



T. Itoi

長周期型マグネシウム合金の加工性における キンク変形の役割と室温圧延性

糸井 貴臣\*

# 研究の背景と目的

マグネシウムは比重1.74とアルミニウムの約2/3、鉄の約 1/4 で、実用金属材料中で最も小さく、比強度、比剛性、振 動吸収性, 放熱性, 寸法安定性, 電磁遮断性などに優れると いう利点を持つ.しかし,マグネシウムは六方晶構造であり, 冷間変形域では塑性変形を担う結晶のすべり変形が底面すべ りに限られるため延性に乏しく、また、圧延延加工において も双晶変形を伴い、圧延面に底面が強く配向するために板厚 方向への減厚が困難となることから加工性にも劣る.従って, マグネシウム合金は鋳造材(砂型,金型,ダイカスト等)や 展伸材(圧延,押出し,鍛造等)などの成形品として航空機, 自動車、携帯電子機器等のハウジングなどに構造材として用 いられてきたが、例え薄肉形状の部品であっても、ダイカス トや射出成形法(チクソモールディング)が主流で、展伸材 の活用はこれらと比較すると極めて少なく、展伸材が利用さ れる場合でも、押出し材が多く、圧延材の利用は少ない<sup>1)</sup>. 鉄鋼やアルミニウム合金においても板材の多くは必要不可欠 な素形材として圧延加工で製造されるが、マグネシウム合金 は冷間加工が出来ない為に、厳しい温度管理の元に、熱間 圧延と予熱を繰り返して作製されるため<sup>2)</sup>,室温での加工性 に優れる Mg 合金やその開発指針を示すことが重要である. そこで本研究では、Mgとは原子積層構造が異なる長周期型 Mg 合金を用い<sup>3)</sup>,双晶変形を抑制しキンク変形を活用する 事で室温での圧延性の改善を試みた結果について報告する.

## 2. 実験方法

電気炉にて鉄るつぼを用い、炭酸ガス雰囲気下にて Mg94Ni<sub>2</sub>Y4 および Mg85Ni6Y9(at.%)の試料を作製した.20× 30×75mm<sup>3</sup>の鋳鉄製鋳型に溶湯を鋳込んで試料を作製し、 この試料から3×20×30mm<sup>3</sup>の板材を切り出して圧延用の 試料とした.圧延速度2.7m/minで圧下率3%以下の圧延を 繰り返し,最終圧下率50%までの圧延を行った.組織観察は、 走査型電子顕微鏡(SEM)、透過型電子顕微鏡(TEM)および X線回折測定(XRD)を用いて行った.硬さ値はビッカース 硬さ試験(荷重4.9N)にて評価した.

## 実験結果および考察

図1に(a)  $Mg_{94}Ni_2Y_4$  鋳造合金と(b)  $Mg_{85}Ni_6Y_9$  鋳造合金の 反射電子像(BEI)を示す. 図(a)からは灰色のコントラスト で示される長周期相と黒色のコントラストで示される Mg 相 の2相が観察される. 図1(a)からは,長さ30~100 $\mu$ m 程度 のデンドライト状の Mg 相が観察され,これらの Mg 相を取



図1 (a)Mg<sub>94</sub>Ni<sub>2</sub>Y<sub>4</sub> 鋳造合金と (b)Mg<sub>85</sub>Ni<sub>6</sub>Y<sub>9</sub> 鋳造合金の 反射電子像

り囲むように長周期相が存在している.長周期相とMg相の 面積率はおよそ 1:1 である.一方,図 1(b)の $Mg_{ss}Ni_{6}Y_{9}$ 鋳造 合金では,長さ 30 ~ 150 $\mu$ m,幅 5 ~ 30 $\mu$ mの長周期相が観 察される.わずかにMg相が観察されるが,その多くは長周 期相であり,ほぼ単相状態である.

図2に長周期相から得られた(a)電子線回折(ED)パター ンと(b)高分解能 TEM 像を示す. ED パターンからはダイレ クトスポットと(0002)が矢印で示すように10等分されてお り,また(0002)が(11-20)と垂直な関係を持つことから10H 型の長周期相であることが分かる.高分解能像からは,その 原子の積層状態が通常のMgとは異なり,部分的に積層欠陥,



図2 Mg<sub>85</sub>Ni<sub>6</sub>Y<sub>9</sub> 鋳造合金に生成する長周期相の (a) 電子線回折パターンと (b) 高分解能 TEM 像

<sup>\*</sup>千葉大学大学院工学研究科 准教授

つまり ABC 積層を生じており、この積層欠陥に Ni と Y が濃縮して存在している.この溶質原子の濃縮については近年、 HAADF-STEM によりその構造モデルが検証されており、詳細は参考されたい<sup>4)5)</sup>. Mg<sub>85</sub>Ni<sub>6</sub>Y,鋳造合金では 18R 型の長周 期相も観察されたが、その多くは 10H 型の長周期相であった.

図3に純Mg, Mg<sub>94</sub>Ni<sub>2</sub>Y<sub>4</sub>鋳造合金とMg<sub>85</sub>Ni<sub>6</sub>Y<sub>9</sub>鋳造合金に ついて,30%圧延後の外観写真を示す.外観写真からわかる ように,純Mgでは,耳割れが多く発生し,試料中心部まで 到達している割れが多く観察される.しかし,Mg<sub>94</sub>Ni<sub>2</sub>Y<sub>4</sub>鋳 造合金とMg<sub>85</sub>Ni<sub>6</sub>Y<sub>9</sub>鋳造合金では,耳割れは観察されものの 試料表面の荒れも少なく,純Mgと比較して同加工度である にも関わらず,良好な圧延性を示すことがわかる.圧延後の 硬さ値は純Mgで42HV0.5,Mg<sub>94</sub>Ni<sub>2</sub>Y<sub>4</sub>圧延板で105HV0.5, Mg<sub>85</sub>Ni<sub>6</sub>Y<sub>9</sub>圧延板で118HV0.5でありいずれも加工硬化してい た.図4に(a)Mg<sub>94</sub>Ni<sub>2</sub>Y<sub>4</sub>および(b)Mg<sub>85</sub>Ni<sub>6</sub>Y<sub>9</sub>鋳造合金につい て30%圧延を行った試料の断面についてSEM観察を行った 結果を示す.SEM像からは,圧延後において試料内部に大き



**図3**純 Mg、Mg<sub>94</sub>Ni<sub>2</sub>Y<sub>4</sub>合金と Mg<sub>85</sub>Ni<sub>6</sub>Y<sub>9</sub>合金圧延材(30%) の外観写真



**図**4 (a) Mg<sub>94</sub>Ni<sub>2</sub>Y<sub>4</sub>および(b) Mg<sub>85</sub>Ni<sub>6</sub>Y<sub>9</sub>合金圧延板(30%圧延) の断面 SEM 像

なクラック等は確認されないが、白線で囲ったように板状の 長周期相の変形後には、見かけ上、底面が任意に折れ曲がり を生じた組織が頻繁に観察される.これは Mgの変形組織に よく観察される双晶変形ではなく、キンク変形だと考えられ る.長周期相は 673K までは Mgと同様に底面すべりしか生 じないと報告されており、比較的高い温度域まで底面すべり に起因するキンク変形が生じる<sup>9</sup>.長周期相において室温で のキンク変形は圧縮試験においても観察されている<sup>7</sup>.

Mgはc軸に垂直な圧縮力が加わると、{10-12}を軸とし て結晶の上半分が回転する双晶変形により底面は約86度回 転するため、圧延により加工度(圧延率)が増加すると、圧 延板面に底面が強く配向する.底面配向度が高くなると、板 圧方向には室温での主たる変形機構である a 転位によるすべ り変形が(底面または柱面)板圧方向に作用しなくなり、板 圧の減少が困難となるために室温での圧延性が乏しい. そこ で、Mg85Ni6Y9 鋳造合金が純Mgと比較して圧延性に優れる 理由を調べる為に、作製した圧延板の底面集合組織を XRD により調べた. 図5に(a) 純 Mg と(b) Mg85Ni6Y9 鋳造合金に ついて 30% 圧延を行った試料の板面について,底面の集合 組織を XRD により調べた結果を示す. (00010)LPO 極点図か ら、圧延方向に対して15度程度傾斜したところにピークが 存在し、圧延により長周期相の底面が圧延面に配向している 様子が観察された. Imax 値は 2.1 であったが同加工度の純 Mgの4.0よりも低く、純 Mgと比較して低面配向の程度が 小さいことがわかった. さらに純 Mg と Mg85Ni<sub>6</sub>Y, 鋳造合金 について 50% 圧延を行った試料の板面について、底面の集 合組織を調べた結果,いずれの試料についても Imax 値が増 加する傾向を示し、長周期相の場合、Imax 値は 2.4 を示し、 同加工度の純 Mg の 6.0 よりも低く,加工度が増加しても純 Mgと比較して低面配向の程度が小さいことがわかった.外 観からは、いずれの試料も耳割れや試料中心部にクラックが



図5 (a) 純 Mg および (b) Mg<sub>85</sub>Ni<sub>6</sub>Y<sub>9</sub> 合金圧延板 (30%圧延) の底面極点図

観察された.

図5の結果から、長周期相は圧延によりMgと同様に板面 に底面が配向することがわかる.しかし、室温でキンク変 形を頻繁に生じるため、底面配向が抑制されると考えられ る.図6に(a) Mg<sub>94</sub>Ni<sub>2</sub>Y<sub>4</sub>および(b) Mg<sub>85</sub>Ni<sub>6</sub>Y<sub>9</sub>鋳造合金につ いて40% および50%圧延を行った試料の断面についてSEM 観察を行った結果を示す.Mg<sub>94</sub>Ni<sub>2</sub>Y<sub>4</sub>板においては圧延面か ら試料中心部にかけてせん断亀裂が観察され、試料が破壊さ れている様子が伺える.純Mgも同様のせん断亀裂が確認さ れた.一方、Mg<sub>85</sub>Ni<sub>6</sub>Y<sub>9</sub>鋳板材においては、加工後において 試料中心部で長周期相の粒界での破壊は観察されるものの、 Mg<sub>85</sub>Ni<sub>6</sub>Y<sub>9</sub>鋳板材においては、図6(a) に観察される様な試料 全域にわたるせん断亀裂は確認されない.



図 6 (a) Mg<sub>94</sub>Ni<sub>2</sub>Y<sub>4</sub> 合金圧延板(40% 圧延)および(b) Mg<sub>85</sub>Ni<sub>6</sub>Y<sub>9</sub> 合金圧延板(50%圧延)の断面 SEM 像

長周期相は図2に示すように通常のMg積層構造に周期的 にその原子配列の周期ABAB…に周期的にC積層が存在す る.これは、局部的にABC積層、つまり面心構造が存在し ているとも考えられ、そのため、通常のMgと比較して対称 性が異なる.これまでの研究においては、室温における長周 期相のすべり系は底面のみであり、室温においてMgと同様 にa+c成分への変形は生じない.しかしながら、上記の組 織観察の結果からわかる様に、その結晶構造においてa軸と c軸の比が大きいため、変形において頻繁にキンク変形を生 じると言える.

図7(a)と(b)にMgssNi<sub>6</sub>Y,鋳造合金について50%圧延を行った試料について TEM 観察を行った結果を示す.両図共に長周期相の界面について観察を行った.図7(a)では,長周期相のc軸同士がおよそ25度の角度で界面を形成している事が分かる.図7(b)も同様に変形により形成された界面を示す.

白線は長周期相の(00010)底面を示し、破線は界面を示す. この図より長周期相の c軸同士は4 度傾斜している事が分か



図7 Mg<sub>85</sub>Ni<sub>6</sub>Y<sub>9</sub>合金圧延板(50%圧延)のTEM 観察結果

る.以上の TEM 観察結果から,キンク変形により生じた界 面は低角から比較的高角度まで任意に形成されている事が分 かった.また図 7(b) からは,キンク界面に黒いコントラスト が観察され,転位が蓄積されているものと推察される.図8 にキンク変形による界面形成の摸式図を示す<sup>®</sup>.



図8キンク変形による界面形成の模式図<sup>8)</sup>

キンク変形は底面に垂直成分の力が働いた場合,底面すべ りを生じ,その変形量が増加するに従い転位密度も増加し, その蓄積により界面を形成する.長周期相も底面すべりのみ で変形し,また上述のように加工硬化も生じる為,このモデ ルと同様に界面を形成したと考えられる.

長周期相は図 1(b) の SEM 像に見られるように a 軸方向へ 成長した板状の組織形態を有しており,幾何的にもこのよう な変形を生じやすく,微小な変異により界面が形成されるた め,その界面同士の角度関係もまちまちであると考えられる. このようなキンク変形が頻繁に生じた場合,圧延による変形 で長周期相の底面が板面に配する際に,その底面配向を抑制 する働きを担うと考えられる.これは図5に示す底面極点図 からもその IMAX 値が低い事から明らかである.長周期相 の変形では、その結晶構造の特徴として双晶変形が生じず、 むしろ底面すべりに起因するキンク変形を生じやすく、また そのキンク変形は c 軸成分の変形を担い、かつ圧延による集 合組織化を抑制すると考えられる.これは圧延板方向への変 形を比較的許容しやすいメカニズムであり、従って、純 Mg および Mg と長周期相との2相合金と比較して、圧延による 加工限界が高いと考えられる.しかしながら、キンク変形は すべり変形による生じる為、図8のモデルから考えても、そ の界面には転位が蓄積すると考えられ、加工度が上昇すると 界面を起点として割れが発生する.図 6(b) で 50%の圧延で 力学的なせん断方向への亀裂ではなく、板の内部で局所的に 亀裂を生じているのはそのためだとも推察できる.キンク変 形は通常の Mg においても観察されるが,一般的に CRSS(臨 界分解せん断応力)からわかるように、双晶変形を生じやす いため、いかにこれを抑制するかがは圧延による組織制御に は重要であり,結晶粒の微細化などが効果的である事が知ら れている.しかし長周期相の場合,結晶粒を微細化すること なしに、上記のように純 Mg と比較して、その構造の本質と してキンク変形を生じるために圧延限界を向上させる事がで きる. また, 作製した板の硬さは 100HV 以上を示しており, 高強度な板としての活用も可能であるとも言える.

## 4. まとめ

純 Mg,長周期相と Mg 相の2相合金および長周期相単相 合金につい,室温で圧延性を調べ,その組織観察を行った結 果,以下のことが明らかとなった.

- Mg<sub>94</sub>Ni<sub>2</sub>Y<sub>4</sub> 鋳造合金は Mg と長周期相の2相がほぼ1:1 の比率で存在し、一方、Mg<sub>85</sub>Ni<sub>6</sub>Y<sub>9</sub> 鋳造合金はほぼ長周 期相のみから構成されていた. Mg<sub>85</sub>Ni<sub>6</sub>Y<sub>9</sub> 鋳造合金に生 成する長周期相の多くは10H型の長周期積層構造を有 していた.
- 2) 室温にて圧延を行った結果, MgssNi<sub>6</sub>Y, 鋳造合金(長周 期単相合金)では, 耳割れは観察されものの試料表面 の荒れも少なく, 純 Mgと比較して同加工度で良好な圧

延性を示した.

- 3) 長周期相を有する Mg 合金において圧延後の組織観察 を行った結果、長周期相の底面が任意に折れ曲がって いる様子が観察された. 組織観察の結果、長周期相の c軸同士が任意の角度で界面を形成しており、キンク変 形であることがわかった.
- 4) 長周期相は圧延後に底面が板面に配向するものの、その程度は同加工度の純Mgと比較して小さいことがわかった.これは長周期相が室温での変形において底面すべりに起因するキンク変形を生じるためである.
- 5) 長周期相の室温での圧延においては、その結晶構造の 特徴として双晶変形が生じずに、底面すべりに起因す るキンク変形を生じやすい.これにより圧延による底 面の集合組織化が抑制され、板厚方向の変形が比較的 許容されやすくなるために、純 Mg と比較して、圧延に よる加工限界が高いと考えられる.

## 謝辞

本研究は、公益財団法人天田財団一般研究開発助成の支援 を受けて行われたものである.付記して感謝申し上げる.

#### 参考文献

- マグネシウム合金の応用と成形加工技術(2001)小島陽, 監修.
- 2) マグネシウム技術便覧(2000)カロス出版社.
- 3) 例 えば Y. Kawamura, K. Hayashi, A. Inoue, T. Masumoto, Material Trans., 42 (2001) 1172.
- H. Yokobayashi, K. Kishida, H. Inui, M. Yamasaki, Y. Kawamura. Acta Materialia., 59. (2011) 7287.
- 5) D. Egusa, E. Abe. Acta Materialia., 60. (2012) 166.
- K. Hagihara, N. Yokotani, Y. Umakoshi: Intermetallics 18(2009), 267.
- 糸井, 稲澤, 広橋. 日本機械学会 A 編 (64). (2010) 1764.9) 8)
  J.B. Hess, C.S. Barrett : Trans. AM. Inst. Min .Met. Eng., 185 (1949) 599.