

平成 30 年 9 月 5 日現在

機関番号：13102

研究種目：若手研究(B)

研究期間：2016～2017

課題番号：16K18266

研究課題名(和文)次世代超高強度・高延性・耐熱マグネシウム合金の開発

研究課題名(英文)Development of heat-resistant Mg alloy with high strength and ductility

研究代表者

X u C h a o (Xu, Chao)

長岡技術科学大学・工学部・助教

研究者番号：00774184

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 3,200,000円

研究成果の概要(和文)：高強度・高延性Mg-HRE基合金の開発を目的として、Mg-8Gd-4Y合金(wt.%)の機械的性質やミクロ組織に及ぼすAlやZn添加量の影響を調べた。0.5wt.%のAlを添加することで、鑄造材の結晶粒径は微細化する。また、Znの添加により、押し出し加工中の動的再結晶は抑制される。押し出し材の強度特性は、未再結晶粒が多いほど向上することから、AlとZnを同時に添加することで、Mg-8Gd-4Y(wt.%)合金に高い強度と延性を付与できることがわかった。

研究成果の概要(英文)：We have investigated the effect of Al and Zn contents on mechanical properties and microstructures of Mg-8Gd-4Y(wt.%) based alloy. The addition of 0.5wt.% of Al dramatically decreases the grain size of cast material; the alloy containing Al shows fine grain size of about 50 μ m in the as-cast state. Addition of Zn prevents dynamic recrystallization during the extrusion, so the Zn containing extruded alloy forms bimodal grain structure, which consists of fine recrystallized grains and unrecrystallized grains. The presence of unrecrystallized grains effectively improve strengths of the extruded material; therefore, we find that simultaneous addition of Al and Zn to Mg-8Gd-4Y(wt.%) alloy is important to achieve high strength and ductility.

研究分野：材料工学

キーワード：マグネシウム合金 押し出し加工 引張特性 ミクロ組織

1. 研究開始当初の背景

高強度・高耐熱性を有する次世代の Mg 合金として、重希土類元素 (HRE) を含む時効硬化型 Mg-HRE 基合金が注目されている。申請者らのグループでは、Mg-HRE 基合金に、結晶粒の微細化効果のある Zr を添加し、押し出し加工を施すことで、超高強度 Mg-HRE 基合金の創製に成功している [T. Homma et al: Scripta Mater. 61 (2009), 644]。しかし、Zr を添加した合金は、1) 材料コストが高い、2) 高温での熱処理中に、結晶粒径が粗大化する、という問題があるため、Zr の添加以外の方法による高強度化が望まれる。近年、Mg-RE 合金への Al 添加により、Mg マトリックスと整合な Al_2RE 相が晶出し、結晶核となることで、鑄造材の結晶粒微細化効果を得られることが報告されている [D. Liu et al: Acta Mater., 57 (2009), 3052]。すなわち、Zr を Al に代替することでも、Mg-HRE 基合金の結晶粒径は微細化でき、高強度化を達成できる可能性もある。

2. 研究の目的

本研究では高強度・高延性を有する Mg-Gd-Al 基合金の開発を目指す。(1) Mg-Gd-Al 基合金の結晶粒径に及ぼす合金元素添加量の影響および (2) 時効硬化特性に及ぼす合金元素添加量の影響を調べる。(1) および (2) の知見を基に、(3) 合金元素添加量を最適化し、その候補合金に加工熱処理を施し、展伸加工材の組織因子と機械的性質の因果関係を解明する。さらに、合金組成-組織因子-機械的性質の関係を解明し、超高強度・高延性 Mg 合金創製のための合金設計指針を構築する。

3. 研究の方法

[(1) Mg-Gd-Al 基合金の結晶粒径に及ぼす合金元素添加量の影響]

Mg-8.0Gd-4.0Y-1.2Zn (wt.%) 合金鑄造材中の Al 添加量を 0%, 0.2%, 0.5%, 1.0% と変化させ、EBSD 法を用いて検討合金の結晶粒径に及ぼす Al 添加量の影響を調べ、SEM 観察によって、化合物の量や大きさも調べた。また、Zn 未添加の Mg-8.0Gd-4.0Y-1.0Al (wt.%) 合金も溶製し、結晶粒径や化合物の量や大きさを比較した。

[(2) 時効硬化特性に及ぼす合金元素添加量の影響]

Mg-8.0Gd-4.0Y (wt.%) 合金の時効硬化特性に及ぼす Al 添加量の影響や Zn 添加の影響を調べた。Al 添加量は 0%, 0.2%, 0.5%, 1% まで変化させ、Zn 添加量は 1.2% とした。また、比較として、Zn 未添加の Mg-8.0Gd-4.0Y-1.0Al (wt.%) 合金も溶製し、時効硬化能に及ぼす Zn 添加の影響を調べた。

[(3) 展伸加工材の組織因子と機械的性質の因果関係の解明]

Mg-8.0Gd-4.0Y-(0, 0.5, 1.0)Al-(0, 1.2)Zn (wt.%) 合金に押し出し加工を施し、押し出し材の

機械的性質を引張試験により評価した。また、押し出し材のマイクロ組織も評価し、押し出し材の引張特性に及ぼす組織因子の影響を検討した。

4. 研究成果

図 1 に、Mg-8.0Gd-4.0Y-xAl-yZn (wt.%, $x=0.2, 0.5, 1.0, y=0, 1.2$) 合金鑄造まま材の逆極点図マップを示す。Al 添加量が 0.2% の場合、鑄造材の結晶粒径 (d_{avg}) は $200\mu\text{m}$ 以上と粗大である。一方、Al を 0.5% 以上添加すれば、鑄造まま材の結晶粒径を $100\mu\text{m}$ 以下にまで微細化できることがわかった。また、図 2 に示す Mg-8.0Gd-4.0Y-(0.5, 1.0)Al-0.5Zn 合金鑄造まま材の二次電子像から分かるように、Al 添加量が 0.5% の場合、 Al_2Gd の直径を $10\mu\text{m}$ 以下に抑えることができることもわかった。

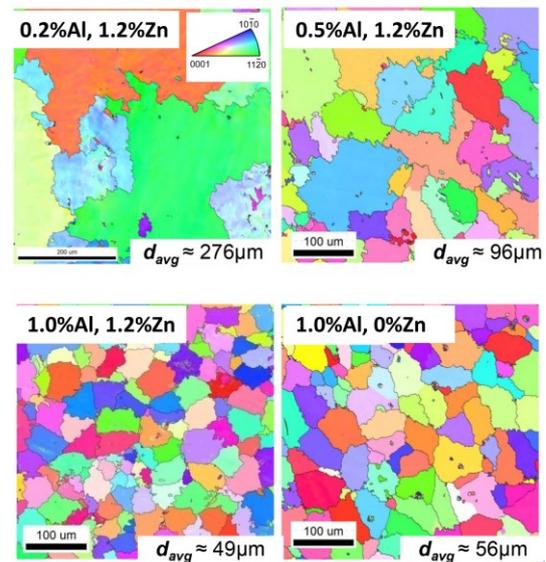


図 1 Al および Zn 添加量の異なる Mg-8.0Gd-4.0Y (wt.%) 合金鑄造まま材の逆極点図マップ

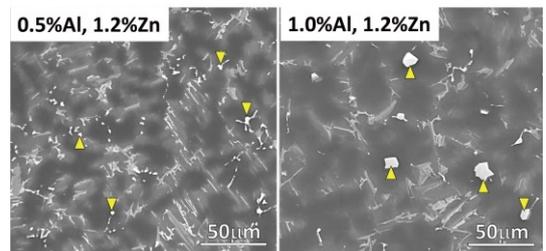


図 2 0.5% もしくは 1.0% の Al を添加した Mg-8.0Gd-4.0Y-1.2Zn (wt.%) 合金鑄造まま材の二次電子像

図 3 に、Mg-8.0Gd-4.0Y-1.0Al (wt.%) 合金鑄造まま材および 515°C 均質化処理材の光学顕微鏡像を示す。一般的に、Mg-HRE-Zr 基合金の結晶粒径は、 500°C 程度の均質化処理によって、 $100\mu\text{m}$ 程度にまで粗大化する。一方、Al を含む検討合金は、 515°C という高温の均質化処理後も、結晶粒径がほとんど粗大化しないことを確認した。

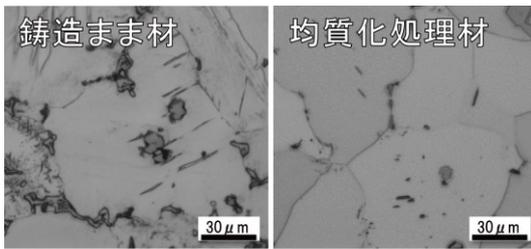


図 3 Mg-8.0Gd-4.0Y-1.0Al-1.2Zn (wt.%) 合金铸造まま材および 515°C均質化処理材の光学顕微鏡像。

図 4 に、Mg-8.0Gd-4.0Y-xAl-yZn(wt.%, x=0.2, 0.5, 1.0, y=0, 1.2)合金均質化処理材の 200°Cでの時効硬化特性を示す。Al 添加量を増やすと Al₂Gd の体積率が増加するため、時効硬化能は若干低下する。また Zn の添加でも、時効硬化特性は低下する。ただし、Al と Zn を含む Mg-Gd-Y-Al-Zn 合金でも、ΔHV=35 程度の十分な時効硬化を示すことを確認した。

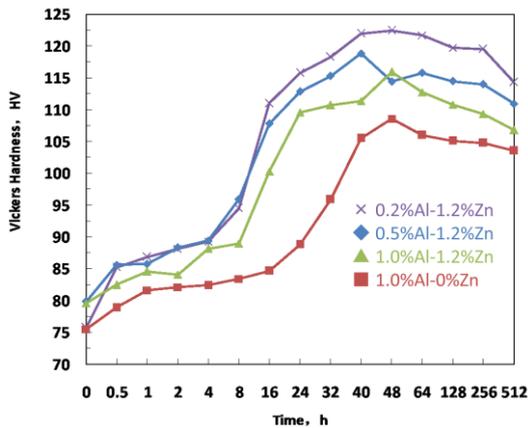


図 4 Al および Zn 添加量の異なる Mg-8.0Gd-4.0Y(wt.%)合金均質化処理材の時効硬化特性

上述の通り、Al 添加量が 0.5wt.%以上の場合には、铸造材の結晶粒径を十分に微細化できる。また、Al を添加しても、高い時効硬化を示すことも分かった。そこで、Mg-8.0Gd-4.0Y-0.5Al-1.2Zn, Mg-8.0Gd-4.0Y-1.0Al-1.2Zn, Mg-8.0Gd-4.0Y-1.0Al (wt.%)合金を溶製し、押し出し加工に供した。また、比較として、Al 未添加の Mg-8.0Gd-4.0Y-1.2Zn 合金も溶製し、押し出し加工に供した。これらの合金押し出し材の引張特性と組織因子を調べ、高強度・高延性化に必要な組織因子の抽出を行った。図 5 に、押し出しまま材の光学顕微鏡像を示す。Zn を添加した合金は、再結晶粒と押し出し方向に伸長した未再結晶粒が混在したバイモーダルな組織を形成する。Al 添加量に関わらず、再結晶粒径は 2μm 程度である。一方、Al 添加量が増えるにつれて、未再結晶粒の面積率は減少する。Zn 未添加の Mg-8.0Gd-4.0Y-1.0Al 合金押し出し材は、全領域が再結晶した均一な組織を形成するが、再結晶粒径は 10μm と粗大である。

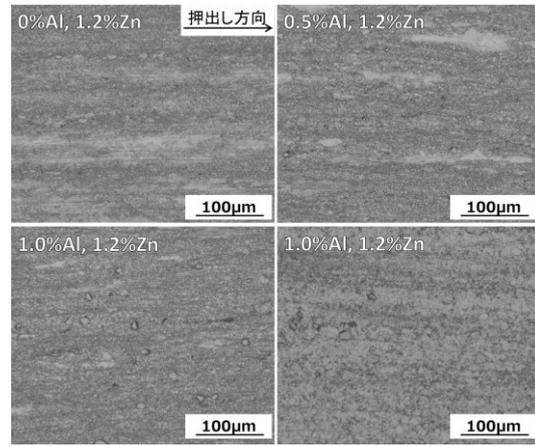


図 5 Al および Zn 添加量の異なる Mg-8.0Gd-4.0Y(wt.%)合金押し出しまま材の光学顕微鏡像

図 6 に、検討合金押し出しまま材の引張応力-ひずみ曲線を示す。未再結晶粒の最も多い Mg-8.0Gd-4.0Y-1.2Zn 合金の強度特性が最も高く、434MPa の引張強さと 368MPa の 0.2% 耐力を示す。Al 添加量の増加、すなわち、未再結晶粒の面積率が低下するにつれて、強度特性は低下するものの、破断伸びは向上する。全領域が再結晶した Mg-8.0Gd-4.0Y-1.0Al 合金の破断伸びは 18% と高いものの、引張強さおよび 0.2% 耐力は、それぞれ 341MPa および 270MPa と、検討合金の中で最も低い。

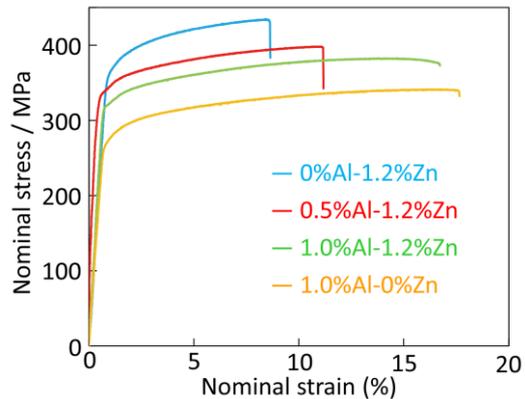


図 6 Al および Zn 添加量の異なる Mg-8.0Gd-4.0Y(wt.%)合金押し出しまま材の引張応力-ひずみ曲線

以上のように、Al や Zn 添加量の異なる合金に押し出し加工を施し、組織と引張特性を評価した結果、Mg-HRE 基合金の高強度化には、未再結晶粒が重要な役割を持つことを明らかにした。また、Mg-HRE 基合金への Zn の添加は、展伸加工中の動的再結晶の抑制に有効であることも示した。

5. 主な発表論文等

(研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線)

[雑誌論文] (計 17 件) 全て査読有

1. W.T. Sun, X.G. Qiao, M.Y. Zheng, Y. He, N. Hu, C. Xu, N. Gao, M.J. Starink, "Exceptional grain refinement in a Mg alloy during high pressure torsion due to rare earth containing nanosized precipitates", *Materials Science and Engineering: A*, 728 (2018) 115-123. DOI: 10.1016/j.msea.2018.05.021
2. W.T. Sun, X.G. Qiao, M.Y. Zheng, C. Xu, S. Kamado, X.J. Zhao, H.W. Chen, N. Gao, M.J. Starink, "Altered ageing behaviour of a nanostructured Mg-8.2Gd-3.8Y-1.0Zn-0.4Zr alloy processed by high pressure torsion", *Acta Materialia*, 151 (2018) 260-270. DOI: 10.1016/j.actamat.2018.04.00
3. C. Xu G.H. Fan, T. Nakata, X. Liang, Y. Q. Chi, X.G. Qiao G.J. Cao T.T. Zhang, M. Huang, K.S. Miao, M.Y. Zheng, S. Kamado, H.L. Xie, "Deformation behavior of ultra-strong and ductile Mg-Gd-Y-Zn-Zr alloy with bimodal microstructure", *Metallurgical and Materials Transactions A*, 49 (2018) 1931-1947. DOI: 10.1007/s11661-018-4507-5
4. Z. Yu, C. Xu, J. Meng, X. Zhang, S. Kamado, "Microstructure evolution and mechanical properties of as-extruded Mg-Gd-Y-Zr alloy with Zn and Nd additions", 713 (2018) 234-243. DOI: 10.1016/j.msea.2017.12.070
5. H.S. Jiang, X.G. Qiao, M.Y. Zheng, K.Wu, C. Xu, S.Kamado, "The partial substitution of Y with Gd on microstructures and mechanical properties of as-cast and as-extruded Mg-10Zn-6Y-0.5Zr alloy", 135 (2018) 96-103. DOI: 10.1016/j.matchar.2017.11.025
6. H. Jiang, X. Qiao, C. Xu, S. Kamado, K. Wu, M.Y. Zheng, "Influence of size and distribution of W phase on strength and ductility of high strength Mg-5.1Zn-3.2Y-0.4Zr-0.4Ca alloy processed by indirect extrusion", 34 (2018) 277-283. DOI: 10.1016/j.jmst.2017.11.022
7. T. Nakata, C. Xu, R. Ajima, Y. Matsumoto, K. Shimizu, T.T. Sasaki, K. Hono, S. Kamado, "Improving mechanical properties and yield asymmetry in high-speed extrudable Mg-1.1Al-0.24Ca (wt%) alloy by high Mn addition", *Materials Science and Engineering: A*, 712 (2018) 12-19. DOI: 10.1016/j.msea.2017.11.085
8. W.T. Sun, C. Xu, X.G. Qiao, M.Y. Zheng, S. Kamado, N. Gao, M.J. Starink, "Evolution of microstructure and mechanical properties of an as-cast Mg-8.2Gd-3.8Y-1.0Zn-0.4Zr alloy processed by high pressure torsion", *Materials Science and Engineering: A*, 700 (2017) 312-320. DOI: 10.1016/j.msea.2017.05.115
9. W.T. Sun, X.G. Qiao, M.Y. Zheng, C. Xu, N. Gao, M.J. Starink, "Microstructure and mechanical properties of a nano structured Mg-8.2Gd-3.8Y-1.0Zn-0.4Zr supersaturated solid solution prepared by high pressure torsion", *Materials & Design*, 135 (2017) 366-376. DOI: 10.1016/j.matdes.2017.09.048
10. Z. Yu, C. Xu, J. Meng, X. Zhang, S. Kamado, "Effects of pre-annealing on microstructure and mechanical properties of as-extruded Mg-Gd-YZn-Zr alloy", *Journal of Alloys and Compound*, 729 (2017) 627-637. DOI: 10.1016/j.jallcom.2017.09.214
11. J.B. Zhang, L.B. Tong, C. Xu, Z.H. Jiang, L.R. Cheng, S. Kamado, H.J. Zhang, "Influence of Ca-Ce/La synergistic alloying on the microstructure and mechanical properties of extruded Mg-Zn alloy", 708 (2017) 11-20. DOI: 10.1016/j.msea.2017.09.11
12. Z. Yu, C. Xu, J. Meng, X. Zhang, S. Kamado, "Microstructure evolution and mechanical properties of a high strength Mg-11.7Gd-4.9Y-0.3Zr (wt%) alloy prepared by pre-deformation annealing, hot extrusion and ageing", *Materials Science and Engineering: A*, 703 (2017) 348-358. DOI: 10.1016/j.msea.2017.06.096
13. C. Xu, T. Nakata, K. Oh-ishi, T. Homma, T. Ozaki, S. Kamado, "Improving creep property of Mg-Gd-Zn alloy via trace Ca addition", *Scripta Materialia*, 139 (2017) 34-38. DOI: 10.1016/j.scriptamat.2017.06.012
14. C. Xu, T. Nakata, X. Qiao, M.Y. Zheng, K. Wu, S. Kamado, "Effect of LPSO and SFs on microstructure evolution and mechanical properties of Mg-Gd-Y-Zn-Zr alloy", *Scientific Reports*, 7 (2017) 1-10. DOI: 10.1038/srep40846
15. C. Xu, T. Nakata, X. Qiao, M.Y. Zheng, K. Wu, S. Kamado, "Ageing behavior of extruded Mg-8.2Gd-3.8Y-1.0Zn-0.4Zr (wt.%) alloy containing LPSO phase and γ' precipitates", *Scientific Reports*, 7 (2017) 1-12. DOI: 10.1038/srep43391
16. C. Xu, T. Nakata, X.G. Qiao, H.S. Jiang, W.T. Sun, Y.C. Chi, M.Y. Zheng, S. Kamado, "Effect of extrusion parameters on microstructure and mechanical properties of Mg-7.5Gd

-2.5Y-3.5Zn-0.9Ca-0.4Zr (wt%) alloy”,
Materials Science and Engineering: A,
685 (2017) 159-167. DOI: 10.1016/
j.msea.2016.12.121

17. C. Xu, J.P. Pan, T. Nakata, X.G. Qiao,
Y.Q. Chi, M.Y. Zheng, “Hot compression
deformation behavior of Mg-9Gd-2.9Y
-1.9Zn-0.4Zr-0.2Ca (wt%) alloy”, 124
(2017) 40-49. DOI: 10.1016/j.matchar.
2016.11.036

[学会発表] (計 7件)

1. 中田大貴, 岸拓也, 徐超, 鎌土重晴, 才川清二, 「優れた耐熱性と铸造性を備えた汎用 Mg-Al-Ca-Zn 合金」, 第 25 回マグネシウム技術研究発表会「国内外のマグネシウム新材料研究」, 機械振興会館 6-65 室, 2018 年 2 月 7 日 (水) (招待講演)
2. 中田大貴, 徐超, 佐々木泰祐, 鎌土重晴, 「Mg-3.0Al-0.4Mn(wt.%)合金圧延材の諸性質に及ぼす Ca および Zn 添加の影響」, 軽金属学会第 133 回秋期大会、宇都宮大学陽東キャンパス, 2017 年 11 月 5 日(日)
3. T. Nakata, C. Xu, K. Shimizu, S. Hanaki, T.T. Sasaki, K. Hono, S. Kamado, “High-speed extrusion of newly developed Mg-Al-Ca-Mn alloys with age-hardenability and high strength”, The 7th Asian Symposium on Magnesium Alloys (ASMA7), Seoul, Korea, June 11-13, 2017 (招待講演) (国際学会)
4. Y. Matsumoto, T. Nakata, C. Xu, T.T. Sasaki, S. Kamado, “Effect of rolling temperature on stretch formability on the Mg-3Al-2Zn-0.5Ca-0.3Mn (wt.%) alloy sheet”, The 7th Asian Symposium on Magnesium Alloys (ASMA7), Seoul, Korea, June 11-13, 2017 (ポスター発表) (国際学会)
5. T. Nakata, C. Xu, T.T. Sasaki, S. Kamado, “Texture weakening and enhancing formability in a commercial Mg-3Al-0.4Mn (wt.%) alloy sheet via synergetic Zn and Ca additions”, The 7th Asian Symposium on Magnesium Alloys (ASMA7), Seoul, Korea, June 11-13, 2017 (ポスター発表) (国際学会)
6. C. Xu, T. Nakata, M.Y. Zheng, S. Kamado, “Development of Ultra-High Strength and Ductile Mg-Gd-Y-Zn-Zr Alloys by Extrusion with Forced Air Cooling”, Magnesium Technology 2017, TMS 2017 146th ANNUAL MEETING & EXHIBITION, February 26 - March 6, 2017, San Diego, California, USA (国際学会)
7. 徐超, 「Mg-Gd-Y-Zn-Zr 合金押し出し材の時効析出および機械的性質に及ぼす均質化処理条件の影響」, 軽金属学会第 130

回春期大会, 大阪大学吹田キャンパス,
2016 年 5 月 26 日 (日)

[図書] (計 0 件)

[産業財産権]

○出願状況 (計 0 件)

名称:
発明者:
権利者:
種類:
番号:
出願年月日:
国内外の別:

○取得状況 (計 0 件)

名称:
発明者:
権利者:
種類:
番号:
取得年月日:
国内外の別:

[その他]

ホームページ:

6. 研究組織

(1) 研究代表者

Xu Chao (Xu, Chao)
長岡技術科学大学・工学部・助教
研究者番号: 00774184

(2) 研究分担者

()

研究者番号:

(3) 連携研究者

()

研究者番号:

(4) 研究協力者

()