

[研究論文] マグネシウム合金 AZ31 のねじり押出しによる  
結晶方位および機械的特性の変化

--分析電子顕微鏡システム利用研究成果, その XXII(4)--

竹内敏幸<sup>1</sup>・三井和博<sup>2</sup>・奥村秀人<sup>3</sup>・水沼晋<sup>3</sup>

1 博士前期課程機械工学専攻

2 基礎・教養教育センター 化学系列

3 工学部 機械工学科

Change of crystal orientation and mechanical properties of magnesium  
alloy AZ31 by torsion extrusion

--Research works accomplished by using Electron Microscope System : XXII(4)--

Toshiyuki TAKEUCHI<sup>1</sup>, Kazuhiro MITSUI<sup>2</sup>

Hidehito OKUMURA<sup>3</sup>, Susumu MIZUNUMA<sup>3</sup>

Abstract

Using a bar of 8 mm diameter of magnesium alloy AZ31, change of the crystal orientation by torsion extrusion was investigated by EBSD/FESEM analysis and mechanical properties of the torsion-extruded specimen were measured by compression test, in the case of a die of relatively low extrusion ratio 2.56, and the following results were obtained.

The torsion-extruded specimen tended to form a strong <0001> texture along the extrusion axis, especially in the center region of the cross section. In contrast, the conventional extrusion sample was composed of many grains having <0001> direction perpendicular to the extrusion axis. The torsion-extruded specimen had a low strength and a good compressive ductility at high temperature, and also a high strength of about twice of the as-received specimen at room temperature. This means that the torsion-extrusion has an ability of changing a metal to a high strength material having a good formability in the field of plastic working like forging.

Keywords: torsion extrusion, magnesium alloy, fine grain, crystal orientation, mechanical property

1. まえがき

材料加工分野において、10 数年前から、大ひずみ加工プロセスに関する研究が勢力的に行われている。これは、このプロセスにより得られる超微細結晶粒材料が非常に優れた強度特性と延性特性を有するからである。これらのプロセスには HPT (high pressure torsion)<sup>1)</sup>、ECAE (equal channel angular extrusion, ECAP)<sup>2)</sup>、ARB (accumulative roll bonding)<sup>3)</sup>、KOB0 プロセス (extrusion with cyclic torsion)<sup>4,5)</sup>、twist extrusion<sup>6)</sup>、ねじり押出し (torsion extrusion)<sup>7,8,9,10-16)</sup> などがある。ねじり押出しは、ダイスやコンテナを回転させながら押出し加工を行うもので

あり、押出しによる高静水圧効果とねじりによる形状不変性とにより、1 パス工程で非常に大きな変形を材料に加えることができる。したがって、この分野における実用化上の大きな課題である量産技術を達成できる可能性がある。

この方法は、昔、降伏条件におよぼすせん断応力の影響を調べる手段として用いられたことがある<sup>7)</sup>。また、ねじり変形を加えることにより押出し荷重を低減する効果があることが、ロシア、ポーランド、オーストラリアなどで報告されている<sup>7,8,9,10,11,15,16)</sup>。結晶粒微細化効果があることも指摘されているが、データはほとんど発表されていない。

筆者らは、これまで工業用純アルミニウム (A1050) と

マグネシウム合金 (AZ31, AZ61 および AZ91) を用いて、素材径の 3/8 倍のダイス穴直径を持つダイスによるねじり押し出し (押し出し比 7.11) を行い、1-2  $\mu\text{m}$  以下の微細粒が得られる条件を明らかにしてきた<sup>10,12,13)</sup>。また、マグネシウム合金の機械的性質に関しては、素材と比べると 0.2%耐力が 1.7-2.5 倍程度になるとともに、破断圧縮率が高温になると改善されること等を報告してきた。

今回は、ねじり押し出し材の鍛造などへの適用を考えて、押し出し比 2.56 の  $\phi 5$  ダイスを用いて、AZ31 ねじり押し出し材の圧縮試験特性を求め、通常押し出し材と比較した。

## 2. 実験方法

Fig.1 にねじり押し出し装置の模式図とダイス寸法 (円錐ダイス) を示した。ダイスを回転させながらプッシャーを進行させる。素材は、573 K で通常押し出したもの ( $\phi 89\text{mm} \rightarrow \phi 8\text{mm}$ ) を用いた。素材寸法は  $\phi 8\text{mm} \times 35\text{mm}$ 、押し込み速度は 0.2 mm/min 一定、ダイス回転速度は 0 rpm (通常押し出し)、および 15 rpm (ねじり押し出し)、加工温度は 443K である。15 rpm の場合、ねじり押し出し条件は 2 種類 ( $\alpha$ : 前押し 5mm,  $\beta$ : 前押し 10mm) に変化させた。潤滑剤は使用していない。通常押し出しでは潤滑を行った。加工後試験片横断面上の、A 部 (軸心)、B 部 (1/2 半径位置) および C 部 (外周部) の 3ヶ所について、EBSD/FE-SEM 観察を行った。機械的特性を調査するために圧縮試験を行った。試験片は  $\phi 5\text{mm} \times 7.5\text{mm}$ 、変形速度は 1 mm/min である。試験温度は室温、373K、473K および 573K である。圧縮率は 66%一定としたが、破断が生じた場合にはそこで試験を中断した。

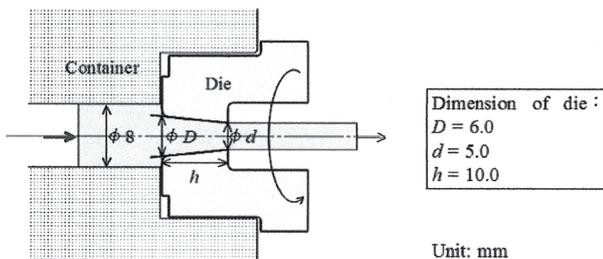


Fig.1 Torsion extrusion device and die dimension

## 3. 実験結果および考察

### 3.1 結晶組織およびピッカース硬さ

加工初期、ダイス回転開始前の試験片押し込み距離 (前押し長さ) がアプローチ長さ  $h$  に近いとダイス内面と材料外面の間で滑りは発生せず完全にねじれる (ねじり押し出し  $\beta$ )。この場合の断面平均相当ひずみは、 $\bar{\epsilon} = 365$ 、平均相当ひずみ速度は  $\dot{\bar{\epsilon}} = 1.28$  であることが分かっている。前押し量が  $h$  の半分以下であると滑りが生じる (ねじり押し出し  $\alpha$ )。これらのことはすでに報告済みである<sup>20,21)</sup>。

Fig.2 に EBSD により測定した IPF マップを示したが、Fig.2(d) のねじり押し出し  $\beta$  の場合、特に軸心位置 A の場合、

c 軸が材料軸に揃う  $\langle 0001 \rangle$  繊維組織となっているが、A  $\rightarrow$  B  $\rightarrow$  C と位置が移るにつれ、 $\langle 0001 \rangle$  軸が押し出し軸と直角方向に傾いてくる。Fig.2(a) の素材と Fig.2(b) の通常押し出し材では、 $\langle 0001 \rangle$  が材料軸と直交する典型的な通常押し出しの結晶組織となっている。通常押し出し材では、粒界近くに多数の微細結晶粒がみられるが、素材ではそれが見られないのは、素材の場合には押し出し温度が高いからである。Fig.2(c) のねじり押し出し  $\alpha$  は通常押し出しとねじり押し出し  $\beta$  の中間的な結晶組織となっている。すなわち、B 位置  $\rightarrow$  C 位置と  $\langle 0001 \rangle$  軸が押し出し軸と直角方向に傾いていく傾向は弱いながらもねじり押し出し  $\beta$  と同様であるが、軸心の C 位置は通常押し出しと類似している。これは、軸心位置ではせん断ひずみが小さいため  $\langle 0001 \rangle$  繊維組織が発達しなかったための考えられる。

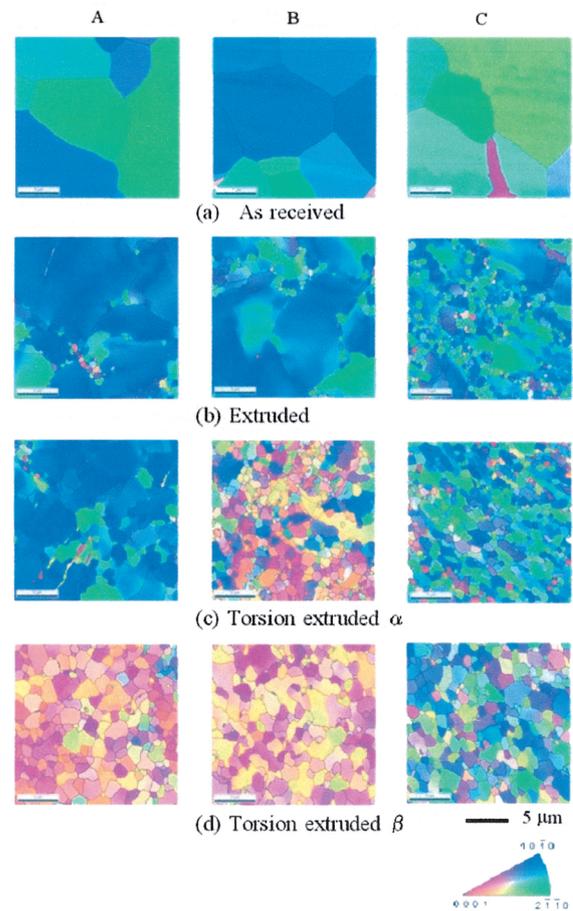


Fig. 2 IPF maps on the cross section of the specimen

平均結晶粒径  $d$  は、素材が 5-20  $\mu\text{m}$  程度、通常押し出し材、ねじり押し出し  $\alpha$  材、ねじり押し出し  $\beta$  材いずれも 1-3  $\mu\text{m}$  程度の範囲にあるが、見かけは、通常押し出し材が最も大きく、ねじり押し出し  $\beta$  材が最も小さい。これは、通常押し出し材は極端な混粒になっているのに対して、ねじり押し出し  $\beta$  材は結晶粒径が断面上均一な整粒組織になっているからである。すなわち、通常押し出し材は大きい結晶粒界に非常に小さな動的再結晶粒が多数分布しているため、断面内

の結晶粒径の算術的な平均値がたまたま整粒であるねじり押し出し材と同程度になったためである。

Fig.3 に横断面上のピッカース硬さ分布を示したが、平均的には素材が最も低く、通常押し出しが最も高い。ねじり押し出し材  $\alpha$  および  $\beta$  はそれらの中間の値である。通常押し出し材の硬さが高くなるのは、加工硬化のためである。ねじり押し出し材はそれよりもはるかにひずみが大きいにも関わらず硬さがそれよりも低いのは、加工発熱により回復・再結晶が促進されたためであると考えられる。

Fig.4 に、加工条件毎に、横断面内各位置で測定したピッカース硬さ  $Hv$  (各位置での3点平均) と結晶粒径  $d$  の  $-1/2$  乗の間の相関を示したが、平均的にはホール・ペッチ関係が成立している。しかし、細かくみると、通常押し出しとねじり押し出し  $\alpha$ 、 $\beta$  とは同じ程度の結晶粒径であるにも関わらずピッカース硬さに違いがある。これは、すでに述べたようにねじり押し出し  $\alpha$ 、 $\beta$  はいずれも加工発熱による回復・再結晶が生じているためと考えられる。

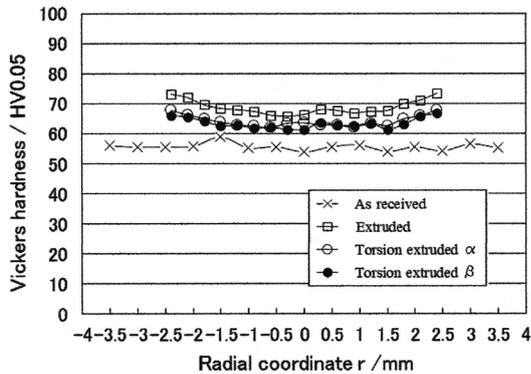


Fig.3 Vickers hardness distribution on the cross section of the specimen.

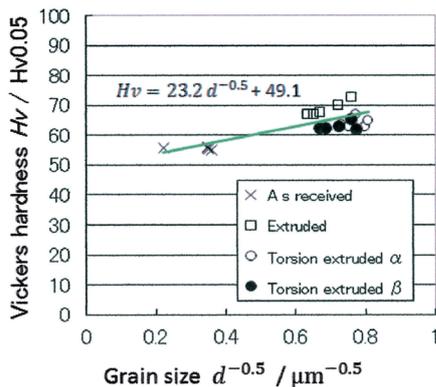
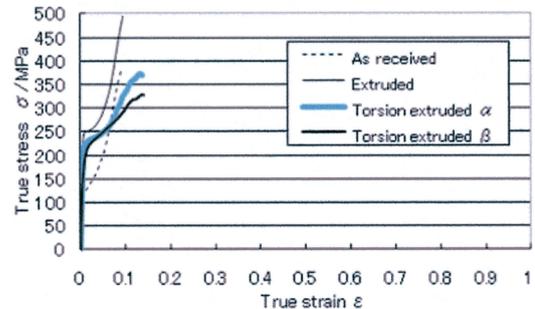


Fig.4 Relationship between Vickers hardness and grain size

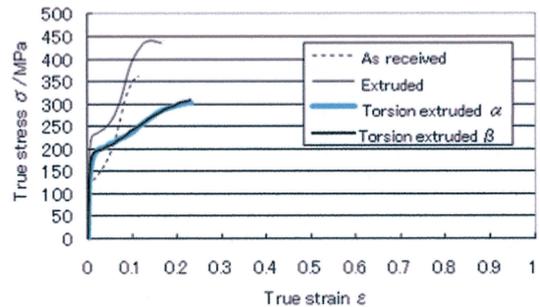
### 3.2 圧縮試験結果

Fig.5(a),(b),(c)に圧縮試験時の真応力-真ひずみ曲線を、Fig.6に各温度における0.2%耐力を示した。室温の場合、0.2%耐力は素材が最も低く、通常押し出しが最も高い、また、ねじり押し出し材  $\alpha$  (薄い太線)、 $\beta$  (濃い太線) はこ

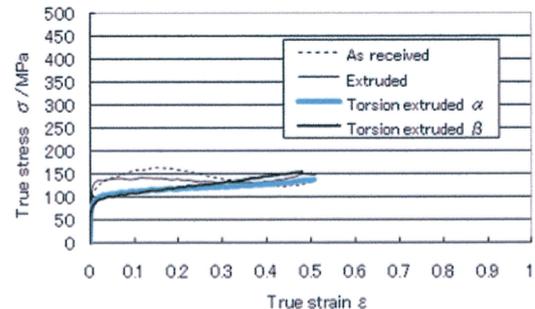
れらの中間である。素材の0.2%耐力が最も低い理由として、観察はしていないが、結晶粒径以外に引張双晶(圧縮応力下で軸比の小さい六方晶金属で結晶粒径が大きい場合に発生するとされる双晶)の発生もあると考えられる<sup>22)</sup>。通常押し出し材が最も高いのは、加工硬化の影響が大きいと考えられる。これらの強度特性に関する傾向はピッカース硬さの傾向と一致している。圧縮延性に関しては、ねじり押し出し材  $\alpha$ 、 $\beta$  が最も大きく、通常押し出しと素材はともにかなり低くなっていることが真応力-真ひずみ曲線からわかる。これは、ねじり押し出し材の結晶粒は回復した微細結晶粒であることに起因しているためと考えられる。試験温度が473 K以上になると、0.2%耐力に関しては、ねじり押し出し材は  $\alpha$ 、 $\beta$  いずれも、通常押し出し材や素材と比べて低くなっている。これは超塑性的変形が生じたためではないかと考えている。圧縮延性については、素材や通常押し出し材も高くなり、いずれの材料も66%以上となる。



(a) 293 K



(b) 373 K



(c) 473 K

Fig.5 True stress - true strain curve in compression test

Fig.7 に0.2%耐力とピッカース硬さの関係を示したが、ピッカース硬さはおおむね0.2%耐力の1/3(加工硬化が

ない場合の関係) になっているが、通常押し、ねじり押しの場合の傾きが 1/3 よりやや大きいものに対して、素材は 1/3 よりやや小さくなっている。これは、試験で負荷される応力、ひずみの状態が圧縮試験とビッカース硬さ試験で異なっているため、引張双晶の出やすさに差が生じたためではないかと思われる。

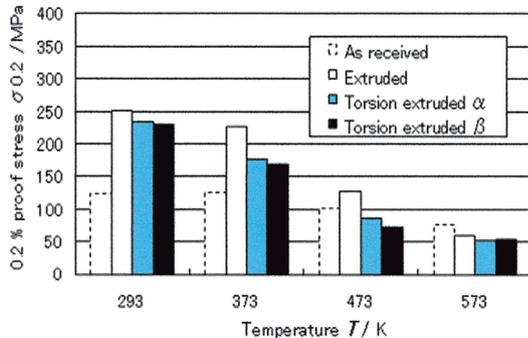


Fig.6 0.2 % proof stress in compression test

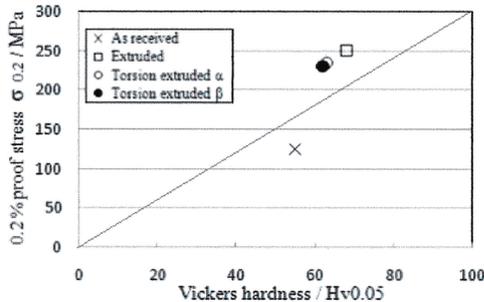


Fig.7 Relationship between 0.2 % proof stress and Vickers hardness

以上のデータからわかるように、ねじり押し材  $\alpha$  と  $\beta$  を比較すると、結晶方位には大きい差があるにも関わらず、強度と延性にはあまり大きい差が認められない。結晶塑性的には、微細結晶では双晶が発生しないことになっているので、 $c$  軸が圧縮軸方向にそろった  $\beta$  の方がシュミット因子を考慮すれば強度は高くなるはずである。これがそうっていない理由として、現時点では明確な根拠を示すことはできないが、結晶粒界の性質に違いがある可能性は考えられる。たとえば、粒界すべりや転位の粒界の通り易さの差などである。ところで、Fig.5(a), (b), (c) を細かく見ると、変形後期の加工硬化率は、 $\alpha$  の方が低温では  $\beta$  より大きく、高温では小さい。これは、低温では  $\alpha$  の変形中のひずみの蓄積および結晶回転が  $\beta$  より大きく、通常押しに近い変形であることを示している。高温では、上記に加え加工材のひずみの回復と結晶系の多様化、さらには超塑性的変形が同時に生じている可能性があり、これ以上の議論を進めるためには、少なくとも、圧縮加工中の結晶方位の変化に関する知見が必要であり、現在 EBSD 解析を

実施中である。

#### 4. 結言

マグネシウム合金 AZ31 のねじり押し材の結晶組織および圧縮試験特性について、押し比が小さい場合について調査した結果、以下のことが明らかになった。

- ① ねじり押しにより、横断面上中心に近いほど  $\langle 0001 \rangle$  軸が押し軸方向に揃うようになり、表面側になるほど、 $\langle 0001 \rangle$  軸が押し軸に直角方向に向くようになる。この傾向は押し比が大きい場合と同様である。
- ② ねじり押し材は、高温では、低強度、高延性のため加工しやすく、低温では、素材の 2 倍近い強度を有すること等が明らかになった。これらの傾向は、押し比が大きい場合と同様である。

#### 参考文献

- 1) Valiev R. Z., Krasilnikov N. A. and Tsenev N. K.: *Mat. Sci. and Eng.*, **A137** (1991), 35-40.
- 2) Segal V. M.: *Mat. Sci. and Eng.*, **A197** (1995) 157-164.
- 3) Saito Y., Utsunomiya H., Tsuji N. and Sakai T.: *Acta Mater.*, **47** (1999) 579-583.
- 4) Korbel A. and Bochniak W.: US Patent 5737959, Apr. 7, 1996.
- 5) Korbel A. and Bochniak W.: *Scr. Mater.*, **51** (2004) 755-759.
- 6) Beygelzimer Y., Orlov D. and Varyukhin V.: *Proc. of TMS Annual Meeting in Seattle, WA. Feb. 17-21, 2002*, 297-304.
- 7) Brovman, M. J.: *Int. J. Mech. Sci.* **27** (1987) 483-489.
- 8) Sergeev M. K.; *KuznecinoStampovocinoeProizvodstvo* (1991), 5-6.
- 9) Korbel A. and Bochniak W.: PL-295057, Apr. 7, 1996.
- 10) Mizunuma S.: JP. 4305151, Oct. 30, 2003.
- 11) Segal V. M.: US Patent 20050081594, Aug. 27, 2004.
- 12) Mizunuma S.: *Proc. of 8<sup>th</sup> International Conference on Technology of Plasticity (ICTP)*, Verona, 2005 (CD-ROM).
- 13) Mizunuma S.: *Mater. Sci. Forum*, **503-504** (2006) 185-190.
- 14) Chino Y., Sassa K., Mabuchi M.: *Scr. Mater.*, **59** (2008), 399-402.
- 15) Ma X., Barnett M. R. and Kim Y. H.: *Int. J. of Mech. Sci.* **46** (2004) 449-464.
- 16) Ma X., Barnett M. R. and Kim Y. H.: *Int. J. of Mech. Sci.* **46** (2004) 465-489.
- 17) Derby D.: *Acta. Metall. Mater.* **39** (1991) 955-962.
- 18) Watanabe H. et al.: *Mater. Trans.*, **42-7** (2001) 1200-1205.
- 19) Chang C. I., Lee C. J. and Huang J. C.: *Scr. Mater.*, **51** (2004) 509-514.
- 20) Susumu Mizunuma, et al: *Materials Science Forum*, Vols. 654-656 (2010) pp. 711-714
- 21) Susumu Mizunuma, et al: *steel research int.*, Vol. 1. 81 (2010), No. 9, 1259-1262
- 22) 鎌土重晴: 塑性と加工, Vol. 48 (2007), No. 556, 358-366