

# 室温で ECAP 加工した Mg-8%Li 合金の超塑性に及ぼす押出し条件の影響

富山大学工学部 物質生命システム工学科  
助教授 古井光明  
(平成 18 年度国際交流助成 AF-2006034)

キーワード：押出し条件, ECAP 加工, 超塑性

## 1. 開催日時

平成 18 年 11 月 6 日 13:00~11 月 9 日 15:30

明らかにすると共に、それらとマイクロ組織の関係を調査することを目的とする。

## 2. 開催場所

International Congress Center Dresden

## 3.2 実験方法

Mg-8mass%Li 合金の溶製は高周波真空溶解炉を用いて、アルゴン雰囲気中でフラックスレス法にて行った。出発材料は 99.95%純度の高純度 Mg と 99%純度の工業用純 Li である。得られたインゴットはアルゴン雰囲気中にて、573K, 86.4ks の均質化処理を行った。その後、直径 50 × 高さ 40mm の円柱形状に切り出し、温度 (373, 473, 573K) と速度 (1, 5, 10mm/s) の異なる押出し加工を施した。押出し比は 25:1 である。直径 10mm の押出し試料は 60mm 長さにかットして ECAP 加工に供した。

## 3. 国際会議報告

上記のような日程、場所で開催された 7th International Conference on Magnesium Alloys and their Applications に出席し、室温にて ECAP 加工した Mg-8mass%Li 合金の超塑性に及ぼす押出し条件の影響について発表した。

ECAP 加工は 135° のチャンネル交差角, 20° のチャンネル交差部近傍の局面部の角を持つダイスを用いて行った。プレス温度は室温, プレス速度は 7.5mm/s とした。試料には加工ルート Bc にて 4 パスのプレスを与えた。

### 3.1 研究の目的と背景

近年では塑性加工性の悪い Mg に対しても、特に AZ31 などの低濃度合金を中心に、種々の塑性加工が適用されるようになってきた。大きなテイラー因子を持つ Mg は、塑性加工中の動的再結晶や加工熱処理により結晶粒を微細化することで、強度や加工性の向上が見込める。Li の添加により結晶構造を hcp から bcc に変化させて、冷間加工性を著しく改善した Mg-Li 合金においても他ではなく、携帯用電子機器などの小型化・薄肉化・複雑形状化に対応するためには、さらなる加工性の向上が望まれる。

ECAP 加工後の試料は、ゲージ長さ 4mm, ゲージ幅 3mm を持つ厚さ 2mm の板状引張試験片に切り出した。引張試験は 473K にて  $1.5 \times 10^{-4}$ ~ $1.5 \times 10^{-1} \text{s}^{-1}$  のひずみ速度を用いて行った。試験雰囲気は大気である。また、押出しと ECAP を組み合わせた強ひずみ加工法による試料 (ECAP 材) と共に、均質化処理したままの試料 ( casting 材) や、それに押出しを加えた試料 (押し出し材) についても試験した。

最近では、せん断変形によるひずみを与えて、ナノオーダーレベルの結晶粒をもつバルク状材料を創製する強ひずみ加工法が注目されている。中でも金型中で交差する同径の 2 つの溝を通して材料を押し出し、曲がり角でせん断変形を加える ECAP 法<sup>1)</sup>は、材料の断面形状が変化しないため原理的に押し出し回数に制限がなく、バルク状態のまま極めて大きな加工ひずみを加えることができる利点がある。Horita ら<sup>2)</sup>は、押し出し温度 623K, 押し出し比 36:1 の押し出しに続いて、ECAP 加工を施す強ひずみ加工法 EX-ECAP を Mg-0.6%Zr 合金に適用し、ナノサイズレベルの結晶粒微細化により、超塑性が発現することを報告している。しかしながら、ECAP に先立って行う押し出しの条件が、EX-ECAP 加工した材料の高温変形特性に及ぼす影響については明らかにされていない。

また、機械研磨によって鏡面を得た試料を室温の 5%硝酸メタノールにて腐食し、光学顕微鏡によるマイクロ組織観察に供した。ここでは主に加工および引張方向に垂直な  $\alpha$  相,  $\beta$  相の幅を測定した。

そこで本研究では、温度と速度の異なる押し出しに続いて、室温下で ECAP 加工した Mg-8%Li 合金の超塑性特性を

### 3.3 実験結果および考察

温度と速度の異なる押し出しに続いて、室温下で 4 パスの ECAP 加工を施した Mg-8%Li 合金のマイクロ組織を図 1 に示す。いずれも hcp-Mg 固溶体である白い  $\alpha$  相と、bcc-Li 固溶体の  $\beta$  相が共存する  $\alpha + \beta$  二相組織を呈しており、加工方向に伸びた薄いパンケーキ状の組織をもつ。なお、両相の面積割合は  $\alpha$  相が約 55%,  $\beta$  相が約 45% である。 $\alpha$ ,  $\beta$  両相は押し出し温度の増加に伴って粗大化するのに比べて、押し出し温度に対しては明瞭な変化は認められない。

加工方向に垂直な  $\alpha$ 、 $\beta$  両相の幅の長さとその存在割合を押し出し温度に対して整理した ECAP 材の結果を図 2 に示す。図中の破線で示す幅の長さの平均値は押し出し温度 373K において最も小さく、押し出し温度の増加に伴って大きくなる。また相の幅の存在範囲は、押し出し温度の増加に伴って広がる傾向がある。なお、押し出し材における両相の幅の長さとその存在範囲の押し出し温度に対する変化は、ECAP 材のそれと同様である。一方、幅の長さの平均値とその存在範囲はいずれも ECAP 材の方が押し出し材よりも小さい。

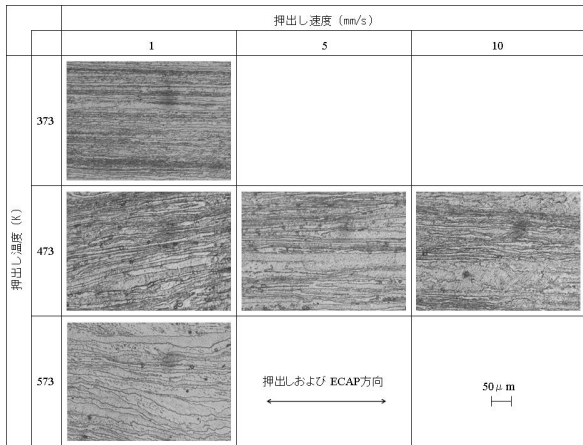


図 1 Mg-8%Li 合金 ECAP 材のマイクロ組織に及ぼす押し出し温度と速度の影響

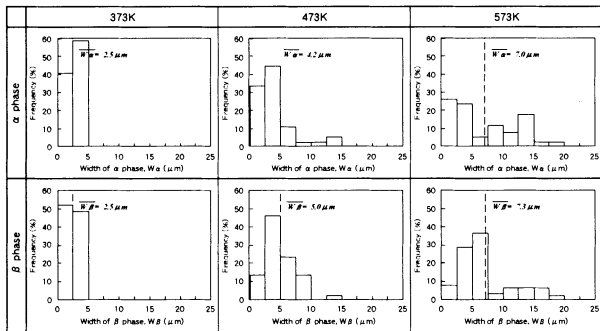


図 2 Mg-8%Li 合金 ECAP 材における  $\alpha$ 、 $\beta$  両相の幅の長さの存在割合と押し出し温度の関係

473K,  $1.5 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  で引張試験した Mg-8%Li 合金の破断伸びに及ぼす押し出し条件の影響を図 3 に示す。(a) は押し出し温度, (b) は押し出し速度の結果である。破断伸びは押し出し温度の増加に伴って減少する。この傾向は、図 2 で示した  $\alpha$ 、 $\beta$  両相の幅の長さとその存在範囲に及ぼす押し出し温度の影響に対応している。また、同じひずみ速度における破断伸びは ECAP 材の方が押し出し材よりも大きい。一方、押し出し速度については、その変化によらずほぼ同様な破断伸びを示した。これは押し出し速度の増加に伴う

加工発熱の上昇により、マイクロ組織の状態に明瞭な差が現れなかったことが原因と推測される。

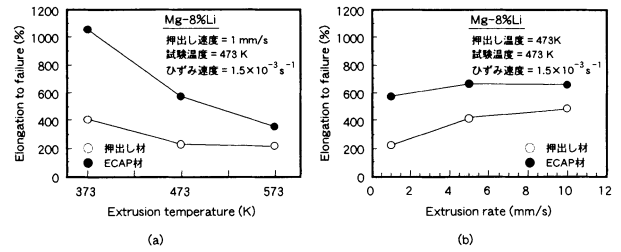


図 3 Mg-8%Li 合金の破断伸びに及ぼす (a) 押し出し温度および (b) 押し出し速度の影響

図 4 は Mg-8%Li 合金の押し出し材, ECAP 材と共に鑄造材の破断伸びとひずみ速度の関係を示している。破断伸びはひずみ速度の増加に伴って単調に減少する。また同じひずみ速度で比較すると、破断伸びは ECAP 材が最も大きく、次いで押し出し材, 鑄造材の順番となった。ECAP 材では  $1.5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  において 1610%もの大きな破断伸びが得られた。これは、加工熱処理により結晶粒径を  $8 \mu\text{m}$  まで微細化した Mg-8%Li 合金を、473K,  $1.7 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  で試験して得られた藤谷ら<sup>3)</sup>による破断伸び 640%の約 2.5 倍にあたる。

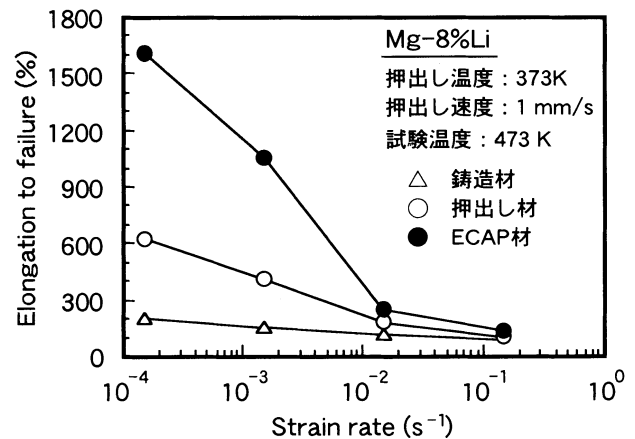


図 4 Mg-8%Li 合金の鑄造材, 押し出し材および ECAP 材における破断伸びのひずみ速度依存性

最大破断伸びを示した押し出し条件による Mg-8%Li 合金について超塑性の発現を検討するため、0.2%耐力とひずみ速度を両対数グラフ上にプロットし、ひずみ速度感受性指数  $m$  値を求めた。図 5 の (a) は押し出し材, (b) は ECAP 材の結果である。同じひずみ速度における  $m$  値は、ECAP 材の方が押し出し材よりも大きい。ECAP 材では、最大破断伸びを示す低ひずみ速度域において 0.6 もの大きな  $m$  値を得た。また  $1.5 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$  程度の高ひずみ速度域でも  $m$

値は 0.4 となり、超塑性の発現を示唆している。

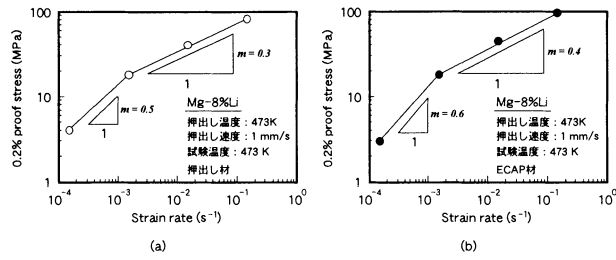


図 5 Mg-8%Li 合金の (a) 押出し材および (b) ECAP 材における 0.2%耐力のひずみ速度依存性

## 謝 辞

本研究成果の発表にあたっては、(財)天田金属加工機械技術振興財団より平成 18 年度国際交流助成金の交付を受けた。ここに記して、謝意を表す。

## 参考文献

- 1) V. M. Segal, V. I. Reznikov, A. E. Drobyshevskiy and V. I. Kopylov: Russian Metallurgy, 1(1981), 99.
- 2) Z. Horita, K. Matsubara, K. Makii and T. G. Langdon: Scripta Materialia, 47(2002), 255.
- 3) 藤谷 渉, 古城紀雄, 堀茂徳, 久米山寛治: 軽金属, 42(1992), 125.

# Influence of Extrusion Conditions on the Superplastic Properties of a Mg-8%Li Alloy Processed at Room Temperature by Equal-Channel Angular Pressing

富山大学工学部 物質生命システム工学科  
助教授 古井光明  
(平成 18 年度国際交流助成 AF-2006034)

キーワード：押し出し条件, ECAP 加工, 超塑性

## 1. 開催日時

平成 18 年 11 月 6 日 13:00～11 月 9 日 15:30

## 2. 開催場所

International Congress Center Dresden

## 3. 国際会議報告

上記のような日程, 場所で開催された 7th International Conference on Magnesium Alloys and their Applications に出席し, 室温にて ECAP 加工した Mg-8mass%Li 合金の超塑性に及ぼす押し出し条件の影響について発表した。

### 3.1 研究の目的と背景

近年では塑性加工性の悪い Mg に対しても, 特に AZ31 などの低濃度合金を中心に, 種々の塑性加工が適用されるようになってきた。大きなテイラー因子を持つ Mg は, 塑性加工中の動的再結晶や加工熱処理により結晶粒を微細化することで, 強度や加工性の向上が見込める。Li の添加により結晶構造を hcp から bcc に変化させて, 冷間加工性を著しく改善した Mg-Li 合金においても他ではなく, 携帯用電子機器などの小型化・薄肉化・複雑形状化に対応するためには, さらなる加工性の向上が望まれる。

最近では, せん断変形によるひずみを与えて, ナノオーダーレベルの結晶粒をもつバルク状材料を創製する強ひずみ加工法が注目されている。中でも金型中で交差する同径の 2 つの溝を通して材料を押し出し, 曲がり角でせん断変形を加える ECAP 法<sup>1)</sup>は, 材料の断面形状が変化しないため原理的に押し出し回数に制限がなく, バルク状態のまま極めて大きな加工ひずみを加えることができる利点がある。Horita ら<sup>2)</sup>は, 押し出し温度 623K, 押し出し比 36:1 の押し出しに続いて, ECAP 加工を施す強ひずみ加工法 EX-ECAP を Mg-0.6%Zr 合金に適用し, ナノサイズレベルの結晶粒微細化により, 超塑性が発現することを報告している。しかしながら, ECAP に先立って行う押し出しの条件が, EX-ECAP 加工した材料の高温変形特性に及ぼす影響については明らかにされていない。

そこで本研究では, 温度と速度の異なる押し出しに続いて, 室温下で ECAP 加工した Mg-8%Li 合金の超塑性特性を明らかにすると共に, それらとマイクロ組織の関係を調査することを目的とする。

### 3.2 実験方法

Mg-8mass%Li 合金の溶製は高周波真空溶解炉を用いて, アルゴン雰囲気中でフラックスレス法にて行った。出発材料は 99.95%純度の高純度 Mg と 99%純度の工業用純 Li である。得られたインゴットはアルゴン雰囲気中にて, 573K, 86.4ks の均質化処理を行った。その後, 直径 50×高さ 40mm の円柱形状に切り出し, 温度(373, 473, 573K)と速度(1, 5, 10mm/s)の異なる押し出し加工を施した。押し出し比は 25:1 である。直径 10mm の押し出し試料は 60mm 長さにカットして ECAP 加工に供した。

ECAP 加工は 135° のチャンネル交差角, 20° のチャンネル交差部近傍の局面部の角を持つダイスを用いて行った。プレス温度は室温, プレス速度は 7.5mm/s とした。試料には加工ルート Bc にて 4 パスのプレスを与えた。

ECAP 加工後の試料は, ゲージ長さ 4mm, ゲージ幅 3mm を持つ厚さ 2mm の板状引張試験片に切り出した。引張試験は 473K にて  $1.5 \times 10^{-4}$ ～ $1.5 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$  のひずみ速度を用いて行った。試験雰囲気は大気である。また, 押し出しと ECAP を組み合わせた強ひずみ加工法による試料(ECAP 材)と共に, 均質化処理したままの試料(鑄造材)や, それに押し出しを加えた試料(押し出し材)についても試験した。

また, 機械研磨によって鏡面を得た試料を室温の 5%硝酸メタノールにて腐食し, 光学顕微鏡によるマイクロ組織観察に供した。ここでは主に加工および引張方向に垂直な  $\alpha$  相,  $\beta$  相の幅を測定した。

### 3.3 実験結果および考察

温度と速度の異なる押し出しに続いて, 室温下で 4 パスの ECAP 加工を施した Mg-8%Li 合金のマイクロ組織を図 1 に示す。いずれも hcp-Mg 固溶体である白い  $\alpha$  相と, bcc-Li 固溶体の  $\beta$  相が共存する  $\alpha + \beta$  二相組織を呈しており, 加工方向に伸びた薄いパンケーキ状の組織をもつ。

なお、両相の面積割合は $\alpha$ 相が約55%、 $\beta$ 相が約45%である。 $\alpha$ 、 $\beta$ 両相は押し出し温度の増加に伴って粗大化するのに対して、押し出し温度に対しては明瞭な変化は認められない。

加工方向に垂直な $\alpha$ 、 $\beta$ 両相の幅の長さとその存在割合を押し出し温度に対して整理した ECAP 材の結果を図 2 に示す。図中の破線で示す幅の長さの平均値は押し出し温度 373K において最も小さく、押し出し温度の増加に伴って大きくなる。また相の幅の存在範囲は、押し出し温度の増加に伴って広がる傾向がある。なお、押し出し材における両相の幅の長さとその存在範囲の押し出し温度に対する変化は、ECAP 材のそれと同様である。一方、幅の長さの平均値とその存在範囲はいずれも ECAP 材の方が押し出し材よりも小さい。

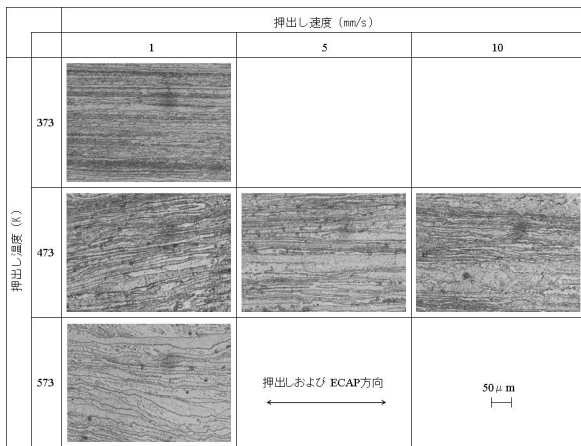


図 1 Mg-8%Li 合金 ECAP 材のマイクロ組織に及ぼす押し出し温度と速度の影響

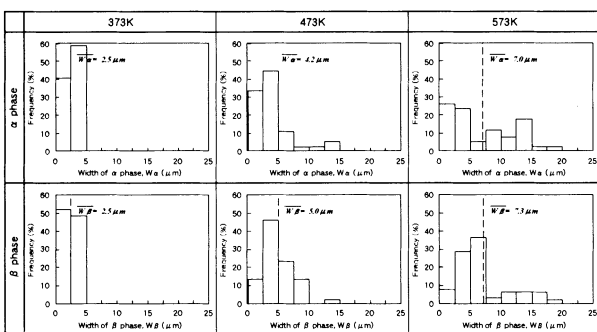


図 2 Mg-8%Li 合金 ECAP 材における $\alpha$ 、 $\beta$ 両相の幅の長さの存在割合と押し出し温度の関係

473K、 $1.5 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  で引張試験した Mg-8%Li 合金の破断伸びに及ぼす押し出し条件の影響を図 3 に示す。(a) は押し出し温度、(b) は押し出し速度の結果である。破断伸びは押し出し温度の増加に伴って減少する。この傾向は、図 2 で示した $\alpha$ 、 $\beta$ 両相の幅の長さとその存在範囲に及ぼす押し

し温度の影響に対応している。また、同じひずみ速度における破断伸びは ECAP 材の方が押し出し材よりも大きい。一方、押し出し速度については、その変化によらずほぼ同様な破断伸びを示した。これは押し出し速度の増加に伴う加工発熱の上昇により、マイクロ組織の状態に明瞭な差が現れなかったことが原因と推測される。

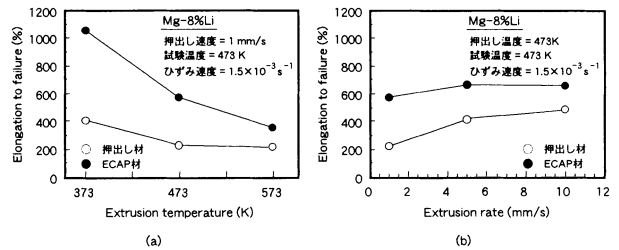


図 3 Mg-8%Li 合金の破断伸びに及ぼす (a) 押し出し温度および (b) 押し出し速度の影響

図 4 は Mg-8%Li 合金の押し出し材、ECAP 材と共に鑄造材の破断伸びとひずみ速度の関係を示している。破断伸びはひずみ速度の増加に伴って単調に減少する。また同じひずみ速度で比較すると、破断伸びは ECAP 材が最も大きく、次いで押し出し材、鑄造材の順番となった。ECAP 材では  $1.5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  において 1610%もの大きな破断伸びが得られた。これは、加工熱処理により結晶粒径を  $8 \mu \text{ m}$  まで微細化した Mg-8%Li 合金を、473K、 $1.7 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  で試験して得られた藤谷ら<sup>3)</sup>による破断伸び 640%の約 2.5 倍にあたる。

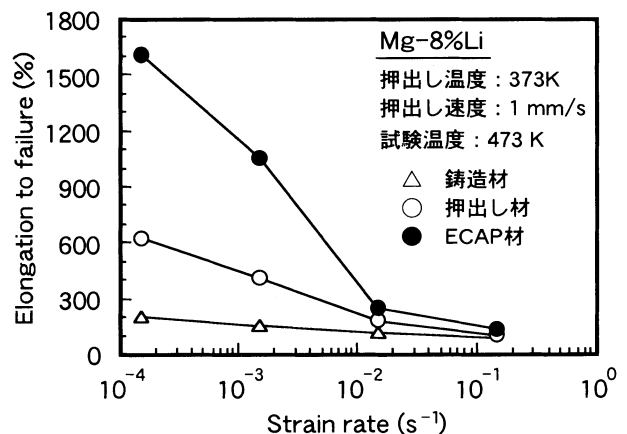


図 4 Mg-8%Li 合金の鑄造材、押し出し材および ECAP 材における破断伸びのひずみ速度依存性

最大破断伸びを示した押し出し条件による Mg-8%Li 合金について超塑性の発現を検討するため、0.2%耐力とひずみ速度を両対数グラフ上にプロットし、ひずみ速度感受性指数  $m$  値を求めた。図 5 の (a) は押し出し材、(b) は ECAP 材の結果である。同じひずみ速度における  $m$  値は、ECAP

材の方が押し出し材よりも大きい。ECAP 材では、最大破断伸びを示す低ひずみ速度域において 0.6 もの大きな  $m$  値を得た。また  $1.5 \times 10^{-2} \text{s}^{-1}$  程度の高ひずみ速度域でも  $m$  値は 0.4 となり、超塑性の発現を示唆している。

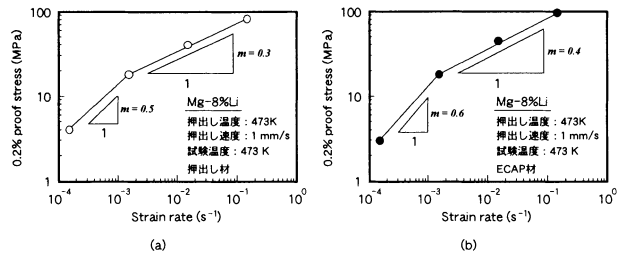


図5 Mg-8%Li 合金の(a)押し出し材および(b)ECAP 材における 0.2%耐力のひずみ速度依存性

### 謝 辞

本研究成果の発表にあたっては、(財)天田金属加工機械技術振興財団より平成 18 年度国際交流助成金の交付を受けた。ここに記して、謝意を表す。

### 参考文献

- 1) V. M. Segal, V. I. Reznikov, A. E. Drobyshvskiy and V. I. Kopylov: Russian Metallurgy, 1(1981), 99.
- 2) Z. Horita, K. Matsubara, K. Makii and T. G. Langdon: Scripta Materialia, 47(2002), 255.
- 3) 藤谷 渉, 古城紀雄, 堀茂徳, 久米山寛治: 軽金属, 42(1992), 125.