

令和元年6月24日現在

機関番号：17102

研究種目：基盤研究(C) (一般)

研究期間：2016～2018

課題番号：16K06775

研究課題名(和文) 超軽量高強度LPSO相強化Mg-Zn-Y合金の疲労特性と破壊機構の解明

研究課題名(英文) Fatigue Behavior and Fracture Mechanism of High Strength Ultralight Mg alloys with LPSO Phase

研究代表者

陳 強 (CHEN, QIANG)

九州大学・工学研究院・教授

研究者番号：30264451

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 3,700,000円

研究成果の概要(和文)：本研究では、超音波疲労試験技術を利用してLPSO相を強化相とするMg合金の超高サイクル疲労における強度発見機構の解明を試みた。その結果、以下に示す結論を得た。

疲労寿命の大半はき裂発生及び初期き裂伝ばで占められる。き裂発生は底面すべりに起因しており、レアアース元素の偏析が影響していることが確認された。溶質原子の偏析が変形誘起界面に沿って生じた。ツインバウンダリーは圧縮中にLPSO構造と溶質原子によって偏向された。

研究成果の学術的意義や社会的意義

本研究は、溶質原子濃度変調と結晶構造変調が同期した、新奇な長周期積層構造(Long-Period Stacking Ordered: LPSO)を強化相とする軽量高強度マグネシウム合金の超高サイクル疲労破壊機構の解明が目的であり、LPSO型Mg合金の疲労信頼性の飛躍的な向上に貢献できるだけでなく、LPSO型Mg二相合金の強化機構の解明と疲労に強い超高強度LPSO型Mg合金の開発に繋がる。

研究成果の概要(英文)：Ultrasonic fatigue testing was carried out on a rare earth-containing Mg alloy (Mg-Gd-Y-Zr) to investigate its small crack initiation and propagation. Most of fatigue life in the Mg alloys was consumed in nucleating and propagating small cracks. Fatigue cracks initiated along slip bands and EBSD analysis revealed that basal slipping was the predominant deformation. On the other hand, atomic deformation and fracture mechanism involved were investigated, including the structural and chemical evolution in Mg-LPSO alloys after plastic deformation. Static plastic deformation induced kink boundaries and associated atomic segregation in Mg-Zn-Y alloys. Solute atoms segregated along deformation-induced interfaces in Mg-LPSO alloys. The fatigue crack site was detected to be along basal plane, other than twin boundary observed in single-phase Mg-RE alloy.

研究分野：構造・機能材料

キーワード：疲労 マグネシウム合金 き裂発生 き裂伝ば LPSO相 破壊 高サイクル

## 様式 C-19、F-19-1、Z-19、CK-19（共通）

### 1. 研究開始当初の背景

近年、高強度と高延性を併せ持つ、耐熱性や耐食性、不燃性にも優れる長周期積層構造（Long-Period Stacking Ordered: LPSO）を強化相とする軽量高強度マグネシウム合金が次々と開発され、自動車や航空機産業への実用化が期待されている。その際に、材料の静的な強度だけではなく、疲労破壊特性の評価も重要となる。しかしながら、これまでの研究は組織制御や製造方法、機械的特性の更なる向上に集中しており、疲労強度や破壊機構に関する研究は皆無に等しい。従って、LPSO 型マグネシウム合金の疲労強度特性の調査およびその破壊機構の解明は緊急かつ重要な課題である。

一方、金属の疲労過程はき裂発生過程とき裂伝ば過程に分けられる。き裂は発生するまでには全寿命の大部分を占めることが多い。発生したき裂が破壊まで察知しにくいことから、非常に危険だといわれている。また、疲労強度は負荷形式や温度、環境、表面状態など外的因子の影響を受けやすいが、材料の微視的組織こそ、所謂内在的因子が疲労強度の最大な決め手である。LPSO 型 Mg 合金の疲労強度および疲労破壊機構を解明するに当たり、疲労過程における微視的組織の損傷機構：すべりや双晶、キンク変形、1~2 結晶粒程度の微小き裂の発生、さらに 10 結晶粒程度までのき裂伝ば過程をダイナミックに捉えて原子レベルでの解明必要がある。

### 2. 研究の目的

本研究は、Mg-Zn-Y 合金はアルファ Mg 母相とそのセル界面にラメラ状に晶出した長周期積層構造 LPSO（Long-Period Stacking Ordered）相からなる二相 Mg 合金であり、高強度と高延性を併せ持ち、耐熱性や耐食性、不燃性にも優れているため、自動車や航空機産業への実用化が期待されている。本研究では、超音波疲労試験技術を利用して、この新奇な LPSO 相を強化相とする Mg 合金の超高サイクル疲労における強度発見機構の解明を目的としている。

### 3. 研究の方法

本研究は、上述研究目的を達成するため、まずは超音波疲労試験技術を利用してギガサイクルにおける本合金の疲労強度を調べた。そして、レプリカ法による表面連続観察を行い、本合金の微小き裂の発生および初期伝ば挙動に及ぼす微視組織の影響を明らかにした。また、走査型電子顕微鏡（SEM）による疲労破面解析や走査型透過電子顕微鏡（STEM）を用いた高角度散乱暗視野（HAADF）観察、電子線後方散乱回折（EBSD）による結晶方位解析を行い、疲労過程における微視的組織の損傷機構（例えば、すべりや双晶、LPSO 相強化 Mg 合金に固有なキンク変形と 1~2 結晶粒程度の微小き裂の発生過程とのインターアクション）を原子レベルでの解明を試みた。

### 4. 研究成果

Mg 合金（Mg-10Gd-3Y-0.5Zr）の押出材を用いて室温下超高サイクル疲労試験を行い、本合金の疲労強度や微小き裂の発生および伝ば挙動に及ぼす微視組織の影響について調べた。いずれの応力レベルにおいても、双晶変形や非底面すべりがあまり観察されず、底面すべりが主な損傷変形機構として現れた（図 1）。そして、疲労き裂がそのような底面すべりから生じていたことが透過型電子顕微鏡（TEM）による破面解析によって示された（図 2）。また、微小き裂の発生および初期伝ばに及ぼす微視組織の影響が著しく、疲労寿命の殆どは数結晶粒程度の微小き裂の発生および初期伝ばで占められた（図 3）。

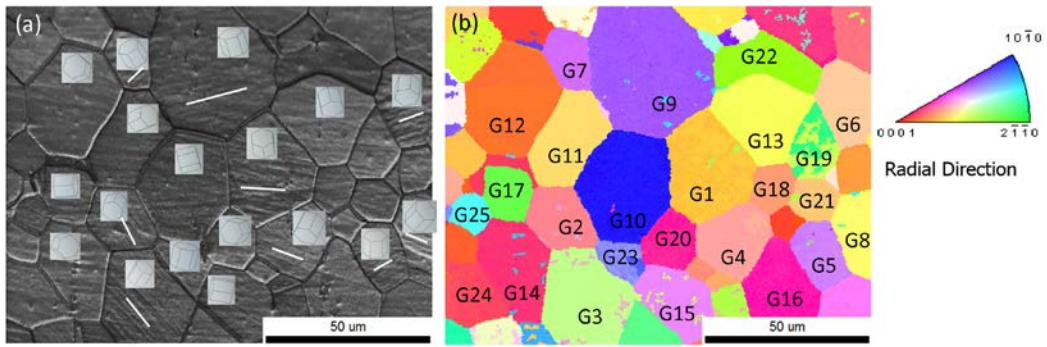


Figure 1. Micrographs showing (a) slip bands at specimen surface and (b) corresponding inverse pole figure map. Surface slip bands can be clearly characterized in the interior of some grains, such as G1~G9, in which the direction of slip bands was plotted as a short white line.

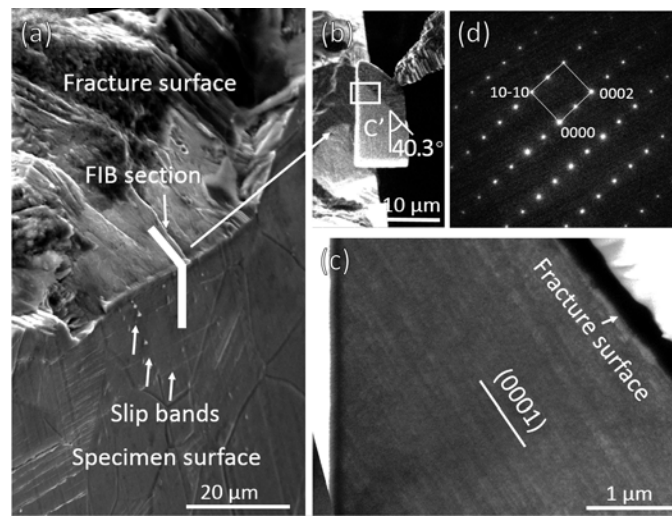


Figure 2. TEM observation of fatigue crack initiation site: (a) location of FIB section at crack initiation site; (b) sliced sample showing inclined angle of fracture surface; (c) TEM image showing the activation of basal dislocations; (d) electron diffraction pattern of selected area at the location shown in (c).

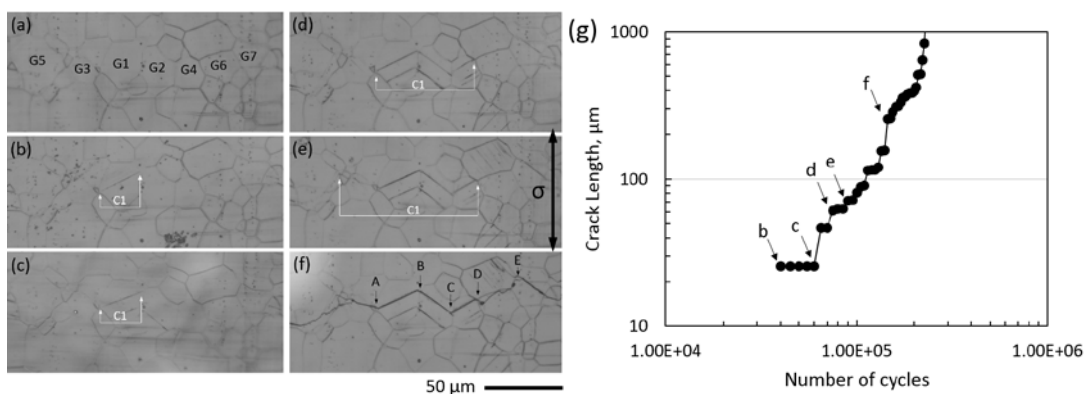


Figure 3. Small fatigue crack initiation and propagation behavior at 120 MPa: (a)-(f) primary crack appearance observed optically during fatigue testing; (g) crack growth curve as a function of cyclic loadings. Letters indicate the number of cycles of the replications shown in (b) to (f).

一方、LPSO 相 Mg 合金に圧縮変形を施した場合、双晶変形のほかにキंकバンド（図 4）も明確に観察された。さらに、固溶原子が界面に偏析する強い傾向をもつことをも判明した（図 4）。従って、双晶変形、キंक変形と固溶原子の偏析が LPSO 相 Mg 合金の機械特性、即ち降伏強さや破断強度といった静的強さの向上に大きく寄与しており、極めて重要な役割を果たしていることが示唆される。

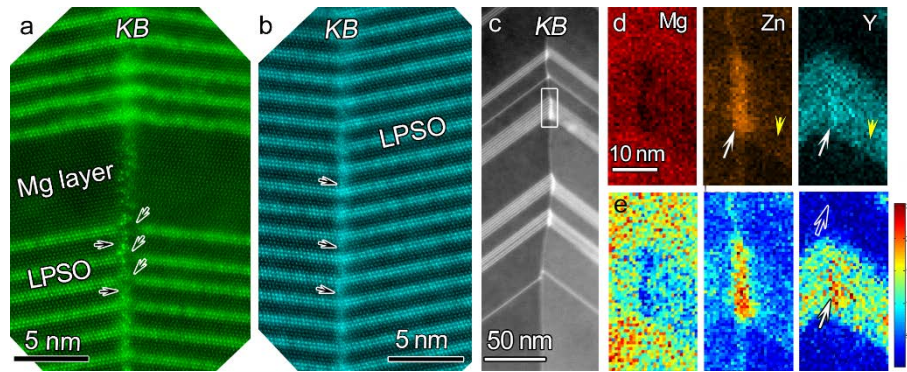


Figure 4. Plastic induced-kink in Mg-Zn-Y alloys and the associated segregation along kink boundary.

しかしながら、上述のような材料の静的強さの向上に有効な双晶変形やキंक変形、固溶原子の偏析という強化機構が繰返し変形するような疲労過程においても機能するのは疑問であり、はっきりする必要がある。実際、本研究で明らかになったように、降伏強さが 500MPa を超える高強度 Mg 合金でも、超高サイクルにおける疲労強度が 120MPa 程度、つまり降伏強さの約 4 分の 1 しかない。その理由として、双晶やキंक変形は通常降伏限を超える大ひずみを必要条件としており、疲労特に超高サイクル疲労の場合、応力レベルは降伏限よりはるかに低いので、底面に沿って分布する LPSO 相にキंक変形が生じないため、底面における転位の移動を止める働きが機能しにくいので、底面すべりが生じる条件が LPSO 相なしの Mg 合金とそれほど変わらないからだと考えられる。従って、LPSO 相による Mg 合金の疲労強度を向上するためには、底面すべりを如何に阻止できるかに尽きると思われる。そのため合金材料設計並びに製造加工と熱処理を総合的に検討する必要がある、将来の課題にしたいと考えた次第である。

本研究の成果を総合的に分析して 4 つの重要なことが明らかになった。

- (1) 疲労寿命の大半はき裂発生及び初期き裂伝ばで占められる。
- (2) き裂発生は底面すべりに起因しており、レアアース元素の偏析が影響していることが確認された。
- (3) 溶質原子の偏析が変形誘起界面に沿って生じた。
- (4) ツインバウンダリーは圧縮中に LPSO 構造と溶質原子によって偏向された。

## 5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕（計 6 件）

- ① X. H. Shao, Q. Q. Jin, Y. T. Zhou, H. J. Yang, S. J. Zheng, B. Zhang, Q. Chen, X. L. Ma, Segregation of solute atoms along deformation-induced boundaries in an Mg-Zn-Y alloy containing long period stacking ordered phase, *Materialia*, 査読あり, 6, 100287 (2019).

- ② X. H. Shao, Z. Z. Peng , Q. Q. Jin , Y. T. Zhou, B. Zhang, S. J. Zheng, Q. Chen , X. L. Ma, Unravelling the local ring-like atomic pattern of {10-12} twin boundary in an Mg-Zn-Y alloy, *Philosophical Magazine*, 査読あり, Vol. **99**, pp. 306-317 (2019).
- ③ C. He, X. Shao, S. Yuan, L. Peng, Y. Wu, Q. Wang, Q. Chen, Small crack initiation and early propagation in an as-extruded Mg-10Gd-3Y-0.5 Zr alloy in high cycle fatigue regime, *Materials Science and Engineering A*, 査読あり, Vol. **744**, pp. 716-723 (2019).
- ④ He, C., Wu, Y., Peng, L., Su, N., Chen, Q., Yuan, S., Liu Y., Wang, Q., Effect of microstructure on small fatigue crack initiation and early propagation behavior in Mg-10Gd-3Y-0.3 Zr alloy, *International Journal of Fatigue*, Vol. **119**, 311-319 (2018).
- ⑤ C. He, Y.J. Liu, J.K. Li, K. Yang, Q.Y. Wang, Q. Chen, Very-high-cycle fatigue crack initiation and propagation behavior of magnesium alloy ZK60, *Materials Science and Technology*, 査読あり, Vol. **34**, 639-647 (2018).
- ⑥ C. He, K. Kitamura, K. Yang, Y.J. Liu, Q.Y. Wang, Q. Chen, Very High Cycle Fatigue Crack Initiation Mechanism in Nugget Zone of AA 7075 Friction Stir Welded Joint, *Advances in Materials Science and Engineering*, 査読あり, Vol. 2017 (2017)  
<https://doi.org/10.1155/2017/7189369>

〔学会発表〕（計 4 件）

- ① X. H. Shao, Q. Chen, Z. Z. Peng, K. Kitamura, and X. L. Ma, Deformation-induced redistribution of solute atoms in an Mg-Zn-Y alloy, Invited talk, *Thermec 2018*, Paris, France, 2018. 7. 8 -13.
- ② C. HE, X. SHAO, Y. FUKUSHIMA, K. TSUZAKI, Q. WANG, N. SU, X. HENG, Q. ZHAO, L. PENG, Y. WU, Q. CHEN, 高サイクル疲労における Mg-Gd-Y-Zr 合金押出材の微小き裂挙動, 2018.71, 日本機械学会九州支部講演論文集, 2018, pp. C45.
- ③ X. H. Shao, Q. Chen, X. L. Ma, Atomic-Scale Characterization of Segregations at Symmetrical Kink Boundaries in a Mg-Zn-Y Alloy, *The 6th International Conference on Magnesium (ICM6)*, 2017), Shenyang, China, 2017. 9. 23 - 26.
- ④ C. HE, Q. WANG, Q. CHEN, 溶接継手の超高サイクル疲労強度と破壊機構溶接継手の超高サイクル疲労強度と破壊機構, 2017.70, 日本機械学会九州支部講演論文集, 2017, pp. 812.

〔その他〕

ホームページ等

<http://hyoka.ofc.kyushu-u.ac.jp/search/details/K006197/index.html>

## 6. 研究組織

- (1) 研究分担者  
該当なし
- (2) 研究協力者  
該当なし

※科研費による研究は、研究者の自覚と責任において実施するものです。そのため、研究の実施や研究成果の公表等については、国の要請等に基づくものではなく、その研究成果に関する見解や責任は、研究者個人に帰属されます。