

超軽量実用Mg合金の 高精度曲げ加工に及ぼす微視組織の影響の解明

(AFM・ナノインデンテーション装置およびフラクタル特性を用いた
Mg合金内部の挙動評価)

酒井 孝*

キーワード：Mg合金，組織観察，微視的挙動，SEM-EBSP観察，フラクタル，ナノインデンテーション試験

1. 緒 言

従来，金属の結晶粒に関する定量的情報としては，R. L. Fullmanによる粒度測定法などが一般的であった。ところが，近年になってEBSP (Electron BackScattered diffraction Pattern) 方位解析システムが開発され，結晶方位分布や集合組織が解析できるようになり，その普及に相俟って結晶粒に関する情報は飛躍的に増量した。しかしながら，結晶粒形状の幾何学的不規則性とこれらの情報を総合的に定量評価する方法は依然として確立されておらず，また，材料が外力を受けた場合の微視的な結晶粒形状の変化のメカニズムについても未知な部分が多い。

そこで本研究では，軽量材料として近年特に注目されているMg合金を対象として，曲げ変形にともなう結晶粒形状の変化を詳細に調べてそのフラクタル特性について検討を行った。また，AFM (Atomic Force Microscope)・ナノインデンテーション複合装置を用いた微視スケールでの結晶粒内および結晶粒界近傍における機械的特性値の計測や，SEM-EBSP装置による結晶方位解析を行い，フラクタル特性値との関係について金属組織学を考慮して考察した。

2. 供試材およびMg合金の結晶方位観察

本研究で用いた材料は，板厚 $t=1.0\text{mm}$ のMg合金展伸材AZ31であり，AFM・SEM-EBSP観察やナノインデンテーション試験等の必要に応じて， $5.0\text{mm}\times 5.0\text{mm}$ の正形状に細分した。試験片は，曲げ変形にともなう板厚方向の結晶粒形状の変化を調べるために， 0° (変形を与えていないもの)， 20° ， 40° の3種類を準備した。Mgは結晶構造が最密六方晶であることに起因して室温での塑性変形性が悪いため，ここでの最大曲げ角度は 40° を選んだ。

図1は， 20° 曲げ変形後の試験片の圧縮側表層部および引張側表層部について，ピクルル腐食による組織写真を示したものである。なお，切断法による見かけの平均結晶粒径は，およそ $40\mu\text{m}$ であった。楊らは

SPCC材に関する組織観察において，圧縮側の結晶粒は曲げ角度に比例して球形となり，引張側では圧延方向に顕著に伸張した組織を示したが⁽¹⁾，本研究で対象としたMg合金についてはこのような傾向はほとんど伺えなかった。

図2は， 0° および 40° 曲げ変形後の試験片の圧縮側表層部および引張側表層部に関して，EBSP測定結果から得られた方位マップと逆極点図を表したものである。 0° に対する結果では，特定の方位(色)で表される領域が非常に多く，圧延による強い組織配向を有している。これより，活動しているすべり系が(0001)に限られていることがわかる。 40° 曲げ変形後では，引張側表層部は方位分布に変化がないのに対して，圧縮側では隣接粒同士が異なる色を示しており，方位差を十分有していることがわかる。このことは，引張側と圧縮側で異なる微視変形挙動を表すことに対応する。

3. フラクタル解析方法とその結果

筆者らは，これまでにフラクタル解析法を基礎として，材料科学や破壊力学の分野においていくつかの研究成果を報告した^{(2)~(5)}。

本解析法の基本は，閉曲線長さを求める場合，測定単位長さに依存して周囲長さが連続的に変化するRichardson効果にある。Yardstick測定法では，対象とする図形の輪郭が与える閉曲線に対して，Yardstickと

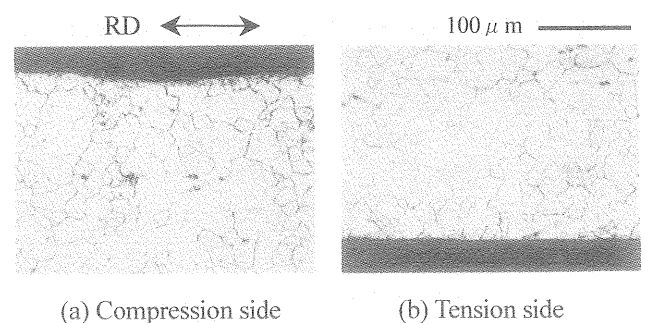


Fig.1 Cross sectional photographs of AZ31 magnesium alloy plate.

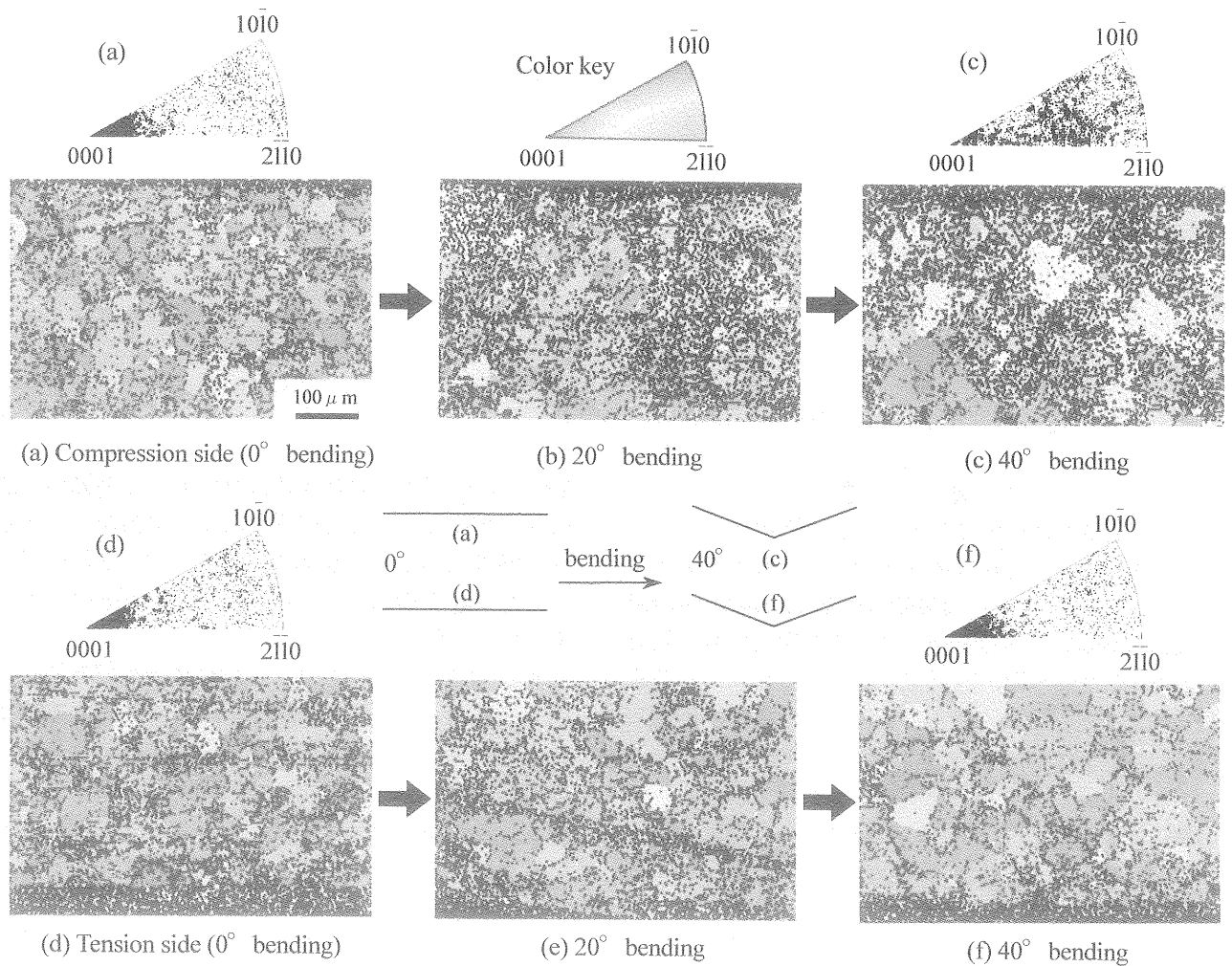


Fig.2 Orientation imaging micrographs with color key and inverse pole figures obtained by EBSD analysis for AZ31 magnesium alloy with different bending angle.

呼ばれるある単位長さ ε の線分によって結晶粒の周囲長さが測定される。そして、閉曲線を一周する Yardstick の回数 n と ε の大きさの関係からフラクタル次元 D を求めるものである。このとき、一般には終点が始点に一致しないことが多いので、 ε を少しずつ変化させて同様の操作を繰り返すと始点と終点が一致する結果を得る。なお、ここでは最終段階における Yardstick の先端が、最初の Yardstick の根元付近 ($\varepsilon/10$ 以内) に到達すれば始点と終点が一致したと判断した。

凹凸の複雑な海岸線に対して、L. F. Richardson により確認されたように、この閉曲線にフラクタル性があれば、 n と ε の間に次式が成立する。

$$n = F \varepsilon^{-D} \dots \dots (1)$$

ここで、 F は定数であり、 D がフラクタル次元を示す。このとき、一辺 ε の多角形で近似された図形の周囲長さ L は次式で与えられる。

$$L = n \varepsilon = F \varepsilon^{1-D} \dots \dots (2)$$

上式の両辺の対数をとれば次式を得る。

$$\ln n \varepsilon = \ln F + (1-D) \ln \varepsilon \dots \dots (3)$$

したがって、両対数座標において不規則な閉曲線にフラクタル性があれば、Yardstick 長さ ε と回数 n の関係は直線関係となる筈である。また、直線の勾配 $(1-D)$ より、フラクタル次元 D が求まることになる。

上述の解析方法より実際に得られた $\ln \varepsilon - \ln n \varepsilon$ 関係の一例を、フラクタル次元とともに図 3 に示す。これらの実測結果はよく Richardson 効果を表している。このようなフラクタル解析を連続的にを行い、各曲げ角度における 5 つの結晶粒に対するフラクタル次元の平均値を表 1 に示す。引張側では曲げ角度に依存せずにフラクタル次元が一定値を示すのに対し、圧縮側ではフラクタル次元が減少した。これは、図 2 に示した結晶方位分布の変化の傾向と類似しており、方位差の出現がフラクタル次元の変化をもたらせたと考えられる。

4. ナノインデンテーション法による機械的性質の評価

結晶粒内および結晶粒界近傍における局所的な機械

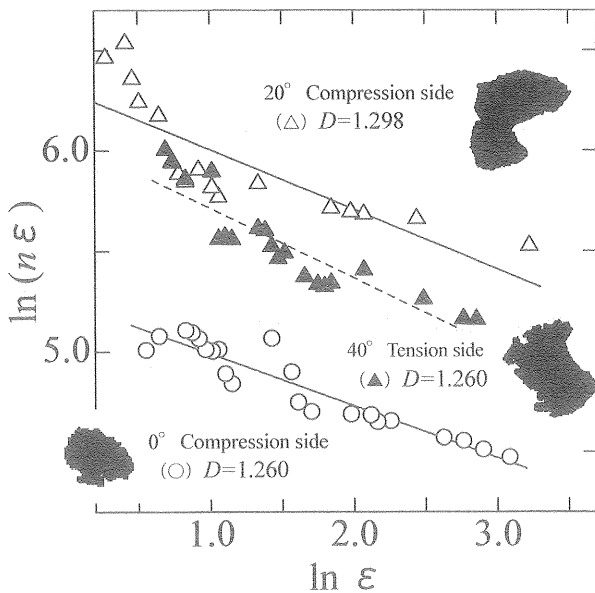


Fig.3 Typical example of $\ln \varepsilon - \ln n \varepsilon$ relationships for grain shape of AZ31 magnesium alloy.

Table 1 Numerical list of fractal dimension D of analytical results.

Analytical point	Bending angle	Fractal dimension
Compression side	0°	1.278
	20°	1.292
	40°	1.210
Tension side	0°	1.352
	20°	1.325
	40°	1.311

的性質を評価するために、高分解能 AFM・ナノインデントレーション複合装置を使用した。これは、負荷-除荷過程の荷重-変位曲線の初期勾配から複合弾性係数 E_r (ポアソン比を含んだ値) および硬さ H を次の関係から求めるものである。

$$E_r = \frac{\sqrt{\pi}}{2\sqrt{A(h_c)}} S, \quad H = \frac{P}{A(h_c)} \dots\dots (4)$$

ここで、 S は除荷曲線の勾配、 P は押し込み荷重、 $A(h_c)$ は接触面積をそれぞれ表す。なお、圧子の押し込み荷重は $1500 \mu\text{N}$ とし、最大荷重までの負荷時間は 10 秒とした。

ナノインデントレーション試験によって形成された圧痕の AFM 像の例を図 4 に示す。図に示した結晶粒は、 20° 曲げ変形後の引張側表層部の表面下およそ $80 \mu\text{m}$ のものである。なお、試験は図に示した倍率において、析出物がない平坦な面について行った。図中に示すように、同一結晶粒内における、結晶内部および結晶粒界近傍の試験箇所を IG、GB とそれぞれ定め、両者を区分するために▲および▼の圧痕イメージマークを付記

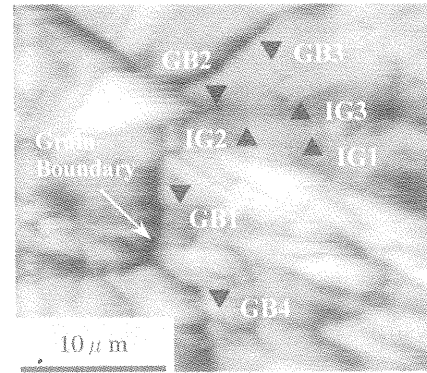


Fig.4 AFM image after nano-indentation tests for tension side of cross section. (after 20° bending, depth $\approx 80 \mu\text{m}$)

Table 2 Numerical list of mechanical properties obtained by nano-indentation tests.

Point	Testing No.	E_r (GPa)	H (GPa)
Grain boundary (GB)	GB1	27.3	0.90
	GB2	37.4	1.06
	GB3	37.7	0.93
	GB4	38.0	0.93
Inner grain (IG)	IG1	44.5	0.83
	IG2	56.3	1.29
	IG3	46.6	0.88

した。このようなナノインデントレーション試験から得られた複合弾性係数 E_r と硬さ H の値を表 2 に示した。硬さについてはいずれも同程度の値を示しているが、結晶粒界付近の複合弾性係数は結晶粒内部よりも低かった。結晶粒界の幾何学的な不規則形状の変化は、塑性変形にともなう転位の増殖・堆積に起因すると考えられるので、これを直接的に定量表示するフラクタル次元と局所的な材料特性は密接に関係する。さらに、本材料を $100 \mu\text{m}$ 間隔で板厚方向の機械的性質分布を詳細に調べた場合、複合弾性係数は $45.0 \sim 50.0 \text{GPa}$ 程度に分布するが⁽⁶⁾、この値は結晶粒内における特性が支配的であることがわかった。

5. 結 言

- (1) フラクタル次元と SEM-EBSP 解析結果、およびナノインデントレーション試験から得られた微視的な機械的特性値は、深く関係していることが明らかになった。
- (2) Mg 合金の結晶粒形状は、Richardson 効果を表すこと、およびフラクタル次元を用いてうまく定量表示できることがわかった。
- (3) 板厚方向の機械的性質分布を詳細に調べたところ、複合弾性係数は $45.0 \sim 50.0 \text{GPa}$ 程度に分布するが、この値は結晶粒内における特性が支配的であることがわかった。

- (4) 単一結晶粒内における微視的な機械的性質を調べた場合、転位の増殖・堆積に起因して、結晶粒界近傍の複合弾性係数は結晶粒内のものよりも小さいことがわかった。

6. 謝 辞

なお、本研究を遂行するにあたり、天田金属加工機械技術振興財団の援助を得た（平成13年度奨励研究助成 AF-2001026）。ここに記して謝意を表す。

参 考 文 献

- (1) 楊 明・ほか2名,平成15年度塑性加工春期講演会講演論文集,(2003),315-316.
- (2) 酒井達雄・ほか2名,機論,64(1998),1104-1112.
- (3) 酒井達雄・ほか2名,機論,66(2000),741-747.
- (4) 酒井 孝・ほか2名,機論,66(2000),2183-2190.
- (5) 酒井達雄・藤川雅史,機論,64(1998),2271-2278.
- (6) 末武正充・ほか3名,関東支部第41回学生員卒業研究発表講演会論文集,(2002).