

## 科学研究費助成事業（学術研究助成基金助成金）研究成果報告書

平成25年 6月26日現在

機関番号：13102
研究種目：挑戦的萌芽研究
研究期間：2011～2012
課題番号：23656455
研究課題名（和文） 規則型ナノ析出物によるマグネシウム合金板の双晶変形制御とその室温成形への展開
研究課題名（英文） Suppression of twin deformation by ordered nano-scale precipitate and its application to room temperature forming
研究代表者
鎌土 重晴（KAMADO SHIGE HARU）
長岡技術科学大学・工学部・教授
研究者番号：30152846

## 研究成果の概要（和文）：

汎用型希薄 Mg-Al-Ca 合金を用い、①高温・高圧下率の高速粗圧延により動的再結晶を促進させ、②最後の1パスのみ低温・低圧下率の高速仕上げ圧延を行うことにより動的析出を伴った動的再結晶を促進させ、結晶粒径を 2 $\mu\text{m}$  以下にまで微細化させることに成功した。その結果、圧延まま材でも、異方性が少なく、自動車用ボディパネル材に使用されている Al 合金に匹敵する引張特性と、良好な室温曲げ特性が得られる。

## 研究成果の概要（英文）：

Dynamic recrystallization was promoted by high speed rolling at higher temperature and higher reduction ratio and furthermore, dynamic recrystallization with the dynamic precipitation was induced by 1-pass high speed finish rolling at lower temperature and lower reduction ratio, providing the grain size less than 2 $\mu\text{m}$ . As a result, the as-rolled sample exhibits almost isotropic and comparable tensile properties with Al alloy used for automotive body panel materials, and a good room temperature bending characteristics after annealing.

## 交付決定額

(金額単位：円)

	直接経費	間接経費	合計
交付決定額	3,100,000	930,000	4,030,000

## 研究分野：材料工学

科研費の分科・細目：材料加工・処理

キーワード：マグネシウム合金、熱間圧延、動的再結晶、結晶粒径、規則 GP ゾーン、双晶変形、プレス成形、機械的性質

## 1. 研究開始当初の背景

マグネシウム（以下 Mg）合金の変形は、室温では底面すべりが支配的で、柱面や錐面のすべり変形が生じにくいいため、独立な変形機構が2つしか存在せず、そのため三次元的な成形加工が困難となっている。室温で底面すべりが生じるために必要な応力は 0.6～0.7MPa と言われ、次に低いのが引張双晶変形の 3MPa 程度で、そのため、双晶も容易に発生する。その界面に転位が堆積し、破壊が生じるため、成形加工が困難となる。

Mg 合金の場合、圧延後に六方晶の底面が

圧延方向と平行となるため、圧延板製造後、張出し成形や深絞り成形のように、板厚方向に引張応力が負荷されると双晶が容易に発生し、その界面で破壊するため、成形性が著しく損なわれてしまう。双晶変形は、原子のシャッフルにより生じる。引張双晶の場合、c軸が 86.2°傾く双晶変形であり、その界面で転位は完全にトラップされ、破壊に至る。この現象の克服には、双晶の発生を抑制することが重要となる。

## 2. 研究の目的

上述したように、マグネシウム合金の圧延板を室温で成形加工すると、双晶が発生することで成形性が著しく損なわれる。この現象を克服するには、①原子のシャッフルにより生じる双晶の発生を抑制し、②非底面すべりを活性化させることが重要となる。このシャッフルを抑制できれば、室温で塑性変形ができる可能性が極めて高い。そこで本研究では、積層欠陥や GP ゾーン、微細析出物を母相に均一に分散させ、かつ結晶粒微細化を図り、室温成形可能なマグネシウム合金板材製造プロセス条件の最適化を目指した。具体的には、「規則型析出物」を母相に均一分散可能な Mg-RE-Zn-Zr (RE：希土類元素) 合金、Mg-Al-Ca 合金の 2 種類の合金系を溶製し、双晶形成時に生じる原子のシャッフル抑制に効果的で、かつ結晶粒微細化にも有効な熱間圧延加工および熱処理条件を最適化することを試みた。

### 3. 研究の方法

室温成形時に発生する双晶を抑制するとともに、非底面すべりを活性化する方法として、以下の 2 つのマイクロ組織因子を制御する方法がある：(1) 圧延工程で結晶粒を極力微細化する。(2) 積層欠陥や微細析出物を母相に均一に分散する。その目的を達成するため、まず Mg-2~4Zn-1RE-0.5Zr (wt%) 合金を用い、圧延機により圧延した。圧延前に合金元素を均一分散させる目的で行う最適均質化処理条件を、既存の示差走査熱分析結果をもとに決定した。この熱処理時に、母相に均一に析出物を形成させる。圧延工程は (i) 粗圧延および (ii) 仕上げ圧延工程に分けて行い、粗圧延では高温で 50% 近い大圧下で加工を行うことで、結晶粒微細化を促進させた。仕上げ圧延では、低温・高速圧延により動的析出を伴った動的再結晶により結晶粒微細化を達成するとともに、深絞り成形性評価に用いる素材の板厚 2mm まで圧延した。圧延後、深絞り試験用装置にて、室温における成形能を評価した。

次に、Mg-Zn-RE-Zr 合金で得られた知見を基に、合金種を替えることで、析出相を規則 GP ゾーンとし、更に微細析出物を分散することで原子のシャッフルを抑制し、双晶発生を防ぐことを試みた。具体的には、Mg-Al-Ca 合金を選定した。本合金系では、Al の原子半径が Mg の原子半径よりも小さく、Ca の原子半径が Mg の原子半径よりも大きい。また、Al と Ca の熱力学的なポテンシャルは引力型を示すことから、1 原子層に Mg、Al、Ca が規則配列することで GP ゾーンが生成することがわかっている。これらの合金をスタート材料として、最適圧延条件の選定を行い、最適熱処理条件を選定した。

期間全体を通し、合金組成、圧延条件、熱

処理条件などの膨大な組み合わせの中から、これまで開発してきた Mg 合金の知見を基に、プロセスの最適化を図ることで室温成形可能な新プロセス条件を提案した。すなわち、本合金系では熱的安定性も兼ね備えた規則 GP ゾーンあるいは Mg-Al-Ca 系化合物が熱間加工中に動的析出し、それらの析出物が動的再結晶粒の粗大化を抑制するピン止め効果を発現するとともに、高温でも双晶変形を抑制するため、動的再結晶メカニズムそのものも、既存の Mg-Al-Zn 系合金とは異なり、再結晶粒のランダム配向化が促進される。従って、本研究ではこれらの動的再結晶メカニズムの解明に基づいて圧延加工条件の最適化を進めた。

### 4. 研究成果

まず、Mg-2~4Zn-1RE-0.5Zr 合金の圧延板 (F 材) を作製し、マイクロ組織、変形挙動、引張特性および成形性に及ぼす Zn 量や熱処理条件の影響を調べた。図 1 に示すように、Zn 量が少ないほど、圧延まま材 (F 材) のせん断帯領域が多くなり、均一な組織となる。圧

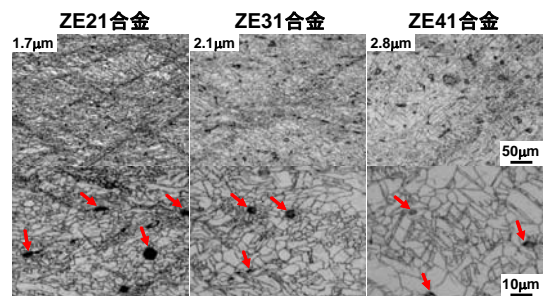


図 1 Mg-2~4%Zn-1%RE-0.5%Zr 合金圧延材の光顕組織。赤矢印は Mg-RE-Zn 化合物

延により Mg-RE-Zn 化合物は分散し、Zn 量の減少に伴って化合物サイズおよび面積率は小さくなるものの、再結晶核生成サイトとなる化合物が微細に分散するため、図 2 に示すように、化合物周りで動的再結晶が容易に生じ、化合物回りの再結晶粒の集合組織の集積

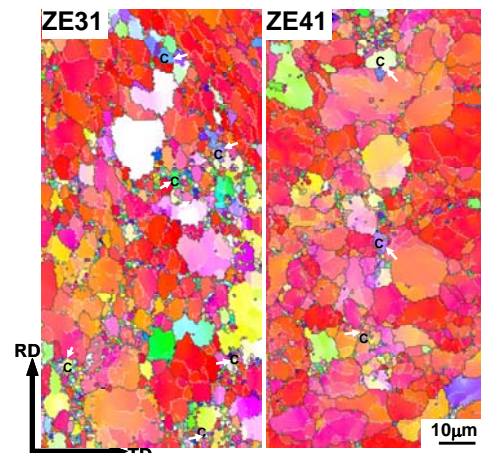


図 2 Mg-3, 4%Zn-1%RE-0.5%Zr 合金圧延材の IPF マップ。図中の c は Mg-RE-Zn 化合物

度は低下し、ランダム配向化が進む。その結果、図3に示すように、室温では焼なまし材（O材）の方がF材より流動応力が低く、伸びが大きいものの、250℃ではF材の方が圧延中の残留ひずみの効果も加わり、図4に示すように、変形初期から動的再結晶が生じや

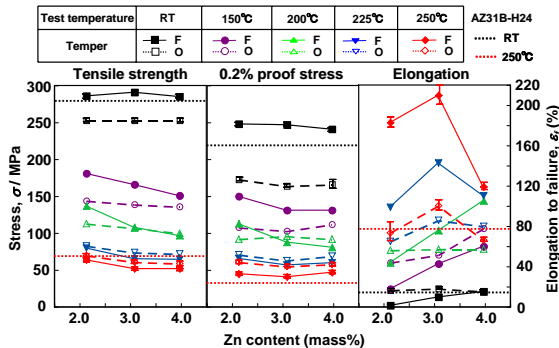


図3 Mg-3~4%Zn-1%RE-0.5%Zr合金圧延材の引張特性

すくなり、O材より低流動応力で変形し、伸びも大きくなる。特に、Znを3%添加した合金のF材では微細な動的再結晶粒が均一に分散し、それらが粒界すべりを促進し、250℃でも220%の高延性を示す。さらに、既存マグネシウム合金は通常250℃程度で深絞り成形されるが、本合金の175℃における限界深絞り値は2.3と、アルミニウム合金や鉄鋼材料と同等の値を示し、低温成形への可能性を見出した。

以上のように、微細分散化合物を利用した動的再結晶により結晶粒の微細化およびラ

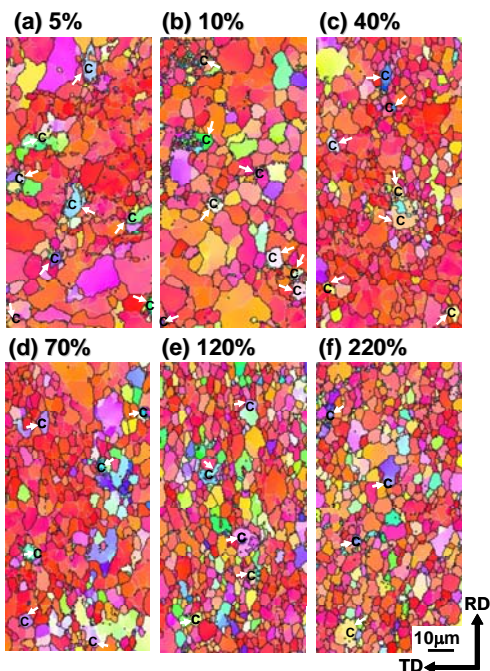


図4 Mg-3%Zn-1%RE-0.5%Zr合金圧延材の250℃引張試験中のIPFマップの変化

ンダム配向化が達成され、良好な延性および成形性が得られることを明らかにした。

次に、以上の成果をもとに、規則GPゾーンを析出する汎用型希薄Mg-Al-Ca合金を用いて、図5に示すような圧延工程にて、①動的な再結晶・析出を利用して結晶粒を均一・微細化させるとともに、②GPゾーンを母相に均一微細に分散させ、最終的に高強度・高延性化、さらには室温成形性の可能性を探索した。具体的な圧延工程として、(i)粗圧延では圧延ロール温度300℃、試料温度425℃~450℃、圧下率40%にて高速圧延し、動的再結晶を促進させるとともに、均一・微細な再結晶粒とし、(ii)仕上げ圧延を最後の1パスのみとして、圧延ロール温度および試料温度300℃、圧下率30%として高速圧延し、動的析出を伴った動的再結晶を促進させることにより、図6に示すように、再結晶粒を2µm以下にまで均一・微細にするとともに、

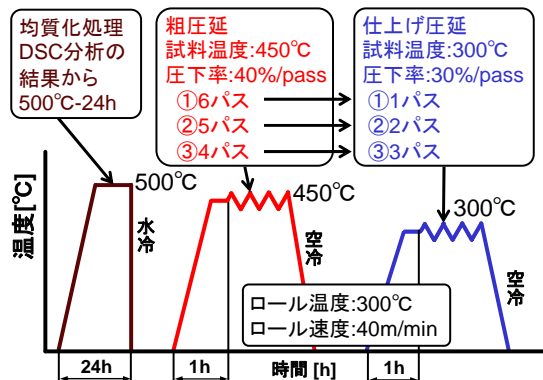


図5 Mg-Al-Ca-Mn希薄合金の圧延プロセス工程

結晶粒のランダム配向を達成した。その結果、Mg-0.3Al-0.15Ca-0.2Mn(mol%)希薄合金の圧延まま材でも、図7に示すように、圧延方向、板幅方向、圧延方向に対して45°方向の三方向で引張強さ280MPa~300MPa、0.2%耐力255~275MPa、破断伸び21%~24%と、面内異方性の少ない、ほぼ均質な引張特性が得られた。これらの特性値は自動車用ボディパネル材に使用されているアルミニウム合金並みの引張特性に匹敵する。さらに、その後の焼なまし処理により、室温でも曲率半径R=1mmで90°曲げが可能であることも明らかにした。

以上のように、Mg-Al-Ca-Mn希薄合金でも高温・高圧下率の圧延により動的再結晶を促進して均一・微細な動的再結晶粒を得た後、低温で1パス圧延することにより更なる結晶粒微細化と均質性を同時に達成できること、その結果、高強度・高延性・室温易加工性が得られることが判明した。これらの成果は、今後のマグネシウム合金板材創製のための指針となるものと確信する。

450-6+300-1材  $d_{rec}=1.8\mu m$     450-5+300-2材  $d_{rec}=1.6\mu m$     450-4+300-3材  $d_{rec}=1.7\mu m$

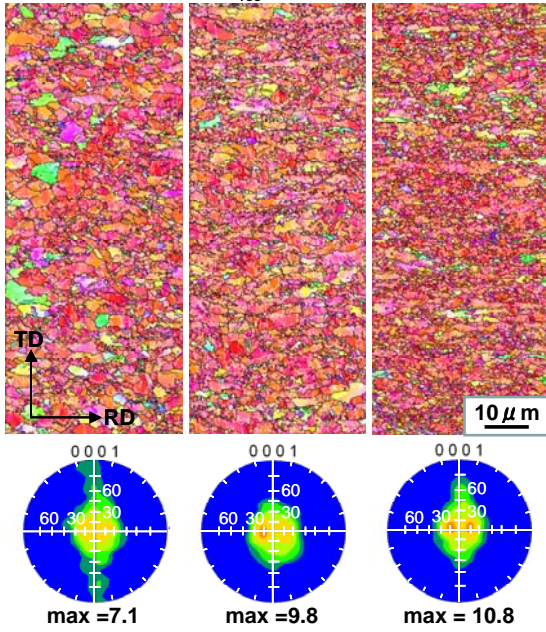


図6 Mg-Al-Ca-Mn 希薄合金圧延材の IPF マップおよび(0001)極点図

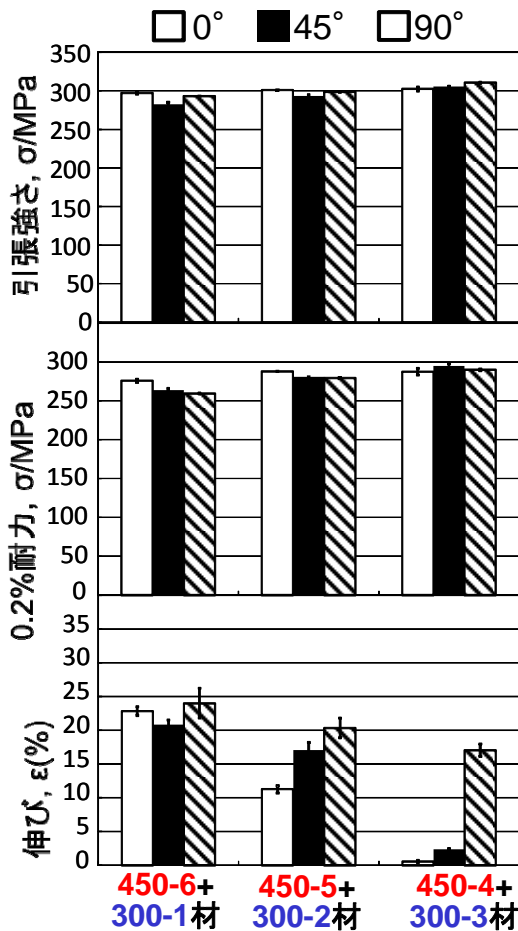


図7 Mg-0.3Al-0.15Ca-0.2Mn 希薄合金圧延材の圧延方向(0°)、板幅方向(90°)および圧延方向に対して45°方向における引張特性

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0件)

[学会発表] (計5件)

- (1) 徐世偉、上野顕路、大石敬一郎、鎌土重晴、本間智之:「Mg-Al-Ca-Mn 希薄合金のマイクロ組織および機械的性質に及ぼす圧延温度の影響」、軽金属学会第122回春期大会、九州大学伊都キャンパス、平成24年5月19日(土)
- (2) 栗原拓也、徐世偉、鎌土重晴: 「Mg-Al-Ca-Mn 系希薄合金圧延材のマイクロ組織と機械的性質」、日本金属学会北陸信越支部・日本鉄鋼協会平成24年度北陸信越支部連合講演会概要集、(2012)、福井工業大学、平成24年12月8日
- (3) 栗原拓也、鎌土重晴:「Mg-Al-Ca-Mn 系希薄合金のマイクロ組織と機械的性質に及ぼす圧延条件の影響」、軽金属学会第124回春期大会、富山大学五福キャンパス、平成25年5月19日
- (4) 上野顕路、徐世偉、本間智之、鎌土重晴: 「Mg-Al-Ca-Mn 合金圧延材のマイクロ組織と機械的性質」、軽金属学会第121回秋期大会、早稲田大学 西早稲田キャンパス、平成23年10月13日
- (5) 徐世偉、大石敬一郎、鎌土重晴、本間智之:「熱間圧延加工に伴う Mg-Al-Ca-Mn 合金の動的なマイクロ組織変化」、軽金属学会第121回秋期大会、早稲田大学 西早稲田キャンパス、平成23年10月13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〕  
ホームページ等  
なし

## 6. 研究組織

### (1) 研究代表者

鎌土 重晴 (KAMADO SHIGEHARU)  
長岡技術科学大学・工学部・教授  
研究者番号：30152846