鋳造素材AZ91合金における不連続析出物の

母相との結晶方位関係

藤井要* 松田健二** 五之治巧** 渡辺克己** 川畑常真** 上谷保裕*** 池野進**

緒言

Mg-Al系合金の1つであるAZ91合金は,優れた鋳造性と機械的性質を有するため実用鋳造合金として広く使わ れている。Mg-Al系合金は,溶体化処理後の時効処理によってβ-Mg₁₇Al₁₂金属間化合物が析出し,結晶粒内での 連続析出物と結晶粒界での不連続析出物が形成される。これらの析出挙動は機械的性質に影響することが知ら れている。析出挙動に関するこれまでの研究は連続析出物に注目したものが多く,実用素材として用いられる AZ91合金における不連続析出物の報告は少ない。そこで本研究では,近年,微細構造の解明において利用が注 目されている電子線後方散乱回折(EBSD)法と,目的の領域に対して透過型電子顕微鏡(TEM)試料を作成可能な 集束イオンビーム(FIB)を用い,AZ91合金の不連続析出物の結晶方位関係の検討と析出物形状の解析を行った。

不連続析出物

Fig. 1に、AZ91合金の時効処理材の光学顕微鏡像と SEM像を示す。観察した試料は、鋳造材にそのまま 溶体化処理と時効処理を施した鋳造材試料(a)~(d)と、 比較のため鋳造組織を破壊する目的で、温間圧延後 に溶体化処理と時効処理を施した圧延材試料(e)~(h) の2種類である。それぞれ時効初期段階の1.8ksと硬さ が最大値(ピーク)を示した処理時間での組織である。 鋳造材の光学顕微鏡像(c)では、鋳造組織特有のデン トライト組織が観察されるのに対し、圧延を施した (g)では、そのような組織は見られなかった。一方、 SEM像の(b)と(f)ではいずれも、層状のラメラー構造 を有する不連続析出物が結晶粒界に観察でき、ピー ク時効での(d)と(h)では、不連続析出物が粒内に進行 し、視野全体にわたって成長していた。以下、層状 のラメラー構造の析出物に注目して解析を行った。

結晶方位解析

鋳造材と圧延材のそれぞれの結晶粒間の相対方位 差の分布をEBSD法により解析した。Fig. 2にその解析 結果を示す。白色のバーは,隣接する母相結晶粒の 相対方位差の分布を示し,その結晶粒界に不連続析 出物が存在した頻度を灰色のバーで示す。鋳造材と 圧延材両方において,不連続析出物は,20°以上の高 傾角粒界に多く存在することがわかった。また,不 連続析出物の存在数は結晶粒界の数に依存して変化

*機械金属部 **富山大学工学部 ***富山県立大学



Fig. 1 (a), (c), (e), (g)Optical micrographs and (b), (d), (f), (h) SEM image of cast and rolled alloys at 489K;(a)-(d) cast and (e)-(h) rolled alloys aged for (a), (b), (e), (f) 1.8ks, (c), (d)57.6ks and (g), (h)14.4ks

している。これは,鋳造組織を破壊するために行った圧 延処理は不連続析出物の核生成に特に影響していないこ とを示している。

次に、FIBによる不連続析出物のTEM観察用試料の作製 と析出物の立体形状解析を行った。Fig. 3(a)は、鋳造材を 1.8ks時効した時の不連続析出物をFIBにより断面加工し た試料のTEM像である。なお、Fig. 3(b)は、TEM試料に加 工する前のSEM像であり、矢印で示す不連続析出物の領 域をFIBにて加工しTEM試料として観察した。Fig. 3(c)は、 (a)をより高倍率で撮影した像である。不連続析出物が発 生した別の部位については、FIBによる加工と断面観察を 繰り返し、不連続析出物の立体形状を推定した。その結 果、析出物が板状形状であることを確認した。

さらに、上記の断面試料についてTEMを用いて結晶方 位解析を行った。Fig. 3(a)は、母相の [0001] 方向からの 明視野像であり、白色の四角く囲った領域からの制限視 野回折像を(d)に示す。弱い回折斑点は、β相の [11¹] 方 向と指数付けられ、白矢印は母相の [2110] 方向と β 相 の [211] 方向である。これらは、Crawleyの連続析出物 の報告と一致した。また、それより12°傾いた破線の白矢 印は、同報告にある β 相の形状における長手方向の角度 を示し、(a)と(c)中に黒色の破線で示す析出物の長手方向 の角度と一致した。一方、(a)中の小さい白矢印で示した 析出物のように、異なった方向を示すものも存在した。 さらに、(c)に示す析出物に対し、エネルギー分散型X線 分析(EDS)によって成分分析を行った結果、Mg/Alの原子 比 が約 17/12 で あった こ とから、不連続析出物 は β -Mg₁₇Al₁₂金属間化合物であると確認した。

同様にいくつか視野の不連続析出物において結晶方位 関係や析出物の形状解析を行い, Mg-Al系合金の析出物 に関する報告との比較を行った。



Fig. 2 Relationship between misorientation and GB fraction for (a)cast and (b)rolled alloys. White bars : all GBs ; gray bars: GBs with DPs.



Fig. 3 Microscopic analysis of DP in cast alloy aged for 1.8ks (a)Bright filed TEM image;(b)SEM image from the same;(c)enlarged image of the region indicated by square in (a) and (d) its SAED patter**n**

結言

AZ91合金を時効し、不連続析出物の形状や母相との方位関係を調査した結果は、以下の通りであった。

- (1) 鋳造材と圧延材のそれぞれの結晶粒間における不連続析出物の発生頻度を検討した結果,圧延処理は不連続 析出物の核生成に特に影響していない。
- (2) 不連続析出物は、板状の形状であり、β-Mg₁₇Al₁₂相である。
- (3) 不連続析出物の母相との方位関係は、過去の報告であった連続析出物と同様である。

以上,不連続析出物の生成に対する圧延処理の影響と,不連続析出物の形状,および母相との方位関係を明 らかにした。

論文投稿

Materials transaction, 2011, vol. 52, no. 3, p. 340-344.