

令和 5 年 6 月 12 日現在

機関番号：13903

研究種目：挑戦的研究(萌芽)

研究期間：2021～2022

課題番号：21K18826

研究課題名(和文)力学コンフリクト組織制御による革新的「軽金属超合金」の創製

研究課題名(英文) Development of novel light metal superalloys under the concept of mechanical conflict microstructural control

研究代表者

萩原 幸司 (Hagihara, Koji)

名古屋工業大学・工学(系)研究科(研究院)・教授

研究者番号：10346182

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 4,900,000円

研究成果の概要(和文)：方位・形態制御した異方性マクロ組織に対し加工熱処理を組み合わせることで複相材料の力学高機能化を試みた。得られた成果として、Al-Si, Al-Mg₂Si, Al-Y, Al-Ceといった合金系において上述の組織制御が可能であることを見出した。特にAl-Si, Al-Mg₂Si合金に着目すると、両者はDS処理後、成長方向平行方位への圧縮試験により高い強度が実現された。このDS材に対し圧延を行うと、圧延率の増加に伴い第二相が微細化することで降伏強度が低下した。一方で、Al-Si合金DS+圧延材では特徴的なくさび状変形帯の形成が観察され、このような局所変形帯の形成が延性の向上に寄与する可能性が示唆された。

研究成果の学術的意義や社会的意義

我々は本提案とは異なる別研究において、複相材料における両相の層状(ラメラ)組織制御が多様な合金系においてキンク帯の形成誘導を実現し、材料強化、延性の確保を可能にする可能性を見出した。さらに本研究において、層状組織を有さない複相合金においても、圧延などの加工熱処理との融合により、組織とは異なる形で異方性を与えることにより、キンク帯に類するような新たな局所変形モードを誘起できる可能性が実験、計算の両観点から見出された。このような新たなアプローチの確立は、CO₂削減、エネルギー問題を解決する日本発の新材料創製の足掛かりとなると期待され、その学術的、社会的意義は極めて大きい。

研究成果の概要(英文)：We attempted to improve the mechanical properties of multiphase materials by combining thermomechanical processing with anisotropic macrostructures with aligned microstructures. As a result, we found that the above-mentioned structure control is possible in alloy systems such as Al-Si, Al-Mg₂Si, Al-Y and Al-Ce. Focusing on Al-Si and Al-Mg₂Si alloys, high strength was achieved by compression tests parallel to the growth direction after DS treatment. When the DS material was rolled, the yield stress decreased due to the refinement of the aligned second phases as the rolling reduction increased. On the other hand, the formation of characteristic wedge-shaped deformation bands was observed in the rolled DS Al-Si alloys. This suggests the possibility that the formation of such tiny localized deformation bands contributes to the improvement of ductility.

研究分野：材料強度学

キーワード：軽金属 超高強度 延性 局所変形 不均質組織

様式 C - 19、F - 19 - 1、Z - 19 (共通)

1. 研究開始当初の背景

自動車，航空機等への適応を目指した高強度軽量 Al, Mg の研究が世界的に急速に進められているが，大きな問題点として既存の高強度合金は耐熱性が低い．これは高強度化が微細化合物の析出強化ならびに結晶粒微細化により達成されており，両者がともに熱的安定性に乏しいことによる．一方で耐熱合金として広く知られているものに Ni 基超合金がある．Ni 基超合金の高耐熱性は，FCC-Ni 母相と整合性が高く熱的安定性にも優れる $L1_2$ 型化合物相との複相化により達成されている．しかし Al, Mg 系ではそのような適切な化合物が存在しないため，耐熱材料開発には別のアプローチを確立せねばならない．この一つの可能性として 熊本大・河村らにより，複雑な長周期積層構造を有する LPSO(long-period stacking ordered)相を含有した Mg 合金開発がなされた．申請者はこの研究開発に参画し，本複相合金が示す特異な高強度，延性の発現機構を世界に先駆けて明らかにした (K. Hagihara et al. Acta Mater 2010, 2011, Intermetallics 2010 等)．ただし，LPSO 相の形成は一部合金系に限られているため，他合金への一般的展開は困難である．本研究は，他合金系における新材料開発に向け，新たなコンセプトを着想することでブレークスルーを図る必要がある．

2. 研究の目的

本研究では，方位・形態制御した異方性マクロ組織に対し加工熱処理を組み合わせることさらに組織，結晶方位の制御を図る「力学コンフリクト組織制御」を提案し，これにより軟質相への応力集中，局所変形を意図的に誘導することで複相材料の力学高機能化を試みる．特にこの際，別研究プロジェクトにて注目されている層状組織制御は本研究では除外し，それ以外の組織制御と加工熱処理を組み合わせ合金開発を試みる．

具体的には，(1)一方向性凝固(DS)による「不均質を意図的に含んだ」整列組織制御，さらにこの DS 材へのせん断変形を伴う加工熱処理(圧延)による，局所変形誘導を介した加工硬化制御，異方的組織内での軟質相規則配列法の確立，と(2)結晶塑性有限要素解析(CPFEM)による，微視的な変形拘束，変形局在化がマクロ力学特性に与える寄与の解明，という実験・計算の融合アプローチに取り組む．これらを通じ最終的に，作製されたモデル合金の力学特性評価により本提案の妥当性について実証することを目的とした．

3. 研究の方法

本研究では，Al-Ce, Al-Y, Al-Si, Al-Ge, Al-Mg-Si, Al-Mg-Zn といった，層状組織の発達しないことが予測された Al 複相共晶合金，ならびに比較材として層状組織を形成する Al-Cu 合金に着目した．共晶組成を有する各系の母合金を電気炉溶解により溶製し，結晶成長速度 10 mm/h にてブリッジマン法による一方向性凝固(DS)を行った(一部試料は 20 mm/h も実施)．得られた各試料に発達する組織を観察した後，成長方向平行に圧縮試験を行い，力学特性の評価を行った．

さらにこれら各 DS 材に対し，250-440°Cの温度範囲にて熱間圧延を行い，加工熱処理を伴う組織制御を行った．この際，圧延方向は DS 結晶成長方向に平行となるよう制御し，また圧下量を種々に制御することにより，付与ひずみ量と組織変化との相関について評価を行った．このようにして得られた組織が示すことが予測される塑性挙動について，熊本大・眞山により，結晶塑性有限要素解析(CPFEM)を実施することで，組織形態，配向度，構成相材料物性の微視的異方性がマクロ力学特性，内部変形組織の発達過程に与える影響の予測検討を行った．

このようにして準備した DS 圧延材に対し，圧縮，引張試験を室温にて行うことで，加工熱処理付与による力学特性，変形機構の変化について評価を行った．変形組織観察は OM, SEM を用いて行い，変形に伴う結晶方位変化を SEM-EBSD 法により評価した．

4. 研究成果

前節で述べたように、本研究では、別プロジェクトとして申請者も参画している「新学術領域研究・ミルフィーユ構造の材料科学」では取り挙げられない、ラメラ以外の形態を有する複相合金に着目し、軟質相への応力集中、局所変形を意図的に誘導することで複相材料の力学高機能化を試みるべく検討を行った。実際に今回着目した各合金に対し一方向性凝固処理を行ったところ、合金種に依存し、成長方向に対し方向性を有するものの、ロッド状、迷路状、短冊状といった、種々の異なる組織制御が達成された。これら各試料の力学特性を圧縮試験により評価したところ、全体的な傾向として、一方向性凝固により成長方向平行方向への高強度化が期待通り達成され、その高強度化の程度は概ね Al 母相に対する第二相の体積率増大に相関する形で発現した。

これら合金の強度の温度依存性に着目すると、特に Al-Mg-Zn 合金においては室温から高温にまで続く高強度が見出されたが、それ以外の合金では温度の上昇に伴い強度は大きく低下し、期待されるような高温高強度化は実現されなかった。各試料の変形組織を観察したところ、特定部分でのマクロなせん断変形の進行が多くの材料で認められたが、一方でいわゆるキंक変形帯のような局所変形帯の形成はほとんど観察されなかった。このことはキंक帯形成には、すべり方向を荷重軸方向平行に限定するような層状組織の導入が必要不可欠であることを実証する結果と言え、局所変形帯導入による高強度化はロッド状組織の制御だけでは困難であることが示唆された。

上述の結果を踏まえ、図 1 に上述の一方向性凝固した試料にさらに温間圧延処理を行った際の代表的な組織変化の例を示す。上述のような非ラメラ DS 材に圧延処理を施したところ、強化相体積率が 50% を超えるような合金系においては、440°C といった高温での圧延でも割れが生じてしまい、適切な実験試料を得ることができなかった。しかし Al-Si や Al-Mg₂Si、そして図中にはないが Al-Y、Al-Ce といった合金系では圧延による組織制御が可能であった。

これらの DS + 圧延材の力学特性について、特に Al-Si 系に着目し検討を進めたところ、予想に反し、いずれの圧延条件においても DS まま材と比較して圧延の付与により降伏応力が低下する傾向が認められ、高強度化は実現しなかった。しかしながら降伏後の加工硬化率に着目すると、その値は DS まま材と比較して高く、この結果として 10% 程度圧縮後には DS + 圧延材は延性を有しつつ、同時に DS まま材とほぼ同程度の流動応力を示すようになった。

興味深いことに、圧延試料の圧縮試験後変形組織を観察すると、DS まま材では見られなかったレンズ状のせん断帯の形成が確認され、圧延によりキंक帯に類するような新たな変形モードが誘起される可能性が見出された。このレンズ状のせん断帯は多くの場合特徴的な V 字状の形態を示した。ただし、SEM-EBSD による観察を行ったところ、この変形帯の内部と外部ではキंक帯で見られるような大きな結晶回転は現状では確認できておらず、キंक帯とは異なる機構により形成されていることが示唆された。またこの変形帯は圧延に伴い導入されたロッド状 Si 相中でのマイクロクラックを起点として導入されている頻度が高いことが見出され、せん断変形を伴う変形帯である可能性が示唆された。

以上のような結果は熊本大・眞山との共同研究として図 2 に示すように実施した結晶塑性有限要素解析において、応力集中を伴うような箇所にはロッド状組織中においても V 字状の変形帯が誘導されるという解析結果とかなり類似しており、圧延に伴う転位、残留応力の導入が元々のロッド組織に加え、力学特性に何らかの付加的な異方性を与えることで、新たな変形機構が誘導されたのではないかと推察している。しかしここで眞山による CPFEM 解析では、このようなせん断帯に加え、図 2 中の左側の Al 結晶に見られるように、当初我々が期待していたような大きな結晶回転を伴うキंक帯に類する変形帯の形成も予測された。このようなキंक帯の形成は本当に実験的に実現されていないのか、もしそうであれば、その誘導条件が何であるのか、を解明すべく、さらなる詳細な変形組織解析を現在引き続き実施している。

また、本提案のメインテーマとは少し外れるが、層状組織を有する Al-Cu 系において、全面が単一のラメラ粒(コロニー)からなる試料では巨大なキंकが試料端部に生じることで座屈的に破壊することが報告されていたが、このような試料に対し圧延処理を施すことにより、局所座屈が発生する応力を大きく増大できる、すなわち大幅な強度上昇につながることを本研究において新たに見出された。この原因については未だ明らかではないが、異方的な転位組織の導入が試料端部での粗大なキंक帯形成の阻害因子として寄与する可能性が考えられる。

以上のように，一方向性組織制御と加工熱処理の適切な組み合わせが，一方の処理のみでは誘導できない特徴的な局所変形を誘導することで，新たな力学特性制御の一方策となる可能性を本研究により見出すことができた．今回の検討では Al 合金系以外の合金系の調査にまで至ることができなかったため，今後，Mg 系，さらには Ti 系への検討拡張を進めていくことで，目標としている，新規高強度軽量材料の開発指針の確立へとつなげていきたいと考えている．

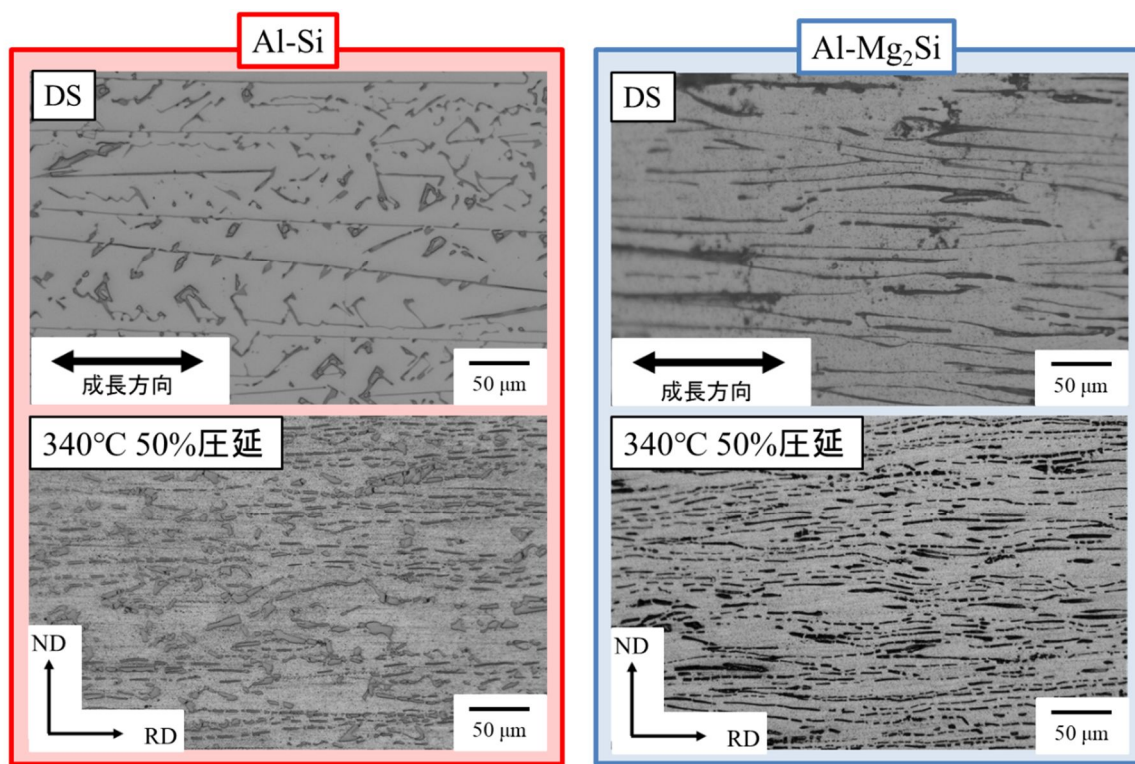


図 1 Al-Si 合金，Al-Mg₂Si 複相合金における，一方向性凝固，その後の温間圧延による組織制御の例

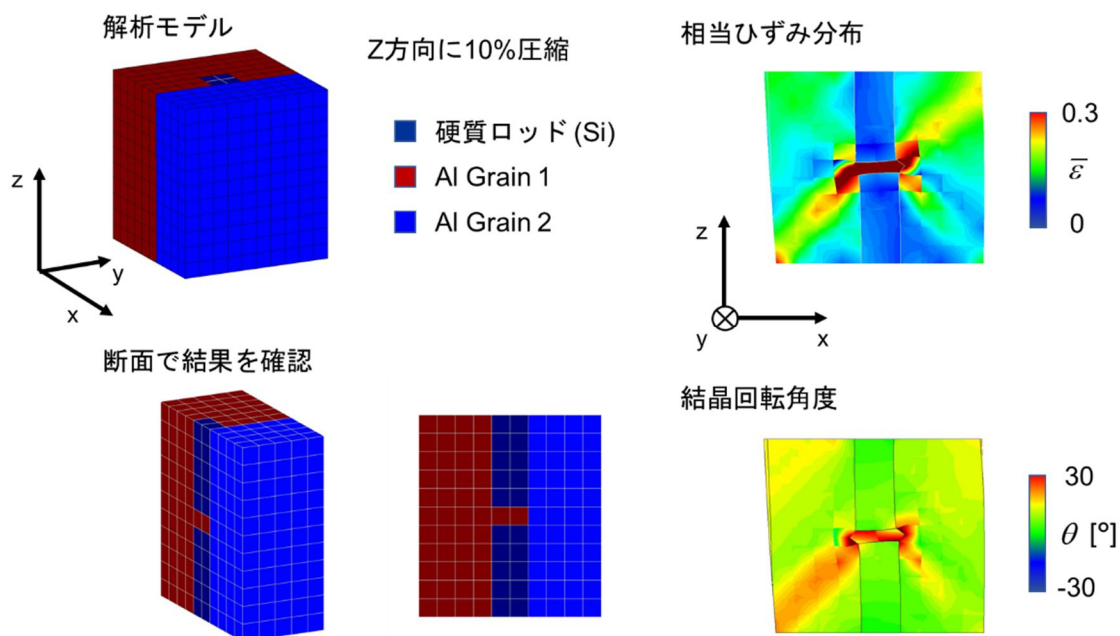


図 2 Al 母相中に存在するロッド状 Si 相にクラックが導入された場合を想定した結晶塑性有限要素解析結果．ロッド状 Si 相の右側の Al 粒に V 字状のせん断帯の形成，左側の粒に結晶回転を伴うせん断帯（キンク帯）の形成が見られる．

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計4件（うち査読付論文 4件/うち国際共著 2件/うちオープンアクセス 4件）

1. 著者名 T. Tokunaga, K. Hagihara, M. Yamasaki, T. Mayama, K. Yamamoto, H. Narimoto, T. Kida, Y. Kawamura, T. Nakano	4. 巻 23
2. 論文標題 Kink-band formation in the directionally-solidified Mg/LPSO two-phase alloys	5. 発行年 2023年
3. 雑誌名 Science and Technology of Advanced Materials	6. 最初と最後の頁 752-766
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1080/14686996.2022.2137696	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスとしている (また、その予定である)	国際共著 -
1. 著者名 K. Hagihara, T. Tokunaga, K. Yamamoto, M. Yamasaki, T. Mayama, T. Shioyama, Y. Kawamura T. Nakano	4. 巻 64
2. 論文標題 Unified understanding of strengthening mechanisms acting in Mg/LPSO two-phase extruded alloys with varying LPSO phase volume fraction	5. 発行年 2023年
3. 雑誌名 Materials Transactions	6. 最初と最後の頁 720-729
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.2320/matertrans.MT-MD2022002	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスとしている (また、その予定である)	国際共著 -
1. 著者名 Xin Tongzheng, Zhao Yuhong, Mahjoub Reza, Jiang Jiayi, Yadav Apurv, Nomoto Keita, Niu Ranming, Tang Song, Ji Fan, Quadir Zakaria, Miskovic David, Daniels John, Xu Wanqiang, Liao Xiaozhou, Chen Long-Qing, Hagihara Koji, Li Xiaoyan, Ringer Simon, Ferry Michael	4. 巻 7
2. 論文標題 Ultrahigh specific strength in a magnesium alloy strengthened by spinodal decomposition	5. 発行年 2021年
3. 雑誌名 Science Advances	6. 最初と最後の頁 eabf3039
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1126/sciadv.abf3039	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスとしている (また、その予定である)	国際共著 該当する
1. 著者名 Mayama Tsuyoshi, Agnew Sean R., Hagihara Koji, Kamura Kentaro, Shiraishi Kazuma, Yamasaki Michiaki, Kawamura Yoshihito	4. 巻 154
2. 論文標題 -Mg/LPSO (Long-Period Stacking Ordered) phase interfaces as obstacles against dislocation slip in as-cast Mg-Zn-Y alloys	5. 発行年 2022年
3. 雑誌名 International Journal of Plasticity	6. 最初と最後の頁 103294 ~ 103294
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1016/j.ijplas.2022.103294	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスとしている (また、その予定である)	国際共著 該当する

〔学会発表〕 計23件（うち招待講演 11件 / うち国際学会 6件）

1. 発表者名 萩原幸司
2. 発表標題 LPSO相、これに派生したミルフィーユ材料が示す特異な塑性変形挙動
3. 学会等名 日本材料学会 第2回マルチスケールマテリアルモデリングシンポジウム（招待講演）
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 徳永透子, 山崎倫昭, 眞山剛, ハルヨステファヌス, ゴンウー, 飯塚拓海, 萩原幸司
2. 発表標題 その場中性子回折実験によるMg-Zn-Y合金の引張変形機構の考察
3. 学会等名 軽金属学会 2022年春季講演大会（第142回大会）（@Web On-line）
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 山本 和輝, 萩原 幸司, 徳永 透子, 山崎 倫昭, 眞山 剛, 河村 能人, 中野 貴由
2. 発表標題 Mg/LPSO複相合金の強化挙動の統一的理解
3. 学会等名 第171回日本金属学会2022年秋期大会（@福岡工業大学）
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 萩原幸司
2. 発表標題 組織型ミルフィーユ構造材料におけるキンク形成と強化
3. 学会等名 第171回日本金属学会2022年秋期大会（@福岡工業大学）（招待講演）
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 徳永 透子, 山崎 倫昭, 眞山 剛, ハルヨ ステファヌス, ゴン ウー, 飯塚 拓海, 萩原 幸司
2. 発表標題 Mg/LPSO二相合金における微細組織と引張変形挙動の相関
3. 学会等名 日本機械学会 M&M 2022 材料力学カンファレンス (@弘前大学 文京町キャンパス)
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 山本 和輝, 徳永 透子, 萩原 幸司
2. 発表標題 Mg/LPSO複相合金の強化挙動と組織の相関
3. 学会等名 日本金属学会・日本鉄鋼協会東海支部 学生研究発表会 (材料フォーラムTOKAI @Web online)
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 萩原幸司, 徳永透子, 山崎倫昭, 眞山 剛, 山本和輝, 杉田三佳
2. 発表標題 Mg/LPSO複相合金の組織と力学特性の相関
3. 学会等名 軽金属学会 2022年秋期講演大会(第143回大会) (@東京工業大学)
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 萩原幸司
2. 発表標題 種々の組織制御による高強度マグネシウム合金開発の現状
3. 学会等名 軽金属学会・国際連携を見据えたマグネシウム・チタン若手研究会 (@Web on-line) (招待講演)
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 Koji Hagihara, Toko Tokunaga, Shuhei Ohsawa
2. 発表標題 Kink-band formation in various mille-feuille structured Mg- and Al-based materials
3. 学会等名 Materials Research Society (MRS) 2022 fall meeting (@Boston and Web on-line) (国際学会)
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 Koji Hagihara, Toko Tokunaga
2. 発表標題 Kink-band formation in mille-feuille structured metallic materials prepared by directional solidification
3. 学会等名 5th International Symposium on Long Stacking/Order and Millefeuille Structures "LPSO/MFS 2022" (@Tokyo, Japan) (招待講演) (国際学会)
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 Toko Tokunaga, Koji Hagihara, Michiaki Yamasaki, Tsuyoshi Mayama, Yoshihito Kawamura, Takayoshi Nakano
2. 発表標題 Kink-band formation in Mg/LPSO two-phase alloys
3. 学会等名 5th International Symposium on Long Stacking/Order and Millefeuille Structures "LPSO/MFS 2022" (@Tokyo, Japan) (招待講演) (国際学会)
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 Toko Tokunaga, Koji Hagihara, Shuhei Ohsawa, Shohei Uemichi, Daisuke Egusa, Eiji Abe
2. 発表標題 Controlling factor of the strengthening of mille-feuille structured alloys accompanied by kink-band formation
3. 学会等名 International Conference on Plasticity, Damage, and Fracture 2023 (@Barcelo Bavaro Punta Cana, Dominican Republic) (招待講演) (国際学会)
4. 発表年 2023年

1. 発表者名 秋原幸司
2. 発表標題 ミルフィーユ材料におけるキンク形成，強化機構
3. 学会等名 日本金属学会シンポジウム ~ミルフィーユ構造の創製とキンク強化~ (@東京工業大学) (招待講演)
4. 発表年 2023年

1. 発表者名 山本 和輝、杉田 三佳、秋原 幸司、徳永 透子、眞山 剛、山崎 倫昭
2. 発表標題 Mg/LPSO複相合金におけるマルチモーダル組織の変化と力学特性の相関
3. 学会等名 日本金属学会2023年度春期講演大会 (@東京大学 駒場キャンパス)
4. 発表年 2023年

1. 発表者名 眞山 剛
2. 発表標題 材料と構造の異方性が重畳した弾塑性挙動の連続体解析
3. 学会等名 第2回マルチスケールマテリアルモデリングシンポジウム (招待講演)
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 眞山 剛
2. 発表標題 結晶塑性有限要素法による軽金属の不均一変形解析
3. 学会等名 塑性加工学会東関東支部 第66回技術懇談会 (招待講演)
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 眞山 剛
2. 発表標題 積層構造体の弾塑性変形に関する数値的研究
3. 学会等名 日本材料学会 北海道支部第2回学術講演会(招待講演)
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 秋原幸司, 中野貴由
2. 発表標題 応力誘起マルテンサイト変態を含む変形モード変化が Ti合金の力学特性に及ぼす影響
3. 学会等名 日本鉄鋼協会 秋季講演大会併催シンポジウム 「チタン合金の相変態に関する研究動向」
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 秋原幸司
2. 発表標題 材料強靱化原理の新展開 - 新規高機能性構造材料開発への挑戦 -
3. 学会等名 2021年度 本多光太郎・湯川記念合同講演会 [日本金属学会・日本鉄鋼協会東海支部 主催](招待講演)
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 K. Hagihara, T. Tokunaga, M. Yamasaki, T. Mayama, T. Kida, Y. Kawamura, T. Nakano
2. 発表標題 Factors governing the mechanical properties in the directionally solidified Mg/LPSO two-phase alloys
3. 学会等名 Materials Research Meeting 2021 (MRM2021) (国際学会)
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 T. Mayama, S. R. Agnew, S. Takayama, S. Morooka, W. Gong, S. Harjo, K. Hagihara, T. Tokunaga, M. Yamasaki, Y. Kawamura
2. 発表標題 Estimation of critical resolved shear stress for basal slip system of α -Mg and LPSO phases in as-cast Mg94Zn2Y4 alloy
3. 学会等名 Materials Research Meeting 2021 (MRM2021) (国際学会)
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 眞山 剛, 住友祐元, 萩原幸司
2. 発表標題 層状構造体のキンク形成に及ぼす塑性異方性の影響
3. 学会等名 軽金属学会第140回春期大会
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 眞山 剛, 住友祐元, 萩原幸司
2. 発表標題 圧縮負荷を受けるAl/Al2Cu共晶合金におけるキンク形成機構に関する結晶塑性解析
3. 学会等名 軽金属学会第140回春期大会
4. 発表年 2021年

〔図書〕 計0件

〔産業財産権〕

〔その他〕

名古屋工業大学 材料組織・塑性制御工学研究室 (萩原研究室) HP
<http://hagihara.web.nitech.ac.jp/>

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
研究 分 担 者	眞山 剛 (Mayama Tsuyoshi) (40333629)	熊本大学・先進マグネシウム国際研究センター・准教授 (17401)	

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