

## 32. 予ひずみと熱処理による AZ31 の強度変化と組織観察

### Strength change and structure observation by pre-stretching and annealing

学生氏名 荒木 実

指導教員 吉田 健吾

#### Abstract

The magnesium alloy has bad workability in the room temperature. Therefore various studies on improvement of the formability in the room temperature are conducted. In this study, we were carried out tension tests that value of the pre-stretching uniformity and change a condition of the annealing. From an examination, we made a stress strain curve and observed the structure by an optical microscope. From a result of tensile tests, it's see that improvement of the formability by a pre-stretching and annealing. It is effective that the formability improvement of the magnesium alloy by a pre-stretching and annealing.

**Key word:** magnesium alloy, pre-stretching, annealing

#### 1. 緒言

マグネシウム合金は、比強度、比剛性に優れ、また実用金属中で最軽量である。そのため電子機器の筐体や輸送機器部品などに使用され、地球温暖化の原因である CO<sub>2</sub> 削減対策として自動車の車体への利用も検討されている。しかしマグネシウム合金は室温での冷間加工における成形性が悪い。そのため温間加工や鋳造加工が中心となり、生産コストが高くなるという問題があげられる。強度は成形性を評価するためのパラメーターの1つである。強度が低下し、延性が増加することでより高い成形性が得られることが知られており、これまで冷間加工における高い成形性を目指した研究が行われている。その中で Zhang ら<sup>1)</sup>はマグネシウム合金に異なる量の引張変形、一定の熱処理を与えることで、冷間加工において成形性の改善が見られるという報告をしている。

本研究では、マグネシウム圧延板 AZ31B-O (以下 AZ31) を供試材として試験片に一定の引張変形を与え、熱処理条件を変更し単軸引張試験を行う。その後、光学顕微鏡を使用し組織観察を行うことで AZ31 の強度の変化、それに伴う組織の変化、強度への影響について確認する。

#### 2. 実験方法

供試材として板厚 0.8 mm の AZ31 を用いて JIS13 号 B 試験片を作製した。作製した試験片は平行部 60 mm、幅 12.5 mm、肩部 R30 の寸法で加工を行った。標点間距離は 50 mm とした。

島津オートグラフを用いて引張変形を与える。チャック変位量は 3.6 mm/min であり、与える変形量は 10 mm である。この時にデータロガーを使用して荷重、変位を記録する。標点間距離におけるひずみは 10% から 12% であった。

次に電気炉を用いて試験片に焼きなまし処理を施した。焼きなましの条件については Table.1 に示している。各温度で 30 min 保持しその後炉冷を行った。

焼きなましをした試験片を破断まで引張試験を行った。また比較のために初期の AZ31 を破断させたもの (以下 Simple tensile) と変形を与えてから焼きなましをせずに破断させたもの (以下 pre-stretching) についても破断まで引張試験を行った。

引張試験後のそれぞれの試験片を 600 番、1000 番、1500 番、2000 番、4000 番の順に研磨紙を使い研磨していく。研磨が終了したらナイトール(硝酸濃度 20%)、ピクリン酸で腐食させてから光学顕微鏡で観察、撮影を行う。

Table.1 Condition of annealing

Annealing	Time
50°C	30 min
100°C	
150°C	
200°C	
250°C	

#### 3. 結果・考察

##### 3.1. 引張試験

引張試験の結果から得られた  $F/A_0$ - $X/X_0$  曲線を Fig.1 に示す。縦軸は応力  $F/A_0$  MPa、横軸は  $X/X_0$  である。 $A_0$  は試験片の初期断面積、 $X$  はデータロガーにおける変位、 $X_0$  は引張変形後の標点間距離である。Fig.2 は縦軸を応力  $F/A_0$ 、横軸を焼きなまし温度として、除荷後における各試験片の引張強さ、 $X/X_0$  の値で 0.01, 0.02 の時の荷重(耐力)を 1% 耐力, 2% 耐力として示している。

Fig.1 の結果から Simple tensile, 50 °C, 100 °C の曲線は変形を与えた後にふたたび荷重を与えた時、除荷前の曲線の延長線上の経路をたどっている。一般的な AZ31 の降伏応力は 150 MPa であるが、これは加工硬化による影響であり、塑性変形後に除荷をしてふたたび荷重をかけると降伏応力は除荷をした値に近い値を取る。一方で 150 °C から 250 °C では除荷前の応力以下で再降伏し、その後の応力も低い値を示す結果になった。これは焼きなましによって結晶内の転位が除去されたためである。0 °C, 100 °C による焼きなましでは転位の除去ができていないために加工硬化が起きている。

通常は金属の応力-ひずみ曲線において降伏点ははっきりと現れない。今回の結果では pre-stretching から 100 °C までの間で除荷後の曲線を見ると降伏点が見られた。これはひずみ時効によるものである。ひずみ時効は除荷後、長時間室温に放置するか、低温の焼きなましを行うことで応力-ひずみ曲線に降伏点が見れるというものである。今回の場合は pre-stretching は除荷後すぐに再荷重したのではなく 1 日後に再荷重を与えた。また 50 °C, 100 °C が低温の焼きなましであったためにひずみ時効が起こり、降伏点が見れたと考えられる。

Fig. 2の曲線で250℃において2%時の荷重が急激に減少しているのは焼なましによって結晶粒が粗大化したことによるものである。森ら<sup>3)</sup>は加工熱処理後に再加熱することで第2次再結晶によって粗大化した結晶粒が原因で引張強さを低下させると報告している。今回の供試材 AZ31は完全焼なましが施されている。その後電気炉による焼なましによって結晶粒が粗大に成長し、その結果として応力値が減少した。

これらの結果から加工硬化、ひずみ時効が発生しないためには150℃以上の温度で焼なましを行うことが必要である。

### 3.2. 組織観察

AZ31の組織をFig. 3に示す。(a)は初期のAZ31(以下Primary), (b)はSimple tensileの試験後, (c)はpre-stretchingの試験後, (d)は250℃試験前, (e)は250℃試験後の光学顕微鏡写真である。

Primary, Simple tensile, pre-stretchingは結晶粒の粒度がおよそ3.3μmから9.0μmの粒がほとんどであり、20μm程度のももあるが数が少ない。250℃の試験前後の結晶粒はほとんどの粒が20μm程度もしくはそれ以上の粒度のものが多く、10μm以下の結晶はほぼ無い状態である。楊ら<sup>2)</sup>の報告では200℃から250℃の間で粒度の急激な成長があり、その後温度と共に緩やかに増加するとある。今回の場合、(d)、(e)は250℃で焼なましをした試験片の組織であり、楊らの示した温度の範囲内であった。そのために粗大な結晶粒に成長する同様な結果が得られた。

また、それぞれの組織を比較すると(a)、(b)、(c)は双晶があまり見られないが、(d)、(e)には所々に双晶が見られる。Fig. 3において結晶に線が入っている部分が双晶である。(d)と(e)を比較すると(e)の組織で多くの双晶が見られる。Zhangらは結晶の粒度がより大きい時により双晶が発生するというを示している。Fig. 3の結果より変形中に双晶が発生したことが本研究でも確認できた。

### 5. 結言

本研究では一定の引張変形、異なった熱処理条件を与え、単軸引張試験を行い、 $F/A_0$ - $X/X_0$ 曲線を作成し、組織観察を行うことで以下の知見を得られた。

- 1)変形を与え除荷をすると加工硬化が起こり、加工硬化の原因である転位を除去するために150℃以上の温度で焼なましをすることで加工硬化が抑えられた。同様にひずみ時効も150℃以上での焼なましで抑えられた。
- 2)強度の変化には粒度が大きく影響し、加熱処理後の再加熱が原因によって結晶が粗大化し、強度を減少させる。
- 3)結晶の粒度が大きい時に、変形中に双晶が発生することが確認できた。

### 参考文献

- 1)Hua Zhang, Guangsheng Huang, Lifei Wang and Jinhan Li:Scripta Materialia 67 (2012) 495-498
- 2)楊続躍 三浦博巳 酒井拓 日本金属学会誌 第68巻 第11号 (2004) 946-951
- 3)森久史 野田雄史 辻村太郎 船見国男 東健司 日本金属学会誌 第70巻 第6号(2006)521-523

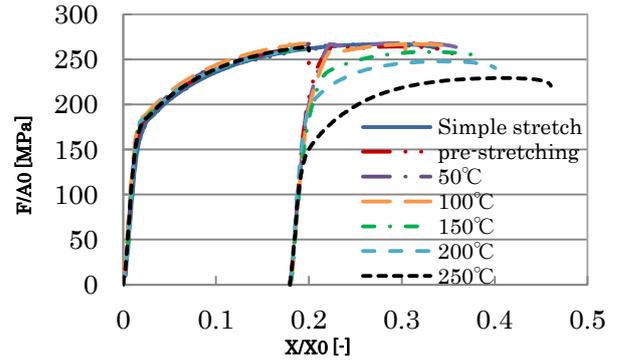


Fig. 1  $F/A_0$ - $X/X_0$  curve of AZ31

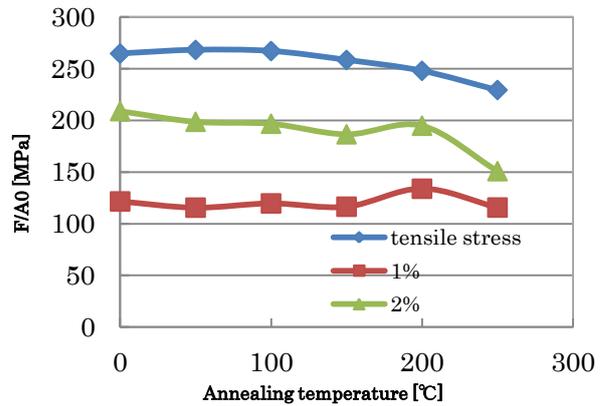


Fig. 2 Change in stress with annealing temperatures

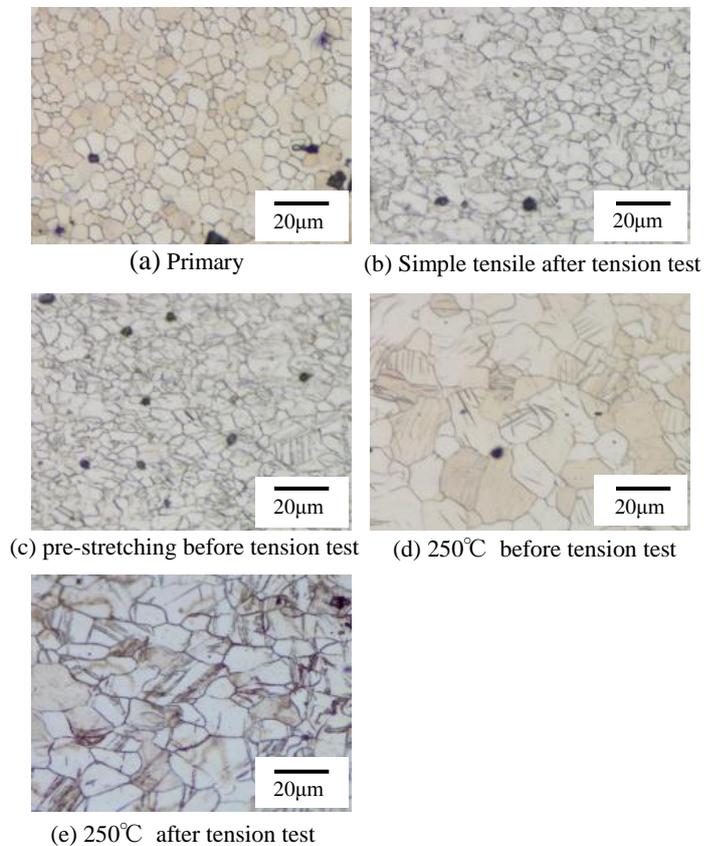


Fig. 3 Optical micrographs of specimens