

科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 29 年 5 月 25 日現在

機関番号：11301

研究種目：挑戦的萌芽研究

研究期間：2015～2016

課題番号：15K14151

研究課題名(和文) 転位・双晶ハイブリッド型制振効果による広周波数域対応 + 二相Mg合金の創製

研究課題名(英文) Damping property of Mg-Sc alloys using a hybrid model of dislocation and twin

研究代表者

安藤 大輔 (ANDO, DAISUKE)

東北大学・工学研究科・助教

研究者番号：50615820

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 3,000,000円

研究成果の概要(和文)：本課題はMg-Sc合金においてマルテンサイト変態を利用し、転位型の制振性と双晶型の制振性を併せ持った高周波域対応制振合金を創製する目的で行い、研究期間内においては、(1)マルテンサイト変態に対する組成依存性の影響、(2)HCP単相・BCC単相合金の制振特性の評価、(3)良好な制振特性を得るための最適組織の確立の三点を目標に実験を行った。
その結果、マルテンサイトの変態温度はSc濃度に著しく依存することが分かった。また、二元系ではBCC相が柔らかいために転位が発生して、マルテンサイト変態による制振性が効率よく生じていないことが分かった。今後はBCC相を添加元素などにより硬化させる試みが必要である。

研究成果の概要(英文)：We proposed a novel damping material with hybrid model of dislocation type and twin type using Mg-Sc alloys which can do Martensitic transformation. In this research period, we tried to clear the composition dependence on Martensitic transformation, the damping properties of HCP and BCC phase, and the optimized microstructure with good damping in Mg-Sc binary alloy. The Martensitic temperature strongly depends on the Sc composition. Furthermore, the martensitic temperature is ambient temperature in Mg-18.6at%Sc. However, the bcc phase is too soft to occur Martensitic transformation without dislocation. Therefore, we would like to propose third element addition for solid solute strengthening of BCC phase. The BCC phase can transform to HCP without variant selection. Therefore, we can make single hcp alloy with random crystal orientation.

研究分野：金属材料科学

キーワード：マグネシウム スカンジウム 制振材料 転位型 双晶型 マルテンサイト変態

1. 研究開始当初の背景

制振・防振金属材料は振動エネルギーを金属組織中で内部摩擦により熱として発散することで振動・騒音を大きく減らす機能を持っている。その内部摩擦機構は、大きく分けて転位型、双晶型がある。転位型はすべり転位と不純物原子の相互作用、双晶型は熱弾性マルテンサイトの双晶境界、又は母相とマルテンサイト相との境界の移動に伴うエネルギー損失により振動を抑えている。HCP 構造の Mg 合金は転位型であり、制振材料の中で最も高い減衰能を有するものの強度に劣っている[1]。一方、Ni-Ti などマルテンサイト変態をする合金は双晶型で比較的良好な減衰能と高強度を併せ持っているが、加工性に乏しく、高密度で重いという欠点がある[2]。

そんな中、申請者はごく最近、図 1,2 に示すように Mg-Sc 合金の BCC 相において応力誘起変態によりマルテンサイト的な双晶が得られることを見出した。もしこの BCC/HCP 二相合金中において、HCP 相内で Mg 特有の転位型、BCC 相内で相変態による双晶型の制振効果を得られれば、ダブルの制振効果となり、超軽量で高強度な制振合金を得られる可能性があると考えた。この合金の密度は 2 g/cm^3 程度と従来報告されている双晶型制振合金の $1/3\text{-}1/4$ と超軽量であり、自動車部材や航空宇宙産業など軽量化が望まれる分野への適用が大いに期待できる。

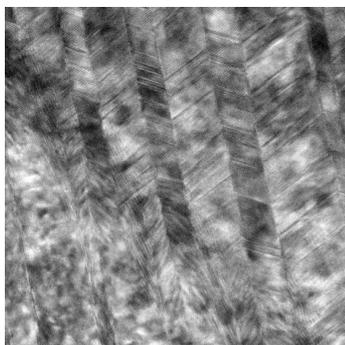


図 1. 応力誘起変態によるマルテンサイトの双晶変形の TEM 像

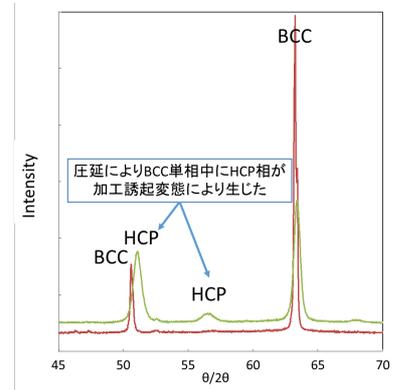


図 2. 圧延時に BCC HCP 変態が生じた可能性を示す XRD 結果

本アイデアは若手研究 (B) 「(Mg,Sc)規則 BCC 相を利用した Mg 合金の高強度化」の研究中に、BCC 単相合金を圧延した前後の XRD 結果を見比べたところ、応力誘起変態して HCP 相が生成されている可能性(図 2)に偶然気づいたことから着想した。詳細な組織観察から Ti 系合金で観察されるマルテンサイト変態に伴う双晶変形[3,4]に極めて類似したプレート状生成物の形成を確認(図 1)し、Mg-Sc 合金は BCC 相で BCC HCP マルテンサイト変態が生じる事を強く示唆する結果を得た。Mg 合金において、BCC+HCP 二相組織を有するのは Mg-Li 合金でのみ報告されているが、BCC/HCP マルテンサイト変態するという報告例はない。もし、本提案 BCC/HCP 二相 Mg-Sc 合金で、転位型の制振合金として有名な Mg 合金中に、マルテンサイト変態に伴う双晶変形が生じれば双晶型の制振効果も得られ、ダブルの制振効果になることが期待される(図 3)。さらに、Mg は低ひずみ・高周波数領域の制振性に優れるのに対して、マルテンサイト変態型双晶変形は高ひずみ・低周波数領域の制振性に優れることから、本合金はハイブリッド型の制振特性を示し、広範囲のひずみ域・周波数域に対応する制振材料になりうる(図 4)。ハイブリッド型の制振材料は複合材料においては提案されているが、1つの材料で両方の性質を持たせようという試みは過去になく、斬新なアイデアである。しかし

ながら、Mg 基において BCC/HCP マルテンサイト変態が生じるという現象自体が極めて稀有であり、まずは Sc 添加量に対する応力誘起マルテンサイト変態の有無や熱弾性特性が得られるかなどクリアすべき課題は多く、チャレンジ性の高い研究である。

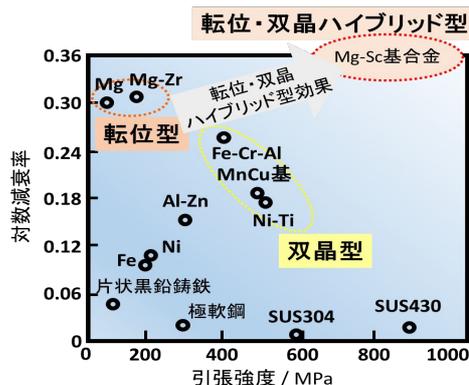


図 3. 従来制振合金の制振特性と提案合金が目指す高性能化

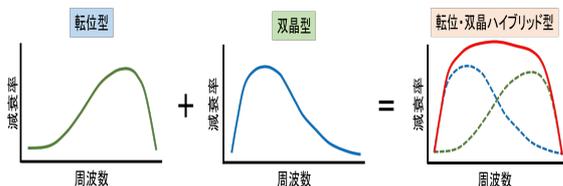


図 4. 本提案合金が転位型・双晶型のハイブリッドな制振特性が得られた場合に考えられる互いの長所を活かした減衰率 vs 周波数の関係

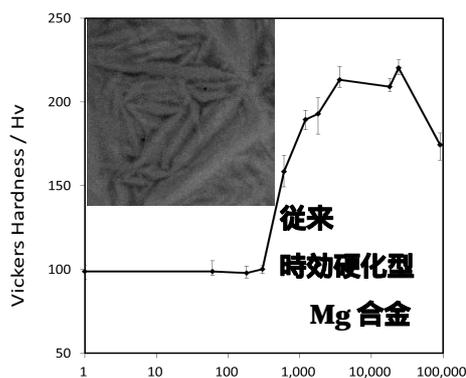


図 5. 時効熱処理に伴う著しい硬化とその時の極微細 BCC/HCP 二相組織像

提案合金は図 5 で示すように時効熱処理により極微細な BCC/HCP 二相組織が得られ、231.5Hv と従来の時効硬化型 Mg 合金の約 2-4 倍以上も硬く、Mg 基合金では世界最高の硬さ

である。この二相組織の引張強度は 700 ~ 800MPa であると見積もられ、また、本合金の比重は 2 g/cm³ と他の双晶型に比べて群を抜いて軽いことから、転位型と双晶型のハイブリッドな制振特性が得られれば、図 3 で示すように高強度と高い制振性を兼ね備えた超軽量高性能制振合金になり得るといふ卓越した成果が期待できる。

2. 研究の目的

本目的は転位型・双晶型ダブル制振効果を用いた超軽量高強度 BCC/HCP 二相 Mg-Sc 制振合金の創製であり、期間内に同合金の制振特性の計測に加え、応力誘起変態が生じる温度域や熱誘起マルテンサイト変態が生じるか、BCC/HCP 変態の可逆性など基礎的知見を得ることを行う。また、Mg 合金において BCC/HCP 変態は過去に報告例がなく、それ自体学術的に極めて興味深いと考える。

本申請は転位型・双晶型ハイブリッド制振合金創製のため、以下の 3 点に絞って研究を行う。

- (1) BCC/HCP 応力誘起・熱誘起変態能に対する組成依存性の影響
- (2) HCP 単相・BCC 単相合金の制振特性の評価
- (3) 良好な制振特性を得るための最適 BCC/HCP 二相組織の確立

以上を明らかにし、Mg-Sc 系合金を用いてこれまでに報告された例のない転位・双晶ハイブリッド型制振合金の高制振特性化、ならびに高強度化の材料学的指針を確立し、かつてない超軽量・高性能制振 Mg 合金を創製することを旨とする。

3. 研究の方法

Mg-Sc 合金は高周波溶解炉を用いて作製した。しかし、合金の母体となる Mg の沸点 (1091)が Sc の融点 (1541)よりも著しく低く、さらに Mg の飽和蒸気圧が低いこと、

Mg や Sc が活性金属であるためにつぼと反応してしまうなど解決すべき課題が多かった。最終的には、熱伝導性の良い He 雰囲気の下で高周波溶解を行うことで Mg の揮発を防ぎ、高純度アルミナつぼ(99.9%)を用いることで溶解が可能となった。

得られた試料に 600 で均一化熱処理を行い、熱間圧延、冷間圧延を施し、最終的に 0.5mm 厚の板材を作製した。マルテンサイト変態が生じる温度は、液体窒素下で試料に曲げ加工を加えマルテンサイト変態させた後に、外気中に出すことで試料の温度を上昇させ、形状が回復し始める温度と終了する温度を計測することで求めた。正確な温度に関しては、In-situ XRD を降温・昇温をしながら行い、BCC 相から orthorhombic 相のマルテンサイト相が形成されることから確認した。

制振特性の評価は、ナノインデンテーションの内耗試験を、各組成の各結晶構造に対して行い評価した。

良好な制振特性を得るための最適 BCC/HCP 二相組織の確立を行うために様々な加工熱処理工程を経た試料を SEM/EBSD 観察することで結晶配向情報を得て評価を行った。

4. 研究成果

(1) BCC/HCP 応力誘起・熱誘起変態能に対する組成依存性の影響

Mg-Sc 二元系合金において BCC/HCP マルテンサイト変態が生じる温度は Sc 濃度に著しく依存しており、1 at% で 100 ほど変化することが分かった。その結果、Sc 濃度の調整によって液体窒素温度から室温を少し超えるあたりまでの温度範囲において、双晶型制振特性に必要な BCC 相から HCP 相へのマルテンサイト変態を熱的に生じさせられることが分かった。

(2) HCP 単相・BCC 単相合金の制振特性の評価

同材料において BCC 単相、BCC/HCP 二相、HCP 単相で内耗試験を調査した結果、HCP 単相の結果が最もよく、次いで BCC/HCP 二相、BCC 単相の順に特性が落ちてしまった。HCP 単相では従来の制振マグネシウム合金と同様に転位型の制振性が得られているが、BCC 相を含む試験片ではその効果が小さくなって制振性が落ちてしまった。BCC 相では応力誘起による双晶型の制振性を期待したが、本試験による応力負荷ではマルテンサイト変態が誘起されなかった可能性がある。Sc 濃度を適正化すれば、室温付近でもマルテンサイト変態が起こるはずであるが、母相が柔らかいため BCC 中でも転位が生じてしまい、マルテンサイト変態を妨げている可能性がある。

(3) 良好な制振特性を得るための最適 BCC/HCP 二相組織の確立

(2)の結果より、HCP 単相の方が良い制振特性が得られたため、今回は成形性の良い Mg 合金に必要な不可欠であるランダム配向を持つための手法の確立を目指した。

通常、BCC/HCP が加工や熱処理によって生じる場合、ある特定のバリエーションが形成されることが報告されている。しかしながら、本合金では、そのバリエーション選択制がないために 12 タイプが全て形成されていた。つまり、初期の BCC 相がたとえ圧延によって集合組織化したとしても、BCC/HCP 変態を行わせることで比較的ランダムな HCP 単相合金を作製出来ることが分かった。もちろん、初期の BCC 相がランダム配向であるほど、BCC/HCP 変態後にはよりランダム配向な HCP 単相合金となる。Mg 単相合金において、圧延や押出などの加工熱処理によって底面集合組織が顕著になればなるほど延性が低下することが報告されていることから、本合金は延性に優れ、かつ制振性に優れた Mg 合金であると言える。

<引用文献>

- [1] Matsuda M et al., Mater. Sci. Eng. A, **393**, 1-2, 269(2005)
- [2] Metenier P et al. , Mater. Sci. Eng. A, **125**, 2, 195 (1990)
- [3] Y. Liu et al. Mater. Sci. Eng. A **273**, 679 (1999).
- [4] M. Matsuda et al. Mater. Trans. **52**, 2016 (2011).

5. 主な発表論文等

(研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線)

[雑誌論文](計0件)

[学会発表](計3件)

“ マグネシウム系形状記憶合金 ”

須藤祐司、小川由希子、安藤大輔、小池淳一
SMA シンポジウム 2016「先進機能材料・先進生体材料としての形状記憶合金の用途開発」
(招待講演), 横浜市立大学、神奈川, 2016年11月11日

“ BCC+HCP 二相組織を有する Mg-Sc-Zn 合金の機械的性質 ”

竹内悠太、小川由希子、安藤大輔、須藤祐司、小池淳一
日本金属学会 2016 年秋期講演大会, 大阪大学, 大阪, 2016 年 9 月 21 ~ 23 日

“ Microstructure and Mechanical Properties of High Strength BCC/HCP dual phase Mg-Sc Alloys ”

Daisuke ANDO, Yukiko OGAWA, Tetsu SUZUKI, Yuji SUTOU, Junichi KOIKE
FiMPART2015, Hyderabad, India, 12-15 June 2015

[図書](計0件)

[産業財産権]

出願状況(計0件)

取得状況(計0件)

[その他]

ホームページ等

6. 研究組織

(1)研究代表者

安藤 大輔 (ANDO, DAISUKE)

東北大学・大学院工学研究科・助教

研究者番号: 50615820

(2)研究分担者 なし

(3)連携研究者

小池 淳一 (KOIKE, JUNICHI)

東北大学・未来科学技術共同センター・教授

研究者番号: 10261588

須藤 祐司 (SUTO, YUJI)

東北大学・大学院工学研究科・准教授

研究者番号: 80375196

(4)研究協力者 なし