



T. Inoue

温間溝ロール圧延による高強度マグネシウム合金の開発

井上 忠信*

1. はじめに

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なる。そのため、繰返しせん断加工 (ECAP)、高圧下ねじり加工 (HPT) などのような形状不変加工が提案・実施されているが、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。

2. 溝ロール圧延による微細粒材料の創成

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ビレットを通過させて、断面積を減少させる。代表的な孔型には、図1に示すような孔型があり、被圧延材はこれらの孔型を組み合わせることで断面の上下と左右 (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から非同時に圧下が行われており、温間域での多方向加工による微細組織創成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高強度化された長尺の棒材創成が可能となる^{3,5-8)}。図2は500℃の温間域において種々の減面率まで溝ロール圧延された0.15C-0.3Si-1.5Mn棒鋼の引張り試験によって得られた応力-ひずみ曲線を示す。減面率が大きくなるにつれ強度は向上し、減面率96%では降伏応力がAs-received材の2.5倍以上増大するのがわかる。さらに、低・中炭素鋼やステンレスを対象に、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があることが実証されている^{3,5,9)}。この

ような溝ロール圧延による微細粒材料創成は、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、①圧延方向以外の面は拘束されているため、板圧延に比べエッジ割れを抑制できる、②多方向加工により、様々なすべり系を活動させることができるため、組織微細化と集合組織ランダム化に有効である、③押し出し加工に比べ、ひずみを効率的に材料内に導入できる特徴を有する。

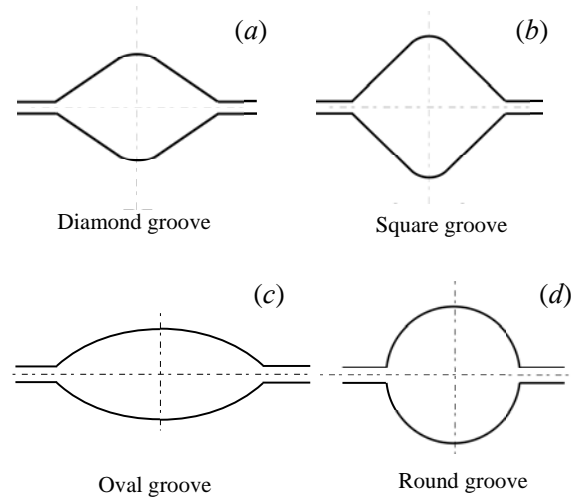


図1 代表的な溝ロール圧延の孔型

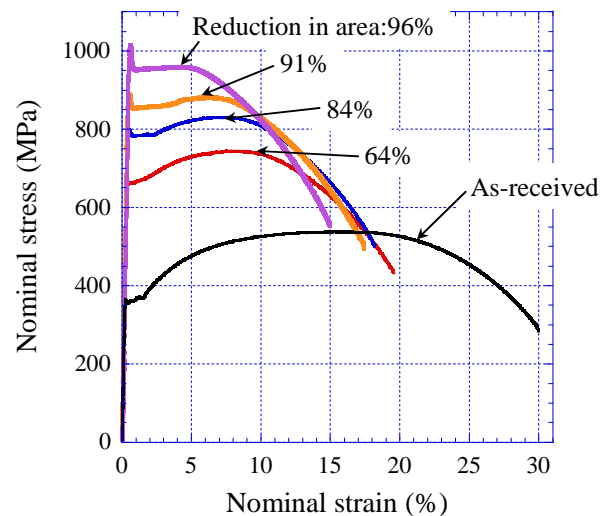


図2 温間溝ロール圧延された低炭素鋼の応力-ひずみ関係の変化。ここでAs-received材は900℃で γ 化处理後空冷したものであり、フェライトの平均粒径は20 μ mである。

* 物質・材料研究機構構造材料ユニット 主幹研究員

そこで、本研究では市販の 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）の変化を調べ、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。

3. 実験条件と数値解析条件

図 3 に本研究で用いた溝ロール圧延機を示す。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。ロールには、計 18 個の溝（図 1(b) のスクエア孔型に近い孔型形状を有する）が彫られており、図 3 の模式図に示したように 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⁵⁾。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。

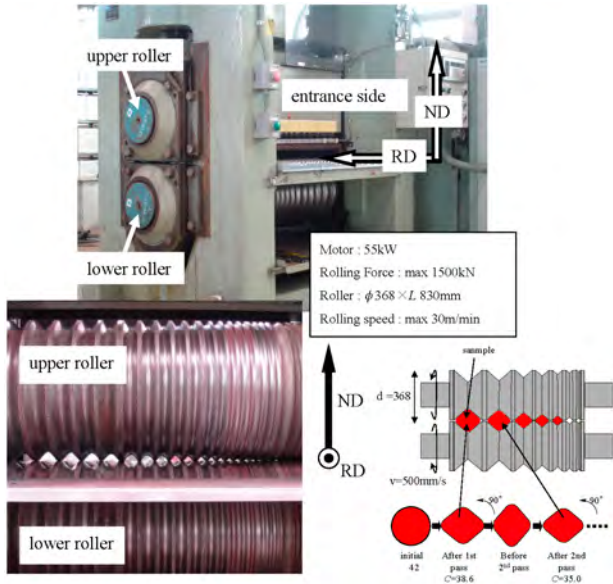


図 3 使用された溝ロール圧延シミュレータと圧延の模式図

供試材は、市販の Mg 合金 AZ31 (3.0Al-1.0Zn-0.5Mn (mass%)) の押し丸棒材 (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°C 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 0.5N のビ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⁹⁾。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°C 一定とした。

4. 結果と考察

4.1 断面形状

図 4(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 断面形状の実験および数値解析結果を示す。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 4(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。

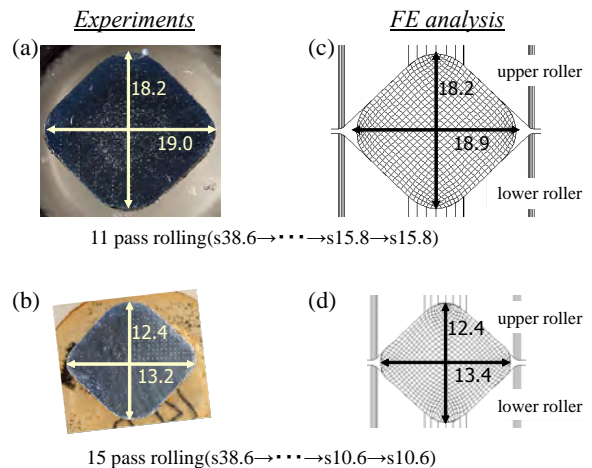


図 4 11 パスおよび 15 パス溝ロール圧延後の C 断面形状の比較

4.2 数値解析で予測された相当ひずみの大きさと分布

図 5 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 6 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。

一般に、溝ロール圧延のような棒線圧延では、累積減面率 $r_{area}(\%)$ から被圧延材に導入された相当ひずみを算出する方法として次式に示した矩形換算法が用いられる。

$$\epsilon_{eq}^{(red)} = \frac{2}{\sqrt{3}} \ln \left\{ \frac{1}{1 - (r_{area}/100)} \right\} \quad (1)$$

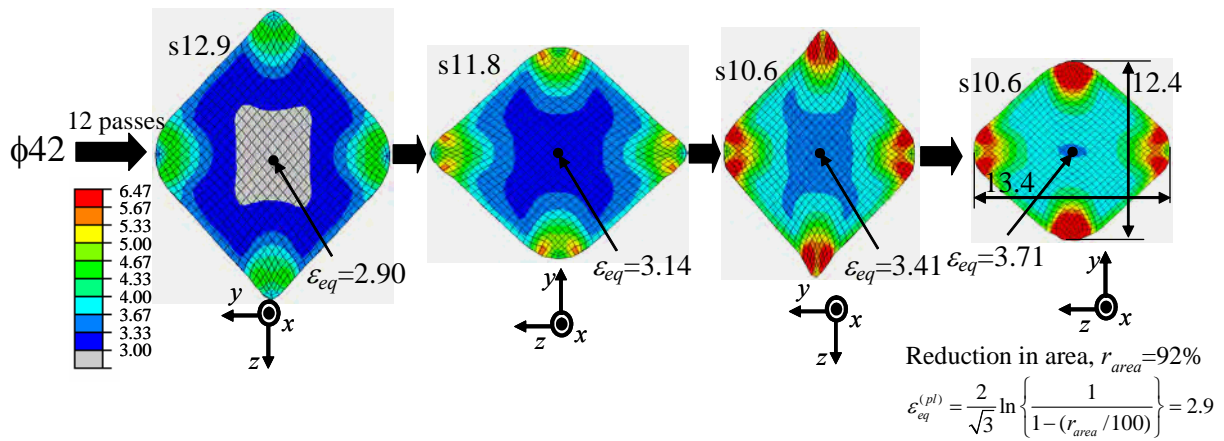


図5 15パス溝ロール圧延材の12パス以降の断面形状変化と相当ひずみ ϵ_{eq} の分布

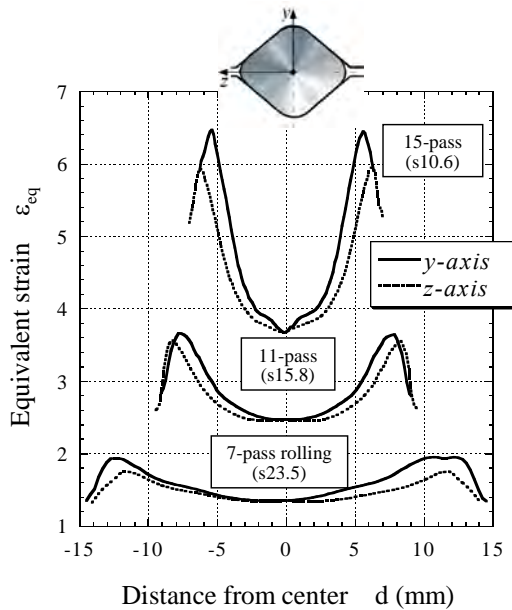


図6 圧延後に蓄積している相当ひずみ ϵ_{eq} の分布

図7は各孔型通過後の数値解析で求められた断面中心の相当ひずみ $\epsilon_{eq}(center)$ 、断面内の最大相当ひずみ $\epsilon_{eq}(max)$ 、そして矩形換算法で算出された相当ひずみ $\epsilon_{eq}^{(red)}$ を示す。

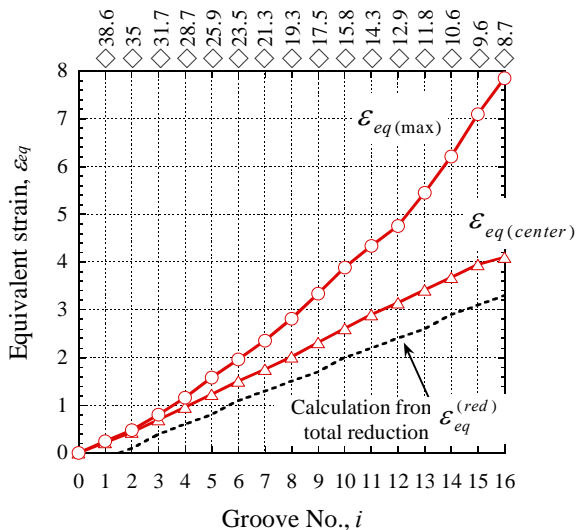


図7 各孔型通過後の相当ひずみ ϵ_{eq} の変化

累積減面率 r_{area} から単純に算出された相当ひずみ $\epsilon_{eq}^{(red)}$ よりも大きなひずみが断面全域に導入される。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、図5に示すように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^{5,10)}。

4.3 相当ひずみにおける硬さと組織の変化

図8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HV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。

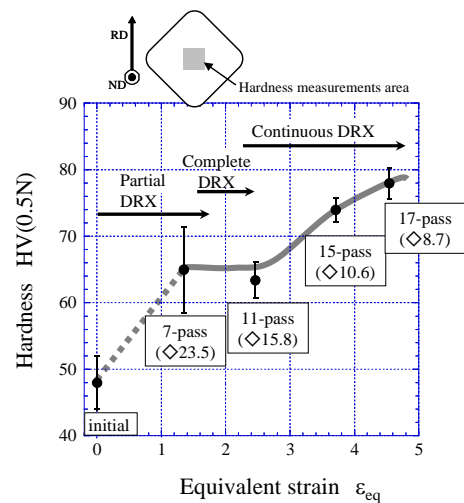


図8 断面中心でのひずみと硬さの関係

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^{10,11)}。この分布は、図5、6で示したひずみの分布と良い相関性があった。

図9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）

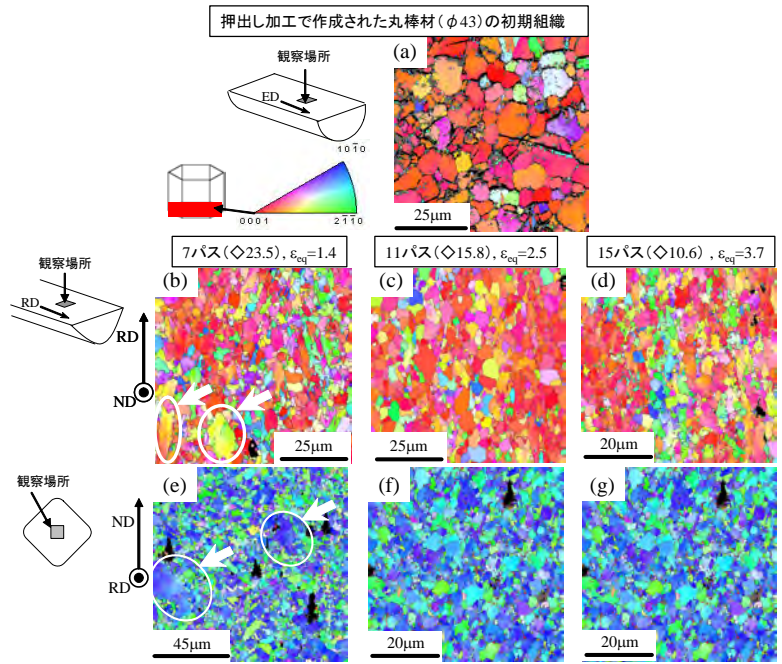


図9 (a) 圧延前と(b-g) 溝ロール圧延後のEBSD測定による逆極点図. ここで, 黒線は 15° 以上の方位差角を示す.

では全面に約 $2.5\mu\text{m}$ の微細粒が形成されている. 図8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¹²⁾. また, 図9(b-d)から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.

4.4 引張りおよび圧縮試験

図10は, ひずみ速度 10^{-3}s^{-1} 一定の条件下で, 引張りおよび圧縮試験した結果を示す¹²⁾. 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. 断面径 10.6mm の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 $\sigma_{\text{cys}}/\sigma_{\text{tys}}$ 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著しく改善することがわかった.

図9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¹³⁾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.

5. おわりに

市販のマグネシウム合金AZ31を温間域の 200°C 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 10.6mm 角 $\times 1000\text{mm}$ 長さ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.

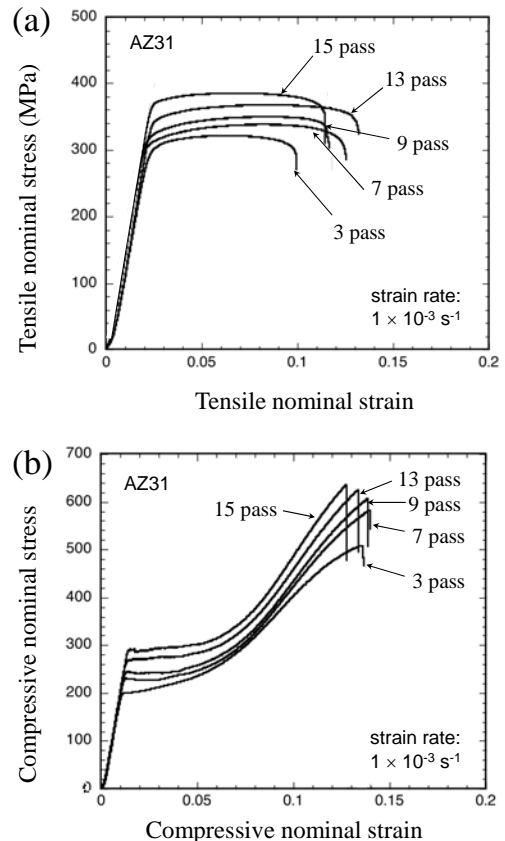


図10 圧延材の(a)引張試験と(b)圧縮試験の結果

- (3) 押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、市販押出材と同じ引張伸び12%でありながら、1.7倍程度の強度向上を実現した。

謝 辞

本研究の実施にあたり、公益財団法人天田財団より研究助成を頂きました。また物質・材料研究機構向井氏（現神戸大学）、染川氏より貴重なご助言を頂きました。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，結晶粒微細化技術の進歩，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) 浅川基男，第29回鉄鋼工学セミナーテキスト，鉄鋼材料応用・圧延編，日本鉄鋼協会編，東京，(2003)，497-529.
- 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) 井上忠信・木村勇次，*MATERIAL STAGE*, 11-9 (2011)，58.
- 9) 広田憲亮・井上忠信・木村勇次・東司・長井寿：熱処理，46-4 (2006)，214.
- 10) T. Inoue, H. Somekawa and T. Mukai : *Advanced Engng Mater.*, 11-8 (2009)，654.
- 11) 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
- 12) T. Mukai, H. Somekawa, T. Inoue, A. Singh, *Scripta Mater.*, 62-2 (2010)，113.
- 13) 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.