

科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 27 年 5 月 21 日現在

機関番号：11301

研究種目：若手研究(B)

研究期間：2012～2014

課題番号：24760591

研究課題名(和文) 可動双晶界面導入によるマグネシウム合金の高制振性と高強度を両立する技術の創製

研究課題名(英文) Development of Mg alloy with both high strength and high damping capacity through introducing twinning boundaries

研究代表者

李 云平 (Li, Yunping)

東北大学・金属材料研究所・助教

研究者番号：80546862

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 3,500,000円

研究成果の概要(和文)：純Mgは制振特性に優れるが、高強度を目的に合金化されると、制振性が劣化するため、制振特性と力学特性が両立できない問題がある。Mg合金の双晶が微小な応力でも収縮、拡張することから振動過程において双晶界面の移動により外部エネルギーを吸収することにより、予変形により多量の可動双晶界面を導入させ、高制振性をもつ新たな転位双晶複合型Mg制振合金の開発し、高制振性と高強度を両立する技術を提案した。

研究成果の概要(英文)：Enhancing both the mechanical property and damping capacity is of great importance for a wider usage of magnesium alloys. However, the current research of high damping magnesium alloys is carried out on the basis of dislocation/matrix interactions, which is not capable of solving the above mentioned problem. In the present research, a novel concept of "high damping magnesium alloy of twin type" is proposed for the first time. This is based on the fact that boundaries of tensile twin in magnesium alloys are movable and they can shrink and grow even at extremely low stress. Magnesium alloys with high damping capacity are achieved via introducing high density of tensile twin boundaries through pre-deformation and optimizing the twin boundary mobility by a subsequent heat treatment yet without sacrificing the mechanical properties.

研究分野：材料工学

キーワード：Mg合金 制振性 双晶 変形 熱処理 転移

1. 研究開始当初の背景

近年の電子機器などの高性能化やナノテクノロジーの発展により微小な振動の及ぼす影響が無視できなくなっている。それらの振動は疲労破壊の要因になり、破壊や事故につながるため、制振材料の高性能化が強く要望されている。制振合金は大別して転位型、双晶型、複合型および強磁性型の4種類がある。転位型と双晶型はそれぞれ転位と双晶界面の往復運動により外部のエネルギーを吸収する。最近開発された Mn-Cu 系制振合金は典型的な双晶型であり、減衰率が高いが、比重が高く高コストの問題から、今後の低炭素社会の構築のためには、不向きな合金である。一方で、マグネシウム合金は比強度が高く、転位型の制振合金に属する。純マグネシウムは構造用金属中最も軽く、減衰率も高いため、制振部品に使用するとそれらの振動を吸収し、機械寿命を長くすると考えられているが、強度が低いため、応用されていないのが現状である。また合金化により、強度が向上するが、固溶原子が転位の運動を阻害するため、減衰率は大幅に低下し、減衰率と強度が両立できない問題がある。

2. 研究の目的

本研究では各種加工手段により双晶界面を導入させたマグネシウム合金の組織解析とそれに伴う制振特性と力学特性の最適化条件を調査する。この得られた基礎的知見に基づいて、新たな制振合金の合金設計技術を学術的に発信するとともに産業界に提案することを目的とする。

3. 研究の方法

・可動双晶界面導入によるマグネシウム合金の制振特性の向上機構と組織評価の解明

内容: 使用する合金は一般産業用 AZ31 合金である。現用する加工再現試験機(Thermec-masterZ)により種々の条件で冷間加工を施し、変形双晶を導入する。制振特性の測定は既存の内部摩擦減衰率等測定装置により行う。変形による双晶導入に関する組織解析は既存の FEM-EBSD、TEM、および XRD 装置を用いて評価する。変形双晶界面構造の解明は高分解能電子顕微鏡を用いて行われる。

・材料振動を模擬するための繰り返し変形過程における双晶界面の移動をその場観察による組織の評価、更には熱処理で加工組織における転位密度の調節により制振特性変化機構の解明を行う。

内容: 双晶導入後に EBSD 装置内に装備されている変形駆動装置で応力の負荷、除荷、及び逆再負荷の状態における双晶界面をその場観察し、双晶界面の移動を直接に観察・評価する。

・マグネシウム合金予変形の双晶導入による高制振特性と高強度を両立する技術の最適化

内容: マグネシウムには合金化により積層欠陥エネルギーが低下し、双晶が容易に形成する。それに伴う双晶界面の易動度の変化より制振特性も異なると考えている。そのため、合金化程度により双晶導入後制振特性の変化挙動を調べる。

4. 研究成果

双晶界面導入による Mg 合金の制振性の向上について Mg の合金化に伴い、双晶界面の収縮能力の

評価を行った。押出純 Mg、AZ31 および AZ91 合金を用い、Al,Zn の添加により双晶形成と収縮の評価を行った。双晶界面収縮の評価は引っ張りしながら場観察可能な EBSD 装置を用いた。三種類の試料の初期組織は図 1 の(a)から(c)まで示され、平均結晶粒が $50 \mu\text{m}$ ぐらい、底面集合組織である。押出方向に沿い 4% 圧縮後の組織はそれぞれ(d)から(f)で示されている。いずれのサンプルにおいても多量の双晶の形成が観察された。しかし、純 Mg に比べて、AZ31、AZ91 合金のサンプルにおいては双晶の幅が狭い、また、双晶数の密度が多い。双晶サイズを定量的に評価するため、双晶幅の分布を EBSD 測定ソフトウェアを用い測定を行い、図 2 に示されている。純 Mg の平均双晶幅が $6.5 \mu\text{m}$ に対して、AZ31 と AZ91 の平均双晶幅がそれぞれ 5.1 と $4.7 \mu\text{m}$ であり、Al、Zn の添加により双晶のサイズが減少していることがわかる。これらにより、合金化元素の添加双晶の成長が抑制されていることがわかる。

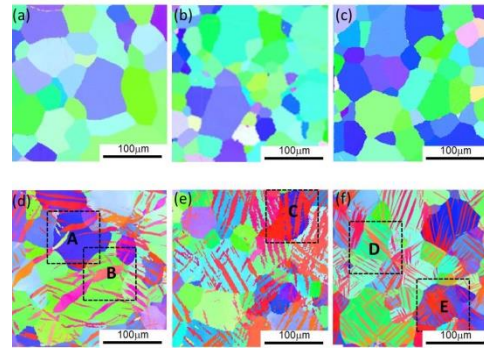


図 1. Inverse pole figure (IPF) maps of (a) pure Mg, (b) AZ31 alloy, and (c) AZ91 alloy after solution treatment (ST). The IPF maps of (d) pure Mg, (e) AZ31 alloy, and (f) AZ91 alloy compressed at a strain of 4% under a strain rate of 1 s^{-1} .

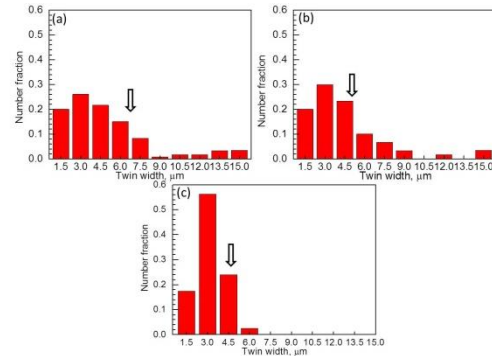


図 2. Twin width distribution for (a) pure Mg, (b) AZ31 alloy, and (c) AZ91 alloy after pre-compression to an engineering strain of 4%.

形成後双晶の収縮能力の評価を行うために、圧縮サンプルを用い圧縮方向の逆に引っ張り試験を行った。比較するために、圧縮なしのサンプルを用い同様の引っ張り試験を行い、結果は図 3 に示されている。双晶を含むサンプルの引っ張り試験過程において双晶の収縮を行うため、双晶を含まないサンプルと比べて降伏応力の低下が観察された。降伏応力の低下率とそれに対する降伏ひずみの比を用いて双晶の収縮能力の評価を行った。これらの結果により、合金化に伴い、降伏応力の低下率と降伏ひずみの比が高くなり、双晶収縮の

発生が遅くなることがわかる。

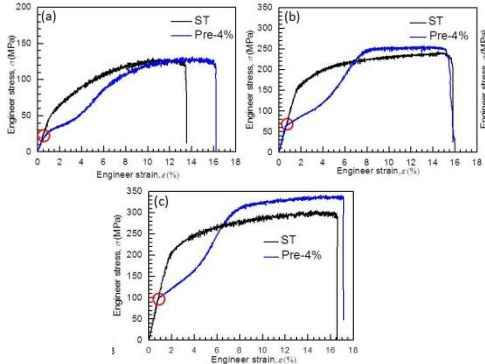


図 3. Tensile stress-strain curves of pre-compressed (a) pure Mg, (b) AZ31 alloy, and (c) AZ91 alloy.

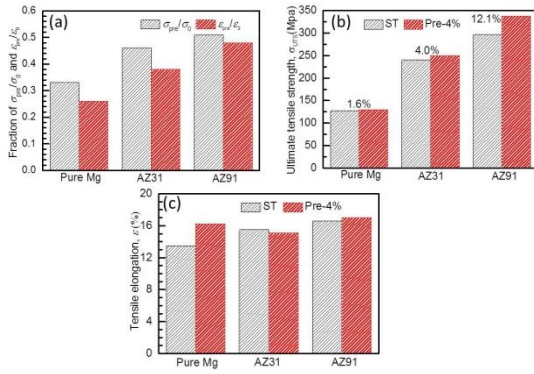


図 4. (a) e_{pre}/e_0 and s_{pre}/s_0 and (b) ultimate tensile strength of pure Mg, AZ31 alloy, and AZ91 alloy before and after pre-compression. (c) Variation in elongation of the three samples with and without pre-compression.



図 5. IPF maps of pre-compressed pure Mg, AZ31 alloy, and AZ91 alloy after tension to a strain level of 2, 4, 7, and 9%.

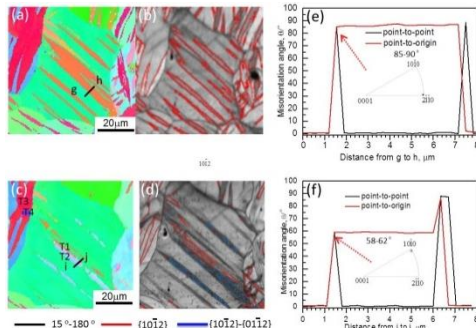


図 6. (a,c) IPF maps and (b,d) image quality (IQ) maps of (a,b) AZ91 alloy after the pre-compression to an engineering strain of 4% and (c,d) pre-compressed AZ91 sample after application of 4% tension. The corresponding misorientation angle profiles along (e) line g-h in (a) and (f) line i-j in (c).

引っ張り各段階における EBSD 観察を行い、図 5 に示す。引っ張りしながら、いずれのサンプルに

おいても双晶収縮が起きていることがわかる。純 Mg 双晶の収縮はすべて逆方向に沿って双晶面の移動により行いが、合金化すると双晶収縮の以外では二次双晶の形成が観察される(図 6)。また、純 Mg において双晶のサイズが大きいため、双晶収縮が双晶内部から起きることがわかる(図 7)。また、双晶収縮後に元々の双晶界面において低角度界面の形成が観察された。低角度界面の密度が添加元素の量の増加とともに、増加していることがわかる(図 8)。また、引っ張りひずみ量の増加とともに、低角度界面密度の増加、特に添加元素を含む合金が明らかにみられる(図 9)。

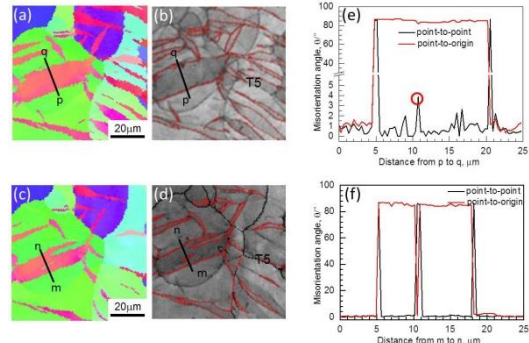


図 7. (a,c) IPF maps and (b,d) IQ maps of (a,b) pure Mg after pre-compression by 4%, and (c,d) pre-compressed pure Mg after applying 7% tension. The corresponding misorientation angle profiles along (e) line p-q in (a) and (f) line m-n in (c).

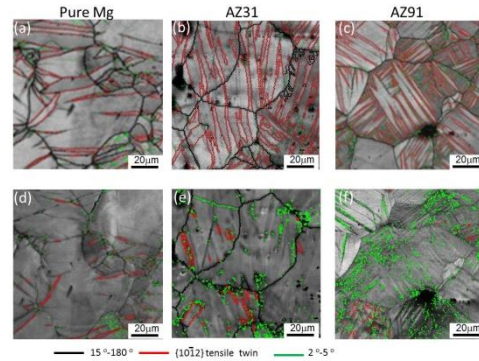


図 8. IQ maps of pre-compressed (a) pure Mg, (b) AZ31 alloy, and (c) AZ91 alloy. IQ maps of the pre-compressed pure Mg, AZ31 alloy, and AZ91 alloy after 9% tension for (d) pure Mg, (e) AZ31 alloy, and (f) AZ91 alloy.

上記合金化より双晶収縮の差の原因を調べるために、高分解電子顕微鏡により圧縮サンプルの双晶界面を観察した。これらの結果により、合金化により、双晶界面の欠陥が増えることが分かる(図 10)。これらの結果により、合金化元素の添加により、結晶構造の格子の欠陥の存在により、双晶界面移動が不均一になると考え、それにより、双晶界面収縮過程において低角度界面の形成と相関している(図 11)。

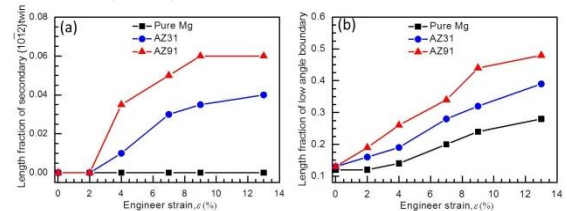


図 9. Variation in length fraction of low-angle boundary and the secondary {1012} twin boundary in the pre-compressed pure Mg, AZ31 alloy, and AZ91 alloy during the subsequent tensile test.

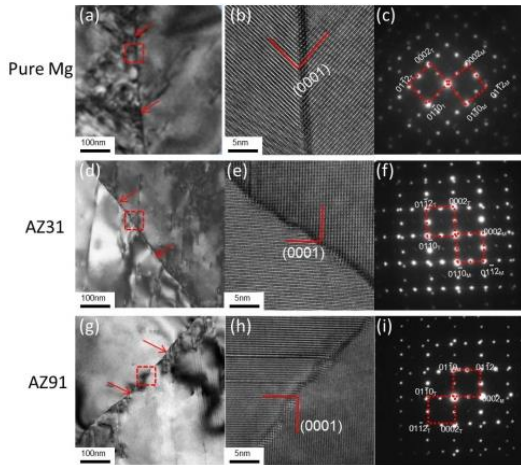


図 10. (a,d,g) TEM image, (b,e,h) HRTEM image, and (c,f,i) selected-area diffraction pattern (SADP) for the pre-compressed (a,b,c) pure Mg, (d,e,f) AZ31 alloy, and (g,h,i) AZ91 alloy.

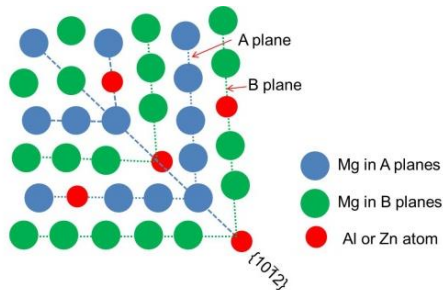


図 11. Schematic plot illustrating the effect of the solute element on twin boundary formation.

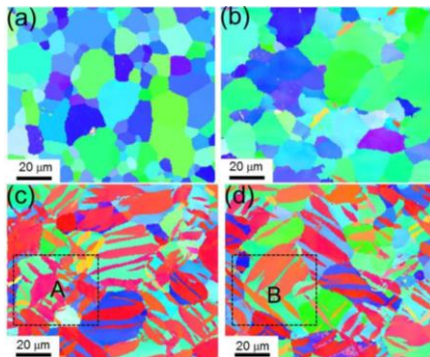


図 12 IPF maps of (a) ST sample and those compressed at strain rate of (b) 0.01s^{-1} , (c) 20s^{-1} , and (d) 20s^{-1} with a subsequent annealing.

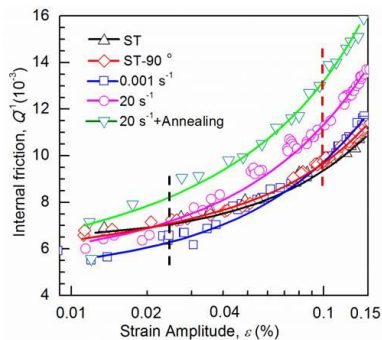


図 13 GAM maps of the samples compressed to 4% (a) at 20s^{-1} and (b) 20s^{-1} with subsequent annealing. (c) Corresponding number fractions of GAMs in (a) and (b).

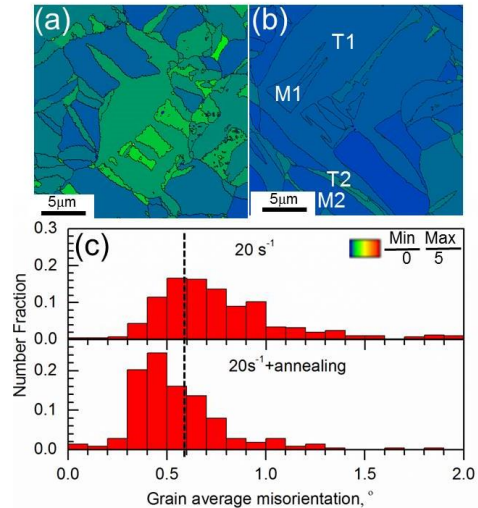


図 14 Internal friction of samples of ST, ST-90°, 0.01s^{-1} , 20s^{-1} , and 20s^{-1} +annealing as a function of strain amplitude.

合金化により双晶界面に欠陥が沢山存在することにより、双晶導入後、短時間熱処理により双晶界面を最適化させ、合金の制振性を向上することを提案した。双晶導入は高温圧縮により行われて、温度 250°C 、速度 0.001s^{-1} と 20s^{-1} を選んだ。低速高温圧縮後微細組織があまり変わらない(図 12)が、高速変形後多量の双晶が形成していることが確認した。短時間熱処理後、双晶の密度、形状などが変わらない(図 12)が、合金内部全体の GAM 値の低下が明らかにみられた(図 13)。

押出方向(ST)、押出方向と垂直な押出材(ST-90°)、低速高温変形(0.001s^{-1})、高速高温変形(20s^{-1})、および高速高温変形+短時間熱処理(20s^{-1} +annealing)のサンプルの制振性評価の結果が図 14 に示されている。測定方向により合金の制振性の変化が観察されていないため、集合組織が合金の制振性に強い影響を与えないと考える。また、低速高温変形サンプルにおいては転位密度の増加のため、制振性も劣化する。高速高温変形サンプルにおいて双晶界面が生じるため、振動過程において双晶界面の移動によりエネルギーの吸収によって合金の制振性を向上できる。短時間熱処理により制振性をさらに上げられる。透過電子顕微鏡などの観察により、熱処理後双晶界面における転移密度の低下がみられるほか、双晶界面における欠陥が少なくなるため、双晶界面の可動性が向上され、合金の制振性も上がると考える。

5. 主な発表論文等

[雑誌論文] (計 5 件 査読あり)

- 1) Yujie Cui, **Yunping Li**, Shihai Sun, Huakang Bian, Yuichiro Koizumi, Akihiko Chiba, "Enhanced Damping Capacity of Magnesium Alloys by Tensile Twin Boundary", *Scripta Mater*, 108(2015) 8-11. <http://dx.doi.org/10.1016/j.scriptamat.2015.01.002>
- 2) **Yunping Li**, Yujie Cui, Huakang Bian, Fenling Wang, Bin Liu, Yuichiro Koizumi,

- Akihiko Chiba, "Twinning Activity in Mg Alloy Enriched with a Large Number of Twinning Boundaries", Science and Technology of Advanced Materials, 15(2014) 035003
<http://dx.doi.org/10.1088/1468-6996/15/3/035003>
- 3) **Yunping Li**, Shuo Wu, Huakang Bian, Yuichiro Koizumi, Akihiko Chiba, "Grain Refinement due to Complex Twin Formations in Rapid Hot Forging of Magnesium Alloy", Scripta Mater, 68(2013), 171-174.
<http://dx.doi.org/10.1016/j.scriptamat.2012.10.007>
 - 4) **Yunping Li**, Manabu Enoki, "Twinning Behavior of Pure Magnesium Quantitatively Investigated by Acoustic Emission", Mater Sci Eng A, 536(2012), 8-13.
<http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2011.10.010>
 - 5) Hua Huang, Chunlin Chen, Zhongchang Wang, **Yunping Li**, Guangyin Yuan, "Effect of pretreatment and annealing on microstructure and mechanical properties of Mg-1.5Zn-0.25Gd (at. %) alloy reinforced with quasicrystal", Mater Sci EngA, 581(2013), 73-82.
<http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2013.06.003>
- [学会発表] (計 8 件)
1. 崔玉傑, **李云平**, 小泉 雄一郎, 千葉 晶彦, "Effect of annealing treatment on twin boundary activity of Mg alloys", 日本金属学会春期(第 156 回)講演大会, 東京大学, 2015.3.18-20.
 2. **Yunping Li**, Yujie Cui, Yuichiro Koizumi, Akihiko Chiba, "双晶界面移動及び双晶導入による高制振性 Mg 合金の開発", 軽金属学会東北支部講演会およびイブニングセミナー, 東北大学金属材料研究所, 2015.3.11. **[招待講演]**
 3. Yujie Cui, **Yunping Li**, Yuichiro Koizumi, Akihiko Chiba, "A study on the twinning-detwinning behavior of Mg alloy", 平成 26 年度日本塑性加工学会東北・北海道支部若手技術者懇談会, ホテルラフォーレ蔵王, 2014.11.29-30.
 4. 崔玉傑 (D2), **李云平**, 小泉 雄一郎, 千葉 晶彦, "A study on the Twinning Boundary Activity in Mg Alloy", 第 128 回金属材料研究所講演会, 東北大学金属材料研究所, 2014.11.27. [Poster]
 5. Yujie Cui (D2), **Yunping Li**, Yuichiro Koizumi, Akihiko Chiba, "A study on the twinning-detwinning behavior of Mg and Mg alloy", 日本金属学会秋期 (第 155 回) 講演大会, 名古屋大学, 2014.9.24-26.
 6. Yujie Cui, **Yunping Li**, Yuichiro Koizumi, Akihiko Chiba, "Influence of Twin Boundaries on Damping Capacity of Mg Alloy", 日本金属学会春期 (第 154 回) 講演大会, 東京工業大学, 2014.3.21-23.
 7. 崔玉傑 (D1), **李云平**, 小泉 雄一郎, 千葉 晶彦, "Influence of Twinning Boundaries on Damping Capacity of Mg Alloy", 日本塑性加工学会 平成 25 年度東北・北海道支部若手技術者懇談会, ホテルラフォーレ蔵王, 2013.12.14-15.
 8. 崔玉傑(D1), **李云平**, 小泉 雄一郎, 千葉 晶彦, "Influence of Twinning Boundaries on Damping Capacity of Mg Alloy", 第 126 回金属材料研究所講演会, 東北大学金属材料研究所, 2013.11.28. [Poster]
- [図書] (計 0 件)
 該当なし
- [産業財産権]
 該当なし
6. 研究組織
- (1)研究代表者
 李云平 (LI, Yunping)
 東北大学・金属材料研究所・助教
 研究者番号: 80546862
- (2)研究分担者
 なし