

機関番号：82108

研究種目：若手研究(B)

研究期間：2009～2010

課題番号：21760564

研究課題名(和文) ナノ粒子分散微細結晶粒マグネシウム合金の延性破壊機構の解明

研究課題名(英文) Ductile fracture mechanism in fine-grained magnesium alloys with dispersion of fine particles

研究代表者

染川 英俊 (SOMEKAWA HIDETOSHI)

独立行政法人物質・材料研究機構・新構造材料センター・主任研究員

研究者番号：50391222

研究成果の概要(和文)：

三点曲げ靱性試験の変形初期段階では、き裂先端部の微細組織は大傾角粒から亜結晶粒に変化し、変形双晶が形成しないことを FIB/TEM を用いた変形組織観察から確認した。き裂進展経路となる双晶形成を抑制することは、き裂先端の鈍化を可能にするため、靱性向上につながることを明確にした。一方で、ディンプル近傍では、亜結晶粒とナノサイズからなる変形双晶の存在を観察した。これは、第二相粒子が粒子割れや界面剥離などの微少破壊を起こす応力よりも、双晶形成に必要な応力よりも大きいためと考えられる。

研究成果の概要(英文)：

The deformed microstructural observations at the beginning of the three-point bending toughness test showed that the microstructure at the head of the crack-tip composed of high-angle grain boundaries changed to that of sub-grain boundaries without any deformation twins. The prevention of twin formation led to an improvement of fracture toughness in magnesium and its alloys, since the deformation twins generally become the crack-propagation site. On the other hand, the dimple formed region showed the formation of not only sub-grain boundaries but also nano-ordered twins. The reason for the nano-ordered twin formation is that the stress to cause the particle cracking and/or interface fracture is much higher than that to form the twins.

交付決定額

(金額単位：円)

	直接経費	間接経費	合計
2009年度	1,900,000	570,000	2,470,000
2010年度	1,100,000	330,000	1,430,000
年度			
年度			
年度			
総計	3,000,000	900,000	3,900,000

研究分野：工学

科研費の分科・細目：材料工学・構造・機能材料

キーワード：破壊・マグネシウム・双晶・転位・変形組織観察・有限要素解析

## 1. 研究開始当初の背景

マグネシウムは地球埋蔵量が豊富なこと、実用金属材料のなかで最軽量であることなどから、次世代の軽量金属材料として注目されている。一般的に、自動車や鉄道車輛など

の移動用構造部材に適用する場合、安全・信頼性の確保から、「つよく」て「粘りづよい」いわゆる高強度・高靱性を示す素材の開発が望まれている。マグネシウムの低密度に起因し、その比強度は優れた値を示すものの、破

壊れ性値は必ずしも高い値を示さない。実用軽量金属材料の代表として知られるアルミニウムの破壊壊れ性値と比べて半分程度と言われている。マグネシウムの低壊れ性は、結晶構造に起因すると考えられる。すなわち、室温域における転位活動は底面すべりのみで、塑性変形を継続するには、変形双晶の発生が不可欠である。しかし、双晶界面は、一般的な結晶粒界と比べて幾何学的に制限がある。そのため、破壊壊れ性試験のように、き裂先端に大きなひずみ（力）が作用した場合、ひずみ（応力）付与と同時に双晶を形成し、双晶界面がき裂進展経路となり、早期破壊を引き起こす。一方で、最近の研究から、マグネシウムの破壊壊れ性値や破壊形態は、結晶粒径に影響を受けることが分かってきた。結晶粒の微細化は、破壊壊れ性値の向上に寄与するとともに、破壊形態も双晶に起因した脆性的な破壊から延性ディンプル破壊に変化する傾向にある。しかし、変形組織解析などに基づく詳細な報告が存在しないのが現状である。

## 2. 研究の目的

本研究では、主に収束イオンビーム加工(FIB)と透過型電子顕微鏡(TEM)を用いた変形組織観察により、結晶粒微細化による破壊壊れ性値向上の主要因について明らかにするとともに、延性ディンプル破壊機構について解明することを目的とする。

## 3. 研究の方法

本研究で使用した三種類の Mg-Zn/Ca/Yb 二元系合金は、重力鋳造および温間押出加工により創製した。破壊壊れ性試験は、三点曲げ試験片を用い、機械加工により作製した。変形組織解析は、主として TEM を使用し、観察用試料は、精密・微細加工を得意とする FIB 加工により、き裂先端、ディンプル近傍やき裂進展経路などの所定部位から採取し作製した。マグネシウム母相および析出粒子相の硬さと剛性率は、ナノインデンテーションを用いて測定した。また、変形にともなう、き裂先端部のひずみ速度や温度変化は、有限要素法解析(FEM)を用いて算出した。

## 4. 研究成果

### (1) 初期組織と特性

TEM を用いた Mg-Zn/Ca/Yb 押出材の初期組織観察の結果、平均結晶粒径は 2-3  $\mu\text{m}$  で大傾角からなる再結晶組織を示し、双晶やせん断帯などの変形組織は存在しなかった。また、TEM 観察および X 線回折から、 $\text{Mg}_2\text{X}$  (X = Zn, Ca, Yb) からなる第二相析出粒子がマグネシウム母相に分散し、分散粒子の大きさは約 100 nm 程度であることを確認した。ナノインデンテーションにより、第二相粒子の硬さと剛性率は、マグネシウム母相と比べて約 2-3 倍程度

高い値を示すことが分かった。

### (2) き裂先端部

き裂先端部の変形組織観察例を図 1 に示す。なお、変形初期(ポイド形成前)で破壊壊れ性試験を停止し、変形試料を準備した。TEM を用いた変形組織観察から、き裂先端部の微細組織は、大傾角粒から亜結晶粒に変化するが、双晶が存在しないことを明らかにした。双晶の抑制は、初期結晶粒の微細化効果と考えられる。微細結晶粒材では、粒界コンパティビリティ応力が粒内全体に作用するため、非底面転位の活性化や局所的な粒界すべりの活動が可能となる。これらの変形機構がマグネシウムの乏しいすべり系を補完し、双晶の発生を抑制したと推測される。また、き裂の伝播経路となる双晶界面が存在しないことは、き裂先端の十分な鈍化が可能である。以上のことから、結晶粒微細化による壊れ性値の向上は、双晶の抑制に起因することが分かった。

一方で、FEM 解析から、き裂先端部の温度は変形量とともに増加し、150 $^{\circ}\text{C}$ まで上昇することが分かった。また、ひずみ速度は、極めて変形初期段階で約 100 倍高速化するものの、その後は変形量に関係なく一定の値を示した(図 4 参照)。ひずみ速度の増加は、き裂先端部から放出される転位(密度)の増大につながり、タングル化した転位は再結晶の核になりやすい。しかし、FEM 解析から予測された温度上昇は、マグネシウムの再結晶温度と言われている 200 $^{\circ}\text{C}$ よりも低いいため、大傾角粒からなる再結晶組織の形成が困難であると推測される。

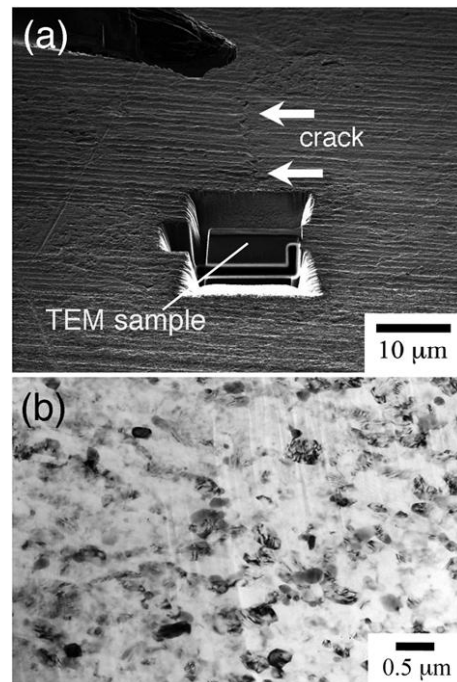


図 1: き裂先端部の変形組織観察 (a) FIB 加工による試料採取位置, (b) TEM 観察例

### (3) ディンプル近傍

ポイド形成後のディンプル近傍部の変形組織観察例を図2に示す。変形初期段階と同様に、亜結晶粒組織を呈するが、ナノサイズからなる双晶が存在し、その種類は{10-12}双晶であることを明らかにした。

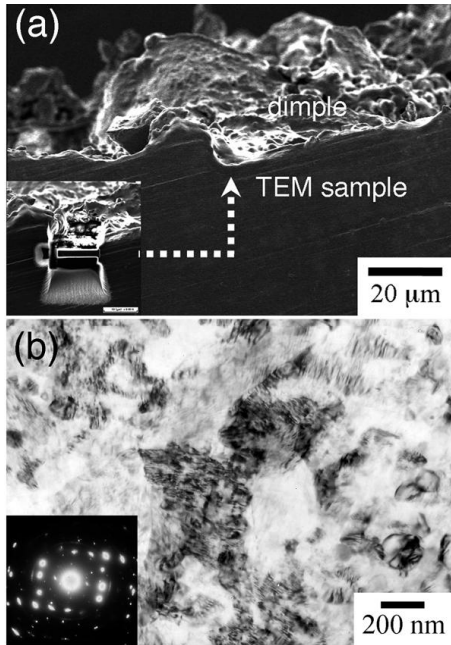


図2：ディンプル近傍部の変形組織観察 (a)FIB加工による試料採取位置，(b)TEM観察例

ディンプル破壊は、介在物や金属間化合物などが微小破壊を起こし、それぞれが連結・合体して起こる。走査型電子顕微鏡を用いた破面観察から、本研究で用いた三種類の合金では、添加元素種に関係なく、おおむね第二相粒子がディンプル形成の起点であった。微小破壊は、母相と粒子界面の剥離、または粒子自身の割れが主な原因で、各々に生じる応力は次式により表記される。

$$\sigma_{pt} \approx G_{pt}/30 \quad (1)$$

$$\sigma_{int} \approx 0.8G_{pt}(\epsilon b/r)^{1/2} \quad (2)$$

ここで、 $G_{pt}$ と $r$ は粒子の剛性率と半径、 $\epsilon$ はひずみ量、 $b$ はバーガスベクトルである。微小破壊を引き起こすひずみ量とマグネシウムのバーガスベクトルは0.4-1.2、 $3.21 \times 10^{-10}$  mであることから、第二相析出粒子がディンプル形成の起点となるためには、約0.8-1.4 GPaの応力が必要であると見積もられる。他方、双晶形成に必要な応力は、結晶粒径に依存するホールペッチの関係で表記される。

$$\sigma_{twin} = \sigma_0 + kd^{-1/2} \quad (3)$$

$\sigma_0$ と $k$ は定数で、マグネシウムは40 MPa、 $9.4 \text{ MPa}\cdot\text{nm}^{1/2}$ と報告されている。変形初期に形成した亜結晶の平均粒径が約250 nmであっ

たことから、双晶形成に必要な応力は約650 MPaと見積もられる。以上のことから、ディンプル近傍のナノ双晶は、第二相粒子の母相と粒子界面の剥離、または粒子自身の割れに誘起され形成することを明らかにした。また、微細結晶粒マグネシウム合金の破壊（ディンプル形成）の起点は、ナノ双晶ではなく第二相粒子と考えられる。

### (4) き裂進展経路

ポイド形成後のき裂進展経路近傍部の変形組織観察例を図3に示す。ディンプル近傍部と同様に、亜結晶粒とナノ双晶の存在を確認した。粗大粒材における変形機構と比較すると、双晶はその大きさに関係なく、き裂進展経路となりやすいと推測される。

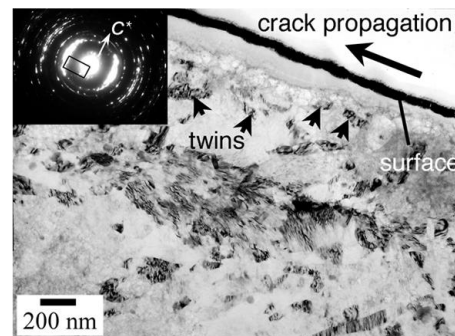


図3：き裂進展経路近傍のTEM変形組織観察例

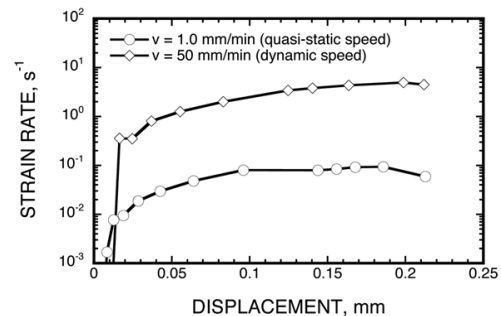


図4：き裂先端部のFEM解析による変位量とひずみ速度の関係

### (5) 速度依存性

移動用構造部材への適応を検討した場合、衝突（高速）速度下における変形応答を理解する必要がある。そのため、シャルピー衝撃試験を想定し、き裂先端部の変形組織に及ぼす押し込み速度の影響について調査した。図4にFEM解析による変位量とき裂先端部のひずみ速度の関係を示す。き裂先端近傍の温度上昇は押し込み速度に依存しないのに対し、局所ひずみ速度は押し込み速度に影響を受けることが分かった。また、FIB/TEMを用いたき裂先端部の変形組織観察から、亜結晶粒と

{10-12} ナノ双晶の存在を確認した。押し込み速度の高速化にともない、き裂先端から放出される転位は増加する。しかし、衝突速度下では非底面転位の活動や粒界すべりなどの粒界塑性変形のみでは転位活動を十分に補うことができず、補完機構として双晶を形成したと考えられる。また、破面観察から、微細結晶粒マグネシウム合金の破壊形態は、変形速度に関係なく延性ディンプル破壊であることを確認した。最近の超微細粒ニッケル合金などの引張試験後の破面観察においても、延性破壊を呈することが報告されていることは、本研究結果と類似し、非常に興味深い。

#### 5. 主な発表論文等

[雑誌論文] (計5件)

- ① H. Somekawa, T. Inoue, A. Singh, T. Mukai, Deformation mechanism in the crack-tip region of fine-grained magnesium alloy, *Metallurgical and Materials Transaction A*, (in press, DOI: 10.1007/s11661-011-642-y), 査読有
- ② H. Somekawa, A. Singh, T. Mukai, Fracture mechanism and toughness in fine- and coarse-grained magnesium alloys, *Magnesium Technology 2011*, Edited by W. H. Sillekens, S. R. Agnew, N. R. Neelameggham, S. N. Mathaudhu, TMS, (2011) pp.25-28, 査読無
- ③ H. Somekawa, K. Nakajima, A. Singh, T. Mukai, Ductile fracture mechanism in fine-grained magnesium alloy, *Philosophical Magazine Letters*, 90 (2010) pp.831-839, 査読有.
- ④ H. Somekawa, T. Mukai, Nanoindentation creep behavior of grain boundary in pure magnesium, *Philosophical Magazine Letters*, 90 (2010) pp.883-890, 査読有.
- ⑤ H. Somekawa, A. Singh, T. Inoue, T. Mukai, Enhancing fracture toughness of magnesium alloy by formation of low-angle grain boundary structure, *Advanced Engineering Materials*, 12 (2010) pp.837-842, 査読有.

[学会発表] (計3件)

- ① H. Somekawa, Fracture mechanism and toughness in fine- and coarse-grained magnesium alloys, *Magnesium Technology 2011*, TMS2011, 140<sup>th</sup> annual meeting & exhibition, February 27-March 3/2011, (San Diego, USA) 招待講演.
- ② 染川英俊, マグネシウム合金の破壊メカニズムに及ぼす結晶粒径の影響, 日本金属学会春期大会, 2010/3/28-30, (筑波大, つくば市).

- ③ H. Somekawa, High strength and toughness balances in magnesium alloys by microstructure controls, 3rd Asian Symposium on Magnesium Alloys, September 21-23/2009, (Shenyang, China) 招待講演.

[その他]

ホームページ等

<http://www.nims.go.jp/smc-lg/>

#### 6. 研究組織

##### (1)研究代表者

染川 英俊 (SOMEKAWA HIDETOSHI)

独立行政法人物質・材料研究機構・新構造材料センター・主任研究員

研究者番号：50391222

##### (2)研究分担者

なし

##### (3)連携研究者

なし