

科学研究費助成事業（科学研究費補助金）研究成果報告書

平成 25 年 4 月 26 日現在

機関番号：82626

研究種目：基盤研究（C）

研究期間：2010～2012

課題番号：22605007

研究課題名（和文） Mg-Zn-RE 合金の衝撃安全特性および破壊メカニズムの解明

研究課題名（英文） Deformation mechanisms of Mg-Zn-RE alloys under static and dynamic strain ranges

研究代表者

千野 靖正（CHINO YASUMASA）

独立行政法人産業技術総合研究所・サステナブルマテリアル研究部門・研究グループ長

研究者番号：50357498

研究成果の概要（和文）：板幅方向に c 軸が 35° 傾く特異な集合組織を有し、それに起因して優れた室温成形性を示す Mg-Zn-RE 合金圧延材を対象として、その引張り変形特性を準静的～動的歪み速度域において調査した。その結果、機械的特性および塑性異方性の歪み速度依存性を明らかにすることに成功した。また、上記研究と並行して Mg-Zn-RE 合金圧延材の圧延中の集合組織形成メカニズムや、圧延材の集合組織形成に及ぼす添加元素濃度の影響を明らかにした。

研究成果の概要（英文）：Tensile deformation properties of Mg-Zn-RE alloy sheets, which have a unique texture with 35° inclined basal poles and an excellent room-temperature formability, were investigated under quasi-static and dynamic strain ranges. As a result, dependences of strain rate on mechanical properties and plastic anisotropies for Mg-Zn-RE alloys sheets were clarified. In addition, texture formation mechanisms of Mg-Zn-RE alloy sheets and effects of element concentrations on texture formation of Mg-Zn-RE alloy sheets were clarified.

交付決定額

（金額単位：円）

	直接経費	間接経費	合計
2010 年度	1,500,000	450,000	1,950,000
2011 年度	1,100,000	330,000	1,430,000
2012 年度	900,000	270,000	1,170,000
年度			
年度			
総計	3,500,000	1,050,000	4,550,000

研究分野：時限

科研費の分科・細目：元素戦略

キーワード：マグネシウム合金・集合組織・機械的特性・成形性・結晶方位・希土類元素

1. 研究開始当初の背景

マグネシウムは実用金属の中で最も低密度であり、優れた比強度を示し、金属特有の易リサイクル性を有するとともに資源も豊富に存在することから、次世代の構造用ユビキタス元素として認識されている。現在、マグネシウムの輸送機器部材への適用は、ステアリングホイール等の casting 部品に限定され

ている。一方、輸送機器（自動車）で最も高い重量比を占める部位はボディー・シャーシであり、今後、マグネシウム合金を輸送機器部材として積極的に導入するためには、ボディー・シャーシをマグネシウム合金展伸材で作製するための要素技術を開発することが不可欠である。その技術要素の一つとして、室温プレス成形可能なマグネシウム合金圧

延材を開発することが挙げられる。

マグネシウムの結晶構造は六方最密構造であり、その異方性により、室温ではc軸方向に変形することが困難である。また、圧延により作製されるマグネシウム合金板材には、強い底面集合組織が形成されるため、負の板厚歪みを含む2軸変形を室温で実施することが極めて難しいことが問題となっている。

近年、我々は、わずかに0.1~0.2wt%の軽希土類元素(RE)やカルシウムを微量添加したマグネシウム合金(例えば、Mg-1.5Zn-0.2Ce合金(wt%))を熱間・温間圧延に供し、その後焼鈍すると、c軸が板幅(TD)方向に対して35°傾いた特異な底面集合組織(TD-split texture)が形成されることを見出している。

TD-split textureを形成する本合金(以後Mg-Zn-RE合金と記載する)の室温張り出し成形性はアルミニウム合金の特性に匹敵する(エリクセン値:8.0以上)。そのため、高い比強度特性と優れた室温プレス成形性を兼ね備えた新しいマグネシウム合金圧延材として注目されている。

2. 研究の目的

輸送機器にMg-Zn-RE合金圧延材を適用することを想定した場合、その室温成形性や、準静的な機械的特性のみならず、衝撃速度下(動的歪み速度域)の機械的特性を明らかにする必要がある。

そこで、本研究では、Mg-Zn-RE合金圧延材(代表組成:Mg-1.5Zn-0.2Ce合金(wt%))の衝突安全特性を明らかにすることを目的として、準静的歪み速度域(歪み速度: 10^{-3} s $^{-1}$)と動的歪み速度域(10^3 s $^{-1}$)における機械的特性を調査した。

なお、マグネシウムの破壊メカニズムは、変形双晶や局所変形帯の形成と密接に関係することが知られている。そこで、準静的歪み速度域および動的歪み速度域の変形を加えた試料を対象として、変形前後の組織変化を調査することにより、当該合金圧延材の変形メカニズムを調査した。

また、Mg-Zn-RE合金圧延材の有する特異な集合組織(TD-split texture)の形成メカニズムを調査した。さらに、Mg-Zn-RE合金圧延材の集合組織形成や室温成形性に及ぼす添加元素濃度の影響を調査した。

3. 研究の方法

研究の第一段階では、Mg-Zn-RE合金圧延材の集合組織形成メカニズムを調査した。次に、Mg-Zn-RE合金圧延材の準静的歪み速度域及び動的歪み速度域での機械的特性を調査し、それと並行して変形前後の組織変化を調査した。最後に、Mg-Zn-RE合金圧延材の集合組織形成過程および室温成形性に及ぼ

す添加元素濃度の影響を調査した。

準静的歪み速度域での機械的特性を調査する際には、汎用引張り試験機を用いて、室温引張り特性を評価した。動的歪み速度域での機械的特性を調査する際には、高速引張り試験機(島津製作所製:ハイドロショットHITS-T10)を用いて室温引張り特性を調査した。集合組織形成メカニズムおよび材料変形メカニズムを調査する際には、XRD(Schultzの反射法)による集合組織測定や、電子線後方散乱回折法(EBSD法)による方位解析を利用した。

4. 研究成果

(2010年度)

Mg-Zn-RE合金圧延材の集合組織が機械的特性に及ぼす影響を調査するための基礎情報を得るために、Mg-1.5Zn-0.2Ce合金(wt%)圧延材の集合組織形成メカニズムを調査した。

本合金は低温(400°C未満)で圧延すると底面が圧延面に平行に配列する集合組織を形成し、高温(450°C以上)で圧延すると底面が板幅方向に35°傾く集合組織(TD-split texture)を形成することが分かっている。ここでは、異なる試料温度で圧延した試料を供試材とし、熱処理前後の結晶方位分布をEBSD法により測定し、圧延材の結晶方位変化を評価した。以後、試料温度450°Cで圧延した試料を高温圧延材、試料温度390°Cで圧延した試料を低温圧延材と呼ぶこととする。

EBSD法による組織解析の結果、熱処理前の高温圧延材の組織には、TD-split textureを形成する粗大結晶粒(平均結晶粒径:40 μ m)が数多く確認された。また、粗大結晶粒内部には多くの双晶が観察された。一方、熱処理前の低温圧延材には、高温圧延材と比較して微細な結晶粒が観察された(平均結晶粒径:24 μ m)。なお、TD-split textureを形成する結晶群の割合は、高温圧延材と比較するとわずかであった。

熱処理初期の高温圧延材の組織を観察した結果、粗大結晶粒が双晶を境界として分断され、分断された結晶粒が粒成長により等軸結晶に変化する様子が観察された。

一連の実験結果より、TD-split textureの起源は、高温圧延中に形成される特異な方位を有する粗大結晶粒であり、熱処理に伴う結晶粒の分断とその粒成長の過程でTD-split textureを構成する結晶群が構成されることが明らかとなった。

(2011年度)

Mg-Zn-RE合金圧延材の準静的歪み速度域及び動的歪み速度域での機械的特性を調査した。Mg-1.5Zn-0.2Sm合金(wt%)押出し材(60 \times 50 \times 5.0 mm 3)を供試材とし、試料温度

450°C、圧下率 20%/pass で厚み 1.0mm まで圧延を行い、圧延後に 350°C、90 分の焼鈍を行った試料を調査用試料とした。

準静的歪み速度域(10^{-3} s^{-1})で引張り試験を行った結果、圧延(RD)方向に変形した試料は、引張り強度(UTS)187 MPa、降伏応力(YS) 86 MPa、破断伸び(FE) 25%を示し、TD 方向に変形した試料は UTS 203 MPa、YS 77 MPa、FE 32 %を示した。動的歪み速度域 (10^3 s^{-1})で試験を行った結果、RD 方向に変形した試料は UTS 308 MPa、YS 252 MPa、FE 22%を示し、TD 方向に変形した試料は UTS 291 MPa、YS 160 MPa、FE 32 %を示した。この様に、歪み速度に依存せず、TD 方向に変形すると相対的に低い YS と高い FE が得られた。また、動的歪み速度域では、準静的な歪み速度域と比較して、YS 及び UTS の顕著な増加が確認された。

次に、引張り試験後の試料断面を EBSD 法により測定し、試験中の組織変化を調査した。その結果、準静的歪み速度域で試験を行った試料には高密度の局所変形帯が観察された。一方、動的歪み速度域で試験を行った試料には高密度の局所変形帯は観察されなかった。この様に、歪み速度の大小に伴い変形メカニズムが遷移することが確認された。

(2012 年度)

Mg-Zn-Ca 合金を対象として、添加元素濃度を変えた際の集合組織変化、機械的特性、室温成形性を調査した。なお、Mg-Zn-Ca 合金の集合組織は Mg-Zn-Ce 合金とは異なる温度依存性を示し、比較的低温 (試料温度: 400°C 以下) で圧延を行っても TD-split texture が発現することが分かっている。そのため、試料作製に際しては、試料温度を 300~380°C に設定して圧延を行うこととした。圧延時の圧下率は 20%/pass とし、厚み 5.0mm から 1.0mm まで圧延を行った。最後に 350°C、90 分の条件で焼鈍を行った。

Ca 濃度を 0.1wt% に固定し、Zn 濃度を変化させた合金の特性を調査した結果、Zn 濃度を 1.5~4.0wt% に設定すると TD-split texture が現れることが確認された。一方、Zn 濃度を 6.0wt% 以上に設定すると TD-split texture が消滅し、ピーク強度は低いものの、c 軸が ND 軸に揃う集合組織が現れることが確認された。なお、Zn 濃度を 1.5wt% から 3wt% に増加すると、高い室温張り出し成形性 (エリクセン値 8.0 以上) を確保しつつ、降伏応力が 15~20MPa 増加することが確認された。

次に、Zn 濃度を 3.0wt% に固定し、Ca 濃度を変化させた合金の特性を調査した結果、Ca 濃度を 0.8wt% 以上に設定すると室温成形性が著しく劣化することが確認された。また、第 4 元素添加の影響を調査した結果、微量の

Sr と Zr を添加した合金 (Mg-3Zn-0.1Ca-0.1Sr-0.3Zr 合金(wt%)) が Mg-1.5Zn-0.1Ca 合金(wt%) と同等の室温成形性を示しつつ、約 80MPa 高い降伏応力を示すことを確認し、それが結晶粒微細化に起因することを明らかにした。

また、開発合金と同等の室温成形性を示す汎用 Mg 合金 (AZ31 合金高温圧延材: 弊所開発) の機械的特性を調査した結果、開発合金 (Mg-Zn-Ca-Sr-Zr 合金) の降伏応力が汎用 Mg 合金 (AZ31 合金高温圧延材) の降伏応力とほぼ同じであることが確認された。

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 3 件)

- ① Y. Chino, T. Ueda, Y. Otomatsu, K. Sassa, X. Huang, K. Suzuki and M. Mabuchi, Effects of Ca on tensile properties and stretch formability at room temperature in Mg-Zn and Mg-Al alloys, MATERIALS TRANSACTIONS, 査読有、52 巻、2011、1477-1482
DOI:10.2320/matertrans.M2011048
- ② Y. Chino, D. Nishihara, T. Ueda and M. Mabuchi, Effects of hydrogen on the mechanical properties of pure magnesium, MATERIALS TRANSACTIONS, 査読有、52 巻、2011、1123-1126
DOI:10.2320/matertrans.MC201009
- ③ 千野靖正、佐々健介、黄新ショウ、鈴木一孝、馬渕守、Mg-Zn-Ca 合金圧延材の室温張り出し成形性に及ぼす亜鉛濃度の影響、日本金属学会誌、査読有、75 巻、2011、35-41
<http://dx.doi.org/10.2320/jinstmet.75.35>

[学会発表] (計 7 件)

- ① 千野靖正、Mg-Zn-Ca 系合金圧延材の機械的特性および室温成形性、日本機械学会 M&M2012 材料力学カンファレンス、2012/09/23、愛媛大学 (愛媛県)
- ② 千野靖正、Mg-Zn-Ca 合金圧延材の圧延特性及び室温成形性、日本金属学会 2012 年度秋期大会、2012/09/18、愛媛大学 (愛媛県)
- ③ 千野靖正、マグネシウム合金圧延材の室温成形性改善を指向した研究開発、第 46 回高性能 Mg 合金創成加工研究会講演会、2012/08/09、熊本大学 (熊本県)
- ④ 千野靖正、Sc を微量添加した Mg-Zn 合金圧延材の変形特性、日本金属学会 2012 年度春期講演大会、2012/03/29、横浜国立大学 (神奈川県)

- ⑤ Y. Chino, Enhanced room temperature formability of Mg alloy sheets by dilute Ce addition in Mg-Zn, International Symposium on EcoTopia Science、2011/12/10、名古屋大学 (愛知県)
- ⑥ 千野靖正、Mg-Zn-Ce合金圧延材の室温成形性と集合組織の関係、日本塑性加工学会第62回塑性加工連合講演会、2011/10/28、ホテル日航豊橋 (愛知県)
- ⑦ Y. Chino, Relationships between sheet formability, microstructure and texture of the rolled Mg-Zn-Ce alloys, The 4th Asian Symposium on Magnesium Alloys, 2011/10/04, Paradise Hotel (釜山、韓国)

6. 研究組織

(1) 研究代表者

千野 靖正 (CHINO YASUMASA)

独立行政法人産業技術総合研究所・サステナブルマテリアル研究部門・研究グループ長

研究者番号：50357498