

科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 27 年 5 月 13 日現在

機関番号：12101

研究種目：挑戦的萌芽研究

研究期間：2013～2014

課題番号：25630313

研究課題名(和文)加工誘起ナノクラスターによるMg合金の高強度化

研究課題名(英文)Strengthening magnesium alloys by deformation-induced nano clusters

研究代表者

倉本 繁 (Kuramoto, Shgeru)

茨城大学・工学部・教授

研究者番号：10292773

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 3,100,000円

研究成果の概要(和文)：加工誘起ナノ組織制御による高強度化手法をマグネシウム合金に適用し、高強度化に及ぼす合金元素の影響を調べ、強化機構について基礎的に検討した。加工による高強度化の程度は添加元素の種類により大きく異なったが、加工による結晶粒径の微細化および粒界への溶質濃化については、添加元素の種類によらず確認された。これは、溶質元素の種類によって、粒内転位と粒界との反応のしやすさが異なり、強度レベルを変化させていることを示唆する。

研究成果の概要(英文)：The effect of alloying elements on the strengthening was studied in some magnesium alloys processed with plastic deformation. The mechanism of deformation-induced strengthening in such alloys were also studied. The alloying elements affect the strength of deformed specimens, although they do not alternate the microstructure after plastic deformation, such as reduction of grain sizes or segregation to grain boundaries. The results implies that alloying elements affect the reaction between dislocations and grain boundaries and alternate the strength after deformation process.

研究分野：金属材料学

キーワード：金属材料 マグネシウム合金 加工 ナノ組織

1. 研究開始当初の背景

自動車を始めとする輸送機器を、環境負荷を最小限にしつつ、上手に使う技術が求められている。現在、自動車用構造材料の主力は鋼であるが、今後は鋼より比重の小さいアルミニウム合金およびマグネシウム合金による軽量化が期待される。しかし、マグネシウム合金の成形性は不十分であり、実用上問題がある。それを克服すべく、金属組織制御や、加工プロセスの工夫により、高強度かつ成形性に優れたマグネシウム合金を開発しようとする試みもなされているが、実用化に十分な特性が得られていない。一方最近、純マグネシウムの微小引張試験片が極めて超高強度化し、同時に非常に高い延性を発現することが報告された。この結果は、何らかの手法で従来非常に低い応力が活動するとされている転位の底面すべりを抑制することができれば、底面すべり以外のすべり系が活動し、より等方的な変形が可能となり、結果として大きな延性を発現することを示唆している。

研究代表者らは、これまで鋼やアルミニウム合金等を対象として、加工誘起ナノクラスターによる高強度化について検討してきた。過飽和固溶体を熱処理することにより析出相を生じさせて強化を図ることは従来行われているが、本手法では熱処理の代わりに強冷間加工を実施する。加工時の欠陥の移動や、高密度欠陥の存在が溶質原子を移動させ、強化に有効となるナノクラスターを生成させたり、粒界近傍のナノ組織を変化させ、従来にはない高強度化が可能となる。加工誘起ナノ組織制御による高強度化は、従来手法より優れた高強度化が期待できるだけでなく、熱処理が不要であることから、プロセス工程数を低減する上でも、実用上有効な手法であり、工業的な実用化を想定した場合においても意義が大きい。これをマグネシウム合金において生じさせることができれば、将来構造材料としてのマグネシウムの実現可能性が一気に高まる。

2. 研究の目的

加工誘起ナノ組織制御による高強度化手法をマグネシウム合金に適用し、高強度化に及ぼす合金元素の影響を調べるとともに、ナノ組織と強度との関係について基礎的に検討する。

3. 研究の方法

加工誘起ナノクラスターによる高強度化手法を適用する際、どのような合金系において本手法が効果的であるか、現時点で全く不明である。したがって、マグネシウムに対して様々な添加元素の影響を調べる必要がある。本研究では、Mg-1at%X 2 元系合金(X=Al, Zn, Sn, Y, Bi)を作製した。組成分析の結果を表 1 に示す。

以上の試料から、φ10mm、厚さ 1mm のディスク状試料を作製し、各試料に対して、溶体化

処理、水焼入れ、の後、High Pressure Torsion (HPT)を用い、巨大加工ひずみを導入した。図 1 にその概略を示す。加工条件は、圧縮応力 2GPa、回転速度 1rpm、回転回数 10 回を標準条件とする。加工中には、せん断変形に対する試料の変形抵抗の指標となるトルクの値を実測した。また HPT 加工前後の試験片の硬さ測定をマイクロピッカース試験機を用いて実施するとともに、走査型電子顕微鏡 (SEM) による表面観察を実施した。加えて Focused Ion Beam (FIB)にて薄膜試料を作製し、走査透過型電子顕微鏡 (STEM) 像観察、Energy Dispersive X-ray Spectroscopy (EDS) による組成分析を実施した。

表 1 作製した合金の組成分析結果

alloy	element x		Cu	Ni	Fe
	at%	wt%	ppm	ppm	ppm
Mg-1at%Al	1.18	1.31	< 20	32	51
Mg-1at%Zn	1.02	2.70	< 20	32	< 50
Mg-1at%Sn	0.98	4.61	< 20	28	< 50
Mg-1at%Bi	0.99	7.88	< 20	37	< 50
Mg-1at%Y	0.83	2.96	< 20	37	< 50

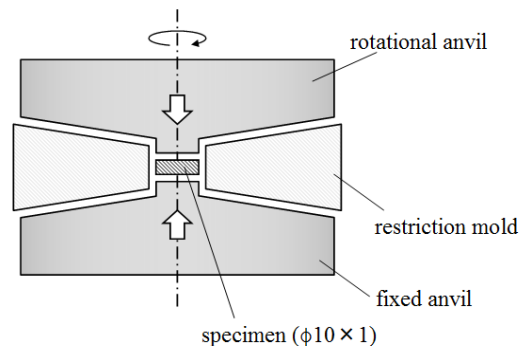


図 1 本研究で用いた HPT 加工の概略

4. 研究成果

図 2 に、HPT 加工中のトルク測定結果を示す。加工中のトルクの値は、概ねピスマス、アルミニウム、錫、イットリウム、亜鉛の順に高い値となっている。

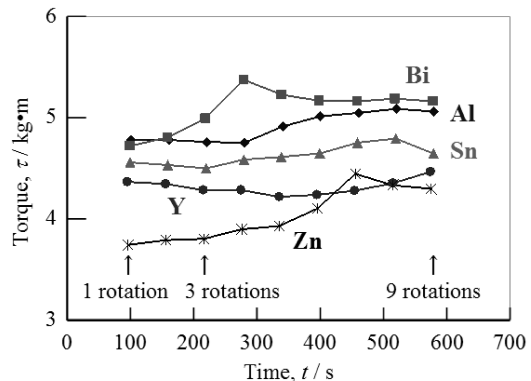


図 2 HPT 加工中のトルク測定結果

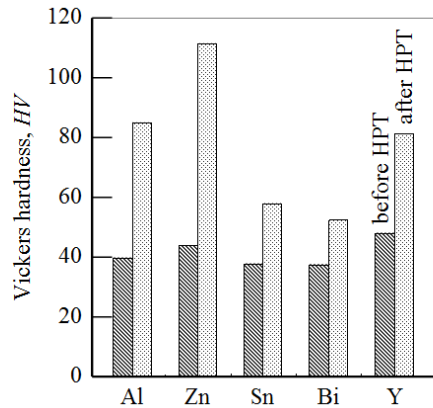


図3 HPT 加工前後の硬さ測定結果

図3に、HPT 加工前後の硬さ測定結果を示す。加工前の硬さは、添加元素の違いによる差が認められない。一方、加工後の硬さには、添加元素が大きく影響している。すなわち、亜鉛が最も顕著な効果を有し、アルミニウム、イットリウムも比較的大きな効果を有する。錫とビスマスの効果は小さい。なお、図3に見られる HPT 加工による高強度化と、図2の加工中のトルク測定の結果には相関が認められない。この原因としては、トルクの値は試料自体の変形抵抗の他に、試料と金型との摺動により発生する摩擦や、金型の隙間に発生するバリの影響を含むことが考えられる。また、加工中には図3のような顕著な硬化は生じておらず、加工後の室温保持中に硬化が生じた可能性も考えられる。しかし、この点については、本研究の範囲内で明らかにすることができなかった。今後の課題として記しておく。

図4に Mg-Al 合金の組織観察結果を示す。HPT 加工前の SEM 観察結果(図4(a))より、加工前には第2相が存在せず、アルミニウムが母相中に固溶していることが確認できる。亜鉛とイットリウムに関しても、同様に固溶していたが、錫とビスマスの場合には、第2相の存在が確認された。STEM 明視野像観察結果(図4(b,c))から、HPT 加工材の結晶粒径が顕著に微細化することが明確である。他の試料についても程度の差はあるが、HPT 加工による微細化が確認された。結晶粒径の測定結果を表2に示す。ビスマスを添加した試料で結晶粒径が大きくなる傾向が認められるが、他の試料については粒径に大きな差は見られない。

また、HPT 加工材の HAADF-STEM 像(図4(d))からは、粒界に明るいコントラストが確認され、溶質元素の濃化が示唆される。HPT 加工後の他の試料においても同様の観察結果が得られたため、局所的な元素分布を EDS により解析した。Mg-Sn 系合金の粒界近傍の分析例を図5に示す。錫が明瞭に粒界に濃化している。

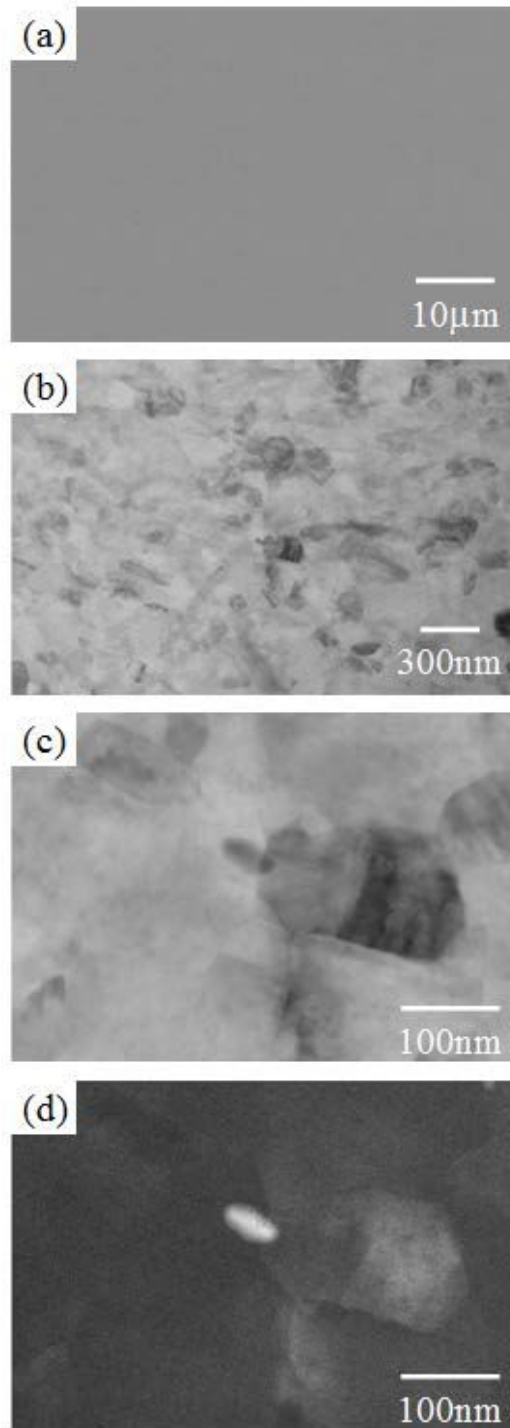


図4 Mg-Al 合金の組織観察結果
(a)HPT 加工前の SEM による反射電子像、
(b),(c)HPT 加工材の STEM による明視野像、
(d) HPT 加工材の HAADF-STEM 像

表2 HPT 加工後の結晶粒径

alloy	grain size (nm)
Mg-1at%Al	160
Mg-1at%Zn	140
Mg-1at%Sn	180
Mg-1at%Bi	470
Mg-1at%Y	140

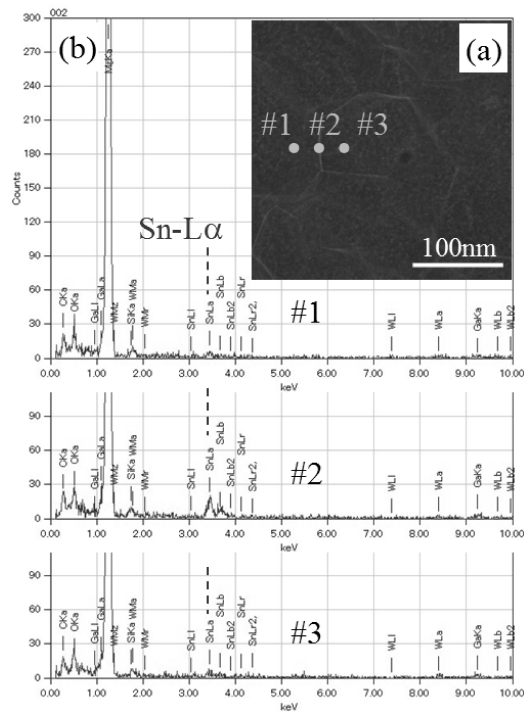


図5 Mg-Sn系合金の粒界近傍のEDS分析結果

以上より、HPT加工による結晶粒径の微細化および粒界への溶質濃化については、添加元素の種類によらず確認されることが明らかとなった。このようにHPT加工による組織形成の傾向は類似しているものの、高強度化の程度は添加元素の種類により大きく異なる(図3)。これは、溶質元素の種類によって、粒内転位と粒界との反応のしやすさが異なり、それが結果として粒界からの転位放出や、粒界への転位消滅に必要な応力レベルを変化させていることを示唆する。

本研究で得られた知見は、すでにアルミニウム合金等において報告されている加工誘起によるナノ組織形成およびその結果として生じる高強度化が、マグネシウム合金でも生じることを明瞭に示す結果である。本研究で得られた基礎的知見を元に、今後各添加元素毎の違いについて、さらに詳細な検討を行うことにより、マグネシウム合金の高強度化に資する新たな組織制御指針が得られるものと考えている。

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 1 件)

川畑博之、倉本繁、大石敬一郎、
『Microstructures and Mechanical Properties of Mg-1at%X Alloys Processed with High-Pressure Torsion』、TMS、2015.3.18、オランダ ウォルトディズニ

ーワールド(フロリダ州、米国)

6. 研究組織

(1) 研究代表者

倉本 繁 (KURAMOTO SHIGERU)

茨城大学・工学部・教授

研究者番号：10292773

(2) 研究分担者

無し

(3) 連携研究者

川畑 博之 (KAWABATA HIROYUKI)

株式会社豊田中央研究所・材料・プロセス

1部・合金設計・プロセス研究室

研究者番号：40394936

高尾 尚史 (TAKAO HISAAKI)

株式会社豊田中央研究所・材料・プロセス

1部

研究者番号：00394718