

修士論文

AZ31 マグネシウム合金における
熱塑性変形が常温の力学特性に及ぼす影響

平成 23 年度

三重大学大学院 工学研究科 博士前期課程
機械工学専攻 生体システム工学研究室

横尾 優哉



目次

第1章 緒言	1
第2章 理論	3
2-1. マグネシウム合金	3
2-1-1. マグネシウム合金の物質特性	3
2-1-2. 塑性変形機構	6
2-2 微細粒超塑性現象	8
2-2-1. 超塑性変形の特徴	8
2-2-2. 超塑性現象の変形機構	8
2-3. 金属材料の降伏条件	9
2-3-1. 破損と破壊	9
2-3-2. 最大主応力説	9
2-3-3. 最大せん断応力説	10
2-3-4. 最大ひずみエネルギー説	11
2-4. 粒界強化機構	12
第3章 実験方法	19
3-1. 試験片	19
3-2. 力学試験機及び周辺機器	19
3-2-1. 環境制御型力学試験機	19
3-2-2. 力学試験機	19
3-2-3. 治具	20
3-2-4. 試験温度測定方法	20
3-3. 熱塑性変形条件	21
3-4. 顕微鏡組織観察手順	23
3-5. 粒面積測定方法	24
3-6. 常温力学試験方法	25
3-6-1. 試験条件	25
3-6-2. 試験手順	25
3-6-3. 応力の算出方法	25
3-6-4. ひずみの算出方法	26
3-6-5. 降伏応力の求め方	26

第4章 実験結果	39
4-1. 熱塑性変形による結晶粒組織の変化	39
4-2. 熱塑性変形後の単純負荷試験における変形挙動	41
4-3. 降伏曲面	43
4-4. 結晶粒微細組織と力学特性の相関	44
第5章 考察	55
5-1. AZ31 マグネシウム合金における常温での降伏曲面	55
5-2. 熱塑性変形前後での力学特性の変化	57
5-3. AZ31 マグネシウム合金の常温における粒径依存性	59
第6章 結言	62
参考文献	63
謝辞	65

第1章 緒言

マグネシウム合金は実用金属中最軽量で比強度が高いという優れた機械的特性から、機械の軽量化を可能にする構造用材料としての応用が期待されている。また、ノートパソコンなど電子機器に実用展開されている^{(1),(2)}。

マグネシウム合金の結晶粒組織は最密六方構造であるため、すべり面が非常に少ない。したがって、常温での塑性変形能に乏しく、鍛造・プレス加工など塑性加工が困難である。そのため、マグネシウム合金を用いた製品のほとんどはダイカストを中心とした鑄造に頼っており、製品形状の制限やコストの点からマグネシウム合金の産業応用と展開が困難となっている。マグネシウム合金が持つ多くの利点を活かすためには、材料歩留りのよい塑性加工の技術向上が望まれる。そこで、塑性加工の観点から、超塑性現象を利用した成形法が注目されている。

超塑性現象とは、十分細かい結晶粒組織で構成された材料に対し、絶対温度における融点の半分以上の温度域で比較的遅いひずみ速度にて変形を与えたときに巨大な変形を示す現象である⁽³⁾。超塑性変形の塑性変形メカニズムは粒界すべりであると考えられている⁽⁴⁾。粒界すべりによる塑性変形を用いることで、結晶粒のすべり面が限定されるマグネシウム合金においても高い変形能を得られる。そのため、マグネシウム合金について超塑性変形による巨大な変形を利用した加工条件や加工性についての研究が多くなされてきた^{(2),(5)-(9)}。

超塑性変形時には、動的再結晶により粒界すべりに有利な結晶粒の微細化が生じるとされる^{(8),(10)}。つまり、マグネシウム合金は超塑性現象を利用した塑性加工が施されたとき、材料の結晶粒組織が加工前に比べて微細化していると考えられる。このとき、結晶粒組織の微細化によって材料の力学特性に変化が生じているものと考えられる。従って、マグネシウム合金の超塑性変形による加工製品を設計するためには、熱塑性変形が常温の力学特性に及ぼす影響を解明することが非常に重要である。

機械構造用部品の設計において、一般に材料は単軸負荷だけではなく、多軸の複雑な負荷条件下におかれることを考慮しなければならない。すなわち、マグネシウム合金を用いて適切な設計を実現するためには、多軸負荷条件下における力学特性の解明が重要である。そのため、単純負荷条件下における降伏曲面および構成方程式の構築を視野に据えた基礎的な力学特性の解明が必要不可欠である。

以上のような背景から、マグネシウム合金に対する熱塑性変形が常温の力学特性に及ぼす影響を解明することを目的とした。AZ系マグネシウム合金の中でも比較的塑性加工に向いているAZ31マグネシウム合金を研究対象とした。そこで本研究では、AZ31マグネシウム合金押し出しパイプ材に熱塑性変形を与えた材料に対して、常温での各種単純負荷試験を行うとともに顕微鏡組織観察を実施した。また、結晶粒組織が常温での力学特性に及ぼす影響を比較調査するため、焼きなまし処理によって結晶粒組織を変化させ

た材料についても同様に各種単純負荷試験および顕微鏡組織観察を行った。以上より、マグネシウム合金における熱塑性変形後の降伏曲面と結晶粒組織との相関を調査した。

第2章 理論

2-1. マグネシウム合金

緒言でも述べたように、マグネシウム合金は実用金属中最軽量であり、自動車などの輸送機器における軽量化対策に有効である。また、リサイクル可能であるため省エネルギー化によって地球環境問題にも貢献できる材料である。しかし、構造用金属材料として幅広く応用されている鉄鋼をはじめ、銅、アルミニウム等に比べ、マグネシウムは常温での塑性加工能が悪い点などから産業応用が限られている。現在、優れた特性をもつマグネシウム合金の産業応用とその展開のため、欧州各国で積極的な開発研究が進んでいる。本章では、研究対象としたマグネシウム合金について種々の特性などについて述べる。

2-1-1. マグネシウム合金の物質特性⁽¹⁰⁾

(a) 原子と結晶構造

マグネシウムは、周期表の2族に属するアルカリ土類金属であり、原子番号12、原子量24.3の銀白色の金属である。密度は、293K(20°C)で $1.74 \times 10^3 \text{kg/m}^3$ であり、鉄の $7.87 \times 10^3 \text{kg/m}^3$ や代表的な軽金属であるアルミニウムの $2.70 \times 10^3 \text{kg/m}^3$ と比べても、構造材料として工業的に使用されている金属中において低い値であるといえる。

結晶構造は、最密六方格子であり、体心立方格子や面心立方格子の結晶構造を有する金属に比べてすべり系が少ないため、常温付近での塑性変形が難しいとされる。

(b) 機械的特性

マグネシウム合金及びその他の金属材料の常温付近での機械特性の一例をTable.2-1に示す。まず、マグネシウムは、構造用金属材料としては比重が非常に小さいために比強度が大きい。マグネシウム合金の比強度は炭素鋼と比べると2倍近くあり、ステンレス鋼とほぼ同等の値を持つ。常温付近における引張試験での破断伸びはアルミニウム合金や、鉄鋼に比べると小さい。これはマグネシウム合金とアルミニウム合金および鉄鋼の結晶構造の違いに起因している。

また、縦弾性係数は材料の主な構成元素によってほぼ決まるとされる。アルミニウム合金の縦弾性係数が約70GPaに対し、マグネシウム合金が約45GPaである。

(c) その他の物質特性

マグネシウム合金は実用金属中最軽量という軽金属材料であり、高比強度を有する材料であるが、他にも様々な優れた特性を持つ材料である。

- ・ 超伝導材料

二ホウ化マグネシウム(以下 MgB_2)は超伝導転移温度(電気抵抗が0となる温度)が39Kのマグネシウム合金である。酸化物高温超伝導体(高温超伝導における高温とは77K以上である)などと比較すると、 MgB_2 の超伝導転移温度は低い。しかし、成形が容易で大きな電流を流せるという優れた特性を持っている。また、マグネシウムとホウ素は安価に入手できる材料であるため、 MgB_2 が電線として利用できれば、低コストで抵抗の小さい優れた超伝導線になることが期待されている。

- ・ 減衰能⁽¹⁰⁾

純マグネシウムおよび Mg-Zr 合金は、振動のエネルギーを熱として吸収・消散させる減衰能を有している。一般に比重が高いほど減衰能が大きく、鋳鉄が減衰能の大きな材料として知られているため、純マグネシウム及び Mg-Zr 合金は大きな減衰能を示す軽金属材料として貴重な材料であるといえる。Fig.2-1 に各種金属の減衰係数と引張強さの関係を示す。減衰係数は、材料の0.2%永久ひずみに相当する引張応力の大きさを σ_y とし、 $\sigma_y/10$ のせん断応力振幅を用いて、測定したものである。また、グラフにおいて、□は制振材料、●は鉄鋼材料、○は非鉄材料を示している。グラフより、アルミニウム合金やチタン合金などの非鉄材料が低い減衰能を示しているのに対し、純マグネシウムおよびマグネシウム合金は、引張強さが低いにも関わらず、高い減衰能を有していることがわかる。

大きな減衰能を活かす用途としては、チェーンソーや釘打ち機等のボディが挙げられる。それらは作業員への工具振動の負担を軽減する目的で効果がある。また、自動車のエンジンからの騒音をマグネシウム製のエンジンカバーで吸収することも考えられている。

- ・ リサイクル性^{(10),(11)}

マグネシウムは、鋳石からの精錬に必要なエネルギーが大きいですが、リサイクルに要するエネルギー(主にスクラップの加熱と溶解に要するエネルギー)はその5%程度と非常に小さい。したがって、市場に送り出されたマグネシウム製品をスクラップとして市場から回収し、リサイクルをできるだけ多く繰り返すことが、省エネルギーのために必要不可欠である。特に、マグネシウム合金の輸送機器部材への利用は、車体の軽量化による燃費の向上を通じ、地球温暖化をもたらすCO²排出量削減を目的として拡大してい

る。すなわち、リサイクルはマグネシウム合金にとって本質的な課題であるといえる。なお、マグネシウムの耐食性は不純物の混入によって著しく影響を受ける。よって、再生材の特性を劣化させずに多数回のリサイクルを実施するためには、不純物の混入の抑制が不可欠である。

- ・ 電磁シールド性^{(10),(11)}

マグネシウムは、安定した電磁シールド効果を発揮することが知られている。この特性と高い比強度を活かして、パソコンや携帯電話の筐体として利用されている。なお、競合材料であるプラスチックの場合は、電磁シールド効果を発現させるために、導電性付与のための金属質コーティングが必要である。

- ・ 切削性^{(10),(11)}

マグネシウムは切削抵抗が小さく、早い速度で機械加工ができる。各種の金属の機械加工に要する動力を Table.2-2 に示す。表中の所要切削動力指数とは、各種金属の所要動力を算出し、マグネシウムの何倍の動力が必要であることを示したものである。このときの所要動力とは、旋盤加工の場合であるならば、切削接線分力(主分力)、切削速度および機械効率を用いて、以下の式によって求められる値である。

$$P = \frac{F_t V}{\eta} [W]$$

ここで P は所要切削動力[W]、 F_t は切削接線分力[N]、 V は切削速度[m/s]、 η は機械効率である。マグネシウムの所要切削動力は軟鋼の約 0.17 倍、アルミニウムの約 0.5 倍であるため被削性が優れているといえる。

2-1-2. 塑性変形機構⁽¹²⁾

・すべり変形

すべり変形とは、結晶がある特定の面に沿って、その面を境界とする二つの領域がそれぞれ一体となってすべることによって生じる変形である。また、変形後も原子の配列模様は変化せずに同じ結晶構造を保つ。多結晶性金属材料の塑性変形はすべり変形によって生じるものが一般的であるとされる。

マグネシウムの結晶構造は最密六方格子である。最密六方晶の中で原子が最も密に並んでいる面は(0001)であり、この面を基底面あるいは底面と称する。基底面は最密六方晶には1種類しかない。すべり変形におけるすべり面は、一般に最も密に原子が存在する面であるため、最密六方晶では、底面がすべり面に当たる。このような底面で起こるすべり系は底面すべりと呼ばれる。マグネシウムの底面すべりに対する臨界せん断応力は0.6~0.7MPaである。

マグネシウムには、上記の底面すべり以外に Fig.2-2 に示すように、六方晶の柱面である(01 $\bar{1}$ 0)面、錐面である(10 $\bar{1}$ 1)面でのいずれも(11 $\bar{2}$ 0)方向へのすべり、および二次錐面と呼ばれる(11 $\bar{2}$ 2)面での(11 $\bar{2}$ 3)方向へのすべり系がある。これらをあわせて非底面すべりと呼ぶ。非底面すべりの臨界せん断応力は、室温で40MPaを超え、底面すべりの100倍近い大きな値を示す。すなわち、すべりはいずれも底面(またはそれに平行な面)で起こる。したがって、常温付近では活動するすべり系が底面すべりに限られるため、すべり系の数が極端に少ない。

以上のような理由から、マグネシウムの常温付近における塑性加工は非常に困難である。非底面すべりの臨界せん断応力は顕著な温度依存性を持つ。Fig.2-3 は底面すべりおよび非底面すべりの臨界せん断応力と温度との関係を示している。底面すべりの臨界せん断応力は温度上昇と共に顕著に低下し、非底面すべりの臨界せん断応力との差が小さくなる。したがって、高温では非底面すべりの駆動が容易になるため、すべり系の数が増大する。すなわち、高温では大きな塑性変形が可能になる。

・双晶変形

すべり変形と双晶変形の模式図を Fig.2-4 に示す。Fig.2-4 の(a)のように、すべり変形では結晶構造もその単位胞の軸の方位も変化せず、すべり面での原子間隔に整数倍だけすべる。その変位量 x は一定である。それに対し、Fig.2-4 の(b)のように変形側のすべり変位量 x が境界面である AA'面からの距離 h に比例して変化する場合は、双晶変形という。その結果、双晶変形で生じた結晶構造は、非変形側の結晶構造に対して鏡面の関係になる。境界の結晶面を双晶面、双晶面に垂直な軸を双晶軸という。

双晶が出来る場合、一般に鋭いパキパキという音が発生し、変形が急激に起こる。また、双晶変形の向きは双晶のモードごとに一方向に定まる。最密六方晶の単位胞の高さ方向を表す軸を c 軸とすると、双晶のモードと軸比によって、 c 軸方向に伸び、 c 軸に垂直な方向に縮む引張型と、その反対の圧縮型がある。同一の双晶系でも、軸比によって引張型になる場合と圧縮型になる場合がある。

マグネシウムで最も観察される双晶は、 $\langle 10\bar{1}2 \rangle$ 、 $\langle 10\bar{1}\bar{1} \rangle$ 双晶である。この双晶の臨界せん断応力は 3MPa 程度である。また、この双晶は引張型であるので、 c 軸が圧縮される変形条件では形成されない。したがって、マグネシウム単結晶を c 軸方向に圧縮すると、この双晶が形成されないばかりでなく、底面すべりに対する分解せん断応力も 0 となり、底面すべりも生じない。このような条件下で、 $\langle 10\bar{1}2 \rangle$ 、 $\langle 10\bar{1}\bar{1} \rangle$ 以外の双晶も明らかにされてきた。Fig.2-5 に純マグネシウムで報告されている双晶を示す。なお、 γ は双晶によってつくられるせん断ひずみの大きさである。

Fig.2-5 に示されるように、双晶の場合、変形に寄与するひずみは小さい。一般に塑性変形ではすべり変形が主であるが、すべり系の少ない最密六方晶では双晶変形も無視出来ない。なぜなら、双晶変形そのものだけでなく、双晶が形成されると結晶の向きが変わるため、それぞれのすべり系に作用する分解せん断応力も変化し、次の容易なすべり変形を誘起するなどの影響を与える可能性があるからである。

2-2. 微細粒超塑性現象⁽⁹⁾

2-2-1. 超塑性現象の特徴

超塑性現象とは、数百～数千%以上もの伸びを示す現象である。Fig.2-6はZn-22wt%Al合金の薄肉中空円筒試験片に引張荷重を負荷する前後の試験片形状の比較写真である。この図から、試験片が局所的なくびれを生じることなく標線間で均一に千%以上の異常伸びを示していることが確認でき、一般的な塑性変形との違いがよくわかる。超塑性現象が生じるためには、主に以下の3つの条件が満たされなければならない。

- 1) 材料が微細な結晶粒を有すること
- 2) 環境温度が絶対温度で融点の半分以上であること
- 3) 比較的遅いひずみ速度で変形させること

以上のように、超塑性を発現させる条件として微細結晶粒組織という内的因子と適切な変形温度や速度の選択という外的因子が不可欠であり、これらの条件が整って初めて超塑性現象が得られる。また、マグネシウムを温間あるいは熱間で加工すると動的再結晶が発生しやすいとされる^{(8),(10)}。この動的再結晶によって、超塑性現象の発現に適した微細粒組織が得られる。

超塑性現象には、金属特有の変態点付近に温度サイクルを与えることで生じる変態超塑性があるが、特に上記の微細粒超塑性は工業的な生産技術の一つとして注目されており、様々な材料への応用が期待されている。本研究で扱うマグネシウム合金では、微細粒超塑性が生じるため、以後、超塑性現象とは微細粒超塑性現象を指すものとする。

2-2-2. 超塑性現象の変形機構

超塑性現象による塑性変形と一般的な塑性変形とは変形機構が大きく異なる。一般的な塑性変形は結晶粒内の転位の移動や拡散によって、結晶粒の形状が変化し起こる。しかし、超塑性現象による塑性変形は結晶粒内のすべり、拡散、双晶、あるいは相変態が生じる前に、結晶粒界面におけるすべりによって結晶粒の形状はほぼ不変のまま変形が生じる。したがって、本論で扱う微細粒超塑性現象は多結晶金属に見られる独特の現象ということになる。Fig.2-7に簡単な変形モデルを示す。(a)は多結晶金属への応力負荷時の変形前の状態を示す。また、(b)は超塑性変形、(c)は一般的な粒内変形を示す。(a)に示すように、多結晶金属材料に軸荷重を負荷すると図中(b)の超塑性材料は粒形を保持したまま、結晶粒の入れ替わり(結晶粒界すべり)で変形しているのに対して、図中(c)の材料は結晶粒が縦方向に伸びることで変形しているのがわかる。

2-3 金属材料の降伏条件

2-3-1 破損と破壊

物体に外力が作用し、その物体が二つもしくはそれ以上に分離してしまうことを破断(rupture)という。金属材料においては、破断に至るまでに塑性変形を生じ、き裂(crack)が発生し、それが進展していくのが普通である。一般には、き裂が発展して破断をまねく現象を破壊(fracture)という。また、破壊に至らなくてもある大きさの変形を生じたとき、目的に応じた機能を果さなくなる。これを破損(failure)とって一応破壊と区別している。つまり破損の状態にあっても破壊には至っていないという場合がある。

金属はある応力状態で破損や破壊に至る。金属に作用している応力状態は応力テンソル σ_{ij} の関数 f で $f(\sigma_{ij})$ と表される⁽¹³⁾。金属は $f(\sigma_{ij})=0$ となる応力の限界点で破損、破壊に至る。このときの応力状態を推定するため古くから研究がなされ、いくつかの説が存在する。以下に最大主応力説(Rankine)、最大せん断応力説(Tresca)、最大ひずみエネルギー説(von Mises)を紹介する。これらの説は材料が破損や破壊に至るときの基準としてよく用いられる。よってこれらを降伏クライテリア(降伏の基準)もしくは破壊クライテリア(破壊の基準)ともよぶ⁽¹⁴⁾。

2-3-2 最大主応力説 (maximum principal stress theory)

この説は最も古く、Rankineが提案したもので、一点に生ずる3つの主応力 σ_1 , σ_2 , σ_3 のうちいずれかが引張降伏点 σ_s あるいは圧縮降伏点 σ_c に達すれば降伏し、引張強さ σ_B あるいは圧縮強さ σ_C に達すれば破壊するという説である。いま、 $\sigma_1 > \sigma_2 > \sigma_3$ とすれば

$$\sigma_1 = \sigma_s \text{ あるいは } \sigma_3 = \sigma_c \quad (2-1)$$

のとき降伏し

$$\sigma_1 = \sigma_B \text{ あるいは } \sigma_3 = \sigma_C \quad (2-2)$$

のとき破壊することになる。この条件を $\sigma_3 = 0$ の場合について図示するとFig.2-8となる。この説は簡単であるから、強さの基準としてよく用いられるが、実際には脆性材料に対してはよい一致をみることが多いが、延性材料に対しては正確ではない^{(15),(16)}。

2-3-3 最大せん断応力説 (maximum shear stress theory)

これはTrescaが提案したもので、物体にかかるせん断応力がある値に達すると物体が降伏するといった説である。その降伏関数は主応力を σ_1 , σ_2 , σ_3 としたとき降伏条件は

$$f(\sigma_{ij}) = \left\{ \left| \frac{\sigma_1 - \sigma_2}{2} \right|, \left| \frac{\sigma_2 - \sigma_3}{2} \right|, \left| \frac{\sigma_3 - \sigma_1}{2} \right| \right\} - \kappa_0 = 0 \quad (2-3)$$

と表記され、 $f(\sigma_{ij})=0$ のとき物体が降伏する。ここで κ_0 は定数である。

また、 $\sigma_1 - \sigma_2$ 平面では $\sigma_3 = 0$ となるので式(2-3)より

$$\frac{|\sigma_1 - \sigma_2|}{2} = \kappa_0, \frac{|\sigma_1|}{2} = \kappa_0, \frac{|\sigma_2|}{2} = \kappa_0 \quad (2.4)$$

となる。これを $\sigma_1 - \sigma_2$ 平面に示したものを Fig.2-9 とする。これを降伏曲面という。

2-3-4 最大ひずみエネルギー説(shear strain energy theory)

これはせん断ひずみエネルギーがある値に達したときに物体が降伏するといった説である。その降伏関数はせん断ひずみエネルギー J_2 を用いて

$$f(\sigma_{ij}) = J_2 - \kappa_0^2 = 0 \quad (2.5)$$

表記される。また J_2 は偏差応力 S_{ij} を用いて

$$J_2 = \frac{1}{2} S_{ij} S_{ij} \quad (2.6)$$

と表される。ここで偏差応力 S_{ij} は平均応力 $\bar{\sigma}$, Kronecker のデルタ δ_{ij} を用いると

$$\begin{aligned} S_{ij} &= \sigma_{ij} - \frac{\bar{\sigma}}{3} \delta_{ij} \quad \delta_{ij} = 1 (i = j), \delta_{ij} = 0 (i \neq j) \\ S_{11} &= \sigma_{11} - \frac{\sigma_{11} + \sigma_{22} + \sigma_{33}}{3} \\ S_{22} &= \sigma_{22} - \frac{\sigma_{11} + \sigma_{22} + \sigma_{33}}{3} \\ S_{33} &= \sigma_{33} - \frac{\sigma_{11} + \sigma_{22} + \sigma_{33}}{3} \\ S_{12} &= \sigma_{12}, S_{21} = \sigma_{21}, S_{13} = \sigma_{13}, S_{31} = \sigma_{31} \end{aligned} \quad (2.7)$$

となる。

式(2.6), 式(2.7)から式(2.5)は

$$\begin{aligned} f(\sigma_{ij}) &= \frac{1}{2} S_{ij} S_{ij} - \kappa_0^2 \\ &= \frac{1}{2} (S_{11} S_{11} + S_{22} S_{22} + S_{33} S_{33} + S_{12} S_{12} + S_{21} S_{21} + S_{13} S_{13} + S_{31} S_{31}) - \kappa_0^2 \\ &= \frac{1}{2} \left[\left(\sigma_{11} - \frac{\sigma_{11} + \sigma_{22} + \sigma_{33}}{3} \right)^2 + \left(\sigma_{22} - \frac{\sigma_{11} + \sigma_{22} + \sigma_{33}}{3} \right)^2 + \left(\sigma_{33} - \frac{\sigma_{11} + \sigma_{22} + \sigma_{33}}{3} \right)^2 \right. \\ &\quad \left. + \sigma_{12}^2 + \sigma_{21}^2 + \sigma_{23}^2 + \sigma_{32}^2 + \sigma_{13}^2 + \sigma_{31}^2 \right] - \kappa_0^2 \\ &= \frac{1}{6} \left[(\sigma_{22} - \sigma_{33})^2 + (\sigma_{33} - \sigma_{11})^2 + (\sigma_{11} - \sigma_{22})^2 + 6(\sigma_{12}^2 + \sigma_{23}^2 + \sigma_{31}^2) \right] - \kappa_0^2 \end{aligned} \quad (2.8)$$

となり、9つの応力テンソルのよって降伏関数を表すことができる。

ここで、物体に作用する主応力を $\sigma_1, \sigma_2, \sigma_3$ とすると、平面応力状態において $\sigma_3 = 0$ となるので式(2.7)から式(2.8)は

$$\begin{aligned} f(\sigma_{ij}) &= \left(\sigma_1 - \frac{\sigma_1 + \sigma_2 + 0}{3} \right)^2 \left(\sigma_2 - \frac{\sigma_1 + \sigma_2 + 0}{3} \right)^2 \left(0 - \frac{\sigma_1 + \sigma_2 + 0}{3} \right)^2 - \kappa_0^2 \\ &= (\sigma_1 + \sigma_2)^2 - 3\sigma_1\sigma_2 - 3\kappa_0^2 \end{aligned} \quad (2-9)$$

となる。式(2-9)について $f(\sigma_{ij})=0$ となるとき、その降伏曲面を Fig.2-9 の $\sigma_1 - \sigma_2$ 平面に示す。これが $\sigma_1 - \sigma_2$ 平面における von Mises の降伏クライテリア（降伏の基準）となる。

2-4. 粒界強化機構(ホール・ペッチの関係)^{(17),(18)}

結晶粒界は方位の異なる結晶粒の間の境界であり、粒内の転位の運動の障害物となる。これは隣接する結晶粒内の転位のバーガースペクトルが結晶学的には等価であっても、すべり面やすべり方向が平行でないためである。したがって、結晶粒が小さいほど、転位の運動を阻害することになり、多結晶の降伏応力や変形応力の大きくなることが予想される。すなわち、材料強度的には強化されたことになる。実際に、多結晶の降伏応力 σ_y と結晶粒径 d の間の関係を実験的に求めた結果、ホール・ペッチの関係と呼ばれる、次式のような関係が成り立つ。

$$\sigma_y = \sigma_0 + k_y d^n$$

ここで、指数 n は約 1/2 である。 σ_0 と k_y は材料によって異なる定数であり、それぞれ摩擦応力、ホール・ペッチ係数とよばれる。また、 σ_0 は単結晶体の降伏応力、 k_y は材料定数と表記されるときもある。

Table.2-1 Mechanical characteristics of magnesium alloy and other metallic material.

Alloyed metal		Specific gravity	Tensile strength	0.2% Yield strength	Elongation [%]	Specific strength
			[MPa]	[MPa]		[MPa]
Mg alloy	Rolled material(AZ31)	1.78	290	220	20	163
	Rolled material(AZ80)	1.8	345	250	6	192
Al alloy	Rolled material(A5052)	2.67	290	250	16	109
Steel	Stainless	8.0	1220	1080	15	152
	Carbon steel	7.9	630	430	22	80
	Cast iron	7.8	630	420	25	80

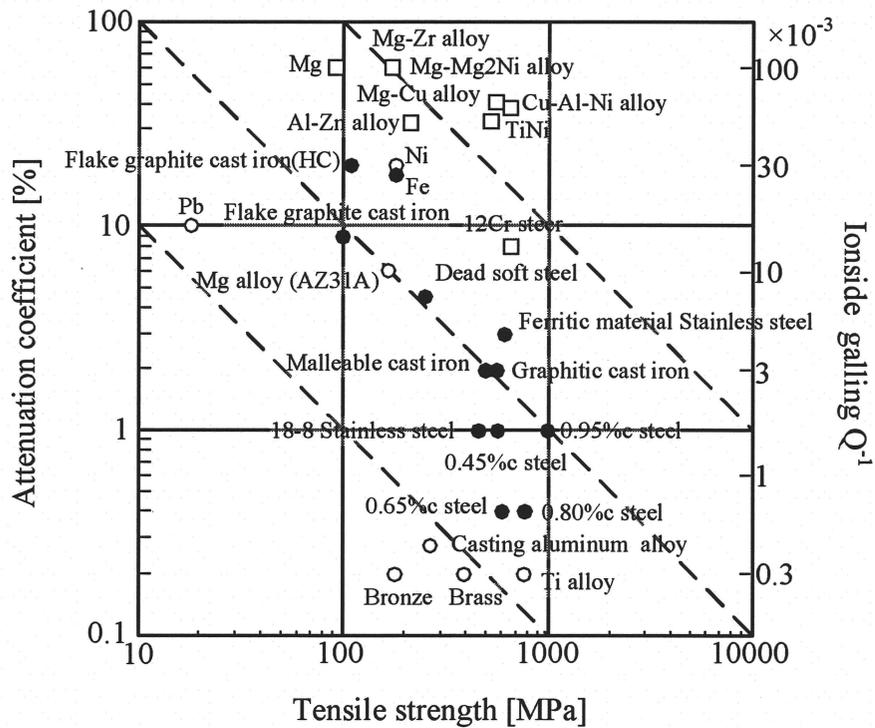
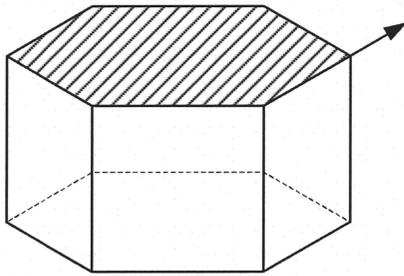


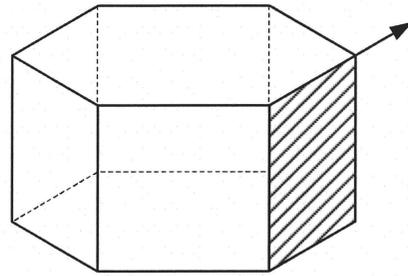
Fig.2-1 Attenuation coefficient and tensile strength of various metals.

Table.2-2 Required cutting power index of various metals.

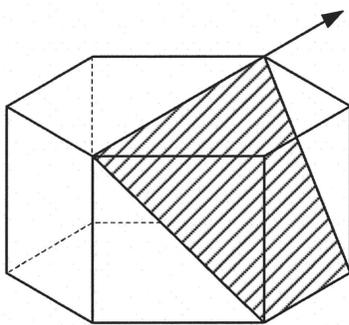
Metal	Required cutting power index
Mg alloy	1.0
Al alloy	1.8
Brass	2.3
Cast iron	3.5
Mild steel	6.3
Nickel alloy	10.0



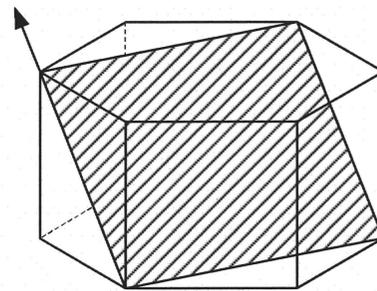
Basal slipping
 $(0001) \langle 11\bar{2}0 \rangle$



Cylindrical surface slipping
 $(11\bar{2}0) \langle 11\bar{2}0 \rangle$



Pyramidal surface slipping
 $(10\bar{1}1) \langle 11\bar{2}0 \rangle$



Pyramidal surface slipping
 $(11\bar{2}2) \langle 11\bar{2}3 \rangle$

Fig .2-2 Slip system of magnesium alloy.

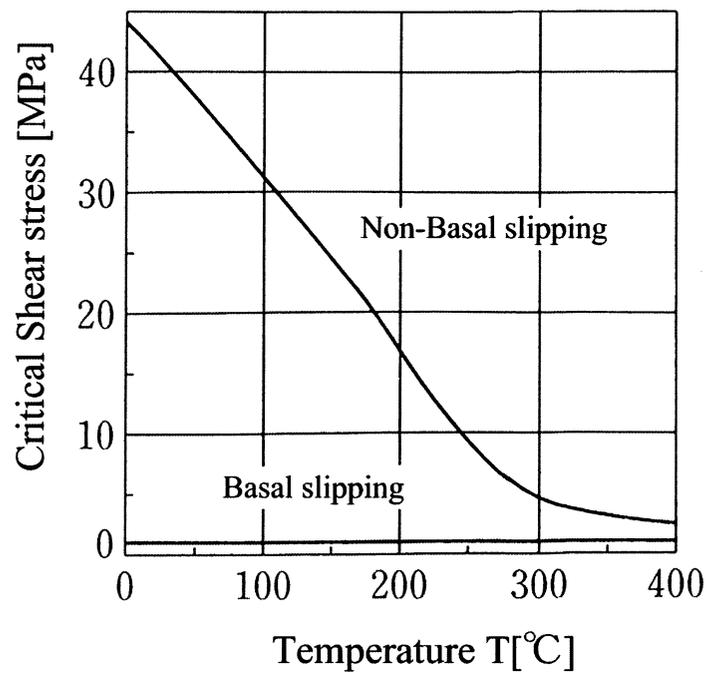
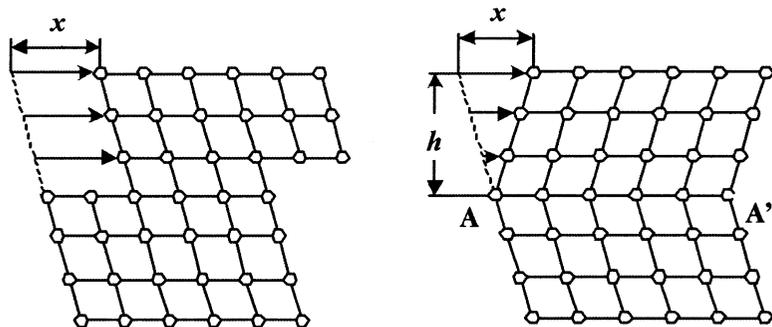


Fig. 2-3 Temperature dependence of critical shear stress for basal sliding and non-basal sliding of magnesium alloy.



(a) Sliding deformation (b) Twinning deformation

Fig.2-4 Model of sliding deformation and twinning deformation.

Twinning direction and twinning plane	γ	Deformation of c axis
$\langle 10\bar{1}\bar{1} \rangle \{10\bar{1}2\}$	0.118	Tensile
$\langle 10\bar{1}2 \rangle \{10\bar{1}1\}$	0.147	Compressive
$\langle 30\bar{3}2 \rangle \{10\bar{1}3\}$		
$\langle \bar{1}\bar{1}26 \rangle \{11\bar{2}1\}$	0.612	Tensile
$\langle 2023 \rangle \{30\bar{3}4\}$		

Fig.2-5 Twinning direction and Twinning plane of magnesium.

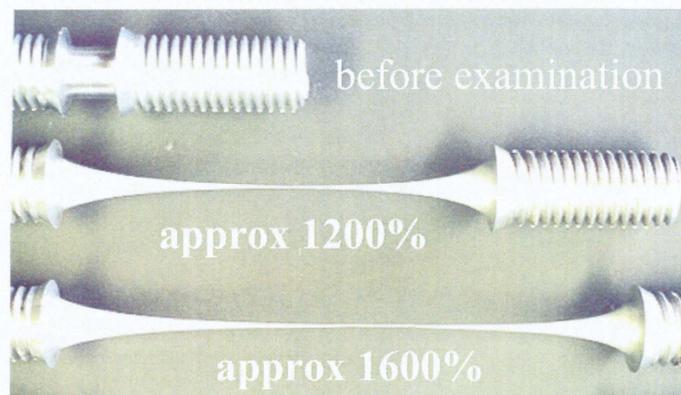


Fig.2-6 Superplastic deformed hollow cylinder specimen of thin wall (Zn-22wt%Al).

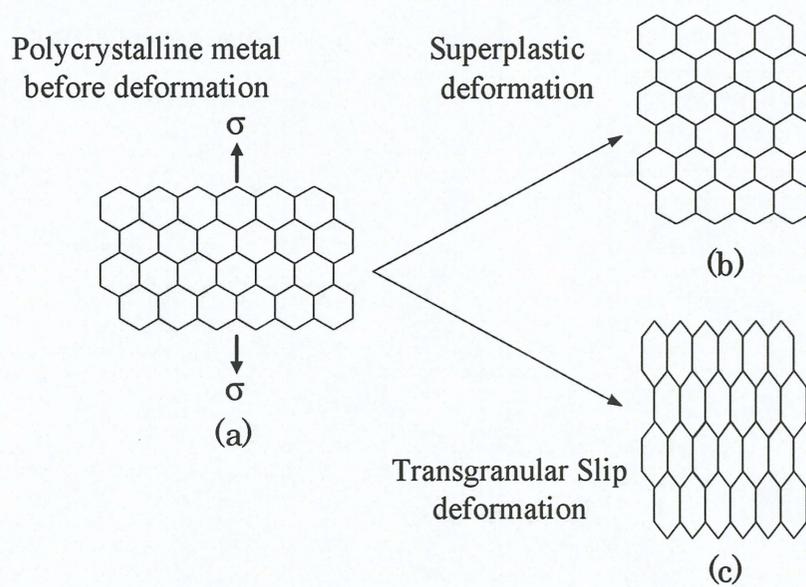


Fig.2-7 Deformation model of equiaxed polycrystalline metal.

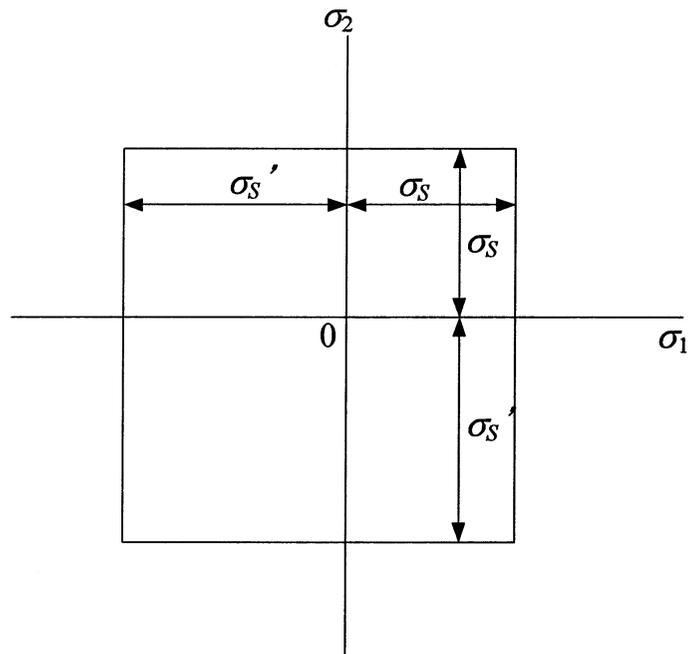


Fig.2-8 Rankine criterion on stress surface.

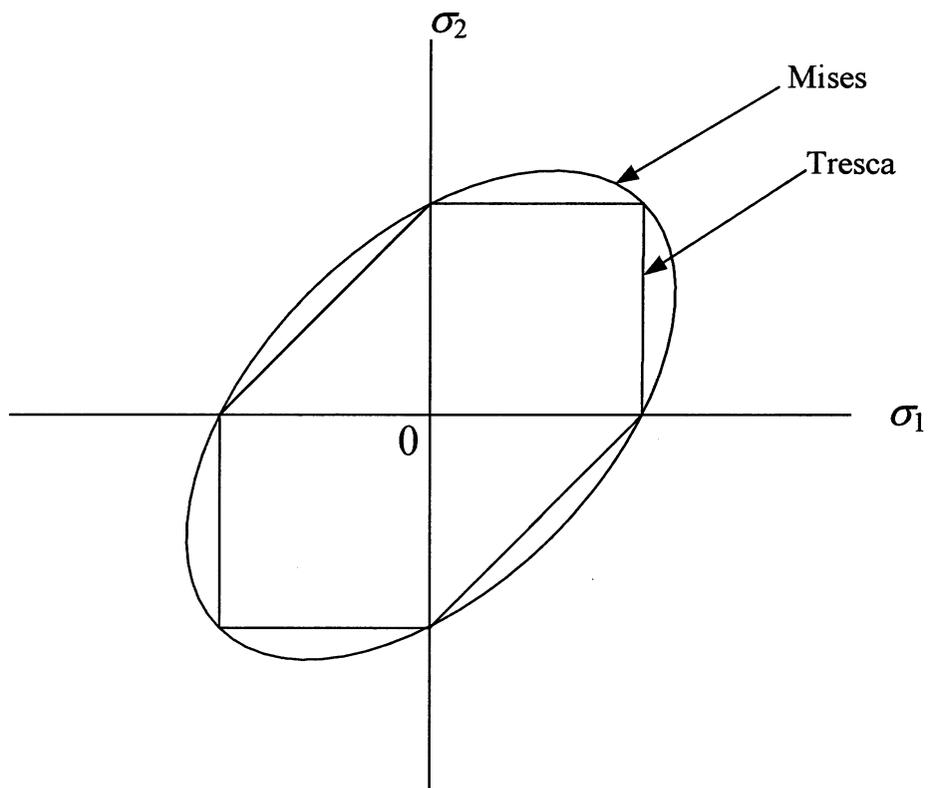


Fig.2-9 Mises and Tresca criterion on stress surface.

第3章 実験方法

3-1. 試験片

本研究で用いた AZ31 マグネシウム合金は、他の AZ6 系、AZ9 系に比べ強度が低いものの、比較的延性が高く、塑性加工に適している。供試材は三協マテリアル社製の押出しパイプ材(直径 20mm, 肉厚 1.5mm)を用いた。供試材の成分は、Mg : 95wt%以上, Al : 3wt%, Zn : 0.8wt% , Mn 0.35wt%, 及び微量成分 Fe, Si, Cu, Ni である。

また、押出しパイプ材に対して焼きなまし処理を施した材料も準備した。焼きなまし条件は温度 773K にて 3 時間保持し、その後炉冷した。焼きなまし処理にはマッフル炉 ETK-11(いすゞ製作所製, Fig.3-1)を用いた。なお、焼きなましによって寸法の変化は認められなかった。焼きなまし処理を施していない材料、焼きなまし処理を施した材料とこれらの材料に対して熱塑性変形を施した材料を試験片として用いた。熱塑性変形条件および熱塑性変形後の材料の詳細については 3-3 節にて述べる。

3-2. 力学試験機及び周辺機器

3-2-1. 環境制御型力学試験機

材料に熱塑性変形を与えるため、環境制御型力学試験機 Autograph AG-G20kN (島津製作所製 以下 AG-G20kN)を使用した。Fig.3-2-1 に AG-G20kN を示す。本試験機は、軸力を加えるクロスヘッド移動機構を有している。引張/圧縮負荷部に最大荷重 5kN のロードセルを備えている。本試験機はねじり試験も可能であるが、本研究では使用しないため、省略する。さらに、最大加熱温度 1073K(800°C)の雰囲気温度制御を行うことができる電気炉を備えている。本試験機のクロスヘッドは AC サーボモーターをコンピュータにより制御することで駆動する。クロスヘッド速度範囲は引張速度が 0.05mm/min から 1000mm/min の間において設定可能である。また、クロスヘッド速度の精度は $\pm 0.5\%$ 以内に抑えられている。試験により検出された荷重データは、AG-G20kN のロードセルからの出力が制御器を通じてパーソナル・コンピュータでデータ保持される。

3-2-2. 力学試験機

常温での力学試験では島津製作所製力学試験機 Autograph AG-10TCIR 型試験機 (Fig3-2-2)を使用した。本試験機は、クロスヘッドの上下移動によって試験片に軸方向の引張負荷および圧縮負荷を与え、クロスヘッド上に設置された旋回機構により、ねじりによるせん断力を負荷することができる。本試験機は、引張・圧縮負荷に対して最大荷重 100kN のロードセルを、ねじり負荷に対して最大トルク 10kN・m のトルクセルをそれぞれ備えているため、低温域での大きな応力を必要とする試験を行うことができる。

AC サーボモータによるクロスヘッドの上下移動および旋回部の回転によって試験片

に負荷を与えることで力学試験を行った。設定可能なクロスヘッド仕様速度範囲は $\pm 0.05\text{mm/min}$ から $\pm 500\text{mm/min}$ であり、旋回部の回転速度が $\pm 9.0 \times 10^{-5} \text{ deg/min}$ から $\pm 9 \text{ deg/min}$ である。これにより様々なひずみ速度領域での定クロスヘッド試験が可能である。

3-2-3. 治具

本研究では、パイプ材を用いて力学試験を行うため、パイプ材を試験機に取り付ける治具が必要である。そこで、掴み部(Grip parts)と芯材(Shaft)で構成されるチャック治具を用いた。芯材はオートグラフのプルロッドに接続するネジ部とパイプ材への差し込み部で構成されている。差し込み部にはローレット加工が施されており、掴み部はボルトによって差し込み部とともに試験片を強固に締め付けて把持するものである。本研究で用いた治具を Fig.3-2-3 に示す。

3-2-4. 試験温度測定方法

熱塑性変形の際には、材料の実態温度を測定するため、標線間部に K 型熱電対を取り付け、材料の表面温度を測定した。基準接点を氷水で 0°C に維持しながら測定を行った。熱電対の出力電圧値はデジタル・マルチメータ 34401A(Hewlett Packard 製, Fig.3-2-4) を用いて計測し、パーソナル・コンピュータに取り込んだ。なお、熱電対は純度 99.9% 以上の純金属(ニラコ製), Al(融点 933K), Pb(融点 600K), Sn(融点 505K), Zn(融点 692K) を用いて校正した。

3-3. 熱塑性変形条件

熱塑性変形には3-2-1項で示す環境制御型力学試験機 Autograph AG-G20kN を使用した。この試験機に、3-2-3項の治具を用いて材料を取り付けた。マグネシウム合金について超塑性現象が発現しやすいとされる温度条件 673K において、単軸引張負荷によりひずみ $\varepsilon = 0.55$ まで熱塑性変形を加えた。このひずみで試験片は破断していない。荷重負荷は計測温度が目標条件温度に達し、定常化した後に行った。参考として、673K の条件下で試験を行った際に計測された実態温度の変化を Fig.3-3-1 に示す。ひずみ速度は 673K において超塑性挙動が顕著に表れるとされる $6.0 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$ とした。標線間距離は熱塑性変形によってひずみ 55% 与えた後、15mm になるように制御した。熱塑性変形後の材料は炉中での徐冷による結晶組織の粗大化を防ぐため、所定のひずみまで変化させた直後に除荷しながら大気中で風冷した。

炉中における力学挙動は、AG-G20kN のロードセルからの出力をパーソナル・コンピュータで計測・データ保持した。炉内は高温であるため、ひずみゲージを使用してひずみを計測することができない。本研究では、軸方向の変形を定クロスヘッド速度で与えるため、試験装置の治具の変位量からひずみを算出した。算出方法を以下に示す。

$$\varepsilon_n = \frac{v_{tension} t}{60 \times l_0} \quad (3-1)$$

ε_n は公称ひずみ、 $v_{tension}$ [mm/min] はクロスヘッド速度、 l_0 [mm] は初期標線間距離、 t [sec] は試験開始からの経過時間である。

また、ひずみ速度はクロスヘッド速度によって制御した。ひずみ速度の換算は以下の式を用いて行った。

$$\dot{\varepsilon} = \frac{v_{tension}}{60 l_t} \quad (3-2)$$

さらに、より正確なひずみ及び応力を用いるため、塑性変形の体積一定則より、以下の式から真ひずみ ε_t および真応力 σ_n を算出した。

$$\begin{aligned} \varepsilon_t &= \ln(1 + \varepsilon_n) \\ \sigma_t &= \sigma_n(1 + \varepsilon_n) \end{aligned} \quad (3-3)$$

ここで σ_n [MPa] は公称応力である。

以上の条件によって熱塑性変形を施された材料の真応力-真ひずみ曲線を Fig.3-3-2 に示す。実線が焼きなまし処理を施していない材料、破線が焼きなまし処理を施した材料に熱塑性変形を与えた試験片の真応力-真ひずみ曲線である。Fig.3-3-2 から焼きなまし処理を施していない材料の降伏点は約 22MPa であり、応力は降伏点までひずみに対して線形的に増加した後、ほとんど加工硬化せず、 $\varepsilon = 0.55$ のひずみに達した。また、焼きなまし処理を施した材料の降伏点は約 18MPa であり、弾性変形した後、熱処理を

施していない材料と同様にほとんど加工硬化せず，所定のひずみに達した．なお，熱塑性変形後の材料の外径は $17.304 \pm 0.095 \text{mm}$ ，内径は $15.146 \pm 0.126 \text{mm}$ ，平均の断面積は 55.080mm^2 であった．熱塑性変形を与えた試験片の写真を Fig.3-3-3 に示す．引張による熱塑性変形を加えた試験片は標線間部に若干のくびれが生じたものの，ほとんど元の断面形状を保っている．よって，熱塑性変形を加えた試験片についても，常温力学試験を実施できる形状であると判断した．

3-4. 顕微鏡組織観察手順

結晶粒の微細組織の変化を観察するために熱塑性変形前後の試験片について結晶粒組織を観察した。観察面は試験片厚み方向の内部断面とし、試験片の表面から深さ0.1mmの表面付近の面である。Fig.3-4-1に観察面を示す。Fig.3-4-2に顕微鏡観察試料作製の略式図を示す。まず、材料を組織観察に適切な形状に切断する。切断には材料の変形を防ぐため、精密切断砥石(リファインカッター:リファインテック製 Fig.3-4-3)を使用した。そして、試験片表面を研磨するために、冷間埋込樹脂(丸本ストルアス製)に埋め込んだ。研磨作業は試験片を耐水研磨紙(180番~1500番)で研磨し、耐水研磨紙での研磨終了後、研磨面をバフ研磨によって鏡面化した。Fig.3-4-4に研磨作業で使用したバフ研磨機 JP-112(笠井商工株式会社製)を示す。粒径1 μm のアルミナでバフ研磨を行った後、粒径0.3 μm のアルミナで仕上げのバフ研磨を行った。研磨後、試験片表面に付着しているコンタミを除去するため、超音波洗浄器(VT-1, Fig.3-4-5)を用いて水で洗浄を5分間施した。水と共に試料を入れたビーカーを超音波洗浄器に設置し、US洗浄した。洗浄後、組織観察するため粒界のエッチングを行った。粒界をエッチングする際に使用した腐食液は、エタノール100ccに対して、ピクリン酸($\text{HOC}_6\text{H}_2(\text{NO}_2)_3$ 、ナカライテスク製)10g、酢酸(CH_3COOH , 99.0%、ナカライテスク製)20cc、蒸留水10ccの割合で混合した液である。腐食温度は20 $^{\circ}\text{C}$ 、腐食時間は35secとした。ピクリン酸は劇物であり、危険を伴うため腐食液混合の際にはドラフター内で行った。試料は腐食後、再度超音波洗浄機により洗浄し、顕微鏡観察を行った。本研究では、光学顕微鏡(オリンパス製小型顕微鏡 BH2-UMA, Fig.3-4-6)を用いた顕微鏡観察を行った。倍率は100倍(接眼レンズ \times 10, 対物レンズ \times 10)で観察し、顕微鏡用デジタルカメラ(Nikon製, DS-Fi1)によって撮影した。

3-5. 粒面積測定方法

本研究では顕微鏡組織観察写真から複数の結晶粒の面積を算出するプログラムを用いることで結晶粒の大きさの分布を示した。

本プログラムは、以下の手法により結晶粒の面積を算出する。

1. 光学顕微鏡で撮影した結晶粒組織の画像上に結晶粒の見かけ上の中心点情報を手動で指定する (Fig.3-5-1)。
2. 作業 1. で入力した中心点を結晶粒の核とみなし、指定した複数の中心点から、矩形の渦巻き状に等速で粒成長させる。異なる中心点からの粒成長がぶつかった部位を粒界とすることで、擬似的な結晶粒を生成する (Fig.3-5-2)。
3. 生成された複数の結晶粒のピクセル数をそれぞれカウントし、結晶粒の面積を算出する。

以上の作業から結晶粒面積を算出することで、結晶粒面積についての度数分布を得ることができる。

結晶粒面積はヘロンの公式にて算出が可能である (Fig. 3-5-3)。そこで、本プログラムの信憑性を確認するため、本プログラムを用いて算出された結晶粒面積とヘロンの公式により算出された実際の結晶粒面積を比較した (Fig. 3-5-4)。縦軸にプログラムにより算出した結晶粒面積、横軸にヘロンの公式により実際に算出した結晶粒面積をとった。赤の直線がプログラムにより算出した結晶粒面積の近似直線であり、緑の直線は傾きが1の直線である。近似線の傾きは 0.97 であり、理想である緑の直線と非常に近い値を得た。よって、本プログラムにより算出された結晶粒面積は実際の結晶粒面積を精度よく再現できることが示された。よって、擬似的に生成された結晶粒の形態は現実の観察結果に基づいており、同等の条件下における結晶粒の一つの現れ方とみなすことができる。本プログラムにより得られた結晶粒面積についての度数分布の一例を 3-5-5 に示す。

3-6. 常温力学試験方法

本研究では熱塑性変形が常温の力学特性に及ぼす影響を調査した。そこで、同章3-3節で述べた熱塑性変形を施した材料、焼きなまし処理した後に熱塑性変形を施した材料とそれぞれの熱塑性変形前の材料を用いて常温引張試験、圧縮試験、単純ねじり試験を2回ずつ実施した。本節では各種単純負荷試験における試験条件と試験手順について述べる。

3-6-1. 試験条件

室温条件下で強度を判定する上で重要な指標である降伏応力および弾性係数を調査するため、降伏点以上まで単軸引張、単軸圧縮、単純ねじり負荷を与えた。負荷過程におけるひずみ速度は力学試験機のクロスヘッドにより制御し、すべての試験で $\dot{\varepsilon}_{eq} = 6.0 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$ とした。 $\dot{\varepsilon}_{eq} = \sqrt{\dot{\varepsilon}^2 + \dot{\gamma}^2} / 3$ として速度の決定を行った。ここで $\dot{\varepsilon}$ は軸ひずみ速度、 $\dot{\gamma}$ はねじりひずみ速度である。ひずみの測定は後述するようにひずみゲージを用いて行った。また、オートグラフに試験片を取り付けるための治具は熱塑性変形の際に使用した治具(同章3-2-3参照)と同様のものを用いた。

3-6-2. 試験手順

試験機は3-2-2項で示した力学試験機 Autograph AG-10TC-IR を用いた。前項で示したように $\dot{\varepsilon}_{eq} = 6.0 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$ となるようにクロスヘッド速度およびねじり速度一定による単純負荷を行った。軸力部と回旋部はそれぞれ独立しており、負荷過程における軸方向のクロスヘッド速度については Autograph 制御ソフト TRAPEZIUM2 (島津製作所製)を用いて制御し、ねじり方向のクロスヘッド速度についてはねじり負荷制御部にクロスヘッド上の旋回機構の回転速度の制御をした。

3-6-3. 応力の算出方法

応力の算出方法は、以下のとおりである。ここで W は軸荷重、 d_{in} は試験片内径、 d_{out} は試験片外形、 T はトルクである。

$$\text{軸応力: } \sigma = \frac{W}{\pi(d_{out}^2 - d_{in}^2) / 4} \quad (3-4)$$

$$\text{ねじり応力: } \tau = \frac{Td_{out}}{\pi(d_{out}^4 - d_{in}^4) / 16} \quad (3-5)$$

軸方向とねじり方向を等価に扱う指標が必要である。その方法として本研究では、von Mises の相当ひずみ ε_{eq} 、相当応力 σ_{eq} を用いた。

$$\varepsilon_{eq} = \sqrt{\varepsilon^2 + \gamma^2/3} \quad (3-6)$$

$$\sigma_{eq} = \sqrt{\sigma^2 + 3\tau^2} \quad (3-7)$$

ε は軸ひずみ, γ はねじりひずみである.

3-6-4. ひずみの算出方法

常温力学試験においてひずみ測定の際, ひずみゲージを用いた. ひずみゲージを試験片に貼り付ける際には, ひずみゲージ用接着剤 CC-36 および CC-33(共和電業製)を使用した. 位置を固定して加圧し, 24 時間保持することで貼り付けた. 単軸引張, 単軸圧縮試験にはひずみゲージ KFG(共和電業製)を使用し, Fig.3-5-1 に示すように試験片標線間部中央に貼り付けた.

単純ねじり試験にはひずみゲージロゼットタイプ KFG を用いた. 接着方法は単軸引張, 圧縮試験と同様の方法で接着し, Fig.3-6-2 に示すように試験片標線間部中央に貼り付けた. なお, ねじりひずみ γ は, Fig.3-6-2 に示すせん断方向を正としている. Fig.3-6-2 に示したひずみゲージ 1, 2 により測定されるひずみを $\varepsilon_1, \varepsilon_2$ とすれば, 次の式(3-10), (3-11)で表される.

$$\varepsilon_1 = \frac{1}{2}(\varepsilon_x + \varepsilon_y) + \frac{1}{2}(\varepsilon_x - \varepsilon_y)\cos(2 \times 45^\circ) + \frac{1}{2}\gamma_{xy}\sin(2 \times 45^\circ) \quad (3-8)$$

$$\varepsilon_2 = \frac{1}{2}(\varepsilon_x + \varepsilon_y) + \frac{1}{2}(\varepsilon_x - \varepsilon_y)\cos(2 \times (-45^\circ)) + \frac{1}{2}\gamma_{xy}\sin(2 \times (-45^\circ))$$

せん断ひずみ γ は, 式(3-8)より次のように求められる.

$$\gamma = \gamma_{xy} = \varepsilon_1 - \varepsilon_2$$

各種試験とも測定は, 1 アクティブゲージ法 3 線式を用いてブリッジボックスに結線した (Fig.3-6-3). ひずみはブリッジボックスを介し, 動ひずみ測定器 DPM-711B (共和電業製) で電圧データに変換し, センサインタフェース PCD-320A (共和電業製) を用いて A/D 変換し, パーソナルコンピュータに記録した. Fig.3-6-4 にひずみ測定システムの概略図を示す.

3-6-5. 降伏応力の求め方

マグネシウム合金の力学試験によって得られる応力-ひずみ曲線の一例を Fig.3-6-5 に示す. 変形初期では応力-ひずみ関係は線形に増加する. その後, 応力-ひずみ関係は穏やかに屈曲する. この時に明瞭な降伏点が特定できない. 本材料において, 弾性変形からメカニズムの変化する降伏応力を調査することは重要である. そのため, 本研究では降伏応力の代替値として 0.2%耐力をとった. また, 単純ねじり試験における弾性限の応力は, 相当応力 - 相当ひずみ線図にて同様の方法で求めた.



Fig.3-1 Muffle furnace ETK-11K

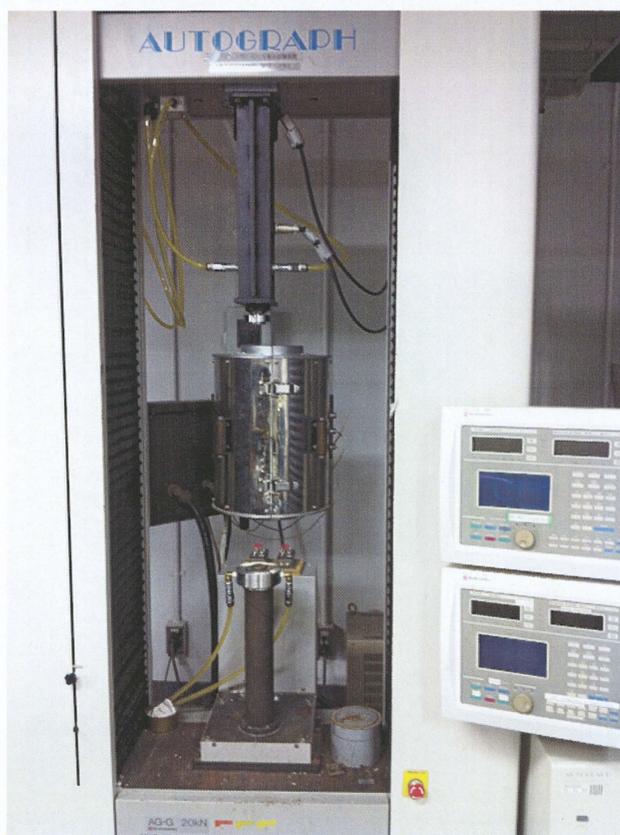


Fig.3-2-1 Autograph AG-G20kN.



Fig.3-2-2 Autograph AG-10TCIR

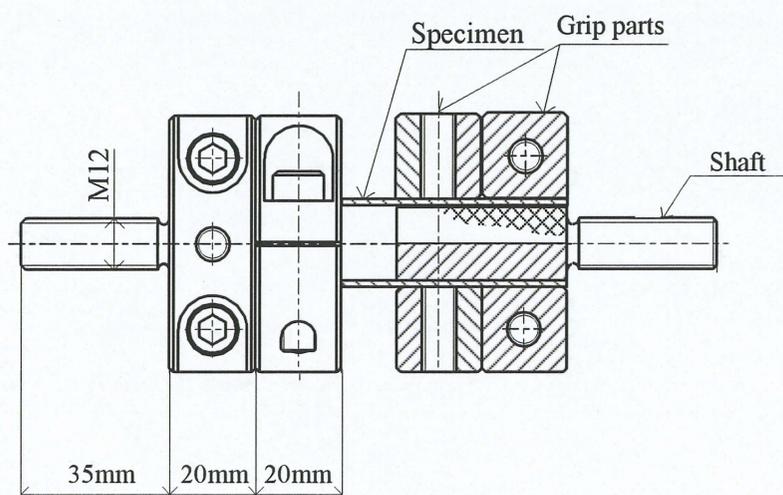


Fig.3-2-3 Jig for plastic deformation.



Fig.3-2-4 Digital multimeter 34401A.

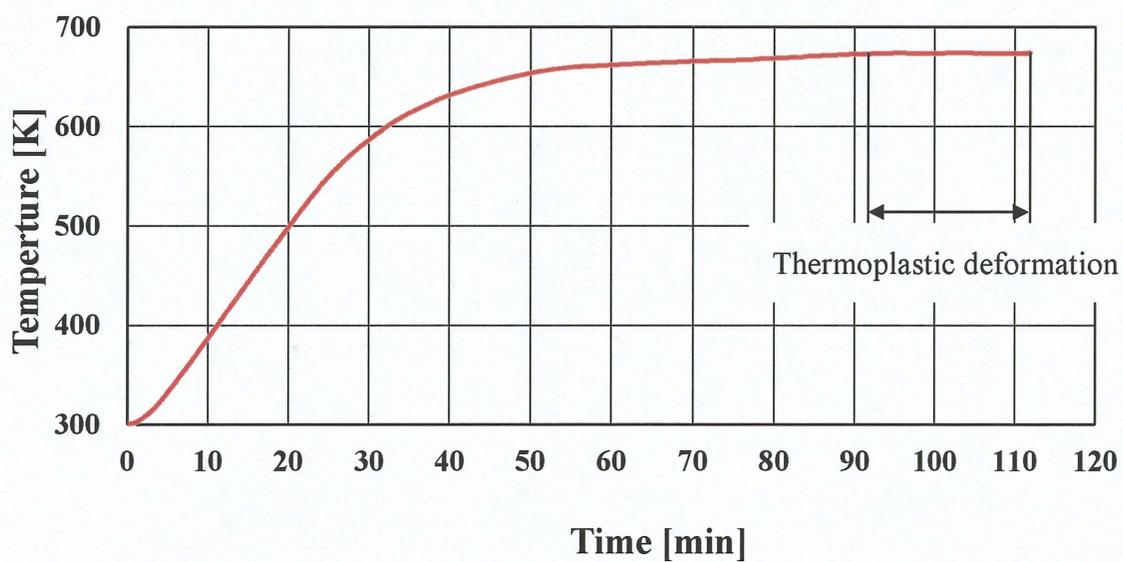


Fig.3-2-5 Heating process for thermoplastic deformation of specimen.

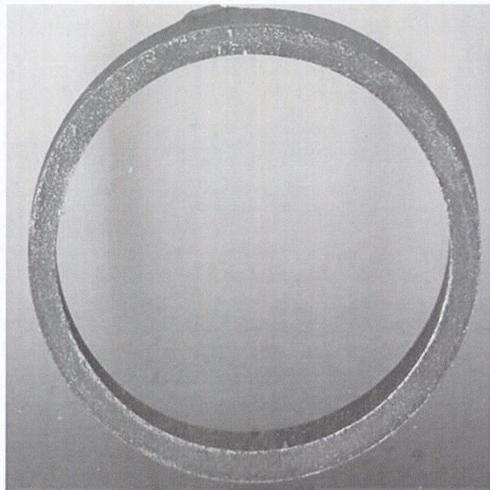


Fig.3-3-1 The shape and cross-section of AZ31 deformed until 55% of strain.

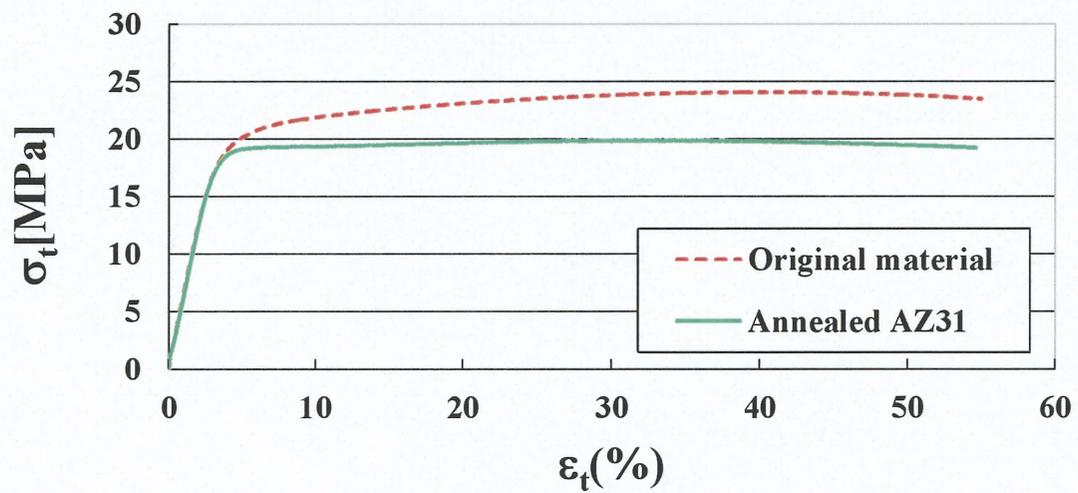


Fig.3-3-2 True stress-strain curve of specimen by thermoplastic deformation (tensile loading).

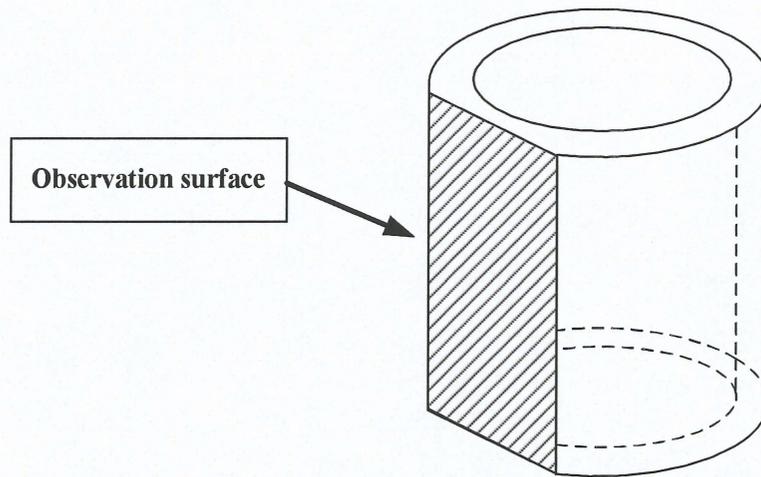


Fig.3-4-1 Observation surface on cross section of specimen.

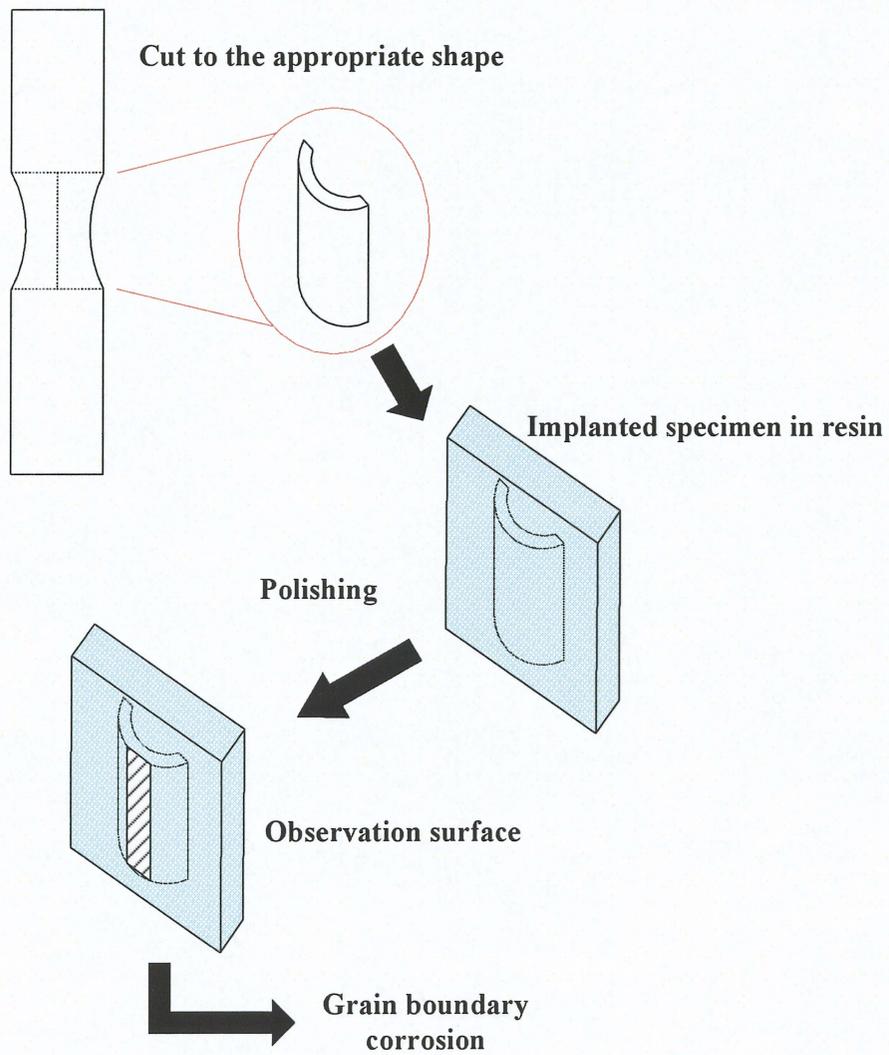


Fig.3-4-2 Sample preparation steps.



Fig.3-4-3 Refine Cutter.

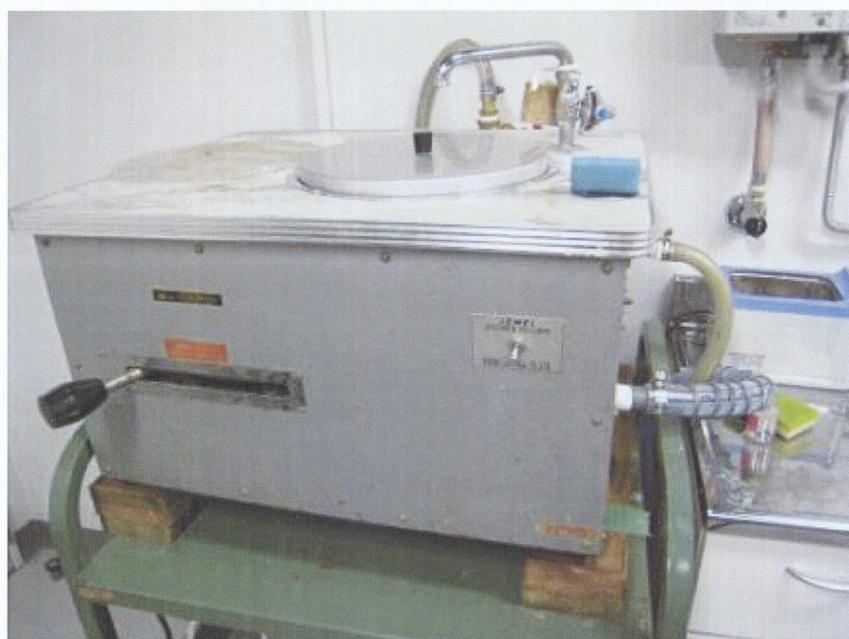


Fig.3-4-4 Polisher machine.



Fig.3-4-5 Ultrasonic cleaner (VT-1).



Fig.3-4-6 Compact microscope BH2-UMA.

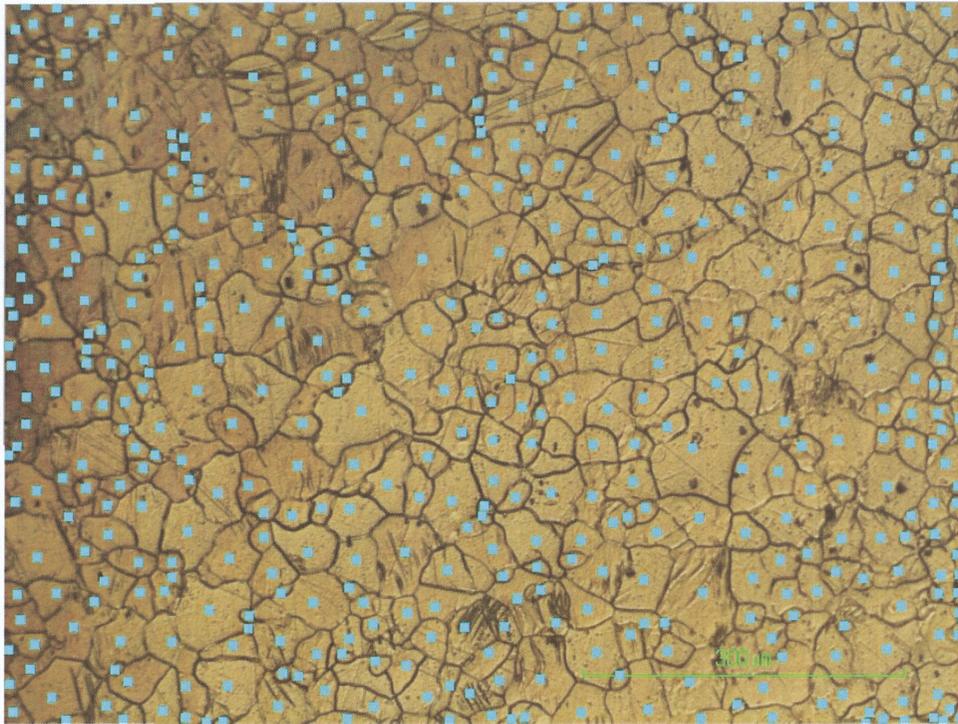


Fig.3-5-1 Center of grains on image microscopic structures of AZ31.

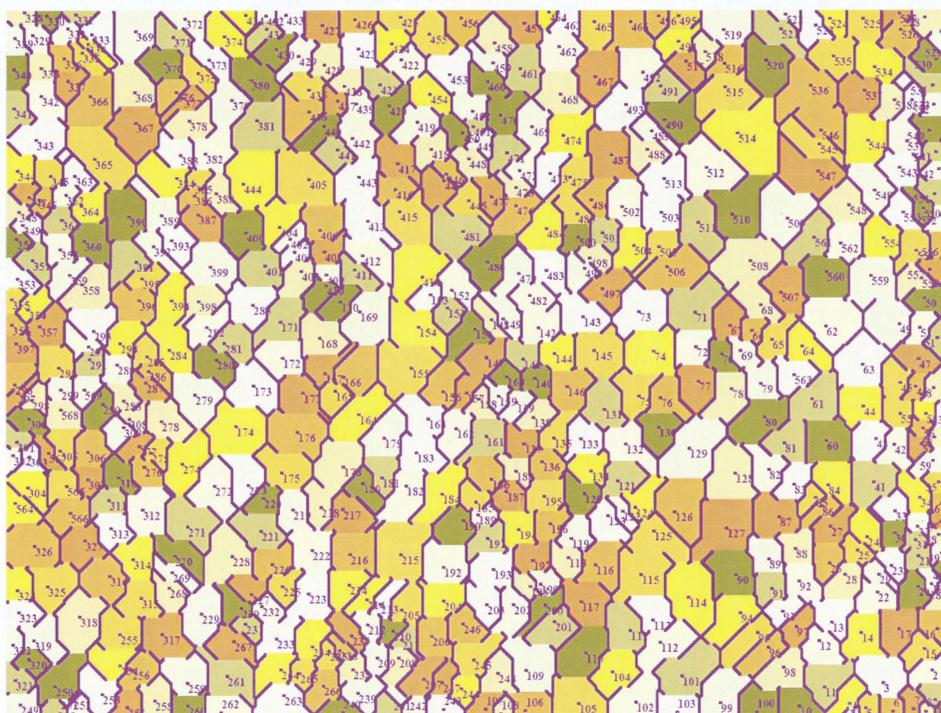


Fig.3-5-2 Microscopic structures of AZ31 made by simulation.

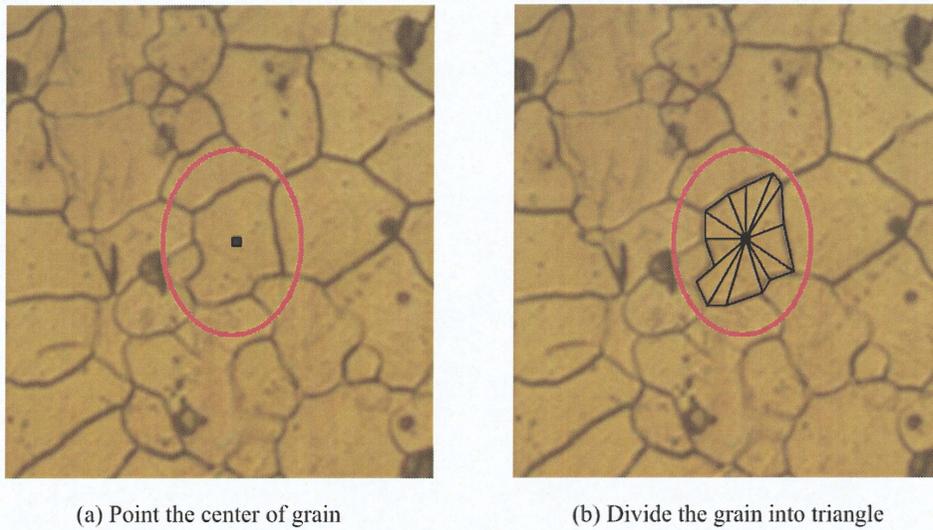


Fig.3-5-3 Method for calculate grain area size by Hero's formula

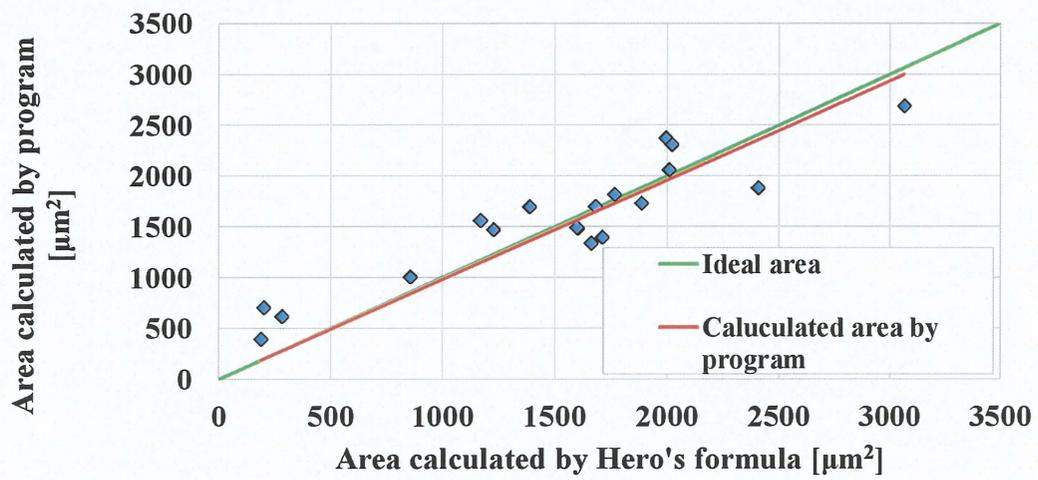


Fig.3-5-4 Relationship between area calculated by program with area calculated by Hero's formula

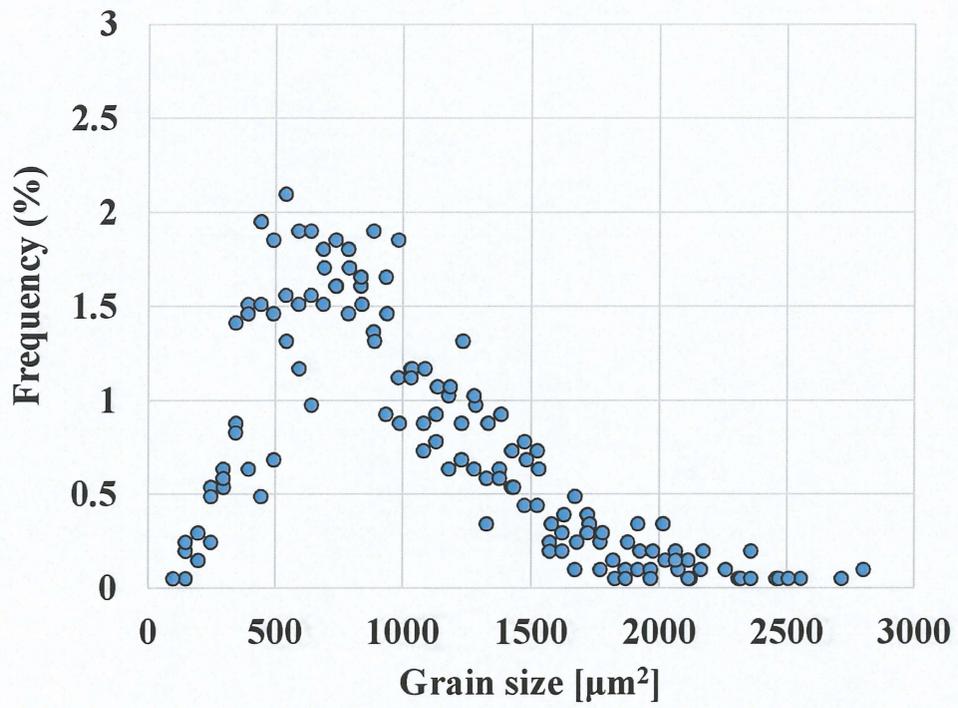


Fig.3-5-5 The example of grain size distributions of AZ31.

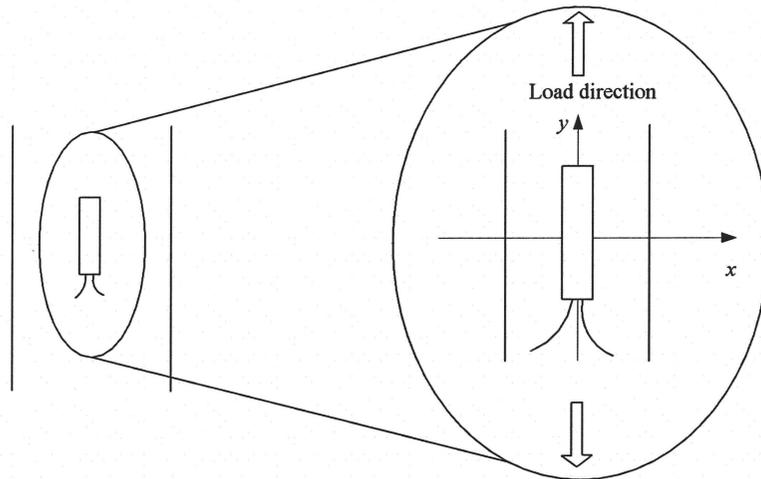


Fig.3-6-1 Strain gauge stuck on specimen.

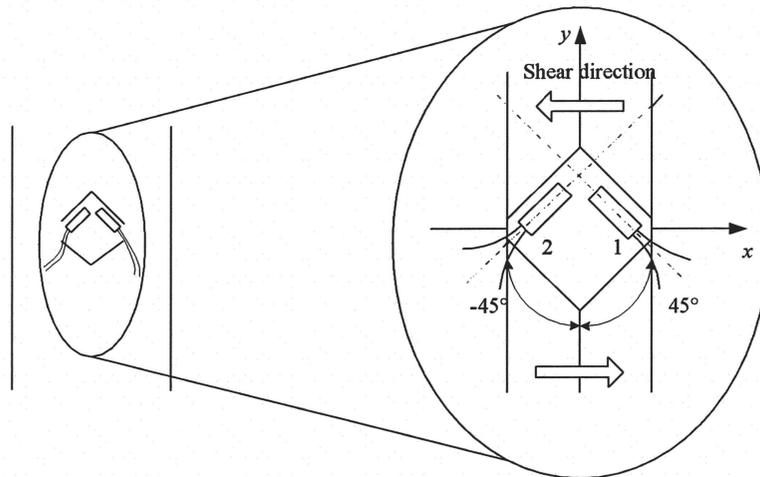
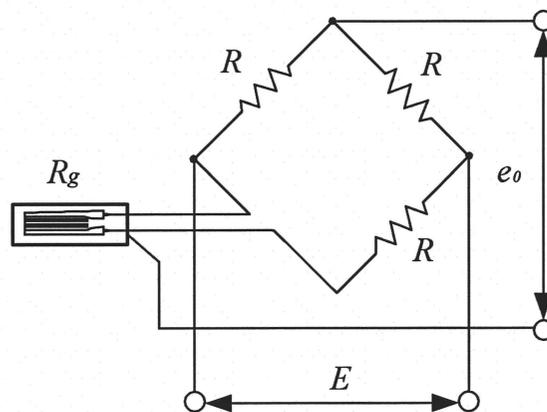


Fig.3-6-2 Strain gauge stuck on specimen.



e_0 : Output voltage E : Bridge voltage R : Fixed resistance R_g : Gauge resistance

Fig.3-6-3 Connecting diagram of strain gauge.

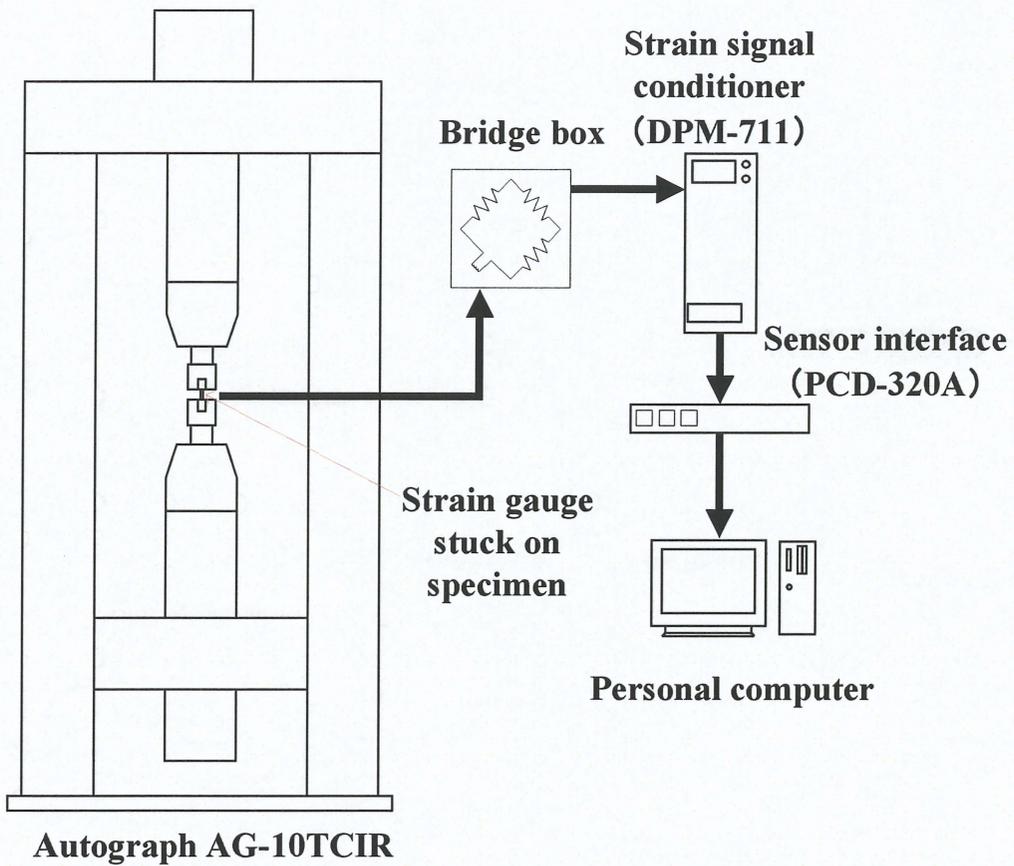


Fig.3-6-4 Scheme of strain measuring system.

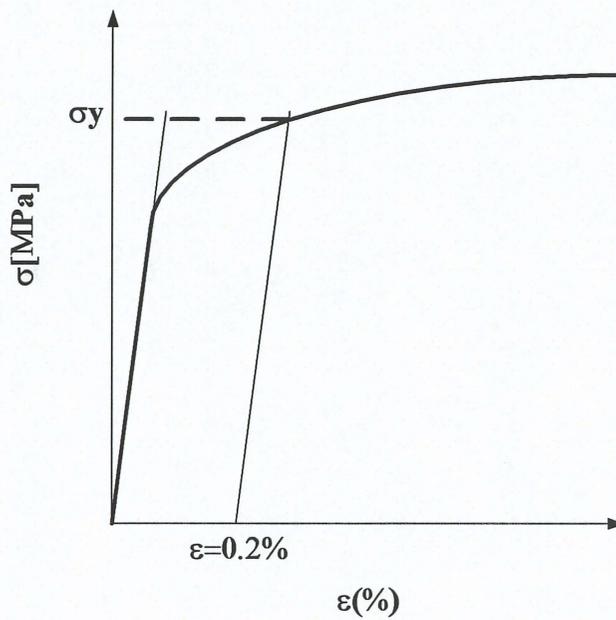


Fig.3-6-5 The specific method of 0.2 proof strength.

第4章 実験結果

4-1. 熱塑性変形による結晶粒組織の変化

熱塑性変形前後で AZ31 マグネシウム合金の結晶粒微細組織の変化を調査するため、光学顕微鏡による顕微鏡組織観察を行った。それぞれの試験片における顕微鏡組織観察の結果を以下に示す。

熱塑性変形を加えていない材料と高温における単軸引張負荷によってひずみ 55%与えた材料についての顕微鏡組織観察結果を Fig.4-1-1 および Fig.4-1-2 に示す。Fig.4-1-1(a)に熱塑性変形前の材料の顕微鏡組織観察結果、(b)に熱塑性変形後の材料の顕微鏡組織観察結果を示し、Fig.4-1-2(a)に焼きなまし後の材料の顕微鏡組織観察結果、(b)に焼きなまし後に熱塑性変形を施した材料の顕微鏡組織観察結果を示す。3-2 節で示したとおり、いずれの材料も表面付近についての顕微鏡組織観察結果である。Fig.4-1-1(a)において、熱塑性変形前の材料は代表長さ $40\mu\text{m}$ ほどの結晶粒が支配的であった。一方、Fig.4-1-1(b)より、単軸引張による熱塑性変形を施した材料は $20\mu\text{m}$ の微細な結晶粒が多数存在した。また、Fig.4-1-2(a)より、焼きなまし処理を施した材料は $100\mu\text{m}$ 前後の粗大な粒が大部分を占めていた。焼きなまし後に熱塑性変形を加えた材料(Fig.4-1-2(b))は $40\sim 70\mu\text{m}$ ほどの結晶粒が混在していた。Fig.4-1-3~4 に 3 章で説明した手法によって顕微鏡組織像から結晶粒面積についての度数分布を算出した。横軸に結晶粒の面積 [μm^2]、縦軸に結晶粒組織観察によって得られた結晶粒の総数に対する各面積をもつ結晶粒の割合 (%) をとった。Fig.4-1-3 の○が熱処理を施していない材料に対し、熱塑性変形を与えた試験片、△が○の材料の熱塑性変形前の度数分布を示す。そして、Fig.4-1-4 に示す□が焼きなまし処理後に熱塑性変形を施した材料、◇が焼きなまし後の材料の度数分布である。熱塑性変形および焼きなまし処理を施していない材料は結晶粒のほとんどが $200\sim 1500\mu\text{m}^2$ 付近に存在し、平均結晶粒面積は $910\mu\text{m}^2$ であった。その材料に対して熱塑性変形を施した試験片は結晶粒の面積は約 $50\mu\text{m}^2$ で立ち上り、ピークである $300\mu\text{m}^2$ 付近まで急激に上昇した。そして、結晶粒面積が大きくなるにつれて粒の個数は減少していき $1000\mu\text{m}^2$ を超える結晶粒はほとんどなくなった。この材料の平均結晶粒面積は $320\mu\text{m}^2$ であった。また、焼きなまし後の材料における結晶粒は $1000\mu\text{m}^2$ から $14000\mu\text{m}^2$ まで幅広く存在しており、平均結晶粒面積は $4360\mu\text{m}^2$ であった。その材料に対し、熱塑性変形を施した材料は $1000\mu\text{m}^2$ をピークに持ち、ほとんどの結晶粒は $3000\mu\text{m}^2$ 以下であった。焼きなまし後に熱塑性変形を施した材料の平均結晶粒面積は $1270\mu\text{m}^2$ であった。いずれの材料においても熱塑性変形後の材料の平均結晶粒面積は熱塑性変形前の平均結晶粒面積と比較し、微細になっていることが確認できる。

4 種類の材料の結晶粒面積について度数分布を 1 つにまとめた図を Fig.4-1-5 に示す。Fig.4-1-3~4 と同様に横軸に結晶粒の面積 [μm^2]、縦軸に結晶粒組織観察によって得られ

た結晶粒の総数に対する各面積をもつ結晶粒の割合(%)をとった。○が焼きなましおよび熱塑性変形を施していない材料, □が熱処理を施していない材料に対して熱塑性変形を与えた材料, △が焼きなまし処理後の材料, ◇が焼きなまし処理後に熱塑性変形を施した材料である。100 μm 前後の粗大な粒を多く有する焼きなまし後の材料は, 最も微細な粒が多い熱処理をしていない材料に対して熱塑性変形を施した材料の約 14 倍の平均結晶粒面積を有することが示された。焼きなまし後に引張負荷により 55%の熱塑性変形を施した材料の平均結晶粒面積は, 熱塑性変形を施したことによって焼きなまし前の材料の平均結晶粒面積付近まで微細化していることが確認できる。以上から熱塑性変形によって明瞭な結晶粒の微細化が認められた。

4-2. 熱塑性変形後の単純負荷試験における変形挙動

熱塑性変形を与えたAZ31マグネシウム合金における常温復帰後の降伏応力の変化について調査するため、熱塑性変形後の材料に対して常温で単純負荷試験を実施し、熱塑性変形前の材料の結果と比較した。負荷条件は単軸引張、単軸圧縮および単純ねじりである。また、焼きなまし処理を施したAZ31マグネシウム合金に熱塑性変形を施した材料についても同様の負荷試験を行い、熱塑性変形前後での常温力学特性を比較した。本節では、熱塑性変形による常温での各種負荷試験から材料が降伏するまでの特性について述べる。なお、いずれの材料においても弾性係数および降伏応力は各2回の実験から得られた値の平均値である。

Fig.4-2-1~3(a)に熱塑性変形および焼きなまし処理を施していない材料、(b)に(a)の材料に対して熱塑性変形を施した材料、(c)に焼きなまし後の材料、(d)に(c)の材料に対し、熱塑性変形を施した材料の応力-ひずみ線図の一例を示す。Fig.4-2-1は単軸引張試験から得られた応力-ひずみ線図、Fig.4-2-2は単軸圧縮試験から得られた応力-ひずみ線図、Fig.4-2-3は単純ねじり試験から得られた応力-ひずみ線図である。縦軸に応力[MPa]をとり、横軸にひずみゲージによって計測されたひずみ(%)をとった。圧縮試験については縦軸、横軸の応力とひずみは絶対値で示し、単純ねじり試験については第2章で示したように von Mises の降伏理論に基づく相当応力、相当ひずみより縦軸は $\sqrt{3}\tau$ 、横軸は $\gamma/\sqrt{3}$ で示した。また、いずれの応力-ひずみ線図からも明瞭な降伏応力を特定できないため、0.2%オフセット法(第3章3-6-5参照)より降伏応力を決定し、材料が降伏するまでの特性を比較するため、Fig.4-2-1~3にはそれぞれひずみ1.0%までを表記した。

常温での単軸引張試験結果について述べる。Fig.4-2-1(a)に示した焼きなましを施していない材料の降伏応力は172MPa、縦弾性係数は41.3GPaであり、Fig.4-2-1(b)に示した熱処理を施していない材料に対して熱塑性変形を与えた試験片の降伏応力は195MPa、縦弾性係数は42.0GPaであった。縦弾性係数はほぼ同じであったが、降伏応力は熱塑性変形後の材料の方が11%上昇した。焼きなまし後の材料において、Fig.4-2-1(c)に示した熱塑性変形前の材料の降伏応力は148MPa、縦弾性係数は39.0GPaであり、Fig.4-2-1(d)に示した熱塑性変形後の材料の降伏応力は176MPa、縦弾性係数は36.2GPaであった。こちらにおいても縦弾性係数は有意な差が認められなかったが、降伏応力は熱塑性変形後の材料が熱塑性変形前の材料よりも20%上昇した。

熱塑性変形後の材料に常温での単軸圧縮試験を実施した結果を述べる。それぞれの縦弾性係数は熱塑性変形前の材料が40.0GPa(Fig.4-2-2(a))、熱塑性変形後の材料が36.6GPa(Fig.4-2-2(b))、焼きなまし後の材料が35.1GPa(Fig.4-2-2(c))、焼きなまし後に熱塑性変形を施した材料が37.2GPaであった(Fig.4-2-2(d))。圧縮試験から得られた縦弾性係数においても有意な差は認められず、引張試験から得られた縦弾性係数と圧縮試験から得られた縦弾性係数はほぼ同じ40GPa程度であった。一方、降伏応力は熱塑性変形前の材料が76MPa、熱塑性変形後の材料が95MPa、焼きなまし後の材料が65MPa、焼

きなまし後に熱塑性変形を施した材料が 87MPa であり、熱塑性変形後の材料の降伏応力が上昇した。また、いずれの材料においても単軸圧縮試験から得られた降伏応力は単軸引張試験から得られた降伏応力の 50%程度であった。

常温での単純ねじり試験を実施した結果について述べる。常温における単純ねじり試験から得られた横弾性係数は熱塑性変形前の材料が 7.3GPa、熱塑性変形後の材料が 8.1GPa、焼きなまし後の材料が 6.9GPa、焼きなまし処理後に熱塑性変形を施した材料が 6.3GPa であった。相当応力に換算した降伏応力は熱塑性変形前の材料が 46MPa(Fig.4-2-3(a))であるのに対し、熱塑性変形後の材料が 53MPa(Fig.4-2-3(b))と高くなった。焼きなまし後の材料において相当応力に換算された降伏応力は熱塑性変形前の材料が 33MPa(Fig.4-2-3(c))、熱塑性変形後の材料が 34MPa(Fig.4-2-3(d))であった。弾性係数は単軸引張および単軸圧縮試験同様に熱塑性変形前後で変化が認められなかった。ねじり負荷から得られた相当応力に換算された降伏応力は引張負荷から得られた降伏応力の 25%程度であった。

Fig.4-2-4 に常温における単軸引張試験、単軸圧縮試験および単純ねじり試験に関する応力-ひずみ線図を示す。Fig.4-2-4 は、焼きなまし処理を施していない材料、焼きなまし処理を施していない材料に対して熱塑性変形を施した試験片、焼きなまし後の材料、焼きなまし後に熱塑性変形を施した材料での力学特性について併記し、横軸は相当ひずみ(%), 縦軸は軸方向の相当応力 $\sqrt{3}\tau$ [MPa]である。実線に単軸引張試験結果、一点鎖線に単軸圧縮試験結果、破線に単純ねじり試験結果をそれぞれ示す。降伏特性を比較するため、Fig.4-2-4 にはそれぞれ相当ひずみ 1.0%まで表記してある。

Fig.4-2-4 から、熱処理を施していない材料に熱塑性変形を加えた試験片の各種単純負荷試験から得られた降伏応力は焼きなまし後の材料の各種単純負荷試験から得られた降伏応力よりも引張負荷において 47MPa、圧縮負荷において 30MPa、ねじり負荷において 20MPa 高い値を示した。焼きなまし処理および熱塑性変形を施していない材料は焼きなまし後に熱塑性変形させた材料と近い応力レベルを示した。また、熱塑性変形後の材料の降伏応力が熱塑性変形前の材料の降伏応力を上回る傾向が認められた。

4-3. 降伏曲面

機械構造用部品の設計を行う上で常温における負荷条件下での応力状態を把握することは重要である。4-2 節からいずれの材料においても引張負荷により得られた降伏応力より圧縮から得られた降伏応力およびねじり負荷から得られた相当応力に換算された降伏応力は低く現れた。そこで、延性金属材料の降伏を議論する際に用いられる von Mises の降伏曲面(第2章 2-3-4.参照)と各種単純負荷試験における熱塑性変形および焼きなまし処理をほどこしていない材料の降伏応力を比較した。前節で示した、各種単純負荷試験における熱塑性変形および焼きなまし処理を施していない材料の降伏応力を◇でプロットし、せん断ひずみエネルギーに基づく von Mises の降伏曲面を黒の実線で示した(Fig.4-3-1)。von Mises の降伏曲面は単軸引張試験における降伏応力より算出した。縦軸に von Mises の相当応力により換算したせん断応力[MPa]、横軸に軸応力[MPa]をとった。Fig.4-3-1 から焼きなまし処理および熱塑性変形を施していない材料における実験値と von Mises のクライテリアを比較すると実験値は von Mises の降伏曲面から単軸圧縮試験において 56%、単純ねじり試験において 73%下回った。すなわち、本材料は構造用金属材料などが則している von Mises の降伏曲面に対して、圧縮からせん断成分について低い値を示し、大きく歪んだ形態を示していることが確認された。

Fig.4-3-2 に各種単純負荷試験における降伏応力をプロットした降伏曲面を示す。○が焼きなまし処理および熱塑性変形を施していない材料、□が焼きなまし処理をしていない材料に熱塑性変形を施した試験片、△が焼きなまし後の材料、◇が焼きなまし後に熱塑性変形を施した材料である。Fig.4-3-1 と同様、縦軸に相当応力により換算したせん断応力[MPa]、横軸に軸応力[MPa]をとった。Fig.4-3-2 より、いずれの材料においても降伏曲面は軸力について引張と圧縮で非対称性が顕著に認められており、せん断応力に関して低い負荷で変形する特性をもつことが認められた。また、いずれの材料においても同様の形状を示し、焼きなまし処理後の材料の降伏曲面が最も小さく、焼きなまし処理をしていない材料に熱塑性変形を施した試験片の降伏曲面が最も大きくなった。

4.4. 結晶粒微細組織と力学特性の相関

Fig.4-1-1~2 より，熱塑性変形によって結晶粒の明瞭な微細化が認められた。また，Fig.4-2-1~3 から熱塑性変形後の材料は熱塑性変形前の材料と比較して降伏応力が増加した。以上から結晶粒微細組織と力学特性には相関があると想定される。

結晶粒径と降伏応力の関係をあらわす際，ホール・ペッチの式が用いられる(第2章2-4参照)。ホール・ペッチの式は第2章理論で示した通り $\sigma_y = \sigma_0 + k_y d^{1/2}$ で表される。このとき， σ_y は材料の降伏応力， σ_0 は単結晶の降伏応力， d は結晶粒の大きさを示す。また， k_y は $d^{1/2}$ の増加量に対する降伏応力の増加量を示している。AZ31 マグネシウム合金の降伏応力についてホール・ペッチの式によりまとめた。平均結晶粒径と常温での単軸引張試験により得られた降伏応力の平均値($n=2$)の関係を Fig.4-4-1 に示す。縦軸に降伏応力[MPa]をとり，ホール・ペッチの関係式(第2章2-6参照)に従い，横軸に平均結晶粒径の平方根の逆数[mm^{-1/2}]をとった。○が熱塑性変形前の材料，□が熱塑性変形後の材料，△が焼きなまし後の材料，◇が焼きなまし後に熱塑性変形を施した材料の結果を示している。Fig.4-4-1 より，平均結晶粒径の平方根の逆数と引張試験における降伏応力の関係は，ほぼ線形的な正の相関がみられた。すなわち，結晶粒が微細になるほど降伏応力が上昇していることが示された。引張負荷における σ_0 は 101MPa， k_y は 13.4MPa/mm^{-1/2} であった。

Fig.4-4-2 に平均結晶粒径と常温での各種単純負荷試験により得られた降伏応力の平均値($n=2$)の関係を示す。Fig.4-4-1 と同様，縦軸に降伏応力[MPa]，横軸に平均結晶粒径の平方根の逆数[mm^{-1/2}]をとり，○が熱塑性変形前の材料，□が熱塑性変形後の材料，△が焼きなまし後の材料，◇が焼きなまし後に熱塑性変形を施した材料の結果を示している。Fig.4-4-2 より，平均結晶粒径の平方根の逆数と圧縮試験から得られた降伏応力およびねじり試験から相当応力に換算された降伏応力の関係は引張試験における降伏応力の関係と同様にほぼ線形的な正の相関が認められた。Fig.4-4-2 より，圧縮負荷において σ_0 は 36MPa， k_y は 8.3MPa/mm^{-1/2} であり，ねじり負荷において σ_0 は 14MPa， k_y は 4.8MPa/mm^{-1/2} であった。引張負荷における σ_0 と比較して圧縮負荷において 64%，ねじり負荷において 86%低下している。また， k_y においても引張負荷と比較して，圧縮負荷は 38%，ねじり負荷において 64%低い値であった。

いずれの単純負荷試験においても結晶粒が微細なるにつれて降伏応力が上昇する傾向が認められた。また，負荷方向に対して単結晶の降伏応力である σ_0 および $d^{1/2}$ の増加量に対する降伏応力の増加量である k_y に差が表れた。

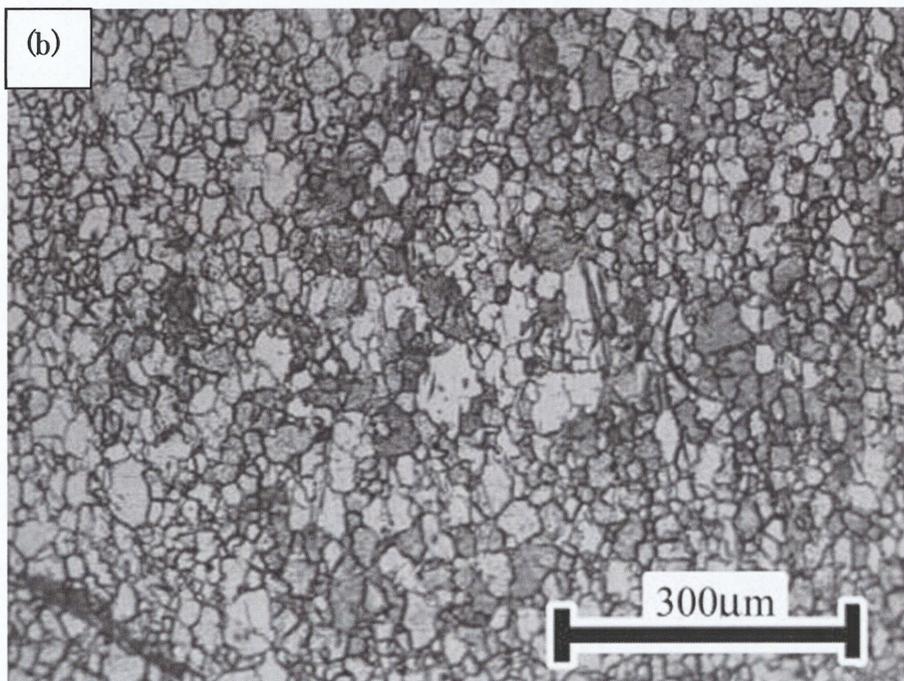
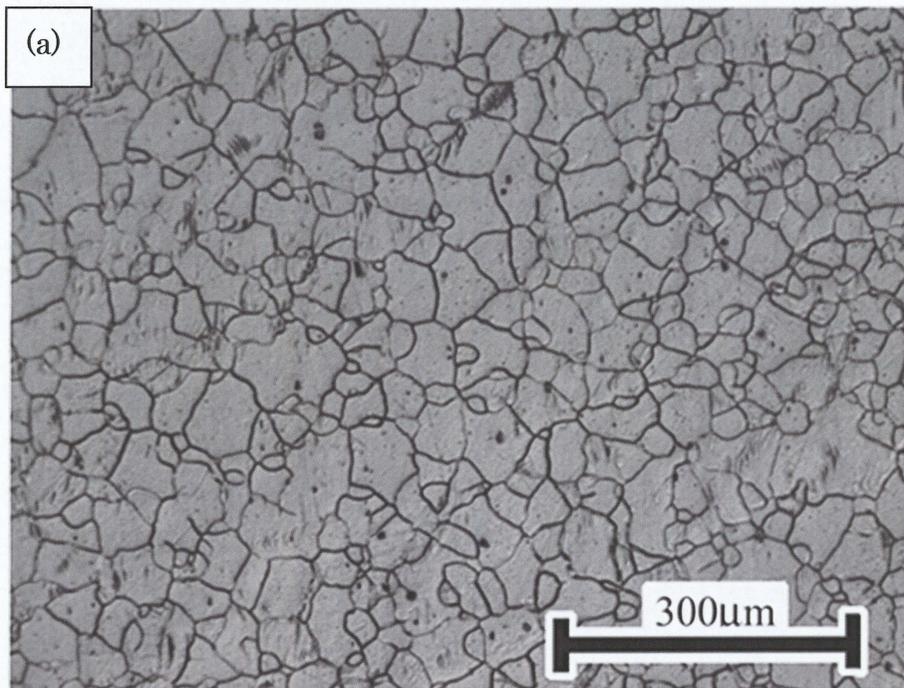


Fig. 4-1-1 Microscopic structures of AZ31;
(a) before thermoplastic deformation, (b) after thermoplastic deformation

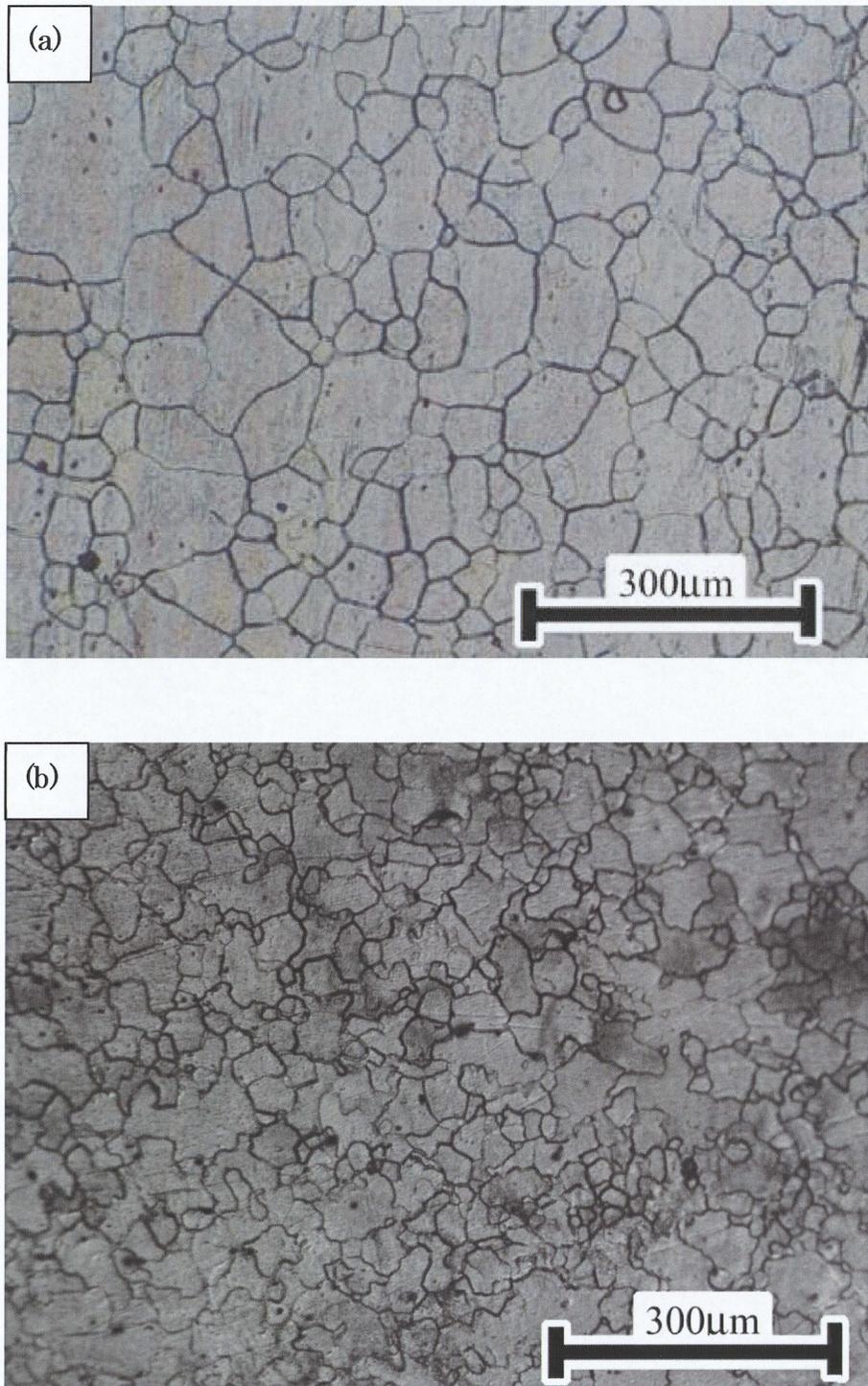


Fig.4-1-2 Microscopic structures of annealed AZ31;
(a) before thermoplastic deformation, (b) after thermoplastic deformation.

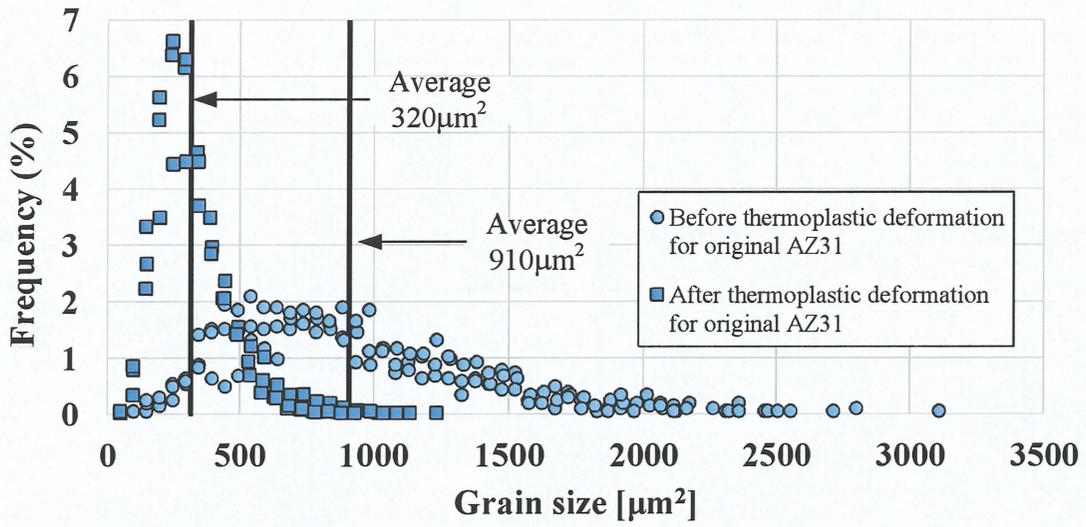


Fig.4-1-3 Grain size distributions of AZ31 magnesium alloy.

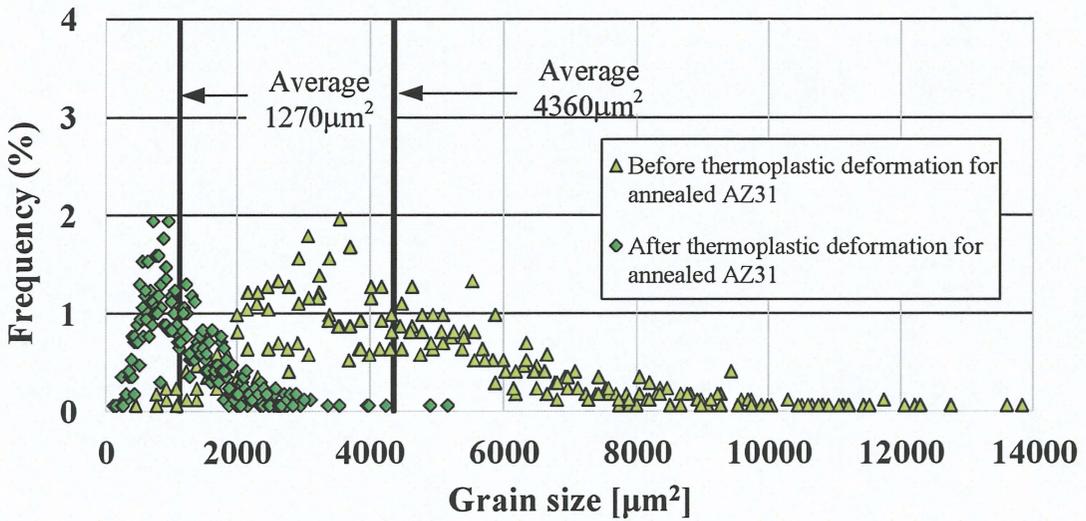


Fig.4-1-4 Grain size distributions of annealed AZ31 magnesium alloy.

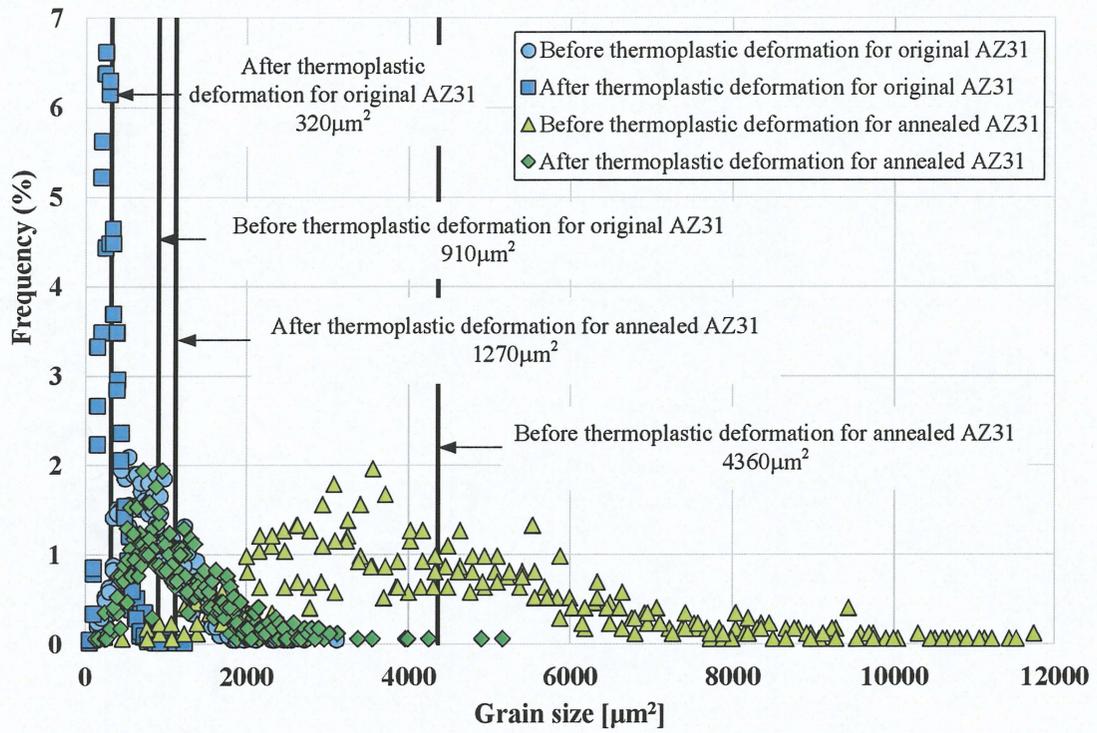


Fig.4-1-5 Grain size distributions of AZ31 magnesium alloy.

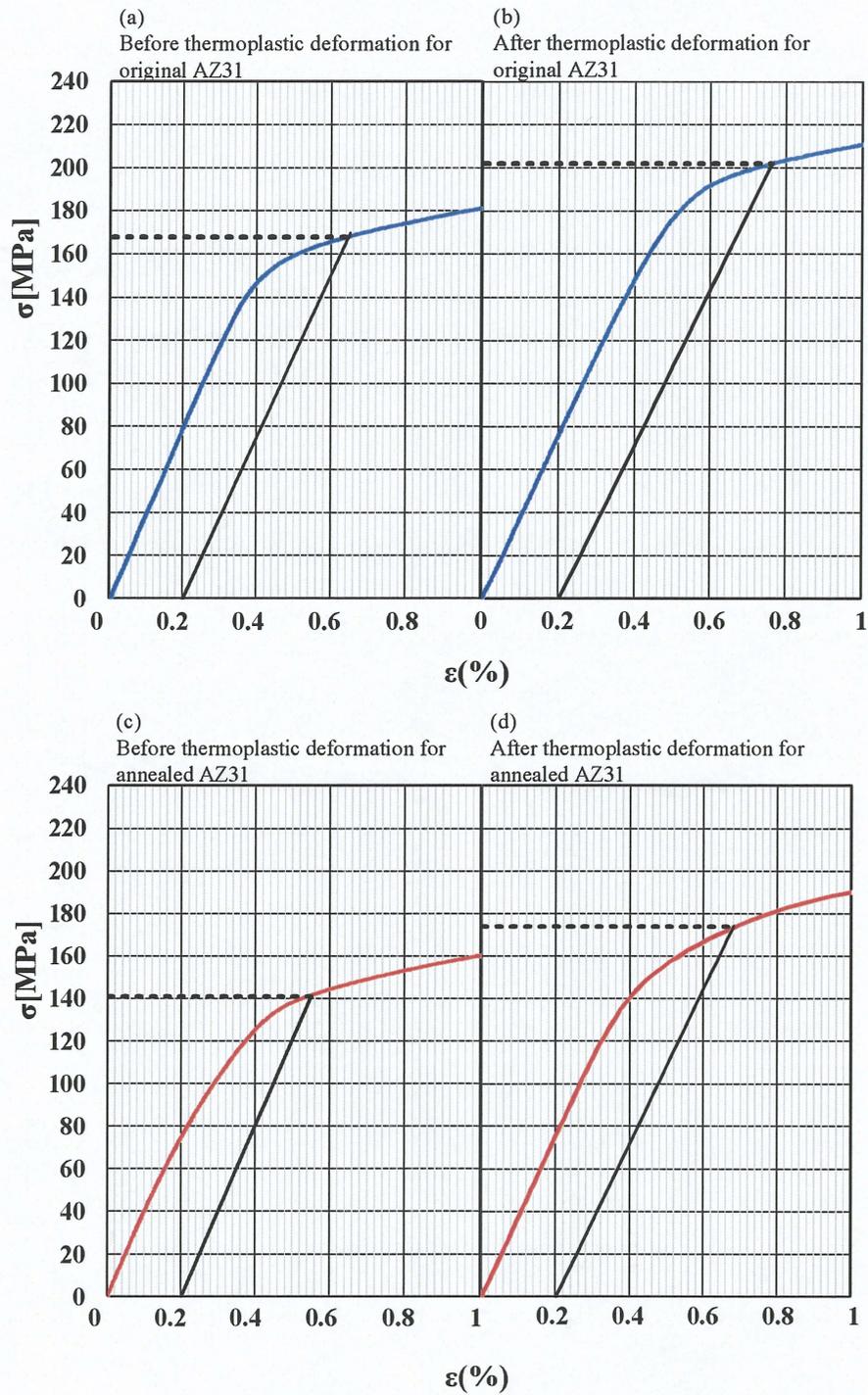


Fig.4-2-1 Stress - Strain curves of AZ31 in tensile test,
 (a) before thermoplastic deformation for original material,
 (b) after thermoplastic deformation for original material,
 (c) before thermoplastic deformation for annealed AZ31,
 (d) after thermoplastic deformation for annealed AZ31.

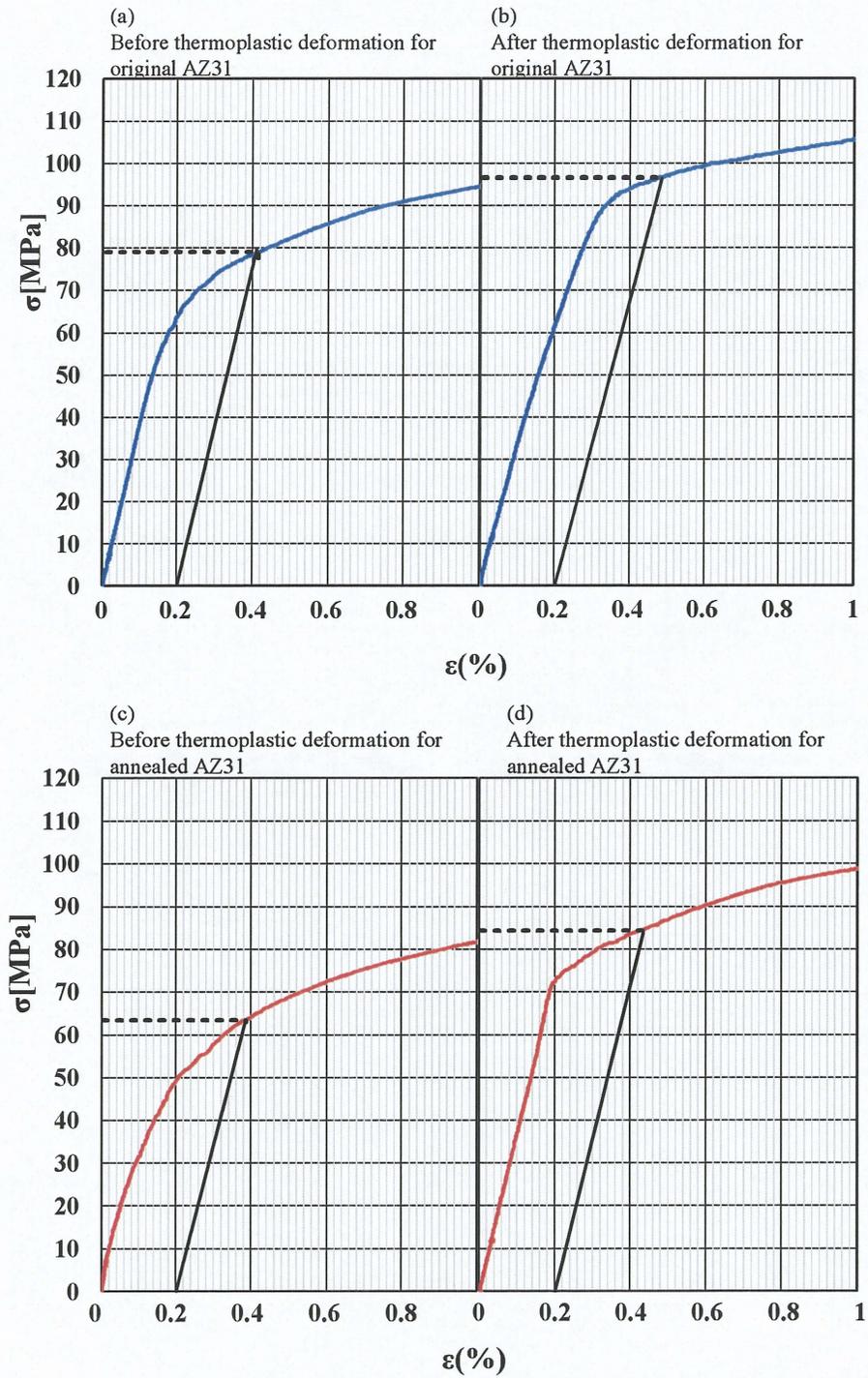


Fig.4-2-2 Stress-Strain curves of AZ31 in compressive test,
 (a) before thermoplastic deformation for original material,
 (b) after thermoplastic deformation for original material,
 (c) before thermoplastic deformation for annealed AZ31,
 (d) after thermoplastic deformation for annealed AZ31.

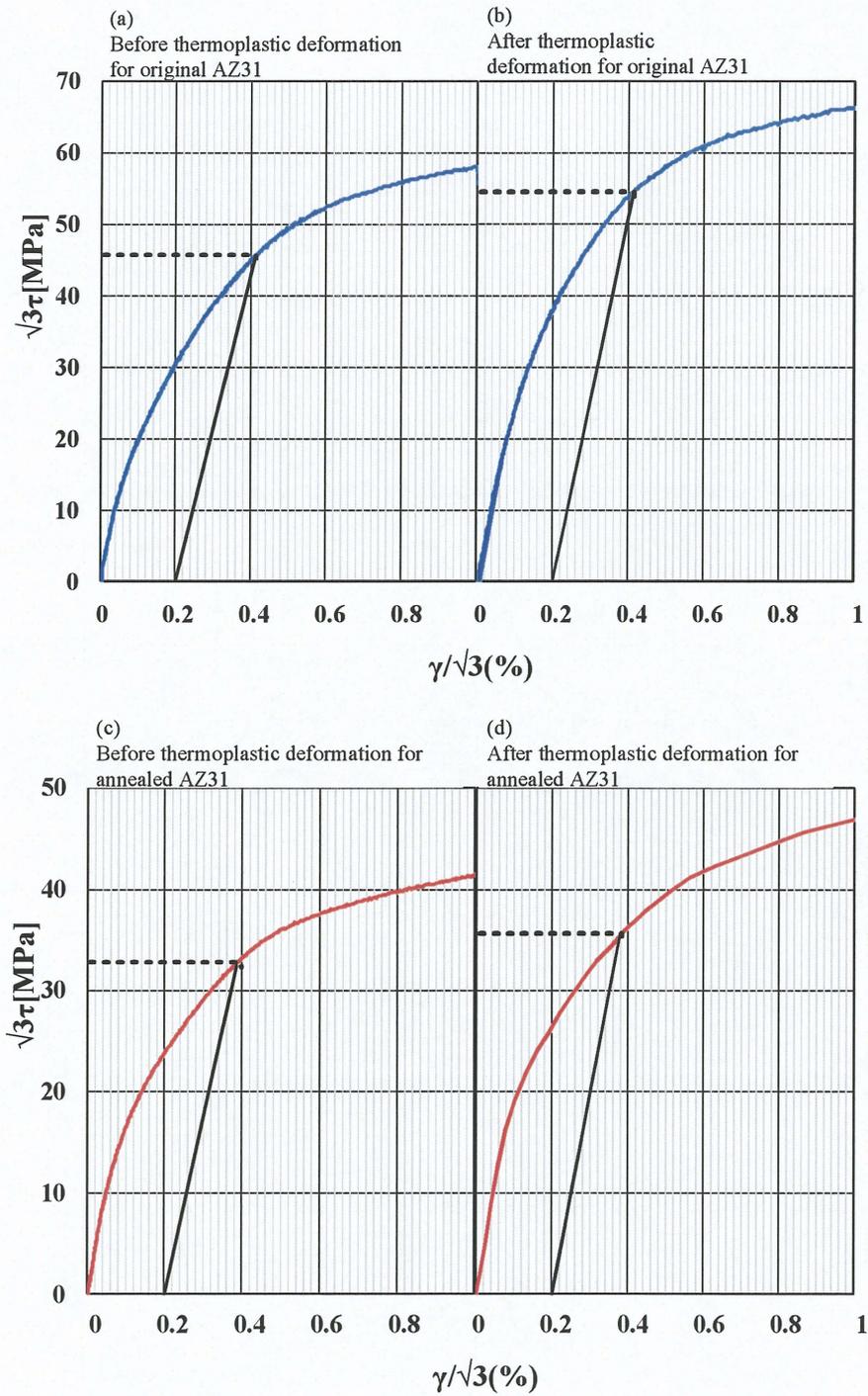


Fig.4-2-3 Stress-Strain curves of AZ31 in torsional test, (a) before thermoplastic deformation for original material, (b) after thermoplastic deformation for original material, (c) before thermoplastic deformation for annealed AZ31, (d) after thermoplastic deformation for annealed AZ31.

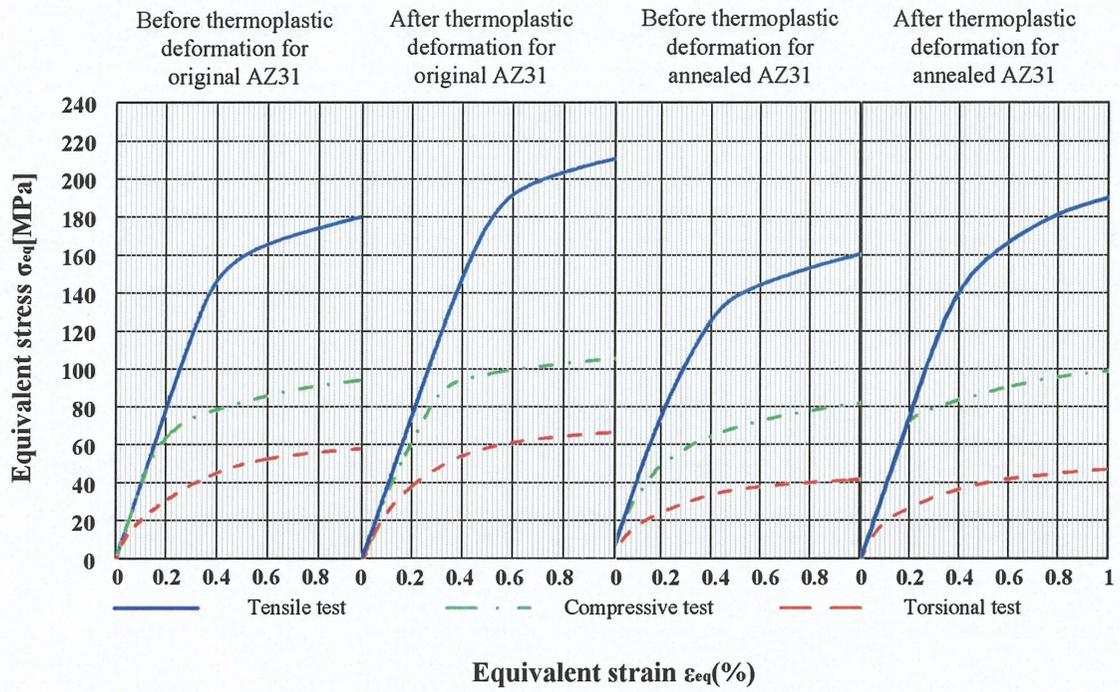


Fig.4-2-4 Stress-Strain curves of tensile, compressive and torsional test of AZ31 magnesium alloy

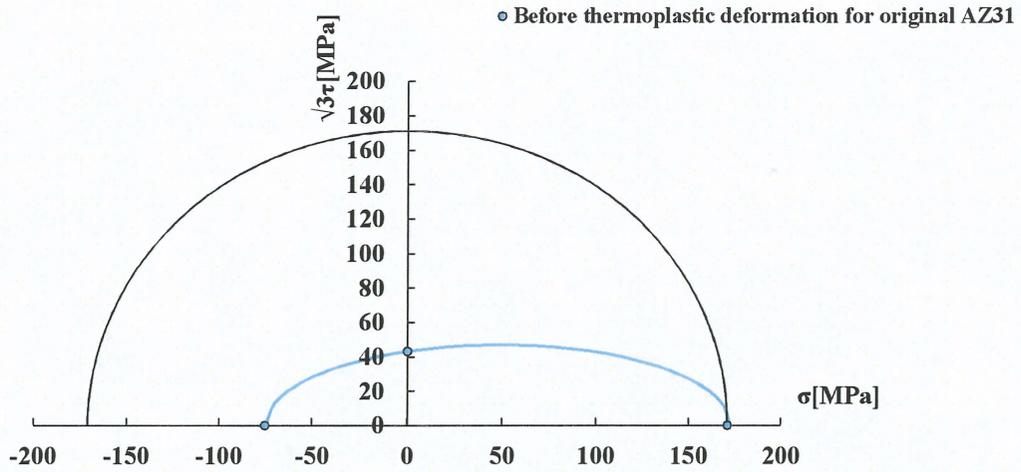


Fig.4-3-1 Yield surface of AZ31 deformed at room temperature of original AZ31.

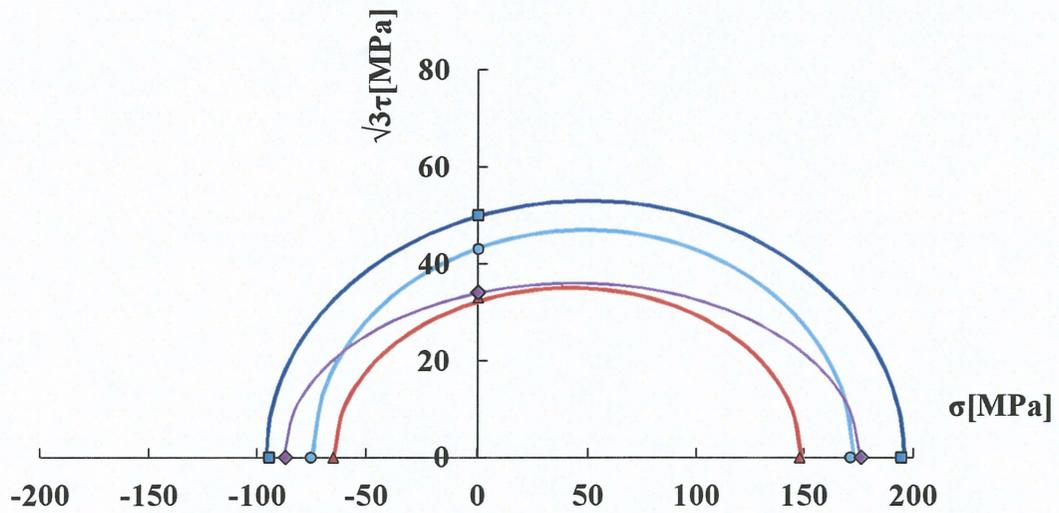


Fig.4-3-2 Yield surfaces of AZ31 deformed at room temperature.

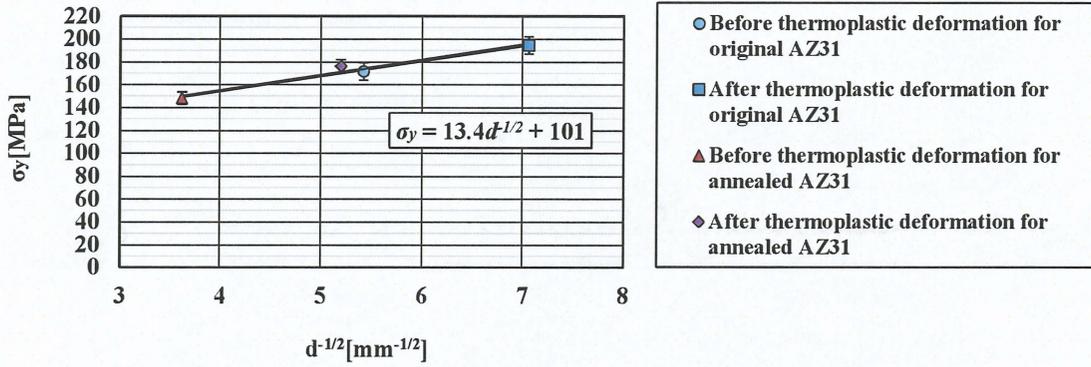


Fig.4-4-1 Relation of grain size and yield stress of tensile test of AZ31.

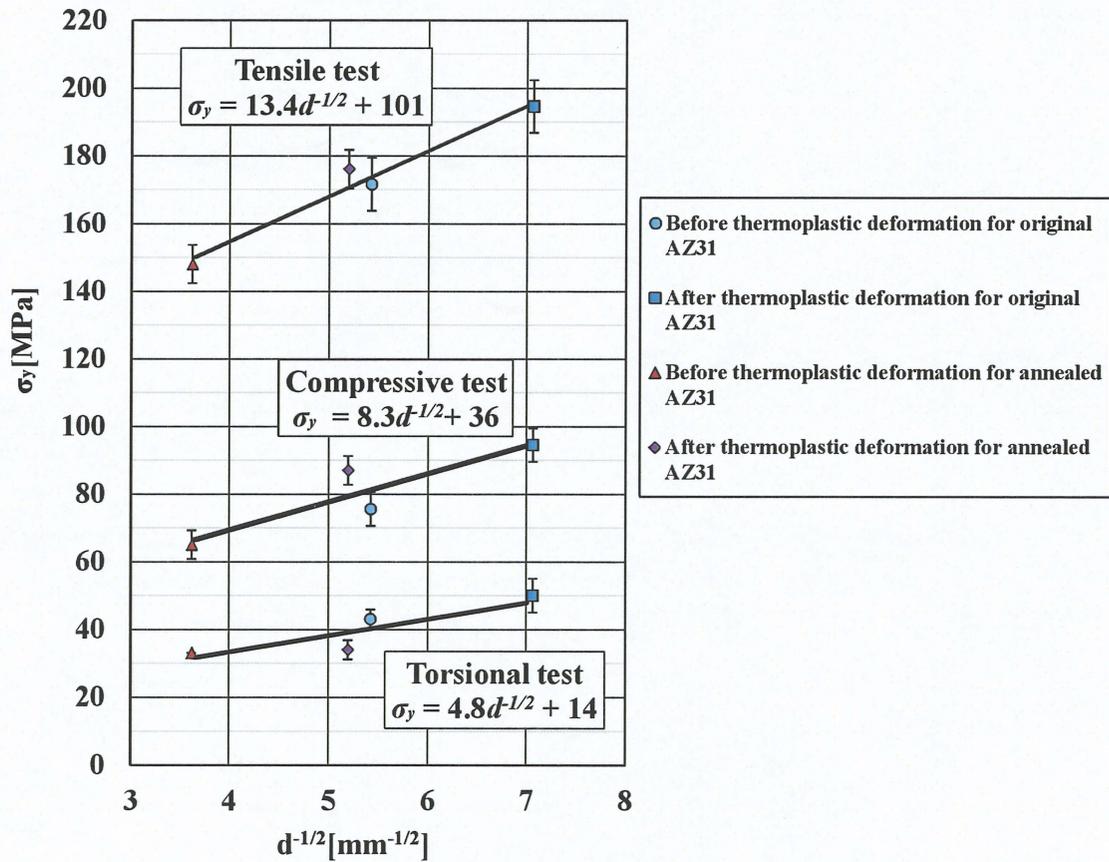


Fig.4-4-2 Relation of grain size and yield stress of tensile, compressive and torsional test of AZ31.

第5章 考察

5-1. AZ31 マグネシウム合金における常温での降伏曲面

Fig.4-3-1~2 において室温での降伏曲面はいずれの材料においても、せん断成分および軸力における圧縮成分が低く、von Mises のクライテリアとかけ離れた形態をもつことが示された。最大せん断ひずみエネルギーによって規定される von Mises の降伏理論に従う構造用材料はすべり変形を主たる塑性変形機構とする。つまり、集合組織をもちやすい AZ31 マグネシウム合金の室温における降伏のメカニズムは、優先方位に対する負荷のかけ方で変わると考えられる。

まず、引張方向における降伏のメカニズムについて考察する。押出しによって作製された AZ31 マグネシウム合金は常温付近での唯一のすべり面である底面が押出し方向と平行に配列していると報告されている^{(19),(20)}。押出しにより作製されたパイプ材においても底面が押出し方向と平行に配列しているとすると、押出し方向に引張負荷を与える際、底面のすべりは生じにくい。そのため、塑性変形するためには、双晶変形および非底面転位の活動を必要とする。Fig.5-1(a)に押出しにより作製された AZ31 マグネシウム合金に対して押出し方向と平行な常温引張負荷を与え、降伏させた材料の結晶粒組織を示す。この材料は破断しておらず、Fig.5-1(a)は紙面横方向と軸力方向が一致している。単軸引張試験によって降伏点以上のひずみを与えた材料の平均結晶粒面積は約 $1000\mu\text{m}^2$ であった。負荷前の材料の平均結晶粒面積が $1000\mu\text{m}^2$ 程度であるため、常温での負荷試験において結晶粒組織の微細化は生じていない。さらに、負荷方向に対する結晶粒形状の伸展を有意に認めることはできなかった。一方、結晶粒内での格子屈曲による同方向に並ぶしま模様の双晶変形の痕跡が認められた(Fig.5-1(a)○部)。Fig.5-1(a)から、引張負荷において負荷を加えていくうちに一部の結晶粒に双晶変形が生じると考えられる。また、Fig.5-1(a)から双晶が確認された結晶粒はいずれも $60\sim 100\mu\text{m}$ の比較的粗大な粒であり、 $20\mu\text{m}$ 程度の微細な結晶粒からは双晶変形の痕跡が確認できなかった。 $60\sim 100\mu\text{m}$ の粒では粒界での堆積転位による応力集中が $20\mu\text{m}$ 程度の微細粒と比較して大きいことに起因すると考えられる⁽²¹⁾。また、Fig.5-1(a)から確認された変形双晶は c 軸に対して圧縮負荷がかかった場合に形成される $\{10\bar{1}1\}$ 双晶と c 軸に対して引張負荷がかかった場合に形成される $\{10\bar{1}2\}$ 双晶が考えられる。それぞれの双晶の CRSS は $\{10\bar{1}1\}$ 双晶において 114MPa 、 $\{10\bar{1}2\}$ 双晶は $2\sim 3\text{MPa}$ と報告されており⁽²²⁾、 $\{10\bar{1}2\}$ 双晶に比べ、 $\{10\bar{1}1\}$ 双晶は CRSS が非常に高い。そのため、CRSS が比較的低い $\{10\bar{1}2\}$ 双晶が生じやすく、Fig.5-2(a)から確認された変形双晶は CRSS が比較的低い $\{10\bar{1}2\}$ 双晶であると考えられる。

以上のことをまとめると、押出し方向に平行な常温引張負荷を加えていくと粗大な結晶粒から堆積転位による応力集中が生じ、 $\{10\bar{1}2\}$ 双晶に必要な臨界分解せん断応力に

達する。そして、材料全体が降伏すると考えられる。

引張負荷より低い応力で降伏した圧縮方向およびねじり方向における降伏のメカニズムについて考察する。Fig.5-1(b)に常温で圧縮負荷を与えて降伏点以上のひずみを与えた材料の結晶粒組織, Fig.5-1(c)に常温でねじり負荷を与えて降伏点以上のひずみを与えた材料の結晶粒組織を示す。Fig.5-1(b)は Fig.5-1(a)と同様に紙面横方向と軸力方向が一致しており, Fig.5-1(c)は紙面斜め方向とせん断方向が一致している。圧縮負荷およびねじり負荷を加えた材料においていずれの負荷においても引張負荷を加えた材料と同様に結晶粒組織の微細化はしておらず, 負荷方向に対する結晶粒形状の伸展を有意に認めることはできなかった。しかし, 圧縮負荷, ねじり負荷を加えた材料ともにしま模様の変形痕跡は引張負荷によって降伏点以上のひずみを与えた材料よりもはるかに多く確認され, 引張負荷を与えた材料では確認されなかった $20\mu\text{m}$ 程度の結晶粒からも変形痕跡が認められた。押し出し方向と c 軸が垂直に配向しているマグネシウム合金において押し出し方向に圧縮負荷がかかった場合, $\{10\bar{1}2\}$ 面を軸とし結晶の上半分が回転する $\{10\bar{1}2\}$ 双晶が生じると報告されている(Fig.5-2)^{(3),(22)}。マグネシウム合金の常温での $\{10\bar{1}2\}$ 双晶は非底面すべりと比較して低い応力値で生じる。また, 押し出しにより作製されたパイプ材においても最密六方構造の c 軸が押し出し方向と垂直に向く押し出し材と同様の配向ならば, $\{10\bar{1}2\}$ 双晶は引張負荷よりも圧縮負荷およびねじり負荷の方が生じやすいと考えられる。したがって, $\{10\bar{1}2\}$ 双晶が生じやすい圧縮およびねじり負荷は引張負荷よりも低い値で降伏したと推測される。

以上から, 本研究で用いた AZ31 マグネシウム合金押し出しパイプ材は引張負荷による降伏点よりも圧縮やせん断の降伏点が低いという, 等方材料における von Mises の降伏曲面とは大きく異なった降伏曲面を有すると推測される。また, 押し出しによって作製された AZ31 マグネシウム合金は双晶変形が塑性変形を誘起させるために重要なメカニズムであると考えられる。

5-2. 熱塑性変形前後での力学特性の変化

4-1 節から、焼きなまし処理の有無にかかわらず、パイプ形状の試験片に中心軸方向の引張負荷による熱塑性変形を加えると、動的再結晶による結晶粒の微細化が生じ、熱塑性変形前と比較して平均結晶粒面積が 1/3 程度に縮小する。また、Fig.4-1-5 より、粒成長による結晶粒の粗大化が確認された焼きなまし処理後の材料に引張による熱塑性変形を施した材料の平均結晶粒面積は、焼きなまし処理をしていない材料の平均結晶粒面積と同等であった。

これらの材料を用いて各種単純負荷試験を行った結果、4-2 節より、熱塑性変形後の材料の方が熱塑性変形前の材料よりも高い降伏応力を示した。焼きなまし処理を施した材料においても同様の傾向が得られた。常温での各種単純負荷試験結果および結晶粒組織観察結果から、結晶粒が微細になった熱塑性変形後の材料の降伏応力は熱塑性変形前の材料の降伏応力よりも上昇する傾向が認められた。弾性係数にはいずれも有意な差がなかったため、酸化や金属間化合物の生成といった材料変質はないと考えられる。このことから、熱塑性変形前後の材料で降伏応力が変化したのは結晶粒の大きさが影響したと考えられる。

AZ31 マグネシウム合金における常温での塑性変形は主に双晶変形およびすべり変形である⁽¹⁵⁾。最密六方構造を有するマグネシウム合金の常温付近でのすべり面は底面である。底面すべりについては、底面上の 3 方向がすべり方向であるので、すべり系の数としては 3 つに限られていることになる。また、本研究で用いたマグネシウム合金は方位の異なる結晶粒の集合である多結晶材料であり、外力による負荷方向とすべり方向は必ずしもそろっておらず、負荷によって材料内部に生じた底面のすべり方向の応力成分は小さくなる。つまり、マグネシウム合金は底面すべりによる塑性変形を開始させる負荷が大きくなるため、面心立方構造や体心立方構造の材料に比べ、すべり変形しにくい材料である。マグネシウム合金においてすべり以外の永久ひずみを生じさせる変形として変形双晶があり、生じた応力のうち、ある結晶粒の双晶方向に作用する成分が双晶の CRSS を超えるとその粒は変形双晶を生じる。5-1 節でも述べたように、マグネシウム合金の $\{10\bar{1}2\}$ 双晶の CRSS は比較的低い。そのため、マグネシウム合金は比較的小さな負荷ですべり変形よりも変形双晶による降伏を示す。

粒界は方位の異なる結晶粒の間の境界である。一つの結晶粒のすべり方向にその CRSS に相当する応力が作用したとしても、隣り合う結晶粒の配向が異なるならば、隣接する結晶粒のすべり方向の CRSS に達していないとき、隣接する結晶粒はすべりを生じず、CRSS に達する応力が作用している結晶粒の大きな変形を許容できないので、総体としてすべり変形が抑制される。少なくとも全ての隣接する結晶粒のすべり方向の CRSS に相当する応力が作用しない限り、総体として降伏は生じない。つまり、粒界にてすべり変形が妨げられる。双晶変形においても界面の整合性を保つために粒界で変形が抑制される。また、粒界をまたいで塑性変形は不可能である。以上から、粒界は粒

内の転位の運動および双晶による変形の障害になると考えられる。4-1 節から確認できるように熱塑性変形を施した材料の結晶粒は微細化していた。よって、熱塑性変形後の材料は結晶粒の境界が増え、熱塑性変形前の材料と比較して粒界が増加している。常温では塑性変形しにくい材料であるマグネシウム合金において粒界の増加はさらに塑性変形を抑制する。そのため、熱塑性変形後の材料は塑性変形に要する抵抗が大きくなり、降伏応力が高くなったと考えられる。

また、4-3 節より、本研究で施した引張負荷による熱塑性変形では熱塑性変形前後で降伏曲面の形状に差が現れなかったことから、結晶粒の配列は底面が押出し方向に平行に配列している熱塑性変形前の結晶粒の配列と変化がなかったと考えられる。降伏曲面は焼きなまし処理後の材料が最も小さく、焼きなまし処理をしていない材料に熱塑性変形を施した試験片が最も大きくなった。したがって、熱塑性変形による結晶粒の微細化は結晶の優先方位が変わらなかった場合、マグネシウム合金において降伏応力を向上させるために有効な手段であると考えられる。

5-3. AZ31 マグネシウム合金の常温における粒径依存性

粒内すべりを塑性変形メカニズムにもつ材料の降伏応力はホール・ペッチの式が成立することが知られている⁽¹⁸⁾。5-1 節で示したように、AZ31 マグネシウム合金押しパイプ材は双晶変形によって塑性変形を開始すると考えられる。双晶が降伏を左右している本材料においても常温での各種単純負荷試験の結果より得られた降伏応力は、平均結晶粒径の平方根の逆数の増分に対して、ほぼ線形的に増加した。したがって、双晶変形により塑性変形が開始する本材料においても界面の整合性を保つために粒界で変形が抑制されることから、結晶粒が微細になった材料ほど降伏応力が上昇し、ホール・ペッチの関係に類似した相関が得られたと考えられる。

4-4 節より、いずれの負荷方向についても結晶粒が微細になるにつれて降伏応力が上昇した。また、ホール・ペッチの関係における単結晶の降伏応力を示す σ_0 および $d^{1/2}$ の増加量に対する降伏応力の増加量をあらわす k_y が負荷方向に対して異なっていた。いずれの負荷方向においても結晶粒の微細化は塑性変形の障害となる粒界を増加させるため、変形抵抗が大きくなり、降伏応力を上昇させると考えられる。ただし、降伏応力が増加する程度はそれぞれの負荷方向によって異なることから、押しにより作製された AZ31 マグネシウム合金の降伏応力に関して平均結晶粒径 d への依存性は負荷方向によって異なると推測される。

押しにより作製された材料において、押し方向に平行な引張負荷は CRSS が比較的低い底面すべりおよび $\{10\bar{1}2\}$ 双晶が生じにくい結晶配向になっている。一方、圧縮およびねじり方向では、底面すべりは生じにくいものの引張方向よりもはるかに $\{10\bar{1}2\}$ 双晶が生じやすい。また、5-1 節で述べたように、引張負荷において確認される変形双晶は比較的粗大な 60~100 μm の粒のみであり、20 μm ほどの結晶粒からは確認されなかった。一方、圧縮およびねじり負荷では 20 μm ほどの結晶粒にも変形双晶が確認された。つまり、結晶粒組織が全体的に微細になった場合、引張方向では圧縮およびねじり方向よりも $\{10\bar{1}2\}$ 双晶がさらに生じにくくなると考えられる。以上から、負荷方向によって降伏応力に対する結晶粒径の影響が異なると推測される。負荷方向によって σ_0 および k_y が異なることから、AZ31 マグネシウム合金は結晶方位による降伏応力の依存性が強い材料であると示唆される。そのため、AZ31 マグネシウム合金において粒径依存性を評価する際には結晶配向を考慮することが重要であると考えられる。

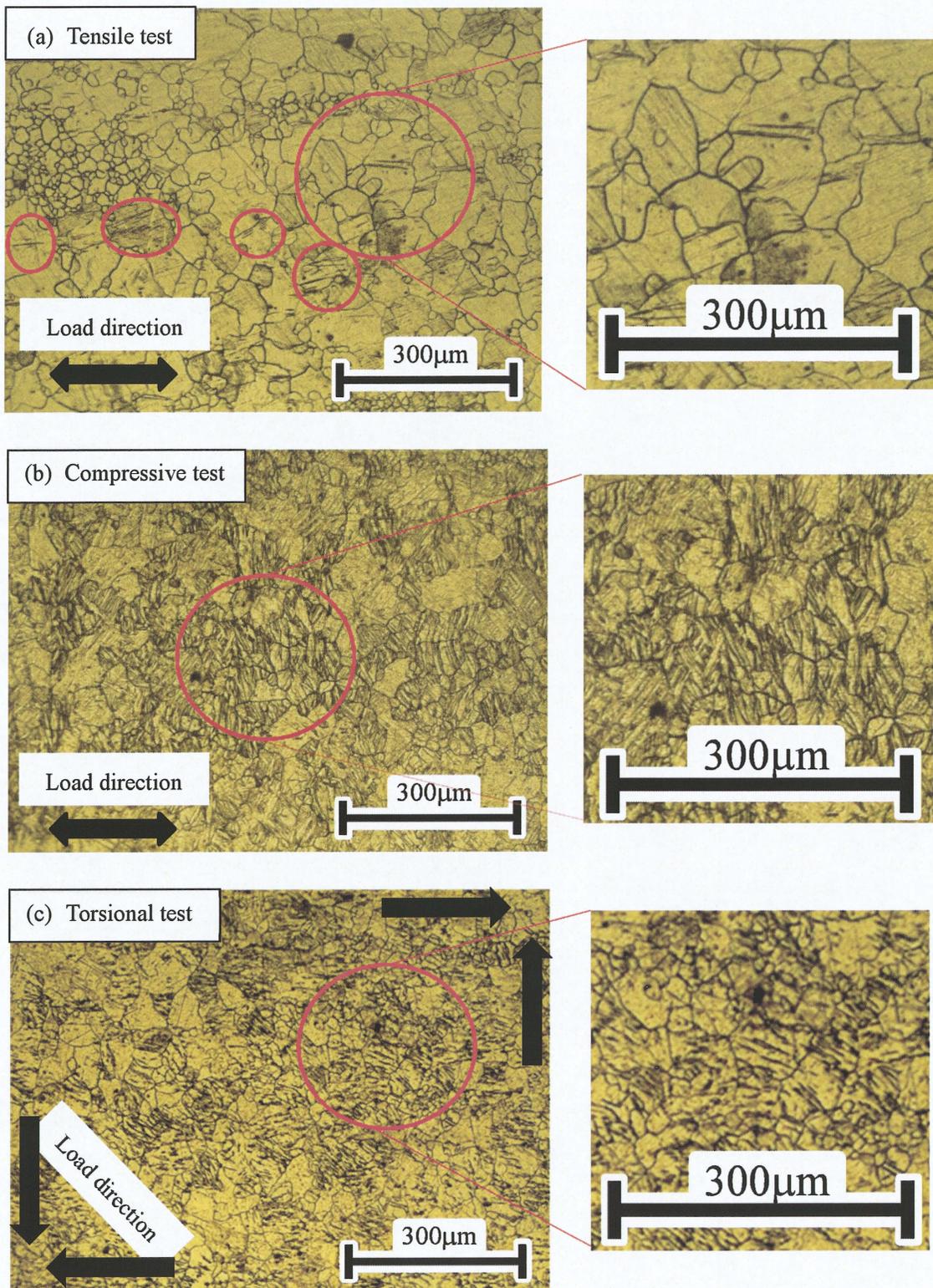


Fig. 5-1 Microscopic structures of AZ31 magnesium alloy after yielding;
(a) tensile test, (b) compressive test, (c) torsion test.

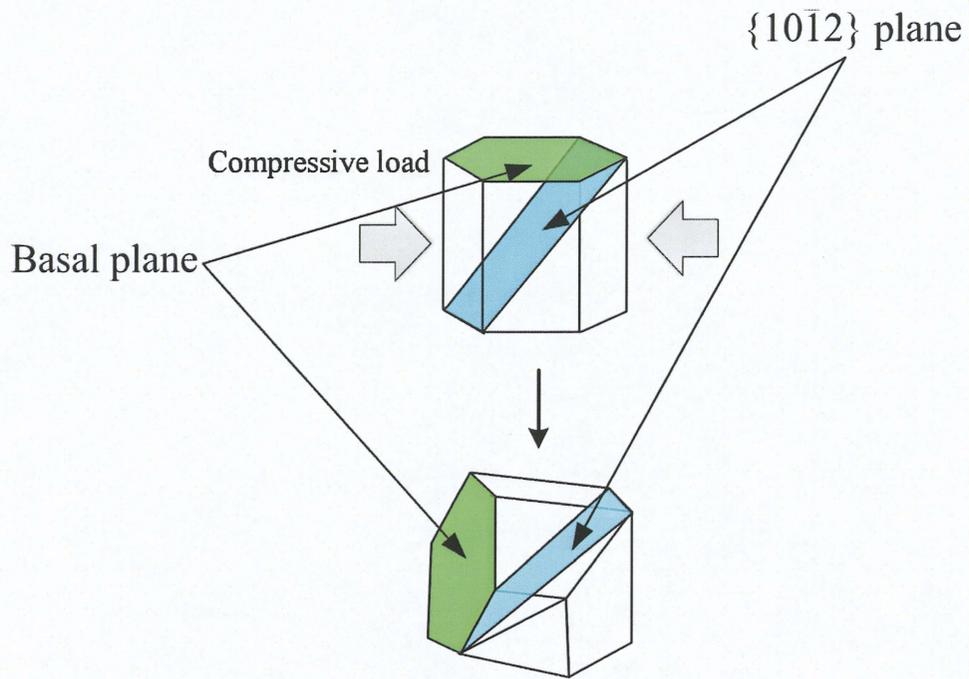


Fig.5-2 The generating process of $\{10\bar{1}2\}$ twinning.

第5章 結 言

本研究では、構造用材料としての応用が期待されているマグネシウム合金について、熱塑性変形が常温での力学特性に及ぼす影響を解明することを目的とした。そこで、AZ31 マグネシウム合金の押し出しパイプ材に対し、熱塑性変形を加えた材料と焼きなまし処理を施した後に熱塑性変形を加えた材料を試験片として用い、常温で各種単純負荷試験および顕微鏡組織観察から、マグネシウム合金における熱塑性変形後の降伏曲面および結晶粒組織との相関を調査した。

1. AZ31 マグネシウム合金押し出しパイプ材の常温における降伏曲面は、von Mises の降伏曲面と大きく異なり、引張と圧縮の軸方向に非対称の形態をもつとともにせん断成分が低く現れる。また、マグネシウム合金は常温では双晶変形が塑性変形の重要なメカニズムであると示唆される。
2. いずれの負荷方向においても熱塑性変形後の AZ31 マグネシウム合金押し出しパイプ材の降伏応力は熱塑性変形前の AZ31 マグネシウム合金押し出しパイプ材の降伏応力よりも上昇した。したがって、熱塑性変形の際に、結晶粒の配列が変化しなかった場合、動的再結晶による結晶粒の微細化は降伏曲面を大きくすると考えられる。
3. 常温での各種単純負荷試験の結果より得られた降伏応力は、平均結晶粒径の平方根の逆数の増分に対して、ほぼ線形的に増加した。すなわち、常温での塑性変形機構が双晶変形であるマグネシウム合金においてもホール・ペッチの関係に類似した相関があると示唆される。
4. 押し出しパイプ形状を有するマグネシウム合金は引張方向において降伏応力に対する結晶粒組織の影響が強く現れ、圧縮およびねじり方向において降伏応力に対する結晶粒組織の影響は引張方向よりも小さいことが示された。よって、本材料では負荷方向によって降伏応力に対する結晶粒径の影響が異なることが示唆される。

以上の結果から AZ31 マグネシウム合金押し出しパイプ材について、熱塑性変形が常温の力学特性に及ぼす影響を確認することができたと考える。このことは、AZ31 マグネシウム合金の超塑性変形による加工製品を設計する上で、降伏応力に対する結晶粒径の影響、結晶粒の優先方位および負荷方向について考慮しなくてはならないことを示す。これらはマグネシウム合金を産業応用するための一助になる重要な結果である。

参考文献

- (1) Kojima. Y., and Ito. T., *Manufacturing technologies applications of magnesium alloys*, pp.11-25(2001) CMC Publishing.
- (2) Survey Report on Forming Process of Magnesium Alloys, Yoichi KANAMORI Makoto KAWAI
- (3) Yoshikawa, T., Tokuda, M. and Inaba, T., et al, Plastic Deformation of AZ31 Magnesium Alloy under Various Temperature Conditions, *Journal of The Society of Materials Science Japan*, vol.57, No.7(2008), pp688-695
- (4) マグネシウム加工技術 日本塑性加工学会 編 コロナ社 pp139
- (5) Hiroki WATANABE , Toshiji MUKAI and Kenji HIGASHI, Research on superplasticity in magnesium ,*Journal of Japan Institute of Light Metals*, Vol51, No.10(2001),pp503-508
- (6) Hiroyuki WATANABE, Toshiji MIKAI , Koichi ISHIKAWA, Yoshihira OKADA, Masahide KOHZU and HIGASHI, Superplastic characteristics in an extruded AZ31 magnesium alloy, *Journal of Japan Institute of Light Metals*, Vol49, No.8(1999),pp401-404
- (7) Juniti KANEKO and Makoto SUGAMATA, Mechanical properties and formability of magnesium alloy sheets, *Journal of Japan Institutc of Light Mctal*, Vol. 54, No.11(2004),pp.484-492
- (8) S. H. Kang, Y. S. Lee, J. H. Lee, Effect of grain refinement of magnesium alloy AZ31 by severe plastic deformation on material characteristics, *JOURNAL OF MATERIALS PROCESSING TECHNOLOGY* 201 (2008)436-440
- (9) Aoyagi, N., Anistropy and strain rate dependence of tensile properties on AZ31 magnesium alloy sheets at high temperature, *Proceedings of Nagaoka National College of Technology*, vol44, No.1(2008)pp32-38,
- (10) 根本 茂 著 “初歩から学ぶマグネシウム” 工業調査会 pp66-75
- (11) マグネシウム技術便覧 日本マグネシウム協会編 カロス出版 pp64-65
- (12) 参考文献(4) pp21-25
- (13) 長田修次, 柳本潤, 基礎からわかる塑性加工
- (14) (14)Y.C ファン, 訳大橋義夫, 連続体の入門力学, 培風館, pp61-67, 1974.
- (15) 平修二, 現代 材料力学, オーム社, pp153-156, 1970
- (16) 日本機械学会, 機械工学便覧 A4 材料力学(新版), pp11-15, 1984.
- (17) Yasumasa CHINO and Mamoru MABUCHI, Plastic-forming process for magnesium, alloys, *Journal of Japan Institute of Light Metals*, Vol 51, No.10 (2001) ,pp.498-502
- (18) 渋谷陽二 著 “塑性の物理” 森北出版 pp139-141
- (19) 参考文献(1) pp-61-62

- (20) M. A. Azeem , A . Tewari , S . Mishra , S . Gollapubi , U . Ramamurty , Development of novel grain morphology during hot extrusion of magnesium AZ21 alloy, *Acta Materialia* 58(2010) 1495-1502
- (21) Satoshi AKAGI , Yoshito NISHIMURA and Nagato ONO, Formation of Twin and Hall-Petch Relation in Compressive Deformation of Pure Magnesium, *The society of Material Scinence, Japan*, 705
- (22) Junichi KOIKE and Takeo MIYAMURA, Microscopic mechanisms of plastic deformation in polycrystalline magnesium alloys, *Journal of Japan Institute of Light Metals*, Vol54, No.11(2004), pp460-464

謝 辞

本研究を遂行するにあたり、終始直接御指導いただきました稲葉忠司教授および吉川高正助教に深く感謝いたします。また、側面から数多くの助言をいただきました、中村昇二技官に深く感謝いたします。さらに、本論文を製作するにあたりご協力いただいた生体システム工学研究室の M2, M1 ならびに学部 4 年生の皆様に深く御礼申し上げます。実験を遂行するにあたり協力していただいた金属チームの皆様に心から感謝いたします。特に、同じマグネシウムに関して研究をしていた M2 伊藤君にはいつも私より切羽が詰まった状態で研究を行ってくれたことから私の精神的支えになってくれました。また、同じ部屋でともに徹夜した大井君、頭が良い成澤君、英語を流暢にこなす犬飼君、みやっちこと宮地君、やずっちこと矢頭君、様々なところでお世話になった幸田君、いつも私をかまってくれた前田君、高笑いの鎌田君、4 年生らしからぬあつかましさの星野君、金属チーム 4 年の岡久君、水谷君、橋本さん、藤原君、みんなありがとうございました。感謝の言葉しかありません。

この研究室で過ごした 3 年間は一生忘れません!!

ありがとうございました！！

平成 24 年 3 月吉日

横尾 優哉