マグネシウム合金展伸材の集合組織

村上 雄*

Journal of Japan Institute of Light Metals, Vol. 52, No. 11 (2002), pp. 536-540

Texture in magnesium wrought alloy

Takeshi MURAKAMI*

Keywords: magnesium wrought alloy, texture, bendability, deformation twinning

1. はじめに

溶解雰囲気の改善と耐食性が良好な高純度合金の開発以来、マグネシウムダイカストあるいはチクソ製品の需要の伸びが著しい。自動車部品ばかりでなく、携帯電話、ビデオプロジェクト、ノートパソコンなど身近な製品にも採用されている。しかし、展伸材の利用は依然として増える兆しはない。これは、常温での成形性が低いためである。高温での加工熱処理により結晶粒を微細化すれば展伸材の延性を高めることが可能であり、超塑性を発現する合金もある¹⁾。もし、アルミニウムのように、常温で成形が容易であれば、使い勝手がよくなり、その軽量性とあいまって使用量は伸びるであろう。

再結晶粒の微細化を図ると同時に、塑性異方性が著しいマグネシウムの場合には、加工に際して集合組織についての考慮も必要と考えられる。しかし、同じ六方晶金属のチタンと比較すると、集合組織の研究例は少ない。最近、系統的研究が始まったばかりである。ここでは、マグネシウム展伸材の集合組織について、これまでに明らかになっていることをまとめ、今後の研究の一助としたい。

2. すべりと変形双晶

マグネシウムは六方晶構造であり、軸比 c/a は最密充填の理想値1.633に近い。主なすべり面は最密面の(0001) (底面)で、すべり方向は最密方向の a 軸方向である。図1に底面すべりを模式的に示す。底面内には3つのすべり方向があるが、独立なすべり系は2つである。底面内ですべりが起こる限り、 c 軸方向のひずみは生じない。マグネシウムでは底面すべり以外に錐面すべりおよび柱面すべりが起こり、これらを非底面すべりと呼ぶ。しかし、室温から250℃までは、非底面すべりの臨界分解せん断応力は底面すべりに比べて大きく、底面すべりの方が活動しやすい^{2),3)}。

一般に、金属多結晶が自由に均一に変形するためには、各結晶粒内で最低5つの変形機構が働かなければならない(ひずみテンソルの成分は6個あるが、体積変化がないとすると

図1 六方晶金属の底面すべり。せん断ひずみは約1.6

独立な成分は5つとなる)。立方晶の場合はこの条件が満たされるが、マグネシウムの常温での変形の場合、底面すべりだけでは変形をまかないきれない。そこで、変形双晶や非底面すべりの活動、粒界すべりなど⁴⁾、その他の変形機構が重要になる^{2),3)}。

図2に六方格子を表す六角柱を母相の a 軸方向から見た模式図を示す。 c/a を純マグネシウムの1.6236として描いてある。双晶面は紙面に垂直である。双晶面を境にして対称な格子、すなわち双晶を描くと破線のようにになる。三角比を使った計算により、あるいは作図して長さを測ると、 c 軸方向には6.5%の伸長が、横方向(母相の柱面法線方向)には6.4%の収縮が生じることがわかる。せん断ひずみは0.2と小さいが、方位変化は86°(約90°)と大きい。図3は双晶変形前後の六角柱の様子を立体的に示す。双晶変形ではすべりと異なり、せん断方向は一方方向である。図2および図3より、マグネシウムの変形双晶は c 軸方向の引張か、あるいは柱面法線方向への圧縮によって起こることがわかる。

図4はAZ31B-O材の板を曲げたときに観察された変形双晶を示す。双晶が形成されない結晶粒もあり、双晶が連続的に連なって帯状の組織を形成する⁵⁾箇所も認められる。変形双晶は焼なまし双晶と異なり、幅が狭い。双晶変形後、双晶内ですべりや双晶変形が起こるので、双晶境界は波状になる。

種々の方位の純マグネシウム単結晶について、常温で平面ひずみ圧縮したときの応力-ひずみ曲線を図5に示す⁶⁾。平

* 帝京科学大学 (〒409-0193 山梨県北都留郡八ツ沢2525)。Teikyo University of Science & Technology (2525 Yatsusawa, Uenohara-machi, Kitatsuru-gun, Yamanashi 409-0193).

受理日：平成14年6月3日

図2 純マグネシウムの変形双晶。母相（実線）の a 軸方向から見た模式図

図3 双晶変形前後の六角柱の模式図

図4 AZ31B-O 板の曲げ軸に垂直な断面でのマイクロ組織。板厚1.8 mm, 曲げ半径 3 mm, 引張側（著者による）

図5 平面ひずみ変形の際の純マグネシウム単結晶の応力-ひずみ曲線⁶⁾

面ひずみ試験では、金型の溝の中に置かれた試料は金型によって拘束されているが、圧縮軸方向と拘束力の方向の両方に垂直な方向へは自由に变形できる。図5中の六角柱の模式図が示すように、単結晶の方位によって変形挙動は大きく異なる。方位AおよびBは以下で示す圧延集合組織の成分と同じ方位である。方位AおよびBともに、加工硬化が変形初期から起こり低ひずみで破断する。方位CおよびDでは、双晶とともに変形帯が生成する。方位EおよびFでは変形双晶の生成が観察されている。底面が圧縮軸に対して45°傾いている方位Gでは、底面すべりが活動しやすく、加工硬化はゆるやかである。単結晶の塑性変形が方位によって大きく異なるので、多結晶の異方性も大きい。塑性異方性は変形温度および合金化によって大きく変化する。

3. 加工集合組織

図1のように、すべり変形だけでは、変形前後で方位変化は起こらない。一軸引張の場合は、図6(a)に示すように、つかみ部は試料の両端を一直線上に保つように拘束する。引張変形に伴い、試料中心部ではすべり方向が引張軸に平行になるように方位が変化していく。これを結晶回転と呼ぶ。中心部とつかみ部の間における格子の連続性を保つために、実際には変形帯やキンクバンドなどが形成される。もっと微視的には、複雑な転位組織が形成される。圧縮の場合には図6(c)に示すように、すべり面は圧縮面に平行になるように結晶回転する。実際の加工では、圧延ではロールにより、押出では金型により、各加工様式に特有の拘束を受けるので、それぞれ特徴ある集合組織が形成される。

圧延では、圧延方向への引張応力、圧延面法線方向への圧縮応力が働くと考え、マグネシウムの底面すべりの活動で形成される集合組織は、底面が圧延面に、すべり方向が圧延方向に、それぞれ平行になる方位と予想される。図7は純マグネシウムを100°Cで80%圧延したときの底面および錐面の極点図を示す⁸⁾。圧延面に底面が、圧延方向にすべり方向

図6 引張および圧縮による結晶回転⁷⁾ 図7 純マグネシウムを100℃で圧延率80%圧延したときの極点図⁸⁾。●は{0001}<11-20>方位を示す

が平行な{0001}<11 $\bar{2}$ 0>優先方位が生成している。この優先方位は理想的優先方位とかマグネシウム型と呼ばれている。以下では、底面集合組織とする。底面集合組織は板の表面で生成しやすく、板の内部に入るにつれて底面の極が圧延方向に向かって傾き、集積点が2つに分離し、ダブルピークと呼ばれている集合組織が顕著になる⁹⁾。底面集合組織が板表面で生成しやすいのは、圧延表面付近の変形は、せん断変形に近くて底面すべりが起こりやすく、変形双晶が生成しにくいと考えられる。

マグネシウムの集合組織は加工温度、合金化および中間焼なましの有無などの加工履歴や熱処理、加工速度によって変化する。表1はAZ31Bマグネシウム合金の圧延集合組織に及ぼす圧延条件の影響を示す¹⁰⁾。パス回数が多いとき、および圧延率が高いときにダブルピークになりやすい。

ダブルピークが著しい例として、図8にMg-Li合金板の集合組織を示す¹¹⁾。マグネシウムへのリチウムの添加により軸比は小さくなり、延性は高くなる。ダブルピークの圧延集合組織は、冷間圧延されたMg-5.2 mass%Li合金、Mg-1.5 mass%Mn合金、AZ31合金、熱間押し出された純マグネシウム、Mg-6.0 mass%Ce合金、Mg-5.2 mass%Th合金においても認められており^{12),13)}、むしろシングルピークの底面集合組織は板表面以外ではまれである。ダブルピークの生成には、錐面<c+a>すべり(バーガースベクトルは $1/3\langle 11\bar{2}3 \rangle$)が関与していることが、底面すべり、錐面<c+a>すべり、変形双晶の臨界分解せん断応力の比を変化させて方位変化および変形挙動をシミュレーションし、実験結果と比較する手法によって明らかになっている¹⁴⁾。TEM観察によって、錐面<c+a>転位が観察されている¹⁵⁾。なお、図8において、TD方向に分離したピークはチタンで観察されるものと同様

図8 -43℃で90%圧延したMg-6.3 mass%Li合金板の極点図¹¹⁾。●および○は、それぞれ{0001}<11 $\bar{2}$ 0>および{0001}<10 $\bar{1}$ 0>方位をTDのまわりに±20°回転した方位の理想方位を示す。◇は{0001}<10 $\bar{1}$ 0>方位をRDのまわりに45°回転した方位の理想方位表1 AZ31B合金板の圧延集合組織に及ぼす圧延条件の影響¹⁰⁾

圧延温度(℃)	圧延率(%)	パス回数	集合組織
16	20	5	シングルピーク
93	20	5	シングルピーク
93	40	10	ダブルピーク
204	20	5	シングルピーク
204	40	10	ダブルピーク
427	20	2	シングルピーク
427	40	5	シングルピーク
427	60	9	シングルピーク

の方位である。

図7および図8の底面の極点図ではシングルかダブルのピークで、一見、集合組織は単純のようである。しかし、それぞれの錐面の極点図をみると、実際は複雑な集合組織であることがわかる。

4. 再結晶集合組織

一般に、再結晶の際に変形集合組織と特定の方位関係にある成分の再結晶集合組織が生じる。同じ六方晶金属のチタンではc軸まわりの30°の回転関係があることが知られており、マグネシウムでも同様の方位関係があることが示唆されている¹³⁾。データを検討してみると、いくつか上記の方位関係が観察されている例がある。たとえば、450℃で圧延したAZ31B板の表面の{0001}<11 $\bar{2}$ 0>集合組織が250℃、3hの焼なましで{0001}<10 $\bar{1}$ 0>集合組織に変化することが報告されている¹⁶⁾。<0001>のまわりに30°の回転関係があっても、圧延集合組織が<0001>まわりの方位分散を伴うので(図7)、方位関係がはっきり現れないと考えられる。また、熱間圧延中に再結晶するため<0001>まわりの方位分散が生成することも考えられる¹⁷⁾。

変形双晶の先端あるいは交差点は再結晶の核生成サイトとなる¹³⁾。単結晶に変形双晶が生成するバリエーションは6つあり、生成した双晶内ですべりや双晶が起こること、また、変

図9 板面法線に垂直な方向への圧縮

形集合組織と再結晶集合組織の間に特定の方位関係があるとすると、変形と再結晶でランダムな集合組織が得られる可能性があると思われ。そこで、双晶変形と再結晶による方位変化を利用して、マグネシウム板の集合組織をランダム化する試みもなされている^{18),19)}。50年以上も前の研究であるが、実験室レベルでは達成されているので、その一部を引用すると、まず、冷間圧延と焼なましの繰返し、ローラーレベラ、表面粗化、ショットピーニングによる変形双晶の生成と焼なましによる試みは成功しなかった。比較的ランダムとなったプロセスの一つは以下のとおりである。図9に示すように、Mg-1.5 mass%Mn合金の板厚2.5 mmの板を、座屈を防ぐために木板の間に、RD（圧延方向）およびTD（圧延横方向）方向に圧縮して変形双晶を生成させる。このとき底面の極は極点図周辺部に移動する（図2、図3）。次に、300℃でND方向（板法線方向）に圧延し、底面集合組織が生成しない圧延率で圧延をやめ、300℃で焼なます。このプロセスで得られた板は、標準のプロセスによる板（引張強さ206 MPa、絞り23%）より、強度は低いが延性がわずかに高かった（引張強さ201 MPa、絞り30%）との報告である。

5. 機械的性質と集合組織との関連性

板表面で底面集合組織が鋭いと曲げ変形の際に割れやすい。底面集合組織は、図2に示したように、曲げ軸が板面内にあるとき、曲げの圧縮側で変形双晶が生成しやすい方位である。図4で双晶が増殖して形成された帯状組織と板表面との交線は凹んでおり、割れの生成と関連があるようである。そこで、板表面を化学腐食で除去した後に曲げ加工すると最小曲げ半径は小さくなる²⁰⁾。さらに、ショットピーニングを施してから焼なますと最小曲げ半径が小さくなる。表2はAZ31板をいったん曲げてから曲げ戻し、逆方向に曲げてまた曲げ戻して（曲げ半径は板厚の15倍）焼なましたとき、さらにこの処理をもう一度繰返したときの引張特性および最小曲げ半径の変化を示す²⁰⁾。X線回折によりランダムな方位の再結晶粒が生成したことが確認されており、ランダム化により曲げ加工性が改善された例である。

図10にAZ80合金押出材の機械的性質の異方性を示す²¹⁾。図中の極点図は中性子線回折によって測定されており、底面が押出方向に平行な成分が主であるが、底面が押出方向に垂直な成分もわずかに検出されている。まず、半径方向より押出方向の方が引張耐力は高いのは、押出方向に引張る場合、底面が引張方向にほとんど平行になりSchmid因子が0に近い値になって、降伏しにくいからである。集合組織が存在することによって、方位がランダムな場合よりも降伏強度が高くなることを集合組織強化²²⁾という。一軸引張の場合は集合組織強化Iと分類されており²³⁾、上記の現象はこれに当ては

図10 AZ80合金押出材の機械的性質の異方性²¹⁾表2 AZ31合金における曲げ、逆曲げおよび焼なましによる最小曲げ半径の変化²⁰⁾（ t は板厚）

	引張強さ (MPa)	0.2%耐力 (MPa)	伸び (%)	最小曲げ 半径
元板を316℃で焼なまし	260	158	21	3.5 t
逆曲げと焼なまし	257	142	23	2.5 t
(逆曲げと焼なまし) × 2	245	110	24	1.2 t

まる。

次に、半径方向よりも押出方向において圧縮耐力が引張耐力より低いのは、図2より明らかなように、 c 軸に垂直な圧縮では変形双晶が生成しやすいからである。10⁷サイクルでの疲労限も、半径方向が50 MPaであるのに対して、押出方向では2倍の100 MPaであり、異方性が著しい。

多結晶の変形の異方性は、引張試験によって求める r 値によって評価される。 r 値は板幅方向の真ひずみと板厚方向の真ひずみとの比であり、板厚方向の変形に対する抵抗性とみなされている。鋼やアルミニウム、チタンでは r 値が大きいと深絞り性は良好であることが知られている。図11に純マグネシウム圧延板の種々の温度における r 値の測定例を示す^{24),25)}。25℃で認められる面内異方性は、図中に示す底面極点図より、TDまわりの方位分散の影響と考えられる。225℃では r 値は大きくなり、25および325℃よりも面内異方性が大きくなる。325℃では面内異方性は消失する。上述のように、マグネシウムでは変形機構に制限があるため、深絞りカップの底縁部での曲げ変形で割れが生じる²⁶⁾。そのため、マグネシウムの r 値を大きくすることはできるが、深絞り性と r 値との対応は認められていない。

図12は純マグネシウムの平面応力の降伏曲線を示す²⁷⁾。集合組織は図11と類似の底面集合組織である。破線で示す等方的な場合と比べると異方性が著しい。一軸の場合より降伏強度が高い方向がある。このような二軸応力下での強化は集合組織強化IIと分類されている²³⁾。

圧縮の場合は圧延方向でも横方向でも降伏強度は引張に比べると低い。理由は図10の圧縮耐力の場合と同じである。構造を軽量化するには、圧縮強度に強く依存する座屈特性が重要であるため、マグネシウムを用いる構造の設計に際して

図11 純マグネシウム板のr値の面内異方性^{24),25)}。圧延温度300°C, 板厚1 mm, r値は5%ひずみで測定。図中の極点図は中心から55°の範囲のもの

図12 純マグネシウム板の平面応力降伏曲線²⁷⁾。80%熱間圧延された板厚6.25 mmの板。破線は等方的な場合を示す

は, 以上のような圧縮特性の異方性を考慮しなければならない²⁸⁾。

マグネシウムは他の金属と比較すると, 耐へこみ強さに優れる²⁸⁾。耐へこみ性は, 鋼玉を一定高さから板の上に落としたときに生成するくぼみの深さで判定される。この際の変形は等二軸引張に近いので, 耐くぼみ性が優れることは, 集合組織強化Ⅱによると考えられる²⁶⁾。

6. おわりに

マグネシウム展伸材の集合組織についての文献調査を行ったところ, 集合組織強化を積極的に利用する方向と, 逆に結晶粒の方位をランダムにして成形性を向上させようとする方向があることがわかった。結晶粒の方位のランダム化と結晶粒の微細化が同時に達成されたら常温での成形性が向上するのではないかと予測される。

板表面の底面集合組織以外は, マグネシウムの集合組織は

複雑であり, 正極点図だけでは解析は不可能である。三次元極点図の測定例²⁹⁾もあるが, 断面すべてを同時に測定する集積試料での測定である。マグネシウムの集合組織は, 板や型材の表面から内部への位置によって変化するので^{9),12)}, 集積試料では方位解析が難しいと考えられる。現在は, EBSP³⁰⁾による集合組織の自動測定が可能であり, 三次元方位分布関数も求められるので, 今後の研究によって, 展伸材の集合組織と特性との関係がさらに明らかになることを期待したい。

参考文献

- 1) 渡辺博行, 向井敏司, 東 健司: 軽金属, **51** (2001), 503.
- 2) 吉永日出男: 軽金属, **21** (1971), 836.
- 3) 佐藤裕之: マグネシウム技術便覧, カロス出版, (2000), 105.
- 4) F. E. Hauser, C. D. Starr, L. Tietz and J. E. Dorn: Trans. ASM, **47** (1955), 102.
- 5) D. J.-P. Adenis and S. L. Couling: Trans. Met. Soc. AIME, **230** (1964), 554.
- 6) E. W. Kelley and W. F. Hosford, Jr.: Trans. Met. Soc. AIME, **242** (1968), 5.
- 7) C. S. Barrett: Structure of metal, McGraw-Hill Co. Inc., (1952), 369.
- 8) 水嶋輝夫, 犀川 浩, 峰岸知弘, 木戸脇孝: 軽金属学会第80回春期大会講演概要, (1991), 321.
- 9) M. J. Phillipe: Mat. Sci. Forum, **157-162** (1994), 1337.
- 10) J. C. McDonald and P. W. Bakarian: Trans. Met. Soc. AIME, **233** (1965), 95.
- 11) 伊藤洋一, 松浦清隆, 田海啓司, 米澤 襄, 成田敏夫: 北海道大学工学部研究報告, No. 162 (1992), 203.
- 12) Dow Chemical Company: Wright Air Development Center Tech. Rept. No. 55-160, Part 3 (1955).
- 13) C. S. Roberts: Magnesium and its alloys, John Wiley & Sons, Inc., (1960), 114.
- 14) S. R. Agnew, M. H. Yoo and C. N. Tome: Acta Mater., **49** (2001), 4277.
- 15) S. R. Agnew, J. A. Horton and M. H. Yoo: Met. Matr. Trans. A, **33A** (2002), 851.
- 16) 大年和徳, 勝田基嗣: 軽金属, **51** (2001), 534.
- 17) 伊藤邦夫: 第50回シンポジウムテキスト, 軽金属学会, (1996), 1.
- 18) C. S. Barrett, F. N. Rhines, C. T. Haller and B. H. Alexander: Final Report on NDRC Research Project NRC-70, Contract OEMsr-1083 (PB-19544), (1945).
- 19) C. S. Barrett, C. T. Haller, Jr: Trans. AIME, **171** (1947), 246.
- 20) R. L. Dietrich: Trans. AIME, **185** (1949), 621.
- 21) M. Hilpert, L. Wagner: J. Mat. Eng. and Perform., **9** (2000), 402.
- 22) W. A. Backofen: Deformation Processing, Addison-Wesley Publishing Co., (1972); 戸澤康壽訳, 「金属塑性と加工」, コロナ社, (1980).
- 23) 金子純一, 菅又 信, 沼 政弘, 西川泰久, 高田秀男: 日本金属学会誌, **64** (2000), 141.
- 24) 伊藤洋一: 北海道大学工学部研究報告, No. 48 (1968), 255.
- 25) 伊藤洋一: 日本金属学会誌, **24** (1970), 866.
- 26) 金子純一: マグネシウムプレス成形セミナーテキスト, 日本マグネシウム協会, (2000), 37.
- 27) E. W. Kelley and W. F. Hosford, Jr.: Trans. AIME, **242** (1968), 654.
- 28) R. S. Busk: マグネシウム製品設計, 軽金属協会マグネシウム委員会訳, 軽金属協会, (1982), 252.
- 29) I. L. Dillamore, P. Hadden and D. J. Stratford: Texture, **1** (1972), 17.
- 30) 梅澤 修: 軽金属, **50** (2000), 86.