

# 多軸鍛造を施したマグネシウム合金のミクロ組織と力学特性に 関する統一的理解

都城工業高等専門学校 機械工学科

教授 高橋 明宏

(平成 28 年度 一般研究開発助成 AF-2016021)

キーワード：展伸用マグネシウム合金，多軸鍛造，ミクロ組織，力学特性，変形・破壊挙動

## 1. 研究の目的と背景

マグネシウム(Mg)合金は鉄鋼材料の22%、アルミニウム合金の63%の比重を有し、実用金属中最も軽い金属であることから、構造用材料としての利用が期待されている<sup>1)</sup>。特に自動車、航空宇宙、船舶、鉄道などの交通輸送機器を軽量化することによって、燃費向上に大きく寄与できる。しかしながらMgの結晶構造は最密六方晶であり、室温での塑性加工がやや困難であるという欠点がある。最密六方晶のすべり系には底面すべり系、柱面すべり系および錐面すべり系があるが、その中で室温下において底面すべりの臨界分解せん断応力CRSSが最も低い<sup>2)</sup>ため、底面すべりは容易に活動する。しかし他二つのすべり系が高温下にならなければ活動しにくいといった特徴を持つ。故に、体心立方構造や面心立方構造の金属材料に比べて、Mg合金への実用的な圧延や押し出し加工への適用は冷間加工では10~20%が限度<sup>3)</sup>といわれ、熱間加工では573~673K(300~400℃)程度で完全な再結晶組織状態となり573K(300℃)以下では冷間加工の性質となる<sup>4)</sup>とされている。とはいえ機械構造・機構の軽量化が期待されており、大幅な実用化に向けてMg合金の塑性加工性等の改善とそのための加工技術開発が一層重要になってきている。

近年、強加工を施して高ひずみを金属・合金内に導入し、結晶粒微細化によるミクロ組織や特性改善を目指した研究が盛んに行われている<sup>5)</sup>。添加元素を種々変化した材料設計研究ではなく、様々な加工技術(時として加工熱処理技術)をもって特性改善を図ることを目指している。Mgおよびその合金の結晶粒微細化に関する研究として、多軸鍛造(Multi-Directional Forging, MDF)<sup>6)</sup>、ECAP(Equal-Channel Angular Pressing)<sup>7)</sup>、高圧ねじり法(High Torsion Pressure, HTP)<sup>8)</sup>、異周速圧延<sup>9)</sup>がある。これらの中で、最も実用的な強加工技術として多軸鍛造が注目されている。なお、異周速圧延は結晶粒微細化よりも圧延集合組織の改善を主目的になされている。

本研究では多軸鍛造を施した展伸用Mg合金の材料組織学的な統一的理解を目指すことを目的として、ミクロ組織変化、力学的特性の評価および破壊挙動観察を詳細に実施

したので報告する。

## 2. 多軸鍛造

図1は多軸鍛造に関して模式的に示したものであり、圧縮鍛造を3パス実施すると鍛造開始前に戻ることを意味する。多軸鍛造は、矩形の試料の高さを $H_0$ 、縦を単位長さ $a=1$ 、横を $b$ 、圧縮鍛造後の高さを $H$ とすると、 $H$ と $H_0$ の関係を真ひずみ $\epsilon$ を用いて表すと、

$$\epsilon = \ln \frac{H_0}{H} = 0.8 \quad (1)$$

したがって $H_0 = e^{0.8} \cdot H = 2.22H$  ( $e$ はネイピア数)となる。すなわち次式も成立する。

$$1 : b = b : 2.22 \quad (2)$$

$$b = (2.22)^{0.5} = 1.49 \quad (3)$$

そのため、試料における各辺の寸法比が1.00 : 1.49 : 2.22(図1)とすることができる金型を準備すれば、毎回の鍛造パス間の真ひずみ $\Delta\epsilon = 0.8$ を累積させつつ、且つ試料の寸法比を常時一定にできる。更に理論上無限回の鍛造が可能になる。図2は、本研究で採用した多軸鍛造の加工温度プロフィールである。鍛造パスごとに鍛造温度を逐次降温させながら実施したため、必然的に金属学的な動的回復・動的再結晶を形成しながらミクロ組織が変化するという特徴を持っている(降温多軸鍛造)。

## 3. 実験方法

### 3.1 供試材

受入材は、AZ31Mg合金およびAZ70Mg合金の熱間押し出し材である。両合金共に5パスまで多軸鍛造を実施した。AZ31Mg合金の図2における①から⑤までの各温度は、①603K、②573K、③513K、④473K、⑤453Kであり、AZ70Mg合金のそれは①623K、②523K、③493K、④473K、⑤453Kとした。

次に図2に示した各パスごとに形成されるミクロ組織を観察した。4000番までの耐水ペーパーで研磨した後、ダ

ダイヤモンドペーストを用いて鏡面研磨を実施した。その後、エッチング処理を行い、光顕、走査電顕および透過電顕を用いてマイクロ組織を観察した。平均結晶粒径をラインインターセプト法<sup>10)</sup>を用いて計測した。

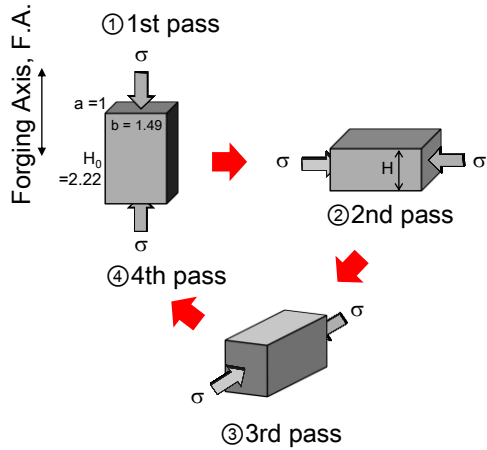


図1 多軸鍛造の概略を示した模式図

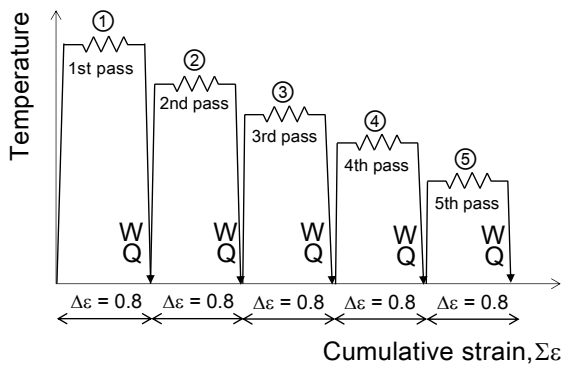


図2 多軸鍛造の加工温度プロフィール

### 3・2 引張試験および三点曲げ試験

図3および図4は、引張試験片および静的三点曲げ試験片の形状および寸法を示したものであり、ともに万能試験機を用いて実施した。図5は、試験片の採取方向を示したものである。引張試験片の評点距離内にひずみゲージを貼付し、それをヤング率および降伏応力の計測用とした。また最終破断までの変形は非接触伸び計を用いて計測した。静的三点曲げ試験片はVノッチを付与した。この形状はシャルピー標準試験片の寸法を参考にした。切欠き先端半径は0.25mmである。両試験ともに荷重負荷速度は1mm/minとした。

試験後の破面観察、および一部について引張試験片の横断面観察を行った。

## 4. 実験結果および考察

### 4・1 ミクロ組織観察結果

図6は受入材（熱間押出材）および多軸鍛造を施したAZ31Mg合金のマイクロ組織の観察結果を示したものである。

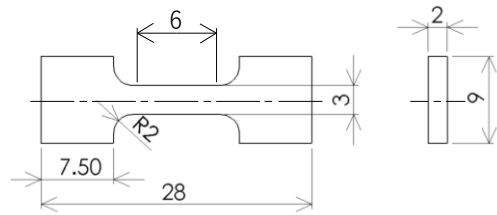


図3 引張試験片の形状および寸法

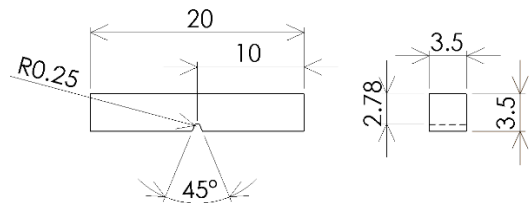


図4 静的三点曲げ試験片の形状および寸法

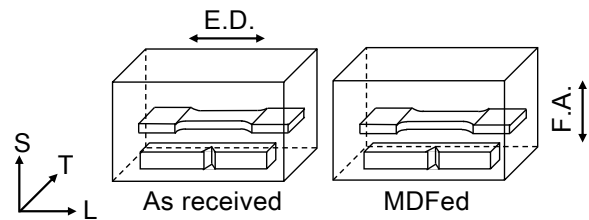


図5 試験片の採取位置

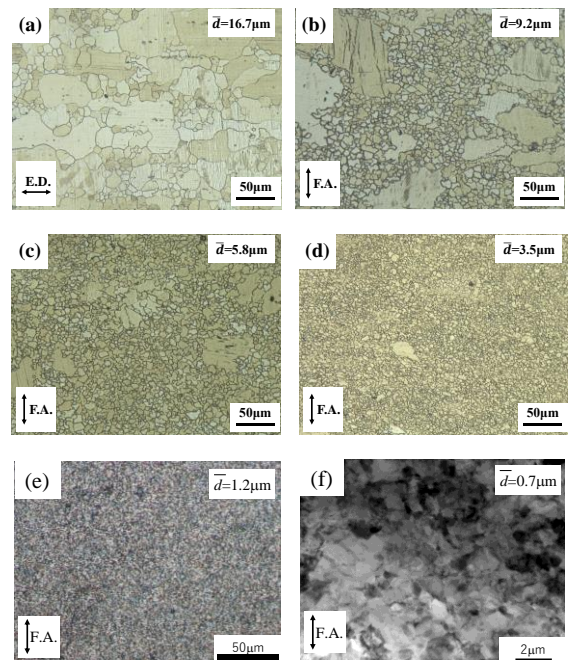


図6 AZ31Mg合金の受入材（熱間押出材）および各パスごとの多軸鍛造材のマイクロ組織

(e)および(f)は走査電顕および透過電顕を用いて観察した結果である。平均結晶粒径は多軸鍛造のパス回数が増えるにつれて小さくなった。またマイクロビッカース硬さ

(3.75N, 15 秒)を測定した結果、多軸鍛造のパス回数が増えると硬度が向上した。掲載は割愛するが、AZ70Mg 合金に関しても同様に結晶粒径が微細化し、硬度が向上した。

#### 4・2 引張試験による応力-ひずみ曲線

図7は、AZ31Mg 合金の受入材および多軸鍛造材の室温下での引張試験より得られた応力-ひずみ曲線である。熱間押出加工の受入材(As-received)は、降伏応力(平均値)が206MPa、破断ひずみ(平均値)が $0.258 \pm 0.002$ であり、いわゆる弾完全塑性体<sup>11)</sup>の応力ひずみ応答を示した。多軸鍛造を1パス実施したときの応力ひずみ応答は、受入材のそれと比較して大きく変化した。降伏応力は顕著に低下し、加工硬化による塑性変形が顕著に現れた応力ひずみ応答になった。その後累積ひずみの増加と共に降伏応力が増加し、 $\Sigma\Delta\varepsilon = 3.2$ (4パス)のところで、受入材よりも降伏応力が若干低くなるものの、引張強さおよび破断ひずみが向上し、引張破壊に対する吸収エネルギーが大幅に増加した。しかしながら累積ひずみ $\Sigma\Delta\varepsilon = 4.0$ (5パス)では受入材に比べ降伏応力と引張強さが向上するものの、破断ひずみが大幅に低下した。AZ70Mg 合金において、降伏応力等の機械的性質の値はAZ31Mg 合金のそれらと相違があるが、受入材と多軸鍛造材が示す応力ひずみ応答の傾向は同じであった。

ところで受入材から1パスの多軸鍛造を行った場合に、降伏応力が大幅に変化した。これは受入材の加工集合組織(熱間押出)が多軸鍛造によってスクラップされた影響が表れているものと考えられる。その後のパス回数の増加に伴う降伏応力および延性の増大は、多軸鍛造による累積ひずみの増加による結晶粒の微細化や転位密度の増加がなされた効果と考えられる。三浦ら<sup>12)</sup>は、AZ61Mg 合金に

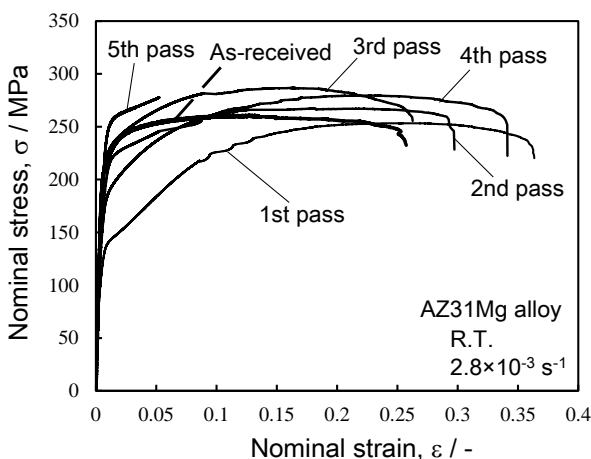


図7 AZ31Mg 合金の受入材(熱間押出材)および多軸鍛造材の室温下での応力-ひずみ曲線

降温多軸鍛造処理を施した場合、高累積ひずみ $\Sigma\Delta\varepsilon = 7.2$ では、顕著な延性値のひずみ速度依存性が現れ、高ひずみ速度になるほど延性が低下すると報告している。小林

<sup>13), 14), 15)</sup>は、長年にわたる材料の機械的性質や破壊に関する研究に基づき、材料強度はひずみ速度や切欠きに大きく依存することを述べている。本研究の結果に関する考察実験は今後の課題としたい。

#### 4・3 静的三点曲げ試験結果

図8は、AZ70Mg 合金の受入材および多軸鍛造材の室温下での静的三点曲げ試験より得られた荷重-変位曲線である。多軸鍛造による累積ひずみの増加に伴い、降伏点荷重が増加したが、累積ひずみ $\Sigma\Delta\varepsilon = 4.0$ (5パス)では、受入材に比べて降伏点荷重と最大荷重が向上するものの、およそ最大荷重点で破断する様子が認められた。この静的三点曲げ試験の結果はAZ31Mg 合金の場合でも同様な結果が得られた。本研究では、V切欠きを付与した三点曲げ試験片を用いているため、切欠き先端での塑性拘束と応力集中による早期破断の要因を含んでおり、定性的であっても総合的な破壊に対する抵抗を判断・理解できるものになっている。

以上、引張試験および静的三点曲げ試験結果から、多軸鍛造は材料の降伏応力の制御手法として期待でき、材料によって適用できる累積ひずみ $\Sigma\Delta\varepsilon$ のオーダーの存在が示唆された。

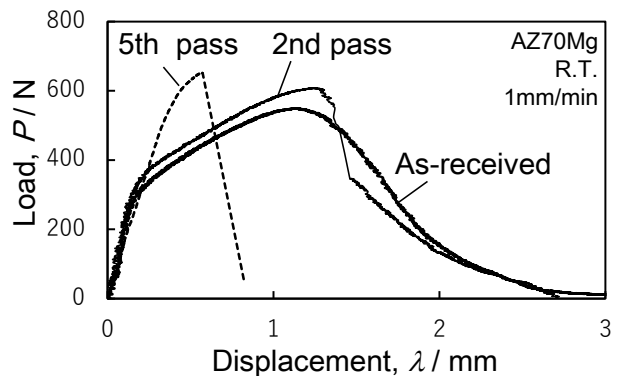


図8 AZ31Mg 合金の受入材(熱間押出材)および多軸鍛造材について室温下での静的三点曲げ荷重-変位曲線

#### 4・4 引張試験後の破面観察結果

図9は、AZ31Mg 合金の受入材および多軸鍛造材の室温下における引張試験後の破面観察結果を示したものである。破面観察方向は引張負荷方向と同調となるように観察した。同図(a)は受入材の破面であり、大小様々なディンプルと、矢印で示した部分では、へき開破壊のような金属結晶学的な状態を反映させた鋭いき裂が紙面に対してやや垂直な方向に深くまで生成しているのが観察された。図7の結果から、多軸鍛造を一回実施した累積ひずみ $\Sigma\Delta\varepsilon = 0.8$ (1パス)の場合、受入材よりも降伏応力が低下したが、破断ひずみは $0.344 \pm 0.018$ になり、平均値で延性が受入材の約1.3倍になった。これは受入材の加工集合組織が多

軸鍛造によって破壊され、図6 (b)に認められるような結晶成長方位がランダムに配列した動的再結晶粒が多数形成し、それらが低い転位密度であるが故に降伏応力の低下

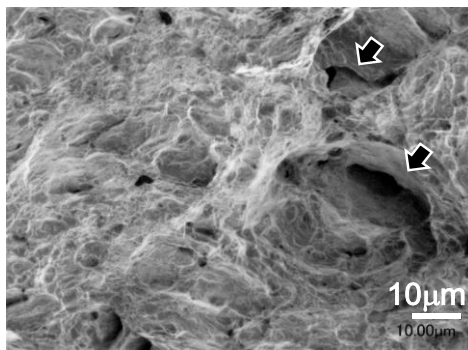
と破断ひずみの増加につながったと考えられる。脆性挙動を呈さず早期破壊を及ぼさない材料に対して、平面ひずみ下における塑性域寸法  $w^{16)}$  は以下の式(4)で表される。

$$\omega = \frac{1}{\pi} \left( \frac{K_I}{\sigma_y} \right)^2 \quad (4)$$

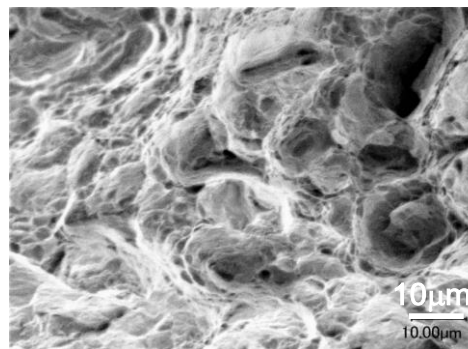
ここで  $K_I$  はモード I の開口き裂モードにおける応力拡大係数であり、 $\sigma_y$  は降伏応力である。降伏応力が低下すると、塑性域寸法  $w$  の値が大きくなるため、き裂発生前に塑性域が大きく広がることを意味する。従って破壊に対する抵抗エネルギーが増大することになる。今後、多軸鍛造処理を受けた Mg 合金について、破壊に対する吸収エネルギーや強度の切欠き先端性状依存性について調査するべきと思われる。同図(c)は累積ひずみ  $\Sigma\Delta\varepsilon = 2.4$  (3パス) の多軸鍛造材の破面であり、同図(a)および(b)よりも等軸に発達したディンプルが多数観察された。これは多軸鍛造が継続されて高累積ひずみ状態においてランダム方位に発達した微細な結晶粒が増大し、ランダムなすべり変形が最終的に等軸ディンプルを形成するに至ったと考えられる。またこの図中に矢印で示したように、微小ではあるが他のディンプルとは特徴があるポイド欠陥が多く観察された。同図(d)は、累積ひずみ  $\Sigma\Delta\varepsilon = 4.0$  (5パス) の多軸鍛造材の破面であり、平坦な破面が観察された(他図と比べ、スケールの大きさが異なる)。また同図(c)と同様なポイド欠陥が高密度で生成しており、それらのポイドが最終破断に影響を及ぼしていることが示唆される。

ところで、AZ31Mg, AZ70Mg 合金の受入材および各累積ひずみを有する多軸鍛造材の引張破面の中で、多様なディンプル破壊が観察された。一般的にディンプル破壊は、材料内部に存在する介在物、微小な第二相粒子(析出物)が核となって生成し、それが成長、合体のプロセスを経て形成される。従ってディンプル内で脆弱な第二相粒子が高い確率で見出される。しかしながら本研究の図6および図9において、介在物および第二相粒子はほとんど観察されなかった。一方でポイド欠陥の存在が特に多軸鍛造材において確認されたため、固溶強化型 Mg 合金については、介在物や第二相粒子に結び付けたポイドやディンプル破壊機構が適用できない。三浦と小林は、AZ80Mg 合金に本研究と同様な降温多軸鍛造を施し、累積ひずみ  $\Sigma\Delta\varepsilon = 4.8$  (6パス) を導入して引張試験にて 5%の塑性ひずみが達成されたことを報告しており、これは動的再結晶による結晶方位のランダム化と室温粒界すべりの結果と結論づけている<sup>17)</sup>。図9 (d)は微小なディンプルが生じているが、ディンプルの大きさが図6 (f)の平均結晶粒径とおおよそ一致し、且つ微小ディンプルのリッジ部が絞られた様相が観察されたことから、室温粒界すべりが多軸鍛造を施した AZ31Mg 合金における支配的な変形機構と考えられる。

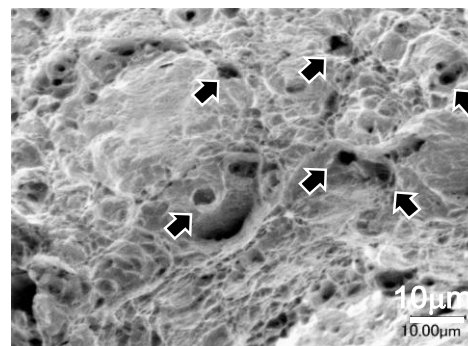
図10は、AZ31Mg 合金の受入材について、破断後の横断面を研磨し、その後エッチング処理してから観察した結



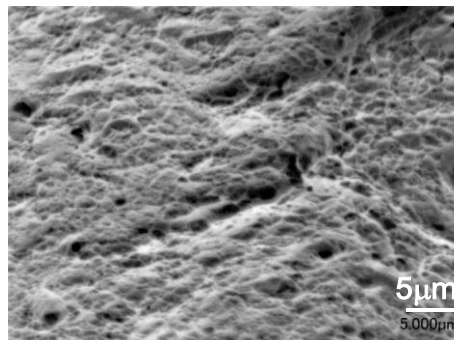
(a) As-received AZ31Mg



(b) 1st pass AZ31Mg



(c) 3rd pass AZ31Mg



(d) 5th pass AZ31Mg

図9 AZ31Mg 合金の受入材 (熱間押出材) および5パス材の引張破面観察結果

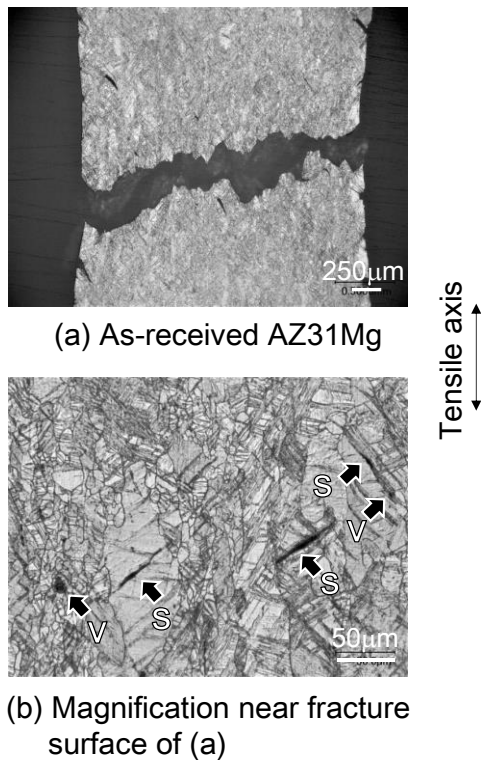


図 10 AZ31Mg 合金の受入材（熱間押出材）における引張試験片横断面観察結果

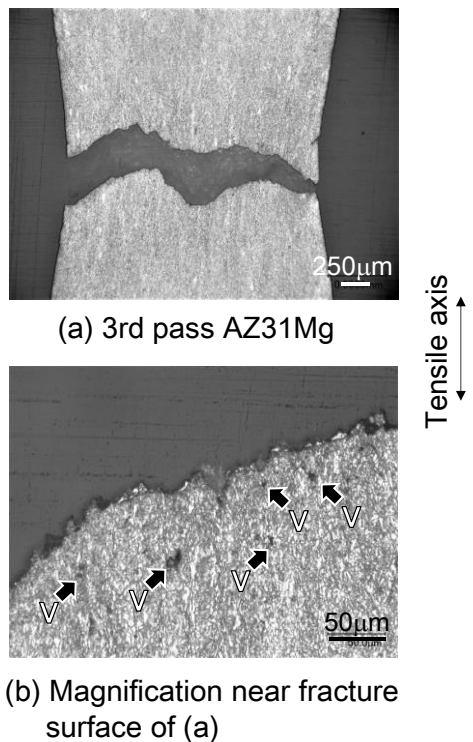


図 11 AZ31Mg 合金の 3 パス材における引張試験片横断面観察結果

果である。同図(a)には破面近傍あるいは特異応力場が生じる試験片稜部に、引張軸と偏向した角度を成す粗大なクラックが観察された。最終的に、これらの粗大クラックが連結して破断したものと推察される。同図(b)は(a)の破面近傍を拡大して観察した結果である。比較的大きい結晶粒の内部で、粗大なせん断的なすべり帯が生じており、それらが様々な傾きを呈した多重すべりの形態を伴っていた。そして同図に矢印『S』で示す箇所で、粗大なすべり帯が高密度に重なったと思われる部分からせん断クラックが生じているのが確認された。また微細な等軸結晶粒の結晶粒界付近から円形状のボイド欠陥が観察され、確認箇所を矢印『V』と示す。結晶粒界あるいは三重点とすべり帯との相互作用によって円形状のボイド欠陥が形成されたのではないかと考えられる。

図 11 は、累積ひずみ  $\Sigma\Delta\varepsilon = 2.4$  (3 パス) の多軸鍛造材の破面の横断面を研磨し、その後エッチング処理してから観察した結果である。同図(a)と図 10 (a)を比較すると、受入材よりも累積ひずみ  $\Sigma\Delta\varepsilon = 2.4$  (3 パス) の多軸鍛造材の方が断面減少の絞り変形が進行していたことがわかった。図 11 (b)は同図(a)の破面近傍を拡大して観察した結果である。図 10 (b)で観察されたボイド欠陥が多数観察された。これは同等の累積ひずみ  $\Sigma\Delta\varepsilon = 2.4$  (3 パス) における図 9 (c)の引張破面において高い頻度で観察できるボイド欠陥と強く関連がありそうに思われる。そのため、多軸鍛造材において、結晶粒界とすべり帯との相互作用(粒界すべり)に基づく円形状のボイド欠陥を生成しやすくなると考えられる。円形状のボイドは粗大なせん断クラックに比べて応力集中が緩和される。さらにボイド間の内部くびれにおける多軸応力状態がせん断応力成分を低くする方向へ促すと考えられる。図 11 (b)からは破壊経路部分でボイド欠陥が粗大化して連結した痕跡が観察され、同図(a)のマクロ的な破損形態は、図 10 (a)の受入材と比較してせん断的な破壊が幾分緩和された分離状態が観察された。

## 5. 結言

本研究では、多軸鍛造を施した展伸用 AZ31Mg および AZ70Mg 合金の材料組織学的な統一的理解を目指すことを目的として、マイクロ組織的な変容、引張と三点曲げ特性評価、および主に AZ31Mg 合金の破壊挙動観察を実施した。本研究にて得られた結果を以下にまとめる。

- 1) 本研究の降温多軸鍛造によって、AZ31Mg および AZ70Mg 合金の結晶粒は微細化した。多軸鍛造は受入材の加工集合組織をスクラップし、動的再結晶を利用したマイクロ組織制御方法といえる。
- 2) マイクロ組織のみに関わらず、多軸鍛造は Mg 合金の降伏応力の制御、ひいてはき裂先端の塑性域寸法を制御する上で有効である。

- 3) 多軸鍛造を施した汎用 Mg 合金の室温における変形・破壊の主要因は、結晶内のすべり帯の活動と粒界すべりであると考えられる。

### 謝 辞

本研究は公益財団法人天田財団の一般研究開発助成 (AF-2016021) によって行われました。ここに付記し、財団および関係各位に深く感謝の意を表します。また豊橋技術科学大学三浦博己教授、小林正和准教授には本研究に関するご支援、貴重なご助言等を賜りました。厚く御礼申し上げます。

### 参考文献

- 1) 日本塑性加工学会：マグネシウム加工技術, (2004), 16.
- 2) 沼倉宏：HCP 金属・HCP 基規則合金中の転位-atomistic な視点から-, までりあ, Vol. 37, (1998), 117-124.
- 3) 小島陽・鎌土重晴：マグネシウム合金の材料特性と加工技術, 工業材料, (2002), 18-24, 日刊工業新聞社
- 4) 加藤健三：金属塑性加工, (1975), 228, 丸善
- 5) M. Umemoto : Nanocrystallization of Steels by Severe Plastic Deformation, Mater. Trans., Vol. 44, (2003), 1900-1911.
- 6) J. Xing, X. Yang, H. Miura and T. Sakai : Mechanical Properties of Magnesium Alloy AZ31 after Severe Plastic Deformation, Mater. Trans. J, Vol. 49, (2008), 69-75.

- 7) H. Watanabe, A. Takara, H. Somekawa, T. Mukai and K. Higashi : Effect of Texture on Tensile Properties at Elevated Temperatures in an AZ31 Magnesium Alloy, Scr. Mater., Vol. 52, (2005), 449-454.
- 8) M. Kai, Z. Horita, T.G. Langdon : Development Grain Refinement and Superplasticity in a Magnesium Alloy Processed by High-Pressure Torsion, Mater. Sci. Eng. A., Vol. 488, (2008), 117-124.
- 9) 井上博史：高比強度・高成形性軽金属板材の研究開発, 軽金属, Vol. 65, (2015), 156-163.
- 10) H. Abrams : Practical Applications of Quantitative Metallography, ASTM STP 504, (1972), 138-182.
- 11) 吉田総仁：弾塑性力学の基礎, (1997), 117, 共立出版
- 12) 三浦博己・松本洗太・小林正和：金型を用いた降温多軸鍛造 AZ61Mg 合金の組織と機械的性質, 日本金属学会誌, Vol. 79, (2015), 295-302.
- 13) 小林俊郎：計装化シャルピー衝撃試験における進歩, 材料, Vol. 51, (2002), 771-779.
- 14) 小林俊郎：先端材料の強度と靱性の展望, ふえらむ, Vol. 4, (1999), 468-473.
- 15) 小林俊郎：アルミニウム合金の強度と破壊の研究, 軽金属, Vol. 54, (2004), 333-347.
- 16) 東郷敬一郎：材料強度解析学, (2004), 92. 内田老鶴圃
- 17) 三浦博己・小林正和：冷間多軸鍛造マグネシウム合金の組織と特性, までりあ, Vol. 54, (2015), 109.