塑性加工プロセス設計による損傷許容性に優れた繊維状組織強化型マグネシウム合金の開発

熊本大学　先進マグネシウム国際研究センター
助教　西本　宗矢
（2023 年度 奨励研究助成（若手研究者枠） AF-2023044-C2）

キーワード：マグネシウム合金，塑性加工，強度・延性，破壊靭性

１．研究の目的と背景

近年，世界的に持続可能な社会の実現を目指して，特にエネルギー問題や資源枯渇などの課題に対する取り組みが重要視されている．これらの問題に対する解決策の一つとして，輸送機器の軽量化による燃費向上が挙げられる．マグネシウム (Mg) 合金は，実用構造用金属材料中最軽量であることから，アルミニウム (Al) 合金に代替することで，一層の軽量化が期待できる．しかしながら，Mg 合金は強度や耐食性が低いことが課題となっている．また構造材料として用いるには，安全性や信頼性の担保のため破壊靭性の改善も必要不可欠である．

長周期積層構造 (LPSO) 型 Mg 合金は，従来の Mg 合金と比べて高強度を示すことから注目を集めている [1]．代表例的な LPSO 型 Mg 合金である $Mg_{97}Zn_1Y_2$ (at%)合金は，α-Mg 母相と LPSO 相の二相から成る合金であるが，押出加工を施すことで，<10$\bar{1}$0> 繊維状集合組織を有する LPSO 相加工粒領域と α-Mg 加工粒領域，そしてランダム配向した α-Mg 動的再結晶粒領域の二相三領域を形成する [2]．このうち，LPSO 相と加工粒が合金の強度に寄与し，動的再結晶粒が延性に寄与すると考えられている．さらに，$Mg_{97}Zn_1Y_2$ 合金押出材は，押出比（相当ひずみ量）を増加させ，LPSO 相の分散度を上昇させることで降伏強度が上昇することが報告されている [3]．しかしながら，押出比を増加させると動的再結晶とそれに続く粒成長により，ある押出比以上では降伏強度は逆に減少することがわかっている．このように，$Mg_{97}Zn_1Y_2$ 合金押出材において，押出比の増加により降伏強度を上昇させるというアプローチには限界があった．そこで，押出プロセスを二段階に分けることで加工発熱を抑え動的再結晶を抑制し，強度に寄与する加工粒の減少をできるだけ緩やかにすることで，一段階の押出での強度上昇の限界点を超えることができるのではないかと考えた．先行研究によって，加工粒面積分率の増加は強度と破壊靭性に寄与し，LPSO 相分散度の増加は強度の上昇に繋がることが明らかとなりつつある [2, 4]．そのため二段押出プロセスを適用することで，α-Mg 加工粒面積分率と LPSO 相分散度の広範囲での制御を試みた．

本研究では，$Mg_{97}Zn_1Y_2$ 合金の強度と延性，破壊靭性の改善を目的に，二段押出加工プロセスを適用するとともに押出条件の最適化を試みた．特に一段目押出比の影響、二段目押出比の影響について詳細に検討した。

２．実験方法

母合金となる $Mg_{97}Zn_1Y_2$ (at.%) 合金鋳造材は高周波誘導溶解炉にてアルゴンガス雰囲気中で溶解し，鉄製の鋳型に鋳込むことで作製した．その後，二段階の押出加工を施すことで押出材を作製した．押出材について熱加工プロセスを表した模式図を図 1 に示す．一段目の押出は，直径 Φ69 mm のビレットを用いて行い，押出条件は押出温度 T_e: 623 K，押出ラム速度 V_r: 0.9 mm s^{-1}，押出比 R3，R5 とした．ここで一段目の押出を施していない場合を便宜上 R1 と表記した．二段目の押出は，直径 Φ29 mm のビレットを用いて行い，押出条件は押出温度 T_e: 583 K，押出ラム速度 V_r: 2.5 mm s^{-1}，押出比 R5，R10 とした．押出時の相当ひずみ $\bar{\varepsilon}$ は，押出比 R によって次式で表される．

$$\bar{\varepsilon} = \ln R \tag{1}$$

よって，二段押出時の相当ひずみを $\bar{\varepsilon}_{\mathrm{total}}$とすると次式によって与えられる．

$$\bar{\varepsilon}_{\mathrm{total}} = \ln(R_{1\mathrm{st}} \cdot R_{2\mathrm{nd}}) \tag{2}$$

ここで，$R_{1\mathrm{st}}$は一段目押出比であり，$R_{2\mathrm{nd}}$は二段目押出比である．以降，各押出材の名称を $(R_{1\mathrm{st}}\mathrm{x}R_{2\mathrm{nd}})$ で表記する．各試料の作製条件と名称を表 1 にまとめた．

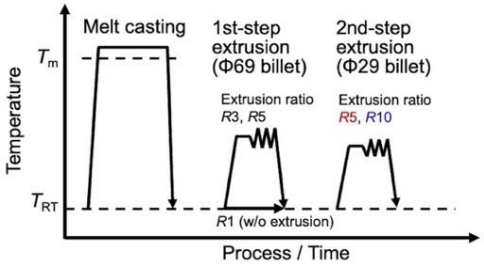


図 1　二段押出プロセスの模式図.

引張試験は，インストロン 5584 型試験機を用いて室温で行った．試験片は丸棒試験片で，平行部の直径が Φ2.5 mm，標点間距離が 12.5 mm とした．試験条件は，初期ひずみ速度 5.0×10^{-4} s^{-1}，クロスヘッドスピードは一定とし，荷重軸方向は押出方向平行とした．

表 1　試料の名称と作製条件.

	Sample name	Extrusion ratio (1st-step)	Extrusion ratio (2nd-step)	Equivalent strain
Single-Ex	*R*1x*R*5	*R*1 (without extrusion)	*R*5	1.6
	*R*1x*R*10	*R*1 (without extrusion)	*R*10	2.3
Double-Ex	*R*3x*R*5	*R*3	*R*5	2.7
	*R*3x*R*10		*R*10	3.4
	*R*5x*R*5	*R*5	*R*5	3.2
	*R*5x*R*10		*R*10	3.9

破壊靭性試験は，油圧サーボ式強度試験機を用い，ASTM E1820-22 に従って弾塑性破壊靭性試験を行った．試験片は三点曲げ試験片であり，試験片厚さ 5 mm，試験片幅 10 mm とした．予き裂導入後，単調負荷試験により破壊靭性試験を行った. 荷重負荷方向は押出方向平行とし，破壊靭性値は *J* 積分法により求めた. 試験の詳細は引用文献 4 を参照していただきたい.

組織観察は，光学顕微鏡，走査型電子顕微鏡 (SEM) で行い，結晶方位解析には電子線後方散乱回折 (EBSD) 法を用いた.

3．実験結果および考察

3.1　二段目押出加工前の組織

図 2 に，鋳造まま材 (*R*1) および *R*3，*R*5 で押出加工を施した試料の光学顕微鏡像，SEM 像を示す．光学顕微鏡像において，鋳造まま材では，デンドライト状の鋳造組織を示した．一方で *R*3，*R*5 で押出加工を施した試料では，押出加工前の組織が再結晶せずそのまま残留した粗大粒（加工粒 (worked grain)）と押出加工中に再結晶することで形成した微細粒（動的再結晶粒 (dynamically recrystallized grain; DRXed grain)）が観察された．動的再結晶粒の粒径は *R*3 で 1.5 μm，*R*5 で 2 μm 程度であった．また，相当ひずみ量の増加に伴い，加工粒は細長く伸長し，動的再結晶の面積分率は増加することがわかった．SEM 像において，暗い領域が α-Mg 相，明るい領域が LPSO 相を表している．LPSO 相の面積分率は押出条件によらず～22%であった．相当ひずみ量が大きくなるほど，LPSO 相は押出方向に引き伸ばされ，分散度が上昇した.

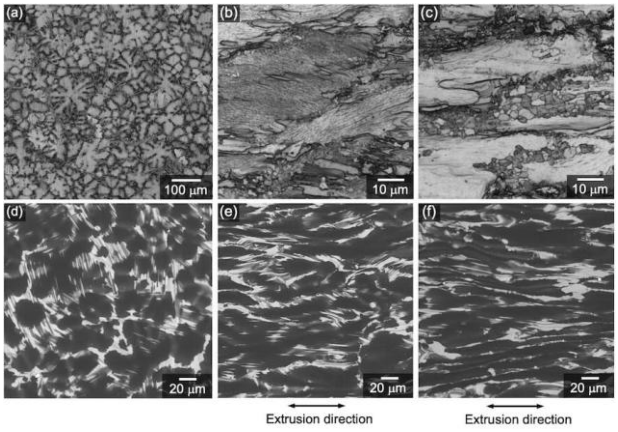


図 2　二段目押出加工前組織の (a-c) 光学顕微鏡像および (d-f) SEM 像: (a, d) As-cast (*R*1)，(b, e) *R*3，(c, f) *R*5.

3.2　一段目押出比が二段押出材の引張特性および組織に及ぼす影響

図 3 に，二段押出材の引張特性を示す．*R*1x*R*5 材と *R*1xR10 材は実質的には一段押出材であるが，以降は一段目を *R*1 で押出加工を施した二段押出材とみなして扱うこととする．図 3 (a) は，二段目押出比が *R*5 の試料の応力-ひずみ曲線である．*R*1x*R*5 材は，降伏強度～350 MPa，伸びは～1.5%ほどであった．*R*3x*R*5 材は，降伏強度が～370 MPa，伸びは～11%まで上昇した．*R*5x*R*5 材は，強度と伸びが *R*3x*R*5 材と比較してさらに高い値を示すことがわかった．図 3 (b) は，二段目押出比が *R*10 の試料の応力-ひずみ曲線である．*R*1xR10 材は，降伏強度～340 MPa，伸びは～8%を示した．*R*3xR10 材，*R*5xR10 材は，*R*1xR10 材と比較して降伏強度の上昇はみられなかったが，伸びが二倍近い値を示すことが明らかとなった.

図 4 に，相当ひずみ量と降伏強度および伸びの関係を示す．二段目押出比 *R*5 の試料では，一段目押出比が大きくなるほど降伏強度 350 MPa から 400 MPa 程度まで増加し，延性も 1.5%から 11%程度まで大幅に向上することが

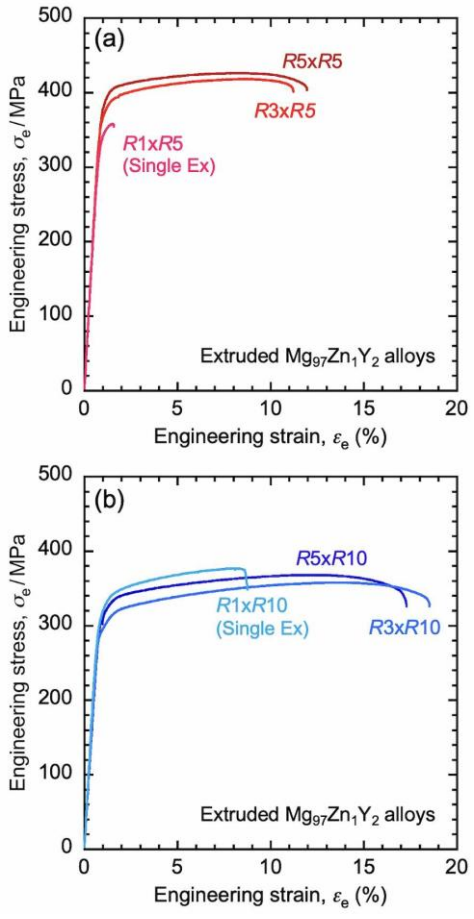


図 3　押出材の応力ひずみ曲線: 二段目押出比 (a) *R*5, (b) *R*10.

わかった．二段目押出比 *R*10 の試料では，一段目押出比が大きくなっても降伏強度は 350 MPa ほどで変化は少なかったが，伸びは 8%から 18%まで増加した．これらの結果から，優れた引張特性を発現させるには，二段目押出加工前に$\bar{\varepsilon}$ = 1.6 ほどの相当ひずみ量を与えておくことが効果的であることがわかった．

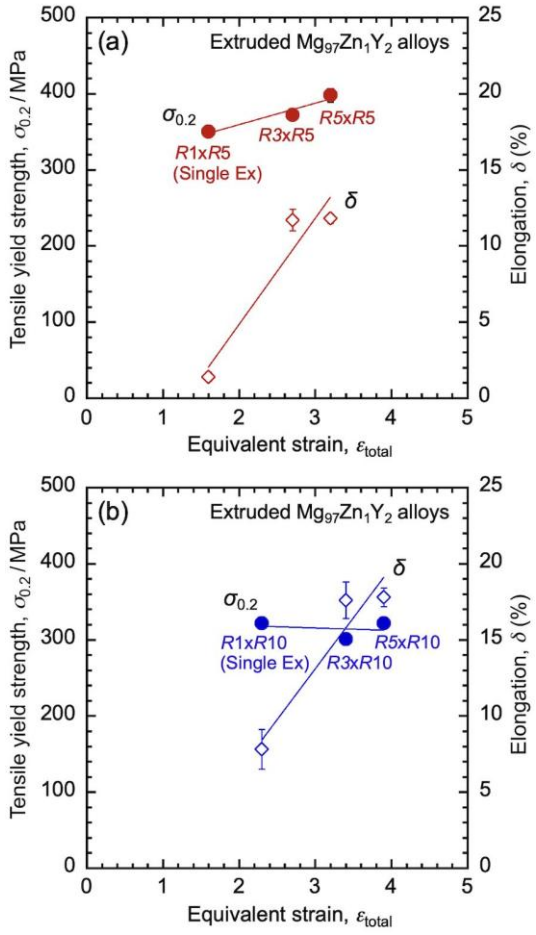


図 4　相当ひずみ量と押出材の降伏強度および伸びの関係: 二段目押出比 (a) *R*5, (b) *R*10

図 5 に，*R*1x*R*5 材，*R*3x*R*5 材，*R*5x*R*5 材の光学顕微鏡像，SEM 像，逆極点方位 (IPF) マップを示す．*R*1x*R*5 材は，α-Mg 加工粒面積分率は～60%であり，動的再結晶粒の粒径は 0.9 μm ほどであった．*R*3x*R*5 材，*R*5x*R*5 材では，LPSO と α-Mg 加工粒が押出方向に伸長し，分散度が増加した．一方で動的再結晶が進むことで α-Mg 加工粒の面積分率は減少した．動的再結晶粒粒径は 1–2 μm ほどで微細結晶粒を保っていた．IPF マップにおいて，加工粒では，hcp 結晶における (0001)面や $(2\bar{1}\bar{1}0)$面などの $<10\bar{1}0>$軸を晶帯軸とした晶帯面が押出方向に対して平行に切り出した面に露出しており，$<10\bar{1}0>$軸が押出方向に平行となるような集合組織を有することがわかった．一方で，動的再結晶粒は比較的ランダムな結晶配向を示した．

図 6 に，*R*1x*R*10 材，*R*3x*R*10 材，*R*5x*R*10 材の光学顕微鏡像，SEM 像， IPF マップを示す．*R*1x*R*10 材は，α-Mg 加工粒面積分率は～40%であり，動的再結晶粒粒径は 2 μm ほどであった．*R*3x*R*10 材，*R*5x*R*10 材では，LPSO と α-Mg 加工粒がより細かく分散していることがわかった．α-Mg 加工粒は 20%以下まで減少し，動的再結晶が支配的だった．

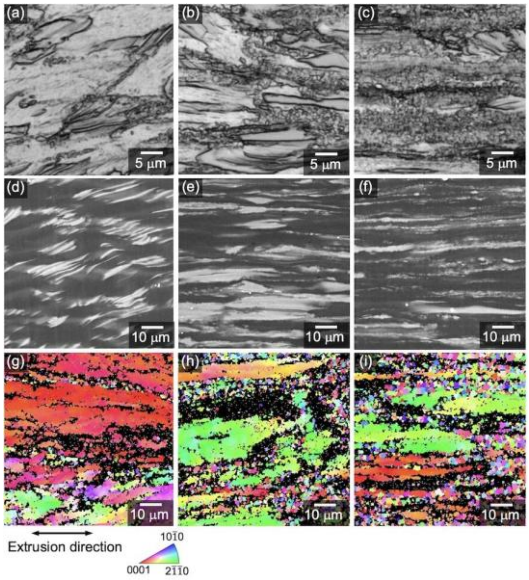


図 5　押出材（二段目押出比 *R*5）の (a-c) 光学顕微鏡像，(d-f) SEM 像，および (g-i) IPF マップ: (a, d, g) *R*1x*R*5，(b, e, h) *R*3x*R*5，(c, f, i) *R*5x*R*5.

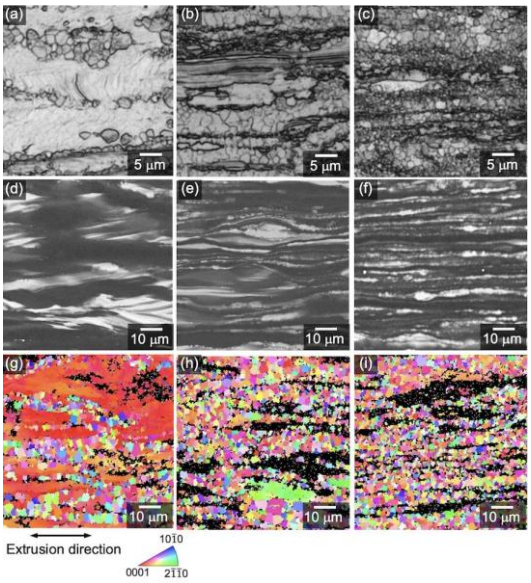


図 6　押出材（二段目押出比 *R*10）の (a-c) 光学顕微鏡像，(d-f) SEM 像，および (g-i) IPF マップ: (a, d, g) *R*1x*R*10，(b, e, h) *R*3x*R*10，(c, f, i) *R*5x*R*10.

図 7 に，相当ひずみ量と動的再結晶粒粒径の関係を示す. 粒径は一段目押出比に対してはそれほど依存しないが，二段目押出比が *R*10 よりも *R*5 の方がより微細になることがわかった．

図 8 に，相当ひずみ量と α-Mg 加工粒面積分率および分散度の関係を示す．面積分率は，およそ相当ひずみ量に依存し，相当ひずみ量が大きくなるほど減少する傾向を示した．加工粒の分散度 D については，次式 (3) を用いて定量化した．

$$D = \sum N_v / \sum L_v \qquad (3)$$

ここで，L_v は押出材の組織において，押出方向に直行するように引いた線の長さであり，N_v はその直線と α-Mg 加工粒もしくは LPSO 加工粒との交点の数である．二段目押出比が $R5$ の場合は，相当ひずみ量が大きくなるほど分散度は増加したが，二段目押出比が $R10$ の場合はほとんど変化しなかった．

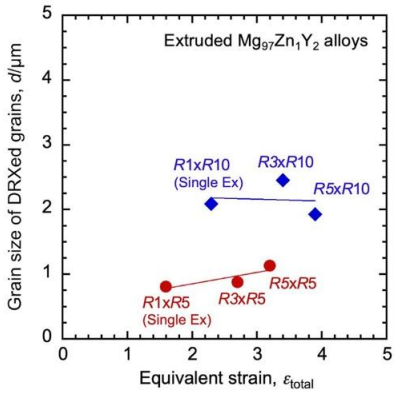


図 7　相当ひずみ量と押出材の動的再結晶粒粒径の関係．

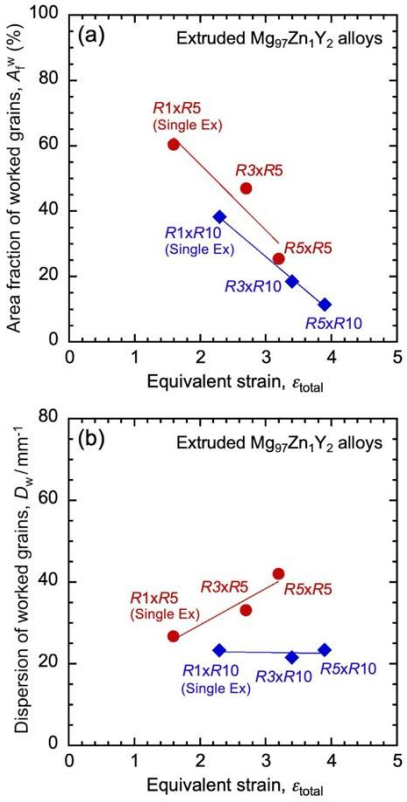


図 8　相当ひずみ量と押出材の (a) 加工粒面積分率および (b) 加工粒分散度の関係．

図 9 に，相当ひずみ量と LPSO 面積分率および分散度の関係を示す．面積分率は相当ひずみ量によらず一定であった．これは LPSO 相が再結晶し難いためである．一方で，分散度は相当ひずみ量に伴い連続的に増加する傾向を示した．図 7 の α-Mg 加工粒と比較して相当ひずみ量の依存性に大きな違いが生じるのは，LPSO 相では再結晶しないため分散度が相当ひずみ量に単純に支配されたのに対し，α-Mg 加工粒では動的再結晶による面積減少の影響を考慮する必要があるためと考えられる．

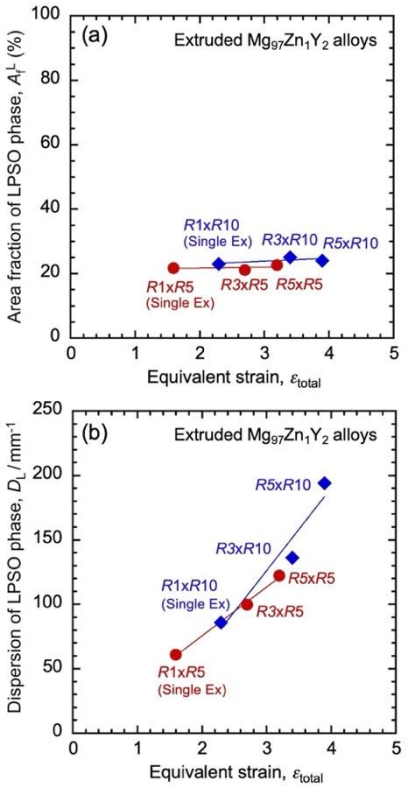


図 9　相当ひずみ量と押出材の (a) LPSO 面積分率および (b) LPSO 分散度の関係．

3.3　押出材の引張特性に及ぼす組織因子の影響

押出材の引張特性に影響を及ぼす組織因子を明らかにするため，引張特性と組織因子の相関を調査した．図 10 (a) は，降伏強度および伸びと α-Mg 加工粒面積分率の関係を示している．強度は加工粒面積分率が大きいほど高くなる傾向を示したが，ばらつきは大きく必ずしも加工粒面積分率のみに依存するわけではないことがわかった．一方で，伸びは面積分率に対して強い相関を示し，加工粒面積分率が少なくなるほど増加することがわかった．これは，加工粒面積分率の減少に伴い，延性に寄与する動的再結晶粒面積分率が相対的に増加したためと考えられる．

図 7 (b)は，降伏強度および伸びと LPSO 分散度の関係を示している．降伏強度については，ばらつきが大きく，$D = 120\ \mathrm{mm^{-1}}$ までは強度が上がっている試料もあるが全体的には減少傾向にあった．伸びは LPSO 分散度が高いほど

増加する傾向を示した．これらは，LPSO 分散度が高くなることで，割れの起点になるような粗大な LPSO 相が減少したことや，LPSO 分散度が過度に高くなった試料では，同時に動的再結晶が進んでいることも反映されていると考えられる．

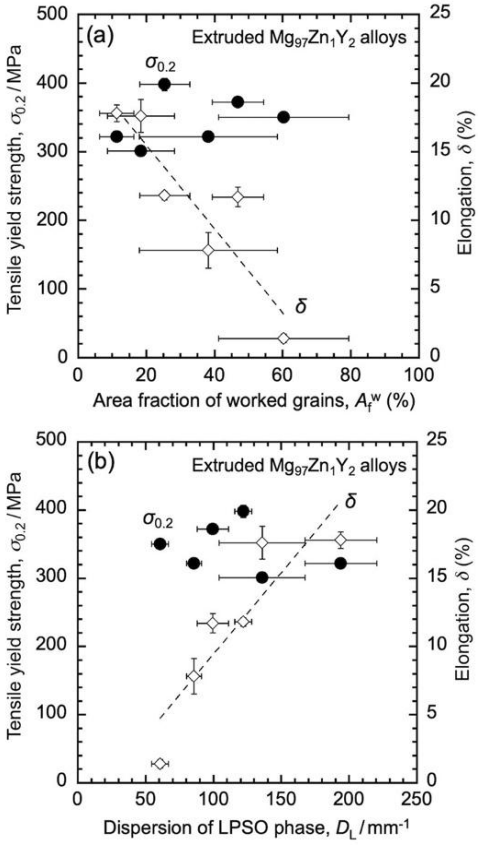


図 10　押出材の (a) 加工粒面積分率と降伏強度，伸びの関係．(b) LPSO 分散度と降伏強度，伸びの関係．

3.4　破壊靭性の評価

強度と延性に優れた二段押出材について，破壊靭性試験を行い，破壊靭性を評価した．図 11 に，本研究で作製した試料の特性の位置づけを示す。Mg 合金の比強度と破壊靭性の関係に加えて 7000 系 Al 合金の値[5]もプロットしている．今回開発した二段押出材の破壊靭性は，Mg 合金の中でも比較的優れた値を示し，また比強度は高強度 Al 合金よりも高い．このように，二段押出加工プロセスを適用することで，強度と延性，さらに破壊靭性を両立した合金を作製することが可能であることがわかった．

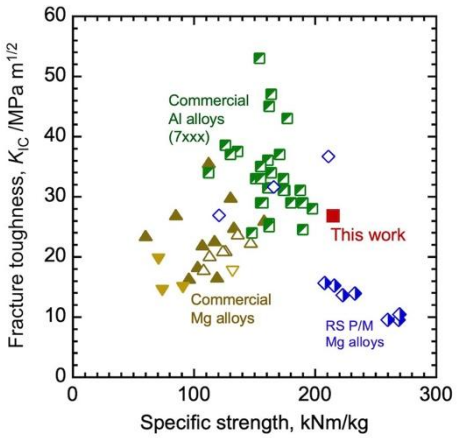


図 11　比強度と破壊靭性の関係 [4,5].

4．結言

$Mg_{97}Zn_1Y_2$ 合金の強度と延性，破壊靭性の改善を目的に二段押出加工プロセスによる組織制御を試みた．その結果，二段目押出加工の前に$\bar{\varepsilon}$ = 1.6 以上の相当ひずみ量を与えておくことが，高強度と適度な延性，靭性を兼ね備える $Mg_{97}Zn_1Y_2$ 合金押出材の開発に繋がることがわかった．このような特性の発現には，押出加工中の動的再結晶を適度に抑えつつ，LPSO 相の分散度を高めることが重要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 2023 年度奨励研究助成（若手研究者枠）(AF-2023044-C2) により実施されました．また本研究の遂行にあたり共同研究者として熊本大学学部生の安倍颯人君に尽力いただきました．ここに深く感謝の意を示します．

参考文献

1）　Y. Kawamura, M. Yamasaki, Mater. Trans. 48 (2007) 2986–2992.
2）　M. Yamasaki, K. Hashimoto, K. Hagihara, Y. Kawamura, Acta Mater. 59 (2011) 3646–3658.
3）　M. Hirano, M. Yamasaki, K. Hagihara, K. Higashida, Y. Kawamura, Mater. Trans. 51 (2010) 1640–1647.
4）　S. Nishimoto, T. Yasuda, K. Hagihara, M. Yamasaki, J. Alloy. Compd. 1036 (2025) 182027.
5）　ASM Handbook Committee, Fatigue and Fracture, ASM Int., 19 (1996).