AZ31 マグネシウム合金市販板の 温間引張試験における流動応力と組織変化

藤井空之* 岩崎 源*

坂部 裕司* 堀越 哲美**

Flow Stress and Microstructure Change in Warm Tension Test for Commercial AZ31 Magnesium Alloy Sheets

Hiroyuki FUJII*, Hajime IWASAKI*,

Hiroshi SAKABE* and Tetsumi HORIKOSHI**

(Received on September 7, 2005)

Flow stress and microstructure for two commercial AZ31 magnesium alloy sheets with different grain sizes of 12 μ m and 5 μ m have been investigated in warm tension tests at temperatures from 448K to 523K and at strain rates from 1 $\times 10^{-3}$ /s to 1 $\times 10^{-1}$ /s. The formula $\sigma = F\epsilon^n (\dot{\epsilon}/\dot{\epsilon}_0)^m$ for flow stress was successfully established with F , n and m values obtained experimentally. F was calculated from the equation $F = -3.673T + 2170$ (MPa) for both materials. Grain refinement by continuous dynamic recrystallization significantly occurred at a large strain of 0.8–0.9 and at a temperature of 523K for both materials. The effect of grain size on F was very small. n , however, decreased and m increased with decreasing grain size in the experimental ranges of temperature and strain rate.

Key words: material property, AZ31 magnesium alloy, warm tension test, dynamic recrystallization, flow stress

1. 結 言

実用金属中で最も密度の小さいマグネシウムは、世界的な環境問題の意識の高まりのもと、産業界で起きている省エネルギーの促進、リサイクルによる資源再利用の推進などの強い要求に応えられる金属材料として脚光を浴びてきている。すでに自動車業界などでは第二次大戦後すぐに軍事技術からの転用によるマグネシウム合金の鋳造品が使用されてきたが、最近では各種の精密鋳造法の発展、展伸材や圧延材の製造技術の確立などで多方面にわたり利用が進められてきている¹⁾。マグネシウムはアルミニウムと異なり対称性が低く、すべり系の少ない結晶構造、hcp 構造を有するため冷間での塑性変形が難しく、すべり系が増す熱間または温間での塑性加工が必要である。この条件のもと構造体としての強度や靱性、量産時の生産性や仕上がり精度に優れた圧延薄板材プレス成形技術が求められている。

筆者らは平成 11 年より圧延薄板材を用いてプレスによる深絞り技術の研究開発をすすめてきた^{2), 3)}。その結果、市販マグネシウム合金の圧延板材から、微細結晶粒超塑性変形を利用した温間深絞り加工技術の開発に成功した⁴⁾。マグネシウム合金の超塑性に関しては、渡辺らにより詳しい報告がなされている^{5), 6)}。著者らの行った深絞り成形³⁾

では、初期結晶粒径 15 μ m の市販圧延板材が、深絞り成形中に 3~4 μ m まで微細化した。熱間、温間での塑性変形中に起こるひずみ誘起の結晶粒微細化は、動的連続再結晶と言われており⁷⁾、圧延⁸⁾、押出し⁹⁾、引抜き¹⁰⁾などマグネシウム合金の熱間加工中で多く観察されている。

一方、マグネシウム合金板のプレス成形技術を発展させる上で、板材料の最適化と数値シミュレーションプログラムの開発が不可欠である。板材料の最適化には化学的成分の制御と均質化、結晶粒径の制御と微細化、および寸法精度の信頼度が満たされねばならない。また、数値シミュレーションを構築するためには、変形中の組織変化に注目し、機械的特性を適切に表わす数式化が必要である。しかし、いまのところマグネシウム合金板材の真応力-真ひずみ関係の数式化に関する報告は数少なくデータの蓄積も少ない。

そこで、本論文では市販されている AZ31 圧延板で、化学的成分がほぼ等しくかつ平均結晶粒径が 5 μ m, 12 μ m と異なる 2 銘柄を用いて、プレス成形温度での真応力-真ひずみ関係、加工硬化指数 n 、塑性係数 F を調べ、組織変化との関係について検討する。

2. 実験方法

2.1 供試材

本実験に使用した材料は、2 銘柄の AZ31 圧延板材（市販材）である。板厚 t は 0.7mm と 0.5mm と異なる。受入れ

* (株) A・J・C 〒510-0804 四日市市万古町 2-20

** 名古屋工業大学大学院ながれ領域 〒466-8555 名古屋市昭和区御器所町

時の結晶組織は Fig. 1 に示すようにいずれもほぼ等軸であるが結晶粒の大きさが写真上で $2\mu\text{m}$ から $30\mu\text{m}$ の範囲に分布する混粒である。平均結晶粒径は $12.2\mu\text{m}$ と $5.2\mu\text{m}$ である。以後、前者を試料 A、後者を試料 B と称する。

Table 1 に化学組成を示す。

Fig. 1 Microstructures of the sample A and the sample B as received.

Table 1 Chemical compositions of the samples. wt%

Sample	Al	Mn	Zn	Si	Cu	Ni	Fe	Ca	Mg
A	3.00	0.46	0.9	<0.01	<0.01	<0.001	0.002	<0.01	Rem
B	3.30	0.46	0.89	0.01	<0.01	0.001	0.001	<0.01	Rem

2. 2 引張試験

試験片は圧延方向に平行に採取し、形状は電気炉の均熱域を考慮し、平行部長さ 10mm、平行部幅 5mm、全長 50mm の規格外の形状を用いた。平行部に直径 5mm のサークルを朱肉で捺印し、破断伸び測定に用いた。試験機は容量 1kN で、パーソナルコンピュータを介してクロスヘッド速度制御と荷重、変位の計測が同時に行えるようになっている。試験温度は PID 式三段電気炉を用いて制御し、中央部の試験ゾーンで 80mm にわたって $\pm 2\text{K}$ の範囲で制御されている。

試験の手順はつぎのとおりである。まず、試験片を炉外でチャックに固定し、これを試験温度の炉内でプルロッド先端に取り付けた。25 分間保持後、クロスヘッドのゼロ位置調整を行い試験を開始した。試験条件は、温度を 448K、473K および 523K の 3 条件、ひずみ速度を $1 \times 10^{-3}/\text{s}$ 、 $1 \times 10^{-2}/\text{s}$ 、および $1 \times 10^{-1}/\text{s}$ の 3 条件とし、それぞれの組合せ条件について試験した。このひずみ速度範囲はたとえば AZ31 合金の深絞り成形のシミュレーションに有効であると思われる。

2. 3 組織観察

引張試験前（設定温度で 25 分保持後）の組織と、引張試験後の組織を観察した。観察面は試験片の平行部で幅方向に垂直な面である。腐食液の組成は酢酸 20ml、ピクリン酸 10g、蒸留水 10ml、エタノール 100ml である。

3. 実験結果および考察

3. 1 応力-ひずみ曲線

Fig. 2 に 448K、473K および 523K における、ひずみ速度 $1 \times 10^{-3}/\text{s}$ 、 $1 \times 10^{-2}/\text{s}$ および $1 \times 10^{-1}/\text{s}$ での応力-ひずみ曲線を示す。いずれの条件においても両試料とも変形初期に応力が上昇し、その後低下する。応力の上昇は加工硬化であるが、低下はくびれの発生に起因するものと思われる。すなわち、本実験では標点間の材料はつねに一樣伸びをすることを仮定して、体積一定の条件のもと断面積を求め、真応力を算出している。また、一樣伸びと仮定して真ひずみを算出している。しかし、試験途中の試料を取り出し観察すると、温度 473K、ひずみ速度 $1 \times 10^{-1}/\text{s}$ ではひずみ 0.35 においてすでにくびれの発生が認められた。このくびれ発生時期は Fig. 2 の応力-ひずみ曲線中の応力のピーク発生時期に相当している。さて、正確な応力-ひずみ線を得るには、くびれの発生を考慮しなければならない。しかし、温間引張試験においてくびれ部の最小断面積、 $A_{\min}$ を荷重と同期して計測することは困難である。そこで、Fig. 2 においてひず

Fig. 2 True stress vs. true strain curves for the sample A and the sample B at 448K, 473K and 523K.

み 0.25, 0.35 および 0.4 までの試験を行い, 各試験片の A_{min} を求め, 真応力 $\sigma = P/A_{min}$ と, 真ひずみ $\varepsilon = \ln(A_0/A_{min})$ を算出した. Fig. 3 は, 試料 A と試料 B に対し 473K, ひずみ速度 $1 \times 10^{-1}/s$ の条件でこのようにして求めた応力とひずみを, Fig. 2 の応力-ひずみ曲線とともに示している. これらの図から, 試料 A, 試料 B ともにくびれ発生後も材料は明らかに加工硬化することがわかる.

Fig. 3 Revised true stress vs. true strain curves at 473K.

3. 2 ひずみ速度感受性指数

Fig. 4 はひずみ 0.1 における真応力とひずみ速度の関係を示す. この図からわかるように, いずれの試料とも応力のひずみ速度感受性指数 m 値は 0.2 から 0.15 の範囲にあり, 応力指数 (m 値の逆数) は 5 から 8 の範囲に存在する. このことから本実験条件での変形過程は転位クリープに律速しているものと思われる¹¹⁾.

Fig. 4 Relationship between logarithmic true stress and strain rate showing strain rate sensitivity for the sample A and the sample B at 448K, 473K and 523K.

3. 3 応力-ひずみ曲線の数式化

3. 1 節で試料 A, 試料 B ともに 473K において, 変形初期から破断に至るまで加工硬化しつづけることがわかった. この傾向は 448K, 523K でも確認された. そこで, 加工硬化を含む塑性曲線の数式化をつぎに検討する. ここでは, Fig. 3 の曲線の形から $\sigma = F\varepsilon^n(\dot{\varepsilon}/\dot{\varepsilon}_0)^m$ の形への数式化を検討する¹²⁾. ここで, F は塑性係数, n は加工硬化指数, $\dot{\varepsilon}$ はひずみ速度, $\dot{\varepsilon}_0$ は常数 $1/s$, m はひずみ速度感受性指数である. Fig. 5 は, Fig. 3 の修正値を含む真応力と真ひずみの関係を両対数でプロットしたものである. この図から, 対数値で表す応力-ひずみ曲線はいずれの

Fig. 5 Relationship between logarithmic true stress and true strain.

条件でもほぼ直線関係を示すことがわかる. 最小二乗法で求めた各直線の近似式を図中に示す. この結果から, ひずみ 0.2 までの範囲で得られる真応力と真ひずみの関係は, ひずみ 0.8~1.0 の大ひずみ範囲まで成立することがわかる. 一軸引張試験では, くびれ発生と破断のためひずみ 1.0 までの正確な応力とひずみの関係を得ることはしばしば困難となるが, 上の結果から市販の AZ31 板材の場合, 変形初期の真応力と真ひずみの関係からひずみ 1.0 まで適応できる流動則を導くことができる.

Fig. 5 中に示された一次式の係数から, 式 $\sigma = F\varepsilon^n(\dot{\varepsilon}/\dot{\varepsilon}_0)^m$ の n 値, 定数項から $F(\dot{\varepsilon}/\dot{\varepsilon}_0)^m$ が得られる. さらに Fig. 4 で与えられる m 値を用いて F を計算することができる. Fig. 6 はこのようにして得られた F 値と温度の関係を示す. F 値と温度の関係は直線的であり, その関係式を図中に示す. この図から試料 A と試料 B の相違は極めて小さいこともわかる. つぎに n 値と温度およびひずみ速度の関係を Fig. 7 に示す. n 値は温度の上昇とともにまたひずみ速度の低下とともに減少することがわかる. n 値

Fig. 6 Variation in F value with temperature.

は試料 A の方が大きく, 低温ほどその差が大きいことがわかる. この n 値の違いは, 活動すべり系の結晶粒径依存性にあると思われる. すなわち結晶粒径の大きい試料 A では, 柱面 a 転位の活動が粒界近傍のみに限られ, 粒内のすべりが底面 a 転位の活動に限られ困難であることに起因していると考えられる¹³⁾.

Fig. 7 Variation in n value with strain rate and temperature.

3. 4 引張変形にともなう組織変化

Fig. 8は試料 A と試料 B の引張変形にともなうマイクロ組織変化を、ひずみ速度 $1 \times 10^{-1}/s$ で温度 473K および 523K の場合について示す。いずれの写真も水平方向が引張軸方向、垂直方向が板厚方向である。まず、試料 A の組織観察結果を説明する。ひずみ 0 の段階でいずれの温度においても市販材に存在する双晶が依然観察される。しかし双晶の量は温度の上昇とともに少なくなっている。ひずみ 0.2~0.3 の段階で、マイクロ組織は温度とともに顕著な変化を示す。473K では斜めに結晶粒を貫通するせん断帯の痕跡があり、それに沿って微細な結晶粒が観察される。523K では、せん断帯の痕跡は無くなり、代わって微細結晶粒の配列が見れる。せん断帯に挟まれた領域で微細化が進行する一方、微細化しない結晶粒もあり混粒組織となっている。ひずみ 0.8~0.9 の破断面近傍は、

	$\varepsilon = 0$	$\varepsilon = 0.2 \sim 0.3$	$\varepsilon = 0.8 \sim 0.9$
Sample A 473 K	 A.G.S.: 12.2 μm	 10.1 μm	 8.9 μm
Sample A 523 K	 A.G.S.: 11.7 μm	 3.4 μm	 3.1 μm
Sample B 473 K	 A.G.S.: 5.6 μm	 5.4 μm	 3.0 μm
Sample B 523 K	 A.G.S.: 7.2 μm	 5.0 μm	 2.8 μm
Tensile axis is horizontal and thickness direction is vertical. 50 μm			

Fig. 8 Variation in microstructure of the sample A and the sample B during warm tension tests at 473K and 523K.

473K では結晶粒の微細化は起こっていない。また、粒界の応力集中に起因する粒界破壊が生じている。523K では動的連続再結晶が進行し、平均結晶粒径 $3.1\mu\text{m}$ の均一微細な組織となっている。また、破断面近傍には粒界すべり時にしばしば観察される空洞が発生しているが、破壊はくびれによるものである。

つぎに、試料 B では、ひずみ 0 の段階で市販材の組織 (Fig. 1) とほとんど変化はない。わずかに 523K で粒成長している程度である。ひずみ 0.2~0.3 の段階では、473K で微細化した結晶粒が縞状に配列しているのが観察される。523K では動的連続再結晶が進行し、微細化した結晶粒領域が多く存在する。一方で $20\mu\text{m}$ 程度の変形方向に伸長した結晶粒が存在するようになる。Mg 合金で見られる動的連続再結晶は、動的回復で生成する亜結晶粒が粒界斜角を次第に増し、やがて結晶粒になってできるものと考えられている⁷⁾。それゆえ、転位すべりに関係する結晶粒径、配向や成分組成などの違いにより、動的再結晶は選択的に起こり、動的再結晶に至らない結晶粒は伸長すると思われる。つぎにひずみ 0.8~0.9 では、いずれの温度でも動的再結晶による微細化が一段と進み、平均結晶粒径は 473K では $3.0\mu\text{m}$ に、523K では $2.8\mu\text{m}$ に減少している。しかし、473K の破面は 523K のそれとは対照的に脆性的である。これはすべり系が少ないことにより結晶粒界に生じた応力集中が原因と考えられる。以上の考察から初期結晶粒径が $5\mu\text{m}$ と微細であってもさらに動的再結晶により $3\mu\text{m}$ 程度まで微細化すること、また、初期結晶粒径が $12\mu\text{m}$ と大きい場合でも、温度 523K、ひずみ速度 $1 \times 10^{-1}/\text{s}$ 、ひずみ 0.8~0.9 では $3\mu\text{m}$ の微細組織になることがわかった。

4. 結 言

板厚、結晶粒径の異なる 2 銘柄の AZ31 圧延板 (市販材) について、温度 448K、473K および 523K、ひずみ速度 $1 \times 10^{-3}/\text{s}$ 、 $1 \times 10^{-2}/\text{s}$ 、および $1 \times 10^{-1}/\text{s}$ の条件でひずみ速度一定の引張り試験を行い、応力-ひずみ曲線の数式化を検討した。また、変形にともなう組織変化をひずみ速度 $1 \times 10^{-1}/\text{s}$ について調べ動的再結晶による微細化の様子を比較検討した。その結果以下のことが明らかになった。

- 1) くびれのないひずみ範囲 0.05 から 0.2 における真応力と真ひずみの関係は、真ひずみ 0.8~0.9 の大ひずみまで成立する。
- 2) 本研究で得られた真応力と真ひずみの関係はすべて n 乗硬化型の式、 $\sigma = F\epsilon^n (\dot{\epsilon}/\dot{\epsilon}_0)^m$ で表される。

- 3) 塑性係数 F 値は両試料でほぼ同じ値となり温度の上昇とともに直線的に減少する。
- 4) 加工硬化指数 n 値は温度の上昇、ひずみ速度の低下、および結晶粒微細化にともなって減少する。
- 5) 初期結晶粒径が $12\mu\text{m}$ の試料では温度 523K、ひずみ速度 $1 \times 10^{-1}/\text{s}$ においてひずみ 0.2~0.3 で動的再結晶による微細化が始まる。これに対し、 $5\mu\text{m}$ の試料では温度 473K、 $1 \times 10^{-1}/\text{s}$ 、ひずみ 0.2~0.3 ですでに微細化がはじまる。

以上の研究結果は、従来の弾塑性シミュレーションプログラムを発展させ、マグネシウム合金のプレス成形に必要なひずみ速度と温度の影響を考慮したシミュレーション技術構築の過程で生かされると考えられる。

参考文献

- 1) Magnesium Technology 2005, ed. by Neelameggham, N.R., Kaplan, H.I. and Powell, R.R. : (2005)
- 2) 岩崎源・桜井俊治・藤井空之・馬淵守：平成 14 年度塑性加工春季講演論文集，(2002)，187-188.
- 3) Fujii, H., Iwasaki, H. and Araki, J.K. : Materials Science Forum, 488-489 (2005), 571-574.
- 4) 特許出願中(特願 2002-222050).
- 5) 渡辺博行・向井敏司・東健司：軽金属，51-10 (2001)，503-508.
- 6) 渡辺博行・向井敏司・東健司：塑性と加工，44 -504 (2003)，10-14.
- 7) 楊統躍・三浦博己・酒井拓：軽金属，52-7 (2002)，318-323.
- 8) 佐藤雅彦・加治屋強・八代利之：軽金属，54-11 (2004)，465-471.
- 9) 村井勉：軽金属，54-11 (2004)，472-477.
- 10) 阿部望：軽金属，54-11 (2004)，478-483.
- 11) Ishikawa, K., Watanabe, H. and Mukai T. : J. Mater. Sci., 40 (2005)，1577-1582.
- 12) Takuda, H. and Morishita, T.: Proceedings of ESAFORM 2005 Conference, (2005)，591-594.
- 13) Koike, J., Kobayashi, T., Mukai, T., Watanabe, H., Suzuki, M., Maruyama, K. and Higashi K.: Acta Mater., 51 (2003)，2055-2065.

謝辞 本研究は経済産業省の地域新産業創造技術研究開発補助事業の一環として行ったものであることを付記する。