



HOKKAIDO UNIVERSITY

Title	亜共晶Mg-Li合金の変形集合組織に及ぼす圧延温度の影響
Author(s)	伊藤, 洋一; 松浦, 清隆; 田海, 啓司 他
Citation	北海道大学工学部研究報告, 162, 203-211
Issue Date	1993-01-29
Doc URL	https://hdl.handle.net/2115/42326
Type	departmental bulletin paper
File Information	162_203-212.pdf



亜共晶 Mg-Li 合金の変形集合組織に及ぼす圧延温度の影響

伊藤 洋一 松浦 清隆 田海 啓司
米澤 襄 成田 敏夫

(平成 4 年 9 月 18 日受理)

Effect of Rolling Temperatures on the Deformation Texture of Hypo-eutectic Mg-Li Alloy

Youichi ITOH, Kiyotaka MATSUURA, Hiroshi TAUMI,
Noboru YONEZAWA and Toshio NARITA

(Received September 18, 1992)

Abstract

Hot-extruded flat bars of hypo-eutectic Mg alloy containing 6.3 mass% Li were rolled at 230K, 300K, 420K and 520K, and the deformation textures for Mg-rich phase, which had possessed on h. c. p lattice, were investigated.

The texture for a sheet rolled at 230K was composed of two components. The predominant component was $(0001)\langle 11\bar{2}0 \rangle$ and $(0001)\langle 10\bar{1}0 \rangle$ rotated $\pm 15 \sim 20^\circ$ about a transverse direction and the subsidiary component was $(0001)\langle 10\bar{1}0 \rangle$ rotated $\pm 30 \sim 40^\circ$ about a rolling direction. As the rolling temperature rised, the former component became gradually weak, while the latter component about rolling direction became strong and approached to an orientation $\{11\bar{2}0\}\langle 10\bar{1}0 \rangle$.

It is supposed from the above results that active deformation mechanisms are changed from (0001) slip and $\{10\bar{1}2\}$ twin at low temperature to $\{10\bar{1}0\}$ and $\{10\bar{1}1\}$ slips at high temperature.

1. 緒 言

Mg は比強度が高く、鋳造性や切削性に優れているなど多くの長所を持つ反面、冷間延性および韌性が極めて悪いという欠点がある。この欠点は結晶粒の微細化を図ることによってある程度改善されるが、さらに抜本的な対策として Li の添加が注目されてきた。Fig. 1 の Mg-Li 系二元状態図からも明らかなように約 10mass% 以上の Li を添加すると合金の結晶構造は α 相の六方晶から β 相の体心立方晶へと変化する。 β 相は 12 のすべり系を持つが、これは多結晶集合体が自由に變形するには 5 つの互いに独立な変形機構が必要であるという、いわゆる Taylor の基準¹⁾を十分に満足するため優れた延性を示すようになる。しかし、活性な金属である Li の多量添加は Mg の耐食性を著しく劣化させ、このことが実用化への大きな障害となっている。

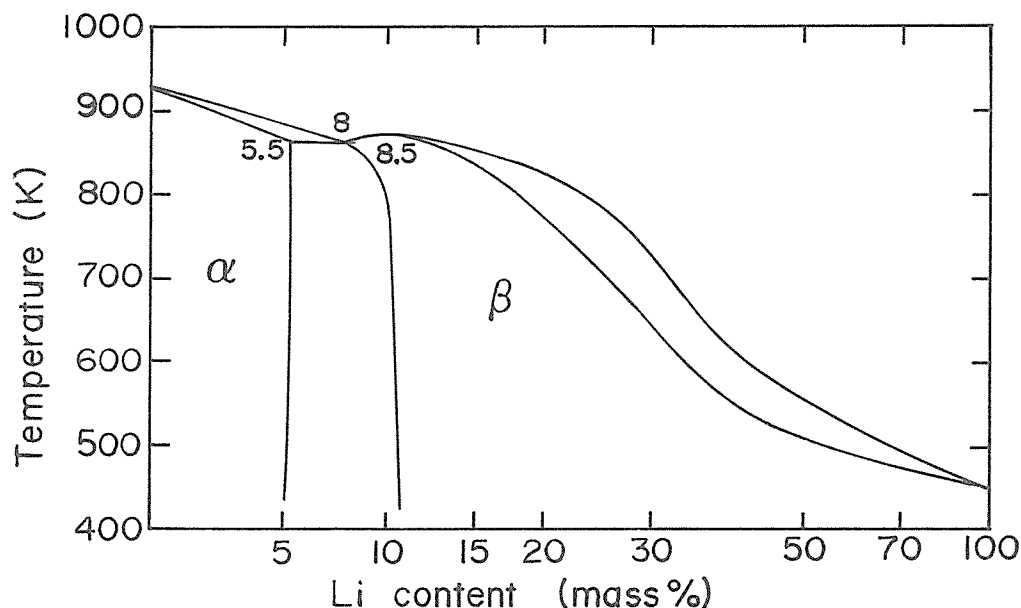


Fig. 1 Mg-Li binary phase diagram.

Mg合金の延性の乏しさはすべり系の少ないことに起因する。すなわち、純Mgの主要な変形機構は(0001)<11 $\bar{2}$ 0>すべり(底面すべり)のみであり、すべり系は3となって先の基準を満足しない。しかし、同じ六方晶金属であってもTiなどは優れた冷間加工性を示しており、これは軸比(c/a)の小さいTiでは先の底面すべりに加えて、{10 $\bar{1}$ 0}<11 $\bar{2}$ 0>や{10 $\bar{1}$ 1}<11 $\bar{2}$ 0>などのいわゆる非底面すべりも活動的になるためであると説明されている。MgにLiを添加すると軸比が純Mgの1.624からα相の最大固溶限(5.5mass%Li)における1.608まで減少し、Tiの1.587へと近づく。従って、この種の合金では非底面すべりの活発化が期待され、事実Hauserら²⁾はα単相の4.6mass%Li合金において、底面すべりと共に多量の非底面すべりが活動することを観察した。また、著者らも平均結晶粒径が共に約0.7mmの純Mgと5.2mass%Li合金を引張試験し、前者の伸びが6%に過ぎなかったのに対し後者では23%という結果を得、六方晶構造のままであってもLiの添加によってかなりの延性改善が見込めることを認めている。さらに、冷間加工性を調べる目的で行った室温圧延実験(初期厚さ8mm, パス当り圧下量0.2~0.3mm)によると、純Mgでは圧下率15%で既に明瞭な耳割れが発生し40~50%で破断に至ったが、合金では顕著な割れもなく圧下率90%までおおむね健全に圧延することができた。これらの結果は十分とは言えないまでも比較的少量のLi添加でMgの延性の乏しさを実用化可能な域にまで改善し得ることを示している。

Mg-Li系α相合金を板材として用いる場合に問題となるのはプレス成型性を支配する集合組織である。非底面すべりが活発化するであろうMg-Li合金の圧延集合組織が底面すべりを主体とする純Mgのそれと異なることは既に一部明らかにされている³⁾。しかし、底面すべりに比べて非底面すべりの臨界剪断応力は温度依存性が大きい⁴⁾と言われており、圧延温度によって集合組織が変化すると考えられるにも関わらず、系統的な検証はなされていない。本研究はMg-6.3mass%Li亜共晶合金を種々の温度で圧延し、特にα相に注目して圧延温度による集合組織変化を調べると共に、各温度で優勢に活動した変形機構を推測する目的で行われた。

2. 実験方法

2.1 試料の準備

圧延温度と集合組織の関係を調べるという実験目的から、固溶限内の Li を含む α 単相合金を作製するのが本来的ではあるが、この種の合金は室温以下で強加工を加えることが困難なため、低温でも延性に富む $\alpha + \beta$ 共晶相を分布させた亜共晶合金を作製することとした。

初晶 (α 相) の体積率が約60%となるように純度99.9mass%の Mg と99.5mass%の Li を配合し、Ar 気流中で溶解、鑄造して直径50mm×長さ1150mm のインゴットを得た。これを化学分析および組織観察に供したが、組成についてはインゴットの長さ全体にわたって、 $6.3 \pm 0.2\text{mass}\%$ とほぼ均一であり、組織もインゴット上部の引け巣発生領域（上端から約70mm 以内）を除けば特に差異は認められなかった。なお、点算法により求めた α 初晶相の体積率は約62%であり、ほぼ目的の組織が得られている。

インゴットの上端部100mm、下端部50mm を切り捨てたのち、鑄造組織を破壊する目的で分塊押出しを行い、厚さ10mm×幅50mm の帯板とした。押出し温度は約500K である。帯板の表面付近には内部と若干異なる集合組織が見られたため、両面から機械切削によって2.3mm ずつ、さらに化学研削によって0.2mm ずつを除去し、板厚方向における集合組織の均一化を図った。

2.2 圧延および集合組織の測定

押出し板から厚さ 5 mm×幅36mm×長さ50mm の試料を切り出し、Table 1 に一覧した温度条件で、厚さ0.5mm まで8 パスで一方向圧延を行った。圧延方向は押出し方向と平行であり、パス当りの圧下率は10~15%である。圧延温度が室温以上の試料はいずれもパス間焼鈍をせずに圧延を繰り返したが、230K の試料については各パス毎にドライアイス-アルコール中に90s 浸漬したのち大気中に取り出し、アルコールの乾燥を待って圧延に供した。なお、230K と320K の圧延には冷延用ロール（直径54mm）を、320K 以上ではバーナー加熱式の熱延ロール（直径100mm）を使用している。

これらの板は両面から希塩酸と希硝酸で交互に化学研削して厚さ0.12mm とし、反射法 (Shultz 法) と透過法 (Decker, Asp, Harker) を併用して集合組織の測定を行った。

Table 1 Temperatures of sample and roll (K)

Nominal	Sample		Roll
	Before rolling	After rolling	
230	200 ± 5	230 ± 10	235 ± 10
300	297 ± 3	305 ± 5	297 ± 3
420	420 ± 10	415 ± 10	420 ± 5
520	525 ± 10	515 ± 10	520 ± 10

3. 結果

Fig. 2~6に本合金の α 相について得られた(0001)および $(10\bar{1}1)$ 極点図を示した。ここで TD は板幅方向、ED と RD はそれぞれ押出し方向と圧延方向を意味する。Fig. 2 は圧延前、すなわち押出し板の板厚中心におけるものであり、 $\{11\bar{2}0\} < 10\bar{1}0 >$ 方位が板面法線方向すなわち極点図中心と TD を結ぶ大円（以後 TD 軸と呼ぶ）のまわりに分散した集合組織になっている。

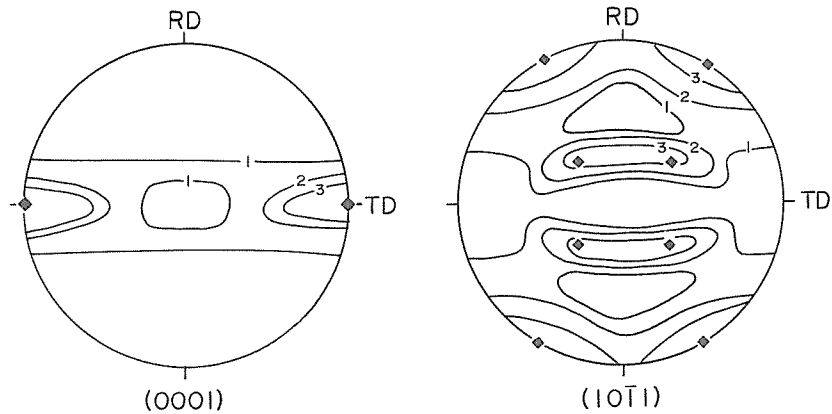


Fig. 2 (0001) and $(10\bar{1}1)$ pole figures for hot-extruded flat bar.
The orientation $(11\bar{2}0)\langle 10\bar{1}0\rangle$ is indicated by $\blacklozenge$

Fig. 3～6は異なる温度で圧延した板についての結果であり、予期したように α 相の圧延集合組織は温度によって著しく変化した。230K 圧延板の(0001)極点図は、板面法線方向すなわち極点図中心と TD を結ぶ大円(以後 TD 軸と呼ぶ)のまわりに $\pm 15\sim 20^\circ$ 回転した非常に強い集積と、極点図中心と RD を結ぶ大円(RD 軸と呼ぶ)のまわりに $\pm 30\sim 40^\circ$ 回転した弱い集積の二成分から

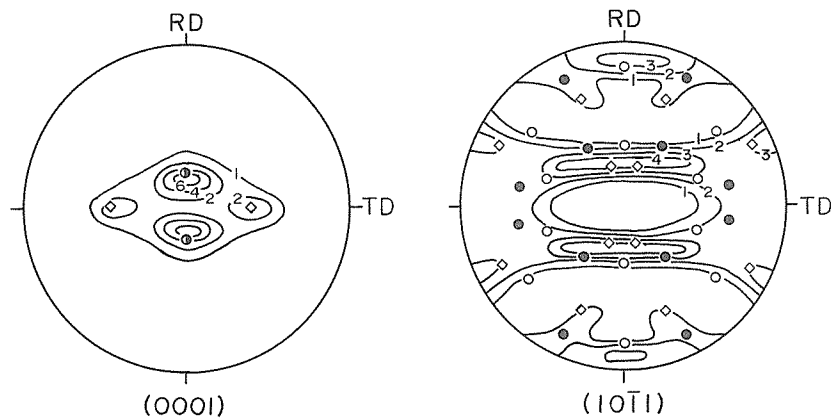


Fig. 3 (0001) and $(10\bar{1}1)$ pole figures for a sheet rolled at 230K.
 $(0001)\langle 11\bar{2}0\rangle$ and $(0001)\langle 10\bar{1}0\rangle$ rotated $\pm 20^\circ$ about TD are respectively indicated by $\bullet$ and $\circ$, and $(0001)\langle 10\bar{1}0\rangle$ rotated $\pm 45^\circ$ about RD by $\diamond$.

成っている。(10 $\bar{1}1$)極点図との対比から、後者は(0001) $\langle 10\bar{1}0\rangle$ が RD 軸まわりに回転した方位であることが知られたが、前者については(0001) $\langle 11\bar{2}0\rangle$ が TD 軸まわりに回転した成分と(0001) $\langle 10\bar{1}0\rangle$ が回転した成分が混在しており、圧延方向と一致する結晶方向を特定することは出来ない。圧延温度が上がるにつれ、(0001)極が TD 軸まわりに $\pm 15\sim 20^\circ$ 回転した成分は急速に弱まり、本実験の最高圧延温度である 520K ではわずかに痕跡をとどめる程度にまで衰退した。これに対して、RD 軸まわりに回転した成分は温度の上昇につれて発達すると共に、RD 軸まわりの回転角も大きな

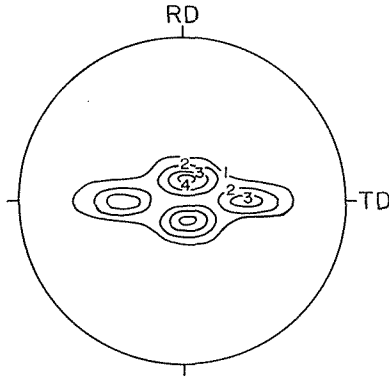


Fig. 4 (0001) pole figure for a sheet rolled at 300K.

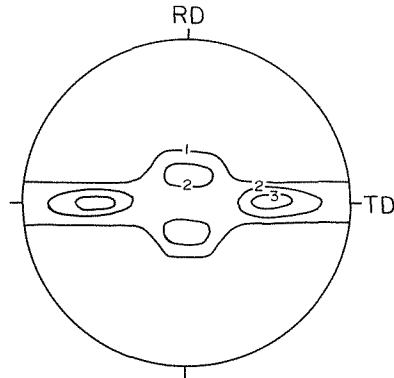


Fig. 5 (0001) pole figure for a sheet rolled at 420K.

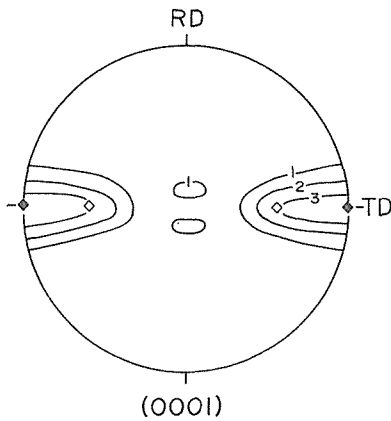


Fig. 6 (0001) and $(10\bar{1}1)$ pole figures for a sheet rolled at 520K.
 $(11\bar{2}0)\langle 10\bar{1}0 \rangle$ is indicated by $\blacklozenge$, and $(0001)\langle 10\bar{1}0 \rangle$ rotated $\pm 60^\circ$ about RD by $\blacklozenge$.

り、520K 圧延では押し出し材と類似の $\{11\bar{2}0\}\langle 10\bar{1}0 \rangle$ 集合組織を持つに至る。

Fig. 7 は共晶相に含まれる β 相の (100) 極点図であり、圧延温度依存性がほとんど認められなかったので、代表例として室温圧延の結果を示した。 $(100)\langle 011 \rangle$ を主方位とするこの圧延集合組織は体心立方晶金属に共通するものである。結晶構造の異なる二相が共晶を構成したときの集合組織に関する報告は余り例を見ないが、この結果を見る限り共存相の影響は無視し得るようである。なお、Ag-Cu 系や Cd-Zn 系のように結晶構造を同じくする金属同士の共晶においては、各相がそれぞれ単相の場合と同じ集合組織を持つことが報告されている⁵⁾。

4. 考 察

4.1 すべりと集合組織

かつて, Williams と Eppelsheimer⁶⁾ は Calnan と Clews⁷⁻¹⁰⁾ によって提案された加工集合組織の解析法を用いて, Ti の圧延集合組織を詳細に検討した。この手法を本合金に適用すると,

(1) $(0001)\langle 11\bar{2}0 \rangle$ すべりのみで変形した場合:
 $(0001)\langle 11\bar{2}0 \rangle$ を主方位とし, $(0001)\langle 10\bar{1}0 \rangle$ を副方位とする。

(2) $\{10\bar{1}0\}\langle 11\bar{2}0 \rangle$ すべりのみで変形した場合:
 $(0001)\langle 10\bar{1}0 \rangle$ が RD 軸のまわりに $\pm 90^\circ$ 回転した方位, すなわち $(11\bar{2}0)\langle 10\bar{1}0 \rangle$ が主方位であり, 他にいくつかの副方位も現れるがいずれも弱い。

(3) $\{10\bar{1}1\}\langle 11\bar{2}0 \rangle$ すべりのみで変形した場合: 主方位は $(0001)\langle 10\bar{1}0 \rangle$ が RD 軸のまわりに約 60° 回転した方位である。

Fig. 3~6 に示した圧延集合組織はこれらのすべり系が単独または複合して活動した結果と考えられるが, Williams らの手法を用いる上で必要な活動変形機構の種類およびそれらの臨界剪断応力比などの基礎的データが, Mg-Li 合金に関してはほとんど知られていないため, これ以上の定量的な解析は困難である。しかし, 230K 圧延では (0001) 極が極点図の中心付近に集積し, RD 軸まわりの方位が極端に弱いこと, 圧延温度が上がるにつれて RD 軸まわりの方位が顕著になると共に $(11\bar{2}0)\langle 10\bar{1}0 \rangle$ 方位へと近付いて行くこと等から, 低温では底面すべりが活動的であり, 高温では非底面すべりが活動的になると推測される。特に, $(11\bar{2}0)\langle 10\bar{1}0 \rangle$ 方位の発達が著しい 520K 圧延では $\{10\bar{1}0\}\langle 11\bar{2}0 \rangle$ すべりが主体であり, 底面すべりの寄与はほとんど認められない。

以上のように Mg-Li 合金における変形集合組織の圧延温度依存性は, 温度の上昇に伴って活動すべり系が底面すべりから非底面すべりに移行する結果として説明されるが, 低温圧延で顕著な TD 軸まわりの方位は上記の各すべり系からは理解することができなかった。

4.2 双晶と集合組織

Mg およびその合金において知られている三種のすべり系について検討した結果, いずれの場合も (0001) 極は常に TD 軸上に位置することになり, $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ をすべり方向とするすべり系を対象とする限り, TD 軸まわりの回転すなわち RD 軸上に位置する (0001) 極を再現することは不可能であることが明らかにされた。しかし, $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ 以外のすべり方向を持つすべり系の存在は報告されておらず, それゆえこの方位は他の変形機構に起因すると結論して良いであろう。Mg はすべり系が少ないため, これを補うように双晶変形が多発する。もし, TD 軸まわりの方位が双晶に起因するならば, 圧延温度が低いほど双晶の発生量は多いはずである。これを確かめるため, 以下の補足実験を行った。先の集合組織測定用試料とほぼ同一の条件で所定の圧下率まで圧延した板を片面から板厚中心まで化学研削し, 初晶 α 相中の双晶面積率を点算法によって測定した。測定条件は次の通りである, 光学顕微鏡倍率 400, 400 格子点付接眼レンズを使用, 視野数は 1 試料当たり 200~250。結果は Fig. 8 のように低温ほど双晶の発生量が多く, TD 軸まわりの方位が無視し得るようになる 520K 圧延では双晶もほとんど発生しなくなるという期待通りの傾向を示した。

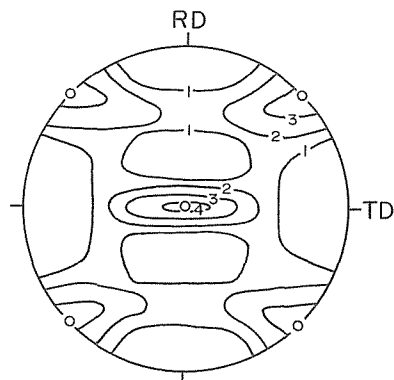


Fig. 7 (100) pole figure for β phase in a sheet rolled at 300K.
 $(100)\langle 001 \rangle$ is indicated by $\bigcirc$.

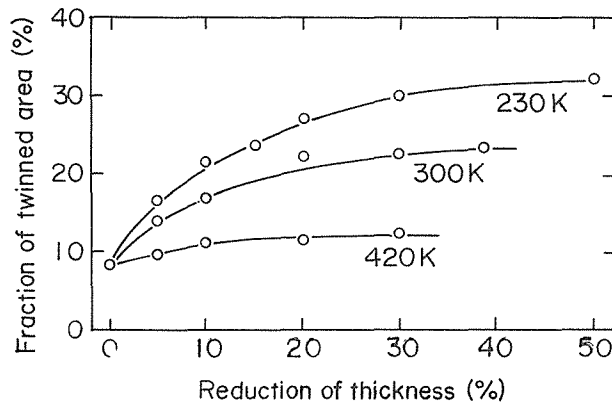


Fig. 8 Relation between the area fraction of twin and rolling temperature.

Mg において最も頻発する双晶は $\{10\bar{1}2\}$ 双晶である。本合金のように軸比 c/a が $\sqrt{3}$ より小さいとき、この双晶は c 軸すなわち $\langle 0001 \rangle$ に垂直に作用する圧縮応力に対して活動する。Fig. 2 の押し出し集合組織において主方位 $\langle 11\bar{2}0 \rangle \langle 10\bar{1}0 \rangle$ を持つ結晶粒は上の条件を満足するため容易に双晶変形を生じ、 $\langle 0001 \rangle \langle 11\bar{2}0 \rangle$ 方位が TD 軸まわりに $\pm 30^\circ$ 回転した集合組織に変化するはずである。

Fig. 9 は室温で10%の圧下率を与えたときの $\langle 0001 \rangle$ 極点図であるが、Fig. 2 の主方位が急速に弱まり、新たに TD 軸まわりに $\pm 20 \sim 30^\circ$ 回転した方位が現れている。双晶が低温ほど発生し易いこと、双晶発生によって予想される方位変化が現実には生じることなどは、TD 軸まわりの方位がこの双晶に起因することを裏付ける有力な証拠ではあるが、これだけですべてを説明できるわけではない。なぜなら、圧延初期の双晶変形によって TD 軸まわりに $\pm 30^\circ$ 回転した方位となった $\langle 0001 \rangle$ 極は、その後低温で活動的な底面すべりによって圧延面法線方向へ回転し、最終的にはそれと一致するはずだからである。従って Fig. 3 や4が示すように $\langle 0001 \rangle$ 極が TD 軸まわりに $\pm 15 \sim 20^\circ$ 回転した位置で安定するためには、逆に $\langle 0001 \rangle$ 極を圧延面法線から遠ざける機構が並存しなければならない。

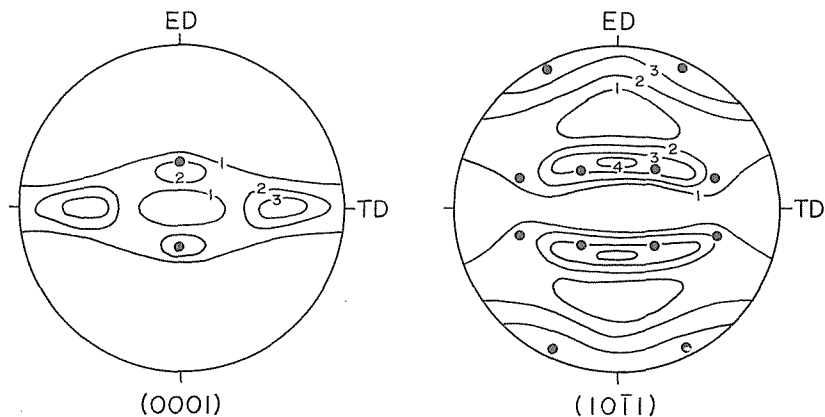


Fig. 9 $\langle 0001 \rangle$ and $\langle 10\bar{1}0 \rangle$ pole figures for a sheet rolled to 10% reduction in thickness at 300K. $\langle 0001 \rangle \langle 11\bar{2}0 \rangle$ rotated $\pm 30^\circ$ about TD is indicated by ●.

TD 軸まわりの方位が最も良く発達するのは言うまでもなく 230K の圧延板であるが、この方位は Mg-Li 合金に特有なものではなく、俗にダブルピーク型集合組織として Mg-Th 合金を始めとするいくつかの Mg 合金でも報告されている^{11, 12)}。その成因については報告例も少なく未だ定説はないが、ここではダブルピークの発生に $(10\bar{1}1)$ 双晶が関与しているという説¹¹⁾ について若干の検討を加えて見たい。(0001) 極が同極点図の中心に位置するような結晶粒、すなわち c 軸が板面法線と平行な結晶粒が低温で圧延される場合を考えよう。ロールからの圧力 p は板面に垂直に作用するため、底面すべりの分解剪断応力は 0 であり、 $(10\bar{1}2)$ 双晶のそれも $-0.5p$ と負の値をとるのに対して、 $(10\bar{1}1)$ 双晶のみは $0.42p$ という正值を持つ。すべりとは異なり双晶は分解剪断応力が負のときには活動できないことから、この結晶粒では上記の変形機構中ただ一つ $(10\bar{1}1)$ 双晶のみが活動し、その結果 (0001) 極は板面法線から約 57° 傾いた方位へと回転する。その後これは底面すべりや $(10\bar{1}2)$ 双晶によって再び板面法線方向へと回転して行き、最終的に三者のバランスした位置で集積することになる。さらに、Ti を低温で変形させた時に活発に活動すると言われている $(11\bar{2}2)$ 双晶についても検討したが、 $(10\bar{1}1)$ 双晶と同様の結果が得られた。

ダブルピーク型集合組織の代表例である Mg-Th 合金は $(10\bar{1}1)$ 双晶に起因する組織 (圧縮帯) が発生し易い合金¹³⁾ であり、このことが上記の説を支持する有力な根拠ともなっているが、Mg-Li 合金において $(10\bar{1}1)$ や $(11\bar{2}2)$ 双晶が活発であるか否かは知られていない。前出の双晶面積率測定用試料において双晶の晶癖面を解析した結果、明らかに $(10\bar{1}2)$ 双晶とは異なる双晶が相当数認められたが、どのような双晶系であるかを同定するには至らなかった。

5. 結 言

Mg-6.4mass%Li 亜共晶合金を 230K, 300K, 420K および 520K の各温度で圧延し、変形集合組織に与える圧延温度の影響について以下の結果を得た。

α 相 (六方晶) の集合組織はいずれの圧延温度においても、(0001) 極が板面法線方向と幅方向を結ぶ大円 (TD 軸) のまわりに $\pm 15 \sim 20^\circ$ 回転した成分と (0001) $\langle 10\bar{1}0 \rangle$ が板面法線方向と圧延方向を結ぶ大円 (RD 軸) のまわりに回転した成分からなるが、各成分の発達程度および後者の成分の回転角は温度によって大きく変化した。すなわち、

- (1) 本実験の最低圧延温度である 230K で圧延した板の場合、TD 軸まわりの方位が主方位であり、RD 軸まわりに $\pm 30 \sim 40^\circ$ 回転した方位は弱い。
- (2) 圧延温度が上昇するにつれて、RD 軸まわりの方位は著しく発達すると共に回転角が大きくなり、 $\{11\bar{2}0\} \langle 10\bar{1}0 \rangle$ 方位に近付いて行く。一方、TD 軸まわりの方位は急速に弱まる。
- (3) 最高圧延温度である 520K では、(0001) $\langle 10\bar{1}0 \rangle$ が RD 軸のまわりに $\pm 90^\circ$ 回転した方位、すなわち $(11\bar{2}0) \langle 10\bar{1}0 \rangle$ が主方位となり、TD 軸まわりに $\pm 15 \sim 20^\circ$ 回転した方位は痕跡程度にまで弱まる。

以上の結果および圧延温度と双晶発生量の関係などを総合することにより、低温では (0001) すべりと $\{10\bar{1}2\}$ 双晶が活動的であるのに対し、高温になると $\{10\bar{1}0\}$ や $\{10\bar{1}1\}$ のような非底面すべりが活動的になることが推論された。

最後に、共晶相に含まれる β 相 (体心立方晶) の集合組織は $(100) \langle 011 \rangle$ を主方位とし、圧延温度による変化は認められなかった。

参考文献

- 1) G. I. Taylor : J. Inst. Metals, 62, (1938) p. 307
- 2) F. E. Hauser, P. R. Landon and J. E. Dorn : Trans. ASM, 50, (1958) p. 856
- 3) G. W. Pearsall : Discussion of *ibid.*
- 4) C. S. Roberts : Magnesium and its alloys, (1960) p. 97, John Wiley & Sons, Inc
- 5) G. Wassermann : Texturen metallischer Werkstoffe, (1939) p. 71, Springer
- 6) D. N. Williams and D. S. Eppelsheimer : J. Inst. Metals, 81, (1952-53) p. 553
- 7) E. A. Calnan and C. J. B. Clews : Phil. Mag., 41, (1950) p. 1085
- 8) E. A. Calnan and C. J. B. Clews : *ibid.*, 42, (1951) p. 616
- 9) E. A. Calnan and C. J. B. Clews : *ibid.*, 42, (1951) p. 919
- 10) E. A. Calnan : Acta Met., 2, (1954) p. 865
- 11) S. L. Couling, Wright Air Development Center Tech. Rept., (1957) No. 57-194, Part 3
- 12) P. W. Bakarian, Trans. AIME, 147, (1942) p. 266
- 13) S. L. Couling, J. F. Pashak and L. Sturkey, Trans. ASM, 51, (1959) p. 94