

摩擦攪拌改質による高強度難燃性マグネシウム合金の創製

岐阜大学 工学部機械工学科

教授 植松 美彦

(平成 27 年度 一般研究開発助成 AF-2015010)

キーワード：難燃性マグネシウム合金，摩擦攪拌改質，疲労，集合組織，結晶方位解析

1. 研究の目的と背景

マグネシウム (Mg) 合金は軽量構造材料であるが、反応性が高く、切削屑などが爆発的に反応する危険性が指摘されている。そこで、合金元素としてカルシウム (Ca) を添加した難燃性 Mg 合金が開発された¹⁾。同合金は特に輸送機器分野における軽量構造材料として期待されているため、その疲労挙動の把握が重要であり、いくつかの研究例がある^{2)~4)}。それらによると、難燃性 Mg 合金では Ca や Mn を主成分とする金属間化合物 (Intermetallic compound: IMC) が存在するため、IMC を起点とする疲労き裂が発生し、十分な疲労強度が得られないとされている。近年、摩擦攪拌接合 (Friction Stir Welding: FSW) を組織改質に応用した摩擦攪拌改質 (Friction Stir Processing: FSP) が、強塑性加工法の一つとして注目されている。FSP を利用すれば、強塑性変形によって粗大な IMC を粉砕するとともに、組織の微細化や均質化が可能と考えられる。

本研究では、Ca を 0.2wt% 含有する難燃性 Mg 合金 AMX602 を供試材とし、FSP によって組織の均質化を図るとともに、FSP を施した材料の疲労挙動について検討した。また、FSP 後の後熱処理の影響についても検討した。

2. 実験方法

2・1 供試材および組織改質条件

供試材は難燃性 Mg 合金 AMX602 であり、化学組成は Al: 5.82, Zn: <0.001, Mn: 0.27, Ca: 2.06, Si: <0.01, Cu, Fe, Ni: <0.001, Mg: Bal. (wt%) である。板厚 5 mm の納入圧延板に対し、摩擦攪拌改質 (FSP) を施した。FSP 用ツールは、逆ネジを切った長さ 4.7 mm、直径 8 mm のプローブと、直径 18.5 mm のショルダーからなる。事前にツールの回転速度と送り速度を変えて組織改質試験を行い、貫通欠陥などが生じないような条件を決定した。その結果、本研究ではツール回転速度 800 rpm、送り速度 300 mm/min を改質条件とした。

2・2 試験方法

組織観察は、材料を研磨後、ピクリン酸 10 g、無水酢酸 20 mL、エタノール 100 mL、純粋 20 mL の腐食液でエッチングし、光学顕微鏡と電子顕微鏡 (SEM) で観察した。硬さはマイクロビッカース硬さ計を用い、保持荷重 0.98 N、保持時間 30 秒で測定した。疲労試験には容量 20kN の電気油圧サーボ式疲労試験機を用い、応力比 $R=-1$ 、繰返し速度 $f=2\text{Hz}$ の正弦波で行った。疲労試験片は、平行部幅 6mm、平行部長さ 12mm の板状試験片であり、FSP 方向と試験片長手方向が一致するように FSP 材から採取した。試験片ゲージ部が改質部と一致するように、板厚上下を削除し、最終的な板厚は 2.5mm とした。

3. 実験結果および考察

3・1 微視組織様相

図 1 に納入材の組織と、EDX による化学組成の分析結果を示す。図 1(a) の濃い灰色の部分には金属間化合物 (IMC) であり、圧延行程によって不均一に分布していることがわかる。また平均結晶粒径は $11\ \mu\text{m}$ であった。図 1(b), (c) は代表的な EDX 分析結果であり、IMC は比較的寸法の大きい Al-Mn 系と、数 μm 程度の Al-Ca 系に分類され、定量評価から Al-Ca 系 IMC は Al_2Ca と同定された。Al-Mn 系の IMC については、図 1(b), (c) に示すように、長さが $100\ \mu\text{m}$ 程度ある細長いものが多く観察された。一方、図 2 は FSP 材の板厚中心近傍の微視組織である図 2(a) に示すように、IMC の不均一分布が消失し、かつ平均結晶粒径が $6.9\ \mu\text{m}$ まで微細化した。このような結晶粒の微細化は、FSP 時の動的再結晶によるものである。図 2(b), (c) は EDX による分析結果を示すが、図 1(b) で見られたような粗大な Al-Mn 系 IMC は攪拌域では約 $10\ \mu\text{m}$ に粉砕されており、 Al_2Ca も均一に分散していることが確認された。すなわち FSP によって、粗大な IMC の粉砕と IMC 分布の均一化、および母地結晶粒の微細化を達成することができた。

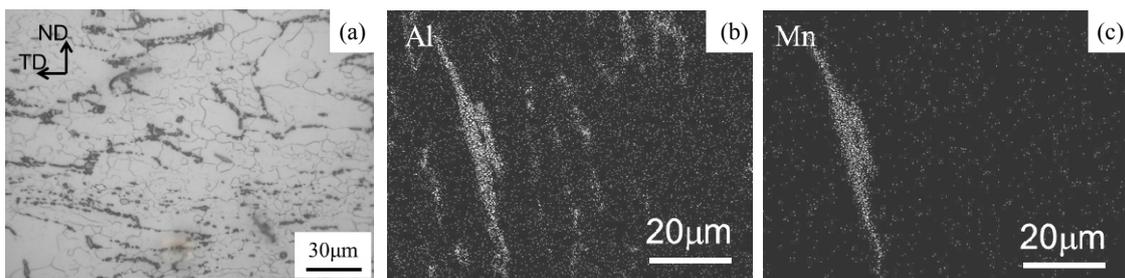


図 1 納入材の微視組織：(a) 光学顕微鏡，(b) Al 分布，(c) Mn 分布。

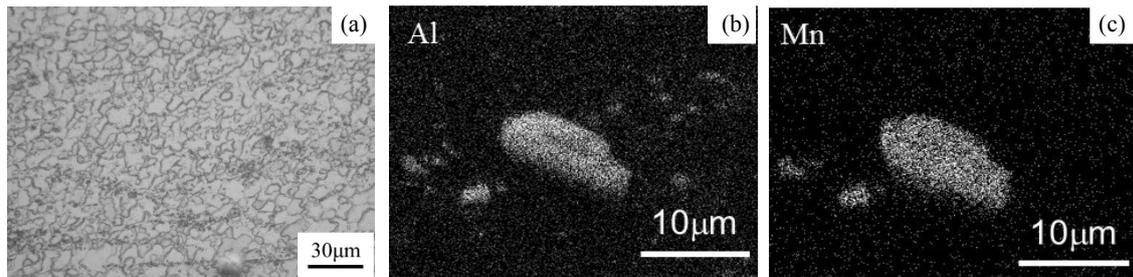


図2 FSP材の微視組織：(a) 光学顕微鏡, (b) Al分布, (c) Mn分布

図3は、納入材の横断面（圧延方向に対して垂直な面）で観察した組織のEBSDによる結晶方位解析結果である。図3(a)は逆極点図（IPF像）であり、(b)、(c)が代表的な結晶方位を示している。また、(d)は(0001)面および(10-10)面の極点図である。図(d)からわかるように、hcp構造の底面である(0001)面が、圧延面に対してほぼ平行となっていることがわかる。このように、圧延によって顕著な集合組織が形成されているが、(0001)面が圧延面と平行となるのは、Mg合金の熱間圧延組織として一般的とされている⁵⁾。一方、図4(a)はFSP材の横断面組織であり、図中の破線内部が実際にFSPによって材料が攪拌された（強塑性流動が生じた）部分である。また、後述の疲労試験片の断面を一点鎖線で示してある。(a)中の矢印AおよびB部におけるEBSD解析結果をそれぞれ(b)、(c)に示している。まずA部（図4(b)、(c)、(d)）では、IPF像、代表的な結晶方位、(0001)面および(10-10)面の極点図から、底面が断面に対してほぼ平行（試験片長手方向に対して垂直）な集合組織が形成されていることがわかる。一方B部（図4(e)、(f)、(g)、(h)）では、底面は断面に対して約45°傾いた状態となっている。一般的にMg合金のFSWでは、回転するプローブの円周方向に平行に底面が配向されるとされている⁶⁾。本研究のAMX602においても、ほぼ同様の集合組織が形成されていた。図3の極点図（図3(d)）と図4の極点図（図4(d)および(h)）を比較すると、底面の集積は図4の方が強度は高く、FSPによって強い集合組織が形成されることを示唆している。また、IPF像（図3(a)および図4(a)、(e)）の比較から、FSP材では攪拌部の結晶粒が微細化していることも確認できる。

3・2 機械的性質

引張り試験を行ったところ、引張り強さ σ_B は納入材で247 MPa、FSP材で199 MPaとなり、FSPによって強度の低下が見られた。また図5は、板厚中央部における硬さ分布である。納入材の硬さを実線で示しているが、FSP材は結晶粒が微細化しているにもかかわらず硬さが低下している。引張り強さや硬さの低下は納入材が加工硬化状態にあるのに対し、FSP材ではFSP時の入熱と塑性流動による動的再結晶によって転位密度が低下したためと考えられる。さらにAMX602は時効性があるとされ、入熱によって析出硬化物も再溶解した影響も考えられる。そこで、FSP材に対する後熱処理として170 °Cで40時間の時効を行った。

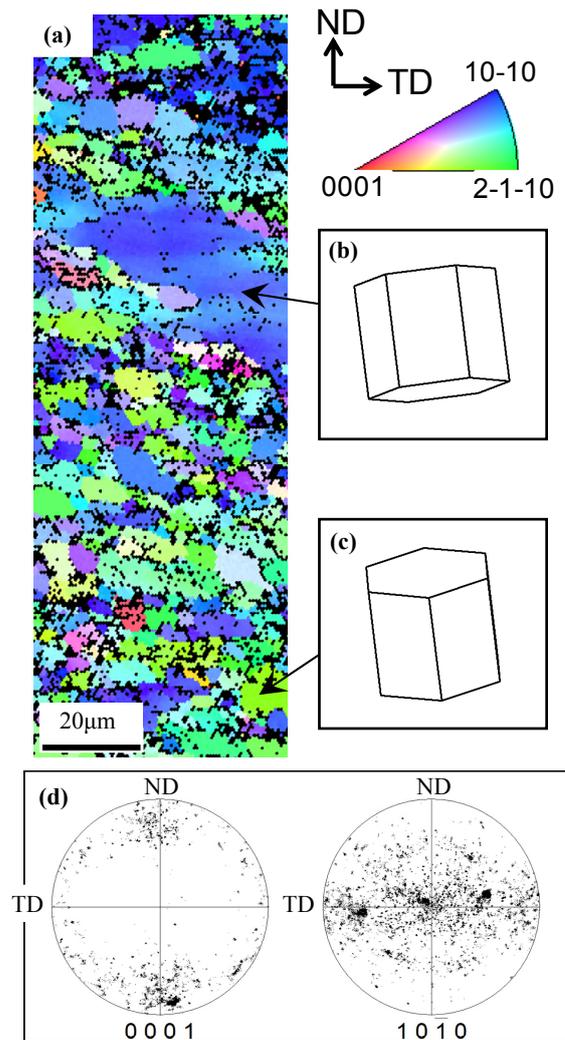


図3 納入材の結晶方位か移籍結果：(a) IPF像, (b) 結晶方位1, (c) 結晶方位2, (d) (0001)面および(10-10)面の極点図。

図5には時効材の硬さも併記している。後熱処理によって微細化の進行している領域では母材硬さと同程度まで硬さが上昇していたが、全体としては母材よりも低い硬さに留まっている。

3・3 疲労試験

図6に疲労試験におけるS-N曲線を示す。FSP材（△印）では、結晶粒が微細化し、さらに組織が均一化しているにもかかわらず、納入材（○印）よりも疲労強度が低下して

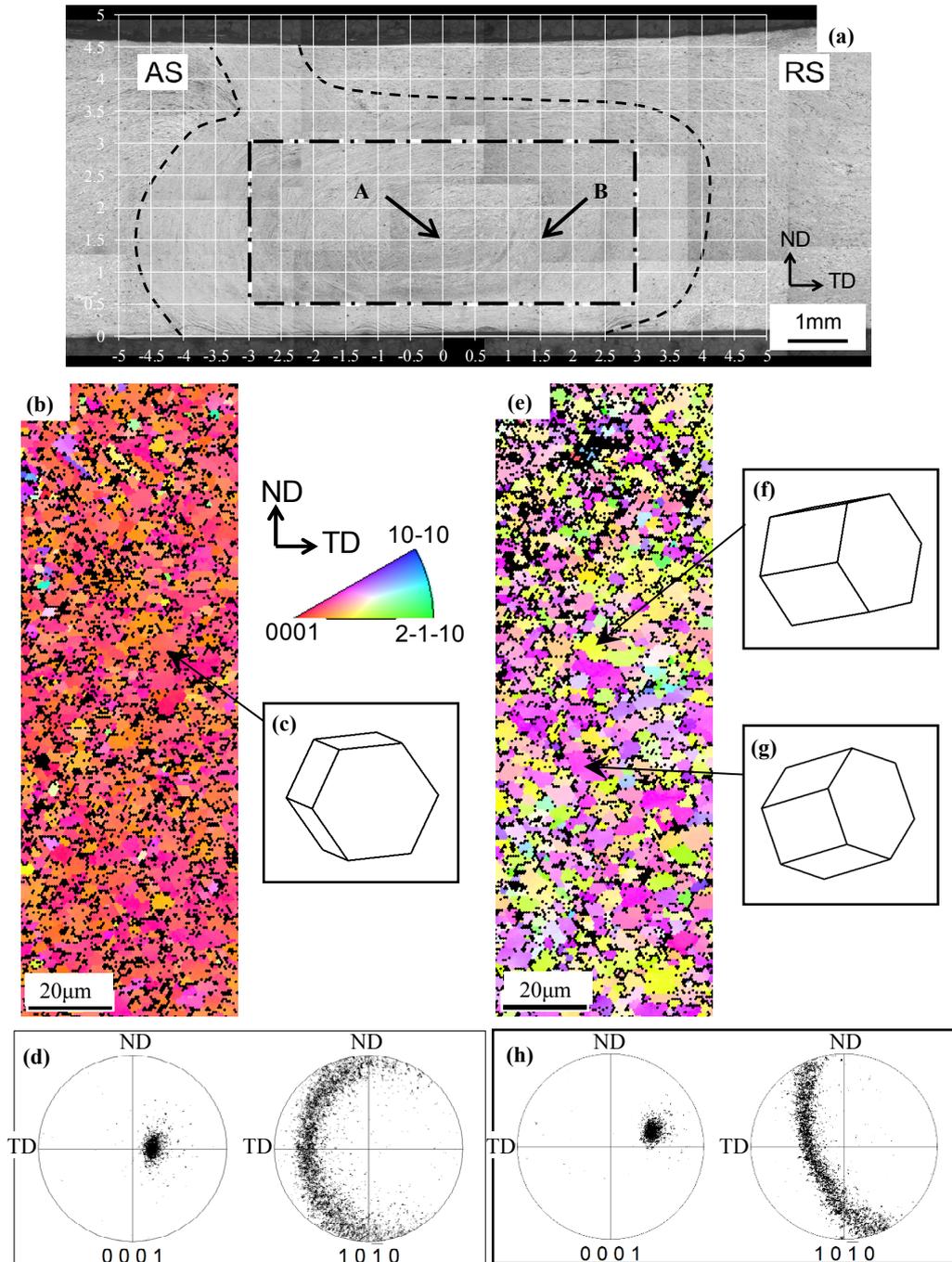


図4 FSP材の結晶方位か移籍結果：(a) 巨視的様相, (b) A部のIPF像, (c) 結晶方位1, (d) (0001)面および(10-10)面の極点図, (e) B部のIPF像, (f) 結晶方位2, (g) 結晶方位3, (h) (0001)面および(10-10)面の極点図.

いることがわかる。また、後熟処理（時効）を施した場合（□印）、FSP材よりも疲労強度は向上するが、母材よりもわずかに低い。これは前述のように、FSPによって材料が軟化し、後熟処理でも十分な硬さ上昇が得られないためである。さらに図4(a)の試験片断面では、中央部では底面が荷重軸に対して垂直となる（図4(b)）が、試験片端部では底面は荷重軸に対して約45°の角度を呈している（図4(e)）。hcp構造を有するMg合金の優先すべり面が底面であることを考えると、図4(e)で示した集合組織で

は、荷重軸に対する底面すべり系のシュミット因子が大きいことになり、疲労強度に悪影響を与えることを示唆している。すなわちFSP材と後熟処理材では、母材に比較して材料が軟化していること、さらに試験片端部で疲労強度に悪影響を及ぼす集合組織が形成されていることによって、母材よりも低い疲労強度になったと考えられる。図7は、断面上的の硬さ分布と試験片断面の相対的な位置関係を示している。図7(a)がFSP材、(b)が後熟処理材であり、図中の破線が攪拌部の境界、実線が試験片断面である（実際

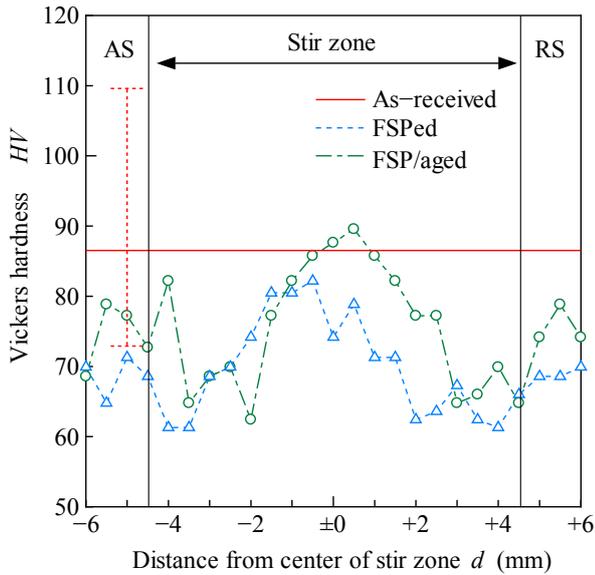


図5 板厚中央における硬さ分布.

の試験片は研磨によって角が丸くなるので、その形状が実線で示してある). また赤い×印が疲労き裂発生箇所を示している. 図より、まずは後熱処理によって硬さが全体的に上昇していることが確認できる. また、特に後熱処理材では、き裂発生位置が最軟化部と一致していないことに注意する必要がある. これは、疲労き裂発生を支配するのが硬さだけではなく、上述のような集合組織も一因となっていることを示唆している. なお詳細な破面観察の結果、野

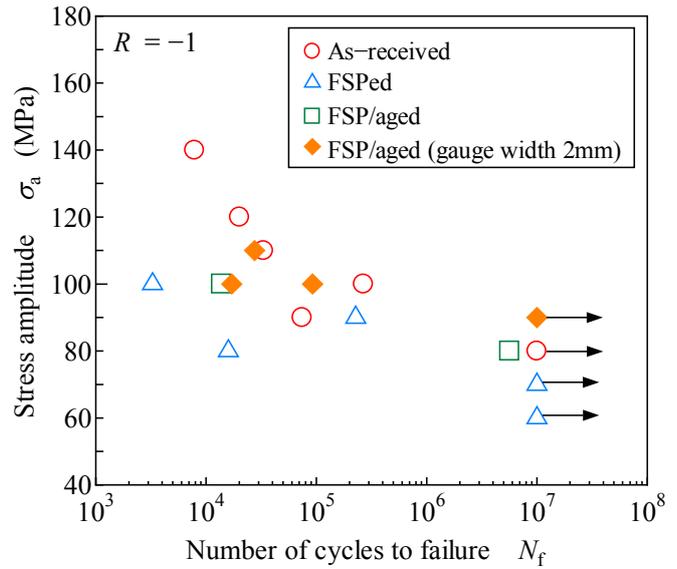


図6 S-N曲線.

口ら²⁾が指摘したようなIMCはき裂発生起点では確認されなかった.

図5および図7 (b)の硬さ分布では、後熱処理によって母材程度までに硬さが上昇しているのは中心近傍の狭い領域であった. また、図4では攪拌部の中央で優先すべり面である底面が、横断面に対して平行(荷重軸に対して垂直)であり、疲労負荷荷重に対してすべりは作動しにくい.

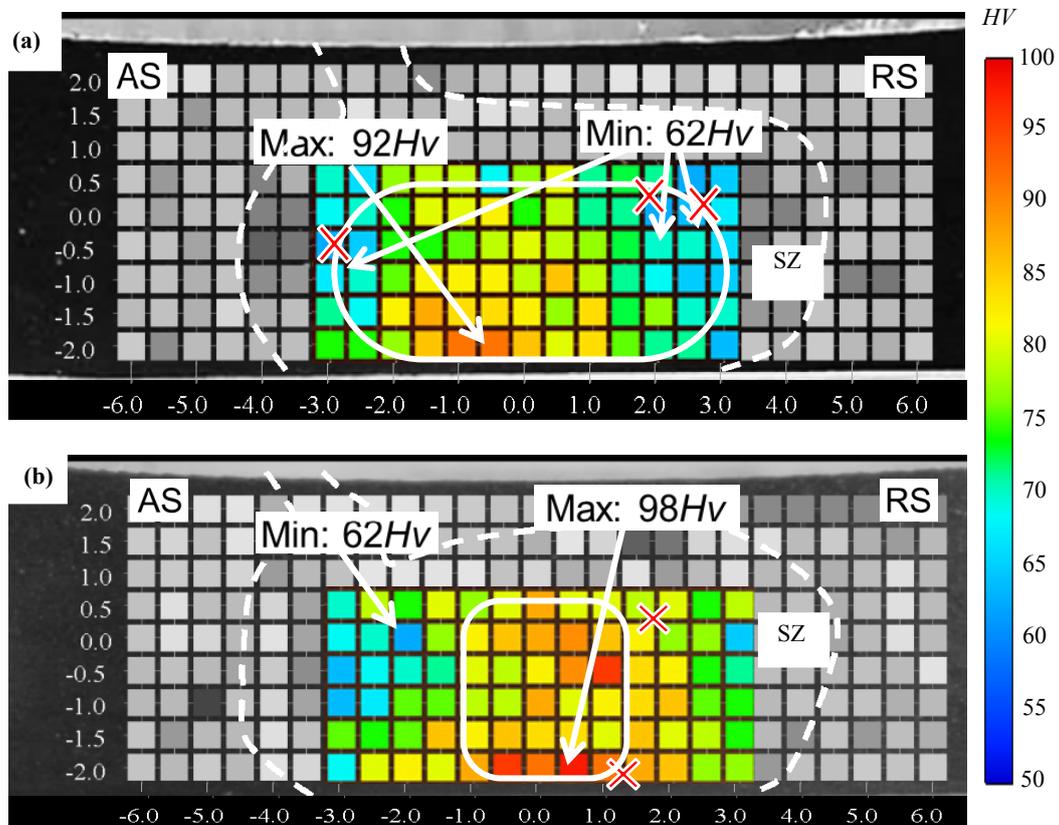


図7 断面における硬さ分布と疲労き裂発生位置: (a) FSP材, (b) 後熱処理材. ×印がき裂発生位置を示している.

そこで、試験片断面と時効による硬さ上昇部位、底面が荷重軸に対して垂直となる部位が一致するよう、試験片平行部を2mmに減じた試験片を作製し、疲労試験に供した。すなわち、試験片断面は図7(b)中の実線のようになる。その疲労試験結果は図6中に◆印で示してあるが、母材よりも疲労強度が若干向上していることがわかる。すなわち集合組織や硬さ分布に応じて選択的に試験片を取得することで、母材よりも高い疲労強度が得られた。しかしながら、母材に対する強度上昇の度合いはわずかであり、試験片端部付近でシュミット因子の大きな組織が存在しているためと考えられる。

4. まとめ

本研究では、Caを添加した難燃性Mg合金AMX602に摩擦攪拌改質(FSP)を施し、微視組織、集合組織、機械的性質および疲労強度に及ぼすFSPと後熱処理の影響について検討した。得られた結果は以下の通りである。

1. AMX602の納入材にFSPを施すことにより、粗大な金属間化合物(IMC)は粉碎され、結晶粒が微細化するとともにIMC分布も均一化された。しかし、硬さや引張り強さはFSPによって低下した。後熱処理はFSP材の機械的性質を向上させたが、それでも母材よりも低強度となった。
2. 結晶方位解析により、納入材には圧延面に対してhcp構造の底面が平行となる集合組織が形成されていることが判明した。FSPによって集合組織は変化し、底面が回転するプローブの周方向に平行となる集合組織が形成された。
3. 疲労き裂は、必ずしも硬さが最小となる部位で発生す

るわけではなかった。これは、底面が荷重軸方向に対して45°に近いような角度を持った集合組織が疲労き裂発生に影響を与えるためである。

4. 機械的性質と同様、FSP材の疲労強度は母材よりも低下したが、これは軟化と集合組織に起因している。後熱処理によって疲労強度は母材と同程度まで向上したが、わずかに低かった。しかし、硬さが母材と同程度となっている箇所から試験片を採取した場合、疲労強度は母材よりも向上した。

謝 辞

本研究を遂行するにあたり、平成27年度の公益財団法人天田財団による研究助成を受けた。ここに記して謝意を表する。

参考文献

- 1) M. Sakamoto・S. Akiyama・K. Ogi: Journal of Materials Science Letters, 16 (1997), 1048.
- 2) 北原陽一郎・池田健介・島崎洋明・野口博司・坂本 満・上野英俊: 日本機械学会論文集(A編), 72-717 (2006), 661.
- 3) K. Masaki・Y. Ochi・K. Kurata・T. Hirasawa・T. Matsumura・Y. Takigawa・K. Higashi: Materials Transactions, 46 (2008), 1148.
- 4) T. Sakai・S. Kikuchi・Y. Nakamura・N. Ninomiya: Applied Mechanics and Materials, 782 (2015), 27.
- 5) S. H. C. Park・Y. S. Sato・H. Kokawa: Metallurgical and Materials Transactions A, 34 (2003), 987.
- 6) S. H. C. Park・Y. S. Sato・H. Kokawa: Scripta Materialia, 49 (2003), 161.