

令和 2 年 6 月 6 日現在

機関番号：14301

研究種目：挑戦的研究（萌芽）

研究期間：2018～2019

課題番号：18K18945

研究課題名（和文）プラストン新概念に基づく六方晶マグネシウムの延性化への挑戦

研究課題名（英文）Challenge of Ductilization in Hexagonal Magnesium Based on the Platoon Concept

研究代表者

辻 伸泰（Tsuji, Nobuhiro）

京都大学・工学研究科・教授

研究者番号：30263213

交付決定額（研究期間全体）：（直接経費） 4,800,000円

研究成果の概要（和文）：純MgおよびMg-Zn-Zr-Ca合金に対して、数百nm～100μmの種々の平均粒径の完全再結晶組織を有する試料を作製することに成功した。Mg-Zn-Zr-Ca合金の場合は、バルクナノメタル化によって通常は活動しない<c+a>転位が粒界から発生し、<a>転位などと相互作用することによって加工硬化が増大して、高い強度と延性が両立できることが明らかとなった。純Mgの場合にはバルクナノメタル化によって、室温でも粒界すべりが発現することが初めて見出された。特異な変形挙動の粒径依存性をプラストン概念に基づいて定量的に説明し、高い強度と大きな延性をもたらすMgを実現するための指針を示すことができた。

研究成果の学術的意義や社会的意義

Mgに代表される六方晶金属・合金は、軽量・高比強度などの優れた特性から構造材料としての応用が渴望されてきたが、乏しい遠征・加工性がその実用上の最大の障害となってきた。本研究は、プラストンという新しい概念に基づき、通常は活動しない変形モードを超微細粒Mgにおいて活性化し、強度と延性の両立を図ることが可能であることを実証したものである。本研究の成果は、構造材料の塑性変形に対する考え方を大きく転換するという学問的意味合いに加え、軽量金属として期待されつつも乏しい加工性が障害となっていた六方晶マグネシウム合金の構造材料としての応用可能性を拡大するという実用的・社会的観点からも、高い意義を有している。

研究成果の概要（英文）：We have succeeded in producing bulk nanostructured pure Mg and Mg-Zn-Zr-Ca alloy having fully recrystallized ultra fine grained structures with grain sizes ranging from several hundreds nm to 100 micrometers. In the bulk nanostructured Mg-Zn-Zr-Ca alloy, <c+a> dislocations that did not operate in conventional grain sizes were nucleated from grain boundaries, and they interacted with <a> dislocations to enhance the strain hardening of the material, leading to managing both high strength and large ductility. In case of the bulk nanostructured pure Mg, it was found for the first time that grain boundary sliding happened even during room temperature deformation. We could quantitatively explain the peculiar deformation behavior of the ultra fine grained Mg and Mg alloys in terms of the concept of "platon" we had proposed, and showed a fundamental guideline for realizing HCP Mg and Mg alloys with high strength and large tensile ductility.

研究分野：材料工学

キーワード：六方晶 粒界 プラストン 延性 塑性変形 加工硬化 変形双晶 粒界すべり

1. 研究開始当初の背景

金属結晶の塑性変形は多くの場合転位のすべり運動によりもたらされ、金属の変形と強度は転位論という学問体系で議論されてきた。しかし種々の塑性変形現象を改めて眺めると、アモルファス・金属ガラスのせん断帯による変形、双晶変形、マルテンサイト変態、粒界すべりなど、転位によらない塑性変形現象も数多くあり、しかもその原子論的な詳細は明らかとなっていない。これに対し

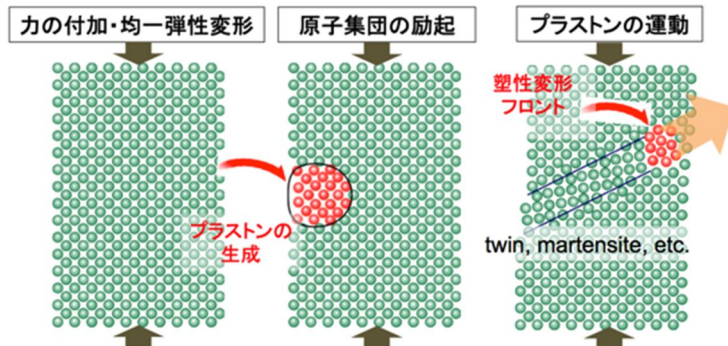


図1 プラストンの核生成と運動による塑性変形 [1,2]

て研究代表者らは、転位以外のメカニズムを含むあらゆる塑性変形現象を包含した「プラストン (Plastron)」という新しい概念を提案した[1,2]。プラストンの概念図を図1に示す。格子欠陥を含まない結晶やアモルファスに力を加えると、転位をはじめとする変形の担い手が欠如しているためにマクロな塑性変形は進行しない。しかしさらに力を加えていくと、材料の表面や内部の粒界・界面などの応力集中部で原子の力学的な励起が生じ、それが転位や双晶、マルテンサイト、せん断帯などを生みながら運動して、材料のマクロな塑性変形をもたらす。これをプラストンの核生成および運動と考える。

プラストンは、決して荒唐無稽な考えではない。前述のアモルファス・金属ガラスにおけるせん断帯や、多くの金属で見られる無拡散変態の一種であるマルテンサイト変態などは、こうした考え方でなければ理解できない。本計画の研究代表者は、平均粒径 $1\mu\text{m}$ 以下の超微細結晶粒で構成されたバルク多結晶体である「バルクナノメタル (Bulk Nanostructured Metals)」の研究を長年継続して行っているが、バルクナノメタルは、通常粒径材では決して観察されない特異現象をしばしば示す。例えば、再結晶組織状態で粒径 $1\sim 2\mu\text{m}$ 以下のバルクナノメタルは、金属・合金の種類によらず降伏点降下現象を示す[3]。これは、個々の結晶粒の体積が非常に小さい超微細結晶粒内では転位の増殖や運動が制限され、マクロな塑性変形(降伏)がなかなか開始できないことによる。しかし外部応力がある値に達すると、おそらく粒界から転位などの塑性変形の担い手が一斉に核生成し、降伏点降下を示しながら塑性変形が開始される(降伏)。これは前述のプラストンの核生成が、バルクナノメタルの粒界から一斉に生じたと考えられることができる。

(参考文献)

- [1] 辻 伸泰、「変形現象を包括的に理解する上位概念としてのプラストン(変形子) ～高強度と大延性の両立あるいは難変形材料の延性化に向けた新概念～」第68回白石記念講座テキスト、(2016) 日本鉄鋼協会
- [2] N.Tsujii, S.Ogata, H.Inui, I.Tanaka, K.Kishida, S.Gao, W.Mao, Y.Bai, R.Zheng, J-P. Du: Scripta Mater. 181 (2020) 35-42.
- [3] N.Tsujii, Y.Ito, Y.Saito, Y.Minamino: Scripta Mater., 47 (2002), pp.839-899.

2. 研究の目的

本研究の目的は、結晶構造に異方性を有し、転位の活動すべり系が幾何学的に限定されるため延性に乏しい六方晶マグネシウムに対して「プラストン」新概念を適用し、バルクナノメタル化によって通常は活動しないすべり系や変形機構を活性化することで画期的な延性・加工性の向上をもたらすこと、そしてプラストンの学理構築を進めることである。

1の背景で述べた研究代表者の新しいアイデアと最近の研究で得た知見に基づき、六方最密充填 (Hexagonal Closed Pack: HCP) 構造を有するマグネシウム (Mg) およびその合金の延性化に挑戦する。六方晶のすべり系を図2に示す。六方晶のすべり系には、底面すべり (basal slip)、柱面すべり (prismatic slip)、錘面すべり (pyramidal slip) などがあり得るが、 a 軸と c 軸の基本長さが異なる異方的な幾何学のため、現実活動するすべり系は限定される。例えば Mg の場合、室温近傍では底面すべり (バーガースベクトル: $b // a$) が主たるすべり系であり、その他のすべり系はほ

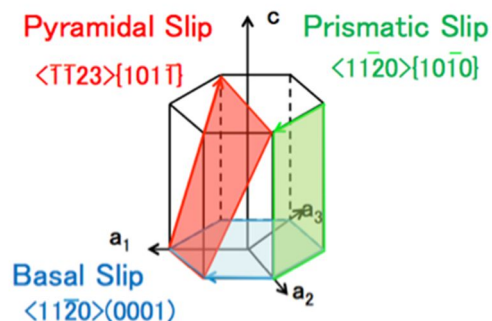


図2 HCP 結晶のすべり系

とんど起こらないため、 c 軸方向の変位をもたらすことがそもそも困難である。このようにすべり変形が幾何学的に制限される Mg 多結晶においては、結晶の対称性が高く等価なすべり系が多数存在する立方晶金属とは異なり、結晶粒間の変形の適合性を満足させることが困難となり、十分な延性が得られない。しかし六方晶 Mg をバルクナノメタル化することによって、通常は活動しないような c 軸変位成分を有するすべり系の転位や双晶(異なる種類のプラストン)を粒界から核生成させることができれば、延性が增大するとともに、加工硬化も増大し、高強度と高延性の両立が期待できる。

3. 研究の方法

本研究は2年間の研究である。取り扱う HCP 金属・合金として、純 Mg および Mg 合金を用いた。純 Mg に対して研究を先行させ、続いて固溶強化型の Mg-Y、および微細析出物が均一に分散して結晶粒径の熱的安定化が期待できる Mg-Zn-Zr-Ca などの Mg 合金に研究を展開した。Mg, Mg 合金とも、巨大ひずみ加工とその後の焼鈍によって、粒径 $1\mu\text{m}$ 以下の超微細粒材を含む種々の平均粒径の完全再結晶バルクナノメタルを作製した。Mg は加工性に乏しいため、静水圧下で巨大ひずみ加工を行うことのできる HPT (High Pressure Torsion) 法を加工手法として用いた。得られた試料の組織および集合組織を、種々の先端的手法で同定した。それらの室温引張試験を行ない、結晶粒径と力学特性の相関性を明らかにした。DIC 法や SPring-8 放射光を用いた引張変形中その場回折、SEM-ECCI (Electron Channeling Contrast Imaging) 法と EBSD 法を併用した新手法などにより、 $a+c$ 転位を始めとする通常は活動しないすべり系や双晶その他の変形の担い手(プラストン)の粒界からの核生成を定量的に同定した。

4. 研究成果

純 Mg および Mg-Zn-Zr-Ca 合金に対して、HPT (High Pressure Torsion) 法による巨大ひずみ加工と焼鈍を施すことにより、数百 nm ~ $100\mu\text{m}$ の種々の平均粒径の完全再結晶組織を有する試料を作製することに成功した [4,5]。Mg および Mg 合金において粒径 $1\mu\text{m}$ 以下の完全再結晶バルクナノメタルを得ることができたのは、本研究が初めてである。得られた種々の粒径を有する試料の室温引張試験を行い、強度と延性に関する系統的なデータを獲得した。Mg-Zn-Zr-Ca 合金の場合、バルクナノメタル領域において強度と延性の両立が達成できた(図3) [4]。一方純 Mg の場合には、粗大粒領域から粒径が減少するとともに、最初は強度が増大するが、粒径数 μm を境に強度が減少し、一方延性が大きく増大するという、極めて興味深い結果が得られた [5]。

Mg-Zn-Zr-Ca 合金の場合、バルクナノメタル化によって変形双晶の発生が大きく抑制される一方で、通常は活動しない $\langle c+a \rangle$ 転位が粒界から発生し(図4) $\langle a \rangle$ 転位などと相互作用することによって加工硬化が増大して、高い強度と延性が両立できることが明らかとなった [4]。純 Mg の場合にはバルクナノメタル化によって、室温でも粒界すべりが発現することが初めて見出された [5]。粒界すべりは軟化をもたらす現象であるが、室

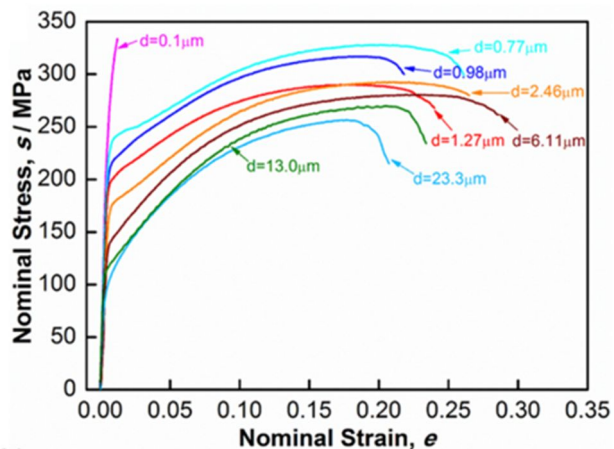


図3 種々の平均粒径を有する Mg-Zn-Zr-Ca 合金の室温における応力-ひずみ曲線。

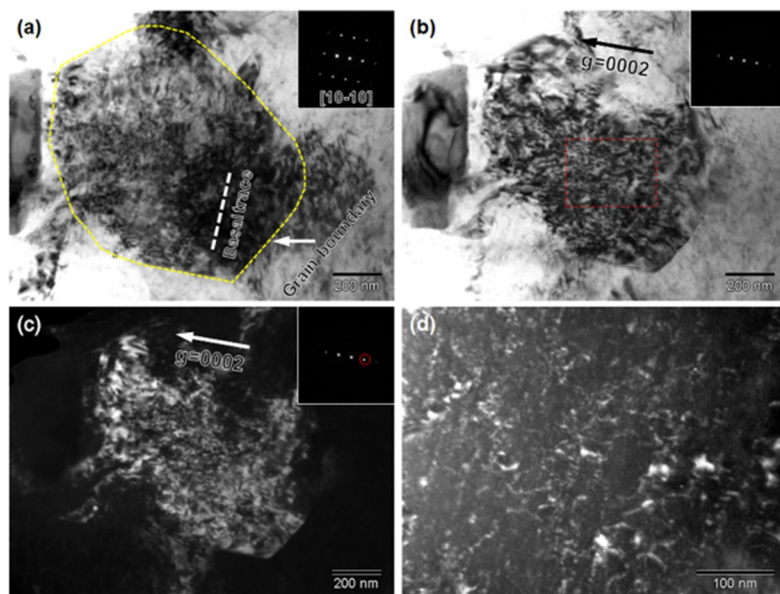


図4 室温引張変形を施した平均粒径 $0.98\mu\text{m}$ の Mg-Zn-Zr-Ca 合金における $\langle c+a \rangle$ 転位の活性化を示す TEM 写真。

温で約 60% におよぶ大きな引張延性をもたらした。粒界からの新しい変形モード（プラストン [2]）の核生成に関する力学モデルを提案し、その粒径依存性を定量的に評価して、純マグネシウムにおける複雑な変形モードの変遷を説明することに成功した。すなわち、Mg 合金および純 Mg の両方において、変形挙動の粒径依存性をプラストン概念に基づいて定量的に説明し、高い強度と大きな延性をもたらす Mg を実現する指針を示すことができた。

（発表論文）

- [4] R.Zheng, T.Bhattacharjee, S.Gao, W.Gong, A.Shibata, T.Sasaki, K.Hono, N.Tsuji: Scientific Reports, 9 (2019) 11702.
- [5] R.Zheng, J-P.Du, S.Gao, H.Somekawa, S.Ogata, N.Tsuji: submitted (2020)

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計11件（うち査読付論文 11件 / うち国際共著 7件 / うちオープンアクセス 3件）

1. 著者名 Zheng Ruixiao, Bhattacharjee Tilak, Gao Si, Gong Wu, Shibata Akinobu, Sasaki Taisuke, Hono Kazuhiro, Tsuji Nobuhiro	4. 巻 9
2. 論文標題 Change of Deformation Mechanisms Leading to High Strength and Large Ductility in Mg-Zn-Zr-Ca Alloy with Fully Recrystallized Ultrafine Grained Microstructures	5. 発行年 2019年
3. 雑誌名 Scientific Reports	6. 最初と最後の頁 11702
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1038/s41598-019-48271-5	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスとしている (また、その予定である)	国際共著 該当する
1. 著者名 Tsuji Nobuhiro, Ogata Shigenobu, Inui Haruyuki, Tanaka Isao, Kishida Kyosuke, Gao Si, Mao Wenqi, Bai Yu, Zheng Ruixiao, Du Jun-Ping	4. 巻 181
2. 論文標題 Strategy for managing both high strength and large ductility in structural materials?sequential nucleation of different deformation modes based on a concept of plaston	5. 発行年 2020年
3. 雑誌名 Scripta Materialia	6. 最初と最後の頁 35 ~ 42
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1016/j.scriptamat.2020.02.001	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -
1. 著者名 Tsuji Nobuhiro, Gholizadeh Reza, Ueji Rintaro, Kamikawa Naoya, Zhao Lijia, Tian Yanzhong, Bai Yu, Shibata Akinobu	4. 巻 60
2. 論文標題 Formation Mechanism of Ultrafine Grained Microstructures: Various Possibilities for Fabricating Bulk Nanostructured Metals and Alloys	5. 発行年 2019年
3. 雑誌名 MATERIALS TRANSACTIONS	6. 最初と最後の頁 1518 ~ 1532
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.2320/matertrans.MF201936	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスとしている (また、その予定である)	国際共著 該当する
1. 著者名 辻 伸泰	4. 巻 63
2. 論文標題 圧延工程の違いによる素材の性質の変化とその影響：巨大ひずみ加工を中心に	5. 発行年 2019年
3. 雑誌名 砥粒加工学会誌	6. 最初と最後の頁 456 ~ 459
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) なし	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

1. 著者名 Chong Yan, Bhattacharjee Tilak, Tsuji Nobuhiro	4. 巻 762
2. 論文標題 Bi-lamellar microstructure in Ti-6Al-4V: Microstructure evolution and mechanical properties	5. 発行年 2019年
3. 雑誌名 Materials Science and Engineering: A	6. 最初と最後の頁 138077 ~ 138077
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1016/j.msea.2019.138077	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 該当する

1. 著者名 Chong Yan, Deng Guanyu, Gao Si, Yi Jangho, Shibata Akinobu, Tsuji Nobuhiro	4. 巻 172
2. 論文標題 Yielding nature and Hall-Petch relationships in Ti-6Al-4V alloy with fully equiaxed and bimodal microstructures	5. 発行年 2019年
3. 雑誌名 Scripta Materialia	6. 最初と最後の頁 77 ~ 82
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1016/j.scriptamat.2019.07.015	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 該当する

1. 著者名 Chong Yan, Deng Guanyu, Yi Jangho, Shibata Akinobu, Tsuji Nobuhiro	4. 巻 811
2. 論文標題 On the strain hardening abilities of + titanium alloys: The roles of strain partitioning and interface length density	5. 発行年 2019年
3. 雑誌名 Journal of Alloys and Compounds	6. 最初と最後の頁 152040 ~ 152040
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1016/j.jallcom.2019.152040	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 該当する

1. 著者名 Chong Yan, Bhattacharjee Tilak, Yi Jangho, Zhao Shiteng, Tsuji Nobuhiro	4. 巻 8
2. 論文標題 Achieving bi-lamellar microstructure with both high tensile strength and large ductility in Ti-6Al-4V alloy by novel thermomechanical processing	5. 発行年 2019年
3. 雑誌名 Materialia	6. 最初と最後の頁 100479 ~ 100479
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1016/j.mtla.2019.100479	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスとしている (また、その予定である)	国際共著 該当する

1. 著者名 Chong Yan, Bhattacharjee Tilak, Park Myeong-Heom, Shibata Akinobu, Tsuji Nobuhiro	4. 巻 730
2. 論文標題 Factors determining room temperature mechanical properties of bimodal microstructures in Ti-6Al-4V alloy	5. 発行年 2018年
3. 雑誌名 Materials Science and Engineering: A	6. 最初と最後の頁 217 ~ 222
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1016/j.msea.2018.06.019	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

1. 著者名 Gong Wu, Aizawa Kazuya, Harjo Stefanus, Zheng Ruixiao, Kawasaki Takuro, Abe Jun, Kamiyama Takashi, Tsuji Nobuhiro	4. 巻 111
2. 論文標題 Deformation behavior of as-cast and as-extruded Mg97Zn1Y2 alloys during compression, as tracked by in situ neutron diffraction	5. 発行年 2018年
3. 雑誌名 International Journal of Plasticity	6. 最初と最後の頁 288 ~ 306
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1016/j.ijplas.2018.08.001	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 該当する

1. 著者名 Zheng Rui Xiao, Kawarada Ichiro, Gong Wu, Shibata Akinobu, Somekawa Hidetoshi, Ogata Shigenobu, Tsuji Nobuhiro	4. 巻 941
2. 論文標題 Effect of Grain Size on Mechanical Properties of Mg-0.3at.%Y Dilute Alloy	5. 発行年 2018年
3. 雑誌名 Materials Science Forum	6. 最初と最後の頁 790 ~ 795
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.4028/www.scientific.net/MSF.941.790	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

〔学会発表〕 計13件 (うち招待講演 4件 / うち国際学会 9件)

1. 発表者名 Ruixiao Zheng, Chaoli Ma, Nobuhiro Tsuji
2. 発表標題 Effect of Grain Size on Mechanical Properties of Mg-0.3at.%Y Dilute Alloy
3. 学会等名 10th Pacific Rim International Conference on Advance Materials and Processing (PRICM 10) (国際学会)
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 Kazuhiro Oki, Akinobu Shibata, Nobuhiro Tsuji, Ruixiao Zheng
2. 発表標題 Effect of Temperature on Deformation Behaviors of Mg-0.1at.%Y Alloy Having Various Grain Sizes
3. 学会等名 10th Pacific Rim International Conference on Advance Materials and Processing (PRICM 10) (国際学会)
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 沖 和洋, 鄭 瑞暁, 柴田 暁伸, 辻 伸泰
2. 発表標題 種々の粒径を有する希薄Mg-Y二元系合金の低温力学特性
3. 学会等名 日本金属学会 / 鉄鋼協会2019秋季講演大会
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 沖和洋, 鄭瑞暁, 柴田暁伸, 辻伸泰
2. 発表標題 超微細粒純Mg及び希薄Mg-Y二元系合金の低温力学特性
3. 学会等名 軽金属学会 若手研究者・院生による研究発表会
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 Nobuhiro Tsuji
2. 発表標題 Fully Recrystallized Bulk Nanostructured Metals for Managing Both High Strength and Large Ductility
3. 学会等名 Xi'an Jiaotong University, Frontier Institute of Science and Technology (FIST) (招待講演) (国際学会)
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 Nobuhiro TSUJI, Myeong-Heom PARK, Si GAO, Yu BAI, Wenqi MAO, Akinobu SHIBATA
2. 発表標題 Relationship between Local Heterogeneous Deformation Behaviors and Global Deformation of Materials
3. 学会等名 中国科学院・金属研究所 (IMR, CAS) (招待講演) (国際学会)
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 Nobuhiro TSUJI, Myeong-Heom PARK, Si GAO, Yu BAI, Wenqi MAO, Akinobu SHIBATA
2. 発表標題 Relationship between Local Heterogeneous Deformation Behaviors and Global Deformation of Materials
3. 学会等名 Northeastern University (中国・東北大学)、School of Materials Science & Engineering (招待講演) (国際学会)
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 Ruixiao Zheng, Ichiro Kawarada, Gong Wu, Akinobu Shibata, Hidetoshi Somekawa, Shigenobu Ogata, Nobuhiro Tsuji
2. 発表標題 Effect of grain size on mechanical properties of Mg-0.3at.%Y dilute alloy
3. 学会等名 10th International Conference on Processing & Manufacturing of Advanced Materials (THERMEC 2018) (国際学会)
4. 発表年 2018年

1. 発表者名 Yuan Zhang, Deng Guanyu, Chong Yan, Bai Yu, Shibata Akinobu, Tsuji Nobuhiro
2. 発表標題 Fabricating Ti-1.0%Fe with Ultrafine Grained Microstructures by Thermomechanical Processes
3. 学会等名 10th International Conference on Processing & Manufacturing of Advanced Materials (THERMEC 2018) (国際学会)
4. 発表年 2018年

1. 発表者名 Wu Gong, Ruixiao Zheng, Stefanus Harjo, Kazuya Aizawa, Akinobu Shibata, Nobuhiro Tsuji
2. 発表標題 Orientation Dependence of Deformation Behaviors in Cyclic Deformation of AZ31 Magnesium Alloy Investigated by In-Situ Neutron Diffraction, EBSD and TEM
3. 学会等名 18th International Conference on the Strength of Materials (ICSMA18) (国際学会)
4. 発表年 2018年

1. 発表者名 Guanyu Deng, Tilak Bhattacharjee, Yan Chong, Yu Bai, Akinobu Shibata, Nobuhiro Tsuji
2. 発表標題 Investigation into Microstructure and Mechanical Properties of Titanium Processed by Severe Plastic Deformation
3. 学会等名 The 9th Int. Con. on Advanced Materials Processing (ICAMP 9) (招待講演) (国際学会)
4. 発表年 2018年

1. 発表者名 Y. Chong, R. Zheng, N. Tsuji
2. 発表標題 Investigation on the microstructure and mechanical properties of Ti-1.0 Fe alloy with equiaxed + microstructures
3. 学会等名 日本金属学会/日本鉄鋼協会共同セッション2018秋期講演大会
4. 発表年 2018年

1. 発表者名 沖 和洋, 鄭 瑞暁, 柴田 暁伸, 辻 伸泰
2. 発表標題 種々の粒径を有する希薄Mg-Y 二元系合金の低温力学特性
3. 学会等名 日本金属学会2019春季講演大会
4. 発表年 2019年

〔図書〕 計0件

〔産業財産権〕

〔その他〕

京都大学 辻研究室
<http://www.tsujilab.mtl.kyoto-u.ac.jp/>

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
--	---------------------------	-----------------------	----