論文

圧縮ねじり加工した AZ61 マグネシウム合金の
微視組織に及ぼす回転回数の影響

筒井 一輝*

久米 裕二**

小橋 眞**

金武 直幸**

Effect of Rotation Number on Microstructure of AZ61 Magnesium Alloy
Produced by Compressive Torsion Processing

Kazuteru TSUTSUI*, Yuji KUME **,

Makoto KOBASHI** and Naoyuki KANETAKE **

(Received on December 25, 2008)

Grain refinement and texture control in magnesium alloys are an effective way of improving mechanical properties. We have investigated the possibility of microstructure control of metal materials by compressive torsion processing. This process can apply a large strain to a cylindrical work piece by simultaneous compressive and torsional loadings without changing the shape of the work piece. It is expected that not only grain refinement but also texture control can be achieved. In the present work, we applied this process to the microstructure improvement of extruded AZ61 magnesium alloy. The effect of rotation number on microstructure control was investigated. The microstructure of each specimen after processing was analyzed quantitatively and the distribution of grain size was determined. In addition, texture was measured by X-ray diffraction analysis. Grains of several micrometers were observed in the specimens under all conditions. The grains in the specimen processed with a large rotation number were refined homogeneously over the cylindrical work piece. Most basal planes, which were initially oriented parallel to the cylindrical axis, were distributed nearly perpendicular to the axis, the compressive direction, after processing.

Key words: new forming process, material, compressive torsion processing, magnesium alloy, grain refinement.

1. 緒言

近年、省エネルギー・低環境負荷の観点から構造材料の軽量化が求められ、実用金属中において最も低比重で、優れた機械的性質を有するマグネシウム合金が注目されている。実際に一部の構造部品でマグネシウム合金が適用されているが¹⁾、適用拡大やさらなる軽量化の達成のためには展伸材の開発が必要不可欠である。展伸材の工業利用を阻害する原因は、高強度合金の室温での加工性が極めて悪いことや塑性変形に異方性を示すことである^{2)~4)}。これらの課題を解決する方法として、強ひずみ加工を用いた結晶粒微細化と集合組織の制御が有効であり、様々なプロセスに関する研究が報告されている^{5)~9)}。

筆者らは、円柱形状の被加工材に圧縮負荷とねじり負荷を同時に付与する圧縮ねじり加工を開発し¹⁰⁾、強ひずみ加工法として様々な応用研究を行っている。本加工法は円柱

状被加工材の形状を変えずに、連続的にせん断変形を与えることができ、鍛造用ビレットなど、その後の二次加工工程にもそのまま適用できる利点を有する。本加工法による組織制御については、各種アルミニウム合金の結晶粒や析出粒子の微細化に有効であることを報告した^{11)~15)}。また、マグネシウム合金については AZ61 合金に適用して、結晶粒微細化や集合組織制御に及ぼす加工温度の影響を検討し、523K~623K の圧縮ねじり加工で数 μm 程度の微細な結晶粒が得られることを報告した¹⁶⁾。そこで、本稿では同じ AZ61 マグネシウム合金について、圧縮ねじり加工の回転回数が加工後の微視組織と集合組織に及ぼす影響について検討した。

2. 実験方法

2.1 圧縮ねじり加工法

圧縮ねじり加工装置の模式図を Fig. 1 に示す。コンテナ内に密閉された円柱形状の被加工材は圧縮負荷と同時に上下のダイスが互いに逆回転することによりねじり負荷が伝達され、静水圧力下で大きなせん断変形が付与される。上下ダイス端面にはねじり負荷の伝達を効率良くするために

* 名古屋大学大学院工学研究科 生 〒464-8603 名古屋市千種区不老町
Graduate student, Graduate school of Engineering, Nagoya University,
Furo-cho, Chikusa-ku, Nagoya 464-8603, Japan.

** 名古屋大学大学院工学研究科 同上 ibid.

凹凸を設けており、加工時の温度制御はコンテナ内に埋め込んだカートリッジヒーターで昇温と温度保持を行う。本加工法の特長には被加工材形状が変化せずに短時間で連続的にせん断ひずみを導入できることが挙げられる。例えば、1回転の圧縮ねじり加工では直径25mmの円柱試料の外周部において約16のせん断ひずみが付与される。ここで、回転数とは負荷装置の回転数であり、上下ダイスがそれぞれ1回転することを意味する。また、その他の特長としては静水圧力下で加工するためバルク金属に限らず、粉末金属やチップ状金属の直接固化成形にも有効であることが挙げられる。

$\phi 25 \times 10$ mmの被加工材をコンテナに挿入し、上下ダイスが接触した状態で523Kまで昇温させる。その後、圧縮圧力100MPaを与え、回転速度を5rpmとして所定の回転回数で加工を行った。負荷装置の回転回数を5回から30回に変化させた。

2.2 供試材と組織観察

被加工材としてAZ61マグネシウム合金の押出し材を用いた。直径25mm高さ10mmの円柱を切り出した後に、673Kで10時間の均質化処理を行った。圧縮ねじり加工前後の試料について、光学顕微鏡による微視組織の観察と、X線回折装置による集合組織の測定を行った。組織の観察面および測定面をFig. 2に示す。得られた組織写真から、画像解析により結晶粒径を算出し、面積頻度（面積率）によって整理し、結晶粒径の分布を定量的に評価した。集合組織の測定は図の(a)、(b)の両面について、シュルツの反射法($\alpha=15^\circ \sim 90^\circ$)により(0002)面と(10 $\bar{1}0$)面の極点図を作成し評価した。図のように円柱試料の半径方向をr軸、圧縮方向をz軸として極点図上に示す。

Fig. 1 Schematic illustration of experimental apparatus for Compressive Torsion Processing

Fig. 2 (a) Vertical and (b) transverse sections for microstructure observation and texture measurement

3. 実験結果

3.1 微視組織変化

Fig. 3に加工前の微視組織写真と画像解析による結晶粒径分布を示す。画像解析結果には、各結晶粒径の面積頻度をヒストグラムで、その累積頻度を折れ線グラフで示し、累積頻度が0.5となる平均粒径を●印で示す。加工前の試料には10~200 μm の幅広い分布を持つ等軸粒が観察され、平均粒径は約70 μm であった。

Fig. 4は、回転回数5回で加工した円柱試料の縦断面について、図中の番号で示す9ヶ所の微視組織写真を示す。①、④、⑦は中心軸上、③、⑥、⑨は外周部から約1mm内側、②、⑤、⑧はそれらの中間の点である。またFig. 5は、各組織写真から求めた結晶粒径のヒストグラムと累積頻度を示す。両図の結果から、加工前の結晶粒と比較して、圧縮ねじり加工後ではどの観察部位においても10 μm 程度

Fig. 3 Microstructure and grain diameter histogram of starting alloy before processing

Fig. 4 Microstructure of specimen with 5 rotations

Fig. 5 Grain diameter histograms on different positions in vertical section of specimen processed with 5 rotations

に微細化された再結晶粒が多数観察されるが、観察部位によって結晶粒径分布に大きな違いが見られる。円柱の上下面（部位①～③，⑦～⑨）では、どの観察部位においても全体にわたって約 $20\mu\text{m}$ 以下に微細化された組織が観察され、これらの領域における結晶粒径の分布状況はそれほど変わらず、平均粒径はどの観察部位でも $7\sim 10\mu\text{m}$ であり、同様な組織である。一方、円柱の高さ中央部（部位④～⑥）では、部位⑥において全体的に $20\mu\text{m}$ 以下の再結晶粒が観察され、部位①～③や⑦～⑨の組織と同じであるのに対し、部位④や⑤では微細な再結晶粒とともに、未再結晶粒と思われる数十ミクロンの結晶粒の存在や波状化した結晶粒界が確認される。これらの部位における結晶粒径の分布は中心部に近いほど幅広くなっており、部位④，⑤，⑥の平均粒径はそれぞれ $28.3\mu\text{m}$ ， $16.1\mu\text{m}$ ， $9.0\mu\text{m}$ と、中心部に近いほど大きくなっている。組織観察や結晶粒径分布から、部位④や⑤では結晶粒微細化が不十分であることが分かる。この原因はねじり変形の幾何学的な不均一性に起因するもので、詳細な考察は後述する。

結晶粒の微細化が不十分である高さ中央部（部位④～⑥）について回転回数を変化させた場合の微視組織と結晶粒径

Fig. 6 Microstructures of specimen processed with various rotation numbers

Fig. 7 Grain diameter histograms of specimen processed with various rotations

分布を Fig. 6, Fig. 7 で比較する. 回転回数 10 回の試料は部位④において, 回転回数 5 回の試料で見られた未再結晶粒や波状化した結晶粒界が同様に観察される. 部位⑤ではそれらは確認できず, 全体的に $20\mu\text{m}$ 以下の再結晶粒である. 平均粒径や結晶粒径の分布から, 微細な組織である部位⑥に近い. 一方, 回転回数 30 回で加工した試料においては, 部位④～⑥で波状化した結晶粒界は観察されず, 再結晶が完了した組織である. 回転回数の増加に伴い, 外周部(部位⑥)から中心部(部位④)へ結晶粒の微細化領域が増えていることがわかった. また, 30 回転の試料における部位⑥では部位④や⑤と比較すると微細な結晶粒の割合が少なく, 組織は若干大きくなっており, ①～③や⑦～⑨においても同様な傾向であった. この点についても後に考察する.

3.2 集合組織変化

Fig. 8 に加工前の試料と各回転回数で加工した試料の極点図を示す. 測定面は Fig. 2 に示した縦断面および横断面であり, 極点図上に r, z の座標軸を示し, 等高線はランダム強度を 1 として規格化した相対強度で表す. 測定極点図は(0002)面であるが, 加工前の試料では横断面に(0002)結晶面の回折強度が確認できなかったため(10 $\bar{1}$ 0)極点図を測定した. 加工前の試料における縦断面の(0002)極点図は赤道付近で左右に広がった集積が見られ, 横断面の(10 $\bar{1}$ 0)極点図は中央部に強い集積が現れた. 加工前はマグネシウムの結晶構造である六方晶の基底面が円柱の中心軸と平行に軸対称配向しており, 一般的な押し出し材の結晶配向である.

一方, 加工後の試料について, どの回転回数でも横断面の(0002)極点図で中央部に同心円状の強い集積が見られ, これは加工前の試料では回折強度が全く見られなかった方位の現れである. 縦断面の(0002)極点図でも, 強度は弱く多少分散した形であるが集積が見られる. 以上のことより, 加工前は円柱の軸方向と平行に軸対称配向していた基底面の大部分が, 圧縮ねじり加工後には円柱の軸方向(圧縮方向)と垂直に配向するように変化し, 一部は加工前の方位が残ることがわかった. また回転回数が増加しても, 集合組織に大きな違いは見られないが, 回転回数が増加すると集積の度合いが多少高くなる.

4. 考 察

圧縮ねじり加工した試料の結晶粒微細化は, 加工中の動的再結晶によるものと考えられる¹⁷⁾. すなわち, 初期の粗大粒が変形を受けて結晶粒界が波打つような形になり, さらにひずみが付与されると, 徐々に結晶粒が分割され, 微細な再結晶組織となる. 加工中の再結晶粒の生成の有無は, 付与されたひずみ量と温度に依存することが知られており, 再結晶粒の生成の有無や結晶粒が微細化した領域の進展は与えられたひずみ量によって決まると考えられる.

圧縮ねじり加工は円柱試料に上下面から回転負荷を与えることにより大きなせん断変形を与えている. したがって, 回転負荷の幾何学的理由から半径方向にひずみ勾配が生じ, 外周ほどせん断ひずみが多く与えられ, 中心軸に近づくにつれてひずみ量は減少する. 一方, 高さ方向では, 半径位置が同じであれば幾何学的には高さ方向のひずみは均一である. しかし, 円柱試料側面とコンテナ内面との摩擦拘束によって, 上下面でのねじり負荷が高さ方向に均一に伝達されず, 高さ中央部ほどせん断変形量は少なくなる¹⁸⁾. さらに加工中の試料は強ひずみ加工による加工発熱があり, コンテナ内面近くに設置した熱電対から 5～10K 程度の温度上昇を確認している. 加工発熱は変形部の仕事量によるため, 円柱試料の外周付近の部位では 30K 程度の温度上昇も予想される. 以上のように, 幾何学的理由の他に摩擦拘束や加工発熱が, 加工後の微視組織の分布に様々な影響する. 回転回数 5 回の微視組織 (Fig. 5) では, 上下面や外周部付近では全体的に結晶粒が微細化され, ほぼ均一な組織であるのに対し, 部位④や⑤において微細化が不十分なのは, 5 回転ではこの領域に導入されるひずみ量が不十分なためである. また, 場所による微視組織の均一性に対する回転回数の影響について, Fig. 9 に整理して考察する. この図は各観察部位の画像解析から得られた結晶粒径の累積頻度が 0.5 となる場合の結晶粒径, つまり平均結晶粒径を各回転回数についてまとめたものである. 図には, 試料内部で特にひずみ量が異なると考えられる代表的な観察部位①, ④, ⑤, ⑥の結果を示している. 回転ダイスに近い観察部位① (●) や観察部位⑥ (△) の平均粒径は, どの回転回数でも $5\sim 7\mu\text{m}$ とほぼ同じであることがわかる. 一方,

Fig. 8 (0002) and (10 $\bar{1}$ 0) pole figures of specimens with before processing, rotation number; 5, 10, 30

Fig. 9 Relationships between rotation number and average grain size

中央部の観察部位④ (○) の平均粒径は回転回数 5 回において、 $28.3\mu\text{m}$ と大きな値を示しているのに対し、回転回数 10 回では $12.0\mu\text{m}$ 、回転回数 30 回では $5.4\mu\text{m}$ と回転回数が増加するに従い、次第に微細化が進展している。1 回転で導入されるひずみ量が小さい領域 (部位④) においても、回転回数の増加に伴い、動的再結晶に十分なひずみ量が付与され、均一で微細な組織となったと考えられる。また、30 回転の外周部 (部位⑥) では他の部位 (部位④, ⑤) と比較して、微細な結晶粒の割合が減り、平均粒径も若干大きいことは回転回数の増加によって加工発熱が影響したためであると考えられる。

集合組織の変化については以下のように考えることができる。加工に伴う結晶方位変化は、結晶の活動すべり面が圧縮軸と垂直 (圧縮面と平行) に、また、主せん断面と平行になるように変化していく。圧縮ねじり加工では圧縮面と主せん断面が一致しており、マグネシウムの活動すべり面である六方晶の基底面が、圧縮面である円柱の横断面と容易に平行になるものと考えられる。この変形集合組織は加工中の動的再結晶により再結晶組織に変化するが、楊らはマグネシウム合金の変形集合組織は高温の焼鈍し後も維持されると報告しており¹⁹⁾、本研究においても再結晶によって結晶方位は変化しないと考えられる。また、縦断面の極点図に軸対称方位が多少存在していることは、非底面すべりや変形双晶が生ずるなど、全ての結晶粒が同様の変形を受けていないものと考えられるが、詳細は不明である。

5. 結 言

本稿では AZ61 マグネシウム合金に圧縮ねじり加工を適用し、回転回数が結晶粒径と集合組織に及ぼす影響を検討した結果、以下のことがわかった。

- 1) 圧縮ねじり加工によって、円柱試料の外周部においてどの回転回数でも $10\mu\text{m}$ 程度の微細な結晶粒が得られ、マグネシウム合金の結晶粒微細化に有効であることがわかった。
- 2) 回転回数 5 回の試料では、観察部位によって得られる組

織が違い、結晶粒径は分布を持つことがわかった。円柱の上下面や外周部の組織は全体的に均一な微細粒であるのに対し、高さ中央部の中心部では初期の粗大粒が残った。

- 3) 回転回数増加とともに、円柱試料の高さ中央部において微細化が進展した。回転回数が増加するにつれ、相対的にせん断ひずみの小さい領域でも微細粒を得るのに十分なひずみの付与により結晶粒が微細化され、30 回転では円柱試料全域で約 $5\mu\text{m}$ の均一な組織を得た。
- 4) 加工前の試料では (0002) 基底面が円柱の軸方向に平行に配向していたのに対し、加工後は基底面が円柱の軸方向に垂直に配向することがわかった。
- 5) 回転回数による集合組織の違いはあまり見られないが、回転回数が増加すると集積の度合が多少高くなった。

参 考 文 献

- 1) 板倉浩二：塑性と加工, **48-556** (2007), 401-406.
- 2) 日本マグネシウム協会編：マグネシウム技術便覧, **1** (2000).
- 3) 村上雄：軽金属, **52-11** (2002), 536-540.
- 4) 金子純一・菅又信：同上, **54-11** (2004), 484-492.
- 5) Matsubara, K., Miyahara, Y., Horita, Z. & Langdon, T.G.: *Acta Mater.*, **51** (2003), 3073-3084.
- 6) Kai, M., Horita, Z., & Langdon, T.G.: *Mater. Sci. Eng.*, **A488** (2008), 117-124.
- 7) 吉田雄・Cisar L.・鎌土重晴・小島陽：軽金属 **52-11** (2002), 559-565.
- 8) Mizunuma, S.: *Mater. Sci. Forum*, **503-504** (2006), 185-190.
- 9) 邢劼・楊統躍・三浦博巳・酒井拓：塑性と加工, **48-556** (2007), 407-411.
- 10) 前田英嗣・金武直幸・長隆郎：同上, **37-431** (1996), 1291-1296.
- 11) Kume, Y., Kobashi, M. & Kanetake, N.: *Mater. Sci. Forum*, **519-521** (2006), 1441-1446.
- 12) 金武直幸・青野圭太郎・伊藤孝至・久米裕二：軽金属, **56-1** (2006), 34-38.
- 13) 久米裕二・小橋眞・金武直幸：塑性と加工, **48-562** (2007), 53-57.
- 14) 久米裕二・小橋眞・金武直幸：同上, **49-564** (2008), 51-55.
- 15) 田原正太郎・久米裕二・小橋眞・金武直幸：同上, **50-2** (2009), 109-133.
- 16) 筒井一輝・久米裕二・小橋眞・金武直幸：軽金属, **59-1** (2009), 35-40.
- 17) Yang, X., Miura, H. & Sakai, T.: *Mater. Trans.*, **44-1** (2003), 197-203.
- 18) 本橋雅和・久米裕二・小橋眞・金武直幸：57 回塑加連講論, (2008), 449-450.
- 19) 楊統躍・三浦博巳・酒井拓：金属誌, **68-11** (2004), 946-951.