Al-Mg 合金鑄塊の高温変形挙動に及ぼす マグネシウム濃度の影響*

堀江 史郎**・中村 正久***・福沢 康***

Effect of magnesium concentration on the hot deformation
of aluminum-magnesium alloy ingots*

UDC: 669.715'721-14: 620-17

Shiro HORIE**, Tadahisa NAKAMURA***, Yasushi FUKUZAWA***

The effect of magnesium content on the transition process of dynamic restoration during hot deformation of aluminum alloys was investigated. The hot workability of Al-Mg casting alloys were estimated by the observation of the deformation stress, ductility and deformation structure in hot torsion tests. These tests were conducted on pure aluminum and Al-Mg alloys under the conditions of a strain rate range of 1.45×10^{-3} to $2.54 \times 10^{-1} \text{ sec}^{-1}$ and temperature range of 300 to 600°C.

The dynamic restoration process was two folds; for pure aluminum, the dynamic restoration was always by dynamic recovery; but the dynamic restoration in Al-Mg alloys were changed dynamic recovery to dynamic recrystallization which were controlled by magnesium contents and deformation condition (strain rate and temperature).

The ductility of Al-Mg alloys at high temperature deformation was dependent on the dynamically recrystallized grain size. The grain size increased with increasing magnesium content and decreased with the increase of Z factor.

(Received June 10, 1983)

1. 緒 言

金属材料の高温変形による加工硬化は、熱的軟化である静的あるいは動的レストレーション過程に大きく依存することが、多くの研究により明らかにされている^{1),2)}。それらによると、この動的レストレーション過程は、アルミニウムにおいては動的回復、銅においては動的再結晶およびニッケルにおいては動的回復と動的再結晶の両者である^{2),4),5),6),7),8),9)}とされている。

本研究は、マグネシウム濃度の異なる Al-Mg 合金鑄塊の熱間加工性を、熱間加工域での変形応力(変形抵抗)、延性(変形態)および変形組織観察から検討し、マグネシウム添加による動的レストレーション過程の遷移について調べたものである。また熱間加工は、第一段階として鑄塊によって行われるので、本研究も鑄塊を用い、さらに一般に行われる均一化処理¹⁰⁾を施して高温変形を

行つた。

2. 供試合金および実験方法

本研究に供した合金は、連続鑄造したマグネシウム濃度の異なる6種類の Al-Mg 合金鑄塊である。今回の報告では主に Al-0.88% Mg と Al-5.01% Mg 合金について述べ、一部比較のために99.99% Al についても示した。Al-Mg 合金は鑄造時の結晶粒微細化を目的とし、かつ熱間加工性を低下させない範囲内で、Ti, Na を添加した¹¹⁾。鑄塊の平均結晶粒径は、Al-0.88% Mg 合金で0.88 mm, Al-5.01% Mg 合金で1.1 mm であつた。

Table 1 に供試材の化学組成を示す。

ねじり試験片は、連続鑄造した100 mm 径のビレットの均一組成部分から採取し試験片の軸方向と鑄塊の鑄造方向と一致させ、塑性ひずみの均一化と正確な応力ひずみ関係を得るため Fig. 1 に示すような薄肉円筒状とし

* 軽金属学会第58回大会(昭和55年5月)にて一部発表。

** 東京工業大学総合理工(横浜市)。Tokyo Institute of Technology (Yokohama)。

*** 長岡技術科学大学(長岡市)。Technological University of Nagaoka (Nagaoka)。

Table 1 Chemical composition of test materials.

	Mg	Ti	Na	The others (Fe, Cu, Si)	Al
99.99%Al	0.0007	0.0002	—	0.0018	Bal.
Al-0.88%Mg	0.88	0.01-0.02	0.0001-0.0002	—	Bal.
Al-5.01%Mg	5.01	0.01-0.02	0.0001-0.0002	—	Bal.

(wt%)

Fig. 1 Shape and dimensions of test piece.

た。

試験片は機械加工した後425℃で1hの均一化処理を行ったものを実験に供した。

ねじり試験に用いた試験機はトルク容量50 kgf-m, ねじり回転数0.05~24 rpmの低速ねじり試験機とトルク容量60 kgf-m ねじり回転数50~1500 rpmの高速ねじり試験機で, 両試験機の詳細はすでに報告^{9), 12)}したので省略する。

試験温度は, 熱間加工温度範囲内である300℃~600℃まで50℃ごとに7点を選んだ。各試験条件を一定にするために, 各試験温度で15 min 保持した後に実験を行った。マグネシウム添加量の多いAl-4.07% MgおよびAl-5.01% Mg合金では, 550℃以上の試験温度領域において粒界破壊が生じたので, 今回の試験結果からは削除した。ひずみ速度はほぼクリープ速度である $1.43 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ から熱間加工領域の $2.54 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ までの広範囲領域内の6点を選択して行った。ねじり試験におけるせん断応力(τ)とせん断ひずみ(γ)の関係は, Nadaiの式¹³⁾を薄肉円筒試験片に適用した次式を用いた。

$$\tau = 2M/\pi(D_1^3 + D_2^3) \quad (1)$$

$$\gamma = (D_1 + D_2)\phi/4L \quad (2)$$

ここで M はトルク, D_1 および D_2 は試験片の内外径, L はゲージ部長さ, ϕ はねじれ角である。ねじり試験のせん断応力(τ)およびせん断ひずみ(γ)をVon, Misesの条件¹²⁾ $\sigma = \sqrt{3}\tau$, $\epsilon = \gamma/\sqrt{3}$ を適用して引張試験における応力(σ)およびひずみ(ϵ)に換算した。試験片は高周波誘導により所定の試験温度に加熱した。高温変形中の組織観察は, ヘリウムガスと水により急冷した試料で行った。

また動的レストレーション過程の遷移を確認するため

Fig. 2 Typical stress-strain curves from the high temperature deformation tests. (a) dynamic recovery, (b) dynamic recrystallization.

に, 応力-ひずみ曲線上の最高応力値を示した直後に急冷した試料のX線回折を行った。X線回折はデバイ・シエラー法によって行い, フィルム上に現れるデバイ環の円周に沿った強度の不均一から結晶配向を推定した。

試料は, 電解研磨により0.5 mm程度の薄片とし, 銅ターゲット, Ni フィルターを用いて, 40 KV, 30 mAのX線ビームを試料の中心に5 h 当ててX線回折を行った。

3. 実験結果および考察

3.1 応力-ひずみ曲線

高温変形中の動的レストレーション過程が動的回復か動的再結晶のいずれかに律速されているかは, 応力-ひずみ曲線の形状から推察できることが知られている^{10), 12)}。

純アルミニウムのように動的回復によって動的レストレーション過程が律速される時には**Fig. 2 (a)**に示すような応力-ひずみ曲線の型をする。すなわち最高応力レベルで定常状態変形となる。これに対し, 純銅のような動的再結晶に律速される場合には, その応力-ひずみ曲線は, **Fig. 2(b)**に示すように, 最高応力(ピーク応力)に達した後いったん応力は低下し, その後定常状態変形

Fig. 3 Effect of temperature on the torsion stress-strain curve of Al-Mg alloys at constant strain rate of $\dot{\epsilon} = 6.69 \times 10^{-1} \text{ sec}^{-1}$. (a) Al-0.88% Mg alloy, (b) Al-5.01% Mg alloy.

となる。

Al-0.88% Mg 合金および Al-5.01% Mg 合金の応力-ひずみ曲線を Fig. 3 に示す。Fig. 3(a) に Al-0.88% Mg 合金のひずみ速度 $\dot{\epsilon} = 6.69 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ における応力-

Photo 1 X-ray micrograph of Debye Scheller ring in Al-5.01% Mg alloy ($Z = 4.43 \times 10^{-9} \text{ sec}^{-1}$).

Fig. 4 The effect of Magnesium content on the torsional stress-strain curves on Al-Mg alloys at constant strain rate $\dot{\epsilon} = 6.69 \times 10^{-2} \text{ sec}^{-1}$ and constant temperature $T = 0.8 T_m$ (Also shown is the curve for pure aluminum).

ひずみ曲線の試験温度による変化を示す。300°C (0.62 T_m) および 350°C (0.67 T_m) の試験条件では、ひずみ量の増加とともに変形応力は増加し、最大変形応力（ピーク応力）に達した後は、定常状態変形を示すことなく破断して、Fig. 2(a) 型の形状すなわち動的回復型であった。これに対し 400°C (0.73 T_m) から 600°C (0.95 T_m) の試験条件における応力-ひずみ曲線は、Fig. 2(b) 型と類似したものであり、動的再結晶型であると推察された。Fig. 3(b) は Al-5.01% Mg 合金におけるひずみ速度 $\dot{\epsilon} = 6.69 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ の場合で、450°C (0.78 T_m) から 550°C (0.90 T_m) の試験条件で応力-ひずみ曲線は動的再結晶となった。このような場合の試料について X 線回折を行った。

Fig. 5 Temperature dependence of the maximum flow stress. (a) pure aluminum, (b) Al-5.01%Mg alloy.

Photo 1 に現れた各デバイ環の強点は不均一でかつ不連続な点群からなっており、これらの結晶が再結晶粒であることは明確である。すなわち前述したような試験条件下では、動的レストレーション過程は動的再結晶型へと遷移することがわかった。また合金元素であるマグネシウム濃度の増加は、応力-ひずみ関係が動的再結晶型となる変形温度を上昇させる傾向を示した。

次に定常状態変形を示す試験条件での、99.99% Al および一連の Al-Mg 合金の応力-ひずみ曲線を **Fig. 5** に示す。ひずみ速度は $6.69 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ 、試験温度 450°C ($\approx 0.8 T_m$) の場合で、99.99% Al は 471°C であった。99.99% Al の応力-ひずみ曲線は、すでに報告¹⁴⁾ されているように、ピーク応力を示さない動的回復型であった。これに対して Al-Mg 合金の応力-ひずみ曲線は、ピーク応力を示す動的再結晶型であり、そのピーク応力の大きさは、Mg 濃度が高い合金ほど顕著であった。ま

Fig. 6 Strain rate dependence of the maximum flow stress. (a) pure aluminum, (b) Al-5.01%Mg alloy.

たピーク応力の現れる領域は、 $0.3 \sim 0.5$ のひずみ域であることなどが図から明らかにされた。しかしながら **Fig. 4** で、マグネシウム濃度が1.99%以上の Al-Mg 合金において約0.01程度のひずみ域でももう1つのピーク応力が現れている。このピークは、堀内らがすでに報告している高温降伏現象¹⁵⁾ であると推察される。

3.2 変形応力

Fig. 4 (a), (b)に99.99% Al および Al-5.01%Mg合金における、最大変形応力と試験温度との関係を示す。変形応力の試験温度に対する依存性は、 $300^\circ\text{C} \sim 400^\circ\text{C}$ の領域で明確な相異が生じ、この温度より高温側でこの依存性は大きくなることがわかった。またこの境界温度はマグネシウム濃度が増加するにつれて、高温側へ遷移することが明らかとなった。

Fig. 6 (a)(b)には、99.99% Al および Al-5.01%Mg 合金の変形応力とひずみ速度との関係を示す。図より変形

応力はひずみ速度に直線的に依存するが、ひずみ速度 1 s^{-1} 近傍を境界に異なり、これより遅いひずみ速度側でその依存性は大きくなることがわかった。

以上のように変形応力の温度依存性が高温側でまたひずみ速度依存性が低ひずみ速度域で大きくなることはこれらの変形条件を境界として、変形機構が異なるため

であり、応力-ひずみ曲線の結果も、このために生じたものと考えられる。

3.3 延性

熱間加工においては、変形応力と共に延性が加工量を決める重要な因子であり、ねじり試験では破断に至るまでのひずみ量から延性を評価している。Fig. 7 にこの破断までのひずみ量（延性）と試験温度との関係を示す。

Fig. 7(a) の Al-0.88% Mg 合金では、各ひずみ速度における延性は温度の上昇とともに増加し、0.8 Tm 付近の温度域で最大となり、その後再び減少した。また延性の大きさは、 $5.42 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ 以下のひずみ速度の場合を除けばひずみ速度が大きくなる程いずれの温度域においても小さくなった。 $5.42 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ 以下のひずみ速度領域では、0.8 Tm 付近で最大値を示すのは他と同様であるが、その値は他の場合よりも小さく、0.6 Tm および 0.9 Tm 付近での延性は逆に大きくなり、最大値との差は小さくなる傾向にあった。Fig. 7(b) の Al-5.01% Mg 合金において $6.69 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ 以下のひずみ速度の延性は 0.8 Tm 付近に最大値を示し、Al-0.88% Mg 合金と同様の傾向を示した。 6.64 s^{-1} 以上のひずみ速度での延性はほぼ一定の値となり、試験温度に依存しなかった。Fig. 7(c) に $6.69 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ のひずみ速度における延性と試

(a)

(b)

(c)

Fig. 7 Relation between ductility, estimated by strain to failure ϵ_t , and temperature. (a) Al-0.88% Mg alloy, (b) Al-5.01% Mg alloy, (c) At constant strain rate, $\dot{\epsilon} = 6.69 \times 10^{-1} \text{ sec}^{-1}$ on Al-Mg alloy.

Fig. 8 Relation between maximum flow stress and Z factor, $Z = \dot{\epsilon} \exp(Q/RT)$. Micrographs show the microstructures at specific points on the curve. (a) Al-0.88% Mg alloy, (b) Al-5.01% Mg alloy.

験温度との関係を示す。各合金の延性は500℃付近で最大となり、マグネシウム濃度が多くなるにしたがって低下した。

各合金の高温度側での延性低下は粒界割れによるもの

であり、3.01%以上のマグネシウムが添加された合金では550℃以上の温度領域で著しくつた。低温度側での延性低下は変形中の動的レストレーション過程が十分に作用していないためであり、これに対し0.8 Tm 付近の温

度で最大の延性を示したのはこの動的レストレーション過程が十分に作用したためであると考えられる。上述したように、アルミニウムおよび約0.65 Tm 以下の Al-Mg 合金においては、この動的レストレーション過程は動的回復によるものであり、0.65 Tm 以上の Al-Mg 合金における動的レストレーションは動的再結晶によると考えられている。応力-ひずみ曲線の形状の結果から Al-Mg 合金においてマグネシウム濃度の増加とひずみ速度の増加と共にその動的レストレーション過程は動的回復から動的再結晶が優先する領域へと遷移すると推察される。このことから Al-0.88% Mg 合金において中間ひずみ速度 ($6.69 \times 10^{-2} \sim 6.64 \text{ s}^{-1}$) で 0.8 Tm 付近の延性が増加したのは、この領域で動的再結晶が生じたためであると考えられる。また Fig. 7(a) で示したような、低ひずみ領域における延性の定常化は、動的回復が十分に働いているためであると推定できる。

Al-Mg 合金ではマグネシウム濃度の増加と共に動的結晶型の合金となるにもかかわらず、延性は低下した。

これは再結晶粒粗大化による粒界強度の低下によるものと考えられ、今後は粒界変形機構を考慮した研究が必要であることを示唆している。

3.4 高温変形組織

高温変形中の動的レストレーション過程は変形中の組織を観察することで判別できる。しかし変形中の組織の凍結には効率よく急冷しなければならない。本実験においては薄肉中空円筒試料の内側を高圧ヘリウムガスを通じ、外側を8本のノズルから水を吹きつけて急冷を行った。変形組織はピーク応力を示した後の定常状態変形領域直前のひずみ量で観察した。純アルミニウムの動的レストレーション過程は動的回復であることがすでに報告されている¹⁾ので、Fig. 8 には Al-Mg 合金の組織および変形応力と温度補償ひずみ速度因子 [$Z = \dot{\epsilon} \exp(Q/RT)$] との関係を示す。最大変形応力と Z 因子の関係は各 Al-Mg 合金の結果とも高 Z 値側と低 Z 値側とで異なる傾きを示した。Fig. 8(a) の Al-0.88% Mg 合金の場合、 $Z = 10^6 \text{ s}^{-1}$ から $Z = 10^{11} \text{ s}^{-1}$ の領域において、初期結晶粒 (Photo a) は、すべて動的に再結晶した結晶粒であり、高 Z 値領域になる程再結晶粒径は微細となった。 $Z = 10^{11} \text{ s}^{-1}$ から $Z = 10^{15} \text{ s}^{-1}$ の領域においては、初期結晶粒は、変形方向に長く伸びた状態となり、その中に一部微細な再結晶粒が存在していた。Fig. 8(b) の Al-5.01% Mg 合金の場合も、Fig. 8(a) の結果と同様に低 Z 値側 ($Z = 10^7 \text{ s}^{-1}$ から $Z = 10^{12} \text{ s}^{-1}$) では、初期再結晶粒は動的再結晶粒となり、高 Z 値側 ($Z = 10^{12} \text{ s}^{-1}$ から $Z = 10^{15} \text{ s}^{-1}$) では初期再結晶粒は変形方向に長く伸び、その中に一部微細な動的再結晶粒が存在した。

Al-0.88% Mg 合金の下部組織を透過型電子顕微鏡で

Photo 2 Transmission electron micrographs of interior positions of an Al-0.88% Mg alloy, specimen corresponding to the following points of the σ_m - Z curve in Fig. 8 (a). (a) $\rightarrow$ (b), (b) $\rightarrow$ (d), (c) $\rightarrow$ (f).

から動的調べた結果を **Photo 2** に示した。Photo 2 (a) は Fig. 8(a)~(b) に相当し以下(b)は(d), (c)は(f)に相当する下ある。

この結果再結晶粒径は、高温度・低ひずみ速度領域すなわち低 Z 値領域であるほど小さくなることを示している。このことから下部組織の延性への寄与は動的再結晶粒と同様な働きをしているものと考えられる。

4. 結 言

Al-Mg 合金の熱間加工性に及ぼすマグネシウム添加量の影響を、広範な変形条件下での熱間ねじり試験によって調べた。試験は、マグネシウム含有量が異なつた6

種類の Al-Mg 合金および純アルミニウムで行い、応力-ひずみ曲線およびX線回折法を含む変形組織観察結果部組織でレストレーション過程の遷移について検討した。結果をまとめると以下ようになる。

1) 純アルミニウムの動的レストレーション過程は動的回復型であったが、Al-Mg 合金は、マグネシウム含有量およびひずみ速度、試験温度の変形条件により、動的回復型および動的再結晶型のいずれかの動的レストレーション過程となった。

2) 高温変形中の延性は500°C付近で最大となり、それより高温になると動的再結晶型過程となるにもかかわらず低下した。また延性の程度は、マグネシウム添加量の増大に従って低下した。

3) 高温領域における延性の低下は、結晶粒粗大化による粒界強度の減少によると推察された。

4) Al-Mg 合金の動的再結晶粒径は、マグネシウム濃度が低く、高Z領域になるほど微細化した。

終りに実験に際し御助力頂いた、新潟大学教授塩川延洋先生および渡辺孝一先生に厚くお礼申し上げます。また本研究の一部は軽金属奨学会の研究助成金によって行われたことを記し感謝の意を表する。

参 考 文 献

- 1) 中村, 植木, 堀江: 軽金属, **25** (1975), 81.
- 2) H. P. Stüwe: *Acta. Met.*, **13** (1965), 1337.
- 3) H. J. McQueen: *J. Metals*, **20** (1968), 31.
- 4) C. M. Sellers and W. J. McG. Tegart: *Acta. Met.*, **14** (1966), 1136.
- 5) J. J. Jonas, H. J. McQueen and W. A. Wong: *ISJ. Special Report*, No, **108** (1968), 21.
- 6) H. J. McQueen, W. A. Wong and J. J. Jonas: *Can. J. Phys.*, **45** (1967), 1225.
- 7) H. J. McQueen and J. E. Hocket: *Met. Trans.*, **1** (1970), 2997.
- 8) E. Shapiro and G. E. Hocket: *Met. Trans.*, (1971), 1385.
- 9) Y. Ohtakara, T. Nakamura and S. Sakui: *Trans. ISIJ*, **12** (1972), 36.
- 10) 堀内: 軽金属, **23** (1973), 560.
- 11) C. M. Ransley and D. E. Talbot: *J. Inst. Metals*, **88** (1959~60), 150.
- 12) 作井, 中村, 津村: 材料, **5** (1966), 247.
- 13) A. Nadai: “*Theory of Flow and Fracture of Solid*”, (1950), New York, McGraw-Hill, 347~349.
- 14) D. Hardwick and W. J. McG. Tegart: *J. Inst. Metals*, **90** (1961~62), 17.
- 15) 堀内, 吉永: 金属学会誌, **29** (1965), 351.