

Mg 合金の活動すべり系に及ぼす合金元素の影響 Effect of Additive Atoms on Active Slip Systems in Mg Alloys

足立 大樹^a, 平田 雅裕^a, 吉川 有貴^a
Hiroki Adachi^a, Masahiro Hirata^a, Yuki Yoshikawa^a

^a兵庫県立大学
^aUniversity of Hyogo

Mg は温度や組織によって活動するすべり系の種類が変化し、機械的性質が大きく変化する。今回、XRD 測定により、転位周りのひずみ場の異方性を調べることによって活動すべり系を評価した。実験には析出強化型合金である Mg-5Y-4Nd 合金を用い、析出相サイズの変化によって活動すべり系がどのように変化するかを調べた。析出相サイズは BL19B2 における小角散乱測定によって求め、引張変形中の In-situ XRD 測定によって変形中の活動すべり系の変化を調べた。しかしながら、高角側の回折ピーク強度が弱かったため、ひずみ場の異方性を精密に調べることが出来なかった。

キーワード： hcp 金属、活動すべり系、In-situ XRD、析出物、小角散乱

背景と研究目的：

Mg 合金は軽量高比強度などの優れた特性を有する構造材料であるが、実用上の最も大きな欠点として、室温における塑性変形能が低いことが挙げられる。Mg 合金は hcp 構造を有し、主すべり系は底面の a 転位すべりであり、等価なすべり系の数は 3 個と fcc、bcc 金属に対して少ないことから、任意の形状への塑性変形が困難であることが主な理由である。また、底面すべりのみでは c 軸方向への塑性変形ができないため塑性変形異方性が大きく、すべり系の不足を補うため、柱面 a 転位、錐面 a、c+a 転位などの副次すべり系が活動する可能性があるが、単結晶における研究からは、それらが起動する臨界せん断応力は室温においては主すべり系と比べて非常に大きいため、活動しづらいと報告されている[1]。

一方、Mg に Zn や Al を添加することによって非底面すべりが活性化するという報告[2,3]がある。また、Y 添加には Mg 合金の延性改善効果があるという電子軌道計算による報告[4]や単結晶による報告[5]がある。Mg-Zn-Al、Mg-Y 合金系は析出強化系合金であり、これらの延性改善効果は、合金添加元素の固溶状態や析出状態が二次すべり系の活性化に影響を与える可能性があることを示唆している。

しかしながら、これまで hcp 金属における活動すべり系の同定は透過電子顕微鏡(TEM)によって行われており、バーガースベクトルと同定することは、比較的容易であるが、すべり面を同定することは非常に大きな労力がかかり、数個の結晶粒において測定するならともかく、多くの結晶粒からの統計的なデータを得ることは非常に困難であった。そのため、多結晶 Mg 合金において合金元素の固溶状態や析出状態が二次すべり系の活性化にどのように影響するかについては十分に明らかにされていない。よって、本研究では、引張変形を行った Mg 合金に対して X 線回折(XRD)法によって各回折ピークから各方位へのひずみを測定し、それと各種転位周りに生じる不均質ひずみの計算を Dragomir が行った報告[6]と比較することによって活動すべり系を同定することを試みた。さらに、In-situ XRD 測定からどのひずみ量から「どのすべり系」が「どの程度」活動しているのかを調べることを試みた。そして、Mg-Y 系合金において析出物サイズがすべり系に与える影響を調べた。

実験：

測定のために Mg-5Y-4Nd(JIS-WE54)合金押し出し材と、鑄造によって作製した Mg-Y、Mg-3Y、Mg-5Y 合金を用意した。しかしながら、鑄造材には結晶粒径が 100 μm 以上と非常に粗大であったことから回折がデバイリング状にならなかったため In-situ XRD 測定には WE54 合金のみを用い

た。WE54 合金は溶体化処理後、473 K で時効を施すことにより時効硬化相である β'' 準安定相を析出させた。時効時間を変えることによって析出物のサイズを制御した合金を作製した。体積分率とサイズの時効条件変化を BL19B2 において小角散乱(SAXS)測定することにより調べた。X線エネルギー25 keV、カメラ長は 3048 mm、検出器として二次元検出器 PILATUS-2M を用いた。カメラ長の校正にはベヘン酸銀を用いた。露光時間は 30 秒であり、試料片厚さは In-situ XRD 測定を行う時と同じく 1 mm であり、一つの時効条件につき、四個の試料の測定を行った。

次に In-situ XRD 測定による不均質ひずみの異方性評価と、引張変形によるその変化の評価を BL19B2 にて行った。HUBER 回折計ゴニオメータ上に一軸引張試験機に小型引張試験機を取り付け、透過配置に一次元検出器 MYTHEN を六個直列につなげた検出器をアーム上に設置した。試料から検出器までのカメラ長は 708.8 mm であった。カメラ長の校正には Ce 粉末を用いた。初期ひずみ速度 $4.2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ で引張試験を行いながら In-situ X 線回折実験を行った。測定の時間分解能は 2s であった。これら複数の回折ピークの角度と半値幅から、修正 Williamson-Hall 法を用いることにより各結晶方位への不均質ひずみを算出し[7]、その異方性を調べた。

Dragomir は hcp 金属を異方性のある連続弾性体とみなし、各すべり系の転位のみが存在した時、周囲にどのような不均質ひずみが形成されるかを計算した[6]。つまり、異なるすべり系の転位が存在すれば、Fig.1 に示すように不均質ひずみの異方性が現れる。同じ a 転位であっても底面 a すべりでは比較的均方的にひずみが分布するのに対し、柱面や錐面などの非底面に属する a 転位周りでは c 軸方向にひずみはほとんど発生せず、底面内方向にひずみが大きくなるように、すべり面やバーガスベクトルによって発生するひずみの異方性が異なる。よって、XRD 測定によって試料中のひずみ異方性を調べることで、どのすべり系に属する転位が多いか、つまり変形中にどのすべり系が活動したかを評価を試みた。

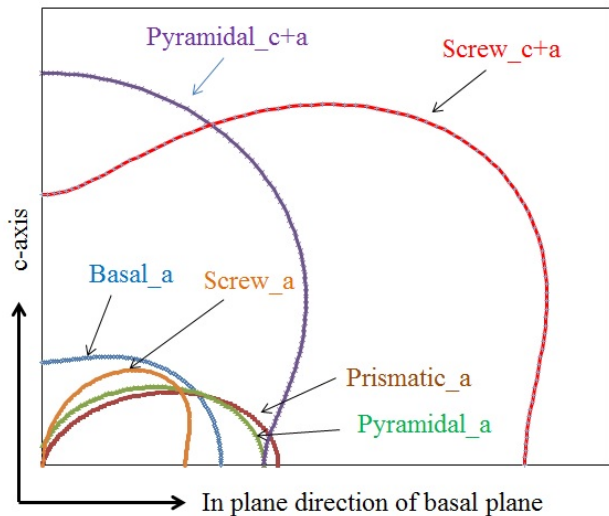


Fig.1 Strain distribution around dislocations

結果および考察：

Fig.2 に一次元化した小角散乱曲線の時効時間変化を示す。急冷直後の試料では析出はほとんど生じておらず、時効の進行とともに析出が生じ、散乱強度が増加する様子が見られる。Mg-Y-Nd 合金では析出物は円盤状であることが TEM 観察により報告されているため、円盤状であると仮定して散乱曲線の形状から厚さと半径を求めた。

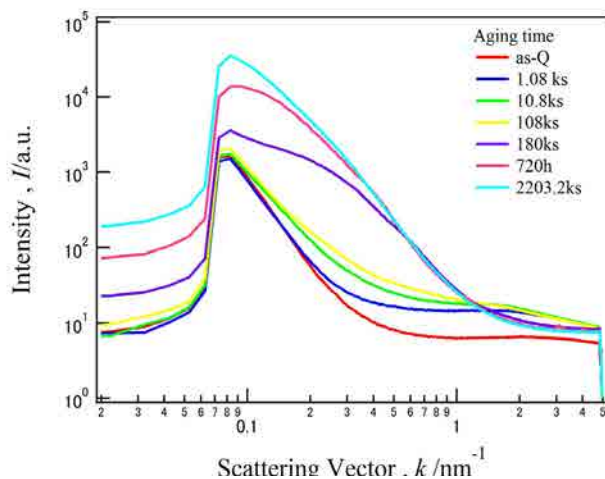


Fig.2 Saxs profile change by aging time

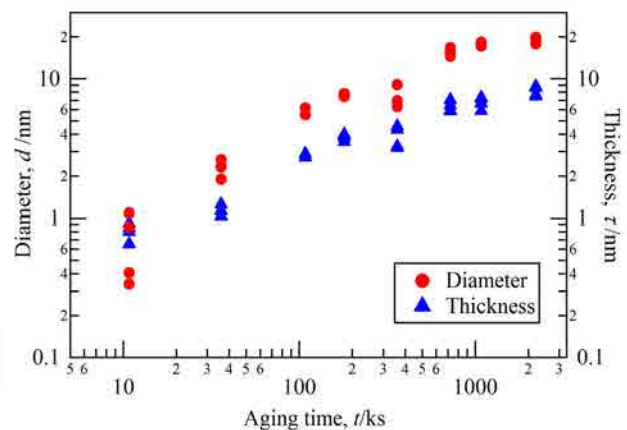


Fig.3 Diameter and thickness changes by aging time

Fig.3 に析出物厚さと半径の時間変化を示す。厚さと半径は時効時間 36 ks では半径 2.3 nm、厚さ 1.1 nm と非常に微細であったが、時効時間とともに単調増加し、時効時間が 1080 ks では半径 17.8 nm、厚さ 6.8 nm となり、それ以後は増加速度が低下した。厚さと半径の比は時効時間の増加に伴い徐々に増加した。

Fig.4 に 360 ks 時効材における全ひずみ 3.6% (ひずみ最大応力時) における回折強度プロファイルを示す。最大強度を示す回折ピークであっても 600 カウント強であり、100 カウント前後の強度以上を示すピーク数は 5 本と少数であった。その一本である (100) 面回折強度プロファイルの全ひずみ 2%, 3%, 3.6% における変化を Fig.5 に示す。ひずみ量の増加に伴う応力の増加によって、弾性変形量が増加するため、ピーク角度が低角度側にシフトし、さらに塑性変形量の増加に伴う転位密度の増加によって、半値幅が増加しているように見える。しかしながら、十分な回折強度が得られていないことから、半値幅を精度よく求めることが困難であった。さらに、本来、測定角度範囲には 25 本の回折ピークが得られる筈であるが、解析可能なピーク本数がせいぜい 5 本と少ないことから不均質ひずみの異方性を精密に調べることが出来ず、活動すべり系の評価が出来なかった。

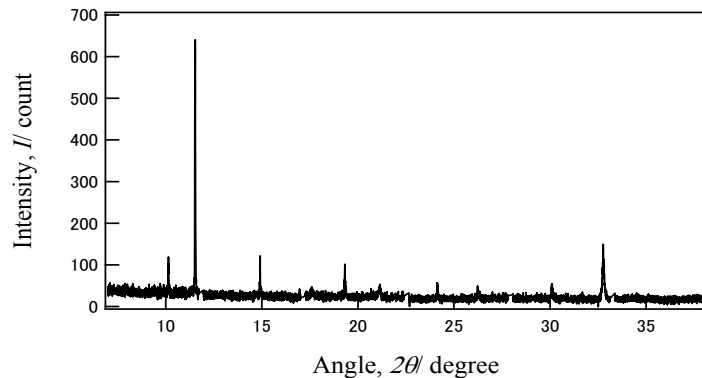


Fig.4 XRD profile of Mg-5Y-4Nd aged for 360ks

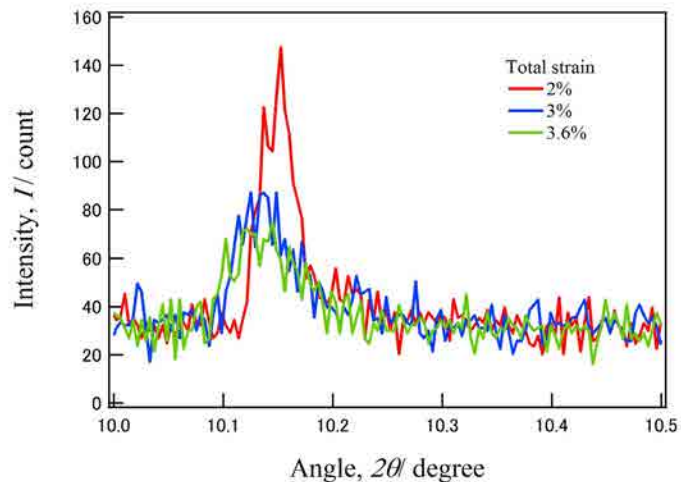


Fig.5 (100) peaks at the strain of 2, 3 and 3.6%, respectively

今後の課題：

高角度側まで正確な半値幅の評価を可能とし、ひずみの異方性を調べるためには高い回折強度が必要である。そのためにはフラックスが大きいアンジュレータ挿入光源を備えた BL46XU の使用が好ましい。また、一次検出器を用いて回折プロファイル測定を行っているため、回折がスポット状でなく、デバイリング状である必要がある。そのためには、照射体積内により多くの結晶粒数が存在する必要があるため、結晶粒の微細化した試料を用意することが必要である。また、引張中に引張試験機の揺動を行うことによって、実効的な照射面積を増やすことが重要であると考えられる。

参考文献：

- [1] H.Yoshinaga, *Trans. JIM* **4**, 1 (1963).
- [2] T. Kobayashi, *J. Japan Inst. Metals*, **67**, 149 (2003).
- [3] J. Koike, *Acta Mater.*, **51**, 2055 (2003).
- [4] T. Tsuru, *J. Phys. Condens. Matter.*, **25**, 02202 (2013).
- [5] S. Miura, *J. Japan Inst. Metals*, **49**, 952 (2008)
- [6] I. C. Dragomir, *Mater. Charact.*, **55**, 66 (2005).
- [7] T. Ungar, *Appl. Phys. Lett.*, **69**, 3173 (1996).