

平成 30 年 6 月 12 日現在

機関番号：35302

研究種目：基盤研究(C) (一般)

研究期間：2015～2017

課題番号：15K05701

研究課題名(和文) 多軸圧縮を利用した局所組織制御マグネシウム合金長尺材の開発と応用

研究課題名(英文) Development and Application of Long Size Magnesium Alloy Materials with Localized Structure Control using Multiaxial Compression

研究代表者

清水 一郎 (Shimizu, Ichiro)

岡山理科大学・工学部・教授

研究者番号：10263625

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 3,600,000円

研究成果の概要(和文)：マグネシウム合金長尺材に対し、ニーズに応じて選択領域の組織状態と力学的性質を制御する手法の開発を試みた。AZ31マグネシウム合金を主対象とし、まず、初期集合組織や変形履歴、熱処理が最終組織状態や力学的性質に及ぼす影響を明らかにした。次に、圧縮に伴う静水圧を用いて選択領域に張出し変形を与えた後、元形状に復元する方法を開発した。この方法と熱処理を組み合わせることにより、円管材の選択領域にのみ変形双晶を活動させ、力学的性質を制御することが可能となった。また、選択領域の新しい力学的性質評価手法としてチューブエンドフレア試験を提案した。

研究成果の概要(英文)：The present study aimed to develop the method to control microstructures and mechanical properties in the selected area of long size AZ31 magnesium alloy materials such as tubes and bars. At first, the influences of initial texture, deformation histories, and heat treatment conditions upon the final texture and mechanical properties were investigated. Next, the combined method of the local bulging process to the selected area by using hydrostatic pressure and the restore process to the original profile was developed. The developed method, with a heat treatment, enabled the activation of deformation twin and the control of mechanical properties in the selected area of the long size AZ31 magnesium alloy thin-walled tube. Besides, the tube end flaring test was newly introduced to evaluate the mechanical properties of the selected area.

研究分野：材料力学、弾塑性工学、応用固体力学

キーワード：マグネシウム合金 塑性変形 局所組織制御 力学的性質 集合組織 長尺材 変形双晶

1. 研究開始当初の背景

(1) マグネシウム合金は常温で底面すべりと変形双晶が優先的に活動するため、塑性変形に伴って集合組織が形成される。この集合組織は常温成形性を低下させることから、集合組織の弱化を主目的として、結晶粒微細化や加工熱処理によって素材全体の集合組織低減を目的とした研究が行われてきている。しかし、金属材料の集合組織は弱化させることが常に望ましいわけではなく、集合組織のもたらす塑性異方性が有用な場合も多い。良く知られているところでは、塑性異方性強化による深絞り性や管材成形性の向上が挙げられる。特に、基礎となる結晶構造自体が強い異方性を有するマグネシウム合金では、利用対象に応じて集合組織を積極活用することにより製品の機能性向上効果が期待できる。

(2) 研究代表者は各種金属材料の多軸圧縮塑性挙動を調べており、マグネシウム合金の結晶学的組織に関して、マグネシウム合金の圧縮に伴う変形双晶はチタン系と異なり Schmid 則にほぼ従うこと、変形双晶は圧縮ひずみ経路に依存し結晶粒全域に広く出現すること、初期等方性材に小さな相当ひずみの塑性変形を加えると、変形双晶により異方性が成長して特定方向の降伏応力が低下すること、などを明らかにしてきた。これらの知見は、マグネシウム合金において変形双晶を活用すれば、小さな塑性変形で結晶学的組織を制御できることを示唆している。

2. 研究の目的

このような背景に基づいて本研究では、マグネシウム合金長尺材において変形双晶を選択的に発生させることにより、力学的ニーズに応じて局所的に組織を制御する手法の確立を目指して、次のような目的を設定した。

(1) マグネシウム合金長尺材を対象とし、局所的に圧縮を与えた際の変形履歴や塑性変形量、初期組織状態が、変形双晶の発生や流れ応力に及ぼす影響を評価する。

(2) 評価結果に基づき、選択領域における変形双晶を制御し、延性を失うことなく局所的に組織状態が異なる素材の製造技術を確立する。

(3) 製造した素材に対して各種材料試験を実施し、双晶を中心とした組織的要因が力学的特性に及ぼす影響を明らかにする。

3. 研究の方法

前述の目的を達成するために、次のような流れで研究を実施した。なお、これらの研究方法は当初の計画とは幾分異なっているが、これは研究遂行の過程で目的達成に適した方法を選択したためである。

(1) まず最初に、初期組織状態や環境温度を含む変形履歴が力学的性質に及ぼす影響を明らかにするため、代表的な AZ31 マグネシウム合金押し丸棒材を対象とし、室温から 523 K までの各温度において単軸圧縮を行い、力学的性質の変形温度依存性を調べた。また、予圧縮と各温度での熱処理を組み合わせ、それらの条件が変形双晶に関連して集合組織に及ぼす影響を調べた。

(2) 本研究が目指した局所的な組織制御では負荷反転を含む塑性変形を伴う。そこで、負荷反転が力学的性質に及ぼす影響を明らかにするため、AZ31 マグネシウム合金押し丸棒材を用い、切り出した試験片に対して負荷反転を含む単軸引張り - 圧縮試験および単軸圧縮 - 引張り試験を実施した。その結果をもとに、最初の変形における予ひずみおよび負荷応力が、後続変形時の応力 - ひずみ関係や破断ひずみに及ぼす影響について、変形双晶の影響を含めて検討を加えた。

(3) 前述の研究成果をもとに、本研究の主目標である局所組織制御を試みた。具体的には、軸方向にほぼ垂直に c 軸 ($\langle 0001 \rangle$ 軸) が配列した比較的強い集合組織を有する AZ31 マグネシウム合金押し薄肉円管材を出発材として用い、圧縮に伴う静水圧によって円管材の一定幅選択領域を張出し変形させ、局所的に変形双晶を活動させる手法の確立を目指した。続いて、張出し領域を元の形状に戻す復元加工を施すことにより、最終的に輪郭が初期状態とほぼ等しい円管の製造を試みた。

(4) 選択的に組織制御を施した後の各領域の力学的性質を評価する手法として、チューブエンドフレア試験を適用し、AZ31 マグネシウム合金円管長尺材における円周方向の変形特性を、軸方向と分離して評価する手法の開発を試みた。この手法は完成には至っていないものの、マグネシウム合金円管長尺材のように、軸方向と円周方向で強い塑性異方性を有し、かつ局所的に組織状態が異なる素材の力学的性質評価に有用と期待される。

4. 研究成果

以下に本研究で得られた成果を順に説明する。なお、各項目の番号は研究方法記載の番号と対応している。

(1) 初期組織状態や環境温度を含む変形履歴が力学的性質に及ぼす影響を調べるため、試験温度を変化させて AZ31 マグネシウム合金押し丸棒材の軸方向に圧縮試験を行った。得られた応力 - ひずみ関係を図 1 に示す。423 K 以下では、試験温度の上昇に伴ってマグネシウム合金の流れ応力が若干低下するものの、ほぼ類似した応力 - ひずみ曲線とな

っている。また、引張り双晶の活動により3段階のひずみ硬化挙動が認められる。なお、圧縮ひずみが0.2に至るまでに圧縮破壊を生じており、この温度域では延性向上効果が限定的であることがわかる。一方、523 Kでは応力低下が顕著であり、応力 - ひずみ関係は423 K以下の場合と明確に異なった。また、圧縮ひずみが0.3を超えても破壊に至らず、圧縮成形限界が向上することがわかった。

圧縮ひずみ0.1における試験片の微視組織の例を図2に示す。373 Kにて圧縮した場合、試験片表面には方向が比較的限定されたすべりと双晶の痕跡が多数認められた。一方、523 Kにおいては、すべりと双晶の痕跡が明瞭ではなく、その方向も様々であった。これらの観察結果は、523 Kでは423 K以下の場合と比較して多くのすべり系が活動しやすくなることを定性的に裏付けている。

AZ31 押し出し丸棒材について初期集合組織を図3(a)に、軸垂直方向に圧縮ひずみ0.05の予圧縮を与え、573 Kで熱処理を行った後の集合組織を図3(b)に示す。押し出しのままの状態では丸棒の軸垂直方向に{0001}面法線方向が揃う強い集合組織が形成されていた。一方、予圧縮と熱処理を施すことによって集合組織が弱化するるとともに、{0001}面の方位に広がり認められた。この結果は、予圧縮と熱処理の組合せによって、集合組織すなわち塑性異方性の制御が可能であることを示唆している。

(2) 負荷反転がAZ31 マグネシウム合金丸棒材の力学的性質に及ぼす影響を調べるため、単軸引張りおよび単軸圧縮を破断まで行った。真応力 - 真ひずみ関係を図4に示す。単軸引張りでは加工硬化率が徐々に減少し、真応力約350 MPa、真ひずみ約0.3で破断に達した。一方、単軸圧縮では単軸引張りと比較して初期降伏応力が低下し、加工硬化率が増加する領域を経た後、加工硬化率が減少に転じて破断した。破断時の真応力は単軸引張り時とほぼ同程度であったが、真ひずみは0.12程度であり、その絶対値は単軸引張りより小さい。この挙動は丸棒軸に対して垂直な方向にc軸がほぼ放射状に並び初期集合組織が形成されており、単軸圧縮によってc軸方向引張りを伴う変形双晶が活動するためと考えられる。

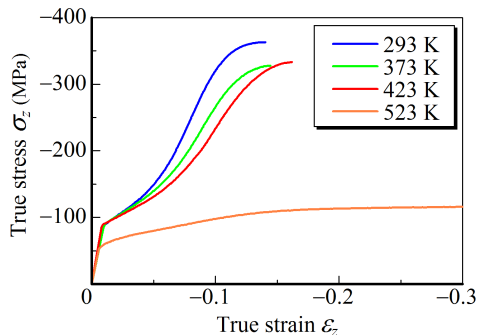
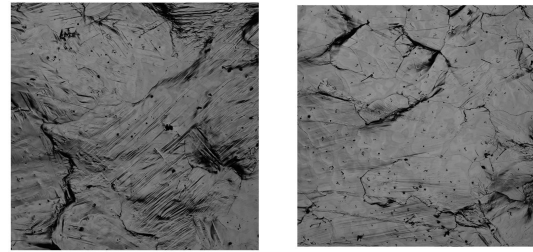
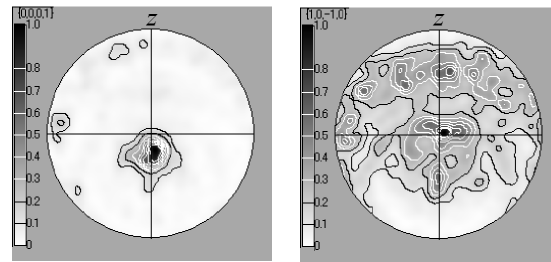


図1 AZ31 マグネシウム合金押し出し丸棒材の応力 - ひずみ関係に及ぼす試験温度の影響

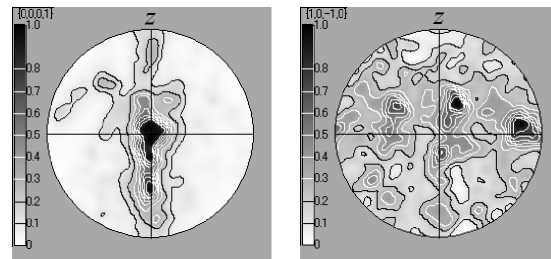


(a) 373 K (b) 523 K

図2 圧縮ひずみ0.1における微視組織



(a) 押し出しまま材



(b) 圧縮ひずみ0.05後に573 K熱処理

図3 熱処理による集合組織の変化

織が形成されており、単軸圧縮によってc軸方向引張りを伴う変形双晶が活動するためと考えられる。

破断時の試験片の様子を図5に示す。引張りでは拡散くびれが生じており、一般的な延性破壊と認められる。一方、圧縮ではせん断的な破壊形態を呈している。このような引張りと同様な加工硬化率の増加域が現れた。これに対してC-T試験では、負荷反転後の引張りにおいても単軸引張りでは見られなかった加工硬化率の増加が顕著に認められた。これは、最初の圧縮時に活動した双晶領域内で結晶方位が回転し、後続の引張りにおいて変形双晶が活動するようになったためである。

単軸引張り - 圧縮試験 (T-C 試験) および単軸圧縮 - 引張り試験 (C-T 試験) における真応力 - 真ひずみ関係を、予ひずみの絶対値が0.1の場合について図6に示す。T-C試験では負荷反転後の圧縮において、単軸圧縮の場合と同様な加工硬化率の増加域が現れた。これに対してC-T試験では、負荷反転後の引張りにおいても単軸引張りでは見られなかった加工硬化率の増加が顕著に認められた。これは、最初の圧縮時に活動した双晶領域内で結晶方位が回転し、後続の引張りにおいて変形双晶が活動するようになったためである。

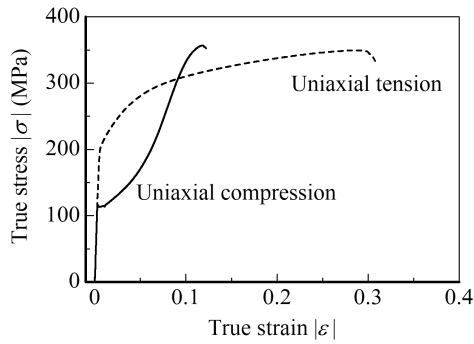


図4 AZ31 マグネシウム合金押し丸棒材の単軸引張りおよび圧縮における応力 - ひずみ関係

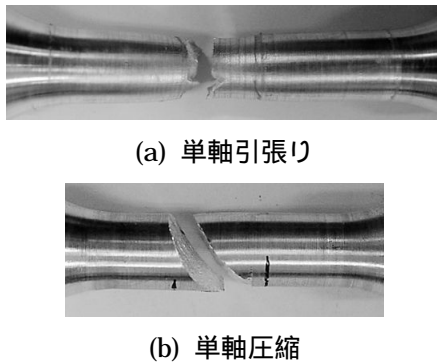


図5 単軸引張りおよび圧縮における破断の様子

各試験における負荷反転後の最大応力と最大応力時ひずみに対する予ひずみの影響を図7に示す。T-C 試験、C-T 試験ともに、最大応力は 380 ~ 400 MPa 程度であり、予ひずみが増加してもほとんど差がないことがわかった。一方、最大応力時のひずみは、双方の試験とも予ひずみに伴って減少しているが、T-C 試験に着目すると予ひずみなしと予ひずみ -0.05 時における最大ひずみの減少割合が大きい。このことは、予圧縮を与えたことによる変形双晶の活動が、最大応力時ひずみ低下に影響することを示唆している。

(3) ここまでに蓄積された研究成果を基礎として、AZ31 マグネシウム合金押し薄肉円管材(外径 19 mm、肉厚 0.5 mm)を対象とし、選択領域的(局所的)な組織制御を試みた。幾通りかの方法を検討した結果、軸方向にほぼ垂直に c 軸が配列した比較的強い底面集合組織を有する AZ31 マグネシウム合金押し薄肉円管材を出発材として用い、組織を保ったまま加工硬化を低減させる条件で熱処理を加えた後、静水圧によって円管材の一定幅選択領域を張出し変形させて局所的に変形双晶を発生させる方法を採用することとした。なお、張出し変形領域には復元加工を施し、最終的に原形状に戻す。

AZ31 薄肉円管の局所張出しを実現するために作製した治具の構成を図8に示す。ダイ

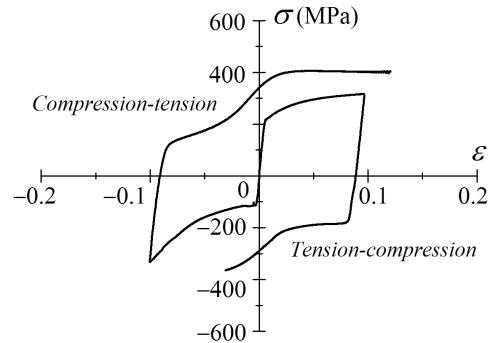


図6 引張り圧縮および圧縮引張り負荷反転に伴う応力 - ひずみ関係の変化

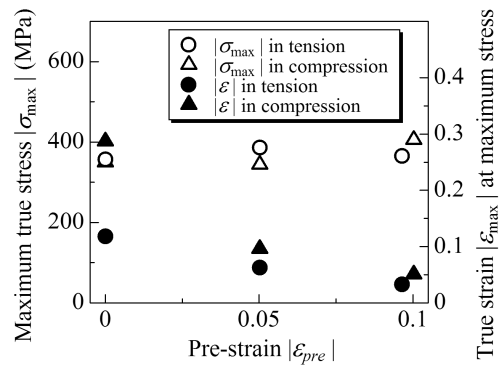


図7 予ひずみ ϵ_{pre} が最大応力 σ_{max} と最大応力時ひずみ ϵ_{max} に及ぼす影響

ス内に設置した円管にウレタンゴムを挿入し、プレス機による圧縮を用いて静水圧を負荷することにより、一定幅 2 mm の縦長領域に局所的な張出し塑性変形を加える。円管試験片を囲むダイスには、張出し変形を許容する円弧状の切欠き領域を設けてある。張出し領域の円周方向真ひずみは、0.03、0.06、0.09 となるように三通りのダイスを製作した。次に、この局所張出し領域を元の形状に戻す復元加工を施した。具体的には、円管の内径に

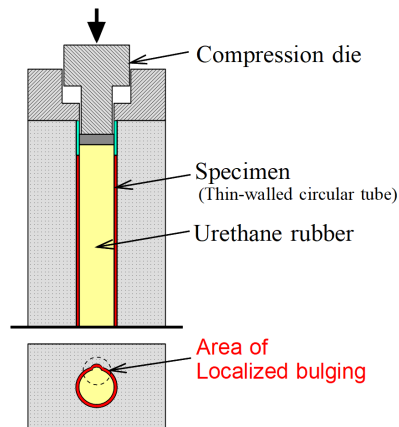


図8 AZ31 マグネシウム合金薄肉円管に局所張出し塑性変形を与えるための治具構成

相当する中子を挿入後、局所張出し領域を2段階で外側から圧縮した。最後に、473 K 20min の条件で最終焼鈍処理を行い、組織状態を変化させずに加工硬化の影響を低減させることを試みた。局所張出し加工後および復元加工後の円管断面形状の例を図9に示す。復元加工によって円管の初期輪郭にほぼ戻ることが確かめられた。

初期状態および各工程後における局所張出し領域の結晶学的方位を後方散乱電子線回折法で測定した結果の一例を図10に示す。組織調整された初期状態は、平均結晶粒径が20 μm 程度の等軸粒組織であった。局所張出しを与えると、多数の変形双晶が活動した。その後、復元加工を経て最終焼鈍処理を行うと、結晶粒径には顕著な変化が認められなかったが、変形双晶はその一部が消失した。この双晶割合低下はできるだけ抑制することが望ましく、今後さらに最終焼鈍条件等の調整が必要である。

初期状態、局所張出し後、最終焼鈍後の力学的性質を評価するため、局所張出し領域からダンベル状試験片を切り出し、単軸引張り試験を実施した結果を図11に示す。初期状態と比較して局所張出し後は加工硬化によって流れ応力が高くなったが、延性はそれほど失われていない。これは、変形双晶によって新たなすべり系の活動が可能になったためと推察される。さらに、最終焼鈍後は流れ応力が低下したが、引張り伸びは初期状態よりも向上した。これは、先に述べた変形双晶による新たなすべり系の活動に加え、堆積転位の減少に伴う延性の回復によるものと考えられる。以上の成果により、本研究で提案した手法によって、AZ31 マグネシウム合金円管の局所領域における組織状態および力学的性質を制御可能であることが確かめられた。

(4) 本研究の副次的な成果として、円管長尺材の局所領域における力学的性質を評価するために、チューブエンドフレア試験を応

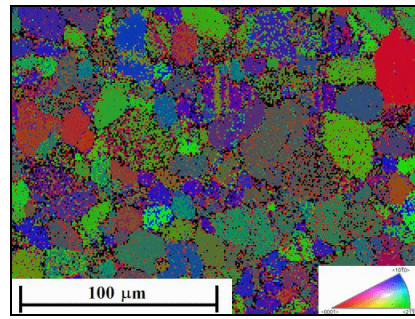


(a) 局所張出し後

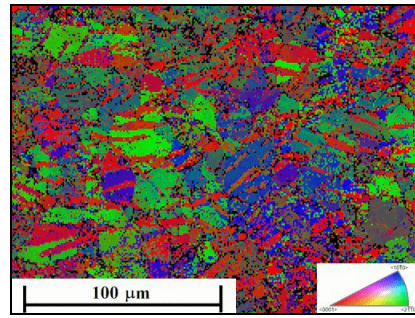


(b) 復元加工後

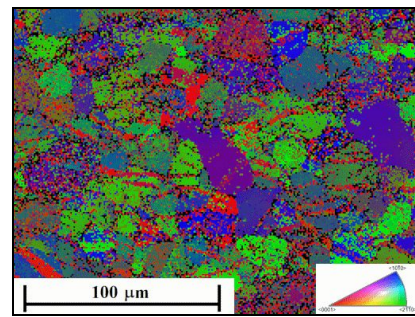
図9 局所張出し加工および復元加工後の薄肉円管断面形状



(a) 初期状態



(b) 局所張出し後



(c) 復元加工・熱処理後

図10 局所張出し領域における微視組織状態の変化

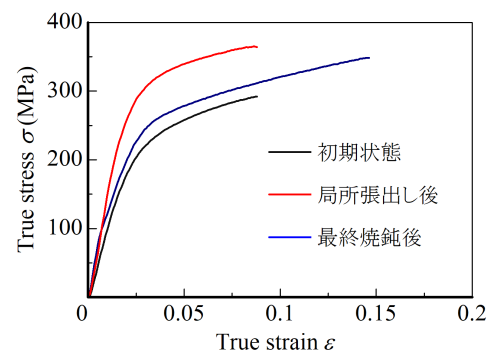


図11 局所張出し領域から切出した試験片の単軸引張りに伴う応力-ひずみ関係

用した手法の開発を行った。

チューブエンドフレア試験を図12に示す。この試験では、円管試験片の両端に同時に円錐工具を押し込むことにより、試験片軸方向に平行な工具変位を保证する。円錐工具は超合金製であり、先端角 $\theta = 30^\circ$ 、 60° の

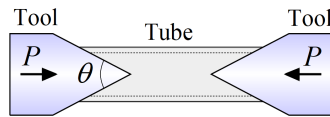


図 1 2 チューブエンドフレア試験

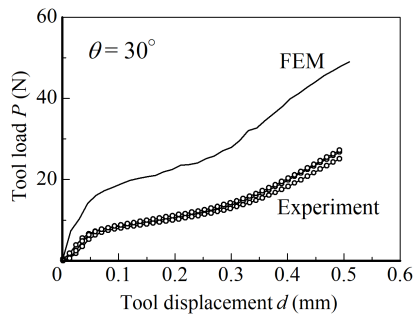


図 1 3 チューブエンドフレア試験における押込み荷重と変位の関係

2種類を用意し、工具変位に伴う押込み荷重を測定・記録した。一方、チューブエンドフレア試験における円管試験片の変形状態を理解するために有限要素法解析(FEM)を行い、工具変位 - 押込み荷重関係の比較によって応力 - ひずみ関係の逆推定を試みた。

実験と有限要素法解析によって得られた工具変位に伴う荷重変化の例を図 1 3 に示す。荷重は塑性変形開始まで急増後、工具変位 0.4 mm 程度まではシグモイド関数的な変化を示し、その後は工具変位に対してほぼ線形的に増加した。これはチューブエンドフレア試験において、試験の初期には曲げ変形の影響が大きく、工具押込みが進行すると円周方向引張りの影響が増大するためである。等温状態で変形が進行すると考え、全消費エネルギーから弾性変形に要するエネルギー、摩擦消費エネルギー、長手方向の変形に要する塑性仕事を差し引けば、円周方向変形で消費された塑性仕事を分離評価し、応力 - ひずみ関係を逆推定可能である。現在、この手法の完成を目指して研究を継続している。

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)

[学会発表](計 11 件)

趙 薪茗, 清水一郎, 和田 晃, 森 佳太, 局所領域に張出し変形を与えた AZ31 マグネシウム合金薄肉円管の組織と力学的性質, 日本機械学会中国四国支部第 56 期総会・講演会, 講演番号 204 (2018 年 3 月 7 日), 2 pages in CD-ROM, 徳島県徳島市, 徳島大学.

清水一郎, 國安隼人, 和田 晃, チューブエンドフレア試験による小径 AZ31 マグネシウム合金円管材の力学的性質評価に関する検討, 日本機械学会 2017 年度年次大会, 講演番号 G0300802 (2017 年 9 月 6 日), 3 pages

in CD-ROM, 埼玉大学.

趙 薪茗, 清水一郎, 中井賢治, 森 佳太, AZ31 マグネシウム合金丸棒材の引張り圧縮負荷反転に伴う応力 - ひずみ関係と破断, 日本実験力学会 2017 年度年次講演会, 講演番号 B112 (2017 年 8 月 28 日), 53-54, 岡山理科大学.

趙 薪茗, 清水一郎, 圧縮変形が AZ31 マグネシウム合金の集合組織変化に及ぼす影響に関する検討, 日本機械学会中国四国支部第 55 期総会・講演会, 講演番号 214 (2017 年 3 月 7 日), 2 pages in CD-ROM, 広島県広島市, 広島工業大学.

國安隼人, 清水一郎, 岩田大樹, 中谷達行, 和田 晃, AZ31 マグネシウム合金製円管材の異方性を考慮した力学的性質評価法の検討, 日本機械学会中国四国支部第 55 期総会・講演会, 講演番号 213 (2017 年 3 月 7 日), 2 pages in CD-ROM, 広島県広島市, 広島工業大学.

西江勝哉, 清水一郎, 趙 薪茗, 中井賢治, 熱処理と予変形が AZ31 マグネシウム合金の力学的性質および破断ひずみに及ぼす影響, 日本機械学会中国四国支部第 55 期総会・講演会, 講演番号 211 (2017 年 3 月 7 日), 2 pages in CD-ROM, 広島県広島市, 広島工業大学.

小川哲央, 清水一郎, 岩田大樹, AZ31 マグネシウム合金棒材の力学的性質に及ぼす処理温度の影響に関する検討, 日本機械学会中国四国支部第 54 期総会・講演会, 講演番号 207 (2016 年 3 月 9 日), 2 pages in CD-ROM, 愛媛県松山市, 愛媛大学.

清水一郎, AZ31 マグネシウム合金における圧縮塑性挙動および圧縮成形限界の温度依存性, 日本鉄鋼協会・日本金属学会・中国四国支部 2015 年度鉄鋼第 58 回, 金属第 55 回講演大会・講演論文集, 20, 講演番号 A15, (2015 年 8 月 19 日), 広島県広島市, 広島工業大学.

6. 研究組織

(1) 研究代表者

清水 一郎 (SHIMIZU, Ichiro)
岡山理科大学・工学部・教授
研究者番号: 10263625

(2) 研究分担者

中川 恵友 (NAKAGAWA, Keiyu)
岡山理科大学・工学部・教授
研究者番号: 90309542