

温間棒圧延による高強度マグネシウム合金の開発

物質・材料研究機構 材料信頼性萌芽ラボ
主幹研究員 井上 忠信
(平成20年度一般研究開発助成 AF-2008017)

キーワード：マグネシウム合金，組織微細化，特性向上

1. 研究の目的と背景

結晶粒が微細化された金属材料は、強度・靱性を向上させるだけでなく、疲労、腐食、成形性や磁気・電気特性など様々な機能を向上させる可能性がある¹⁾。これらの機能向上を検証するには、微細組織化されたバルク材の創成が必要とされる。そのため、ECAP、HPT などのような強加工手段が提案されているが、サンプルサイズに制限があり、かつひずみの定量性が希薄なため、個別現象の蓄積だけが進み、普遍的な取り扱いがなされていない。これにより、他のプロセスとの比較ができず、実機レベルでの加工プロセスに展開できない。今後の実用化へ向けた取り組みとしては、数値シミュレーションと実験を結合した研究手法^{2,3)}により、加工の進行に伴うひずみの蓄積とその空間分布による組織および特性の変化を明らかにし、外形の変化把握と共に、超微細粒組織形成の予測技術(形質制御技術)を構築することが必要である。

さて、棒線材圧延では、2本のロールに彫った一对の溝が構成する孔型内に角ピレットを通過させて、断面積を減少させる。被圧延材は、これらの孔型を組み合わせて断面の上下と左右(多方向)から交互(非同時)に圧下を加え、多パスで所定の径の棒線に成形される⁴⁾。すなわち、棒線材圧延では多方向非同時加工が行われており、温間多方向加工による微細組織創製に適した技術の一つと言える。これにより、特別な強加工手段を用いることなく、既存の圧延技術で超微細組織を有した棒鋼の創成に成功している^{3,5-7)}。そして、超微細粒組織創成の主因子である、被圧延材に導入された蓄積ひずみの分布を数値シミュレーションによって予測し、圧延材の組織、硬さとひずみに良い相関性あることが実証されている^{2,5)}。このような研究手法は、他の金属材料への展開も可能である。特に、溝ロール圧延の場合、孔型通過の際には、圧延方向以外は拘束されていることで、割れの抑制効果も期待でき、かつ導入したひずみを定量的に把握できる効率的な加工プロセスである。

そこで、本報告では市販のMg合金AZ31を対象に、温間域で棒圧延を施し、加工の進行に伴うひずみの導入とその空間分布を有限要素解析による数値シミュレーションで把握し、ひずみに伴う組織(結晶粒径、集合組織)変化

を調べ、それらと強度-延性バランス及び変形異方性との関係を検討した。

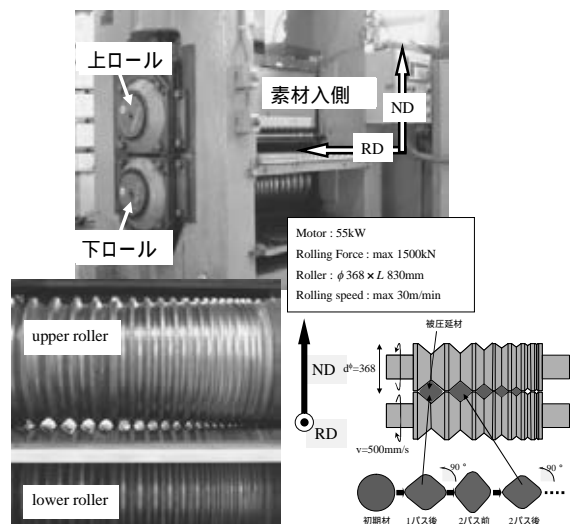


図1 溝ロール圧延シミュレータとスクエア孔型

2. 実験条件と数値解析条件

本研究で用いる溝ロール圧延機は、出力55kWのモータを有し、圧延荷重はmax1500kN、ロール直径368mm、ロール回転数は26rpmである(図1参照)。ロールには、計18個の溝(スクエア孔型)が彫られており、1パス毎に被圧延材を90°回転させ、次の溝に挿入して圧延を行い、これを繰り返すことで所定の断面寸法に仕上げる。また、断面形状を正方形に制御するため、最後の溝では被圧延材を2回通す。今後、特定の溝を指す場合は、対辺長さCを基準にして表示する。例えば、溝C=17.5mmはs17.5、C=7.9mmはs7.9と呼ぶ。

供試材は、市販のMg合金AZ31(3.0Al-1.0Zn-0.5Mn(mass%))の押し出し丸棒材(42φ×90L)を用いた。初期組織は、平均結晶粒径約25μmの等軸粒であり、硬さはHV=48だった。まず、この供試材を200℃に加熱して0.5時間保持後、出炉し、直ちに無張力・無潤滑でs38.6の溝から圧延を開始した。最後の溝を2回通した後、水冷した。採取された試験片のC断面について、荷重4.9Nのピッカース硬さ試験を行った。微細組織観察は、電子線後方散乱回折EBSD

を用いた。それぞれの試料は、圧延方向に対して平行および垂直方向の中心近傍から試験片を切出し観察した。また、室温における機械的性質を引張り（平行部長さ15mm×直径3mm）ならびに圧縮試験（直径4mm×高さ8mm）により評価した。

数値解析は、陽解法による三次元有限要素法を用い、1/1モデルで行った。各要素は、8節点ソリッド要素を適用し、ロールは剛体要素とした。要素数、節点数は、それぞれ32256、35131である。溝形状およびロール径、ロール回転数は、全て実験と同じ条件で解析した。供試材の材料特性として、円柱圧縮試験から測定した、温度、ひずみ速度の依存性を考慮した応力-ひずみ曲線を用いた⁸⁾。また、孔型と材料の摩擦特性は、摩擦係数0.3のクーロン条件を用いた。なお、試験片温度は200一定とした。

3. 結果と考察

3.1 断面形状

図2(a, b)は、11パス（15.8mm角×490mm長さ）と15パス（10.6mm角×1100mm長さ）圧延後のそれぞれのC断面形状を示す。各パスとも、断面はほぼ正方形になっているのがわかる。なお、全ての圧延材に表面割れは観察されなかった。図2(c, d)に示されたように、数値解析から予測された断面形状は、圧延結果とよく一致しているのがわかる。

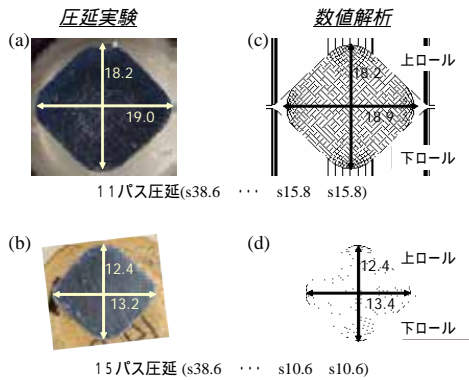


図2 溝ロール圧延後のC断面形状の比較

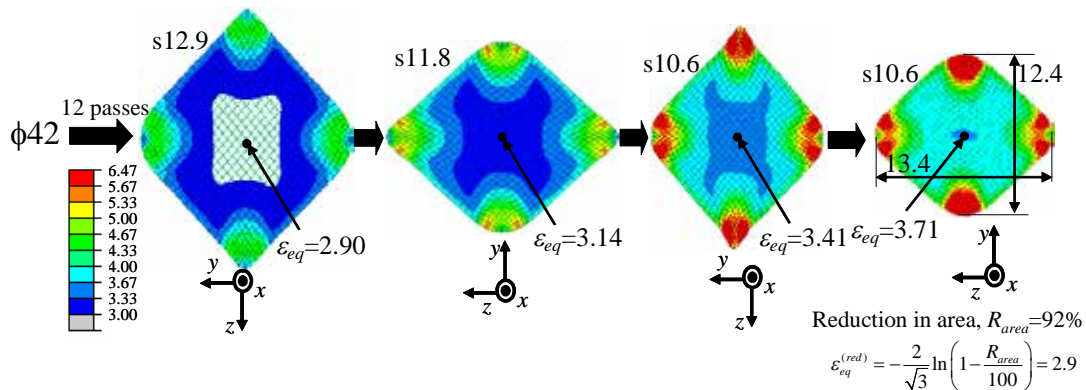


図3 15パス圧延材の12パス以降の断面形状変化と相当ひずみ ϵ_{eq} の分布

3.2 数値解析で予測された相当ひずみの大きさと分布

図3は、10.6mm角を有する棒鋼の最終4パス（12～15パス）の累積相当ひずみ ϵ_{eq} の等高線図と断面形状の履歴を示したものである。また、図4は、7パス、11パス、15パス後の ϵ_{eq} 分布を各方向について示したものである。ひずみ ϵ_{eq} は、断面中心で小さく、4つのコーナー近傍で最大となる分布を示し、中心とコーナーのひずみ差はパスの増加とともに大きくなる。また、累積減面率 R_{area} から単純に算出された相当ひずみ $\epsilon_{eq(red)}$ （7パスでは1.1、9パスでは2.0、15パスでは2.9）よりも大きなひずみが断面全域に導入される。特に、15パス圧延後では、コーナー近傍のひずみは $\epsilon_{eq(red)}$ の2倍以上となる。これは、摩擦による影響だけでなく、被圧延材がパス毎に90°回転することで、幅広がりした分が次のパスで圧下（多方向非同時加工）されたことによって、幅広がり分が考慮されていない $\epsilon_{eq(red)}$ に比べ大きくなったと言える^{5,8)}。

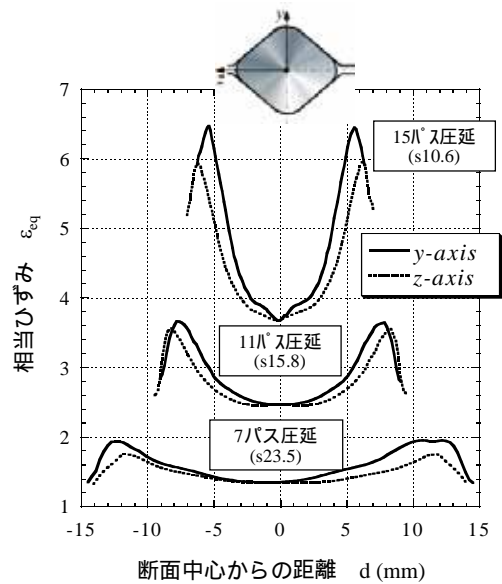


図4 圧延後に蓄積している相当ひずみ ϵ_{eq} の分布

3・3 相当ひずみにおける硬さと組織の変化

図5は、断面中心を対象に、数値解析で予測された ϵ_{eq} と圧延後に測定された硬さの関係を示したものである。なお、硬さは各圧延材において中心近傍を10点測定した。ひずみの増加に伴い、硬さは上昇しているのがわかる。本圧延では、17パス(8.7mm角)でひずみ $\epsilon_{eq}=4.6$ が中心に導入され、そのときの硬さはHV=78であった。なお、各断面における硬さの分布を調べたところ、コーナー近傍で硬く、中心近傍で軟らかくなった^{8,9)}。この分布は、図3、4で示したひずみの分布と良い相関性があった。

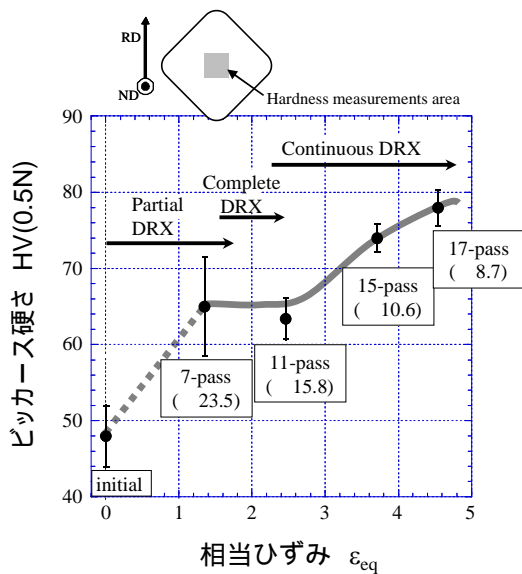


図5 断面中心でのひずみと硬さの関係

図6は、7パス、11パス、15パス圧延後のEBSD測定による逆極点図マップを示す。ひずみ $\epsilon_{eq}=1.4$ が導入された7パス圧延材(b, e)では、粗大粒(図中白矢印)と微細粒の混粒組織を示し、 $\epsilon_{eq}=2.5$ の11パス材(c, f)では粗大粒の割合が少なくなり、 $\epsilon_{eq}=3.7$ の15パス材(d, g)では全面に約2.5 μm の微細粒が形成されている。図5の硬さの結果と比較すると、7パス材に見られた硬さの大きなバラツキは組織が混粒だったことに起因し、整粒となる11パスではバラツキが小さくなる。その後の硬さの上昇は微細化の寄与と小角化粒界(亜結晶粒界)の増加と考えられる⁹⁾。また、ひずみの増加による微細粒形成と共に底面方位が比較的緩和しているのがわかる。

3・4 引張りおよび圧縮試験

図7は、ひずみ速度 $10^{-3}/\text{s}$ 一定の条件下で、引張りおよび圧縮試験した結果を示す¹⁰⁾。パス数の増加、すなわちひずみ量が増加するに従い、伸びが大きく低下することなく、強度が向上しているのがわかる。15パス圧延後の引張降伏強度 σ_{tys} および引張伸びは、360MPaおよび12%であった。圧延前の素材の特性は、それぞれ210MPaおよび12%であったことから、引張伸びを維持したまま1.7倍程度の強度を有している。また、圧縮降伏応力 σ_{cys} では295MPaであり、供試材の応力120MPaから2.4倍程度増加している。すなわち、温間域での溝ロール圧延を施すことで、圧縮/引張による降伏応力比 $\sigma_{cys}/\sigma_{tys}$ が0.57から0.82に増加し、従来展伸材で見られる強い変形異方性が低減されているこ

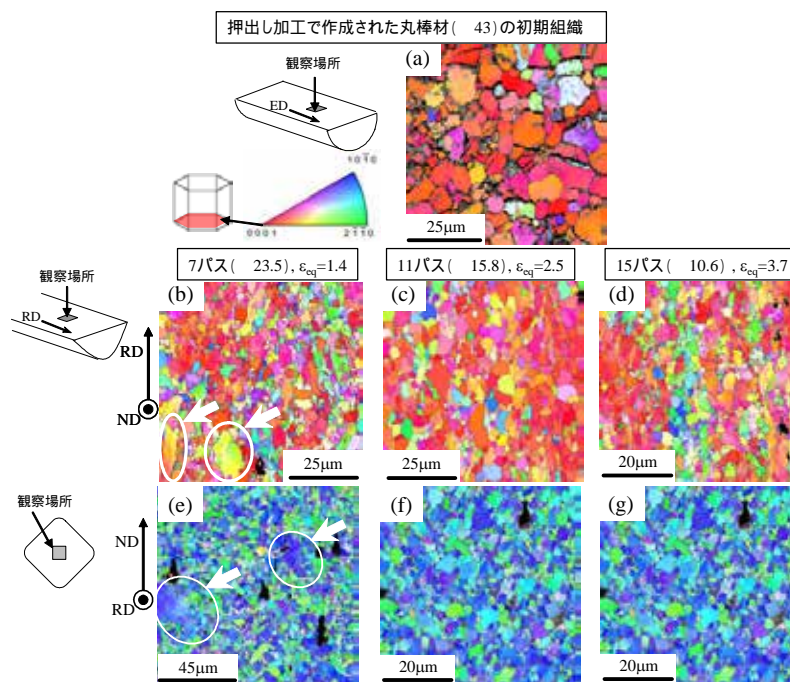


図6 (a) 圧延前と(b-g) 溝ロール圧延後のEBSD測定による逆極点図。ここで、黒線は15°以上の方位差角を示す。

とがわかった。図6の組織観察から、溝ロール圧延材の高強度化は動的再結晶と連続再結晶¹¹⁾による結晶粒微細化によるものであり、変形異方性の低減は底面方位が比較的ランダムになったことに起因している。

謝 辞

本研究の実施にあたり、(財)天田金属加工機械技術振興財団より研究助成を頂きました。ここに感謝致します。

参考文献

- 1) 第177・178回西山記念技術講座，日本鉄鋼協会編，東京，(2002).
- 2) 井上忠信・落合朋之・殷福星・長井寿：鉄と鋼，93-11(2007)，693.
- 3) 井上忠信・鳥塚史郎・村松栄次郎・長井寿：鉄と鋼，94-5(2008)，164.
- 4) 塑性加工便覧，日本塑性加工学会編，コロナ社，東京，(2006)，83-131.
- 5) T. Inoue, F. Yin and Y. Kimura, *Mater. Sci. Eng.* 2007, A466, 114.
- 6) Y. Kimura, T. Inoue, F. Yin, K. Tsuzaki, *Science* 2008, 320, 1057.
- 7) T. Inoue, F. Yin, Y. Kimura, K. Tsuzaki, S. Ochiai: *Metall. Mater. Trans. A*, 40-2(2010)，341
- 8) T. Inoue, H. Somekawa and T. Mukai: *Advanced Engng Mater.*, 11-8(2009)，654.
- 9) 染川英俊・井上忠信・シンアロック・向井敏司：第58回塑性加工連合講演会，(2007)，261
- 10) T. Mukai, H. Somekawa, T. Inoue, A. Singh, *Scripta Mater.*, 62-2(2010)，113.
- 11) T. Sakai, J. J. Jonas, in *Encyclopedia of Materials: Science and Technology*, Vol. 7 (Eds: K. H. J. Buschow, R. W. Cahn, M. C. Flemings), Elsevier, Amsterdam (2001), 7079.

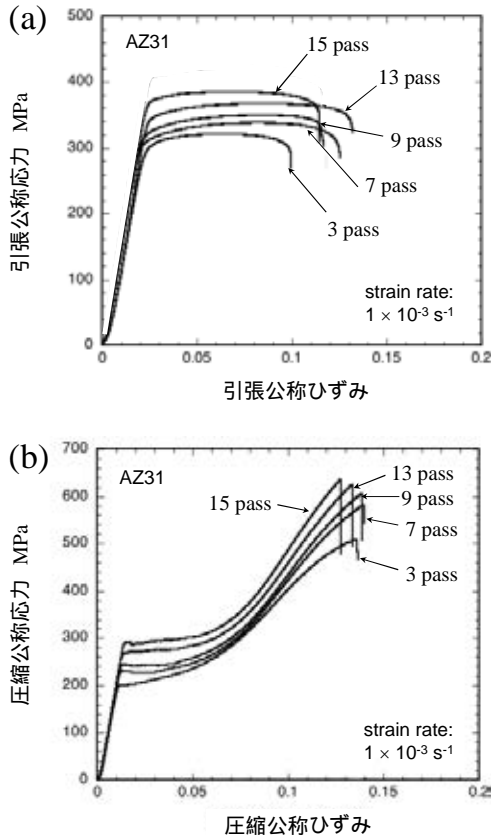


図7 圧延材の(a)引張試験と(b)圧縮試験の結果

4. 結び

市販のマグネシウム合金 AZ31 を温間域の 200 で溝ロール圧延を施し、導入された相当ひずみの大きさと分布を有限要素解析で予測し、ひずみと硬さおよび組織の関係を調べた。また、圧延材の引張および圧縮試験を実施した。主な結果を以下に示す。

- (1) 粒径 $2.5\mu\text{m}$ の微細組織を有する長さ 1000mm の長尺なバルク棒材を既存の圧延プロセスによって創製することができた。
- (2) 圧延で導入された相当ひずみと硬さ、組織に良い相関性が見られた。
- (3) 押し出し材特有の強い底面方位が比較的ランダム化されたことで、圧縮 / 引張による降伏応力比が 0.82 となり、従来展伸材で見られる変形異方性が大きく改善された。
- (4) 微細化および底面方位のランダム化によって、市販押し出し材と同じ引張伸び 12% でありながら、1.7 倍程度の強度向上を実現した。