

令和 5 年 6 月 14 日現在

機関番号：23201

研究種目：基盤研究(C) (一般)

研究期間：2018～2022

課題番号：18K04755

研究課題名(和文) マグネシウム合金中の階段状c転位の形成メカニズムと林転位強化への展開

研究課題名(英文) Formation mechanism of stair-like c-dislocation and development to the forest-dislocation hardening in magnesium alloys

研究代表者

鈴木 真由美 (Suzuki, Mayumi)

富山県立大学・工学部・教授

研究者番号：20292245

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 3,400,000円

研究成果の概要(和文)：マグネシウム(Mg)の高温長時間(クリープ)強度向上には、希土類元素の添加が有効である。しかしながら希土類元素の微量添加の効果は実用化温度域を超える高温域に限られ、実用化温度域で高温強度を得るためには、析出物を導入できる高濃度の添加が必要である。本研究ではMg-Y系希薄固溶体に対して塑性変形時に導入される林転位を用いた $0.5T_m$ (T_m ：融点)以下の温度での長時間強度改善の可能性について検討した。その結果、林転位による強化は変形のごく初期に留まり、長時間強度にはむしろ弱因子として作用することが明らかとなった。また、その要因として高温下でのa転位とc転位の再結合機構が提案された。

研究成果の学術的意義や社会的意義

本研究課題の目的の一つである階段状林立c転位の導入起源を明らかにし、また、階段状c転位と可動a転位の再結合による非底面すべりの再活性化の可能性を見出すことができた。この結果は研究開始時には予想していなかったもので、当初目的に掲げていた林転位強化とは逆の方向(すなわち弱因子)の効果をもたらす結果となったが、マグネシウムのような塑性加工が比較的困難な材料に対して転位の再結合を利用し、その加工性を改善できる可能性を得ることが出来た。

研究成果の概要(英文)：The addition of rare earth elements is effective to improve high-temperature long-term (creep) strength of magnesium (Mg). However, the effect of solid solution hardening of rare earth elements is limited to the high-temperature range above the temperature range for practical use, and high alloying content that can introduce precipitates is required to achieve the strength at elevated temperatures for practical use. In this study, the strengthening effect of the forest c-dislocations introduced by plastic deformation in Mg-Y-based dilute solid solutions at temperatures below $0.5T_m$ (T_m : melting point) was investigated. The strengthening by the forest c-dislocations is limited to the very early stage of creep deformation and acts rather as a weakening factor on the long-time creep strength. The recombination mechanism of a- and c-dislocations at elevated temperatures was proposed as a possible factor.

研究分野：材料強度学

キーワード：林転位 非底面すべり クリープ機構 転位再結合

1. 研究開始当初の背景

応募者はこれまでマグネシウム (Mg) へ希土類元素の一種であるイットリウム (Y) を添加した際、合金内で積層欠陥が多数形成されることを見出したことを端に、科学研究費補助金 (平成 24~26 年度 基盤研究(C)) を用いた研究で、Y 添加による Mg 合金の積層欠陥エネルギーの低下と耐クリープ特性の改善機構を明らかにした。その成果の中で、Mg に認められる二種類の転位クリープ機構が発現する温度範囲が Y 添加により大きく変化すること、500 K 近傍でクリープ中の転位組織に変化が生じる一方で、みかけのクリープパラメータに変化がないこと、結晶粒内に均一に導入された階段状 *c* 転位が塑性変形を担う *a* 転位と強い相互作用を生じていることを見出した。高温強度に優れたマグネシウム合金としては、当時 Y 量を 2mol%以上に増加させることで長周期積層構造相 (LPSO 相) を材料内に導入した LPSO 型合金が注目されていたが、Mg への希土類元素使用量はコストや資源・リサイクル等の観点からなるべく低い方が望ましく、第二相を含まない固溶体材料の実用温度での高温強度改善が達成されればこれまでにない成果をもたらす。階段状 *c* 転位は *a* 転位の主すべり面である(0001)面を貫通するように導入されており、階段状 *c* 転位を意図的に導入することで固溶体合金において強度の向上が見込めるのではないかと着想した。階段状 *c* 転位は不動であり、その導入機構が不明であること、林転位の存在がマグネシウムのクリープ変形機構にもたらす影響についての報告例も少なく、学術的にも興味深い現象であった。

2. 研究の目的

本研究では希薄 Mg-Y 基固溶体合金を対象とし、塑性変形時に導入される特異な階段形状を持つ不動化された *c* 転位の導入起源を力学試験と透過型電子顕微鏡による転位組織解析から明らかにすることを目的とした。また、これら階段状の *c* 転位が Mg における最も容易な底面すべりに対する強い障害として作用し得ることを利用し、階段状の *c* 転位の分布や形状を制御することで通常大幅な強化が望めない希薄固溶体合金に対して、室温~実用目標耐熱温度である 200°C近傍の広い温度範囲における強度改善を目指した。

3. 研究の方法

(1) 供試材と階段状 *c* 転位の導入起源・形成過程

本研究では結晶粒内部に階段状 *c* 転位が導入可能な Mg-0.3Y 合金および 0.87Y (いずれも mol%) 合金に亜鉛を 0.02mol%添加した Mg-Y-Zn 三元固溶体合金で検討を行った。上記 2 種類の合金では応募者の研究グループ内で 500~650 K (0.54~0.70 T_m ; T_m は融点) 以上のクリープデータが蓄積されており、より高温域でのクリープ強度が研究開始時に実験的に明らかとなっている。

室温ならびに高温クリープ条件にて供試材に塑性変形を加え、階段状 *c* 転位の導入の可否を調査した。高温クリープ温度は 450~500 K (0.48~0.54 T_m)とした。また、変形後の試料に 450~480 K の熱処理を施し階段状 *c* 転位の熱的安定性について検討した。なお、研究実施中に階段状 *c* 転位が高温変形時に弱化因子として作用する可能性が濃厚となったため、クリープ条件での *c* 転位導入下限応力の検討については実施せず、階段状 *c* 転位の導入条件については室温変形を中心に行った。

(2) 階段状 *c* 転位の不動化の検証と定量化

階段状 *c* 転位の不動化は異なる面への交差の頻度が高く、かつそれぞれの面上の線分長が長い程顕著となると考えられるため、階段状 *c* 転位の交差頻度と底面および非底面上の *c* 転位の線分長を測定し、温度・時間および応力負荷の影響を調査した。

(3) 階段状 *c* 転位と変形 *a* 転位との相互作用と林転位がクリープ強度に与える影響

クリープ変形後の試料を中心に、TEM を用いた変形転位下部組織観察を行い、(3)や(1)で延べた高温領域のクリープデータの外挿点とも比較し、材料中に導入した林転位がクリープ変形に与える影響について検討した。

4. 研究成果

(1) 階段状 *c* 転位の導入起源・形成過程

階段状 *c* 転位は塑性変形を用いて導入することが可能であったが、その条件は Y 濃度に強く依存した。Y 濃度が低い Mg-0.3Y-0.02Zn 合金においては、室温で 15%程度塑性変形をさせることで階段状 *c* 転位を導入することができたが、非底面での線分長が短く、一方で *a* 転位密度が著しく高くなる。一方で、この合金では 450~500 K のクリープ中に粒内に非底面線分長が長い階段状 *c* 転位が導入される。階段状 *c* 転位の密度はクリープひずみの増加に伴い、増加する傾向が認められた。一方で、Mg-0.87Y-0.02Zn

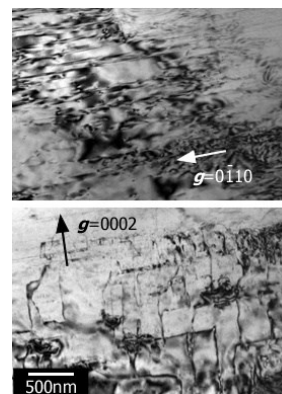


図 1 階段状 *c* 転位 (下図)

合金では室温下での 15%程度の塑性変形で階段状 c 転位の導入が確認できた (図 1). なお, 10%程度あるいはそれ以下の変形では粒内の c 転位密度の導入は僅かであり, c 転位導入効果の検討には適さず, 一方で, 室温変形量を増加させると底面 a 転位密度も著しく増加して組織観察による定量化が困難となるため, Mg-0.87Y-0.03Zn 合金への c 転位導入を目的とした室温変形量は 15%近傍に固定することとした. 高温クリープ条件(100 MPa)では 480 K にて一部の結晶粒内に図 1 と同様な階段状の c 転位が認められたが, 450 K では階段状 c 転位はほとんど確認できなかった. なお, a 転位の多くは底面上をすべり運動しており, 非底面すべりは生じたとしてもごく一部であり, 緩和的なものに留まっていた. 一方で, c 転位は底面 ((0001)面)ならびに非底面上にジグザグの形状 (階段状) に導入されている. 底面と c 転位のバーガースベクトルが直交することから, 塑性変形時にこの形状の c 転位がすべり運動で直接導入されることは不可能であり, マグネシウムの 1 次あるいは 2 次錐面で活動した $a+c$ 転位が速やかに a 転位と c 転位に分解し, 不動化した c 転位が残留したものと考えられる. 本合金では第 3 元素である Zn が僅かに添加されているものの, 室温変形における錐面すべりの活性化と Y 濃度の関係については Takemoto らの報告[1]とも一致している.

(2) 階段状 c 転位の不動化の検証と定量化

階段状 c 転位と底面の交差頻度と, 底面および非底面上の c 転位の線分長を測定したところ, 階段状 c 転位を仮に点状の強固な障害物として見積ったオロワン応力はクリープ応力(100MPa)の 1/5 程度であり, ほとんど寄与しない. 一方で, 定数 α を 1.21 とした林転位強化の式 ($\sigma_f = \alpha M G b \sqrt{\rho_f}$: ただし M はテイラー因子($M \sim 3$), G は剛性率, b はバーガースベクトルの大きさ, ρ_f は転位密度) にて林転位強化能を見積ると σ_f は 100MPa 以上の値となった. このことは, 階段状 c 転位を導入した材料のクリープの初期強度が溶体化処理材と比べて明らかに高いことと一致している. 一方で, 高温下では階段状 c 転位の熱的安定性も重要となる. 静的熱処理の結果, Mg-0.87Y-0.02Zn 合金にて室温で導入された階段状 c 転位の密度は 480 K の温度下で速やかに低下した (図 2). 一方で 450 K 以下では c 転位は熱処理後も形状を変えずに安定であった. なお, 前述の通り Mg-0.87Y-0.02Zn 合金については 450 ~ 480 K のクリープ中に動的に導入される c 転位密度は導入された場合でも僅かであるため, Mg-0.87Y-0.02Zn 合金のクリープ中に動的に導入される c 転位については本実験では無視できることが確認できた. そのため, 階段状 c 転位の導入に必要な室温塑性変形と底面 a 転位によるすべり運動が主たる変形モードとなる 450 ~ 480 K でのクリープを独立に実施できる Mg-0.87Y-0.02Zn 合金にて検討を行った.

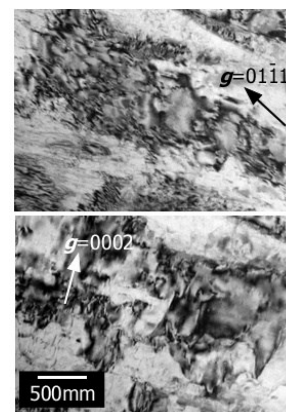


図 2 熱処理による階段状 c 転位の減少 (下図)

(3) 階段状 c 転位と変形 a 転位との相互作用と林転位がクリープ強度に与える影響

Mg-0.87Y-0.02Zn 合金を用いて 450 K にて $2 \times 10^{-8} \text{ s}^{-1}$ 以下のクリープ条件にてクリープ中の転位組織を確認したところ, 階段状 c 転位はクリープ開始直後には粒内に存在するものの, 48h 以内にその転位密度は急激に低下し, 底面 a すべりに対する障害物としての効果はほとんど見出せないことがわかった. また, Mg-0.3Y-0.02Zn 合金を用いた検討から, これらの c 転位は予クリープで導入された場合であっても強化には寄与しないこともわかった. なお, Mg-0.3Y-0.02Zn 合金に予クリープを行って階段状 c 転位を導入したサンプルの室温強度は明らかに増加することから, これらの弱化は高温変形特有の現象であることがわかった.

クリープ材の転位組織からは度々階段状の c 転位に a 転位がタングルしている状態が確認できることから, この状態から c 転位の非底面上ならびに底面上の線分長を低下する機構が働くものと思われる. また, c 転位密度の低下はクリープ応力の増加によって促進されること, クリープ中の a 転位は底面すべりが中心であるものの, 部分的に非底面上を活動するものもあることから, 階段状 c 転位に底面をすべり運動している a 転位が近付くと, a 転位が緩和を目的とした非底面すべりを生じることで $a+c$ 転位に再結合し, 1 次錐面上をすべり運動することで, 可動化し, その密度を低下させている可能性が示唆された (図 3). 一方で, 本実験条件ではクリープ後の試料内部に明瞭な

$a+c$ 転位はほとんど確認できず, 再結合した $a+c$ 転位の運動様式について本研究実施期間内に明らかにできなかったため, これらの $a+c$ 転位を活用したマグネシウム合金の 200°C近傍の加工性改善への展開も視野に入れ更なる検討を進めたい.

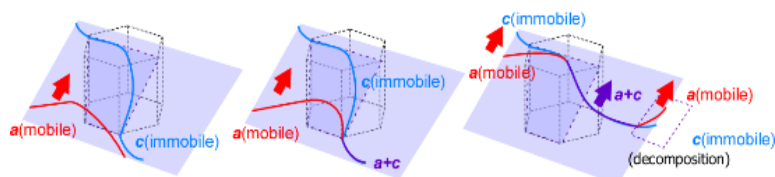


図 3 a 転位との再結合による階段状 c 転位の可動化機構

<引用文献>

[1] K. Takemoto et al: Mater. Trans. 61(2020). 935

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計1件（うち査読付論文 1件 / うち国際共著 0件 / うちオープンアクセス 0件）

〔学会発表〕 計32件（うち招待講演 11件 / うち国際学会 12件）

1. 発表者名 鈴木真由美, 谷口龍太郎, 中村衣里
2. 発表標題 階段状c転位が導入されたMg-Y-Zn希薄固溶体のクリープ強度
3. 学会等名 公益社団法人 日本金属学会2022年春期講演（第170回）大会
4. 発表年 2022年～2023年

1. 発表者名 鈴木真由美, 山本晃大, 谷口龍太郎
2. 発表標題 非底面上c 転位を含むMg-0.87Y-0.02Zn合金の0.5Tm近傍でのクリープ変形
3. 学会等名 公益社団法人 日本金属学会2023年春期講演（第172回）大会
4. 発表年 2023年

1. 発表者名 M. Suzuki, D. Sugita
2. 発表標題 Effects of step-like c-dislocations on compression strength in Mg-Y-Zn ternary solid solution alloys
3. 学会等名 International Conference on Processing & Manufacturing of Advanced Materials, Processing, Fabrication, Properties, Applications (THERMEC'2021) (国際学会)
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 M. Suzuki, D. Asahara, T. Yamaguchi
2. 発表標題 Effects of Pre-strain and Heat-treatment on Compression Strength and Microstructures in Long Period Staking Ordered Type Mg-Zn-Y Alloy
3. 学会等名 International Conference on Processing & Manufacturing of Advanced Materials, Processing, Fabrication, Properties, Applications (THERMEC'2021) (国際学会)
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 M. Suzuki, D. Sugita
2. 発表標題 Effects of pre-straining on high temperature creep strength in magnesium alloys
3. 学会等名 15th International Conference on Creep and Fracture of Engineering Materials and Structures (招待講演) (国際学会)
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 M. Suzuki
2. 発表標題 Effects of Pre-straining and Heat-treatment on Compression Strength and Microstructure in Long Period Stacking Ordered Type Mg-Zn-Y Alloys
3. 学会等名 10th International Conference on Engineering and Innovative Materials (ICEIM 2021) (招待講演) (国際学会)
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 鈴木真由美
2. 発表標題 マグネシウム基合金の高温変形挙動
3. 学会等名 2021年度高温材料の変形と破壊研究会
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 鈴木真由美, 中村衣里
2. 発表標題 Mg-Y-Zn基希薄固溶体の階段状c転位が高温強度に及ぼす影響
3. 学会等名 一般社団法人 軽金属学会 第141回秋期大会
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 鈴木真由美, 谷口龍太郎, 中村衣里
2. 発表標題 階段状c転位が導入されたMg-Y-Zn希薄固溶体のクリープ強度
3. 学会等名 公益社団法人 日本金属学会2022年春期講演(第170回)大会
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 M. Suzuki
2. 発表標題 Effects of Pre-Straining on High Temperature Creep Strength in Magnesium Alloys
3. 学会等名 9th International Conference on Engineering and Innovative Materials (ICEIM 2020) (招待講演) (国際学会)
4. 発表年 2020年

1. 発表者名 鈴木真由美, 杉田大介
2. 発表標題 Mg-Y-Zn基希薄固溶体中に導入された非底面上c転位の熱的安定性ならびに強度への影響
3. 学会等名 一般社団法人 軽金属学会 第139回秋期大会
4. 発表年 2020年

1. 発表者名 M. Suzuki, D. Sugita
2. 発表標題 Effects of step-like c-dislocations on compression strength in Mg-Y-Zn ternary solid solution alloys
3. 学会等名 International Conference on Processing & Manufacturing of Advanced Materials (Thermec' 2021) (国際学会)
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 M. Suzuki, T. Yamaguchi, K. Hagihara
2. 発表標題 Effects of Pre-straining and Heat Treatment on Room Temperature and Creep Strength in a Long Period Stacking Ordered Type Mg-Zn-Y Alloy
3. 学会等名 12th International Conference on Magnesium Alloys and their Applications (Mg 2021) (国際学会)
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 M. Suzuki, D. Sugita
2. 発表標題 Creep Behavior of Mg-Y-Zn Ternary Dilute Solid Solution Alloys
3. 学会等名 15th International Conference on Creep and Fracture of Engineering Materials and Structures (招待講演) (国際学会)
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 M Suzuki
2. 発表標題 Effects of Pre-straining and Heat-treatment on Compression Strength and Microstructure in Long Period Stacking Ordered Type Mg-Zn-Y Alloys
3. 学会等名 10th International Conference on Engineering and Innovative Materials (ICEIM 2021) (招待講演) (国際学会)
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 鈴木真由美
2. 発表標題 マグネシウム合金の高温クリープ挙動とその強化
3. 学会等名 一般社団法人 軽金属学会 第136回春期大会 (招待講演)
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 山口達也, 鈴木真由美, 萩原幸司
2. 発表標題 長周期積層構造型Mg-Zn-Y基一方向凝固材の強度におよぼす予ひずみ付加と熱処理の影響
3. 学会等名 一般社団法人 軽金属学会 第136回春期大会
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 鈴木真由美, 杉田大介, 土田成希, 近藤史樹
2. 発表標題 予ひずみ付加によるMg-Y-Zn希薄固溶体中の階段状c転位の導入とクリープ強度
3. 学会等名 一般社団法人 軽金属学会 第136回春期大会
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 M. Suzuki
2. 発表標題 Effects of Straining and Heat-Treatment on Compression and Creep Strength in Magnesium based Alloys
3. 学会等名 2019 8th International Conference on Engineering and Innovative Materials (ICEIM 2019) (招待講演)
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 D. Sugita, M. Suzuki
2. 発表標題 Creep behavior and effects of the forest c-dislocation in Mg-Y-Zn Dilute Solid Solution Alloys
3. 学会等名 2019 8th International Conference on Engineering and Innovative Materials (ICEIM 2019)
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 杉田大介, 鈴木真由美
2. 発表標題 Mg-Y-Zn希薄固溶体の強度に及ぼす林転位の影響
3. 学会等名 一般社団法人 軽金属学会 第137回秋期大会
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 鈴木 真由美
2. 発表標題 マグネシウム基合金の高温変形挙動とマイクロ組織制御による機械的性質の改善
3. 学会等名 第56回富山大学材料研究会 (招待講演)
4. 発表年 2020年

1. 発表者名 日本金属学会2020年春期 (第166回) 講演大会
2. 発表標題 Mg-Y-Zn希薄固溶体中の階段状c転位の熱的安定性ならびに強度への影響
3. 学会等名 鈴木 真由美, 杉田大介
4. 発表年 2020年

1. 発表者名 Mayumi Suzuki, Naruki Tsuchida, Fumiki Kondo
2. 発表標題 Effects of yttrium contents on creep strength in Mg-Y-Zn ternary solid solution alloys
3. 学会等名 International Conference on Processing & Manufacturing of Advanced Materials (Thermec' 2018) (招待講演) (国際学会)
4. 発表年 2018年

1. 発表者名 Mayumi Suzuki, Daisuke Sugita, Fumiki Kondo
2. 発表標題 Temperature dependence of creep behavior in low-stacking fault energy type Mg-Y based solid solution alloys
3. 学会等名 7th International Conference on Engineering and Innovative Materials (ICEIM 2018) (招待講演) (国際学会)
4. 発表年 2018年

1. 発表者名 鈴木真由美
2. 発表標題 希薄Mg-Y-Zn基合金のクリープ強度に及ぼす面状積層欠陥の影響
3. 学会等名 公益社団法人 日本金属学会 2018年秋期(第163回)講演大会
4. 発表年 2018年

1. 発表者名 杉田大介, 土田成希, 近藤史樹, 鈴木真由美
2. 発表標題 Mg-Y-Zn希薄固溶体のクリープ挙動と林転位の影響
3. 学会等名 一般社団法人 軽金属学会 第135回講演(秋期)大会
4. 発表年 2018年

1. 発表者名 杉田大介, 土田成希, 近藤史樹, 鈴木真由美
2. 発表標題 Mg-Y-Zn希薄合金のクリープ挙動に及ぼすY濃度の影響
3. 学会等名 第165回 超塑性研究会
4. 発表年 2018年

1. 発表者名 鈴木真由美, 杉田大介, 土田成希, 近藤史樹
2. 発表標題 Mg-Y-基合金のクリープ強度に対する温度の影響
3. 学会等名 M&M 材料力学カンファレンス 2018
4. 発表年 2018年

1. 発表者名 鈴木真由美, 杉田大介, 土田成希, 近藤史樹
2. 発表標題 予ひずみ付加によるMg-Y-Zn希薄固溶体中の階段状c転位の導入とクリープ強度
3. 学会等名 一般社団法人 軽金属学会 第136回講演(春期)大会
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 鈴木真由美, 杉田大介, 土田成希, 近藤史樹
2. 発表標題 マグネシウム合金の高温クリープ挙動とその強化
3. 学会等名 一般社団法人 軽金属学会 第136回講演(春期)大会(招待講演)
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 Daisuke Sugita, Mayumi Suzuki
2. 発表標題 Creep behavior and effects of the forest c-dislocations in Mg-Y-Zn Dilute Solid Solution Alloys
3. 学会等名 8th International Conference on Engineering and Innovative Materials (ICEIM 2019) (国際学会)
4. 発表年 2019年

〔図書〕 計0件

〔産業財産権〕

〔その他〕

-

6. 研究組織

	氏名 (ローマ字氏名) (研究者番号)	所属研究機関・部局・職 (機関番号)	備考
--	---------------------------	-----------------------	----

7. 科研費を使用して開催した国際研究集会

〔国際研究集会〕 計0件

8. 本研究に関連して実施した国際共同研究の実施状況

共同研究相手国	相手方研究機関
---------	---------