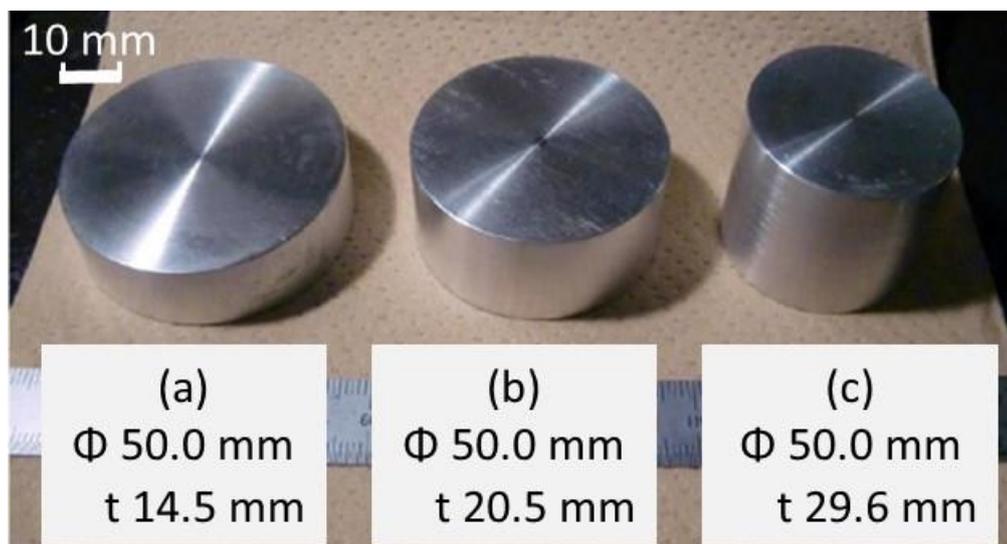


Fig 4.8 Billets for forging upsetting

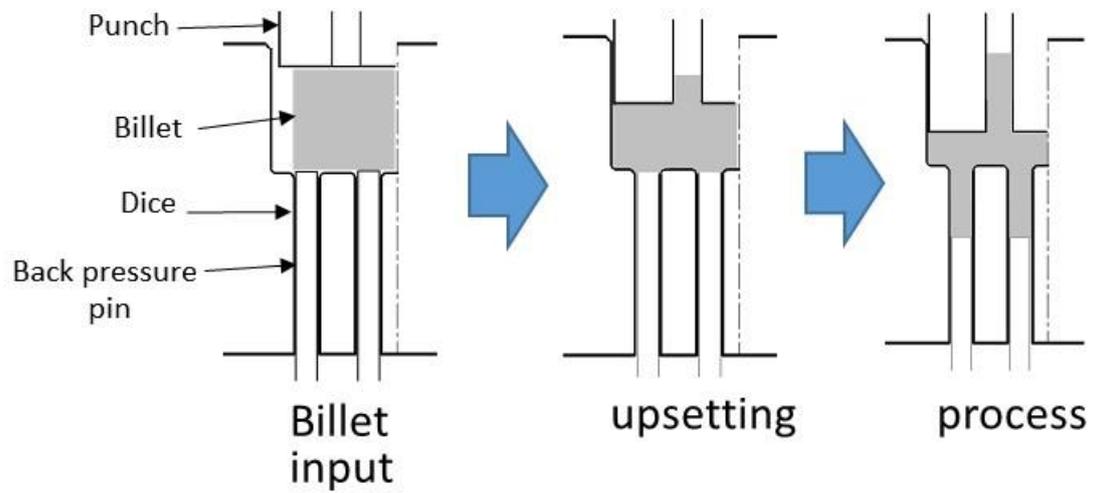


Fig 4.9 Image of forging upsetting

Table 4.2 Condition of the forging test

Upsetting	0 %	30 %	50 %
Billet height [mm]	14.5	20.5	29.6
Billet diameter [mm]	50	42	35
Forging temperature T_f [°C]	350	350	350
Upsetting speed V_u [mm/s]	—	6	8
Forging speed V_f [mm/s]	40	40	40

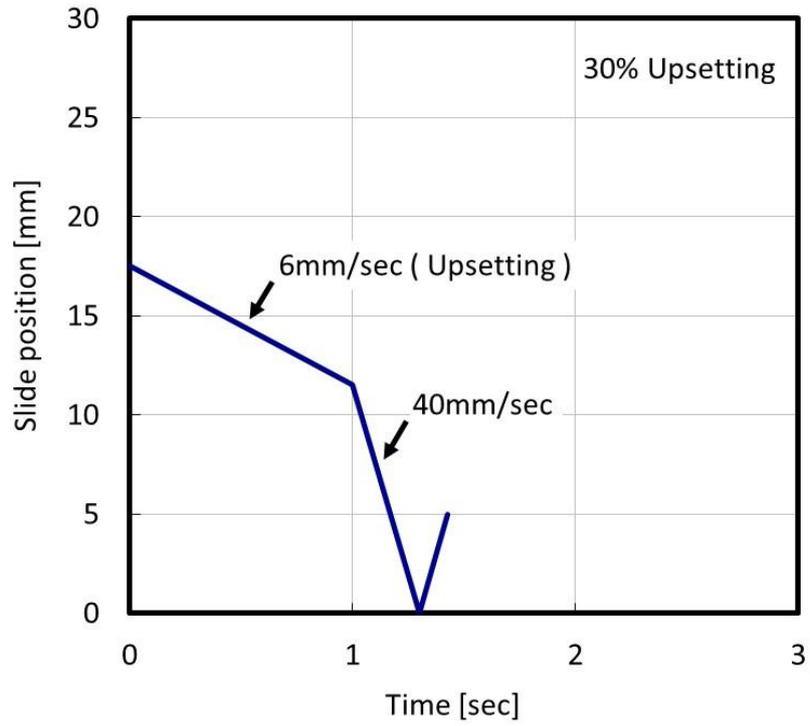


Fig 4.10 Slide motion in forging upsetting (30% Upsetting)

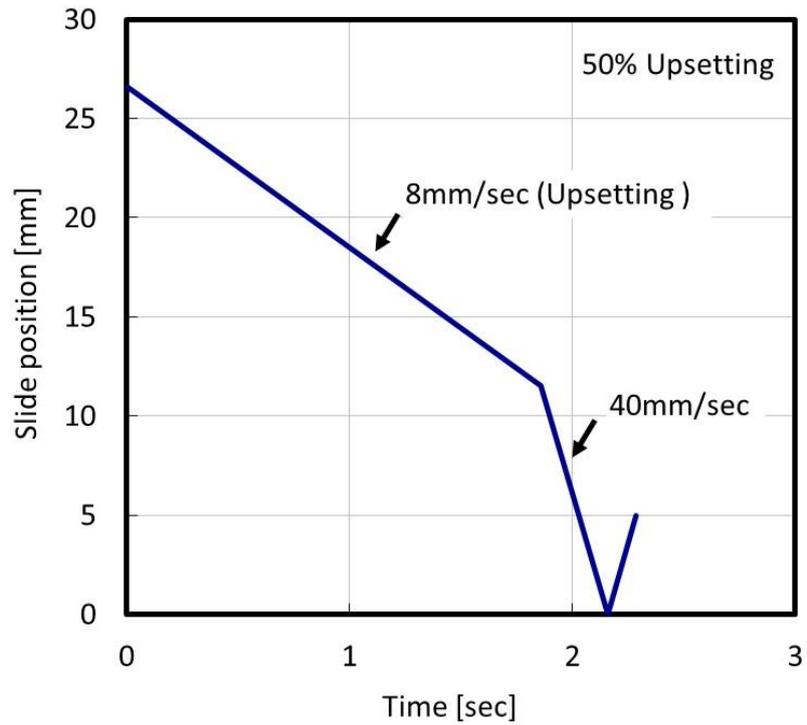


Fig 4.11 Slide motion in forging upsetting (50% Upsetting)

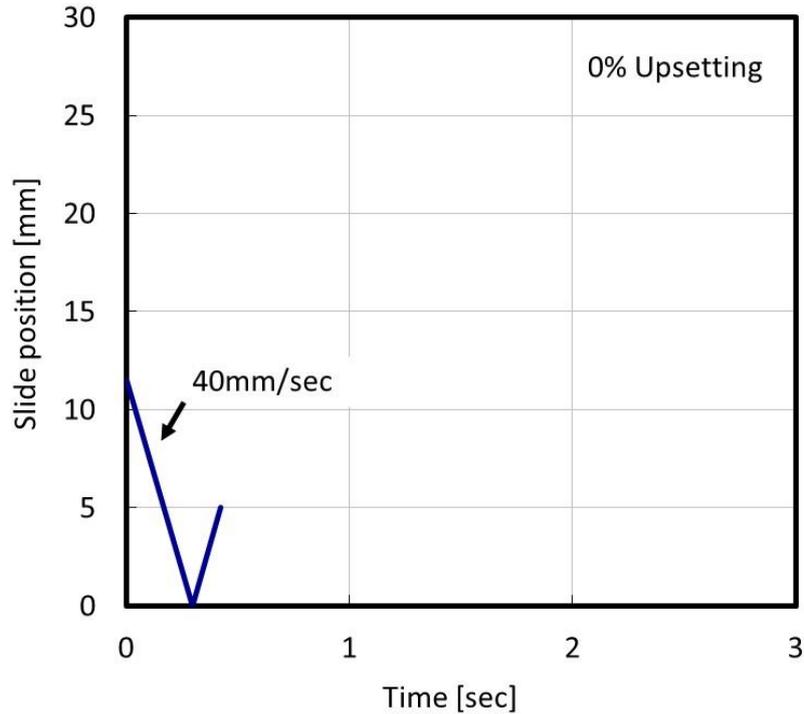


Fig 4.12 Slide motion in forging upsetting (0% Upsetting)

4.2.4. 機械的特性の評価

鍛造試験によって得られた機械的特性はスクロール壁の内部から引張試験片を切り出して行った。Fig 4.13 は鍛造成形品からの試験片採取位置を示している。Fig 4.14 は引張試験片の形状を示す。引張試験片は本章では曲率の大きいスクロール壁中心付近から平板引張試験片を採取することが困難なため、丸棒試験片を採取した。引張試験はインストロン 5587 型精密万能試験機(インストロン社製)を用いて 0.2%耐力, 引張強さ, 伸びを測定した。試験速度は 0.2%耐力の測定においては 0.5mm/min、引張強さの測定が 20 mm/min で行った。試験回数は 2 回とし、破断伸びは試験前と試験後の平行部の長さから求めた。試験片の破断位置は A, B, C の記号を付記して区分けた。破断位置が標点間中心から標点距離の 1/4 以内のときを A, 標点間中心から標点距離の 1/4 を超え標点以内のときを B, 標点外のときを C とした。

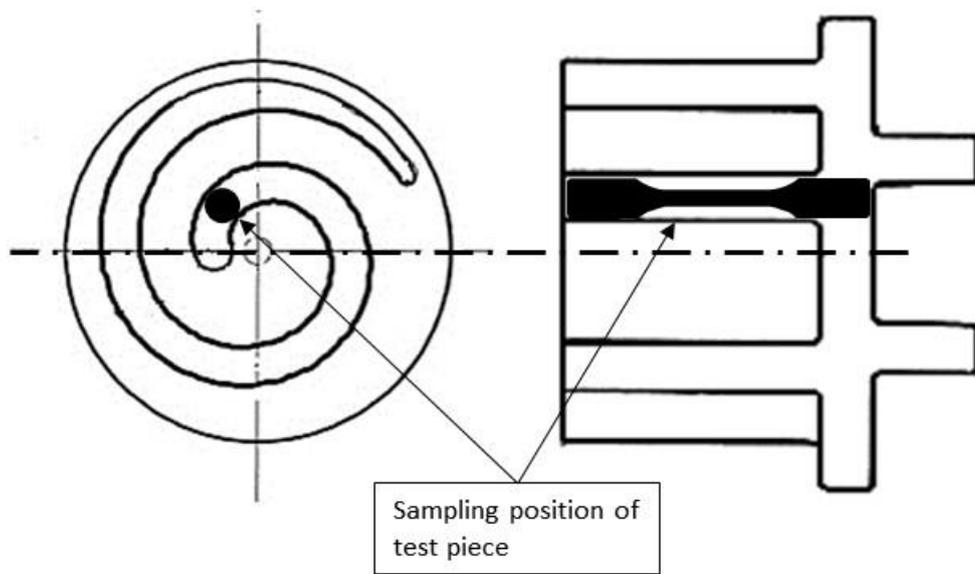


Fig 4.13 Sampling position of test piece

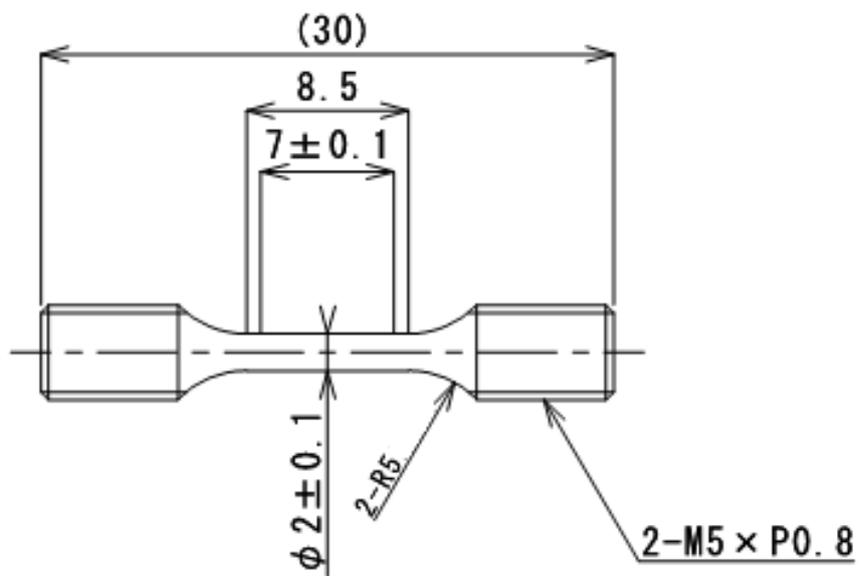


Fig 4.14 Tensile strength test piece (Unit: mm)

4.2.5. 硬度測定およびマイクロ組織観察

鍛造成形品の組織は、中心で縦方向に切断した後、樹脂埋めし、炭化シリコン耐水研磨紙 #500, #800, #1000, #1200, #2400, #4000 で研磨し、その後粒径 15 μ m と 3 μ m のダイヤモンド研磨液で仕上げた。その後 2.2.3 節において述べたように腐食させた後に、光学顕微鏡で組織を観察した。

鍛造成形品の断面硬度はマイクロビッカース硬度計により荷重 9.8N(保持時間 15 s) で測定した。さらに、背面反射電子回折装置 (EBSD: Electron Backscatter Diffraction) を備えた走査型電子顕微鏡 (JSM-7001FTTLS 日本電子製) を用いて鍛造成形品の断面の結晶方位を解析した。

4.3. 実験結果

4.3.1. 鍛造成形性に及ぼす潤滑剤の影響

Fig 4.15 は二種類の潤滑剤を用いて、試験温度が 350℃、鍛造速度は 1mm/s として鍛造試験を行った際に得られた鍛造成形品の外観を示している。**Fig 4.15** に示すように、鍛造試験における背圧は 0kN、1kN および 20kN の三条件で行った。背圧 0kN の場合には、どちらの潤滑剤を使用してもスクロールの壁中心付近の成形は不十分である。GM-100 を用いた鍛造成形品のスクロールの壁外側端部には割れが発生した。しかし、HF5164 を用いた場合には割れは発生していない。背圧を 1kN 付与した場合、どちらの潤滑剤を用いてもスクロール壁中心部の成形性と割れが改善している。背圧 20kN を付与した場合は HF5164 を用いたときの壁高さは背圧 1kN と比べると低くなる。潤滑剤 GM-100 を用いた場合の壁高さは背圧 1kN のときとほぼ同じである。

Fig 4.16 と **Fig 4.17** は潤滑剤 GM-100 と HF5164 を用いた場合のスクロール壁高さと背圧の関係をそれぞれ示している。**Fig 4.16** より GM-100 を用いた場合、背圧なしでは、壁高さの最大値が約 23mm、最小値が 14mm であり、高さの差は約 9mm である。背圧 1kN を付与することによって、壁高さの最大値は 14mm、最小値は 11mm となり高さ差は 3mm まで縮小する。しかし、成形された部分の壁高さは背圧が 0kN の場合と比較する大幅に低くなっている。背圧 20kN を付与した場合は、壁高さの差が若干改善されている。**Fig 4.17** より、潤滑剤 HF5164 を用いた場合には、背圧が 0kN の時に成形された部分の壁高さおよび壁高さの差は GM-100 を用いた場合とほぼ同じである。背圧 1kN を付与した場合は、内側部分の壁高さは高くなり、外側部分の壁高さは縮小するため壁高さの差は改善される。背圧 20kN を付与しても壁高さの差は改善されず、成形された部分の壁高さも減少する。スクロールの壁高差を小さくするためには GM-100 の方が適当と言えるが、成形される壁高さを大きくとるためには背圧を 1kN 付与し HF5164 を使用した方がよい。以上の結果より、HF5164 を用いた場合には、成形される壁高さを高くすることはできるが、壁高さの差を改善するためにはさらなる改善が必要である。従って、本実験の背圧付加の範囲内ではスクロールの成形では摩擦係数の小さな潤滑剤を用いるだけでは難しいことが判明した。

Back Pressure	GM-100	HF5164
0 kN		
1 kN		
20 kN		

Fig 4.15 Influence of lubricant on forging formability
 ($T_f : 350^{\circ}\text{C}$, $V_f : 1 \text{ mm/s}$)

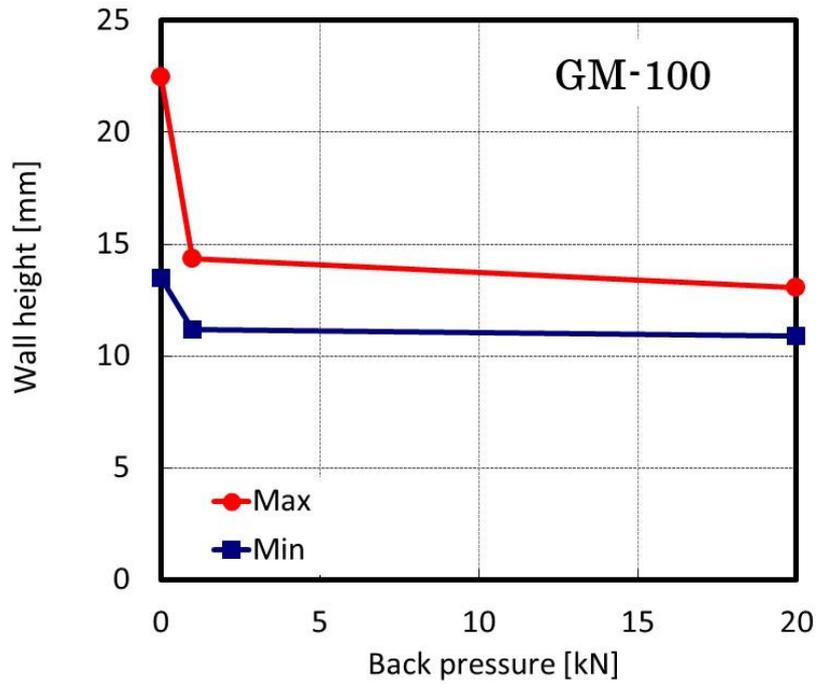


Fig 4.16 Effect of GM-100 lubricant on the scroll wall height

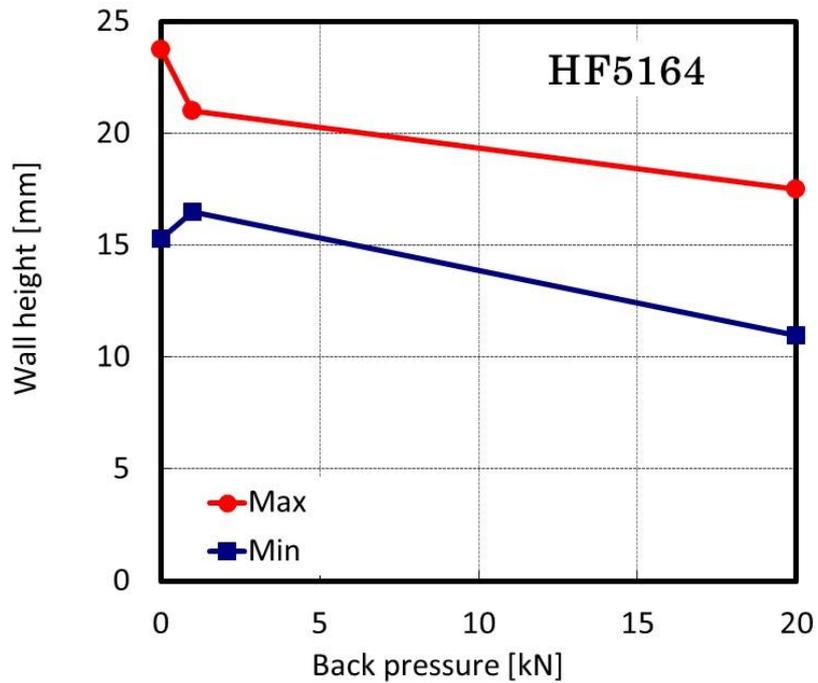


Fig 4.17 Effect of HF5164 lubricant on the scroll wall height

Fig 4.18 は鍛造荷重と背圧の関係を示している。鍛造荷重は HF5164 を用いることによって、GM-100 を用いた場合の半分程度に減少する。鍛造荷重は潤滑剤の摩擦係数に強く依存し、小さい摩擦係数の潤滑剤を用いることで鍛造荷重を低く抑えることが可能となる。

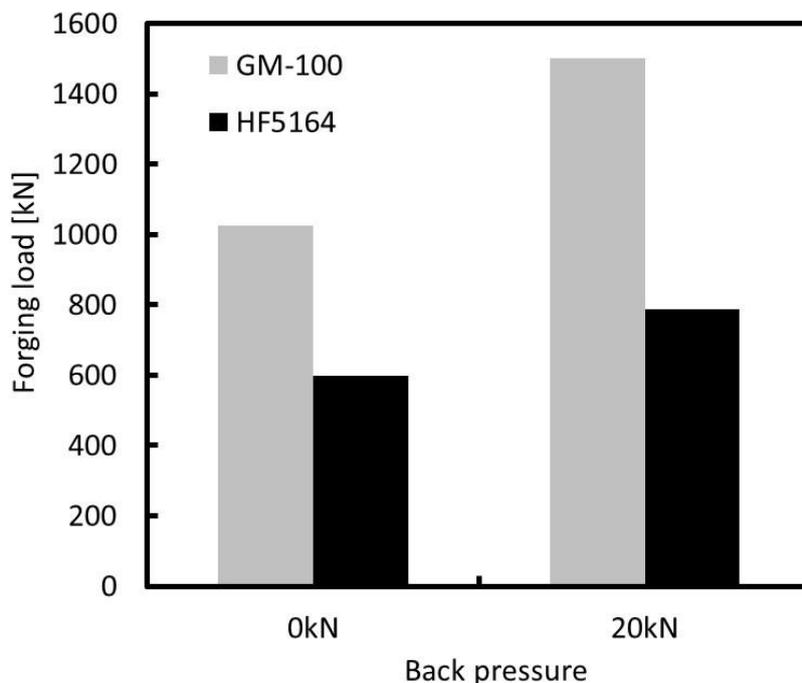


Fig 4.18 Relationship between of forging load and back pressure

4.3.2. 鍛造成形性に及ぼす押し込み量の影響

Fig 4.19 と **Fig 4.20** は鍛造押し込み量を変えたときの鍛造成形品外観を示している。ただし、**Fig 4.19** は背圧なしの場合、**Fig 4.20** は背圧が 100kN の場合に対応している。**Table 4.1** に示すように、試験温度は 350℃、鍛造速度は 10spm とし、下死点の位置を鍛造ビレット上面から 5.5, 7.5, 9.5mm のそれぞれに設定している。潤滑剤はすべての条件で HF5164 を用いている。**Fig 4.19** に示すように背圧なしの場合には、押し込み量 5.5mm ですでにスクロール壁中心部の高さが不均一になっている。押し込み量を 7.5mm と 9.5mm と増加させても高さは不均一のままである。一方、**Fig 4.20** に示すように鍛造加工開始から背圧荷重 100kN を付与した場合には、押し込み量 5.5mm でスクロール壁の高さは均一になり、さらに 9.5mm まで押し込んでもスクロール壁高さが均一に成形されていることが確認される。すなわち、スクロール部品の鍛造成形においては、加工の初期段階からから背圧を付与することが有効である。**Fig 4.21** と **Fig 4.22** は押し込み量を変えたときの荷重とストロークの関係をそれぞれ示している。ただし、**Fig 4.21** は

背圧なしの場合, **Fig 4.22** は背圧 100kN の場合に対応している. **Fig 4.21** と **Fig 4.22** より背圧を付与することによって成形荷重は 2 倍程度に増大している. また, さらに最大荷重が発生する点は, 背圧を付与しない場合は成形初期に表れる. 一方, 背圧を付与した場合には, 下死点付近で最大荷重が発生している.



(a) 5.5mm (b) 7.5mm (c) 9.5mm

Fig 4.19 Photos of forged products without back pressure

($T_f : 350^{\circ}\text{C}$, $V_f : 10\text{spm}$, $P_b : 0\text{kN}$)



(a) 5.5mm (b) 7.5mm (c) 9.5mm

Fig 4.20 Photos of forged products with back pressure 100kN

($T_f : 350^{\circ}\text{C}$, $V_f : 10\text{spm}$, $P_b : 100\text{kN}$)

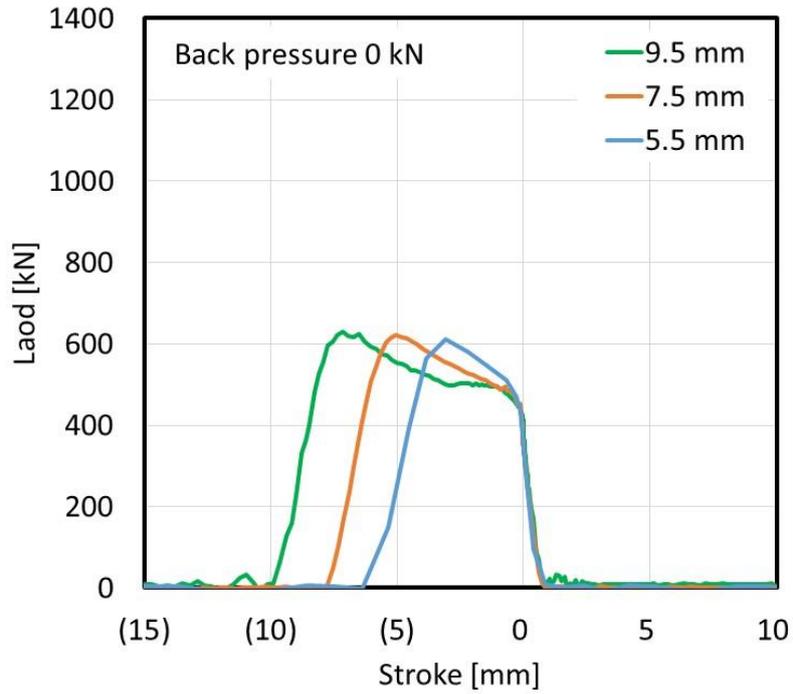


Fig 4.21 Load-stroke profile without back pressure

($T_f : 350^{\circ}\text{C}$, $V_f : 40\text{mm/s}$, $P_b : 0\text{kN}$)

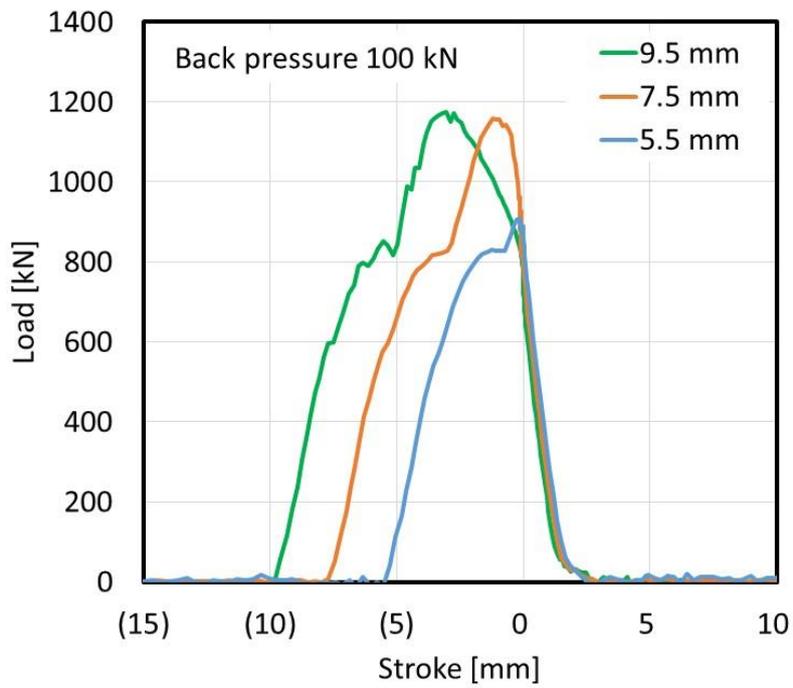


Fig 4.22 Load-stroke profile with back pressure 100kN

($T_f : 350^{\circ}\text{C}$, $V_f : 40\text{mm/s}$, $P_b : 100\text{kN}$)

4.3.3. 鍛造成形性に及ぼす背圧荷重の影響

Fig 4.23 と **Fig 4.24** は試験温度 300℃および 350℃の場合に、背圧荷重を変えたときのスクロール鍛造成形品の外観を示している。**Fig 4.23** は試験温度 300℃、**Fig 4.24** は試験温度 350℃に対応している。試験温度が 300℃および 350℃のいずれの場合も背圧を付与しないとスクロール中心部の壁高さは不均一になっている。一方、背圧を付与すると壁高さは均一になり成形性が改善している。**Fig 4.25** および **Fig 4.26** はそれぞれ試験温度 300℃、350℃の場合の背圧荷重と最大成形荷重の関係を示している。試験温度 300℃および 350℃のいずれの場合でも背圧荷重の増加と共に最大成形荷重が増加している。ただし 350℃の場合には、背圧 100kN 以上で最大成形荷重はあまり変化していない。

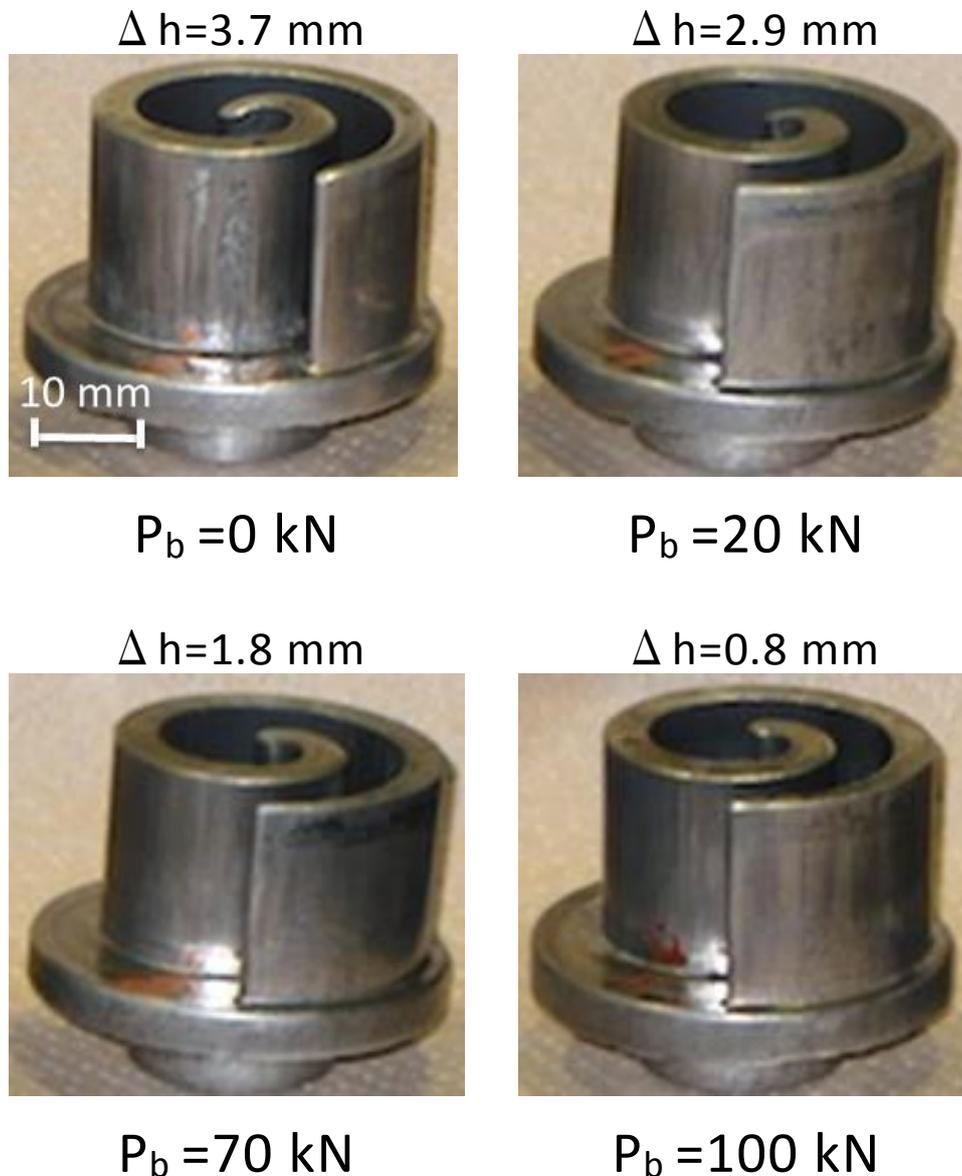


Fig 4.23 Forged products depend on back pressure. Wall height difference (Δh) is indicated in each photograph. (T_f : 300℃, V_f : 40mm/s)

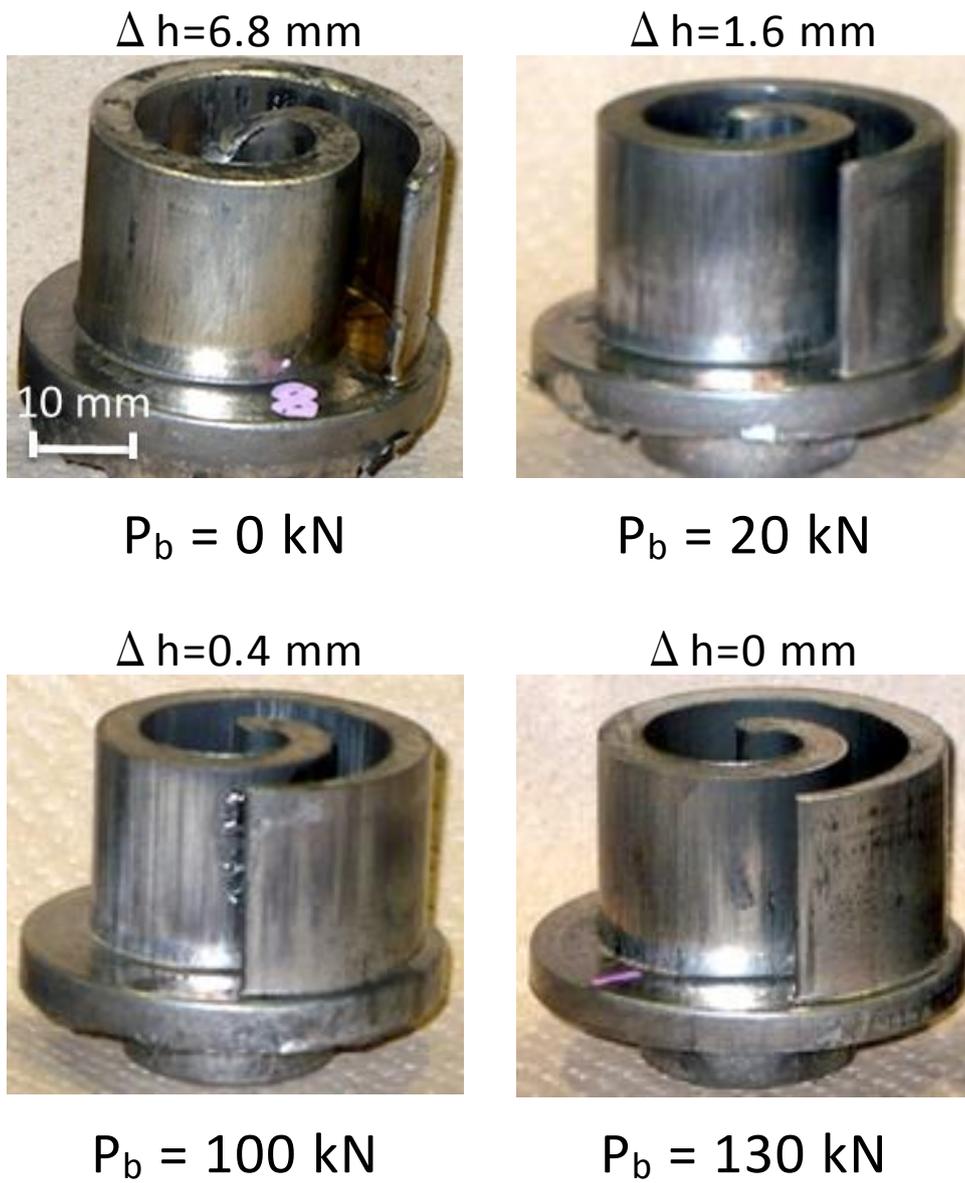


Fig 4.24 Forged products depend on back pressure. Wall height difference (Δh) is indicated in each photograph. ($T_f: 350^\circ\text{C}$, $V_f: 40\text{mm/s}$)

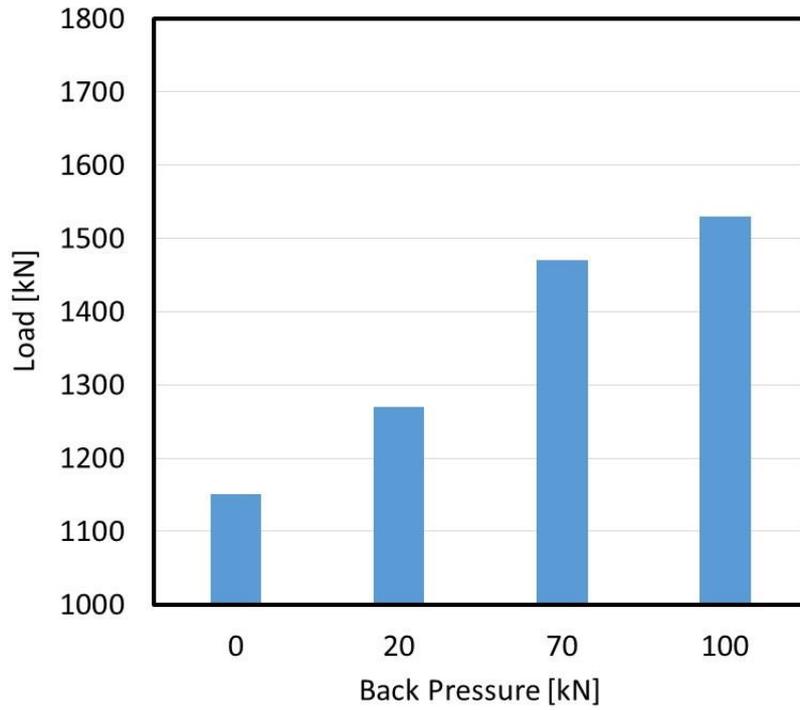


Fig 4.25 Effect of back pressure on maximum forging load
 ($T_f : 300^{\circ}\text{C}$, $V_f : 40 \text{ mm/s}$)

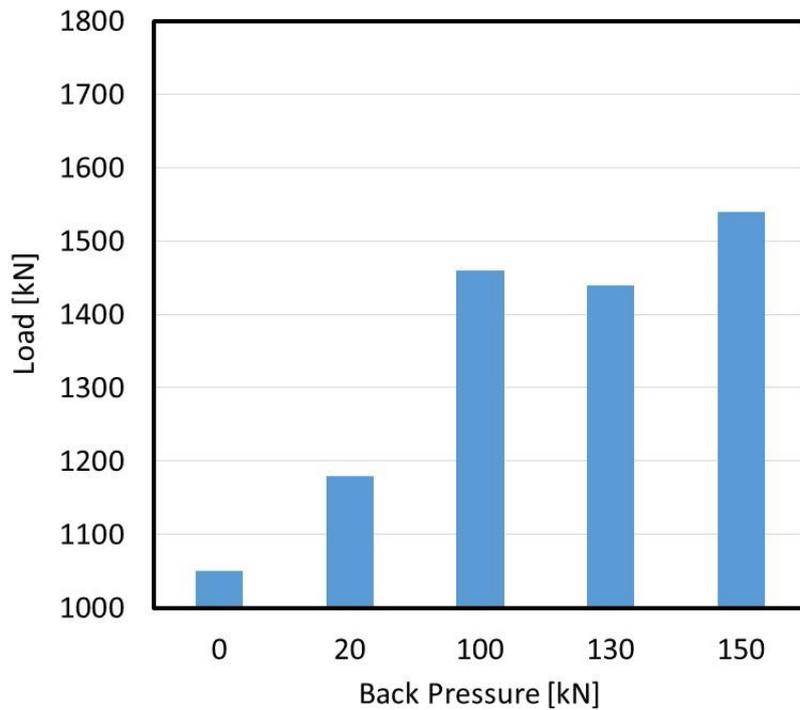


Fig 4.26 Effect of back pressure on maximum forging load
 ($T_f : 350^{\circ}\text{C}$, $V_f : 40 \text{ mm/s}$)

Fig 4.27 にスクロール壁高さの最大値と最小値の差から求めた壁高さ差 Δh と背圧荷重の関係を示す。背圧は鍛造開始時から付与している。**Fig 4.27** より荷重を大きくすると壁高さ差 Δh は小さくなり、背圧 100kN 以上で Δh は 1mm 以下となることが確認できる。**Fig 4.28** と **Fig 4.29** はそれぞれ 300℃および 350℃で鍛造した場合のスクロール壁高さの最大値、最小値と背圧との関係を示している。**Fig 4.28** より 300℃の場合には背圧が高くなると最大値と最小値の差異は小さくなるが、背圧荷重の上昇と伴にわずかながら壁高さの最大値が低下し、背圧 100kN の場合には背圧がない場合と比較して壁高さの最大値が約 1mm 程度低くなっている。**Fig 4.29** より試験温度 350℃で成形した場合には、背圧荷重の増加と共に壁高さ差は小さくなり背圧 130kN を付与することで壁高さ差は 0 になる。しかし、背圧 150kN の場合に壁高さは 10mm 以上低下していた。この結果より、スクロール壁高さを均一に成形させるためには適切な背圧荷重の範囲を推測することが重要であることが明らかになった。

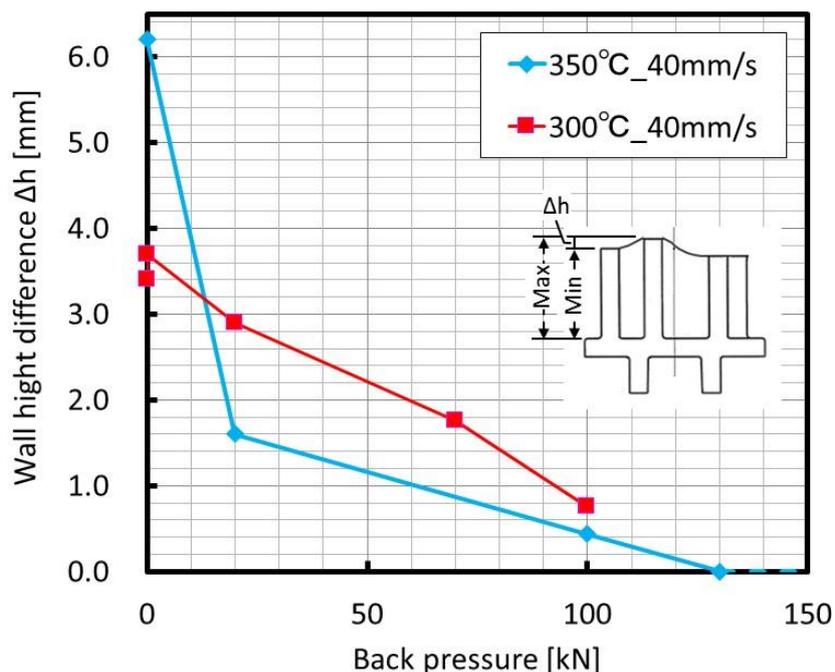


Fig 4.27 Relationship between back pressure and wall height difference

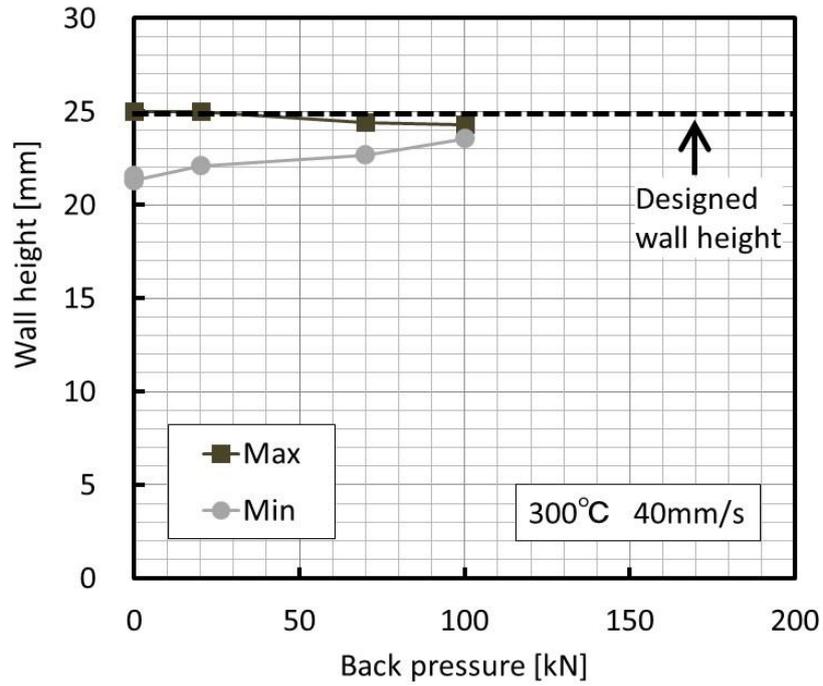


Fig 4.28 Influence of back pressure on wall height ($T_f : 300^{\circ}\text{C}$, $V_f : 40\text{mm/s}$)

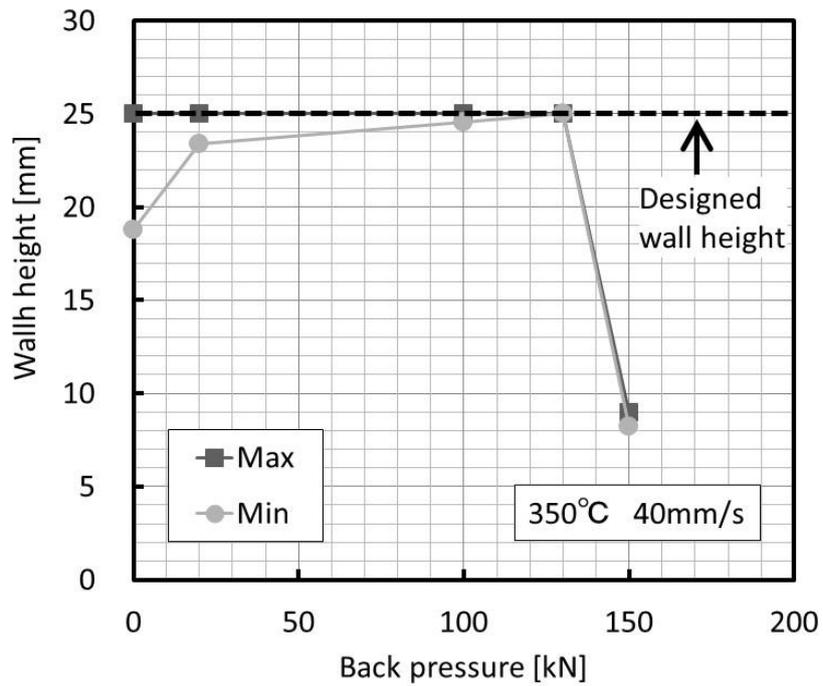


Fig 4.29 Influence of back pressure on wall height ($T_f : 350^{\circ}\text{C}$, $V_f : 40\text{mm/s}$)

Fig 4.30, Fig 4.31 は背圧と最大成形荷重の関係を示している。**Fig 4.30** および **Fig 4.31** に示すグラフの赤色部分は純粋な背圧荷重の大きさを示している。**Fig 4.30, Fig 4.31** に示す背圧の増加にともなう最大成形荷重の増加の機構を **Fig 4.32** のように考察した。**Fig 4.32** に示すように背圧がない場合に、鍛造で発生する最大荷重は 1150kN である。背圧 100kN を付与すると最大成形荷重は 1600kN まで増加している。すなわち、背圧 100kN に対して 440kN の荷重が発生したことになる。440kN の増加分には背圧 100kN 分が加わっているため、差し引き 340kN が金型内に内圧として発生していることになる。金型内に内圧として発生した 340kN の増加要因は、成形初期にスクロール壁先端に背圧荷重が付与されたことによる変形抵抗の増加および金型と材料間の摩擦抵抗と考えられる。以上の結果より、最大成形荷重の大きさは材料の変形抵抗や潤滑剤の摩擦係数の影響を受けるため、実際の鍛造成形では金型への材料固着や金型破損の見定めもあわせて重要な要因であると言える。

Fig 4.33 は最大成形荷重に対する背圧の割合を示している。この結果より、本章のスクロール部品の成形性に関しては最大成形荷重に対する背圧の割合は 9 から 13% が最も適していることが明らかになった。背圧の割合が 9% 以下の場合には、 Δh が増加し成形性は極端に低下する。一方、背圧の割合が 13% 以上の場合には過剰な大きさの背圧を付与することになり目的とする壁高さは得られない。また、この場合には材料の変形抵抗の増加と金型と材料間の摩擦抵抗が増加し最大成形荷重が急増し、金型の破損等の恐れがある。

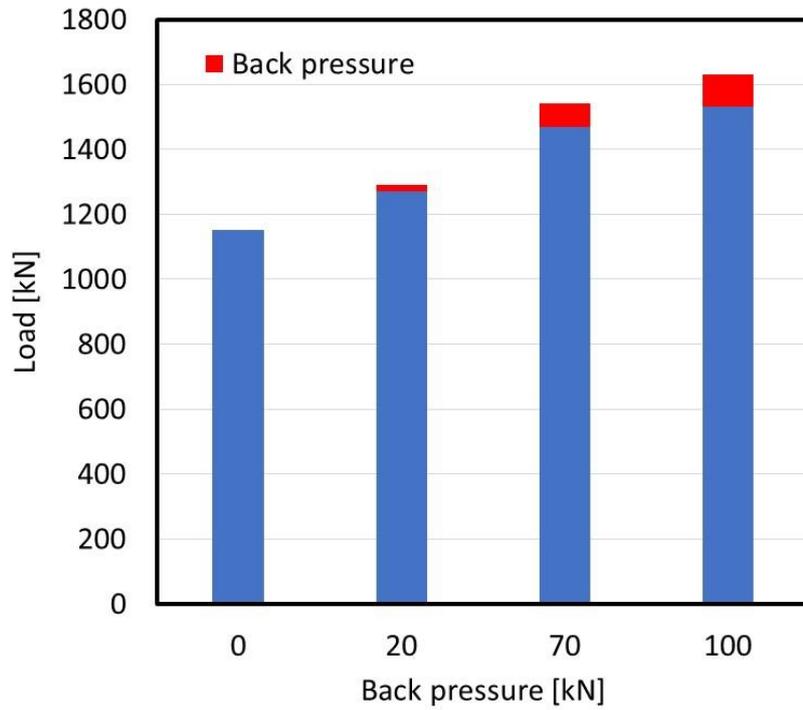


Fig 4.30 Relationship between forging load and back pressure
($T_f : 300^{\circ}\text{C}$, $V_f : 40\text{mm/s}$)

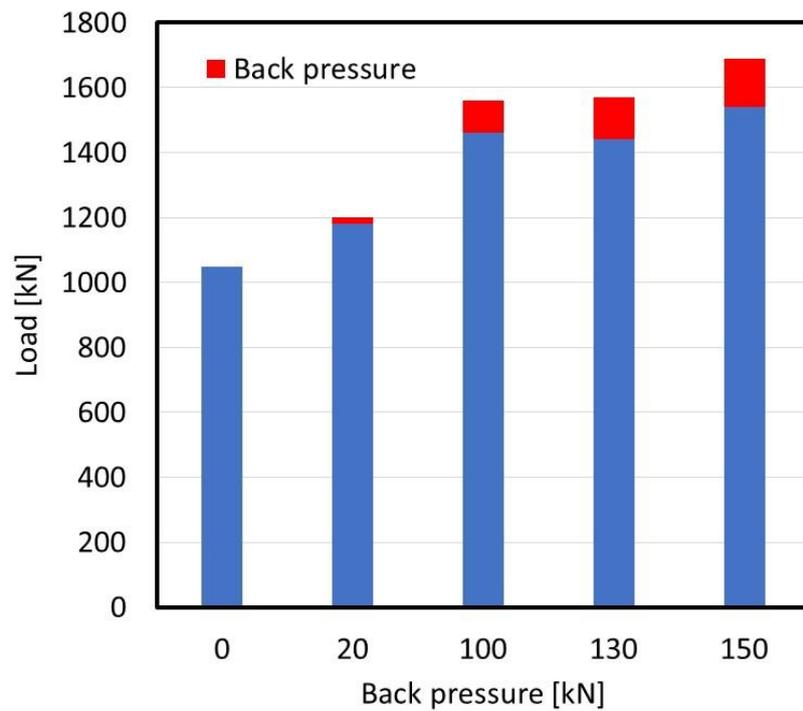


Fig 4.31 Relationship between forging load and back pressure
($T_f : 350^{\circ}\text{C}$, $V_f : 40\text{mm/s}$)

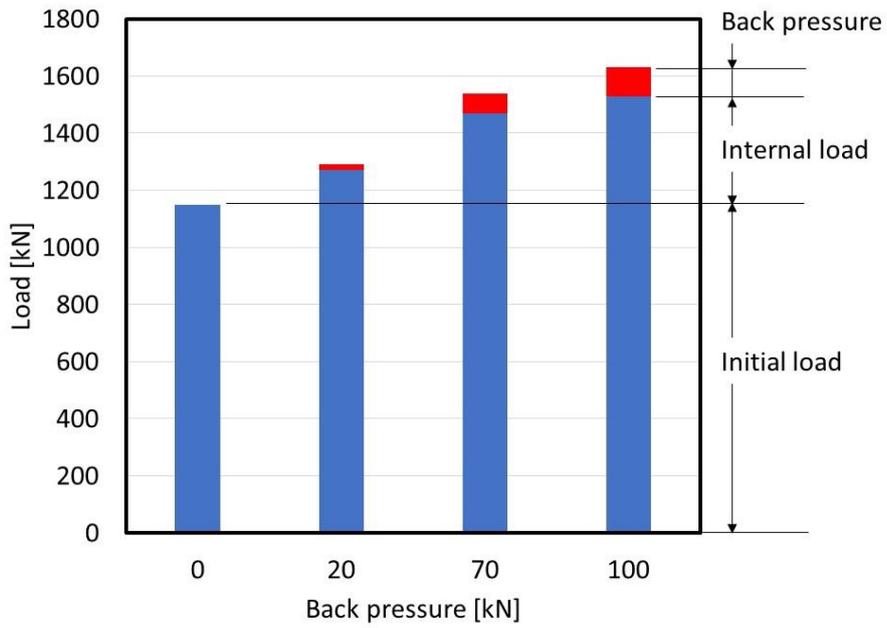


Fig 4.32 Relationship between back pressure and maximum forging load
($T_f : 300^{\circ}\text{C}$, $V_f : 40\text{mm/s}$)

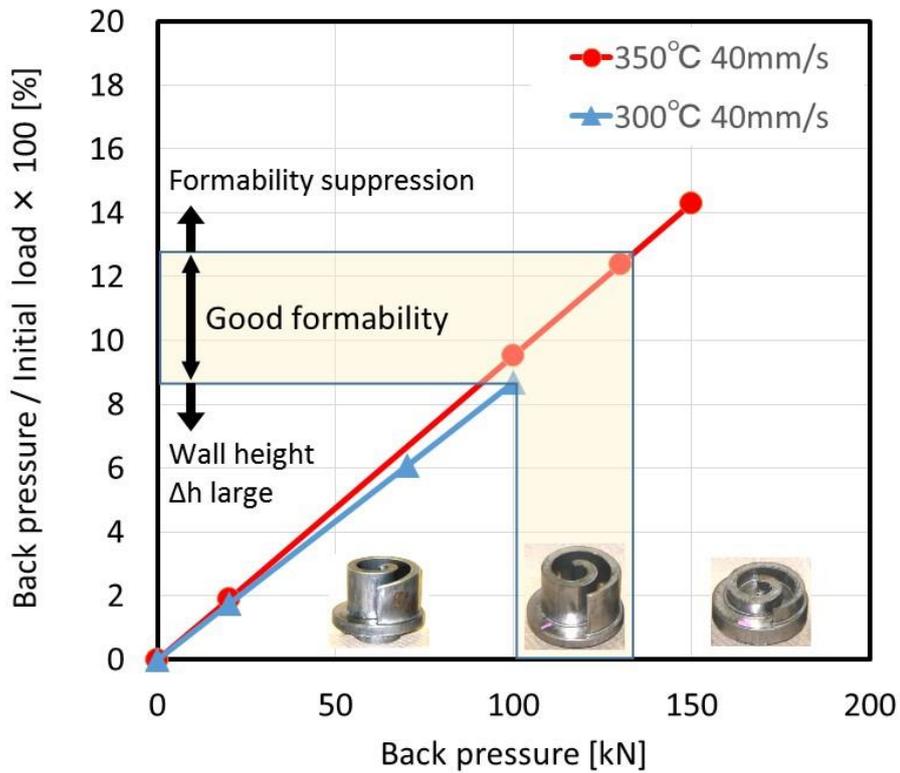


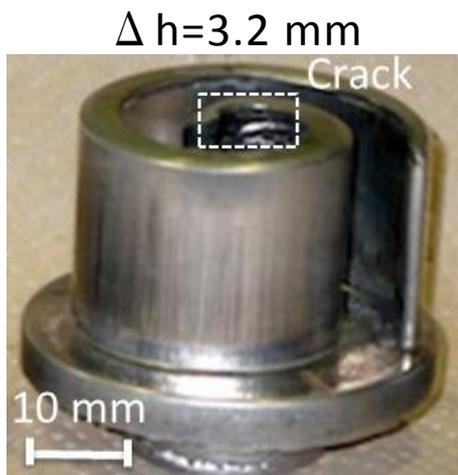
Fig 4.33 Percentage of back pressure to maximum forging load and optimal back pressure range

4.3.4. 鍛造成形性に及ぼす試験温度の影響

Fig 4.34 は試験温度 250℃から 400℃で得られた鍛造成形品の外観を示している。**Fig 4.34** において試験温度 250℃の場合には、背圧 100kN を付与するとプレス機の限界荷重(1500kN)を超えてしまうため背圧が 20kN の場合の結果を示している。試験温度 250℃の場合には、スクロール中心部の壁高さは不均一になっているが中心部以外では壁高さは約 25 mm成形されている。ただし、中心部に割れが認められている。試験温度 300℃ではスクロール中心部の壁高さがわずかに低いもののほぼ良好に成形できている。試験温度 350℃, 400℃の場合にはスクロール壁高さは均一な成形品が得られている。

Fig 4.35 は試験温度と最大成形荷重の関係を示している。**Fig 4.35** に示すように背圧が 100kN 以下の場合では、最大成形荷重に及ぼす温度の影響はあまりない。**Fig 4.36** は試験温度とスクロール壁高さの最大値および最小値の関係を示している。

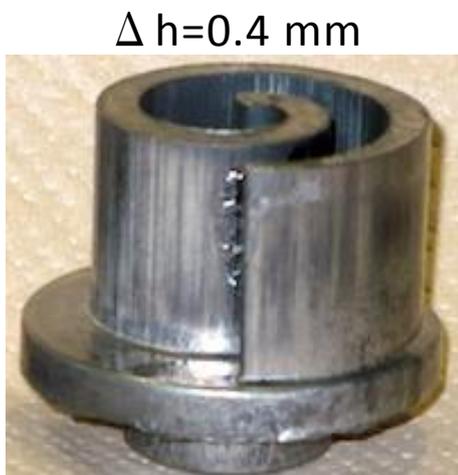
スクロール壁高さは、試験温度 350℃以上で目的の高さに成形されることが確認できる。試験温度 300℃の場合には壁高さは目的とする壁高さよりやや低い。試験温度 250℃ の場合には、中心部の壁高さが低いため壁高さの最大値と最小値の差が 3mm 以上となっている。以上の結果より、スクロール部品の鍛造成形においては、鍛造速度 40mm/s, 背圧 100kN の場合では 300℃ 以上で目的とする成形品が得られることを明らかにした。



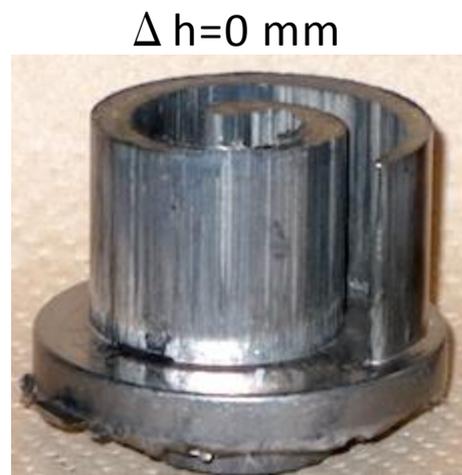
$T_f = 250^\circ\text{C}$ $P_b = 20 \text{ kN}$



$T_f = 300^\circ\text{C}$ $P_b = 100 \text{ kN}$



$T_f = 350^\circ\text{C}$ $P_b = 100 \text{ kN}$



$T_f = 400^\circ\text{C}$ $P_b = 100 \text{ kN}$

Fig 4.34 Forged products depend on temperature of $V_f = 40 \text{ mm/s}$

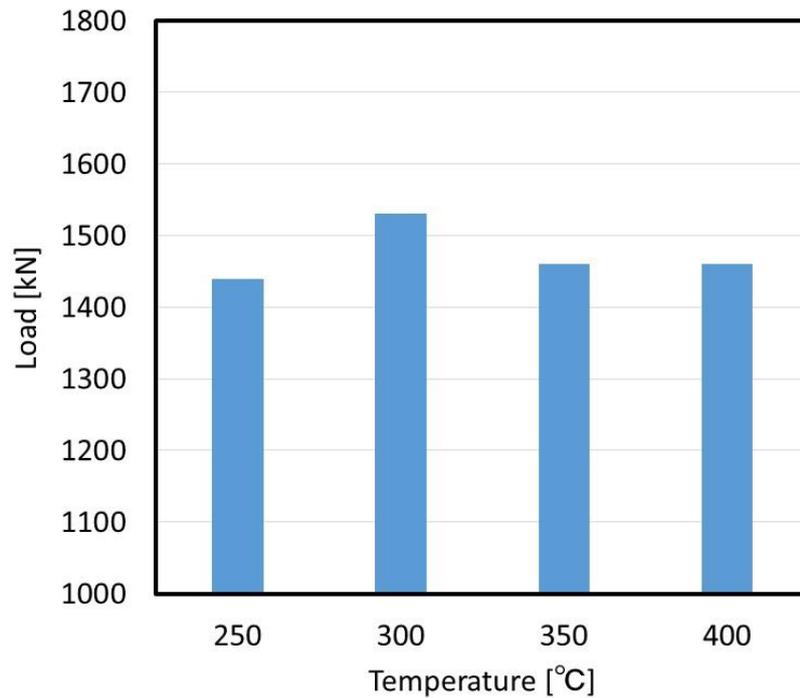


Fig 4.35 Effect of forging temperature on the maximum forging load
 ($V_f = 40$ mm/s, $P_b = 100$ kN (350°C , 400°C), $P_b = 20$ kN (250°C))

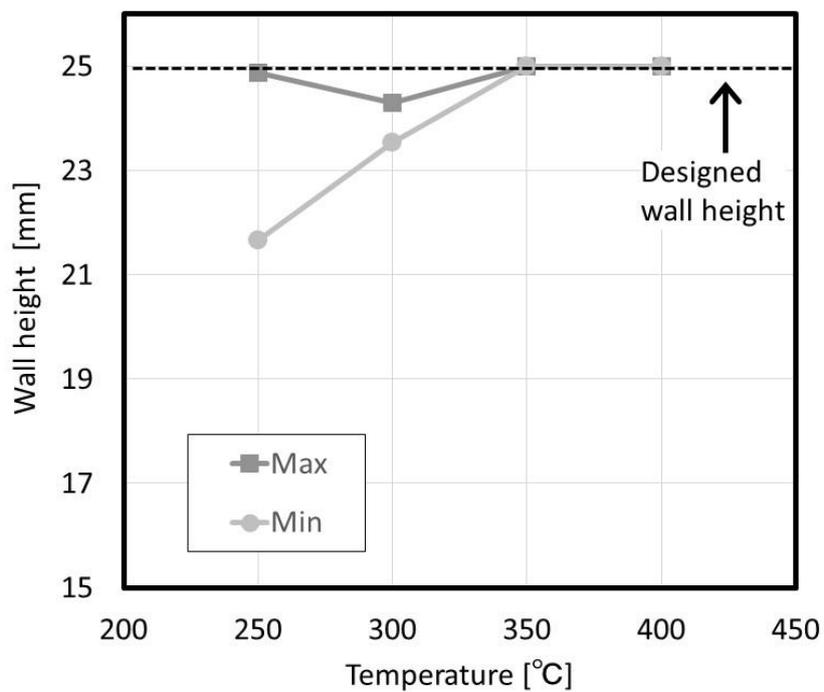


Fig 4.36 Effect of forging temperature on wall height
 ($V_f = 40$ mm/s, $P_b = 100$ kN (350°C , 400°C), $P_b = 20$ kN (250°C))

4.3.5. 鍛造成形性に及ぼす鍛造速度の影響

Fig 4.37 は試験温度 350℃, 背圧 100kN の場合に, 鍛造速度を 1, 10, 40mm/s に変化させた場合に得られた鍛造成形品の外観を示している.

Fig 4.37 より鍛造速度 1mm/s の場合は, 壁高さの差 Δh が 1.6mm となり目的の成形品は得られていない. 鍛造速度 10mm/s と 40mm/s の場合には目的とするスクロール壁高さ 25mm が得られている. **Fig 4.38** は試験温度と最大形成荷重の関係を示している.

最大成形荷重は, 鍛造速度が 1mm/s から 10mm/s になると低下し, 40mm/s になると再び上昇している. 1mm/s から 10mm/s による鍛造荷重の低下は, 鍛造速度の高速化に伴い発熱量が増し, 材料流動性が向上したため変形抵抗の増加分を上回ったためと考えられる. 鍛造速度の増加に伴う発熱による変形抵抗の減少分より, 鍛造速度の増加に伴う変形抵抗の増加分が上回ったことおよび金型への材料充満度が高まったためと考察する. **Fig 4.39** は鍛造速度とスクロール壁高さの最大値および最小値の関係を示している. 本実験範囲内では鍛造速度が 10mm/s 以上で目的とする成形品が得られることを明らかにした.

$\Delta h = 1.6 \text{ mm}$



$V_f = 1 \text{ mm/s}$

$\Delta h = 0 \text{ mm}$



$V_f = 10 \text{ mm/s}$

$\Delta h = 0.4 \text{ mm}$



$V_f = 40 \text{ mm/s}$

Fig 4.37 Forged products depend on forging speed
($T_f = 350 \text{ }^\circ\text{C}$, $P_b = 100 \text{ kN}$)

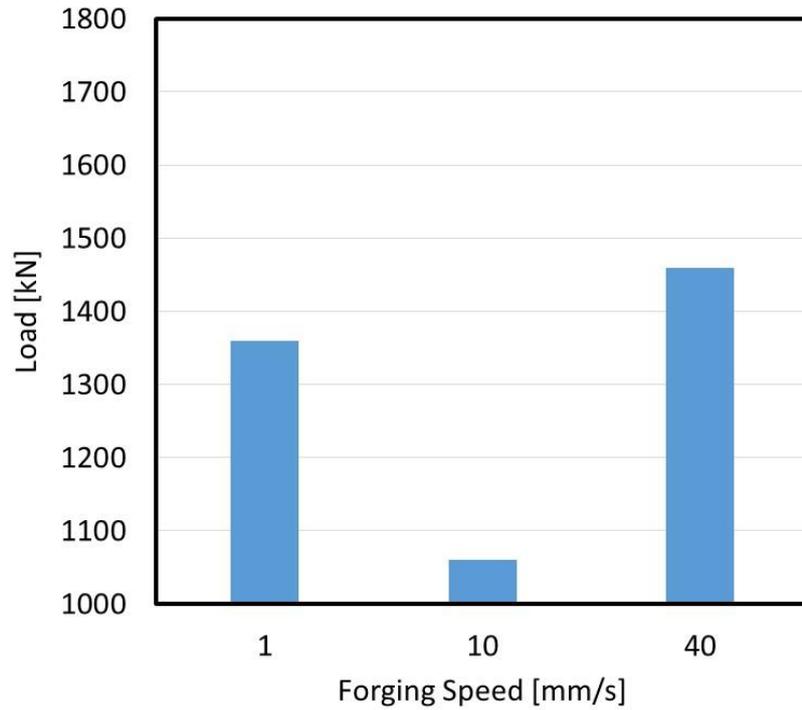


Fig 4.38 Effect of forging speed on the maximum forging load
 ($T_f = 350 \text{ }^\circ\text{C}$, $P_b = 100 \text{ kN}$)

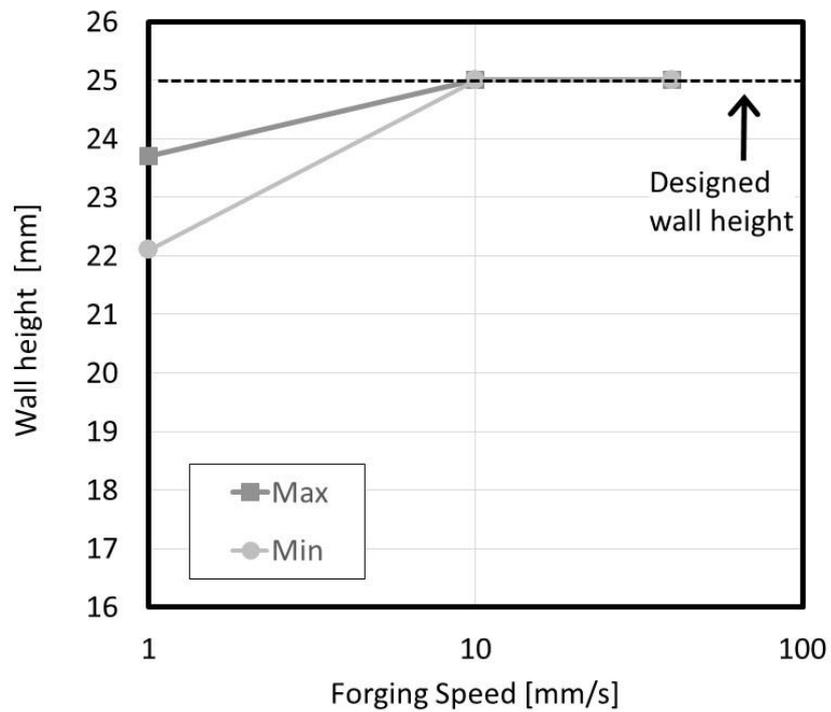


Fig 4.39 Effect of forging speed on wall height
 ($T_f = 350 \text{ }^\circ\text{C}$, $P_b = 100 \text{ kN}$)

4.3.6. 鍛造成形品の機械的特性の評価

Table 4.3 は **Fig 4.40** に示す位置から採取した引張試験片を用いて室温で引張試験を行った場合の結果を示す。**Table 4.3** に示す試験片の破断位置 (A, B, C) は, 4.2.4 節に示す破断位置と同様である。

成形品の 0.2% 耐力および引張強さは試験温度 400°C の場合を除いてすべて 300MPa 以上の高い強度が得られている。特に, 試験温度が 300°C の場合に高い 0.2% 耐力と引張強さが得られている。破断までの全伸びは 1% から 3% であった。引張試験片はほぼ平行部から破断しており成形品の内部欠陥はないと考えられる。

Fig 4.41 は引張特性に及ぼす試験温度の影響を示す。**Fig 4.41** より 0.2% 耐力は 300°C から 400°C になるにつれて 10% 以上低下する。引張強さは 300°C から 350°C でわずかに向上するが 400°C になると 10% 以上低下している。伸びは 3% 程度で大きな変化は認められない。

Fig 4.42 は引張特性に及ぼす鍛造速度の影響を示す。**Fig 4.42** により 0.2% 耐力と引張強さは鍛造速度が高速になるとわずかに上昇する。伸びは 1mm/s から 40mm/s の範囲で 1% から 3% 程度に収まっている。

Fig 4.43 と **Fig 4.44** は引張特性に及ぼす背圧の影響を示している。**Fig 4.43** が試験温度 300°C, **Fig 4.44** は試験温度 350°C の場合の結果をそれぞれ示している。**Fig 4.43** より試験温度 300°C の場合は, 鍛造成形品の 0.2% 耐力と引張強さは背圧の影響が見られない。伸びは背圧が高くなるとわずかに向上する。**Fig 4.44** より試験温度 350°C の場合は, 背圧の増加に伴い 0.2% 耐力, 引張強さはともに向上するが, 背圧 130kN で逆に低下している。伸びは背圧の増加と共に向上している。背圧が 130kN の場合には, 過剰な成形荷重によって他の場合とは異なる材料流れの可能性があり, さらにシミュレーション等による詳細な調査を検討している。

Table 4.3 Relationship between mechanical properties at R.T.

Test No.	Forging temperature (°C)	Forging speed (mm/s)	Back pressure (kN)	0.2% Proof stress (MPa)	Tensile strength (MPa)	Elongation (%)	Fractured position
1	300	10	100	362	365	0.8	A
2		40	0	351	366	1.6	A
3		40	20	348	353	1.5	A
4		40	70	343	353	1.7	A
5		40	100	345	353	2.7	A
6	350	1	0	322	343	1.0	A
7		1	100	326	350	1.6	A
8		1	150	334	359	2.5	B
9		10	100	320	342	3.4	A
10		40	20	321	333	1.4	A
11		40	100	339	359	2.8	A
12	400	40	130	308	333	3.8	A
13		40	100	294	320	3.0	A

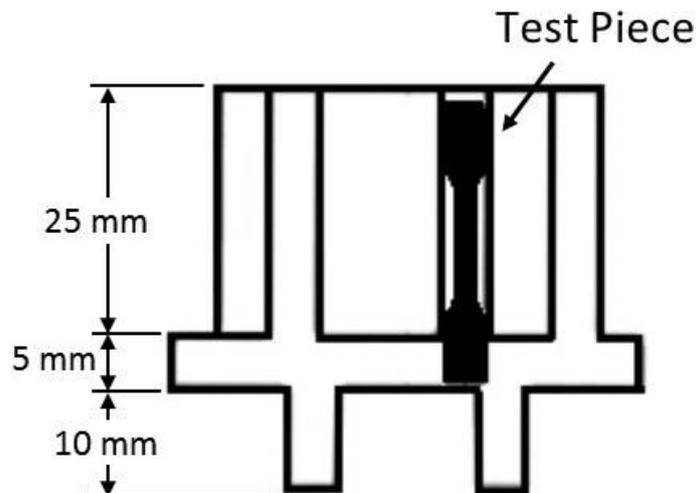


Fig 4.40 Sampling position of the test piece

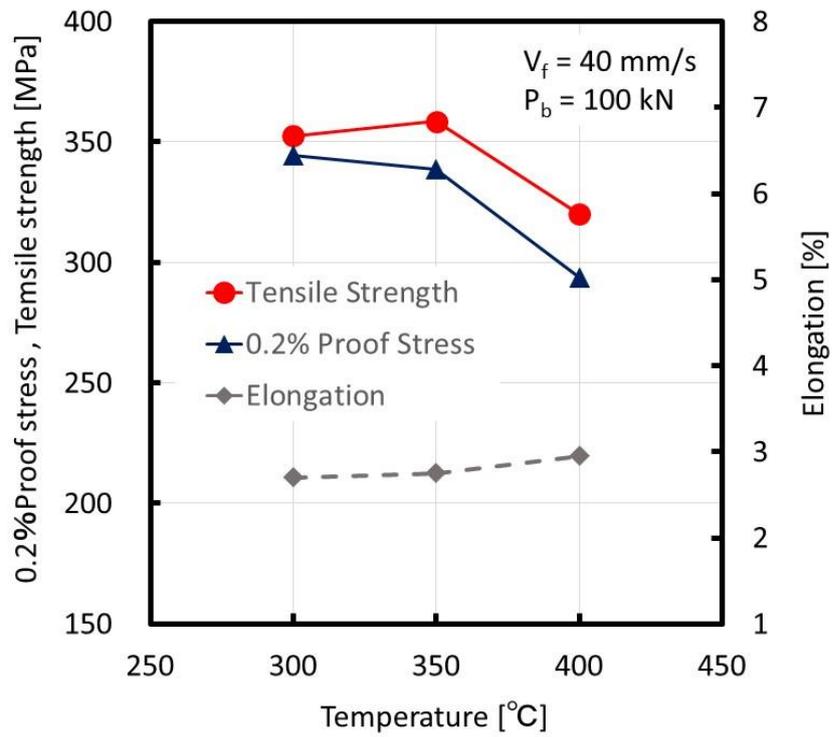


Fig 4.41 Effect of forging temperature on tensile properties at R.T.

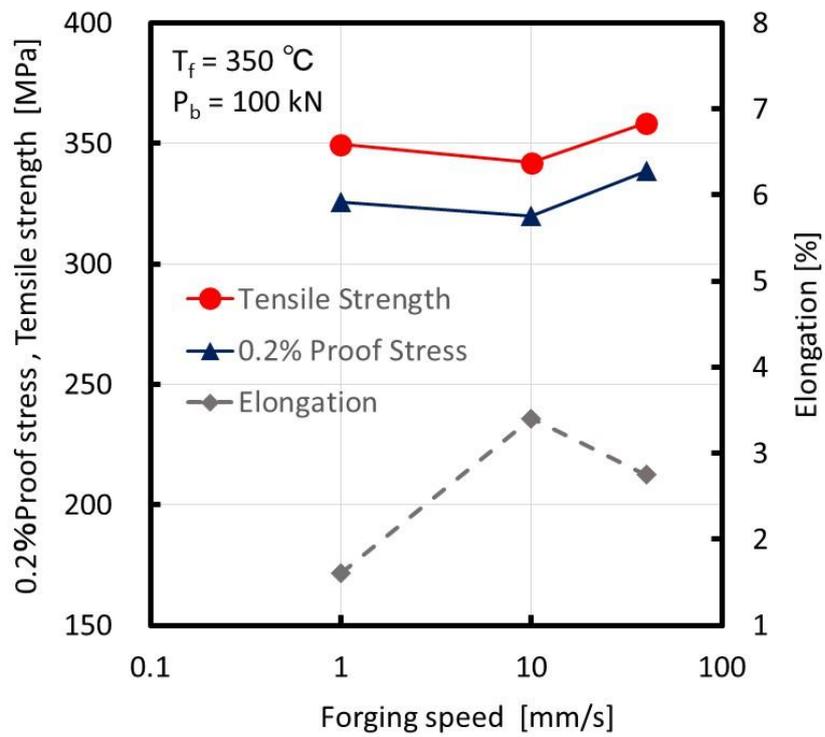


Fig 4.42 Effect of forging speed on tensile properties at R.T.

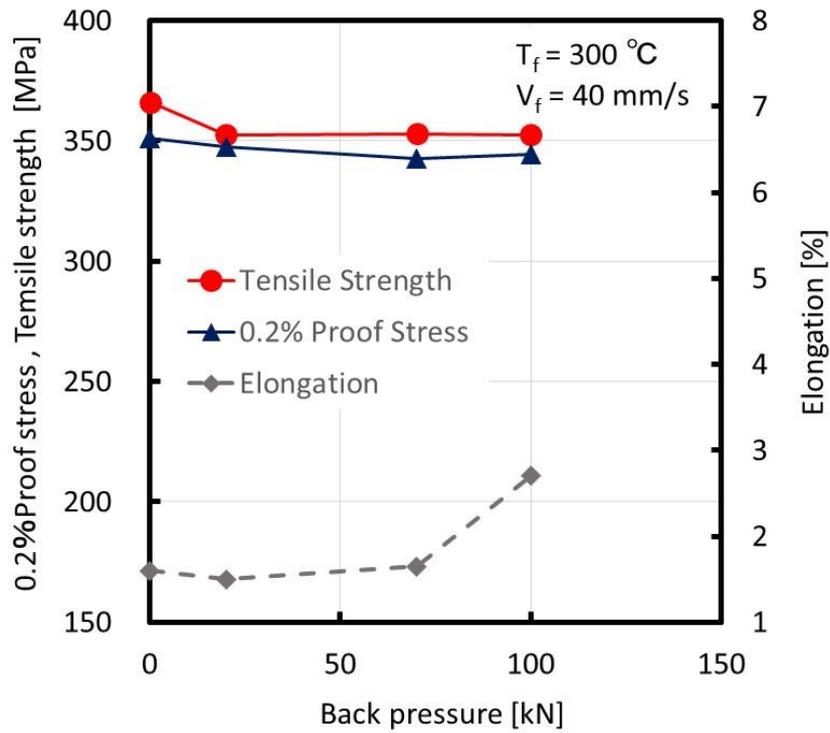


Fig 4.43 Effect of back pressure on tensile properties at R.T.

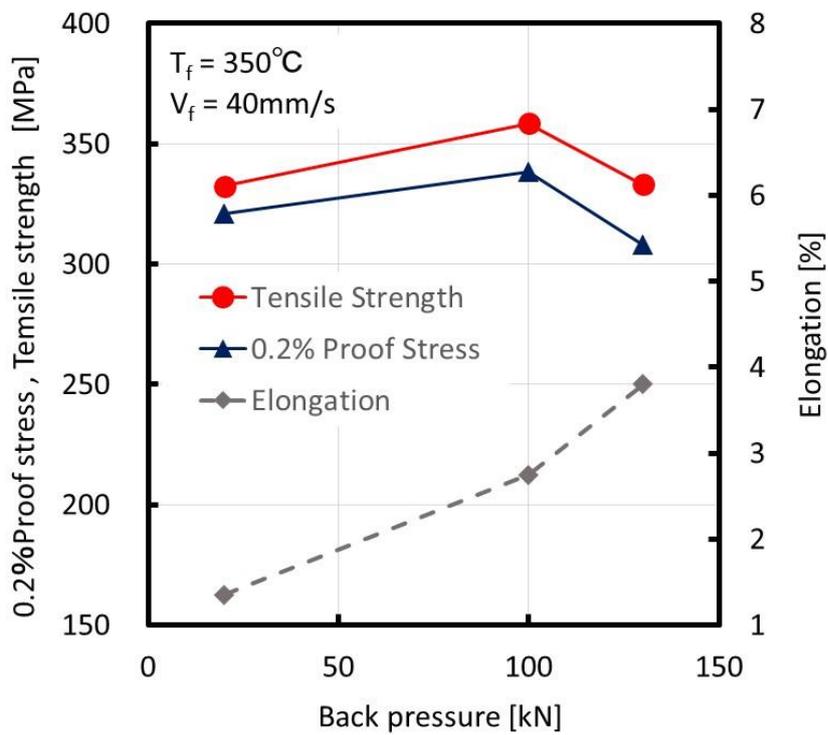


Fig 4.44 Effect of back pressure on tensile properties at R.T.

4.3.7. 鍛造成形品の高温(150°C)における機械的特性

スクロール部品は自動車用エアコン圧縮機への適用を想定しているため、機械的強度は室温だけでなく高温環境でも求められる。Table 4.4 は 150°C で引張試験を行った結果を示している。150°C の試験の結果から 0.2% 耐力、引張強さは室温の時と比較して約 40% 程度低下しているものの、0.2% 耐力は 180MPa 以上、引張強さは 240MPa 以上が得られている。伸びは 6% から 12% であり、室温と比較して 3 倍から 4 倍向上する。

Fig 4.45 は引張特性に及ぼす試験温度の影響を示す。0.2% 耐力と引張強さは試験温度が高くなるにつれて低下する。伸びは 350°C で低下するものの 400°C では 10% 以上の伸びが得られている。Fig 4.46 は引張特性に及ぼす鍛造速度の影響を示す。0.2% 耐力、引張強さの両方とも鍛造速度による影響は認められない。伸びは 6% から 12% 程度に収まっている。Fig 4.47, Fig 4.48 は引張特性に及ぼす背圧の影響を示す。Fig 4.47 は試験温度 300°C, Fig 4.48 は試験温度 350°C の場合の結果をそれぞれ示している。試験温度 300°C の場合には、0.2% 耐力、引張強さは背圧の影響を受けていない。伸びは背圧が高くなるとわずかに低下する。試験温度 350°C の場合では、0.2% 耐力、引張強さは背圧 100kN まで変化はないが、背圧が 130kN になると低下している。これは 4.3.6 節で述べたように背圧が 130kN の場合には、過剰な成形荷重によって他の条件の場合とは異なる材料流れを起こしている可能性があるものと考えている。

Table 4.4 Relationship between mechanical properties at 150°C

Test No.	Forging temperature (°C)	Forging speed (mm/s)	Back pressure (kN)	0.2% Proof stress (MPa)	Tensile strength (MPa)	Elongation (%)	Fractured position
1	300	10	100	200	266	7.0	B
2		40	0	192	259	7.7	A
3		40	20	192	260	7.5	A
4		40	70	195	259	6.6	A
5		40	100	192	256	6.4	B
6	350	1	0	184	243	6.2	A
7		1	100	185	245	7.2	B
8		1	150	190	250	7.4	B
9		10	100	177	236	11.8	A
10		40	20	181	242	6.6	A
11		40	100	182	242	5.9	B
12		40	130	175	232	11.1	B
13	400	40	100	167	221	11.7	A

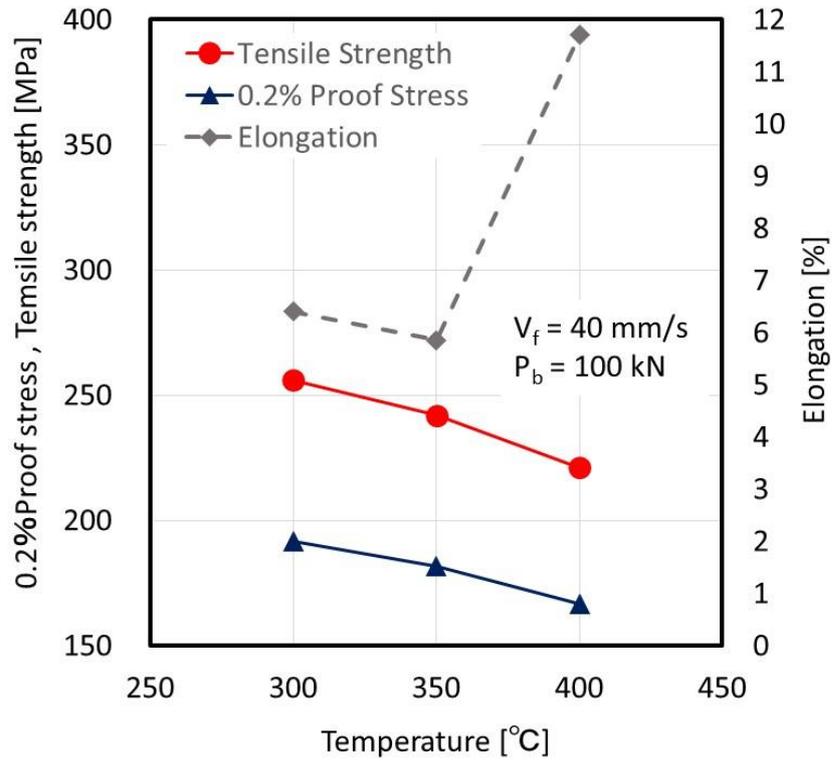


Fig 4.45 Effect of forging temperature on tensile properties at 150°C

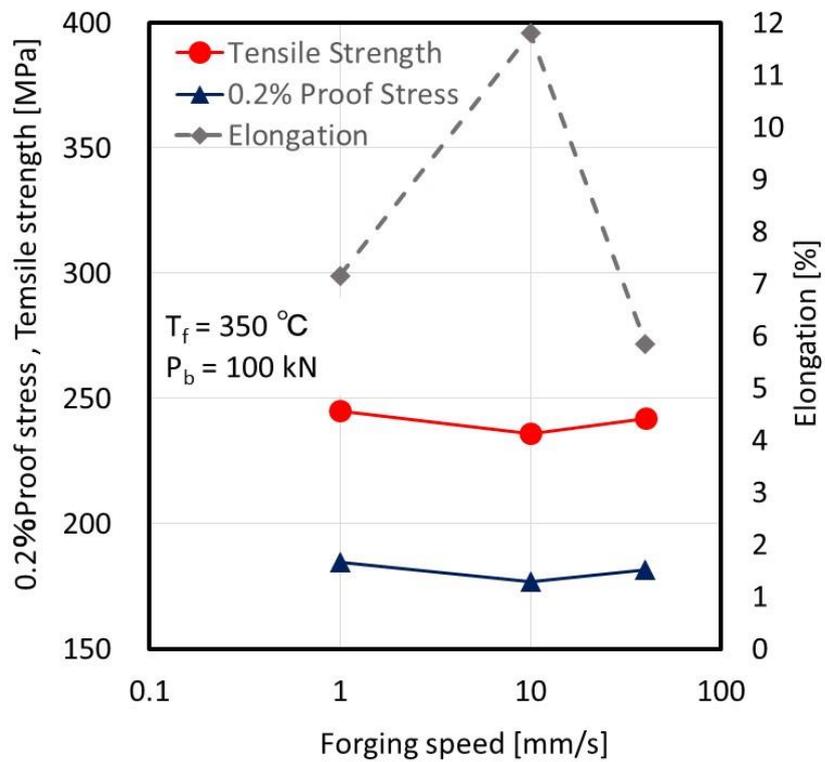


Fig 4.46 Effect of forging speed on tensile properties at 150°C

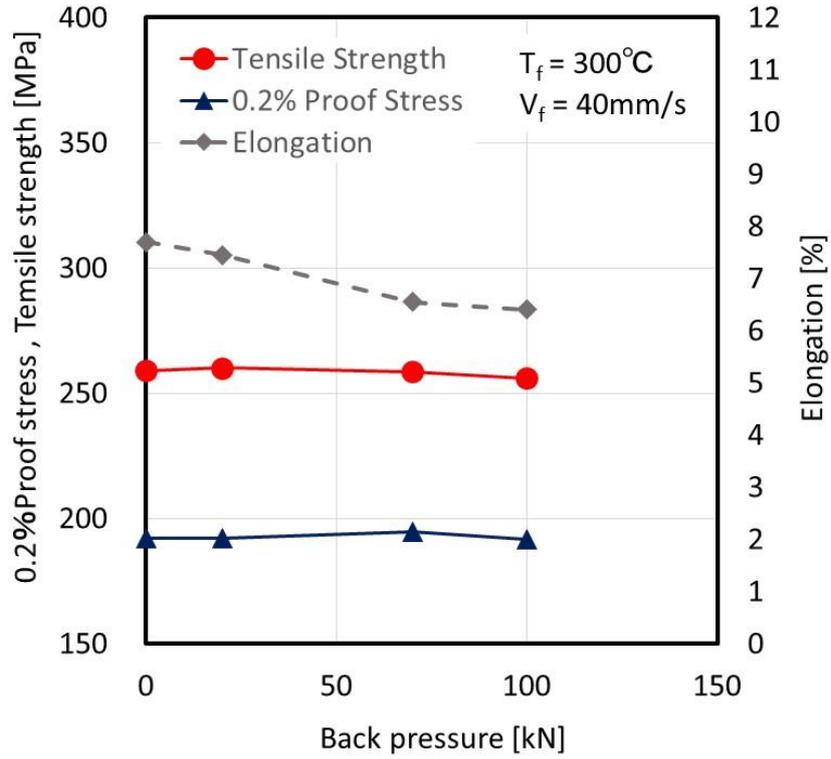


Fig 4.47 Effect of back pressure on tensile properties at 150°C

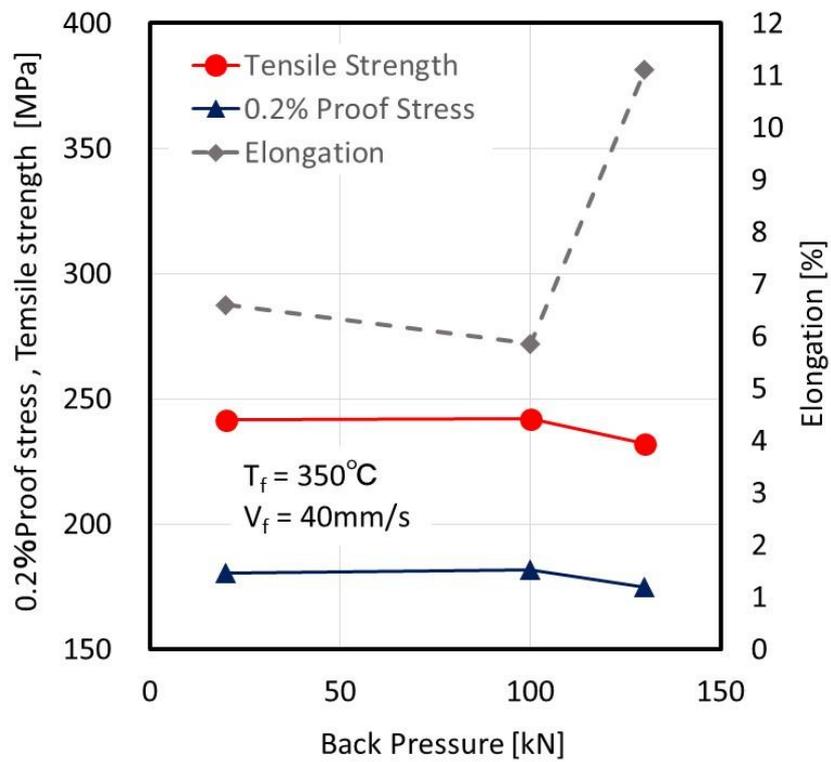


Fig 4.48 Effect of back pressure on tensile properties at 150°C

Fig 4.49 は、室温および 150°C の場合の 0.2% 耐力と試験条件の関係および鍛造成形性の関係を示している。**Fig 4.50** は、室温および 150°C の場合の引張強さと試験条件の関係および鍛造成形性の関係を示している。また、**Fig 4.51** は、室温および 150°C の場合の伸びと試験条件の関係を示している。図中には最適な試験条件を見極めるため目標強度と鍛造成形性を示している。本実験範囲で目標とした 0.2% 耐力および引張強さは、室温で 350MPa 以上であり、鍛造成形性に関してはスクロール壁高さ差 Δh が 2mm 以下ものを許容範囲とした。

Fig 4.49 および **Fig 4.50** より、室温の 0.2% 耐力については 350MPa 以上に達したものが二条件あり、成形性を満たしているものは八条件あるが、このうち両者を満たす条件は試験温度が 300°C、鍛造速度が 10mm/s のみであった。室温の引張強さについては 350MPa 以上に達しているものが八条件あり、成形性を満たしているものは同じく八条件ある。このうち両者を満たしているのは六条件である。本章で挙げた目標値はあくまで Al 製のスクロールの材料置換を想定した非常に困難なものであるが、0.2% 耐力および引張強さが 350MPa 以上で成形性も満足できる条件を見出すことができた。ただし、この条件で鍛造した成形品の伸びは 1% 以下であり、さらなる改善が必要である。**Fig 4.51** に示す伸びは 300°C の鍛造成形品を除いて背圧荷重の増加と伴に向上する。

300°C 程度の低温鍛造で強度が上昇するのは第 3 章で述べたように、加工硬化の影響が主要因と考えられる。他の理由としては底面配向した未再結晶粒の集合組織が引張特性の評価方向と平行に形成され強度向上に貢献していることが考えられる。試験温度が増加すると再結晶が進み底面配向がランダムになり、また、再結晶粒の粗大化が起きやすいことによって強度が低下しているものと考えられる。

室温と 150°C の場合の引張特性を比較すると 150°C の場合の高温強度はいずれの鍛造条件においても大幅に低下している。伸びについては室温のときと比べて大幅に向上している。室温から 150°C まで温度が上昇した場合の強度の低下率は、0.2% 耐力が 40% 以上、引張強さが約 30% となっている。高温での強度低下は合金特性に起因する部分もあるが、鍛造により生じた加工硬化や集合組織が高温で弱まったことも要因として考えられる。高温強度の向上は今後の課題と言える。

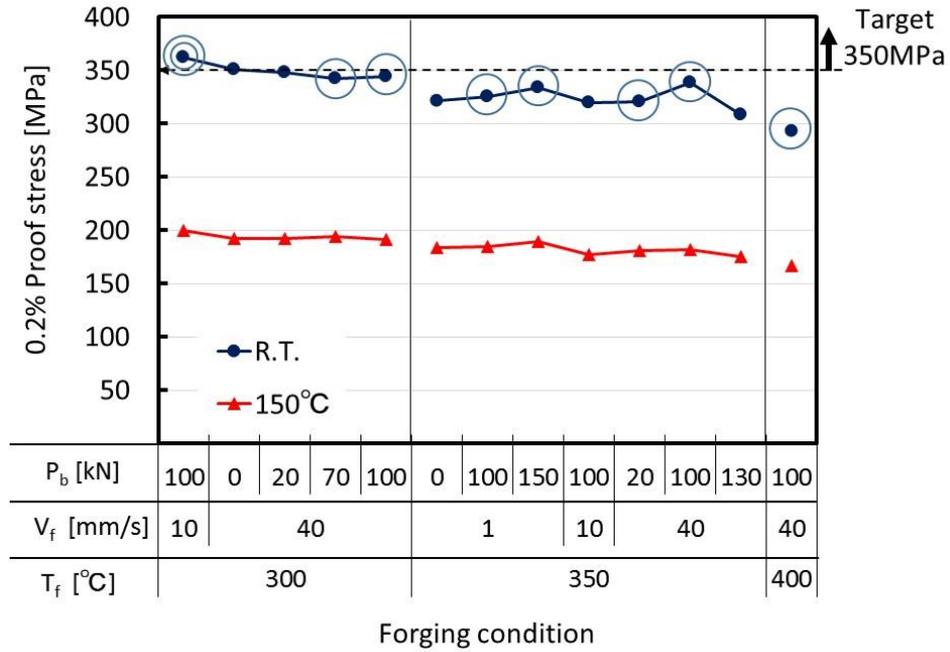


Fig 4.49 Relationship between the 0.2% proof stress and forging conditions and sign of formability of judgment (○: Wall height difference $\Delta h < 2$ mm, ◎: $\Delta h < 2$ mm and 0.2% Proof stress > 350 MPa)

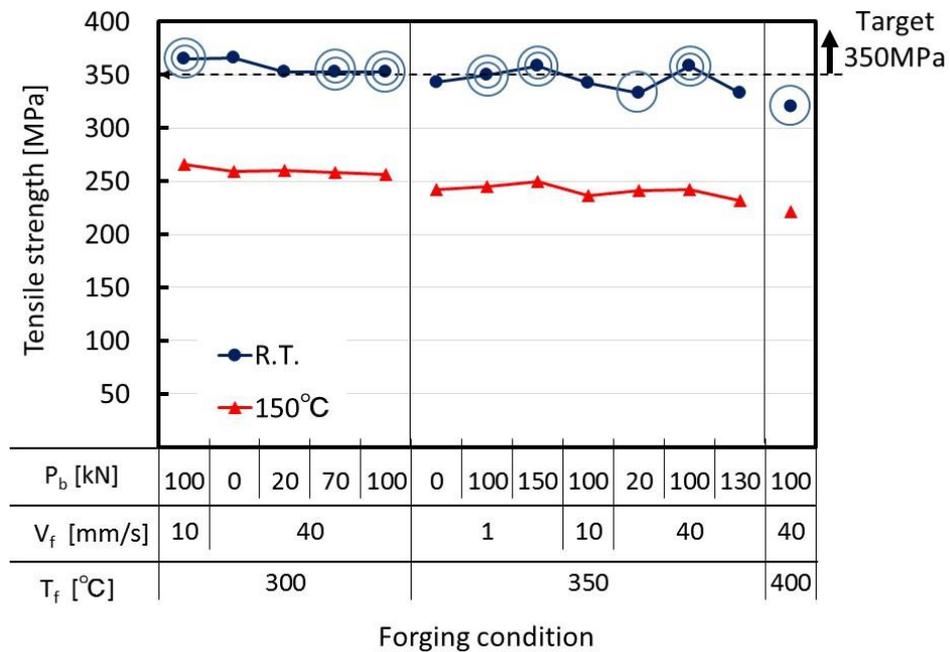


Fig 4.50 Relationship between the tensile strength and forging conditions and sign of formability of judgment (○: Wall height difference $\Delta h < 2$ mm, ◎: $\Delta h < 2$ mm and Tensile strength > 350 MPa)

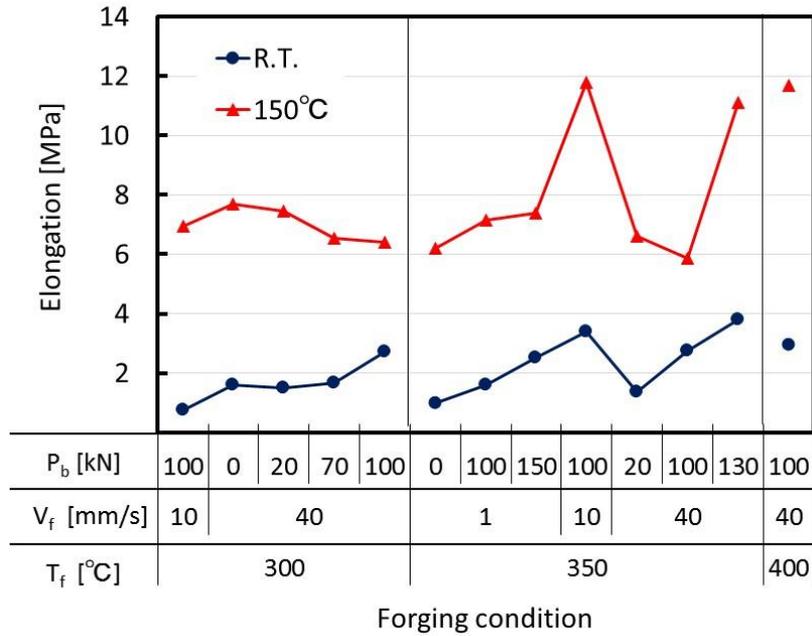


Fig 4.51 Relationship between elongation and forging conditions

4.3.8. 鍛造成形品の硬度

Fig 4.52 は試験温度 350°Cにおいて背圧および鍛造速度を変化させた場合、得られた鍛造成形品断面のビッカース硬度を示している。硬度の測定位置は **Fig4.52** に示すようにスクロール壁付近(1, 2, 3)と底板の中央部(4, 5)とした。鍛造成形品の硬度は 80HV から 85HV 付近の値であった。**Fig 4.52** により試験温度 350°C, 鍛造速度 40mm/s, 背圧 20kN の条件で成形した製品の硬度は他の条件よりも高い硬度が得られている。壁部と底板部との測定位置による差異も明確には確認できない。

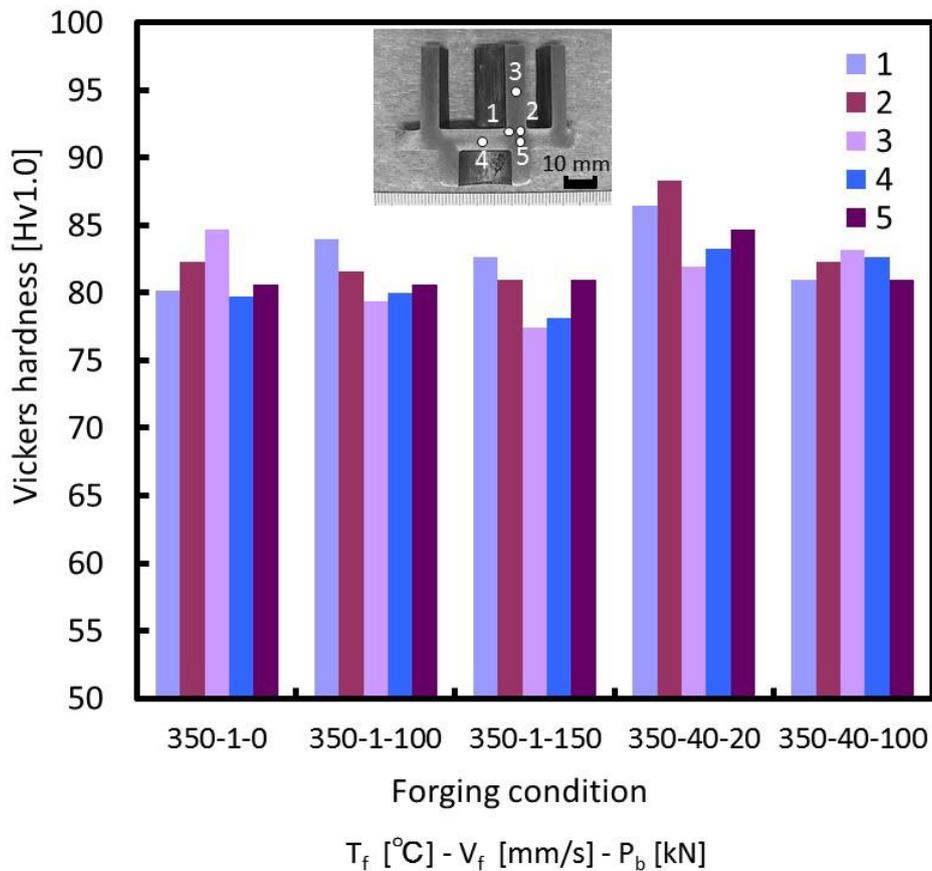


Fig 4.52 Relationship between forging conditions and vickers hardness

4.3.9. 鍛造成形品のマイクロ組織

Fig 4.53 は試験温度 350℃の場合のスクロール部品の断面組織を示している。試験条件はそれぞれ鍛造速度 1mm/s で背圧なし, 1mm/s で背圧 100kN および 40mm/s で背圧 100kN の三条件である。いずれの組織においても図中 A で示す壁のスクロール部品の壁の根元部分における材料流れが明確に確認できる。しかしながら、鍛流線は結晶粒が扁平した部分とそうでない部分が混在した状態である。また、**Fig 4.53** の図中 B に示すように底板中央部は材料の流れはわずかしか認められない。

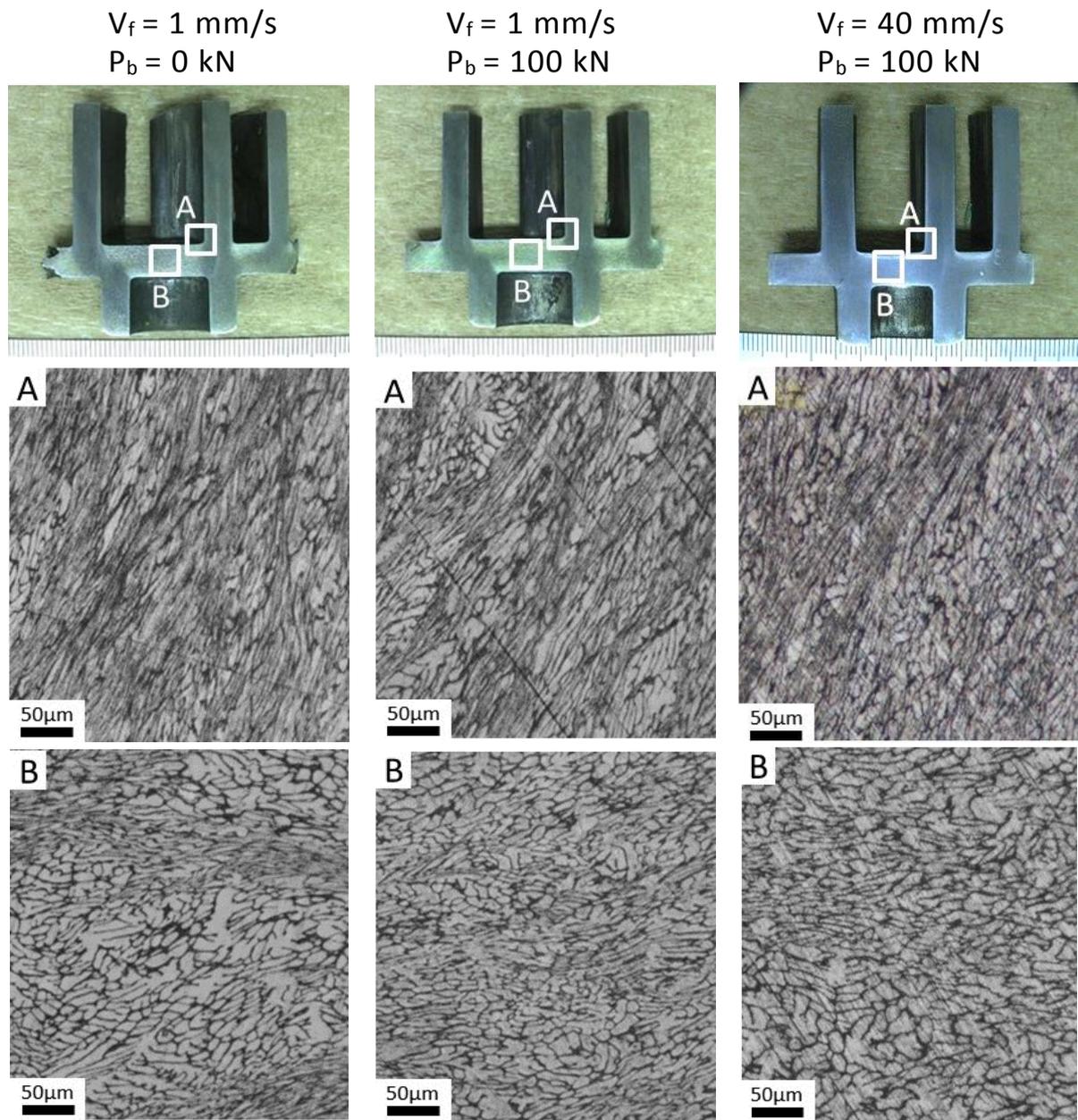


Fig 4.53 Microstructure of forged products at $T_f = 350^\circ\text{C}$

これまで得られた鍛造成形品のうち四種類に対して結晶方位解析を実施した。Fig 4.54 は試料の測定位置を示す。測定位置は強度測定で採取した引張試験片の破断部近傍に当たる。Fig 4.55 は試験温度が 350°C の場合の鍛造成形品の結晶方位解析 (EBSD: Electron Backscatter Diffraction) を示している。Fig 4.55 における上下方向が引張試験の引張方向に対応している。IPF マップより、集合組織の底面集積度が大きい条件は試験温度が 350°C の場合である。350°C で鍛造された成形品のうち背圧が 100kN の場合は未再結晶領域のシュミット因子が小さくなっている。従って、底面集積度が大きく未再結晶領域のシュミット因子が小さくなることによって底面すべりが抑制され、強度が向上する傾向にあると考えられる。また、300°C で鍛造した成形品は 350°C で成形された製品に比べて再結晶領域が広がり、シュミット因子も大きくなっている。

以上の考察より高強度な鍛造成形品を得るためには底面集合組織の集積度を高めることとシュミット因子を小さくすることが重要であることを明らかにした。実際の鍛造成形においては、未再結晶領域を形成するためには 300°C から 350°C 程度の範囲である程度高速な鍛造成形を行うことが効果的であると推測される。

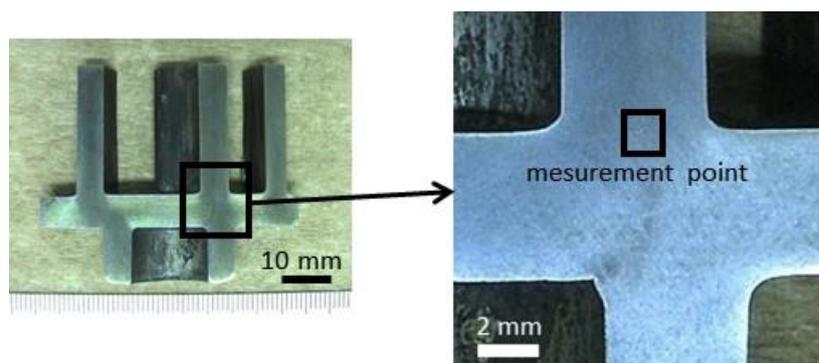


Fig 4.54 Measurement position of the crystal orientation analysis

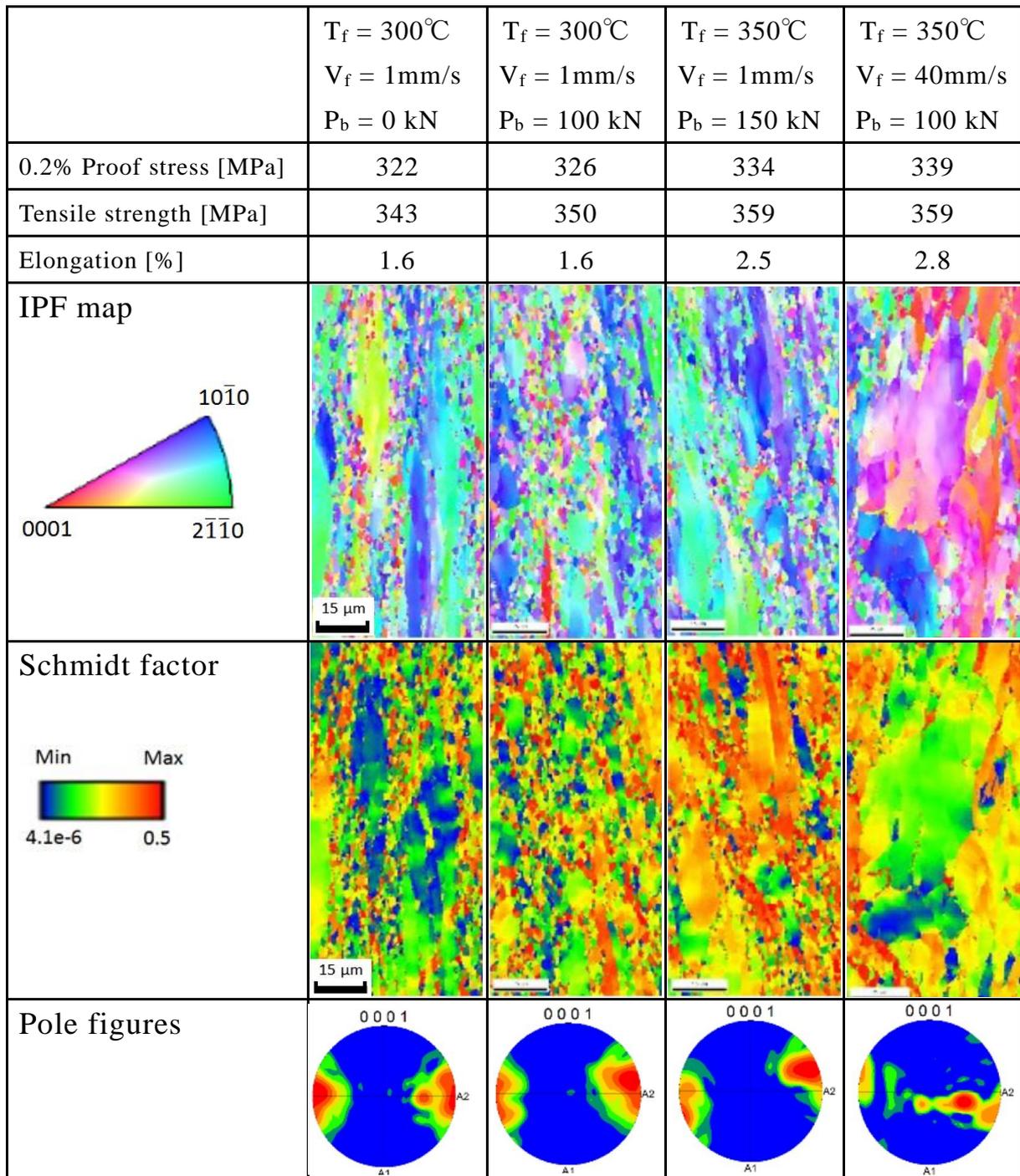


Fig 4.55 Result of crystal orientation analysis by EBSD

4.4. 据え込み鍛造実験結果

4.4.1. 据え込み鍛造成形品の成形性

Fig 4.56 は **Table 4.2** に示す鍛造条件において試験した鍛造成形品の外観および断面写真を示す。据え込み品の断面からはピレットが横方向へ広がりダイスへ充満している様子が確認できる。また、据え込み段階でスクロール壁側とボス側へ材料が若干流れ込んでいる。得られた鍛造成形品は据え込み条件の違いにかかわらず目的とするスクロール壁高さ(25mm)が得られている。ボス部の成形性は据え込みを行った方が良好になっている。ただし、据え込み率 30%の成形品は底板端部にき裂が認められた。据え込み率 50%の成形品ではき裂は確認されていない。以上の結果より、据え込み率 30%の場合は予成形における据え込みが均一に行われていない可能性がある。

Table 4.5 は据え込み条件の違いによる最大成形荷重を示している。最大成形荷重は、予成形工程として据え込みを行うことで小さくなるのがわかる。これは、予成形における据え込み工程によってわずかながら加工軟化が起こっている可能性が考えられる。しかしながら、最大成形荷重の変化はわずかであり、顕著な組織変化は起こっていないと考えられる。

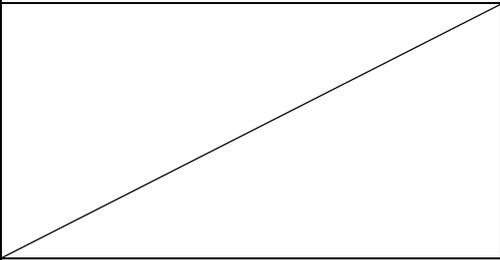
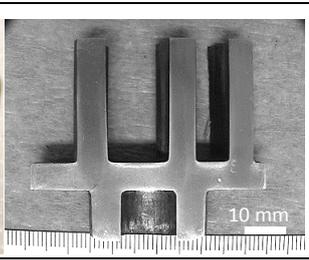
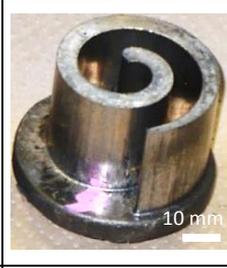
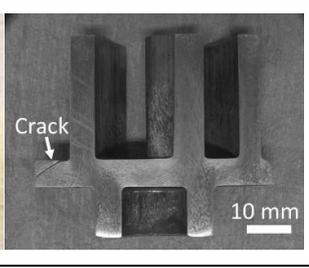
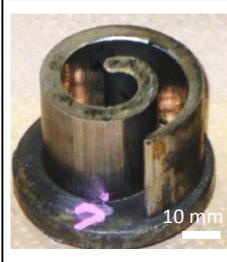
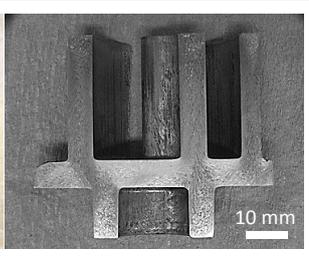
Upsetting ratio [%]	Upsetting before forging	After forging	
0			
30			
50			

Fig 4.56 Photograph of forging products and cross-sectional

Table 4.5 Maximum forging load

Upsetting ratio	Maximum load
[%]	[kN]
0	1440
30	1350
50	1300

4.4.2. 据え込み鍛造成形品の硬度

Fig 4.57 は鍛造成形品のビッカース硬度の測定位置を示す。据え込み鍛造成形品については得られたビレットの中央部の硬度を測定した。**Fig 4.58** は据え込み率が鍛造成形品のスクロール壁根元の硬度に及ぼす影響を示している。**Fig 4.59** は鍛造成形品のスクロール底板中央部の硬度に及ぼす影響を示している。据え込み後の硬度は、スクロール壁根元より底板部の方が高くなり据え込み率で差はない。**Fig 4.58** より成形後のスクロール壁根元の硬度は据え込み率が高い場合に硬度が高くなっている。**Fig 4.59** よりスクロール底板中央部では据え込み率が硬度に及ぼす影響は見られない。鍛造成形後の製品の硬度は、スクロール壁根元が88HV程度、底板部も88HV程度であった。スクロール壁根付近は予成形である据え込み工程によって塑性変形量が大きくなり、加工硬化が進んでいるものと考えられる。予成形である据え込み工程がない場合の鍛造成形品の硬度は、スクロール壁根元も底板中央部もいずれも81HVであることから、予成形としての据え込み工程が成形品の硬度向上には有効であることが確認できた。

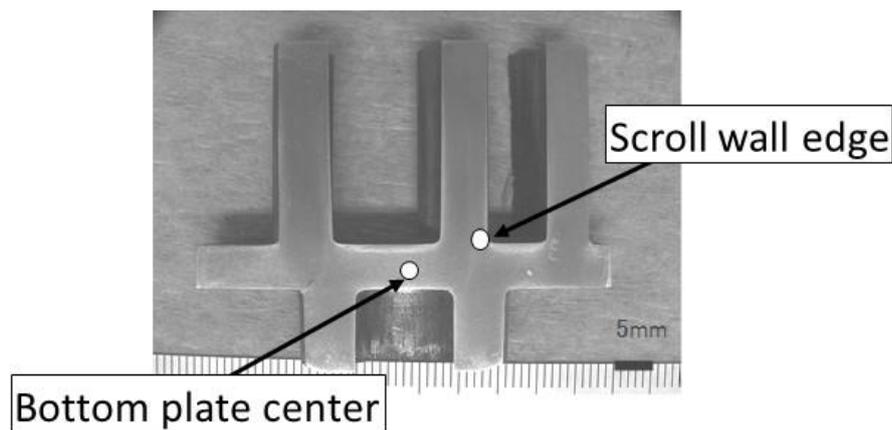


Fig 4.57 Hardness measurement position

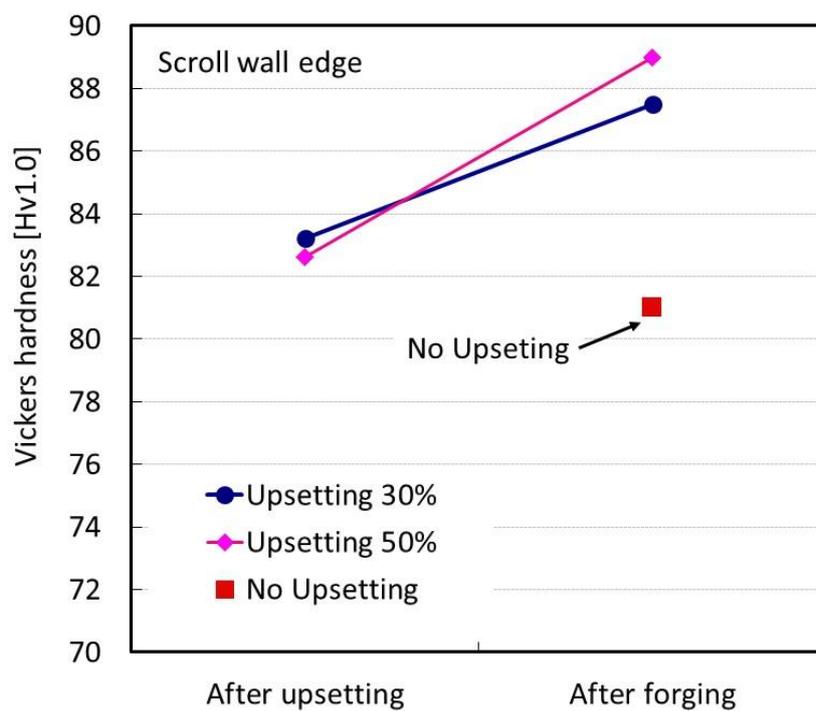


Fig 4.58 Effect of upsetting ratio on vickers hardness (Scroll waii edge)

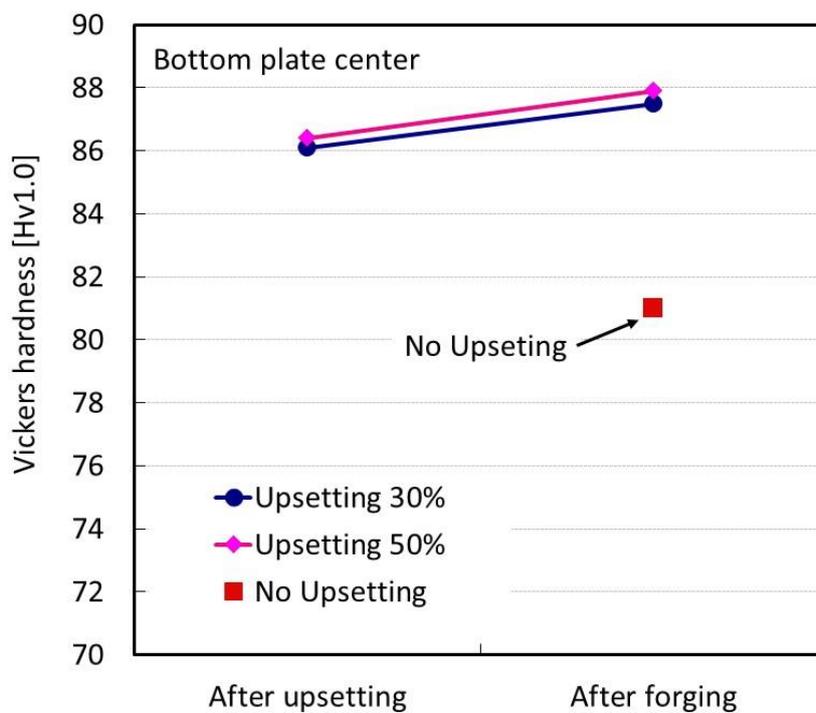


Fig 4.59 Effect of upsetting ratio on vickers hardness (Bottom plate center)

4.4.3. 据え込み品のマイクロ組織

Fig 4.60 は据え込み後のビレットおよび鍛造成形品のマイクロ組織を示している。マイクロ組織の観察は、据え込み後のビレットの中央部および鍛造成形品の底板中央部を対象とした。据え込み後のビレット組織には鑄造組織が残留したままであるが、据え込み率が 30%から 50%になることで組織の一部に材料流れが起こっていて加工組織になっている部分が確認できる。また、予成形である据え込み工程を経て鍛造成形した後の組織写真は黒っぽく見えるが、これは粒界に析出した金属間化合物が鍛造後に破壊され分散しているものと推測できる。据え込み工程がない場合の鍛造品の組織は全体的に白っぽく見えるため、金属間化合物は粒界にとどまったままで分散は進んでいないと考えられる。従って、据え込み工程を経た熱間鍛造成形は鍛造成形品の硬度を上昇させるためには有効であることが確認できた。

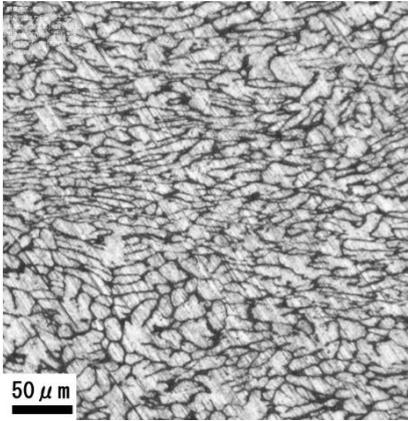
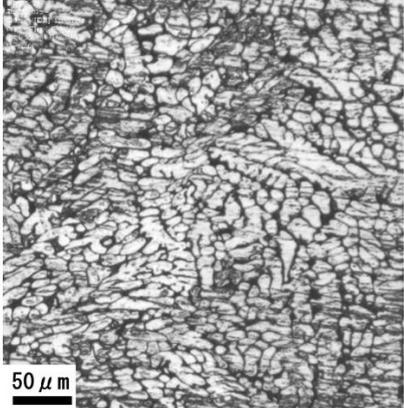
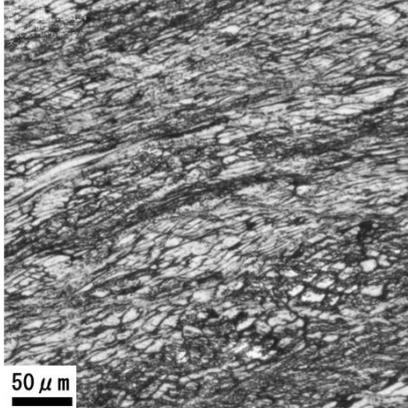
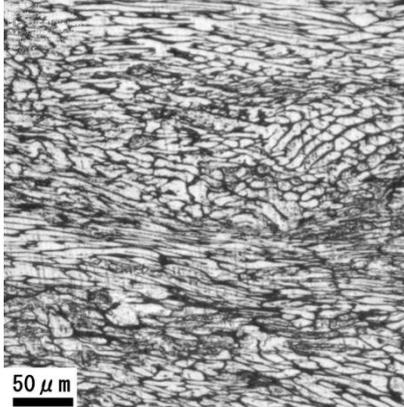
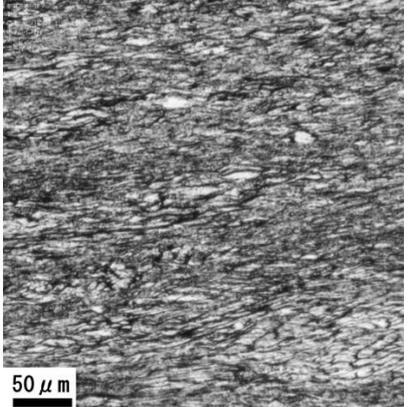
Upsetting ratio [%]	Upsetting before forging	After forging
0	/	
30		
50		

Fig 4.60 Photos of microstructure of forged products with upsetting (Bottom plate center)

4.4.4. 据え込み鍛造成形品の機械的特性

Fig 4.61 は据え込み率が引張特性に及ぼす影響を示している。据え込み率が増加すると、0.2%耐力と引張強さはわずかに低下する。据え込み鍛造成形品の強度が据え込み率の増加によってわずかに低下する明確な理由は不明であるが、据え込み工程における材料の加工軟化が原因であると考えている。この点については今後詳細な検証が必要であると考えられる。

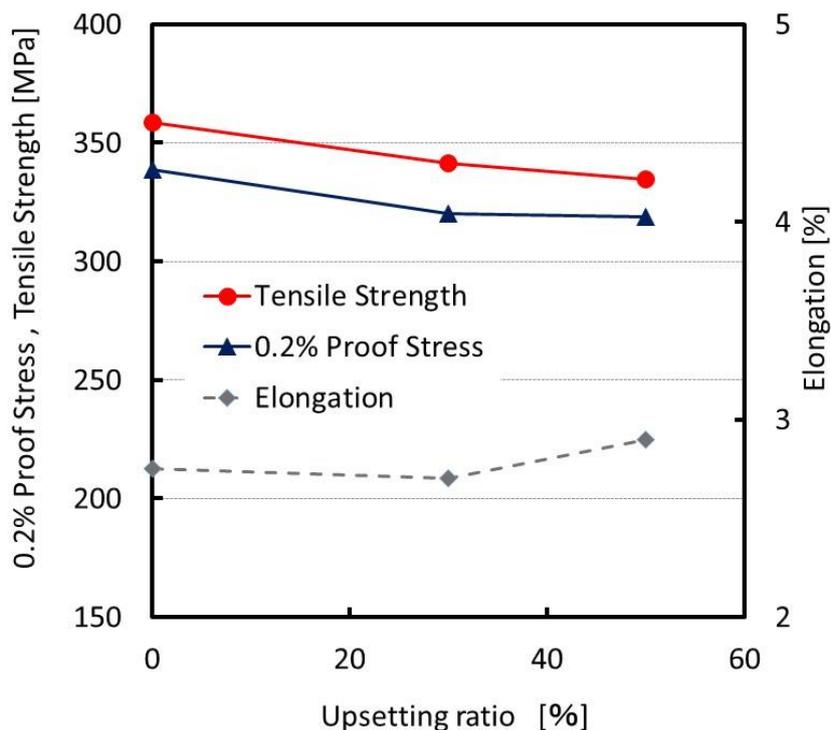


Fig 4.61 Tensile properties of upsetting forging

4.4.5. アルミニウム合金製品との強度比較

Fig 4.62 は本章の実験で得られた鍛造成形品の強度 (AXM4303 合金) とアルミニウム合金製品の強度とを比較している. 本章で得られたスクロール鍛造成形品の強度は, 鋳造品を直接鍛造することで鍛造成形性を確保しながら強度の向上を狙ったものである. **Fig 4.62** より 0.2%耐力と引張強さは一般的な鍛造用アルミニウム合金に匹敵しており, 特に 0.2%耐力は A4032 合金の鍛造成形品を上回る強度が得られている. ただし, 現時点ではスクロール鍛造成形品の伸びは 1% 程度と低いため今後さらに改善することが必要であると考えられる.

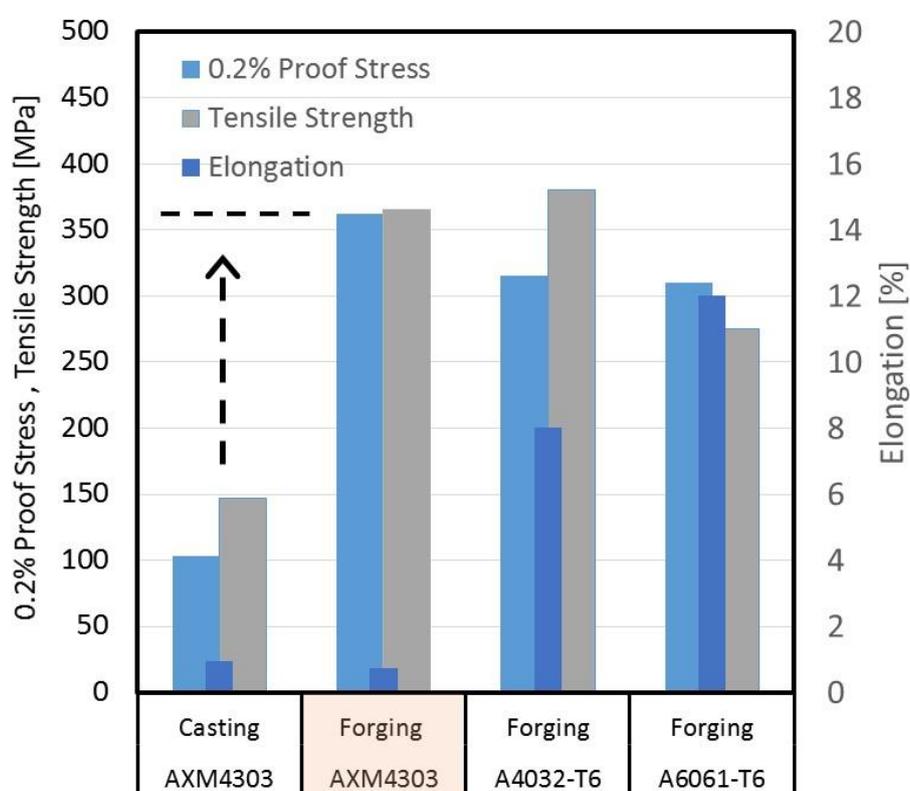


Fig 4.62 Comparison of mechanical properties between Aluminum alloy products and Magnesium alloy products

4.5. 結言

Mg-Al-Ca-Mn 系合金を用いて鑄造材から直接スクロール鍛造部品の成形を試み、鍛造成形性および機械的特性に及ぼす潤滑剤、背圧ならびにその他鍛造条件の影響を調査した。得られた知見を要約すると以下ようになる。

- (1) 油系潤滑剤(GM-100)と黒鉛系潤滑剤(HF5164)の二種類の潤滑剤を用いて鍛造試験を行った結果、最大成形荷重は黒鉛潤滑剤の方が小さくなることが明らかになった。また、黒鉛系潤滑剤を使用することによって金型との固着も防止できることが明らかになった。
- (2) 試験温度 300℃から 350℃の条件においてスクロール鍛造成形品の壁の高さを均一に成形するためには約 100kN 以上の背圧付与が必要となることが判明した。しかし、試験温度 350℃で背圧 150kN を付与した実験ではスクロールの壁高さ全体が低下することも明らかになった。また本章の実験では、背圧付与によって背圧の 3 倍以上成形荷重が増加することを確認した。
- (3) スクロール鍛造成形品の成形性を向上させるためには、背圧なしで成形した場合の最大成形荷重に対して、9%から 13% 程度の背圧を付与することが最も適していることが明らかになった。背圧の大きさが 9%以下の場合には、壁高さ差が広がり成形性が低下する。背圧の大きさが 13%以上では過剰な背圧付与となり目的とする壁高さは得られず成形荷重が急増することが明らかになった。
- (4) 試験温度 350℃で成形したスクロール鍛造成形品のビッカース硬度を測定した結果、背圧や鍛造速度による影響は小さく、成形品の硬さは 80HV から 85HV 程度であることが明らかになった。
- (5) 室温での 0.2%耐力と引張強さが、ともに 350MPa 以上であり、なおかつ良好な成形品が得られる条件は、本実験範囲内では試験温度 300℃、鍛造速度 10mm/s、背圧 100kN であることが明らかになった。
- (6) 150℃における 0.2%耐力と引張強さは、室温での値と比較して強度の低下率は 0.2%耐力が 40%、引張強さが 30%であることが明らかになった。
- (7) 予成形としての据え込み工程を経て鍛造成形することによって鍛造成形品の硬度は改善することが明らかになった。
- (8) AXM4303 材の連続鑄造材から直接スクロール成形品を鍛造することは可能であることが明らかになった。さらに鍛造成形品は A4032 アルミニウム合金の鍛造品に匹敵する強度が得られたが伸びを改善することが課題である。
- (9) 機械的強度が向上する要因を EBSD による結晶方位解析から考察を試みたところ、高強度な鍛造成形品を得るためには底面集合組織の集積度を高めることとシュミット因子を小さくすることが重要であることを明らかにした。

第5章 双ロール鑄造材の鍛造部品への適用および鍛造成形性の検討

5.1. 緒言

第3章、第4章では耐熱性マグネシウム合金 Mg-Al-Ca-Mn 系合金 (AXM4303 合金) の鑄造材を直接鍛造することで、成形性と機械的特性のすぐれたスクロール鍛造成形品を得ることが可能であることを明らかにした。鑄造材を直接鍛造することで高い成形性と機械的強度が得られた要因は、急冷凝固によって結晶が微細化した鑄造材を鍛造用素材として使用したことにある。従って、マグネシウム合金の熱間鍛造において強度の高い鍛造成形品を得るためには微細化された鑄造材を用いることが有効であると考えられる。

マグネシウム合金の双ロール法による薄板材の製造実験では、急冷凝固によって従来では製造が難しいアルミニウム含有量の高いマグネシウム合金の創製が期待できる。渡利らは AZ91 よりもさらに Al 含有量の高い AZ101, AZ111, AZ121, を双ロール法で鑄造し AZ121 のビッカース硬度が 90HV 以上であることを明らかにした^{[53]~[56]}。

本章では、高強度マグネシウム合金を得ることを目的として、Al 量を 9~13% に調整した AZ91, AZ101, AZ111, AZ121, AZ131 マグネシウム合金板材を双ロール法によって製造し、これを鍛造用素材として使用することを試みる。始めに、双ロール法によって得られた高強度マグネシウム合金鑄造材の変形抵抗曲線を求めるために圧縮試験を実施し、変形特性に及ぼす Al 含有量の影響を調査した。また、ピン形状の鍛造金型を用いて高 Al 含有マグネシウム合金鑄造材の鍛造試験を実施し、鍛造成形性、機械的特性および結晶組織を調査し、高 Al 含有マグネシウム合金鑄造材の熱間鍛造における基礎的な成形性を明らかにする。さらに、双ロール法によって得られる高 Al 含有マグネシウム合金鑄造材の鍛造部品への有効性を検討する。

5.2. 実験方法

5.2.1. 供試材料

Table 5.1 に供試材料であるマグネシウム合金の合金組成を示す. これら高 Al を含有した AZ91, AZ101, AZ111, AZ121, AZ131 のマグネシウム合金を双ロール法により連続鋳造し鍛造用素材 (ビレット) として使用した.

Table 5.1 Composition of high-Al-containt magnesium alloys

Alloy	Al [wt%]	Zn [wt%]	Mg [wt%]
AZ91	9	1	remainder
AZ101	10	1	↑
AZ111	11	1	↑
AZ121	12	1	↑
AZ131	13	1	↑

Fig 5.1 に双ロール法により製作された連続鋳造材の結晶粒径の一例を示す. 結晶粒径はロール中心部よりロール接触面側で大きくなる傾向であるが, いずれも 100 μm 以下であり, 鋳造材としては微細な結晶である.

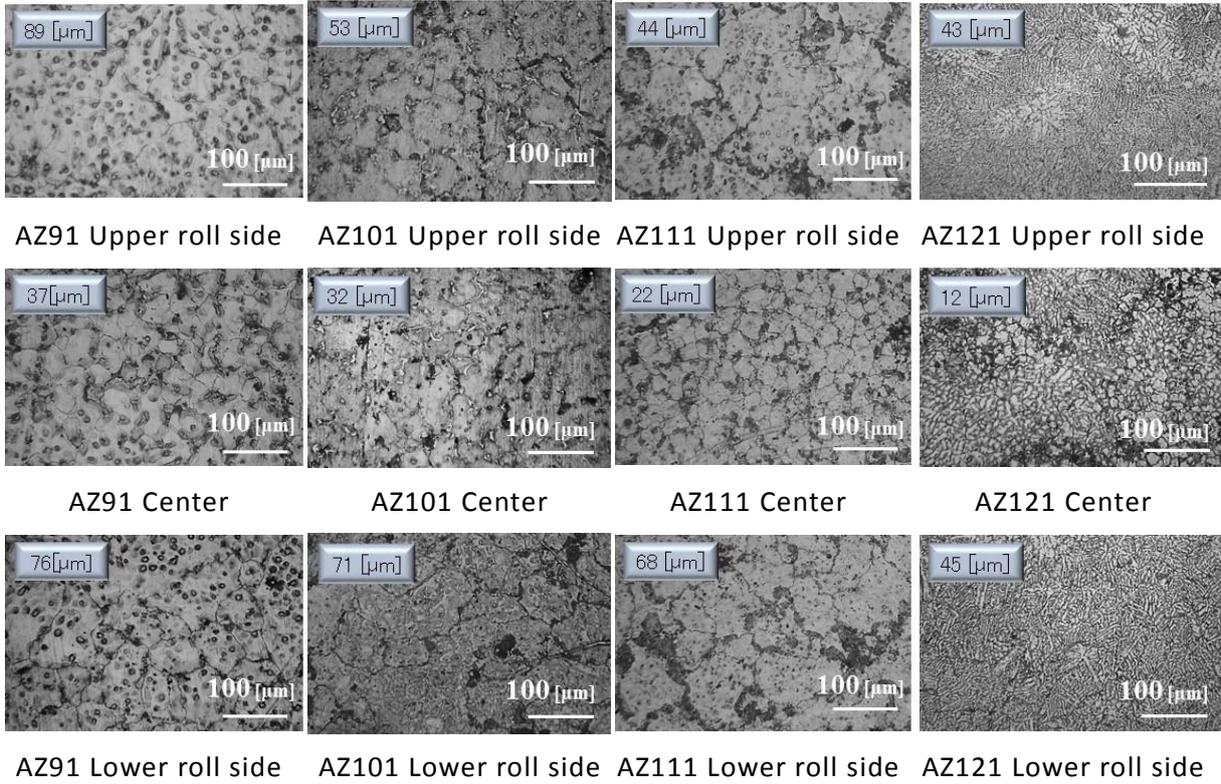


Fig 5.1 Grain size of material produced by twin-roll casting

5.2.2. 単軸圧縮試験

単軸圧縮試験には、外径 7mm、厚さ 7mm の円柱形状の試験片を用いた。試験片は、双ロール連続鋳造材から外径 50mm、厚さ 7mm の鍛造試験片を放電加工により切り出し、その後得られた試験片から旋盤加工により外径 7mm、厚さ 7mm の圧縮試験片を切り出した。

試験には第 2 章の 2.2.4 節と同様にテンシロン万能試験機 (RTF-2430 型 エー・アンド・デイ製) と圧縮試験治具を用いた。

圧縮試験片には刷毛により潤滑剤を塗布した後、あらかじめ所定温度に保持した円板中央部に設置し、上側圧縮治具を試験片上面約 1mm 程度まで降下させた状態で 5 分以上加熱し試験を開始した。圧縮円板の温度はあらかじめ表面接触温度計により確認している。Table 5.2 に圧縮試験の詳細な試験条件を示す。

Table 5.2 Test conditions of compression test

Test temperature [°C]	300, 350
Compression rate [mm/s]	8.3
Strain rate [/sec]	1.2
Compression rate [%]	70
Lubricant	Graphite-based pastes HF5164 (YUSHIRO CHEMICAL INDUSTRY CO.,LTD.)
Number of test	3

5.2.3. 鍛造実験

(1) 鍛造用ビレット

Fig 5.2 は鍛造試験に用いたビレット形状を示す。ビレットは外径 50mm, 高さ 7mm および外径 50mm, 高さ 10mm の二種類を用いた。**Fig 5.3** は双ロール連続铸造材からの試験片の抜き取り位置と抜き取り後の外観写真を示す。ビレットには外観に著しい欠陥等がないことを確認している。

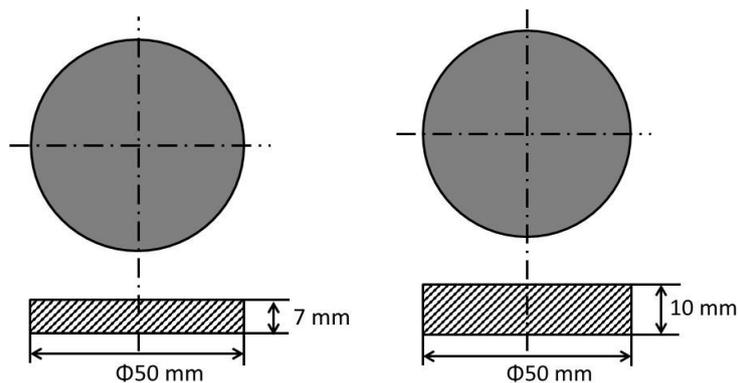


Fig 5.2 Dimensions of billet used in forging tests

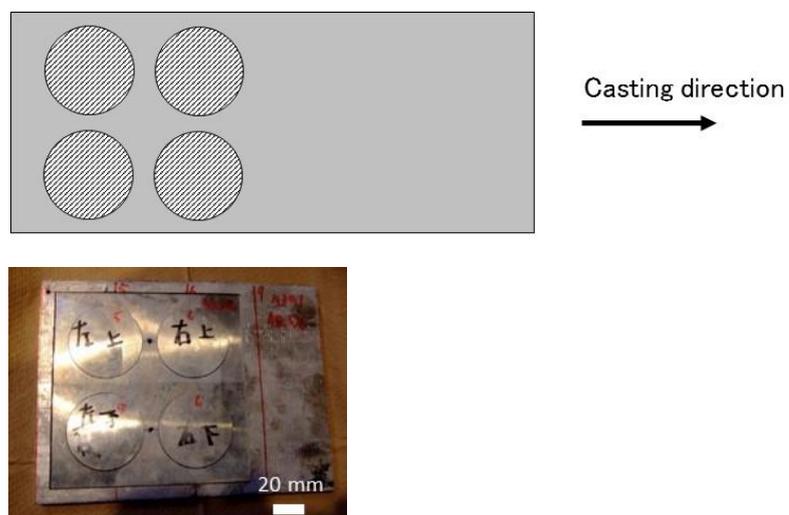


Fig 5.3 Sampling position of test specimen of twin-roll cast material

(2)鍛造試験方法

鍛造試験にはデジタル電動サーボプレス SDE1522 (アマダ製)を用いた。Fig 5.4 は鍛造試験で使用したダイセットの外観を示している。ダイセットは Fig 5.4 に示すように上型と下型にはともにヒーターと熱電対が組み込まれ、温度コントローラーによって金型の温度が制御されている。金型の材質は SKD61 であり、上型と下型にはともに台座との間にセラミック板を設置しボルスターおよびスライドへの伝熱を防いでいる。Fig 5.5 (a)および Fig 5.5 (b)は、金型の構造を示している。Fig 5.5 (a)に示すように本章で用いる金型はダイスに直径 5.5mm のピン穴が合計 12 カ所存在し、半径 9mm と 18mm の位置にそれぞれ 6 カ所ずつ 60° の方向に配置された構造となっている。Fig 5.5 (b)に示すようにピン部は前方押出となる構造で、ピンの先端側より背圧を付与できる。鍛造成形品のピン部の断面減少率 $(\text{ビレット断面積}-\text{ピン部の断面積})/\text{ビレットの断面積} \times 100$)は 85.5%、押出比 6.9 である。ビレットは加熱前に潤滑剤を刷毛により全面塗布した後に、所定温度まで加熱されたダイスに投入し一定時間加熱後に鍛造試験を実施した。

(3)鍛造予備試験

双ロール材の基礎的な鍛造成形性を調査する目的で鍛造予備試験を行った。Table 5.3 は実験条件を示している。実験に用いる鍛造用ビレットは双ロール法により約 10mm の板材 (AZ91, AZ101, AZ111, AZ121) を製造し、それぞれ Fig 5.2 に示している直径 50mm、高さ 7mm のビレットを切り出した。本実験の鍛造条件は試験温度が 350°C、鍛造速度が 0.1mm/s として背圧は付与していない。潤滑剤には鍛造成形品の割れ等を確認しやすくするために、成形後の表面が比較的清浄な GM-100 を用いた。得られた鍛造成形品については、ノギスにより成形させたピンの高さおよび底板の厚さを測定した。

(4)鍛造成形試験

鍛造予備実験で用いた AZ121 よりもさらに Al 量を増加させた AZ131 の鍛造成形性を調査する目的で実際の鍛造に近い条件を設定し鍛造成形試験を行った。本実験では、鍛造予備実験で用いた AZ91 および第 3 章と第 4 章の鍛造実験で使用した AXM4303 を用いて AZ131 との比較を行った。Table 5.4 は鍛造成形試験の実験条件を示している。実験に用いるビレット (AZ91, AZ131) については双ロール法により約 13mm の板材を製造し、Fig 5.2 に示している直径 50mm、高さ 10mm のビレットを切り出した。AXM4303 材については、 $\phi 75\text{mm}$ の連続鋳造棒の中心位置から鍛造方向が平行となるように直径 50mm、高さ 10mm のビレットを切り出した。試験温度は 300°C、鍛造速度は 10mm/s であり、背圧を付与しない場合と 1 kN を付与した場合の 2 条件

とした。潤滑剤には摩擦係数の小さい HF5164 を用いた。得られた鍛造成形品については、ノギスにより成形させたピンの高さと底板の厚さを測定した。

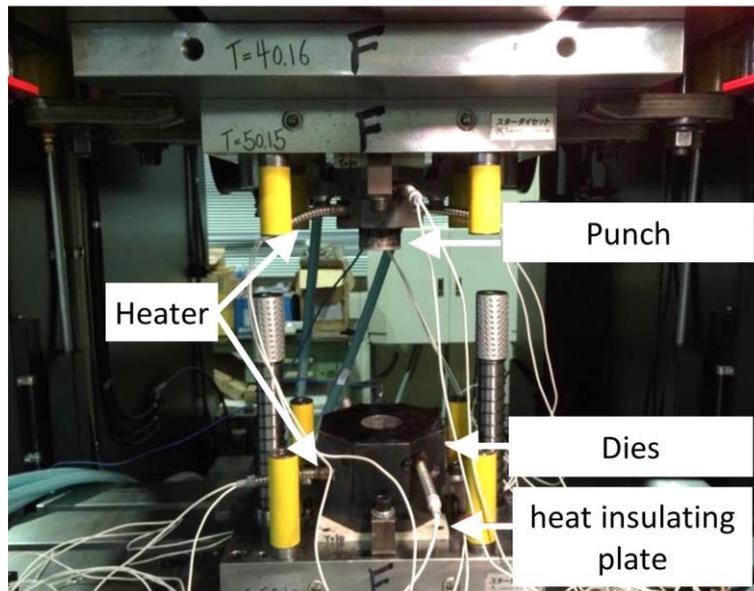


Fig 5.4 Photos of die set

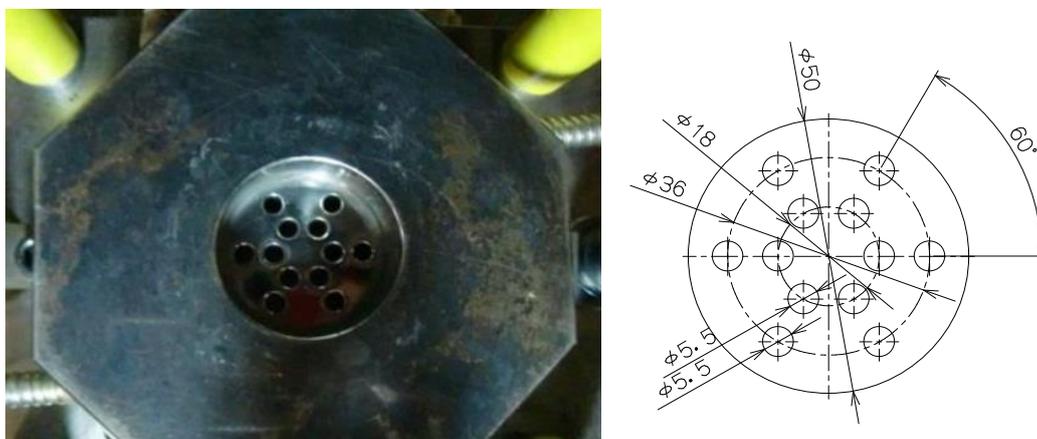


Fig.5.5 (a) Die structure from top direction

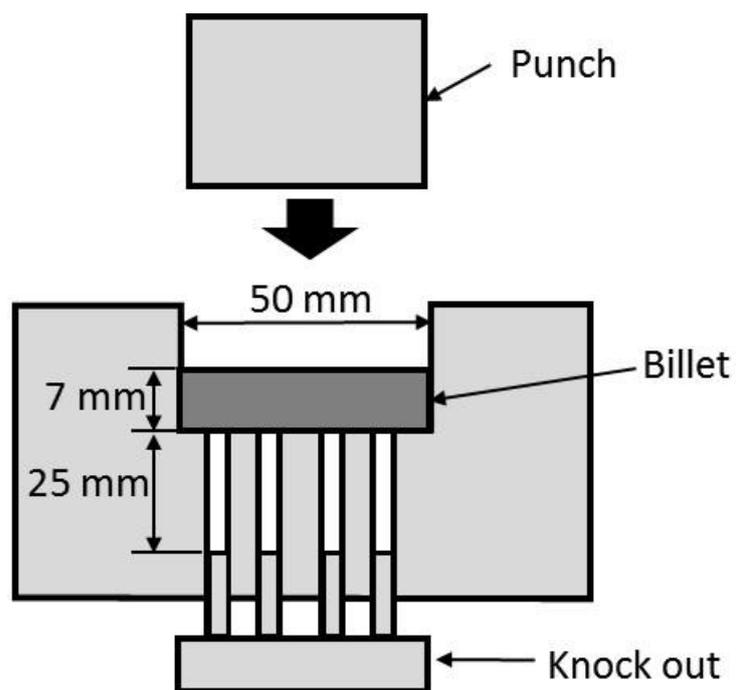


Fig 5.5 (b) Die structure from cross-sectional direction

Table 5.3 Test conditions of forging test (First forging experiment)

Material	Billet size [mm]	Punch stroke [mm]	Temperature [°C]	Press motion	Forging speed [mm/s]	Back pressure [kN]	Lubricant
AZ91 AZ101 AZ111 AZ121	Φ50×7	6.65	350	Constant	0.1	0	GM100

Table 5.4 Test conditions of forging test (Second forging experiment)

Material	Billet size [mm]	Punch stroke [mm]	Temperature [°C]	Press motion	Forging speed [mm/s]	Back pressure [kN]	Lubricant
AXM4303 AZ91 AZ131	Φ50×10	4.65	300	Constant	10	0, 1	HF5164

5.2.4. 機械的特性の測定

鍛造予備試験で得られた鍛造成形品について引張特性を調査した。引張試験片は **Fig 5.6** に示すように、鍛造成形品のピン部から平行に切り出した。鍛造成形品のピン高さにはばらつきがあるため引張試験片は内側ピンの任意の場所から採取した。引張試験片の寸法は、**Fig 5.7** に示すように、平行部の厚さ 2 mm、幅 2 mm、長さ 10 mm の板状試験片とした。試験は島津製作所製オートグラフ AG-100kN-X を用い、降伏点までは 10 N/mm²/s、降伏点以降は 3 mm/min の引張速度で行った。第 2 章および第 3 章において行った試験と同様に試験片の破断位置は A, B, C の記号を付記して分類した。すなわち破断位置が標点間中心から標点距離の 1/4 以内のときを A、標点間中心から標点距離の 1/4 を超え標点以内のときを B、標点外のときを C とした。

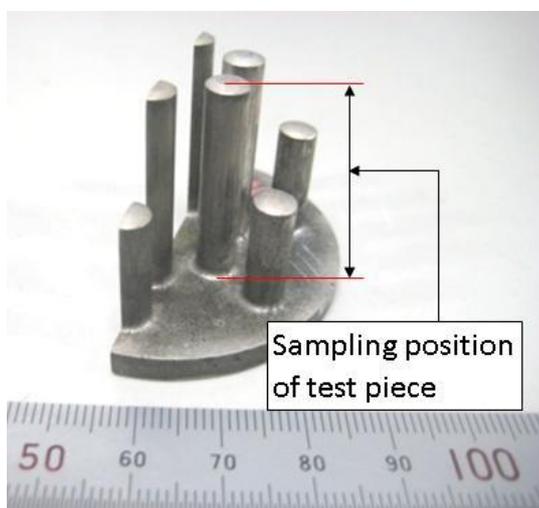


Fig 5.6 Sampling position of test piece

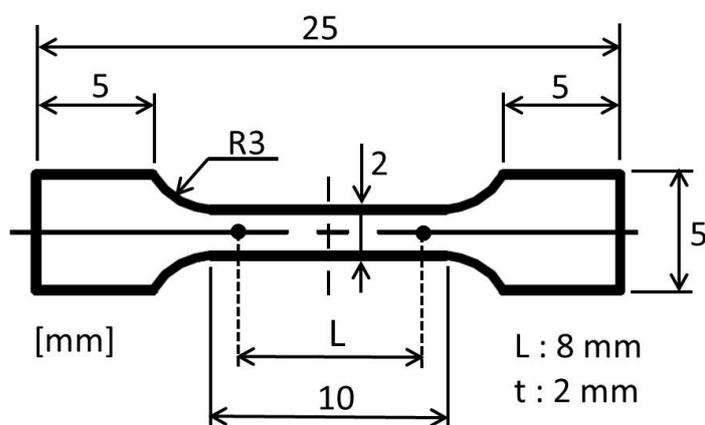


Fig 5.7 Tensile strength test piece

5.2.5. 硬度測定およびマイクロ組織観察

得られた鍛造成形品の硬度測定およびマイクロ組織観察を行った。組織観察は鍛造成形品を中心から縦に切断した後、樹脂埋めし、炭化シリコン紙（#500, #800, #1000, #1200, #2400, #4000）で研磨し、粒径 $15\ \mu\text{m}$, $3\ \mu\text{m}$ のダイヤモンド研磨剤で仕上げ、腐食（腐食液：ピクリン酸 3g, 酢酸 3g, 蒸留水 9ml, エタノール 90ml）させた後、光学顕微鏡で観察した。鍛造成形品の断面硬度はマイクロビッカース硬度計により荷重 9.8 N（保持時間 15 s）の条件で測定した。

5.3. 実験結果

5.3.1. 単軸圧縮試験

Fig 5.8 および **Fig 5.9** は試験温度が 300°C の場合と 400°C の場合における双ロール鋳造材（AZ91, AZ101, AZ111, AZ121）と AXM4303 の真応力－真ひずみ線図を示している。**Fig 5.8** および **Fig 5.9** に示している AXM4303 の真応力－真ひずみ線図は、第 2 章の 2.3.2 節において潤滑剤 GM-100 を用いてリング圧縮試験を行った時の結果（**Fig 2.24**, **Fig 2.25**）を引用している。**Fig 5.8** で示している 300°C の真応力－真ひずみ線図より、双ロール鋳造材の応力は、いずれもひずみが 0.2 までは直線的に増加し、その後はひずみの増加とともに低下している。応力が低下している原因は、ひずみの増加にともない動的再結晶が進行し軟化が起こっているためと考えられる。また、ひずみ 0.2 以上の応力の低下量は、Al 含有量が増すとわずかながら大きくなっている。Al 含有量が多いほど動的再結晶が進んでいることが推測される。**Fig 5.9** で示している 400°C の場合の真応力－真ひずみ線図も、**Fig 5.8** で示している 300°C の場合と同様に応力はひずみが 0.2 程度までは増加し、それ以降ひずみが増加するにつれて応力は低下している。ただし、 400°C の場合は Al 含有量の増加に伴う真応力－真ひずみ線図の違いはあまりない。

また、**Fig 5.8** および **Fig 5.9** より AXM4303 と双ロール鋳造材との真応力－真ひずみ線図を比較すると、ひずみが 0.2 付近の応力は双ロール鋳造材の方が AXM4303 に比べて約 30% 程度低くなっている。以上の結果より、双ロール法で製造された高 Al 含有マグネシウム合金材料は、AXM4303 と比較して成形時の荷重を減少させることが可能である。

Fig 5.10 は双ロール鋳造材の圧縮試験後の試験片の外観を示している。試験片の外観からは著しい割れ等の欠陥は確認されていない。

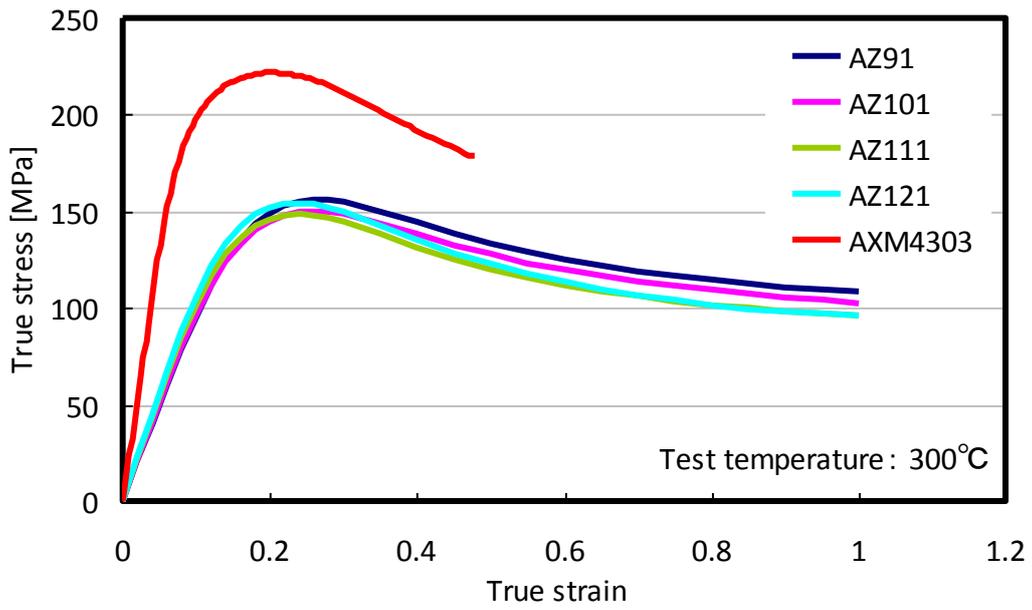


Fig 5.8 Stress-strain curve of high-Al-content magnesium alloy and AXM4303 (Test temperature: 300°C)

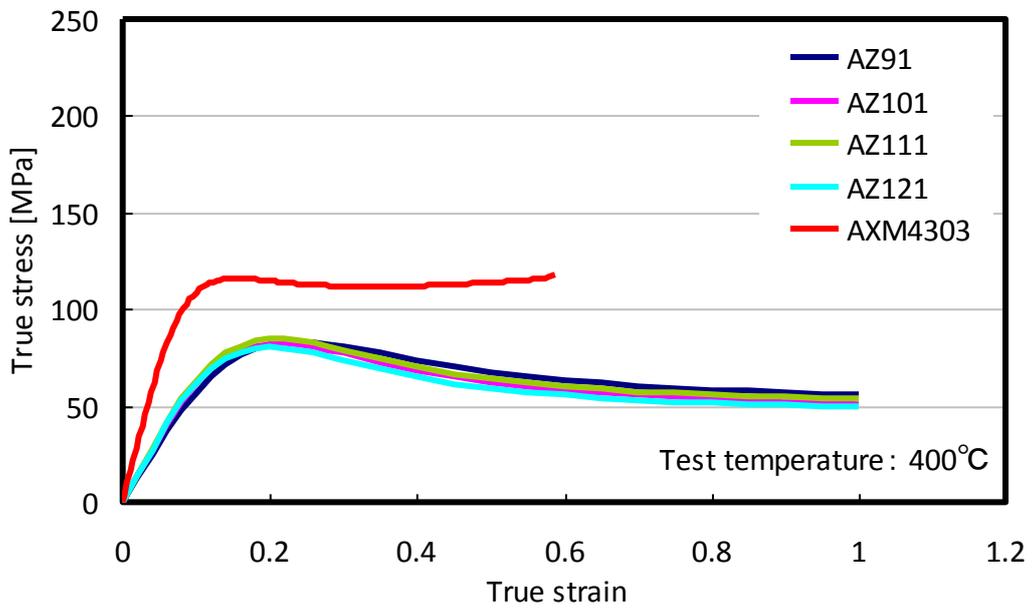


Fig 5.9 Stress-strain curve of high-Al-content magnesium alloy and AXM4303 (Test temperature: 400°C)



Fig 5.10 Photos of test pieces after compression test

5.3.2. 鍛造予備試験の結果

Fig 5.11 は双ロール鋳造材 (AZ91, AZ101, AZ111, AZ121) をそれぞれ鍛造成形した場合の成形荷重とスライドの関係を示している。 **Fig 5.11** ではいずれの材料においてもスライドの位置が 2.5mm の付近で荷重のピークが認められ、その後、荷重はわずかに低下し、下死点付近で最大荷重が確認できる。 **Fig 5.12** は **Fig 5.11** で得られた最大成形荷重と Al 含有量の関係を示している。最大成形荷重は Al 含有量が 9% から 10% までは変化しないが 10% から 12% になると約 50kN 低下している。 Al 含有量が増加することで荷重が低下する原因は、双ロール材の結晶粒径が微細化しているためと考えられる。

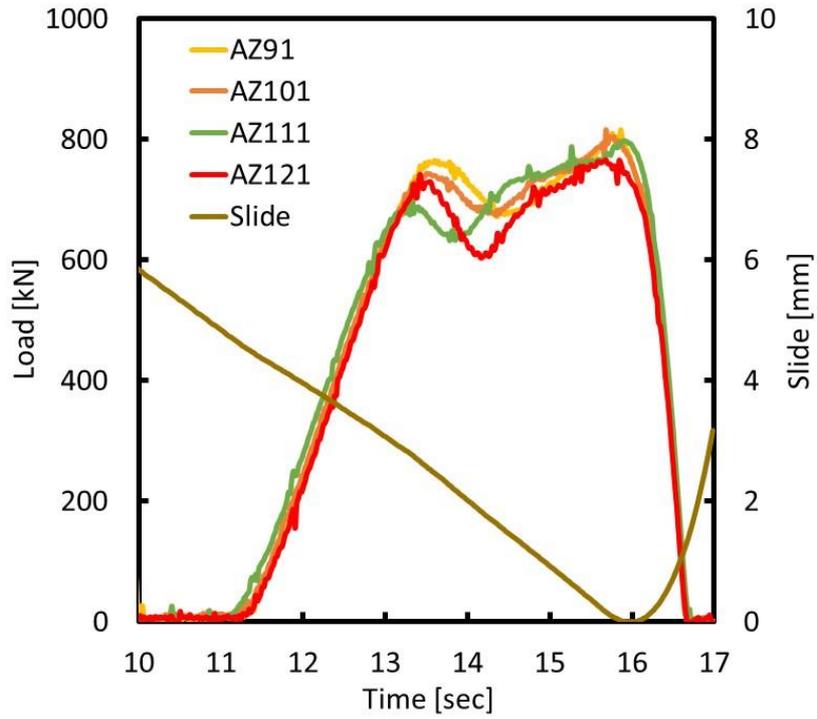


Fig 5.11 Relationship between slide position, load and time

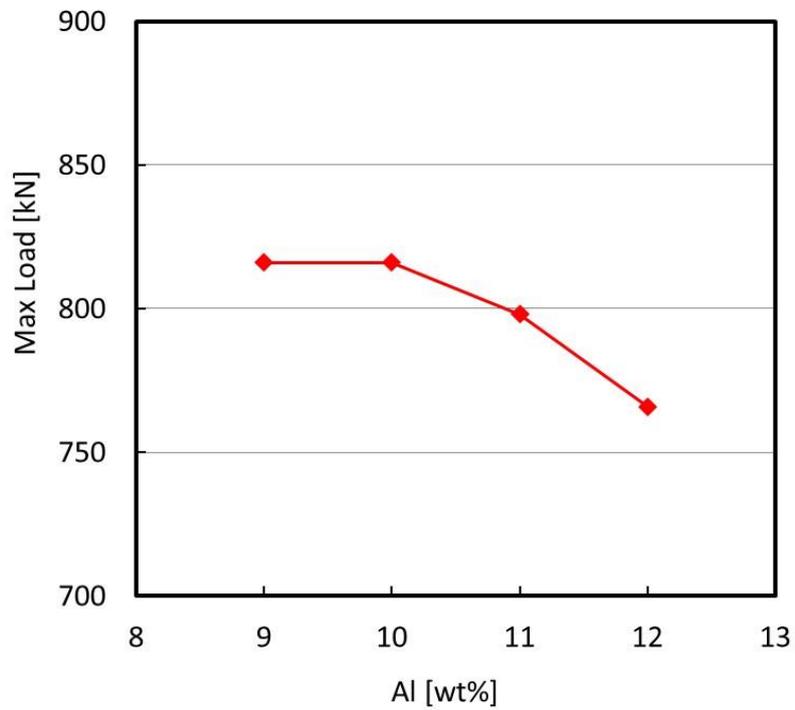


Fig 5.12 Relationship between Al content and maximum forging load

Fig 5.13 は鍛造成形品の外観を示している。いずれの鍛造成形品も表面に割れ等は観察されていないが、ピンの高さが不均一となっており、内側に比べて外側のピンが低い傾向となっている。本実験に用いたピン形状の鍛造成形においては、始めに内側のピンに材料が流れ、その後、内側のピンが充満された後に外側のピンに材料流れが起こると考えられる。本実験条件では押出量が不十分なため、内側のピンに比べて外側のピンへの材料流れが不足して **Fig 5.13** に示す結果になったものと考えられる。**Fig 5.11** の結果においては、スライドの位置が 2.5mm の付近と下死点の 2 か所で荷重のピークが確認された。始めに表れるスライドの位置 2.5mm 付近の荷重のピークは内側ピンへの材料流れが完了し、外側のピンへ材料流れが開始される箇所に相当していると考えられる。**Fig 5.11** の結果によると、内側のピンに流れた材料は金型内で内圧を高めながらピン先端に近づき、内圧が約 700kN 程度に達したときに内側のピンへの材料流れが完了する。その後、材料は外側のピンへ流入を移行し、下死点において内側と外側のすべてのピン成形に相当する最大成形荷重を示して成形を完了する。本実験では、材料の変形抵抗が低くなるほど内側のピンの成形性が良好になるため、成形途中における外側と内側のピン高さの差は大きくなっていると予想できる。**Fig 5.12** に示す圧縮試験の結果によると Al 含有量の増加につれて同じ温度における変形抵抗が低くなるため、成形途中のピン高さの差は AZ121 の方が AZ91 に比べ大きくなっていると考えられる。

Fig 5.14 は鍛造成形品の外側ピンと内側ピンの体積比と Al 含有量の関係を示している。ピン体積はピン先端から底板上面までの高さでピン直径により求めた。**Fig 5.14** の結果より Al 含有量が増加するほど体積比は大きくなっている。すなわち Al 含有量が増加すると内側のピン高さは外側に比べて相対的に高くなる。従って、Al 含有量の多いマグネシウム合金では内側のピン高さが優先的に高く成形され、均一なピン成形は困難になるため、押し込み量を大きくとる必要がある。さらに Al 含有量の多いマグネシウム合金材料を使用して押し込み量を増加させることで、高強度な成形品を低荷重で成形することが可能であると考えられる。

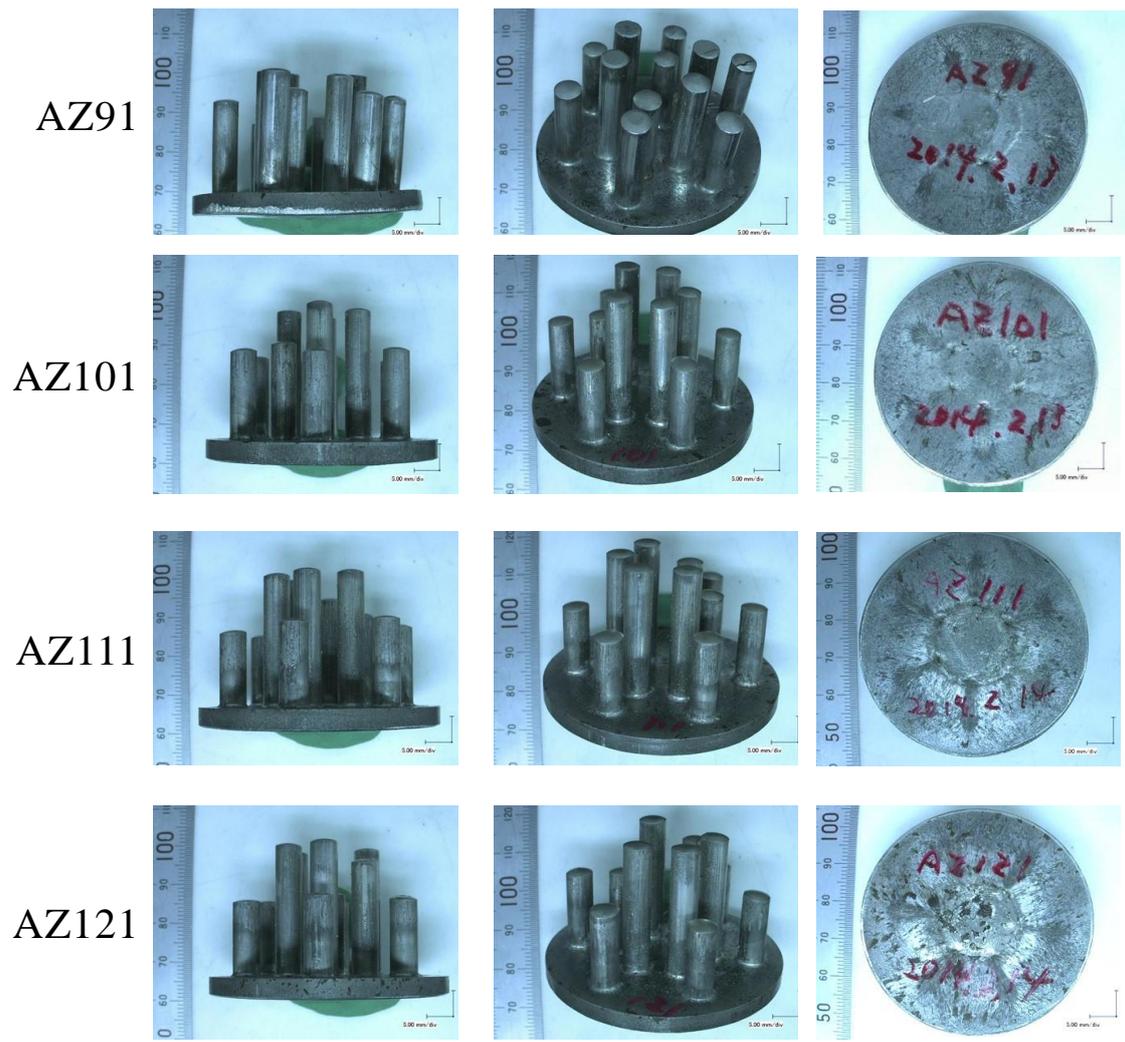


Fig 5.13 Photos of forged products of test temperature 350°C, forging speed 0.1mm/s

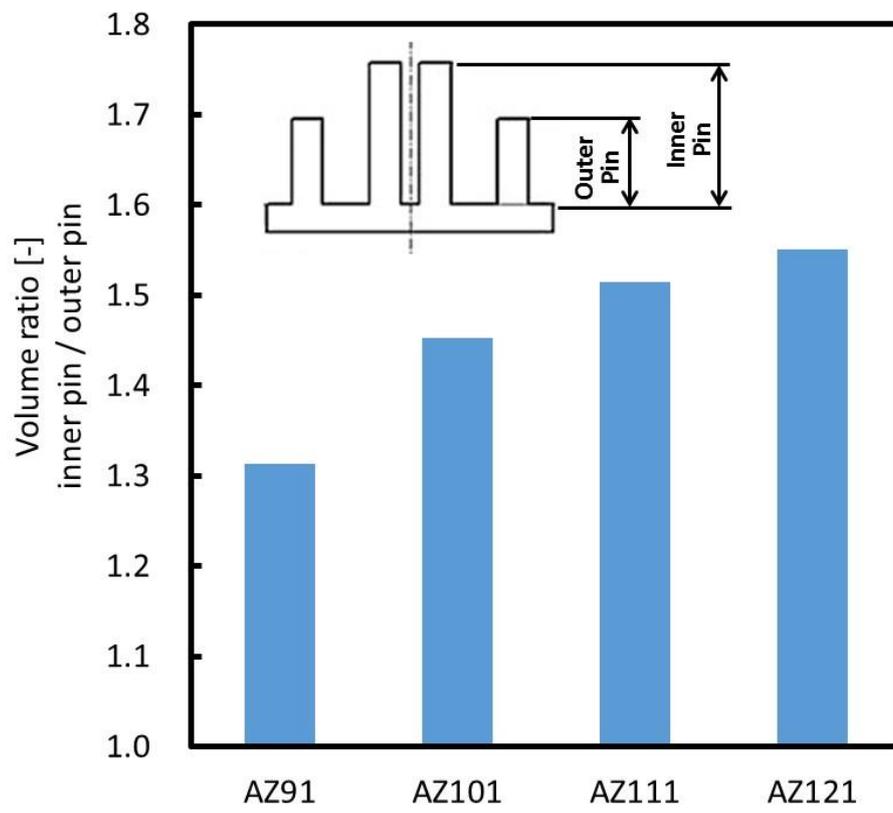


Fig 5.14 Volume ratio of inside pin and outside pin

5.3.3. 鍛造成形品の硬度

Fig 5.15 は双ロール鋳造材 (AZ91, AZ101, AZ111, AZ121) の鍛造成形品の断面におけるビッカース硬度を示している。測定位置は **Fig 5.15** に示すように内側のピンの根元付近と底板中央部の 4 ヶ所である。硬度は Al 含有量が増加するにつれて高くなる。AZ121 の成形品の硬度は AZ91 の成形品の硬度と比較して約 25% 程度向上している。また、本鍛造成形品の硬度の測定結果からは測定位置による明確な差は確認できていない。

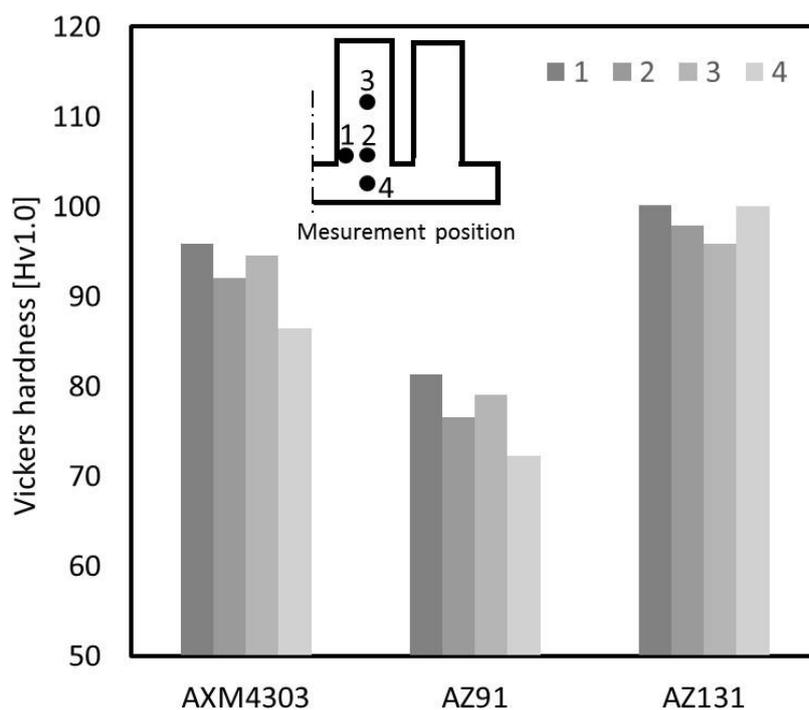


Fig 5.15 Measurement results of vickers hardness

5.3.4. 鍛造成形品のマイクロ組織

Fig 5.16 は鍛造成形品の断面の組織を示している。組織の観察位置は内側ピンの根元付近(A)とピン中心部(B)および底板中央部(C)である。**Fig 5.16** よりいずれの鍛造成形品においても結晶粒径は $20\mu\text{m}$ 以下まで微細になっていることが確認できる。鍛造成形前の結晶粒径は **Fig 5.16** に示すように $10\mu\text{m}$ から $90\mu\text{m}$ 程度であるため、鍛造成形により微細化したと言える。**Fig 5.8** および **Fig 5.9** で示しているように、双ロール鋳造材を圧縮変形する際に動的再結晶が起こり、鍛造成形品の結晶粒が微細化していると考えられる。また、結晶粒径は Al 含有量の高い AZ121 の方がより顕著に微細化している。この傾向はいずれの観察位置(A, B, C)でも同様に認められる。Al 含有量が増すと金属間化合物である $\text{Al}_{12}\text{Mg}_{17}$ 晶出物(β 相)がより多く生成されるため、AZ121 では多量の β 相が鍛造成形中に微細な状態で分散していると考えられる。すなわち、AZ121 の結晶粒径が AZ91 に比べて微細化しているのは、成形中に粉碎され微細となった多量の β 相が Mg 相(α 相)の結晶粒界に分散し結晶成長を抑制するピン留め効果として機能していることが推測できる。**Fig 5.17** は鍛造成形品の各測定位置で計測した結晶粒径を AZ91 から AZ121 までの材料ごとに示している。結晶粒径の計測は各測定位置(A, B, C)で、10 視野により面積法で求めた。**Fig 5.17** より AZ121 の結晶粒径はいずれの測定位置において $6\mu\text{m}$ 程度まで微細化していることが判明した。**Fig 5.16** で示している組織写真において扁平状に白色に見えている β 相は、AZ101 においては大きな島状で存在しているが、Al 含有量の多い AZ111 や AZ121 においては微細な粒状に変化し広範囲に分散した状態となっている。

Fig 5.18 は AZ91 から AZ121 までの鍛造成形品について結晶粒径とビッカース硬度の関係を示している。両者の関係には弱い負の相関関係が認められている。この結果より、AZ91 から AZ121 までの鍛造成形品においては、結晶粒径とビッカース硬度の間にはホールペッチ則^[75] が成立している可能性が考えられる。ホールペッチ則が適用できると仮定すると、結晶粒径を微細化するほど高強度な鍛造成形品が得られることが期待できるものと考えられる。

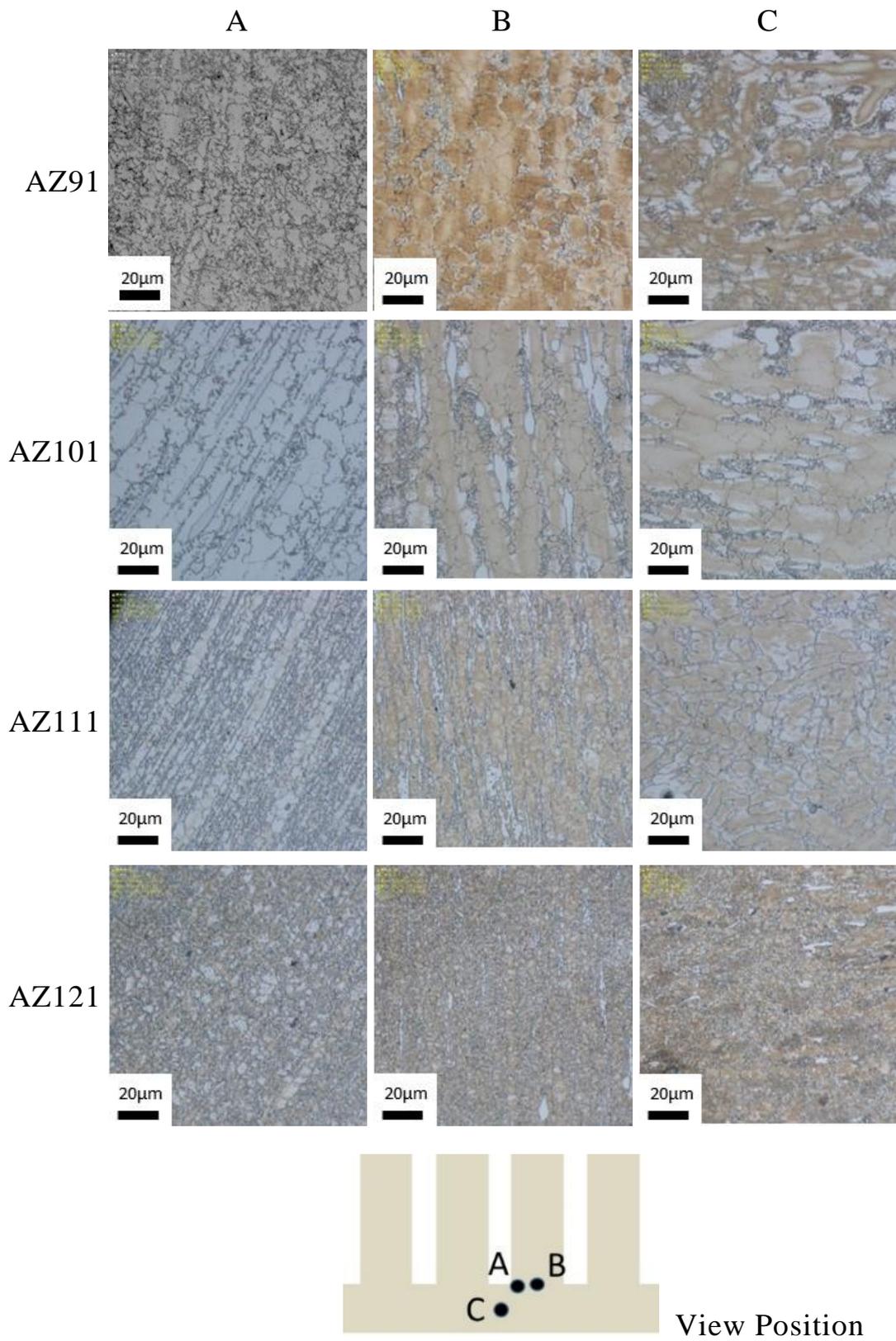


Fig 5.16 Microstructure of forged products

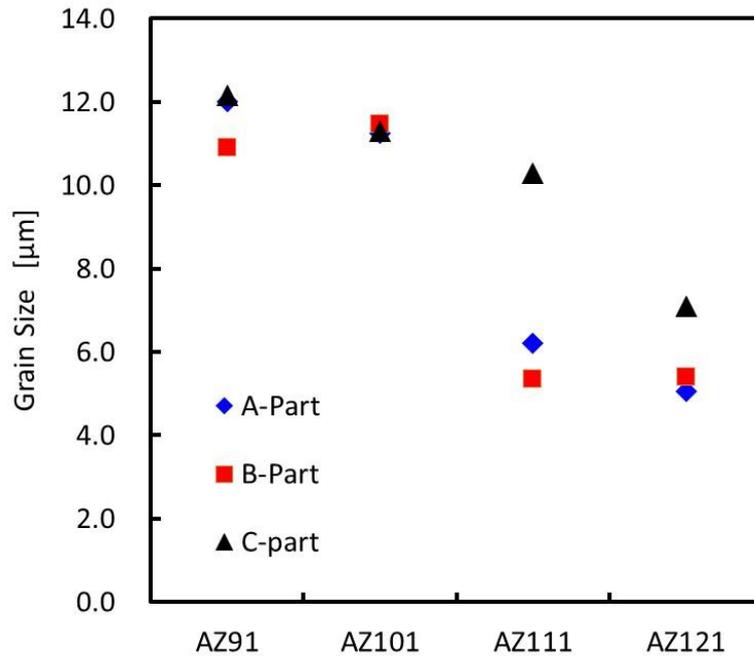


Fig 5.17 Grain size of forged products

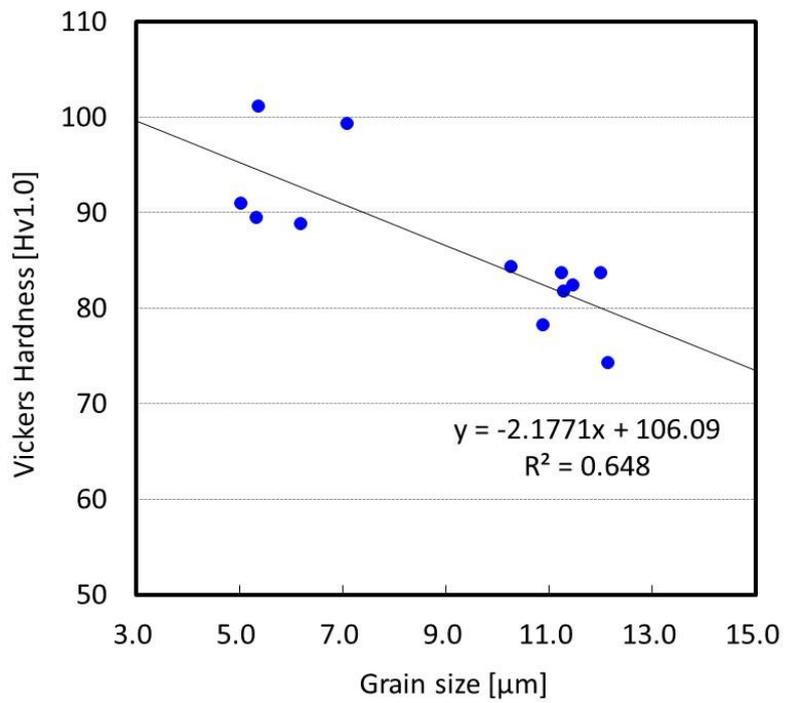


Fig 5.18 Relationship between grain size and vickers hardness

5.3.5. 鍛造成形品の機械的特性

本実験で得られた鍛造成形品から試験片を採取し引張特性を調査した。引張試験の採取位置は **Fig 5.19** に示している。

Table.5.5 は引張試験の結果を示している。引張試験片の破断位置はいずれも平行部となっており、材料の内部欠陥等の影響はないと考えられる。**Fig 5.20** は双ロール鑄造材 (AZ91, AZ111, AZ121) の Al 含有量と 0.2% 耐力, 引張強さおよび伸びの関係を示している。**Fig 5.20** より Al 含有量が増すと 0.2% 耐力, 引張強さおよび伸びはともに高くなっている。特に AZ121 の引張強さは 355MPa が得られており, 第 4 章の 4.3.6 節で示している AXM4303 の引張強さ 365MPa (試験温度 300°C の場合) と同等程度となっている。4.3.6 節で示している AXM4303 については伸びが約 1% 程度と小さいのに対して, AZ121 は 12.5% と高い値が得られている。AZ121 で高い伸びが得られる理由は, 12% 程度の高 Al 量が Mg 中に固溶し同時に微細な β 相が均一に分散しているためと考えられる。以上の結果より, 双ロール法で製造した高 Al 含有のマグネシウム合金材料を鍛造成形することで, 高い強度と延性をあわせもつ優れた構造材料が得られることが明らかになった。

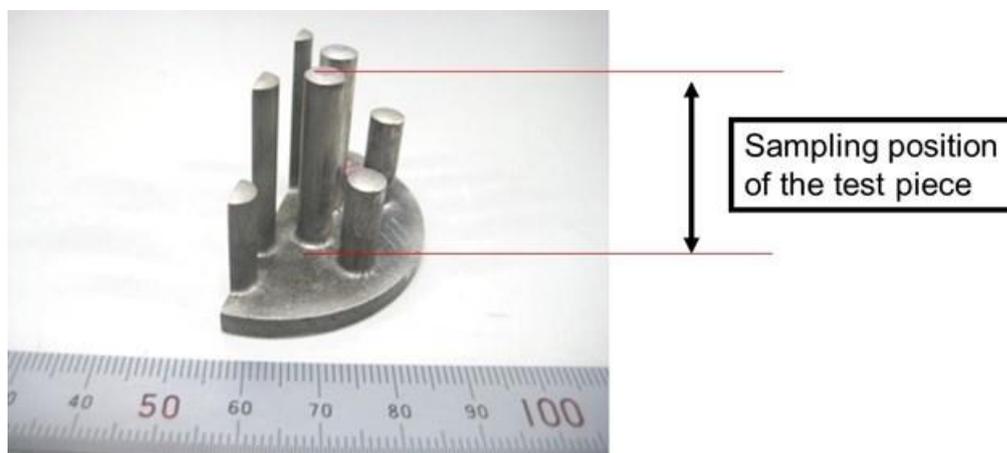


Fig 5.19 Sampling position of test piece of forged products

Table.5.5 Mechanical properties of forged products

	0.2% Proof Stress [MPa]	Tensile Strength [MPa]	Elongation [%]	Test piece fracture position
AZ91	217	292	4.4	B
AZ101 ^{※)}	-	-	-	-
AZ111	237	310	7.5	B
AZ121	272	355	12.5	B

※) AZ101 の測定値は試験片の不良により取得できず本報では示せていない

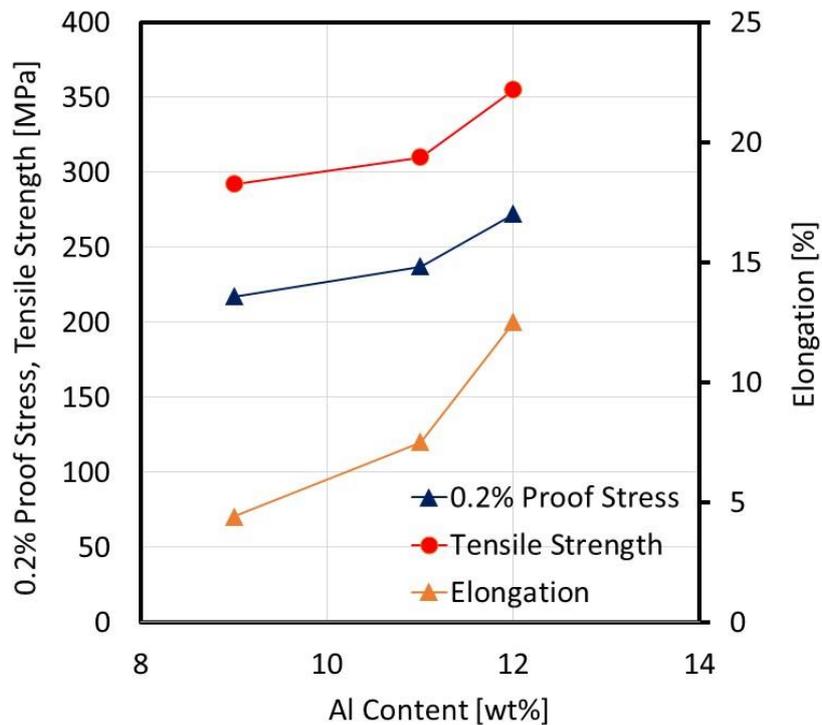


Fig 5.20 Relationship between Al content and tensile properties

5.3.6. 鍛造成形試験の結果

(1)背圧を付与しない場合

5.3.2 節から 5.3.5 節において双ロール鋳造材を鍛造成形することで、高い強度と延性を持つ鍛造成形品が得られることを示した。本節では、実際の鍛造により近い条件を設定し、AZ121 よりもさらに Al 含有量を高めた AZ131 を双ロール法で鋳造し、**Table 5.4** に示す条件で鍛造試験を行った。本鍛造試験においては、(1)背圧を付与しない場合、(2)背圧を付与した場合の二条件で試験を行った。

Fig 5.21 から **Fig 5.23** は AZ91, AZ131 および AXM4303 をそれぞれ背圧なしで鍛造したときの成形荷重とスライドの関係を示している。最大成形荷重は AXM4303 が 1200kN に対して、AZ91 とは約 1000kN となり、双ロール法で鋳造した AZ91 と AZ131 は AXM4303 に比べ 15%程度成形荷重が減少している。AZ91 と AZ131 の最大成形荷重の差は 50kN であり、わずかに AZ131 の方が大きくなっている。これは成形温度が 300℃であり、鍛造予備試験の場合の成形温度 350℃より低かったことによって再結晶が進行し難かったためと考察する。**Fig 5.21** から **Fig 5.23** で示している成形荷重には 2 か所のピーク点を確認できる。前半に表れる荷重のピークは最大成形荷重であり、後半に表れるピークは最大成形荷重の 60%から 80%程度である。

Fig 5.24 から **Fig 5.26** は鍛造成形品の外観を示している。AXM4303 については外側のピンの高さが内側のピンに比べて低くなっており、AZ91 および AZ131 は内側と外側のピンの高さはほぼ同じになっている。**Fig 5.24** から **Fig 5.26** の結果より、AZ91 および AZ131 の方が AZM4303 に比べて鍛造成形性が良好となることが明らかになった。これは、**Fig 5.8** と **Fig 5.9** で示すように双ロール鋳造材 (AZ91, AZ131) の 300℃における変形抵抗が AXM4303 に比べて低いため鍛造成形性が向上したと考えられる。

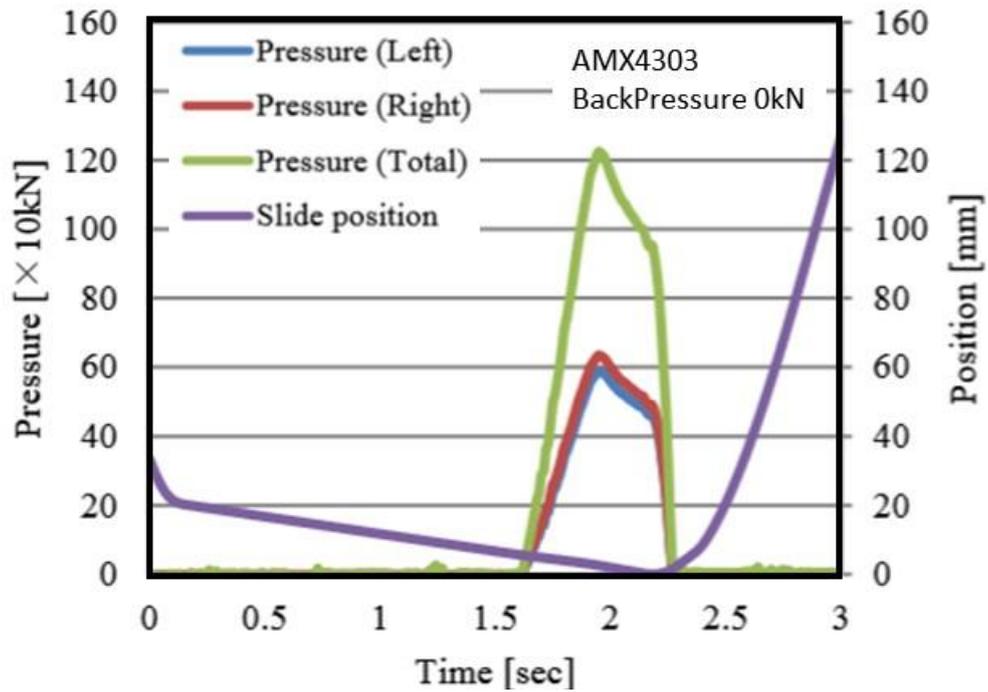


Fig 5.21 Relationship of slide position and load of AXM4303

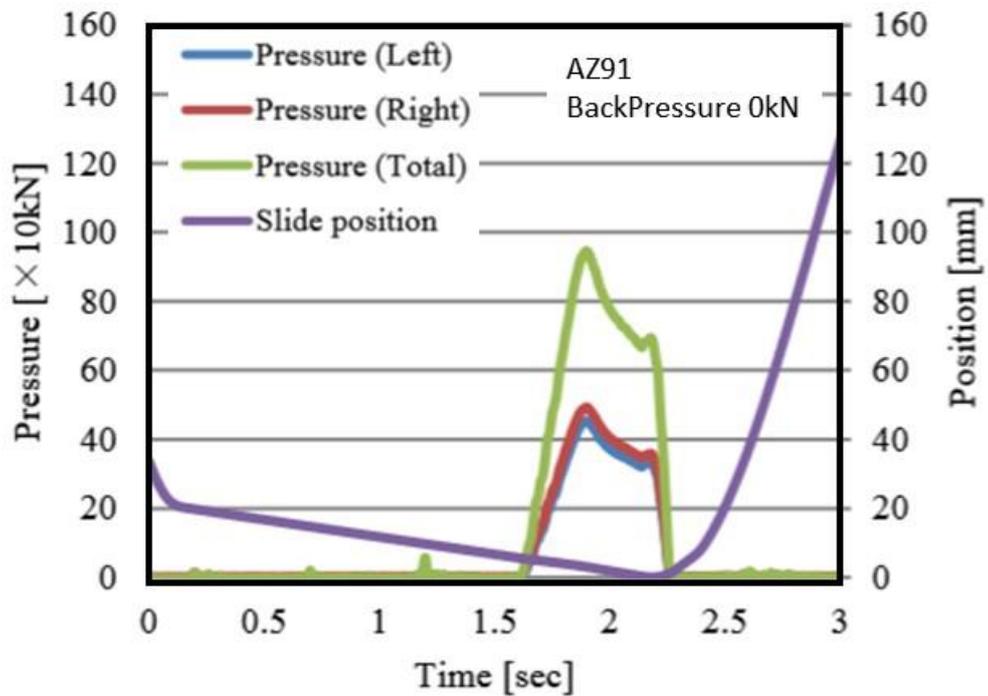


Fig 5.22 Relationship of slide position and load of AZ91

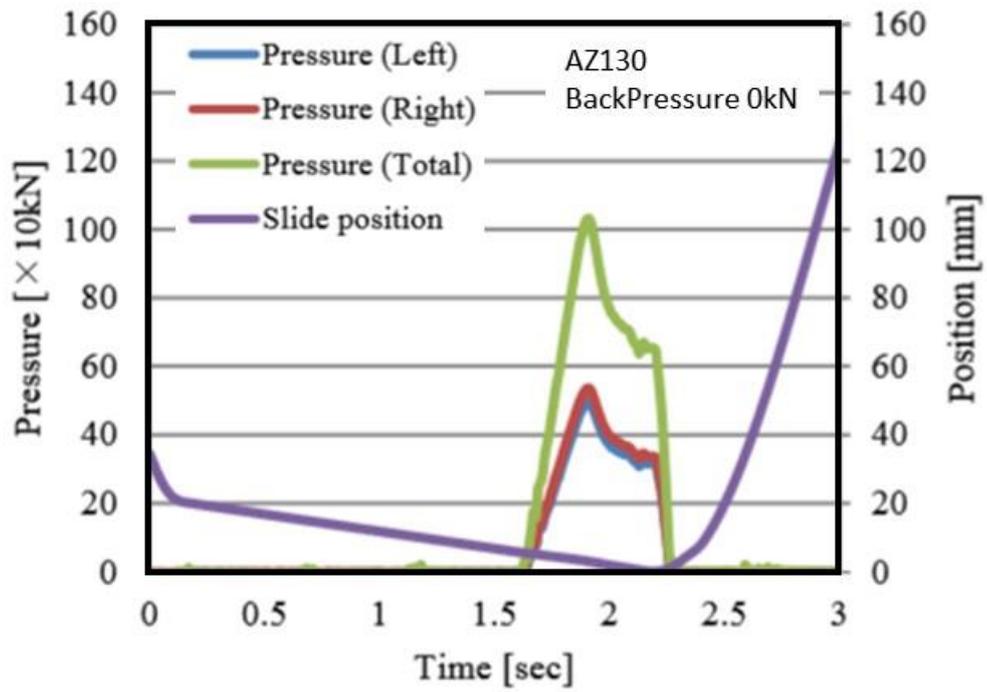


Fig 5.23 Relationship of slide position and load of AZ131



Fig 5.24 Photo of AXM4303 (Back pressure 0 kN)



Fig 5.25 Photo of AZ91 (Back pressure 0 kN)



Fig 5.26 Photo of AZ131 (Back pressure 0 kN)

(2)背圧を付与した場合

Fig 5.27 から **Fig 5.29** は AZ91, AZ131 および AXM4303 を, それぞれ背圧 1kN を付与して試験した場合の成形荷重とスライドの関係を示している. 背圧付与することで, 背圧を付与していない場合と比べて最大成形荷重は増加している. AXM4303 については成形荷重がプレス機の限界荷重 (1500kN) 以上となり途中で停止した. AZ91 の最大成形荷重は 1200kN であり, AZ131 の最大成形荷重は 1400kN 程度となっている. 最大成形荷重は AZ91 に比べて AZ131 のほうが約 200kN 程度大きくなっており, 5.3.2 節の **Fig 5.12** に示している Al 量が増すと最大荷重が低下する結果とは異なっている. これは AZ131 のような高 Al 含有の材料では晶出物の β 相の割合が過剰となり最大成形荷重を高める要因となること, および成形温度が 300°C と低いため再結晶が進行し難かった可能性が考えられる.

Fig 5.30 から **Fig 5.32** は鍛造成形品の外観を示す. いずれの鍛造成形品もピンの高さは同一で先端部は平らに成形されており, **Fig 5.24** から **Fig 5.26** で示している背圧なしで成形した鍛造成形品と比較すると成形性は改善されていることが確認できる.

Fig 5.33 は AXM4303, AZ91 および AZ131 の鍛造成形試験における, (1)背圧を付与していない場合, (2)背圧を付与した場合 (1kN) の最大成形荷重を示している. 最大成形荷重は背圧を付与していない場合, 背圧を付与した場合のどちらにおいても, 双ロール鋳造材 (AZ91, AZ131) の方が AXM4303 に比べて低くなっている. 背圧を付与していない場合に比べて背圧を付与した場合は, いずれの材料の鍛造成形試験においても最大成形荷重が 30kN 程度増加している. 本実験では, 背圧を付与したことにより最大成形荷重は 30% 程度上昇していることになる.

Fig 5.34 は鍛造成形品の各成形部の高さを示している. 高さの測定位置は **Fig 5.35** に示しているように, 底板の厚さと内側および外側のピン高さである. **Fig 5.34** より, 背圧を付与しない場合では, AXM4303 では, 内側のピンの高さは外側のピンに比べて 5mm 程度低く成形されている. 一方, 背圧 1kN を付与した場合には外側と内側のピン高さ差は約 2mm まで改善するものの, 同じ高さにはならない. AZ91 と AZ131 の鍛造成形では, 背圧の付与に関わらず外側のピンと内側のピンの高さは同じである. 背圧を 1kN 付与した場合は外側のピンと内側のピンの高さは背圧なしの場合と比較して全体的に低く成形されている. 背圧を 1kN 付与した場合のピン高さの低下量は AZ91 が約 2mm 程度なのに対して, AZ131 では約 5mm 程度となっている. 背圧を付与した場合の AZ91 と AZ131 のピン高さの低下量が異なる理由については明確にはわかっていないが, 成形温度と材料の変形抵抗の関係において適切な大きさの背圧が存在するものと考えられるため, さらなる調査が必要である. 底板の厚みについては背圧を付与しない場合と背圧を付与した場合の相違は認められない.

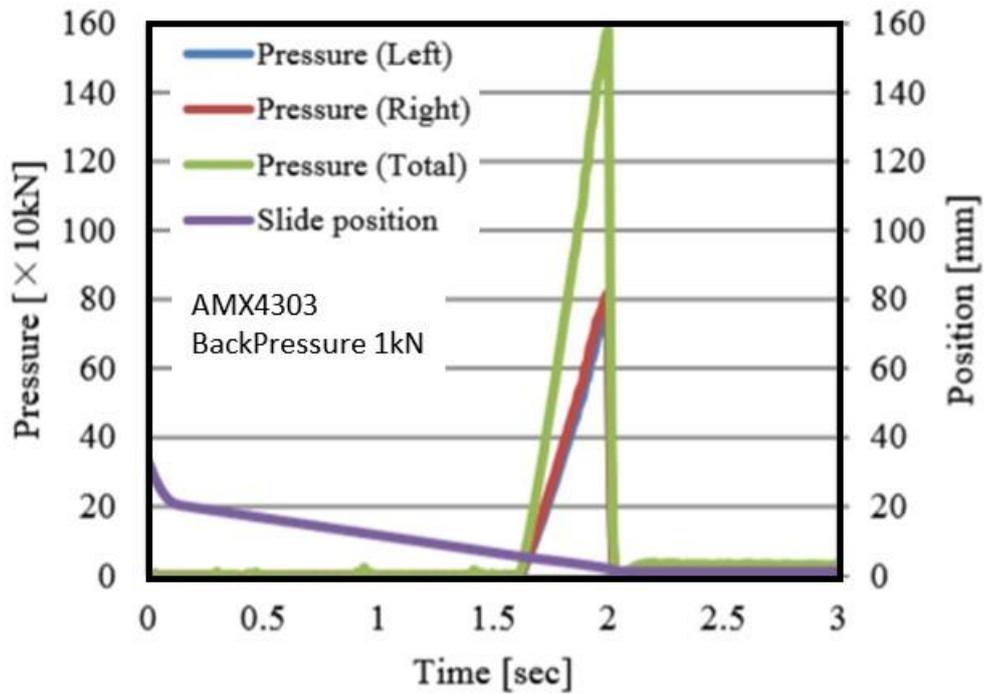


Fig 5.27 Relationship of slide position and load of AXM4303 with back pressure 1kN

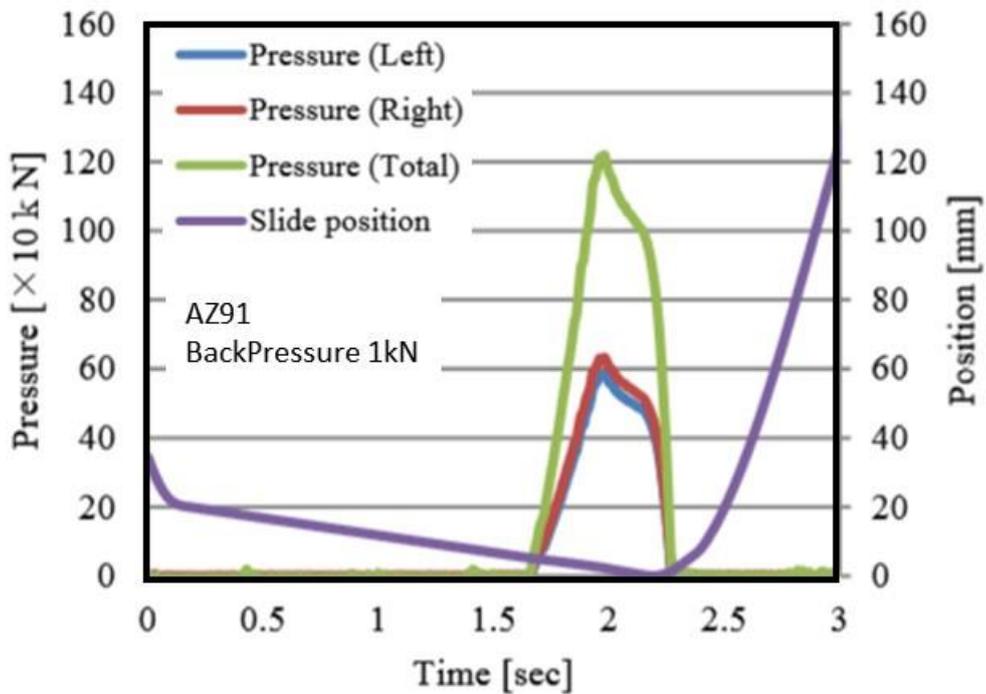


Fig 5.28 Relationship of slide position and load of AZ91 with back pressure 1kN

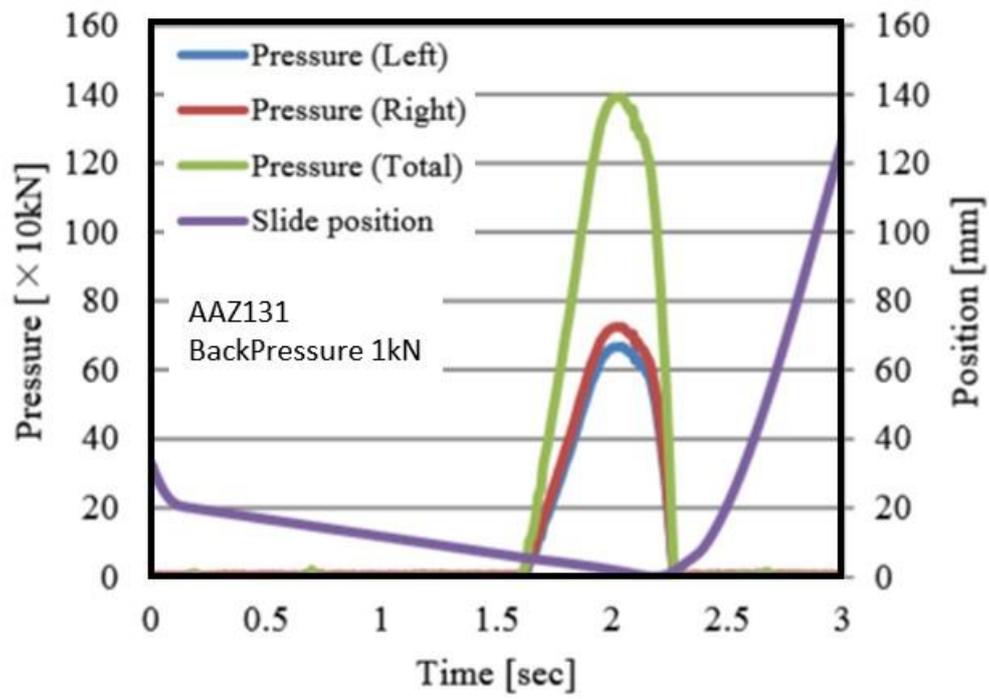


Fig 5.29 Relationship of slide position and load of AZ131 with back pressure 1kN



Fig 5.30 Photo of AXM4303 (Back pressure 1 kN)



Fig 5.31 Photo of AZ91 (Back pressure 1 kN)



Fig 5.32 Photo of AZ131 (Back pressure 1 kN)

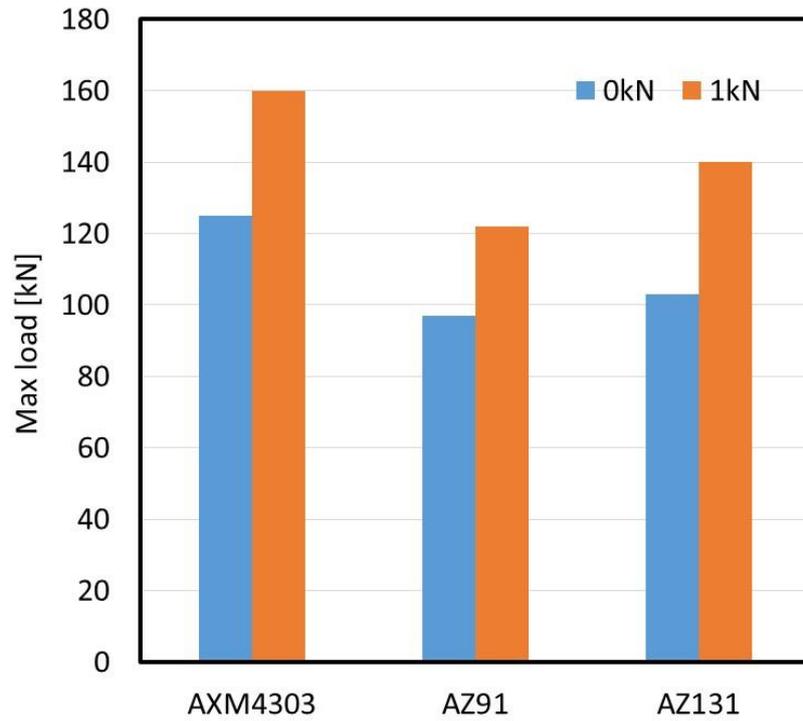


Fig 5.33 Relationship between alloy type and maximum forging load

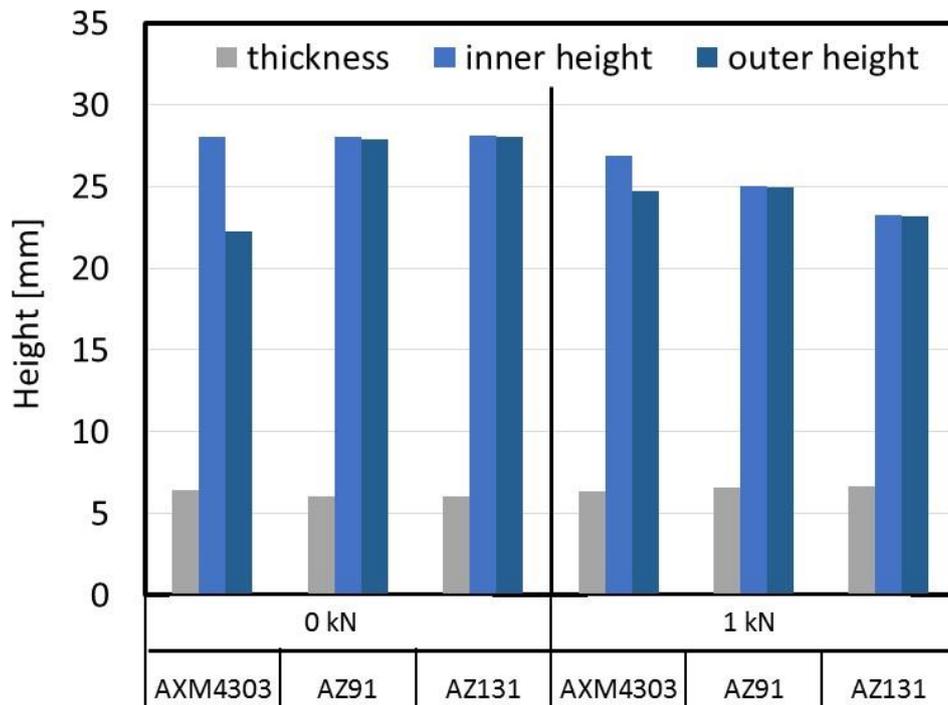


Fig 5.34 Measured height of forged products of back pressure 0kN and 1kN

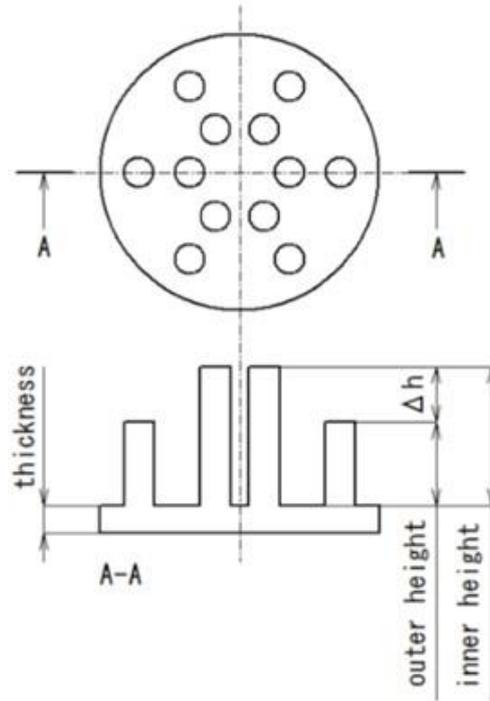


Fig 5.35 Measurement position of forged products

5.3.7. 鍛造成形品の硬度

Fig 5.36 は AXM4303 および双ロール鋳造材 (AZ91, AZ131) の鍛造成形品のビッカース硬度を示している. 硬度の測定位置は **Fig 5.36** に示している 4 か所 (1, 2, 3, 4) である. **Fig 5.36** の結果より AZ131 の硬度は 100HV 程度であり AZ91 に比べて 20 以上も高く, AXM4303 と比較すると 10 程度向上している. AZ131 の硬度が高くなる原因は結晶組織内に Al 晶出物である β 相が多量に存在しているためと考えられる. AZ91 の硬度は 5.2.3 節で示している試験温度が 350°C の場合の硬度とほぼ同等である.

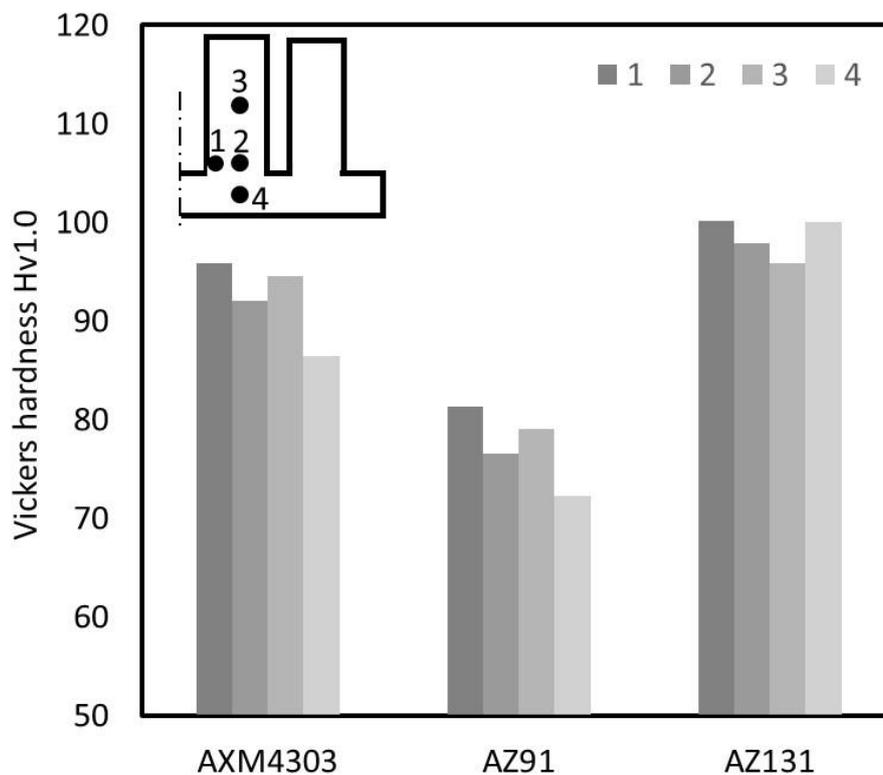


Fig 5.36 Measurement result of vickers hardness

5.3.8. 鍛造成形品のミクロ組織

Fig 5.37 は AXM4303 および双ロール鋳造材 (AZ91, AZ131) の鍛造成形品のミクロ組織を示している。観察位置は **Fig 5.37** に示しているように内側ピンの根元部 (A) と底板中央部 (B) である。ピン根元部 (A) の組織はいずれの材料においても鍛造成形により扁平された状態で流れているが, AZ131 については AZ91 に比べてより顕著に組織が扁平した状態となっていることが確認できる。底板中央部 (B) の組織についてはいずれの材料も結晶粒がほぼ等軸状になっていてピン根元部 (A) とは大きく異なっている。AZ91 と AZ131 の組織では写真中で白色に見えている Al 晶出物の β 相 ($\text{Al}_{12}\text{Mg}_{17}$) が広範囲に確認できる。 β 相は AZ91 に比べて AZ131 で広範囲に存在しており, ピン根元部 (A) では微細な粒状になっていることが確認できる。一方, 底板中央部 (B) に存在している β 相は島状となり広範囲に分散していない。**Fig 5.37** で示している AZ91 と AZ131 の結晶組織と 5.2.4 節で示している試験温度が 350°C の AZ91 から AZ121 の鍛造成形品の結晶組織と比較すると, 350°C の鍛造成形品の方が結晶粒径や β 相が微細化している。5.2.4 節で示している AZ91 から AZ121 は試験温度が 350°C に対して **Fig 5.37** で示している AZ91 と AZ131 は試験温度が 300°C と低いために動的再結晶が生成し難く結晶粒の微細化があまり進んでいない可能性がある。

以上の結果から考察すると, 双ロール鋳造材の鍛造成形では Al を 12% 含有した AZ121 を使用して 350°C で成形することによって結晶粒と晶出物が微細化し高強度な成形品が得られる。Al を 13% 含有した AZ131 に関しては成形温度 300°C より高い 350°C で成形することで再結晶を促進できる可能性があるが, 成形温度と晶出物の関係はさらなる検討が必要である。

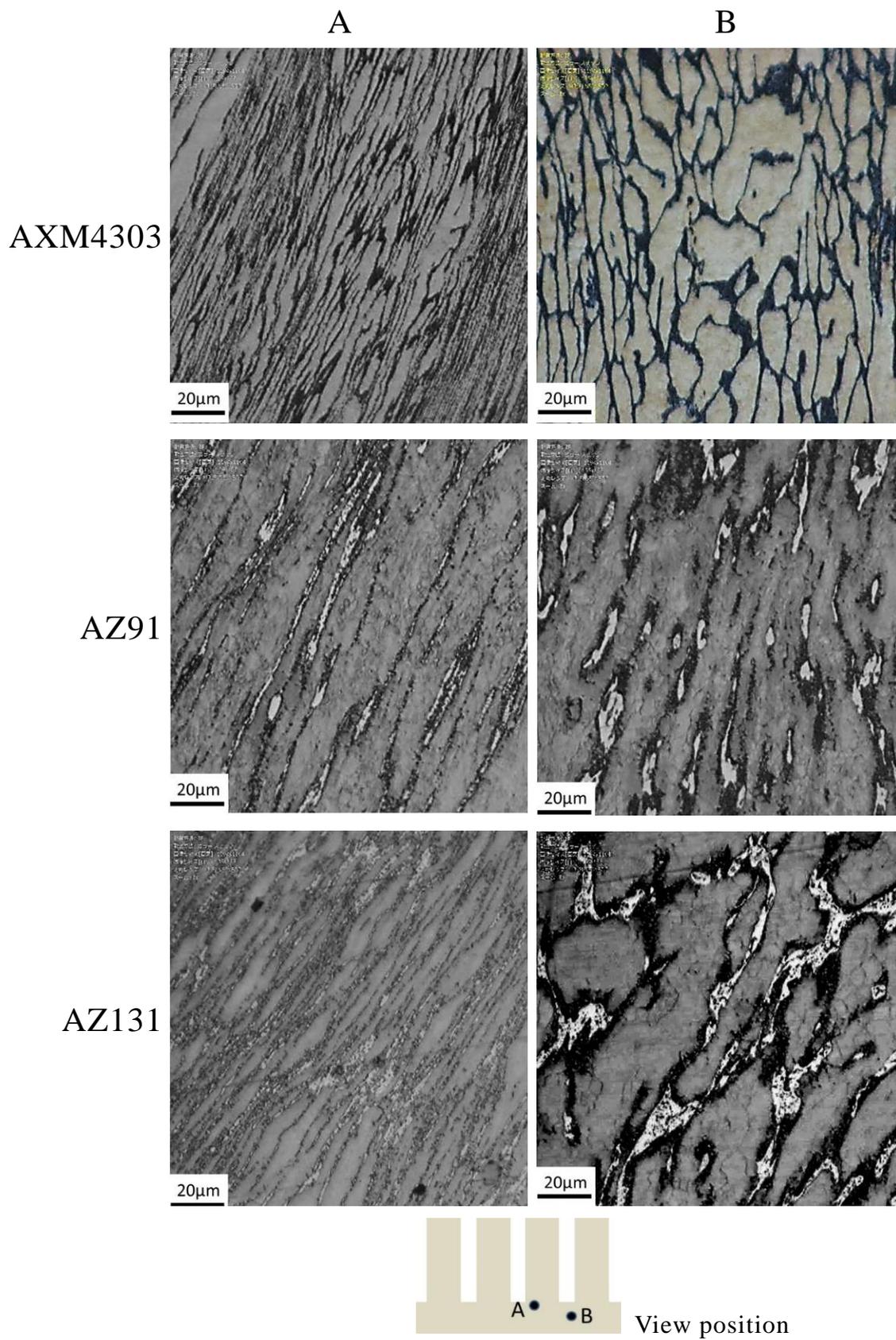


Fig 5.37 Microstructure of forged products

5.4. 結言

双ロール法によつて鑄造した高 Al 含有マグネシウム合金 (AZ91, AZ101, AZ111, AZ121, AZ131) を鍛造用素材として適用するため、ピン形状の鍛造金型を用いて鍛造試験を実施した。得られた知見を要約すると以下ようになる。

- (1) 双ロール鑄造材 (AZ91, AZ101, AZ111, AZ121, AZ131) の単軸圧縮試験によつて得られた真応力-真ひずみ線図より、試験温度 300°C の場合と 400°C の場合において、いずれの材料もひずみ 0.2 以上で動的再結晶にともなう応力軟化を確認した。300°C で見られる応力軟化は Al 含有量が増すとわずかながら大きくなることを明らかにした。
- (2) 試験温度が 350°C では Al 含有量が増すと最大成形荷重が低下し鍛造成形性が良好になることが明らかになった。試験温度 300°C の場合では、双ロール鑄造材は背圧を付与しない場合でも良好な鍛造成形品が得られるが、AXM4303 では背圧の付与が必要であることが明らかになった。
- (3) 試験温度が 350°C の場合に得られた鍛造成形品のビッカース硬度を調べた結果、ビッカース硬度は AZ91 が 75HV 程度に対して AZ121 は 100HV 程度まで向上することが明らかになった。また、試験温度が 300°C の場合に得られた鍛造成形品のビッカース硬度は AZ91 が 75HV, AZ131 が 100HV で、試験温度が 350°C の場合と同程度であった。
- (4) 試験温度が 350°C の場合に得られた鍛造成形品の機械的特性を調べた結果、0.2%耐力、引張強さおよび伸びは Al 含有量が増すほど増加することを明らかにした。AZ121 の引張強さ(355MPa)は、第 4 章で検討した AXM4303 の引張強さ(365MPa)と同等であり、さらに AXM4303 の伸びが約 1% 程度に対して AZ121 の伸びは 12.5% と高い値が得られることが判明した。
- (5) 試験温度が 350°C の鍛造成形品 (AZ121) と、試験温度が 300°C の鍛造成形品 (AZ131) の結晶粒径を比較すると、300°C で成形した AZ131 の結晶粒径の方が 350°C で成形した AZ121 に比べてわずかに粗大であることが明らかになった。試験温度が 300°C に比べ 350°C の方が動的再結晶は進み結晶粒は微細化すると考えられる。本実験の範囲においては、双ロール鑄造材を熱間鍛造に適用するためには、Al を 12% 含有した AZ121 を使用して 350°C で成形することによつて結晶粒と晶出物が微細化し高強度な成形品が得られることを明らかにした。
- (6) Al を 13% 含有した AZ131 に関しては成形温度 300°C より高い 350°C で成形することで再結晶を促進し、さらに高強度な成形品が得られる可能性があるが、試験温度と晶出物の関係はさらに詳細に調査する必要がある。

第6章 結論

6.1. 研究の総括

本研究では、自動車の機構部品へのマグネシウム合金の適用を目的としてマグネシウム合金の成形性と機械的強度の向上を同時に実現できる熱間鍛造加工法について検討を行ったものである。

第1章では、自動車部品の軽量化の背景ならびにマグネシウム合金の適用可能性について、またマグネシウム合金の性質と特徴、さらにマグネシウム合金の高強度化に関する従来の研究事例と課題について述べ、本研究の位置づけと目的および研究意義について総括している。

第2章では、Mg-Al-Ca-Mn系合金 (AXM4303合金) の連続鋳造材を用いて単軸圧縮試験を実施して 350°C と 400°C での材料の変形抵抗を明らかにした。また、リング圧縮試験により三種類の潤滑剤を使用して材料と金型間の摩擦係数を算出するとともに金型への固着を抑制できる潤滑剤を選定した。さらにリング圧縮試験を異なるプレススライドモーションで実施し、摩擦係数に及ぼすプレススライドモーションの影響を明らかにした。また、実験で得られた変形抵抗から有限要素法により発熱等の熱影響を排除した等温変形抵抗を求め、実験値との照合から解析の有効性を確認した。本手法を用い高精度な鍛造成形性の予測が可能であることを示した。

第3章では、Mg-Al-Ca-Mn系合金 (AXM4303合金) を用いて鋳造材を直接鍛造成形するための基礎的な検討を行った。本章では前方押出と後方押出の成形部位を有する二重円筒型形状の金型を用いて、鍛造成形性に及ぼす加工温度および加工速度の影響を調査した。実験で得られた鍛造成形品の機械的特性の評価を行った結果、試験温度 400°C 以上では鍛造成形性は良好になるが、引張強さと 0.2% 耐力は著しく低下することを確認した。試験温度 350°C 以下では引張強さと 0.2% 耐力は向上するが、鍛造成形性は低下することがわかった。これより、Mg-Al-Ca-Mn系合金の鋳造材を直接鍛造し良好な鍛造成形性を得るためには、400°C 以上で鍛造する必要がある。一方、試験温度 400°C の場合の鍛造成形品の機械的強度は、引張強さ 289MPa、0.2% 耐力 282MPa であり、十分に高い強度は得られないため、強度を向上させるためには低温で鍛造することが有効であるが、成形性との両立は難しい。鍛造成形性に及ぼすスライドモーションの影響を調査した結果、クランクモーションよりもスライドモーションの方が成形性は良好であり、鍛流線も明瞭であった。鍛造成形品の硬度に及ぼすプレス機のスライドモーションの影響はほとんどない。本章では EBSD によ

る結晶方位解析の結果から機械的強度に影響する要因を考察した。比較的低い試験温度(300℃, 350℃)で成形した鍛造成形品の強度が高くなるのは、350℃以下で動的再結晶が十分に進まず加工硬化によるひずみが残存していること、未再結晶領域の底面配向した集合組織が引張試験方向と平行に集積していることが主な要因である。また、比較的高い試験温度(400℃, 450℃)で成形した鍛造成形品の強度が低下している理由は、動的再結晶が進み結晶配向がランダム化していること、再結晶粒がわずかに成長していることが要因であると考えられる。以上のことから、機械的強度をさらに向上させるためには動的再結晶を抑え集合組織を形成することが可能な350℃以下での鍛造が有効であることがわかった。

第4章では、Mg-Al-Ca-Mn系合金(AXM4303合金)を用いて実部品であるスクロール部品の鍛造試験を行った。本章では、スクロール形状の鍛造金型を用いて、試験温度350℃以下での鍛造成形性および機械的特性の向上を目的として、背圧が鍛造成形性に与える影響について調査した。その結果、スクロール部品の鍛造成形性は背圧付与することで著しく改善することが明らかになった。さらに、スクロール壁の成形性を改善するためには、背圧を付与しない場合の最大成形荷重に対してその9%から13%程度の背圧を付与することが適切であることを明らかになった。最大成形荷重に対する背圧の大きさが9%以下の場合には、壁高さ差が広がり成形性が低下し、13%以上では過剰な背圧により所定の壁高さは得られず、成形荷重が急増することを確認した。試験温度350℃で成形したスクロール鍛造成形品のビッカース硬度を測定した結果、背圧や鍛造速度による影響は小さく、成形品の硬さは80HVから85HV程度であることが明らかになった。また、室温での0.2%耐力と引張強さが、ともに350MPa以上で、なおかつ良好な成形品が得られる鍛造条件は、本実験範囲内では試験温度300℃、鍛造速度10mm/s、背圧100kNであることが明らかになった。さらに、150℃における0.2%耐力と引張強さは、室温での値と比較して強度の低下率は0.2%耐力が40%、引張強さが30%であることを確認した。予成形としての据え込み工程を経て鍛造成形することによって鍛造成形品の硬度は改善することが明らかになった。以上の結果より300℃程度の低温でも割れの無い成形性が良好な鍛造スクロールを得ることが可能となった。機械的強度が向上する要因をEBSDによる結晶方位解析から考察を試みたところ、高強度な鍛造成形品を得るためには底面集合組織の集積度を高めることとシュミット因子を小さくすることが重要であることを確認した。従って、再結晶粒の生成を適度に抑えると同時に底面配向をもたらす材料流れの促進が必要と言える。以上の研究より、マグネシウム合金製のスクロール部品において高強度な鍛造用アルミニウム合金に匹敵する高い強度が得られることを明らかにした。

第5章では、双ロール法により鑄造した高Al含有マグネシウム合金(AZ91, AZ101,

AZ111, AZ121, AZ131)を鍛造用素材として適用するため、ピン形状の鍛造金型を用いて鍛造試験を実施した。本章では、双ロール鋳造材(AZ91, AZ101, AZ111, AZ121, AZ131)の真応力-真ひずみ線図を単軸圧縮試験により求めた。その結果、試験温度 300℃の場合と 400℃の場合において、いずれの材料もひずみ 0.2 以上で動的再結晶にともなう応力軟化を確認した。試験温度が 350℃の場合には、Al 含有量が増すと最大成形荷重が低下し鍛造成形性が良好になることを確認した。試験温度 300℃の場合には、双ロール鋳造材は背圧を付与しない場合でも良好な鍛造成形品が得られるが、AXM4303 では背圧の付与が必要であることが明らかになった。また、得られた鍛造成形品のビッカース硬度を調べた結果、ビッカース硬度は AZ91 が 75HV 程度に対して AZ121 は 100HV 程度まで向上することが明らかになった。試験温度が 300℃の場合には、得られた鍛造成形品のビッカース硬度は AZ91 が 75HV, AZ131 が 100HV で、試験温度が 350℃の場合と同程度であった。鍛造成形品の機械的特性を調べた結果、試験温度が 350℃の場合の鍛造成形品では、0.2%耐力、引張強さおよび伸びは Al 含有量が増すほど増加することを明らかにした。AZ121 の引張強さ(355MPa)は、AXM4303 の引張強さ(365MPa)と同等であり、さらに AXM4303 の伸びが約 1%程度に対して AZ121 の伸びは 12.5%と高い値が得られることを明らかにした。試験温度が 300℃の鍛造成形品(AZ121)と、試験温度が 300℃の鍛造成形品(AZ131)の結晶粒径を比較すると、300℃で成形した AZ131 の結晶粒径の方が AZ121 に比べてわずかに粗大であることが明らかになった。試験温度が 300℃に比べ 350℃の方が動的再結晶は進み結晶粒は微細化すると考えられる。本実験の範囲においては、双ロール鋳造材を熱間鍛造に適用するためには、Al を 12%含有した AZ121 を使用して 350℃で成形することによって結晶粒と晶出物が微細化し高強度な成形品が得られた。Al を 13%含有した AZ131 に関しては、成形温度 300℃より高い 350℃で成形することで再結晶を促進し、さらに高強度な成形品が得られる可能性があるが、試験温度と晶出物の関係はさらに詳細に調査する必要性があり今後の課題である。

6.2. 今後の課題

本論文は自動車の機構部品等へのマグネシウム合金の適用をねらい、熱間鍛造プロセスの実現を目指している。最後に本プロセスの実用化に向けた課題について以下にまとめる。

- (1) マグネシウム合金製部品の機械的強度は、結晶組織と共に集合組織の影響を強く受ける。部品の機械的特性をさらに改善するためには、結晶粒の微細化と集合組織を同時に制御可能な加工プロセスの研究が必要である。
- (2) 自動車の機構部品等へマグネシウム合金を適用するためには、機械的特性だけでなく耐摩耗性が要求される。今後、表面硬度を高めるために硬質粒子を混合した複合化材料の開発および成形加工性の検討が重要である。
- (3) 本論文で示した熱間鍛造プロセスは、スクロールのような複雑形状の部品を成形することができ、同時に高い機械的特性が得られる。今後、さらに複雑部品の成形と機械的特性を両立させるためには、鋳造鍛造法と本プロセス手法を連携した新規プロセス法の検討が必要と考える。

謝辞

本論文は、群馬大学大学院工学研究科博士後期課程において、表題に関する研究の成果をまとめたものです。

本研究の遂行と論文をまとめるにあたり、懇切丁寧な御指導、御助言ならびに種々の御配慮を賜りました指導教員である群馬大学大学院理工学府の渡利久規教授に深甚の謝意を表します。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。

また、群馬大学大学院理工学府の西田進一助教から本研究の実験において数々の御支援、多大な御意見を頂きました。心より感謝をいたします。

御多忙にもかかわらず、本論文の審査を通して懇切な御指導御助言をいただいた群馬大学大学院理工学府の林偉民教授、中沢信明准教授、日本工業大学の神雅彦教授、宇都宮大学の白寄篤准教授に深く感謝の意を表します。

本研究を行うにあたりマグネシウム合金に関する深い見識から数多くの貴重なご助言を頂戴した長岡技術科学大学の鎌土重晴教授には厚く謝意を申し述べます。また、本実験の結晶方位解析に関しては富山県立大学の鈴木真由美准教授に多大なご協力を頂きました。深く感謝申し上げます。さらに、マグネシウム合金の塑性加工や鍛造実験に関しては茨城県工業技術センターの行武栄太郎主任研究員に多大なご支援と貴重なご意見を頂戴しました。ここに記して厚く感謝申し上げます。

本研究の実験や解析を共に行った博士前期課程の佐藤由貴君、昨年修了した今泉晶博君には大変お世話になりました。本論文のデータは両君の努力によるところが多いことを記しておきます。また、研究室に在籍した多くの学生に御協力をいただきました。皆さんに心より感謝いたします。

社会人として大学院で学ぶ機会を与えていただいたサンデン株式会社の福井毅主席(当時基盤技術部長)と細井主管技師には、心より感謝いたします。また、同社の材料研究グループ、M&D テクノ研究協同組合の各位にお礼申し上げます。さらに、博士課程入学のきっかけを与えてくださった宇都宮大学の須齋嵩客員教授(当時群馬大学教授)には心より感謝いたします。そして、研究を進めるにあたり、ご支援、ご協力を頂きながら、ここにお名前を記すことが出来なかった多くの方々に心より感謝申し上げます。

最後に、博士課程入学を快く承諾し終始支えてくれた妻みゆきと元気を分けてくれた2人の子供たちに心から感謝します。

参考文献

- [1] 経済産業省, “乗用自動車の新しい燃費基準(トップランナー基準) に関する最終取りまとめについて.”
<http://www.meti.go.jp/press/2011/10/20111020004/20111020004-1.pdf>
(2014.8.2 参照)
- [2] 環境省, 中央環境審議会 地球環境部会, H24.03.23 地球環境部会(第102回)参考資料6 “各事業者へのヒアリング議事概要及びヒアリング資料”.
<http://www.env.go.jp/council/06earth/y060-102/ref06-2.pdf>
(2014.10.11 参照)
- [3] 全国地球温暖化防止活動推進センター(JCCCA), ”地球温暖化の基礎知識”,http://www.jccca.org/global_warming/knowledge/kno01.html
(2013.11.23 参照)
- [4] 環境省, 中央環境審議会地球環境部会(第96回)議事次第, 配布試料2,
<http://www.env.go.jp/council/06earth/y060-96/mat02-3.pdf> (2013.12.20 参照)
- [5] 環境省, 環境統計集,
http://www.env.go.jp/doc/toukei/contents/pdfdata/H26_6.pdf
(2014.10.25 参照)
- [6] 日本自動車工業会, JAMAGAZINE, No.5(2010),5.
- [7] 柴田新次:自動車の軽量化へのアプローチ, 鉄と鋼, 78(1992), 1512-1516.
- [8] 新美 格:自動車のエネルギー節約, 軽金属, 28(1978), 211-212.
- [9] 北條春夫:省エネルギーに貢献する自動車駆動系とその要素技術, NTN TECHNICAL REVIEW,75(2007),2-9.
- [10] 岡田義夫:自動車駆動部品の軽量化技術, 電気製鋼, 63(1992), 41-49.
- [11] 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, 55(2005), 524-528.
- [12] 大宮良信, 佐野豊和, 箕浦忠行, 自動車車体用材料の現状と動向, R&D 神戸製鋼技報, 57(2007), 2-7.
- [13] 弦間嘉和:自動車部品への軽金属材料の実用化, 軽金属, 63(2013), 204-208.
- [14] U.S. Department of Energy :Materials Technologies: Goals, Strategies, and Top Accomplishments, VEHICLE TECHNOLOGIES PROGRAM(2010),
http://www.energy.gov/sites/prod/files/2014/03/f13/materials_tech_goals.pdf
(2014.10.1 参照)

- [15] 小島陽:マグネシウムの材料特性, 表面技術, 44 (1993), 866-873.
- [16] 日本マグネシウム協会:現場で生かす金属材シリーズ マグネシウム, 丸善出版, (2011), 20-22
- [17] 日本マグネシウム協会 マグネシウム技術便覧編委員会:マグネシウム技術便覧, カルロス出版, (2000), 105-112,
- [18] 金子純一, 菅又信:マグネシウム合金板材の機械的性質と成形加工性, 軽金属, 54 (2004), 484-492
- [19] 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, 54 (2004), 460-464.
- [20] 渡利久規:双ロールストリップキャストによるマグネシウム合金板材の製造法, 群馬大学博士論文, (2006)
- [21] 日本マグネシウム協会, マグネシウム材料特性データベース, <http://metal.matdb.jp/magne/> (2014.5.15 参照)
- [22] 才川清二:自動車軽量化に向けたマグネシウム合金鋳物の開発動向, 軽金属, 60 (2010), 571-577.
- [23] 鎌土重晴,小島陽:軽金属の半凝固・半熔融加工, 軽金属, 50 (2000), 682-688.
- [24] 木内学:半熔融・半凝固加工技術の現状と将来, 生産研究, 42 (1990), 319-326.
- [25] 岡野忍:アルミニウム合金の半凝固・半熔融加工法, 軽金属, 47 (1997), 598-604.
- [26] 吉田千里:軽合金鋳物の各種鋳造法 9 半熔融鋳造法, 鋳造工学,71 (1991), 279-287.
- [27] 黒木孝一, 末永高弘, 谷川仁, 鈴木篤, 山寄雅和:「半熔融・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, 77 (2005), 531-536.
- [28] D. B. Spencer, R. Mehrabian and M. C. Flemings:Rheological Behavior of Sn-15 Pct Pb in the Crystallization Range, Metall. Trans., 3 (1972), 1925-1932.
- [29] 木内学, 福岡新五郎:半熔融金属 (合金) の変形挙動, 日本金属学会会報, 14(1975), 441-448.
- [30] 木内学:半熔融・半凝固加工 21 世紀への展望, 塑性と加工, 35 (1994), 470-477.
- [31] 市川洌, 木下好司, 島村昭治:粘鋳法による Al-Cu₂ 元合金の結晶粒微細化, 日本金属学会誌, 48 (1984), 626-632.

- [32] T.Motegi, N. Ogawa, K. Kondo, C. Liu and S. Aoyama: Continuous Casting of Semisolid Al-Si-Mg Alloy , Proc. 6th Int. Conf. on Aluminum Alloys, (ICAA6), 1 (1998) 297-302.
- [33] K. P. Young: Recent advances in semi-solid metal (SSM) cast aluminum and magnesium components, Proc. 4th Int. Conf. on Semi-Solid Processing of Alloys and Composites, (1996) 229-233.
- [34] 関原一敏, 大西智, 鎌土重晴, 小島陽: ひずみを導入した AZ91D マグネシウム合金の半溶融成形加工, 軽金属, 45 (1995), 560-565.
- [35] 羽賀俊雄: アルミニウム合金用双ロールキャスト, 軽金属, 59 (2009), 509-520.
- [36] T. Haga : Semisolid strip casting using a twin roll caster equipped with a cooling slope, J. Mater. Process. Technol., 130 (2002), 558-561.
- [37] T. Haga, K. Tkahashi, M. Ikawa and H. Watari: Twin roll casting of aluminum alloy strips, J. Mater. Process. Technol., 153 (2004), 42-47.
- [38] T. Haga, K. Takahashi, M. Ikawa and H. Watari: A vertical-type twin roll caster for aluminum alloy strips, J. Mater. Process. Technol., 140 (2003), 610-615.
- [39] R. Nakamura, H. Inui, H. Watari and S. Kumai: Semisolid Roll Casting of Aluminum Alloy Strip and Its Properties, Solid State Phenomena, 116 (2006), 379-382.
- [40] T. Haga, K. Hirooka, H. Watari and S. Kumai: Grooved roll for a high speed twin roll caster, Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering, 30 (2008), 117-120.
- [41] T. Haga, M. Ikawa, H. Watari, and S. Kumai: High speed twin roll casting of Al-3Si-0.6Mg strip, Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering, 17 (2006), 337-340.
- [42] R. Nakamura, T. Asai, H. Watari and S. Kumai: Casting of Aluminum Alloy Bar by Semisolid Roll Casting, Solid State Phenomena, 141 (2008), 295-300.
- [43] T. Haga, H. Sakaguchi, H. Watari and S. Kumai: High speed twin roll casting of 6061 alloy strips, Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering, 31 (2008), 49-52.
- [44] T. Haga, M. Ikawa, H. Watari and S. Kumai: High speed twin roll casting of recycled Al-3Si-0.6Mg strip , Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering, 21 (2007), 7-12.
- [45] T Haga, H Watari and S Kumai: High speed roll casting of aluminum alloy strip, Materials Science Forum, 475 (2005), 343-348.

- [46] 阪口洋, 羽賀俊雄, 乾秀喜, 熊井真次, 渡利久規:直径 1500mm 双ロールキャストによる6016アルミニウム合金板の作製, 鑄造工学, 79(2007), 523-528.
- [47] 乾秀喜, 羽賀俊雄, 阪口洋, 熊井真次, 渡利久規:異径双ロールキャストによる6061アルミニウム合金板の鑄造とその薄板の特性, 鑄造工学, 79 (2007), 537-544.
- [48] S. Hamer, C. Romanowski and B. Taradlio:Continuous Casting and Rolling of Aluminum:Analysis of Capacities, Product Ranges and Technology, Light Metal Age, 60 (2002), 6-17.
- [49] R. E. Brown:Developments in Magnesium Wrought Products:Rolling and Sheet Casting, Light Metal Age, 60 (2002), 80-83.
- [50] R. V. Allen, D. R. East, T. J. Johnson, W. E. Borbidge and D. Liang : Magnesium Alloy Sheet Produced by Twin Roll Casting , Magnesium Technology 2001, (2001), 75-79.
- [51] Engl B.: A New Technology for Magnesium Sheet Production, Light Metal Age, 63 (2005), 14-19
- [52] Y. Nakaura, A. Watanabe and K. Ohori: Microstructure and Mechanical Properties of AZ31 Magnesium Alloy Strip Produced by Twin Roll Casting, Mater. Trans. JST, 47 (2006), 1743-1749.
- [53] H. Watari, T. Haga, N. Koga and K. Davey: Feasibility study of twin roll casting process for magnesium alloy, J. Mater. Process Tech., 192 (2007), 300-305.
- [54] H. Watari, Y. Nishio, M. Suzuki, T. Haga, K. Davey and N. Koga: Effect of Aluminum Content on Plastic Formability of Wrought Mg Alloy Sheet Produced by Twin-roll Casting Process, Materials Science Forum, 675 (2011), 667-670.
- [55] H. Watari, Y. Nishio, M. Suzuki, R. Nakamura, N. Koga and K. Davey : Mechanical Properties and Metallurgical Qualities of High Aluminum Content Magnesium Alloys Fabricated by Twin-Roll Casting, Materials Science Forum, 654 (2010), 1440-1443.
- [56] H Watari, Y Nishio, R Nakamura, K Davey and N. Koga: Effect of Aluminum Content on Mechanical Properties of Cast Magnesium Alloy Sheets Fabricated by Twin-Roll Casting, Advanced Materials Research, 97 (2010), 1077-1080.
- [57] 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, カルロス出版, (2000), 165-192.

- [58] 千野靖正, 馬渕守: マグネシウム合金の塑性加工プロセス, 軽金属, 51 (2001), 498-502.
- [59] 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, 54 (2004), 493-498.
- [60] 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, 48 (2007), 358-366.
- [61] 松本良, 小坂田宏造: マグネシウム合金の温間鍛造法の開発, 塑性と加工, 44 (2003), 760-764.
- [62] 佐藤雅彦, 吉田雄, 樋口秀二, 山崎一正: マグネシウム合金圧延材の特性と組織をコントロールした圧延材の用途例, マグネシウム, 42 (2013), 3-8.
- [63] 千野靖正, 下島康嗣, 山田康雄, 文翠娥 馬渕守: 自由鍛造された AZ31, ZK60 マグネシウム合金のマイクロ組織と機械的特性, 材料, 50 (11), 1228-1232.
- [64] 西野創一郎: マグネシウム合金板材のプレス成形技術, 軽金属, 61 (2011), 269-273.
- [65] M. Mabuchi, K. Kubota and K. Higashi: New Recycling Process by Extrusion for Machined Chips of AZ91 Magnesium and Mechanical Properties of Extruded Bars, Mater. Trans., JIM, 36 (1995), 1249-1254.
- [66] T. Mohri, M. Mabuchi, N. Saito and M. Nakamura: Mater. Sci. Eng. A257 (1998) 287-294.
- [67] Y. Chino, M. Mabuchi, K. Shimojima, Y. Yamada, C. E. Wen, K. Miwa, M. Nakamura, T. Asahina, K. Higashi and T. Aizawa: Mater. Trans., JIM, 42 (2001) 414-417.
- [68] 西野創一郎: マグネシウム合金板の冷間曲げ加工, 塑性と加工, 50 (2009), 906-909.
- [69] 佐藤雅彦, 山崎一正: マグネシウム合金板の圧延技術とその応用, プレス技術, 48 (2010), 28-33.
- [70] 神戸洋史, 榊和夫, 吉岡英夫, 三部隆宏, 北岡山治, 藤井拓己: 鋳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, 48 (1998), 103-108.
- [71] 山本幸男, 坂手宣夫, 坂本和夫: 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(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, 77 (2011), 573-581.
- [72] 安藤大輔, 小池淳一, 須藤祐司: マグネシウム合金の変形・破壊機構における転位と双晶の役割, 金属, 80 (2010), 940-944.

- [73] 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, 54 (2004), 460-464.
- [74] 村上雄: マグネシウム合金展伸材の集合組織, 軽金属, 52 (2002), 536-540.
- [75] 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, カルロス出版, (2000), 113-119.
- [76] M. R. Barnett, Z. Keshavarz, A. G. Beer and D. Atwell: Influence of grain size on the compressive deformation of wrought Mg-3Al-1Zn, Acta Mater. 52 (2004) 5093-5103.
- [77] Jing Tao Wang, De Liang Yin, Jin Qiang Liu, Jun Tao, Yan Ling Su, Xiang Zhao: Effect of grain size on mechanical property of Mg-3Al-1Zn alloy, Scripta Mater., 59 (2008), 63-66.
- [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鍛造技術, 金属, 80 (2010), 689-694.
- [79] T. Mukai, T. Mohri, M. Mabuchi, M. Nakamura, K. Ishikawa and K. Higashi: Experimental study of a structural magnesium alloy with high absorption energy under dynamic loading, Scripta Mater., 39 (1998), 1249-1253.
- [80] 鎌土重晴: マグネシウム合金の変形と加工組織形成機構, 塑性と加工, 54 (2013), 336-341.
- [81] 村井勉: マグネシウム合金の押出加工, 軽金属, 54 (2004), 472-477.
- [82] 高木英俊, 上谷保裕, 土肥正芳, 渡辺亨, 山下友一, 池野進: 断熱急冷鋳型式連続鋳造法で作製された 4032 アルミニウム合金ビレット, 軽金属, 58 (2008), 650-655.
- [83] 佐々木悠, 恒川好樹, 奥宮正洋, 清水和紀: 超音波照射による連続鋳造マグネシウム合金ビレットの結晶粒微細化, 鋳造工学, 83 (2011), 93-98.
- [84] 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, 42 (1992), 810-814.
- [85] 大澤嘉昭: 超音波振動による軽金属材料の凝固組織制御, 軽金属, 61 (2011), 220-225.
- [86] 清水和紀, 山下友一: SF6 フリーマグネシウム合金ビレット型半連続鋳造システムの開発, 軽金属学会第 109 回秋期大会講演概要集, 109 (2005), 81-82.
- [87] 清水和紀: マグネシウム合金鍛造用小径ビレットの開発, 素形材, 52 (2011), 24.
- [88] 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, 51 (2011), 22-27.

- [89] 山下友一, 清水和紀: マグネシウム合金の連続鋳造技術: 金属, 80 (2010), 672-676.
- [90] 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, 41 (2011), 9-15.
- [91] 斎藤尚文, 坂本満, 袴田昌高, 岩崎源: マグネシウム合金連続鋳造材の鍛造特性, 金属, 80 (2010), 923-928.
- [92] 斎藤尚文, 岩崎源, 神原和夫, 関口常久, 宮本尚明: マグネシウム合金連続鋳造材の鍛造技術, 素形材, 55 (2014), 20-24.
- [93] 袴田昌高, 渡津章, 斎藤尚文, 坂本満, 岩崎源: マグネシウム鍛造部材技術開発プロジェクト (マグネシウム鍛造部材のマイクロ組織と特性 その 1), 軽金属学会第 116 回春季大会講演概要, 116 (2009), 1-2.
- [94] 袴田昌高, 渡津章, 斎藤尚文, 坂本満, 岩崎源: マグネシウム鍛造部材技術開発プロジェクト (マグネシウム鍛造部材のマイクロ組織と特性 その 2), 軽金属学会第 116 回春季大会講演概要, 116 (2009), 3-4.
- [95] 岩崎源, 笹谷純子, 田邊秀一, 斎藤尚文, 袴田昌高, 渡津章, 坂本満: マグネシウム鍛造部材技術開発プロジェクト (高信頼性マグネシウム合金鍛造部材製造プロセスの開発 その 1), 軽金属学会第 116 回春季大会講演概要, 116 (2009), 9-10.
- [96] 岩崎源, 笹谷純子, 田邊秀一, 斎藤尚文, 袴田昌高, 渡津章, 坂本満: マグネシウム鍛造部材技術開発プロジェクト (高信頼性マグネシウム合金鍛造部材製造プロセスの開発 その 2), 軽金属学会第 116 回春季大会講演概要, 116 (2009), 11-12.
- [97] 邢劼, 惣田裕司, 楊統躍, 三浦博己, 酒井拓: AZ31 マグネシウム合金の降温中多軸鍛造による微細粒組織の生成, 軽金属, 54 (2004), 527-531.
- [98] 吉田雄, Lawrence CISAR, 鎌土重晴, 小島陽, ECAE 加工した AZ31 マグネシウム合金の引張特性に及ぼすマイクロ組織因子の影響, 軽金属, 52 (2002), 559-565.
- [99] 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, 70 (2000), 971-978.
- [100] 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. 金属, 70 (2000), 979-985.
- [101] Y. Miyahara, N. Emi, K. Neishi, K. Nakamura, K. Kaneko, M. Nakagaki and Z. Horita: Microstructures and Mechanical Properties of Mg Alloy after Severe Torsion Straining Process, Materials Science Forum, 503-504 (2006), 949-954.

- [102] 金武直幸: 圧縮ねじり加工による組織制御と材料創製, 塑性と加工, 50 (2009), 192-196.
- [103] 水沼晋: ねじり押出しにおける大ひずみ加工特性と結晶粒微細化, 塑性と加工, 50 (2009), 186-191.
- [104] 岩岡秀明, 藤岡直好, 原井陽介, 堀田善治: 厚い試料を用いた高圧ねじり (HPT)加工および高圧すべり(HPS)加工におけるひずみ導入分布と結晶粒超微細化, 日本金属学会誌, 75 (2011), 412-418.
- [105] Q. Guo, H. Yan, Z. Chen and H. Zhang: Effect of Multiple Forging Process on the Microstructure and Properties of Magnesium Alloy AZ80, *Acta Metallurgica Sinica*, 42 (2006), 739-744.
- [106] S. Mizunuma, T. Iizuka, K. Mitsui, H. Okumura, M. Kohzu: Grain refinement of magnesium alloy AZ31 under torsion extrusion with a square-hole die, *Material Science Forum*, 654-656 (2010), 711-714.
- [107] A. Yamashita, Z. Horita and T.G. Langdon: Improving the mechanical properties of magnesium and a magnesium alloy through severe plastic deformation, *J Mater Sci Eng A.*, 300 (2001), 142-147.
- [108] 原井陽介, 甲斐雅章, 金子賢治, 堀田善治: マグネシウム合金 AZ61 の高温 HPT 法による結晶粒微細化および機械的特性, 日本金属学会, 71 (2007), 213-217.
- [109] Y. Kawamura, K. Hayashi, A. Inoue and T. Masumoto: Rapidly Solidified Powder Metallurgy $Mg_{97}Zn_1Y_2$ Alloys with Excellent Tensile Yield Strength above 600 MPa, *Mater. Trans.*, 42 (2001), 1172-1176.
- [110] 河村能人, 井上明久: ナノ結晶強力マグネシウム合金の開発, までりあ, 41 (2002), 644-649.
- [111] 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, 40 (2010), 15-24.
- [112] 河村能人: 長周期積層構造型マグネシウム合金, 軽金属, 54 (2004), 503-504.
- [113] 坂本満, 秋山茂, 萩尾剛, 大城桂作: マグネシウムへのカルシウム添加による酸化被膜特性の変化と難燃化, 鑄造工学, 69 (1997), 227-233.
- [114] 坂本満, 上野英俊: 部材の軽量化による輸送機器の省エネ化, *Synthesiology*, 2 (2009), 127-136.
- [115] 河村能人: マグネシウム新時代に向けた高性能化~KUMADAI マグネシウム合金~, 素形材, 55 (2014), 32-38.

- [116] K. Oh-ishi, R. Watanabe, C. L. Mendis and K. Hono: Age hardening response of Mg-0.3at.% Ca alloys with different Zn content, Mater. Sci. Eng, A, 526 (2009), 177-184.
- [117] S.W. Xu, K. Oh-ishi, S. Kamado, F. Uchida, T. Homma and K. Hono: High-strength extruded Mg-Al-Ca-Mn alloy, Scripta Mater., 65 (2011), 269-272.
- [118] S. W. Xu, K. Oh-ishi, S. Kamado, T. Takahashi and T. Homma: Effects of different cooling rates during two casting processes on the microstructures and mechanical properties of extruded Mg-Al-Ca-Mn alloy, Mater. Sci. Eng. A, 542 (2012), 71-78.
- [119] R. Matsumoto, M. Yamasaki, M. Otsu and Y. Kawamura: Forgeability and Flow Stress of Mg-Zn-Y Alloys with Long Period Stacking Ordered Structure at Elevated Temperatures, Materials Transactions, 50 (2009), 841-846.
- [120] M. Hirano, M. Yamasaki, K. Hagihara, K. Higashida and Y. Kawamura: Effect of Extrusion Parameters on Mechanical Properties of Mg₉₇Zn₁Y₂ Alloys at Room and Elevated Temperatures, Materials Transactions, 51 (2010), 1640-1647.
- [121] T. Homma, S. Hirawatari, H. Sunohara and S. Kamado: Room and elevated temperature mechanical properties in the as-extruded Mg-Al-Ca-Mn alloys, Mater. Sci. Eng. A, 539 (2012), 163-169.
- [122] K. Osakado, S. Shiraish, S. Muraki and M. Tokuoka: Trans. Measurement of flow stress by the ring compression test, Bull. JSME, C, 55 (1989), 2213-2218.
- [123] 加田修, 三木武司, 戸田正弘, 小坂田宏造: 有限要素法と単純圧縮実験を組み合わせた等温変形抵抗の算出, 日本機械学会論文集 C 編, 64 (1998), 4914-4919.
- [124] 鎌土重晴, 本間智之: ダイカスト用耐熱マグネシウム合金の開発. 金属, 80 (2010), 631-636.
- [125] 松本良: サーボプレス温間鍛造におけるスライドモーションとマグネシウム合金の鍛造限界. 日本機械学会機械材料・材料加工技術講演会論文集, 17 (2009), 308.
- [126] 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. カルロス出版, (2000), 117-118,
- [127] 小島秀伸, CHEN Zhongchun, 池田圭介, 西村圭央: Mg 合金の温間圧縮における加工軟化に及ぼす初期集合組織の影響, 塑性と加工, 49 (2008), 61-65.

- [128] 井手籠隆, 広野久雄, 伊藤理, 君島重徳:最近の半溶融・半凝固加工技術とその進歩 SSC 製法の自動車部品への適用, 塑性と加工, 41 (2000), 1201-1205.
- [129] 吉村豹治, 篠崎吉太郎: 閉塞鍛造によるネットシェイプ鍛造加工, 塑性と加工, 41 (2000), 986-989.
- [130] 安藤弘行, 三吉宏治: 背圧付加鍛造によるネットシェイプ鍛造加工法, 塑性と加工, 41 (2000), 990-994.
- [131] 牟禮雄二, 松田豪彦, 桑原田聡, 中村俊一, 中西賢二:マグネシウム合金製スクロールのネットシェイプ鍛造法, 塑性と加工, 51 (2010), 136-140.
- [132] 谷池茂弘, 北口豊, 鎌土重晴, 小島陽, 関伊佐夫, 久保田耕平:マグネシウム-重希土類元素合金の鍛造性および鍛造材の時効特性と引張特性, 軽金属, 47 (1997), 261-266.
- [133] 鎌土重晴, 北口 豊, 播磨克忠, 小島陽, 谷池茂弘, 関伊佐夫:Mg-重希土類元素-Zr 合金の高温変形特性および鍛造性, 軽金属, 48 (1998), 168-173.
- [134] 小坂田宏造:鍛圧技術における最近の進化と可能性. Form Tech Rev, 19 (2010), 31-37.
- [135] 前野智美, 森謙一郎, 藤井宏幸, 佐藤正広:サーボプレスを用いたアルミニウム合金の熱間型鍛造におけるスライドモーション制御, 塑性と加工, 51 (2010), 958-962.
- [136] 安藤弘行:鍛造加工におけるサーボプレスの活用, アルトピア, 38 (2008), 42-48.
- [137] 濟木弘行, 孟永鋼, 坂本英俊:リング圧縮試験による冷間鍛造における非定常摩擦条件の評価日本機械学会論文集 C 編, 55 (1989), 2184-2191.