難燃性マグネシウム合金板材の割れ発生に及ぼす V 曲げ試験条件の影響

伊藤 友美* 野田 雅史*

Effect of V Bending Conditions on Cracking of Flame-resistant Magnesium Alloy Sheet

Tomomi ITO* and Masafumi NODA*

(Received on October 20, 2017)

In this study, we investigated the influence of various bending conditions on cracks and microstructures during the V bending test. The AZX811 alloy used in this research was in the form of two kinds of sheets: high-strength large-elongation rolled sheets and static recrystallization sheet (annealed at 450 °C for 2h). Under the V bending test conditions, the processing temperature was changed from room temperature to 300 °C. The ratio (R/t) of the punch radius R to the sheet thickness t was 1 to 3. During the bending test, cracks occurred outside the punch subjected to tensile stress. Under the condition of $R/t = 1$, it was possible to bend the static recrystallized sheet at 300 °C and the rolled sheet at 200 °C. It is considered that in the rolled sheet, in which strain remains, dynamic recrystallization occurs at lower temperatures than in the static recrystallized sheet.

Key words: formability test, bending, rolled sheet, flame-resistant magnesium alloy.

1. 緒言

従来, PC をはじめとする家電筐体に対し軽量化を目的としてマグネシウム (Mg) 合金の薄板が利用されてきた。近年では Mg 合金の特性向上に伴い, 構造材料としての利用が検討されている。例えば輸送分野においては車体を軽量化することで環境負担の軽減と高速化が可能となる¹⁾。現在, 車両構体に使用されているアルミニウム (Al) 合金を, Mg 合金へ材料置換することが検討されているが^{2),3)}, 車両構体へ Mg 合金を適用するためには難燃化が必要である。坂本らは Mg 合金にカルシウム (Ca) を 0.5 mass% 添加することで, 発火温度が上昇することを報告している⁴⁾。

難燃性 Mg 合金の展伸化においては高強度化⁵⁾や高速押出性⁶⁾に関する報告例があるものの, 作製される板材はラポスケールであることが多い。筆者らは板厚 3 mm, 板幅 300 mm の板材において A7000 系合金相当である強度 350 MPa 以上, 伸び 13% 以上の特性を有する高強度高延性圧延材を開発した⁷⁾。構造材料として実用化・多用途化を目指す際には, 板厚 3 mm 程度の圧延材に対し成形性を調査することは重要である。成形性においては Mg-Zn-Ce 合金⁸⁾, Mg-Mn 合金⁹⁾など良成形性を示す合金が開発されており,

深絞りやエリクセン試験がより室温に近い温度で可能となりつつある。これら合金は一般的には高強度材に比べ大きな延性を示す合金であり, 高強度 Mg 合金板材においては曲げおよび絞り加工に関する報告は少ない。

汎用 Mg 合金は温間から熱間域での成形が行われることから, 加工中に回復や動的再結晶が生ずる。成形加工中の応力状態は複雑となることから, 高強度高延性化した難燃性 Mg 合金板材の成形性調査手法として V 曲げ試験に着目した。V 曲げ試験は曲げ部の外側に引張応力, 内側に圧縮応力と比較的単純な応力がかかる。Mg 合金は引張応力と圧縮応力で異方性が生じることが知られているが¹⁰⁾, 板厚 3 mm 程度の厚さがあれば加工に伴う板厚方向の組織変化や表面に現れる凹凸模様の組織観察から, 割れの発生位置や V 曲げ試験時の応力に対する組織的因子の考察が可能となる。そこで, 試験条件として温度とパンチ先端半径を変化させ V 曲げ試験時の割れ発生に伴う結晶組織を調査した。

2. 実験方法

難燃性 Mg 合金 Mg-8Al-1Zn-1Ca (AZX811) 鋳造材を用いて, 高強度高延性を発現するプロセスを適用し板厚 3 mm, 板幅 300 mm, 板長さ 700 mm の圧延材を作製した⁷⁾。このプロセスを適用して作製する高強度高延性材は, 金属間化合物が微細に分散し, 面内異方性を低減できる。蛍光 X 線分析装置により測定した化学成分を Table 1 に示す。比較

* 権田金属工業(株)
〒252-0212 相模原市中央区宮下 1-1-16
E-mail: ito495@gondametal.co.jp

材として、圧延材に対し $450^{\circ}\text{C} \times 2$ 時間の焼きなましを付与することで静的再結晶と粒成長を促した板材を作製した。V 曲げ試験片は板の圧延方向と試験片長さ方向が平行となるように板厚 3 mm、板幅 20 mm、板長さ 50 mm に機械加工し、板表面と側面は耐水研磨紙 P1500 で仕上研磨した。パンチ先端半径 (R) は 3, 6, 9 mm とし、V 溝幅は 34 mm、試験温度は室温から 300°C 、ストローク速度は 10 mm/min とした。V 曲げ試験は試験温度に保持した恒温槽の中で行い、試験片投入後に所定温度到達後 4 min の保持を行ってから試験を開始した。作製板材の引張試験は圧延方向に対し、 0° 、 45° 、 90° 方向から JIS 13 号 B 試験片を作製し、非接触式ビデオ伸び計を用いてひずみ速度 $1.1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ で実施した。引張試験により n 値は伸び約 10% での値、 r 値は伸び約 6% での値から算出した。硬さはビッカース硬さ試験機において荷重 2.98 N で 20 s 負荷保持した。V 曲げ試験片表面の割れ発生は実体顕微鏡を用いて最大 20 倍の倍率で観察を行った。断面組織観察は金属顕微鏡 (Optical Microscope, 以下 OM) を用いて行った。材料の切断には自動精密切断機を使用し、OM 組織観察時には樹脂埋め後に耐水研磨紙による研磨、バフ研磨後にエッチングを行った。板材の集合組織は XRD を用いて (0002) 面の強度を測定した。結晶方位解析用の試料は自動精密切断機による切断後に Ar イオンビームによる断面加工を行い、Electron Back Scatter Diffraction (以下、EBSD) を用いて結晶方位を測定し、Inverse Pole Figure map (以下、IPF map) と Kernel Average Misorientation map (以下、KAM map) を得た。

Table 1 Chemical composition of Mg-8Al-1Zn-1Ca alloy (mass%)

Al	Zn	Ca	Mn	Si	Cu	Ni	Fe	Mg
8.06	1.01	0.99	0.17	0.015	0.002	0.001	0.001	Bal.

3. 実験結果

3.1 AZX811 合金板材の機械的特性および金属組織

作製した AZX811 合金板の機械的特性および n 値と r 値を **Table 2** に示す。(a)は圧延材、(b)は再結晶材の結果を示すが、どちらも引張方向に対する機械的特性の差は小さく、両者の材料の r 値は大きく変わらなかった。 n 値は再結晶材の方が大きいことから、加工硬化しやすい材料であることが示唆された。圧延材は再結晶材と比較して硬さが 24 HV 高いことから、加工ひずみが残存していると考えられる。それぞれの板材から板厚が圧縮方向となるように幅 3 mm×長さ 3 mm×高さ 3 mm の材料を切り出し 0.3 mm/min の速度で圧縮試験を行った際の耐力は、圧延材で 200 MPa、再結晶材で 123 MPa を示した。どちらの材料も引張耐力と圧縮耐力の比率は 0.6~0.7 であり、一般的な Mg 合金と同等であった¹¹⁾。

Table 2 Mechanical properties of AZX811 rolled sheet: (a) high strength with large elongation and (b) static recrystallization by annealing at 450°C for 2h

	Tensile direction (degree)	YS (MPa)	UTS (MPa)	El (%)	n value	r value	HV
(a)	0°	278	350	15	0.13	2.5	92
	45°	264	351	15	0.14		
	90°	270	354	17	0.14		
(b)	0°	193	320	21	0.20	2.2	68
	45°	193	319	19	0.21		
	90°	190	323	20	0.21		

圧延材および再結晶材の RD-ND 面 (圧延方向 RD と板厚方向 ND の断面) OM 組織、IPF map および KAM map を **Fig. 1** に示す。圧延材は粗大粒の周囲を微細粒が取り囲むよう存在し、高強度高延性を発現したパイモダル組織と同様の組織を呈し⁷⁾、再結晶材は均一な等軸粒であった。それぞれの Mg 相の平均結晶粒径は $6 \mu\text{m}$ および $14 \mu\text{m}$ であった。**Fig. 1** の KAM map を比較すると、金属間化合物や微細粒箇所に一部赤色の反応がある箇所を除き、圧延材は全体的に緑色の反応、再結晶材は全体的に青色の反応を示しているが、KAM map は方位差が大きく変化している部分すなわち塑性変形が大きく生じている部分が強調されるため¹²⁾、加工ひずみの残存が推定できる。KAM 値は圧延材で 1.2、再結晶材で 0.4 であることから圧延材は再結晶材と比較して板内部にひずみが残存していることが示唆された。

Fig. 1 Optical micrographs, inverse pole figure maps and kernel average misorientation maps of the two kinds of AZX811 sheets: (a) rolled sheet and (b) static recrystallization sheet

RD-TD 面 (圧延方向 RD と板面方向 TD の断面) から測定した (0002) 面の底面集合組織強度は圧延材で 6.8、再結晶材で 8.7 を示し、再結晶材と比較すると圧延材の方が低い値を示した。これは **Fig. 2** に示す極点図の赤線で示される強度が高い領域が、再結晶材は極点図の中央 (90°) にピークとして存在していることに対し、圧延材のピークはなだらかとなり広がりを見せていることから (0002) 面が RD-TD 面に対して垂直ではなく、わずかに角度を持って存在していることを示している。このため、再結晶材よりも集合組織強度としては低くなったと考えられる。

Fig. 2 (0002) Pole figure maps of (a) rolled sheet and (b) static recrystallization sheet before V bending test

3.2 V 曲げ試験結果

V 曲げ試験後の引張応力側の表面を実体顕微鏡で観察し、割れが発生していたものを×、割れが発生していなかったものを○、割れとの判断が困難な凹凸が見られたものを△と判定し、パンチ先端半径 (R) を板厚 (t) で割った R/t と試験温度の関係および代表的な試験片の外観を Fig. 3 に示す。どちらの材料も、試験温度が高く R/t が大きいほど割れの発生がないものの、圧延材は $R/t = 1$ 以上の場合 200°C 以上で割れの発生なく V 曲げ試験ができた。一方、再結晶材は $R/t = 1$ の条件において 300°C まで加熱しないと V 曲げ試験時に割れが発生した。Table 2 に示す引張試験の結果では、破断伸びや n 値は再結晶材の方が高い数値を示すものの、V 曲げ試験が可能となる試験温度については圧延材の方が低く 200°C から可能であった。従って、温間から熱間域での加工が必要な難燃性 Mg 合金においては、室温引張試験の破断伸びや n 値のみを比較して V 曲げ試験の良否は判断できないことがわかった。

Fig. 3 Results of V bending test: (a) rolled sheet and (b) static recrystallization sheet. Also images of rolled sheet after V bending test under $R/t = 1$

4. V 曲げ試験における組織変化

4.1 V 曲げ試験途中の組織変化

V 曲げ試験により発生する割れの原因を確認するため、結晶粒が確認しやすい再結晶材に着目し、 $R/t = 1$ における

V 曲げ試験中の荷重変化と試験片断面における引張側の OM 組織を Fig. 4 に示す。荷重は V 曲げ試験開始直後からパンチストロークが 5 mm にかけて上昇し、11 mm にかけて徐々に低下した。パンチストロークが 11 mm を超えると荷重は再び増加に転じ、5 mm 時点の荷重の約 6 倍となった 13 mm で試験を終了した。荷重の変化を V 曲げ変形過程と照らし合わせると、パンチストロークが 11 mm までは曲げ変形 (純粹曲げ, すべり込み), それ以降は逆曲げと決め押しにより変化していると考えられる¹³⁾。

パンチストローク 13 mm における R 部の OM 組織を Fig. 5 に示す。Al 合金の場合、曲げ加工度の増加に伴いせん断帯の形成が進行するという報告があり¹⁴⁾、今回の Mg 合金の V 曲げ試験においてもせん断変形している様子が観察された。Fig. 4 の図中に示す各変位の OM 組織から、曲げ変形の初期においては双晶の形成 (パンチストローク 3 mm) や曲げ部頂点に結晶粒を起因とする凹凸の発生および頂点から試験片の長手方向に対して約 1 mm 離れた箇所において空隙が観察された (パンチストローク 5 mm)。この空隙は引張側のせん断変形に沿って結晶粒界に観察され、パンチストロークが 9 mm を越えると空隙は増加し表面の割れと繋がった箇所が観察された。

Fig. 4 Load-punch stroke curve and images of optical microstructure in V bending test under $R/t = 1$ at 200°C with punch strokes of 3, 5 and 9 mm

Fig. 5 Optical micrographs of static recrystallization sheet after V bending test and with $R/t = 1$ and punch stroke of 13 mm at 200°C

4.2 V 曲げ試験における第二相粒子の影響

4.1 節にて、Mg 合金の V 曲げ試験における割れはせん断変形による空隙の形成が起因となったと考えられる。一方、難燃性 Mg 合金 AZX811 は第二相粒子として Al-Ca 化合物を形成するが、Al 合金の曲げ加工においては第二相粒子は亀裂伝播を助長していると考えられている¹⁵⁾。そこで、Fig. 4 に示すパンチストロークが 5 mm および 11 mm 時点の同

一箇所における SEM 像観察を行った結果を Fig. 6 に示す. V 曲げ試験時に観察される空隙は主に結晶粒界から発生しており, ストロークが増えるほど空隙は大きくなり割れに繋がっていた. 本研究では破壊モードの特定は行っていないものの, Fig. 4 および Fig. 5 に示す OM 組織および Fig. 6 に示す SEM より同様の破断形態であることが示唆された. V 曲げ試験時のせん断変形により結晶粒界に空隙が形成され, その空隙はパンチストロークの増加により合体することで割れが発生したと考えられる.

Fig. 6 SEM micrographs of voids at grain boundaries of static recrystallization sheet after V bending test at 200°C with punch stroke of 5 and 11 mm

4.3 せん断変形における組織変化

Fig. 7 には再結晶材の $R/t=1$ における引張側の断面組織写真を示す. 結晶粒界に着目すると, 動的再結晶粒の形成は試験温度 200°C より 300°C の方が多く見られた. せん断変形の領域では加工による転位密度やひずみエネルギーが増加しているため, 動的再結晶の発現によりひずみの解放が起これば割れの発生はなく V 曲げ試験が可能となると考えられる. 再結晶材の場合, V 曲げ試験時の動的再結晶粒の形成は 300°C において十分なされたと考えられる.

そこで, それぞれの材料において 100°C, 200°C および 300°C で高温引張試験を行った際の破断部の組織を Fig. 8 に示す. 200°C で引張試験を行った場合, 再結晶材は結晶粒界の一部に動的再結晶粒の形成が見られた. この時の応力-ひずみ線図を Fig. 9 に示す. 200°C と 300°C の試験においては圧延材の流動応力が再結晶材の流動応力より低下していることがわかる. 板材のひずみ量については定量的な評価が困難であるものの, V 曲げ試験を温間加工で行う場合は静的焼きなましによりひずみを除去して板材の加工硬化指数を向上した再結晶材より, 破断伸びがありながら加工硬化している圧延材の方がより低い温度で動的再結晶が起るために曲げ試験が可能であったと考えられる.

Fig. 7 Optical micrographs of dynamic recrystallized grain in static recrystallization sheet after V bending test at 200°C and 300°C

Fig. 8 Optical micrographs of fracture after tensile test at each temperature: (a) rolled sheet and (b) static recrystallization sheet

Fig. 9 Nominal stress-elongation curves of rolled sheet and static recrystallization sheet at test temperatures at 100, 200 and 300°C

5. 結 言

難燃性マグネシウム合金の板厚 3 mm 圧延材の高強度高延性材および再結晶材について V 曲げ試験を行ったところ、曲げ試験の条件としてはパンチ先端半径が大きく試験温度が高い程割れの発生なく V 曲げ試験が可能であった。V 曲げ試験による割れは、V 曲げ試験時のせん断変形に沿って入っており、圧延材は再結晶材と比較して板材にひずみが残存しているため動的再結晶温度が低くなった。R/t=1 において割れが発生せず V 曲げ試験可能温度は、高強度高延性を有する圧延材は 200℃、再結晶材は 300℃であった。

6. 謝 辞

本研究成果の一部は、国立研究開発法人新エネルギー・産業開発機構(NEDO)の委託事業である未来開拓研究プロジェクトの結果得られたものである。

参 考 文 献

- 1) Innovative Structural Materials Association: ISMA REPORT No.3, (2016), 1-4.
- 2) Hirsch, J. & Al-Samman, T.: *Acta Mater.*, **61** (2013), 818-843.
- 3) Goede, M., Stehlin, M., Rafflenbeul, L., Kopp, G. & Beeh, E.: *Eur. Transp. Res. Rev.*, **1** (2009), 5-10.
- 4) Akiyama, S., Ueno, H., Sakamoto, M. & Hirai, H.: *Materia Jpn*, **39**(2000), 72-74.
- 5) Noda, M., Sakai, N., Funami, K., Mori, H. & Fujino, K.: *J. Jpn. Soc. Technol. Plast.*, **54**(2013), 143-147.
- 6) Nakata, T., Mezaki, T., Ajima, R., Xu, C. & Ohishi, K.: *Scr. Mater.*, **101**(2015), 28-31.
- 7) Noguchi, N. & Noda, M.: The proceedings of Japanese Joint Conference for the Technology of Plasticity, **2017**(2017), 317-318.
- 8) Chino, Y., Huang, X., Suzuki, K., Sassa, K. & Mabuchi, M.: *Mater. Trans.*, **52**(2011), 1104-1107.
- 9) Somekawa, H. & Inoue, T.: *Met. Technol.*, **87** (2017), 13.
- 10) Yukutake, E., Kaneko, J. & Mako, S.: *Mater. Trans.*, **44**(2003), 452-457.
- 11) Elsayed, F.R., Sasaki, T.T., Ohkubo, T., Takahashi, H., Xu, S.W., Kamado, S. & Hono, K.: *Mater. Sci. Eng. Ser. A*, **588**(2013), 318-328.
- 12) Suzuki, S.: *J. Jpn. Inst. Light Met.*, **66**(2016), 566-573.
- 13) Morinaga, M., Furuhashi, T. & Toda, Y.: *Forming and microstructure of metals*, (2015), 120-121.
- 14) Yamamoto, Y., Asano, M., Yoshida, H., Kobayashi, M. & Toda, H.: *J. Jpn. Inst. Light Met.*, **63**(2013), 452-457.
- 15) Asano, M., Uchida, H. & Yoshida, H.: *J. Jpn. Inst. Light Met.*, **52**(2002), 448-452.