

# マグネシウム合金の機械的性質に及ぼす低温加工熱処理の影響

岩瀨 義孝 小林 勲

## Effect of Low Temperature Thermo-mechanical Heat Treatment on Mechanical Properties of Magnesium Alloy

Yoshitaka IWABUCHI Isao KOBAYASHI

**Abstract** The study was carried out on the effect of low temperature thermo-mechanical heat treatment on the mechanical properties of a magnesium alloy in comparison of aluminum alloys. Aluminum alloys possess the superior homogeneous ductility, since its crystal structure is FCC. Magnesium alloys offer the heterogeneity due to HCP structure. Therefore the difference in the performance between aluminum alloys and magnesium alloys was expected. Magnesium alloys have so low ductility that extra low temperature working could not be applied, however, the good combination of strength and ductility was obtained by using low temperature thermo-mechanical heat treatment.

**Keywords:** Magnesium Alloy, Thermo-mechanical Heat Treatment, Mechanical Properties, Ageing

### 1. はじめに

合金素材を室温以下の低温または極低温で加工し、多量の歪みエネルギーを蓄積することによって、その後の時効処理で微細均一な分散析出相が生成することが報告<sup>(1)-(6)</sup>されている。

しかしながら、このような低温加工熱処理は Ni 系合金で行われた研究<sup>(2),(6)</sup>が多く、Al や Mg といった軽金属材料を用いた報告<sup>(7),(8)</sup>はほとんどみられない。

そこで本研究では、FCC 結晶構造を有し、塑性変形が容易なアルミニウム合金との比較で、HCP 構造のため異方性を有し、塑性加工が難しいとされている AZ61 マグネシウムを用いて、展伸用マグネシウム合金の機械的性質に及ぼす低温加工熱処理の影響について検討した。

### 2. 実験方法

供試材には代表的な展伸用マグネシウム合金である AZ61 の市販丸棒を用いた。また、比較材であるアルミニウム合金には、時効硬化性能を有する Al-Zn-Mg-Cu 系 7075 アルミニウム合金丸棒(18 mm 径)を用いた。供試材の化学成分を Table 1 に示す。

Table 1 Chemical composition of materials (mass %)

Material	Si	Cu	Mn	Zn	Al	Mg
AZ61	0.02	0.002	0.26	0.61	6.56	bal
7075	0.30	1.68	0.08	6.10	bal	2.70

加工熱処理に関して、①溶体化処理加熱時間の影響は、703K×6, 12, 24h W. Q., ②圧延加工の影響については、5~15%圧延、③時効条件の影響は、433, 453, 473K×6~1800min, ④溶体化処理+圧延加工の影響は、703K

×6h, 12h, 24h→4, 8%圧延加工、⑤溶体化処理(圧延加工)+時効処理の影響については、703K×6h, 12h, 24h→8%圧延加工→433, 473K×1800min を施し試験した。また、これらの加工熱処理試験から得られた結果に基づいて、選定された加工熱処理条件を Fig.1 に示す。

熱処理後の各供試素材は 120 mm 長さで切断し、NC 旋盤を用いて平行部直径 10 mm, 標点間距離 50 mm の引張試験片を作製した。

硬さはビッカース硬さ試験機を用い 10 kg の荷重で行った。また、引張試験はインストロン型引張試験機により、 $6.7 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  の歪み速度で常温にて行った。

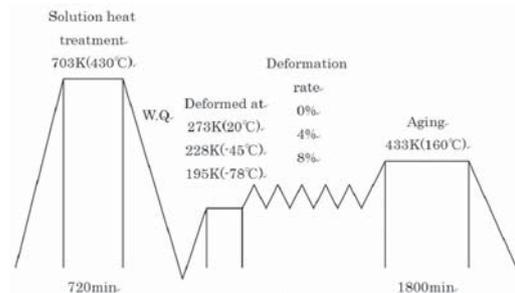


Fig.1 Heat treatment employed in this study.

### 3. 試験結果および考察

#### 3.1 素材の加工限界

AZ61 マグネシウム合金および 7075 アルミニウム合金の溶体化処理素材の応力-歪み曲線を Fig.2 および Fig.3 に示す。ここで、AZ61 の溶体化処理は 703K×43.2ks W. Q. で、7075 については 743K×1.8ks W. Q. を施した。

このように、AZ61 および 7075 合金のいずれも、流動応力は試験温度の低下とともに高くなり、降伏応力、最大引張応力ならびに加工硬化係数は大きくなる傾

\* 釧路高専機械工学科

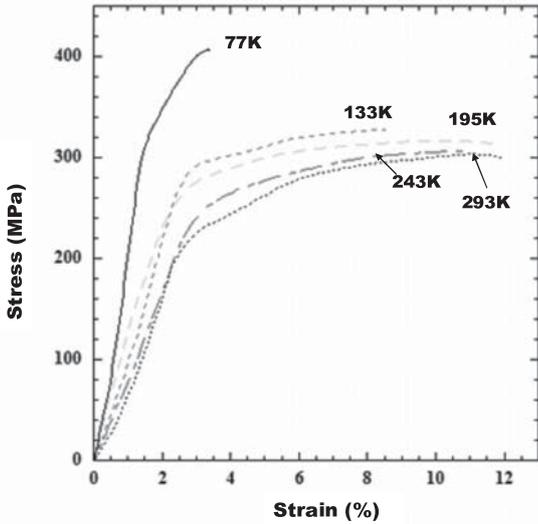


Fig.2 Stress-strain curves of AZ61 magnesium alloy as a function of testing temperature.

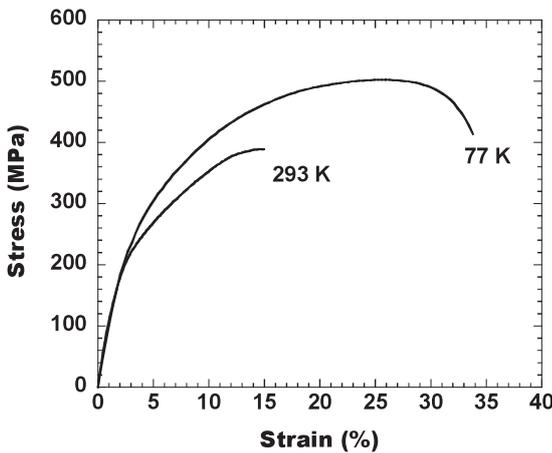


Fig.3 Stress-strain curves of 7075 aluminum alloy at 77K and 293K.

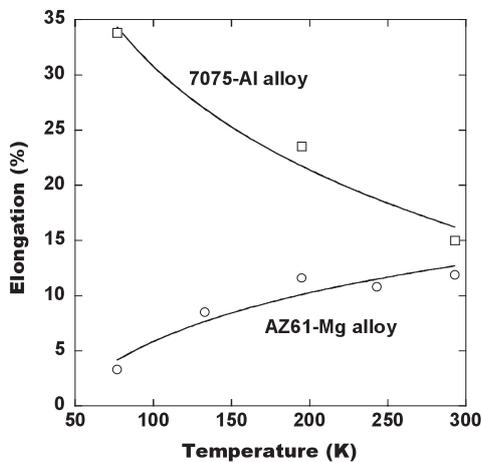


Fig.4 Variation of elongation of AZ61 and 7075 alloys with testing temperature.

向が認められる。弾性係数については、7075合金の場

合、それほど顕著な差は無いが、AZ61合金では低い試験温度ほど大きくなる傾向が明らかである。また、AZ61マグネシウム合金は7075アルミニウム合金に比べて、低いn値(加工硬化指数)となっている。

一方、破断までの歪み量は、AZ61マグネシウム合金では試験温度が低くなるほど小さくなるのに対して、7075合金の場合は低い試験温度ほど大きくなる傾向が明らかである。AZ61合金の試験温度と伸びの関係を7075合金との比較でFig.4に示す。このように、AZ61マグネシウム合金と7075アルミニウム合金では、伸びの試験温度依存性が逆になっていることがわかる。

加工硬化する金属材料において、変形に伴い平均転位密度が大きくなると、可動転位に対する障壁が増加し、その結果流動応力が増加することはよく知られており、(1)の実験式で表される。

$$\sigma_f = \sigma_0 + \alpha \mu b \sqrt{\rho} \quad \dots\dots(1)$$

ここで $\sigma_f$ 、 $\sigma_0$ ：流動応力、 $\alpha$ ：材料定数、 $b$ ：バーガースベクトル、 $\mu$ ：剛性率、 $\rho$ ：平均転位密度。

変形応力の温度依存性については、転位運動の熱的活性化過程としてとらえることができる。すなわち、アルミニウム合金では積層欠陥が比較的大きいため、転位運動の熱的活性化により交差すべりが起こり、セル組織を形成する。このとき、低温では熱的活性化が抑制され、セル径が小さくなる。

セル径が小さくなることは、低温ほど平均転位密度が大きいことを意味するが<sup>9)</sup>、本実験の結果からは、7075アルミニウム合金の場合、積層欠陥エネルギーがそれほど大きくなく、セル組織を形成しない場合は、転位密度への支配因子は歪み量のみと考えられる。

このように、積層欠陥エネルギーの高いアルミニウム合金では、双晶帯やせん断帯は観察されないが、HCP構造のマグネシウム合金では、転位の活動が困難であるため双晶変形しやすい。また、マグネシウム合金の転位は底面上をすべる傾向が強いため、再結晶温度(約500K)以下では塑性変形の異方性が強く延性に乏しく、HCP構造のため低温で延性の低下、すなわち延性-脆性遷移を示す。

加工硬化指数と伸びの関係は力学的に説明され、力学的不安定である、くびれが生じる条件は(2)式で表される。

$$d\sigma/\sigma = -dA/A = d\varepsilon \quad \dots\dots(2)$$

また、応力と塑性歪みとの近似的関係から、(3)式が得られる。

$$d\sigma/d\varepsilon = n\sigma_0\varepsilon^{n-1} = n\sigma/\varepsilon = \sigma \quad \dots\dots(3)$$

したがって、両式から均一歪み( $\varepsilon_u$ )と加工硬化指数(n)との間に(4)式が成り立つ。

$$\varepsilon_u = n \quad \dots\dots(4)$$

このことから、nの低いマグネシウム合金は伸びが小さく、アルミニウム合金では大きくなる。

### 3.2 時効硬化挙動

時効硬化挙動は硬さ試験によって行った。ここで、

マグネシウム合金は低強度であるため、硬さ試験において、圧子荷重の影響を受けやすいと考えられたので、荷重を0.5~20kgの範囲で変化させて行った。

Fig. 5に試験結果を示す。このように、圧子の負荷が10kg以下と小さくなると、硬さの変化が大きくなるのがわかる。したがって、本試験では、安定した硬さが得られるように、圧子荷重を10kgに設定して試験を行った。

溶体化処理(SLT)の加熱時間と硬さの関係を Fig.6 に示す。硬さに及ぼすSLT時間の影響は比較的小さいが、40ks以上では硬さの上昇が認められ、それ以上ではほとんど変化していない。これより、以後の試験では、SLT時間を43.2ks(720min)とした。

時効硬化曲線を Fig.7 に示す。これより、いずれの時効温度においても、時効時間が100ks以下の場合、硬さの変動が大きく、また硬さが低下する減少も認めら

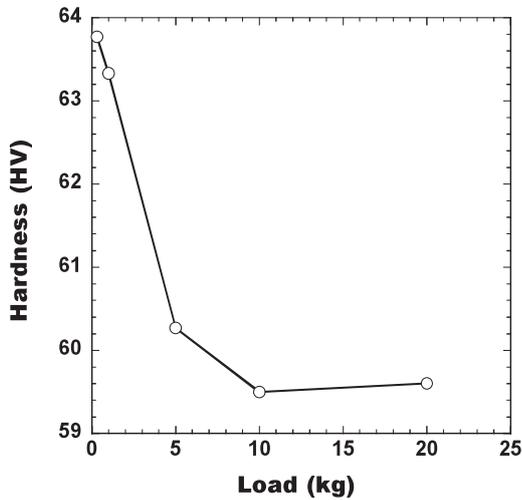


Fig.5 Effect of indenter load on the hardness.

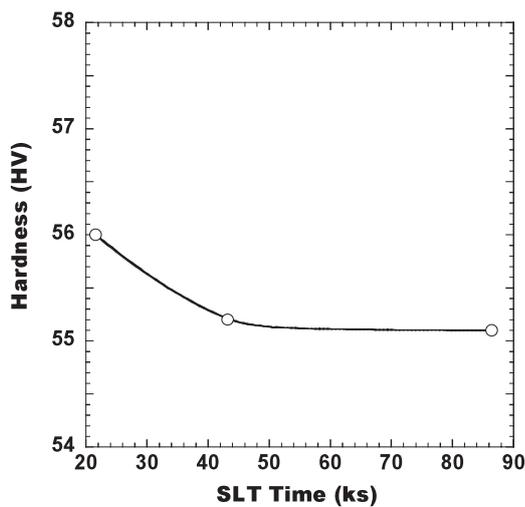


Fig.6 Effect of the soaking time of solution heat treatment on the hardness.

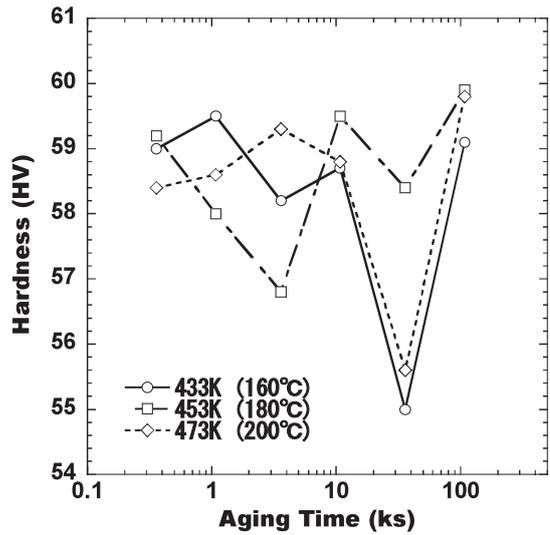


Fig.7 Ageing curve of AZ61 magnesium alloy as a function of ageing temperature.

れる。時効硬化挙動を示すのは、時効時間が100ksを超えてからであることから、引張試験片については時効条件を432K×108ks(1800min)にて行った。

### 3.3 低温加工熱処理の効果

加工歪み量と硬さの関係を Fig.8 に示す。このように、冷間加工後の硬さは加工歪み量により一義的に決定され、高くなるのがわかる。

引張り性質に及ぼす低温加工熱処理の影響について、引張強さ、降伏強さおよび伸びと加工歪み量との関係で、加工温度が195K、228K、293Kのそれぞれについて Fig.9~11 に示す。

このように、常温(293K)加工の場合、加工歪み量とともに強さは上昇し、伸びは低下する傾向を示すが、238Kと195Kの低温加工では、4%加工歪みで最も高い強さとなり、一方伸びについては、ほとんど低下が認

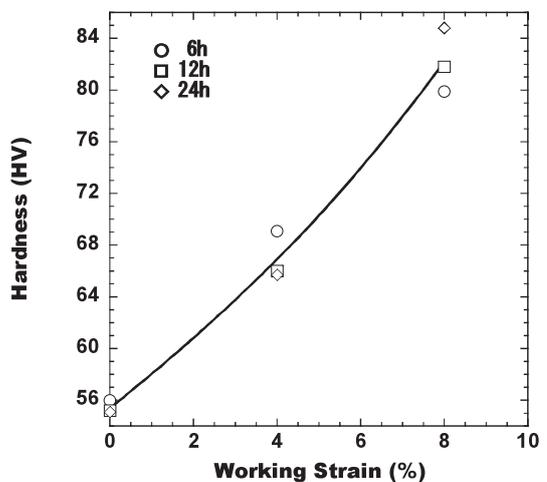


Fig.8 Relation between working strain and hardness as a function of SLT time from 21.6ks(6h) to 86.4ks(24h).

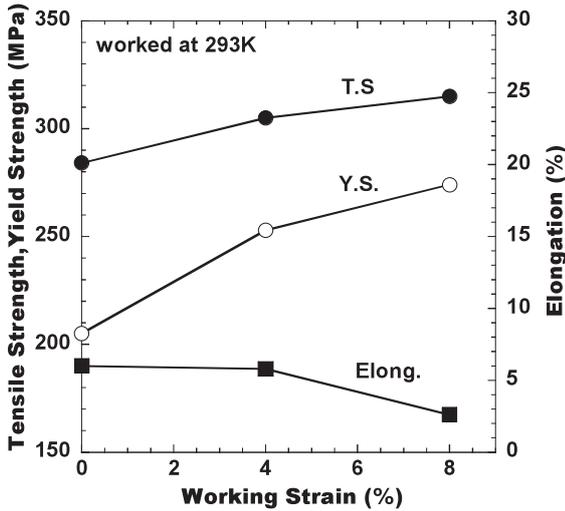


Fig.9 Relation between working strain and tensile properties of the specimens worked at 293K.

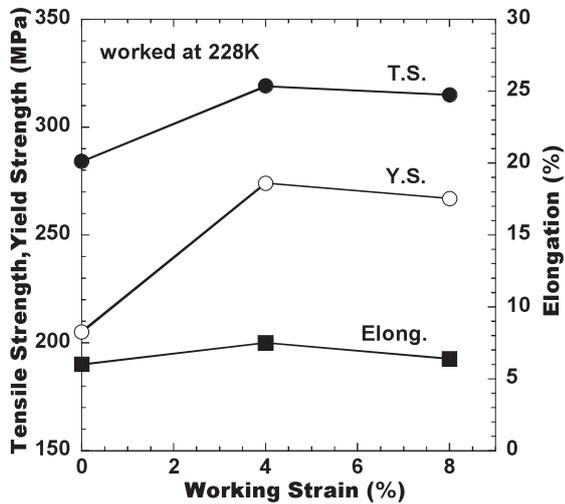


Fig.10 Relation between working strain and tensile properties of the specimens worked at 228K.

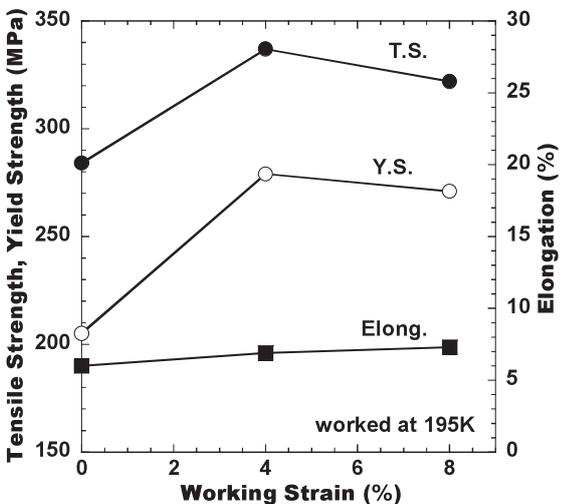


Fig.11 Relation between working strain and tensile properties of the specimens worked at 195K.

められない。また、比較的良好的な伸びを維持している

ことがわかる。

マグネシウム合金では、室温での塑性加工は難しいが、温間または熱間加工の場合、アルミニウム合金並の良好な加工性を有するとともに、動的再結晶が生じやすく、その結果、結晶粒微細化も比較的容易に達成できる。

AZ31合金のような、マグネシウム固溶体単相からなる合金の動的再結晶は、立方晶で生じる機構とは異なり、変形に伴うキンク帯の形成とそれによる結晶粒の分割という動的な連続再結晶であり<sup>(10)</sup>、その後の焼なましにより回復を伴った粒成長のみが生じる静的な連続再結晶が生じ、集合組織そのものは変化しないといわれている<sup>(11)</sup>。

流動応力( $\sigma_f$ )と結晶粒径( $d$ )の関係は(5)式から求められる。

$$\sigma_f = \sigma_f + kd^{-1/2} \dots\dots (5)$$

ここで、材料定数 $k$ は粒界における転位のパイラップを表すもので、テイラー因子 $M$ と二次相関があり(6)式の関係がある。

$$K \propto M^2 \dots\dots (6)$$

マグネシウムの $M$ は6.5で、アルミニウムの3.06に比較して大きく、マグネシウムは結晶粒依存性が高いことが推測される。

時効処理によって機械的強さが増大するのは、析出相が何らかの機構によって、転位のすべり運動を妨害するからであり、その妨害効果は析出相の種類、大きさ、分布などの析出状態によって異なってくる。転位と析出粒子の相互作用は大別して2通りあり、G.P.ゾーンのように粒子自体の強さがさほど大きくない場合は、粒子は母金属とともに変形し、転位は粒子を変形して通過する。一方、硬い変形し難い粒子の場合は、転位はOrowanの機構か交差すべりの機構で粒子をよけて通り、粒子の周りには転位ループが残される。

このような二つの型の相互作用は、降伏強さのみならず加工硬化にもはっきりした相違をもたらし、変形しやすい析出粒子を含む合金の応力-歪み曲線は、母金属のものとだいたい似ていて、析出相によって降伏強さは高められるが、加工硬化に関係のある転位間の相互作用はあまり変わらない。一方、硬い非変形粒子を含む合金の応力-歪み曲線は、変形のはじめに著しい加工硬化を示す。

7075アルミニウム合金の場合、最終時効処理では、非変形の金属間化合物である $\eta$ 析出物が生成していると考えられる。したがって、降伏応力はいずれにしても、Orowan機構で転位が通り抜ける応力で、粒子間距離に依存する。また、加工硬化については、Fisher-Hart-Pryの理論<sup>(12)</sup>から、加工初期における硬化量、すなわち転位源に及ぼす逆応力 $\tau_b$ は(7)式で表される。

$$\tau_b = 3\mu f^{3/2}Nb/r \dots\dots (7)$$

このように、加工硬化は析出粒子径 $r$ と、その体積率

f に依存する。ここで、N は転位ループ数、b はバーガーベクトルである。Fisher-Hart-Pry の理論の考えに従うと、はじめのうちは変形が進むにつれ転位ループの数が増すから加工硬化が著しく、粒子が変形するようになると集積転位ループによる硬化量は一定となって、加工硬化量は一定となるから、母金属と同じ程度になる。

また、変形量が大きくなると、粒子近傍から二次すべりが生じると考えられ、二次的な転位とすべり転位との相互作用から、Ashby の理論<sup>(13)</sup>では歪み  $\epsilon$  における加工硬化量  $\tau - \tau_0$  は(8)式で表される。

$$\tau - \tau_0 = (0.24 - 0.33) \mu (bf \epsilon / r)^{1/2} \dots \dots (8)$$

これより、変形量が大きくなると加工硬化量が小さくなることが理解され、本実験の結果で、加工率の大きな試料の場合、加工硬化係数が小さくなる傾向が説明される。

時効硬化型合金の強化因子である中間相の析出は核生成機構で起こり、析出の駆動力となる自由エネルギー変化 ( $-\Delta G_p$ ) は(9)式で示される。

$$-\Delta G_p = -\Delta G_{chem} + \Delta G_{surface} + \Delta G_{strain} \dots \dots (9)$$

一般に、合金組織中に存在する転位、積層欠陥、結晶粒界などは  $\Delta G_{surface}$  や  $\Delta G_{strain}$  のいずれか、または両者を低下するので、これらは優先的核生成場所を提供する。溶体化処理だけでは、これらの格子欠陥密度は小さく分散も不均一であるから、析出物の分散は不均一で粗大化しやすい。

加工熱処理により強化を図るには、安定な転位下部構造と析出粒子の均一微細分散が必要である。溶体化処理後に加工すると、加工により導入された転位が中間相の析出場所を提供するため、加工のない場合に比較して中間相の析出数が多くなる。しかしながら、アルミニウム合金は他の金属に比べて積層欠陥エネルギーが大きいので交差すべりを生じやすく、転位が消滅しやすい。

アルミニウムを多量に含有する AZ61 合金を、200°C 以下の温度で多軸鍛造すると、加工中に 100nm 程度の  $Mg_{17}Al_{12}$  相 ( $\beta$ ) が同時に動的析出し<sup>(14), (15)</sup>、それらのピン止め効果により再結晶粒の粗大化が顕著に抑制され、サブミクロンオーダーまでの結晶粒微細化が達成できる。その結果、高い降伏強さと伸びを示し、6061 実用アルミニウム合金よりも優れた特性が得られる。このような高強度化は、主に動的析出した球状の  $\beta$  相と結晶粒微細化の相乗効果によるものである。

本研究では、常温以下の低温引張加工と時効処理を組み合わせ、結晶粒の微細化と析出物の均一微細分散を図り、強さ上昇と延性向上をねらったが、時効後の強度低下が大きく、加工熱処理による強さ上昇が十分達成されたとはいえない。

#### 4. まとめ

アルミニウム合金との比較で、展伸用 AZ61 マグネシウム合金の機械的性質に及ぼす低温加工熱処理の

影響について試験を行い、以下の結果が得られた。

- (1) マグネシウム合金は延性に乏しく、また延性-脆性を示すことから、低温加工限界温度は 195K である。
- (2) 加工なしの場合は時効時間とともに硬さは上昇するが、低温加工を行うと 100ks 以後の時効で硬さが上昇する。
- (3) 低温加工・熱処理の場合、加工温度が低温であるほど強さと伸びのバランスが良い。

#### 参考文献

- (1) 浅尾宏, 小林勝: 塑性と加工, 26(1985)299, p. 1181
- (2) 馬越佑吉, 山口正治: 鉄と鋼, 79(1993)5, p. 611
- (3) 小林 勝: ふえらむ, 4(1999), p. 149
- (4) M. Conserva, M. Buratti, E. Dirusso and F. Gatto: Materials Science and Engineering, 11(1973), p. 103
- (5) 宇野照生, 馬場義男: 軽金属, 26(1976), p. 347
- (6) Z. Steininger: Drahtwelt, 3(1987), 37
- (7) 金子純一: 軽金属, 27(1977), p. 49
- (8) 吉井光明, 能口美智代, 佐治重興: 軽金属, 49(1999), p. 209
- (9) 浅尾宏, 小林勝: 塑性と加工, 26(1985), p. 1181
- (10) 楊統躍, 三浦博己, 酒井拓: 軽金属, 52(2002), p. 318
- (11) 楊統躍, 三浦博己, 酒井拓: 日本金属学会誌, 68(2004), p. 946
- (12) J. C. Fisher, E. Q. Hart and R. H. Pry: Acta Met., 1(1953), p. 1133
- (13) M. F. Ashby: Phil. Mag. 14(1966), p. 1157
- (14) Y. Yoshida, K. Arai, S. Itoh, S. Kamado and Y. Kojima: Sci. And Tech. Of Adv. Mater., 6(2005), p. 185
- (15) 里達雄, 軽金属, 60(2010), p. 202