

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)

東京都立大学 大学院工学研究科 機械工学専攻
助手 酒井 孝

(平成13年度奨励研究助成 AF-2001026)

キーワード : Mg 合金組織観察, フラクタル, ナノインデンテーション試験

1. 結 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 (平均結晶粒径 $\approx 40\ \mu\text{m}$) 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, $5.0\text{mm} \times 5.0\text{mm}$ の正方形に細分した. 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ので, ここでの最大曲げ角度は 40° を選んだ.

図1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

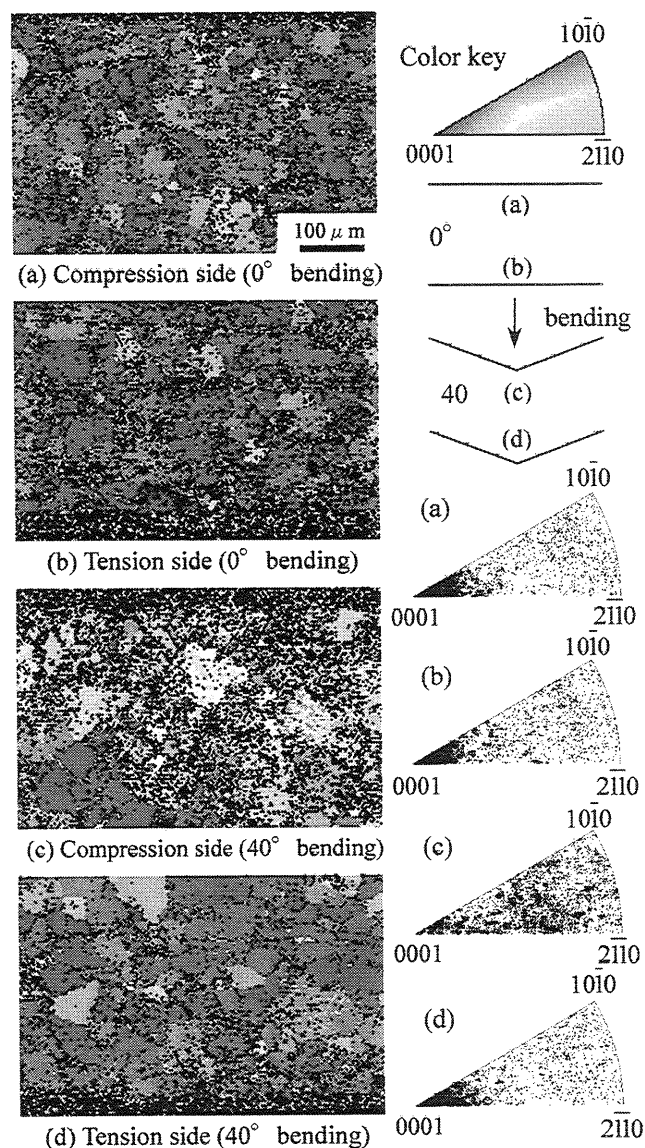


Fig.1 Orientation imaging micrographs with color key and inverse pole figures obtained by EBSP analysis for AZ31 magnesium alloy with different bending angle.

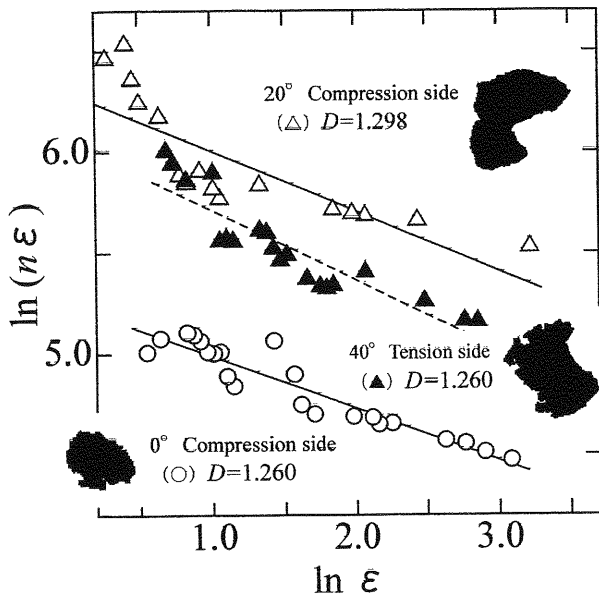


Fig.2 Typical example of $\ln \varepsilon - \ln n\varepsilon$ relationships for grain shape of AZ31 magnesium alloy.

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

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^{(1),(2)}。今回用いた解析法は、L. F. Richardson による Richardson 効果を基本として Yardstick 測定法を結晶粒形状解析に応用したものであり、下記の (1) 式からフラクタル次元 D を算出するものである。

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

すなわち、両対数座標において結晶粒形状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。

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 2 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 1 に示した結晶方位分布の変化の傾向と類似し

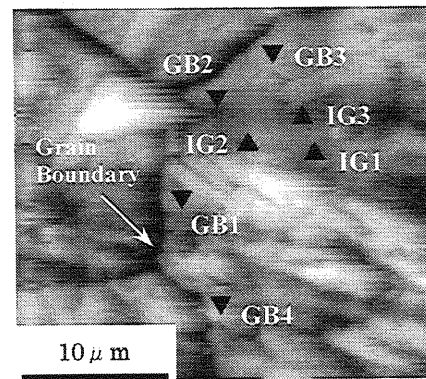


Fig.3 AFM image after nano-indentation tests for tension side of cross section. (after 20° bending, depth $\approx 80 \mu\text{m}$)

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

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ることができる。

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的性質を評価するために、高分解能 AFM・ナノインデンテ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。

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

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 μN とし、最大荷重までの負荷時間は 10 秒とした。

ナノインデンテーション試験によって形成された圧痕の AFM 像の例を図 3 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 μm のものである。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 \blacktriangle および \blacktriangledown の圧痕イメージマークを付記した。このようなナノインデンテ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 μm 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 45.0~50.0GPa 程度に分布するが⁽³⁾、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

塑性変形を伴う Mg 合金の結晶粒形状についてフラクタル次元を算出したところ、方位分布の変化、および微視的な機械的性質との関係が明らかになった。

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。ここに記して謝意を表す。

参 考 文 献

- (1) 酒井孝・ほか 2 名, 機論, **66** (2000) , 2183-2190.
- (2) 酒井達雄・藤川雅史, 機論, **64** (1998) , 2271-2278.
- (3) 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).

ナノインデンテーション法を用いた曲げ応力負荷によるMg合金内部の挙動評価

機学 *末武 正充 (都立大・院)
機塑正 楊 明 (都立大院)

機塑正 酒井 孝 (都立大院)
機塑正 真鍋 健一 (都立大院)

1. 緒言

板材成形プロセスの高精度化において、材料内部の特性のばらつきによる影響が問題となっている。現在行われている成形プロセスおよびそのシミュレーションは、従来の巨視的な研究をもとにしたものであるため、材料内部の硬さ、ヤング率等の機械的性質をほぼ一様として扱っており、特性のばらつきや加工中に生じる現象が考慮されていない。そのため、成形プロセスの高精度化を実現するには、微視的な領域での材料内部の挙動の解明が必要となる。このような調査を行うことで、微視的な構造から材料の特性を予測し加工精度を向上させるだけでなく、微視的構造を制御した新しい材料開発についても期待される。

そこで本研究では、近年軽量材料として注目されているMg合金を対象とし、従来から行われているピッカース硬さ試験による巨視的な調査に加え、ナノインデンテーション法¹⁾を用いた微視的な調査を板厚断面方向について行い、曲げ応力負荷による機械的性質(複合ヤング率・硬さ)への影響を評価した。また、これと並行して光学顕微鏡による組織観察を行い、曲げ応力負荷にともなう機械的性質への影響と結晶組織の変化の関係について調査した。さらに、最密六方構造のMg合金と異なる体心立方の結晶構造を持つSPCCを選定し、上記の実験結果との比較を行った。

2. 供試材および組織観察

本研究では、Mg合金AZ31(板厚 $t=1.0\text{mm}$)およびSPCC($t=1.2\text{mm}$)を用い、Fig.1のようにそれぞれの供試材から圧延方向に平行な断面が観察できるように試験片を採取した。また、Mg合金については圧延方向に垂直な断面からも採取し、圧延方向による影響も調査した。次に、曲げ応力負荷にともなう機械的性質および結晶組織の変化を調査するために両材料の試験片に対し、曲げ応力を負荷しない曲げ角度 0° のものと曲げ応力を負荷した曲げ角度 20° 、 40° のものを用意した。曲げ応力の負荷は、先端半径 0.5mm 、角度 30° の押金具を用い室温で行った。なお、試験片に生じたひずみは曲げ角度 40° の場合、引張側表層部で約10%であった。

組織観察の結果、Mg合金には曲げ応力負荷による結晶組織の変形等の影響は見られず、また圧延方向による違いも伺えなかった。しかし、曲げ応力を負荷したものについては、組織の一部に双晶変形と思われる縞状のものが観察された。さらに、切断法にて平均結晶粒径を求めたところ、曲げ応力負荷前後の圧縮側・中央部・引張側のそれぞれの場所でおおよそ $40\mu\text{m}$ であり、曲げ応力負荷による影響は見られなかった。一方、SPCCでは曲げ応力を負荷することで、引張側の組織が若干引き伸ばされ、組織が扁平していた。

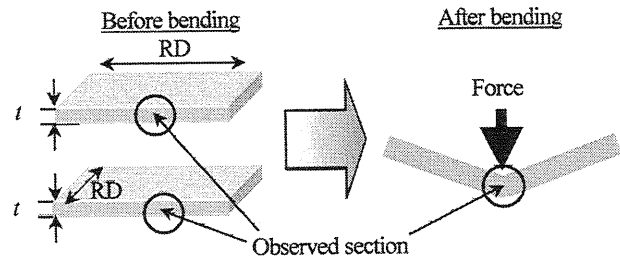


Fig.1 Schematic illustration of observed section.

3. 機械的性質の分布測定

まず、従来から行われているピッカース硬さ試験法を用いて、Mg合金およびSPCCの板厚断面方向における硬さの分布測定を行った。次に、Mg合金内の微視的な領域における複合ヤング率および硬さの分布をAFM(Atomic Force Microscope)・ナノインデンテーション複合装置を用いて測定した。この方法は、ダイヤモンド製のBerkovich三角錐圧子(対稜角 142.3°)を用い、圧子を試料に押し込んだ際の荷重-除荷過程における荷重-変位曲線の初期勾配から、複合ヤング率 E_r (ポアソン比を含んだ値)および硬さ H を式(1)の関係から算出するものである。

$$E_r = \frac{\sqrt{\pi}}{2\sqrt{A(h_c)}} S, \quad H = \frac{P}{A(h_c)} \quad (1)$$

ここで、 S は圧子と試料間の接触剛性(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、圧子の押し込み最大荷重は、得られた荷重-変位曲線より $1500\mu\text{N}$ とし、最大荷重までの荷重時間は10秒とした。

4. 実験結果および考察

Fig.2はMg合金およびSPCCの圧延方向に平行な断面におけるピッカース硬さの分布測定結果である。なお、図中の●、△、□はそれぞれ曲げ角度 0° 、 20° 、 40° を表す。(a)のMg合金は、曲げ応力負荷前後ではほぼ一定の値を示し、曲げ応力負荷による影響は見られない。一方、(b)のSPCC材において曲げ応力を負荷したものは、加工硬化により断面の中央部から特に引張側に向かい硬さが増し、曲げ応力を負荷する前よりも全体的に値が増加した。

Fig.3はナノインデンテーション法によるMg合金AZ31の圧延方向に平行な断面における複合ヤング率と硬さの分布測定結果である。ここで、図中の●、△、□はFig.2と同様にそれぞれ曲げ角度 0° 、 20° 、 40° を表す。測定は各プロットで4~5点行い、得られた荷重-変位曲線から再現性を確認し、平均値を求めた。複合ヤング率の分布について曲げ角度 0° と 20° の場合を比較すると、ばらつきが見られる

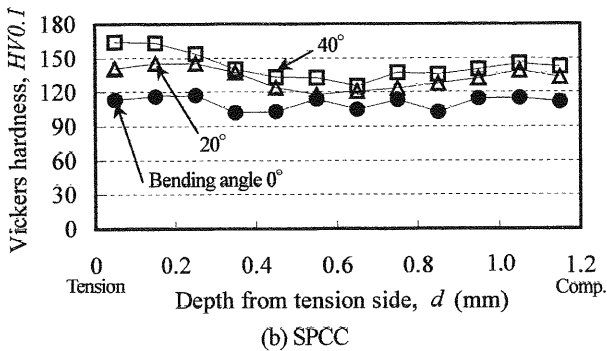
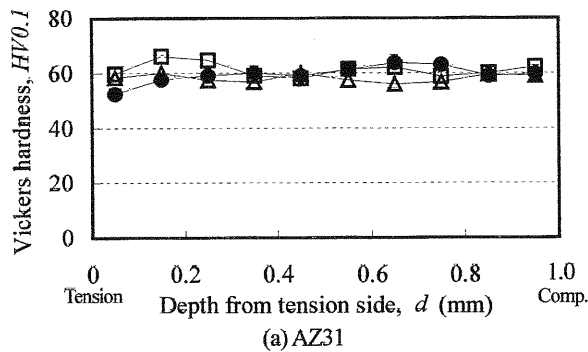


Fig.2 Vickers hardness distribution of AZ31 and SPCC.

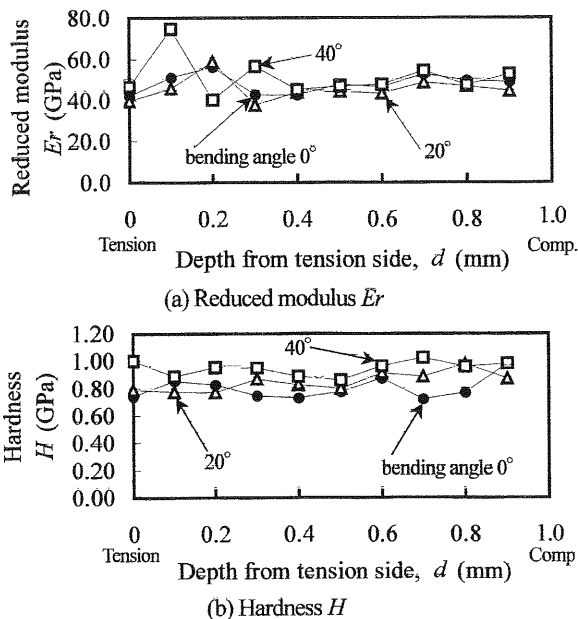


Fig.3 Several mechanical properties distribution of AZ31 in cross section. (Parallel to rolling direction)

ものの圧縮・引張側ともに曲げ応力負荷による顕著な傾向は見られず、曲げ角度が 40° の場合も大きな変化は見られない。また、硬さの分布についても同様の傾向を示し、微小な領域においても硬さが変化していないことがわかる。さらに、圧延方向に垂直な断面においても測定を行ったが、圧延方向による違いは見られなかった。

ここで、一つの結晶粒において結晶粒界近傍と内部では特

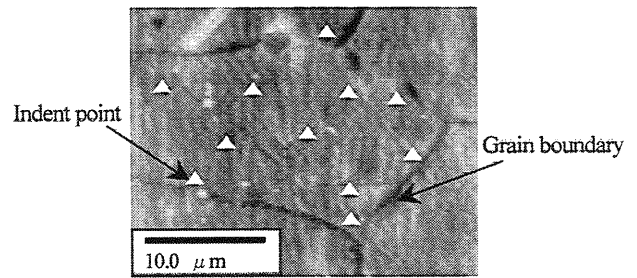


Fig.4 AFM image after Nano-indentation tests of AZ31.

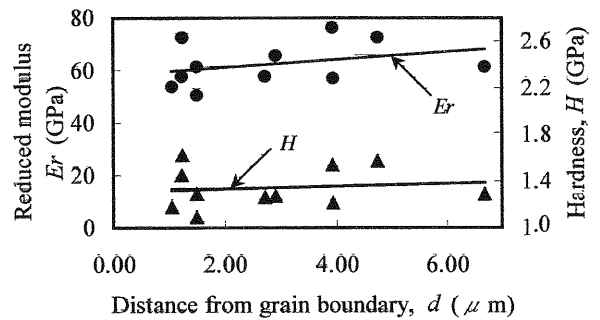


Fig.5 Relationships between distance from grain boundary d and reduced modulus E_r .

性が異なる可能性があり、これがばらつきの原因として考えられるため、曲げ応力を負荷する前の試験片から一つの結晶粒を選択し、結晶粒界近傍と内部の特性について調査した。Fig.4はAFMにて観察された結晶粒界で、ナノインデンテーション試験後の圧痕イメージを△で表したものである。測定の結果、Fig.5に示すように硬さはほぼ一様に分布していたが、ヤング率は結晶内部に比べ粒界付近の方が低いことがわかる。しかし、分布測定の際にはAFMにて平坦な場所を選び測定し、かつ他の測定値との再現性を確認していることから、この影響は少ないと考えられる。ここでFig.4のAFM画像に注目すると、走査範囲内にはいくつかの結晶粒が含まれているため、隣り合った結晶粒をまたいで測定した可能性がある。個々の結晶粒は方位や扁平率等の形状の違いから特性が異なっていると考えられるため、単一の結晶粒について測定を行うことで、ばらつきを抑えることができると思われる。

5. 結 言

Mg合金AZ31を対象にし、曲げ応力の負荷にともなう機械的性質への影響について調査した。ナノインデンテーション法を用いて微視的な領域について調査を行ったが、曲げ応力負荷にともなう顕著な影響は伺えなかった。しかし、SPCCとは異なる傾向を示したことから、結晶構造の違いに起因する独自の変形機構があると推測される。最密六方の結晶構造を持つMg合金では、双晶変形が重要な変形機構として考えられているため、今後は、双晶変形と機械的性質の関係について調査が必要である。

参考文献

- 菅沼：非破壊検査，47-6(1998)，358。