

金属材料の塑性変形領域を観察する腐食技術の開発

秋田県立大学 機械知能システム学科
准教授 岡安光博
(平成20年度奨励研究助成 AF-2008031)

キーワード：塑性変形，腐食，金属材料

1. 研究の目的と背景

金属材料の塑性加工にはプレスや鍛造技術などがある。現在さまざまな部品はこれら加工技術により生産されている。特に自動車部品の加工にはプレスなどの塑性変形技術が数多く用いられている。また近年これらプレス部品の高精度化の要求が高まっている。プレス加工の精度を向上するには原材料の品質向上や塑性変形挙動に関する詳しい情報が必要になる。特に塑性変形挙動（スプリングバック）に関する情報は部品の設計に必要不可欠である。現在、塑性変形に関する調査が行われている。特に有限要素法による数値解析は数多くの研究によって使われている。一方、実験による検証も行われている。例えばモアレカメラや光弾性法である。しかしこれらの実験には高価な装置が必要になるため多くの研究者は使用できない。そこで簡易的な方法で塑性変形領域を観察する技術開発が必要になる。研究代表者は今まで腐食技術により炭素鋼やアルミニウム合金（ジュラルミン）の塑性変形領域を簡易的な手法で明らかにしてきた[1-3]。本研究ではさらにこの腐食技術の開発に取り組む。

2. 実験方法

2・1 試験材料

本研究では 2 種類の工業用材料（マグネシウム合金（AZ91）とステンレス鋼（SUS303））を供試材とした。マグネシウム合金とステンレス鋼の機械的特性は(i) AZ91(引張強度 $\sigma_{UTS}=126\text{MPa}$ 、0.2%耐力 $\sigma_{0.2}=69\text{MPa}$)、(ii) SUS303(引張強度 $\sigma_{UTS}=520\text{MPa}$ 、0.2%耐力 $\sigma_{0.2}=205\text{MPa}$)である。両材料を角柱形状に切り出し、試験片を作製した。

マグネシウム合金とステンレス鋼の塑性変形域を観察する為、まず両試験片を塑性変形させた。塑性変形は高硬度炭素鋼(550HV)の丸棒（直径 1mm）を用い静的圧縮(3430N)を負荷速度 1mm/min で加えた。

マグネシウム合金の場合、(i) 試験片に塑性変形を加えた後、異なる温度条件で 3 時間熱処理を施した(200℃、300℃、400℃)。これら熱処理温度はマグネシウム合金の T4 条件を基準に変化させた。(ii) 熱処理後、試験片は室温まで空冷した。(iii) その後、試験片表面(鏡面研磨面)を

腐食液(ピクリン酸 9g、酢酸 30ml、エチルアルコール 150ml、水 20ml)で 3 分間エッチングを施した。

一方、ステンレス鋼の腐食液と腐食条件は次の通りである。まず(i) 塑性変形させた試験片に異なる温度で 1 時間熱処理を施した(500℃、650℃、800℃)。(ii) 熱処理後、試験片は室温まで空冷した。(iii) 空冷後、試験片表面を腐食液（塩化鉄 5g、塩酸 50ml、水 100ml）で 30 秒間エッチングした。

3. 実験結果

3・1 マグネシウム合金

Fig. 1 に変形周辺部の腐食後のマクロ写真を示す。図から明らかのように 300℃で熱処理した試験片では変形部周辺で黒い領域が確認できた (Fig. 1(b))。実際この領域は光沢があるため、光の関係上、写真では暗く観察されている。一方、他の熱処理条件では黒い領域は確認できなかった。次にこの暗い領域が塑性変形域と関係があるか有限要素法による計算で検証した。有限要素法の解析では ANSYS ver.11 を使用した。解析モデルは試験片とピンで構成している。またメッシュは四角形で 3251 個の要素とした。ピンと試験片のコンタクト条件は接点要素 CONTACT172 と TARGET169 とした。Fig. 2 に von-Mises 式で計算した塑性変形の分布を示す。図から明らかのように円形状の塑性域が確認でき、腐食によって得られた暗い領域(Fig. 1(b))と類似している。このため、黒い領域は塑性変形域と関係があると考えられる。

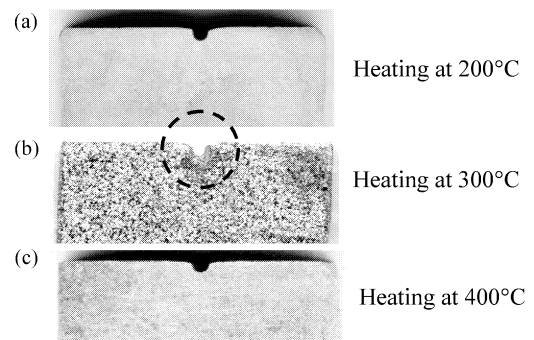


Fig. 1 Optical macrographs of various AZ91 samples after etching technique.

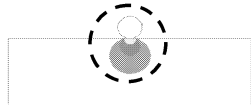


Fig. 2 von-Mises plastic strain distribution in AZ91 alloy revealed by FEA.

塑性領域が観察できた理由について、マイクロ組織の変化から検討した。Fig. 3 に腐食後の変形部と無変形領域の SEM 像を示す。SEM 写真より無変形領域では塑性変形域より凹凸が激しくなっており、強く腐食されたと考えられる。この腐食速度の変化について原因を明らかにする為、高倍率でマイクロ組織観察を行った。Fig. 4 に両領域の光学顕微鏡写真と SEM 写真を示す。マイクロ組織から変形部では、 $Mg_{17}Al_{12}$ 相が割れている。またマトリックス内 (Mg -rich- α 相) にナノサイズの $Mg_{17}Al_{12}$ 相が分散している。一方、無変形領域では針状の $Mg_{17}Al_{12}$ 相が確認でき、組織変化は起こっていない。従って、このマイクロ組織の変化がこの腐食速度を変化させたと考えられる。またこの組織変化は、塑性変形による大きなひずみが熱エネルギーにより引き起こされたと考えられる[1]。

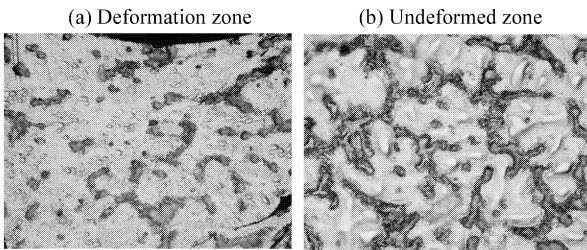


Fig. 3 Optical micrographs of the AZ91 heated at 300°C
: (a) in deformation zone; (b) in undeformed zone.

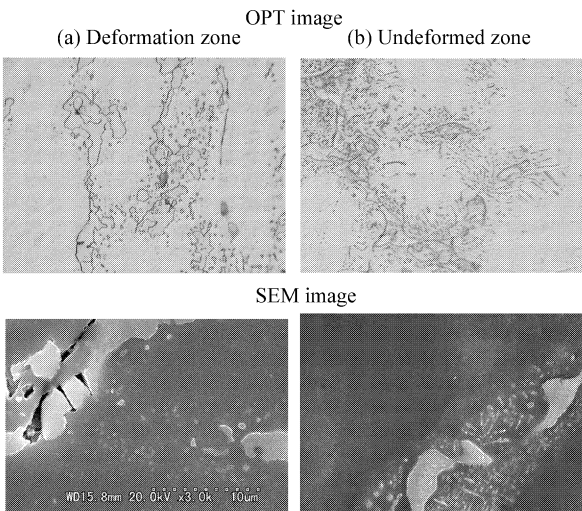


Fig. 4 Micrographs of the AZ91 heated at 300°C
: (a) in deformation zone; (b) in undeformed zone.

3・2 ステンレス鋼

Fig. 5 にステンレスサンプルの腐食後のマクロ写真を示す。ステンレス鋼の実験では、4 種類のサンプル (サンプル A-D) を使用した (熱処理なし、500°C、650°C、800°C)。図から明らかのように腐食後、全てのサンプルにおいて変形部周辺で白色の領域が確認できた。この変色部の形態は球状であるため、マグネシウム合金と同様に塑性変形域と関係があると考えられる。そこで有限要素法による検証を行った。Fig. 6 に von-Mises 塑性変形域を示す。図から明らかのように円形状の塑性変形領域が確認できる。この形状と大きさは白色部と類似している。したがって白色部は塑性域と関係があると考えられる。さらに加工硬化領域の検証を行った。Fig. 7 にマイクロビッカース硬度試験結果を示す。測定はポイント P (Fig. 5) から白色部と黒色部で行った。サンプル A と B においては白色部で高い値を示した。これは塑性変形による転位密度の増加が原因と考えられる。サンプル C においても白色部の硬度は比較的高い値を示した。しかしサンプル D では白色部と黒色部の硬度は低い値を推移した。この白色部の硬度低下 (サンプル D) は熱処理による応力緩和が原因と考えられる。

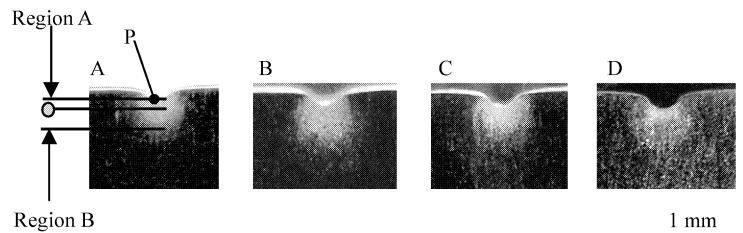


Fig. 5 Optical macrographs of SUS303 after etching: (a) no heating, (b) sample heated to 500°C, (c) sample heated to 650°C and (d) sample heated to 800°C.

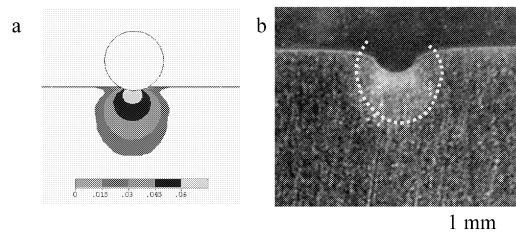


Fig. 6 (a) von-Mises plastic strain distribution obtained by an FE analysis; (b) optical macrograph of Sample D, showing the plastic deformation zone enclosed by the dashed line.

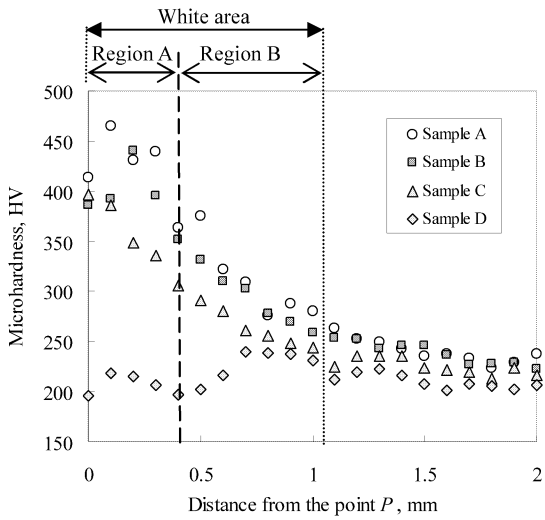


Fig. 7 Microhardness results from Samples A, B, C and D measured from position *P*, as shown in Fig. 5.

塑性変形域が明らかになった理由について、マイクロ組織観察から検討した。Fig. 8 にサンプル A-D の変形部と無変形部のマイクロ写真を示す。まず無変形部では全て明瞭なオーステナイト相が確認できる。これらオーステナイトの平均結晶粒径は約 $30\ \mu\text{m}$ であった。一方、サンプル A-C の変形領域では結晶が強く変形し、すべり面が確認できた（黒色部）。この材料は f c c 結晶構造のため $\{111\}$ 面、 $\langle 110 \rangle$ 方向ですべりが起こったと考えられる。800°C で熱処理したサンプルの場合、塑性変形域で組織変化が確認できた。そこではすべり面が確認できず、結晶は微細化した。これは高温加熱による再結晶が原因と考えられる。

Fig. 9 に同領域（サンプル D）の SEM 像を示す。図より微細（ナノサイズ）なカーバイドがマトリックス内に分散されている。サンプル D の場合、このカーバイドの析出と組織の微細化により、塑性変形域が明確になったと考えられる。この組織形態については後方散乱電子線回折パターン分析（EBSD）によりさらに詳しく考察する。

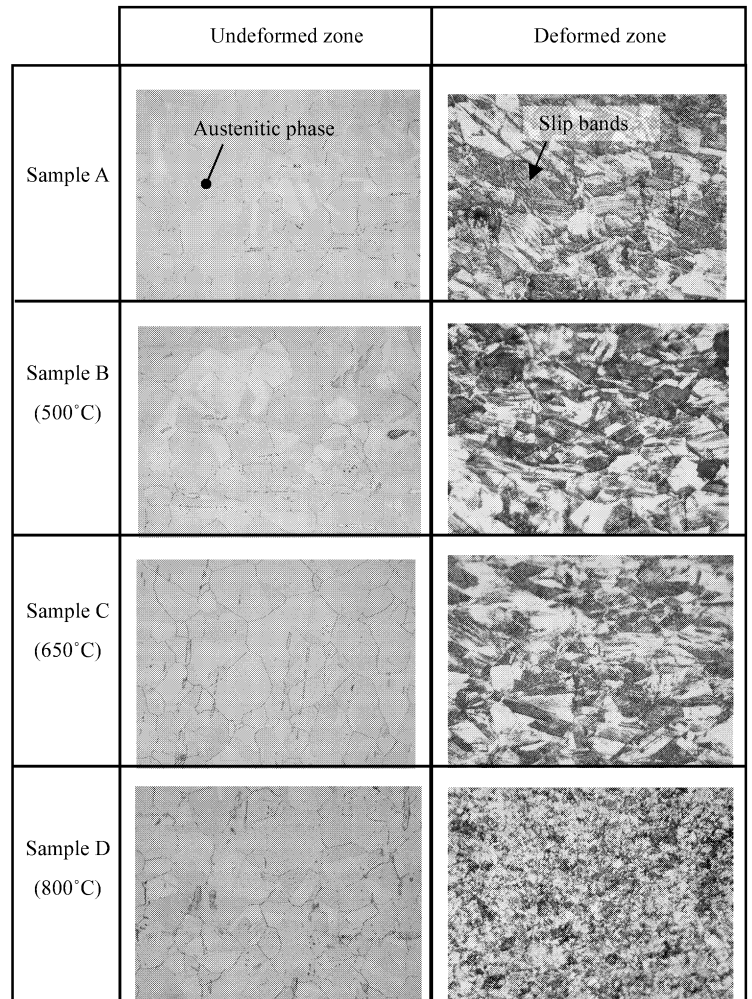


Fig. 8 Optical micrographs of undeformed and deformed regions.

50 μm



Fig. 9 Secondary electron images of the deformed regions for Samples D.

5 μm

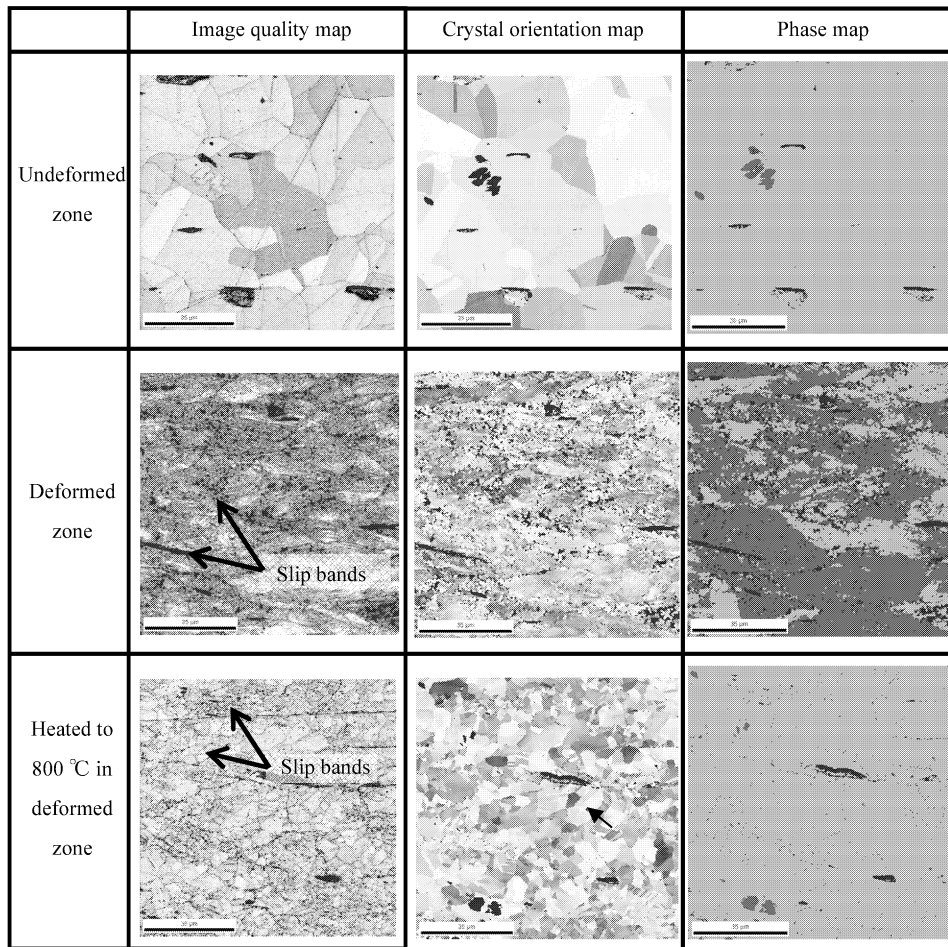
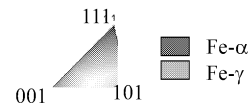


Fig. 10 Optical micrographs of undeformed and deformed regions.



後方散乱電子線回折パターン分析を行うにあたり、試験サンプルを鏡面研磨し、その後、カーボンによるコーティングを施した。分析装置は日本電子製 JSM-1001F を用いた。測定は加速電圧 15kV、傾斜角 70 度、測定領域 $100\mu\text{m} \times 100\mu\text{m}$ で行った。Fig. 10 に無変形領域、塑性変形域、塑性変形域-熱処理(800°C)の SEM 像、結晶方位像、位相分布画像をそれぞれ示す。まず SEM 像は Fig. 8 と同様に無変形領域ではオーステナイト相が確認できる。塑性変形により、結晶内外にすべり面が観察できる。その後 800°C の熱処理により再結晶化し、微細な組織が形成している。結晶方位分析の結果、無変形領域では様々な方向を向いた結晶が確認できる。しかし塑性変形によりこの結晶方位が崩れ細かく方位がランダム化している。その後、800°C の熱処理によりランダム化した方位は再結晶化している。さらに位相分布画像解析により塑性変形前では γ 鉄で構成されているが、塑性変形により α 鉄に変化した。これは塑性誘起マルテンサイト変態の影響である。しかし α 鉄は再結晶化により再び γ 鉄に変化した。

4. まとめ

本研究により、AZ91 マグネシウム合金と SUS303 ステンレス鋼の塑性変形領域を明確にできる腐食技術の開発を行った。また塑性変形域が観察できた理由について、組織変化から明らかにした。

謝辞

本研究は天田金属加工機械技術振興財団の助成によって実施されたことを付記するとともに、同財団に深く感謝いたします。また実験に協力された本学学生、佐藤和人君に謝意を表します。

参考文献

1. M Okayasu et al, Mater Sci T 2005 ;21 :530-539.
2. M Okayasu et al, J Mater Sci 2008;43:2792-2798.
3. M Okayasu et al, Mater Sci Eng, A 2008 ;474 :140-147.

本研究による発表論文

1. **M.Okayasu**, K.Sato, S.Takasu “An Etching Characterization Method for Revealing the Plastic Deformation Zone in a SUS303 Stainless Steel”, *Journal of Materials Science*, Vol.45, (2010), pp.1220-1226.
2. **M.Okayasu**, K.Sato, M.Mizuno “An Etching Technique for Revealing Work Hardening Regions in a Mg-9%Al-1%Zn Alloy”, *Materials Science and Technology*, (2010), In Press.

An Etching Characterization Method for Revealing the Plastic Deformation Zone in a SUS303 Stainless Steel

Abstract

Etching characteristics, used to reveal localized plastic deformation zones in a SUS303 stainless steel have been examined. The etching was conducted on a sample using an etchant consisting of 5 g Ferric chloride, 50 ml hydrochloric acid and 100 ml water. The sample was deformed severely and heated to various temperatures before the etching process. With this etching technique, the plastically deformed area is clearly observed even at low magnification. This is due to a change of the microstructural characteristics in the plastic deformation zone. There are different microstructure patterns that reveal the plastic zone in the sample with and without heating, e.g., plastic zone in the sample with heating to 800°C is observed clearly due to randomly oriented crystals and recrystallized small grains with precipitated nano-size particles. Details of the etching characteristics that reveal the plastic deformation zone are further discussed.

An Etching Technique for Revealing Work Hardening Regions in a Mg-9%Al-1%Zn Alloy

Abstract

A method for revealing the localized work hardened region (plastic deformation zone) in Mg-9%Al-1%Zn alloy (AZ91) has been developed using a new etching technique. With this technique, etching with the solution (9 g picric acid, 30 ml acetic acid, 150 ml ethyl alcohol and 20 ml H₂O) was executed on the samples after plastic deformation and then heating to 300°C for 3 hours. Because of the high strain energy in the plastic deformation zone, the microstructural characteristic in the deformation zone changed substantially after the heating process, where severe precipitation of Mg₁₇Al₁₂ phase occurred in the Mg-rich- α -phase. With the change of microstructural characteristics, the deformation region can be revealed. The plastic zone was revealed by the different degrees of etching response in the deformation and undeformed regions; the plastic zone was slightly etched, whereas the other region was deeply etched. From the different surface height level, the deformation zone was found to be observable even at low magnification.