AZ80 マグネシウム合金の高温変形集合組織の形成に及ぼす
初期集合組織の影響

金 卷煦*・岡安 和人**・福富 洋志**

Journal of The Japan Institute of Light Metals, Vol. 63, No. 6 (2013), 212-217
© 2013 The Japan Institute of Light MetalsInfluence of the initial texture on texture formation of high temperature
deformation in AZ80 magnesium alloy

Kwonhoo KIM*, Kazuto OKAYASU** and Hiroshi FUKUTOMI**

The texture formation mechanism during high temperature deformation is investigated on AZ80 magnesium alloy. Three kinds of specimens with different initial textures were machined out from rolled plate having a $\langle 0001 \rangle$ texture. Plane strain compression tests were conducted at 723 K, $5.0 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ and strains ranging from -0.4 to -1.0. Development of $(0001) \langle 10\bar{1}0 \rangle$ component is confirmed regardless of the initial texture. It is concluded that the development of $(0001) \langle 10\bar{1}0 \rangle$ component can be attributed to the grain boundary migration during deformation. Besides $(0001) \langle 10\bar{1}0 \rangle$ component, several texture components appeared depending on the initial texture.

(Received October 2, 2012 Accepted February 27, 2013)

Keywords: magnesium alloy, texture, plane strain compression

1. 緒 言

固溶体合金を高温で加工すると、室温での加工とは異なる集合組織が現れることがある。著者等はこれまで Al-Mg 合金^{1), 2)}, Al-Cu 合金³⁾, Fe-Si 合金⁴⁾ 等を対象に、単軸圧縮変形や平面ひずみ圧縮変形を行って集合組織の形成挙動を調べ、室温で通常観察される変形集合組織が変形の初期に形成された後ひずみの増大とともに圧縮面が $\{001\}$ となる集合組織に変化することを見出した。そして、この集合組織変化が、 $\{001\}$ 方位の結晶粒が他方位の結晶粒を消費して成長することによることを実験的に確認し、この挙動は、溶質原子雰囲気の影響によって転位が均一に分布する⁵⁾ と、蓄積エネルギーの結晶方位依存性が高くなることに由来すると考えた^{1)~4)}。

展伸用マグネシウム合金の AZ31, AZ61 そして AZ80 は、常温での成形性が十分ではないため、素材の成形は高温で行うのが通常である。高温加工時に集合組織が形成されるとその後の加工性に影響が生じる。特に、熱間圧延時に導入されることのある底面集合組織は、その後の板材の加工性を損なうため、その形成機構の解明が重要な課題となっている。これらのマグネシウム合金は固溶体硬化の大きい合金であり、それゆえ、上述の FCC ならびに BCC 固溶体合金に見出された機構によって、集合組織が発達している可能性がある。

Al-Mg 合金の研究によって、溶質濃度が高いほど集合組織形成の特徴が明瞭になることが判明した。そこで、溶質濃度の高い AZ80 合金を対象に、著者らは熱間押出によって $\langle 10\bar{1}0 \rangle$ 繊維集合組織が発達した棒材から初期集合組織が異なるように切出して試料を作製し、変形挙動と集合組織の特徴を調べた。その結果、(1) 底面集合組織は初期集合組織によらず形成されること、(2) 変形双晶による (0001) 方位結晶粒の生成が底面集合組織の形成に寄与しうること、(3) 初期集合組織の成分の中には大ひずみ変形後にも残存するものがあること、(4) 変形後に存在する集合組織成分の方位は、いずれも変形に対して安定な方位であることなどを見出した⁶⁾。しかし、初期集合組織の種類は3種類のみであり、双晶による底面方位をもつ結晶粒の生成が困難な場合など、高温加工後の集合組織に存在する結晶方位成分を知るためにさらに初期集合組織を変えた試料について調べる必要が残されていた。そこで、本研究では熱間圧延を行って押出加工とは異なる集合組織を付与した板材を作製し、先の研究で調べた試料とは初期集合組織の主成分が異なる試料を3種類作製した。これらの試料について、変形挙動と集合組織の形成挙動を調べるとともに、前報の結果と比較し、本合金における高温変形下での集合組織の形成機構を検討した。

*横浜国立大学大学院工学研究院 (〒240-8501 神奈川県横浜市保土ヶ谷区常盤台 79-5) [現在: 釜慶大学校工科大学]。Faculty of Engineering, Graduate School of Yokohama National University (79-5 Tokiwadai, Hodogaya-ku, Yokohama-shi, Kanagawa 240-8501) [Present: College of Engineering, Pukyong National University]. E-mail: mrppeng@pknu.ac.kr

**横浜国立大学大学院工学研究院 (横浜市)。Faculty of Engineering, Graduate School of Yokohama National University (Yokohama-shi, Kanagawa)。

2. 実験方法

本研究での供試母材は市販のAZ80鋳造ビレットである。母材インゴットから60×60×40mmの直方体を機械加工により切出し、圧下率を30%として673Kで圧延を行った。Fig. 1は圧延後の集合組織を調べた結果である。圧延面を投影面とし、測定範囲内の平均極密度を1とした等高線で(0001)の極密度分布が示されている。圧延材について報告されている(0001)繊維集合組織の存在が確認できる⁷⁾。

集合組織をもつ圧延板から、切出し方向を変えることによって優先方位の異なる3種類の平面ひずみ圧縮試験片を作製した。寸法は10×10×6.7mmである。Fig. 2は試料の幾何学的特徴を示したもので、図中のRDは本研究で行った平面ひずみ圧縮変形の際の伸長方向である。圧縮面を斜線面で示してある。前報⁵⁾と区別するため、試料名をD, E, Fと呼ぶ。試料Dでは圧縮方向、試料Eでは変形が拘束される方向(平面ひずみ圧縮試験におけるTD方向)、そして試料Fでは伸長方向(平面ひずみ圧縮試験におけるRD方向)がそれぞれ

Fig. 1 (0001) pole figure of the AZ80 rolled plate. Pole densities are projected onto the rolling plane. Mean pole density is used as a unit.

〈0001〉が頻度高く配向した集合組織となっている。いずれの試料も723Kで1h焼なました後試験を行った。

Fig. 3は試料D, EおよびFの変形前の結晶方位分布をEBSD測定を基に圧縮面を投影面として描いた(0001)極点図で示したものである。平面ひずみ圧縮試験は前報と同一の、温度を723K、ひずみ速度を $5.0 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ とし、真ひずみ $-0.4 \sim -1.0$ の範囲で行った。試験の概略をFig. 4に示した。なお、本報では、ひずみ量を真ひずみの絶対値でこれ以降表現する。試験後の組織変化を抑えるため、加工後直ちに試料を油中に焼入れた。試料の板厚の中心部を機械加工および研磨により取出した後、エメリーペーパーならびにシリカ粒子($0.04 \mu\text{m}$)懸濁液を用いて表面を仕上げ、組織観察ならびに集合組織測定を行った。集合組織測定はCuK α を用いたSchulzの反射法により行った。 $\{10\bar{1}0\}$, $\{0001\}$, $\{10\bar{1}1\}$, $\{10\bar{1}2\}$ および $\{11\bar{2}0\}$ の5種類の正極点図を計測した。また、5種類の正極点図をもとに、DahmsとBungeの方法⁸⁾により結晶方位分布関数ODF (Orientation Distribution Function) を定めた。ODFをもとに逆極点図を描いて集合組織の主成分ならびに発達度を決定した。X線を用いた計測に加え、EBSD測定をも行った。EBSD測定は試料に電解研磨を施した上で行った。

3. 実験結果

3.1 変形挙動

Fig. 5は3種類の試料に対して温度723K、ひずみ速度 $5.0 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ 、ひずみ1.0の条件で調べた応力-ひずみ曲線である。応力の最大値は異なるが、いずれの試料においても、

Fig. 2 Preparation of the specimens for plane strain compression.

Fig. 3 (0001) pole figures showing the crystallographic characteristics of the specimens. (a), (b) and (c) show the specimens of D, E and F, respectively. Pole densities are projected onto the compression plane. Mean pole density is used as a unit.

AZ31や先に報告した初期集合組織の異なるAZ80と同様に、加工軟化現象が認められる。DとFはほぼ同一の変形応力を示すが、Eの変形応力はそれらよりも小さいものとなっている。ひずみが0.6を超える付近から、試料の扁平化に伴う摩擦力の増大によると考えられる変形応力の増大が、いずれの試料においても認められる。

3.2 集合組織

3.2.1 試料Dの組織と集合組織

Fig. 6 (a)～(c) は試料Dについてひずみの増大に伴う集合組織の変化を(0001)極点図により示したものである。圧縮面を投影面とし、平均極密度1としてその倍数で極密度の分布が示されている。変形前Fig. 3 (a)には極密度の中心部にみに平均極密度の4倍程度の極密度の集積が認められる。ひずみが0.4の段階で左右端部にも集積が現れ、ひずみが1.0に達すると中心部での極密度が平均極密度16倍を超える水準に達すると同時に、左右端部の極密度も8倍程度まで増大する。2か所の極密度集積位置の間には連続的な極密度の分布はないが、中心部ならびに左右端部いずれにおいても左右方向に極密度の集積の広がりが認められる。

4 μ m間隔で行ったEBSD測定をもとに描いた結晶粒組織図がFig. 7 (a), (b)である。結晶粒の圧縮面の方位が図中の逆極点図に示された色の濃淡で表示されている。また、方位差が15°以上存在する場合に大角粒界が存在するとして黒い太線が描いてある。結晶方位、大角粒界のこれらの表示方法は

Fig. 4 Arrangement of the apparatus for plane strain compression test.

以後現れるすべての結晶粒組織図共通である。図の上下方位が平面ひずみ圧縮変形における伸長方向であるが、結晶粒はその方向には伸長しておらず、粒界移動が生じていることがわかる。(0001)に近い方位の結晶粒が多いのは変形前と変形後、同様であるが、両者の違いは結晶粒の形状である。変形前の結晶粒は等軸形状のものが多く、変形後の結晶粒は、例えば図中に矢印で示したように、複数の結晶粒が連結、すなわち粒界移動によって一方の結晶粒が他の結晶粒全域まで広がったことを示す形状となっている。これは粒界移動の駆動力が粒内転位密度の差に由来する蓄積エネルギー差であることを示唆している。

3.2.2 試料Eの組織と集合組織

Fig. 8は試料EについてFig. 6と同様に集合組織の発達過程を整理したものである。ひずみ1.0での極密度の集積位置は試料Dと類似して、極点図中心部と左右端にある。変形前にはほとんど存在しなかった極点図中央部での極密度の集積が平均極密度4倍に達すると同時に、左右端部での極密度は平均極密度の8倍を超えている。また中心部と左右端部の間に連続的な極密度の分布が認められる。

Fig. 9はひずみ1.0まで変形した後の結晶粒組織図である。図中に矢印で示したようにFig. 7と同じく、一方の結晶粒が他方の結晶粒全体まで広がった形の結晶粒が観察される。

Fig. 5 True stress-true strain curves for the specimens of D, E and F.

Fig. 6 (0001) pole figures showing the effect of strain on the texture of the specimen D. Absolute values of true strains of (a), (b) and (c) are 0.4, 0.7 and 1.0, respectively.

3.2.3 試料Fの組織と集合組織

Fig. 10は試料Fについて、Fig. 6ならびにFig. 8と同様の方法で集合組織の発達過程を整理したものである。変形前には上下端部にのみ極密度の集積が存在しているが、ひずみ0.4の変形で中心部に向かう極密度の分布の広がりが生まれている。ひずみが1.0になると上下と左右、そして中心部に極密度の集積が形成される。Fig. 10 (c) に見られる極密度の最大値は8倍を超えている。また、結晶粒組織の特徴は、すでにFig. 7およびFig. 9に示した結晶粒組織の特徴と同様であった。

Fig. 7 Microstructure of specimen D observed by EBSD measurements (a) before deformation and (b) after deformation up to a strain of 1.0.

4. 考 察

4.1 (0001) 方位結晶粒の形成

前報では (1) 集合組織の主成分 $\langle 10\bar{1}0 \rangle$ が圧縮方向となる試料A, (2) 平面ひずみ圧縮変形において変形が拘束され

Fig. 9 Microstructure of specimen E observed by EBSD measurements after deformation up to a strain of 1.0.

Fig. 8 (0001) pole figures showing the effect of strain on the texture of the specimen E. Absolute values of true strains of (a), (b) and (c) are 0.4, 0.7 and 1.0, respectively.

Fig. 10 (0001) pole figures showing the effect of strain on the texture of the specimen F. Absolute values of true strains of (a), (b) and (c) are 0.4, 0.7 and 1.0, respectively.

Table 1 The summary of six texture component for AZ80 magnesium alloy deformed 723 K, $5.0 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ and strain up to -1.0 .

	D		E		F	
	ε		ε		ε	
	0	-1.0	0	-1.0	0	-1.0
$\{0001\} \langle 10\bar{1}0 \rangle$	○	□	▲	◎	▲	◎
$\{0001\} \langle 11\bar{2}0 \rangle$	○	◎	▲	▲	▲	◎
$\{10\bar{1}0\} \langle 0001 \rangle$	▲	▲	▲	▲	○	○
$\{10\bar{1}0\} \langle 11\bar{2}0 \rangle$	▲	▲	○	◎	▲	▲
$\{11\bar{2}0\} \langle 10\bar{1}0 \rangle$	▲	◎	○	○	△	△
$\{11\bar{2}0\} \langle 0001 \rangle$	▲	▲	△	▲	○	◎

▲<2.0, △<4.0, ○<8.0, ◎<16, □>16

る横方向が $\langle 10\bar{1}0 \rangle$ となる試料B, (3) 平面ひずみ圧縮変形における伸長方向が $\langle 10\bar{1}0 \rangle$ となる試料Cの3種について調べた。試料BおよびCでは変形開始前に, (0001) 極点図において平均極密度の4倍を超える極密度で底面集合組織成分が存在していた。一方試料Aでは変形前には (0001) 極点図の中心部に平均極密度を上回る極密度の集積は存在していなかった。

本研究と同じ条件の723K, $5.0 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ の変形では, A, B, Cすべての試料に底面集合組織成分が認められた。真ひずみ1.0での (0001) 極点図の中心部での極密度はAでは4程度であるのに対し, Bでは22, Cでは26であった。BおよびCでは変形前の極密度分布が徐々に移動する形で底面集合組織が形成されるのに対し, Aでは極密度分布は不連続で, 独立して底面集合組織成分が現れることから, 変形双晶の生成が契機になったものと考えた。一方, BおよびCではすでに存在していた底面方位の結晶粒が成長したと考えた。しかし, 底面方位を持つ結晶粒が変形前には存在せず, かつ平面ひずみ圧縮変形下で双晶による底面方位粒の形成が困難な場合にも底面方位成分が形成されるか否かについてはこれらの初期集合組織材の研究では明らかにできなかった。変形前の底面方位を持つ結晶粒の存在について本研究の試料D, E, Fを眺めると, Dでは高い極密度で変形前に存在している。また, Fにおいては平面ひずみ圧縮変形時に引張双晶が生成されると, 前報の試料Aと同様に底面方位が形成されることになる。しかし, 試料Eにおいては, 変形前には底面方位を持つ結晶粒はほとんど存在せず, また変形双晶によって底面方位を持つ結晶粒が生成される状況にもない。

しかし, Fig. 6, Fig. 7, Fig. 9に見られるように, 変形前の集合組織にかかわらず, 変形後にはいずれも底面方位の発達が認められる。(0001) 極点図の中央部における極密度は, ひずみが1.0の段階で, Dが16倍強, Eが4倍強, Fで8倍強となっている。試料Eに対するFig. 8, 試料Fに対するFig. 10をみると, 既報の試料B, Cでは初期集合組織に隠れて確認できなかった変形による (0001) に向かう極密度分布の発

Fig. 11 ϕ_2 sections for specimens (a) D, (b) E and (c) F, after the deformation up to a true strain of 1.0.

達が認められる。このことは, 底面方位成分の結晶粒は, 他方位の結晶粒を消費する (0001) 方位結晶粒の成長だけでなく, 変形による結晶回転によっても形成される可能性を示唆している。

4.2 集合組織の方位成分

Fig. 11は集合組織の方位成分を明らかにするために変形後の試料について描いた $\phi_2=0^\circ$ および $\phi_2=30^\circ$ 断面である。ここでは (ϕ_1, Φ, ϕ_2) が (0,0,0) の場合に (0001) $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ になる座標系を用いている。試料Fでは (0001) (圧縮面) 繊維集合組織と $\{11\bar{2}0\} \langle 10\bar{1}0 \rangle$, $\{11\bar{2}0\} \langle 0001 \rangle$ さらに $\{10\bar{1}0\} \langle 0001 \rangle$ に方位密度の集積がある。一方試料DおよびEでは (0001) $\langle 10\bar{1}0 \rangle$ および $\{11\bar{2}0\} \langle 10\bar{1}0 \rangle$ に高い方位密度の集積が認められる。見出された方位成分の方位密度を, 変形前後について比較した結果がTable 1である。本研究の試料D, E, Fで計6種類の方位成分が見出されたが, これらは, 既報の他の3種類の試料で見出された方位と同一で, 新たな方位成分は見出されない。この表では, 方位密度を5段階に分類し, 記号で表示してある。表から (0001) $\langle 10\bar{1}0 \rangle$ は変形前の集合組織によらず変形によって発達すること, そして方位密度は最低でも平均方位密度の8倍以上であることがわかる。すなわち, 高温平面ひずみ圧縮変形について他者が報告している (0001) $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ ^{9),10)} の顕著な発達はこの変形条件では認められない。また, (0001) $\langle 10\bar{1}0 \rangle$ を除くと, 3種類の試料すべてに共通して高い方位密度で現れる結晶方位は存在しない。しかし, 初期集合組織に依存して, 変形により発達する方位成分がある。例えば試料Fにおける $\{11\bar{2}0\} \langle 0001 \rangle$ である。この方位は試料D, Eでは変形後にはほとんど認められないが, 試料Fでは8倍を超える高い方位密度の成分となる。試料Fは変形前に伸長方向に $\langle 0001 \rangle$ が頻度高く配向した繊維集合組織が存在している。 $\{11\bar{2}0\} \langle 0001 \rangle$ は前報の試料Bでも発達した。試料Bは横方向を $\langle 10\bar{1}0 \rangle$ とする繊維集合組織をもつ試料である。試料BとFに共通する結晶方位は $\{11\bar{2}0\} \langle 0001 \rangle$ であり, ここで見られた $\{11\bar{2}0\} \langle 0001 \rangle$ の発達は, この結晶方位の結晶粒が変形中に他方位の結晶粒を消費して成長したことを示唆している。同様に既報の結果と合せ考えると, 変形前に存在していた結晶粒の成長によって高い方位密度が形成されたと思われる方位に試料Eで発達する $\{10\bar{1}0\} \langle 11\bar{2}0 \rangle$ がある。この方位成分は既報の試料Aでも発達が認められた。Aは変形前に圧縮方向に $\langle 10\bar{1}0 \rangle$ が配向し

た繊維集合組織を持つ試料であった。一方、試料Eには変形前に横方向に〈0001〉が配向した繊維集合組織が存在している。両者に共通する結晶方位が $\{10\bar{1}0\}$ 〈11 $\bar{2}0$ 〉となる。これらの事実から、試料DおよびFにおける〈0001〉〈11 $\bar{2}0$ 〉、試料Dで発達認められる $\{11\bar{2}0\}$ 〈10 $\bar{1}0$ 〉なども変形前に存在していた結晶粒の成長によるものではないかと考えられる。また、すでに指摘したように、これらの方位成分は変形に対して安定であり、それゆえ変形後に観察されたと考えられる。

4.3 底面集合組織形成の制御

前報⁶⁾の試料A～Cそして本報の試料D～Fの計6種類の初期方位の異なる場合について、温度ならびにひずみ速度を同一にして平面ひずみ圧縮変形を行い、集合組織の形成挙動を調べた。その結果、〈0001〉〈10 $\bar{1}0$ 〉が例外なく形成されることが判明した。この結晶方位は、変形に対して安定なだけでなく、複数の結晶粒がつながった形の結晶粒が観察されることなどから、変形中に他方位結晶粒を消費して成長できる方位でもあると考えられる。そして、この方位は結晶回転によっても生まれる可能性があることが本研究により見出された。底面集合組織は、その後の成形には好適でないため、その発達を抑制することが望まれている。しかし、多様な初期集合組織から出発した本研究ならびに前報の結果から、本研究の変形条件では、底面集合組織の発達の抑制は困難であることがわかった。底面方位粒が変形双晶やすべり変形によって生成されるからである^{9),11)}。したがって、高温加工時の底面集合組織の発達を抑制するには、複数活動すると考えられるすべり系の相対的な活動比や変形双晶の活動度を変えることが不可欠であり、温度、ひずみ速度を多様に変えて集合組織の形成挙動を調べることが必要である。著者らはすでにこの実験を進めているが、報告は別に譲ることとした。

5. 結 言

高温変形によりAZ80合金に形成される集合組織の形成機構を明らかにするため、熱間圧延を行って初期集合組織を付与した板材から、集合組織の主成分の異なる試料を3種類作製した。これらの試料に723 Kでひずみ速度 $5.0 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ として平面ひずみ圧縮変形を施し、組織観察、集合組織解析を

行った。得られた結果を、押出加工によって集合組織を付与した棒材から作製した試料について前報の結果と合せて検討した。その結果、以下の結論を得た。

(1) いずれの試料においても底面集合組織が形成された。EBSDによる組織観察では、〈0001〉(圧縮面)方位結晶粒による隣接結晶粒の消費が認められ、底面集合組織の形成が粒界移動によることが判明した。

(2) 〈0001〉方位結晶粒は双晶のほか、変形による結晶回転によっても生成される可能性がある。

(3) 変形後の集合組織には計6種類の結晶方位成分が存在する。変形前の集合組織によらず変形されるのは〈0001〉〈10 $\bar{1}0$ 〉のみであった。

(4) 〈0001〉〈10 $\bar{1}0$ 〉以外の集合組織成分は、変形前の集合組織に依存して表れる。これらの成分は、変形前に存在していた結晶方位であり、かつ変形に対して安定なものであると考えられる。

謝 辞

本研究の研究経費の一部は軽金属奨学会の支援によるものである。ここに記して感謝する。実験および実験結果の解析に注力してくれた横浜国立大学学生 吉田久志君に感謝する。

参 考 文 献

- 1) K. Okayasu, H. Sakakibara and H. Fukutomi: Mater. Process. Texture: Ceramic Trans., 200 (2008), 679–685.
- 2) 岡安和人, 竹腰弘毅, 榊原将之, 福富洋志: 日本金属学会誌, **73** (2009), 58–63.
- 3) K. Okayasu, S. Takahata and H. Fukutomi: Mater. Sci. Forum, 495–497 (2012), 336–339.
- 4) 小貫祐介, 岡安和人, 福富洋志: 鉄と鋼, **98** (2012), 27–33.
- 5) 堀内 良, 大塚正久: 日本金属学会誌, **35** (1971), 406–415.
- 6) 金珍旭, 岡安和人, 福富洋志: 軽金属, **62** (2012), 54–59.
- 7) A. Galiyev, R. Kaibyshev and G. Gottstein: Acta Mater., **49** (2001), 1199–1207.
- 8) M. Dahms and H. J. Bunge: J. Appl. Crystallogr., **22** (1989), 439–447.
- 9) R. Gehrman, M. M. Frommert and G. Gottstein: Mater. Sci. Eng. A **395** (2005), 338–349.
- 10) G. Gottstein, T. Al-Samman: Mater. Sci. Forum, 495–497 (2005), 623–632.
- 11) P. Van Houtte, Acta Metall. **26** (1978), 591–604.