

AZ31マグネシウム合金における変形双晶を  
援用した力学的性質制御に関する研究

2021 年

岡山理科大学大学院

工学研究科

システム科学専攻

趙 薪茗

# AZ31 マグネシウム合金における変形双晶を援用した 力学的性質制御に関する研究

## 目 次

1. 序 論 .....	1
2. 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 .....	15
2.1 緒言 .....	15
2.2 試験片および実験方法 .....	17
2.2.1 試験材料 .....	17
2.2.2 単軸および局所圧縮実験 .....	18
2.2.3 単軸引張り試験 .....	20
2.2.4 機械研磨および電解研磨 .....	20
2.2.5 アルゴンボンバードメント .....	21
2.3 結果と考察 .....	23
2.3.1 単軸圧縮および引張りの真応力-真ひずみ関係 .....	23
2.3.2 局所圧縮領域における結晶学的組織観察 .....	24
2.4 結言 .....	27
参考文献 .....	28
3. AZ31 マグネシウム合金薄肉円管における変形双晶を援用した 局所力学的性質制御の試み .....	29
3.1 緒言 .....	29
3.2 実験方法 .....	31
3.2.1 丸棒材の負荷反転試験 .....	31
3.2.1.1 試験片 .....	31
3.2.1.2 負荷反転試験方法および実験装置 .....	32
3.2.2 薄肉円管材の円周方向局所張出し試験 .....	36

3.2.2.1	円管試験片 .....	36
3.2.2.2	局所組織制御方法の概要 .....	37
3.2.2.3	局所張出し工程および復元工程 .....	39
3.2.2.4	電子後方散乱回折による組織観察 .....	42
3.2.2.5	力学的性質評価 .....	43
3.3	実験結果および考察 .....	47
3.3.1	負荷反転に伴う応力-ひずみ関係の変化 .....	47
3.3.2	局所張出しに伴う選択領域の力学的性質変化 .....	50
3.3.3	局所張出しに伴う選択領域の結晶学的組織変化 .....	53
3.4	結言 .....	60
	参考文献 .....	61
4.	異方性を有する AZ31 マグネシウム合金薄肉円管のチューブエンド フレア試験による円周方向応力-ひずみ関係の逆推定 .....	63
4.1	緒言 .....	63
4.2	実験および解析方法 .....	65
4.2.1	試験材料 .....	65
4.2.2	円管材軸方向および円周方向の単軸引張り試験 .....	66
4.2.3	チューブエンドフレア試験 .....	69
4.2.4	リング圧縮試験と単軸圧縮試験 .....	71
4.2.5	有限要素法解析 .....	74
4.3	結果と考察 .....	75
4.3.1	応力-ひずみ関係 .....	75
4.3.2	試験材料の摩擦係数 .....	77
4.3.3	チューブエンドフレア試験により試験片の変形プロセス .....	79
4.3.4	円管材における円周方向変形に要したエネルギー .....	82
4.4	結言 .....	85
	参考文献 .....	87

5. 総括 .....	89
謝辞 .....	93

# 第 1 章 序 論

## 1. 1 マグネシウムおよびマグネシウム合金の物理的・工学的特徴

マグネシウムは原子番号 12 の周期律表第二属であり，アルミニウムや鉄などと比べると活性な金属である．このため，水や酸などと容易に反応し，塩素イオン，酸，塩酸の存在する雰囲気中では容易に腐食される<sup>(1)</sup>．しかし，大気中では保護膜として表面に酸化マグネシウムが形成されるため，耐食性は鉄より優れている．

マグネシウムの融点は 923K であり，構造用金属材料としては低いが，純アルミニウムの融点（933K）と同程度である<sup>(1)</sup>．マグネシウムの低い融点は，金型を使用するダイカストプロセスを容易にしている．一方，マグネシウムの比熱，溶解潜熱はアルミニウムの約 2/3 であり，アルミニウムに比べて少ない熱量で溶解することができる．熱伝導率はアルミニウムの約 70% であるので良導体であり，熱膨張係数はアルミニウムよりやや大きく鉄の約 2 倍である<sup>(1)</sup>．マグネシウムおよびマグネシウム合金の塑性加工は高温で行われることが多く，加工過程における被加工材の温度変化は加工プロセスに影響を与えるが，比熱の低さと熱伝導率の高さはそれらの影響を低減する特性である<sup>(1)</sup>．

マグネシウムは室温において密度が 1.74 g/cm<sup>3</sup> と実用金属材料の中で最も小さく，代表的な軽金属であるアルミニウム（密度 2.70 g/cm<sup>3</sup>）の約 2/3，鉄（密度 7.87 g/cm<sup>3</sup>）の約 1/4.5 である．構造材としてのマグネシウム合金は，比重が小さいため比強度が大きいこと，常温における引張り試験の破断伸びが小さいことが特徴である．また，マグネシウム合金のヤング率（ $E \approx 45$  GPa）はアルミニウム合金（ $E \approx 70$  GPa）の約 2/3 であり，比重がアルミニウムの 2/3 であることから，比剛性としてはアルミニウムと同等程度となる<sup>(2)</sup>．

一方，マグネシウム合金は振動エネルギーを熱として吸収・消散させるため減衰能が高い．一般的に密度の大きい金属ほど減衰能は高く，鋳鉄が減衰能の高い材料として知られているが，マグネシウム合金も減衰能の高い貴重な軽金属材料として位置付けられる<sup>(2)</sup>．また，マグネシウム合金は切削抵抗が小さく他の金属よりも切削速度を速くでき，機械加工時間の短縮，工具寿命の延長が

可能である。さらに、マグネシウム合金はその弾性率の低さと強度の高さから、弾性変形によって蓄積されるひずみエネルギーが大きく、優れた耐くぼみ性を有する<sup>(2)</sup>。

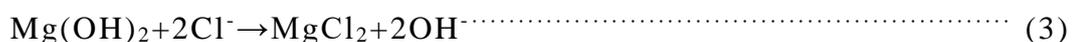
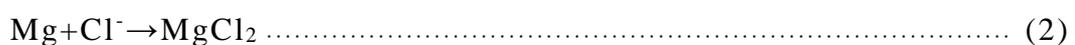
以上に述べたように、マグネシウムは比強度、振動吸収性などに優れ、地球環境保全ならびに環境負荷低減物質の立場から、機器の軽量化、燃費向上、動力性能の高効率化を目指した航空機、鉄道車両、自動車などの大型輸送用機器への適用が進められている<sup>(3)(4)</sup>。また、電磁波シールド性を有することから、軽量で高強度なケーシング材としてスマートフォンやノートパソコンなどの電子機器に使用され、樹脂材料の代替として実用展開されている<sup>(5)-(8)</sup>。

## 1.2 医用材料としてのマグネシウム合金

マグネシウム合金は、その低い耐食性を利用して、患部が完全に治癒した後に、その役目を達成して体内で溶けて消失するインプラント材に用いることで、理想的な生体吸収材料として注目されている。マグネシウムは人体にとって必須元素であり、生命の維持、身体の健康と密接な関係を有する<sup>(9)</sup>。細胞内ではエネルギー生産と利用、蛋白合成や酵素活性に関与し、細胞外では神経・筋伝達活動などに関与する重要な元素である。さらに、カリウム、ナトリウム、カルシウムの細胞内外の移動に関わる「イオンチャンネル」に影響を及ぼすことに加え、生体膜電位を維持する役割もある。一般の成人の体内には約24 gのマグネシウムが存在し、その67%が骨に、20%が筋にある。また、1日に摂取すべきマグネシウムの量は、成人男性では420 mg、成人女性では320 mgである。したがって、インプラント材として用いた場合、体内での溶解量がこれ以下であれば人体に影響を及ぼさないといえる<sup>(10)</sup>。マグネシウム合金は体内では以下の反応式に従う。



さらに塩化物イオン( $\text{Cl}^-$ )の存在下では以下のような反応を示す。



このため、溶出した  $Mg^{2+}$  イオンの一部が  $Mg(OH)_2$  として析出するとともに、体液に過飽和に存在する  $Ca^{2+}$  がリン酸として析出し、腐食に対する保護層として働く<sup>(11)(12)</sup>。この際に生成される  $MgCl_2$  は水溶性であるため、マグネシウムは特に、生体内のような塩化物イオン存在下にて急速な溶解を示す。実際にマグネシウム合金の溶解速度については、実験環境、合金純度、測定方法などによりその値が大きく変化するものの、おおむね 1~200 mm/year 程度のかなり高い値が報告されている<sup>(13)-(16)</sup>。

ところで、マグネシウムは Ca について生体内で多く含まれる金属元素であり、余剰分は尿として比較的容易に体外に排出されることから、生分解性可能な金属材料としてステントなどへの利用が有望視されている。ステントとは、病気で狭窄した血管に留置することで患部を拡張し保持させるための医療用デバイスである<sup>(17)</sup>。従来のステントの素材としては、ステンレス (SUS) やコバルトクロム (Co-Cr) 合金など生体適応性に優れるが、それらは、不溶性金属のため<sup>(18)</sup>、異物として半永久的に体内に残存し、ステント血栓症や留置部の炎症、再狭窄などの様々な問題点が指摘されている<sup>(19)</sup>。そこで近年、生体内で分解され吸収される新しいステントの開発が渴望されており、その有力候補の材料としてマグネシウムが挙げられている。これまで、WE43 合金 (Mg, 4mass% Y, 3mass% Nd, 0.5mass% Zr) を用いた生体吸収性マグネシウム合金ステント (Bio-absorbable Magnesium Stent) がドイツの Bio-tronik 社で開発され、ステンレス製ステントと比較して優れた諸特性を示すことが報告されている<sup>(20)</sup>。治療のために体内の患部に埋め込まれたマグネシウム合金のステントやインプラント材は、時間の経過とともに治癒が進むにつれて、体内での低い耐食性を反映して徐々に溶解し、最終的に患部が治癒した後ほぼ完全に消失する<sup>(20)(21)</sup>。特に成長期の子供の場合、インプラント材は成長に伴って体内から除去する必要があるが、マグネシウム合金のような生体吸収材料であればその必要性がない。したがって、マグネシウム合金を生体材料として利用することによって、患者の身体的、経済的負担を軽減でき、低侵襲医療デバイスの製造が可能となり、医療費支出の削減にも貢献できると考えられる<sup>(22)</sup>。

### 1.3 マグネシウム合金の力学的特徴

マグネシウム合金は結晶構造が最密六方格子 (hcp) であるため、すべり面が限定されて塑性加工が困難である。室温における主すべり系の数は3つと少なく、すべり変形に加えて変形双晶が重要な塑性変形機構となる<sup>(23)</sup><sup>(24)</sup>。また、マグネシウム合金は塑性加工時に底面(0001)が配向し、押出し材では結晶のc軸が押出し方向と垂直に配向する集合組織を生じる<sup>(25)</sup>。これらの結晶構造および集合組織に起因して、マグネシウム合金の圧縮降伏応力は引張りのそれに比べて低下し<sup>(26)</sup><sup>(27)</sup>、顕著な異方性を生じる。すなわち、室温で底面すべり系のCRSS（臨界分解せん断応力）が非底面すべり系のCRSSの約1/100と非常に小さいため、底面に平行な方向には容易にすべるが、非底面の方向には変形しにくいとされている<sup>(28)</sup>。底面すべり方位におけるSchmid因子が特に小さく、底面すべりのみで与えられたひずみを満足できない場合、マグネシウムでは変形双晶が発生する<sup>(29)</sup><sup>(30)</sup>。

マグネシウム合金は製造法の違いによって鋳造材と展伸材の2種類に分類される。展伸材は組織制御の効果を有するので高強度を示す。その主な原因は、展伸材は、加工熱処理履歴や凝固速度等によって金属間化合物の析出状態や結晶粒径等の微視的構造が強度特性に大きく影響を与えるためと考えられる<sup>(31)</sup>。また、ひずみが増加すると転位列に含まれる堆積転位の数が増加し、転位の間隔が狭くなるため、集積転位列はひずみ硬化の原因となる<sup>(32)</sup>。さらに、マグネシウム合金の降伏強度は結晶粒の大きさに依存し、(4)式に示されるホールペッチ則（Hall-Petch relationship）で表される。これより、マグネシウム合金は、結晶粒の微細化により機械的性質は向上し、その割合は他の金属より大きいことが知られている<sup>(33)</sup><sup>(34)</sup>。

$$\sigma_y = \sigma_0 + k_y d^{\frac{1}{2}} \dots\dots\dots (4)$$

$\sigma_y$ : 降伏応力

$d$ : 結晶粒径

$\sigma_0$ : さまざまな方位の単結晶の平均降伏応力

$k_y$ : ホールペッチ係数 (Hall-Petch coefficient)

一般的にマグネシウム合金は、温度が高くなるにつれて、(4)式のホールペッチ係数が数倍程度に変化することが報告されている<sup>(34)</sup>。マグネシウム合金は変形双晶が活動するとともに、軸方向における引張強度と圧縮強度の強度比が大きい。押し出し材であるマグネシウム合金は、製造時に底面が押し出し方向に平行に配向する集合組織を形成するため、押し出し方向の引張り試験では底面にすべり変形が生じ、押し出し方向の圧縮試験では底面に変形双晶が生じる。このように、マグネシウム合金は強い異方性を呈している。一方、Wangら<sup>(34)</sup>は、AZ31 マグネシウム合金押し出し材に対して結晶粒径と降伏応力の異方性の関係を調べた結果、結晶粒径が 4  $\mu\text{m}$  以下になると塑性異方性がほとんど消失することを明らかにした。このように結晶粒径を微細化することは、高強度に加えて塑性異方性の改善にも寄与し、機械的特性の改善にも有効である<sup>(35)</sup>。

マグネシウム合金の塑性変形においては変形双晶が重要な役割を担っている。マグネシウムの双晶変形は $\{10\bar{1}2\}$ 面で $\langle 10\bar{1}1 \rangle$ 方向に起こる引張り双晶（変形双晶）が最もよく活動する。この $\{10\bar{1}2\}$ 変形双晶は、c軸方向に引張りひずみを生じる変形、すなわち引張り軸と平行にc軸が配列している結晶粒、または圧縮軸に垂直な方向にc軸が配列している結晶粒で発現する。変形双晶がもたらすひずみはそれほど大きくないが、結晶方位を変化させて後続のすべりを促進する。また、双晶は塑性変形の初期に活動し、変形が進んで集合組織が形成された後には起こりにくくなる<sup>(36)</sup>。マグネシウム合金では、すべり変形や双晶変形に加えて、粒界すべりが常温でも起こり、その変形への寄与率は変形温度とともに増加する<sup>(37)</sup>。さらに、加工によって生じた集合組織は焼きなまし後もほぼそのまま残存し、力学的性質に大きな影響を及ぼす<sup>(38)(39)</sup>。したがって、マグネシウム合金の塑性加工においては、変形双晶を十分に理解して制御することが重要となる。最後に、マグネシウム合金においては引張りと圧縮にて降伏応力に差があることが指摘されている<sup>(40)</sup>。この理由として、最密六方構造における底面に平行な方向の圧縮では、c軸方向に引張りひずみを生じるため、 $\{10\bar{1}2\}$ の引張り変形による双晶が活動して、低い応力で降伏すると考えられている。それに対して底面に平行な方向の引張りでは、c軸方向に圧縮されるために引張り変形による双晶は活動しにくく、したがって耐力が高くなる

(41). また、マグネシウム合金は、低温にて延性—脆性遷移を示すが(42)、この遷移温度は結晶粒径に大きく依存するので、粒径が減少すると低下し、その結果延性が向上する(43)(44).

#### 1.4 本研究の目的と論文構成

最密六方晶構造を有するマグネシウムのc軸方向(方向)に引張り、あるいはc軸に垂直な方向に圧縮を生じるような変形を受けた際に活動する{10 $\bar{1}$ 2}変形双晶は、臨界分解せん断応力が低く、最も活動しやすいことが明らかにされている(25)(26)(27). この変形双晶は約86.3°の結晶方位変化をもたらすため、後続のすべり変形の活動を容易にする可能性がある(45). 近年、マグネシウムに対して集合組織の低減を目指した研究が行われている(46). 集合組織を低減するために、例えば結晶粒の微細化(47)-(50)、希土類元素の添加(51)、圧延工程と熱処理(52)-(59)、塑性加工の利用(59)-(64)が試みられている. 一方、集合組織の存在は必ずしも悪いばかりではなく、集合組織のもたらす塑性異方性が有用な場合もある. その例としては、塑性異方性強化による深絞り性向上が挙げられる. 加えて先に述べたように、集合組織と負荷方向の関係によって力学的性質が遷移する. したがって、マグネシウム合金における変形双晶を局所的に発生させることができれば、その局所領域における力学的性質を変化させることが可能になると期待される(27). このような局所的な力学的性質の変化は、例えば生体吸収型冠動脈ステントなど、局所的に求められる性質が異なる構造体への応用が期待できる.

以上のように、マグネシウム合金の実用にあたっては結晶学的組織(結晶方位や結晶粒径など)を適切に制御することが極めて重要である. そこで本研究では、材料全体ではなく局所的に選択した領域の組織を制御する方法の確立を最終目的とした. 本論文は、緒論、総括を含めて5章から構成されており、各章の内容は以下の通りである.

第2章では、棒や管などの長尺材を製造する際に生成される底面集合組織が機械的性質だけでなく成形性にも少なからず影響を及ぼすことに着目し、熱処理と局所変形の組み合わせにより、マグネシウム合金の集合組織(あるいは塑性異方性)を選択的に制御する手法の確立を目指した結果について説明する.

すなわち、AZ31 マグネシウム合金押出し丸棒材に対して、局所的な圧縮変形を与えた際の集合組織変化を調べるとともに、ひずみ勾配が変形双晶に及ぼす影響について検討を加えた。得られた知見は様々な条件下で局所的な集合組織を制御する際に有用と期待される。

続いて第3章では、マグネシウム合金素材に対して局所組織制御を行うため、まず、代表的なマグネシウム合金であり、集合組織および塑性異方性を有するAZ31 マグネシウム合金丸棒試験片を用いて単軸負荷反転試験を行い、前段階の変形が後続変形における力学的挙動に及ぼす影響を調査した。具体的には、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、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検討を行った。その結果をもとに、AZ31 マグネシウム合金薄肉円管材の選択領域に対して、張出し変形させた後に元形状に戻す変形を与える円周方向局所張出し試験法を考案した。それに要する治具を作製するとともに、実際に薄肉円管材に試験を実施して、選択領域における力学的性質変化を調べ、AZ31 マグネシウム合金における局所的な力学的性質制御の可能性について検討を加えた結果について述べる。

第4章では、局所的な塑性異方性評価の一環として、AZ31 マグネシウム合金円管素材における、軸方向と円周方向の塑性異方性に着目し、チューブエンドフレア試験によって局所領域における円周方向の力学的性質を評価する手法について検討を行った。すなわち、円管軸方向の力学的性質は単軸引張り試験等によって評価できるが、小径円管材において円周方向の性質を分離評価することは困難であるため、AZ31 マグネシウム合金薄肉円管に対して円錐工具を用いたチューブエンドフレア試験を実施した。頂角に伴う変形プロセスの変化を詳細に把握するとともに、試験結果およびシミュレーション解析から、円周方向の力学的性質を分離評価する手法の開発を試みた結果を報告する。

最後に第5章では、以上の各章で検討を行って得られた結果をまとめるとともに、残された今後の課題を述べる。

## 参考文献

- (1) 根本 茂：初歩から学ぶマグネシウム 一番軽い金属構造材，工業調査会（2002），pp. 63-75.
- (2) 日本塑性加工学会：マグネシウム加工技術，コロナ社（2004），pp. 12-21.
- (3) 塩澤和章，上梨智弘，北島 純，村井 勉，高橋 泰：展伸マグネシウム合金 AZ31 の低サイクル疲労強度特性，日本機械学会論文集A編，77 巻 773 号（2011），pp. 58-70.
- (4) 染川英俊：マグネシウム合金の破壊靱性に関する問題点とその改善策，*まてりあ*，47 巻 3 号（2008），pp. 157-160.
- (5) 吉川高正，徳田正孝，稲葉忠司，岩崎 源，町野弘一，出口直紀：種々の温度条件下における AZ31 マグネシウム合金の塑性変形特性，*材料*，57 巻 7 号（2008），pp. 688-695.
- (6) 安藤新二，頓田 英：Mg の変形機構と疲労破壊，*まてりあ*，42 巻 2 号（2003），pp. 124-132.
- (7) 小池淳一，宮村剛夫：多結晶マグネシウム合金の塑性変形の微視的機構，*軽金属*，54 巻 11 号（2004），pp. 460-464.
- (8) 菱田 明：*体液・電解質異常の臨床*，永井書店（1997），pp. 183-196.
- (9) Liu, M., Uggowitzer, P.J., Nagasekhar, A.V., Schmutz, P., Easton, M., Song, G.-L. and Atrens, A.: Calculated phase diagrams and the corrosion of die-cast Mg-Al alloys, *Corrosion Science*, Vol. 51-3 (2009), pp. 602-619.
- (10) Kuwahara, H., Al-Abdullat, Y., Mazaki, N., Tsutsumi, S. and Aizawa, T.: Precipitation of magnesium apatite on pure magnesium surface during immersing in hank's solution, *Material Transactions*, Vol. 42-7 (2001), pp. 1317-1321.
- (11) Zhang, J., Li, H., Wang, W., Huang, H., Pei, J., Qu, H., Yuan, G. and Li, Y.: The degradation and transport mechanism of a Mg-Nd-Zn-Zr stent in rabbit common carotid artery: A 20-month study, *Acta Biomaterialia*, Vol. 69 (2018), pp. 372-384.

- (12) Kleiner, S. and Uggowitzer, P.J.: Mechanical anisotropy of extruded Mg-6%Al-1%Zn alloy, *Materials Science and Engineering A*, Vol. 379 (2004), pp. 258-263.
- (13) Cáceres, C.H., Sumitomo, T. and Veidt, M.: Pseudoelastic behaviour of cast magnesium AZ91 alloy under cyclic loading-unloading, *Acta Materialia*, Vol.51 (2003), pp. 6211-6218.
- (14) Zenner, H., and Renner, F.: Cyclic material behaviour of magnesium die castings and extrusions, *International Journal of Fatigue*, Vol. 24 (2002), pp. 1255-1260.
- (15) Klimanek, P. and Pöttsch, A.: Microstructure evolution under compressive plastic deformation of magnesium at different temperatures and strain rates, *Materials Science and Engineering A*, Vol. 324 (2002), pp. 145-150.
- (16) 山口 徹, 田村 勤 : *Drug-Eluting Stent*, 医学書院 (2004) .
- (17) 角田方衛, 筏 義人, 立石哲也 : *金属系バイオマテリアルの基礎と応用*, アイピーシー (2000) , pp. 491-499.
- (18) 井上勝美 : *冠動脈硬化, 再狭窄の病理*, 日本内科学会雑誌, 98 卷 2 号 (2009) , pp. 239-247.
- (19) Witte, F.: The history of biodegradable magnesium implants: A review, *Acta Biomaterialia*, Vol. 6-5 (2010), pp. 1680-1692.
- (20) 松崎邦男, 花田幸太郎 : *生体吸収マグネシウム合金の成形技術の開発, 素形材*, 54 卷 3 号 (2013) , pp. 27-32.
- (21) Wu. G., Ibrahim, J.M. and Chu, P.K.: Surface design of biodegradable magnesium alloys – A review, *Surface and Coatings Technology*, Vol. 233 (2013), pp. 2-12.
- (22) Srivatsan, T.S. and Wei, L.: The cyclic strain resistance, fatigue life and final fracture behavior of magnesium alloys, *Engineering Fracture Mechanics*, Vol. 56, No.6 (1997), pp.735-758.
- (23) Nobre, J.P., Noster, U., Kornmeier, M., Dias, A.M. and Scholtes, B.: Deformation asymmetry of AZ31 wrought magnesium alloy, *Key Engineering Materials*, Vols. 230-232 (2002), pp. 267-270.

- (24) 小池淳一，宮村剛夫：多結晶マグネシウム合金における塑性変形の微視的機構，*軽金属*，54 卷 11 号（2004），pp. 460-464.
- (25) Jain, A. and Agnew, S.R.: Modeling the temperature dependent effect of twinning on the behavior of magnesium alloy AZ31B sheet, *Material Science and Engineering A*, Vol. 462 (2007), pp. 29-36.
- (26) Khosravani, A., Fullwood, D.T., Adams, B.L., Rampton, T.M., Miles, M.P. and Mishra, R.K.: Nucleation and propagation of twins in AZ31 magnesium alloy, *Acta Materialia*, Vol. 100 (2015), pp. 202-214.
- (27) Sokedai, E. and Yokoyama, T.: Investigation of tensile-compressive yield asymmetry and the role of deformation twin in extruded pure magnesium, *International Journal of Material Science*, Vol. 101 (2010), pp. 736-740.
- (28) Yoshinaga, H. and Horiuchi, R.: On the Flow Stress of  $\alpha$  Solid Solution Mg-Li Alloy Single Crystals, *Materials Transactions*, Vol. 4 (1963), pp. 134-141.
- (29) 吉川高正，稲葉忠司，橋本結衣，横尾優哉，徳田正孝：AZ31 マグネシウム合金押し出し材の常温における降伏曲面に関する実験的研究，*材料*，62 卷 5 号（2013），pp. 311-318.
- (30) Hiromoto, S., Inoue, M., Taguchi, T., Yamane, M. and Ohtsu, N.: In vitro and in vivo biocompatibility and corrosion behaviour of a bioabsorbable magnesium alloy coated with octacalcium phosphate and hydroxyapatite, *Acta Biomaterialia*, Vol. 11 (2015), pp. 520-530.
- (31) 久保山裕満：種々のひずみ速度条件下における AZ31 マグネシウム合金高温塑性変形特性，三重大学 修士論文（2010），pp. 3-5.
- (32) 丸山公一，藤原雅美，吉見享祐：基礎から学ぶ構造金属材料学，内田老鶴圃（2014），pp. 82-84.
- (33) 日本マグネシウム協会：マグネシウム技術便覧，カルロス社（2000），pp. 113-119.
- (34) Barnett, M. R., Keshavarz, Z., Beer, A. G. and Atwell, D.: Influence of grain size on the compressive deformation of wrought Mg-3Al-1Zn, *Acta Materialia*, Vol. 52 (2004), pp. 5093-5103.

- (35) 平渡末二：高強度マグネシウム合金の熱間鍛造に関する研究，群馬大学博士論文（2015），pp. 21-25.
- (36) Agnew, S.R., Yoo, M.H. and Tome, C.N.: Application of texture simulation to understanding mechanical behavior of Mg and solid solution alloys containing Li or Y, *Acta Materialia*, Vol. 49 (2001), pp. 4277-7289.
- (37) Koike, J., Ohyama, R., Kobayashi, T., Suzuki, M. and Maruyama, K.: Grain-boundary sliding in AZ31 magnesium alloys at room temperature to 523 K, *Materials Transactions*, Vol. 44 (2003), pp. 445-451.
- (38) 金子純一，菅又 信：マグネシウム合金板材の機械的性質と成形加工性，*軽金属*，54 卷 11 号（2004），pp. 484-492.
- (39) 金子純一，菅又 信，沼 政弘，西川泰久，高田秀男：マグネシウム合金展伸材の機械的性質と成形性に及ぼす集合組織の影響，*日本金属学会誌*，64 卷 2 号，（2000），pp. 141-147.
- (40) Kelley, E.W. and Hosford, W.F.: Plane-strain compression of magnesium and magnesium alloy crystals, *Transactions of the Metallurgical Society of AIME*, Vol. 242 (1968), pp. 654-660.
- (41) Yukutake, E., Kaneko, J. and Sugamata, M.: Anisotropy and non-uniformity in plastic behavior of AZ31 magnesium alloy plates, *Materials Transactions*, Vol. 44, No.4 (2003), pp. 452-457.
- (42) 染川英俊：マグネシウムの靱性 延性に及ぼす添加元素の影響，*日本金属学会誌*，83 卷 3 号（2019），pp. 65-75.
- (43) Chapman, J.A. and Wilson, D.V.: The room-temperature ductility of fine-grain magnesium, *Journal of the Institute of Metals*, Vol. 91 (1962), pp. 39-40.
- (44) Beer, A.G. and Barnett, M.R.: The hot working flow stress and microstructure in magnesium AZ31, *Magnesium Technology 2002*, ed. by H. I. Kaplan, TMS, (2002), pp. 187-193.
- (45) 西野創一郎：マグネシウム合金板材のプレス成形技術，*軽金属*，61 卷 6 号（2011），pp. 269-273.
- (46) 鎌土重晴：マグネシウム合金の材料特性と加工技術，*塑性と加工*，48 卷

- 556号(2007), pp. 358-365.
- (47) 向井敏司：軽量化のための材料技術 マグネシウム合金の可能性，*までりあ*，43巻10号(2004)，pp. 810-814.
- (48) 千野靖正，馬淵 守：マグネシウム合金の塑性加工プロセス，*軽金属*，51巻10号(2001)，pp. 498-502.
- (49) 馬淵 守，中村 守，朝比奈正：マグネシウム合金の塑性加工プロセスの新展開，*塑性と加工*，41巻(2000)，pp. 309-312.
- (50) 千野靖正，馬淵 守：常温プレス成形が可能な新マグネシウム圧延材の開発，*アルトピア*，39巻(2009)，pp. 17-23.
- (51) 高津正秀，喜井健二，長田祐希，西尾弘之，東 健司，井上博史：圧延と高温焼なましの組合せによる AZ31 マグネシウム合金板の冷間成形性向上のための集合組織ランダム化，*軽金属*，60巻5号(2010)，pp. 237-243.
- (52) 高津正秀：マグネシウム合金板の成形性評価と成形性改善の取組み，*塑性と加工*，50巻576号(2009)，pp. 13-17.
- (53) 高津正秀，中塚章太，東 健司：恒温偏心ロール引抜きによる AZ31 マグネシウム合金板の圧延集合組織の発達，*軽金属*，59巻9号(2009)，pp. 498-501.
- (54) 渡辺博行：塑性加工を利用した組織制御によるマグネシウム合金の高性能化，*塑性と加工*，48巻563号(2007)，pp. 1108.
- (55) Jeong, H.T. and Ha, T.K.: Texture development in a warm rolled AZ31 magnesium alloy, *Journal of Materials Processing Technology*. Vols. 187-188 (2007), pp. 559-561.
- (56) Chino, Y., Lee, J.S., Sassa, K., Kamiya, A. and Mabuchi, M: Press formability of a rolled AZ31 Mg alloy sheet with controlled texture. *Materials Letters*, Vol. 60 (2006), pp. 173-176.
- (57) 大年和徳，長山知史，勝田基嗣：AZ31 マグネシウム合金板の圧延条件による常温成形性の変化，*軽金属*，53巻6号(2003)，pp. 239-244.
- (58) 大年和徳，勝田基嗣：AZ31 マグネシウム合金板の圧延条件による機械的性質および集合組織の変化，*軽金属*，51巻10号(2001)，pp. 534-538.
- (59) 長田直樹，大年和徳，勝田基嗣，高橋清造，山田 正：AZ31 マグネシウム

- ム合金板の一軸および二軸変形に及ぼす焼なまし温度の影響, *軽金属*, 50 巻 2 号 (2000), pp. 60-64.
- (60) 須長好古, 田中良典, 浅川基男, 加藤正仁, 小林 勝: AZ61 マグネシウム合金板の繰返し曲げ加工に伴う双晶形成が集合組織に及ぼす影響と成形性向上, *軽金属*, 59 巻 12 号 (2009), pp. 655-658.
- (61) 田中良典, 浅川基男, 加藤正仁, 小林 勝: 繰返し曲げ加工による双晶形成が AZ61 マグネシウム合金板の集合組織に及ぼす影響, *軽金属*, 58 巻 10 号 (2008), pp. 522-523.
- (62) 鈴 拓也, 福本信次, 山本厚之: ヒータ付き波状ロール成形による AZ31B マグネシウム合金の集合組織制御, *軽金属*, 59 巻 4 号 (2009), pp. 169-173.
- (63) 山本厚之, 寺下 誠, 椿野晴繁: 波状曲げプレス加工を施した AMCa602 および AZ31B マグネシウム合金の集合組織, *軽金属*, 57 巻 3 号 (2007), pp. 99-104.
- (64) 酒井 孝: AZ31 マグネシウム合金の曲げ変形に伴う結晶方位および微視機械的性質の変化, *軽金属*, 55 巻 9 号 (2005), pp. 414-415.

## 第2章 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

### 2.1 緒言

近年、心臓病はがんに次ぐ死亡原因であり、その中でも冠動脈疾患は最も多くみられる病態である。冠動脈疾患の治療は盛んに行われており<sup>(1)</sup>、ステント治療法もその一つである。ステントとは、Fig. 2-1 に示すような網目状のチューブ形状をした金属製小型医療器具であり、冠動脈などの狭窄部に埋め込んで血管を拡張する。ステントの拡大図を Fig. 2-2 に示す。ステントは複雑な網目構造をしており、主に半径方向に支持するセルストラットとそれらを接続するリンクストラットの二つで構成されている。

バルーン拡張型ステントには、クリンプから拡張に至るまでに受ける反転負

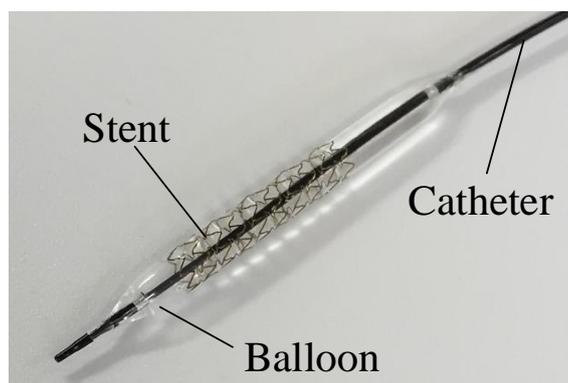


Fig. 2-1 Balloon expandable stent for coronary artery.

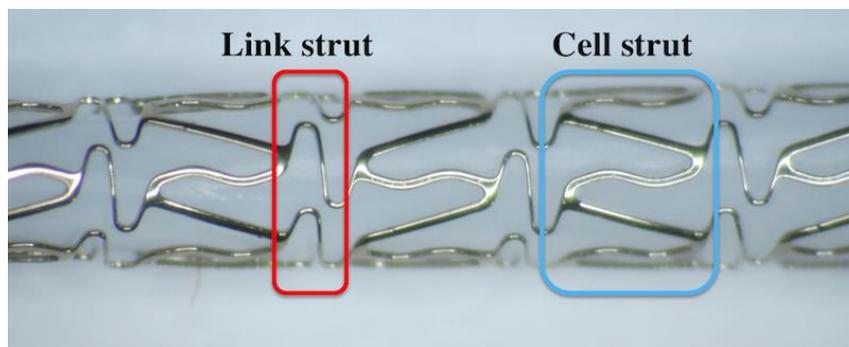


Fig. 2-2 Structure of coronary artery stent.

荷に耐えられることが要求される．これまで，バルーン拡張型ステントに代表的に用いられている金属材料として，ステンレス合金（SUS）やコバルトクロム（Co-Cr）合金などが挙げられるが，最近特に，生体適合性に加えて生体分解性に優れた Mg（マグネシウム）合金製ステントが注目されている<sup>(2)</sup>．

Mg 合金製ステントは患部を治療した後に分解して，やがて体内に吸収されるため，ステントの長期留置によって生じる問題が解決できる．しかし，Mg 合金は従来のステント用合金に比べて剛性や延性に乏しく，狭窄部の支持力が従来型のステントに比べて劣るので，拡張時に破壊が生じる可能性が懸念されている<sup>(2)</sup>．

マグネシウム合金は，結晶学的方位に対して特定の方向に負荷が加わると，塑性変形に際して変形双晶が生じる<sup>(3)(4)</sup>．マグネシウム合金では双晶系が複数存在するが，その中で最も優先的なものは c 軸（ $\langle 0001 \rangle$  軸）方向に引張り応力が作用する際に現れる双晶であり，c 軸方向に  $86.3^\circ$  の傾斜をもたらすことが明らかにされている<sup>(3)</sup>．すなわち，この双晶系が多数活動すれば，材料全体の集合組織も変化することになる．マグネシウム合金は室温で活動するすべり系が比較的限定されているため，塑性加工による素材製造時に，容易に集合組織を形成し，塑性異方性が成長する．特に，棒や管などの長尺材を製造する際に用いられる押出し加工や引抜き加工では，底面（ $(0001)$  面）が軸方向に平行に配向する集合組織を示す<sup>(5)</sup>．このような集合組織は機械的性質だけでなく成形性にも少なからず影響を及ぼし<sup>(6)</sup>，マグネシウム合金の適用範囲を限定する一因となることから，集合組織の弱化を目指す研究も行われている<sup>(7)</sup>．一方，集合組織は方向を選択することで強度と延性に影響を及ぼすので，求められるニーズに応じて局所的に集合組織の発生と方向を制御することができれば，上述の特性を活かしたマグネシウム合金のステントへの最適利用につながると考えられる．

このような背景から，本章では，熱処理と局所変形の組み合わせにより，マグネシウム合金の集合組織（あるいは塑性異方性）を選択的に制御する手法について検討した．具体的には，AZ31 マグネシウム合金押出し丸棒材に対して，局所的な圧縮変形を与えた際の集合組織変化を調べた．

## 2. 2 試験片および実験方法

### 2. 2. 1 試験材料

素材にはマグネシウム合金製ステントへの利用が期待されている AZ31 丸棒材を用いた。単軸圧縮試験用には  $\phi 12$  mm の AZ31 マグネシウム合金押し丸棒材 (Al 3.11 wt%, Zn 0.85 wt%, Mn 0.35 wt%) を素材とし, Fig. 2-3 のように長さ 18 mm の試験片を切り出した。続いて, 両端面を完全に平行にするために旋削加工し, 各面を #2000 の研磨紙で仕上げた後, 493 K, 20 分保持の焼鈍処理を行って試験に供した。圧縮方向は, 引張り双晶が活動しやすいと予想される丸棒軸方向とした。以下では, 丸棒の軸方向を  $z$  方向, それに直交する 2 方向を  $x, y$  方向と定義する。

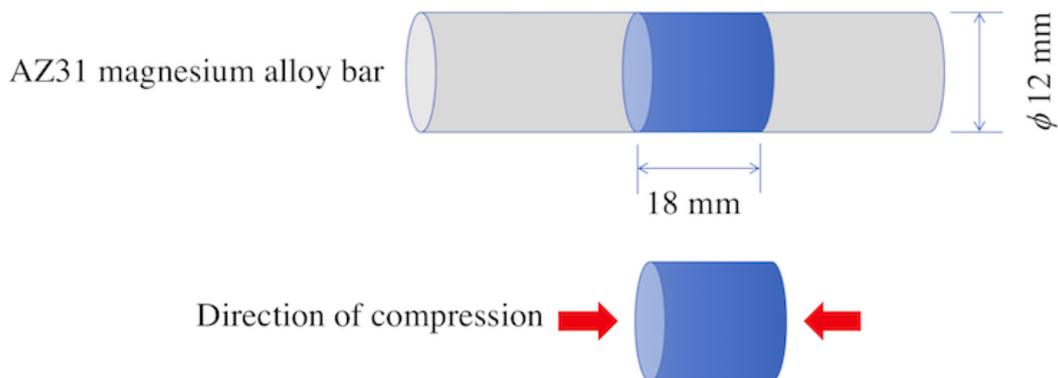


Fig. 2-3 AZ31 magnesium alloy bar and compressive direction.

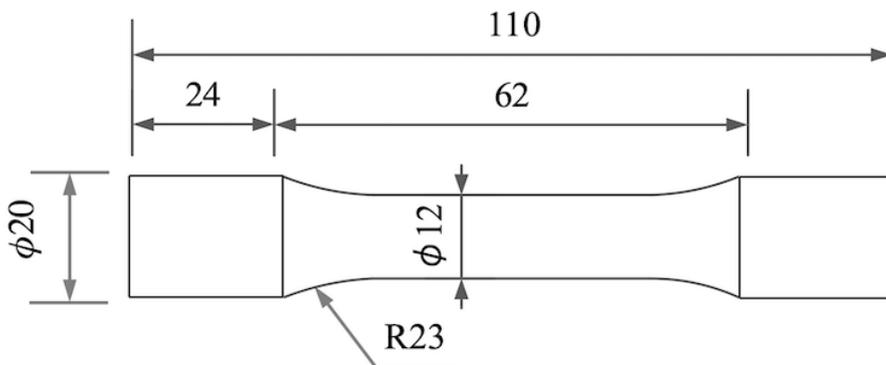


Fig. 2-4 Geometry of tension test specimen.

単軸引張りに用いる試験片は、 $\phi 20$  mm の AZ31 マグネシウム合金押し丸棒材から、Fig. 2-4 に示すような平行部直径 12 mm，平行部長さ 36 mm のドッグボーン型試験片を旋盤加工で切り出した。凹凸による応力集中を抑制するために、試験片の平行部表面を耐水研磨紙で#2000 まで研磨し、圧縮試験片と同様に 493 K，20 分保持の焼鈍処理を行って試験に供した。

## 2. 2. 2 単軸および局所圧縮実験

単軸圧縮試験機の全体構成を Fig. 2-5 に示す。試験機には門型ジャッキ（長崎ジャッキ製 NSP-5）を用い、圧縮力を試験片に負荷する。試験中の荷重はロードセル（共和電業製 LC-5TV，最大容量 50 kN）で、変位は変位変換器（共和電業製 DTH-A-100）で測定し、ひずみアンプ（共和電業製 EDX-10）を介して 10Hz でコンピュータに記録した。

一方、門型ジャッキで長尺材に対する局所圧縮を実現するため、新たに試験ジグを作製した。治具を取り付けた様子を Fig. 2-6 に示す。局所圧縮は、板厚 8 mm，先端曲率半径 5 mm の工具を上下に取付け、試験片の上下面に接触さ

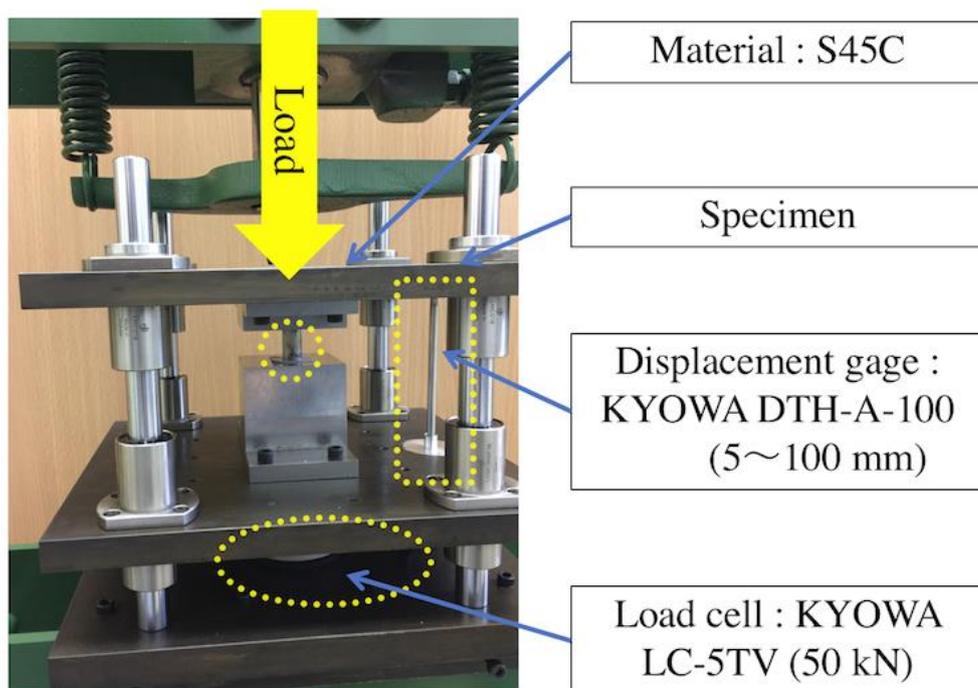


Fig. 2-5 Uniaxial compression device.

せた後、油圧を負荷することによって行った。最大圧縮変位は、工具頂部で 1 mm とした。このような工具形状を用いたのは、局所圧縮量に勾配を設けることにより、応力集中の低減と、変形双晶の活動に及ぼす圧縮量の影響を効率的に調査するためである。曲率工具の厚みと曲率半径を Table 2-1 に示す。

局所圧縮後、Fig. 2-7 のように丸棒の軸を通る面内で試験片を切断し、表面を電解研磨によって鏡面に仕上げた。その後、走査型電子顕微鏡に取り付けた電子線後方散乱回折装置（Oxford Instruments 製 Nordlys）で結晶学的方位を測定した。なお、測定領域の大きさは  $1310\ \mu\text{m} \times 970\ \mu\text{m}$  であり、平均結晶粒径は約  $15\ \mu\text{m}$  であるので、領域内に 7000 個強の結晶粒を含む。

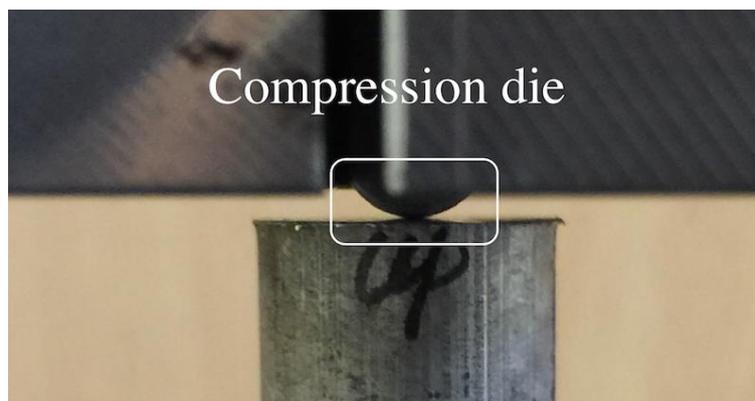


Fig. 2-6 Uniaxial local compression.

Table 2-1 Tools used for local compression.

				
Thickness	4.0	6.0	7.0	8.0
Radius of curvature	2	3	4	5
Curvature	0.50	0.33	0.25	0.20

Unit : mm(Thickness, Radius),  $\text{mm}^{-1}$ (Curvature)

### 2. 2. 3 単軸引張り試験

単軸引張り試験には万能試験機（Instron 製 5500R 型）を使用した。この試験機は、単軸引張りおよび単軸圧縮のいずれも可能であり、最大荷重は 100 kN である。試験を行う際のクロスヘッド速度は 1 mm/min とした。試験片の伸びは標点間距離 25 mm の伸び計を平行部に装着して測定した。引張り試験片を万能試験機に装着した様子を Fig. 2-8 に示す。

### 2. 2. 4 機械研磨および電解研磨

圧縮試験を行った試験片に対して、それぞれの結晶学的組織状態を評価するために、後方散乱電子線回折法（EBSD: Electron Backscatter Diffraction Pattern）によって観察した。EBSD 観察前には、実験後の試験片に対して機械研磨と電解研磨を行う必要がある。機械研磨では#2000 の耐水研磨紙を用いた。しかし、機械研磨で得られた試験片には数 100 ミクロンの加工変質層が残留するので、鏡面仕上げが期待できる電解研磨が必要となる。

電解研磨（EP: Electrolytic Polishing）は金属表面を電解反応を利用し、極微細な凹凸を溶解し、平滑化・鏡面化された金属面に仕上げる処理である。電解研磨された金属表面には耐腐食性に優れた均質で緻密な不動態皮膜が生成さ

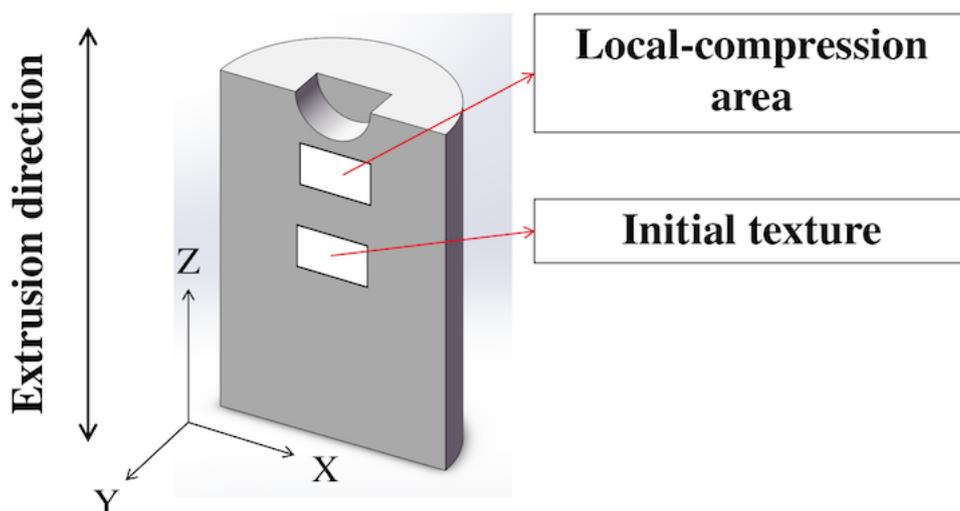


Fig. 2-7 Cutting specimen for EBSD observation.

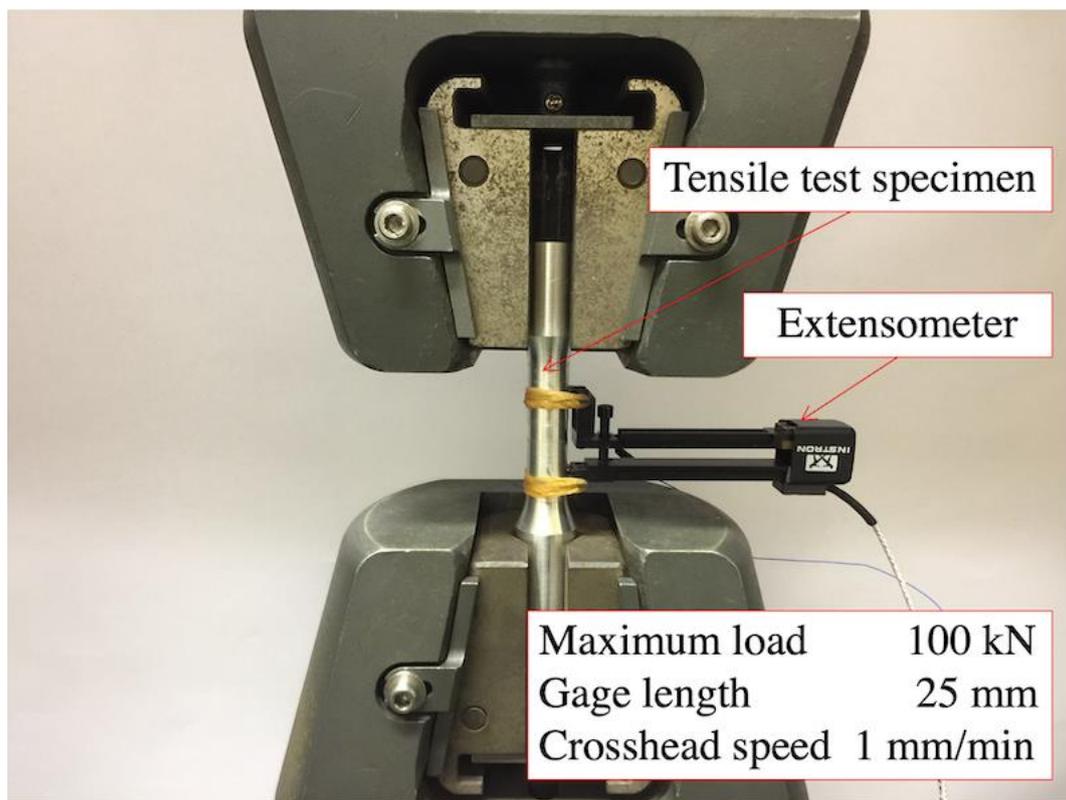


Fig. 2-8 Universal testing machine Instron 5500R.

れる。電解研磨にはジエチレングリコール 400 ml に塩化ナトリウム 10 g を溶かした溶液を用い、1200 rpm で攪拌しながら電流密度  $0.90 \text{ mA/mm}^2$  の条件で 5 分間の研磨を実施した。電解研磨の陰極は純チタンを使用した。研磨終了後は直ちにエタノールで 10 分間超音波洗浄をした。電解研磨中には溶液の温度が上昇するので、ビーカーは水を入れた容器に浸し、必要に応じて氷を投入して液温が  $5^\circ\text{C}$  を保つように注意を払った。電解研磨装置の構成を Fig. 2.9 に、電解研磨後の試験片表面の様子を Fig. 2-10 に示す。

## 2. 2. 5 アルゴンボンバードメント処理

電解研磨が施された試験片の表面に対して、汚れおよび酸化物を除去する目的でアルゴンボンバードメント (Argon Bombardment) 処理を行った。アルゴンボンバードメントとは、アルゴンイオンやアルゴン原子の衝突により接合表面の酸化膜や付着物を除去することである。アルゴンボンバードメントは電離した無数のアルゴンをプラズマ供給で生じた電界によって加速させて試験片

表面に当てる。電離したアルゴンの大きさは非常に小さいので、試験片表面に対して衝突による侵食は肉眼では確認できないほど微細である。アルゴンボンバードメントの実験条件を Table 2-2 に示す。

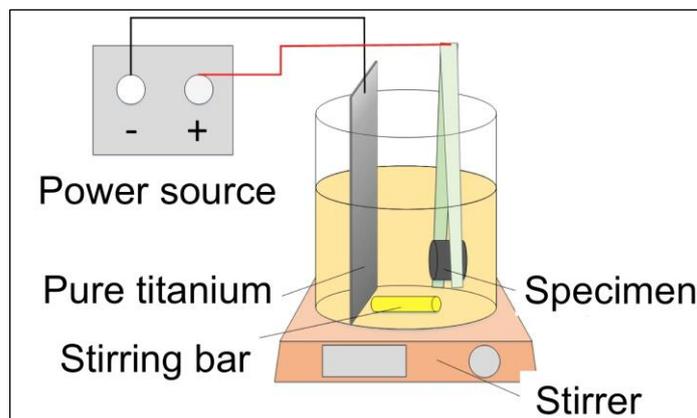


Fig. 2-9 Electrolytic polishing apparatus.



Fig. 2-10 Surface of specimen after electrolytic polishing.

Table 2-2 Condition of argon bombardment.

Source gas	Argon
Base pressure (Pa)	$7 \times 10^{-3}$
Operation pressure (Pa)	5
Radio frequency output (W)	40
Gas flow ratio (sccm)	10
Processing time (min)	60

## 2. 3 結果と考察

### 2. 3. 1 単軸圧縮および引張りの真応力-真ひずみ関係

試験片素材を丸棒軸方向に単軸圧縮および単軸引張りした際の真応力-真ひずみ関係を Fig. 2-11 に示す。単軸引張りでは、すべり変形が主体的な変形機構で、降伏応力が約 180 MPa であり、変形の進行に伴って加工硬化率が徐々に減少し、真ひずみが約 0.2 に達した際に破断に至った。それに対して、単軸圧縮では 30 MPa 程度の低い応力で降伏して塑性変形が始まり、加工硬化率が増加する変形域を経た後、再び加工硬化率が減少に転じ、最大応力に至った。すなわち、変形双晶が活動するために3段階の加工硬化が現れた。用いた丸棒素材は押し出し材特有の集合組織を有しており、軸方向に圧縮した際には早期に変形双晶が活動するため、真ひずみの絶対値が 0.15 程度に達するまでは引張り時より強度が低下する。このように単軸圧縮時の降伏応力が単軸引張り時より低下する現象は引張り圧縮非対称性として知られている<sup>(4)</sup>。この原因は、集合組織に伴い、単軸引張り時は主として底面すべりが活動するのに対して、単軸圧縮時は底面すべりより臨界分解せん断応力の低い変形双晶が優先的に活動するためである。

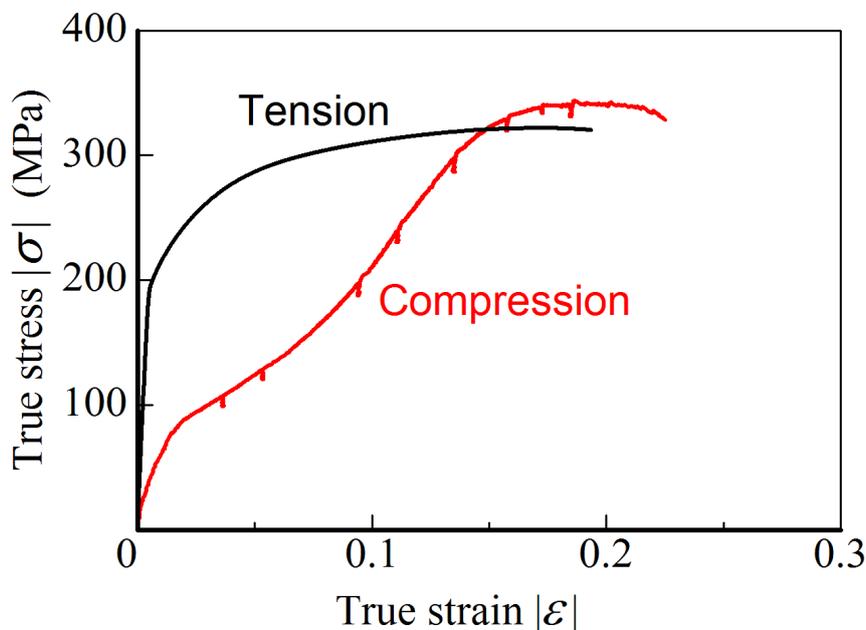


Fig. 2-11 True stress-strain curves by uniaxial tension and compression tests.

### 2. 3. 2 局所圧縮領域における結晶学的組織観察

先端曲率半径が異なる4種類の工具を用いて、丸棒試験片に局所圧縮を行った。得られた工具荷重-変位曲線を Fig. 2-12 に示す。工具曲率半径の増加に伴って荷重も増加しており、これは曲率半径が大きいほど塑性変形域が増大するためである。

局所圧縮領域直下ならびに、その領域から十分離れた領域で評価した集合組織を、「熱処理なし」および「熱処理後 (Annealing, 473 K, 20min)」について Fig. 2-13 および Fig. 2-14 に示す。初期状態とほぼ等しいと考えられる局所圧縮領域から十分離れた領域では、 $c$  軸が  $xy$  面に対して平行に近い方向に配向する顕著な集合組織が認められた。それに対して、局所圧縮領域の直下では、十分離れた領域と比較して明らかに集合組織の弱화가認められた。これは、局所圧縮に伴って変形双晶が活動したためと考えられる。この傾向は熱処理後の Fig. 2-14 でも同様であり、ここで設定した 473 K, 20 min の焼鈍条件では、熱処理を行っても集合組織の傾向が変化しないことが確かめられた。すなわち、AZ31 マグネシウム合金に塑性変形を局所的に与え、適切な熱処理を施すことにより、延性を保ちつつ、局所領域の集合組織を変えられることが確かめられた。

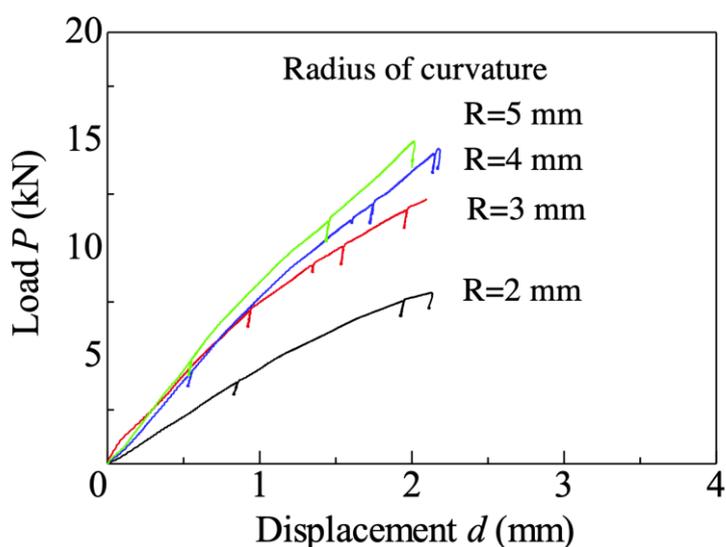


Fig. 2-12 Load-displacement curves of AZ31 Mg alloy in uniaxial local compression.

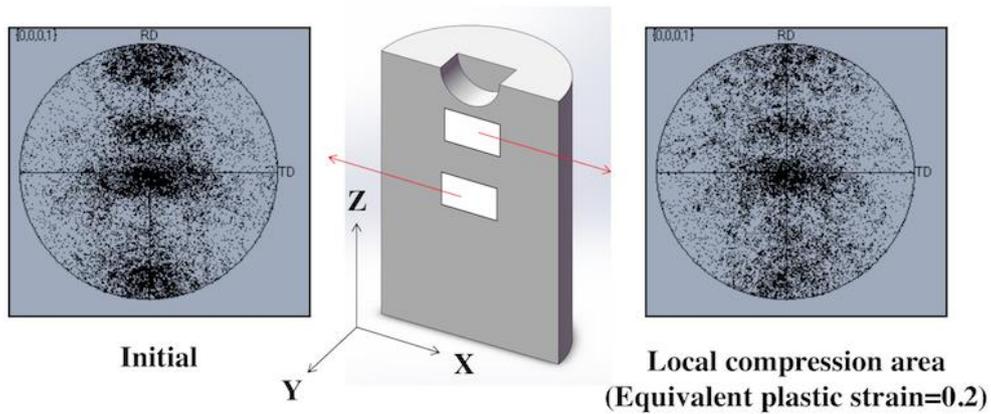


Fig. 2-13 {0001} pole figures showing initial texture and texture beneath the local compression area (no heat treatment).

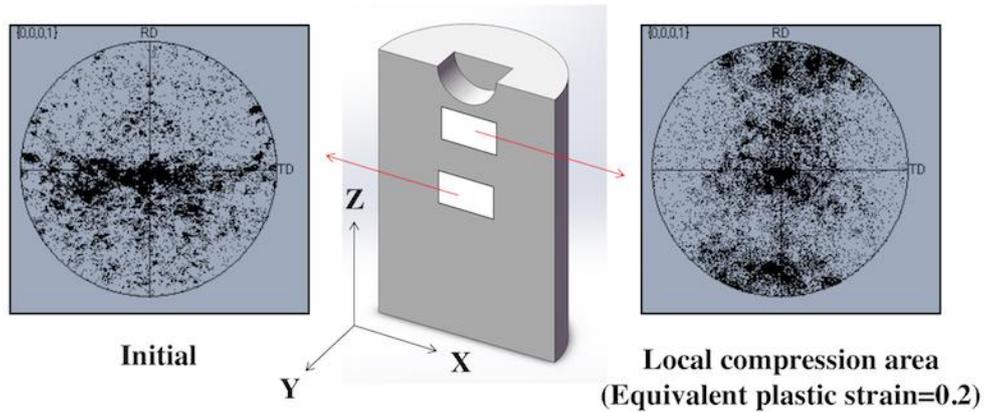


Fig. 2-14 {0001} pole figures showing initial texture and texture beneath the local compression area after annealing.

この傾向をさらに明確にするために、単軸圧縮試験後と局所圧縮試験後の試験片について、AZ31 マグネシウム合金の c 軸と押し出し方向がなす角度を定量評価し、その角度変化の平均値を検出した。なお、単軸圧縮では、圧縮真ひずみを 0, -0.03, -0.06 の 3 段階に変化させ、圧縮ひずみ量が集合組織に及ぼす影響についても検討を行った。角度分布を Fig. 2-15 に、圧縮ひずみに伴う平均値の変化を Fig. 2-16 に示す。単軸圧縮の場合は、圧縮ひずみの増加に伴って配向度が弱くなっていくことがわかった。一方、局所圧縮領域では、相当塑性ひずみが 0.2 程度と大きいにもかかわらず、配向度が低下していた。この理

由として、局所圧縮における多軸応力状態が、変形双晶の活動を制限することが予想されるが、この点については、更なる検討が必要である。

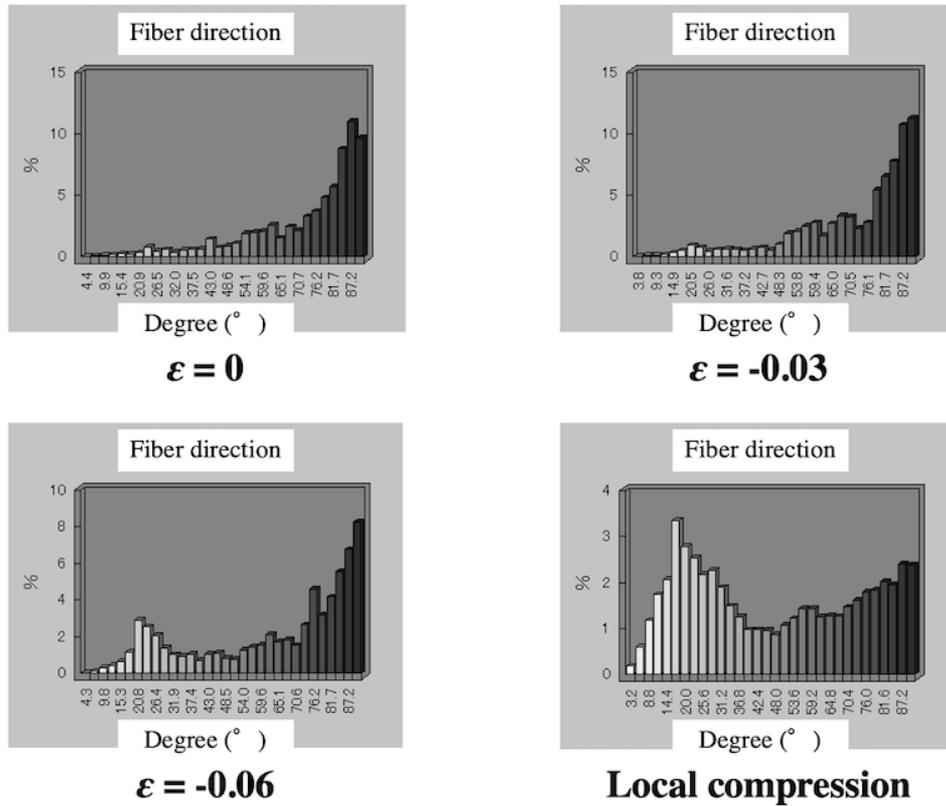


Fig. 2-15 Fiber direction of c axis against direction of extrusion in respective true strain.

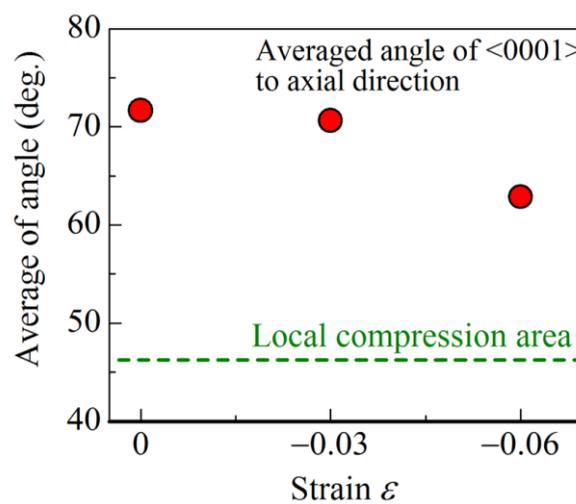


Fig. 2-16 True strain-average of angle relation between curves uniaxial and local compression tests.

## 2. 4 結 言

比較的強い押出し集合組織を有する AZ31 マグネシウム合金丸棒材に対して、単軸圧縮を加えた場合と、作製した圧縮治具を用いて局所圧縮変形を与えた場合の集合組織変化を調べ、局所圧縮を与えることにより AZ31 マグネシウム合金の集合組織（あるいは塑性異方性）を選択的に制御する手法について検討を行った。

(1) AZ31 マグネシウム合金に単軸圧縮変形を与えると、集合組織は圧縮ひずみの増加に伴って徐々に弱化することがわかった。これは変形双晶の活動によるものである。その際、 $-0.03$ 程度の圧縮ひずみでも c 軸の配向度が変化することが確かめられた。

(2) 新たに局所圧縮治具を作製し、AZ31 マグネシウム合金に局所的な圧縮変形を与えた際の集合組織変化を調べたところ、局所圧縮によって選択領域の集合組織制御が可能であることが明らかとなった。また、適切な熱処理条件を選択することにより、集合組織を大きく変化させることなく延性回復が可能であることがわかった。

## 参考文献

- (1) 独立行政法人医薬品医療機器総合機構, 安全第一部調査分析課: 管動脈ステントに関する研究調査報告書 (PCI 施行患者の 3 年追跡データに関する中間報告), (2012).
- (2) 井上勝美: 冠動脈硬化, 再狭窄の病理, 日本内科学会雑誌, 98 巻 2 号 (2009), pp. 239-247.
- (3) 小池淳一, 宮村剛夫: 多結晶マグネシウム合金における塑性変形の微視的機構, 軽金属, Vol. 54, No. 11 (2004), pp 460-464.
- (4) 金子純一, 菅又 信: マグネシウム合金板材の機械的性質と成形加工性, 軽金属, Vol. 54, No. 11 (2004), pp 484-492.
- (5) Dobroň, P., Chmelik, F., Yi, S., Parfenenko, K., Letzig, D. and Bohlen, J.: Grain size effects on deformation twinning in an extruded magnesium alloy tested in compression, *Scripta Materialia*, Vol. 65 (2011), pp. 424-427.
- (6) 金子純一, 菅又 信, 沼 政弘, 西川泰久, 高田秀男: マグネシウム合金展伸材の機械的性質と成形性に及ぼす集合組織の影響, 日本金属学会誌, Vol. 64, No. 2 (2000), pp. 141-147.
- (7) 本間智之, 鎌土重晴: 集合組織制御による高機能材料の創成 (4) マグネシウム合金, 塑性と加工, Vol. 54, No. 625 (2012), pp. 127-131.

## 第3章 AZ31 マグネシウム合金薄肉円管における変形双晶を援用した局所力学的性質制御の試み

### 3. 1 緒 言

実用金属中で最も比重（密度）が小さいマグネシウム合金は、比強度、リサイクル性や振動吸収性に優れており、様々な産業分野への適用が期待されている<sup>(1)</sup>。しかし、マグネシウム合金は最密六方晶構造であるため、室温で活動可能なすべり系が限定されて延性に乏しいことに加え<sup>(2)(3)</sup>、素材製造時に集合組織を形成して塑性異方性が成長する<sup>(4)-(6)</sup>。例えば、棒や管などを製造する際に用いられる押出し加工や引抜き加工においては、底面（(0001)面）が加工軸方向に対して垂直に配向する集合組織を示す<sup>(4)</sup>。この集合組織は、機械的性質のみならず成形性にも影響を及ぼす。このような背景からマグネシウム合金では、レアアースなどの元素添加によって集合組織制御を行う研究<sup>(6)-(8)</sup>が多く行われてきている。

一方、多くのマグネシウム合金では、室温で塑性変形を受けると変形双晶が活動する<sup>(2)</sup>。マグネシウム合金における変形双晶には幾つかの異なるタイプがあるが<sup>(9)</sup>、最密六方晶のc軸方向（方向）に引張り、あるいは柱面法線方向に圧縮を生じるような変形を受けた際に活動する双晶は、臨界分解せん断応力が低く、最も活動しやすいことが明らかにされている<sup>(2)(10)(11)</sup>。この変形双晶は約86°の結晶方位変化をもたらすため、後続のすべり変形の活動を容易にする可能性がある<sup>(12)</sup>。この変形双晶は特定の結晶方位と変形方向の関係に基づいて活動し、特異な応力-ひずみ関係をもたらす<sup>(3)</sup>。したがって、マグネシウム合金長尺材の利用にあたっては、塑性異方性とそれに伴う力学的挙動の変化を正確に掌握しておくことが重要である。しかしながらマグネシウム合金に対して、負荷反転を伴う応力履歴下での力学的挙動を調べた研究例<sup>(4)</sup>は限られており、初期集合組織や予変形が後続変形や破壊に影響を及ぼすかについては、まだ不明な点が残っている。

一方、マグネシウム合金における変形双晶を局所的に発生させることができれば、その局所領域における力学的性質を変化させることが可能になると期待

される<sup>(13)</sup>。このような局所的な力学的性質の変化は、例えば生体吸収型冠動脈ステントなど、局所的に求められる性質が異なる構造体への応用が期待できる。

以上の背景に基づいて本研究では、マグネシウム合金における変形双晶を援用し、ニーズに応じて局所的な力学的性質を制御する方法の確立を最終目的とする。その目的に対し、次の2段階で研究を進めた。まず、集合組織を有するAZ31 マグネシウム合金丸棒試験片を用い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、前段階の変形が後続変形における力学的挙動に及ぼす影響を調査した。その際、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検討を行った。

その結果をもとに、AZ31 マグネシウム合金薄肉円管材の選択領域に対して、張出し変形させた後に元形状に戻す変形を与える円周方向局所張出し試験法を考案し、それに要する治具を作製するとともに、実際に薄肉円管に試験を実施して、選択領域における力学的性質変化を調べた。その結果から、マグネシウム合金における局所的な力学的性質制御の可能性について検討した。

### 3. 2 実験方法

#### 3. 2. 1. 丸棒材の負荷反転試験

##### 3. 2. 1. 1 試験片

本研究で使用する素材には，最終段階を押し出し加工によって製造された外径 20 mm の AZ31 マグネシウム合金丸棒材（Al 3.11 wt%，Zn 0.85 wt%，Mn 0.35 wt%）を用いた．研究に使用した対象材の化学成分表を Table 3-1 に示す．AZ31 マグネシウム合金において主要な元素である Al と Zn に加え，その他の合金元素である Mn, Fe, Si, Cu, および Ni が含まれている．この素材から，Fig. 3-1 に示すような平行部直径 12 mm，平行部長さ 36 mm のドッグボーン型試験片を旋盤加工で切り出した．凹凸による応力集中を抑制するために，試験片の平行部表面を#2000 の耐水研磨紙まで研磨した．なお，Fig. 3-2 に示すように試験片両端のつかみ部は，負荷反転時の緩みを防止するため，ねじを加工した．続いて，延性回復を目的として 473 K 20 分保持炉冷の条件で焼鈍処理を施した．

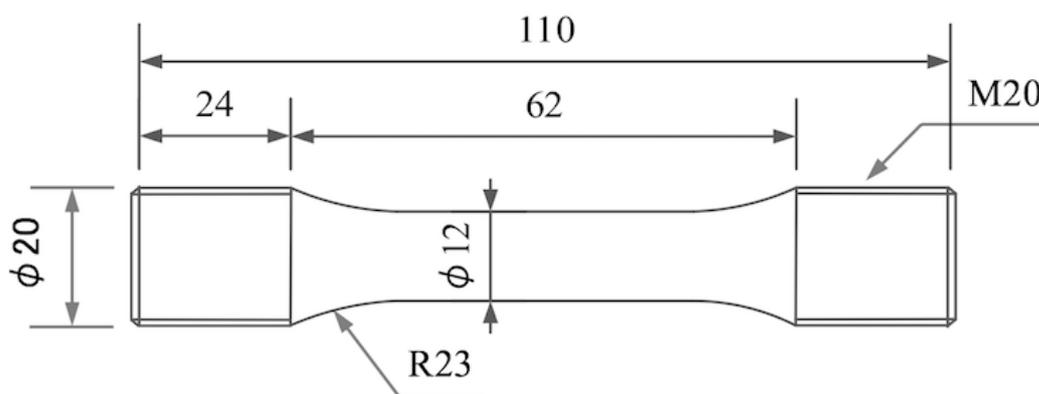


Fig. 3-1 Geometry of test specimen for tension-compression and compression-tension tests.

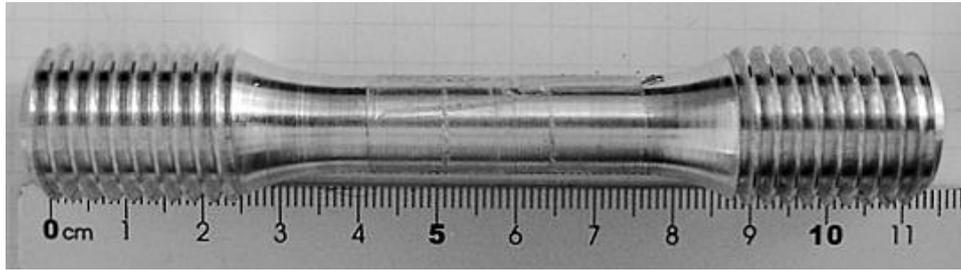


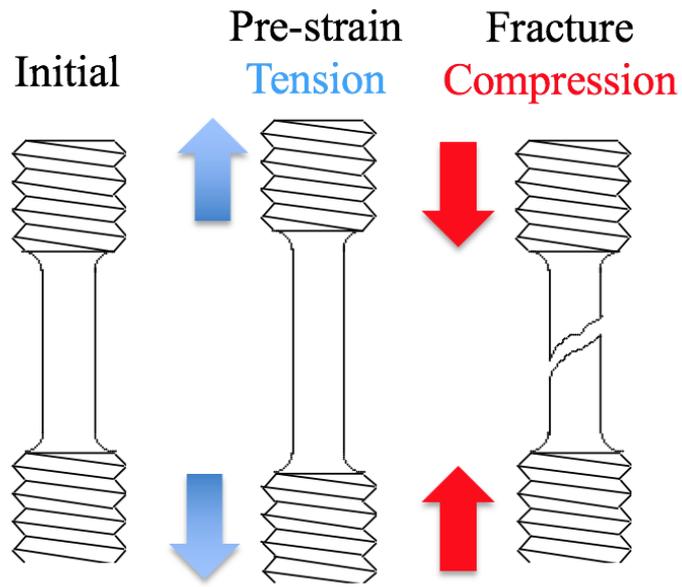
Fig. 3-2 AZ31 magnesium alloy specimen for uniaxial tension-compression test (T-C test) and uniaxial compression-tension test (C-T test).

Table 3-1 Chemical composition of AZ31 magnesium alloy (wt %).

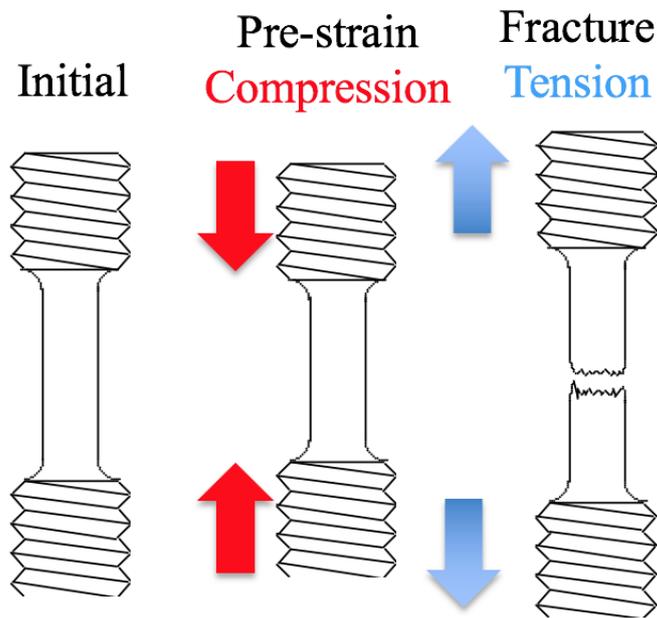
Mg	Al	Zn	Mn	Fe	Si	Cu	Ni
Bal.	3.11	0.84	0.35	0.0021	0.024	0.0021	0.00059

### 3. 2. 1. 2 負荷反転試験方法および実験装置

作製した試験片に対して、万能試験機を用いて単軸引張り－圧縮試験（T－C試験）および単軸圧縮－引張り試験（C－T試験）を行った。T－C試験およびC－T試験の概要を Fig. 3-3 に示す。AZ31 マグネシウム合金は圧縮でも破壊することから、T－C試験において予引張り後の圧縮は破壊が生じるまで行った。今回行った負荷反転試験は、T－C試験では、初期状態から予ひずみ（引張り）を与え除荷した後、破断まで圧縮をするものを示す。C－T試験では、初期状態から予ひずみ（圧縮）を与え除荷した後、破断まで引張りをするものを示す。今回与えた予ひずみは、Table 3-2 に示す引張り予ひずみ（0, 0.25, 0.05, 0.75, 0.1）、圧縮予ひずみ（0, -0.25, -0.05, -0.75, -0.1）の各5種類である。



(a) Compression-tension test (C-T test)



(b) Tension-compression test (T-C test)

Fig. 3-3 Concept of load reversal tests.

Table 3-2 Pre-strain in compression-tension test and tension-compression test.

Pre-strain $\epsilon_{pre}$	Compression-Tension	Tension-Compression
	0	0
	-0.025	0.025
	-0.050	0.050
	-0.075	0.075
	-0.100	0.100

試験機のクロスヘッド移動速度は 1 mm/min とし、試験片の伸びは標点間距離 12.5 mm の伸び計を平行部に装着して用いて測定した。なお、圧縮と引張りは、試験片を試験機から取り外すことなく切り替えが可能である。試験片を万能試験機に装着した様子を Fig. 3-4 に示す。

組織変化の様子を捉える手段の一つとしては後方散乱電子回折法による方位解析があげられる。EBSD 法は、走査電子顕微鏡における電子回折の一種で、細く絞った電子線を用いることにより局所的な結晶方位の特定が可能である。また電子線を連続的に走査することで方位マップの取得が可能であり、走査電子顕微鏡観察ではわからない結晶粒内の方位変化や隣接結晶粒との方位関係を測定することが可能となる。本研究では、焼鈍後に試験片の一部を切り出して表面を電解研磨した後、走査型電子顕微鏡に取り付けた後方散乱電子線回折装置によって集合組織を評価した。得られた極点図を Fig. 3-5 に示す。焼鈍後であっても、c 軸（(0001) 軸）が加工軸方向に対して垂直に配向し、強い集合組織を有していることがわかる。

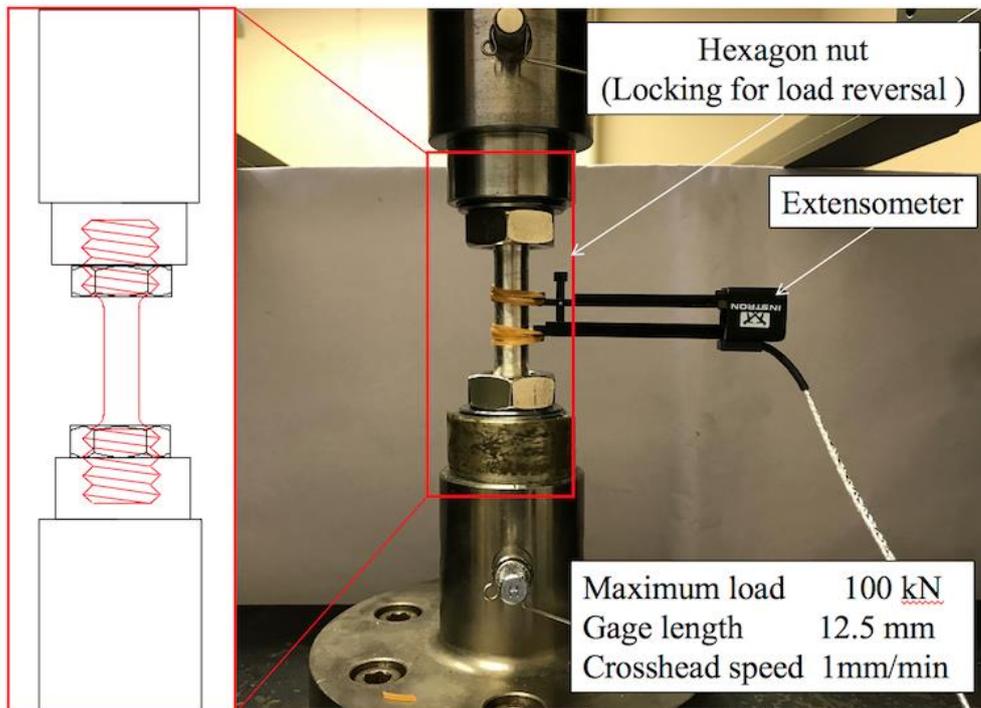


Fig. 3-4 Universal testing machine Instron 5500R.

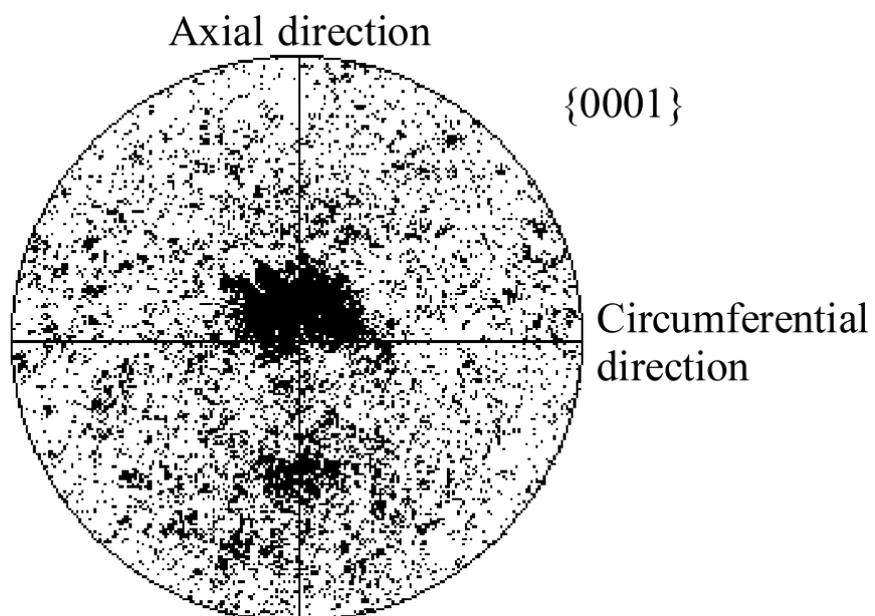


Fig. 3-5  $\{0001\}$  pole figure of AZ31 magnesium alloy circular bar for uniaxial test.

### 3. 2. 2 薄肉円管材の円周方向局所張出し試験

#### 3. 2. 2. 1 円管試験片

円管試験片として、単軸負荷反転試験に用いた丸棒材から外径 19 mm、肉厚 0.5 mm の薄肉円管に切り出したもの (Tube A) と、押し出し加工によって製造された外径 19 mm、肉厚 1.6 mm の円管素材を入手し、旋盤で内径を切削することにより肉厚を 0.5 mm に仕上げたもの (Tube B, Al 3.12 wt%, Zn 0.84 wt%, Mn 0.37 wt%) の 2 種類を準備した。薄肉円管試験片の寸法を Fig. 3-6 に示す。円管試験片の軸方向は押し出し方向と平行に切り出した。これらの円管素材を長さ 60 mm に切り出した後、表面を耐水研磨紙#2000 まで研磨した。その後、延性回復のため 473 K、20 分保持炉冷の条件で焼鈍処理を施して試験片とした。

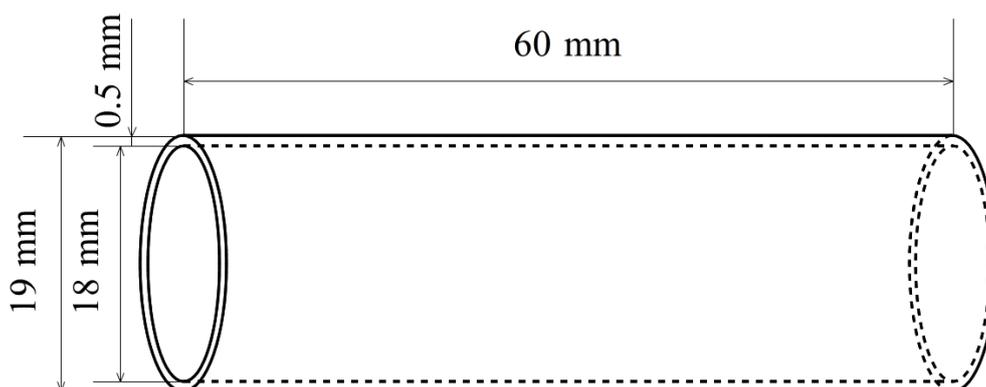


Fig. 3-6 Geometry of AZ31 Mg alloy thin-walled circular tube.

Table 3-3 Chemical composition of AZ31 magnesium alloy.

Mg	Al	Zn	Mn	Fe	Si	Cu
Bal.	3.12	0.84	0.37	0.0021	0.024	0.0021

新たに準備した円管素材 (Tube B) の{0001}極点図を Fig. 3-7 に示す. 丸棒材から切り出した場合 (Tube A, Fig. 3-5) には c 軸 (<0001>軸) が板厚方向にほぼ集中しているのに対し, 円管素材 (Fig. 3-7) では c 軸 (<0001>軸) が円周方向に比較的広く分布していることがわかる. なお, Tube A, Tube B の平均結晶粒径はそれぞれ, 約 12  $\mu\text{m}$ , 約 10  $\mu\text{m}$  であった.

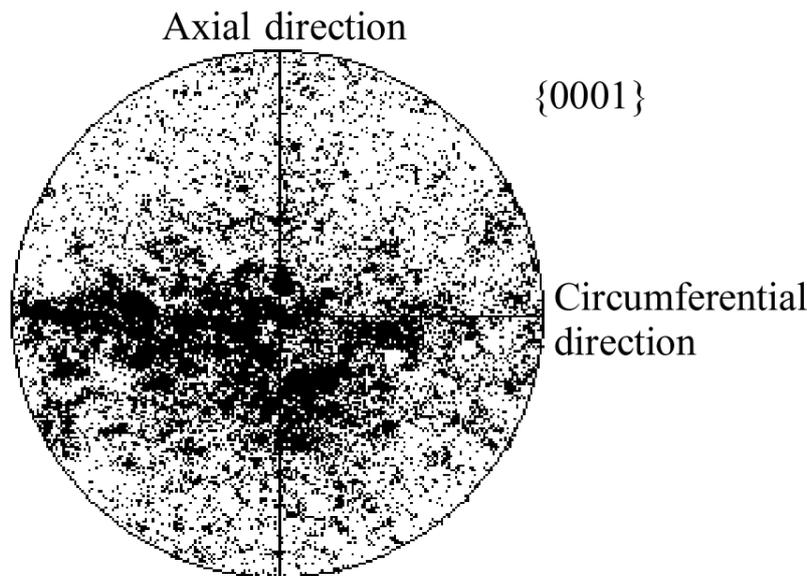


Fig. 3-7 {0001} pole figure of AZ31 magnesium alloy circular thin-walled tube (Tube B) for local bulge test.

### 3. 2. 2. 2 局所組織制御方法の概要

AZ31 マグネシウム合金薄肉円管材の c 軸が押し出し方向に対して配向する状態を Fig. 3-8 に示す. 一般に円管試験片は押し出し加工で製造されるため, AZ31 マグネシウム合金の c 軸が円管試験片の押し出し方向に対して垂直に配向した集合組織を示す. Fig. 3-8 のように管材を拡張すると, 円周方向は引張りを受けるため, 最密六方晶の底面が回転することによって, Fig. 3-9 に示すような{10 $\bar{1}$ 2}系の引張り双晶が活動すると考えられる. これにより, 薄肉円管材の軸方向の組織を局所的に制御することを試みる.

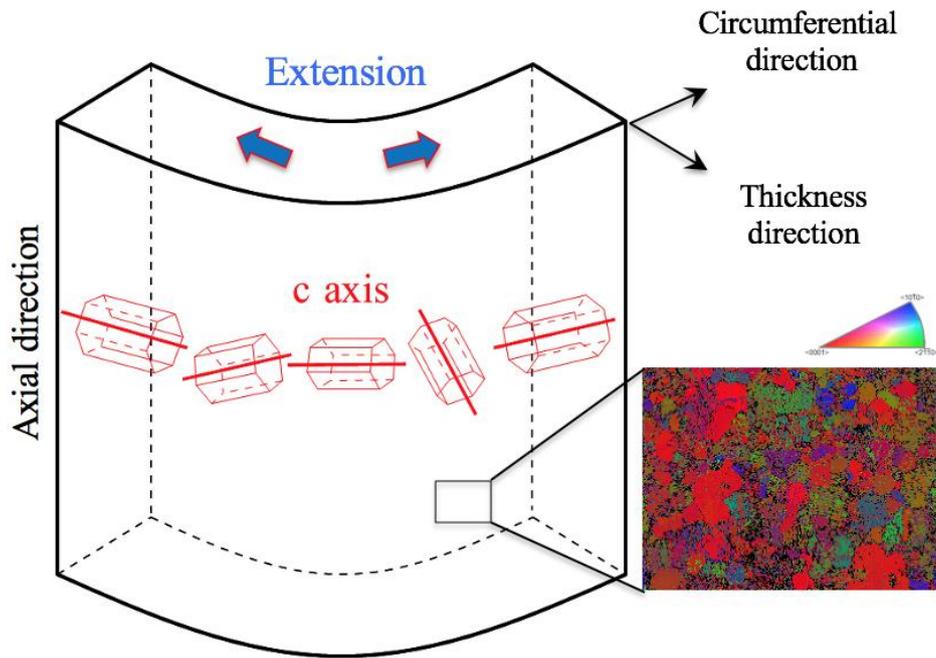


Fig. 3-8 Concept of localized texture control.

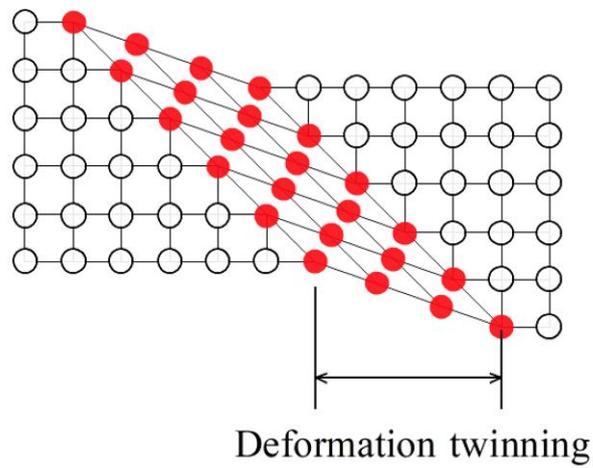


Fig. 3-9 Schematic showing extension twin.

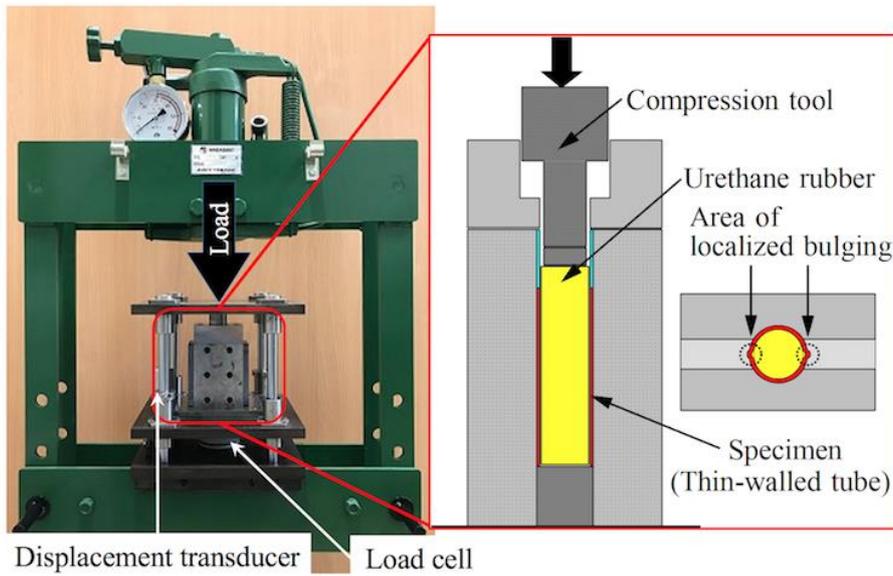
### 3. 2. 2. 3 局所張出し工程および復元工程

薄肉円管試験片における円周方向幅 2 mm の選択領域に対して、張出し変形させた後に元形状に戻す変形を与えるために、Fig. 3-10 に示す装置を考案、製作した。まず、Fig. 3-10(a)に示すように、薄肉円管試験片を、線対称に位置した 2カ所の、それぞれ円周方向幅  $w = 2 \text{ mm}$  の選択領域のみに円弧状の張出し可能領域を設けた鋼製ダイス内に設置する。続いて、円管試験片の内部に円柱状のウレタンゴム（ショア硬さ A15）を挿入し、プレス機による圧縮力を圧縮工具を介してウレタンゴムのみに負荷することにより、円管試験片に内圧を負荷し、選択領域に張出し変形を与えた。この工程の三次元概略図を Fig. 3-10(b)を示す、以下では局所張出し工程（Localized bulging process, LBP）と称する。

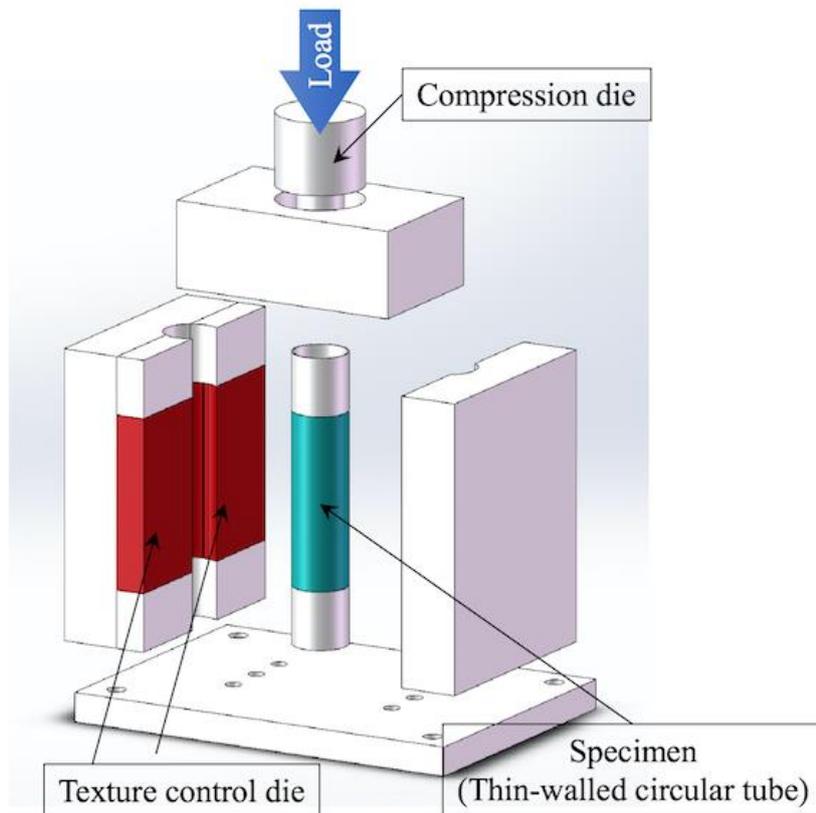
なお、鋼製ダイスにおける張出し可能領域の寸法は Fig. 3-11 に示す通りであり、曲率半径を  $R = 1.5 \text{ mm}$  としているので、当該領域の外表面がダイス内面に密着するまで変形したとすると、円管試験片外径  $2R_0 = 19 \text{ mm}$  より、張出し変形後における円管試験片外周部の円周方向真ひずみは、式 (1) によって求められる。

$$\varepsilon = \ln \frac{R \sin^{-1}(w/2R)}{R_0 \sin^{-1}(w/2R_0)} \approx 0.0885 \dots\dots\dots (2.1)$$

次に、張出した局所領域を元の円管形状に戻す 2 段階の復元工程を実施した。その様子を Fig. 3-12 (b), (c)に示す。1 段階目は、円管内部に、外径が円管内径と等しい鋼製丸棒を挿入した後、もとの円管形状と等しい圧縮治具にて、張出し部とその周囲を圧縮した。この工程を復元工程 1（Restore process 1, RP1）と呼ぶ。そのままでは弾性回復分だけ張出し領域の変形が残るので、さらに 2 段階目として張出し領域のみを局所的に圧縮した。この工程を復元工程 2（Restore process 2, RP2）と呼ぶ。最後に、張出し領域における変形双晶を保ちつつ加工硬化を低減させるために、473 K、20 分保持炉冷の条件で最終焼鈍処理（Final Annealing, FA）を施した。復元工程の詳細を Fig. 3-12 に、そのために制作した治具を Fig. 3-13 に示す。



(a) Apparatus



(b) Three-dimensional structure of apparatus

Fig. 3-10 Apparatus for localized bulging of thin-walled circular tube specimen.

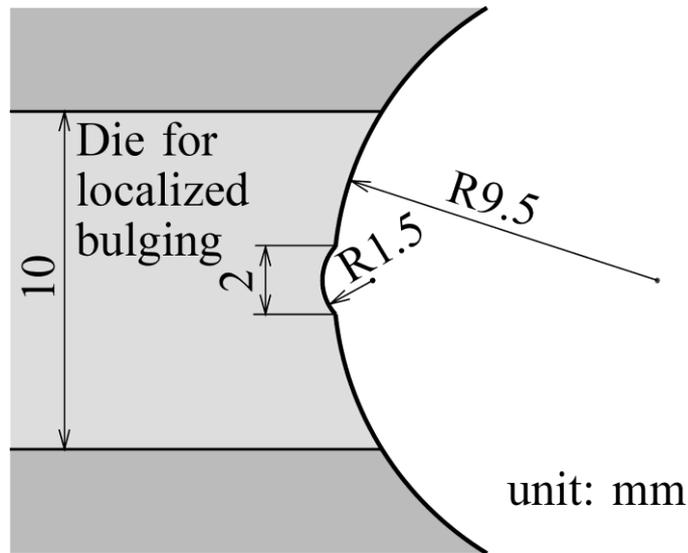


Fig. 3-11 Dimension of area for localized bulging.

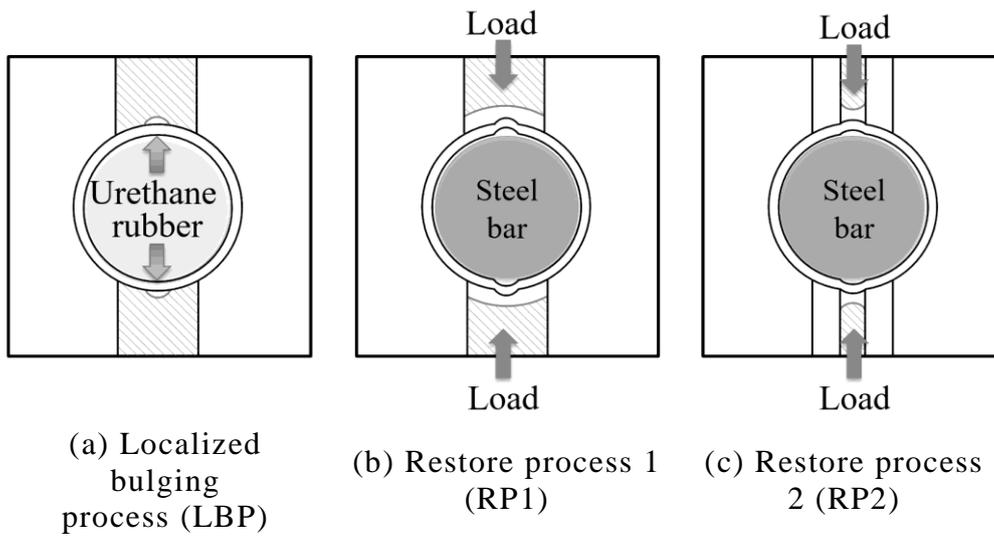


Fig. 3-12 Localized bulging process and restore processes for thin-walled circular tube specimen.

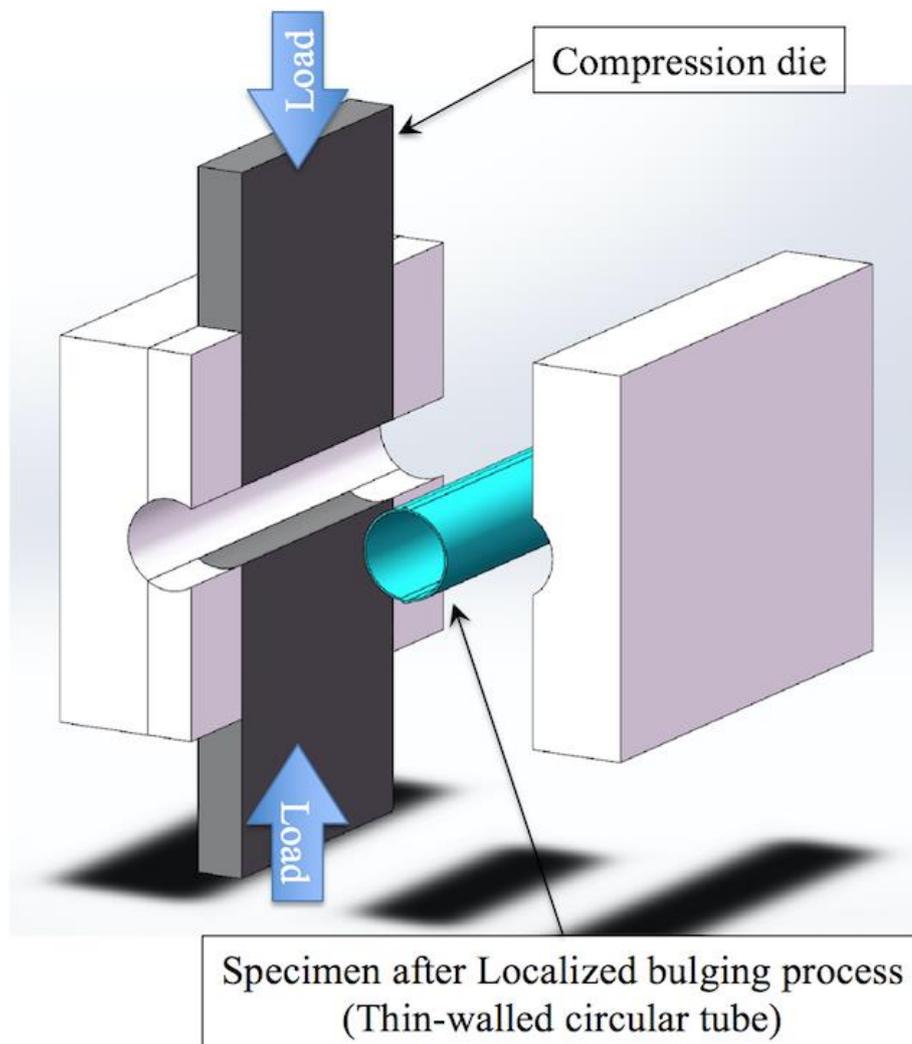


Fig. 3-13 Three-dimensional structure of apparatus in restore process.

#### 3. 2. 2. 4 電子後方散乱回折による組織観察

初期円管材，局所張出し変形を与えた円管材と，その後の復元工程後の円管材における，2 mm 幅の中央付近を円管軸方向に切断し，Fig. 3-14 のように電解研磨に実施した．この装置は，直流電源（富士通アクセス製 ePA80WL），スターラー（IKA 製 Big Squid），ピーカーで構成されている．電解研磨にはジエチレングリコール 400 ml に塩化ナトリウム 10 g を溶かした溶液を用い，1200 rpm で攪拌しながら電流密度  $0.90 \text{ mA/mm}^2$  の条件で 5 分間の研磨を実施した．電解研磨の陰極には純チタンを使用した．研磨終了後は直ちにエタノー

ルで 10 分間超音波洗浄をした。

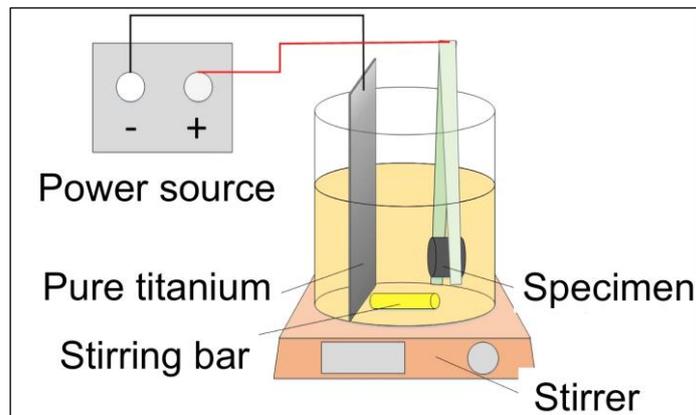


Fig. 3-14 Electrolytic-polishing apparatus.

それぞれの結晶学的組織状態を評価するために、後方散乱電子線回折法を介して観察した。測定は加速電圧 15 kV で行った。観察箇所は、予めクロスセクションポリッシャー (SM-09010) を用いて、アルゴンガス雰囲気中でイオン研磨処理を行った。後方散乱電子線回折法では、Fig. 3-15 に示すように 70 度傾斜させた試料表面に投射された電子ビームが試料内で拡散した際の回折図形を検出器面上に投射し、その投影されたパターンから結晶方位を解析する。

### 3. 2. 2. 5 力学的性質の評価

各工程前後における力学的性質は、マイクロビッカース硬さ試験および単軸引張り試験で評価した。ビッカース硬さ試験ではダイヤモンド製の三角錐形圧子を試験片に押し付け、生じた圧痕を顕微鏡で観察し、対角線の長さを測定して硬さを求める。硬さ試験には Fig. 3-16 のマイクロビッカース硬さ試験機 (ミットヨ MVK-H0 型) を用い、荷重 1.96 N (200 gf) , 保持時間 15 秒の条件にて、10 箇所以上を測定して平均値で整理した。

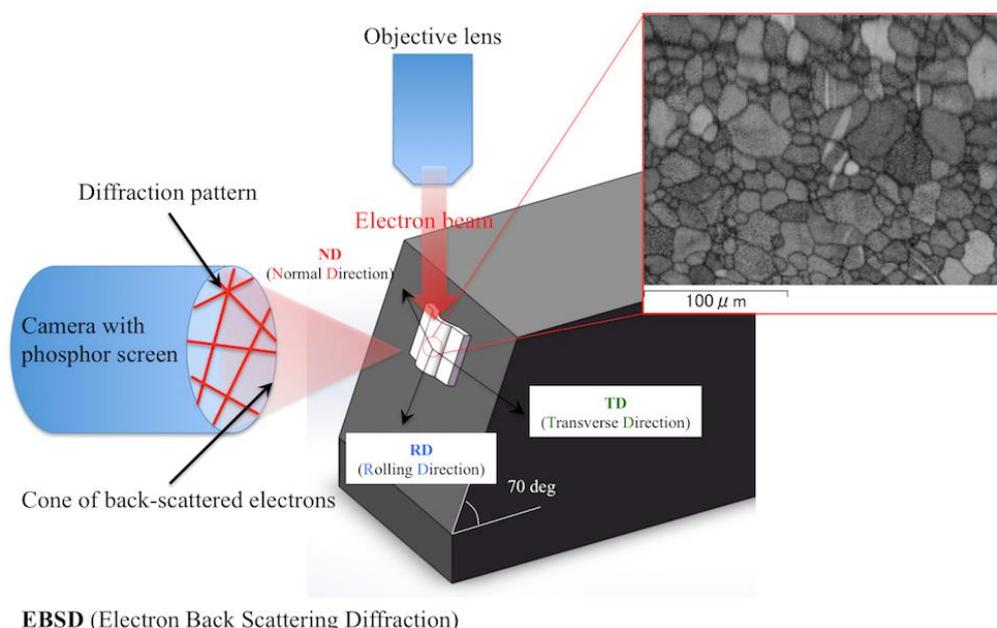


Fig. 3-15 Electron Backscatter Diffraction Pattern: EBSD.

単軸引張り試験は、Fig. 3-17 の万能材料試験機（東洋ボルドウィン UTM-III-500 型）を用いて、クロスヘッド速度 5 mm/min の条件で実施した。荷重は試験機付属のロードセル（定格荷重 5 kN）にて、伸びはひずみゲージ式伸び計（島津製作所 SG10-100 型，標点間距離 10 mm，最大伸び 100%）にて、それぞれに測定を行い，センサイターフェース（共和電業 EDX-10 型）を介してパーソナルコンピュータに記録した。

単軸引張り試験には，張出し領域およびそれ以外の領域から，打抜き加工によって切り出した試験片を用いた。打抜き加工の様子を Fig. 3-18 に示す。また，試験片寸法を Fig. 2-19 (a)に，張出し領域を評価するための打抜き箇所を Fig. 2-19 (b)に，打ち抜いた引張り試験片を Fig. 3-19 (c)に示す。この試験片では，横断面に残存する曲率の影響を低減するため，平行部幅 2 mm に対して平行部長さを十分に長くとしている。



Fig. 3-16 Vickers Hardness tester (Akashi MVK-H0).

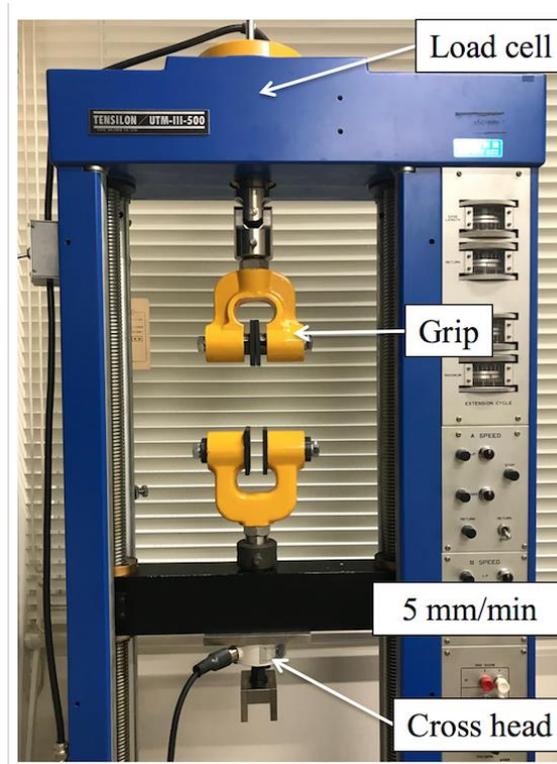


Fig. 3-17 Uniaxial tensile tester (TOYO BALDWIN UTM-III-500).

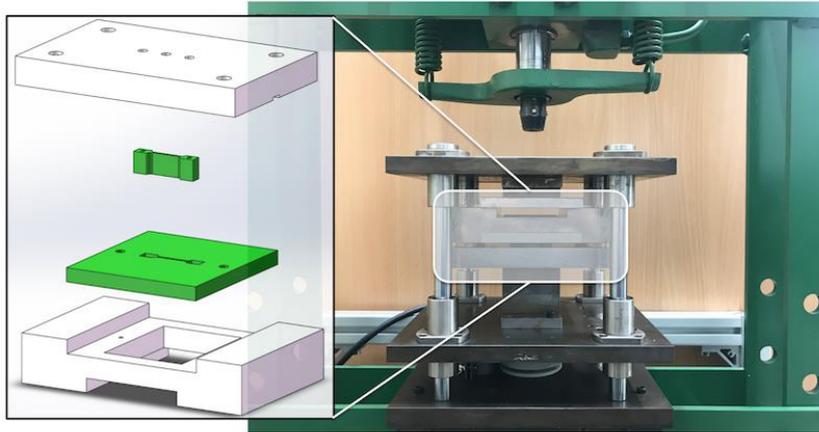
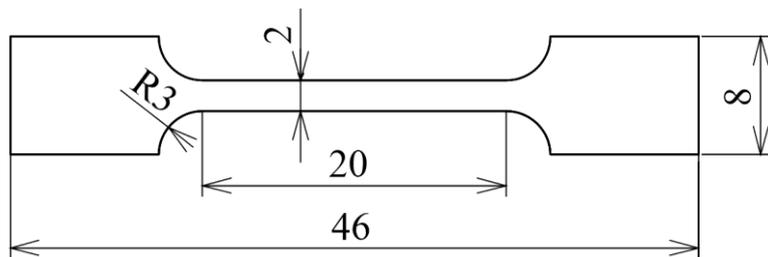
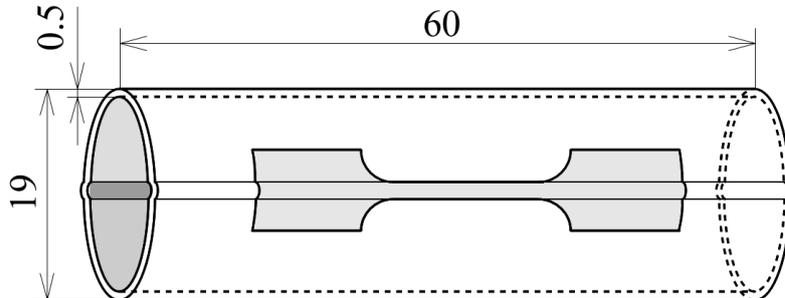


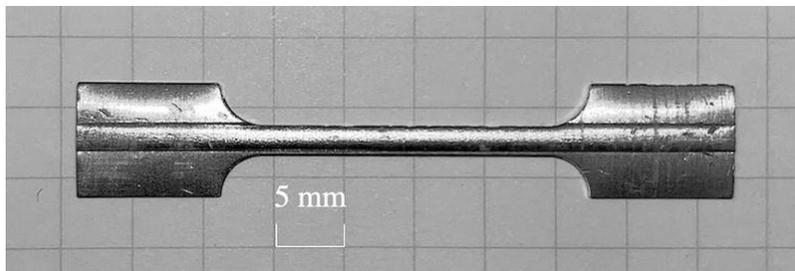
Fig. 3-18 Shear punch apparatus.



(a) Shape and dimensions of tensile specimen.



(b) Position of specimen for tensile test of LBP area.



(c) Picture of specimen for tensile test of LBP area

Fig. 3-19 Specimen for uniaxial tensile test cut out from thin-walled circular tube (unit: mm).

### 3. 3 実験結果および考察

#### 3. 3. 1 負荷反転に伴う応力-ひずみ関係の変化

AZ31 マグネシウム合金丸棒材を単軸圧縮および単軸引張りした際の真応力-真ひずみ関係を Fig. 3-20 に示す. 単軸引張りでは降伏応力が約 180 MPa であり, 塑性変形の進行に伴って加工硬化率が徐々に減少する応力-ひずみ関係となった. 一方, 単軸圧縮では単軸引張り時より低い応力 (約 120 MPa) で塑性変形が開始され, 加工硬化率が増加する変形域を経た後, 再び加工硬化率が減少に転じて最大応力に至った. 単軸引張りと単軸圧縮試験におけるそれぞれの塑性域から加工硬化率の変化を Fig. 3-21 に示す. 単軸引張りにおいては加工硬化率が徐々に減少する一方, 単軸圧縮では変形双晶が活動するため 3 段階の加工硬化挙動が現れた. このように, Fig. 3-5 に示す押し出し材特有の集合組織により, 単軸圧縮時の降伏応力が単軸引張り時より低下する現象は引張り圧縮非対称性として報告されている<sup>(11)(13)(16)</sup>. この原因は, 集合組織に伴い, 単軸引張り時は主として底面すべりが活動するのに対して, 単軸圧縮時は底面すべりより臨界分解せん断応力の低い変形双晶<sup>(10)</sup>が優先的に活動するためである.

負荷反転試験において, 予ひずみ  $\varepsilon_{pre}$  まで単軸引張りおよび単軸圧縮後に, 負荷方向を反転させて単軸圧縮および単軸引張りを行った際の真応力-真ひずみ関係を Fig. 3-22 に示す. なお, 図中には比較のために単軸圧縮および単軸引張りの結果も示している. 最初に単軸引張りを行うと (Fig. 3-22(a)), 後続の単軸圧縮において加工硬化率の増加域が現れる. これは, 予ひずみを与えずに単軸圧縮を行った場合と同様, 圧縮において変形双晶が優先的に活動するためである. 一方, 最初に単軸圧縮を行った場合 (Fig. 3-22(b)), 後続の単軸引張りでも加工硬化率の増加域が現れるようになった. その増加域のひずみ範囲は, 圧縮予ひずみが大きくなるほど増大した. すなわち, 最初の単軸圧縮において変形双晶が活動した結果, 双晶領域で約  $86.3^\circ$  の結晶方位変化が生じ, 後続の単軸引張りでは, その双晶領域内で新たに二次変形双晶の活動を誘発したためと考えられる<sup>(11)(14)(16)</sup>. この現象は, たとえ最初の圧縮予ひずみが  $\varepsilon_{pre} = -0.05$  程度に小さくても明瞭に認められる. これらの結果は, AZ31 マグネシウム合金において, 予変形時に変形双晶を活動さ

せることにより、予ひずみがそれほど大きくなくても、後続変形時の力学的性質を明確に変化させることが可能であることを示唆している。

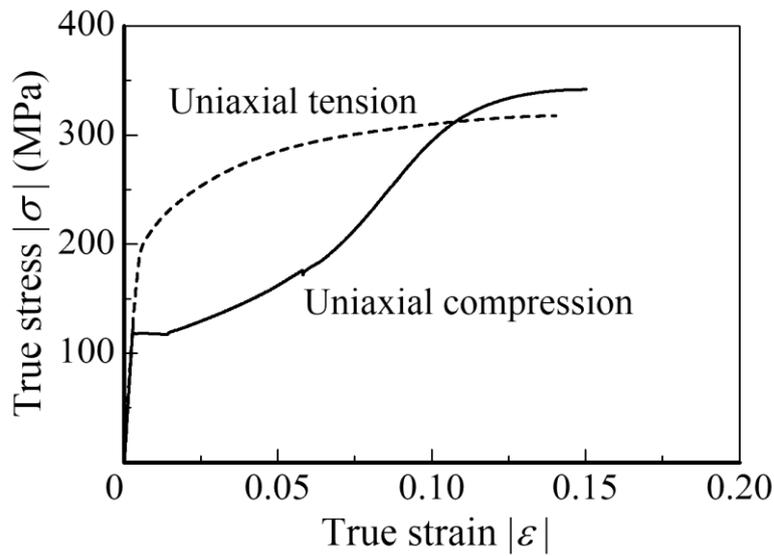


Fig. 3-20 True stress-strain curves in uniaxial tension and compression of AZ31 extruded circular bar.

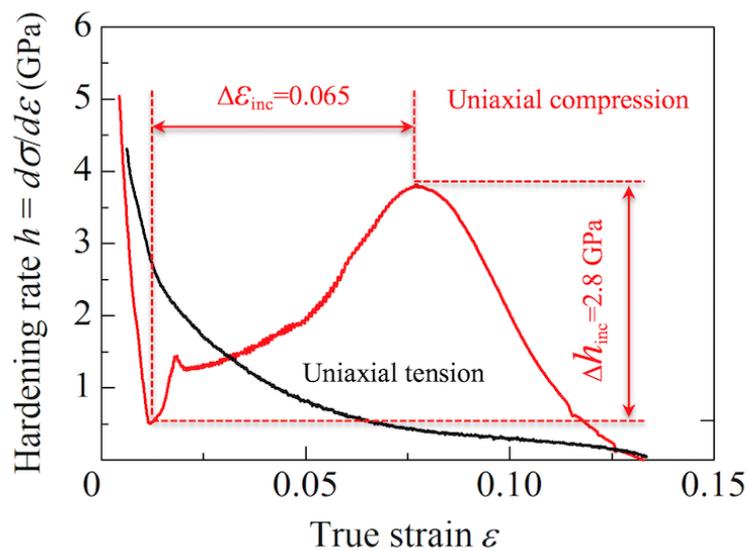
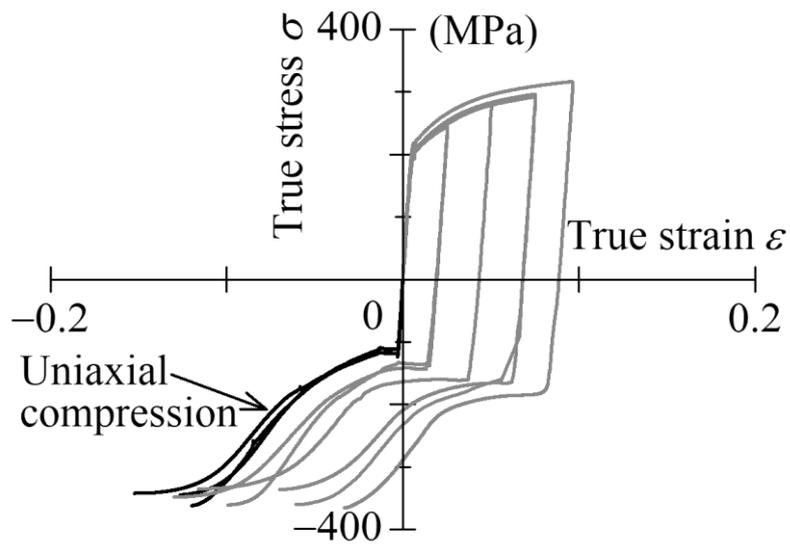
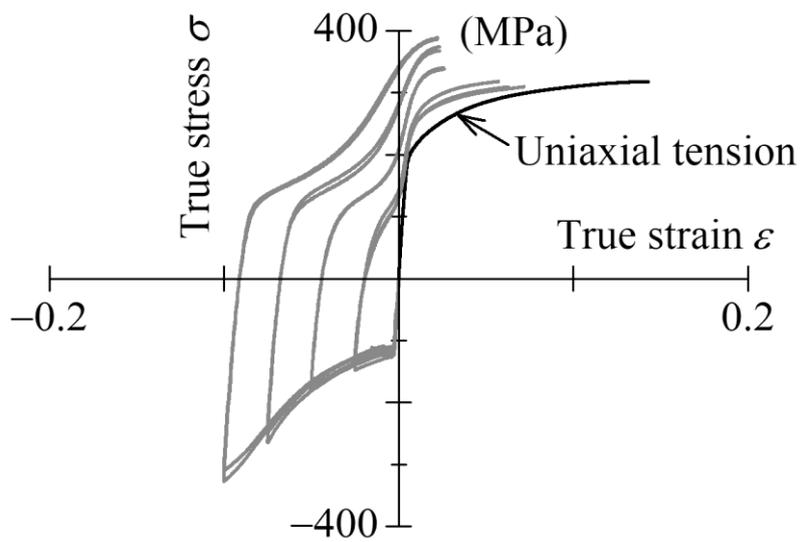


Fig. 3-21 Work hardening curves in uniaxial tension and compression of AZ31 extruded circular bar.



(a) Tension - compression (T-C test)



(b) Compression - tension (C-T test)

Fig. 3-22 True stress-strain curves in tension-compression and compression-tension tests of AZ31 extruded circular bar.

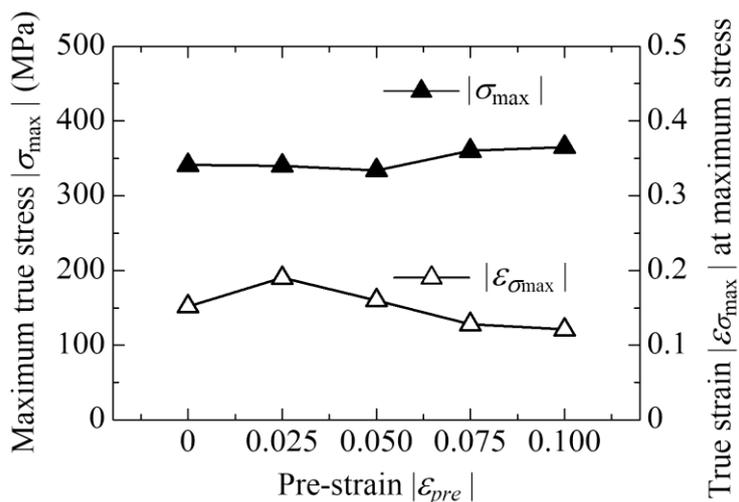
負荷反転後の後続変形における最大公称応力時（局所変形開始時）の真応力（以下では最大真応力  $\sigma_{\max}$  と称する）および、負荷反転開始時（例えば T-C 試験では圧縮開始時）から最大真応力時までの真ひずみ  $\varepsilon_{\sigma_{\max}}$  を、予ひずみ量に対してプロットした結果を Fig. 3-23 に示す。予変形が単軸引張りの場合（T-C 試験），後続の単軸圧縮における最大真応力は予ひずみが増加してもそれほど変化しないが，最大真応力時の真ひずみは予ひずみに伴って減少傾向を示す。一方，予変形が単軸圧縮の場合（C-T 試験），後続の単軸引張りにおいて，最大真応力は予ひずみの増加に伴って増加する一方，最大真応力時の真ひずみは明確な変化傾向を示していない。このような差が生じる理由として，圧縮時は Fig. 3-24 (a) に示すようにせん断的な破壊であるため，T-C 試験では予引張りひずみの大きさに関わらず，後続の圧縮においてせん断応力が一定値に達すると破壊が生じ，その結果として予ひずみに伴う最大真応力の変化が小さくなったと考察される。一方，引張り時は Fig. 3-24 (b) に示すようなカップ&コーン型の延性破壊であるため，C-T 試験では圧縮予ひずみに伴って変形双晶の活動が顕著になり，後続する引張り時に二次双晶が活動して加工硬化率の増加域（変形双晶が主体的に活動する領域）が広がった結果，予ひずみに伴って最大真応力が増加傾向を示したと考えられる。

### 3. 3. 2 局所張出しに伴う選択領域の力学的性質変化

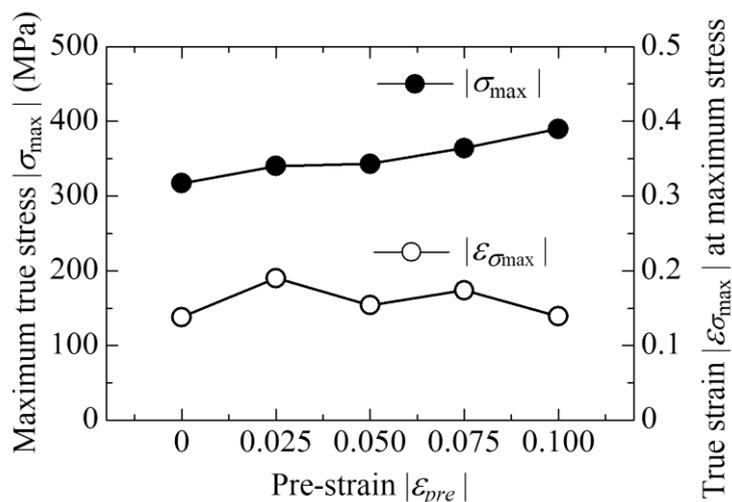
単軸負荷反転試験の結果から，変形双晶を伴う予変形を与えることにより，後続変形時の力学的性質が変化することがわかった。そこで次に，AZ31 マグネシウム合金薄肉円管試験片における選択領域に対して，変形双晶を活動させるための円周方向局所張出し試験を施した。なお，単軸負荷反転試験と比較して，円周方向局所張出し試験では，円周方向への平面ひずみ引張りおよび平面ひずみ圧縮に近い変形状態となる。

局所張出し工程（LBP）および復元工程 2（RP2）終了時における薄肉円管試験片の様子を，Tube A について Fig. 3-25 に示す。局所張出し工程によって，幅 2 mm の領域がほぼ想定通りに張出し変形することが確かめられた（Fig. 3-25(a)）。このとき，Fig. 3-25(c) に示すように初期外径からの最大張出し量は約 330  $\mu\text{m}$  となり，試験片外表面における円周方向の真ひずみは約 0.09

であった。その後、2段階の復元工程を経て、ほぼ初期状態に近い薄肉円管に戻すことができた (Fig. 3-25(d))。すなわち、提案した方法によって、薄肉円管試験片の選択領域にのみ局所張出し履歴を与えることが可能となった。

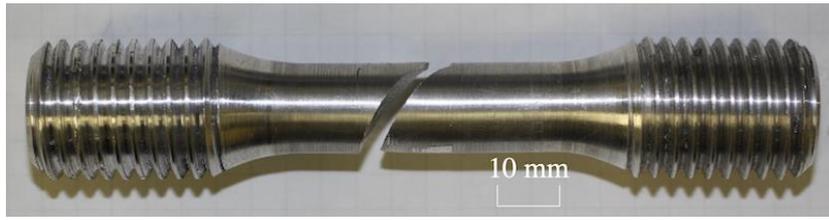


(a) Tension-compression (T-C test)

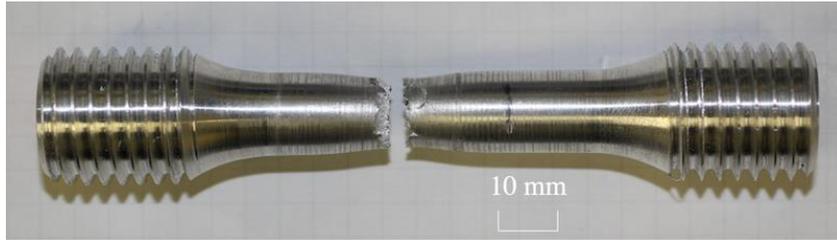


(b) Compression-tension (C-T test)

Fig. 3-23 Changes of the maximum true stress and true strain at maximum stress with pre-strain.

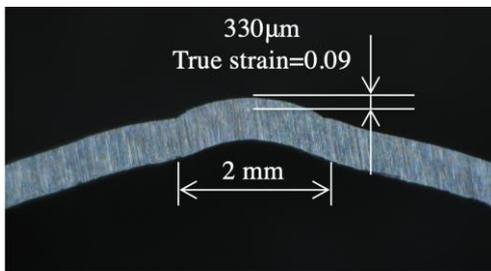
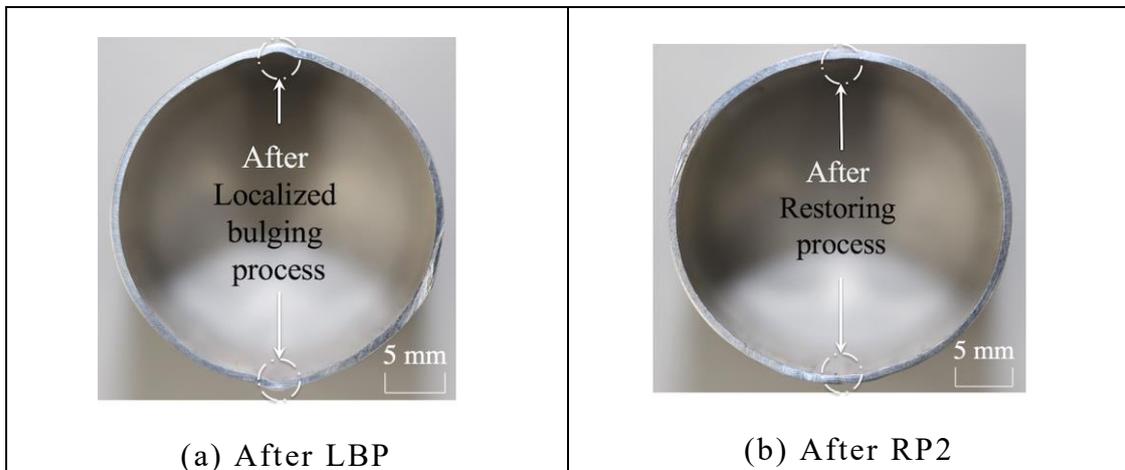


(a) Fracture by compression

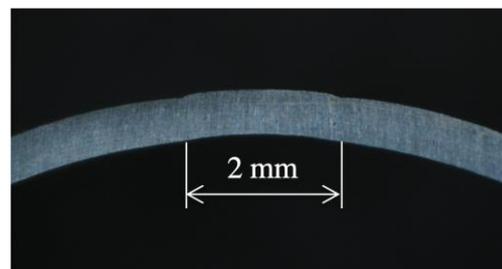


(b) Fracture by tension

Fig. 3-24 Fracture modes of specimens after T-C and C-T testing.



(c) Bulged area after LBP



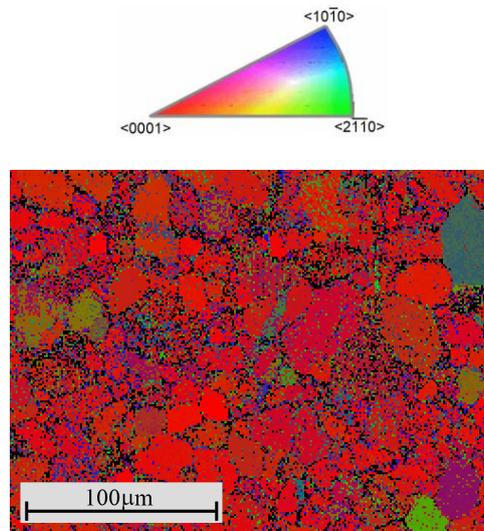
(d) Bulged area after RP

Fig. 3-25 Cross-section of thin-walled tube specimen (Tube A).

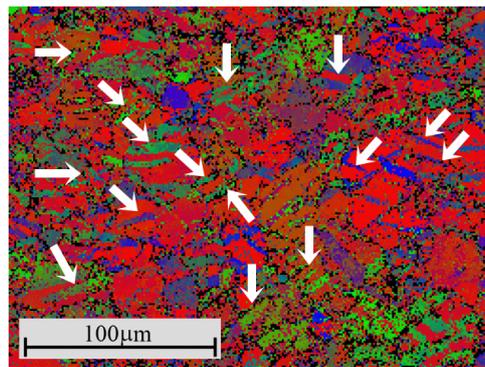
### 3. 3. 3 局所張出しに伴う選択領域の結晶学的組織変化

初期状態 (Initial) , 局所張出し後 (After LBP) , 最終焼鈍後 (After FA) において, 外表面側から結晶方位測定を行った. なお, 復元工程 2 (RP2) 後についても測定を試みたが, 比較的大きな塑性変形を受けた後のため良好な結果を得ることができなかった. 表面法線方向の結晶方位分布を, Tube A については Fig. 3-26 に, Tube B については Fig. 3-27 に示す. これらの図中において, 白矢印は幾つかの変形双晶の位置を表している. また, 変形双晶の面積分率を Table 3-4 に示す. 初期状態 (Initial) において, Tube A では C 軸 (軸) が板厚方向にほぼ集中している. 一方, Tube B では C 軸がある程度分布しており, Figs. 3-5, 3-7 に示した極点図と対応している. なお, いずれの材料においても, 初期状態では双晶が観察されなかった.

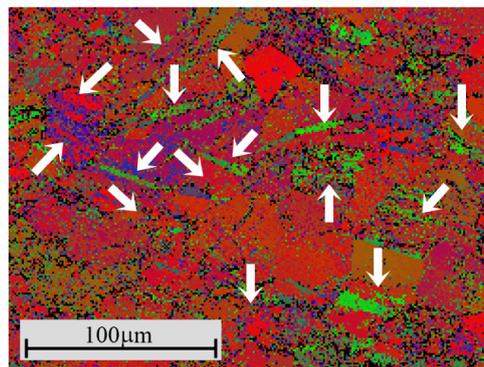
局所張出し工程 (LBP) 後には, 双方の材料ともに明確な変形双晶の活動が認められた. この変形双晶については, そのほとんどが  $\{10\bar{1}2\}$  双晶であることを方位関係から確認している. いずれの材料においても, 各結晶粒内でバンド状に変形双晶が存在している様子が認められる. また, その面積割合は約 11% であり, 材料が異なってもほぼ同程度であった. Figs. 3-5, 3-7 に示した極点図では, Tube B は Tube A と比較して C 軸が円周方向に比較的広く分布しているため, 局所張出し工程において Tube B の方が双晶の面積割合が大きくなると予想していたが, そのような結果にはならなかった. 一方, Tube A のように C 軸が板厚方向に集中して配向する場合には, 板厚増加を伴う復元工程時に変形双晶の更なる活動が予想されるが, 今回は復元工程後に良好な結晶方位測定結果を取得することができなかったため, この確認は今後の課題である. 473K, 20 分保持炉冷の最終焼鈍 (FA) 後, 一定量の変形双晶が残存することが確かめられた. その割合は Tube B の方が Tube A よりも多く, これは各材料の塑性変形履歴に依存する焼鈍時の再結晶度の差異によると考えられる.



(a) Initial

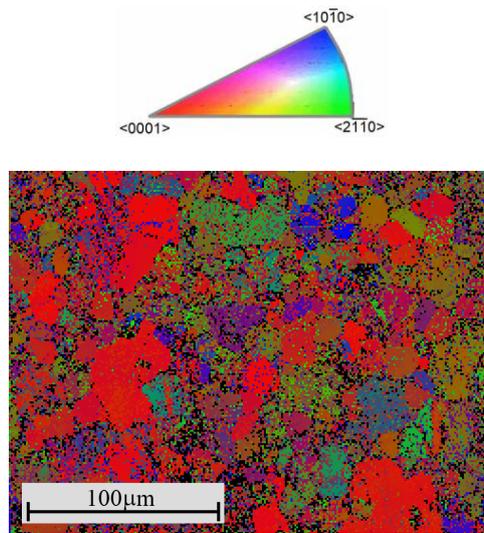


(b) After LBP

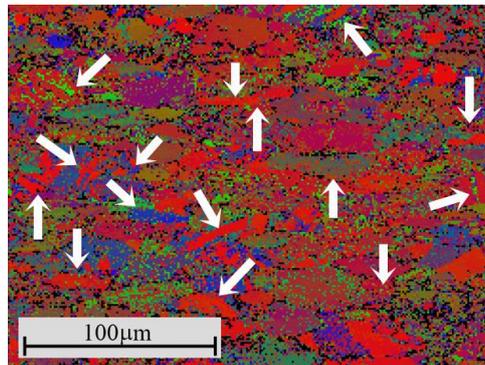


(c) After FA

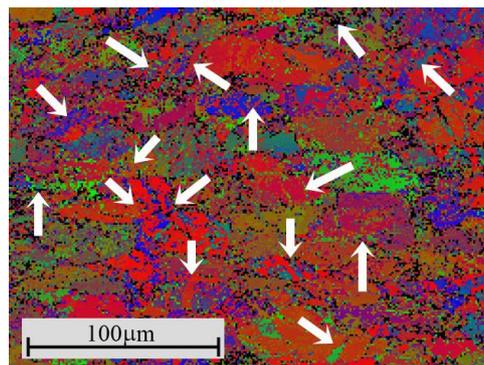
Fig. 3-26 Crystal orientation maps in surface normal direction of thin-walled tube specimen (Tube A) at initial condition, after localized bulging process (LBP), and after final annealing (FA): Horizontal is circumferential direction of tube material, and white arrows show positions of some twins.



(a) Initial



(b) After LBP



(c) After FA

Fig. 3-27 Crystal orientation maps in surface normal direction of thin-walled tube specimen (Tube B) at initial condition, after localized bulging process (LBP), and after final annealing (FA): Horizontal is circumferential direction of tube material, and white arrows show positions of some twins.

Table 3-4 Area fraction of deformation twin after each process.

	Initial	After LBP	After FA
Tube A	0.0%	11.5%	7.7%
Tube B	0.0%	10.9%	10.2%

各工程後に局所張出し領域の外表面で測定したビッカース硬さを Fig. 3-27 に示す. Tube A の初期状態 (Initial) はビッカース硬さが 62 HV 程度, 一方の Tube B は 66 HV であり, 後者の方が若干ではあるが硬さの値が大きかった. 局所張出し後 (After LBP) は, 双方の材料とも 73~74HV まで増加し, 加工硬化が生じていた. その後に最終焼鈍 (FA) を施すと 70~71 HV となり, 初期状態までは達しないものの, 変形双晶を残したまま加工硬化から回復したことが確かめられた.

各工程後の張出し領域から切り出した試験片の単軸引張りによる真応力-真ひずみ関係を Fig. 3-29 に示す. また, 各材料および各工程において, 複数回の試験から求めた 0.2%耐力の平均値, 引張り塑性伸びの平均値, 最大真応力の平均値を Table 3-5 にまとめる. なお, 塑性伸びは 0.2%耐力時から破断に至るまでの公称ひずみより求めている. ひずみを最大測定伸び 100%の伸び計にて測定しているため弾性域は精度に欠けるものの, 塑性域に着目すると, いずれの材料においても, 初期状態 (Initial) と比較して局所張出し後 (After LBP) では流れ応力, 塑性伸びともに向上した. 塑性伸びの向上割合は, Tube B よりも Tube A の方が顕著であった.

局所張出し後に, 流れ応力が高くなった (加工硬化した) にもかかわらず塑性伸びが向上した点について, 円周方向への局所張出し工程における円管外表面での主応力方向と単軸引張り方向は 90° 異なるため, 交差硬化<sup>(18)</sup>が生じて流れ応力が高くなると予想されるが, Fig. 3-29 の応力-ひずみ関係には, 交差硬化に特有な塑性変形の進行に伴う流れ応力低下は認められなかった.

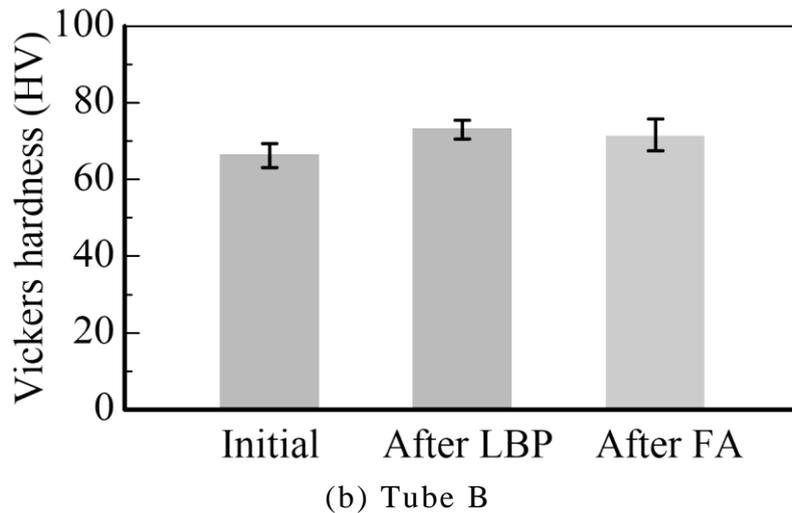
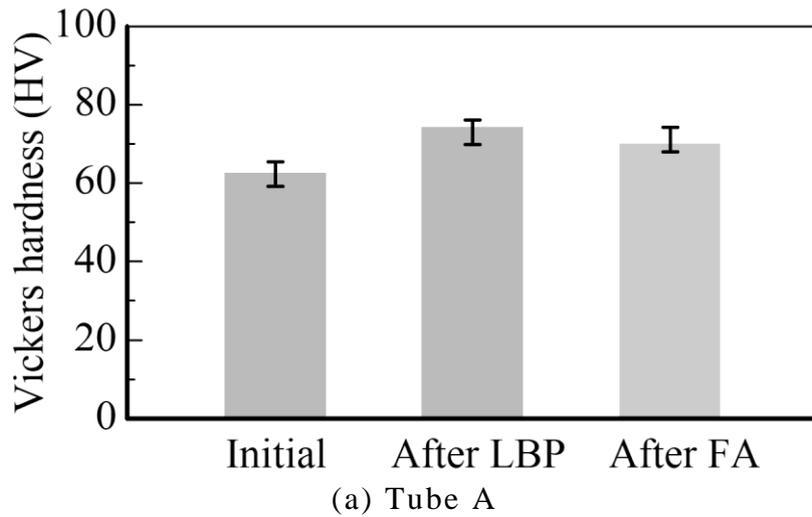


Fig. 3-28 Vickers hardness at initial, after LBP, and after FA.

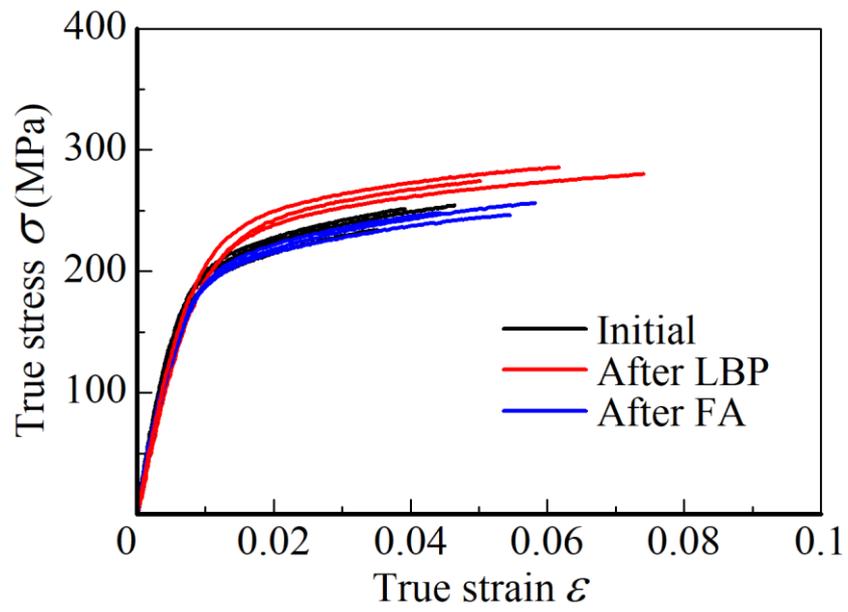
Figs. 3-5, 3-7 に示した集合組織のように、底面が引張り方向に対して垂直に配向する場合、シュミット因子が小さくなるために底面すべりの活動は容易ではない。したがって、流れ応力と塑性伸びの向上は、主として変形双晶に基づく微細化硬化と、変形双晶に伴う結晶方位回転により容易となった後続のすべり変形がもたらした結果と推察される。集合組織の強い Tube A の方が Tube B よりも塑性伸びの向上割合が顕著であったことも、この推測を裏付けていると考えられる。

最終焼鈍後（After FA），Tube A では，流れ応力が初期状態と同程度となったが，塑性伸びは，局所張出し後には及ばないものの初期状態より大きな値を保っていた．一方，Tube B では，流れ応力が初期状態よりも低下し，変形双晶が残存しているにもかかわらず，塑性伸びはほぼ初期状態と同程度になった．これは，用いた焼鈍条件が Tube B の局所張出し領域に十分な回復をもたらし，塑性伸びに対する変形双晶の効果が低減したためと考えられる．

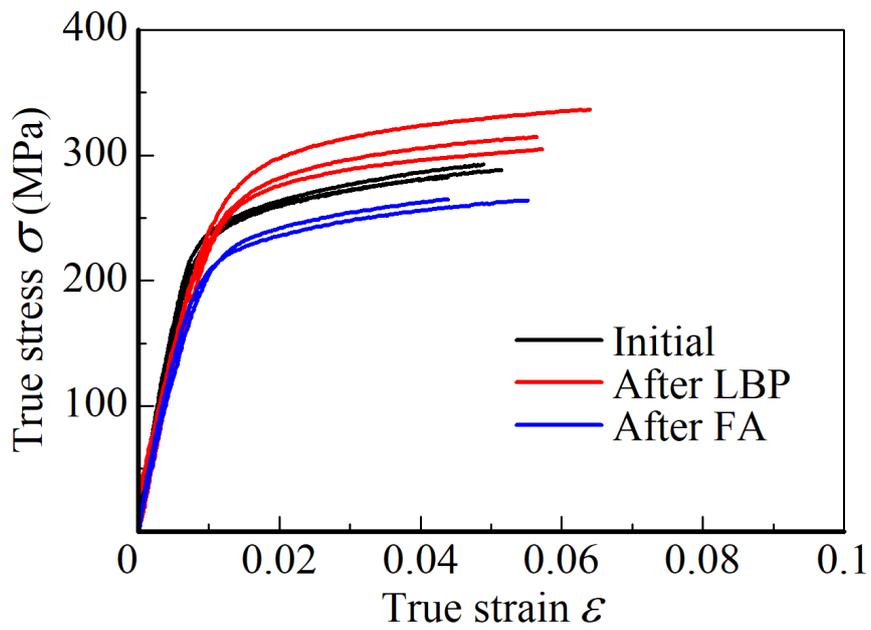
なお，本研究で適用した局所張出し工程では，変形双晶の面積分率が 11%程度にとどまったが，集合組織を有するマグネシウム合金の圧縮試験では変形双晶の体積割合が 70%を超えるとの結果も報告されている<sup>(10)</sup>．変形双晶割合が増すと，変形双晶に起因する力学的特徴も顕著になると期待され，選択領域の変形双晶の割合を増やす方法について，今後さらに検討を進めたい．

Table 3-5 Averaged values of 0.2% proof stress, tensile elongation, and maximum true stress at initial, after LBP, and after FA of each tube material.

		Initial	After LBP	After FA
Tube A	$\bar{\sigma}_{0.2}$	186 MPa	197 MPa	179 MPa
	$\bar{\delta}_p$	0.032	0.054	0.045
	$\bar{\sigma}_{\max}$	247 MPa	283 MPa	250 MPa
Tube B	$\bar{\sigma}_{0.2}$	227 MPa	248 MPa	210 MPa
	$\bar{\delta}_p$	0.040	0.049	0.040
	$\bar{\sigma}_{\max}$	289 MPa	319 MPa	265 MPa



(a) Tube A



(b) Tube B

Fig. 3-29 True stress-true strain curves by uniaxial tensile tests at initial, after LBP, and after FA.

### 3. 4 結 言

AZ31 マグネシウム合金において，変形双晶を援用した力学的性質の局所制御手法の確立を最終目的とし，丸棒試験片の単軸負荷反転試験および薄肉円管試験片の円周方向局所張出し試験を実施した．得られた結果を以下にまとめる．

- (1) 押出しに伴う集合組織を有する丸棒材の単軸負荷反転試験において，最初に単軸圧縮を与えた場合に，後続の単軸引張りで加工硬化率の増加域が現れた．その増加域のひずみ範囲は圧縮予ひずみに伴って拡大するが，圧縮予ひずみが $-0.05$ 程度に小さくても明瞭に現れることがわかった．
- (2) 負荷反転試験にて，予変形が引張りの場合，後続の圧縮における最大真応力は予変形量が増加してもそれほど変化しないのに対し，予変形が圧縮の場合，後続の引張りにおける最大真応力は予変形量に伴って増加する傾向が認められた．この結果は，双方における破壊形態の違いに起因すると考えられる．
- (3) 薄肉円管の選択領域にのみ局所的な円周方向張出し変形を与えた後，もとの形状に戻す方法を考案した．この方法により，張り出し変形領域に変形双晶を活動させることができ，変形双晶を援用した力学的性質の局所制御手法が可能となった．
- (4) 局所張出しを与えた領域の力学的性質を単軸引張り試験で評価した結果，流れ応力の増加と塑性伸びの向上が認められた．これらの両立は，変形双晶による微細化硬化と，双晶に伴って後続すべり変形の活動が容易になったことに起因すると考えられる．

## 参考文献

- (1) The Japan Society for Technology of Plasticity: Magnesium Processing Technology (in Japanese), *Korona Sha* (2004), pp. 1-59.
- (2) Koike, J. and Miyamura, T.: Microscopic mechanisms of plastic deformation in polycrystalline magnesium alloys (in Japanese), *Journal of Japan Institute of Light Metals.*, 54-11 (2004), pp. 460-464.
- (3) Kaneko, J. and Sugamata, M.: Mechanical properties and formability of magnesium alloy sheets (in Japanese), *Journal of Japan Institute of Light Metals.*, 54-11 (2004), pp. 484-492.
- (4) Dobroň, P., Chmelik, F., Yi, S., Parfenenko, K., Letzig, D. and Bohlen, J.: Grain size effects on deformation twinning in an extruded magnesium alloy tested in compression, *Scripta Materialia.*, 65-5 (2011), pp. 424-427.
- (5) Kaneko, J., Sugamata, M., Numa, M., Nishimura, Y. and Takada, H.: Effect of texture on the mechanical properties and formability of magnesium wrought materials (in Japanese), *Journal of the Japan Institute of Metals*, 64-2 (2000), pp. 141-147.
- (6) Bohlen, J., Nürnberg, M.R., Senn, J.W., Letzig, D. and Agnew, S.R.: The texture and anisotropy of magnesium-zinc-rare earth alloy sheets, *Acta materialia.*, 55 (2007), pp. 2101-2112.
- (7) Hantzsche, K., Bohlen, J., Wendt, J., Kainer, K.U., Yi, S.B. and Letzig, D.: Effect of rare earth additions on microstructure and texture development of magnesium alloy sheets, *Scripta Materialia.*, 63 (2010), pp. 725-730.
- (8) Imandoust, A., Barrett, C.D., Al-Samman, T., Inal, K.A. and Kadiri, H.El.: A review on the effect of rare-earth element on texture evolution during processing of magnesium alloys, *Journal of Materials Science.*, 52 (2017), pp. 1-29.
- (9) Ando, D.: The role of deformation twinning on magnesium alloy during tensile deformation and development of novel magnesium alloy (in Japanese), *Materia Japan*, 55-8 (2016), pp. 377-381.
- (10) Jain, A. and Agnew, S.R.: Modeling the temperature dependent effect of

- twinning on the behavior of magnesium alloy AZ31B sheet, *Materials Science and Engineering.*, A462 (2007), pp. 29-36.
- (11) Khosravani, A., Fullwood, D.T., Adams, B.L., Rampton, T.M., Miles, M.P. and Mishra, R.K.: Nucleation and propagation of twins in AZ31 magnesium alloy, *Acta materialia.*, 100 (2015), pp. 202-214.
- (12) Murakami, T.: Texture in magnesium wrought alloy (in Japanese), *Journal of Japan Institute of Light Metals.*, 52-11 (2002), pp. 536-540.
- (13) Sokedai, E. and Yokoyama, T.: Investigation of tensile-compressive yield asymmetry and the role of deformation twin in extruded pure magnesium, *International Journal of Materials Research.*, **101** (2010), pp. 736-740.
- (14) Ball, E.A. and Prangnell, P.B.: Tensile-compressive yield asymmetries in high strength wrought magnesium alloys, *Scripta Metallurgica et Materialia.*, 31-2 (1994), pp. 111-116.
- (15) Yin, D.L., Wang, J.T., Liu, Q.J. and Zhao, X.: On tension- compression yield asymmetry in an extruded Mg-3Al-1Zn alloy, *Journal of Alloys and Compounds*, **478** (2009), pp. 789-795.
- (16) Shimizu I.: Biaxial compressive behavior and tension-compression asymmetry on plastic deformation of cast and extruded AZ31 magnesium alloys, *Advanced Experimental Mechanics.*, **3** (2018), pp. 141-146.
- (17) Oyane, M.: Sosei Kakougaku (in Japanese), *Yokendo* (1987), pp. 99-100.
- (18) Takahashi H.: Polycrystalline Plasticity (in Japanese), *Korona Sha* (1999), pp. 91-97.

## 第4章 異方性を有する AZ31 マグネシウム合金薄肉金属円管のチューブエンドフレア試験による円周方向応力-ひずみ関係の逆推定

### 4.1 緒言

金属製薄肉円管は、従来から各種配管等に幅広く用いられている素材である。塑性加工法である押し出しや引抜き工程を経て製造される継ぎ目のない薄肉円管は、加工の仮定で集合組織が成長し<sup>(1)</sup>、軸方向と円周方向が異なる力学的性質を持つ、いわゆる塑性異方性を生じる場合が多い<sup>(2)</sup>。特に近年、医療機器分野におけるステントやカテーテル用に、外径が数 mm 程度、肉厚が 100  $\mu\text{m}$  程度以下の小径薄肉円管が用いられている。これらの円管には最密六方金属であるチタン合金やマグネシウム合金などが用いられ、他の結晶構造を有する金属と比較して、塑性異方性が顕著となる<sup>(3)</sup>。したがってマグネシウム合金を薄肉円管に用いる際には、軸方向だけでなく円周方向の力学的性質も把握しておくことが重要である。

通常、薄肉円管の軸方向における応力-ひずみ関係は、日本工業規格 (JIS Z 2241)<sup>(4)</sup>に基づく単軸引張り試験によって取得される。一方、円管材における円周方向の力学的性質評価に用いられている代表的な方法として、切り開いた試験片による円周方向引張り試験<sup>(5)</sup>およびリング引張り試験 (Ring Hoop Tension Test, RHTT)<sup>(6)-(8)</sup>が挙げられる。リング引張り試験は Arsene と Bai によって提案され<sup>(6)(7)</sup>、マグネシウム合金製円管への適用例<sup>(8)</sup>もある。しかしながら、これらの試験方法を小径円管に適用することは難しい。直径の大きさに関わらず適用可能な試験法としては、液圧バルジ試験が用いられており<sup>(9)-(12)</sup>、異方性への考慮<sup>(11)(12)</sup>や軸力を同時負荷した二軸試験への拡張<sup>(10)</sup>が行われている。しかし、液圧バルジ試験には高圧時に密閉できる仕組みが必要であり、試験系も複雑で、様々な直径を有する薄肉円管に対して容易に適用できない。

このような背景から本研究では、チューブエンドフレア試験を用いて、金属製小径薄肉円管材の円周方向における力学的性質評価を試みた。チューブエンドフレアは元来、円錐状の工具によって円管材の管端径を拡げる塑性加工法で

あり，従来の研究<sup>(13)-(15)</sup>も成形メカニズムや成形限界に主眼が置かれてきた．一方，近年になって Jurendic ら<sup>(16)</sup>は，DI 缶（絞りしごき缶）成形後における缶口部の応力－ひずみ関係評価にフレア試験を適用した例を報告しているが，その手法は汎用的とは言い難い．本研究では，金属製薄肉円管のチューブエンドフレア試験における変形プロセスを，有限要素法解析を用いて詳細に把握することから開始する．次に，マグネシウム合金円管に対し，頂角の異なる円錐工具を用いて，実際にチューブエンドフレア試験を実施する．その際，工具と円管の間に生じる摩擦にも配慮する．その結果に基づき，有限要素法解析を援用しつつ，試験時に工具がなした仕事から円管の円周方向変形に要した仕事のみを分離評価することにより，応力－ひずみ関係の逆推定を試みる．最後に，円管材から円周方向に切り出した試験片の単軸引張り試験を実施し，結果の妥当性を検証する．なお，本研究では結果を検証する目的から比較的直径の大きい円管を用いるが，試験手法は直径数 mm 以下の小径円管へ適用することが可能である．

## 4. 2 実験および解析方法

### 4. 2. 1 試験材料

適用対象としているのは金属製小径薄肉円管であるが、本研究では評価結果を検証する必要性から、Fig. 4-1 に示すような比較的大きい外径を持つ AZ31 マグネシウム合金押し出し円管材 (外径 18.9 mm, 内径 15.6 mm, 肉厚 1.6 mm) を用いた。

なお、マグネシウム合金押し出し材では、最密六方結晶構造の底面法線方向が押し出し軸と垂直方向を向く集合組織が形成されることが知られている<sup>3)</sup>。円管材を所定の長さに切断後、切断面を#2000 までの耐水研磨紙で仕上げた。続いて、延性回復を目的として 473 K, 30 min 保持炉冷の条件で焼鈍を施した後に試験に供した。Table 3-1 は研究に使用した対象材の化学成分表を示す。

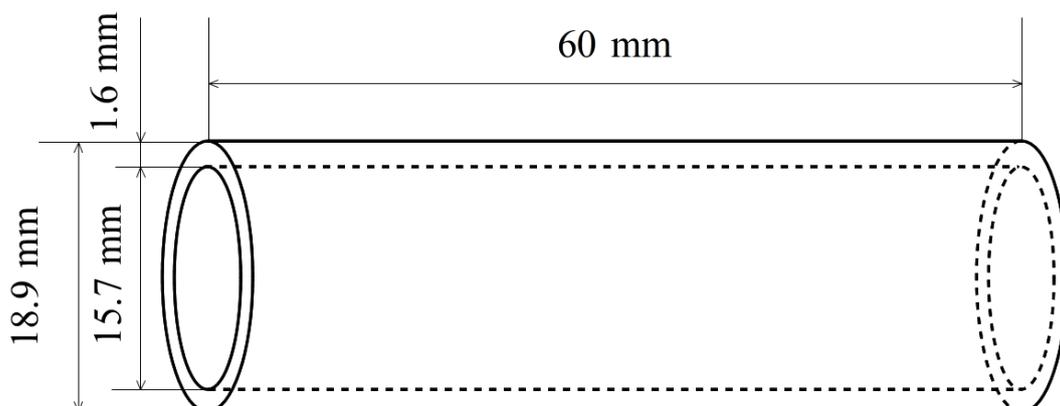


Fig. 4-1 Geometry of AZ31 magnesium alloy thin-walled circular tube.

Table 4-1 Chemical composition of AZ31 magnesium alloy thin-walled tube (wt%).

Mg	Al	Zn	Mn	Fe	Si	Cu	Ni
Bal.	3.11	0.84	0.35	0.0021	0.024	0.0021	0.00059

#### 4. 2. 2 円管材軸方向および円周方向の単軸引張り試験

AZ31 マグネシウム合金薄肉円管試験片における軸方向および円周方向の引張り性質を調べるため、万能材料試験機（東洋ボールドウィン製 UTM-III-500）を用いて単軸引張り試験を実施した。軸方向の引張り試験用に、ワイヤーカット放電加工機を用いて試験片を Fig. 4-2 に示す形状に加工した。試験片の長さは 120 mm、平行部長さは 40 mm とした。このとき、試験片両端にはチャッキングによる潰れを防止するために、長さが 22 mm の黄銅製丸棒を、硬化収縮が小さい 2 液混合エポキシ系接着剤で試験片内部に接着した。引張り試験中は標点間距離 10 mm のひずみゲージ式伸び計を用いて伸びを測定した。

また、円周方向の試験片に対して二種類を準備した。1 つめは、Fig. 4-3 に示すように、高さが 14 mm の円管を軸方向に半分に切断し、圧縮荷重により試験片に塑性変形を加えながら平坦にした後、縦フライス盤を用いてダンベル型試験片を切り出した。この試験片では、平行部長さの制限から伸び計を使用できないため、簡便的にひずみはクロスヘッド移動量から算出した。半円形状

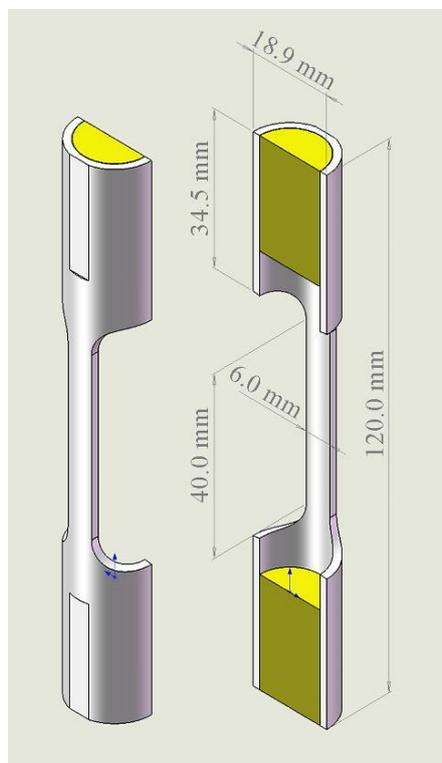


Fig. 4-2 Geometry of specimen for axial direction tension tests.

の試験片を圧縮荷重で平坦にする際に、試験片の中立軸が板厚中央にある単純曲げと仮定すると、マグネシウム合金円管の表面で 0.1 程度のひずみを受けることになり、これらは単軸引張り時の応力-ひずみ関係に影響を及ぼすと予想される。

Fig. 4-4 に示すのは 2 つめの円管方向引張り試験片である。この試験片を引張り試験機に取り付けるために Fig. 4-5 の快削黄銅ジグを自製した。この試験片形状を用いれば、円管のまま引張り試験を行うことができる。この試験片内部では、1 つ目の試験片のような複雑な塑性変形は受けないが、平行部長さが短く、円管のまま引張り試験を実施するので、ひずみゲージや伸び計は用いることができない。そこで、試験中のひずみはカメラで動画を撮影することにより評価した。すなわち、撮影した動画に対して 5s 毎に標点間距離の画素数を測定し、その変化から標点間距離を算出した。なお、いずれの試験片も、引張り試験前に 473 K、30 min 保持炉冷の条件で焼鈍を施した。

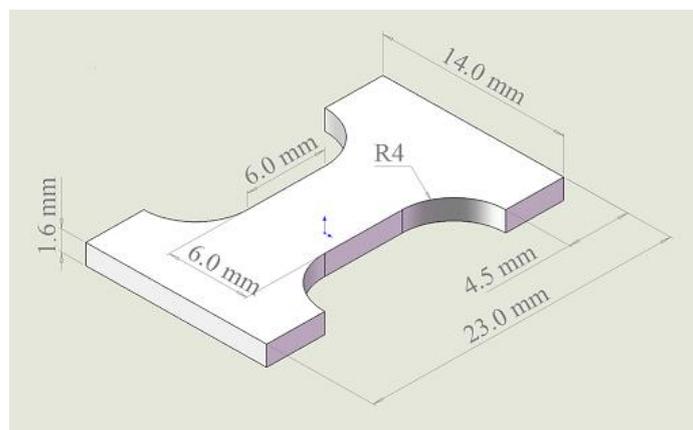


Fig. 4-3 Geometry of dumbbell specimen for hoop direction tension tests.



Fig. 4-4 Geometry of specimen for hoop direction tensile test.



Fig. 4-5 Equipment for tensile test of circular specimen.

#### 4. 2. 3. チューブエンドフレア試験

チューブエンドフレア試験の様子を Fig. 4-6 に示す. 門型ジャッキ (長崎ジャッキ製 NSP-5) に, 先端角度  $\alpha = 20^\circ$ ,  $30^\circ$ ,  $45^\circ$  のチューブエンドフレア用円錐工具と試験片固定具を取り付け, その固定具に設置した円管試験片に軸方向の試験荷重を負荷してチューブエンドフレア試験を行った.

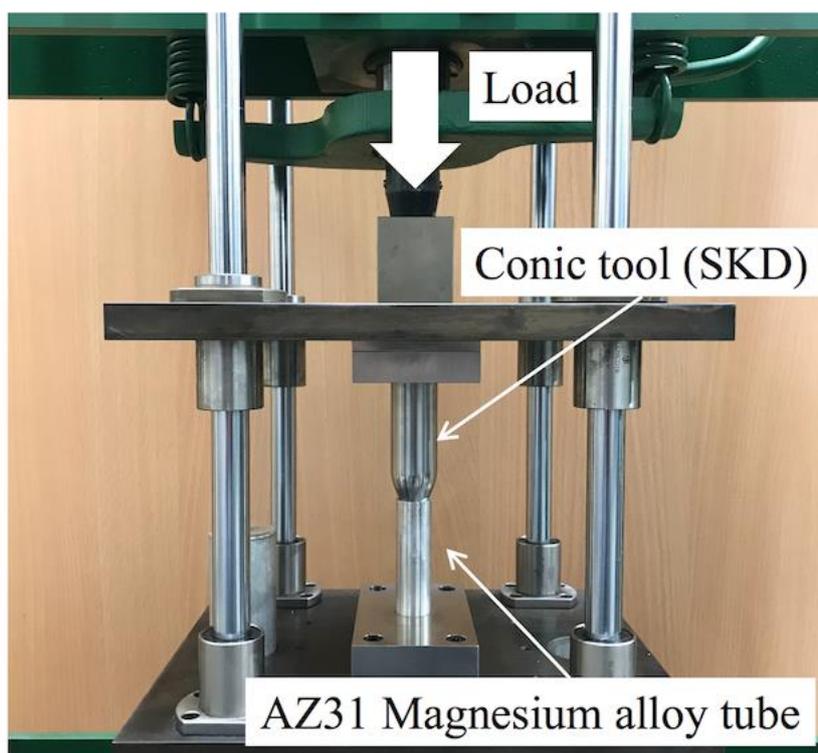


Fig. 4-6 The view of tube end flare test.

円錐工具は先端角度  $\alpha = 20^\circ$ ,  $30^\circ$ ,  $45^\circ$  の三種類とした. 試験前に#2000の耐水研磨紙で円管試験片表面の酸化膜を除去した. また, 座屈の発生を防止するために, 片端内部に長さ 20 mm の黄銅製丸棒を接着し, 試験片外径と等しい径の丸穴を有する試験片固定具に挿入して固定した.

それぞれの先端角度が異なる円錐工具に対して, 試験片の長さを以下に示す

ように調節した．試験片は各円錐工具に対して，2本ずつを準備した．

20° 円錐工具 --- 80 mm の円管試験片

30° 円錐工具 --- 60 mm の円管試験片

45° 円錐工具 --- 40 mm の円管試験片

円錐工具表面には，フッ素系離型剤（タイホーコーザイ製タイプ R）を塗布して摩擦を低減させた．試験中の荷重はロードセル（共和電業製 LC-5TV，最大容量 50 kN）で，変位は変位変換器（共和電業製 DTH-A-100）で測定し，ひずみアンプ（共和電業製 EDX-10）を介して 10Hz でコンピュータに記録した． Fig. 4-7 は円管試験片に円錐工具を装着した様子である．

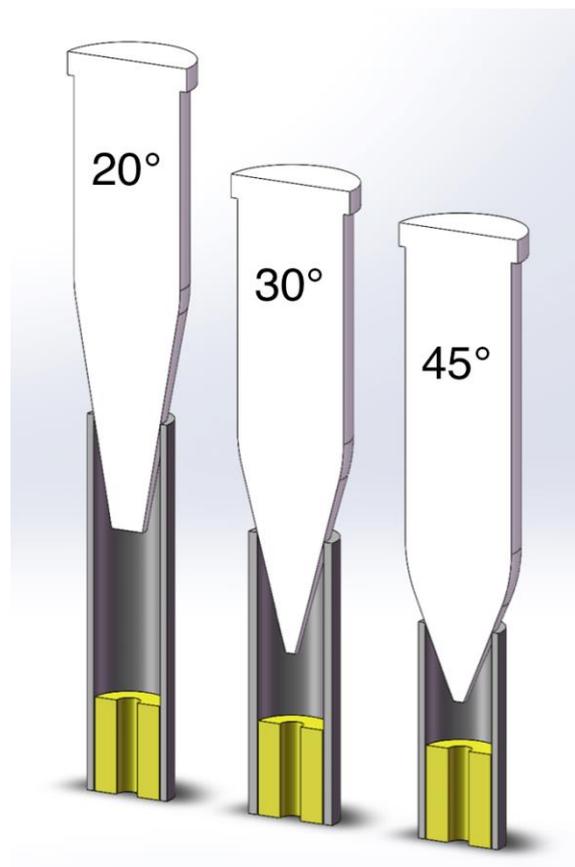


Fig. 4-7 AZ31 Mg alloy tube with conical tools in tube end flare test.

#### 4. 2. 4. リング圧縮試験と単軸圧縮試験

摺動する金属間の摩擦を調べる方法は種々提案されているが、塑性変形を伴う際の摩擦係数評価に適した方法として、古くから用いられているリング圧縮試験<sup>(17)-(20)</sup>を実施した。本研究では、外径が 12 mm の押し出し丸棒材に対して、フライス盤で 6 mm の穴加工を行った。続いて、精密切断機を用いて高さが 4 mm のリング試験片を切り出した。Fig. 4-8 はリング圧縮試験の様子である。リング圧縮試験は、Fig. 4-9 に示すようにリング状の試験片を平行工具間で圧縮し、摩擦状態によって圧縮後の試験片形状が変化することを利用して、摩擦係数を求める試験法である。

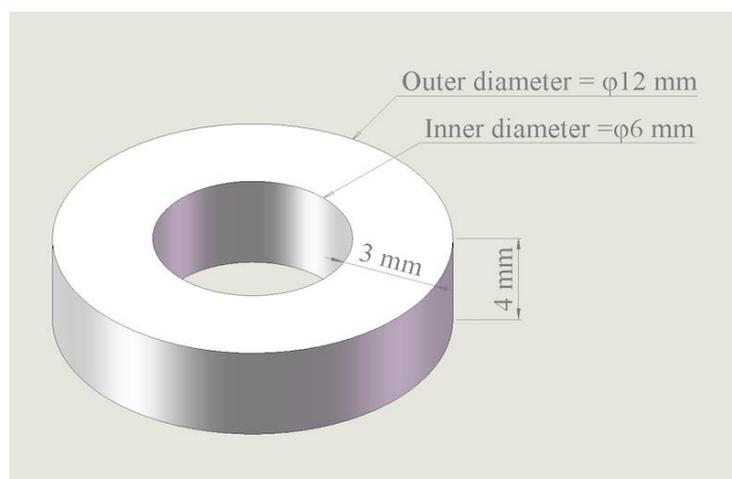


Fig. 4-8 Geometry of ring compression specimen.

門型ジャッキ（長崎ジャッキ製 NSP-5）を用いて、リング試験片に上下方向に荷重を負荷した。それぞれのリング試験片に 18 kN, 20 kN, 22 kN, 25 kN の荷重を与えた。摩擦状態によって圧縮後の試験片形状が変化することを利用して、式(3)と(4)に従って、各荷重条件下での圧縮率と内径変化率を求めた。

$$\text{圧縮率} : \Delta h/h_0 = (h_0 - h)/h_0 \times 100\% \quad (3)$$

$$\text{内径変化率} : De = (d_0 - d)/d_0 \times 100\% \quad (4)$$

ここで、 $h_0$  はリング試験片初期高さ、 $\Delta h$  はリング試験片変形後高さ、 $d$  はリング試験片初期内径、 $d_0$  はリング試験片変形後内径である。

リング圧縮試験から摩擦係数を求めるために有限要素法解析を行う際には、AZ31 マグネシウム合金の応力-ひずみ関係が必要である。そこで、AZ31 マグネシウム合金の単軸圧縮試験を実施した。試験片の対象材は、外径 12 mm の押出し丸棒材に対して旋盤加工によって外径を 10 mm に、精密切断機によって高さ 10 mm とした。#2000 の耐水研磨紙で試験片の上下面を鏡面仕上げを行った。なお、リング試験片と圧縮試験片には、延性回復を目的として 473 K、30 min の焼鈍処理を行った。

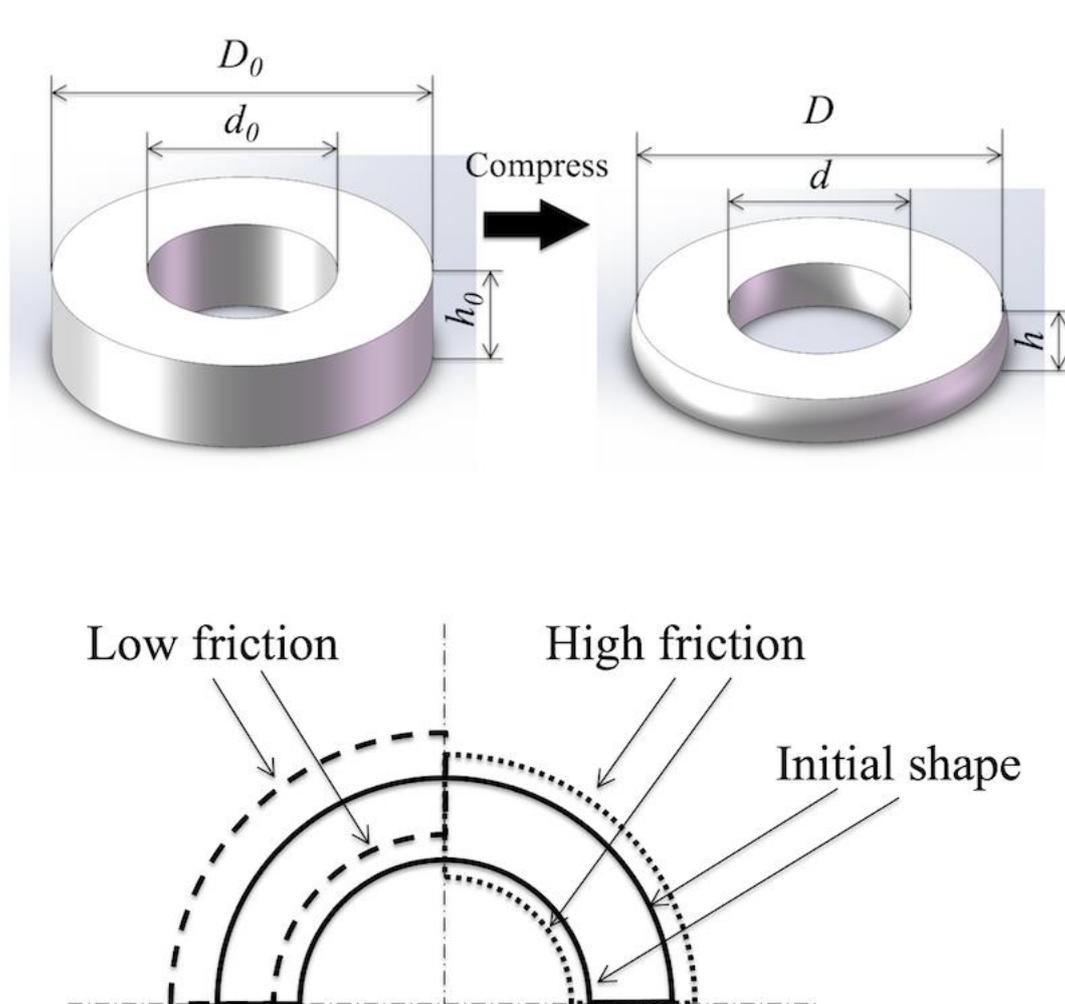


Fig. 4-9 Deformation of ring specimen during compression.

単軸圧縮試験はプレス機（大阪ジャッキ製 NSP-5）で試験を行った。プレス機の最大出力は 30t となる。実験中にフッ素系離型剤（タイホーコーザイ製タイプ R）を塗布して摩擦を低減させた。荷重はロードセル（共和電業製 LC-5TV，最大容量 50 kN）を用い，変位は短距離で測定可能なレーザー変位計（Panasonic 製 HL-G1）で測定した。単軸圧縮試験の様子を Fig. 4-10 に示す。

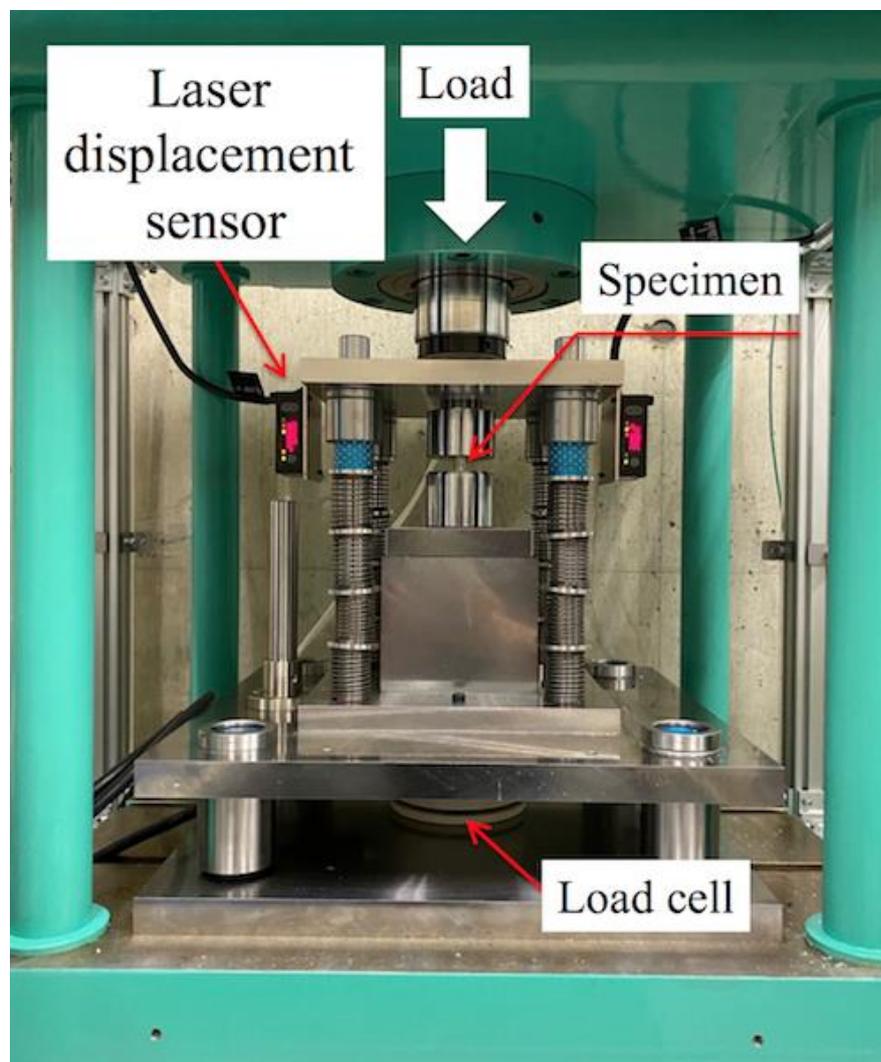


Fig. 4-10 Uniaxial compression test.

#### 4. 2. 5. 有限要素法解析

リング圧縮試験の有限要素法解析では，対象材料となる AZ31 マグネシウム合金を変形体とし，Fig. 4-11 に示すように剛体②を固定し，剛体①を軸方向へ変位させることで圧縮を行った．変形体の寸法は，Fig. 4-8 に示すような外径 12 mm，内径 6 mm，厚さ 3 mm のリング形状で，実験で用いた試験片と同形状である．なお，変形体は四角形二次要素で 1200 分割した．解析条件を Table 4-2 にまとめる．

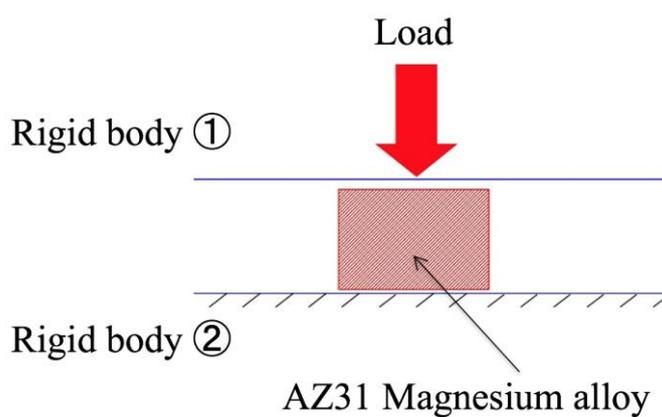


Fig. 4-11 FEM analytical model for ring compression test.

Table 4-2 FEM analytical condition.

Software	MSC-Mars 2015
FEM model size	$\frac{1}{4}$
Material	AZ31 Magnesium alloy
Object of billet	Rigid-plastic body
Object of die	Rigid body
Element number	1200
Punch velocity mm/s	0.5
Young's modulus	45 GPa
Poisson's ratio	0.3

## 4. 3 結果と考察

### 4. 3. 1. 応力-ひずみ関係

AZ31 マグネシウム合金円管材から切り出した試験片に対して、軸方向と円周方向に引張り試験を行った際の真応力-真ひずみ関係を Fig. 4-12 と Fig. 4-13 に示す。なお、試験機の装置コンプライアンスは補正済みである。

いずれの方向の試験結果にも比較的良い再現性が認められた。円周方向引張り時は伸び計を使用していないため、ひずみの値が適切ではないが、双方の試験結果における降伏応力（耐力）および最大応力の値を比較すると、軸方向引張り時はそれぞれ約 170 MPa および 290~305 MPa であり、円周方向引張り時は 160~170 MPa および 290~295 MPa となった。すなわち、今回の円管材では、軸方向と円周方向の降伏応力および最大応力に大きな差はないことがわかった。

円管試験片に対して、円周方向の引張り試験によって得られた真応力-真ひずみ関係を Fig. 4-14 に示す。試験は3回行ったが、良好な再現性が認められた。一般に、板や丸棒の単軸引張り試験と比較して、円管形状の試験片を引張る際には、単純な軸方向の変形に加えて曲げも生じると考えられる。また、円管形状試験片は複雑な形状を有するので、引張り試験を行う時に、試験片の外側と内側ではひずみが異なる。すなわち、外側では引張りと曲げの圧縮が同時に作用し、内側では引張りと曲げ変形の引張りが同時に作用する。そこで、有限要素法解析モデルでは円管試験片の引張り試験を忠実に再現した。その結果、Fig. 4-14 に示すように、円管試験片の最大引張り強度は 230 MPa の近く、最大引張り強度時の真ひずみは 0.06 となり、降伏応力は 160~175 MPa となった。

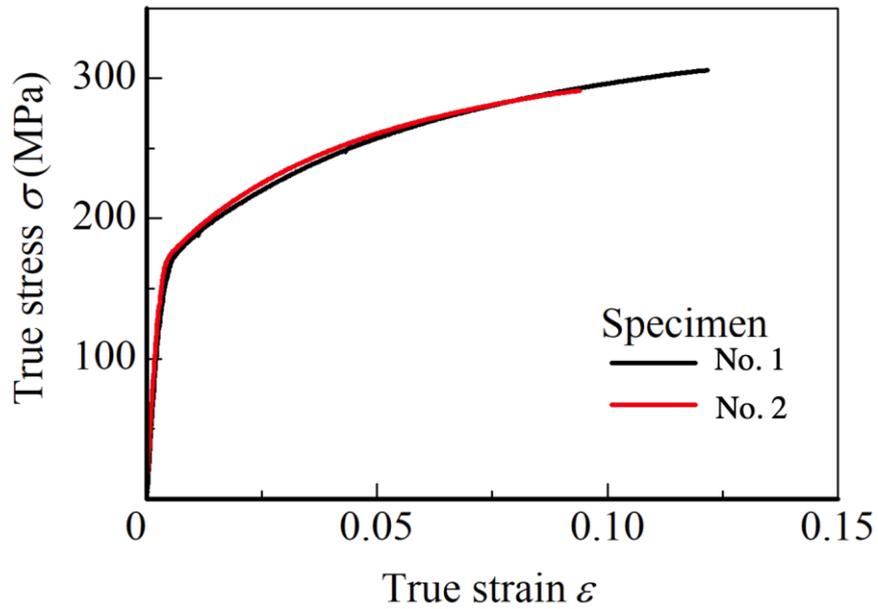


Fig. 4-12 Tensile stress-strain curves of specimens cut out from AZ31 magnesium alloy tube in axial direction.

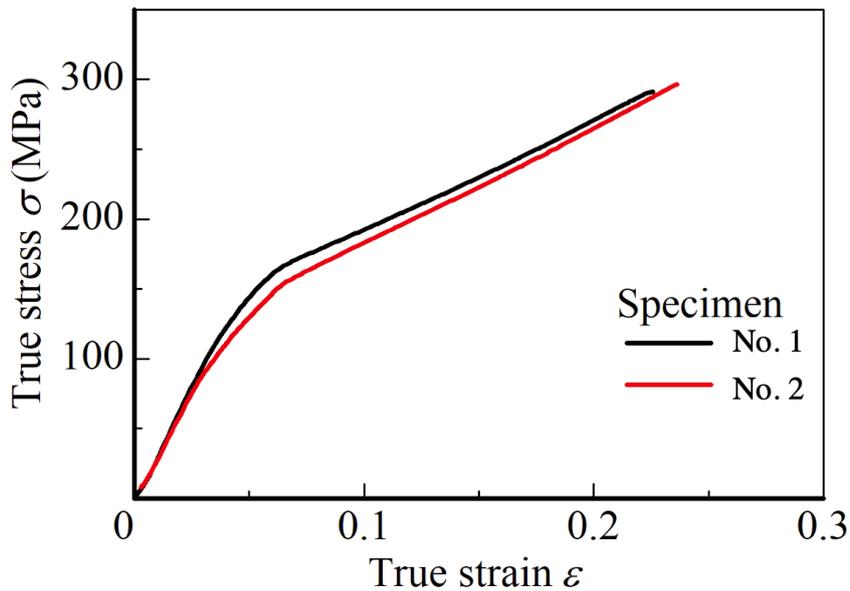


Fig. 4-13 Tensile stress-strain curves of specimens cut out from AZ31 magnesium alloy tube in axial hoop direction.

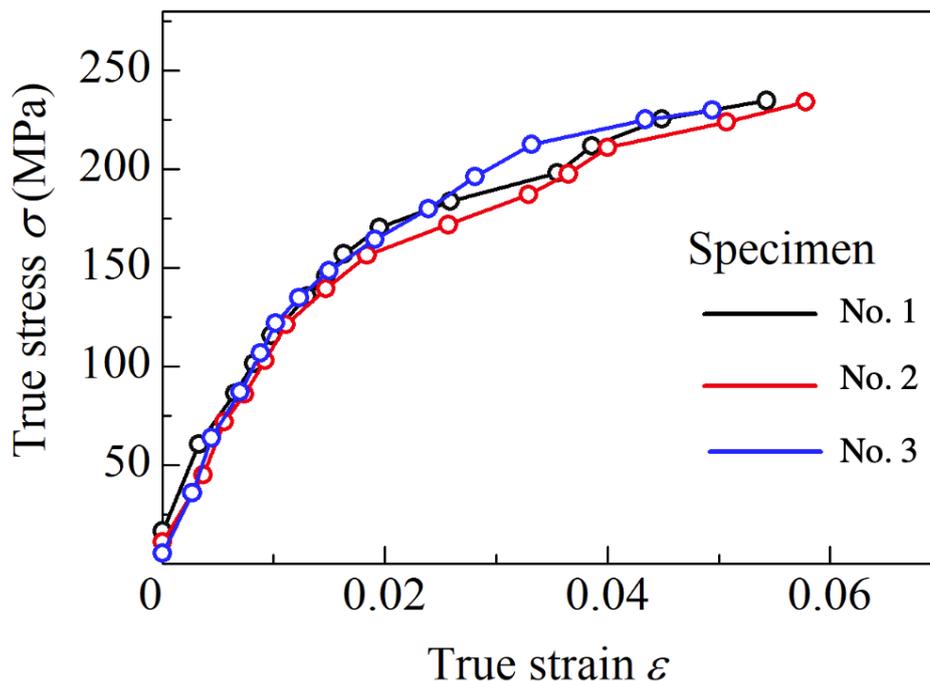


Fig. 4-14 True stress-strain curves with circular specimen.

#### 4. 3. 2 試験材料の摩擦係数

あらかじめ有限要素シミュレーションにより圧縮率  $\Delta h/h_0$  と内径変化率  $D_e$  の関係を表す摩擦係数検定曲線 (Fig. 4-15) を求めておき、圧縮前後のリング状試験片の内径と高さの測定結果をプロットして摩擦係数を求めた。解析より求めた摩擦係数 0.01~0.6 までの内径変化率と圧縮率の関係を Fig. 4-15 に示す。摩擦係数 0.1 では圧縮率の増加に伴って内径変化率が徐々に下降したが、摩擦係数が 0.1 より大きくなると、圧縮率の増加に伴って内径変化率は徐々に上昇した。これは、摩擦係数が小さければ、リング試験片の内径は広がり、摩擦係数が大きければ内径は狭まることを示している。

圧縮後の試験片において、試験片の内径変化と高さをマイクロメータで測定し、その結果を Fig. 4-15 の上にプロットした。その結果、AZ31 マグネシウム合金の摩擦係数はほぼ 0.25 になることがわかった。この摩擦係数をチューブエンドフレアの解析に供し、円錐工具の摩擦で消費したエネルギーを算出す

る.

AZ31 マグネシウム合金の圧縮材料特性明らかにするために単軸圧縮試験を行った. 検出された真応力-真ひずみ関係を Fig. 4-16 に示す. 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-0.15 程度と絶対値が小さくなった.

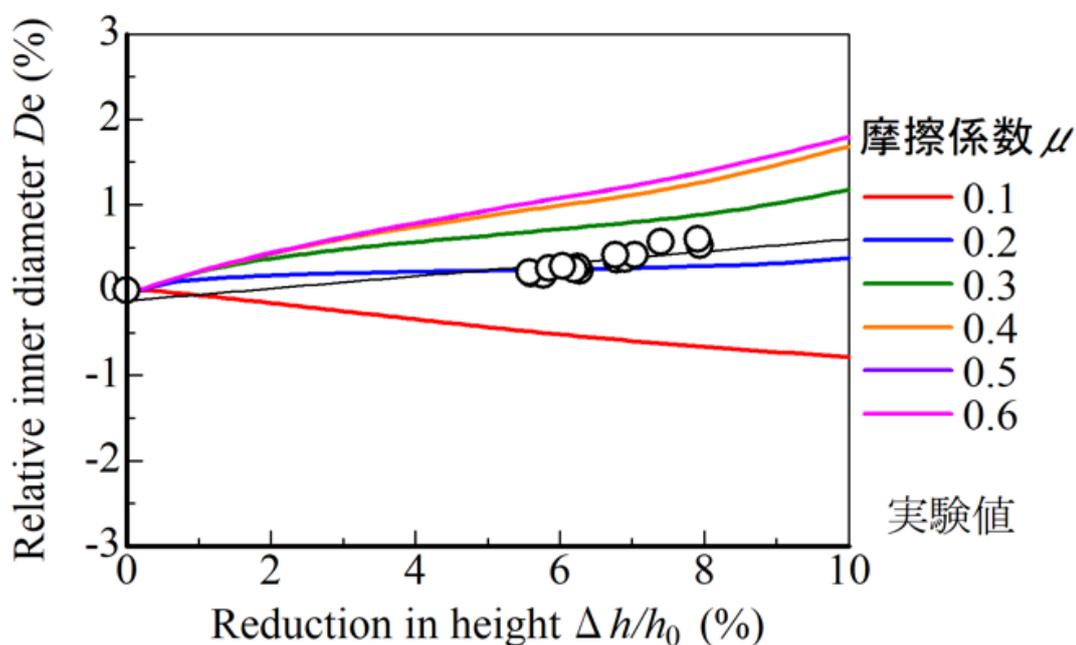


Fig. 4-15 Calibration curves for determination of friction coefficient.

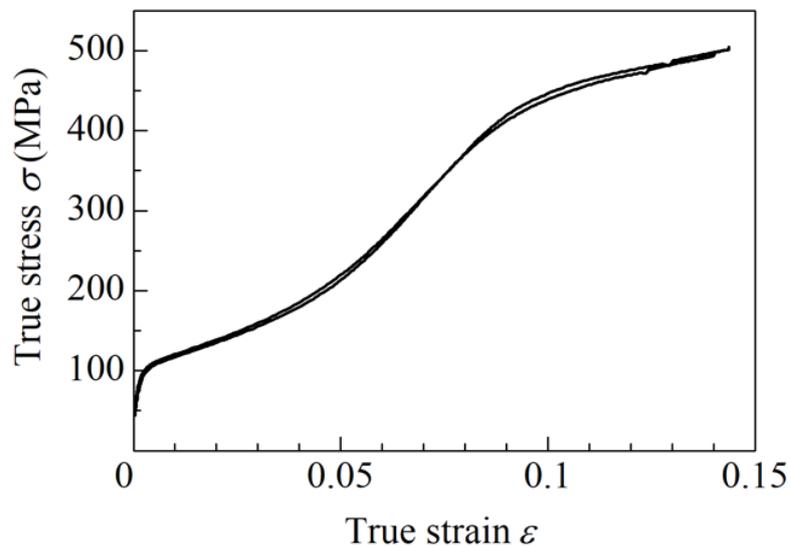


Fig. 4-16 True stress-strain relation by uniaxial compression test.

#### 4. 3. 3 チューブエンドフレア試験における試験片の変形プロセス

チューブエンドフレア試験を行った際の、工具変位に伴う工具荷重の変化を Fig. 4-17 に示す。異なる頂角の円錐工具に対して、それぞれ異なる荷重-変位関係が得られた。すなわち頂角が小さいほど、荷重が立ち上がる工具変位は大きくなることがわかった。

この荷重-変位関係は、チューブエンドフレア試験における円管試験片の変形過程を考慮すると、3段階に分けることができる。第1段階は、円錐工具が円管試験片上端に接触した直後からの荷重増分が徐々に低下する領域であり、ここでは円管上端の曲げが主体的に生じる。この曲げは、円管試験片上面の回転によって確認される。その際、頂角  $\alpha$  が大きくなるほど曲げが顕著となり、変形に要する荷重も大きくなる。次に続く第2段階は、荷重増分が徐々に増加する領域であり、ここでは、円管試験片上端部付近の更なる曲げ拡げ（上面の回転）と加工硬化が同時に作用する。最後の第3段階は、荷重増分がほぼ一定となる領域である。すなわち、曲げ拡げ領域が徐々に下方へ移動するとともに、円管試験片上面の回転はほぼ終了し、試験片上端から定常的に直径拡張

域が拡大する。これらの変形過程を踏まえ、軸方向と円周方向に同時に変形が生じるものの、軸方向の力学的性質を単軸試験によって別途評価すれば、円周方向の力学的性質を分離することができる。具体的には、シミュレーション解析（有限要素法解析）を援用し、全仕事から、軸方向変形、弾性変形、摩擦などに消費されたエネルギーを個別評価して差し引くことにより、円周方向変形に要した仕事を分離することが可能になる。円周方向変形に要した仕事  $W_c$  の分離評価を試みた例を Fig. 4-18 に示す。また、3段階の変形に対して FEM 解析を行った結果を Fig. 4-19 に示す。この方法を用いれば、極小径を含めた様々な寸法の円管に対して、円周方向の力学的性質を比較的容易に評価可能と期待される。

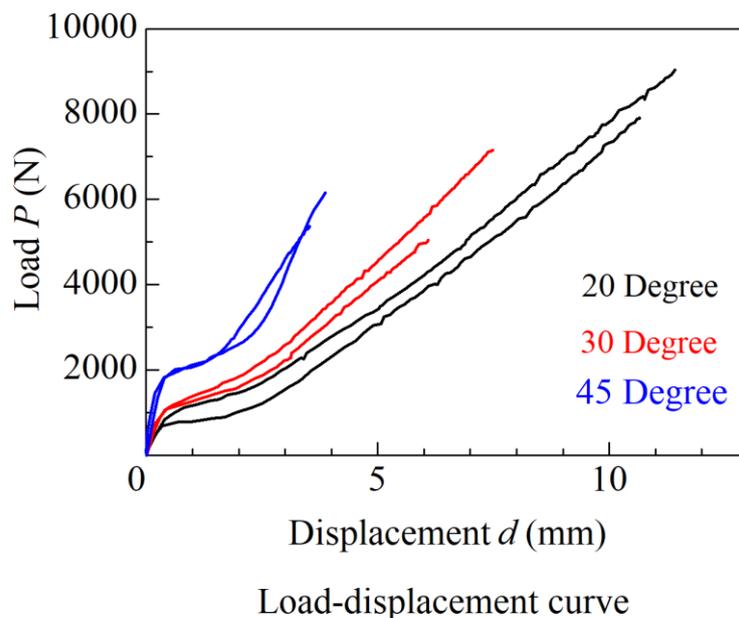


Fig. 4-17 Load-displacement curves in tube-end flaring tests using tools of different tip angles.

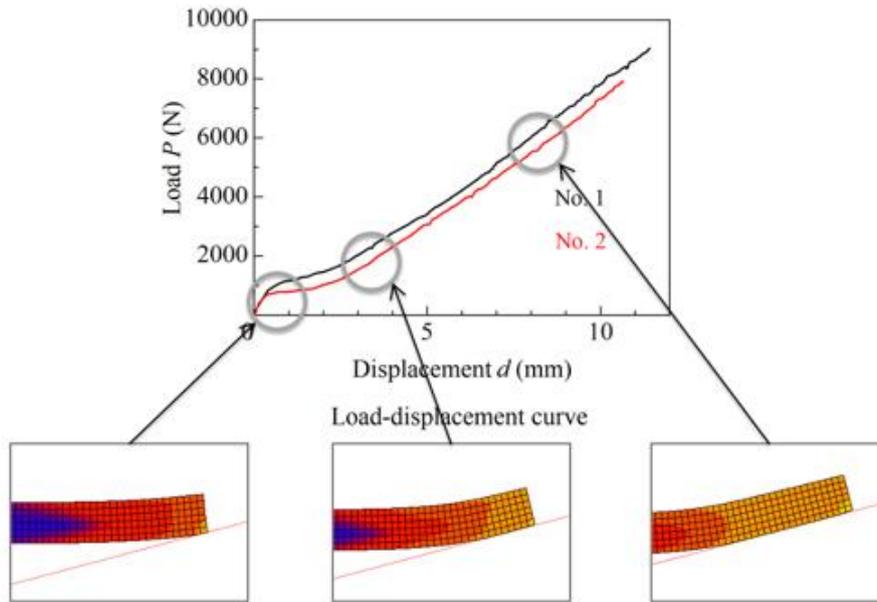


Fig. 4-18 Load-displacement curves in tube-end flaring tests by using conical tool having tip angle of 20 degrees.

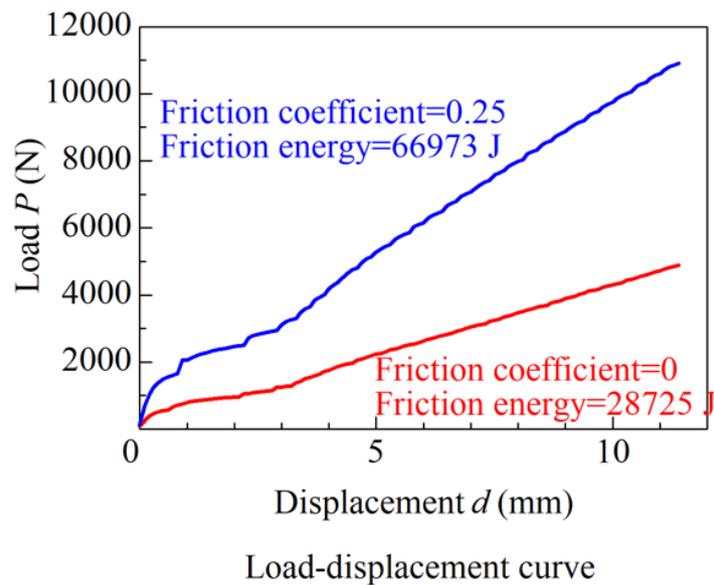


Fig. 4-19 Load-displacement curves obtained by finite element analysis of tube-end flaring by using conical tool having tip angle of 20 degrees with friction coefficient 0 and 0.25.



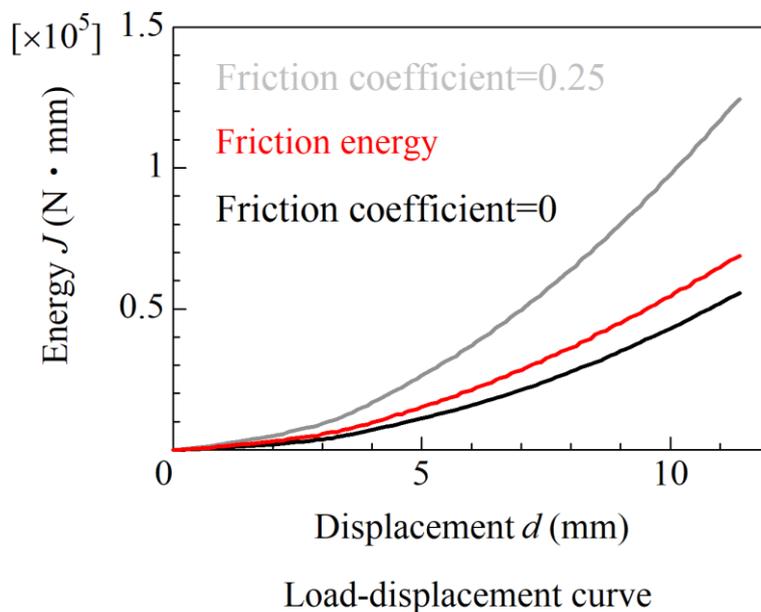


Fig. 4-20 Energy-displacement curves in tube-end flaring by using conical tool having tip angle of 20 degrees with friction coefficient 0 and 0.25.

弾性変形エネルギーは、チューブエンドフレア試験における除荷曲線から求めた。Fig. 4-21 に示すように、最大荷重を達する前に荷重を徐荷すると、青い線で示したような除荷曲線が得られる。頂角 20° の円錐工具の場合、弾性変形エネルギーは工具変位 4.5 mm で  $W_e = 826.5$  mJ であった。

以上の結果より、頂角 20° の円錐工具でチューブエンドフレア試験を行った際の、工具変位に伴う各エネルギーの変化を Fig. 4-22 に示す。ここに示した円周方向変形に要したエネルギーの変化は、チューブエンドフレア試験における円周方向の力学的性質を表している。

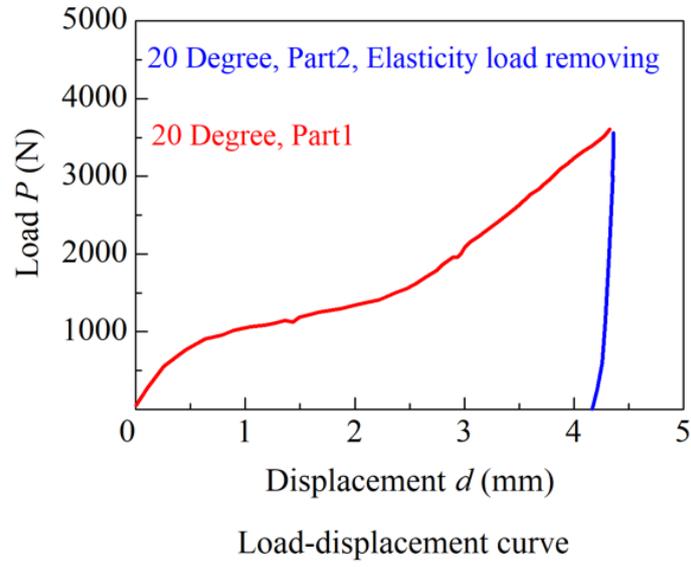


Fig. 4-21 Load-displacement curves in tube-end flaring with elastic unloading.

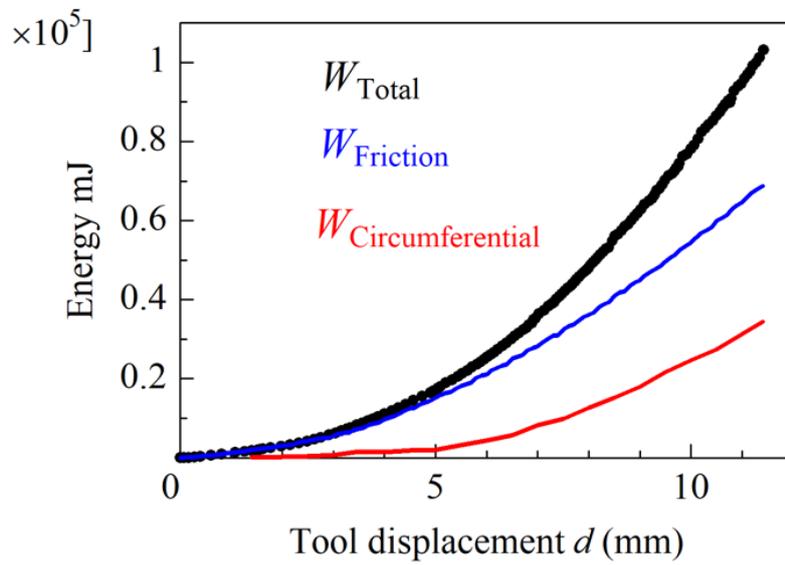


Fig. 4-22 Energy-displacement curves in tube-end flaring test.

#### 4. 4 結 言

AZ31 マグネシウム合金薄肉円管を対象とし、頂角の異なる円錐工具を用いてチューブエンドフレア試験を実施することにより、円管材の変形プロセスを詳細に調べた。その結果に基づき、有限要素法解析を援用しつつ、試験時に円錐工具がなした仕事から円管の円周方向変形に要したエネルギーのみを分離評価することを試みた。得られた結果を以下にまとめる。

- (1) 円管材の軸方向と円周方向の引張りにより、降伏応力および最大応力に大きな差はないことがわかった。また、円管形状試験片の最大引張り強度は約 230 MPa、その際の真ひずみは 0.06 であり、降伏応力は 160～175 MPa であった。
- (2) リング圧縮試験を行って得られた内径変化率と圧縮率の関係を、摩擦係数 0.01～0.6 とした有限要素法解析結果と比較したところ、チューブエンドフレア試験における AZ31 マグネシウム合金の摩擦係数は約 0.25 であることが明らかとなった。
- (3) チューブエンドフレア試験における変形過程は 3 段階に分けられることがわかった。すなわち、第 1 段階は円錐工具が円管試験片上端に接触した直後から荷重増分が徐々に低下する領域であり、この領域では曲げ変形が主体的に生じる。第 2 段階は荷重増分が徐々に増加する領域であり、ここでは円管試験片上端部付近の更なる曲げ捻じり（上面の回転）と加工硬化が同時に作用する。最後の第 3 段階は荷重増分がほぼ一定となる領域である。なお、用いた円錐工具の頂角が小さいほど、荷重が立ち上がる工具変位は大きくなる。
- (4) チューブエンドフレア試験の結果により、シミュレーション解析（有限要素法解析）を援用し、消費された全エネルギーから、曲げ、弾性変形、摩擦などによって消費されたエネルギーを個別評価して差し引くことにより、円周方向変形に要したエネルギーを分離評価することができた。

## 参 考 文 献

- (1) Nagashima, S.: Shuugousoshiki (in Japanese), Maruzen (1984), 61–116.
- (2) Banabic, D., Bunge, H.-J., Pöhlandt, K. and Tekkaya, A. E.: Formability of metallic materials, Springer (2000), pp. 86-96.
- (3) Kocks, U. F., Tomé, C. N. and Wenk, H.-R.: Texture and anisotropy, Cambridge University Press (1998), pp. 178-239.
- (4) Japan Industrial Standard JIS Z 2241: Metallic materials-Tensile testing-Method of test at room temperature, (2011).
- (5) ASTM International ASTM E8/E8M-16a: Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials, (2008).
- (6) Arsene, S. and Bai, J.: A new approach to measuring transverse properties of structural tubing by a ring test, Journal of Testing and Evaluation., 24-6 (1996), pp. 386-391.
- (7) Arsene, S. and Bai, J.: A new approach to measuring transverse properties of structural tubing by a ring test - experimental investigation, Journal of Testing and Evaluation., 26-1 (1998), pp. 26-30.
- (8) Jiang, L., Jonas, J. J., Boyle, K. and Martin, P.: Deformation behavior of two Mg alloys during ring hoop tension testing, Journal of Mechanical Engineering Science. A, 492 (2008), pp. pp. 68-73.
- (9) Sokolowski, T., Gerke, K., Ahmetoglu, M. and Altan, T.: Evaluation of tube formability and material characteristics: hydraulic bulge testing of tubes, Journal of Materials Processing Technology., 98-1 (2000), pp. 34-40.
- (10) Kuwabara, T., Yoshida, K., Narihara, K. and Takahashi, S.: Anisotropic plastic deformation of extruded aluminum alloy tube under axial forces and internal pressure, International Journal of Plasticity, 21-1 (2005), pp. 101-117.
- (11) Hwang, Y.-M. and Lin, Y.-K.: Evaluation of flow stresses of tubular materials considering anisotropic effects by hydraulic bulge tests, Journal of Engineering Materials and Technology., 129-3 (2006), pp. 414-421.
- (12) Saboori, M., Champlaud, H., Gholipour, J., Gakwaya, A., Savoie, J. and

- Wanjara, P.: Evaluating the flow stress of aerospace alloys for tube hydroforming process by free expansion testing, *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology.*, **72** (2014), pp. 1275-1286.
- (13) Kawada, K. and Tozawa, Y.: Effects of mechanical properties of the materials on the forming of tube, *Journal of the Japan Society for Technology of Plasticity*, **20** (1979), pp. 299-306.
- (14) Manabe, K. and Nishimura, H.: Forming loads and forming limits in conical nosing of tube-study on nosing and flaring of tubes, *Journal of the Japan Society for Technology of Plasticity*, **20** (1979), pp. 299-306.
- (15) Yeh, F.-H., Study of tube flaring forming limit in the tube flaring process, *The Journal of Strain Analysis for Engineering Design*, **42** (2007), pp. 315-354.
- (16) Jurendic, S. and Anderson, D.: Method to determine the stress-strain response of as-formed thin-walled tubular structures using a flaring apparatus, *Journal of Physics: Conference Series*, **896** (2017), 012124.
- (17) Kudo, H.: Some analytical and experimental studies of axis-symmetric cold forging and extrusion I, *International Journal of Mechanical Sciences.*, **2** (1960), pp. 102-127.
- (18) Osakada, K., Shiraishi, M., Muraki S. and Tokuoka M., Measurement of flow stress by the ring compression test, *The Japan Society of Mechanical Engineers*, **55C-516** (1989), pp. 2213-2220.
- (19) Robinson, T., Ou, H. and Armstrong, C. G.: Study on ring compression test using physical modelling and FE simulation, *Journal of Materials Processing Technology.*, **153-154** (2004), pp. 54-59.
- (20) Martín, F., Martín, M. J., Sevilla, L. and Sebastián, M. A.: The ring compression test: Analysis of dimensions and canonical geometry, *Procedia Engineering.*, **132** (2015), pp. 326-333.

## 第5章 総括

最軽量の工業用金属材料であるマグネシウム合金は、優れた比強度や耐腐食性、生体適合性を備えるため、工業用や医療機器用に注目されている。その一方、最密六方結晶構造であるマグネシウム合金は、特異な塑性挙動や強い塑性異方性を有する。したがってマグネシウム合金の実用にあたっては、結晶学的組織（結晶方位や結晶粒径など）を適切に制御することが望まれる。このような背景から本研究では、集合組織を有する AZ31 マグネシウム合金材料に対して、局所的に選択した領域の組織を制御することを試みた。各章で得られた知見を以下にまとめる。

第1章では、マグネシウム合金の特徴と力学的性質、マグネシウム合金の組織制御に関する従来の研究事例と課題について述べ、本研究の目的および研究意義についてまとめた。

第2章では、AZ31 マグネシウム合金の長尺材を製造する際に生成される底面集合組織が機械的性質だけでなく成形性にも少なからず影響を及ぼすことに着目し、熱処理と局所変形の組み合わせにより、マグネシウム合金の底面集合組織（あるいは塑性異方性）を局所的に制御する手法について基礎的検討を行った。すなわち、AZ31 マグネシウム合金押し丸棒材の軸方向に対して、局所的な圧縮変形を与えた際の集合組織変化を調べるとともに、ひずみ勾配が変形双晶に及ぼす影響について、有限要素法解析を組み合わせ検討を加えた。その結果として、小さな圧縮ひずみでも、集合組織や変形双晶の発生に起因として最密六方晶 c 軸の配向度が変化することが明らかとなった。また、AZ31 マグネシウム合金に局所的な圧縮を与えた際の集合組織変化を調べたところ、局所領域に限定しても集合組織の制御が可能であることが確認された。ここで得られた知見は、様々な条件下で局所的な集合組織を制御する際に有用と期待される。

第3章では、まず、集合組織および塑性異方性を有する AZ31 マグネシウム合金丸棒試験片に対して単軸負荷反転試験を行い、前段階の変形が後続変形における力学的挙動に及ぼす影響を調査した。具体的には、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、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を調べた。その結果、丸棒軸方向に引張りを与えた際は加工硬化が徐々に低下したのに対し、圧縮した際は一部の變形領域で加工硬化率が増加する三段階の加工硬化挙動が現れた。また、単軸負荷を反転させると、最初に単軸圧縮を与えた場合は後続の単軸引張りで加工硬化率の増加域が現れた。その増加域のひずみ範囲は圧縮予ひずみに伴って拡大するが、圧縮予ひずみが-0.05程度に小さくても明瞭に現れることがわかった。一方、最初に単軸引張りを与えた場合は、後続の圧縮における最大真応力は予変形量が増加してもそれほど変化しなかった。

続いて、以上の結果に加え、第2章で得られた知見をもとに、AZ31マグネシウム合金薄肉円管材の選択領域に対して、張出し変形させた後に元形状に戻す変形を与える円周方向局所張出し試験法を考案した。それに要する治具を製作するとともに、実際に薄肉円管材に試験を実施して、薄肉円管の選択領域にのみ局所的な円周方向張出し変形を与えた後、もとの形状に戻す変形を与えた。局所張出しを与えた領域の力学的性質を単軸引張り試験で評価した結果、流れ応力の増加と塑性伸びの向上が認められた。これらの両立は、変形双晶による微細化硬化と、双晶に伴って後続すべり変形の活動が容易になったことに起因すると考えられる。EBSD法で観察した結果、張出し領域における変形双晶の活動が観察され、加工硬化低減を目的とした最終焼鈍後でも、その変形双晶の残存が確認された。一方、マイクロビッカース硬さを測定したところ、局所張出しおよび復元工程では加工硬化のために硬さが増加したが、最終焼鈍後は、ほぼ初期状態近くまで硬さを低下させることができた。すなわち、変形双晶を援用することにより、局所的に力学的性質を変化させることが可能となった。

第4章では、局所的な塑性異方性評価の一環として、AZ31マグネシウム合金薄肉円管素材における軸方向と円周方向の塑性異方性に着目し、円錐工具を用いたチューブエンドフレア試験によって、円管素材円周方向の力学的性質を評価する手法について検討を行った。まず、頂角の異なる円錐工具を用いてチューブエンドフレア試験を実施し、工具変位と荷重の関係を得た。チューブエ

ンドフレア試験における変形過程を考慮すると、曲げ変形が主変形である第1段階、工具荷重増分が増加する第2段階、工具荷重増分がほぼ一定となる最後の第3段階に分けられることがわかった。シミュレーション解析（有限要素法解析）を援用し、全エネルギーから、曲げに要するエネルギー、弾性変形エネルギー、摩擦によって消費されたエネルギーを個別評価して差し引くことにより、円周方向変形に要したエネルギーを求めることができた。この方法を用いれば、ステント素材のような極めて小さい直径を有する薄肉円管材に対しても、円周方向の力学的性質を調査可能と期待される。

以上のように本論文では、最密六方結晶構造で比較的強い塑性異方性を有するAZ31マグネシウム合金薄肉円管材の局所選択領域における力学的性質を、変形双晶を援用することによって制御することを目的とした一連の研究を実施し、それが可能であることを示唆した。本論文で示した結果は、円管軸方向に長い局所領域へ適用した場合に限定されているが、開発した手法はそれ以外の選択領域に対しても適用可能であり、将来的に各種製品へのマグネシウム合金の最適利用に寄与することが期待される。



## 謝 辞

本論文は筆者が岡山理科大学工学研究科システム科学専攻博士課程に在籍中の研究成果をまとめたものであります。岡山理科大学工学部機械システム工学科の清水一郎教授には、指導教員として本研究の実施の機会を与えて戴き、その遂行にあたって終始、ご指導を賜りました。ここに心より深く感謝の意を表します。清水先生の御力添え無くしては、本論文は完成し得ませんでした。

博士論文の審査においては、御多忙にもかかわらず、岡山理科大学フロンティア理工学研究所の中谷達行教授、岡山理科大学工学部機械システム工学科の中川恵友ならびに中井賢治准教授、岡山県立大学の尾崎公一教授には有益なご助言を頂き、博士論文に反映させていただきました。深く感謝を申し上げます。岡山理科大学工学部機械システム工学科の桑木賢也教授、岡山理科大学の金枝敏明名誉教授には、いつも励まして頂きました。真に謝意を表します。また、本研究を行うにあたり、マグネシウム合金製ステントに関する深い見識から数多くの貴重なご助言を頂戴しました株式会社日本医療機器の和田晃様には、厚く謝意を申し述べます。また、本研究の有限要素法解析については、同研究室の大学院修士課程、後公大さんに多大なご協力を頂きましたことを深く感謝いたします。さらに、マグネシウム合金ステントが血管に挿入する際に血管の力学的性質に関する実験では、昨年に修士課程を修了された北川陽菜さんに感謝いたします。

本研究における負荷反転試験では、卒業生である西江勝哉さんと森佳太さんには大変なお世話になりました。負荷反転試験の実験データは両君の努力によるところが大きいです。そして、研究を進めるにあたり、ご支援、ご協力を頂きながら、ここにお名前を記すことが出来なかった多くの方々に心より感謝申し上げます。

最後に、博士課程の時に生活費および学費を支えて父と、博士課程入学を承諾し終始支えてくれた、長崎にいらっしゃる母に心から感謝を申し上げます。

## 論文等リスト

### 1. 学術論文 (査読有)

- [1] 趙 薪茗, 清水一郎, 後 公大, 和田 晃, 北川陽菜, 中井賢治: AZ31 マグネシウム合金薄肉円管における変形双晶を援用した局所力学的性質制御の試み, 実験力学, 20 巻 2 号, pp. 131-138 (2020 年 6 月).
- [2] Haruna Kitagawa, Ichiro Shimizu, Akira Wada, Tatsuyuki Nakatani, Xinming Zhao and Takashi Tamura: *Finite Element Study on Influence of Stent Deployment upon Mechanical Response of Coronary Artery*, *Advanced Experimental Mechanics*, Vol. 5, pp. 128-134 (2020-8).

### 2. Proceedings など

- [1] Xinming Zhao, Ichiro Shimizu and Akira Wada: *Experimental Study on Mechanical Property Control in Local Area of AZ31 Magnesium Alloy Thin-Walled Circular Tube*, *Proceedings of the 13th International Symposium on Advanced Science and Technology in Experimental Mechanics*, Kaohsiung, Taiwan, (2018-10-31), Paper No. F05055 in USB, 4 pages.
- [2] Haruna Kitagawa, Ichiro Shimizu, Akira Wada, Tatsuyuki Nakatani, Xinming Zhao and Takashi Tamura: *Influence of Stent Deployment on Mechanical Response of Coronary Artery*, *Proceedings of the 14th International Symposium on Advanced Science and Technology in Experimental Mechanics*, Tsukuba, Japan, (2019-11-2), No. A066, Paper No. FL374 in USB, 4 pages.

### 3. 学会発表など (本人発表分のみ)

- [1] 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.
- [2] 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, 日本実験力学学会 2017 年度年次講演会, 講演番号 B112 (2017 年 8 月 28 日), 53-54.
- [3] 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

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.

[4] 趙 薪茗, 清水一郎, 和田 晃: 変形双晶を援用した AZ31 マグネシウム合金円管局所領域の力学的特性制御の試み, 日本実験力学会 2018 年度年次講演会, 講演番号 B104 (2018 年 8 月 27 日), 41-42.

[5] 趙 薪茗, 清水一郎, 後 公大, 和田 晃: 予変形によって変形双晶を発現させた AZ31 マグネシウム合金薄肉円管の力学的挙動, 軽金属学会中国四国支部第 11 回講演大会, 講演番号 4 (2019 年 8 月 3 日), p. 6.

[6] 趙 薪茗, 清水一郎, 後 公大, 和田 晃: 変形双晶の発現による AZ31 マグネシウム合金薄肉円管の機械的性質変化, 日本金属学会中国四国支部第 45 回若手フォーラム, (2019 年 11 月 29 日), 講演番号 7, ポスターセッション.

[7] 趙 薪茗, 清水一郎: チューブエンドフレア試験による AZ31 マグネシウム合金薄肉円管の円周方向力学的性質評価に関する検討, 日本機械学会中国四国支部第 58 期総会・講演会, 講演番号 02c3 (2020 年 3 月 6 日), 2 pages in CD-ROM.

#### 4. その他 (受賞など)

[1] 軽金属学会中国四国支部第 11 回講演大会優秀講演賞 (第 93 号)