AZ31 マグネシウム合金での活動すべり系の 粒径依存性^{*1}

小林 孝幸^{1,*2} 小池 淳一¹ 吉田 雄^{2,*3} 鎌土 重晴²
鈴木真由美¹ 丸山 公一¹ 小島 陽²

¹東北大学大学院工学研究科材料物性学専攻

²長岡技術科学大学機械系

J. Japan Inst. Metals, Vol. 67, No. 4 (2003), pp. 149–152

© 2003 The Japan Institute of Metals

Grain Size Dependence of Active Slip Systems in an AZ31 Magnesium Alloy

Takayuki Kobayashi^{1,*2}, Junichi Koike¹, Yu Yoshida², Shigeharu Kamado²,
Mayumi Suzuki¹, Kouichi Maruyama¹ and Yo Kojima²

¹Department of Material Science, Tohoku University, Sendai 980–8579

²Department of Mechanical Engineering, Nagaoka University of Technology, Nagaoka 940–2188

Polycrystalline Alloys of Mg–3Al–1Zn (AZ31) were obtained by equal channel angular extrusion and subsequent annealing at 300°C for 24 h or at 500°C for 4 h. These samples had average grain sizes of 7 μm and 50 μm , respectively. Tensile tests were performed at room temperature at an initial strain rate of $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$.

The microstructure of the deformed samples at 2% strain was observed by transmission electron microscopy. Active slip systems were determined from the ratio of resolved shear stress (plastic anisotropy factor, PAF) for non-basal/basal slip systems. In the material with large grains (PAF = 15.4), non-basal α dislocations were active near grain boundaries, while basal α dislocations were dominant in the grain interior. In the material with fine grains (PAF = 0.88), non-basal α dislocations were active in all regions. The density of non-basal α dislocation segments was found to be 40% of the total dislocation density.

The activation of non-basal α dislocations is attributed to induced stresses induced to maintain grain–boundary compatibility. In large grains this effect is limited near the grain boundary. In fine grains, this effect occurs within the entire grain.

(Received December 2, 2002; Accepted January 17, 2003)

Keywords: magnesium, microstructure, dislocation, grain boundary, grain size

1. 緒 言

マグネシウムとその合金は延性が低く低温での成形性が乏しい。マグネシウムの延性が低い理由はマグネシウムが最密六方晶構造(HCP)をとり、底面すべり系の活動の CRSS(臨界分解せん断応力)が非底面すべり系の CRSS の約 1/100 と小さな値をとるため底面すべり系の活動が最も支配的になってしまうためである^{1–5)}。この時、底面すべり系の活動だけでは独立なすべり系の数は 2 個となり、材料の均一変形に必要な von Mises 条件を満たさず、室温破断伸びは小さくなる。しかし最近の報告では AZ31 合金の ECAE (Equal Channel Angular Extrusion) 法による結晶粒微細化により室温で 45% 以上の高い引張伸びが得られるという結果が報告されている⁶⁾。この結果は結晶粒微細化により室温において変形の均一性が増加し、高延性が実現できる可能性があるこ

とを示している。

我々は、微細粒多結晶が室温で高延性を発現する原因を理解するために、変形試料の転位組織を観察し、次のような結果を得ている⁷⁾。すなわち、微細粒多結晶試料においては、底面 α すべり系の活動に加えて非底面 α すべり系の活動が粒内全体で活性化されることが見出された。底面から非底面への交差すべりは、変形初期において加工硬化の度合いを減じ、変形を容易にすると考えられる。また、非底面すべりが活性化される原因としては、粒界においてひずみの連続性を保つために生じるコンパティビリティ応力の発生が考えられる。一方で、粗大粒においてはコンパティビリティ応力の及ぶ粒界近傍領域が減少するため、転位のすべり系は微細粒とは異なることが予想される。従って、粒径に依存した活動すべり系の違いを明確にすることで、結晶粒微細化による非底面 α すべり系の活性化の理由および室温延性への寄与を明確にすることが出来ると考えられる。

そこで本研究では ECAE 法で作成された合金を異なる温度において焼鈍して粒径の異なる試料を作成し、これらの試料を室温で変形した後に組織観察を行い、活動すべり系の粒径依存性を調査した。

^{*1} 2002 年 11 月 2 日日本金属学会秋期大会において発表

^{*2} 東北大学大学院生 (Graduate Student, Tohoku University)

^{*3} 長岡技術科学大学大学院生 (Graduate Student, Nagaoka University of Technology)

2. 実験方法

試料は AZ31 マグネシウム合金 (Mg-3Al-1Zn in mass%) を用いた。棒状の試料を 90 度の角度を持たせた型に 200°C で 8 回通過させる ECAE 加工後、300°C-24 h ならびに 500°C-4 h の焼鈍を施した。平均粒径は光学顕微鏡組織の直線交切法より求め、それぞれ 7 μm , 50 μm であった。粒径が 50 μm の粗大粒試料では粒径分布が不均一であり、焼鈍過程で 200 μm 以上に成長した粒もあれば、40 μm 程度の結晶粒もあり、平均粒径は希に存在する 200 μm 以上の粗大粒を省いた結晶粒で計算した。これら焼鈍試料から円柱状試料を切り出し引張試験片とした。引張試験は室温でクロスヘッド速度一定の条件で行った。初期ひずみ速度は $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ であり、引張軸方向は ECAE 加工の押出し方向に平行方向とした。公称ひずみ量 2% の時点で引張試験を中断し、透過電子顕微鏡 (TEM) を用いて変形組織観察を行った。TEM 観察用の試料は、引張軸に直角に切断された直径約 3 mm の円板を用いた。この円板試料を約 50 μm の厚さまで機械研磨し、続けてディンプル研磨機により試料の中央を約 20 μm の厚さまで研磨した。その後イオンミリングにより TEM 観察用の薄片試料を作製した。

TEM 観察においては、転位線のバーガースベクトルとすべり面の決定に着目した。転位線を観察する際には、六方晶の底面が電子線の入射方向と平行になるように試料を回転した。この観察条件下では、底面をすべり面とする転位は底面トレースに平行な直線となり、非底面をすべり面とする転位は、底面トレースと非平行となる。また、転位のバーガースベクトルは通常の $g \cdot b$ 条件によって判別した。更に、観察する結晶粒において可能なすべり系のシュミット因子を算出するために、各々の結晶粒の引張軸方向と、引張軸に対するすべり系の方向を決定した。このために、試料の傾斜角度が 0 度の状態で各々の結晶粒から菊池パターンを得た。この菊池パターンを解析することによって、引張軸方位と可能なすべり方位を決定し、シュミット因子を計算した。得られたシュミット因子より、次式で定義する塑性異方性因子 n を計算し、活動する転位すべり系との対応関係を調べた。次式において μ はシュミット因子、 σ は付加応力、 τ は分解せん断応力である。下付の文字 NBS, BS はそれぞれ非底面すべりと底面すべりを表す。

$$n = \frac{\mu_{\text{NBS}}}{\mu_{\text{BS}}} = \frac{\mu_{\text{NBS}} \sigma}{\mu_{\text{BS}} \sigma} = \frac{\tau_{\text{NBS}}}{\tau_{\text{BS}}}$$

3. 結果

以下に示す図は、2% 変形した試料の組織を TEM を用いて 2 ビーム条件で観察した結果である。転位の消滅条件 ($g \cdot b = 0$) をもとに、バーガースベクトルの判別を行ったところ、観察される転位は全て a 転位であることを確認した。図では転位の消滅しない回折条件 ($g = 01\bar{1}1$, $2\bar{1}\bar{1}0$ etc) で観察した場合の明視野像を示す。底面は電子線の入射方向に平行であり、底面トレースを白線で示す。

Fig. 1 は 300°C で焼鈍した微細粒試料の変形組織を示す。平均粒径が 7 μm であるため、観察視野は結晶粒のほぼ全体を含んでいる。試料傾斜角度 0 度の菊池パターンの解析より、引張軸方位は $[41\bar{5}5]$ であることが同定された。また、同じパターンの解析より、塑性異方性因子は底面 a すべり系に対して、柱面 a すべり系が 0.88、錐面 a すべり系 (第 1 錐面 a すべり系 $\{1\bar{1}01\}\{11\bar{2}0\}$) が 1.17 と計算された。既に述べたように、観察された転位は全て a 転位であったので、 $a + c$ 転位に対応する塑性異方性因子はここでは考慮しない。転位線は底面トレースに平行で直線的なものと非平行で湾曲したものが観察された。観察条件より、前者は底面をすべり面とする a 転位であり、後者は非底面をすべり面とする a 転位であることが明らかになった。非底面 a 転位の転位密度を全転位密度に対して求めた結果、全転位密度の約 40% が非底面転位であった。非底面 a 転位の活動は粒内全体で観察された。

Fig. 2 は 500°C で焼鈍した粗大粒試料の変形組織を示す。観察した結晶粒の引張軸方位は $[10\ 10\ \bar{2}0\ 1]$ であり、塑性異方性因子は柱面 a すべり系が 15.4、錐面 a すべり系が 13.6 であった。Fig. 2(a) は粒界から約 15 μm 離れた粒内を、(b) は粒界近傍を示す。Fig. 2(b) における底面トレースと粒界の位置関係から明らかなように、この結晶粒では底面と粒界が交差する粒界部分を観察した。粒内、粒界近傍ともに大半の転位は底面トレースに平行な直線として観察され、底面すべりが顕著であることが明らかである。しかし粒界近傍に近づくにつれ、底面トレースに非平行な転位線が増加しているのが見られる。これは粒内より粒界近傍での非底面 a 転位の活動が顕著であることを示している。

Fig. 1 TEM bright-field image of a fine-grain sample deformed to 2%. A white line indicates a (0001) basal-plane trace.

Fig. 2 TEM bright-field image of a large-grain sample deformed to 2%. (a) grain interior region, 15 μm from a grain boundary (b) grain boundary region with grain boundaries, indicated by arrows, at the lower part of the image. A white line indicates a (0001) basal-plane trace.

Fig. 3 TEM bright-field image of a large-grain sample deformed to 2%. Basal planes are parallel to a grain boundary indicated by an arrow.

Fig. 3 は引張軸の方位が $[25\ 1\ 26\ 3]$ の粒界近傍を示す。塑性異方性因子は柱面 α すべり系が 8.18, 錘面 α すべり系が 7.64 であった。底面トレースと粒界の位置関係から、この結晶粒では底面と粒界が交差しない粒界部分を観察した。大半の転位線は底面トレースに平行な直線として観察され、底面 α すべりが顕著であることが明らかである。底面トレースに非平行な湾曲した転位線は観察されず Fig. 2(b) の粒界近傍と比べてとき非底面 α 転位の活動の違いが明確に現われた。これは非底面 α 転位の活動が、底面と粒界との交差の有無に依存することを示している。

4. 考 察

本研究の AZ31 合金の公称ひずみ量 2% における変形組織観察により、粒径の違いによる転位すべりの活動様式が異なる結果が得られた。微細粒試料の変形では底面 α 転位の活

動とともに非底面 α 転位の活動が粒内全体で見られた。一方、粗大粒の変形では、底面 α 転位は粒内全体で活動し、粒界近傍 4 μm 以内の領域でのみ非底面 α 転位が活動した。以下ではこれらの結果をもとに、まず微細粒において粒内全体で非底面 α 転位が活動する理由を、次に粗大粒において非底面 α 転位の活動が粒界近傍でのみ活動した理由を、最後に変形の均一性を保つための付加的な変形の可能性について考察する。

まず微細粒において粒内全体で非底面 α 転位が活動した理由を考える。この非底面 α 転位の活動は粒界でのひずみの連続性を保つために生じた付加的な応力(コンパティビリティ応力)の寄与によると考えられる。粒界でのコンパティビリティ応力は弾性ひずみおよび塑性ひずみの連続性を保つために生ずるものであり、立方晶金属⁸⁻¹²⁾そして最密六法晶金属¹³⁾の双結晶において詳細な研究報告がされている。Hook and Hirth⁹⁾ の bcc Fe-3%Si 合金の双結晶の報告によれば、粒界において弾性ひずみの連続性を保つためのコンパティビリティ応力により 2 次すべり系が活動することが報告されている。しかしマグネシウムの場合、弾性定数の異方性が小さいため^{7,14,15)}、弾性ひずみによる粒界でのコンパティビリティ応力の寄与は無視できる。一方、底面 α すべり系の活動が最も支配的となるため、塑性ひずみの異方性が生じ、粒界において塑性ひずみの連続性を保つためのコンパティビリティ応力の発現が考えられる。塑性コンパティビリティ応力について立方晶金属ではアルミニウム⁸⁾、銀¹⁰⁾、銅¹¹⁾、黄銅¹²⁾、また最密六法晶金属では亜鉛¹³⁾などの双結晶において詳細な研究が行われてきた。Maruyama ら¹³⁾ はマグネシウムと同様に底面 α 転位の活動が容易な Zn 双結晶のすべり系を観察した。その結果、塑性変形の開始とともに 2 つの結晶において 1 次すべり系の活動が起こり、塑性ひずみの連続性を保つためのコンパティビリティ応力により粒界近傍で 2 次すべり系の活動が生ずることを報告した。このように本研究で用いた多結晶合金においても底面 α 転位の活動によって粒界でコンパティビリティ応力が生じ、その結果非底面 α 転位の活動が生じたと考えられる。

次に粗大粒の変形において非底面 α 転位の活動が粒界近傍の領域でのみ観察された理由について考える。Margolin and Stanescu¹⁶⁾ は $\beta\text{Ti-Mn}$ の多結晶合金において、主すべり系および 2 次すべり系によって生ずるすべり線の観察を行った。粒径が 49 μm から 94 μm の範囲で変化しても、2 次すべり線の観察される領域は粒界から約 10 μm 以内の範囲であることを観察した。本研究の粗大粒は粒径が約 50 μm であり、粒界から約 4 μm 以内の領域で非底面 α 転位の活動が見られた。この結果は Margolin and Stanescu の報告と定量的に近い値を示している。従ってマグネシウム合金においてはコンパティビリティ応力の及ぶ領域は粒界近傍の数 μm の範囲に限られ、粒径約 7 μm の微細粒ではコンパティビリティ応力が粒内全体におよび、粒径約 50 μm の粗大粒では粒界近傍に限られたと考えられる。

ところで微細粒、粗大粒ともに活動する転位は全て α 転位であった。このため独立なすべり系は 2 個に限られ、多結晶の変形の均一性は保たれない。微細粒においては粒内の

塑性変形によって粒界すべりが誘起され、全ひずみ量の約 8% を粒界すべりが担っていることが Koike ら¹⁷⁾により明らかになっている。微細粒においてはこの粒界すべりによって c 軸方向のひずみ成分が補われると考えられる。一方、粗大粒においては粒内と粒界近傍での a 転位の活動様式が異なるため変形の不均一性は非常に大きくなる。更に粒界すべりの寄与も顕著に減少する。このため粗大粒では双晶変形によって c 軸方向のひずみ成分を補う可能性が考えられる。実際に、マグネシウムにおいては粒径が大きくなると変形初期から双晶が形成されやすくなる。このことは種々の立方晶金属における双晶変形の粒径依存性として Mayers ら¹⁸⁾によって報告されている。従って粗大粒においては双晶変形が変形の均一性を保つための重要な変形様式であると考えられる。この点に関しては転位堆積による応力集中により双晶を誘起することが明らかになっており、詳細については現在調査中である。

5. 結 論

粒径の異なる AZ31 合金において室温引張試験を行い、ひずみ量 2% における変形組織を TEM により観察した。その時、引張軸の方位と可能なすべり系との方位関係から塑性異方性因子を計算し、活動する転位すべり系との対応関係を調べ、微細粒および粗大粒における活動すべり系の違いを調べた。

塑性異方性因子が 15.4 の粗大粒では、粒界近傍でのみ非底面 a 転位が活動し、結晶粒内部では底面 a 転位の活動が支配的であった。塑性異方性因子が 0.88 の微細粒では粒内全体で非底面 a 転位が活動し、非底面 a 転位の密度は全転位密度の約 40% であった。

この非底面 a 転位の活動は粒界での塑性ひずみの連続性を保つために発生したコンパティビリティ応力によるものと考えられる。粗大粒においてはコンパティビリティ応力の及ぶ範囲が粒界近傍に限られるため、非底面 a 転位は粒界近傍でのみ活動したと考えられる。一方、微細粒においては、コンパティビリティ応力の及ぶ領域が粒内全体に及んだため非底面 a 転位は粒内全体で活動したと考えられる。

文 献

- 1) W. F. Sheerly and R. R. Nash: Trans. Metall. Soc. AIME **218**(1960) 416-423.
- 2) H. Yoshinaga and R. Horiuchi: Trans. JIM **5**(1963) 14-21.
- 3) T. Obara, H. Yoshinaga and S. Morozumi: Acta Metall. **21**(1973) 845-853.
- 4) J. F. Stohr and J. P. Poirier: Philos. Mag. **25**(1972) 1313-1329.
- 5) S. Ando, K. Nakamura, K. Takashima and H. Tonda: J. JILM **42**(1992) 765-771.
- 6) T. Mukai, M. Yamanoi, H. Watanabe and K. Higashi: Scr. Mater. **45**(2001) 89-94.
- 7) J. Koike, T. Kobayashi, T. Mukai, M. Suzuki, K. Maruyama and K. Higashi: Acta Mater. (2002) in press.
- 8) J. D. Livingston and B. Chalmers: Acta Metall. **5**(1957) 322-327.
- 9) R. E. Hook and J. P. Hirth: Acta Metall. **15**(1967) 535-551.
- 10) J. J. Hauser and B. Chalmers: Acta Metall. **9**(1961) 802-818.
- 11) C. Rey and A. Zaoui: Acta Metall. **30**(1982) 523-535.
- 12) T. Takasugi, O. Izumi and N. Fat-Hall: J. Mater. Sci. **13**(1978) 2013-2021.
- 13) K. Maruyama, M. Akabori and S. Karashima: Trans. JIM **22**(1981) 723-732.
- 14) A. Serra and D. J. Bacon: Philos. Mag. **63**(1991) 1001-1012.
- 15) Japan Magnesium Association: *Handbook of Advanced Magnesium Technology*, KALLOS publishing (2002) pp. 105-111.
- 16) H. Margolin and M. S. Stanesco: Acta Metall. **23**(1975) 1411-1418.
- 17) J. Koike, R. Oyama, T. Kobayashi and K. Maruyama: submitted to Mater. Trans. (2002).
- 18) M. A. Mayers, O. Vohringer and V. A. Lubarda: Acta Mater. **49**(2001) 4025-4039.