

科学研究費助成事業（科学研究費補助金）研究成果報告書

平成24年 5月31日現在

機関番号：17401

研究種目：基盤研究（C）

研究期間：2009～2011

課題番号：21560688

研究課題名（和文）マグネシウムの塑性変形における底面すべりと非底面すべりの因果関係

研究課題名（英文）Relation between basal and non-basal slips in deformation of magnesium

研究代表者

安藤 新二（ANDO SHINJI）

熊本大学・大学院自然科学研究科・教授

研究者番号：40222781

研究成果の概要（和文）：マグネシウムの特性改善のための基礎的な研究として、単結晶を用いて、主すべり系である底面すべりと非底面すべりや双晶による変形過程を調査した。非底面すべりとして、2次錐面すべりが活動するが、高温では1次錐面すべりも活動するようになる。しかし圧縮で2重双晶が発生するため延性が低下する。亜鉛およびアルミニウム添加の影響は、室温以上での2次錐面すべりの強度を高くするが、延性にはアルミニウムが寄与することがわかった。

研究成果の概要（英文）：As fundamental study for properties of magnesium alloys, deformation mechanism of basal slip, non-basal slips and twins were investigated by using single crystals. While second order pyramidal slip was observed at room temperature, first order pyramidal slip was also activated at higher temperature. Double twin was activated in compression and it was reduced ductility of the crystal. Addition of zinc and aluminum increased critical stress of second order pyramidal slip, and ductility, however, only increased by adding aluminum.

交付決定額

（金額単位：円）

	直接経費	間接経費	合計
2009年度	2,800,000	840,000	3,640,000
2010年度	600,000	180,000	780,000
2011年度	400,000	120,000	520,000
年度			
年度			
総計	3,800,000	1,140,000	4,940,000

研究分野：結晶塑性学

科研費の分科・細目：材料工学・金属物性

キーワード：マグネシウム、すべり系、双晶、降伏応力、単結晶、転位、曲げ変形、圧縮

1. 研究開始当初の背景

マグネシウムは軽量で高比強度であることから、近年の環境問題の観点において、自動車・航空機等への応用展開が多方面で検討されている。しかしながら、その機械的性質を左右する塑性変形機構に関する研究は、1970年代以降ほとんど行われておらず、不明

な点が多い。特に hcp 金属は結晶対象性の低さから、多数のすべり系や双晶が活動する。これまでの研究の多くは、底面すべりや{1012}双晶といった特定の代表的な変形機構についてのものがほとんどであった。しかし、実際的な多結晶材料の変形では、降伏後の歪の増加に伴い、主すべり系以外のすべり系や双

晶系が活動し始め、それらが互いに影響しあって変形が進行すると考えなければならない。具体的に言えば、マグネシウムでは主すべり系は底面すべりであるが、これだけではマグネシウムが持つ塑性変形能を説明することができない。そこで非底面すべり系である柱面すべりあるいは錐面すべりの関連を考慮しなければならない。

1970年代までのマグネシウム単結晶に関する研究では、非底面すべりとして $\{1\bar{1}00\}\langle 11\bar{2}0\rangle$ 柱面すべりによる変形がおこるとされてきたが、筆者らがマグネシウム単結晶の $[11\bar{2}0]$ 引張における一連の研究において、そのようなすべりはほとんど起こらず、非底面すべりとして、 $\{11\bar{2}2\}\langle \bar{1}\bar{1}23\rangle$ 2次錐面すべりが優先的に活動することを本研究者は報告してきた。また、マグネシウムにリチウムを添加すると、その変形応力が低下するという特異な現象が報告されているが、その原因は2次錐面すべりの降伏応力がリチウムを添加により低下するためであり、2次錐面すべりの(c+a)転位の分解が抑制されるためであることを指摘してきた。

すなわち、マグネシウムの強度や延性を理解するための基礎的な知見は十分でなく、更なる研究が必要であり、特にマグネシウム合金の利用が拡大するにつれ、これらの基礎的研究の重要性は高まっていると言える。

2. 研究の目的

これまでに、非底面すべりとして2次錐面すべり系の活動が主体的であり、その変形メカニズムを明らかにしてきた。ただしこれは、底面すべりを起こしえない単結晶においての研究結果である。そこで次のステップとして、主すべりとこの非底面すべりの因果関係を調査し、マグネシウムの塑性変形機構をトータルに解釈するために、以下の研究を行うこととした。

(1) マグネシウム単結晶において活動する非底面すべり系および双晶変形の同定とその臨界応力の結晶方位および温度依存性の調査

これまでに、マグネシウム単結晶では非底面すべりとして2次錐面すべりが優先的に活動することを本研究者は報告してきた。古い研究では柱面すべりによる変形がおこるとされてきたが、単結晶の $[11\bar{2}0]$ 引張試験よりそのようなすべりはほとんど起こらないことを確認している。そこで本研究ではさらに、ほかの方位における引張試験、さらにc軸方向からの圧縮試験など、種々の方位における引張・圧縮変形を系統的に行い、活動するすべり系および双晶系の活動性を明らかにすることを目的とする。

(2) マグネシウム単結晶における変形機構に対する合金元素の影響の調査

これまでに、2次錐面すべりの降伏応力はリチウムを添加により低下し、これは錐面すべりの(c+a)転位の分解が抑制されるためであることが明らかにしてきた。本研究ではこのような合金元素がマグネシウムの非底面すべりに対する影響について、合金単結晶を作製して調査する。特に実用マグネシウム合金の添加元素として一般的である亜鉛およびアルミニウムを設定しておこなう。これらはマグネシウム合金の主要な添加元素であるにもかかわらず、その添加による変形機構(転位すべり機構)の影響についてはほとんど明らかにされていない。その影響が明確になれば、より効果的な合金添加についての知見が得られると考えられる。

(3) マグネシウム単結晶の曲げ変形における変形機構の調査

単結晶による単軸の引張あるいは圧縮試験は、それぞれのすべり系を単独で調査することは有効な手法であるが、実用材料の塑性加工においては複雑な応力場が作用した状態で塑性変形が生じる。このような場合に、複数のすべり系が互いに影響しあって活動すると考えられる。そこで、曲げ変形試験を行うことで、単軸の引張・圧縮では得られない挙動の観察が行えると考えられる。

そこで、小型三点曲げ試験機を作製して単結晶の曲げ試験をおこない、複数の変形機構が同時に活動することによる変形メカニズムを明らかにする。

(4) 多結晶材の塑性変形過程における各種すべり系の役割の調査

多結晶材料が任意の形状に変形するためには5つの独立したすべり系の活動が必要とされるが、実際のマグネシウムの変形においてこれらがどのような寄与をしているのか、その関連性はまだ明確ではない。そこでマグネシウム多結晶材の塑性変形過程において、どのようなすべり系または双晶系が活動し、それらの塑性変形過程への寄与を調査する。

3. 研究の方法

本研究では、以下に示す方法で純マグネシウムおよびアルミニウム、亜鉛を添加した合金単結晶を作製し、 $[0001]$ 、 $[11\bar{2}0]$ 、 $[10\bar{1}0]$ の3方位を主方位として、引張や圧縮、及び曲げ試験を77K-573Kの範囲で行った。試験後転位構造を電子顕微鏡により、また双晶系をEBSD装置により解析し、変形機構を調査した。

(1) 純マグネシウムおよび合金単結晶の作製

純マグネシウムおよびマグネシウム合金単結晶をブリッジマン法により作製し、引張・圧縮試験用の単結晶試験片を作製する。添加元素として、アルミニウムおよび亜鉛を用いた。いずれも添加量は α 相の固溶限であ

る0~1at%の範囲とする。

なお、マグネシウムにアルミニウムや亜鉛を添加すると組織が微細化しやすい。したがって、合金単結晶を作製する場合、ブリッジマン法では、電気炉の移動により生じる僅かな機械的な振動によっても核発生し、単結晶の成長が困難と予想される。そこで本研究では、炉の温度勾配を利用した「タンマン法」を発展させた用いた装置を開発することとした。すなわち複数の発熱体をもつ電気炉を作製し、それぞれの発熱体を個々に制御することで、電気炉内の温度勾配を精緻に制御するものである。このような手法により、機械的振動が発生しないため、より高品質な単結晶を容易に作製できると考えられる。

(2) 単結晶および多結晶の引張・圧縮試験

これらの試験片を77K~573Kの温度範囲で引張試験および圧縮試験を行い、(1)活動すべり系、(2)降伏応力、(3)塑性伸び、(4)破断面の結晶学的解析等を行い、マグネシウムにおける、底面すべり、柱面すべり、1次・2次錐面すべりによる変形機構およびそれらに対する合金元素添加の影響を調査する。

単結晶と同じ組成の多結晶試験片を作製し、その引張試験結果と単結晶の結果を比較し、多結晶材料における活動すべり系の関係を調査する。

(3) 単結晶の曲げ試験

3mm×3mm×30mm程度の寸法で、方位の異なる角柱単結晶試料を作製し、3点曲げ試験を行う。ここで曲げ試験用の治具に小型のモータとロードセルを組み合わせた、光学顕微鏡のステージに設置できるサイズの小型曲げ試験機を用い、その変形過程のその場観察を行う。

(4) 変形機構の顕微鏡観察

前述の各機械試験の後には、偏光顕微鏡によるすべり線およびエッチピット観察により、まずマクロ的な観察を行う。その後、各試験片から観察試料を取り出し、透過電子顕微鏡による転位構造観察を行う。また試験片に双晶変形が生じた場合は、その種類と分布を、EBSD装置を用いて観察した。

4. 研究成果

(1) 純マグネシウム単結晶における荷重軸方位による変形機構の依存性

純マグネシウム単結晶の[0001]および[10 $\bar{1}$ 0]圧縮試験を、293K-573Kの温度範囲で行った。[0001]圧縮では、いずれも2次錐面すべりにより降伏した。しかし、降伏後の延性は、変形温度が上昇するほど低下するという通常の金属とは異なる傾向を示した。これは、温度が上昇すると{10 $\bar{1}$ 1}-{10 $\bar{1}$ 2}2重双晶が活動的になり、その双晶界面で早期にき裂が生じるためであると考えられる。また{10 $\bar{1}$ 1}双晶が強い温度依存性を持つために、温度が

上昇するとこの2重双晶が容易に発生することになり、結果として降伏歪が減少すると考えられる。

[10 $\bar{1}$ 0]圧縮では、{10 $\bar{1}$ 2}双晶により降伏し、歪約7%までは双晶によってのみ変形するが、それ以上の歪においては、結晶回転により結晶方位がほぼ90度回転するため、それ以上の歪においては[0001]圧縮と同じ変形挙動に移行し、10%程度の歪で破断する事がわかった。すなわちこの結果は、双晶により方位回転しても、ほとんど底面すべり活動できず、このような場合でも底面すべりが変形にほとんど関与しない事がわかった。

さらに、非底面すべりの荷重軸依存性を調査するために、[11 $\bar{2}$ 0]から6°、9°、18°傾いた方位の引張試験を行った。室温では、いずれの方位も2次錐面すべりで降伏するが、9°の方位のみ1次錐面すべりも活動する特異な挙動を示した。しかしその理由は一般的なシュミット因子の観点からは説明することができず、特異な現象であると言える。

また温度が473K以上になると、1次錐面すべりのみで変形し、40%以上の延性を示しており、温度により非底面すべりの変形様式が変化することが明らかになった。なおこの高温でのすべり系の変化は、圧縮試験では観察されないことから、引張と圧縮では全く変形機構が異なることを示している。

(2) マグネシウム単結晶の変形に対する合金元素の影響

Mg-0.5%AlおよびMg-0.5%Zn合金単結晶を作製し、[0001]圧縮試験を293Kおよび473Kの温度範囲で行った。293Kではいずれも2次錐面すべりにより降伏した。Mg-Al合金単結晶は、純マグネシウムに比べ293Kの降伏応力はほとんど変化がないが、塑性歪が増加する傾向を示した。また473Kの降伏応力は293Kとほぼかわらず、純Mgの結果と比較すると、わずかに0.5%のアルミニウム添加は、2次錐面すべりの降伏応力を増加させることが明らかになった。

Mg-Zn合金単結晶でも同様の傾向であり、2次錐面すべりには合金元素の影響が高温において強く出ることが明らかになった。なお延性に対しては、アルミニウムは延性を増加させるが、亜鉛は低下させるという逆の傾向を示しており、この点については更なる研究が必要である。

合金単結晶をブリッジマン法で作る場合、容易に核発生するため大きな結晶を得にくい。そこで、温度勾配を自在に制御できる改良型タンマン炉を作製し、単結晶作製条件を検討した。その結果、結果、凝固速度を2mm/hour程度まで遅くすると、十分な寸法の合金単結晶が得られる事が分かった。

(3) マグネシウム単結晶の曲げ変形における変形機構の調査

小型3点曲げ試験機を開発し、純マグネシウム単結晶の3点曲げ試験を行い、その変形過程を顕微鏡下でその場観察した。(0001)底面に平行に曲げ応力を付加すると、ほとんど底面すべりのみの活動で曲げ変形する事が明らかになった。底面に垂直に曲げると、底面すべりは活動できず、わずかな双晶変形の後破断した。[0001]に垂直に曲げる場合は底面すべりに双晶変形が合わさって変形することがわかった。

この(0001)面に平行な曲げ応力において、底面すべりが活動するメカニズムを明らかにするために、まず球状圧子による圧痕の形成過程を光学顕微鏡およびEBSDを用いて調査した。(0001)面の圧痕の周囲にはすべり線や双晶が観察されなかった。そこでその変形過程を分子動力学法によるコンピュータシミュレーションにより解析した結果。その結果、底面すべりと2次錐面すべりが同時に働く変形過程で結晶が曲がり、圧痕が形成できることが明らかになった。このような過程が、マクロ的な3点曲げ変形においても活動していると予想される。

(4)多結晶材の塑性変形過程における各種すべり系の役割の調査

多結晶材の引張試験では、Mg-Alでは降伏応力はAl添加により緩やかに増加し、塑性歪は急激に増加する。この変化は、2次錐面すべりの変化の傾向と一致している。したがって、多結晶材における延性には、底面すべりより2次錐面すべりが強く関与している事が示唆される。またMg-Znでは、降伏応力はZn添加により緩やかに増加し、延性は逆に低下する。この傾向はMg-Zn単結晶の場合とほぼ一致している。したがって、Mg-Zn合金においても、底面すべりのみならず、2次錐面すべりが延性に強く関与している事が示唆された。

そこでMg-Al、Mg-Zn多結晶引張試験片を電子顕微鏡観察すると、引張応力が100MPa以下で試験を中断した試料では、ほとんど底面転位のみであるが、それ以上の応力を付加した場合、2次錐面すべりの転位が多数観察される事から、前述のとおり、2次錐面すべりの活動は延性の向上に寄与していることが確認された。

以上の結果を総括すると、マグネシウムの変形において、2次錐面すべりおよび1次錐面すべりの活動が重要であり、特に延性に対して寄与していることがわかってきた。また、曲げといった、複数の変形機構が必要な変形でも、底面すべりだけでなく錐面すべりが同時に活動する変形過程が存在することが明らかになってきた。しかし、単に圧縮試験と引張試験を比較すると、その変形挙動が大きく異なることも明らかになったが、その理由

は明確には説明することができない。なお当初の予定には無かったが、変形機構の解明に、コンピュータシミュレーションによる解析が有効であることが示され、今後は、このシミュレーションと単結晶による実験を有機的にリンクさせた研究を行い、マグネシウムの塑性変形機構の解明を行う必要があると言える。

5. 主な発表論文等

(研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線)

[雑誌論文] (計2件)

(1) Shinji Ando, Masayuki Tsushida and Hiromoto Kitahara, Plastic Deformation Behavior in Magnesium Alloy Single Crystals, Materials Science Forum, 706-709, 2012, pp.1122-1127 (査読有)

(2) Shinji Ando, Masayuki Tsushida, Hiromoto Kitahara, Deformation behavior of magnesium single crystals in c-axis compression and a-axis tension, Materials Science Forum, 654-656, 2010, pp.699-702 (査読有)

[学会発表] (計13件)

(1) 安藤新二, 北原弘基, 安藤愛美, hcp金属における球状圧子下の変形過程のシミュレーション, 日本金属学会2012年春期(第150回)大会, 2012.3.28, 横浜国立大学(神奈川)

(2) 安藤新二, 北原弘基, 中村幸之助, 分子動力学シミュレーションによるhcp結晶の曲げ変形過程, 日本金属学会2011年秋期(第149回)大会, 2011.11.7, 沖縄コンベンションセンター(沖縄)

(3) Shinji Ando, Hiromoto Kitahara, Alloying effect of pyramidal slip in Mg single crystal, MagNET Research Network Workshop, 2011.8.8, University of Waterloo(カナダ)

(4) 安藤新二, 北原弘基, Mg単結晶における変形機構の結晶方位依存性, 日本機械学会M&M2011, 2011.7.17, 九州工業大学(福岡)

(5) Shinji Ando, Yuu Kato and Hiromoto Kitahara, Deformation behavior of magnesium single crystals in compression, The 5th Pan-Yellow Sea Rim International Symposium on Magnesium Alloys, 2010.11.18, gis MOTC Convention Center(台湾)

(6) Sinji Ando, Hiromoto Kitahara,

Temperature dependence of compression behavior in Magnesium single crystals, The 6th KU-KITECH symposium on Bulk Metallic Glasses and Advanced Materials, 2010.9.15, 熊本大学 (熊本)

(7) 安藤新二, マグネシウム単結晶における変形機構の結晶方位依存性, 日本機械学会 2010 年度年次大会, 2010.9.7, 名古屋工業大学 (愛知)

(8) Shinji Ando, Masayuki Tsushida, Hiromoto Kitahara, Deformation behavior of magnesium single crystals in c-axis compression and a-axis tension, The 7th Pacific Rim International Conference on Advanced Materials and Processing, 2010.8.3, Cairns Convention Centre (オーストラリア)

(9) 安藤新二, 加藤裕, 北原弘基 室温以上の温度におけるマグネシウム単結晶の圧縮変形挙動の方位依存性, 軽金属学会第 118 回春期大会, 2010.5.22, 関西大学 (大阪)

(10) Shinji Ando and Hiromoto Kitahara, The orientation dependence of slip and twinning in magnesium single crystals - Experimental and MD simulation results, MagNET Research Network Workshop, 2010.4.28, University of Waterloo (カナダ)

(11) Yuichi Nita, Yuta Nakamura, Masayuki Tsushida, Hiromoto Kitahara and Shinji Ando, Effect of Alloying Elements on Plastic Deformation Behavior in Magnesium Alloy Single Crystals, The 3rd Asian Symposium on Magnesium Alloys, 2009.9.22, 中国科学院金属材料研究所 (中国)

(12) 安藤新二, 北原弘基, 川野明人, 加藤裕, 津志田雅之, マグネシウム単結晶の三点曲げ試験における変形過程, 日本金属学会 2009 年秋期 (第 145 回) 大会, 2009.9.15, 京都大学 (京都)

(13) Yuichi Nita, Yuta Nakamura, Masayuki Tsushida, Hiromoto Kitahara, Shinji Ando, Effect of Alloying Elements on Plastic Deformation Behavior in Magnesium Alloy Single Crystals, The 5th KITEC-KU Symposium On Bulk Metallic Glass and Advanced Materials, 2009.7.16, Ramada Songdo Hotel (韓国)

[その他]

ホームページ等

<http://www.msre.kumamoto-u.ac.jp/~bussei/index.html>

6. 研究組織

(1) 研究代表者

安藤 新二 (ANDO SHINJI)

熊本大学・大学院自然科学研究科・教授
研究者番号: 40222781

(2) 研究分担者

北原 弘基 (KITAHARA HIROMOTO)

熊本大学・大学院自然科学研究科・助教
研究者番号: 50397650