

令和 3 年 6 月 16 日現在

機関番号：12101

研究種目：若手研究

研究期間：2018～2020

課題番号：18K14025

研究課題名（和文）形状・組織の同時制御による高効率・高付加価値のマグネシウム合金部材製造技術の確立

研究課題名（英文）simultaneous control of shape and microstructure to achieve the high-value-added manufacturing of magnesium alloy products

研究代表者

小貫 祐介（Onuki, Yusuke）

茨城大学・フロンティア応用原子科学研究センター・産学官連携助教

研究者番号：50746998

交付決定額（研究期間全体）：（直接経費） 3,200,000円

研究成果の概要（和文）：軽く、丈夫なマグネシウム合金は、鉄鋼やアルミ合金と比較して塑性変形（曲げ伸ばし）において割れやすく、製品の形状に加工することが難しいという欠点を持つ。ところが本研究ではカルシウム添加マグネシウム合金を200～300℃程度まで加熱すると、他材料を凌駕する延性を示すことが明らかになった。変形する部分だけを加熱する変形治具を工夫することにより、わずかなエネルギーでの加熱で、大きな塑性変形が与えられるようになることが分かった。

研究成果の学術的意義や社会的意義

軽量高強度のマグネシウム合金の利用拡大は、自動車・鉄道車両などの軽量化に寄与し、二酸化炭素排出量の低下に貢献できる。本研究はマグネシウム合金の「形を作る」プロセスを提案することで、この社会的課題に対するアプローチを示しました。学術的な観点からは、高温でのマグネシウム合金の延性改善メカニズムが、鉄鋼やアルミニウム合金とは異なる現象に起因していることを明らかにした。これについてはまだ不明な点が多いですが、今後の研究によって、「延性に乏しくすぐ割れる」というマグネシウム合金の常識を覆す可能性がある。

研究成果の概要（英文）：Magnesium alloys are light and rigid structural materials while their ductility is not as good as steels and aluminum alloys. In this study, however, we observed an excellent ductility of Ca-added magnesium alloy at high temperatures (200～300℃). By heating only the part to be deformed, a large deformation could be achieved, which consumed minimum energy.

研究分野：金属組織学

キーワード：マグネシウム合金 集合組織 動的再結晶 曲げ加工

### 1. 研究開始当初の背景

Mg合金は冷間成形が困難であるが、加熱による成形性の改善が知られていた、従来は表面酸化や発火リスクが問題視されていたが、不動態被膜を形成する難燃性Mg合金が登場し、ホットスタンピングなどの最終工程での加熱成形の適用にも期待が出来る状況であった。しかし、高温変形における転位の挙動や微細組織の変化については不明な点が多く、制御指針が確立されていなかった。

### 2. 研究の目的

本研究では形状付与と高強度化を同時に行えるMg合金の高温変形に関する基礎知見の獲得と、その応用による成形技術の確立を目的とした。当初は高強度鉄鋼材料に対して盛んに行われている、ホットスタンピングに類似した、試料を加熱するプロセスを指向していたが、より効率の確かかつマグネシウム合金に適した手法を探索することも、本研究の目標に含めるようにした。

### 3. 研究の方法

#### (1) 高温におけるCa添加マグネシウム合金の変形挙動と微細組織変化の把握

本研究では、単軸引張変形中その場中性子回折実験によって、変形中の集合組織や転位密度の変化を追跡する実験を行った。変形温度は室温および100℃から300℃まで50℃刻みに設定した。加えて、変形後の試料に対するEBSD測定によって、変形によって生じる微視的変化の観察も行った。中性子回折によって得られた変形中の集合組織の発達を理解するため、VPSCモデルにより数値計算シミュレーションを行った。これにより集合組織の形成原理の把握を試みた。

#### (2) 曲げ変形への展開

実際の成型加工においては、単軸引張変形よりもより複雑な変形モードが適用される。上記(1)で得られた知見をより複雑な加工へ展開するための一歩として、本研究ではVブロックを用いた90°曲げ変形試験を行った。変形治具はJIS H0543:2014に基づき設計し、試料厚みは1mmとした。試料を加熱するホットスタンピング型の高温成型と、加工パンチを加熱する高温治具成型の2種類の高温成型実験を行い、より実用的かつ効果的な高温成型法を模索した。

### 4. 研究成果

#### (1) 研究の主な成果

図1はAZX612マグネシウム合金を各温度において単軸引張変形を行って得た公称応力-公称ひずみ曲線である。すべての実験で、初期ひずみ速度は $3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ とした。373 K以上で塑性不安定領域が拡大し、大きな全伸びが得られるようになった。このような見かけの応力低下局面は試験片がくびれを生じることによって現れる。一般的な金属材料では、くびれの発生後はすぐに変形の局所化が発生し、破断に至るが、本合金の場合にはくびれを形成しつつも破断はせず、変形を継続する特徴を持つ。マグネシウム合金は一般に変形の局在化が起こりやすく、早期破断の一因とされている。このことから、高温での全伸びの増加は、変形局所化を遅延させるというよりも、局所化した領域が生じつつも、その部分が破断に至らないような、復旧メカニズムが存在することを示唆している。

573 Kというほとんどのマグネシウム合金で発火リスクの低い温度で、50%もの伸びを示すことは特筆に値する。本研究ではこの原因たるメカニズムを調査することから着手した。本稿ではこの研究課題の成果について示す。

図2および図3に室温および573 Kでの変形前後の集合組織を表す正極点図を示す。これらはその場中性子回折実験によって得られたもので、実際には変形を通じて変化は徐々に生じていたことを確認している。その場中性子回折実験においてはひずみ速度を $3 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ とした。

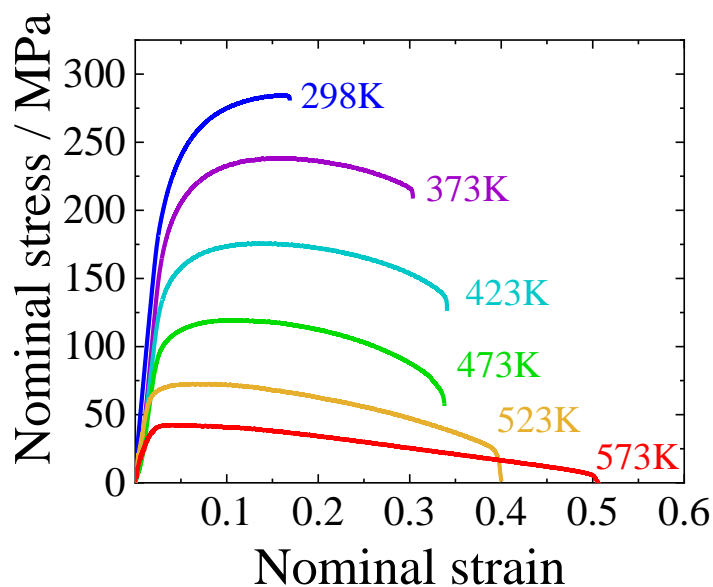


図1 Ca添加マグネシウム合金 AZX612 の各温度における応力ひずみ曲線。

この結果、573 K では図 1 に示した以上の延性増大が認められ、試験機の可動範囲の限界であるひずみ 0.79 において試験を停止した。

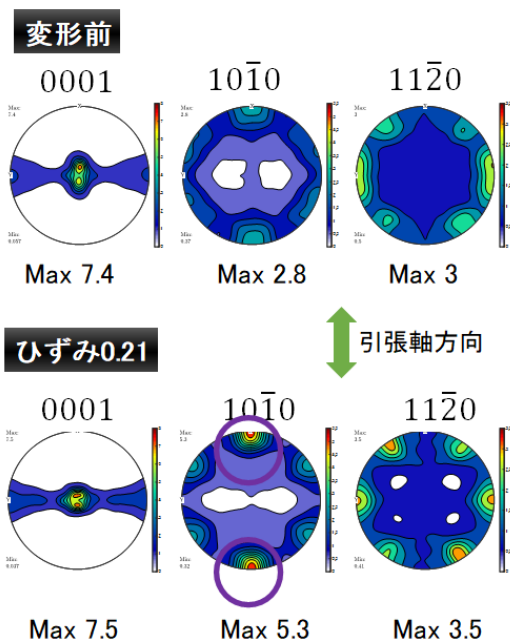


図 2 室温変形前後の集合組織を表す正極点図。

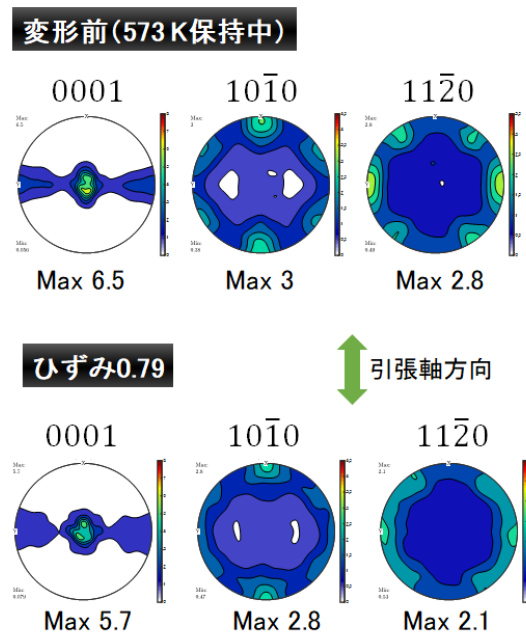


図 3 573 K における変形前後の集合組織を表す正極点図。

図 2 に示すように、室温での引張変形では引張軸方向へ(1010)が配向する。同様の結果は過去の研究で別種の Mg 合金 AZ31 でも確認されている。また変形集合組織形成シミュレーションによっても良く再現され、すべり変形の結果としてこのような集合組織が形成されたということが出来る。一方で図 3 に示したように、573 K においては、集合組織が変形前より弱化する傾向が見て取れる。これはすべり変形に伴う幾何学的な結晶回転では説明ができない。

集合組織の弱化を伴う大変形メカニズムとしては、超塑性と呼ばれるメカニズムが知られている。これは結晶粒が微細な材料においてみられるもので、結晶粒界すべりが変形をもたらす主たる機構となる。結晶粒内の方位とは関係しない変形メカニズムであるため、結果として集合組織が弱化的ることが知られている。ところが本試料の平均結晶粒径は 20 μm 程度であり、粒界すべりの発現は考えにくい。また 573 K における応力とひずみ速度の関係を調査すると、ひずみ速度が応力の 6 乗に比例する関係が得られた。これは転位すべりの領域で見られるもので、粒界すべりが変形メカニズムである場合はひずみ速度と応力は比例関係を示す。以上のことから、高温での延性増大はいわゆる超塑性とは別種のものであると結論した。

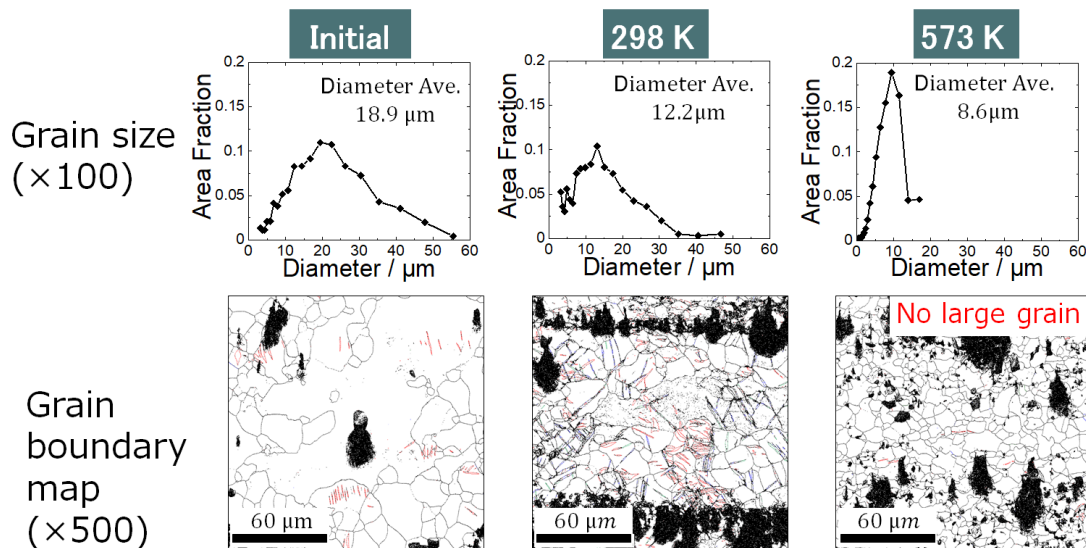


図 4 変形前、室温変形後、および 573 K 変形後の結晶粒径分布と微細組織。

図4に変形前後の結晶粒径分布および微細組織を示す。変形前は約20  $\mu\text{m}$ を頂点に比較的広い結晶粒径分布を持っていた。室温変形後においては、変形双晶の導入によりやや平均粒径が減少するが、広がりのある分布は保たれる。一方で573 Kでは先鋭な分布となり、平均粒径も減少している。微細組織には双晶はあまり見受けられず、別種の結晶粒径微細化プロセスが存在することを示唆する。研究代表者らはこれを動的再結晶によるものと考えた。

変形条件によっては動的再結晶による微細粒と未再結晶組織が共存する微細組織が得られた。図5は523 K,  $3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ の条件で変形した試料の微細組織全体と、10  $\mu\text{m}$ を閾値として分割したそれぞれの領域の集合組織を示すものである。

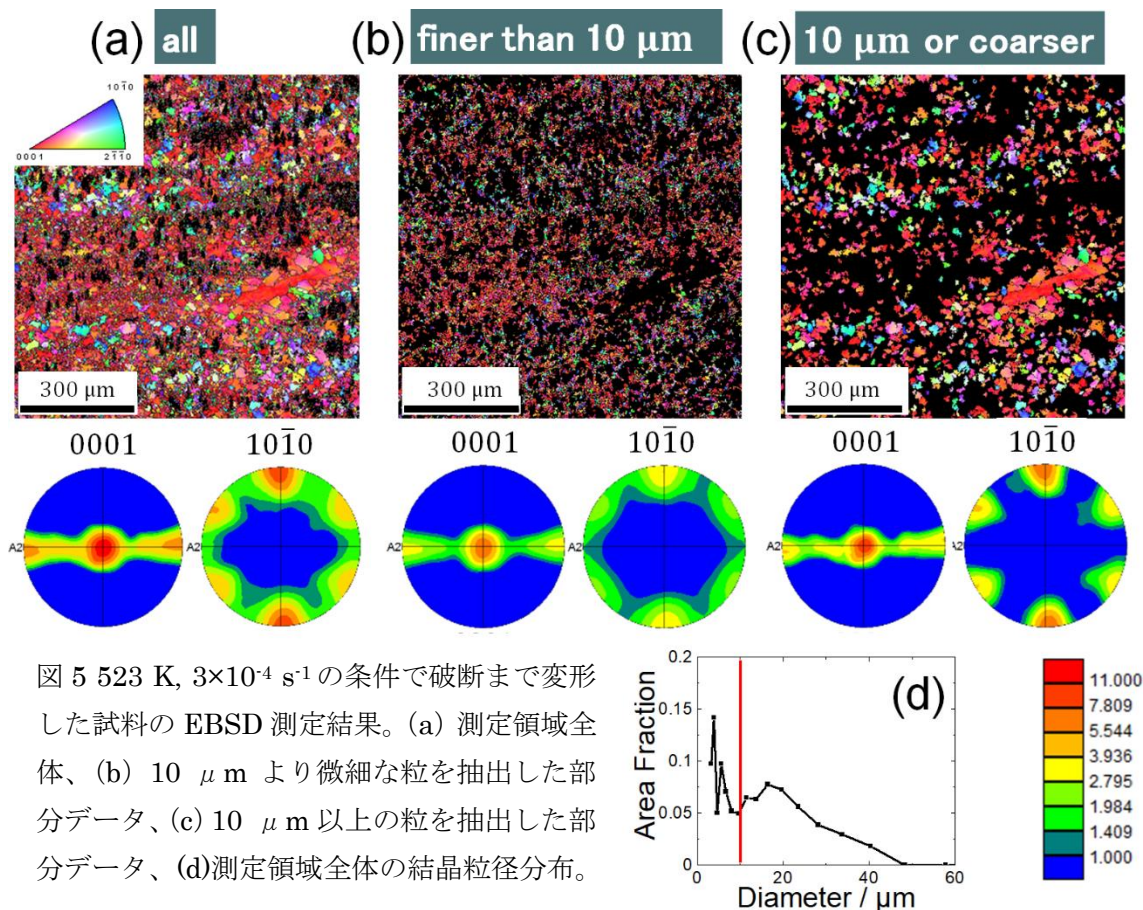


図5 523 K,  $3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ の条件で破断まで変形した試料のEBSD測定結果。(a)測定領域全体、(b)10  $\mu\text{m}$ より微細な粒を抽出した部分データ、(c)10  $\mu\text{m}$ 以上の粒を抽出した部分データ、(d)測定領域全体の結晶粒径分布。

この図より、微細粒は図3に類似した弱い集合組織、粗大粒は室温変形の図2に類似した先鋭な集合組織を持っていることが分かる。このことから、573 Kでの変形で形成された組織は、全体が動的再結晶粒で構成されていたと考えることが出来る。

高温変形による動的再結晶とこれに伴う集合組織弱化は、銅合金などでしばしば報告される。これらの面心立方構造を持つ金属が動的再結晶を伴う変形をする場合は、応力の低下と増加を繰り返し、振動する応力-ひずみ曲線が観測される。応力の低下局面は変形集中を生みやすいため、一般に引張変形ではこれは延性増大に有利には働かない。マグネシウム合金における動的再結晶がなぜ飛躍的な延性増大をもたらしたのかは明確ではないが、いわゆるせん断帯と呼ばれる変形集中サイトにおける転位密度の増加を緩和し、亀裂やその前駆段階であるポイド発生を防止する役割を担っているのではないかと推察される。

## (2) 得られた成果の国内外における位置づけとインパクト

上記の結論は、せん断帯におけるひずみ集中さえ防げれば、マグネシウム合金は大きな塑性変形が可能な材料であることを示唆するものである。図5が示すように、未再結晶領域の集合組織は室温変形の集合組織と類似しており、従来言われてきた高温での錘面すべりの活発な活動を示唆する結果とはなっていない。底面および柱面すべりを主体的な変形メカニズムとしつつも、大変形が可能であることを示唆する本研究の結果は、マグネシウム合金の持つ潜在的な特性を示唆するものであると考えている。

## (3) 今後の展望

今後は上記の結果について、論文としてまとめ、報告する予定である。曲げ変形についても一応の成果が出ているが、多少の追加実験が必要である。また変形治具は試作段階であり、より効率的かつ工業的応用が可能なものへと発展させたい。また、合金探索によってより低温で動的再

結晶を発現する材料を見出せるかもしれない。一般に合金元素の添加により再結晶は生じにくくなるが、近年のマグネシウム合金の研究は合金元素のより少ない、希薄合金系へシフトしつつある。プラスチック並みの成型温度で大変形が可能となれば、比剛性の高さを生かしたマグネシウム合金のアプリケーションの幅はさらに広がるであろう。

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計2件（うち査読付論文 2件 / うち国際共著 0件 / うちオープンアクセス 0件）

1. 著者名 Onuki Yusuke, Sato Shigeo	4. 巻 810
2. 論文標題 Anomalous Twinning as the Macroscopic Deformation Mechanism for AZ31 Magnesium Alloy	5. 発行年 2019年
3. 雑誌名 Key Engineering Materials	6. 最初と最後の頁 95-100
掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） 10.4028/www.scientific.net/KEM.810.95	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

1. 著者名 正岡佳純、小貫祐介、佐藤成男	4. 巻 51
2. 論文標題 六方晶金属の非等方的な結晶子微細化に対する Williamson-Hall 法の補正法検討	5. 発行年 2020年
3. 雑誌名 X線分析の進歩	6. 最初と最後の頁 223-230
掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） なし	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

〔学会発表〕 計6件（うち招待講演 1件 / うち国際学会 3件）

1. 発表者名 小貫祐介
2. 発表標題 中性子を利用した多結晶材料の集合組織解析
3. 学会等名 塑性加工学会東関東支部 第57回技術懇談会
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 正岡佳純、小貫祐介、佐藤成男
2. 発表標題 六方晶金属の非等方的な結晶子微細化に対する Williamson-Hall 法の補正法検討
3. 学会等名 第55回X線分析討論会 ~X線分析を通して福島復興を考える~
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 Yusuke Onuki, Shigeo Sato
2. 発表標題 Role of the deformation twinning on the plastic deformation and fracture of magnesium
3. 学会等名 NEW METHODS OF DAMAGE AND FAILURE ANALYSIS OF STRUCTURAL PARTS (招待講演) (国際学会)
4. 発表年 2018年

1. 発表者名 Yusuke Onuki, Kasumi Masaoka, Shigeo Sato
2. 発表標題 Simultaneous Control of Texture, Microstructure, and Shape by Hot Deformation for Magnesium Alloy AZX612
3. 学会等名 ICOTOM19 (国際学会)
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 Kasumi Masaoka, Yusuke Onuki, Shigeo Sato
2. 発表標題 Microstructure and texture development in AZX612 magnesium alloy during tensile deformation at elevated temperatures
3. 学会等名 ICOTOM19 (国際学会)
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 正岡佳純、小貫祐介、佐藤成男
2. 発表標題 難燃性マグネシウム合金AZX612の高温変形におけるその場集合組織観察
3. 学会等名 日本金属学会第167回講演大会
4. 発表年 2020年

〔図書〕 計0件

〔産業財産権〕

〔その他〕

ResearchGate  
[https://www.researchgate.net/profile/Yusuke\\_Onuki2](https://www.researchgate.net/profile/Yusuke_Onuki2)

6. 研究組織

	氏名 (ローマ字氏名) (研究者番号)	所属研究機関・部局・職 (機関番号)	備考
--	---------------------------	-----------------------	----

7. 科研費を使用して開催した国際研究集会

〔国際研究集会〕 計0件

8. 本研究に関連して実施した国際共同研究の実施状況

共同研究相手国	相手方研究機関
---------	---------