

長周期積層構造型マグネシウム合金のキンク変形に関する研究

徳澄, 翼

<https://hdl.handle.net/2324/7182504>

出版情報 : Kyushu University, 2023, 博士 (工学), 課程博士
バージョン :
権利関係 :



博士学位論文

長周期積層構造型マグネシウム合金の
キンク変形に関する研究

九州大学

徳澄 翼

目次

第1章 序論	1
1.1 本研究の背景	1
1.2 長周期積層構造型マグネシウム合金の特徴	3
1.2.1 組織と構造	3
1.2.2 機械的性質	5
1.3 金属材料の強化法	9
1.3.1 固溶強化	9
1.3.2 析出強化	10
1.3.3 結晶粒微細化強化	12
1.3.4 転位強化	14
1.3.5 複合強化、繊維強化	14
1.3.6 キンク変形を利用した新しい材料強化法「キンク強化」	15
1.4 研究目的	19
1.5 本論文の構成	19
第2章 実験方法	21
2.1 試料	21
2.2 圧縮試験	22
2.2.1 走査電子顕微鏡内その場圧縮試験	22
2.2.2 光学顕微鏡その場圧縮試験	22
2.2.3 油圧式試験機を用いた圧縮試験	23
2.3 二回変形試験	23
2.4 微小試験片を用いた引張試験	24
2.5 微細組織観察	25
2.5.1 光学顕微鏡	26
2.5.2 レーザー走査顕微鏡	26

2.5.3	走査電子顕微鏡	26
2.5.4	透過電子顕微鏡、走査透過電子顕微鏡	27
2.6	デジタル画像相関法	28
第3章	LPSO 単相 Mg-Y-Zn 合金におけるキンク形成	30
3.1	緒言	30
3.2	実験方法	31
3.3	結果	32
3.3.1	キンク形成のその場観察	32
3.3.2	キンク界面の形成と移動	37
3.3.3	プレキンク界面の TEM 観察	40
3.4	考察	41
3.5	小括	46
第4章	LPSO 単相 Mg-Y-Zn 合金に形成されるキンクの三次元形態	47
4.1	緒言	47
4.2	実験方法	48
4.3	結果	49
4.3.1	キンクの表面性状	49
4.3.2	キンクの深さ方向の結晶学的特徴	50
4.4	考察	54
4.4.1	回位の移動によるキンク形成モデル	54
4.4.2	SEM/EBSD 解析によるリッジキンク周囲の回位の存在証明	57
4.5	小括	63
第5章	LPSO 単相 Mg-Y-Zn 合金に発現するキンク強化機構	65
5.1	緒言	65
5.2	実験方法	67
5.3	結果	68
5.3.1	非底面すべりの観察	68

5.3.2 二回圧縮試験によって生じた微細組織変化	70
5.3.3 45°方向からの荷重負荷条件下において生じるひずみの発達.....	80
5.3.4 キンクの導入が力学特性に及ぼす影響	84
5.4 考察.....	86
5.4.1 WBV 法を用いた非底面すべり系の同定.....	86
5.4.2 キンク強化・キンク変形における回位の寄与	89
5.5 小括.....	95
第 6 章 総括	97
参考文献	100
謝辞	120

第1章 序論

1.1 本研究の背景

新型コロナウイルス感染症(COVID-19)は、2019年12月に、中国の武漢市で第1例目の感染者が確認されてから、わずか数ヶ月ほどの間にパンデミックを起こし、世界的に大流行の感染症となった。我が国日本においては、それから1ヵ月後の2020年1月に最初の感染者が確認されて以来、その後数ヶ月の間に、1万人を超える非常に多くの感染者が発生した[1]。日本を含む世界各国で COVID-19 の感染が拡大する中、世界各国で開催予定であった数多のイベントが中止を余儀なくされ、2020年に開催が予定されていた東京オリンピック・パラリンピックまでも、オリンピック史上初の延期が、国際オリンピック委員会より決定された。このように、COVID-19 が我々人類にもたらした影響は非常に大きい。一方、我々研究者の生活に関しては、政府・大学より自宅待機を推奨され、また、各地で開催予定であった国内学会・国際会議のほとんどは中止となった。それ以降、数年間は国内学会・国際会議は、オンライン(リモート)で開催されるようになった。したがって、旅客機等の輸送機器は需要が低下し、2020年の旅客数は2019年比で約3分の1となった[2]。今日の日本における COVID-19 の感染状況は、2023年5月に5類感染症へと移行されたほど、パンデミック当初の猛威は収まっており、最近では、ほとんどの国内学会・国際会議・研究会が再び対面にて開催されている。これに伴い旅客機は、コロナ禍前と比較して9割近くの利用率が確認[3]されており、国内線を中心に航空機の需要は回復しつつある。しかし、2022年10月に対面・オンラインのハイブリッド方式で開催された国際民間航空機関(International Civil Aviation Organization, ICAO)総会において、2050年までのカーボンニュートラルを目指す長期目標を採択すると共に、世界のエアラインに対し、2024年以降の二酸化炭素排出量を2019年の85%に抑えるように求める決議がなされた[4]。図1-1に、2022年のICAO総会において採択された目標設定概略図[5]を示す。今、再び航空機の需要が高まりつつある中で、航空産業は環境問題という避けては通れない課題に直面している。この課題に対し、一

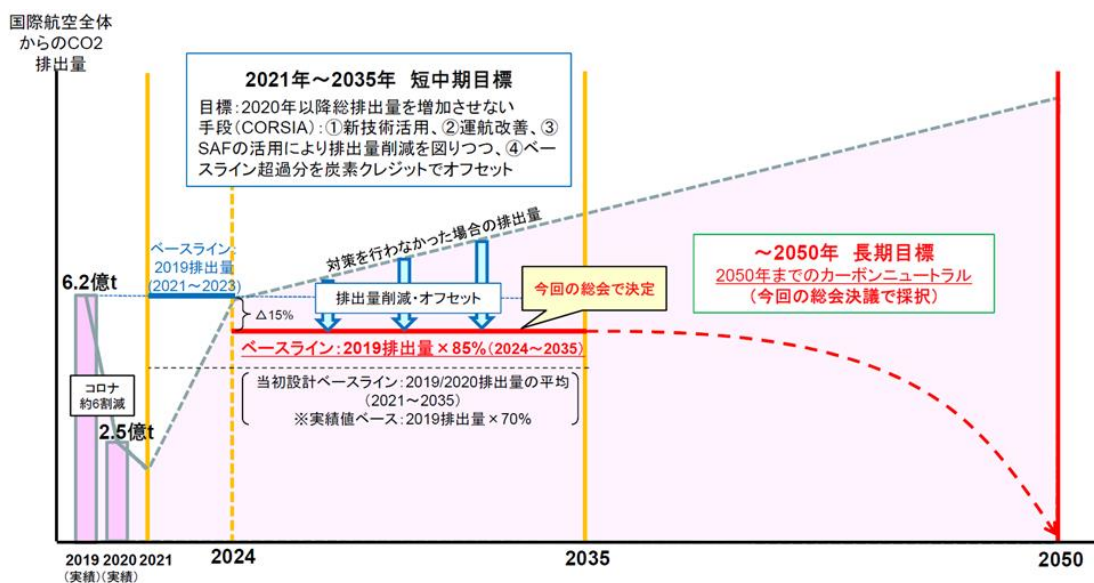


図 1-1 ICAO 総会において採択された目標概要[5].

般財団法人日本航空機開発協会は、航空機材更新、すなわち航空機の軽量化による燃費改善等を検討している[4]。

実用金属の中で最も密度が小さいマグネシウムを主成分とするマグネシウム合金は、その優れた比強度に加えて、マグネシウムが海水中に多く含まれており、国内においても十分自給可能である点から輸送機器の新たな構造材料として期待されている。しかし、発火温度が低い上に消火が困難である点や機械的性質の問題[6]から航空機材料構成比の大部分を占めるのはアルミニウム合金である[7]。そのような中、Kawamura らによって、2001 年に 610 MPa の引張降伏強度と 5%の伸びを併せ持つ高強度高耐熱マグネシウム合金が開発された[8]。開発されたマグネシウム合金は、アメリカ連邦航空局が策定したマグネシウム合金の燃焼試験法を容易に合格した[6,9]ため、航空産業では、アルミニウムに代わる新たな軽量構造材料として、Kawamura らのマグネシウム合金が広く普及することが予想される[6,8-11]。このマグネシウム合金は特異な微細構造を持ち、また、新たな材料強化機構により合金の強化がなされたとして大きな注目を集めているが、これらについては次節以降で述べる。

1.2 長周期積層構造型マグネシウム合金の特徴

1.2.1 組織と構造

Kawamura らによって開発されたマグネシウム合金は、稠密六方(Hexagonal Close-Packed, HCP)構造の Mg 母相中に、Mg-M(遷移金属元素: Zn、Co、Cu、Ni、Al 等)-RE(希土類金属元素: Y、Gd、Tb、Dy、Ho、Er、Tm 等)系の長周期積層(Long-Period Stacking Ordered, LPSO)構造を有した相が分散した二相合金である[6,9]。また、LPSO 相を有していることから、LPSO 型マグネシウム合金と呼ばれている。図 1-2 に、LPSO 型 $Mg_{97}Zn_1Y_2$ 合金鋳造材の走査電子顕微鏡(Scanning Electron Microscope, SEM)観察結果を示す[12]。上記のとおり、黒色で示される HCP-Mg 母相の中に、白色で示される LPSO 相が分散した微細組織をもつことがわかる(図 1-2)。

一般的なマグネシウム合金では、原子最密面が 2 層周期で積層した HCP 構造をとる。これに対し、LPSO 型マグネシウム合金は、周期的な積層構造変調と添加元素の濃度変調が同期したシンクロ型 LPSO 構造[13-15]を有しており、長い積層周期構造をとる。これまでに、LPSO 構造には多形が存在することが確認されている。図 1-3 に、LPSO 構造多形の高角散乱環状暗視野走査透過電子顕微鏡(High-Angle Annular Dark-Field-Scanning Transmission Electron Microscope, HAADF-

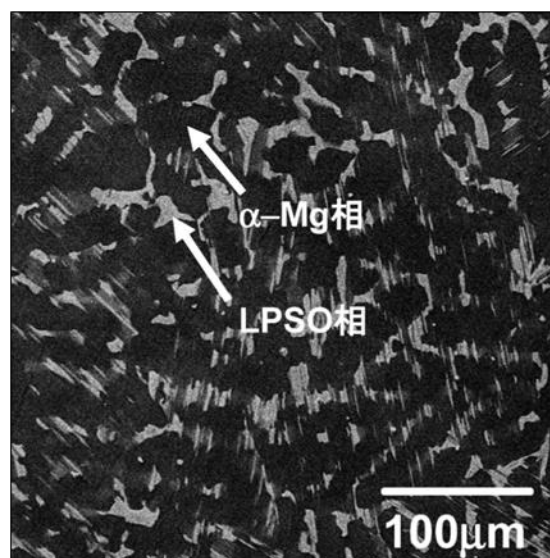


図 1-2 LPSO 型 Mg/Mg-2Y-1Zn 合金鋳造材の SEM 観察結果[12].

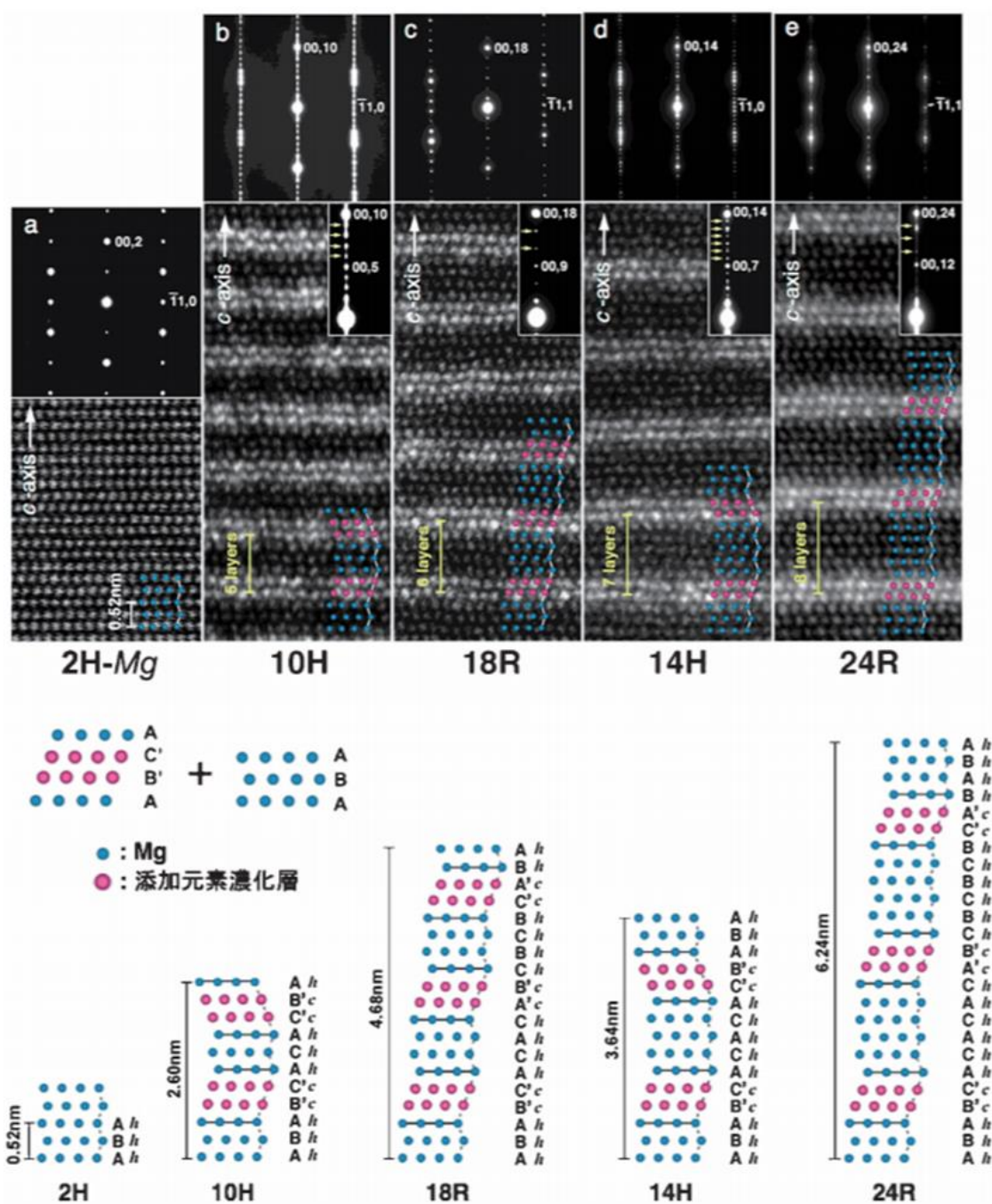


図 1-3 LPSO 構造多形の HAADF-STEM 原子像(上)と結晶構造モデル(下)[16].

STEM)観察結果と結晶構造モデルを示す[16]。ここでは、LPSO 構造は Mg-Zn-Y 系である。HAADF-STEM 観察法は原子番号に依存した像強度が得られる手法 [17]であり、図 1-3 中の HAADF-STEM 像では、Mg より原子番号の大きい Zn や Y が明るく観察され、それらが周期的に濃化していることがわかる。一方、暗い

原子層(結晶構造モデルの青色部分)は HCP-Mg とみなすことができる。このように、LPSO 相は Zn と Y が濃化した硬質層と HCP-Mg の軟質層が交互に積層した、いわゆるミルフィーユ構造を有している。なお、図 1-3 で紹介した Mg-Zn-Y 系の LPSO 構造(10H、18R、14H、24R)以外に、Mg-Co-Y 系では異なる構造多形が確認されている[18]。また、Al-Cu 系合金を溶体化処理後に放置しておくことで生じる Guinier Preston(G.P.)ゾーンも、添加元素である Cu が局所的に濃化しているが、これは Cu が Al 母相の FCC(Face-Centered Cubic)格子点上に偏析しているため、LPSO 相のように回折ピークを示さない。したがって、LPSO 相と G.P. ゾーンは似て非なるものである[16]。

ところで、LPSO 型マグネシウム合金は、LPSO 相の生成過程の違いにより、2 種類に分類されることが報告されている[10]。タイプIに分類されるものは、凝固中に LPSO 相が形成されるのに対し、タイプIIに分類されるものはソーキング処理(均質化処理、均熱処理、拡散焼なましともいわれる)を行うことで LPSO 相が析出する。LPSO 型マグネシウム合金の研究は、Mg-Zn-Y 系合金がベースとなることが多いものの、遷移金属元素が Zn 以外(例えば、Co[18]や Ni[19])の合金等(いずれも希土類金属元素は Y である。)も開発されている。Kawamura と Yamasaki[10]は、14 種類もの希土類金属元素(RE=Y、La、Ce、Pr、Nd、Sm、Eu、Gd、Tb、Dy、Ho、Er、Tm、Yb)を用いて、種々の $Mg_{97}Zn_1RE_2$ 合金を作製し、LPSO 相の生成過程を系統的に調査した。その結果、LPSO 相を形成した元素は、Y、Gd、Dy、Ho、Er、Tb および Tm であり、そのうち、Y、Dy、Er、Ho および Tm はタイプIに分類され、Gd と Tb はタイプIIに分類されることを報告している[10]。このようにして作製されたいずれのタイプの LPSO 型マグネシウム合金も、次項で述べるような優れた機械的性質を示すため、新しい軽量構造材料として期待されている[10]。

1.2.2 機械的性質

表 1-1 に、先行研究[20]で報告された室温における種々のマグネシウム合金の

表 1-1 耐熱(難燃性)マグネシウム合金の機械的性質[20].

Alloy	Chemical compositions, wt%	0.2%YS, MPa	UTS, MPa	EL, %
AZ91	Mg-8.9Al-0.7Zn-0.2Mn	147	235	5
AM60	Mg-6.3Al-0.1Zn-0.3Mn	125	244	12
AS31	Mg-3.1Al-0.6Si-0.3Mn	127	248	13
MRI153A	Mg-8.3Al-0.8Zn-1.0Ca-0.1Sr-0.2Mn	165	251	7
MRI153M	Mg-7.7Al-1.1Ca-0.3Sr-0.3Mn	162	238	7
MRI230D	Mg-6.5Al-2.0Ca-0.4Sr-1.0Sn-0.3Mn	179	219	4
AE42	Mg-3.5Al-0.3Mn-1.5Ce-0.6La-0.4Nd-0.1Pr	122	238	12
AE44-2	Mg-4.0Al-0.2Mn-2.8Ce-1.3La	128	255	14
AE44-4	Mg-3.7Al-0.3Mn-2.5Ce-1.2La-0.5Nd-0.1Pr	130	250	13

機械的性質をまとめたものを示す。表 1-1 では、汎用マグネシウム合金(Mg-Al系)を黒字で、耐熱性向上のために Ca 添加した合金を青字で、同じく耐熱性向上のために希土類金属元素である Ce を添加したものを赤字で記している。表より、Kawamura らの開発した 610 MPa の降伏強度と 5%の伸びを併せ持つ高強度高耐熱マグネシウム合金(LPSO 型マグネシウム合金)[8]が既存の耐熱マグネシウム合金をはるかに凌駕する機械的性質を有していることが明瞭にわかるが、以下ではさらに詳細に LPSO 型マグネシウム合金の優れた機械的性質を説明する。

LPSO 型マグネシウム合金が開発された当初は、熔融金属に高圧ガスを吹き付けて熔融金属を飛散させて作製(高圧ガスアトマイズ法)した急速凝固粉末を、押し出し固化成形することで合金が作製されていた[8]。その後、鑄造材であっても LPSO 相が形成されることや、鑄造材に押し出し加工を施すことで優れた機械的性質が得られることが明らかとなった[12,21-23]。ただし、LPSO 型マグネシウム合金の機械的性質は製造方法に依存する。図 1-4 に、LPSO 型マグネシウム合金の室温における比降伏強さを製造方法ごとに示す。同図には比較として、既存の高強度マグネシウム合金と高強度アルミニウム合金の比降伏強さを示す。図 1-4 より、LPSO 型マグネシウム合金は超々ジュラルミンを含む既存の高強度軽金属合金よりも比降伏強さが優れていることがわかる。また、LPSO 型マグネシウム合

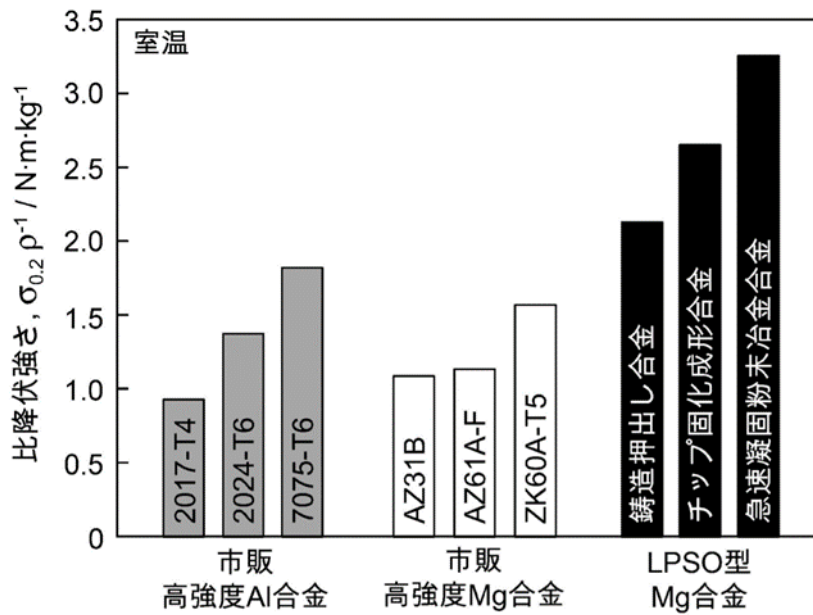


図 1-4 LPSO 型 Mg/Mg-2Y-1Zn 合金の室温における比降伏強さ[12].

金の製造方法に着目すると、鑄造後に塑性加工を施した合金よりも切削チップを固化成形して作製した合金のほうが優れた比降伏強さが得られ、さらに急速凝固粉末を固化成形して得られた合金が最も優れていることがわかる。なお、図 1-5 に示すように、最も優れているとされる急速凝固粉末冶金法で作製した Mg₉₇Zn₁Y₂ 合金(図中□)であっても、強度と延性にはトレードオフの関係があるため、延性を強く要求すると強度が低下してしまう[8]が、添加元素を変えた Mg_{93.5}Ni₃Y_{3.5} 合金では、510 MPa 以上の降伏強度を持ちつつ 8%以上の伸びを示すことが報告されている[12]。

LPSO 型マグネシウム合金の注目すべき特性は室温強度だけではない。図 1-6 に、LPSO 型マグネシウム合金の 473 K における比降伏強さを示す。図 1-6 より、LPSO 型マグネシウム合金は既存の耐熱マグネシウム合金や耐熱アルミニウム合金よりも高温強度が優れていることがわかる。また、573 K までは熱的に安定である[12]。急速凝固粉末冶金法で作製した LPSO 型 Mg_{96.7}Zn_{0.85}Y₂Al_{0.45} 合金[12] では、533 MPa の引張降伏強度と 10.6%の伸びを併せ持つ。さらに、表 1-2 に示すように、超々ジュラルミンと比較しても比重、降伏強度、疲労強度、腐食速度の点で優れており、伸びに関してもほぼ同じレベルであるため、LPSO 型マグネ

シウム合金が実社会で普及することがより一層期待される。

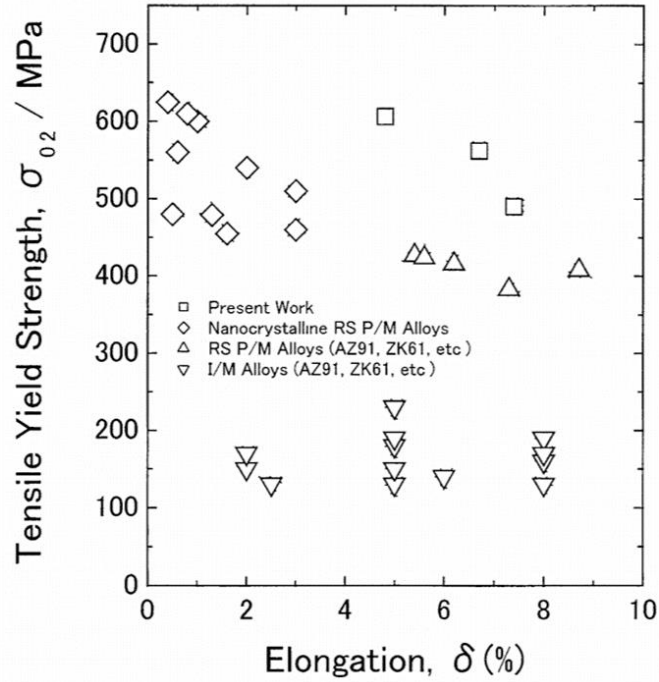


図 1-5 LPSO 型 Mg/Mg-2Y-1Zn 合金の引張降伏強度と伸び[8].

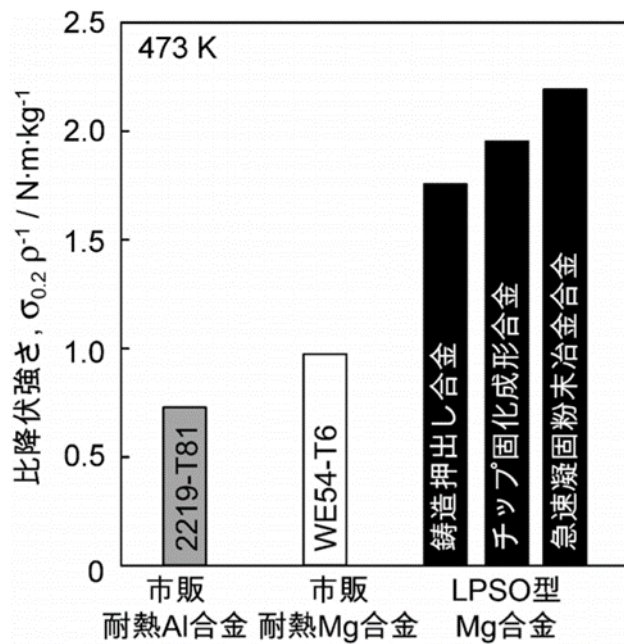


図 1-6 LPSO 型 Mg/Mg-2Y-1Zn 合金の 473 K における比降伏強さ[12].

表 1-2 LPSO 型マグネシウム合金と超々ジュラルミンの各種性質[12].

	LPSO 型急速凝固粉末冶金 Mg _{96.7} Zn _{0.85} Y ₂ Al _{0.45} 合金	超々ジュラルミン 7075-T6
比重	1.85 g/cm ³	2.75 g/cm ³
降伏強さ(0.2%耐力)	533 MPa	505 MPa
伸び	10.6%	11%
疲労強度(10 ⁷ 回)	325 MPa	275 MPa
腐食速度	0.16 mm/year	275 mm/year

1.3 金属材料の強化法

本節では、金属材料の強化機構について、いくつかの参考書を用いて概説する[24-29]。ここで述べる「強化」とは、金属材料が塑性変形する、言い換えれば、材料内の転位が運動するのに必要な応力が上昇することを指す。すなわち、金属材料を強化するためには、材料内に転位の運動を妨げる障害物を適切に配置すれば良いのである。以下の項では、その様々な障害物に着目されたい。

1.3.1 固溶強化

純金属(溶媒金属)に他の元素(固溶元素あるいは溶質元素)を添加させると、固溶元素が純金属中に固溶して固溶体を形成する。この固溶元素には、置換型固溶原子と侵入型固溶原子の 2 種類がある。前者は、溶媒金属原子と固溶原子との原子半径の差や電子構造の差等によって格子にひずみを生じさせ、応力場を形成する。この応力場が運動している転位の応力場と相互作用を起こし、転位の運動を妨げることになる。後者は、炭素(C)や窒素(N)が代表的な元素で、これらの原子が刃状転位の引張側に集まり、刃状転位を固着する(これをコットレル雰囲気と呼ぶ。)。このようにして、刃状転位の移動が妨げられ、金属材料が強化される。これらの転位運動の阻害が金属材料の降伏強度を向上させる固溶強化である。侵入型固溶元素の濃度が置換型固溶元素の 100 分の 1 程度であっても、

両者の固溶強化による強度の上昇は同程度であるが、侵入型固溶元素の固溶限は低いため、固溶強化に限界がある。この固溶強化を利用した代表例に低炭素鋼[30,31]、銅合金[32,33]、オーステナイト系ステンレス鋼[34,35]およびハイエントロピー合金[36,37]等が挙げられる。

1.3.2 析出強化

Al-Cu 合金のような金属の状態図において、図 1-7 に示す A 点で長時間保持すると、合金粒子が十分に固溶された単相状態(α 相)になる。そこから温度を下げていくと、冷却速度によって得られる組織が変化する。徐冷した場合、 α 相から β 相が析出して粗大な二相共存($\alpha+\beta$)組織となる。一方、急冷した場合には α 相と β 相の二相に分かれず、 α 相が合金元素をそのまま過飽和に固溶した過飽和状態となる。この状態を過飽和固溶体と呼び、この処理のことを溶体化処理という。この過飽和固溶体を室温あるいはそれ以上の高い温度で再加熱すると、微細な第二相が固溶体から析出する。過飽和固溶体を室温で長時間放置することを自然時効といい、温度を加えて時効させることを人工時効という。この析出粒子が転位の移動を妨げることによって合金の強度が向上することを析出強化という。

なお、代表的な時効硬化合金である Al-Cu 合金では、溶体化処理後の時効処理

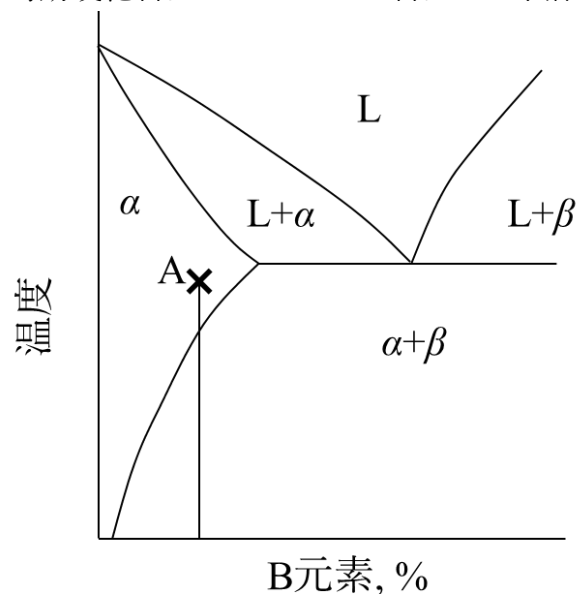


図 1-7 析出硬化型合金の状態図.

によって強度が変化することが知られている。この強度変化は、過飽和に固溶した溶質原子が析出物を形成する過程で生じ、時効時間によって母相から析出する第二相粒子の状態が異なることによる。Al-Cu 合金では、以下のような時効析出挙動を示すことが知られている。

過飽和固溶体→G.P.(I)ゾーン→G.P.(II)ゾーン→中間相 θ' →安定相 θ

G.P.(I)ゾーンでは、Al の {200} 面上に整合に Cu 原子層が長さ 100 Å、厚さ 2、3 原子距離に析出し、母相の Al にかんがりの範囲にひずみ場を生じさせる。G.P.(II)ゾーンは、正方晶系の結晶構造を持った円盤状の析出物(CuAl₂と同じ成分比)で、数も多く Al 母相に大きなひずみ場を形成する。その後、半整合の中間相 θ' が形成される。微細な θ' の析出までは硬化するが、 θ' の粗大化、非整合な θ の析出によって軟化する。 θ 相は正方晶系の CuAl₂ で安定な析出相である。十分に時効して θ 相の分散した状態を作ると Al よりわずかに硬くなる。析出強化を利用した代表例には、航空機の構造用材料として広く用いられている Al-Cu-Mg 合金(超ジュラルミン)[38-40]や Al-Zn-Mg 合金(超々ジュラルミン)[40-42]が挙げられる。

変形の最中、すなわち転位がその運動中に析出物に出会うと、図 1-8 に示すように、転位は析出粒子をせん断して通過することができない。この粒子による障害のため、転位線は粒子間を円弧状に張り出した後、粒子の周りに転位ループを残して通過する。転位が粒子を通過するのに必要なせん断応力は次式(1.1)で表される。

$$\tau = \frac{Gb}{\lambda} \quad (1.1)$$

ここで、 G はせん断弾性係数、 b はバーガースベクトルの大きさ、 λ は粒子間距離である。式(1.1)より、 λ が小さいほど τ が大きくなる。すなわち、硬い粒子を密に析出させることによって材料は高い降伏強度を示すことになる。

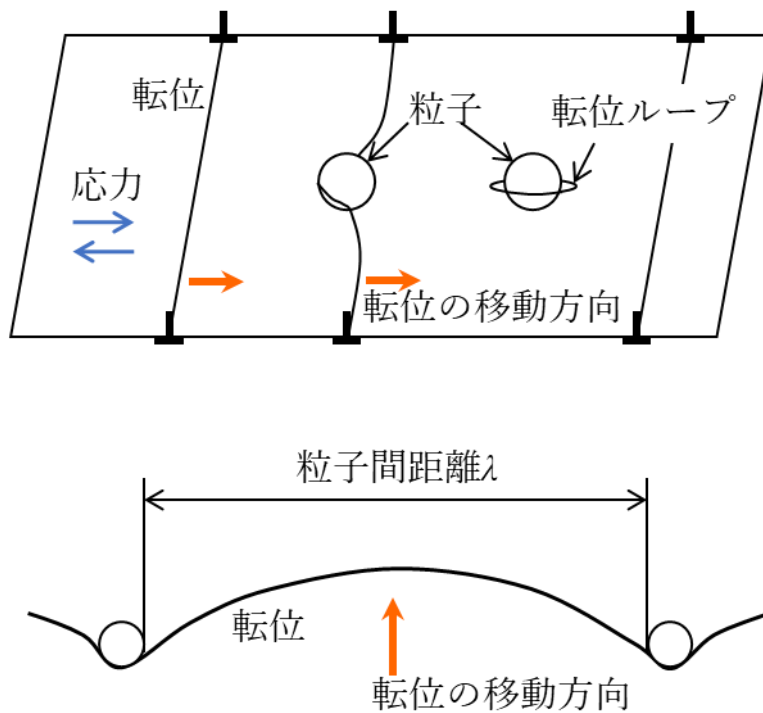


図 1-8 析出強化材の転位の移動機構.

なお、析出強化された合金を高温で長時間保持すると析出粒子は母相に溶け込み、析出強化は消滅する。したがって、高温においてもクリープ等の高温強度を改善する方法が必要になる。高温において安定な酸化物や窒化物の粒子を母相に分散させることによって高い強度を得る強化法が分散強化である。この強化機構は、基本的には析出強化と図 1-8 に示した強化プロセスで説明できる。しかし、分散粒子が転位の発生源にもなるので、結晶の母相にひずみ硬化が生じることを考慮する必要がある。また、分散粒子は材料の回復や再結晶のような軟化過程を抑制するため、融点近くの高温に至るまでその材料の強度を維持させるようにふるまう。分散強化を利用した代表的な耐熱鋼として、酸化物分散強化型フェライト鋼が挙げられる[43]。

1.3.3 結晶粒微細化強化

多結晶金属は、結晶粒が小さくなるほど強度が上昇する。これは、結晶粒界が転位の移動に対して大きな障害となるためである。ある結晶粒で発生した転位

のすべりは、隣接する結晶粒に向かって伝ばするが、結晶粒界に達すると止まってしまう。このとき、結晶粒界に到達したすべり先端では、転位のパイルアップが生じており、すべり先端では、パイルアップした転位の数に依存して応力集中が生じる。塑性変形がさらに進行するためには、隣接した結晶粒を降伏させなければならない。その応力は、負荷応力とすべり帯の長さに依存する。外部からのマクロな負荷応力が同じ条件下では、すべり帯の長さが長い、すなわち結晶粒径が大きいほど、すべり先端部の応力集中は大きくなり、容易に隣接した結晶粒に塑性変形を引き起こす。要するに、結晶粒が大きいほどすべりは結晶粒界の障壁を乗り越え易く、結果として結晶の降伏強度が低くなる。

降伏強度 σ_y と結晶粒径 d との間には、次式(1.2)が成立し、これを Hall-Petch の式と呼ぶ。

$$\sigma_y = \sigma_0 + k_{HP}d^{-\frac{1}{2}} \quad (1.2)$$

ここで、 σ_0 は転位が結晶中を移動するときの摩擦応力、あるいはその材料の単結晶の降伏応力であり、 k_{HP} は結晶粒径に依存しない定数(Hall-Petch 係数)で、その材料の結晶粒界の抵抗力として考えられている[44]。式(1.2)からわかるように、結晶粒径が小さいほど降伏強度は上昇する。また、この Hall-Petch の式は降伏強度だけではなく、ある程度の塑性ひずみが与えられた状態においても、拡張して成り立つことが知られており、以下のように表すこともできる[45]。

$$\sigma(\varepsilon) = \sigma_0(\varepsilon) + k_{HP}(\varepsilon) \cdot d^{-\frac{1}{2}} \quad (1.3)$$

ただし、粒界すべりが生じる高温変形の場合には、例外的に、結晶粒径の微細化により強度は低下する。また、結晶粒径が超微細な場合には、逆 Hall-Petch の関係として知られている強度の低下がみられる場合がある。

一般に、材料が強化されると延性または韌性が損なわれる。しかし、結晶粒微細化強化では、強化と同時に強靱化が図られる。この点は、他の既存の強化方法とは異なる。したがって、金属材料のみならず、例えば、セラミックスを強化する場合[46,47]にも採用される重要な強化機構である。加工と熱処理を適度に組み

合わせることで、再結晶、析出および相変態がうまく複合化されて、結晶粒が微細化される。このようにして、結晶粒の微細化が図られた材料は、UFG(UltraFine-Grained)あるいはNC(NanoCrystalline)材料と呼ばれ、様々な材料で多くの研究が行われている[48-57]。

1.3.4 転位強化

転位が結晶中を移動するとき、転位はその周囲に応力場を有するため、他の転位との間に相互作用が生じる。この相互作用は転位の移動を妨げ、後続の転位運動に対する抵抗力を増大させることになる。結果として、結晶の強度が大きくなり、この現象を加工硬化という。なお、加工硬化は強化機構を意味する言葉ではなく[58]、このような強化機構を転位強化という。塑性変形の素過程は転位が担っているため、塑性加工によって金属材料を塑性変形させると、材料内の転位密度は増加する。この転位密度による強度の増加量を σ_d とすると、

$$\sigma_d = \alpha G b \sqrt{\rho} \quad (1.4)$$

が成立する。ここで、 α は 0.2~1.0 の定数であり、 ρ は転位密度である。式(1.4)は、転位が出会って互いに通り抜けるのに必要な応力が G と b に比例し、転位間の距離 l (ρ は $1/l^2$ に比例)に反比例することを示している。すなわち、転位密度が増加すると転位間の距離は短くなるので、塑性変形に必要な応力は増加することになる。式(1.4)で表される関係を Bailey-Hirsch の関係という。

1.3.5 複合強化、繊維強化

技術の進歩が著しくなるにつれ、材料にも高強度化、高級化、多様化が望まれる傾向が強くなっている。しかし、従来の単一材料ではその需要を達成することが困難になっている。そこで、性質の異なる材料の組み合わせにより、それぞれの弱点を克服し、両材料の特徴ある性質を最大限に活かしながら、新しい機能を発現する材料が複合材料である。複合材料の特徴は、軽くて強いことである。重力に逆らって重いものを打ち上げる宇宙や航空分野では、軽いことが第一に要

求されるため、複合材料が活躍する分野である。

通常、複合材料は強化材と母材から成り、前者に炭素繊維、ガラス繊維、金属粒子あるいはセラミックス粒子等が、後者にプラスチック、金属およびセラミックス等が用いられている。なかでも、プラスチック母材は、歴史的に最も古く、その使用量も圧倒的である。複合強化(繊維強化)の基本的な強化原理は、高い強度を有する繊維が荷重を受け持ち、延性の大きい母材が、繊維に荷重を伝達し、また、繊維を保護し、さらに繊維中に発生したき裂の成長を阻止するといったものである。複合強化が利用された代表的なものは炭素繊維強化プラスチック、通称 CFRP(Carbon Fiber Reinforced Plastic)であろう(例えば、[59-61])。

1.3.6 キンク変形を利用した新しい材料強化法「キンク強化」

一般に、多結晶金属材料の塑性変形を担うのはすべり変形である。従来のマグネシウム合金では、臨界分解せん断応力(Critical Resolved Shear Stresses, CRSS)が 1 MPa 未満の底面すべり[62]が主な変形機構である。多結晶材料が任意の形状へと変形するためには von-Mises の条件を満たす、すなわち、5つの独立なすべり系の活動の必要があるが、底面すべりのみではこの条件を満たすことはできない[63]。von-Mises の条件を満たすためには非底面すべりの活動が必要になるが、純マグネシウムおよびマグネシウム合金の室温における非底面すべりの CRSS は底面すべりのそれと比較すると 10 倍以上高い[64-70]。そのため、von-Mises の条件を満たすために、つまり塑性変形を担うために、従来のマグネシウム合金では引張変形双晶(室温での CRSS \approx 3 MPa)[62]が発生することが知られている。

ところで、LPSO 型マグネシウム合金に塑性加工を施すと、強化相である LPSO 相にはその高い積層欠陥エネルギーの大きさに起因して変形双晶は生じず[71]、キンクと呼ばれる特徴的な変形組織、表面起伏が瞬間的に形成される。図 1-9 に、LPSO 単相合金に生じたキンクの SEM-二次電子(Secondary Electron, SE)像を示す。くさび状の表面起伏がキンクであり、圧縮方向に対してほとんど直交するように形成している。これまでに LPSO 相では、 c 軸に垂直な圧縮応力が作用した場

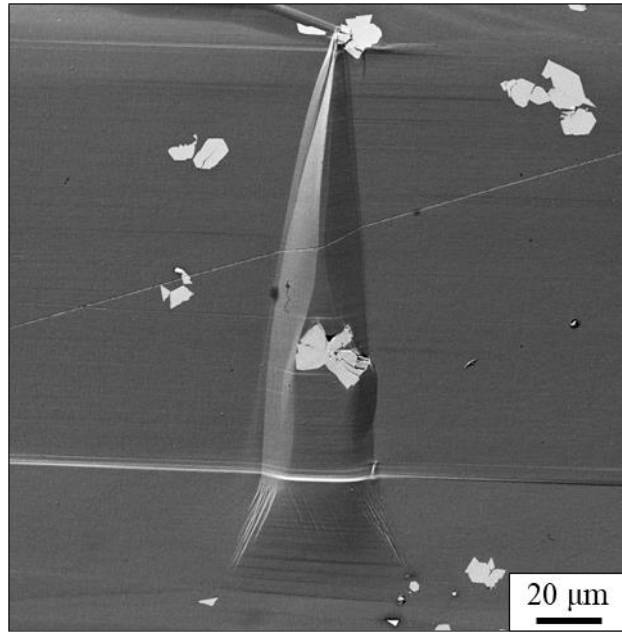


図 1-9 LPSO 単相 Mg-9Y-6Zn 合金に形成されたキンク。
(圧縮方向: 紙面左右方向).

合に、底面が大きく屈曲したキンクが形成することがわかっている[72]。なお、キンクの形成自体は塑性異方性の強い材料で古くから観察されている変形機構であり、1940年代に Orowan[73]ならびに Hess と Barrett[74]によって報告されて以来、層状構造を有する様々な材料でキンクが観察されている[75-79]。参考として、著者が観察した岩石のキンクバンドを、図 1-10 中の白枠に示す。また、室温における LPSO 相の塑性変形モードは、底面すべりとキンク変形とされている[72]。金属におけるキンク変形モデルは、Hess と Barrett[74]により提案されている。彼らは、Zn 単結晶を用いて圧縮試験を行い、キンクの形成には Zn の容易すべり系、すなわち、底面すべりを抑制する方向から圧縮荷重を負荷すると、底面に折れ曲がりが生じ、その折れ曲がりに転位が集積することでキンクが形成するというモデルを提案している[74](図 1-11)。しかし、そのモデルに示されるような多量の転位の発生源は実証されていない。

ここで非常に興味深い実験事実として、LPSO 型マグネシウム合金の力学特性は、鑄造ままでは一般的なマグネシウム合金と同等であるが、鑄造材に塑性加工を行うことで、その延性を保持しつつ、従来の材料強化理論では説明できないほ



図 1-10 岩石に形成されたキンクバンド。
(埼玉県秩父郡長瀬町).

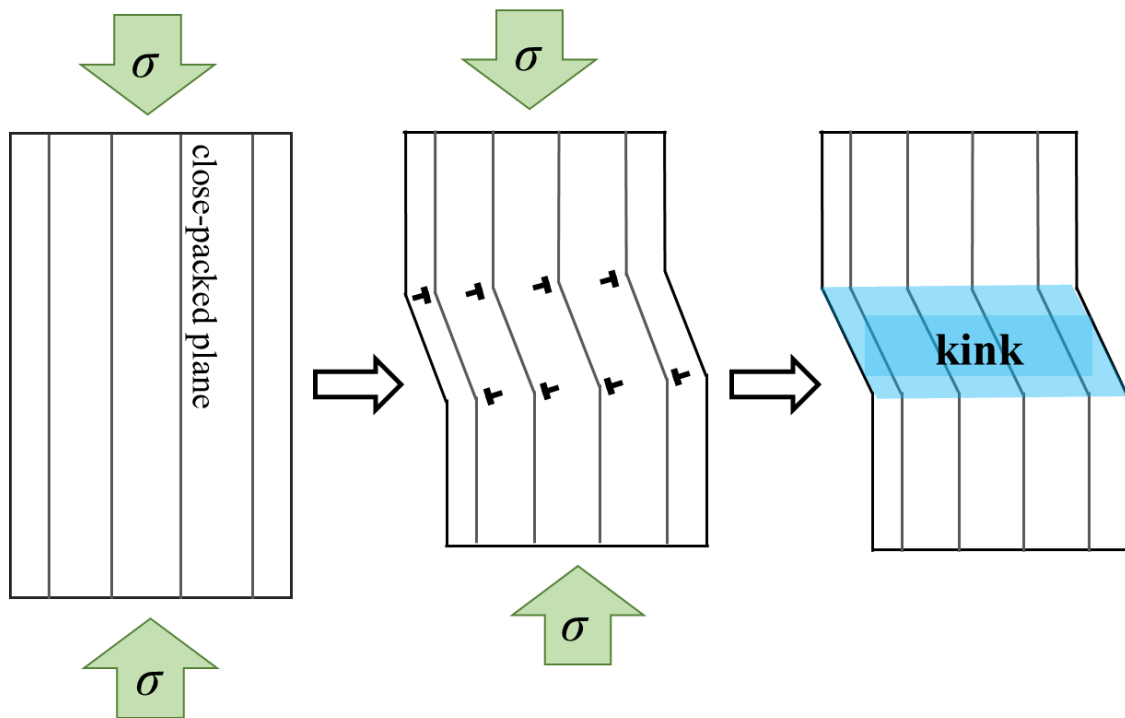


図 1-11 Hess と Barrett により提案されたキンク変形モデル[74].

ど降伏強度が著しく向上することが挙げられる[12,21-23]。図 1-12 に、鋳造ままならびに鋳造後に押し出し加工を行った LPSO 型マグネシウム合金の応力-ひずみ

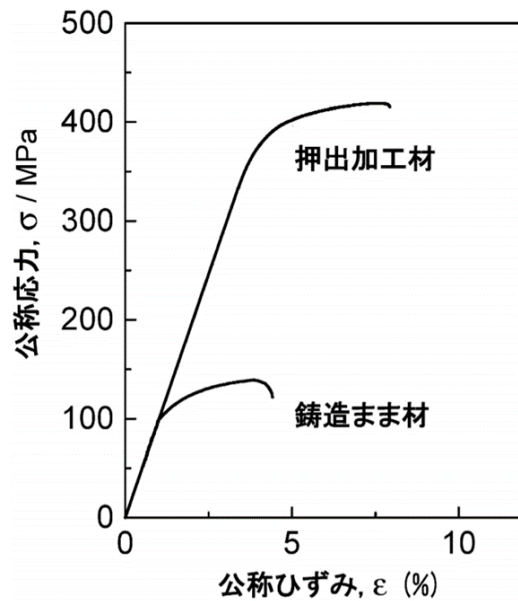


図 1-12 LPSO 型 Mg/Mg-2Y-1Zn 合金の応力ひずみ曲線[12].

曲線を示す。この力学特性の著しい向上は、押し出し加工により LPSO 相中にキンクが形成されたことに加え[80,81]、キンク形成による変形の影響を HCP-Mg 母相が受け、HCP-Mg 母相/LPSO 相界面に大量の転位が蓄積し、そこに集中したひずみを駆動力として動的再結晶が生じることで、結晶粒が微細化されたためだと考えられている[23]。前者はすなわち LPSO 型マグネシウム合金で初めて確認されたキンクによる材料強化現象であり、近年新しい材料強化方法として大きな注目を集めている。LPSO 型マグネシウム合金において、キンク形成・強化の基本学理を構築することができれば、LPSO 型マグネシウム合金のみに留まらず、アルミニウム合金やチタン合金、鉄鋼等の金属材料はもちろん、セラミックスやポリマーといったあらゆる材料へも適用可能な革新的な材料強化指針が見出されるのではないかと期待されている[82]。最近では実際に、ミルフィーユ構造を巨視的に模擬した材料での検討が行われている。寺田ら[83]は、軟質層の Al 固溶体中に硬質層である Ag_2Al を冷間圧延により層状に配列させた Al-Ag 合金において、圧縮変形によりキンクが形成することを報告している。Hagihara ら[84-87]は、共晶組成の Mg 合金を用いてラメラ組織形成によるマクロなミルフィーユ組織制御によって、キンクの形成が可能であることを報告している。このよう

なマクロな組織制御によってミルフィーユ構造材料にキンクが形成された報告は、Mg 合金以外にも、Cu-Nb 合金[88]、パーライト鋼[89]および Ti 合金[90]等においてもなされている。さらに、Hagihara らは Al-Cu 共晶合金において、キンク形成ならびにキンクによる降伏強度の上昇、すなわち、キンク強化の発現を報告している[91,92]。このようなミルフィーユ構造材料において、キンクの形成とそれによる強化が発現する条件を明確にすることにも力が注がれている。

1.4 研究目的

以上述べたように、LPSO 型マグネシウム合金の実用化に向けて、既存の構造材料に対し、LPSO 型マグネシウム合金が有する利点や、LPSO 型マグネシウム合金の組織、構造および変形特性に関する研究、また、キンク強化を利用した新たな構造材料を作製する研究と、非常に多岐に渡る多くの努力が行われてきた。しかし、キンク変形という現象に対し、最も基礎的な「キンクの形成過程」や「形成したキンクの三次元形態」および「キンクによる強化機構」に焦点を当てた研究例は少ないのが現状である。キンク強化を利用した構造材料の実用化に向けては、これらの課題は解決すべきものである。そこで本研究では、ここで挙げた 3 つの課題の学理構築を研究目的とし、LPSO 単相マグネシウム合金を用いて、電子顕微鏡による精緻な観察を行った。

1.5 本論文の構成

本論文は、以下の 6 章で構成される。

第 1 章 序論

第 2 章 実験方法

第 3 章 LPSO 単相 Mg-Y-Zn 合金におけるキンク形成

第 4 章 LPSO 単相 Mg-Y-Zn 合金に形成されるキンクの三次元形態

第 5 章 LPSO 単相 Mg-Y-Zn 合金に発現するキンク強化機構

第 6 章 総括

第 1 章では、本研究で扱う LPSO 型マグネシウム合金の基本的な特徴と既存の材料強化方法およびキンク変形ならびにキンク強化が生じる材料の報告例を紹介し、本研究の目的と本論文の構成を述べた。

第 2 章では、本研究で扱う観察試料や具体的な評価方法等の実験方法について説明する。

第 3 章では、SEM 内その場圧縮試験を行い、キンクの形成挙動について議論する。

第 4 章では、第 3 章で観察されたキンク形成の前駆段階であるプレキンクと成熟したキンクに対し、シリアルセクションング観察を行い、キンクの三次元形態について調査する。また、第 3 章の結果を踏まえて、新しいキンク形成モデルを提案する。

第 5 章では、第 3 章、第 4 章の結論に基づいて、キンク強化機構ならびにキンク変形について議論する。また、キンクの導入による強化量と延性について調査する。

第 6 章では、本論文の総括を述べる。

第2章 実験方法

2.1 試料

本研究では、18R シンクロ型 LPSO 単相 Mg-9 at.%Y-6 at.%Zn 合金[93]の一方
向凝固(Directional Solidified, DS)材を供試材とした。本供試材は、大阪大学また
は名古屋工業大学にて、ブリッジマン法で作製されたものである。
ICP(Inductively Coupled Plasma)分析による供試材の詳細な化学組成は、
Mg:Y:Zn=84.38:6.39:9.26 である。供試材は DS の際、成長速度 10 mm/h で、 $\phi 11$
mm \times 90 mm の円柱状に作製された。本供試材では、DS 時の結晶成長方向に対し
て、LPSO 相の c 軸方向が垂直かつ $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ のうちの 1 つが平行の関係にある[94]。
円柱状のインゴットは、上部と下部で結晶の配向性が異なっており、上部では下
部に比べて結晶配向が整っている。この配向性の違いに基づいて、第 3 章では
インゴット下部約 13 mm の領域から、第 4 章と第 5 章ではインゴット上部約 13
mm の領域から、研磨後に約 $3 \times 4 \times 1$ mm³(幅 \times 長さ \times 厚さ)となるように板状試験片
を切り出した。これは、インゴット下部から切り出した試験片では、圧縮試験の
際、キックが形成する領域を予測しやすいと考えたためである。一方、インゴッ
ト上部から切り出した試験片では、圧縮試験の結果として、比較的大きく単一の
キックが形成されることが経験的にわかっているためである。ここで、板状試験
片の長手方向は DS 時の結晶成長方向と平行である。板状試験片を黄銅製の研磨
治具に市販の瞬間接着剤で固定した後、エメリー紙(#400~#3000)を使用して湿式
研磨を行った。その後、固定方法を市販の両面テープ(ナイスタック 04)に変更
し、粒径 3 μ m、1 μ m および 1/4 μ m のダイヤモンド懸濁液(Struers 社)を使用した
バフ研磨を行い、試料観察面を鏡面にした。第 3 章では、鏡面研磨後に、過塩素
酸(60%):エタノール=12:500(体積比)を使用した電解研磨を約-50 $^{\circ}$ C、電流値 200
mA で数秒間の条件で行った。しかし、電解研磨は再現性が悪く、試行錯誤の末、
第 4 章と第 5 章では、上述したバフ研磨に加えて、さらに粒径の小さなダイヤ
モンド懸濁液(粒径は 0.1 μ m と 50 nm)を使用して仕上げ研磨を施し、観察試料を
作製した。

2.2 圧縮試験

観察試料にキックを導入するために、圧縮試験を実施した。圧縮方向は、観察試料の長さ方向と同じ方向、すなわち底面と平行である。底面と平行に圧縮することで、底面すべりを抑制し、キックの導入を促すことができる[72]。第3章から第5章では、異なる圧縮試験機を用いて、観察試料にキックを導入したため、以下の項ではそれぞれについて説明する。

2.2.1 走査電子顕微鏡内その場圧縮試験

本項では、第3章と第4章での圧縮試験法を説明する。図2-1に、SEM内その場引張ステージと圧縮治具を示す。この引張ステージは、図2-1(右)に示す圧縮治具を組み合わせることで、引張荷重を負荷すると、観察試料には圧縮荷重を負荷できる仕組みとなっている。第3章では、キックの形成挙動を調査するために、SEM/EBSD(Electron Back Scatter Diffraction)その場圧縮試験を実施した。EBSD測定を実施するために、圧縮治具を20°プリチルトした状態で設置した。圧縮試験は、一定の変位速度(引張制御ソフトウェア TSL solutions Tensile 5.1 における speed 5)で行った。

2.2.2 光学顕微鏡その場圧縮試験

本項では、第5章での圧縮試験法を説明する。第5章では、光学顕微鏡(Optical Microscope, OM)の下で圧縮試験を行うために、手動でネジを締めることで圧縮

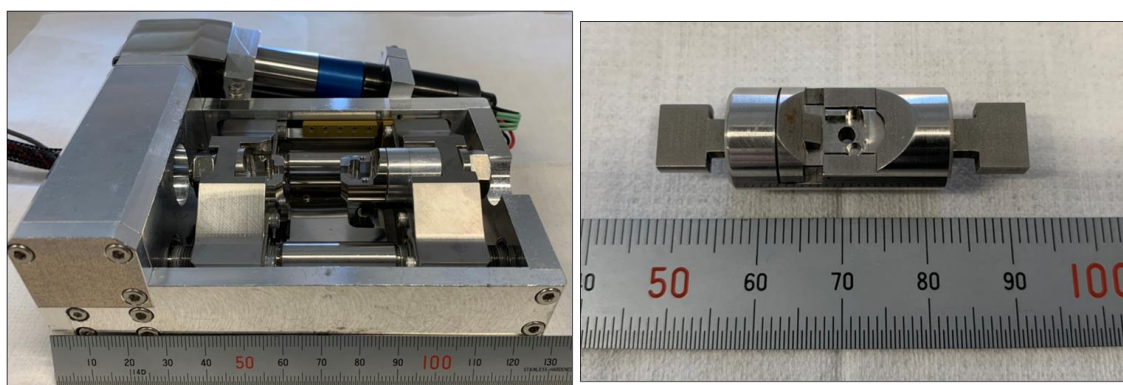


図 2-1 SEM 内その場引張ステージ(左)と圧縮治具(右).

試験を行うことのできる OM その場圧縮試験機を自作した。図 2-2 に、手動圧縮試験機を示す。OM には、Dino-Lite(オプトサイエンス社)を使用し、動画撮影を行いながら観察試料を圧縮した。観察試料にキントの導入を確認した後、除荷した。

2.2.3 油圧式試験機を用いた圧縮試験

第 5 章で用いる微小引張試験片を作製するにあたり、観察試料に所定のひずみを与えるために、油圧式万能試験機サーボパルサ(島津製作所社)を使用した。圧縮試験時には前項で記載した OM を使用し、動画撮影を行いながら観察試料を圧縮した。初期ひずみ速度は 10^{-3} s^{-1} とし、ひずみ 5%まで圧縮した。

2.3 二回変形試験

二回変形試験は、第 5 章において実施した。二回変形試験は、Hagihara ら[92]がキント強化量を定量評価するために考案した「二重圧縮試験」を模擬した試験法であり、一回目の変形では、キントを導入するために圧縮試験を行い、続く二回目の変形では、一回目の圧縮試験から荷重軸を 45° 傾け、曲げによる引張また

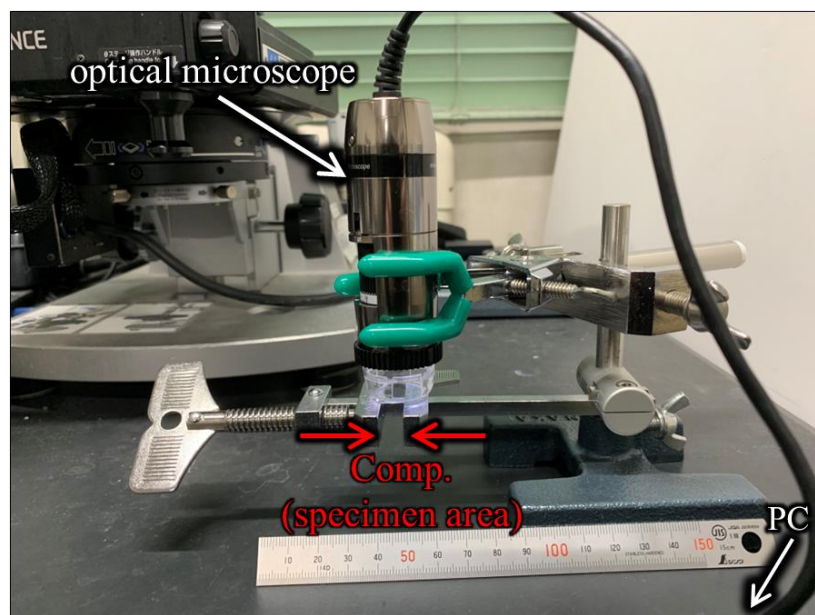


図 2-2 手動圧縮試験機の外観.

は圧縮荷重を負荷する。なお、二回変形試験における二回目の変形を行うにあたって、キックの導入後、試験片の角をワイヤーソーで切断し、キックによる表面起伏を 2.1 節で記載した仕上げ研磨により除去した。二回目の変形を行った後、観察試料はそのままの状態組織観察に供した。二回目の変形は、一回目の変形と同様に、図 2-2 の手動圧縮試験機を用いた場合には、除荷した後に組織観察を行った。図 2-3 に示す自作の荷重負荷が可能なスタブ(オーステナイト系ステンレス鋼製)を用いた場合には、荷重を負荷した状態で組織観察を行い、2.6 節で述べるデジタル画像相関(Digital Image Correlation, DIC)法にてひずみの発達を評価した。

2.4 微小試験片を用いた引張試験

第 5 章では、キックの導入による強化量と延性を定量的に評価するために、試験片サイズがキックと同等程度の微小試験片を作製し、引張試験を実施した。図 2-4 に、自作の微小引張試験機を示す。本試験機は、SEM 内での使用を目的にオーステナイト系ステンレス鋼で構成されている。なお、微小試験片のつかみ部は超硬合金できており、試験の度に、その試験片のつかみ部と同じ形状のくぼみをプラズマ集束イオンビーム(Plasma Focused Ion Beam, PFIB、イオン源: Xe⁺)

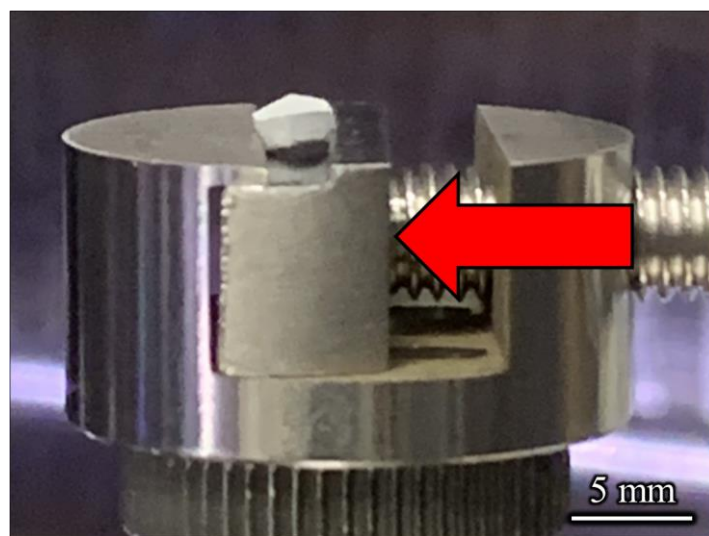


図 2-3 荷重負荷が可能なスタブ(矢印は荷重負荷方向を示す).



図 2-4 微小引張試験機.

で作製し、試験片をはめ込んで固定している。微小試験片と超硬合金つかみ部の作製は、PFIB が付随した SEM Helios Hydra(FEI 社)を使用した。また、試験片の取り出し位置を決定する、すなわち、キンクの形成領域を調査するため、5%程度まで圧縮した板状試験片全面での EBSD 測定を実施した。観察試料の EBSD 測定に 1 日、また、1 つの微小引張試験片+つかみ部の作製に 1 日をそれぞれ要した。微小引張試験片の全長は 300 μm 程度で、試験部は $50 \times 100 \times 50 \mu\text{m}^3$ (幅×長さ×厚さ)程度である。初期ひずみ速度は 10^{-3} s^{-1} とし、引張方向は凝固成長方向とはおよそ 45° とした。なお、引張試験中に生じる組織変化は、OM(キーエンス社)を使用して注意深く観察した。試験後、破断した微小試験片については、可能な場合に限り SEM 観察に供した。

2.5 微細組織観察

本節では、本研究で使用した微細組織観察のためのツールをそれぞれ説明する。複数の章で統一的な条件でない場合に限り、詳細な実験条件については、第 3 章から第 5 章までの実験方法にて述べる。

2.5.1 光学顕微鏡

本研究では、仕上げ研磨後の表面観察と微小引張試験の際にはキーエンス社の OM を使用して、圧縮試験の際にはオプトサイエンス社の Dino-Lite を使用した。

2.5.2 レーザー走査顕微鏡

第 4 章では、キックの三次元形態を調査するため、LM(Laser scanning Microscope) VK-X1050S(キーエンス社)を使用した。LM の構成は、基本的には OM と同様であり、OM に加えて、表面性状を評価するためのレーザー光が付随している。観察倍率は 1000 倍(接眼 20 倍×対物 50 倍)とし、4 枚の画像を連結して高さデータを取得した。データの解析には、マルチファイル解析アプリケーションを使用して、キックが発生していない領域を基準面とし、高さプロファイルを製作した。

2.5.3 走査電子顕微鏡

第 3 章から第 5 章では、主に SEM を使用して、観察試料を詳細に観察した。観察目的に応じて、SE 検出器と反射電子(Back Scatter Electron, BSE)検出器を使用した。SE は、入射電子の試料内での非弾性散乱によって、試料を構成する原子から励起された電子のことである。SE のエネルギーは小さく、試料内で散乱されるため、試料の表面に到達できるのは、試料の浅い部分で励起されたものだけである。SE が試料表面から飛び出せる深さである脱出深さは、5~10 nm である。したがって、SEM-SE 像は電子線の入射角に依存して脱出量が変わるため、表面の形状に依存してコントラストがつく。一方、BSE は入射電子の試料内での弾性散乱の過程で後方散乱したものである。BSE 像では、原子番号に依存して試料の組成の違いを反映したコントラストがつく。また、組成が均一な結晶性試料では、結晶方位の違いが BSE の放出に影響し、電子チャンネルリングコントラストと呼ばれるコントラストが現れる。本研究では、ULTRA55(Carl Zeiss 社)、

Versa 3D(FEI 社)、Scios(FEI 社)および Helios Hydra を使用して、組織観察を実施した。

キンクの結晶方位情報を調べるために、EBSD 測定を実施した。EBSD 測定は、観察試料を水平面に対して大きく傾斜(70°)させ、観察試料に電子線を照射し、試料中の様々な原子面で回折された後に、試料表面から再度放出されることで発生した電子回折パターン(EBSD パターン)を、試料に対向する位置に設置したスクリーンに投影し、投影されたパターンを CCD カメラまたは CMOS カメラで PC に取り込み、結晶データベースに基づいて結晶方位を測定する手法である。本研究では、第 3 章と第 4 章では、ULTRA55 に付属した EBSD 検出機(TSL ソリューションズ社)を使用し、第 4 章と第 5 章では、Scios ならびに Helios Hydra に付属した EBSD 検出機(Symmetry(オックスフォード・インストゥルメンツ社))を使用した。電子線や X 線等の量子ビームによる回折現象を利用すると、格子面間隔の変化から試料中の弾性応力(残留応力)を測定することができる。そこで、第 5 章では、EBSD 測定から得られる EBSD パターンを詳細に解析することで、結晶粒内の局所的かつ相対的な弾性ひずみ場を測定する Wilkinson 法[95,96]と呼ばれる手法を用いて、キンク近傍の弾性応力場を測定した。

2.5.4 透過電子顕微鏡、走査透過電子顕微鏡

透過電子顕微鏡(Transmission Electron Microscope, TEM)における観察原理[97]を簡潔に説明する。TEM では、SEM の数十倍程度の加速した電子線を用いて、真空雰囲気内で薄膜試料に電子線を照射し、透過した電子を多数の電磁レンズ群で順次拡大していき、微細組織を取得する。TEM における分解能は電子線の波長に依存する。電子線の波長は加速電圧により変化するものの、TEM 観察で用いられる数百 kV の電子線の波長は、 10^{-3} nm 程度であり、原子オーダーでの観察が可能である。TEM は薄膜試料全体に同時に電子線を照射するのに対し、STEM は細く絞った電子線を薄膜試料上で走査させ、試料の一点一点から出てくる透過波または散乱・回折波を基に結像する。TEM/STEM 観察用の薄膜試料

作製方法は、SEM に付随した FIB を用いる手法や、イオンミリングによる手法、また電解研磨により作製する手法等がある。FIB を用いる手法では、SEM 観察で得られた微細組織から、任意の領域のみを取り出して、TEM/STEM 用試料として作製できるという利点があるものの、観察範囲は数十 μm^2 程度と他の 2 種類の手法で得られるものよりはるかに小さいことに注意が必要である。イオンミリングによる手法では、イオンビームを試料表面に対し斜めに入射させ、試料を回転させ続け、穴が空いた時点で、穴の周囲を TEM 観察範囲とする。比較的広範囲の視野を確保できるものの、イオンビームによるダメージが格子欠陥として観察試料内に導入されることがある。電解研磨による作製法では、電解研磨の条件出しに時間を要する場合があるものの、試料作製に成功した場合には、広範囲をクリアに観察することが可能となる。本研究では、TEM/STEM 観察用の試料は、FIB-SEM(第 3 章では Scios、第 5 章では Versa 3D、Scios および Helios Hydra)を使用して、サンプリングと薄膜加工を行った。なお、薄膜試料は、TEM/STEM 観察方向が SEM 観察方向と一致するプランビュー法にて作製した。TEM 観察(第 3 章)と STEM 観察(第 5 章)は、収差補正 TEM Titan G2 cubed(FEI 社)を使用して、加速電圧 300 kV で実施した。

2.6 デジタル画像相関法

第 5 章では、二回変形試験の際のキック周囲のひずみの発達を可視化するために DIC 法を用いた。DIC 法とは、変形前後のデジタル画像から塑性ひずみを定量的に解析する方法で、多数の画素で構成されるグレーレベル(輝度)の特徴的なパターンを追跡することで変位を測定し、測定された変位を基にひずみを算出している[98-101]。DIC 法は、使用するスペckルパターンを変更することで、ミクロからマクロまで様々な材料の変形に対し有効である。本研究では、市販のマグネシウムリボンを燃焼させて、燃焼ガスにより観察試料表面にパターンを塗布した。パターンの塗布感は、観察試料の金属光沢がなくなり、全体が薄い白色になるまで実施したところ、SEM スケールでの DIC 解析を行うことに成功し

た。二回変形試験における二回目の変形をいくつかの段階に分けて、荷重を保持した状態でキック周囲の SEM-SE 像を撮影した。SEM 像の解像度は 6144×4096 pixels である。DIC 解析には、VIC-2D(Correlated Solutions 社)を使用した。DIC 解析条件は、サブセットサイズとステップサイズをそれぞれ 37 pixels と 9 pixels とした。ここで、1 pixel は約 0.207 μm にあたる。

第3章 LPSO 単相 Mg-Y-Zn 合金におけるキンク形成

3.1 緒言

第1章でも述べたとおり、Kawamura らによって開発された Mg-Y-Zn 合金[8]は、LPSO 相[13-15]を有しており、塑性加工によって LPSO 相にキンク変形が生じることが本合金の機械的性質の向上に貢献していると理解されている[80,102-104]。特に、キンク変形による強化(キンク強化)は結晶性材料の新たな強化方法として期待されている[23,81]。キンク変形は、LPSO 相だけでなく、カドミウム[73]や亜鉛[74]等の塑性異方性の強い結晶性材料を変形させた際にも発生することが報告されている[75-79]。純マグネシウムもその例外ではない[62,64]。LPSO 単相マグネシウム合金を圧縮変形させると、図 1-9 に示したような表面起伏としてのキンクが瞬間的に発生する。このような特徴的な形態の表面起伏を呈するキンクは、ridge shape[105]、wedge shape[106-108]、beak-like[108]等と呼ばれるが、本研究ではこれ以降「リッジキンク」と呼ぶ。LPSO 型マグネシウム合金のキンク変形に伴う微細組織形成に関しては多くの報告[72,93,108-113]があるが、キンクがどのように発生し、成長するのかといったキンク形成機構を完全に説明することはできていない。

動的な変形組織の形成過程を解明するには、変形中に生じる微細組織変化のその場観察が有効である。Muto ら[114]は、LPSO 単相 Mg-9Y-6Zn 合金の多結晶一方向凝固材を用いて、圧縮変形中のその場アコースティックエミッション測定を行い、リッジキンクの生成は 1 μ s 未満の極めて短時間で生じ、その成長は数 μ s にわたって発生することを明らかにした。Hagihara ら[115]は、同じく LPSO 単相 Mg-9Y-6Zn 合金を用いて、高速度カメラを組み合わせた光学顕微鏡その場観察を実施し、リッジキンク形成時の界面の移動速度を測定した。その結果、リッジキンク界面の移動挙動には、数 m/s の高速タイプと数 μ m/s の低速タイプの2種類が存在することを明らかにした。彼らはこの結果から、キンク形成には2つの異なるメカニズムが存在すると考えている。これらの研究は、リッジキンクの瞬間的な生成・成長挙動を明らかにしたものであるが、リッジキンク形成とい

う瞬間的かつ大規模なイベントが生じるきっかけに着目した研究はほとんど行われていない。そこで本研究では、LPSO 単相マグネシウム合金を用いて、リッジキック形成前の微細組織変化に着目した圧縮変形中のその場観察と結晶方位測定を行い、その結果に基づいてキック形成過程について議論した。

3.2 実験方法

実験方法は第 2 章に記載したとおりであるが、本節では、第 2 章に記載できなかった詳細な条件を書き加えるとともに、本節を読むだけで本章では何を行ったのかを理解できるように概説する。これは、第 4 章と第 5 章でも同様である。

試料には、LPSO 単相 Mg-9Y-6Zn 合金の DS 材を用いた。観察試料は、DS 材下部約 13 mm の領域から板状(3×4×1 mm³、幅×長さ×厚さ)に切り出した。観察試料の長手方向は DS 時の結晶成長方向と平行である。その後、エメリー紙を使用した湿式研磨とダイヤモンド懸濁液を使用したバフ研磨を行い、電解研磨に供した。

観察試料を SEM(ULTRA55)内圧縮ステージ(図 2-1)に設置し、SE 像観察、BSE 像観察、EBSD 測定(OIM Data Collection ver. 5)および in-situ 圧縮試験を行った。SEM 観察条件(SE、BSE)は、加速電圧 5(SE)、30 kV(BSE)、作動距離 5 mm である。EBSD 測定条件は、加速電圧 30 kV、作動距離 17 mm である。SEM 内その場圧縮試験は、圧縮方向が観察試料の長手方向と平行になるようにして、一定の変位速度で行った。in-situ EBSD 測定を行うために、圧縮治具を 20°プリチルトした状態で設置し、ステージをさらに 50°傾斜することで、観察試料が 70°傾斜した状態とした。圧縮試験は任意の 4 段階に分けて実施し、各段階の圧縮終了時にクロスヘッドを停止させ、応力を負荷した状態のまま、SEM 観察と EBSD 測定を行った。EBSD 測定のステップサイズは 1 μm とした。EBSD データの解析には、OIM Analysis ver. 7 を使用し、結晶方位データベースとして 18R-LPSO 構造のデータベースを使用した。

TEM 観察用の薄膜試料は、SEM 外にて圧縮した試料に対し EBSD 測定を行った結果、方位変化が観察された領域から、FIB-SEM(Scios)を使用して、プランビュー法にて作製した。イオン源は Ga^+ であり、最終的な薄膜加工の条件は 30 kV、30 pA とした。TEM(Titan G2 cubed)観察条件は、加速電圧 300 kV である。

3.3 結果

3.3.1 キンク形成のその場観察

図 3-1 は、圧縮試験片全体の SEM-BSE 像であり、水平方向が圧縮方向と一致している。本章ではこれ以降、すべてのイメージにおいて水平方向と圧縮方向が一致している。図 3-2 に、図 3-1 中の黄枠部におけるそれぞれ(a)A3 方向と (b)A2 方向から指数付けした結晶方位分布図、(c)粒界マップおよび(d)A2 方向からの圧縮に対する底面(a)転位すべりのシュミット因子マップを示す。図 3-2(a)中には着目している結晶粒(grain 1 と grain 2)の単位胞も示している。図中に示し

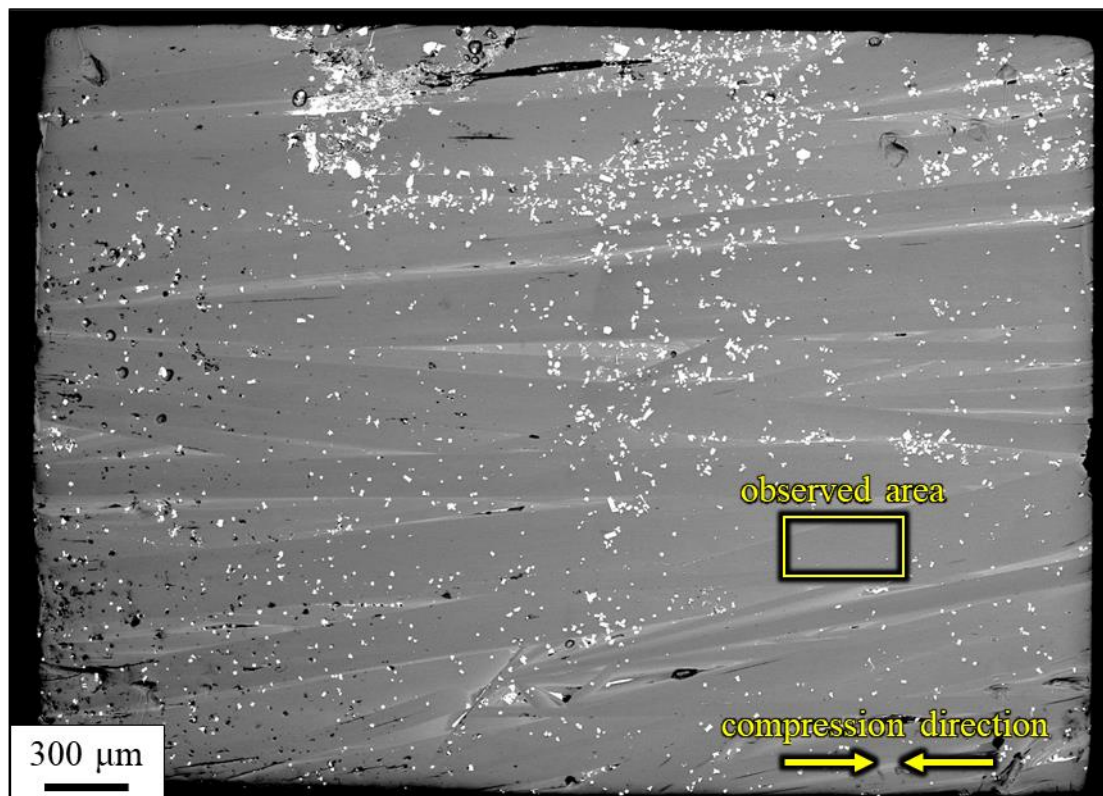


図 3-1 in-situ 圧縮試験片全体の SEM-BSE 像.

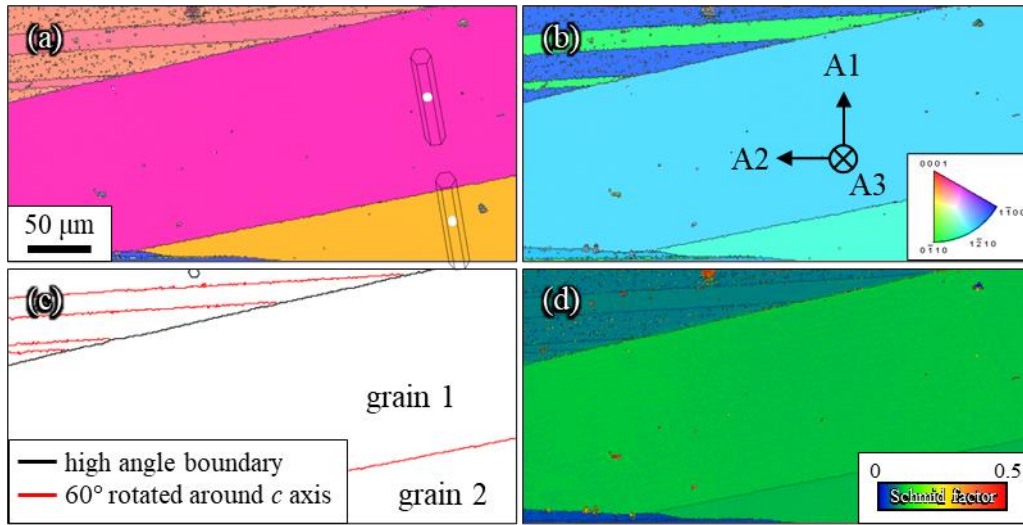


図 3-2 圧縮変形前の EBSD 測定結果. それぞれ(a)A3 方向と(b)A2 方向から指数付けした結晶方位分布図, (c)粒界マップおよび(d)A2 方向からの圧縮に対する底面 $\langle a \rangle$ 転位すべりのシュミット因子マップ.

たように、A1、A2 および A3 方向はそれぞれ試料座標系における垂直方向、水平方向および紙面奥行き方向に対応している。A3 方向に対しては結晶方位はランダムであるが、A2 方向(//圧縮方向)から指数付けするとすべての結晶粒が圧縮方向に対して、 c 軸がおおよそ垂直となる方位であることが確認できる。図 3-2(c)より、grain 1 と grain 2 は互いに c 軸周りに 60° 回転した方位関係を有しており、双晶のような結晶学的関係にある。なお、このような特殊な方位関係にある結晶粒は、“grown-in variants”と呼ばれる[94]。図 3-2(d)では、観察対象とする結晶粒のシュミット因子は約 0.1 であり、底面 $\langle a \rangle$ 転位すべりは発生しにくいことがわかる。

図 3-3 に、(a)SEM 内その場圧縮試験により得られた荷重-変位曲線と(b)中断時点前後の拡大像を示す。図 3-3(b)中に矢印で示した点で圧縮試験を中断し、荷重を付加した状態で EBSD 測定を実施した。EBSD 測定には約 1 時間を要しており、その間にわずかな応力緩和(塑性緩和)が生じた。EBSD 測定前後で観察試料表面に新たなリッジキンの形成は認められなかったため、この応力緩和はわずかな転位運動が生じたことによるものだと考えられる。なお、図中の黒ドットの部分においても一時的にクロスヘッドを停止したが、EBSD 測定は行ってい

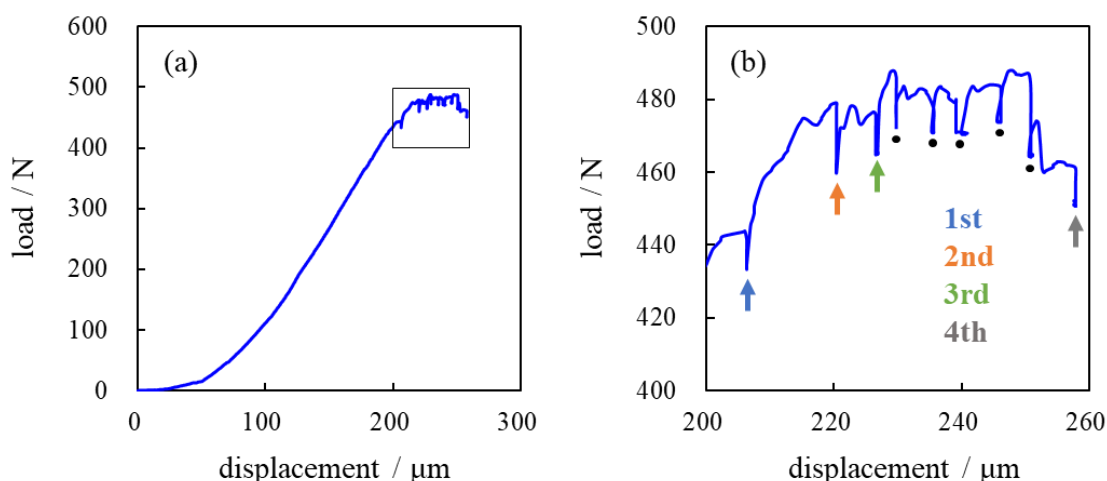


図 3-3 (a)SEM 内圧縮試験により得られた荷重－変位曲線と(b)(a)内の四角形領域の拡大図.

ない。矢印部とドット部以外の部分での荷重の変動は瞬間的なキック発生によるものである。図 3-4 に、SEM 内その場圧縮試験中の(a)SEM-SE 像、(b)A3 方向から指数付けした結晶方位分布図、(c)GROD(Grain Reference Orientation Deviation)マップおよび(d)KAM(Kernel Average Misorientation)マップを示す。SEM 像は 70° 傾斜した状態で取得したものであり、SEM 像中の白枠部が EBSD 測定領域に対応する。SEM 像では、3rd の段階までは EBSD 測定領域中に明瞭な表面起伏は認められないが、4th の段階において表面起伏が観察されリッジキックが形成した。圧縮中の SEM 像の約 2.5 fps での動画観察より、リッジキックは 1 フレームの間(0.4 秒間)で瞬間的に形成していた。SEM 像では変化が認められないにもかかわらず、EBSD マップでは、1st の段階ですでにいくつかの位置で結晶方位が局所的に変化した領域が観察される。特に、GROD マップでは母相からの方位差が 2° から 5° 程度の方位回転領域が半楕円状に存在することがわかる。KAM マップでは GROD マップの方位回転領域と母相の間に方位回転が集中した線状の領域が存在しており、この部分で急峻な方位変化が生じている。圧縮変形が進むと方位回転領域の面積と方位変化量が増大した。また、変形初期には半楕円状であった方位回転領域が変形とともにくちばし状に変化した。3rd の段階では、GROD マップ上で約 8° の方位変化が生じているが、依然として SEM 像に

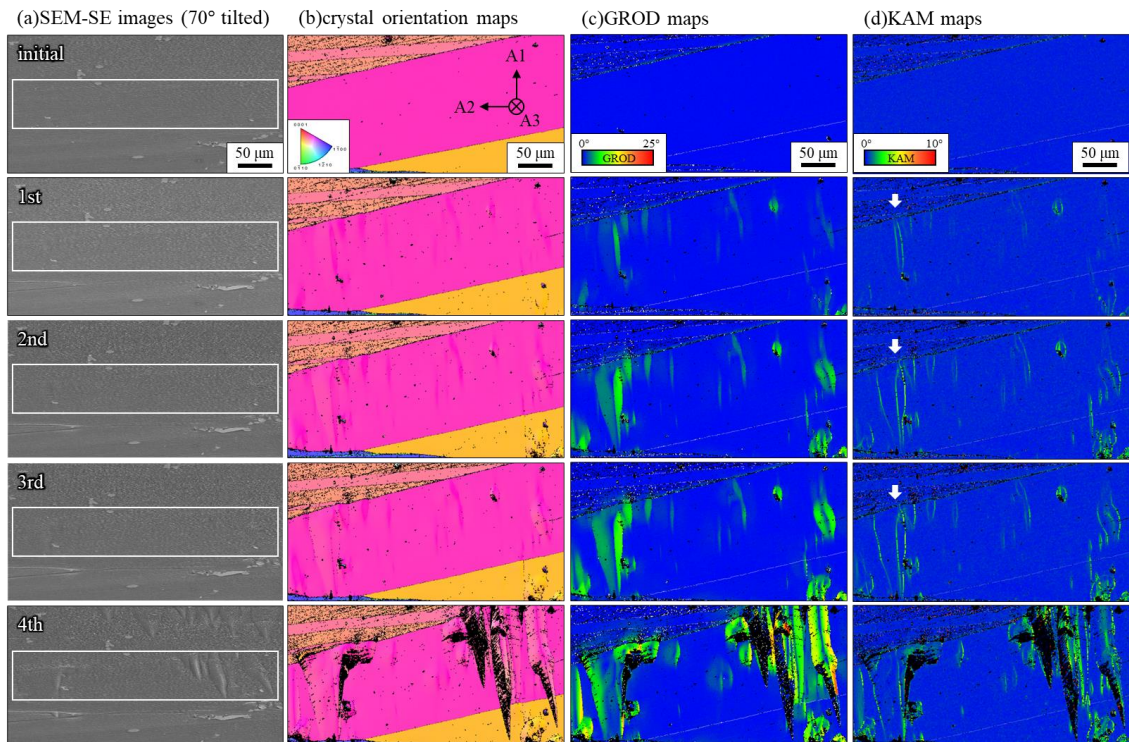


図 3-4 SEM 内その場圧縮試験中の組織変化. (a)70° 傾斜した SEM-SE 像, (b)A3 方向から指数付けした結晶方位分布図, (c)GROD マップおよび (d) KAM マップ. (a)中の白枠領域が EBSD 測定範囲である.

リッジキックは認められない。4th の段階になると、SEM 像に明瞭なリッジキックが出現し、その位置は 3rd の段階までの方位回転領域の位置と一致していた。したがって、方位回転領域の形成は明瞭な表面起伏として認識されるリッジキックが発生する前駆段階として生じていることは明らかである。また、このことは、リッジキックの瞬間的な形成は、方位回転領域に蓄積されたひずみの解放過程であることを示唆している。方位回転領域の位置や形態、方位回転の方向はリッジキックのそれと対応していることから、本研究では、この表面起伏が小さい方位回転領域も本質的にはキックと同質の微細構造と考え、以降これをプレキックと呼び、通常のリッジキックと区別する。

図 3-5 に、各中断時点における(a) $11\bar{2}0$ と(b) $1\bar{1}00$ の極点図を示す。図では変形前、1st、2nd、3rd および 4th をそれぞれ灰色、青、緑、黄色および赤で示している。変形前における $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ のうちの 1 つは A2 方向とほぼ平行となっており、こ

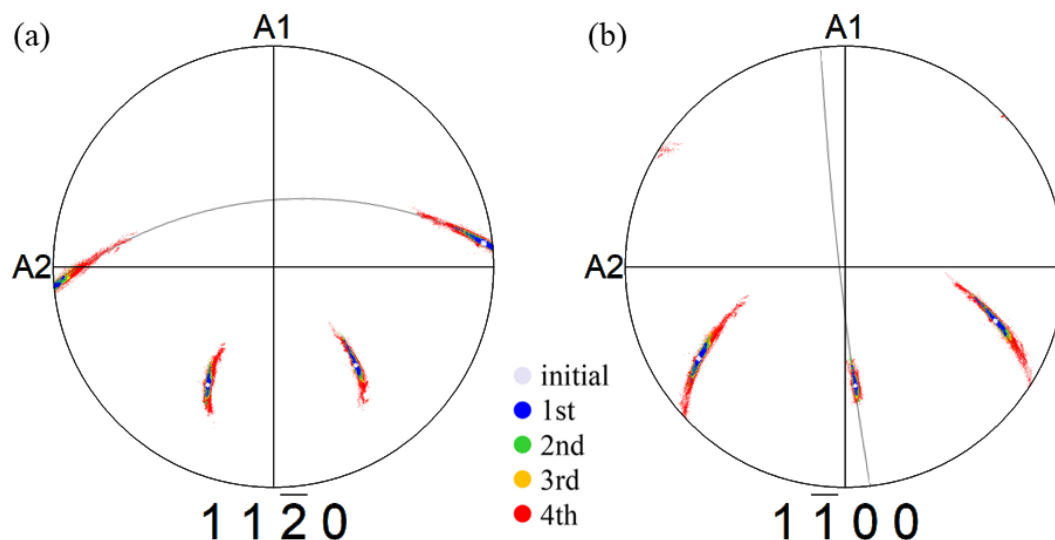


図 3-5 各中断時点における(a) $11\bar{2}0$ と(b) $1\bar{1}00$ の極点図.

のような結晶配向は LPSO 単相マグネシウム合金 DS 材の結晶学的特徴の 1 つである[93,94]。変形後期ほど方位の分散が大きくなっており、方位回転の規模は $1\bar{1}00$ 極点図よりも $11\bar{2}0$ 極点図の方が著しい。図3-5(a)中に描かれた円弧は $\langle 1\bar{1}00 \rangle$ の法線方向を表している。変形に伴う $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ の方位分散はこの円弧上に広がっていることから、 $\langle 1\bar{1}00 \rangle$ を回転軸として 2 方向へ方位回転が生じていることがわかる。ここで、 $\langle 1\bar{1}00 \rangle$ は底面 $\langle a \rangle$ 転位すべりの Taylor 軸であり、この方位回転は底面 $\langle a \rangle$ 転位すべりの結果として理解することができる。一方、図 3-5(b)中の円弧は $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ の法線方向を表している。 $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ の場合と同様に、 $\langle 1\bar{1}00 \rangle$ も初期方位を基準として 2 方向へ方位分散が生じている。その回転方向は明らかに $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ の法線方向と一致しており、 $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ 軸回りに結晶回転が生じている。 $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ は単一のすべりの Taylor 軸では表現できないが、2 つの底面 $\langle a \rangle$ 転位すべりが同じ規模で活動したと考えれば理解することができる[116]。

これらの方位回転が生じていた位置を EBSD マップ上に示すために、図 3-6(a)と(b)にそれぞれ示すように、極点図上のプロットを色でハイライトした。極点図上の色は、初期方位を白として、それぞれの回転軸に対して方位回転量が増えるほどに時計回りに白-赤-黒、反時計回りに白-青-黒として表している。ここで、このカラースケールは $11\bar{2}0$ 極点図では基準方位から $\pm 20^\circ$ 、 $1\bar{1}00$ 極点図では基準

方位から $\pm 6.5^\circ$ としている。図 3-6(c,d)に、図 3-6(a,b)の色に対応した方位回転マップをそれぞれ示す。図 3-6(c)に示す11 $\bar{2}$ 0極点図に基づいて描かれたマップでは、図 3-4(c)に示した GROD マップと同様に、1つのプレキंकは左右一対の2つの領域に区別される。それぞれの領域では互いに反対方向へ方位回転が生じていた。また、個別の方位回転ペアに着目すると、紙面右側の領域において方位回転が先んじて生じており、その回転方向は図 3-6(a)の極点図における時計回り方向であった。変形が進むと、左側の領域で反時計回り方向への方位回転が生じた。図 3-6(d)は、1 $\bar{1}$ 00極点図に基づいた方位回転マップである。興味深いことに、このマップにおいても図 3-6(c)と同じ位置にプレキंकが認められるが、プレキंकが紙面上下の2領域に区別され、互いに反対方向に回転していた。加えて、これらの領域は、11 $\bar{2}$ 0極点図に基づいたマップ(図 3-6(c))とは異なり、上下の両領域とも同時に形成・発達していた。

3.3.2 キンク界面の形成と移動

図 3-7 に、図 3-4(d)(KAM マップ)中の矢印部分におけるキンク界面の位置変化と方位回転を示す。図 3-7(a)は、KAM マップ上にグレースケールの IQ(Image Quality)マップを重ねた図である。KAM マップから、1st におけるプレキंकは、2つの KAM 値の大きな界面 A と B で区別されるが、十分に発達したプレキंकは3つの界面 A、B および C から構成されていることがわかる。図 3-7(b)は、図 3-7(a)のキンク境界の位置変化を示す模式図である。IQ マップ上の特徴点を基準として、高い KAM 値で表されるプレキंकの界面の位置を決定した。1st の段階では界面 A と界面 B の2本のみが観察される。これらの界面は界面長手方向に向かって徐々に消失していた。2nd になると、左側に新たに界面 C が発生し、3本の界面によってプレキंकが構成される。1st の時点で存在した2本の界面のうち、界面 A はその位置をほとんど変化させていない。一方、界面 B は5 μm 程度左側にシフトした。どちらの界面も長手方向にも伸長したが、それらの端部は徐々に消失する特徴がある。3rd の段階になると、界面 A と界面 B の

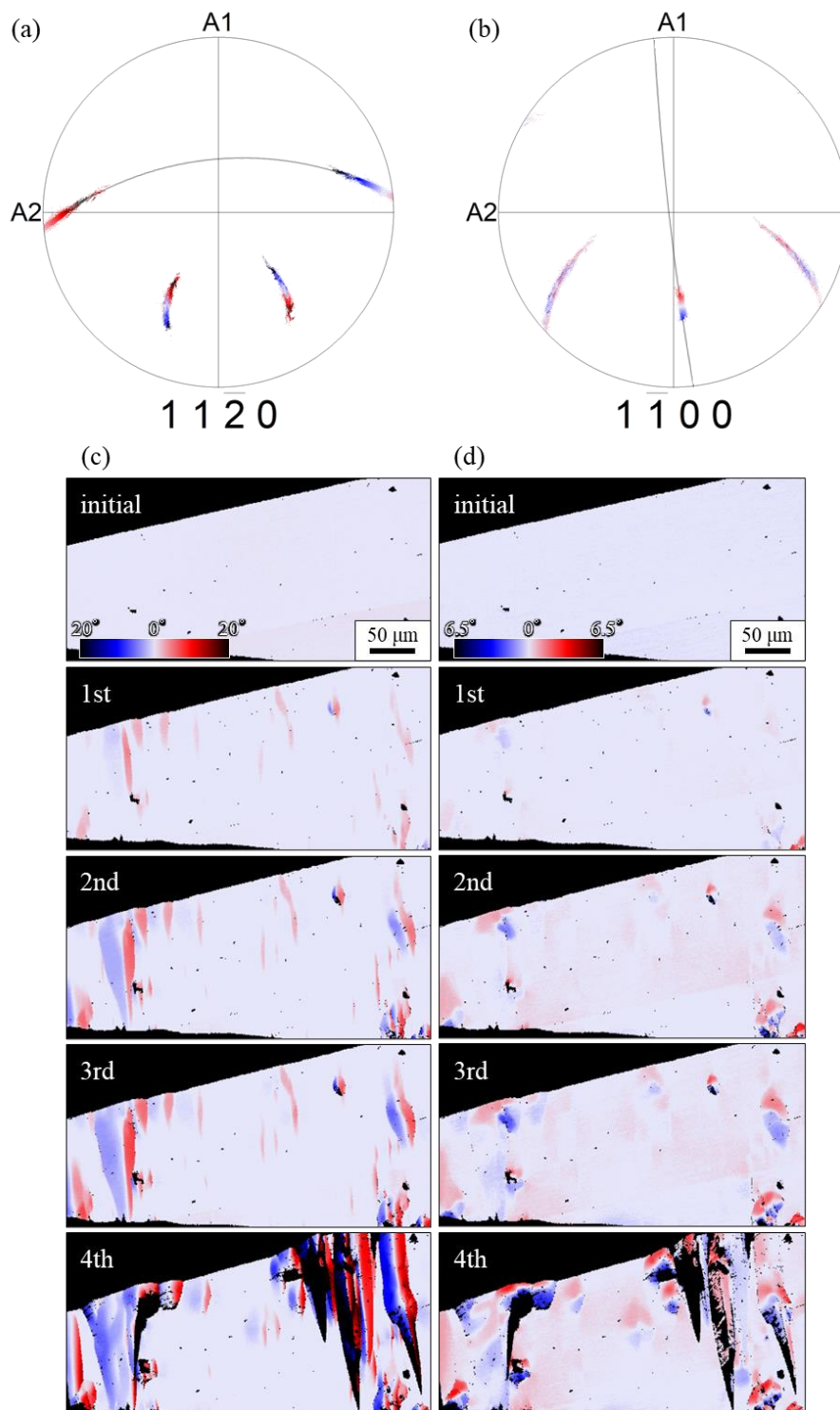


図 3-6 未変形母相を基準として方位回転を方向ごとに区別して描画したマップ. (a) $11\bar{2}0$ 極点図, (b) $1\bar{1}00$ 極点図, (c)(a)に基づいて色付けした $\langle 1\bar{1}00 \rangle$ を回転軸とした $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ の方位回転マップおよび(d)(b)に基づいて色付けした $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ を回転軸とした $\langle 1\bar{1}00 \rangle$ の方位回転マップ.

位置はほぼ変化していないが、界面 C はわずかに左側にシフトした。方位回転領域はこのような界面の移動を伴いながらくちばし状に成長していた。つまり、3rd の段階でのプレキンクのくちばし状の形態は、最終的なリッジキンクの形態と類似しているが、くちばし状への発達は左右対称ではなく、右側から順に形成・発達していた。図 3-7(c)は、図 3-7(a,b)中の矢印上での隣接測定点間の方位差である。図 3-7(c)における各界面の方位差は、変形が進むにつれて大きくなる傾向がある。また、1st から 3rd までの間、プレキンク界面の方位回転量は、界面 A、B、C の順に大きいことがわかる。特に、界面 A は 1st では約 4°の方位差を有しているが 2nd 以降では 8°以上に発達している。したがって、これらの界面は亜粒界であると考えられる。図 3-7 に示されたような界面と同様の方位差を有する境界は、クリープ試験後の Ti_3SiC_2 において、キンク変形した結晶粒内で観察されている[117]。ただし、図 3-7 で評価している方位差は、1 μm の EBSD 測定ステップ間での方位差であり、1 μm の間に複数の界面が存在する場合は、

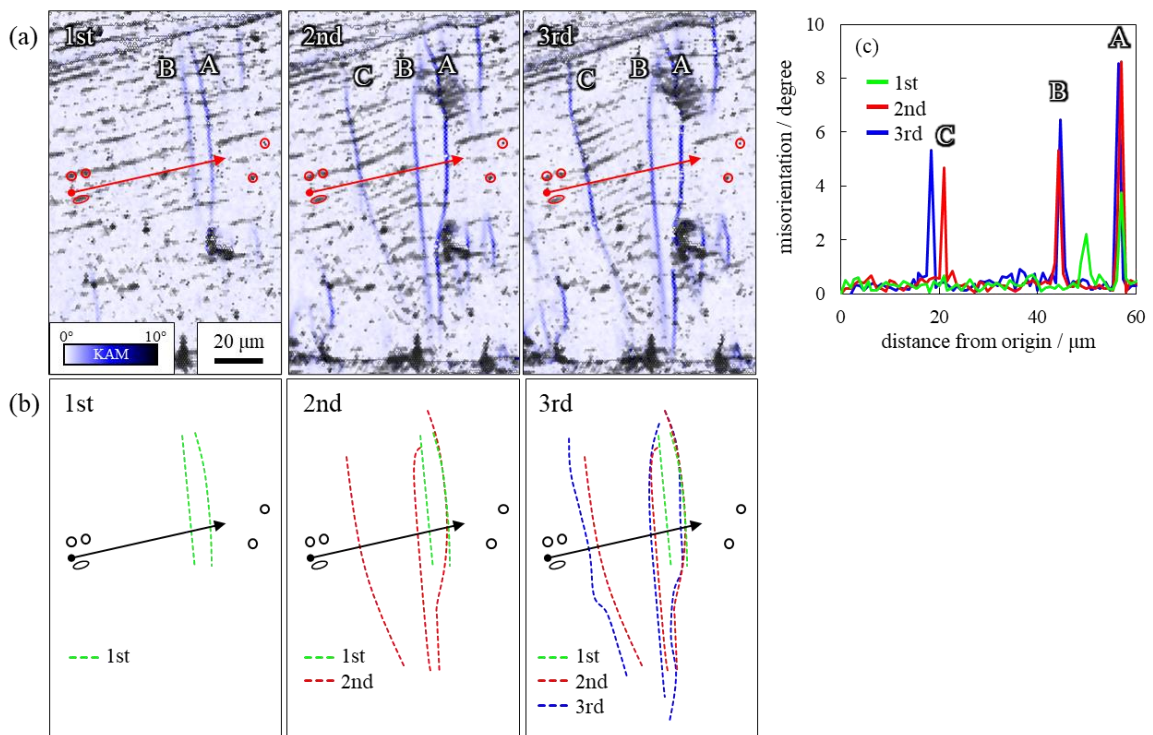


図 3-7 圧縮変形に伴うキンク界面の形成と移動. (a)KAM マップ, (b)KAM マップに基づいて描いたプレキンク界面の位置変化の模式図および (c)(a,b)中の矢印方向への隣接測定点間の方位回転プロファイル.

これらの合計の方位差であることに注意が必要である。

3.3.3 プレキック界面の TEM 観察

プレキック界面の微細組織の詳細を明らかにするために、図 3-8 に示す位置のプレキックから、FIB マイクロサンプリングにより TEM 薄膜を採取し、TEM 観察を行った。図 3-8(b)の GROD マップより、観察部位はプレキックの界面下部先端付近である。図 3-9 に、系統反射条件で撮影した TEM 明視野(Bright Field, BF)像を示す。〈0001〉に並んだ転位列が観察され、その転位間隔はおよそ 20 nm であった。図 3-9(b,c)は、それぞれ観察視野全体から得た電子回折図形と図 3-9(b)中の白破線部の拡大像である。図 3-9(c)に示した電子回折図形には約 1°の方位差が存在する。方位差 θ が十分に小さい場合、 θ と刃状転位列の間隔 D の間には次式(3.1)が成り立つ[25]。

$$\tan \theta \approx \theta = \frac{b}{D} \quad (3.1)$$

ここで、 b はバーガスベクトルの大きさ(0.32 nm[108])である。 $\theta = 1^\circ$ のとき、18.3 nm 間隔で配置した刃状転位列による方位回転に相当する。これは、TEM 観察で得られた値である 20 nm と良く一致しており、この亜粒界で隔てられたサ

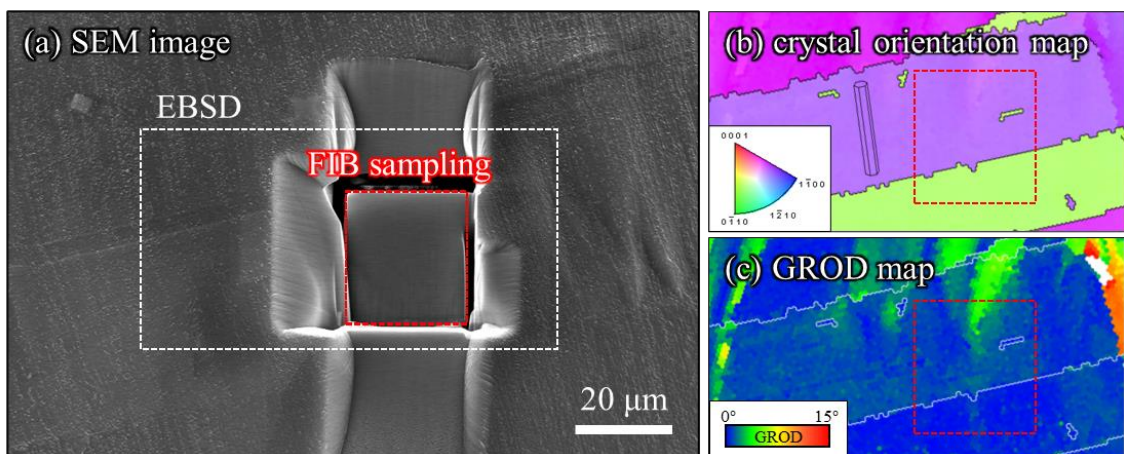


図 3-8 TEM 観察用薄膜試料のサンプリング位置. (a)FIB マイクロサンプリング途中の SEM 像, サンプリング位置の(b)結晶方位分布図および(c)GROD マップ.

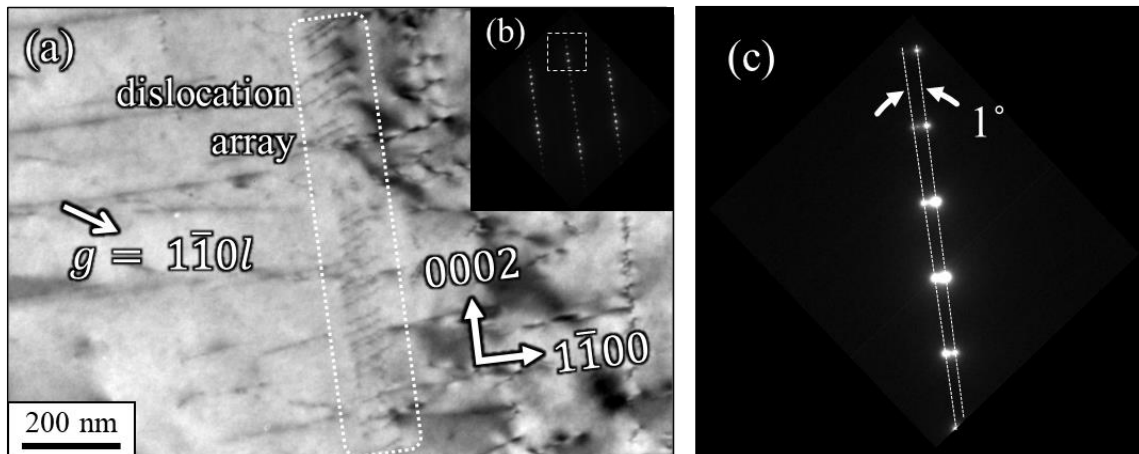


図 3-9 系統反射条件で撮影したプレキンク界面近傍の TEM 観察結果.
 (a)TEM-BF 像, (b)(a)中の観察視野全体の電子回折図形および(c)(b)中の白破線部の拡大図.

ブグレイン間の方位差は、転位列による方位回転のみで説明できる。図 3-10 に、亜粒界の分布に着目した TEM-BF 像を示す。視野内には多数の亜粒界が認められ、複数の亜粒界が並んだ部分も存在する。また、いずれの亜粒界も粒内もしくは水平方向のバンドとして観察される底面上の亜粒界でターミネートしていた。亜粒界のこれらの特徴は、熱間押し出された LPSO 型マグネシウム合金複相材中のキンク[110,113]や LPSO 単相マグネシウム合金のリッジキンク[108]で報告されているものと一致する。これらの結果から、プレキンク界面は、通常のキンクと同様に、複数の亜粒界で構成されていると考えられる。ただし、TEM 試料の薄膜化によって、外部からの拘束が緩和されることが予想されるため、観察された微細組織は、バルクのそれとは異なる可能性があることに注意が必要である。

3.4 考察

図 3-4 に示すように、プレキンクの発達後、リッジキンクが形成された。また、プレキンク内部では、 $1\bar{1}00$ と $11\bar{2}0$ の特定の回転軸を中心に方位回転が生じ、底面転位列からなる亜粒界の配置によって方位変化が生じた。これらの結果は、キンクの発達と形成が転位の運動に由来することを明確に示している。これまで

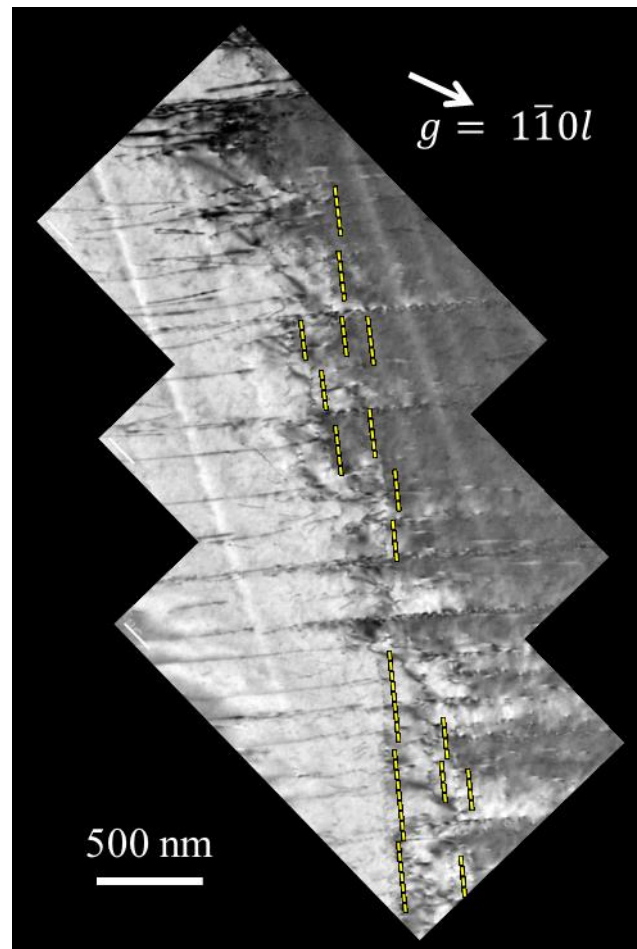


図 3-10 集積したターミネートサブバウンダリーの TEM-BF 像.

の報告[118,119]では、LPSO 相に生じる変形帯がキンクではなく双晶ではないかという指摘がいくつかあった。これに対し、本研究では初めて、LPSO 相に生じる変形帯が結晶方位回転量が限定されないキンクであることを明らかにした。

Barsoum らは、 Ti_3SiC_2 [77,120]や Ti_2AlC [121, 122]、グラファイト[78,120]などで観測された顕著な擬弾性変形を *kinking nonlinear elastic* と分類し、その要因として負荷による可逆的な *incipient kink* の形成と除荷によるその消失を提案している。彼らは、*regular kink* を負荷に対して不可逆なものとして、*incipient kink* を可逆的なものとして区別し、*incipient kink* が発達することで *regular kink* に遷移すると考えているが、*incipient kink* の存在形態について微細組織観察による実験的な確認は行われておらず、彼らの考えに否定的な報告もいくつかある[123,124]。

Barsoum らの提案したモデルは本研究で確認されたプレキंकからリッジキंकへの遷移に対応している可能性がある。そこで、Barsoum らが提唱した incipient kink と本研究で観察されたプレキंकの類似性について確認するために、圧縮試験によりプレキंकとリッジキंकを発生させた後に、圧縮荷重を除荷した際のこれらの微細組織の変化を観察した。図 3-11(a-d)に、450 N での圧縮状態と 40 N まで除荷した状態の SEM 像と GROD マップを示す。視野中には 3 つのキंकが確認でき、左側に表面起伏および方位回転量の小さいプレキंकが、中央と右側にリッジキंकが存在する。2 つのリッジキंकに着目すると、リッジキंक B が 3 つの明瞭な界面から構成されているのに対し、リッジキंक A では、中央の界面がキंकの先端からおおよそ 20 μm までで止まっている。除荷してもこれらのキंकは消失しておらず、プレキंकとリッジキंकのいずれも完全に可逆的な現象ではない。しかし、除荷した際に部分的な界面移動が認められた。図 3-11(e)に、除荷した際のプレキंकとリッジキंकの界面の位置変化を示す。除荷したことにより、キंकの幅がわずかに小さくなったことがわかる。これは、キंक界面が可逆的に移動したと理解することができる。また、界面の移動量はリッジキंकよりもプレキंकのほうが顕著にみられた。また、リッジキंकに関しては、リッジキंक A の中央に明瞭な界面が存在しない部分でのみ界面移動が認められ、中央に明確な界面が存在するリッジキंक B では、界面移動が観察されなかった。図 3-12 に、圧縮状態から除荷した際のプレキंकとリッジキंकの方位回転量の変化を示す。図 3-12(b,c,e,f)は、図 3-12(a,d)に示す結晶方位分布図上のプレキंकとリッジキंकに対して、上中下の 3 ヶ所に引いた矢印上での隣接測定点間の方位差プロファイルである。圧縮状態のプレキंकでは、Top 部と Mid 部に 2°から 5°程度の方位差のピークが存在することがわかる。リッジキंक A の方位差のピークは、10°から 25°程度とプレキंकよりも大きい。図 3-12(e,f)より、除荷するとリッジキंक A では界面での方位回転量はわずかに減少するものの、依然として負荷時と同様の位置にピークが存在する。これとは対照的に、プレキंकでは除荷によって明瞭な方位差のピークが消滅し

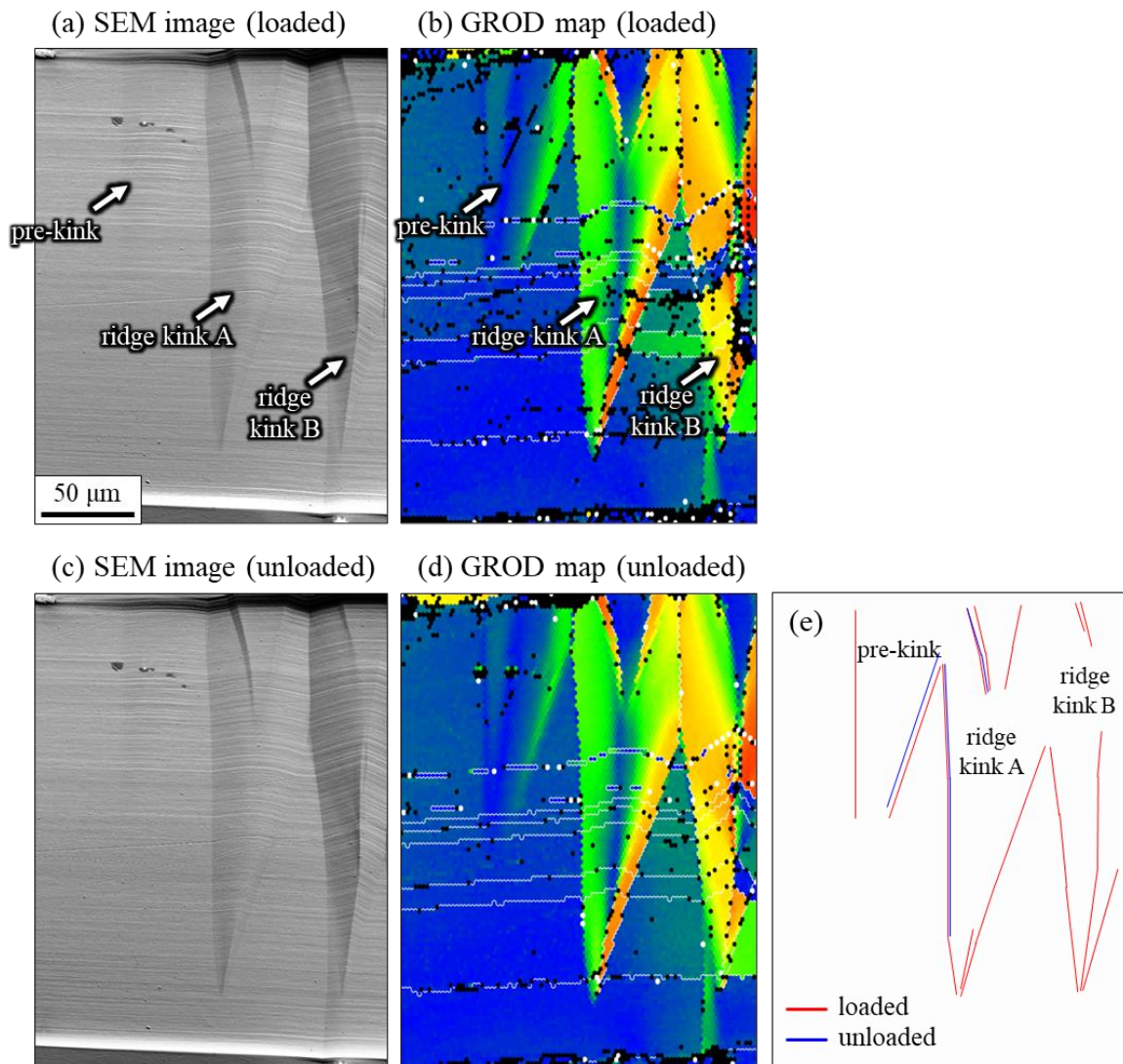


図 3-11 圧縮状態から除荷した際のプレキंकとリッジキंकの変化. 圧縮状態の(a)20°傾斜した SEM-SE 像と(b)GROD マップ. 無負荷状態の(c)20°傾斜した SEM-SE 像と(d)GROD マップおよび(e)除荷した際のキंक界面の位置変化の模式図.

た。図 3-10 の TEM 像で示した様に、プレキंक界面は複数の亜粒界から構成されていると考えられる。圧縮状態時に存在した方位差ピークが除荷すると消失したという結果は、圧縮状態では同様の方位回転成分を有する複数の亜粒界が局所に集合することで亜粒界群全体としての方位差が大きくなるが、除荷すると互いに反発することで亜粒界同士の間隔が広がったためだと考えられる。プレキंकは、このような可逆的な亜粒界移動が生じることが可能な段階だと理

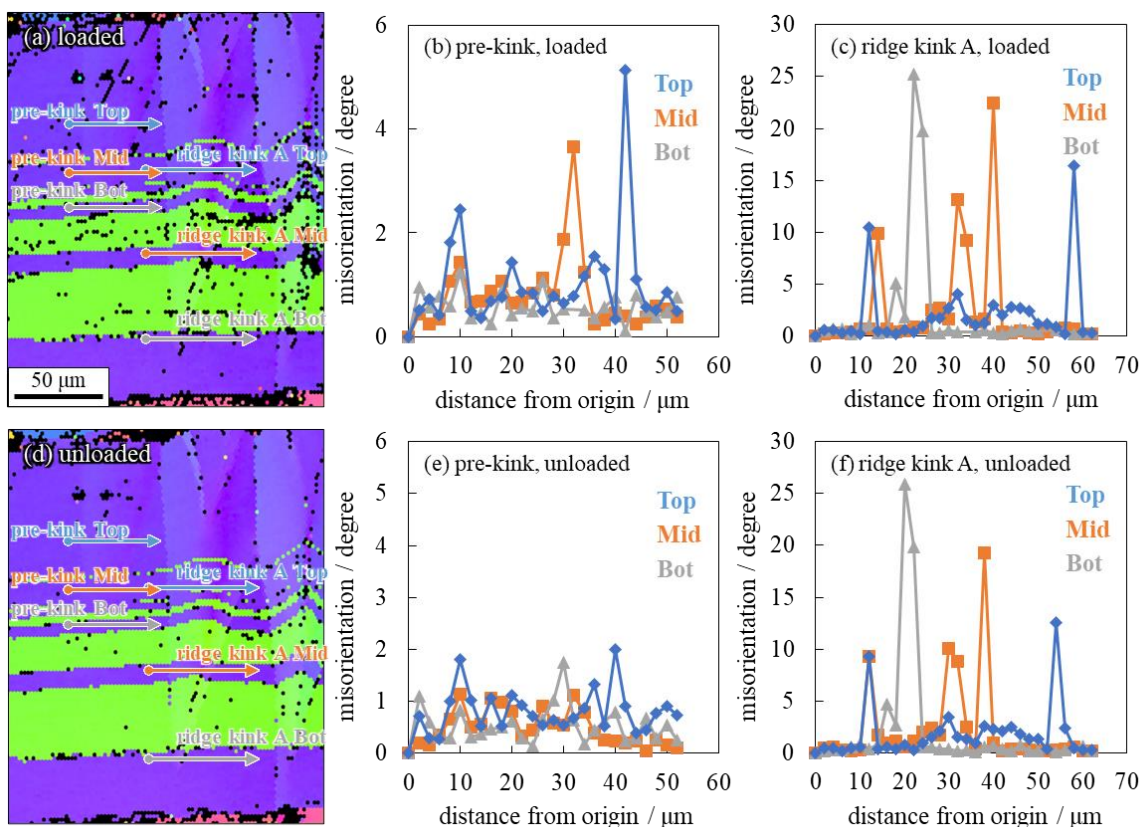


図 3-12 圧縮状態から除荷した際の隣接測定点間の方位差プロファイル. 圧縮状態の(a)結晶方位分布図, (b)プレキंकの方位差および(c)リッジキंक A の方位差. 無負荷状態の(d)結晶方位分布図, (e)プレキंकの方位差および(f)リッジキंक A の方位差.

解され、完全な可逆性は認められないものの、Barsoum らが提唱した incipient kink の概念に類似した特徴を有していることが確認された。

本研究結果は、プレキंकの形成過程を以下のように示唆するものである。プレキंक境界は、図 3-9 と図 3-10 で示したように、ターミネート転位列と本質的に同じである。このターミネート転位列は、小さな回位と考えることができる [125]。回位は回転成分を持った格子欠陥である。図 3-12 から、圧縮状態でのプレキंक境界の 5°程度の方角回転は、除荷するとほとんど消失することがわかった。したがって、プレキंक界面は、図 3-10 に示したように、負荷時には局在し、無負荷時には分散するという可動性を持っていると考えられる。したがって、外力を加えてプレキंकを成長させるためには、回転成分を有する格子欠陥

が蓄積されることによって、プレキック境界の方位回転量を増大させることが必要である。プレキックの成長過程のより詳細なメカニズムについては、第4章で議論する。

3.5 小括

LPSO 単相マグネシウム合金を用いて、リッジキック形成前の微細組織変化に着目した圧縮変形中のその場観察と結晶方位測定を行い、以下の結論を得た。

1. リッジキックが瞬間的に形成される前駆段階として、方位回転は生じているが、表面起伏の小さいプレキックが発達した。
2. 最終的にくちばし状に発達するプレキックは、先に片方の方位回転領域において方位回転量と面積が発達し、続いてもう片方の領域が形成され、発達する。方位回転は、プレキックの左右、あるいは上下で反対方向に生じる。このとき、方位回転量は上下方向より左右方向のほうが大きくなる傾向にある。
3. 先に形成する方位回転領域の1つの界面は位置が固定されているのに対し、他の2つの界面は、変形とともに移動しながらプレキックが発達した。
4. プレキックの界面は刃状転位列からなる亜粒界であり、その両端は母相中でターミネートしている。これらの特徴は、LPSO 型マグネシウム合金複相材の熱間押出材中のキックや、LPSO 単相マグネシウム合金の表面起伏としてのキックで報告されている特徴と一致する。
5. プレキックは完全な可逆性を有さないものの、その界面は弾性的に移動可能であり、Barsoum らが提唱した *incipient kink* の概念に類似した特徴を有している。

第4章 LPSO 単相 Mg-Y-Zn 合金に形成されるキンクの三次元形態

4.1 緒言

第1章でも述べたとおり、LPSO 相[13,15,72,109,114-116,126]のように、強い塑性異方性を有する結晶性材料が圧縮変形を受けると、キンクが発生することは古くから知られている[64,73,74]。近年開発された LPSO 型マグネシウム合金[8,10,21,127,128]において、キンクによる材料強化現象が報告されており[23,80,81]、同合金は多くの研究者の研究の種となっている。同合金におけるキンク形成挙動やキンク境界の微細組織については、第3章で述べたとおりであるが、キンクの三次元的な形態や結晶学的特徴に関する報告は非常に少ない。仮に、試料表面に数十～数百 μm 程度の大きさで観察されるキンクによって材料が強化されるのであれば、キンクの三次元的な特徴を調査することは重要であろう。キンクのような数十～数百 μm 程度の微細組織を三次元的に観察する手法の1つに、FIB-SEM を用いたシリアルセクションング法が挙げられる[129-132]。従来の FIB ではイオン源は Ga^+ である。この Ga^+ を用いた FIB 加工を行うと、加工後の試料表面にはダメージが生じ[133]、結晶方位解析に必要な EBSD パターンが得られない可能性がある。本研究で使用する LPSO 単相マグネシウム合金では、このダメージの影響が非常に大きく、 Ga^+ FIB を照射すると EBSD パターンが取得できなくなった。予備実験として、 Ga^+ FIB 加工した観察試料表面を Ar^+ イオンミリングを用いてクリーニングを行ったところ、明瞭な EBSD パターンを得ることに成功した。しかし、LPSO 単相マグネシウム合金に形成されるキンクを、 Ga^+ FIB によってシリアルセクションング観察を実施することは、スライスに必要な時間が膨大となるため、現実的ではない。最近、イオン源が Xe^+ の PFIB(Plasma FIB)-SEM が開発された[134]。PFIB は従来の Ga^+ FIB に比べて試料表面に与えるダメージが少なく、広範囲の高速切削加工が可能であるため、今後、本事例のような三次元観察で広く使用されることが想定される。

Hagihara ら[135]は、LPSO 単相マグネシウム合金 DS 材の直方体試験片を圧縮

変形させ、試験片の各面($(1\bar{1}00)$ 、 (0001) および $(\bar{1}\bar{1}20)$ 面)に対し、形成したキンクの EBSD 測定を行い、キンクの三次元形態を推測している。Somekawa ら [136,137]は、LPSO 型マグネシウム合金複相材を圧延加工し、導入されたキンクの三次元形態を、FIB を用いたシリアルセクションング観察により明らかにしている。また、Ueji ら[89]も同様の手法を用いて、圧縮変形されたパーライト鋼に形成したキンクの三次元形態を明らかにしている。彼らが FIB を用いたシリアルセクションング観察によって、キンクの三次元形態を調査することができた理由は、観察範囲が局所的で狭い範囲であり、かつ EBSD 測定による結晶方位解析を実施していないためだと考えられる。一方、LPSO 型マグネシウム合金に形成された同一のキンクをシリアルセクションング観察により、三次元的な形態、特に結晶学的特徴を議論した報告例はない。以上より本研究では、LPSO 単相マグネシウム合金に形成されたリッジキンクとプレキンクの領域に対し、広範囲をスライス可能でかつ観察試料表面にダメージレスなスライス方法を検討し、キンクの三次元的な特徴を調査した。さらに、得られた結果からキンクの形成過程について議論した。

4.2 実験方法

試料には、LPSO 単相 Mg-9Y-6Zn 合金の DS 材を用いた。観察試料は、DS 材上部約 13 mm の領域から板状($3\times 4\times 1\text{ mm}^3$ 、幅×長さ×厚さ)に切り出した。観察試料の長手方向は DS 時の結晶成長方向と平行である。その後、エメリー紙を使用した湿式研磨とダイヤモンド懸濁液を使用した仕上げ研磨を行った。

観察試料の 1 つは、第 3 章の考察にて観察した試料(図 3-11 と図 3-12 参照)と同じである。初めに、観察試料を SEM 内圧縮ステージから取り外し、LM(レーザー顕微鏡)を使用して、3 つのキンクの表面性状を評価した。試料内部のキンクの特徴を調査するためのスライス方法は、ダイヤモンド懸濁液(粒径: 1/4、0.1 μm)を使用した手研磨(それぞれ 10~30 分間)とした。得られた清浄な表面において、SEM/EBSD 測定(OIM Data Collection ver. 5)を実施し、キンクの連続断層像を

取得した。EBSD 測定条件は、加速電圧 30 kV、作動距離 15 mm、ステップサイズは 2 μm とした。EBSD データの解析には、OIM Analysis ver. 7 を使用し、結晶方位データベースとして 18R-LPSO 構造のデータベースを使用した。なお、スライス前には FIB-SEM(Versa 3D) を使用して、観察面に対して垂直の穴と 45° の穴を観察視野近傍に設けた。図 4-1 に、FIB 切削痕の(a)概略図(断面図)と(b)SEM-SE 像を示す。これは、スライス後であっても同一領域の観察を可能にするとともに、スライス間隔を正確に見積もるためである。

4.3 結果

4.3.1 キンクの表面性状

図 4-2 に、初期表面におけるキンクの(a)SEM-SE 像、(b)レーザートポグラフィー像および(c)図 4-2(b)中に描いた赤線部の断面、すなわち Y 方向からの観察結果を示す。図 4-2(b)より、明瞭な起伏として観察されるリッジキンク A とリッジキンク B だけでなく、プレキンクにおいてもわずかではあるが表面起伏が生じていることがわかる。図 4-2(c)より、表面起伏の高さはリッジキンク A とリッジキンク B で、それぞれおよそ 2.0、2.5 μm であることがわかる。また、表面起伏は非常に平坦な面同士で接続されている。リッジキンクの一部は、三角形のテラス面を有していた(図 4-2(b))。一方、プレキンクの表面起伏の高さは、およ

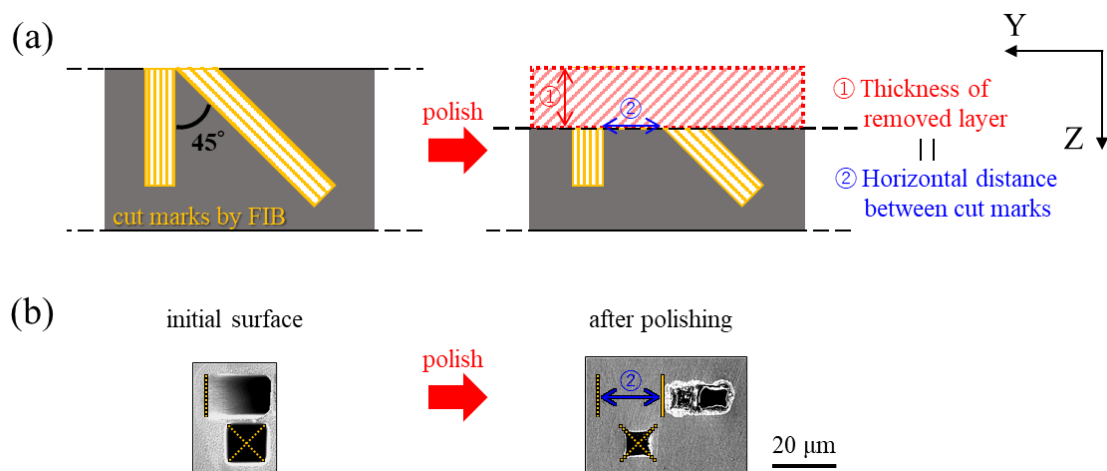


図 4-1 FIB 切削痕の(a)概略図(断面図)と(b)SEM-SE 像.

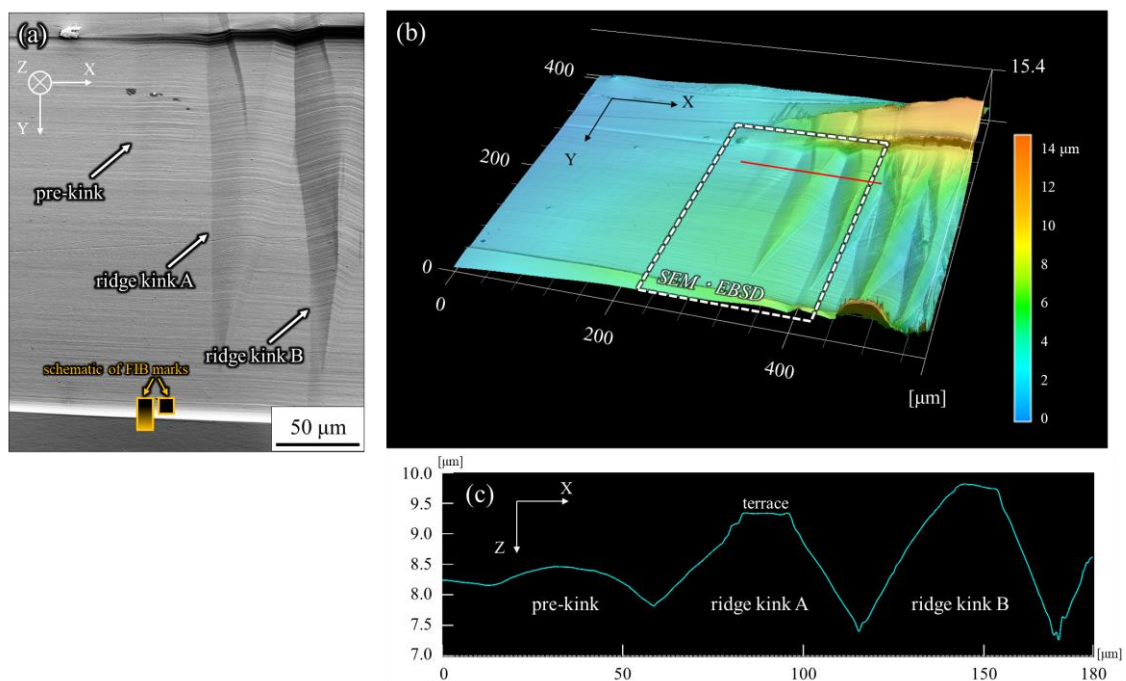


図 4-2 初期表面におけるキंकの(a)SEM-SE 像, (b)レーザートポグラフィー像および(c)表面性状。

そ 0.5 μm とわずかに隆起していたものの、リッジキंकとは対照的に、全体がなだらかに湾曲していることがわかった。なお、図 4-2(b)中の白枠領域において、SEM/EBSD 測定によるシリアルセクション観察を実施した。この結果は次項で述べる。

4.3.2 キंकの深さ方向の結晶学的特徴

図 4-3 に、シリアルセクション観察によって得られた結晶方位分布図を示す。すべての EBSD データの平均 CI(Confidence Index)値は 0.45 程度であったため、結晶方位の同定は十分に高い精度で行われている。本研究では、初期表面から深さ 200 μm までスライスを行い、その間隔は 9~23 μm であった。図 4-3 では、方位差が 15°以上の大角粒界を黒線で示している。またそれぞれのマップ上部には、初期表面からの深さを表記している。観察対象のキंकは、Z 軸方向から指数付けした場合に紫および黄緑色で示される結晶粒に形成していた。これらの方位をもつそれぞれの結晶粒は“grown-in variants”である[94]。キंकは、マップ

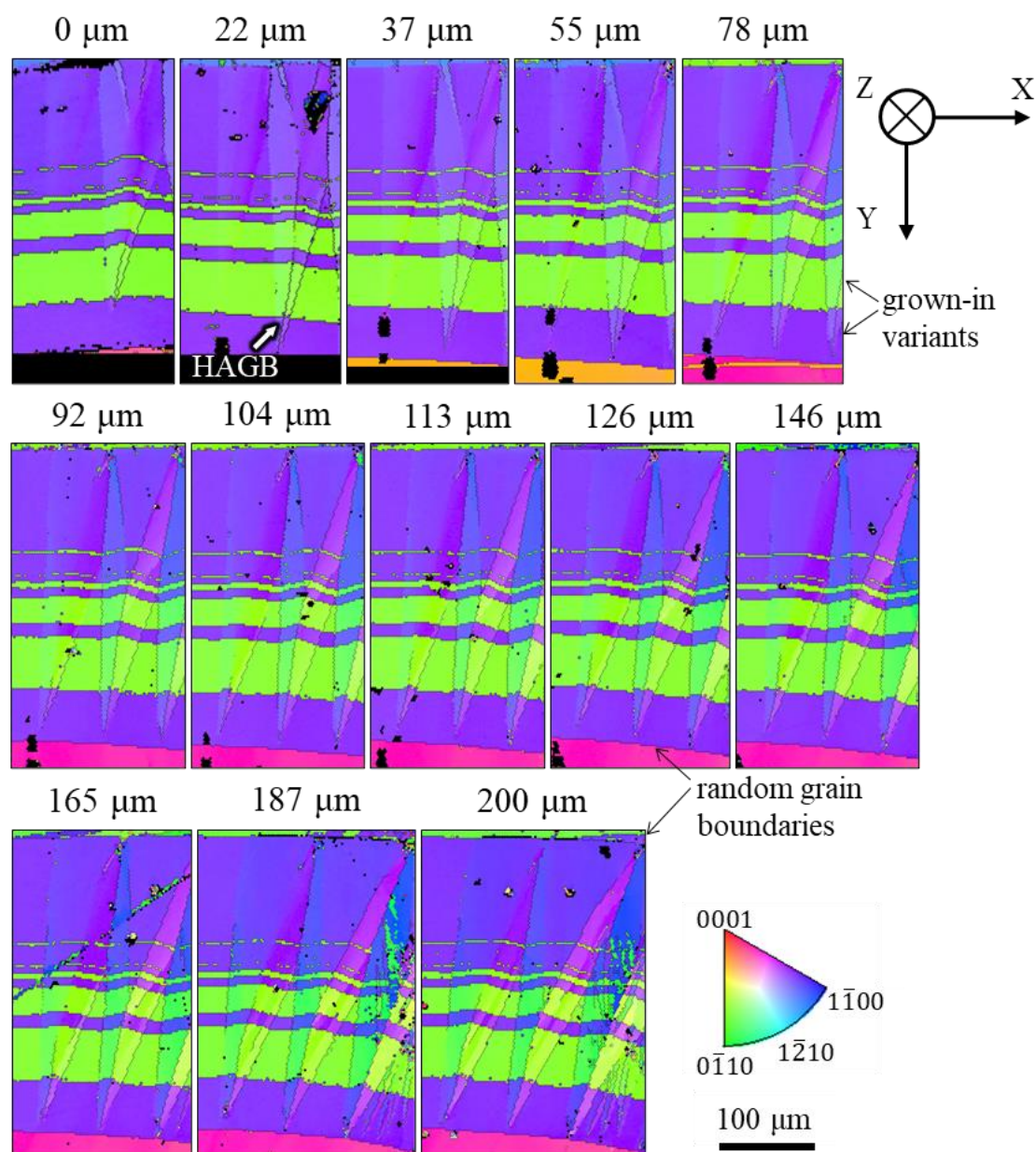


図 4-3 キンクの連続断層結晶方位分布図.

上部のランダム粒界から下部のランダム粒界に向かってくちばし状を呈しており、キンクの成長に“grown-in variants”間の粒界は抵抗となっていないことがわかる。そのため、図 4-5(b)では、これらの“grown-in variants”を一体の結晶粒として取り扱う。図 4-4 に、初期表面における(a) $11\bar{2}0$ と(b) $1\bar{1}00$ 極点図を示す。図 4-4(a,b)をそれぞれ比較すると、キンクの形成によって方位回転が生じているにもかかわらず、 $1\bar{1}00$ 極点図ではプロットが一部に集合している部分が存在してお

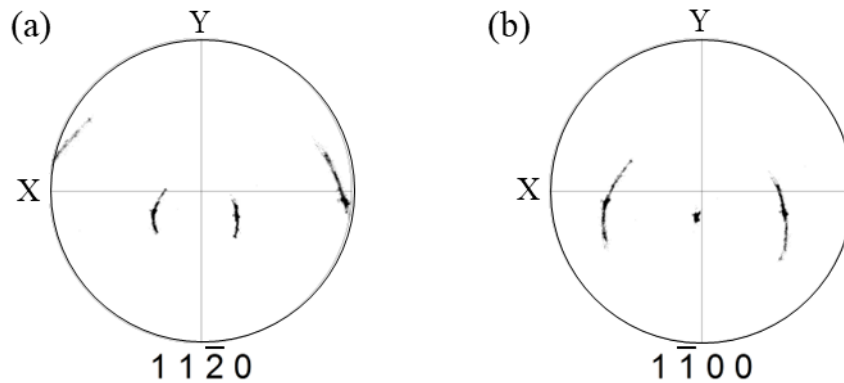


図 4-4 初期表面における(a)1120と(b)1100極点図.

り、 $\langle 1\bar{1}00 \rangle$ 軸のうちの1つは方位回転の影響を受けていないことがわかる。したがって、観察されたプレキックとリッジキック A は、 $\langle 1\bar{1}00 \rangle$ を回転軸として2方向へ方位回転が生じているキックであることがわかった(図 4-5(a))。図 4-5(b)に、シリアルセクション観察によって得られた $[1\bar{1}00]$ 軸周りの方位回転量をグラデーションで表すとともに、方位回転の方向を区別して描いた連続断層マップを示す。図 4-5(b)は、白色で示される未変形母相の結晶方位を基準として、マップ中の方位変化を図中右下部に示す極点図中のカラーコンターと対応させて示している。また、図 4-3 と同様に、それぞれのマップ上部には初期表面からの深さを表記している。Inamura[138]によれば、幾何学解析の観点から、図 4-5(b)中の青、赤および白色領域の境界三重点に回位が存在する必要があると考えられている。図 4-5(b)より、キックは $\langle 1\bar{1}00 \rangle$ を回転軸として互いに反対方向に回転した領域のペアで構成されていることがわかる。また、図 4-2(c)においてテラスとして観察された領域は、未変形母相からの方位変化がほとんど生じていない。スライスを進めると、リッジキック A ではテラス領域が拡大していることがわかる。一方、プレキックは、 $0 \mu\text{m}$ においてくちばし状の方位回転領域として観察されるが、その先端部は不明瞭である。これはプレキックの特徴であろう。また、プレキックの方位回転量は小さいが、Z方向に深くなるほど同一キック内で方位回転量が増加していた。初期表面付近の方が方位回転量が小さいという特徴は、リッジキック A についても同様であった。ここで注目すべきは、初期表

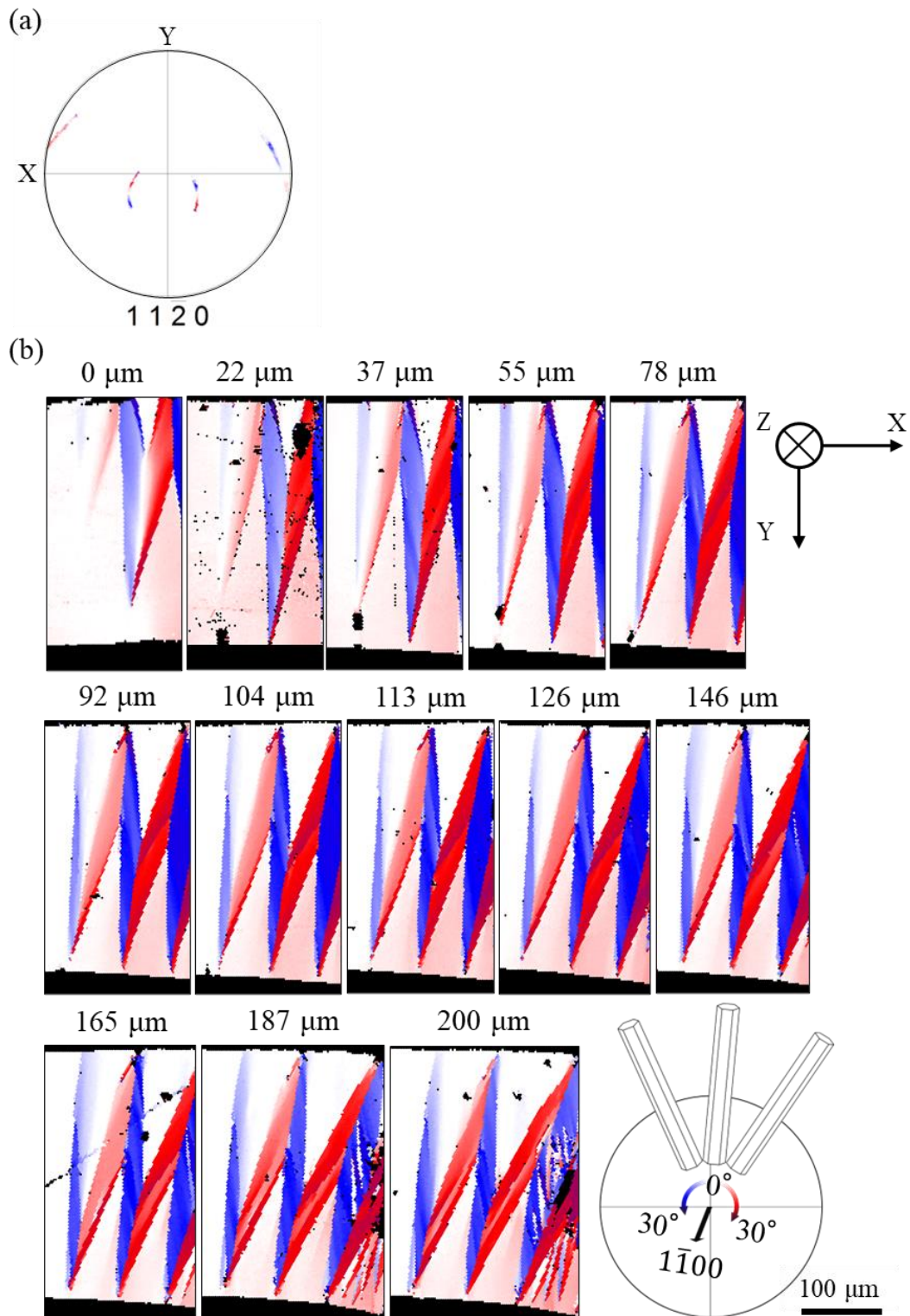


図 4-5 未変形母相を基準として方位回転を方向ごとに区別して描画したマップ。(a)初期表面における $11\bar{2}0$ 極点図と(b)(a)および各深さにおける $11\bar{2}0$ 極点図に基づいて色付けした $\langle 1\bar{1}00 \rangle$ を回転軸とした $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ の連続断層方位回転マップ。

面近傍では、プレキंकとリッジキंक A の形態と方位回転は明らかに異なり、それぞれの特徴を呈しているのに対し、深い部分では両者の特徴は類似したもの(リッジキंकのそれ)に変化したことである。これは、キंकの形成が最表面より内部で先んじて生じていたことを示唆する結果である。つまり、プレキंकは、リッジキंक形成の前駆段階であり、第 3 章で得られた観察結果を支持するものである。

4.4 考察

4.4.1 回位の移動によるキंक形成モデル

回位[139]は、結晶中に存在する線欠陥の 1 つであり、転位が並進的な変位を生じさせる格子欠陥であるのに対し、回位は回転型の変位を生じさせる格子欠陥である。転位のもつ並進的な変位の大きさをバーガースベクトル \mathbf{b} で定義するのにに対し、回位がもつ回転型の変位の大きさはフランクベクトル ω によって定義されている[140]。ところで、キंकの形成機構は Hess と Barrett によって、大量の底面転位の集積によるものであると報告されている[74]が、そのような大量の転位の発生源はこれまでのところ明らかにされていない。

Inamura[138]は、表面起伏を伴うリッジキंकの形態が回位を用いた rank-1 接続によって首尾よく説明できることを報告している。ここで、本研究で得られた観察結果(図 4-5(b))は、Inamura の回位モデル[138]と非常に類似した様相を呈していることがわかる。また、比較的深い部分においては、上下対称にくちばし状リッジキंकが交互に配列しているように観察される。そこで本研究では、Inamura の回位モデルを踏まえて、プレキंकからリッジキंकへの成長機構を三次元的な回位線を用いて説明する。図 4-6 に、Inamura の回位モデルに基づいた深さ(a)165 μm と(b)0 μm (プレキंकを含む)におけるキंक周囲の回位の配置を示す。回位は三角形で示されており、キंकの先端とそのテラス領域先端にそれぞれ配置されている。中実三角と中空三角は符号の異なる回位を表しており、符号の定義は Inamura[138]のそれに従う。図 4-7 に、回位の概略図を示す。さら

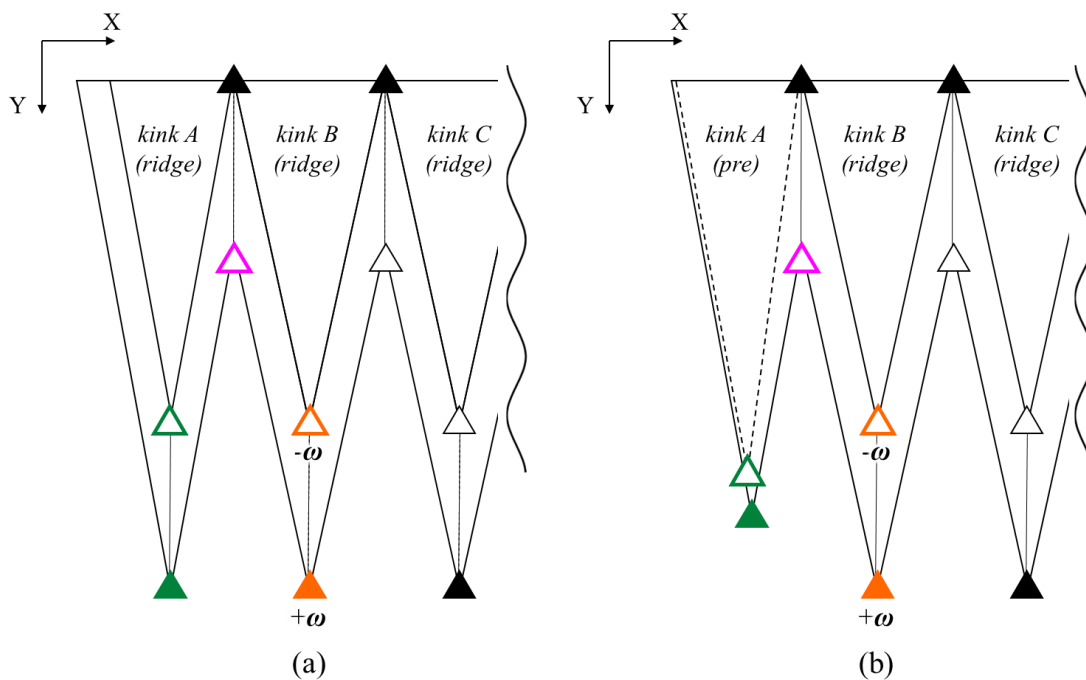


図 4-6 Inamura の回位モデルに基づいた深さ(a)165 μm と(b)0 μm(プレキंकを含む)におけるキंक周囲の回位の配置.

に、図 4-8 に、各スライス(0~165 μm)における境界三重点に回位の位置をプロットすることで得られた回位線の三次元的な配置を示す。深さ 165 μm では、プレキंकとリッジキंक A はともに成熟したリッジキंकの結晶学的特徴を呈していたため、図 4-6(a)に示すような位置に互いに反対符号の回位のペアが配置されるだろう。なお、反対符号の回位のペアの間には大角粒界が形成されている。一方、0 μm において、明瞭なテラス領域が確認されないプレキंकの部分においても、リッジキंकと同様に、反対符号の回位のペアを用いて表現するならば、それらは互いに近接して存在していると考えられる(図 4-6(b))。回位は、その芯からの距離に依存して回転型のひずみ成分が増加する格子欠陥であり、反対符号の回位のペアが近距離に存在することで、互いの回転成分を緩和したと考えれば、初期表面近傍において、プレキंकの方位回転領域の先端部が不明瞭であったという実験事実とも符合する。図 4-8 中に緑色で示した回位のペアの配置を考慮すると、プレキंकの発達過程においては、この回位のペアは互いに近距離を維持したままマップ下部のランダム粒界に向かって移動するものの、プレキ

ソクから成熟したリッジキックに発達する際に、 $-\omega$ の回位は、ランダム粒界近傍にピンングされた $+\omega$ の回位から離れるように移動すると考えられる。つまり、ランダム粒界近傍において $+\omega$ の回位は安定化すると同時に何らかの構造変化を生じ、もはやもう一方の $-\omega$ の回位にとって安定なペアではなくなったことが示唆される。

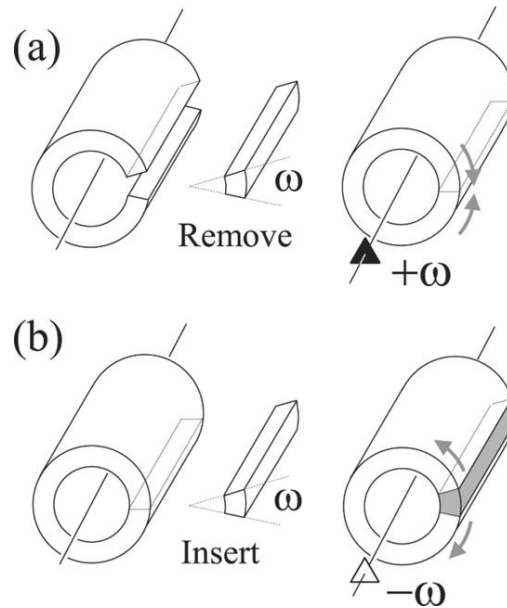


図 4-7 Inamura による符号の異なる回位の概略図[138].

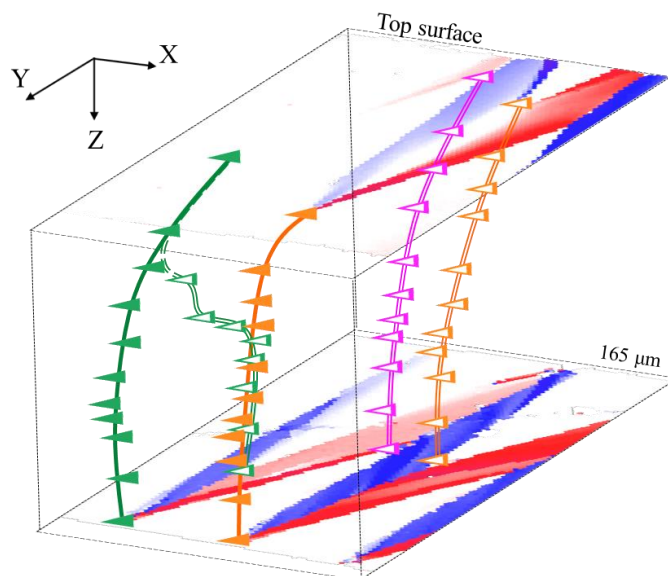


図 4-8 各スライスにおける境界三重点に回位の位置をプロットすることで得られた回位線の三次元的な配置.

4.4.2 SEM/EBSD 解析によるリッジキック周囲の回位の存在証明

前項において、回位のペアが移動することでキックが形成されるという新たなキック形成モデルを提案した。そこで本項では、リッジキック周囲に存在するであろう回位の存在証明を試みたので、以下にその詳細を記載する。

キックの形成は結晶方位回転を伴い、LPSO 型マグネシウム合金のそれについては、その回転型(回転軸、すべり系)は EBSD 解析によって報告されている [108,116,141]。すべり系が 1 つに限定された条件下において、キックが形成される際、母相/キック界面での変位の連続性を保つには、界面に回位の導入が必要になることが結晶幾何学の観点から明らかにされている [138,142]。回位はこれまでに金属材料中で観察されたことはほとんどなく、それに関する報告は理論やシミュレーションが主であった。仮に、キックの形成過程が回位の運動によって説明されるのであれば、キック周囲の回位の存在を実験的に証明する必要がある。また、その回位のもつエネルギー、すなわちフランクベクトル ω の大きさを定量的に評価する手法を開発する必要がある。そこで本項では、リッジキック周囲に存在するであろう回位のフランクベクトルの大きさを実験により定量化するとともに、結晶幾何学に基づく計算から見積もった値と比較することで、定量値の妥当性を検証した。

第 2 章で述べた手動圧縮試験機を使用して、キックを形成させた観察試料の表面起伏を、ダイヤモンド懸濁液を使用した仕上げ研磨により除去した。これは、キックの表面起伏によって、EBSD 測定時の結晶方位同定精度が低下することを防ぐためである。リッジキック周囲に存在するであろう回位の存在証明のために、SEM(Scios)に備え付けられた CMOS センサー搭載の EBSD 検出器(Symmetry)を使用して、高角度分解能の EBSD 測定(AZtec ver. 5.1)を実施し、フランクベクトル ω の大きさを推定した。図 4-9 に、典型的なリッジキックの(a)SEM-SE 像、(b)回位の概略図および(c)実際のリッジキックと測定されるフランクベクトル ω_{obs} の概略図を示す。EBSD 解析の結果から、このリッジキックは互いに反対方向に方位回転したバンドと方位回転のないテラス領域から構成されており、ま

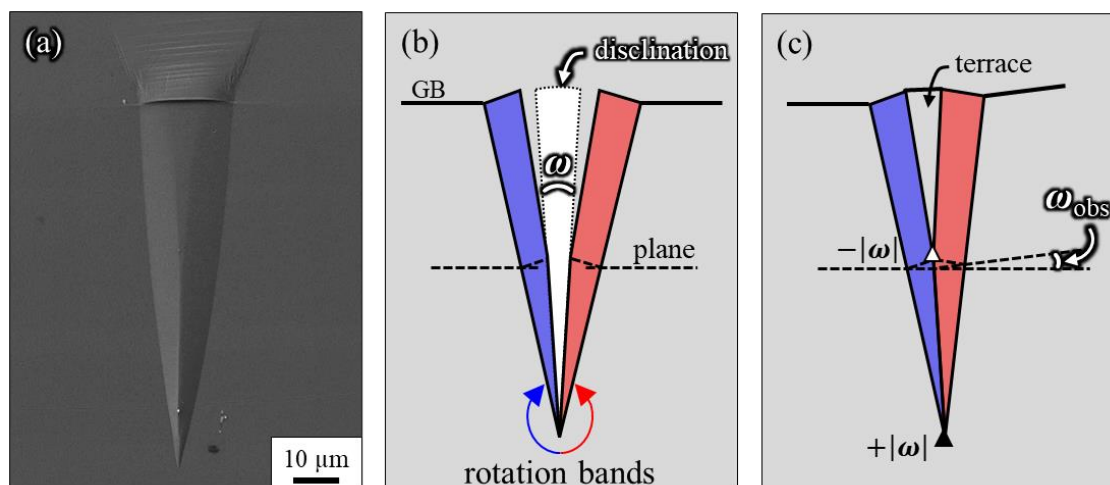


図 4-9 圧縮変形により LPSO 単相 Mg-9Y-6Zn 合金 DS 材に形成された典型的なリッジキックの(a)SEM-SE 像, (b)フランクベクトル ω の回位の概略図および(c)実際のリッジキックと測定される回位のフランクベクトル ω_{obs} . (c)内の三角形は回位を示す.

た $\langle 1\bar{1}00 \rangle$ 回転型キックであることがわかっている。すなわち、底面 $\langle a \rangle$ 転位すべりによって形成されている[108,116,141]。図 4-9(b)に示すように、キックと回位は同じものではない。キックの形成によって幾何学的に埋まらない隙間が回位である。しかし、実際のリッジキックでは、図 4-9(a)で示されるように、そのような隙間は観察されないため、図 4-9(c)に示すように、その隙間は弾性変形、塑性変形もしくはそれらの混合によって埋め合わされていることが容易に理解される。形成されたリッジキックにおいて、このような隙間の埋め合わせが弾性的であるか塑性的であるかに依存せず、隙間の角度 ω に等しい方位差がキックを挟んだ両側の母相に発生するはずである。したがって、本研究では便宜上、このキックを挟んだ母相間の方位差をリッジキック周辺の回位のもつフランクベクトル ω_{obs} と定義する。 ω_{obs} は、リッジキック先端に存在しうる回位強度の幾何学的に許される最大値である。回位周囲の応力場は極めて高く[140]、降伏応力に達していると考えられるので、実際には隙間 ω の補間に塑性変形が混入し、存在する回位強度は ω_{obs} よりも小さいと考えられる。しかし、降伏応力以下の領域では弾性ひずみは残存するので、回位強度がゼロになることはあり得ない。文

献によれば、室温における LPSO 単相 Mg-9Y-6Zn 合金 DS 材のキック変形が生じる降伏応力は約 150 MPa[115,143]、LPSO 単相 Mg-9Y-6Zn 合金 DS 材のせん断弾性係数は 21.8 GPa であることが報告されている[94]。フックの法則より、LPSO 単相 Mg-9Y-6Zn 合金 DS 材のせん断変形によって生じる弾性的な方位回転は大きく見積もっても 0.4°程度となる。したがって、それ以上の方位回転が測定された場合には、その回転成分はキック形成に伴って塑性的に導入された格子欠陥によるものであるといえる。EBSD 測定条件は、加速電圧 30 kV、電流値 13 nA、作動距離約 19 mm、ステップサイズは 0.1 μm である。結晶方位の同定は高角度分解能を得るために、ソフトウェア上で“Refined Accuracy”モードに設定した。角度分解能は、0.05°またはそれを上回る[144]。EBSD 解析(AZtecCrystal ver. 3.0)は、 $\langle 1\bar{1}00 \rangle$ 回転型キックと $\langle 1\bar{1}00 \rangle$ 軸を回転軸とした方位回転に着目して行った。

図 4-10(a,b)に、リッジキックの結晶方位分布図と領域と境界の名称を記した模式図を示す。リッジキックは 2 つの方位回転領域(K_L と K_R)と 3 つの境界(B_1 、 B_2 および B_3)から構成されていた。上述したように、結晶方位回転の回転軸は、粒内・境界問わず、おおよそ底面に平行な $\langle 1\bar{1}00 \rangle$ 軸である。したがって、結晶方位回転は底面 $\langle a \rangle$ 転位すべりのみによって引き起こされていると考えてよい[108,116,141]。図 4-10(c)は、図 4-10(a)内の白矢印に沿って、矢印の左側を基準点として、point-to-point(隣接する測定点間の方位差)と cumulative(基準点と各測定点の相対的な方位差)プロファイルである。リッジキックの B_1 、 B_2 および B_3 における回転角はそれぞれ 25.1°、43.1°および 22.4°である。 K_L と K_R の回転は互いに反対方向である。ここで注目すべきは、cumulative プロファイルから、母相の左側 M_L と右側 M_R の結晶方位に 4.1°もの不一致が生じていたことである。これは、キック導入時の圧縮変形に起因して母相自体にわずかに底面すべりが生じた結果であると考えられる。底面すべりによる結晶方位回転量は、結晶方位分布図内のリッジキックから十分に離れた領域で、結晶粒界、すなわち底面トレースと平行に線を描いて計測した結果、母相には $\langle 1\bar{1}00 \rangle$ 軸を回転軸として、0.3°/μm の結晶方位回転が生じていた。図 4-10(a)内の白線部分における B_1 - B_3 間の幅は

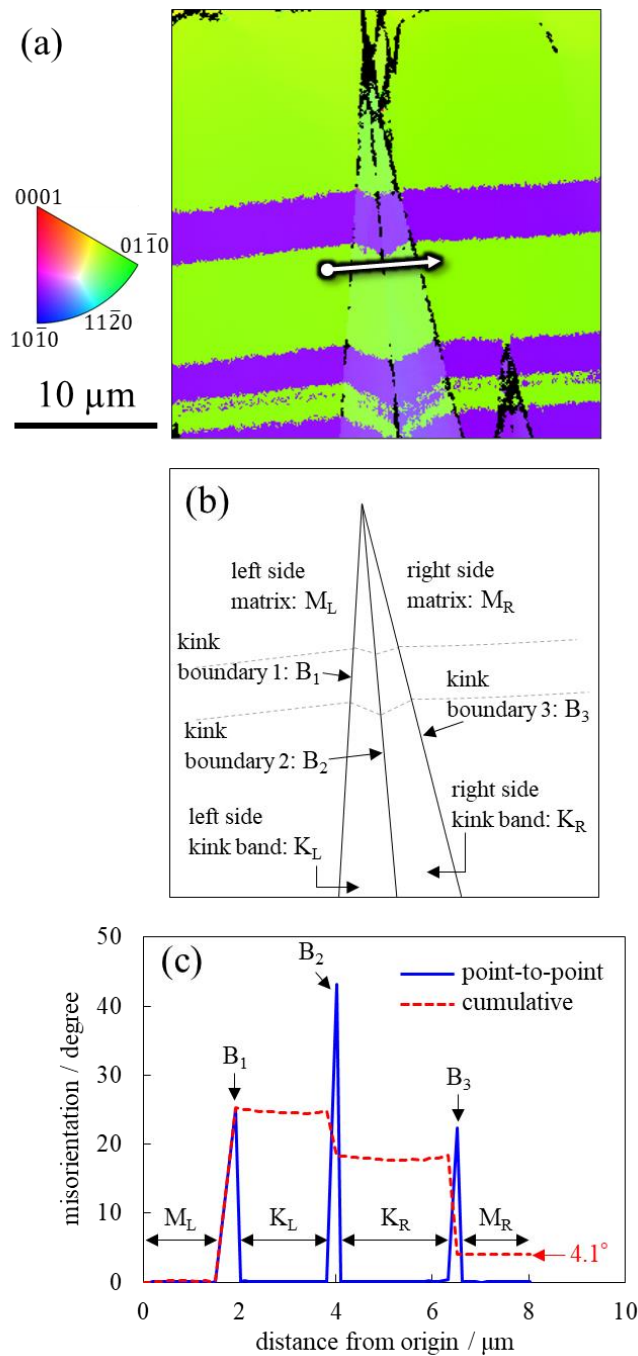


図 4-10 (a)結晶方位分布図, (b)(a)における各領域の名称と模式図および (c)(a)内に描かれた矢印上の測定点における方位回転プロファイル. (b)内の灰色の破線は底面トレースに対応する.

約 $5\ \mu\text{m}$ であったので、 M_L と M_R との間には底面すべりによって約 1.5° の結晶方位回転が生じていてもよい。しかし、このリッジキックを挟んだ M_L と M_R との間には、 4.1° もの結晶方位回転が生じていた。このことは、このリッジキックの

形成によって、母相(またはキンク周辺に)に観測された実際の方位回転量 4.1° から、底面すべりによって生じ得る 1.5° の方位回転を差し引いた、 2.6° の回転型の格子欠陥が導入されたことを意味している。この 2.6° という結晶方位差は、キンク形成によって導入された回位強度の幾何学的に許される最大値として結論付けられる。さらに、他のリッジキンクでも同様に、リッジキンクを挟んだ M_L と M_R 間にはこのような有意な結晶方位差が生じていた。複数のリッジキンクで測定された ω_{obs} を比較すると、それぞれのキンクにおける境界の回転角が大きいほど、 ω_{obs} は高い値を示した。このような傾向は、Inamura[138]が示す結晶幾何学的な解析結果と同様である。一般に、転位観察では、転位芯周辺に存在する原子配列のみだれを、回折コントラストを利用して可視化する。そのため、TEM を利用すれば一本ずつの転位を可視化することが可能である。その一方、回位は回転型の変位を生じさせる欠陥であり、おそらくそのコアに変位が集中するような構造を金属材料は許さないだろう。そこで本研究では、 μm オーダーの広範囲に渡る母相間の結晶方位差を利用して、回位強度に相当するような値を見積もった。この方法は、回位のコアを位置的に特定できるものではない。一方、回転型の欠陥である回位の強度を結晶方位差を利用して見積もることは回位の観察方法として妥当であると考えられる。

Inamura[138]によれば、結晶幾何学の観点から、1つのすべり系によるリッジキンク形成の際に導入される回位のもつフランクベクトルは、左右それぞれの方位回転領域の境界回転角 θ から計算できることが報告されている。そこで本研究では、実験的に求められたリッジキンクのフランクベクトル ω_{obs} と rank-1 接続に基づいた幾何学解析[138]によって計算で求められるフランクベクトル ω_{cal} の相関性を調べた。図 4-11 に示すようなリッジキンクを構成する左右の方位回転領域を形成するために、働いた2つのせん断量をそれぞれ $s_1 > 0 // \langle 11\bar{2}0 \rangle$ 、 $s_2 < 0 // \langle 11\bar{2}0 \rangle$ とすると、それらのせん断によって生じるキンク境界の回転角 θ_1 と θ_2 はそれぞれ次式(4.1)で示される。

$$\theta_1 = \cos^{-1} \left[\frac{4 - s_1^2}{4 + s_1^2} \right], \theta_2 = -\cos^{-1} \left[\frac{4 - s_2^2}{4 + s_2^2} \right]. \quad (4.1)$$

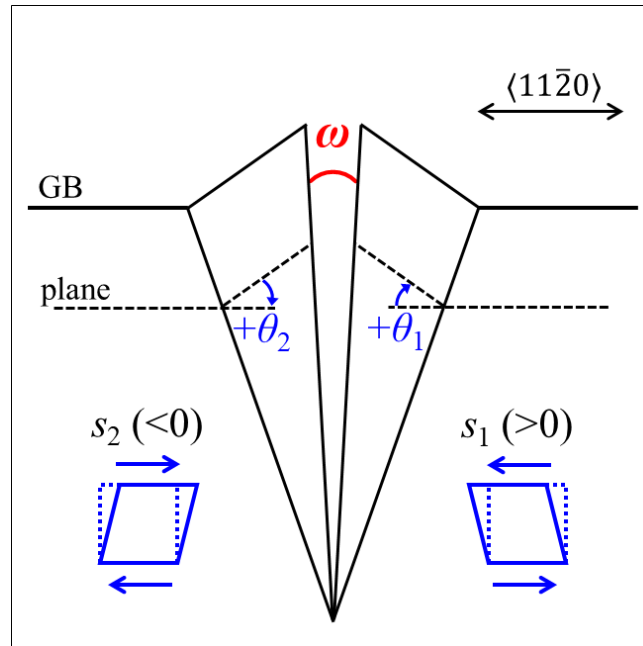


図 4-11 せん断変形によって形成されるリッジキンの模式図。

式(4.1)を変形すると、得られる回転角に相当するせん断量 s_1 と s_2 を逆算することができる。

$$s_1 = \frac{2\sqrt{1 - \cos[\theta_1]}}{\sqrt{1 + \cos[\theta_1]}} \quad \text{and} \quad s_2 = -\frac{2\sqrt{1 - \cos[\theta_2]}}{\sqrt{1 + \cos[\theta_2]}}. \quad (4.2)$$

式(4.2)の θ_1 と θ_2 にそれぞれ、EBSD によって測定した回転角を代入し、 s_1 と s_2 を算出すれば、次式(4.3)で、rank-1 接続条件に基づく理論的なフランクベクトル ω_{cal} を求めることができる[138]。

$$\omega_{\text{cal}} = \cos^{-1} \left[\frac{4(s_1^2 + s_2^2 - s_1 s_2 + 4)^2 - s_1^2 s_2^2 (s_2 - s_1)^2}{(4 + s_1^2)(4 + s_2^2)(4 + (-s_1 + s_2)^2)} \right]. \quad (4.3)$$

図 4-12 に、式(4.3)を用いて計算した ω_{cal} と EBSD によって得られた ω_{obs} の関係を示す。 ω_{cal} と ω_{obs} のフランクベクトルの大きさは概ね一致する結果となり、本研究では、キンク形成に伴って回位が導入されることが、実験的にも幾何学的にも証明された。特に、本研究で用いた角度分解能の高い EBSD の適用により、フランクベクトルの小さな(1°未満)回位の存在をも検知できたといえる。将来的には、EBSD 測定 of 角度分解能がさらに向上させることで、回位を有するキンクのフランクベクトルを、母相だけでなく、キンクバンド内部においても検出でき

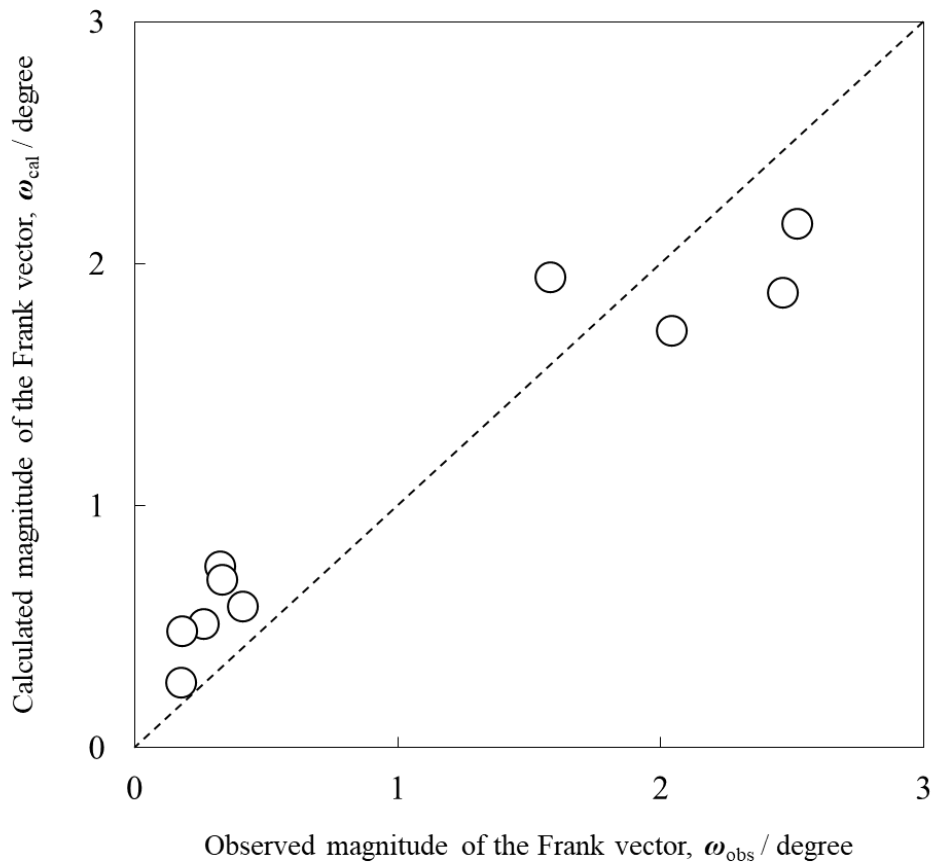


図 4-12 計算と実験によって求められるリッジキック周囲の回位のフランクベクトル ω_{cal} と ω_{obs} の関係.

るようになるだろう。回位の存在は、キック強化機構において重要な役割を果たしていることが予想されるが、詳細は第 5 章で述べる。

4.5 小括

本研究では、LPSO 単相マグネシウム合金に形成されたリッジキックとプレキックの三次元的な形態ならびに結晶学的特徴を調査した。得られた結果からキックの形成過程について議論し、さらにはキック周囲に存在するであろう回位の存在を実証することを試みた。得られた結論を以下のとおりである。

1. リッジキックの表面起伏は非常に平坦な面とテラス領域の接続で構成されているのに対し、プレキックのそれは全体がなだらかに湾曲していた。また、

表面起伏の高さは、リッジキンクとプレキンクでそれぞれおよそ 2、0.5 μm であった。

2. リッジキンクとプレキンクでは、初期表面における形態ならびに結晶方位は明らかに異なる特徴を呈していたのに対し、試料内部では両者の特徴はリッジキンクのそれと同様のものに変化した。
3. リッジキンクとプレキンクの回位の配置から、反対符号の回位のペアの移動によってキンクが形成するという新たなキンク形成モデルが提案された。
4. $\langle 1\bar{1}00 \rangle$ 軸を回転軸として、リッジキンクを挟む母相間には方位差が生じていた。この方位差は幾何学計算から得られる値とよく一致した。この方位差は、リッジキンク先端で発生しうる回位強度の最大値に対応していた。つまり、キンクの形成に伴い、回位が導入されることを実験的に証明したのである。本研究で観察された回位強度は、 $0 < \omega_{\text{obs}} \leq 2.6^\circ$ であった。

第5章 LPSO 単相 Mg-Y-Zn 合金に発現する キンク強化機構

5.1 緒言

第1章でも述べたとおり、Kawamura ら[8]によって開発された Mg-Zn-Y 合金は LPSO 相[13-15]を含み、非常に優れた機械的性質、特に高い降伏応力を示す。このような優れた機械的性質は、LPSO 型マグネシウム合金を、熱間押し出しのような塑性加工を施すことで、発現するようになる[21-23]。押し出し加工した LPSO 型マグネシウム合金の TEM 観察を実施したところ、LPSO 相内にキンクが観察された[80,145]。したがって、LPSO 型マグネシウム合金の驚異的な強度の主要因子は、LPSO 相の塑性変形モードの1つであるキンク変形によって形成されたキンクと理解されており[80,102-104]、「キンク強化」は新しい材料強化方法として大きな注目を集めている[21-23,72,80,81,92,136,145-163]。しかし、キンク強化の詳細なメカニズムは未解明のままである。キンク変形を生じさせる塑性変形プロセスは、押し出し、圧縮、圧延、鍛造と様々である。Hagihara らは、ブリッジマン法によって作製した LPSO 単相マグネシウム合金 DS 材の塑性変形挙動を圧縮試験によって調べた[72,148]。結果として、LPSO 相は高い塑性異方性を持つことが明らかになった。凝固成長方向に対し 45°方向(以降、この方向を 45°方向と呼ぶ)から圧縮変形させると、LPSO 相の主な変形モードである底面すべりが生じたのに対し、凝固成長方向と平行方向(以降、この方向を 0°方向と呼ぶ)に圧縮変形させると底面すべりは抑制され、キンク変形が生じた[72]。さらに、彼らはキンクによる強化量を定量評価するために、0°方向圧縮の後に 45°方向圧縮を行う二重圧縮試験を考案した[148]。2度(2方向から)の圧縮変形の狙いは、それぞれキンクの導入と底面すべりの促進である。そのため、45°方向からの圧縮試験から得られた降伏強度をキンク変形後に行った結果とキンクを導入せずに行った結果を比較することで、キンク強化量を評価することができる。彼らの報告によれば、二重圧縮試験から得られた LPSO 単相マグネシウム合金 DS 材のキンク強化量はおよそ 50~100 MPa である[148]。この強化量は、45°方向からの圧

縮試験のみによって得られた降伏強度を 2 倍以上上昇させることに相当する。試験片に DS 材を用いているとはいえ、二重圧縮試験で用いられる試験片サイズの制約から、試験は多結晶体を用いて行われる。そのため、キンクによる強化以外に結晶粒界での強化分も同時に評価することになる。加えて、1 度目の試験中に生じた加工硬化(転位強化)もまた、2 度目の変形挙動に影響を与えるだろう。さらには、圧縮試験では試料の延性を評価することは困難である。

第 3 章では、表面起伏としてのリッジキンク形成の前駆段階として、表面起伏の小さな方位回転領域としてのプレキンクが存在することを明らかにした。続く第 4 章では、キンクの三次元的な特徴を調査し、プレキンクからリッジキンクへの発達は回位の移動によるものであると考察した。また、回位を有するキンクが圧縮した試料表面のみではなく、試料内部においても形成されていることを明らかにした。さらに、高角度分解能を有する EBSD 解析により、キンクの形成に伴い、回位が導入されることを実証した。回位は転位と比べて広範かつ大きな弾性応力場を形成する[140]。そのような回位の弾性応力場の下では、転位の運動は顕著に抑制されることが容易に想定される。したがって、キンク強化のメカニズムは、キンクの形成に伴い、材料中に導入された回位の弾性応力場によって説明される可能性がある。ところで、キンク形成に伴う回位の導入は、すべり系が 1 つに限定された条件下において成立するものである。そのため、 $\langle c \rangle$ 成分を含むすべり系の活動が生じうる場合、すなわち、十分なすべり系が存在する場合、回位の存在は必ずしも必要ではない。言い換えれば、回位の存在がなくなるため、回位の弾性応力場がキンク強化のメカニズムとはなり得ない。先行研究[112]では、LPSO 型マグネシウム合金複相材を加工熱処理により組織制御し、室温において、キンク変形と底面すべりを抑制する方向から引張荷重を加えたところ、非底面すべりが活性化されたことが報告されている。また、キンクの形成によって材料が強化された結果として、底面すべりの活動が抑制される場合、非底面すべりが生じる可能性が想定される。

以上を踏まえ本研究では、LPSO 単相マグネシウム合金を用いて、非底面すべ

りが生じる条件について調査した。さらに、二回変形試験を実施し、得られた多くの結果に基づいて、キンク強化機構について議論した。また、微小試験片を用いた引張試験により、キンクの導入による強化量と延性を定量的に評価することを試みた。

5.2 実験方法

試料には、LPSO 単相 Mg-9Y-6Zn 合金の DS 材を用いた。観察試料は、DS 材上部約 13 mm の領域から板状(3×4×1 mm³、幅×長さ×厚さ)に切り出した。なお、本章では、観察試料の長手方向(//1 回目の圧縮方向)は、DS 時の結晶成長方向に対し、平行(0°方向)、45°方向および 90°方向の 3 種類である。45°方向と 90°方向の試験片は、非底面すべりを調査するために追加で作製した。その後、エメリー紙を使用した湿式研磨とダイヤモンド懸濁液を使用した仕上げ研磨を行った。

0°方向圧縮後に 45°方向から荷重を負荷する二回変形試験を実施し、キンク周辺の微細組織やフランクベクトル ω_{obs} の変化を観察した。二回変形試験はいずれの変形も手動(図 2-2 と図 2-3)で行い、その荷重軸は文献[72,148]と同様である。二回変形試験では、0°方向圧縮後、試料の角を切断し、表面起伏を仕上げ研磨により平坦にして EBSD 測定(AZtec ver. 5.1)を実施した後、45°方向から荷重を負荷した。45°方向負荷では、単純な圧縮荷重(二重圧縮試験)または曲げを利用した引張荷重を負荷した。45°方向負荷後は除荷し、試料表面は研磨せず、SEM 観察(Scios)と EBSD 測定に供した。SEM-SE 像と SEM-BSE 像の撮影は、それぞれ、加速電圧 5 kV と 30 kV、電流値 0.8 nA と 6.4 nA、作動距離約 3 mm と約 6 mm で行った。SEM 像の解像度は、6144×4096 pixels である。また、EBSD 測定条件は、加速電圧 30 kV、電流値 13 nA、作動距離約 19 mm、ステップサイズは 1 μm である。

二回変形試験において、一部の試料では、EBSD 測定を利用した Wilkinson 法を行い、キンク周囲の弾性応力場を調査した。Wilkinson 法は、使用する SEM を Helios Hydra とし、明瞭な EBSD パターンを得るために、加速電圧 15 kV、電流

値 51 nA、作動距離約 16 mm とした。また、測定ソフトウェア上で、自動バックグラウンド処理に加えて静的バックグラウンド処理を実施した。Wilkinson 解析には、CrossCourt4(BLGVantage 社)を使用し、解析後に remapping 処理[164]を行った。弾性応力場の算出の際に必要な弾性定数は、文献値[94]を参考にした。また、一部の試料では、45°方向負荷の変形プロセスをいくつかの段階に分けて、荷重を保持した状態でリッジキック周囲の SEM-SE 像を撮影した。これらの SEM-SE 像は、ひずみ量定量化のための DIC 解析(VIC-2D)に使用された。DIC 解析条件は、サブセットサイズとステップサイズをそれぞれ 37 pixels と 9 pixels とした。ここで、1 pixel は約 0.207 μm にあたる。DIC 解析のためのスペックルパターンは、マグネシウムリボンの燃焼ガスによって、試料表面に塗布した。

キックの導入による強化量と延性を定量的に評価するために、微小試験片を用いた引張試験(図 2-4)を実施した。バルク試験片にキックを導入するために、油圧式試験機を使用して圧縮ひずみ約 5%まで 0°方向に圧縮した。その後、試験片を平坦にして試験片全体の EBSD 測定を実施し、キックの形成領域を特定した。微小試験片の加工には、PFIB-SEM(Helios Hydra)を使用した。微小試験片はドッグボーン形状とし、その大きさはキックと同等程度である。平行部は 1 つのリッジキックを含むもの(キック有り)と含まないもの(キック無し)を作製した。引張試験と圧縮試験はともに初期ひずみ速度を 10^{-3} s^{-1} とした。試験中に生じる組織変化は光学顕微鏡を用いて注意深く観察した。引張試験後、可能である場合には、破断した微小試験片の SEM 観察を行った。

5.3 結果

5.3.1 非底面すべりの観察

図 5-1(a-c)に、0°方向から 1.3%圧縮した観察試料の SEM-SE 像を示す。観察試料には多数のリッジキックの形成が認められる。しかし、観察試料を注意深く観察すると、圧縮ひずみが 1.3%と小さいにもかかわらず、試料内の複数の領域(図 5-1(a)内の白枠領域)で非底面すべりの活動が認められた。他の 0°方向から圧縮

した試料においても同様の傾向がみられた。45°方向、90°方向から圧縮した試料においてもそれぞれ非底面すべりの活動がみられた。なお、これらの試料においてもわずかではあるが、キンクの形成が生じていた。このように、本研究で用いた LPSO 単相マグネシウム合金では、塑性変形モードとして、底面すべりとキン

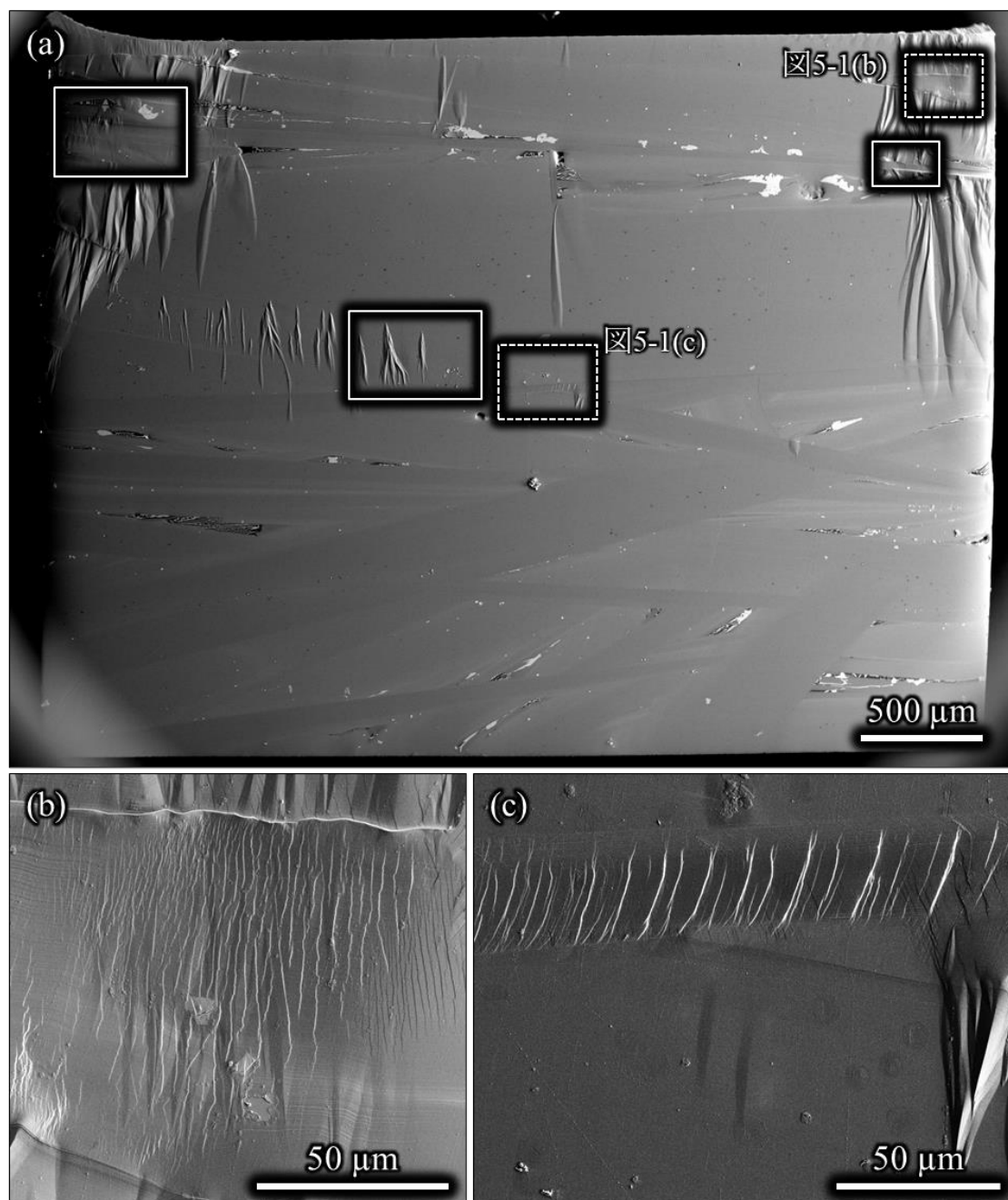


図 5-1(a-c) 0°方向から圧縮ひずみ 1.3%まで変形させた試料の SEM-SE 像.
(b,c)は(a)内の白破線領域の拡大像である.

ク変形以外に、非底面すべりの活動も容易に生じるようである。図 5-2 に、別の試料を 0°方向から 13.5%圧縮した試料に生じた底面(紙面左右方向)と非底面(紙面上下方向)のトレースが交差した領域の SEM-SE 像を示す。図 5-2 より、非底面すべりが生じていても、水平方向の底面トレースには、縦方向への変位はみられないことがわかる。つまり、本研究で観察された非底面すべりは、 $\langle c \rangle$ 成分を含まない非底面 $\langle a \rangle$ 転位すべりであることが予想される。

5.3.2 二回圧縮試験によって生じた微細組織変化

図 5-3 に、二重圧縮試験における(a) 0°方向から圧縮後に表面研磨と切断を行った試料と(b)(a)を 45°方向から圧縮した試料の SEM-SE 像をそれぞれ示す。なお、図 5-3(a)に示すように、45°圧縮の前にマイクロビッカース硬さ試験機を使用して、SEM 像内の白破線で示されるような四角形の圧痕模様を導入した。図 5-3(b)では、45°方向からの圧縮によってその圧痕模様にはゆがみが生じていることがわかる。すなわち、ビッカース圧痕の変位から、キンクが比較的多く観察される領域(図中青矢印)では、塑性変形が顕著に生じていることがわかる。図 5-3(b)

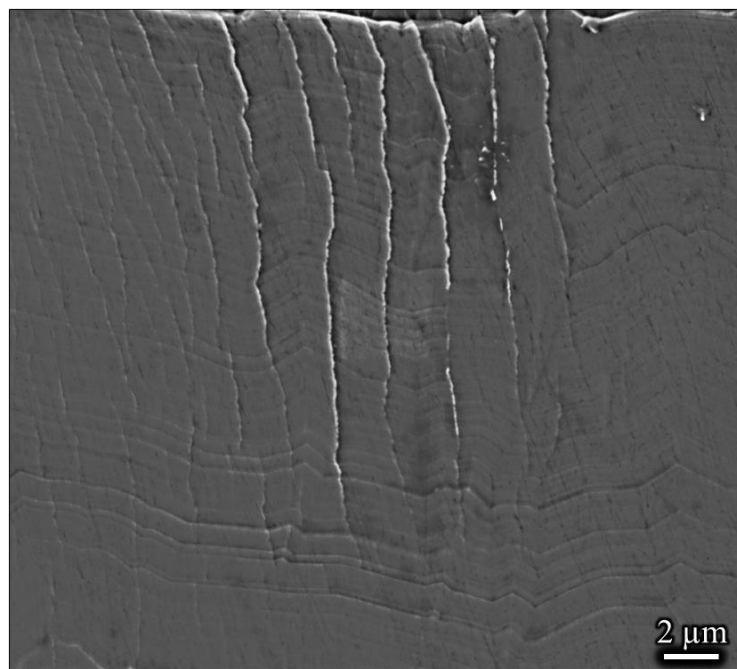


図 5-2 底面と非底面のトレースが交差した領域の SEM-SE 像.

に示すように、平坦にされた試料表面には、45°方向からの圧縮によって生じた、いくつかの表面起伏やすべり線が観察される。

図 5-4 に、プレキンの SEM-SE 像を示す。このキンは、図 5-3(b)中の赤破線枠内に発生していたものである。また、試料表面において、0°圧縮後にはくちばし形状として形成されておらず、45°圧縮を行ったところ、キンの先端領域が形成されたことを確認している。図 5-4 には、底面すべりの痕跡が明確に認め

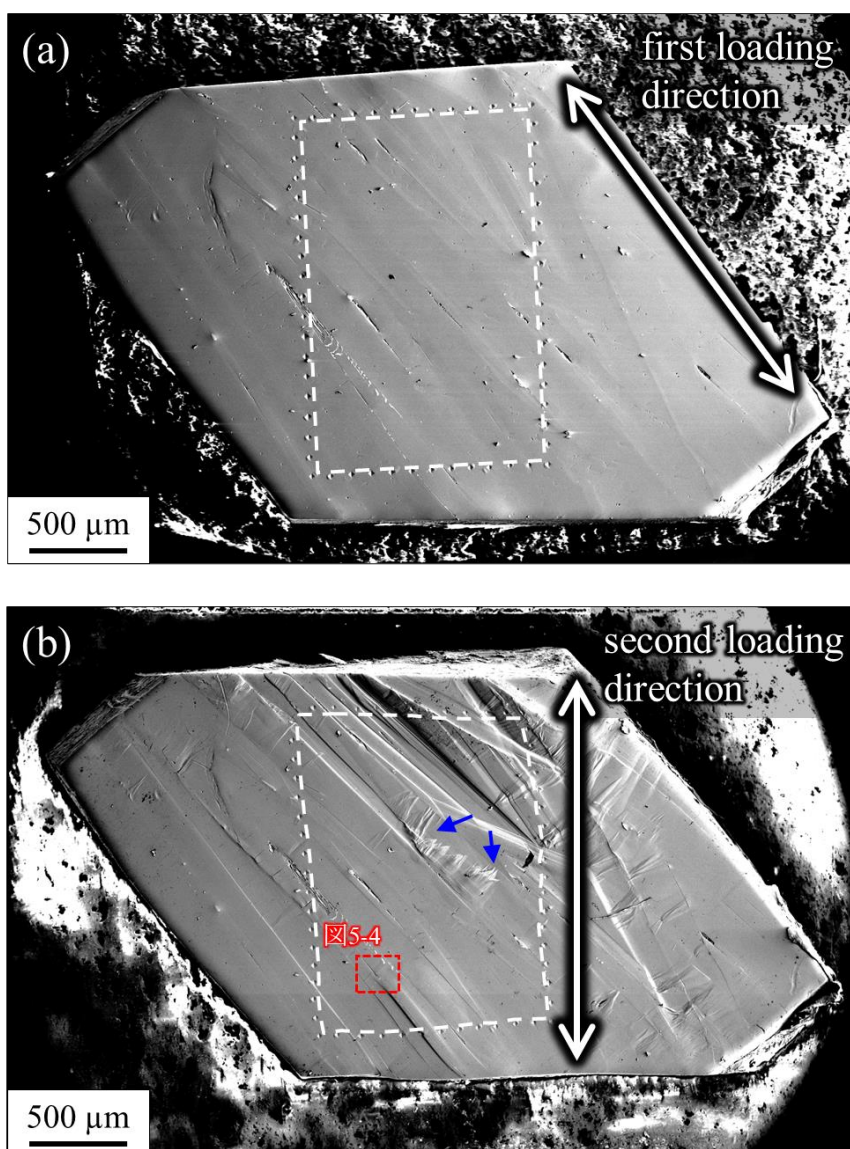


図 5-3 二重圧縮試験前後の SEM-SE 像. (a)一回目の圧縮後と(b)二回目の圧縮後. 白破線はビッカース圧痕を示しておりマクロな変形の様子を観察するために導入した.

られる。このすべり線は、45°方向から圧縮する前に試料表面を鏡面研磨しているため、二回目の45°方向からの圧縮変形によって発生したものである。特筆すべきは、このすべり線が図5-4内の白破線で示すキンク境界近傍で、消失していることである。これは、キンクが後続の変形を妨げる障害物としてふるまうこと、すなわち、キンク強化現象を示す決定的な実験的証拠である。興味深いことに、ここで観察されたキンクの境界では、わずか数度程度の結晶方位回転しか生じていなかった。そのため、このキンクの形成によって、キンク内部と母相の底面 $\langle a \rangle$ 転位すべりに対するシュミット因子は4.8%しか変化しない。また、このキンク境界を挟んですべり面はわずかな傾き(方位差)で連続しているため、既存の粒界強化理論の観点から、境界は転位運動に対する有効な障害とはならないと考えられる。このことから、キンクのシュミット因子の変化に伴う分解せん断応力

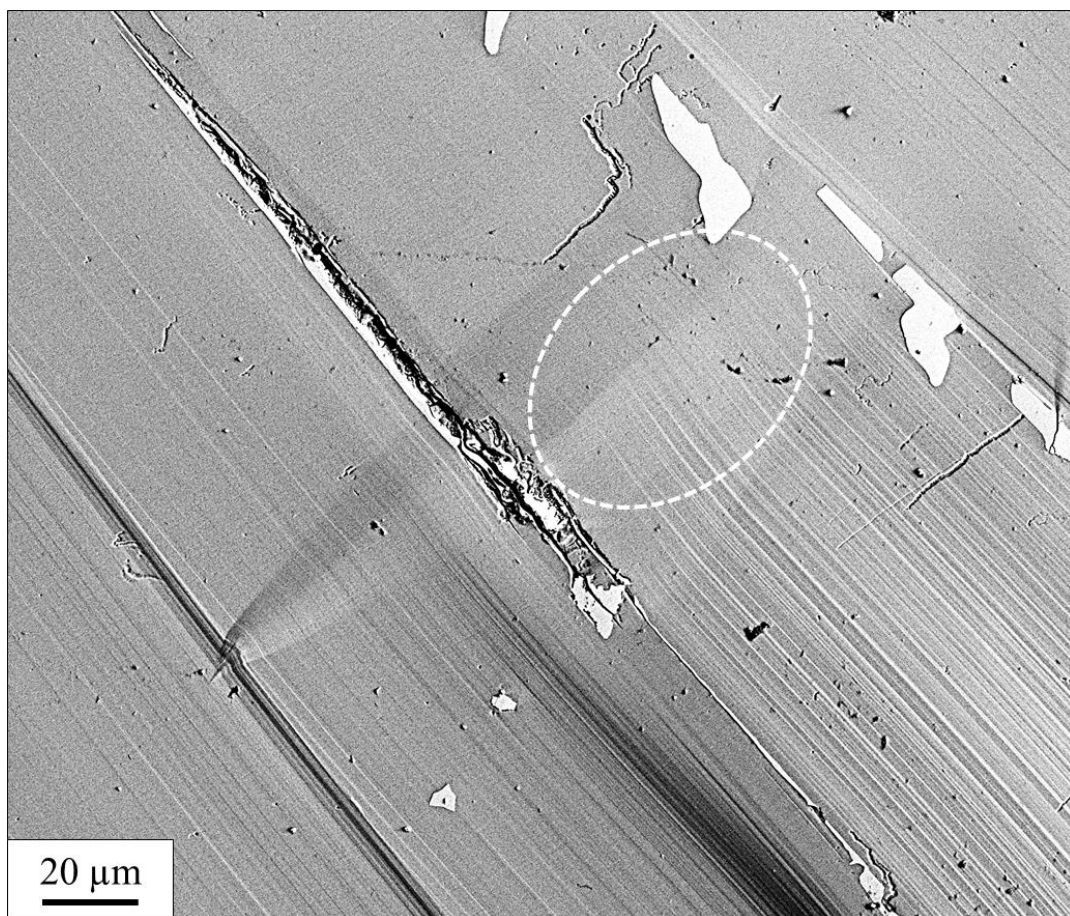


図5-4 二回目の45°方向からの圧縮後のプレキンク近傍のSEM-SE像.

(Resolved Shear Stress, RSS)の減少やキンク境界による転位運動抑制以外の要因が変形の障害物となっていることが推察される。なお、図 5-4 の下部に示されるキンクの先端領域では、すべり線がキンクを挟む母相間で連続しており、すべりがキンクによって止められていない。これは、 0° 方向からの圧縮時ではキンク先端部は、試料内部に隠れるように形成されていたと考えられ、試料表面においては、キンクの発達に先んじて底面すべりが生じたためだと考えられる。

図 5-5 に、図 5-4 に示したプレキンクの 45° 方向からの圧縮前後の(a,b)結晶方位分布図、(c,d)KAM マップおよび(e, f)(c, d)内の 2 か所に引いた白線によって測定された cumulative(基準点と各測定点の相対的な方位差)プロファイルによるみかけのフランクベクトル ω_{obs} 'の変化を示す。ここで、 ω_{obs} 'は母相の底面すべりの影響による結晶方位回転を考慮していないものである。図 5-5(c,d)に示される KAM マップより、図 5-4 に示したプレキンクの境界は、上述したように、 45° 方向からの圧縮前には先端領域には存在しておらず、 45° 方向からの圧縮により先端領域に境界が形成されたことが確認された。しかし、プレキンク境界は 45° 方向からの圧縮により増加しているもののいずれも小角であり、その回転角は最大で 2.1° であった。図 5-5(e,f)から明らかなように、プレキンクに 45° 方向からの圧縮によってせん断変形を引き起こすと、みかけのフランクベクトル ω_{obs} 'は増加する傾向がみられた。つまり、キンクにせん断変形を引き起こすと、キンク境界の回転角の増加、すなわちキンクの成長と、それに伴う回位強度の増加が生じることがわかった。

表 5-1 に、図 5-4 と図 5-5 に示したプレキンク(kink A)と、同一試料内の他の 2 つのキンク束(表中では kink B、kink C と表記している)において測定された二重圧縮試験を行った際のフランクベクトル ω_{obs} の変化を示す。ここで、キンク束とは、複数(2 つ以上)のキンクバンドが接続して 1 つのくちばし状キンクの形状を呈しているものを指す。キンク B とキンク C においてもキンク A と同様に、EBSD 測定から得られたマップ内に 2 本の線を描くことでキンクのフランクベクトル ω_{obs} を算出している。なお、 ω_{obs} は、底面すべりによって生じうる方位回

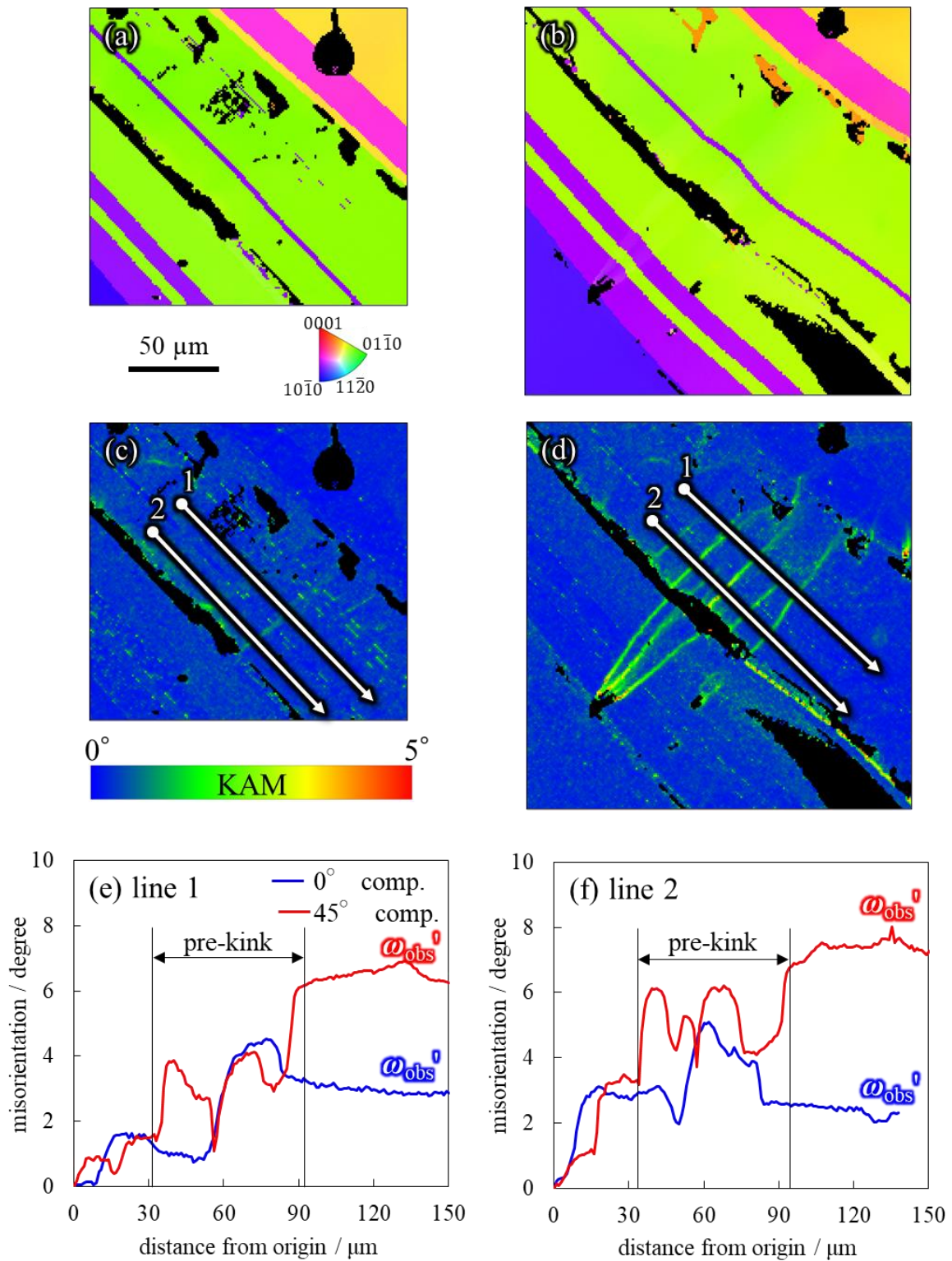


図 5-5 図 5-4 に示したプレキンの EBSD 測定結果. 二回目の 45°方向からの圧縮前後の(a,b)結晶方位分布図, (c,d)KAM マップおよび(e,f)(c,d)内の白矢印に沿った cumulative プロファイル.

表 5-1 二重圧縮試験の際のフランクベクトル ω_{obs} の変化.

	kink A (pre-kink)		kink B		kink C	
	0° comp.	45° comp.	0° comp.	45° comp.	0° comp.	45° comp.
ω_{obs} / degree	2.63 (line 1)	2.73 (line 1)	0.046	0.054	0.06	1.26
	1.58 (line 2)	3.13 (line 2)	0.29	2.03	0.18	1.53

転量を cumulative プロファイルから得られるみかけのフランクベクトル ω_{obs} から差し引いたものである。表 5-1 より、キンのフランクベクトル ω_{obs} がせん断変形によって増加する傾向が確認された。ここで注目すべきは、あるひとつのキンクにおいて、フランクベクトル ω_{obs} の値に位置依存性があることである。この ω_{obs} の位置依存性について、EBSD の分解能や測定線間の距離(およそ 25.2 μm) を考慮すると、観察された値がすべて実験誤差であるとは考えがたく、有意な材料学的な意味をもっているだろう。考えられる可能性の 1 つとして、底面すべりが不均一に生じていることが原因であろう。あるいは、1 つのキンクが、微小な回位を介して結合した異なるキンクバンドの列によって形成されていることに起因するかもしれない。このようなキンクバンドの列は Inamura によって、オルソキンクによる結合だと説明されている[138]。

図 5-6 に、二重圧縮試験(1 回目と 2 回目の圧縮ひずみはそれぞれ 1.3%と 1.9%である。)の際に得られた EBSD 測定結果を示す。観察領域内には、比較的小角なリッジキンク(左)とプレキンク(右)の形成が認められる。45°圧縮後には、GROD マップより、プレキンクの左側バンドがわずかに発達している様子がわかる。同様に、KAM マップからもプレキンクの左側に小角ではあるが、境界が形成されていることがわかる。また、これらのキンクにおいても、上述したようにフランクベクトル ω_{obs} が増加していた。これらのキンクの弾性応力場を Wilkinson 解析によって調査した。回転角の小さなキンクを選定した理由を以下に述べる。Wilkinson 解析では、無ひずみであろう任意の参照点の EBSD パターンと各測定点の EBSD パターンとを比較することで、弾性ひずみを算出するが、キンクのような結晶方位回転領域では、EBSD パターンも回転する。例えば、無ひずみの単結晶を Wilkinson 解析した際には、当然マップにはひずみは表現され

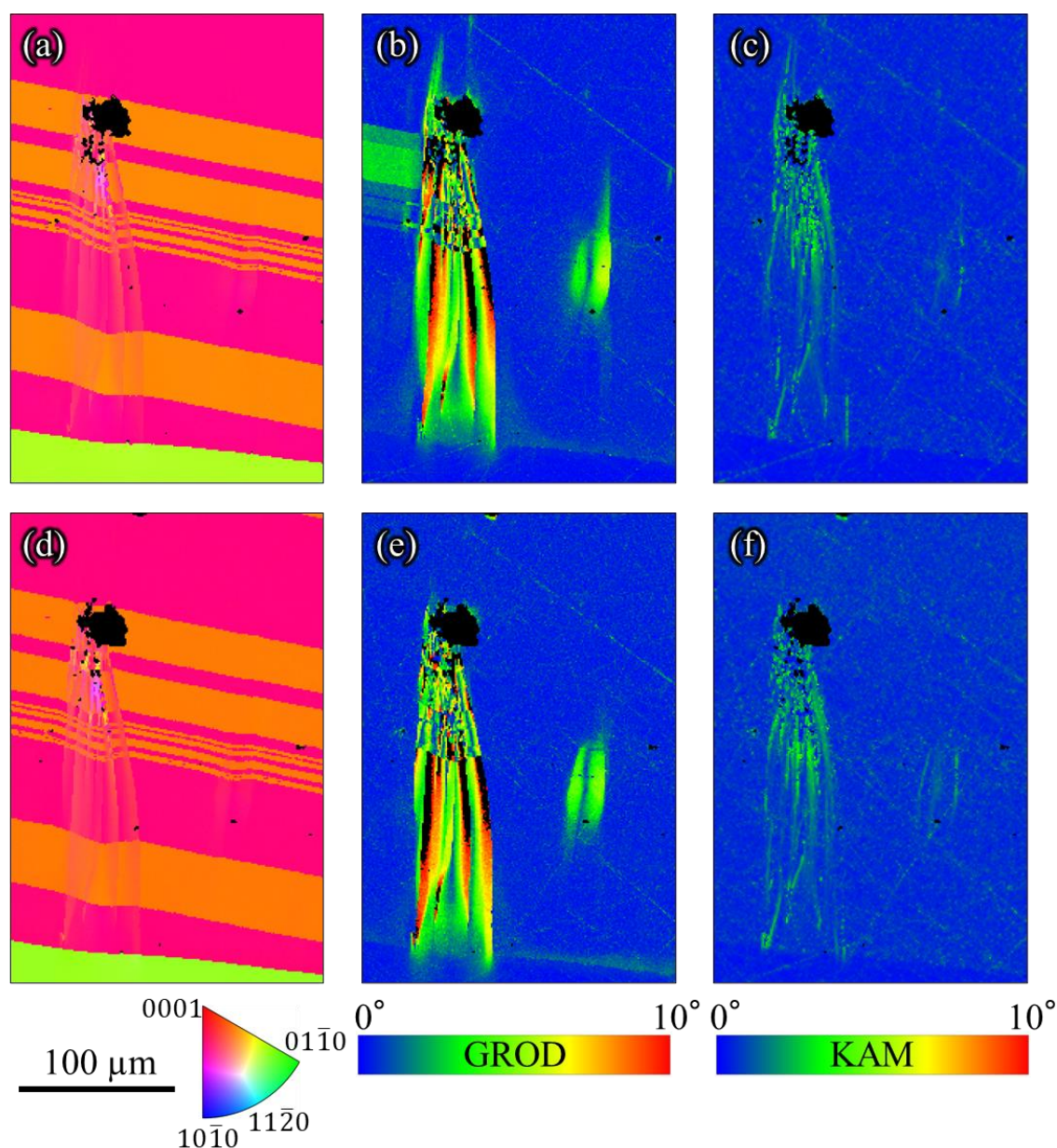


図 5-6 二重圧縮試験時の EBSD 測定結果. (a,d)結晶方位分布図, (b,e)GROD マップおよび(c,f)KAM マップ. (a-c)と(d-f)はそれぞれ 45°方向からの圧縮試験前後のデータである.

ないが、全く同じ条件の単結晶で Wilkinson 解析の際の参照点の EBSD パターンを回転させると、算出されるマップにはひずみが過大に存在するようになる。すなわち、キックのような結晶方位回転領域の弾性応力場の評価が正確に行うことができない。この問題に対し、本研究で使用した解析ソフトウェア CrossCourt4 では、その回転の影響を除去することができる remapping 機能[164]が備えられ

ている。ただし、この remapping 機能には限界があり、およそ 12° 以上の方位回転が生じている領域に対しては適用できない[164]。したがって、本研究では、方位回転量が比較的小さなキックに対し、Wilkinson 解析を実施することとした。図 5-7 に、二重圧縮試験の際に得られた Wilkinson 解析結果を示す。図 5-7(a,b) は、それぞれ 2 回目の圧縮試験前後の弾性応力場である。参照点は、マップ左上端とした。2 つのキック内には、数 GPa 程度の非常に大きな弾性応力場が引張、圧縮と複雑に生じていることがわかる。材料はジルコニウムであるが、同様の Wilkinson 測定で双晶周囲の弾性応力場を調査した報告例がある[165]。その場合、双晶周囲に生じた弾性応力場は最大でも 500 MPa 程度[165]であり、本研究で測定されたキックの応力場に比べれば双晶の引き起こす応力場は小さいものであった。このように、キックと双晶で生じた弾性応力場の差こそ、キック周囲の回位の存在を支持するものであると考えられる。ここで生じた弾性応力場は、その後の 45° 方向からの圧縮試験によるせん断変形によって緩和されることはなく、残存し続けることで、強化に寄与しているものと推察される。

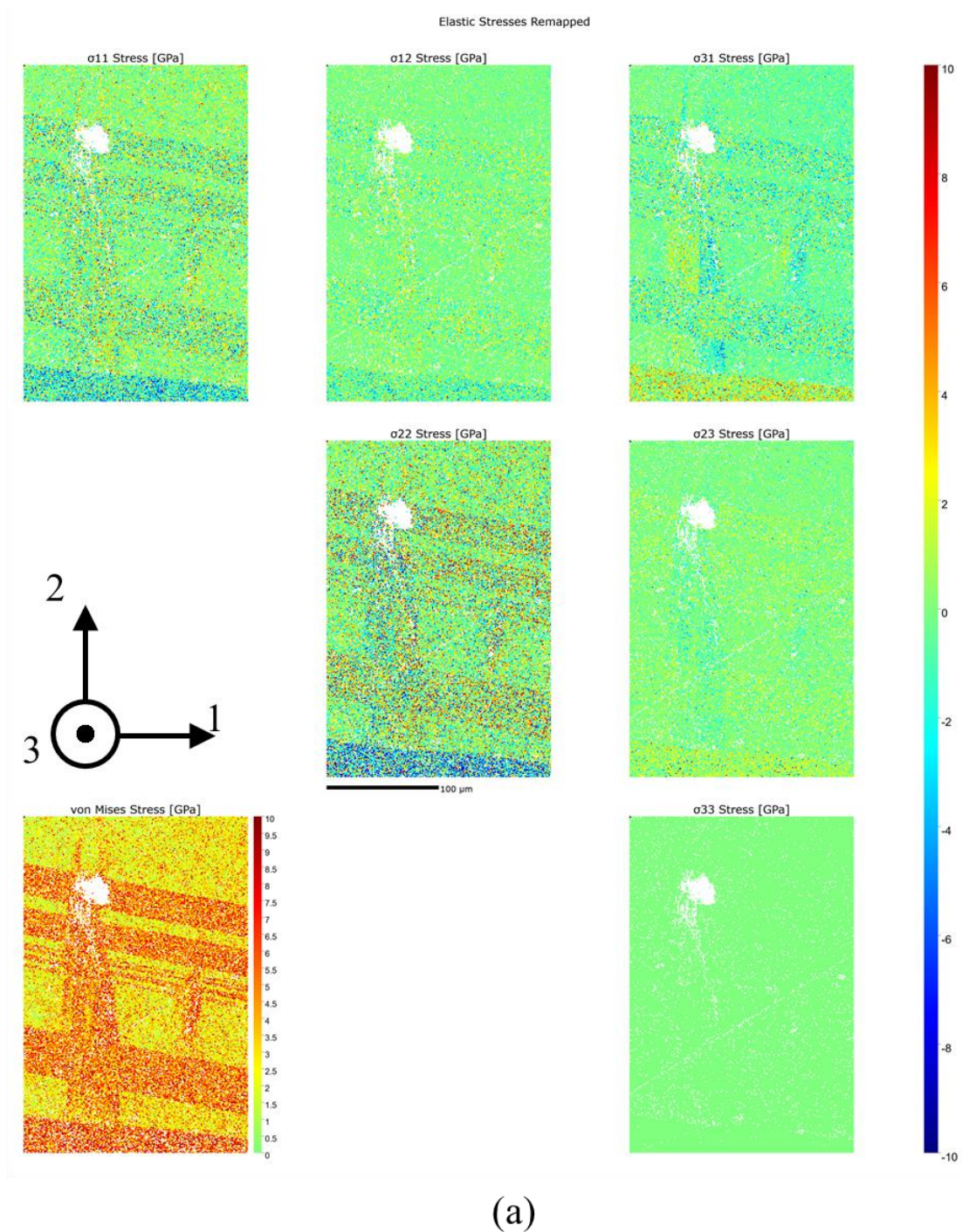
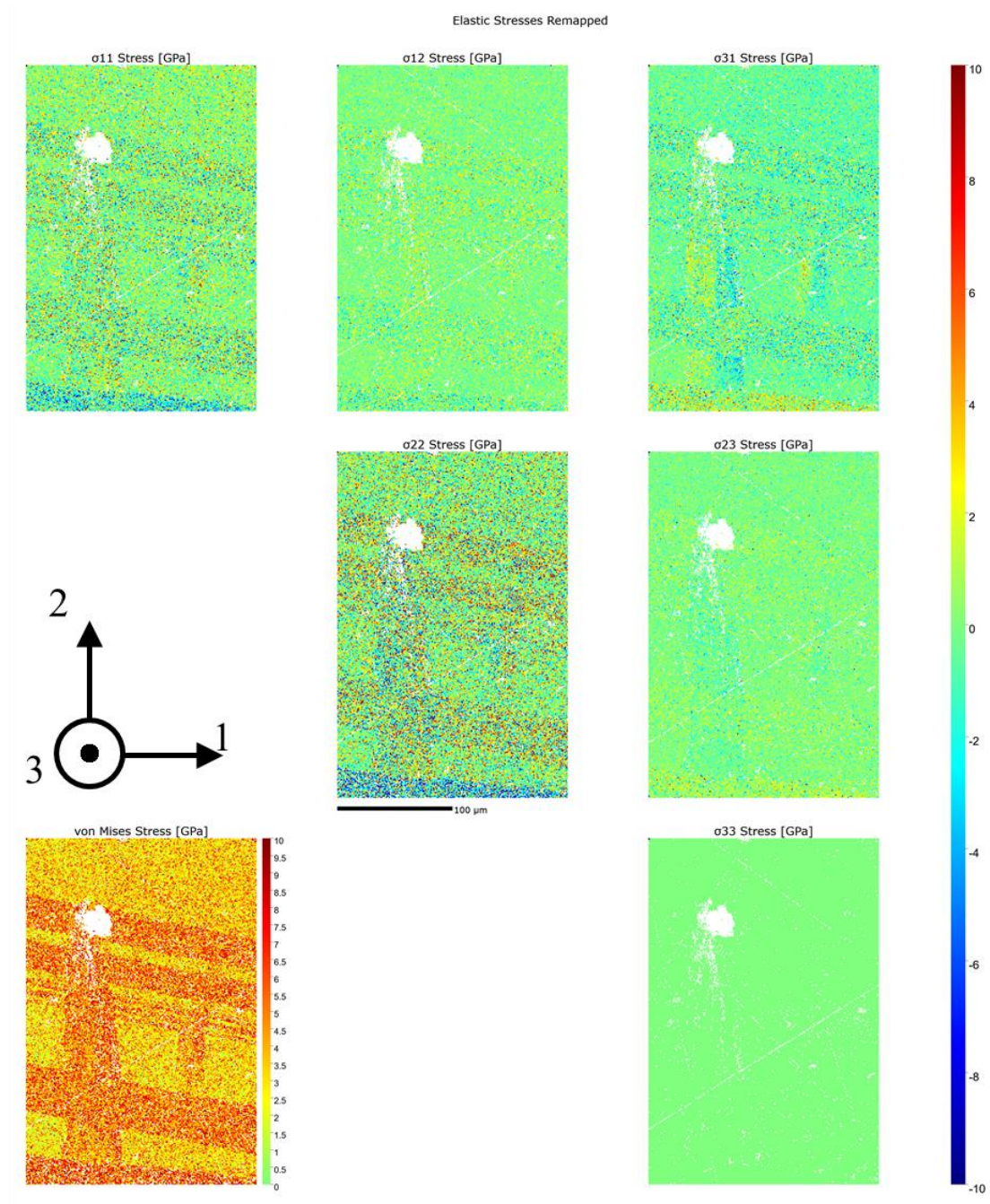


図 5-7(a) 二重圧縮試験時のキック周囲の Wilkinson 解析結果. (a)と(b)はそれぞれ 45°方向からの圧縮試験前後のデータである.



(b)

図 5-7(b) 二重圧縮試験時のキック周囲の Wilkinson 解析結果. (a)と(b)はそれぞれ 45°方向からの圧縮試験前後のデータである.

5.3.3 45°方向からの荷重負荷条件下において生じるひずみの発達

5.3.2 項で述べたように、キックが底面転位すべりの抵抗となっている要因は、キック境界が小角であったことから、底面すべりに対する RSS の変化によるものではなく、キックそのものが材料強化に寄与していると考えられる。したがって、キックの周囲(比較的広い領域)では不均一なひずみの発達が生じると予想される。本研究では、リッジキック周辺の比較的広い領域のせん断変形下の状態を観察するために、DIC 解析を実施した。図 5-8 に、観察対象のリッジキックの (a)SEM-BSE 像、(b)結晶方位分布図および(c)模式図を示す。リッジキックは、方位回転のない広いテラス領域と平均幅が約 $6.7\ \mu\text{m}$ と $8.5\ \mu\text{m}$ の左右の方位回転バンドから構成されていた。リッジキックは、図 5-8(b)の結晶方位分布図上で青と緑色で示される結晶粒に形成されており、これらの結晶粒は c 軸周りに 60° 回転した鏡面関係を有する“grown-in variants”[94]である。第 4 章より、grown-in variants 粒界はキックの形成を阻害するような結晶粒界ではないと考えられる。キック境界は、 $10\sim 20^\circ$ 程度の回転角を有していた。

リッジキックの周囲で、 45° 方向からの二回目の引張荷重負荷によって生じる微細組織変化を調べるために、任意の 5 段階で中断した際の組織写真を撮影しながら二回変形試験を実施した。図 5-9 に、引張荷重を保持した状態の各段階における (a)SEM-SE 像と (b)DIC 解析によって得られたせん断ひずみマップを示す。図 5-3 の SEM-SE 像とは、SEM 像内での 45° 方向が異なることに注意が必要で

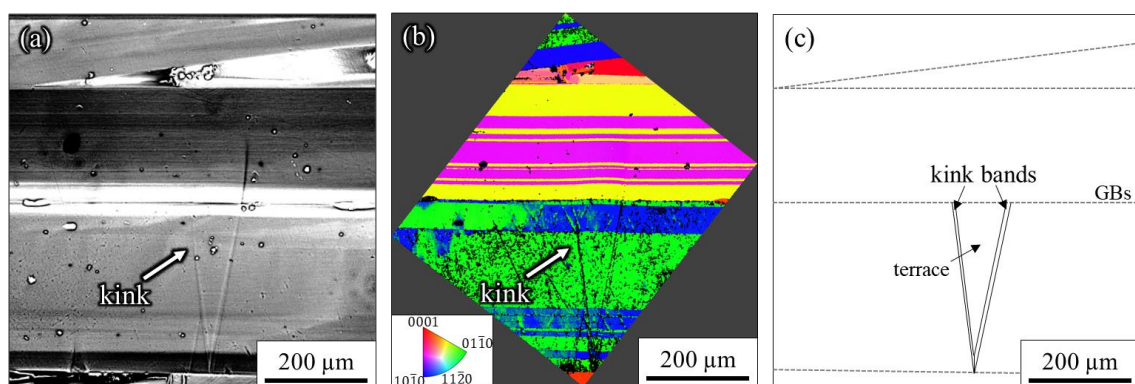


図 5-8 DIC 解析対象のリッジキックの (a)SEM-BSE 像, (b)結晶方位分布図および (c)grown-in variant を除いた境界の模式図.

ある。図 5-9(a)に示される SEM-SE 像内の試料表面の白の微細粒子は、マグネシウムリボンの燃焼によって散布された MgO 粒子である。図 5-9(b)より、1st の段階でキック先端部が接している粒界近傍に塑性変形の集中によるひずみの発達（濃い青の部分）が生じていることがわかる。2nd では、このひずみ発達領域はリッジキックが形成している結晶粒と隣接している下の結晶粒まで拡大している。一方、キックが形成している結晶粒には顕著なひずみの発達はみられない。3rd では、左側のキックバンドにせん断ひずみが集中しており、この段階では右側のキックバンドにはひずみはほとんど生じていない。しかし、4th になると右側のキックバンドにもせん断ひずみが集中する(赤色部分)ようになる。これらの段階での左側のバンドへの優先的なせん断ひずみの発達が、右側のバンドにもひずみを誘発するような挙動は注目に値する。加えて、それぞれのせん断ひずみは反対符号であり、左側のキックバンドではひずみは負(青色)、右側のそれにおいては正(赤色)であった。興味深いことに、図 5-8 と図 5-9 に示したような(くちはしは下方向の)リッジキックを形成する際には、底面の折れ曲がり方向から、左側のバンドでは正のせん断ひずみが発達し、右側では負のせん断ひずみが発達する。しかし、本研究において、45°方向から引張変形されたリッジキックにおけるせん断ひずみの発達の様子は、上記の様子とは一致しない。つまり、このリッジキックにおいては、45°方向からの引張変形によって、キックの成長に必要なせん断ひずみとは逆方向のひずみの発達が観察された。一方、リッジキックの右側のバンドに発達したせん断ひずみ(赤色で示される)は、その結晶粒内のマクロなせん断ひずみ(青色で示される)とは逆方向、すなわち、通常発生し得ない方向のせん断ひずみが生じている。これらは、リッジキックにおいて、隣り合うキックバンド対は同一方向のせん断変形を生じないこと、さらには、片方のキックバンドに生じた変形に対し、もう一方がその変形に支配されてマクロなせん断変形に逆らうような連携的な変形をせざるを得ない幾何学的拘束を受けていることを示唆している。一方、図 5-10 に示すように、45°方向からの変形が圧縮である場合には、左右のキックバンドに逆方向のひずみが優先的に集中するの

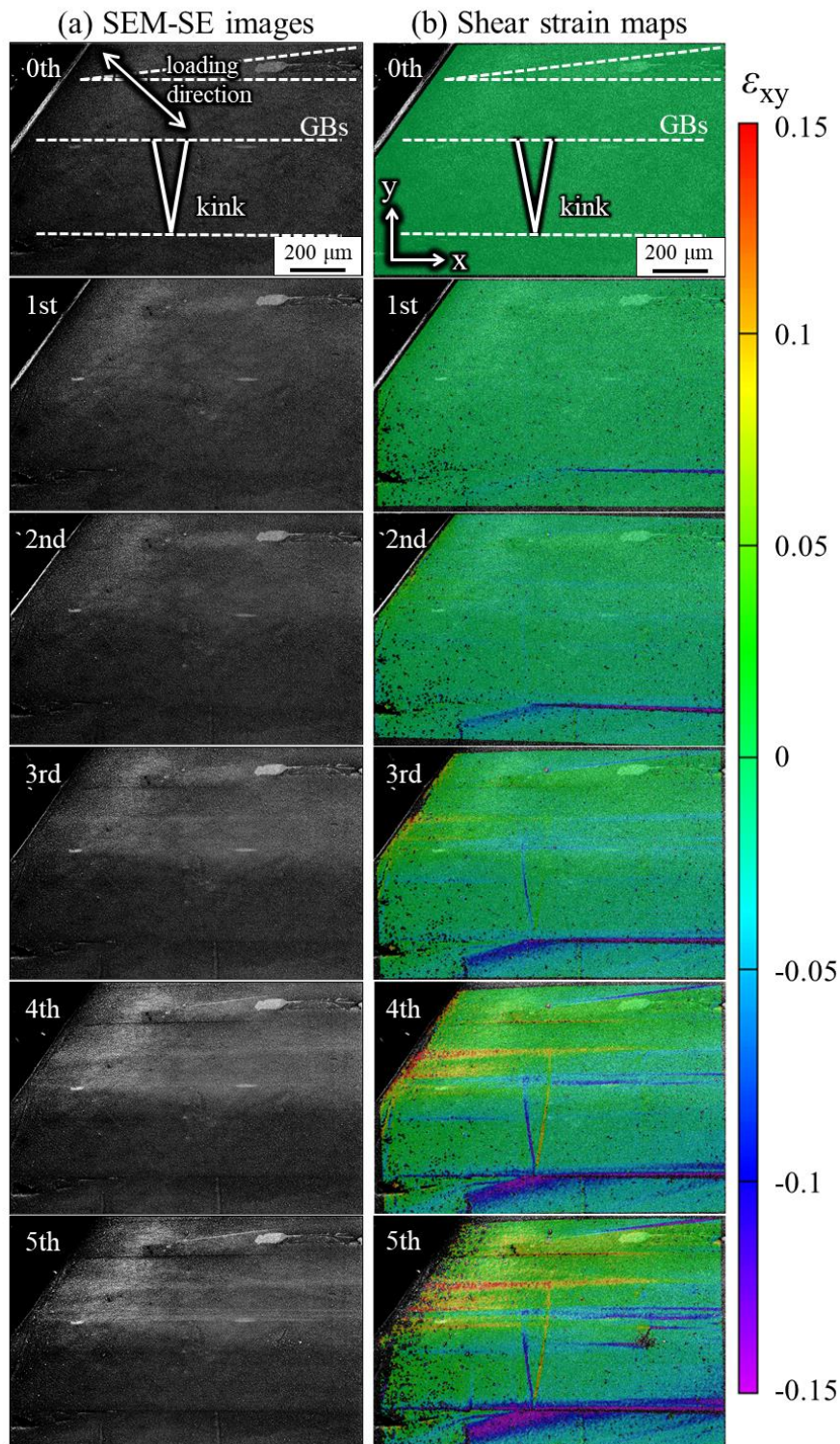


図 5-9 二回目の 45°方向からの引張荷重を保持した状態の(a)SEM-SE 像と(b)せん断ひずみマップ. 白破線は grown-in variant 境界を除いて粒界を描画している. 視野内の荷重軸方向の垂直ひずみは 0(0th), -0.006 (1st), 0.010 (2nd), 0.010 (3rd), 0.011 (4th)および 0.013 (5th)である.

は同様ではあるものの、加わるせん断ひずみの方向は引張時(図 5-9(b))とは反転していた。なお、キंक先端部は、キंक先端近傍の結晶粒界に集中したひずみが大きく、解析は困難であった。これらの変形、すなわちせん断ひずみの導入が、結果として、5.3.2 項で示したような、フランクベクトルの変化を招いていると考えられる。

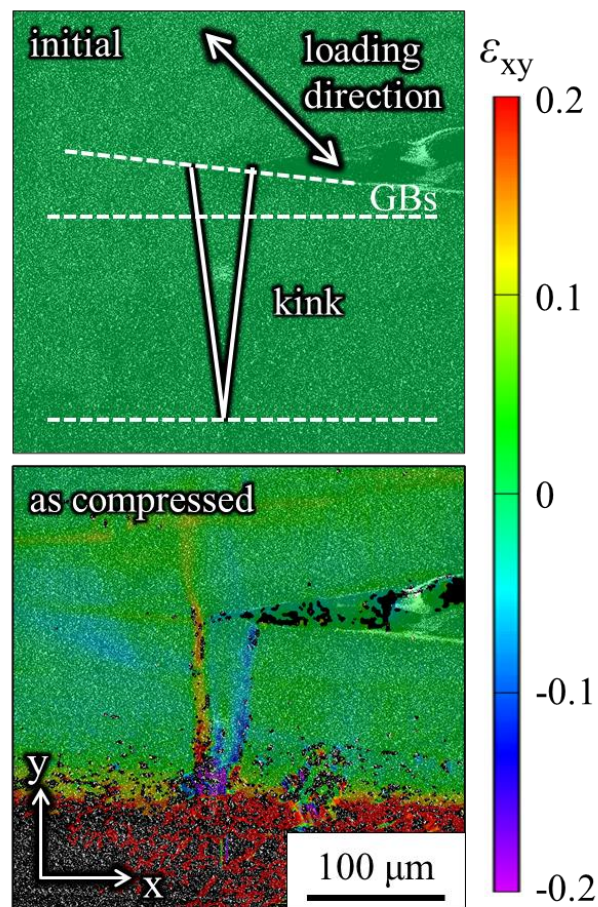


図 5-10 二回目の 45°方向からの圧縮荷重を保持した状態のせん断ひずみマップ。白破線は grown-in variant 境界を除いて粒界を描画している。視野内の荷重軸方向の垂直ひずみは 0 および -0.005 である。

5.3.4 キンクの導入が力学特性に及ぼす影響

図 5-11 に、微小引張試験から得られた応力-ひずみ曲線を示す。図中の点は、それぞれ降伏応力と最大引張応力を示している。キンク有りとキンク無しの試験片の降伏応力には、僅かな差(約 5 MPa)しか生じていない。一方、最大引張応力には 15 MPa ほどの差が生じていた。さらに、キンク有りの試験片では、キンク無しのものに対して、1.5 倍ほどの延性向上が認められる。すなわち、キンクが材料中に含まれることは、材料の降伏現象よりも、加工硬化挙動に大きく寄与することが明らかになった。

図 5-12 に、キンク有りの試験片の引張試験中の組織変化を光学顕微鏡により観察した結果を応力-ひずみ曲線と併せて示す。キンク無しの試験片では、試験片表面にすべりが生じた領域から破断した。それに対し、キンク有りの試験片では、はじめにすべりが生じた領域(図 5-12(b))において、その活動はキンクによって次第に抑制され(図 5-12(c))、最終的には、最初にすべり変形を生じた領域とは別の領域から破断が生じた(図 5-12(d))。これは、キンクが底面すべりを抑制するというキンク強化現象そのものを明確に捉えた結果である。破断したキンク有

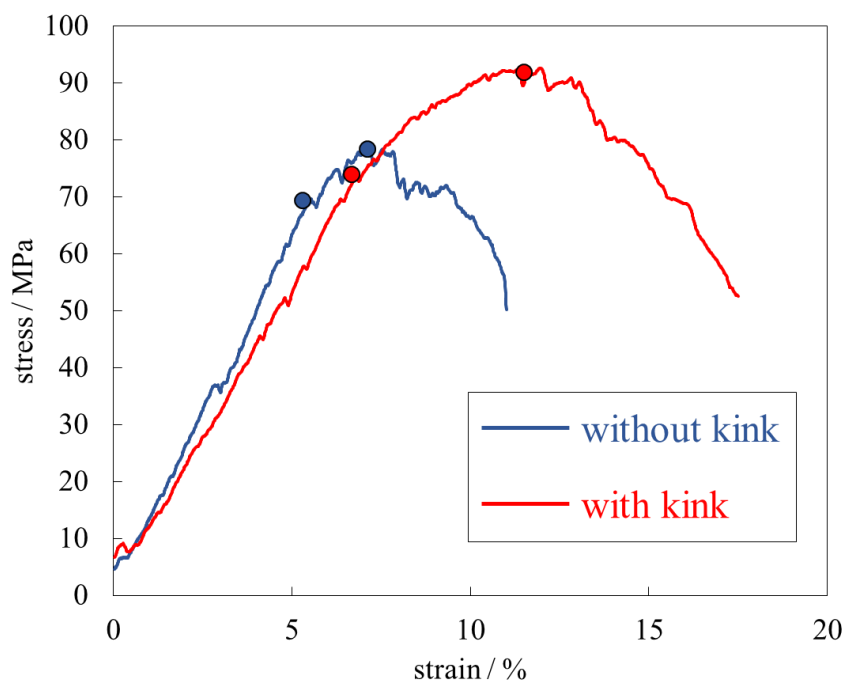


図 5-11 微小引張試験から得られた応力-ひずみ曲線.

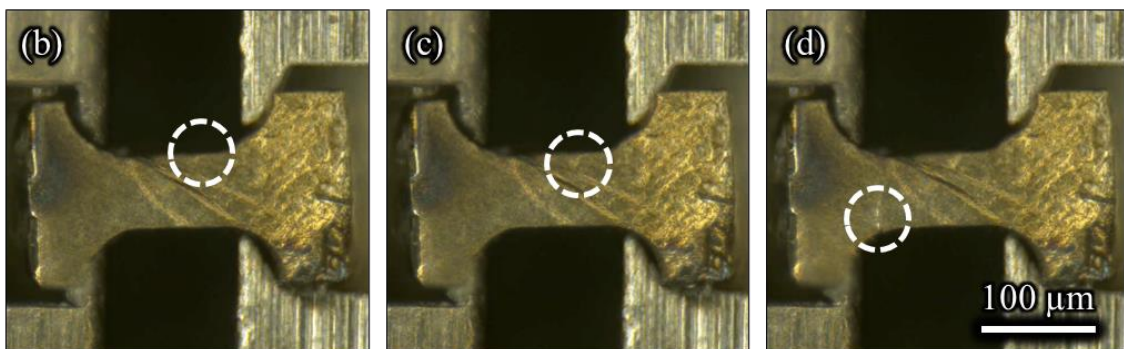
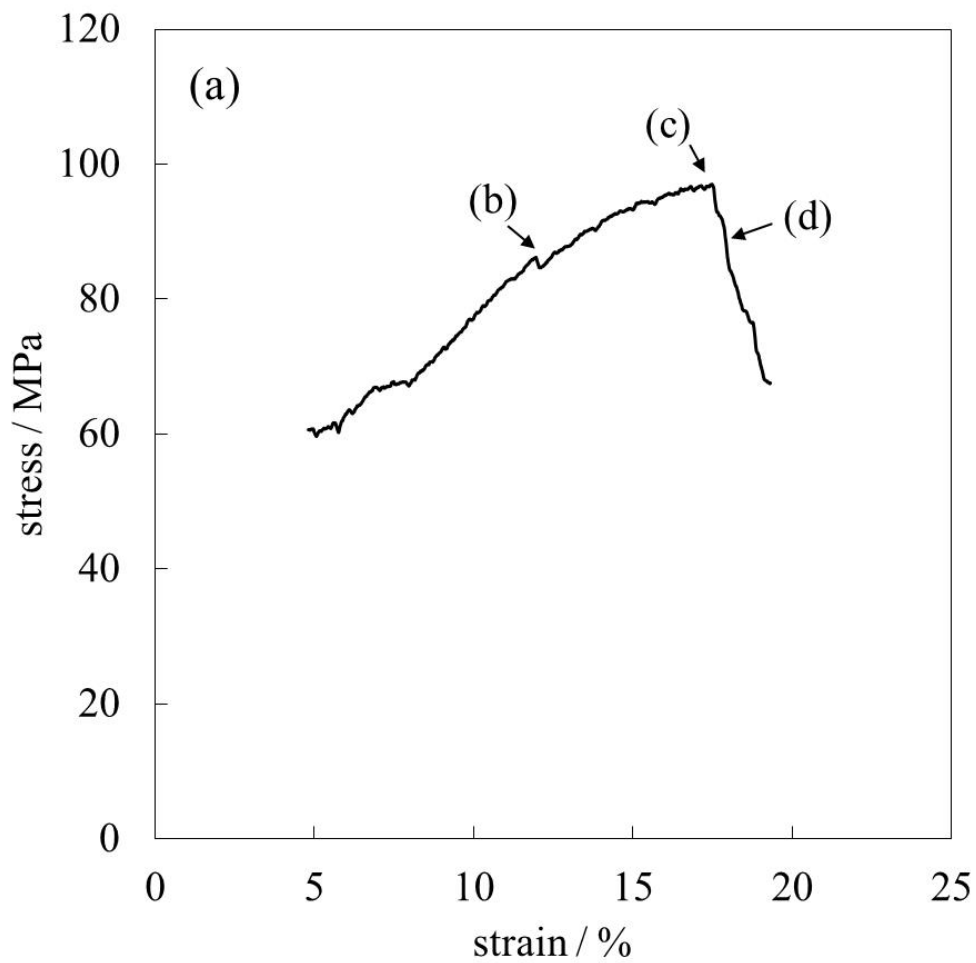


図 5-12 微小試験片(キック有り)の(a)応力-ひずみ曲線と(b-d)引張試験中に生じる組織変化.

りの微小試験片(図 5-12)を SEM 観察したところ、図 5-13 に示すように、光学顕微鏡においてすべりが発生した領域にはき裂の生成も生じていた。すなわち、キックはすべりだけではなく、き裂の進展をも抑制することがわかった。この結果

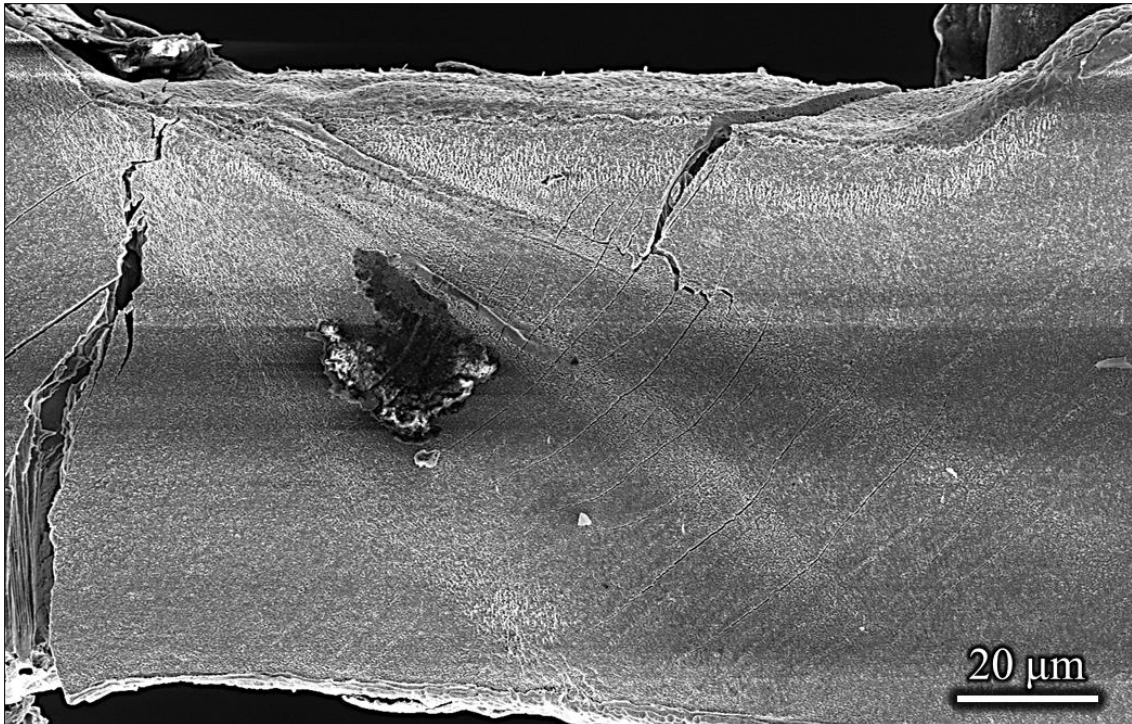


図 5-13 破断したキンク有り試験片の SEM-SE 像.

は、キンクが疲労強度の向上に対しても効果的に寄与する可能性を示唆するものである。

なお、先行研究[149]では、キンク境界の数によって硬さが上昇するといったキンク強化の実験的証拠も示されている。すなわち、本研究で観測された強化量は、あくまでも 1 つのリッジキンクの効果に過ぎず、バルク材料に多数のキンクが導入された場合には、より大きな強化量が得られる可能性がある。また、今後の展望として、キンクの境界回転角が力学特性に及ぼす影響やキンクの形成方向と応力負荷方向の関係を調査することが望まれる。

5.4 考察

5.4.1 WBV 法を用いた非底面すべり系の同定

5.3.1 項では、非底面すべりの観察を行い、底面すべりによるすべり線が、非底面すべりによって、 c 軸方向に分断されていないため、本研究で用いた LPSO 単相マグネシウム合金に生じた非底面すべりは、 $\langle c \rangle$ 成分を含まない非底面 $\langle a \rangle$ 転

位すべりであると推察した。しかし、実際のところ、観察試料は 0° 方向から圧縮しているため、底面すべりが抑制されるはずである、すなわち、底面すべりと非底面すべりのどちらが先に生じたのかが明確ではないため、 $\langle c \rangle$ 成分を含まないとは結論づけることは難しいだろう。一方、オックスフォード・インストゥルメンツ社製 EBSD 解析ソフトの AZtecCrystal ver. 3.0 においては、Wheeler らによって提案された WBV(Weighted Burgers Vector)法[166]を用いて、すべり方向を同定する機能が追加されており、すべり線トレース解析と併用することで、TEM 観察よりもはるかにすべり系の同定が簡単になった。そこで、本研究では、リッジキンのくちばし部分を先端としたときの根元部分に発生した非底面すべりに対し、WBV 法を用いた解析を行い、非底面すべりの詳細について調査した。また、5.1 節で述べたとおり、キンの形成によって材料が強化された結果として、底面すべりの活動が抑制される場合、非底面すべりが生じる可能性が想定されるため、二重圧縮試験の際のリッジキンとプレキンの領域(図 5-6 と図 5-7 参照)に対しても、WBV 法を用いた解析を実施した。図 5-14 に、 0° 方向から 6.3%まで圧縮した試料に形成されたリッジキンの(a)OM 像、(b)SEM-SE 像、(c)結晶方位分布図および(d)WBV マップを示す。WBV マップは、結晶方位分布図と同様に、逆極点図上のカラーコンターに基づいて色付けされる。WBV マップにおけるその色の意味は、すべり方向(バーガースベクトルの向き)である。OM 像と SEM 像から明らかに非底面すべりの活動(図内白矢印で示す)がみられる。一方、その領域の WBV マップの色に注目すると、逆極点図の弧線上の色として表現されている。つまり、本研究で用いた LPSO 単相マグネシウム合金に生じた非底面すべりは、非底面 $\langle a \rangle$ 転位すべりであると結論づけることができる。また、二重圧縮試験の際にキンの導入によって、底面すべりが抑制された結果、 $\langle c \rangle$ 成分を含むすべり系が活動することが想定されたが、図 5-15 に示すように、キンおよびプレキン内で $\langle a \rangle$ 転位すべりが優先的に活動するのみであった。以上より、WBV 解析を実施したところ、本研究で用いた LPSO 単相マグネシウム合金は十分なすべり系が活動するとはいえず、キン形成に伴い、回位の導入

が必要になることを裏付ける結果が得られた。

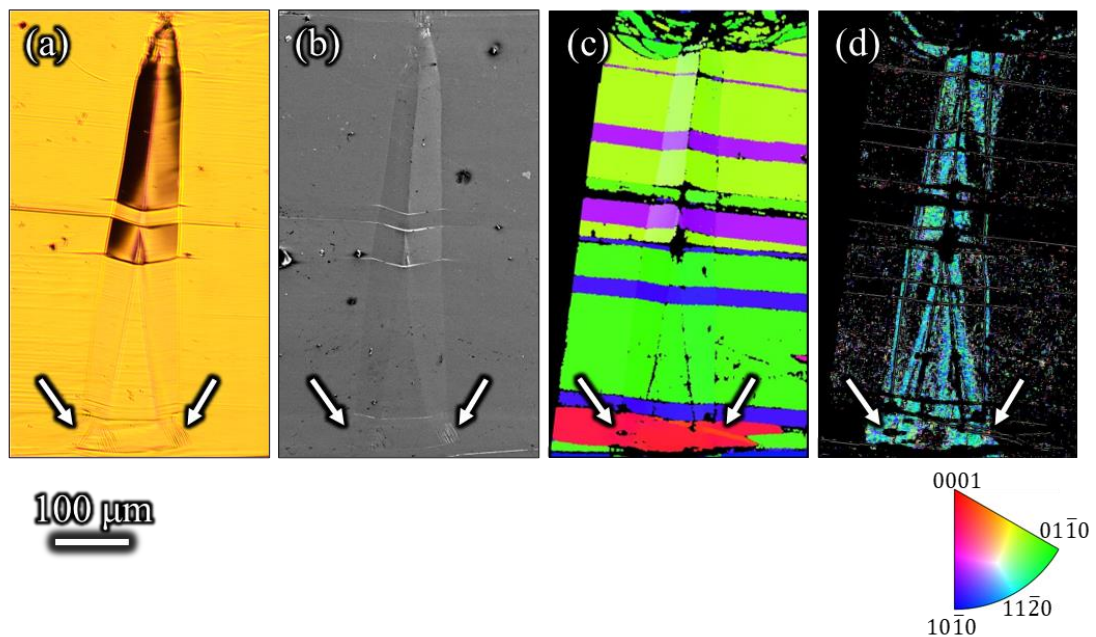


図 5-14 6.3%まで 0° 方向から圧縮した試料に形成されたリッジキックの (a)OM 像, (b)SEM-SE 像, (c)結晶方位分布図および(d)WBV マップ. 矢印は非底面すべりのトレース位置を示す.

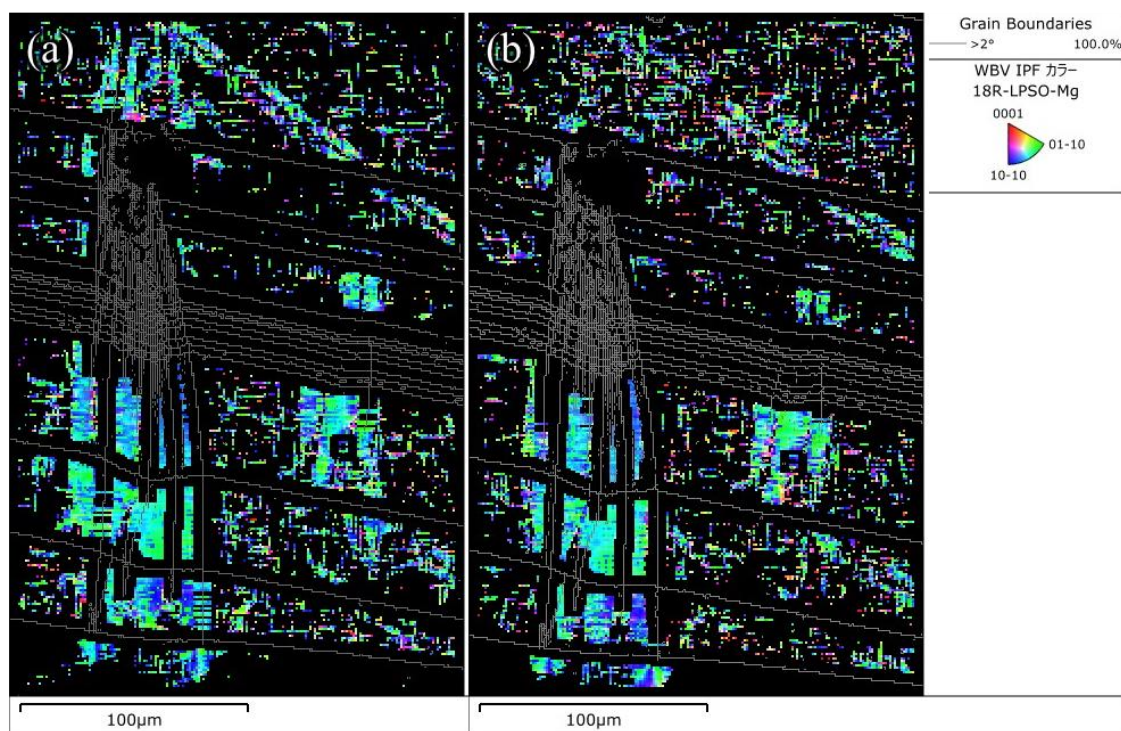


図 5-15 二重圧縮試験における(a)45°圧縮前と(b)45°圧縮後の WBV マップ.

5.4.2 キンク強化・キンク変形における回位の寄与

5.3.2 項では、二重圧縮試験によって、まだ大角粒界の形成に至っていないプレキンクが転位運動を阻害している様子が観察された(図 5-4)。この現象は、キンク境界が小角であるため、粒界強化でも、また、そのキンク境界の形成による RSS の変化でも理解することは難しい。そこで、図 5-4 に示される小角キンク境界(最大回転角約 2.1°)の微細組織の詳細を明らかにするために、図 5-4 に示されるすべり線がとまった領域、すなわちキンク/母相界面を、プランビュー法を用いて、FIB マイクロサンプリングにより薄膜サンプルを作製し、STEM(Titan G2 cubed)観察を行った。図 5-16 に、キンク/母相界面の(a)拡大された図 5-4、(b)FIB マイクロサンプリング中の SEM-SE 像を示す。キンク境界近傍では、局所的かつ連続的に結晶方位変化を生じており、一定の電子入射角だけでは視野全体で二波励起条件を満足することはできなかった。そこで、方位変化が激しい部分では、少しずつ試料を回転させて同一の二波励起条件が満足されるように、すなわち、転位が可視化され続けるように調整しつつ複数枚の像を撮影し、それらを繋ぎ合わせることで1枚の写真とした。

図 5-16(c)に、キンク/母相界面の STEM-BF 像を示す。この STEM 像の観察方向は、図 5-4 と図 5-16(a,b)の SEM 像の観察方向と同じである。黄緑色の破線より上側がキンク内、下側が母相領域に対応している。驚くべきことに、図 5-16(c)の赤矢印で示すように、小角キンク境界をまたいだ両側に広範囲の底面転位のパイルアップが観察された。キンク境界の両側ではすべり面は連続しており、加えて SEM-SE 像(図 5-4 または図 5-16(a))から、転位は、STEM-BF 像の右下から左上に運動してきている様子が窺い知れる。一般に、粒界を通過した転位は、その粒界の向こう側では容易に移動することができるため、パイルアップ転位列は片側の結晶粒にのみ観察される。それに反して、先にすべりを起こした母相側にも、後からすべりを起こしたキンク側にもこのような広範囲のパイルアップ転位列が観察された。このことは、回位を含むキンク境界が、通常の結晶材料の結晶粒界とは全く異なる転位の障害としてふるまうことを意味しており、注目

に値する。

キンク/母相界面で生じた転位運動の阻害は、転位論の観点からは理解するこ

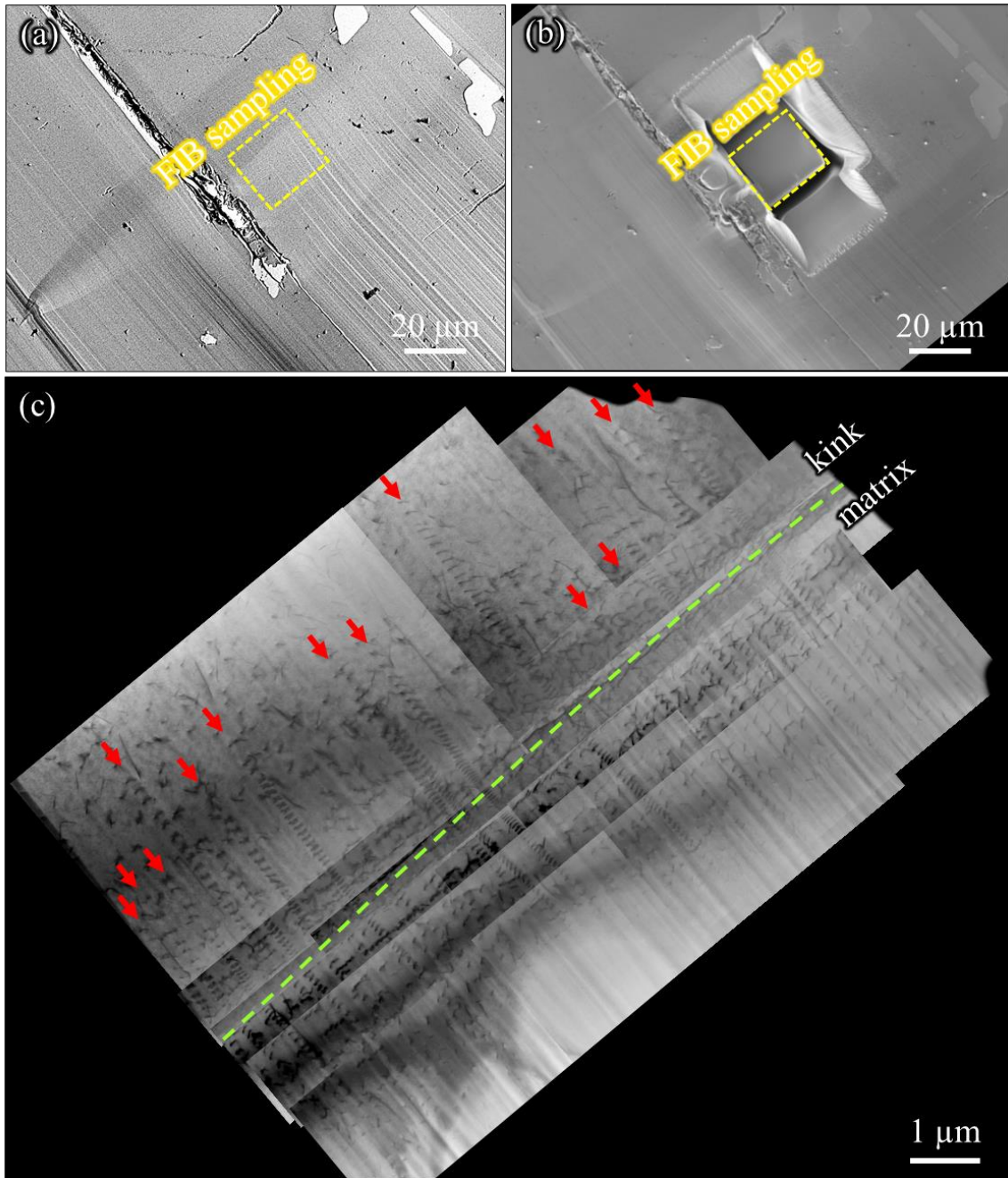


図 5-16 (a)図 5-4 に示したプレキンクの FIB サンプリング位置, (b)FIB マイクロサンプリング途中の SEM 像および(c)プレキンク/母相界面近傍の STEM-BF 像. 赤矢印と黄緑破線はそれぞれパイルアップした転位列とプレキンク界面を示す.

とが難しい。おそらく、母相側とキック内には共に回位のもつ弾性応力場が広がっており、それが広範囲に及ぶ転位運動の障害物となったのだろう。したがって、キック強化のメカニズムは、このような障害物が微細かつ多数(あるいは広範囲)に分散していることで、転位運動が効果的に阻害され、その障害物の本質は回位を含むキック境界であることが考えられる。興味深いことに、このキック界面にパイルアップした転位群は、シンプルな 0° 方向からの圧縮変形によって形成されたキック周囲の観察結果において報告された例はない[72,93,108,109,146]。言い換えれば、この転位群はキック発生に伴う弾性場の緩和を目的に導入されたものではなく、本研究において、二回目の 45° 方向からの圧縮によるせん断変形において、底面すべりが活動した結果として形成されたものである。このことは、上述のとおり、既に存在していたキックが、後続の転位運動と強く相互作用することを意味しており、キック強化を理解する上で注目する価値がある。

次に、5.3.3 項で述べた DIC 解析の結果に着目する。DIC 解析では、図 5-9(b) に示されるように、リッジキック内では、左のキックバンドから右のキックバンドへとせん断ひずみが順序をもって集中している様子が確認された。図 5-17(a) に、図 5-8 と図 5-9 のリッジキック周囲の領域における底面 $\langle a \rangle$ 転位すべりのシュミット因子マップを示す。また、図 5-17(b) は (a) 内の破線領域の拡大像で、(b) 内の白い矢印に沿った point-to-point (隣接する測定点間の方位差) およびシュミット因子プロファイルを図 5-17(c) に示す。注目すべきことに、左側のキックバンドのシュミット因子は、リッジキックが形成された結晶粒の母相と同等程度であるのに対し、右側のキックバンドのそれは著しく低い。したがって、底面 $\langle a \rangle$ 転位すべりが右側のキックバンドで優先的に生じる理由はない。また、 0° 方向からの圧縮でキックが形成されていた結晶粒は、マップ内の上部にある結晶粒よりシュミット因子が高い。したがって、リッジキックが形成されていた結晶粒では、 45° 方向からの引張変形によって引き起こされる底面すべりによって生じるせん断ひずみの導入が他の結晶粒よりも抑制されていることが確認される(図 5-9(b)、3rd-5th)。すなわち、キックの存在そのものが底面すべりを抑制するという

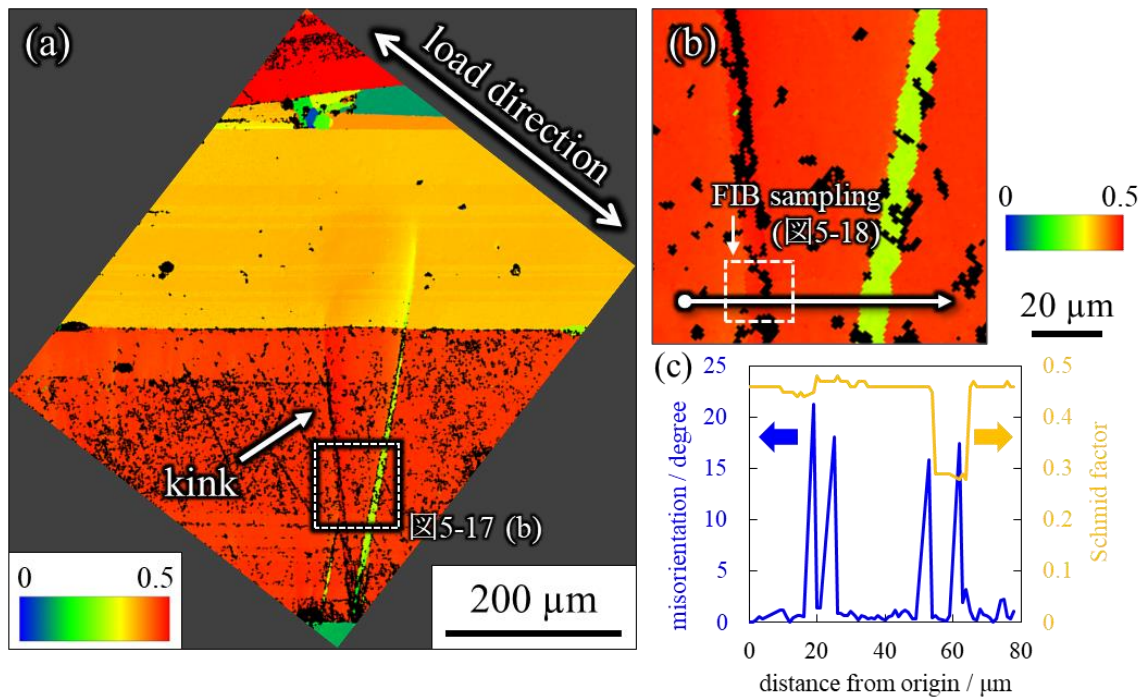


図 5-17 図 5-8 と図 5-9 に示したリッジキック周囲の底面(a)転位すべりに対するシュミット因子プロファイル. (a)シュミット因子マップ, (b)(a)内の白破線領域の拡大像および(c) (b)内の白矢印に沿った point-to-point とシュミット因子プロファイル.

5.3.2 項での SEM 観察結果を支持するものである。

図 5-18 に、リッジキックの左側バンドの STEM-BF 像を示す。図 5-18(a)の右側の領域を図 5-18(b)に示す。図 5-18(a,b)の赤と青の矢印で示すように、45°方向からの二回目の引張荷重によるせん断変形に起因する多くのキック境界が形成されていたことが明らかになった。青矢印は、回折パターンに基づいて 1°未満の亜粒界として分類されたキック境界を示している。これらのキックは、0°方向からの圧縮後の EBSD 測定では確認されず、二回目の荷重負荷(すなわち、45°方向からの引張)中に形成されたものであるため、二次キックと呼ぶ。これらの後続のキック変形とそれによって生じた二次キックは、一回目の荷重負荷(すなわち、0°方向からの圧縮)で生じた一次キックの方位回転を戻すように形成されており、図 5-9(b)で観察されたせん断ひずみの方向と幾何学的にも一致している。45°方向からの荷重負荷が圧縮である場合にも、二次キックは形成され、この場

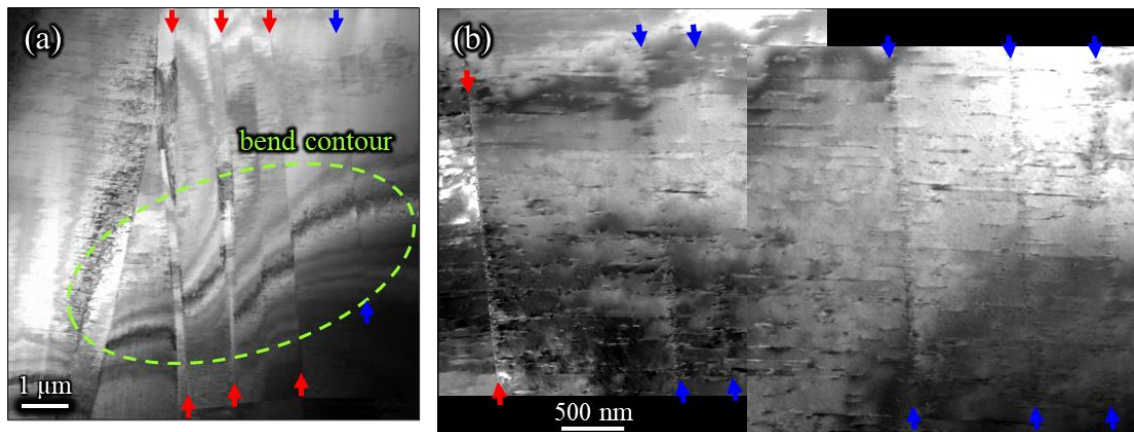


図 5-18 二回目の 45°方向からの引張荷重を加えた後のリッジキック左側バンドにおける STEM-BF 像. (a)の右側領域の拡大像が(b)である. 矢印は二次キック境界を示す.

合には形成された二次キックは一次キックの方位回転と同じ方向に回転しており、これもまた、図 5-10 で観察されたせん断ひずみの方向とキックバンドの方位回転は幾何学的に一致していた。したがって、DIC 解析で捉えたせん断ひずみの集中は、二次キックの形成によるものであると考えられる。これは、0°方向からの圧縮の際に生じた、キック形成プロセス中に回位が導入され、その回位(またはキック)が 45°方向からの荷重負荷の際には、せん断変形を優先的に担うような役割をもつことが推察される。言い換えれば、キック変形は、一度キックが形成されてしまえば、後に生じるひずみを優先的に請け負うような連鎖的な変形であることが推察される。45°方向からの荷重負荷において、母相のすべりよりキック内部の二次キックの形成が小さな応力で生じたことは、本研究における重要な発見である。しかし、なぜ一次キックの存在が二次キックの発生を容易にするのか、すなわち、一次キックにおいて導入された回位は二次キックの発生に対しどのような役割を果たすのか、それらの詳細は不明瞭である。この理解には、キック強化メカニズムの本質的な問題に関わるだろう。

続いて左右のキックバンドに観察された連携的なひずみの発達挙動について考察する。左側バンド近傍に二次キックが形成された結果、新たな回位の導入、すなわちフランクベクトルの変化が生じただろう。これに伴い、rank-1 接続の基、

1つのキックとして破壊しないために、右側のバンドも発達する必要が生じた、と理解することができる。これらの連鎖的な変形挙動は、形成されていたキックバンド(境界での方位差が限定されないことや回位を含むことから、そもそも有している局所的なエネルギーが高い)が、後のせん断変形に対し、キック自身の自己エネルギーの増加を最小に抑えるために、また、安定構造化を目的として、自己調整[167,168]を行った結果であると考えられる。上述したとおり、底面(a)転位すべりのシュミット因子は右側のキックバンドでは低い値であり、そのバンド内のひずみの集中は底面(a)転位すべりのみを考慮して理解することはできず、上述したような自己調整のコンセプトを導入することは結果を説明する上で合理的である。rank-1 接続の観点から、これらの自己調整組織、すなわち、二次キック境界もまた、上述したような回位を含むキック境界として存在する。したがって、図 5-16(c)に示したような、広範囲にも及ぶ転位運動の障害となることが予想される。45°方向からの荷重負荷によるせん断変形によって、左側バンドのより内側に発達していた青矢印で示される亜粒界(図 5-18(b))の周囲に存在するであろう回位の弾性応力場も有効な強化因子となるだろう。さらに、図 5-18(a)の破線で示したように、左側のキックバンド内ではバンドコンターが観察されたことから、やはりキック近傍では大きな弾性応力場が生じており、回位の存在を裏付けている。

以上の考察より、キック変形は Hess&Barrett モデル[74]のような底面転位の運動のみで生じるものではなく、回位(回転)と転位(せん断)が協働する変形であり、先導したキック変形は後続のキック変形に大きな影響を与えることがわかった。一般に、材料強化のメカニズムは、第1章でも述べたとおり、塑性変形を担う転位の運動がどのように阻害されるかに着目されてきた。これまで、詳細なキック強化機構がうまく説明できなかったのは、キック変形が関わる塑性変形において、その詳細を説明するためには、転位のみではなく、回位の存在を考慮する必要があったからだと考えられる。なお、キック変形プロセスにおける回位や転位の発生源は未だ不明瞭である。近年では、キックを転位モデルとした弾性ひずみ

場シミュレーション[169]や、キンク周辺の残留ひずみが転位運動の阻害に寄与すること[152]は報告されてきた。今後、本研究でも行った、キンク周囲の弾性応力場の絶対値を正確に測定することは重要であろう。また、キンク強化機構解明のために、回位-回位や回位-転位間の相互作用を求めることが必要だろう。さらに、rank-1 接続の観点から、この回位によるキンク強化を他の金属材料へと拡張するために、例えば、組織制御[86,87,92,93]によって、すべり系を制限した材料を製造すべきである。

5.5 小括

本研究では、キンク強化機構について議論するために、キンクの形成に伴い導入される回位に注目した。また、二回変形試験を実施し、一回目、二回目の荷重負荷が組織に及ぼす影響について、電子顕微鏡を使用して調査した。また、微小引張試験により、キンク形成による強化量と延性の定量評価を試みた。得られた結論は以下のとおりである。

1. 本研究で用いた LPSO 単相マグネシウム合金では、塑性変形モードとしてキンク変形と底面すべり以外にも非底面すべりが生じることがわかった。なお、WBV 解析から、それらのすべり方向は(c)成分を含まない、底面と平行方向であることが明らかになった。
2. キンクがせん断変形を受けると、キンク周囲の回位強度は増加する傾向がみられた。これは、せん断変形によってキンク周囲に新たな回位が導入されたことを意味している。
3. SEM 観察により、キンクが明瞭に底面すべりを抑制する様子が提供された。加えて、DIC 解析の結果から、キンクが形成された結晶粒では、シュミット因子とは関係なく、効果的に底面すべりが抑制されていた。これはキンクが後続の転位運動を阻害する、キンク強化現象の実験的証拠に他ならない。
4. Wilkinson 解析により、キンク周囲には数 GPa レベルの大きな弾性応力場が

生じていることがわかった。この弾性応力場は、回位の存在を裏付けるものであり、また、後続の塑性変形に対しても緩和されず、残存し続けることで、強化に寄与しているものと考えられる。

5. 微小引張試験により、キンクには単なる強化効果のみではなく、延性の向上、あるいは加工硬化促進の効果やき裂進展の抑制効果があることが明らかになった。
6. 小角キンク境界の両側に広範囲の転位のパイルアップが観察された。これは、回位を含むキンク境界が一般的な結晶粒界とは全く異なるふるまい、すなわち、回位を含むキンク境界が、後に生じる塑性変形に効果的な障害として広範囲に作用することを意味している。
7. キンクを導入した後に 45°方向から引張または圧縮荷重を負荷すると、左右のキンクバンド内には、二次キンクの形成に起因するせん断ひずみの発達が優先的にみられた。これはキンク自身が自己調整を行った結果であると考えられる。

第6章 総括

本研究では、キンク変形という現象に対し、最も基礎的な「キンクの形成過程」、
「形成したキンクの三次元形態」および「キンクによる強化機構」の学理構築を
研究目的とし、LPSO 単相マグネシウム合金を用いて、電子顕微鏡による精緻な
観察を行った。以下に、本研究で得られた結論をまとめる。

- (1) リッジキンクが瞬間的に形成される前駆段階として、方位回転は生じているが、表面起伏の小さいプレキンクが発達した。
- (2) 最終的にくちばし状に発達するプレキンクは、先に片方の方位回転領域において方位回転量と面積が発達し、続いてもう片方の領域が形成され、発達する。方位回転は、プレキンクの左右、あるいは上下で反対方向に生じる。このとき、方位回転量は上下方向より左右方向のほうが大きくなる傾向にある。
- (3) 先に形成する方位回転領域の1つの界面は位置が固定されているのに対し、他の2つの界面は、変形とともに移動しながらプレキンクが発達した。
- (4) プレキンクの界面は刃状転位列からなる亜粒界であり、その両端は母相中でターミネートしている。これらの特徴は、LPSO 型マグネシウム合金複相材の熱間押出材中のキンクや、LPSO 単相マグネシウム合金の表面起伏としてのキンクで報告されている特徴と一致する。
- (5) プレキンクは完全な可逆性を有さないものの、その界面は弾性的に移動可能であり、Barsoum らが提唱した *incipient kink* の概念に類似した特徴を有している。
- (6) リッジキンクの表面起伏は非常に平坦な面とテラス領域の接続で構成されているのに対し、プレキンクのそれは全体がなだらかに湾曲していた。また、表面起伏の高さは、リッジキンクとプレキンクでそれぞれおよそ 2、0.5 μm であった。
- (7) リッジキンクとプレキンクでは、初期表面における形態ならびに結晶方位は

明らかに異なる特徴を呈していたのに対し、試料内部では両者の特徴はリッジキンのそれと同様のものに変化した。

- (8) リッジキンとプレキンの回位の配置から、反対符号の回位のペアの移動によってキンが形成するという新たなキン形成モデルが提案された。
- (9) $\langle 1\bar{1}00 \rangle$ 軸を回転軸として、リッジキンを挟む母相間には方位差が生じていた。この方位差は幾何学計算から得られる値、すなわち、リッジキン先端で発生しうる回位強度の最大値に対応していた。つまり、キンの形成に伴い、回位が導入されることを実験的に証明した。本研究で観察された回位強度は、 $0 < \omega_{\text{obs}} \leq 2.6^\circ$ であった。
- (10) 本研究で用いた LPSO 単相マグネシウム合金では、塑性変形モードとしてキン変形と底面すべり以外にも非底面すべりが生じることがわかった。なお、WBV 解析から、それらのすべり方向は $\langle c \rangle$ 成分を含まない、底面と平行方向であることが明らかになった。
- (11) キンがせん断変形を受けると、キン周囲の回位強度は増加する傾向がみられた。これは、せん断変形によってキン周囲に新たな回位が導入されたことを意味している。
- (12) SEM 観察により、キンが明瞭に底面すべりを抑制する様子が提供された。加えて、DIC 解析の結果から、キンが形成された結晶粒では、シュミット因子とは関係なく、効果的に底面すべりが抑制されていた。これはキンが後続の転位運動を阻害する、キン強化現象の実験的証拠に他ならない。
- (13) Wilkinson 解析により、キン周囲には数 GPa レベルの大きな弾性応力場が生じていることがわかった。この弾性応力場は、回位の存在を裏付けるものであり、また、後続の塑性変形に対しても緩和されず、残存し続けることで、強化に寄与しているものと考えられる。
- (14) 微小引張試験により、キンには単なる強化効果のみではなく、延性の向上、あるいは加工硬化促進の効果やき裂進展の抑制効果があることが明らかに

なった。

(15) 小角キック境界の両側に広範囲の転位のパイラアップが観察された。これは、回位を含むキック境界が一般的な結晶粒界とは全く異なるふるまい、すなわち、回位を含むキック境界が、後に生じる塑性変形に効果的な障害として広範囲に作用することを意味している。

(16) キックを導入した後に 45° 方向から引張または圧縮荷重を負荷すると、左右のキックバンド内には、二次キックの形成に起因するせん断ひずみの発達優先的にみられた。これはキック自身が自己調整を行った結果であると考えられる。

参考文献

- [1] 杉下由行, 渡邊愛可, 関なおみ, 矢沢知子, 矢内真理子, 芹沢悠介, 中下愛美, 今村剛朗, 押谷仁, 松井珠乃, 東京都での新型コロナウイルス感染症 (COVID-19) の流行 (2020 年 1~5 月), IASR 41 (2020) 146–147.
- [2] 一般財団法人日本航空機開発協会, 令和 4 年度版 民間航空機関連データ集, (2023) I-1-VIII-28 (1–145).
- [3] 成田国際空港株式会社, 2023 年 4 月 空港運用状況 国際線旅客便数及び外国人旅客数が引き続き好調に推移。外国人旅客数は前年同月比 840%の 135 万人に。 , PR TIMES. <https://prtimes.jp/main/html/rd/p/000000580.000004762.html>. (2023 年 11 月 20 日閲覧).
- [4] 一般財団法人日本航空機開発協会, 民間航空機に関する市場予測 2023–2042, (2023) 1–173.
- [5] 国土交通省, 第 41 回 ICAO 総会における環境関係の決定概要, (2022) 1–2.
- [6] 河村能人, 航空機実装化を目指した KUMADAI マグネシウム合金の研究開発, 軽金属 65 (2015) 466–471. <https://doi.org/10.2464/jilm.65.466>.
- [7] 吉田英雄, 林稔, 則包一成, 航空機用アルミニウム合金開発の最近の動向, 軽金属 65 (2015) 441–454. <https://doi.org/10.2464/jilm.65.441>.
- [8] Y. Kawamura, K. Hayashi, A. Inoue, T. Masumoto, Rapidly solidified powder metallurgy Mg₉₇Zn₁Y₂ alloys with excellent tensile yield strength above 600 MPa, Mater. Trans. 42 (2001) 1172–1176. <https://doi.org/10.2320/matertrans.42.1172>.
- [9] 河村能人, マグネシウム新時代に向けた高性能化～KUMADAI マグネシウム合金～, 素形材 55 (2014) 32–38.
- [10] Y. Kawamura, M. Yamasaki, Formation and mechanical properties of Mg₉₇Zn₁RE₂ alloys with long-period stacking ordered structure, Mater. Trans. 48 (2007) 2986–2992. <https://doi.org/10.2320/matertrans.MER2007142>.
- [11] 萩原幸司, 高機能構造材料開発への取り組み, まてりあ 53 (2014) 348–354.

<https://doi.org/10.2320/materia.53.348>.

- [12] 河村能人, LPSO 型マグネシウム合金の特徴と今後の展望, まてりあ 54 (2015) 44–49. <https://doi.org/10.2320/materia.54.44>.
- [13] E. Abe, Y. Kawamura, K. Hayashi, A. Inoue, Long-period ordered structure in a high-strength nanocrystalline Mg-1 at% Zn-2 at% Y alloy studied by atomic-resolution Z-contrast STEM, *Acta Mater.* 50 (2002) 3845–3857. [https://doi.org/10.1016/S1359-6454\(02\)00191-X](https://doi.org/10.1016/S1359-6454(02)00191-X).
- [14] T. Itoi, T. Seimiya, Y. Kawamura, M. Hirohashi, Long period stacking structures observed in Mg₉₇Zn₁Y₂ alloy, *Scr. Mater.* 51 (2004) 107–111. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2004.04.003>.
- [15] Y.M. Zhu, A.J. Morton, J.F. Nie, The 18R and 14H long-period stacking ordered structures in Mg–Y–Zn alloys, *Acta Mater.* 58 (2010) 2936–2947. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2010.01.022>.
- [16] 阿部英司, シンクロ型 LPSO-Mg 合金の原子構造と結晶学, まてりあ 54 (2015) 50–54. <https://doi.org/10.2320/materia.54.50>.
- [17] 岸田恭輔, 乾晴行, 長周期積層構造を持つマグネシウム基金属間化合物の結晶構造, 顕微鏡 49 (2014) 181–189. https://doi.org/10.11410/kenbikyo.49.3_181.
- [18] S.-B. Mi, Q.-Q. Jin, New polytypes of long-period stacking ordered structures in Mg–Co–Y alloys, *Scr. Mater.* 68 (2013) 635–638. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2012.12.025>.
- [19] T. Itoi, K. Takahashi, H. Moriyama, M. Hirohashi, A high-strength Mg–Ni–Y alloy sheet with a long-period ordered phase prepared by hot-rolling, *Scr. Mater.* 59 (2008) 1155–1158. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2008.08.001>.
- [20] S. Zhu, M.A. Easton, T.B. Abbott, J.-F. Nie, M.S. Dargusch, N. Hort, M.A. Gibaon, Evaluation of magnesium die-casting alloys for elevated temperature applications: Microstructure, tensile properties, and creep resistance, *Metall. Mater. Trans. A* 46

- (2015) 3543–3554. <https://doi.org/10.1007/s11661-015-2946-9>.
- [21] Y. Kawamura, T. Kasahara, S. Izumi, M. Yamasaki, Elevated temperature Mg₉₇Y₂Cu₁ alloy with long period ordered structure, *Scr. Mater.* 55 (2006) 453–456. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2006.05.011>.
- [22] K. Hagihara, A. Kinoshita, Y. Sugino, M. Yamasaki, Y. Kawamura, H.Y. Yasuda, Y. Umakoshi, Plastic deformation behavior of Mg₈₉Zn₄Y₇ extruded alloy composed of long-period stacking ordered phase, *Intermetallics* 18 (2010) 1079–1085. <https://doi.org/10.1016/j.intermet.2010.02.011>.
- [23] K. Hagihara, A. Kinoshita, Y. Sugino, M. Yamasaki, Y. Kawamura, H.Y. Yasuda, Y. Umakoshi, Effect of long-period stacking ordered phase on mechanical properties of Mg₉₇Zn₁Y₂ extruded alloy, *Acta Mater.* 58 (2010) 6282–6293. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2010.07.050>.
- [24] 黒木剛司郎, 大森宮次郎, 友田陽, 金属の強度と破壊 第2版, 森北出版 (1986).
- [25] 加藤雅治, 新教科書シリーズ 入門 転位論, 裳華房 (1999).
- [26] 木村宏, 改訂 材料強度の考え方, アグネ技術センター (2002).
- [27] 丸山公一, 中島英治, 改訂版 高温強度の材料科学 クリープ理論と実用材料への適用, 内田老鶴圃 (2002).
- [28] 金属用語辞典編集委員会, 金属用語辞典, アグネ技術センター (2004).
- [29] 村上理一, 金允海, 楠川量啓, 改訂版 材料の強度と破壊の基礎, ふくろう出版 (2009).
- [30] T.-P. Wang, F.-H. Kao, S.-H. Wang, J.-R. Yang, C.-Y. Huang, H.-R. Chen, Isothermal treatment influence on nanometer-size carbide precipitation of titanium-bearing low carbon steel, *Mater. Lett.* 65 (2011) 396–399. <https://doi.org/10.1016/j.matlet.2010.10.022>.
- [31] J. Hu, L.-X. Du, J.-J. Wang, C.-R. Gao, T.-Z. Yang, A.-Y. Wang, R.D.K. Misra, Microstructures and mechanical properties of a new as-hot-rolled high-strength DP

- steel subjected to different cooling schedules, *Metall. Mater. Trans. A* 44 (2013) 4937–4947. <https://doi.org/10.1007/s11661-013-1839-z>.
- [32] S. Nagarjuna, M. Srinivas, K. Balasubramanian, D.S. Sarma, On the variation of mechanical properties with solute content in Cu–Ti alloys, *Mater. Sci. Eng. A* 259 (1999) 34–42. [https://doi.org/10.1016/S0921-5093\(98\)00882-X](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(98)00882-X).
- [33] V.S. Sarma, K. Sivaprasad, D. Sturm, M. Heilmaier, Microstructure and mechanical properties of ultra fine grained Cu–Zn and Cu–Al alloys produced by cryorolling and annealing, *Mater. Sci. Eng. A* 489 (2008) 253–258. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2007.12.016>.
- [34] M.L.G. Byrnes, M. Grujicic, W.S. Owen, Nitrogen strengthening of a stable austenitic stainless steel, *Acta Metall.* 35 (1987) 1853–1862. [https://doi.org/10.1016/0001-6160\(87\)90131-3](https://doi.org/10.1016/0001-6160(87)90131-3).
- [35] S. Rajasekhara, P.J. Ferreira, L.P. Karjalainen, A. Kyröläinen, Hall–Petch behavior in ultra-fine-grained AISI 301LN stainless steel, *Metall. Mater. Trans. A* 38 (2007) 1202–1210. <https://doi.org/10.1007/s11661-007-9143-4>.
- [36] Y. Zou, S. Maiti, W. Steurer, R. Spolenak, Size-dependent plasticity in an Nb₂₅Mo₂₅Ta₂₅W₂₅ refractory high-entropy alloy, *Acta Mater.* 65 (2014) 85–97. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2013.11.049>.
- [37] Z. Wu, H. Bei, G.M. Pharr, E.P. George, Temperature dependence of the mechanical properties of equiatomic solid solution alloys with face-centered cubic crystal structures, *Acta Mater.* 81 (2014) 428–441. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2014.08.026>.
- [38] S.P. Ringer, T. Sakurai, I.J. Polmear, Origins of hardening in aged Al–Cu–Mg–(Ag) alloys, *Acta Mater.* 45 (1997) 3731–3744. [https://doi.org/10.1016/S1359-6454\(97\)00039-6](https://doi.org/10.1016/S1359-6454(97)00039-6).
- [39] H. Zhang, H. Zhu, T. Qi, Z. Hu, X. Zeng, Selective laser melting of high strength Al–Cu–Mg alloys: Processing, microstructure and mechanical properties, *Mater.*

- Sci. Eng. A 656 (2016) 47–54. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2015.12.101>.
- [40] C. Wolverton, Crystal structure and stability of complex precipitate phases in Al–Cu–Mg–(Si) and Al–Zn–Mg alloys, *Acta Mater.* 49 (2001) 3129–3142. [https://doi.org/10.1016/S1359-6454\(01\)00229-4](https://doi.org/10.1016/S1359-6454(01)00229-4).
- [41] L.K. Berg, J. Gjønnnes, V. Hansen, X.Z. Li, M. Knutson-Wedel, G. Waterloo, D. Schryvers, L.R. Wallenberg, GP-zones in Al–Zn–Mg alloys and their role in artificial aging, *Acta Mater.* 49 (2001) 3443–3451. [https://doi.org/10.1016/S1359-6454\(01\)00251-8](https://doi.org/10.1016/S1359-6454(01)00251-8).
- [42] G. Sha, A. Cerezo, Early-stage precipitation in Al–Zn–Mg–Cu alloy (7050), *Acta Mater.* 52 (2004) 4503–4516. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2004.06.025>.
- [43] 光原昌寿, 栗野晃一, 矢野康英, 大塚智史, 外山健, 大沼正人, 中島英治, 9Cr または 12Cr 系酸化物分散強化鋼の高温力学特性と微細組織, *鉄と鋼* 109 (2023) 189–200. <https://doi.org/10.2355/tetsutohagane.TETSU-2022-080>.
- [44] R. Song, D. Ponge, D. Raabe, J.G. Speer, D.K. Matlock, Overview of processing, microstructure and mechanical properties of ultrafine grained bcc steels, *Mater. Sci. Eng. A* 441 (2006) 1–17. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2006.08.095>.
- [45] N. Hansen, B. Ralph, The strain and grain size dependence of the flow stress of copper, *Acta Metall.* 30 (1982) 411–417. [https://doi.org/10.1016/0001-6160\(82\)90221-8](https://doi.org/10.1016/0001-6160(82)90221-8).
- [46] R.S. Mishra, C.E. Lesher, A.K. Mukherjee, High-pressure sintering of nanocrystalline γ -Al₂O₃, *J. Am. Ceram. Soc.* 79 (1996) 2989–2992. <https://doi.org/10.1111/j.1151-2916.1996.tb08741.x>.
- [47] J.A. Wollmershauser, B.N. Feigelson, E.P. Gorzkowski, C.T. Ellis, R. Goswami, S.B. Qadri, J.G. Tischler, F.J. Kub, R.K. Everett, An extended hardness limit in bulk nanoceramics, *Acta Mater.* 69 (2014) 9–16. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2014.01.030>.
- [48] R.Z. Valiev, A.V. Korznikov, R.R. Mulyukov, Structure and properties of ultrafine-

- grained materials produced by severe plastic deformation, *Mater. Sci. Eng. A* 168 (1993) 141–148. [https://doi.org/10.1016/0921-5093\(93\)90717-S](https://doi.org/10.1016/0921-5093(93)90717-S).
- [49] V.V. Stolyarov, Y.T. Zhu, I.V. Alexandrov, T.C. Lowe, R.Z. Valiev, Influence of ECAP routes on the microstructure and properties of pure Ti, *Mater. Sci. Eng. A* 299 (2001) 59–67. [https://doi.org/10.1016/S0921-5093\(00\)01411-8](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(00)01411-8).
- [50] F.D. Torre, H.V. Swygenhoven, M. Victoria, Nanocrystalline electrodeposited Ni: microstructure and tensile properties, *Acta Mater.* 50 (2002) 3957–3970. [https://doi.org/10.1016/S1359-6454\(02\)00198-2](https://doi.org/10.1016/S1359-6454(02)00198-2).
- [51] N. Tsuji, Y. Ito, Y. Saito, Y. Minamino, Strength and ductility of ultrafine grained aluminum and iron produced by ARB and annealing, *Scr. Mater.* 47 (2002) 893–899. [https://doi.org/10.1016/S1359-6462\(02\)00282-8](https://doi.org/10.1016/S1359-6462(02)00282-8).
- [52] Y.H. Zhao, X.Z. Liao, Z. Jin, R.Z. Valiev, Y.T. Zhu, Microstructures and mechanical properties of ultrafine grained 7075 Al alloy processed by ECAP and their evolutions during annealing, *Acta Mater.* 52 (2004) 4589–4599. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2004.06.017>.
- [53] Q. Wei, S. Cheng, K.T. Ramesh, E. Ma, Effect of nanocrystalline and ultrafine grain sizes on the strain rate sensitivity and activation volume: fcc versus bcc metals, *Mater. Sci. Eng. A* 381 (2004) 71–79. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2004.03.064>.
- [54] M. Dao, L. Lu, R.J. Asaro, J.T.M.D. Hosson, E. Ma, Toward a quantitative understanding of mechanical behavior of nanocrystalline metals, *Acta Mater.* 55 (2007) 4041–4065. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2007.01.038>.
- [55] X. Sauvage, G. Wilde, S.V. Divinski, Z. Horita, R.Z. Valiev, Grain boundaries in ultrafine grained materials processed by severe plastic deformation and related phenomena, *Mater. Sci. Eng. A* 540 (2012) 1–12. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2012.01.080>.
- [56] K. Ma, H. Wen, T. Hu, T.D. Topping, D. Isheim, D.N. Seidman, E.J. Lavernia, J.M. Schoenung, Mechanical behavior and strengthening mechanisms in ultrafine grain

- precipitation-strengthened aluminum alloy, *Acta Mater.* 62 (2014) 141–155.
<https://doi.org/10.1016/j.actamat.2013.09.042>.
- [57] K. Edalati, Z. Horita, A review on high-pressure torsion (HPT) from 1935 to 1988, *Mater. Sci. Eng. A* 652 (2016) 325–352. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2015.11.074>.
- [58] 高木節雄, フェライト鋼における加工硬化, *鉄と鋼* 105 (2019) 941–956.
<https://doi.org/10.2355/tetsutohagane.TETSU-2019-031>.
- [59] C. Soutis, Fibre reinforced composites in aircraft construction, *Prog. Aerosp. Sci.* 41 (2005) 143–151. <https://doi.org/10.1016/j.paerosci.2005.02.004>.
- [60] X.-L. Zhao, L. Zhang, State-of-the-art review on FRP strengthened steel structures, *Eng. Struct.* 29 (2007) 1808–1823. <https://doi.org/10.1016/j.engstruct.2006.10.006>.
- [61] F. Ning, W. Cong, J. Qiu, J. Wei, S. Wang, Additive manufacturing of carbon fiber reinforced thermoplastic composites using fused deposition modeling, *Compos. B. Eng.* 80 (2015) 369–378. <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2015.06.013>.
- [62] 吉永日出男, マグネシウムの結晶塑性, *軽金属* 59 (2008) 450–457.
<https://doi.org/10.2464/jilm.59.450>.
- [63] 松中大介, 渋谷陽二, マグネシウムの破壊挙動に関する分子動力学解析, *まてりあ* 56 (2017) 493–497. <https://doi.org/10.2320/materia.56.493>.
- [64] H. Yoshinaga, R. Horiuchi, Deformation mechanisms in magnesium single crystals compressed in the direction parallel to hexagonal axis, *Trans. JIM* 4 (1963) 1–8.
<https://doi.org/10.2320/matertrans1960.4.1>.
- [65] H. Yoshinaga, R. Horiuchi, On the flow stress of α solid solution Mg-Li alloy single crystals, *Trans. JIM* 4 (1963) 134–141.
<https://doi.org/10.2320/matertrans1960.4.134>.
- [66] H. Yoshinaga, R. Horiuchi, On the nonbasal slip in magnesium crystals, *Trans. JIM* 5 (1964) 14–21. <https://doi.org/10.2320/matertrans1960.5.14>.
- [67] T. Obara, H. Yoshinga, S. Morozumi, $\{11\bar{2}2\}\langle\bar{1}\bar{1}23\rangle$ Slip system in magnesium, *Acta Metall.* 21 (1973) 845–853. [https://doi.org/10.1016/0001-6160\(73\)90141-7](https://doi.org/10.1016/0001-6160(73)90141-7).

- [68] H. Yoshinaga, T. Obara, S. Morozumi, Twinning deformation in magnesium compressed along the C-axis, *Mater. Sci. Eng.* 12 (1973) 255–264. [https://doi.org/10.1016/0025-5416\(73\)90036-0](https://doi.org/10.1016/0025-5416(73)90036-0).
- [69] A. Couret, D. Caillard, An *in situ* study of prismatic glide in magnesium—I. The rate controlling mechanism, *Acta Metall.* 33 (1985) 1447–1454. [https://doi.org/10.1016/0001-6160\(85\)90045-8](https://doi.org/10.1016/0001-6160(85)90045-8).
- [70] 峯田才寛, 三浦誠司, 向井敏司, 上田幹人, 毛利哲夫, 純せん断試験による Mg 単結晶の非底面すべり挙動評価法確立と Y 添加の影響, *日本金属学会誌* 77 (2013) 466–472. <https://doi.org/10.2320/jinstmet.JAW201308>.
- [71] 山崎倫昭, マグネシウム合金の塑性加工におけるキンク変形機構の解明とその応用, *天田財団助成研究成果報告書* 32 (2019) 259–263. https://doi.org/10.32163/amadareport.32.0_259.
- [72] K. Hagihara, N. Yokotani, Y. Umakoshi, Plastic deformation behavior of Mg₁₂YZn with 18R long-period stacking ordered structure, *Intermetallics* 18 (2010) 267–276. <https://doi.org/10.1016/j.intermet.2009.07.014>.
- [73] E. Orowan, A type of plastic deformation new in metals, *Nature* 149 (1942) 643–644. <https://doi.org/10.1038/149643a0>.
- [74] J.B. Hess, C.S. Barrett, Structure and nature of kink bands in zinc, *J. Met.* 1 (1949) 599–606. <https://doi.org/10.1007/BF03398902>.
- [75] N.A. Pertsev, A.E. Romanov, V.I. Vladimirov, Disclination-dislocation model for the kink bands in polymers and fibre composites, *J. Mater. Sci.* 16 (1981) 2084–2090. <https://doi.org/10.1007/BF00542368>.
- [76] M.W. Barsoum, L. Farber, T. El-Raghy, Dislocations, kink bands, and room-temperature plasticity of Ti₃SiC₂, *Metall. Mater. Trans. A* 30 (1999) 1727–1738. <https://doi.org/10.1007/s11661-999-0172-z>.
- [77] M.W. Barsoum, T. Zhen, S.R. Kalidindi, M. Radovic, A. Murugaiah, Fully reversible, dislocation-based compressive deformation of Ti₃SiC₂ to 1 GPa, *Nat.*

- Mater. 2 (2003) 107–111. <https://doi.org/10.1038/nmat814>.
- [78] M.W. Barsoum, A. Murugaiah, S.R. Kalidindi, T. Zhen, Y. Gogotsi, Kink bands, nonlinear elasticity and nanoindentations in graphite, Carbon 42 (2004) 1435–1445. <https://doi.org/10.1016/j.carbon.2003.12.090>.
- [79] 萩原幸司, 中野貴由, 山崎倫昭, 河村能人, Mg 基 LPSO 相をはじめとする種々の異方性材料に見られる特異な変形帯形成, まてりあ 57 (2018) 607. <https://doi.org/10.2320/materia.57.607>.
- [80] S. Yoshimoto, M. Yamasaki, Y. Kawamura, Microstructure and mechanical properties of extruded Mg-Zn-Y alloys with 14H long period ordered structure, Mater. Trans. 47 (2006) 959–965. <https://doi.org/10.2320/matertrans.47.959>.
- [81] K. Hagihara, Z. Li, M. Yamasaki, Y. Kawamura, T. Nakano, Strengthening mechanisms acting in extruded Mg-based long-period stacking ordered (LPSO)-phase alloys, Acta Mater. 163 (2019) 226–239. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2018.10.016>.
- [82] 新学術領域研究「ミルフィーユ構造の材料科学 新強化原理に基づく次世代構造材料の創製」, <https://www.mfs-materials.jp/>. (2023 年 12 月 7 日閲覧).
- [83] 寺田大将, 松澤祐希, 杉野玄樹, Al-Ag 合金における巨大ひずみ加工によるミルフィーユ構造とキンク制御, 軽金属学会第 137 回秋期大会講演概要 (2019) 21–22.
- [84] 萩原幸司, 三好康介, 早川恭平, ミルフィーユ構造を模擬した Mg-Al 共晶ラメラ合金の塑性変形挙動, 日本機械学会 M&M2019 材料力学カンファレンス講演論文集 (2019) OS0716. <https://doi.org/10.1299/jsmemm.2019.OS0716>.
- [85] 萩原幸司, 三好康介, 西浦且章, 上道捷平, Mg, Al 基一方向性凝固共晶合金に形成されるキンク変形帯, 軽金属学会第 138 回春期大会講演概要 (2020) 101–102.
- [86] K. Hagihara, K. Hayakawa, K. Miyoshi, Inducement of kink-band formation in directionally solidified Mg/Mg₁₇Al₁₂ eutectic alloy - Inspired by the deformation

- behavior of the long-period stacking ordered (LPSO) phase, *Mater. Sci. Eng. A* 798 (2020) 140087. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2020.140087>.
- [87] K. Hagihara, K. Miyoshi, Kink-band formation in directionally solidified Mg/Mg₂Yb and Mg/Mg₂Ca eutectic alloys with Mg/Laves-phase lamellar microstructure, *J. Magnes. Alloy.* 10 (2022) 492–500. <https://doi.org/10.1016/j.jma.2021.02.006>.
- [88] T.J. Nizolek, M.R. Begley, R.J. McCabe, J.T. Avallone, N.A. Mara, I.J. Beyerlein, T.M. Pollock, Strain fields induced by kink band propagation in Cu-Nb nanolaminate composites, *Acta Mater.* 133 (2017) 303–315. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2017.04.050>.
- [89] R. Ueji, H. Somekawa, T. Inoue, T. Hara, Compression temperature to activate kinking in pearlitic steel, *Mater. Sci. Eng. A* 857 (2022) 144018. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2022.144018>.
- [90] J. Zhu, F. Briffod, T. Shiraiwa, M. Enoki, S. Emura, Kink band formation mechanism in α/β Ti-9Cr two-phase alloy, *J. Alloys Compd.* 939 (2023) 168736. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2023.168736>.
- [91] K. Hagihara, T. Tokunaga, K. Nishiura, S. Uemichi, S. Ohsawa, Control of kink-band formation in mille-feuille structured Al/Al₂Cu eutectic alloys, *Mater. Sci. Eng. A* 825 (2021) 141849. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2021.141849>.
- [92] K. Hagihara, T. Tokunaga, S. Ohsawa, S. Uemichi, K. Guan, D. Egusa, E. Abe, Microstructural factors governing the significant strengthening of Al/Al₂Cu mille-feuille structured alloys accompanied by kink-band formation, *Int. J. Plast.* 158 (2022) 103419. <https://doi.org/10.1016/j.ijplas.2022.103419>.
- [93] K. Hagihara, T. Okamoto, H. Izuno, M. Yamasaki, M. Matsushita, T. Nakano, Y. Kawamura, Plastic deformation behavior of 10H-type synchronized LPSO phase in a Mg–Zn–Y system, *Acta Mater.* 109 (2016) 90–102. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2016.02.037>.

- [94] M. Tane, Y. Nagai, H. Kimizuka, K. Hagihara, Y. Kawamura, Elastic properties of an Mg–Zn–Y alloy single crystal with a long-period stacking-ordered structure, *Acta Mater.* 61 (2013) 6338–6351. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2013.06.041>.
- [95] A.J. Wilkinson, G. Meaden, D.J. Dingley, High resolution mapping of strains and rotations using electron backscatter diffraction, *Mater. Sci. Technol.* 22 (2006) 1271–1278. <https://doi.org/10.1179/174328406X130966>.
- [96] 鈴木清一, D.J. Dingley, EBSD パターンを用いた格子歪みの精密測定, *顕微鏡* 42 (2007) 89–93. <https://doi.org/10.11410/kenbikyo2004.42.89>.
- [97] 山本剛久, 小平亜侑, 金属材料実験の手引き 1. 組織観察 1-6 透過型電子顕微鏡の構造と仕組み, *まてりあ* 61 (2022) 346–353. <https://doi.org/10.2320/materia.61.346>.
- [98] M.A. Sutton, W.J. Wolters, W.H. Peters, W.F. Ranson, S.R. McNeill, Determination of displacements using an improved digital correlation method, *Image Vis Comput* 1 (1983) 133–139. [https://doi.org/10.1016/0262-8856\(83\)90064-1](https://doi.org/10.1016/0262-8856(83)90064-1).
- [99] Z.H. He, M.A. Sutton, W.F. Ranson, W.H. Peters, Two-dimensional fluid-velocity measurements by use of digital-speckle correlation techniques, *Exp Mech* 24 (1984) 117–121. <https://doi.org/10.1007/BF02324993>.
- [100] T.C. Chu, W.F. Ranson, M.A. Sutton, W.H. Peters, Applications of digital-image correlation techniques to experimental mechanics, *Exp Mech* 25 (1985) 232–244. <https://doi.org/10.1007/BF02325092>.
- [101] M.A. Sutton, M. Cheng, W.H. Peters, Y.J. Chao, S.R. McNeill, Application of an optimized digital correlation method to planar deformation analysis, *Image Vis Comput* 4 (1986) 143–150. [https://doi.org/10.1016/0262-8856\(86\)90057-0](https://doi.org/10.1016/0262-8856(86)90057-0).
- [102] N. Tahreen, D.L. Chen, A critical review of Mg–Zn–Y series alloys containing I, W, and LPSO phases, *Adv Eng Mater* 18 (2016) 1983–2002. <https://doi.org/10.1002/adem.201600393>.
- [103] H. Liu, H. Huang, C. Wang, J. Sun, J. Bai, F. Xue, A. Ma, X.-B. Chen, Recent

advances in LPSO-containing wrought magnesium alloys: Relationships between processing, microstructure, and mechanical properties, *JOM* 71 (2019) 3314–3327. <https://doi.org/10.1007/s11837-019-03610-9>.

- [104] V.V. Kaminskii, E. Abe, Y. Kawamura, L.M. Dorogin, A.E. Romanov, Kinking in LPSO Mg-Zn-Y alloys and other layered materials, *Rev. Adv. Mater. Technol.* 4 (2022) 15–31. <https://doi.org/10.17586/2687-0568-2022-4-2-15-31>.
- [105] X.-W. Lei, A. Nakatani, A deformation mechanism for ridge-shaped kink structure in layered solids, *J. Appl. Mech.* 82 (2015) 071016. <https://doi.org/10.1115/1.4030328>.
- [106] H. Gao, K. Ikeda, T. Morikawa, K. Higashida, H. Nakashima, Analysis of kink boundaries in deformed synchronized long-period stacking ordered magnesium alloys, *Mater. Lett.* 146 (2015) 30–33. <https://doi.org/10.1016/j.matlet.2015.01.136>.
- [107] T. Shiraiwa, K. Tamura, M. Enoki, Analysis of kinking and twinning behavior in extruded Mg–Y–Zn alloys by acoustic emission method with supervised machine learning technique, *Mater. Sci. Eng. A* 768 (2019) 138473. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2019.138473>.
- [108] T. Matsumoto, M. Yamasaki, K. Hagihara, Y. Kawamura, Configuration of dislocations in low-angle kink boundaries formed in a single crystalline long-period stacking ordered Mg-Zn-Y alloy, *Acta Mater.* 151 (2018) 112–124. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2018.03.034>.
- [109] K. Hagihara, Y. Sugino, Y. Fukusumi, Y. Umakoshi, T. Nakano, Plastic deformation behavior of Mg₁₂ZnY LPSO-phase with 14H-typed structure, *Mater. Trans.* 52 (2011) 1096–1103. <https://doi.org/10.2320/matertrans.MC201007>.
- [110] D. Egusa, M. Yamasaki, Y. Kawamura, E. Abe, Micro-kinking of the long-period stacking/order (LPSO) phase in a hot-extruded Mg₉₇Zn₁Y₂ alloy, *Mater. Trans.* 54 (2013) 698–702. <https://doi.org/10.2320/matertrans.MI201216>.
- [111] J.-K. Kim, S. Sandlöbes, D. Raabe, On the room temperature deformation

- mechanisms of a Mg–Y–Zn alloy with long-period-stacking-ordered structures, *Acta Mater.* 82 (2015) 414–423. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2014.09.036>.
- [112] R. Chen, S. Sandlöbes, X. Zeng, D. Li, S. Korte-Kerzel, D. Raabe, Room temperature deformation of LPSO structures by non-basal slip, *Mater. Sci. Eng. A* 682 (2017) 354–358. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2016.11.056>.
- [113] J. Wu, K. Ikeda, Q. Shi, Y. Chiu, Kink boundaries and their role in dynamic recrystallisation of a Mg–Zn–Y alloy, *Mater Charact* 148 (2019) 233–242. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2018.12.027>.
- [114] Y. Muto, T. Shiraiwa, M. Enoki, Evaluation of the deformation behavior in directionally solidified Mg–Y–Zn alloys containing LPSO phases by AE analysis, *Mater. Sci. Eng. A* 689 (2017) 157–165. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2017.02.050>.
- [115] K. Hagihara, M. Honnami, R. Matsumoto, Y. Fukusumi, H. Izuno, M. Yamasaki, T. Okamoto, T. Nakano, Y. Kawamura, In-situ observation on the formation behavior of the deformation kink bands in Zn single crystal and LPSO phase, *Mater. Trans.* 56 (2015) 943–951. <https://doi.org/10.2320/matertrans.MH201412>.
- [116] M. Yamasaki, K. Hagihara, S. Inoue, J.P. Hadorn, Y. Kawamura, Crystallographic classification of kink bands in an extruded Mg–Zn–Y alloy using intragranular misorientation axis analysis, *Acta Mater.* 61 (2013) 2065–2076. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2012.12.026>.
- [117] F. Barcelo, S. Doriot, T. Cozzika, M. Le Flem, J.L. Béchade, M. Radovic, M.W. Barsoum, Electron-backscattered diffraction and transmission electron microscopy study of post-creep Ti_3SiC_2 , *J. Alloys Compd.* 488 (2009) 181–189. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2009.08.073>.
- [118] K. Kishida, A. Inoue, H. Yokobayashi, H. Inui, Deformation twinning in a Mg–Al–Gd ternary alloy containing precipitates with a long-period stacking-ordered (LPSO) structure, *Scr. Mater.* 89 (2014) 25–28.

<https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2014.06.019>.

- [119] Y. Mine, R. Maezono, H. Oda, M. Yamasaki, Y. Kawamura, K. Takashima, Deformation behavior of long-period stacking ordered structured single crystals in $Mg_{85}Zn_6Y_9$ alloy, *Mater. Trans.* 56 (2015) 952–956. <https://doi.org/10.2320/matertrans.MH201415>.
- [120] M.W. Barsoum, T. Zhen, A. Zhou, S. Basu, S.R. Kalidindi, Microscale modeling of kinking nonlinear elastic solids, *Phys. Rev. B* 71 (2005) 134101. <https://doi.org/10.1103/PhysRevB.71.134101>.
- [121] A.G. Zhou, M.W. Barsoum, S. Basu, S.R. Kalidindi, T. El-Raghy, Incipient and regular kink bands in fully dense and 10 vol.% porous Ti_2AlC , *Acta Mater.* 54 (2006) 1631–1639. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2005.11.035>.
- [122] M. Shamma, E.N. Caspi, B. Anasori, B. Clausen, D.W. Brown, S.C. Vogel, V. Presser, S. Amini, O. Yeheskel, M.W. Barsoum, *In situ* neutron diffraction evidence for fully reversible dislocation motion in highly textured polycrystalline Ti_2AlC samples, *Acta Mater.* 98 (2015) 51–63. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2015.07.023>.
- [123] A. Guitton, A. Joulain, L. Thilly, C. Tromas, Dislocation analysis of Ti_2AlN deformed at room temperature under confining pressure, *Philos Mag* 92 (2012) 4536–4546. <https://doi.org/10.1080/14786435.2012.715250>.
- [124] N.G. Jones, C. Humphrey, L.D. Connor, O. Wilhelmsson, L. Hultman, H.J. Stone, F. Giuliani, W.J. Clegg, On the relevance of kinking to reversible hysteresis in MAX phases, *Acta Mater.* 69 (2014) 149–161. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2014.01.045>.
- [125] R. deWit, Theory of disclinations: IV. Straight disclinations, *J Res Natl Bur Stand A Phys Chem* 77 (1973) 607–658. <https://doi.org/10.6028%2Fjres.077A.036>.
- [126] T. Itoi, T. Suzuki, Y. Kawamura, M. Hirohashi, Microstructure and mechanical properties of Mg-Zn-Y rolled sheet with a $Mg_{12}ZnY$ phase, *Mater. Trans.* 51 (2010)

1536–1542. <https://doi.org/10.2320/matertrans.L-M2010816>.

- [127] M. Yamasaki, M. Sasaki, M. Nishijima, K. Hiraga, Y. Kawamura, Formation of 14H long period stacking ordered structure and profuse stacking faults in Mg–Zn–Gd alloys during isothermal aging at high temperature, *Acta Mater.* 55 (2007) 6798–6805. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2007.08.033>.
- [128] D. Drozdenko, M. Yamasaki, K. Máthis, P. Dobroň, P. Lukáč, N. Kizu, S. Inoue, Y. Kawamura, Optimization of mechanical properties of dilute Mg-Zn-Y alloys prepared by rapid solidification, *Mater. Des.* 181 (2019) 107984. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2019.107984>.
- [129] M.D. Uchic, M.A. Groeber, D.M. Dimiduk, J.P. Simmons, 3D microstructural characterization of nickel superalloys via serial-sectioning using a dual beam FIB-SEM, *Scr. Mater.* 55 (2006) 23–28. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2006.02.039>.
- [130] S. Zaefferer, S.I. Wright, D. Raabe, Three-dimensional orientation microscopy in a focused ion beam–scanning electron microscope: A new dimension of microstructure characterization, *Metall. Mater. Trans. A* 39 (2008) 374–389. <https://doi.org/10.1007/s11661-007-9418-9>.
- [131] Y. Adachi, S. Morooka, K. Nakajima, Y. Sugimoto, Computer-aided three-dimensional visualization of twisted cementite lamellae in eutectoid steel, *Acta Mater.* 56 (2008) 5995–6002. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2008.08.017>.
- [132] S. Yamasaki, M. Mitsuhashi, K. Ikeda, S. Hata, H. Nakashima, 3D visualization of dislocation arrangement using scanning electron microscope serial sectioning method, *Scr. Mater.* 101 (2015) 80–83. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2015.02.001>.
- [133] J. Konrad, S. Zaefferer, D. Raabe, Investigation of orientation gradients around a hard Laves particle in a warm-rolled Fe₃Al-based alloy using a 3D EBSD-FIB technique, *Acta Mater.* 54 (2006) 1369–1380.

<https://doi.org/10.1016/j.actamat.2005.11.015>.

- [134] T.L. Burnett, R. Kelley, B. Winiarski, L. Contreras, M. Daly, A. Gholinia, M.G. Burke, P.J. Withers, Large volume serial section tomography by Xe plasma FIB dual beam microscopy, *Ultramicroscopy* 161 (2016) 119–129. <https://doi.org/10.1016/j.ultramic.2015.11.001>.
- [135] K. Hagihara, T. Okamoto, M. Yamasaki, Y. Kawamura, T. Nakano, Electron backscatter diffraction pattern analysis of the deformation band formed in the Mg-based long-period stacking ordered phase, *Scr. Mater.* 117 (2016) 32–36. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2016.02.016>.
- [136] H. Somekawa, D. Ando, Microstructure and mechanical properties of caliber rolled Mg–Y–Zn alloys, *Mater. Sci. Eng. A* 780 (2020) 139144. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2020.139144>.
- [137] H. Somekawa, D. Ando, M. Yamasaki, Y. Kawamura, Microstructure and mechanical properties of low-temperature wrought-processed Mg–Y–Zn alloy containing LPSO phase, *Materialia* 12 (2020) 100786. <https://doi.org/10.1016/j.mtla.2020.100786>.
- [138] T. Inamura, Geometry of kink microstructure analysed by rank-1 connection, *Acta Mater.* 173 (2019) 270–280. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2019.05.023>.
- [139] V. Volterra, Sur l'équilibre des corps élastiques multiples connexes, *Ann. École Norm.* 24 (1907) 401–517. <https://doi.org/10.24033/asens.583>.
- [140] A.E. Romanov, A.L. Kolesnikova, Application of disclination concept to solid structures, *Prog. Mater. Sci.* 54 (2009) 740–769. <https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2009.03.002>.
- [141] M. Yamasaki, T. Mayama, T. Matsumoto, K. Hagihara, D. Drozdenko, Y. Kawamura, Formation of <0001>-rotation-type kink boundary in Mg–Zn–Y alloy with long-period stacking ordered structure, *Mater. Sci. Eng. A* 819 (2021) 141466. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2021.141466>.

- [142] T. Inamura, Y. Shinohara, Rank-1 connection of kink bands formed by non-parallel shears, *Mater. Trans.* 61 (2020) 870–874. <https://doi.org/10.2320/matertrans.MT-MM2019005>.
- [143] K. Hagihara, T. Okamoto, R. Ueyama, M. Yamasaki, Y. Kawamura, T. Nakano, Loading orientation dependence of the formation behavior of deformation kink bands in the Mg-based long-period stacking ordered (LPSO) phase, *Mater. Trans.* 61 (2020) 821–827. <https://doi.org/10.2320/matertrans.MT-MM2019001>.
- [144] K. Thomsen, N.H. Schmidt, A. Bewick, K. Larsen, J. Goulden, Improving the accuracy of orientation measurements using EBSD, *Microsc. Microanal.* 19 (2013) 724–725. <https://doi.org/10.1017/S1431927613005618>.
- [145] M. Yamasaki, T. Anan, S. Yoshimoto, Y. Kawamura, Mechanical properties of warm-extruded Mg–Zn–Gd alloy with coherent 14H long periodic stacking ordered structure precipitate, *Scr. Mater.* 53 (2005) 799–803. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2005.06.006>.
- [146] X.H. Shao, Z.Q. Yang, X.L. Ma, Strengthening and toughening mechanisms in Mg–Zn–Y alloy with a long period stacking ordered structure, *Acta Mater.* 58 (2010) 4760–4771. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2010.05.012>.
- [147] M. Yamasaki, K. Hashimoto, K. Hagihara, Y. Kawamura, Effect of multimodal microstructure evolution on mechanical properties of Mg–Zn–Y extruded alloy, *Acta Mater.* 59 (2011) 3646–3658. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2011.02.038>.
- [148] K. Hagihara, M. Yamasaki, Y. Kawamura, T. Nakano, Strengthening of Mg-based long-period stacking ordered (LPSO) phase with deformation kink bands, *Mater. Sci. Eng. A* 763 (2019) 138163. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2019.138163>.
- [149] Y. Nakasuji, H. Somekawa, M. Yuasa, H. Miyamoto, M. Yamasaki, Y. Kawamura, Quantitative kink boundaries strengthening effect of Mg–Y–Zn alloy containing LPSO phase, *Mater. Lett.* 292 (2021) 129625. <https://doi.org/10.1016/j.matlet.2021.129625>.

- [150] K. Hagihara, R. Ueyama, M. Yamasaki, Y. Kawamura, T. Nakano, Surprising increase in yield stress of Mg single crystal using long-period stacking ordered nanoplates, *Acta Mater.* 209 (2021) 116797. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2021.116797>.
- [151] K. Hagihara, R. Ueyama, T. Tokunaga, M. Yamasaki, Y. Kawamura, T. Nakano, Quantitative estimation of kink-band strengthening in an Mg–Zn–Y single crystal with LPSO nanoplates, *Mater. Res. Lett.* 9 (2021) 467–474. <https://doi.org/10.1080/21663831.2021.1974593>.
- [152] H. Somekawa, D. Ando, K. Hagihara, M. Yamasaki, Y. Kawamura, Intrinsic kink bands strengthening induced by several wrought-processes in Mg–Y–Zn alloys containing LPSO phase, *Mater Charact* 179 (2021) 111348. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2021.111348>.
- [153] H. Somekawa, Y. Todaka, D. Ando, M. Yuasa, Kink bands strengthening of Mg–Y–Zn alloy via various wrought-processing, *Mater. Lett.* 304 (2021) 130653. <https://doi.org/10.1016/j.matlet.2021.130653>
- [154] T. Tokunaga, K. Hagihara, M. Yamasaki, T. Mayama, K. Yamamoto, H. Narimoto, T. Kida, Y. Kawamura, T. Nakano, Kink-band formation in the directionally-solidified Mg/LPSO two-phase alloys, *Sci Technol Adv Mater* 23 (2022) 752–766. <https://doi.org/10.1080/14686996.2022.2137696>.
- [155] M. Yuasa, R. Sato, T. Hoshino, D. Ando, Y. Todaka, H. Miyamoto, H. Somekawa, Microstructure evolution and local hardness of Mg–Y–Zn alloys processed by ECAE, *Mater. Trans.* 64 (2023) 730–734. <https://doi.org/10.2320/matertrans.MT-MD2022018>.
- [156] Y. Ito, S. Nishitsuji, H. Sano, M. Ishikawa, T. Inoue, H. Ito, Effects of high-pressure press on the tensile properties and morphology of polypropylene, *Mater. Trans.* 64 (2023) 774–779. <https://doi.org/10.2320/matertrans.MT-MD2022014>.
- [157] Y. Shirakami, K. Ikeda, S. Miura, K. Morita, T.S. Suzuki, Y. Sakka, Orientation

- dependence of high temperature compressive behavior of textured Ti_3SiC_2 , Mater. Trans. 64 (2023) 805–812. <https://doi.org/10.2320/matertrans.MT-MD2022012>.
- [158] N. Maki, Y. Miyajima, K. Ishikawa, Kink formation and strengthening effects in TiNi-V eutectic alloys with mille-feuille structure, Mater. Trans. 64 (2023) 744–749. <https://doi.org/10.2320/matertrans.MT-MD2022008>.
- [159] K. Hagihara, T. Tokunaga, K. Yamamoto, M. Yamasaki, T. Mayama, T. Shioyama, Y. Kawamura, T. Nakano, Unified understanding of strengthening mechanisms acting in Mg/LPSO two-phase extruded alloys with varying LPSO phase volume fraction, Mater. Trans. 64 (2023) 720–729. <https://doi.org/10.2320/matertrans.MT-MD2022002>.
- [160] M. Itakura, M. Yamaguchi, D. Egusa, E. Abe, DFT calculation of high-angle kink boundary in 18R-LPSO alloy, Mater. Trans. 64 (2023) 813–816. <https://doi.org/10.2320/matertrans.MT-MD2022010>.
- [161] Y. Tadano, Numerical investigation of kink strengthening mechanism due to kink band in long-period stacking ordered magnesium alloy, Mater. Trans. 64 (2023) 1002–1010. <https://doi.org/10.2320/matertrans.MT-MD2022006>.
- [162] Y. Kawamura, H. Yamagata, S. Inoue, T. Kiguchi, K. Chattopadhyay, Kink bands and strengthening of millefeuille-structured magnesium alloys by cluster-arranged nanoplates (CANaPs): The case of Mg-0.4Zn-1.0Y alloy, J. Alloys Compd. 939 (2023) 168607. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2022.168607>.
- [163] H. Somekawa, M. Yuasa, Induced kink boundary in Mg-Y-Zn alloy by tube-shape forming, Mater. Lett. 345 (2023) 134484. <https://doi.org/10.1016/j.matlet.2023.134484>.
- [164] T.B. Britton, A.J. Wilkinson, Measurement of residual elastic strain and lattice rotations with high resolution electron backscatter diffraction, Ultramicroscopy 111 (2011) 1395–1404. <https://doi.org/10.1016/j.ultramic.2011.05.007>.
- [165] H. Abdolvand, A.J. Wilkinson, Assessment of residual stress fields at deformation

twin tips and the surrounding environments, *Acta Mater.* 105 (2016) 219–231.

<https://doi.org/10.1016/j.actamat.2015.11.036>.

[166] J. Wheeler, E. Mariani, S. Piazzolo, D.J. Prior, P. Trimby, M.R. Drury, The weighted Burgers vector: a new quantity for constraining dislocation densities and types using electron backscatter diffraction on 2D sections through crystalline materials, *J. Microsc.* 233 (2009) 482–494. <https://doi.org/10.1111/j.1365-2818.2009.03136.x>.

[167] Y. Soejima, S. Motomura, M. Mitsuhashi, T. Inamura, M. Nishida, *In situ* scanning electron microscopy study of the thermoelastic martensitic transformation in Ti–Ni shape memory alloy, *Acta Mater.* 103 (2016) 352–360. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2015.10.017>.

[168] Y. Soejima, A. Heima, H. Akamine, T. Inamura, M. Nishida, Comparison of *in situ* SEM and TEM observations of thermoelastic martensitic transformation in Ti–Ni shape memory alloy, *Mater. Trans.* 61 (2020) 2107–2114. <https://doi.org/10.2320/matertrans.MT-M2020219>.

[169] S. Kobayashi, R. Tarumi, Dislocation-based modeling and numerical analysis of kink deformations on the basis of linear elasticity, *Mater. Trans.* 61 (2020) 862–869. <https://doi.org/10.2320/matertrans.MT-MM2019006>.

謝辞

本論文は、著者が九州大学大学院総合理工学府に在籍した 5 年間の研究成果をまとめたものであり、本研究の遂行と本論文の執筆に際し、多くの方々からご指導、ご鞭撻およびご支援をいただきました。中島・光原研究室の学生として過ごしたこの 5 年間は、著者にとって一生の誇りであり宝物です。

九州大学大学院総合理工学研究院教授 中島英治先生には、本論文の主査を引き受けていただきました。中島先生は、著者の体調をいつも心配してくれて、非常に温かいご支援をいただきました。著者が進路について深く悩んでいた際には、特別に、飲み会に招待していただき、多くのご助言をいただきました。また、材料について本当になんでも知っていることは、驚きとともに憧れとなっています。先生のような研究者になれるようこれからも精進いたします。著者の研究生生活全般に渡り、親身に寄り添っていただいたことに心より感謝申し上げます。今後とも変わらぬご指導をいただけますと嬉しく思います。

九州大学大学院総合理工学研究院准教授 光原昌寿先生には、本論文の副査を引き受けていただきました。光原先生は、著者が本研究を遂行するにあたり、頭ばかり悩ませて困っているときに、とりあえず手を動かさなさいと実験屋としての心意気を学ばせていただきました。何より感謝したいのは、修士論文試問会当日に自宅までお越しいただき、朝起こしていただいたことです。あの日の先生の行動のおかげで今日の自分があります。また、著者がアカデミックで活躍していくために物質・材料研究機構へのインターンシップを計画していただきました。著者の将来を見据えた温かいご指導をいただいたことに心より感謝申し上げます。今後は、先生と共同研究者として議論していただくためにも益々精進いたします。

九州大学大学院総合理工学研究院教授 波多聰先生には、本論文の副査を引き受けていただきました。波多先生には、特別講究として 1 年間 TEM に関する基礎知識をご教授いただきました。そのおかげで本研究をより良いものに仕上げることができました。また、年末年始のお忙しいところ、著者の論文を非常に丁

寧に添削していただきました。心より感謝いたします。今後、著者が研究活動をしていくうえで、微細組織観察等についてご相談させていただけますととても嬉しく思います。

九州大学大学院工学研究院教授 田中將己先生には、本論文の副査を引き受けていただきました。田中先生には、著者が就職活動をする際に推薦書を書いていただきました。おかげで、著者の第一志望に内定をいただくことができました。また、予備審査会では、非常に鋭いご指摘を多数いただき、改めて自分の研究成果を俯瞰的に見ることができました。心より感謝いたします。今後、著者が研究活動をしていくうえで、力学特性と微細組織についてご相談させていただけますととても嬉しく思います。

九州大学大学院工学研究院准教授 山崎重人先生には、先生が助教の頃に中島・光原研に在籍していたときと変わらず、今まで温かいご指導をしていただきました。著者が投稿論文の相談をお願いした際には、全体観から細かい部分まで非常に丁寧に見ていただきました。また、秘密をお願いした進路相談では、数多くの素直なお考え・ご意見を丁寧にお話ししていただきました。心より感謝いたします。先生のように実験屋として多くの工夫をして新たな手法を開発してきた姿は著者の目標です。今後は、先生と共同研究者として議論していただくためにも益々精進いたします。

九州大学大学院総合理工学研究院特任教授 高橋学先生には、飲み会の度に「何でも相談に来て良いよ」と温かいお言葉をいただき、軽い気持ちで研究の相談に伺ったところ、真剣に著者の研究に頭を悩ませてくれたのがとても印象に残っています。心より感謝いたします。また、著者が物質・材料研究機構でインターンシップを行っていた頃、物質・材料研究機構の研究者の方々が高橋先生に意見を伺う様子を見て、すごい人なのだと改めて感じました。先生のお言葉に甘えてもっと議論しに行けば良かったなど後悔しております。今後は、鉄鋼材料の研究者として活動していく予定ですので、今まで以上に研究について議論していただけますと嬉しく思います。

九州大学大学院総合理工学研究院客員准教授 林宏太郎先生には、著者が将来どのような研究者を目指せば良いのか、具体的なアドバイスをいただきました。また、著者が進捗報告会で研究発表をした際には、研究に関する議論とともに発表に対する心構えを教えていただきました。著者が熱力学計算について悩んでいた際には、即座にご対応していただきました。心より感謝いたします。

九州大学大学院総合理工学研究院准教授 渡邊賢先生には、本研究で使用したレーザー顕微鏡の利用を快く許可していただきました。心より感謝いたします。

中島・光原研究室秘書の石川亜子さんには、研究室の母として多くの相談に乗っていただきました。心より感謝いたします。会えなくなってしまったのはとても寂しかったですが、心身のご快復を祈念しております。

中島・光原研究室秘書の森田彩さんには、軽金属奨学会の研究費補助の使用に関して、大変多くのご尽力をいただきました。また、著者が国際会議や就職活動において不慣れな英語に不安を感じていた際には、勉強法から発音まで丁寧に教えていただきました。そして日々の雑談もいっぱいしてもらいました。いつも明るい森田さんには多くの元気をいただきました。心より感謝いたします。

新学術領域研究「ミルフィーユ構造の材料科学」に所属していた研究者の方々には、本研究で得られた成果に対し、多くの議論をしていただきました。特に、東京工業大学物質理工学研究院教授 藤居俊之先生、東京工業大学科学技術創成研究院教授 稲邑朋也先生および名古屋工業大学大学院工学研究科教授 萩原幸司先生には、投稿論文の共著者に加わっていただき、非常に有益なご意見をいただきました。心より感謝いたします。共同研究の機会がございましたら、またぜひともよろしく願いいたします。

物質・材料研究機構 上路林太郎博士と染川英俊博士には、著者のインターンシップを受け入れていただきました。3ヶ月と短い期間でしたが、日々の研究の議論に加えて、親身に進路相談をも行っていたいただいたことに心より感謝いたします。今後ともよろしく願いいたします。精進いたします。

後藤全氏をはじめとして、軽金属奨学会の皆様には、著者の研究生活において

多大なご支援をいただきました。また、理事の先生方には学会発表の度に多くのご指摘をいただきました。そして特別奨学生の皆様の存在は、同年代の良きライバルとして自分を奮い立たせることができました。心より感謝いたします。

中島・光原研究室へ、著者と同期配属となった奥村啓太くん、永田皓大くん、楠原英斗くん、桃谷紀広くんには、現在もとても親しくしてもらっています。著者の進路について一緒に悩んでくれたりもしましたね。また、学生の著者にいっぱい奢ってくれました。今後も仲良く楽しくいろんなところへ旅行できたら良いですね。著者の学生生活を支えてくれてありがとうございました。

中島・光原研究室の学生の皆様には、とても感謝しています。特に今年度のメンバーは、1部屋を著者1人用の個室として使用させてくれました。大変助かりました。そして、M2の伊藤魁星くんと福島碧くんには、著者と初めて出会ったのがB4とD1の関係であるにもかかわらず、3年間いろんな場面でよくいじってくれましたね。心の奥底には尊敬の気持ちがあると思うので許してあげることとします。2人が研究室にいてくれて本当に良かったです。卒業後は関東で飲み会をしましょう。D2の上野虎太郎くんは著者と仲良く共同研究してくださいね。これからも一緒に頑張りましょう。中島・光原研究室に配属された学生の皆様、著者と研究生活を共にしてくれて、本当にありがとうございました。何かお困りのことがあれば何でも連絡してくださいね。

最後に、著者が今日まで研究活動に専念することができたのは、両親、兄、義姉、友人の理解と精神的・経済的な支援があったからであります。改めて、感謝いたします。

2024年1月

徳澄 翼