

令和元年6月4日現在

機関番号：17401

研究種目：基盤研究(C) (一般)

研究期間：2015～2018

課題番号：15K06425

研究課題名(和文) 圧子圧入試験によるhcp単結晶の局所変形機構の解明

研究課題名(英文) Local deformation behavior of hcp single crystals using a spherical indenter

研究代表者

北原 弘基 (Kitahara, Hiromoto)

熊本大学・パルスパワー科学研究所・助教

研究者番号：50397650

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 3,900,000円

研究成果の概要(和文)：純Mg単結晶、Mg合金単結晶(Mg-Al、Mg-ZnおよびMg-Y)、純Ti、純Zn単結晶に対して球圧子圧入試験を行い、hcp金属単結晶の変形挙動を調査した。(0001)の圧痕サイズは、底面すべりの臨界分解せん断応力(CRSS)に大きく依存することが明らかとなった。一方、(10-10)と(1-210)の圧痕サイズは、主すべりである底面すべりと{10-12}双晶のCRSSに大きく依存することが分かった。分子動力学法による解析の結果、(0001)圧痕で観察されるPop-in現象は、底面上の転位ループの生成と錐面すべりへの交差すべりに起因することが明らかとなった。

研究成果の学術的意義や社会的意義

本研究で対象としたマグネシウムやチタンは軽量金属であり、輸送機器の構造部材をはじめ、更なる応用展開が進められている。一方、亜鉛は生体吸収性インプラント用の素材として近年注目されており、その力学特性に関する研究が活発に進められている。しかしながら、本研究のように系統的に研究を実施した例はなく、学術的意義は非常に高いと考えている。一方で、固体力学分野では、単結晶の挙動に基づいた多結晶挙動を予測する結晶塑性解析シミュレーションが実用化されつつある。得られた成果は、計算機シミュレーションの実用化に向けた重要な基礎データとなることから社会的意義は高いと考えている。

研究成果の概要(英文)：Pure magnesium single crystals, magnesium alloy single crystals (Mg-Al, Mg-Al and Mg-Y), pure titanium single crystals and pure zinc were applied to indentation tests using a spherical indenter, and the deformation behavior was investigated. Indentation sizes on (0001) depend on critical resolved shear stress (CRSS) for basal slips. When indented on (10-10) and (1-210), indentation sizes were determined by CRSSs for basal slips and {10-12} twins. Pop-in phenomena were observed on load-penetration curves when indented on (0001). Molecular dynamics simulations showed that the pop-in phenomena result from the generation of dislocation loops and cross slips from basal slips to pyramidal slips.

研究分野：構造材料物性

キーワード：底面すべり 錐面すべり 双晶 Pop-in 分子動力学法

様式 C-19、F-19-1、Z-19、CK-19（共通）

### 1. 研究開始当初の背景

1950年代より、hcp（六方晶）金属材料の各種すべり系や双晶のCRSS（臨界分解せん断応力）を求めるために、単結晶の引張試験や圧縮試験が行われてきた。これらの試験では、単結晶試験片全体を変形させる試験である。多結晶体の変形においては、結晶粒同士が相互に拘束するため、個々の結晶粒内で、不均一な変形が起きる。しかしながら、圧子圧入試験を用いた、hcp単結晶の局所的な変形に関する研究は、2例しかない。Partidgeら[1]は、Mg単結晶とZn単結晶に対して曲げ試験により導入した{10-12}双晶内に、pyramidal（四角錐）圧子を圧入することで、その非整合双晶界面の形成や移動について議論を行っている。もう一つは、Shin J-Hら[2]は、透過電子顕微鏡（TEM）内において、ナノサイズのBerkovich（三角錐）圧子を用い、その圧痕直下では{10-12}双晶が応力状態により形成が異なることを議論している。

以上のように、確かに単結晶の圧子圧入試験が行われているが、結晶異方性の高いhcp金属に対して、異方性の高い四角錐や三角錐圧子を用いており、変形挙動の理解をより困難にしている。そこで等方的な球圧子を採用することにした。また、計算機によるシミュレーションを用いる場合でも、等方的な球圧子をモデルとすれば、応力場の解析が容易になる。そこで申請者ら[3]は、純Mg単結晶を準備し、種々の低指数面に対して、球圧子圧入試験を行い、圧痕と圧痕直下の変形挙動について、実験と計算（CPFEM）による解析を行った。その結果、圧痕直下の変形挙動の結晶方位依存性は、底面すべり、二次錐面すべり：{11-22}<-1-123>、{10-12}双晶の相互作用に起因することが明らかとなった。しかしながら、それらの活動の割合については明らかになっていない。

### 2. 研究の目的

結晶方位の異なる種々のhcp単結晶に対して、室温で球圧子圧入試験を施し、変形中のすべりや双晶の活動について明らかにすることを目的とした。

### 3. 研究の方法

主すべり系および双晶の活動方向が異なるhcp単結晶（純Mg、Mg-0.05at.%Al、Mg-0.05at.%Zn、Mg-0.05at.%Y、Mg-0.09at.%Y、純Zn）をブリッジマン法によりそれぞれ作製した。得られた単結晶からラウエ解析により（0001）、（1-100）および（11-20）を有する単結晶をそれぞれ準備した。圧子圧入試験は、直径1mmの鋼球圧子を用い、荷重0.98~4.9N、押し込み時間15sの条件で行い、すべり線、双晶観察等から変形挙動について検討を行った。

### 4. 研究成果

#### 4-1 純Mg、Mg-Al、Mg-Zn、Mg-Y合金単結晶および純Zn単結晶の球圧子による変形挙動

底面すべり、錐面すべりのCRSSが異なるMg合金に対して球圧子圧入試験を行い、圧痕形成を担うすべり系について検討を行った。また、双晶系について検討するために、純Znを用いた。これは、マグネシウムとZnの{10-12}双晶発生荷重軸が逆方向のためである。

Figure 1に、（0001）圧痕サイズ、底面すべりおよび二次錐面すべりのCRSSを示す。純マグネシウムと純Znを比較すると、純Znの圧痕サイズが大きい傾向があるが、大きな差は見られない。また、底面すべりのCRSSはほぼ同程度である。一方、純Znの2次錐面すべりのCRSSは、純マグネシウムのCRSSの1/10以下である。そのため、純マグネシウムと純Znでは、底面すべりのCRSSと圧痕サイズが良い相関を示すことがわかる。次に、純マグネシウムとマグネシウム合金を比較すると、合金元素の添加によりAl、Zn、0.05at.%Y、0.09at.%Yの順に圧痕は小さくなり、底面すべりのCRSSは同じ順で上昇する。一方で、2次錐面すべりのCRSSに大きな変化は見られない。このように純マグネシウムとマグネシウム合金を比較した場合でも、底面すべりのCRSSと圧痕サイズが良い相関を示した。以上のことから、（0001）における圧痕サイズは、主すべりである底面すべりのCRSSに大きく依存することが分かった。一方、（10-10）と（1-210）の圧痕は、[0001]方向に伸長した楕円形状となった。Mg-AlとMg-Znの圧痕周辺には底面すべりと{10-12}双晶が観察された。イットリウムを添加すると、{10-12}双晶のCRSSが上昇するため、双晶はほとんど観察されなかった。さらにイットリウム添加量が増加すると、錐面すべりの活動量が変化し、圧痕の形状が円形に近づいた。一方、純Znの圧痕周辺では{10-12}双晶は観察されず、底面すべりに起因する多量のエッチピットと二次錐面すべりに起因する微量のエッチピットが観察された。（10-10）と（1-210）の圧痕サイズは、主すべりである底面すべりと{10-12}双晶のCRSSに大きく依存する。

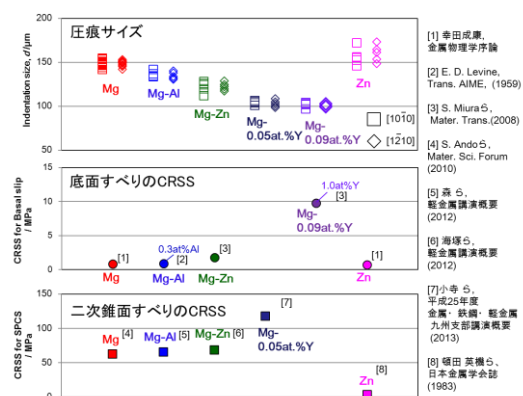


Fig.1 各試料の(0001)圧痕サイズ、底面すべりおよび二次錐面すべりのCRSS。

#### 4-2 球圧子圧入試験と荷重-変位曲線

純 Mg、Ti、Zn 単結晶の球圧子変形挙動について調査した。また、球圧子圧入試験では、これまでとは異なり荷重-変位曲線が得られる計装型の試験機を用いた。

(0001)では、圧痕形状が円形となり、(10-10)および(1-210)では、圧痕形状が[0001]に伸長した楕円形となった。光学顕微鏡により、圧痕周辺の観察を行った結果、(0001)では、二次錐面すべり、(10-10)および(1-210)では、底面すべりのすべり線が観察された。純 Mg 単結晶の底面の圧痕は円形を示し、圧痕周辺にすべり線や双晶は観察されなかった。一方、(10-10)と(1-210)の圧痕は、[0001]に伸長し、圧痕周辺に底面すべりと双晶が観察された。一部の圧入面で Pop-in が観察され、発生荷重や回数が方位によって大きく異なることが分かる。純 Ti 単結晶においては、最大深さの方位依存性は確認されたが、全ての圧入面で双晶は発生せず、Pop-in も発生しなかった。

Figure2 に、Zn 単結晶の圧子圧入試験から得られた荷重-変位曲線を示す。純 Zn 単結晶においても、Pop-in の有無や最大深さに方位依存性があることが分かった。純 Zn の荷重-変位曲線では、(0001)のみ pop-in 現象が観察された。底面すべりと二次錐面すべり、(10-10)および(1-210)では、底面すべりにより圧痕が形成されていたと考えられる。したがって、pop-in 現象の発生には二次錐面すべりが関係すると考えられる。負荷保持時間が大きくなると、最大深さとクリープ深さは大きくなり、クリープ速度は小さくなった。一方、押し込み速度が大きくなると、クリープ深さおよびクリープ速度は大きくなった。このとき、最大深さは押し込み速度の大きさに関わらず一定であった。押し込み速度を変化させて、圧子圧入試験を行った結果、ブリネル硬さに大きな違いが現れた。(10-10)および(1-210)のブリネル硬さは、(0001)よりも大きな値を示した。圧痕深さの測定を行った結果、荷重-変位曲線から得られる圧痕深さよりも小さくなることが分かった。さらに、圧痕下での変形挙動を観察すると、(0001)と(10-10)および(1-210)の短軸方向の断面では、沈み込みにより圧痕が形成されているのに対して、(10-10)および(1-210)の長軸方向の断面では、盛り上がりにより圧痕が形成していた。

#### 4-3 分動力学 (MD) 法

これまでに、純マグネシウム、マグネシウム合金、純 Zn および純チタン単結晶に対して、球圧子圧入試験を行い、その圧痕変形挙動中のすべり系や双晶系の活動について調査してきた。また、得られた荷重-変位曲線では Pop-in 現象が観察された。圧痕の形成過程や Pop-in 現象時の変形挙動を明らかにするために、分子動力学法 (MD 法) を用いて原子レベルでの解析を行った。約  $50a \times 50a \times 30a$  ( $a$ : モデル結晶の格子定数) で約 12 万個の原子を含み、結晶表面が (0001)、(11-20)および(10-10)である 3 つの hcp 構造を持つモデル結晶を準備した。この結晶に半径  $25a$  の球状圧子を押し込む過程のシミュレーションを行った。モデル結晶の温度は 293K とし、Lennard-Jones 型ポテンシャルを用いた。

(0001) では、マグネシウム、チタン、亜鉛単結晶と同様に、円形の圧痕が再現できた。Figure3 に、MD 法により解析した (0001) 圧痕直下の転位組織を示す。また、圧痕深さと圧痕にかかる荷重の関係を求めた結果、押し込み試験における Pop-in に相当する変化が認められた。圧痕直下では、異なるバーガースベクトルを有する 6 つの転位ループが底面上に形成した。押し込み量の増加と共に、その転位ループは広がるが、さらに (c+a) 転位が下方に張り出し、その下の底面において新たな転位ループが発生した。すなわち、(0001)では、底面転位との活動により圧痕が形成され、転位ループ生成と c+a 転位の交差すべりにより Pop-in 現象が引き起こされると考えられる。

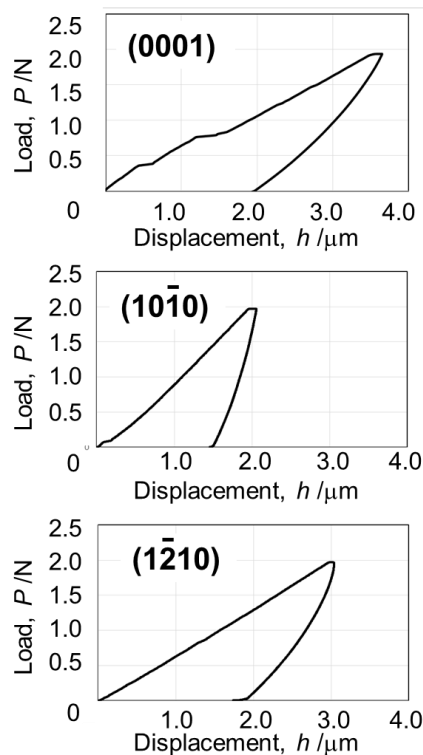


Fig.2 純 Zn 単結晶の球圧子圧入 (1.96N) 時における荷重-変位曲線。圧入面は (a) (0001)、(b)  $(10\bar{1}0)$  and (c)  $(1\bar{2}10)$  である。

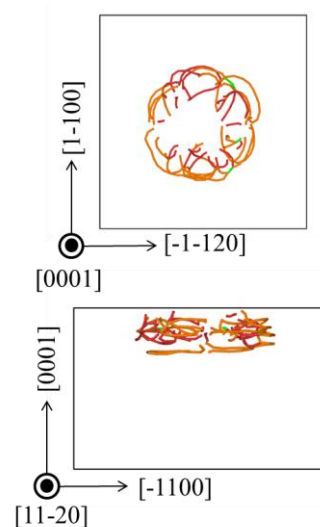


Fig.3 (0001)直下の変形挙動。転位部分のみを示している。

[参考文献]

- [1] Partidge P G, et al., Aca Metall. Vol.12 pp.1205 (1964).  
[2] Shin J-H et al., Scr Mater Vol.68 pp.483 (2013).  
[3] Kitahara H et al., Aca Mater. Vol.78 pp.290 (2014)

5. 主な発表論文等

[学会発表] (計 9 件)

- ①hcp 結晶における球状圧痕周りの変形挙動の分子動力学シミュレーション  
安藤新二, 渡邊桃加, 北原弘基  
日本金属学会春季講演大会 東京電機大学 2019年3月
- ②Molecular Dynamics Simulation of Dislocation Behavior around Spherical Indentation in HCP Crystal  
S.Ando, M.Watanabe and H.Kitahara  
Atomistic Processes of Crystal Plasticity (APCP) 東京大学 2018年10月
- ③Ball Indentation Behaviour of Mg and Its Alloy Single Crystals  
H.Kitahara, M.Watanabe, Y.Takamatsu, M.Tsushida, S.Ando  
Mg2018 Old Windsor, UK 2018年7月
- ④Ball indentation Behavior of Mg Alloy Single Crystals  
H.Kitahara, M.Watanabe, Y.Takamatsu, M.Tsushida, Shinji Ando  
THERMEC'2018 Paris, France 2018年7月
- ⑤Micro-indentation Behavior in Pure Mg, Zn and Ti Single Crystals  
M.Watanabe, H.Tanaka, M.Tsushida, H.Kitahara, S.Ando  
THERMEC'2018 Paris, France 2018年7月
- ⑥球圧子圧入試験による純 Zn 単結晶の変形挙動調査  
渡邊桃加, 津志田雅之, 北原弘基, 安藤新二  
金属学会鉄鋼協会軽金属学会九州支部合同学術講演会 北九州 2018年6月
- ⑦Indentation Behavior of Mg Alloy Single Crystals  
H.Kitahara, M.Watanabe, Y.Takamatsu, M.Tsushida, S.Ando  
The 6th International Conference on Magnesium (ICM6) 中国・瀋陽 2017年9月
- ⑧圧子圧入試験による純 Mg,Ti および Zn 単結晶の変形挙動の比較  
北原弘基, 渡邊桃加, 田中浩貴, 津志田雅之, 安藤新二  
日本金属学会 2017年秋期講演(第161回)大会 北海道大学 2017年9月
- ⑨Mg 合金単結晶の圧子圧入変形挙動に与える合金元素の影響  
北原弘基, 高松洋平, 津志田雅之, 安藤新二  
軽金属学会 第132回春期大会名古屋大学 2017年5月

6. 研究組織

(1)研究分担者

研究分担者氏名：安藤 新二

ローマ字氏名：(ANDO, shinji)

所属研究機関名：熊本大学

部局名：先進マグネシウム国際研究センター

職名：教授

研究者番号 (8 桁)：40222781

(2)研究協力者

研究協力者氏名：渡邊 桃加

ローマ字氏名：(WATANABE, momoka)

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