

平成 30 年 5 月 31 日現在

機関番号：17401

研究種目：基盤研究(C) (一般)

研究期間：2014～2017

課題番号：26420667

研究課題名(和文) 純粋せん断法によるMg及びTi単結晶の活動すべり系・双晶系の探索

研究課題名(英文) Estimation for activity of slip and twin in Mg and Ti single crystals by using pure shear test

研究代表者

安藤 新二 (Ando, Shinji)

熊本大学・先進マグネシウム国際研究センター・教授

研究者番号：40222781

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 3,800,000円

研究成果の概要(和文)：六方晶金属のすべり系および双晶系の臨界分解せん断応力(CRSS)の評価を行うための単結晶を用いた純粋せん断試験を行った。純マグネシウムおよび純チタンでは主すべり系である底面すべり、ならびに柱面すべりの臨界分解せん断応力(CRSS)については、従来の値と良い一致を示したことから、本試験法の妥当性を確認した。さらにマグネシウムでは1次錐面すべり、2次錐面すべりおよび双晶のCRSSの評価を行った結果、2次錐面すべりおよび双晶に関しては従来の報告と妥当な結果を得た。1次錐面すべりの<c+a>および<a>すべりのCRSSについては、有限要素解析を組み合わせることで評価できた。

研究成果の概要(英文)：Pure shear tests were carried out to evaluate critical resolved shear stresses (CRSS) of hexagonal close packed metals. As a result, the CRSSs for the basal slip of pure magnesium and for the prismatic slip of pure titanium were close to conventional value. This indicates validity of the pure shear test method developed in this study. By using magnesium single crystals, CRSSs of first order pyramidal slip, second order pyramidal slip and {10-12} twin were estimated. CRSSs of second order pyramidal slip and {10-12} twin were similar to that of tensile tests. For first order pyramidal <c+a> and <a> slips, the CRSSs were obtained from experimental data and finite elemental method.

研究分野：結晶塑性

キーワード：hcp単結晶 すべり系 双晶系 CRSS せん断試験 チタン マグネシウム

### 1. 研究開始当初の背景

近年の環境問題より、軽量で比強度が高いマグネシウムやチタンを自動車・航空機等へ広く応用することが検討されている。しかし、これらの金属の強度や延性といった機械的性質を左右する基本的な変形機構に関する必要がある。特にこれらは hcp 構造であることから、多種類のすべり系や双晶が存在するため、他の金属とは大きく異なった変形挙動を示すが、その理由は十分に明らかになっていない。

六方晶金属単結晶を用いた変形機構に関する研究は、1970 年以降は国内外を通じてあまりなされていないが、代表的なものとして、例えば Yoshinaga ら(1963)はマグネシウム単結晶における底面すべりや非底面すべりの活動を報告しているが、正確な CRSS や降伏以降の変形は示していない。また E.W. Kelley ら(1968)は、結晶の端面を治具で拘束することで優先すべり系や双晶系を抑制した圧縮試験を試みているが、すべり線観察などが少なく、活動すべり系についての明確なデータは出していない。近年は K. S. Shin ら(2012)は、Kelley らと同様な方法で観察を初めており、さらに計算機シミュレーションを組み合わせた検討を行っているが、現時点でも変形機構については明確には述べていない。チタン単結晶による研究は、Paton ら(1970)が柱面すべり以外に(11-21),(11-22)双晶や錐面すべり転位の観察を行っているが、すべりや双晶系の活動応力は明確にされていない。このように、hcp 単結晶による変形機構に関する研究はこれまでも報告があるが、統一的な研究は少ない。

これまで本申請者は単結晶を用いた引張および圧縮試験により、底面すべり以外のすべり系として、古い研究で予想された柱面すべりではなく、{11-22}2 次錐面すべりが活動し、その特異な温度依存性の機構や合金元素の影響を解明してきた。しかし hcp 金属材料の変形挙動は 1 つのすべり系では説明ができず、種々のすべり系が局所的な活動を伴うことで材料全体の機械的特性を生み出すといえる。例えば J. Koike ら(2005)はマグネシウム合金では粒界近傍で非底面すべりが起こることが延性の改善につながるとしている。したがって、hcp 構造の金属で活動するすべり系及び双晶系の全てに関する活動性の調査が必要である。

ところが従来の引張や圧縮といった試験方法では、その結晶で最もシュミット因子が高い、すなわち活動しやすいもののみが優先的に起こるため、それ以外のすべり系の活動を観察することは困難である。そこで、種々のすべり系を任意に活動させられる新たな試験法を開発することが hcp 金属の変形機構の調査には必要であると考えられる。

### 2. 研究の目的

純粋せん断試験法の確立

本研究では、単結晶の任意の結晶面に特定のせん断力を容易に負荷できる純粋せん断試験方法を確立する。この方法は工業用の板材のせん断強度を評価する方法として、宮川ら(1965)により提案された方法をもとに、hcp 単結晶に適用してすべり系や双晶系の臨界分解せん断応力(CRSS)の評価する方法について検討を行う。

純粋せん断試験によるすべり系および双晶系の CRSS の調査

マグネシウムおよびチタン単結晶を作製し、種々の方位で純粋せん断試験を行い、5 つのすべり系、および 1 つの双晶系の活動に必要な CRSS を評価する。

各種変形機構に対する温度および添加元素の影響の調査

マグネシウムは実際には合金として使用される。従って上述の変形機構に対する合金元素の影響を明らかにすることが実用的も重要である。そこで、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、アルミニウムにくわえ、Y や Ce などの希土類元素の影響を調査する。

### 3. 研究の方法

マグネシウム単結晶は黒鉛るつぼを用いたブリッジマン炉により作製する。合金単結晶は、低い凝固速度を任意に制御できる改良型タンマン炉を用いて作製する。純チタン単結晶については、真空中で長時間熱処理することによる歪焼鈍法で結晶粒を粗大化させ、それらから必要な試験片を作製する。

純チタン単結晶試験片を図 1 (ア) に示す。サイズは約 3x1x20mm とし、この試験片に図のように切り込みをいれ、引張試験機でせん断部 L に純粋せん断応力を負荷する。この L に色々なすべり方向およびすべり面に対応させる。ここで L は 3mm とした。なおここで (ア) ではせん断力を評価できるが延性を評価できない。そこで、大きな単結晶が得やすいマグネシウムについては、図 1 (イ) のせん断領域に幅を持つ試験片とした。寸法は 20x20x2mm とし、L は 1-5mm とした。

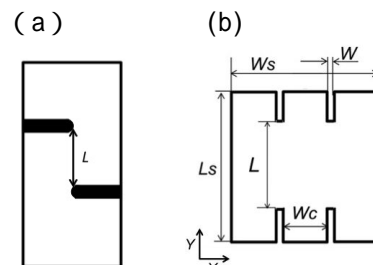


図 1(a)純粋せん断試験用試験片および (b)改良型純粋せん断試験片

純粋せん断試験は、インストロン型引張試験機を用い、試験温度 298K、クロスヘッドスピード  $1.67 \times 10^{-3}$  mm/s で行った。ここで、引き抜く力  $F$ 、せん断領域の長さ  $L$ 、試験片厚さ  $T$ 、試験機によるせん断量  $U$ 、せん断領域

の幅  $W$  より、せん断応力  $\tau$  とせん断ひずみ  $\gamma$  は次式で求めた。

$$\tau = F / (2 * L * T) \quad (1)$$

$$\gamma = U / W \quad (2)$$

試験後は各試験片のせん断領域をノルスキー型微分干渉顕微鏡ですべり線観察、およびせん断領域の変位量を測定した。さらに、この試験片における応力分布を評価するために ANSYS を用いて有限要素解析を行った。

#### 4. 研究成果

##### 4.1 純チタン単結晶にすべり系の評価

図 2 示す A および B 試験片を用いて底面すべりおよび柱面すべりの CRSS を求めた。

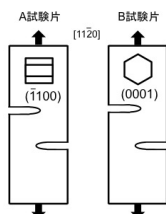


図 2 チタン単結晶の試験片方位

A 試験片のせん断応力-変位曲線を図 3 に示す。降伏応力は試験片によって異なった。図 4 に試験片表面を示す。切欠先端部に多数の {10-12} 双晶が観察された。有限要素法を用いて試験片の応力分布を求めたところ、この形状では切欠先端部に [11-20] 圧縮の応力が発生しており、その圧縮応力で双晶が発生したと言える。また、最大 90MPa のせん断応力を負荷しても底面すべりによるすべり線は観察されないことから、チタンの底面すべりの CRSS は 90MPa 以上であると推測される。

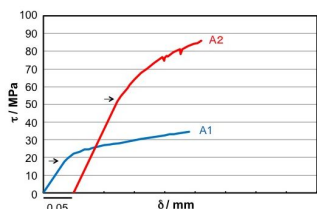


図 3 A 試験片のせん断応力-変位曲線

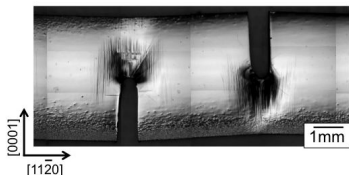


図 4 A 試験片で発生した双晶

B 試験片のせん断応力-変位曲線を図 5 に示す。いずれも 35-45MPa 程度で降伏した。図 6 に表面のすべり線を示すが、方位から柱面すべりが活動していることがわかった。しかしすべり線は、せん断部以外の切り込みの先端に生じていた。この部分のせん断応力を引張応力とシュミット因子から求めたところ、18-24MPa となり、これは純チタンの柱面すべりの CRSS の文献値と一致した。すなわち、A 試

験片では柱面すべりは活動するもの、せん断部では変形が生じていないことがわかった。切り込み寸法や  $L$  を変化させてもせん断部にすべりを起こさせることはできなかった。

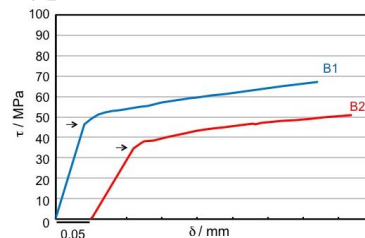


図 5 B 試験片のせん断応力-変位曲線

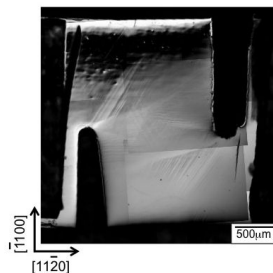


図 6 B 試験片におけるすべり線

図 1(a) の形状の試験片について、有限要素法を用いて、せん断部と切欠先端部の応力比が大きくなるような形状を検討したが、双晶変形が優先し、チタンの底面すべりのような高い CRSS のすべり系を活動させることは難しいと判断した。

##### 4.2 純マグネシウム単結晶におけるすべりおよび双晶の評価

純マグネシウムについては、図 1(b) の試験片を作製して、底面すべり、柱面すべり、2次錐面すべり、1次錐面(c+a)すべり、1次錐面 a すべり、および {10-12} 双晶の活動を調査した。作製した 6 つの試験片方位を図 7 に示す。

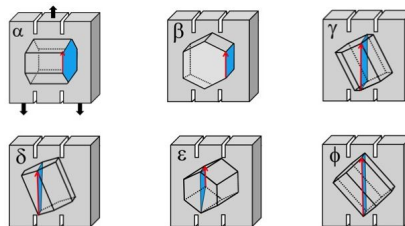


図 7 マグネシウム単結晶の試験片方位

試験片は、図 8 に示すように約 0.7MPa で降伏した。また図 9 に示すように、試験片のせん断領域にのみせん断方向と平行なすべり帯が観察されたことから、試験片は底面すべりで降伏したといえる。また試験片表面の腐食ピットの変位から求めたせん断変位量からすべり帯内で均一にせん断変形していることがわかった。図 8 のせん断降伏応力の値より底面すべりの CRSS は 0.7MPa と見積もられ、この値は報告されている底面すべりの CRSS とほぼ一致しており、この試験法の妥当性が確認できた。

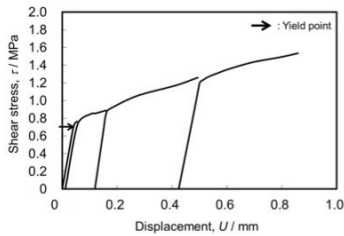


図8 試験片のせん断応力-変位曲線

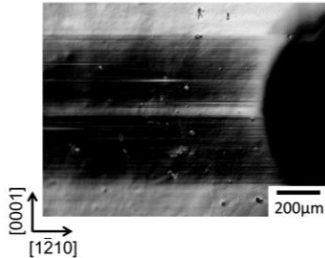


図9 試験片におけるすべり帯

次に試験片の結果を図10に示す。5.5MPaで降伏後、小刻みな応力変動を示しながら加工硬化した。試験片表面を図11に示す。せん断領域にせん断方向に平行な{10-12}双晶が発生し、最終的に双晶がせん断領域を埋め尽くしていた。

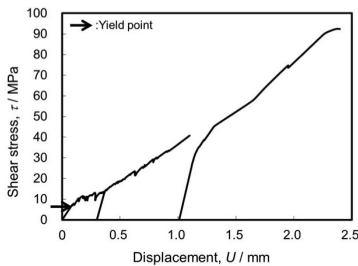


図10 試験片のせん断応力-変位曲線

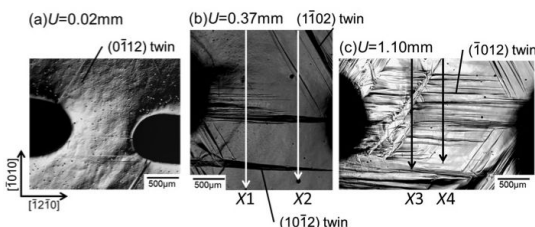


図11 試験片における双晶

試験片において柱面すべりの活動を確認するために図11に示すX1-X4にそって、 $U=1.1\text{mm}$ における変位 $d$ の測定を行った。そのx成分 $dx$ は図12のようになり、測定値と双晶の面積から計算した変位量が一致した。

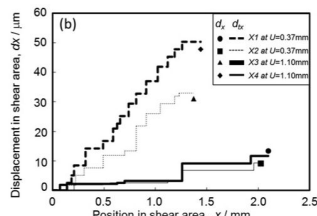


図12 試験片における変位分布

すなわち、せん断力40MPaまでは試験片は{10-12}双晶のみで変形したといえる。最大90MPaまで負荷したが、この場合は双晶が

複雑に発生しており、変位分布を評価できなかった。したがって、柱面すべりのCRSSは40MPa以上必要であるといえる。ここで{10-12}双晶が発生した原因を調査するため、双晶面にかかるせん断応力を有限要素解析によって求めた結果を図13に示す。その結果、せん断領域近傍の双晶面には高いせん断応力が発生しており、その分布は実際に試験片で観察された双晶の位置と一致した。この結果より、試験中央部には治具により引張ではなく圧縮の応力が働いていることがわかった。そこで、引張応力のみが作用するように試験片を図14の形状に変更し、有限要素による応力解析を行った。せん断部のせん断応力と、双晶面のせん断応力の比が高くなるような形状を選定し試験を行ったが、せん断部には{10-12}双晶が発生してしまい、この手法は有効ではないと判断した。

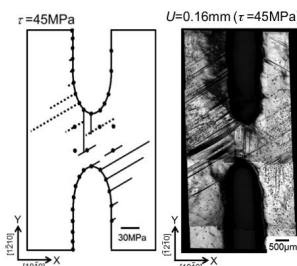


図13 試験のせん断応力分布と双晶

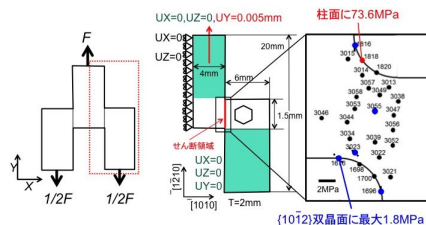


図14 改良型試験の応力分布解析結果

試験片のすべり線を図15に示す。せん断部に $32^\circ$ の底面すべりのすべり線が観察されるが、この場合2次錐面すべりが活動してもすべり線は現れない。そこでX1, X2に沿った変位の測定結果を図16に示す。底面すべりでは変位のxおよびy成分の比は0.625となるが、2次錐面すべりではy成分のみ生じる。したがって、最初底面すべりが活動し、 $U=0.12$ で2次錐面すべりが活動したといえる。図17の結果と有限要素解析より、図18のように、切欠の先端には応力集中により約2.2倍の44MPaのせん断応力が作用しており、これは引張試験による2次錐面すべりのCRSSに一致することがわかった。

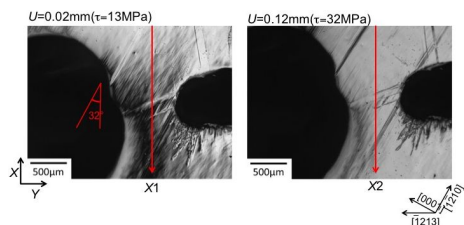


図15 試験のすべり線

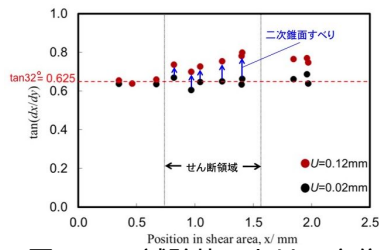


図 16 試験片における変位分布

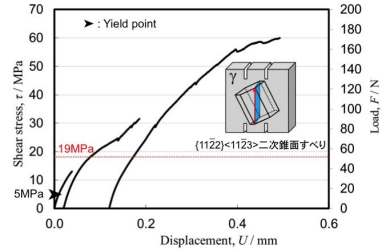


図 17 試験片のせん断応力-変位曲線

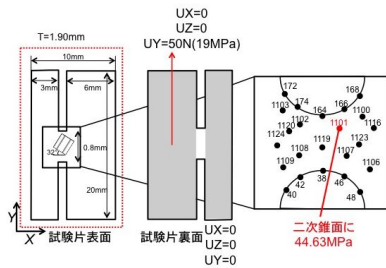


図 18 試験片のせん断応力分布

図 19 に 試験片のすべり線を示す．せん断部には底面すべりとそれに直行する柱面すべりのすべり線が生じていた．図 20 より 68MPa で柱面すべりが活動したといえるが，すべり線とせん断方向が異なるため有限要素解析により柱面に作用する応力を求めた．その結果，約 230MPa の圧縮応力で柱面すべりが活動しており，柱面すべりの CRSS は 81MPa と見積もられた．なお 1 次錐面 c+a すべりは観察されなかった．この試験では，すべり面には最大 187MPa のせん断応力が作用しており，1 次錐面 c+a すべりの CRSS はそれ以上であると考えられる．

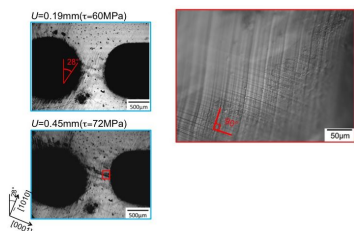


図 19 試験片におけるすべり線

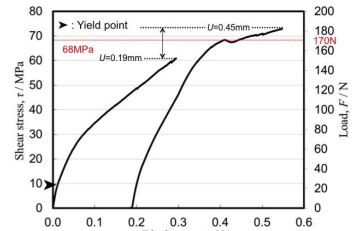


図 20 試験片のせん断応力-変位曲線

試験片のすべり線を図 21 に示す．この場合，せん断方向に平行なすべり線が観察された．しかし 1 次錐面および底面のいずれが活動しても同じ方向にすべり線が現れることになる．そこで図 22 に示すように，切欠底を観察したところ，22° および 90° のすべり線が観察され，それぞれ底面および 1 次錐面 a すべりに対応することがわかった．図 23 のせん断応力-変位曲線では 13MPa および 29MPa に変曲点が見られるが，試験片では，底面すべりは 0.7MPa 程度で活動したことから 13MPa で 1 次錐面 a すべりが活動したと判断した．試験片同様，応力集中を見積もると 1 次錐面 a すべりの CRSS は 30MPa と見積もることができた．

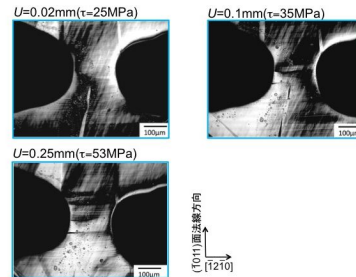


図 21 試験片のすべり線

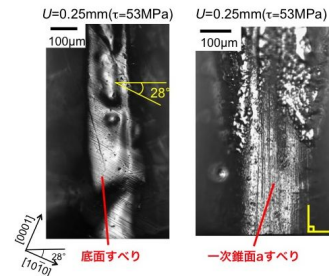


図 22 試験片の切欠底におけるすべり線

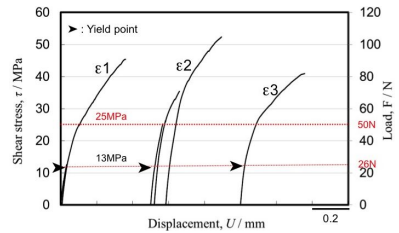


図 23 試験片のせん断応力-変位曲線

試験片の結果を図 24 に示す．この場合，2MPa で降伏を示した．また図 25 に示すように，降伏時から，せん断方向に平行な {10-12} 双晶が発生していた．その時の応力を解析した結果，双晶の CRSS は 4.8MPa と見積もられ，これは文献とほぼ等しい値であった．

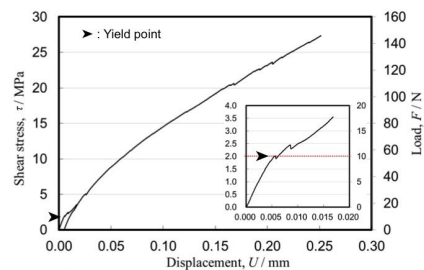


図 24 試験片のせん断応力-変位曲線

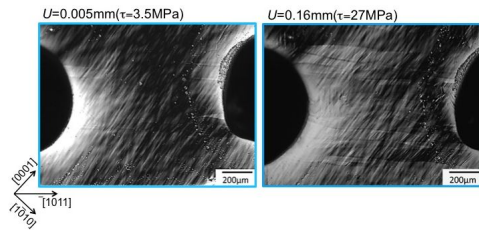


図 25 試験片の{10-12}双晶

#### 4.3 各すべり系の CRSS

純チタンでは柱面すべりは、純粋せん断ではすべりの活動は起こらなかったが、切欠先端で生じた柱面すべりの CRSS は文献値と良い一致を示した。底面すべりには 90MPa 以上の高い応力が必要であると見積もられた。

純マグネシウムにおいて、底面すべり、2次錐面すべりおよび{10-12}双晶については引張試験等で得られた CRSS と一致し、改良した純粋せん断試験の妥当性が確認できた。また試験片の形状係数は 2.36 となった。柱面すべりは負荷的な圧縮応力で発生し、その CRSS は 80MPa であった。報告例がない 1 次錐面 a すべりの活動が観察され、その CRSS は 30MPa であった。1 次錐面 c+a すべりの活動は観察されず、CRSS は 187MPa 以上の高い値であると予想される。

従来の引張や圧縮試験では、1 次錐面すべりの活動は観察されていないことから、このようなすべりが観察できたことは、本純粋せん断試験の利点であるといえる。

合金単結晶を作製し、添加元素の影響を調査する予定であったが、せん断試験法の改良と解析に時間を要したため実施することができなかった。

#### 5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕(計 3 件)

1. Kazutaka Fukuda, Yuta Koyanagi, Masayuki Tsushida, Hiromoto Kitahara, Tsuyoshi Mayama and Shinji Ando, Activation stress for slip systems of pure magnesium single crystals in pure shear test, Materials Transactions, 査読有, Vol.58, 2017, 587-594
2. Kazutaka Fukuda, Yuta Koyanagi, Masayuki Tsushida, Hiromoto Kitahara, Tsuyoshi Mayama and Shinji Ando, Activation stress of slip systems in pure magnesium single crystals by using pure shear test, Proceedings of PRICM9, 査読有, 2016, 794-796.
3. 福田一貴, 小柳佑太, 津志田雅之, 北原弘基, 眞山剛, 安藤新二, 純粋せん断による純マグネシウム単結晶におけるすべり系の活動応力の評価, 日本金属学会誌, 査読有, 80 巻, 2016, 334-449.

〔学会発表〕(計 8 件)

1. 安藤新二, 小柳佑太, 福田一貴, 津志田雅之, 眞山剛, 北原弘基, せん断試験を用

いた純マグネシウムのすべり系および双晶系の CRSS の評価, 日本金属学会 2017 年(第 161 回)秋期講演大会, 北海道大学(北海道札幌市)

2. 安藤新二, 福田一貴, 津志田雅之, 北原弘基, 眞山剛, せん断試験による Mg 単結晶におけるすべり系および双晶系の CRSS の評価, 日本材料学会第 66 期学術講演会, 2017 年 5 月 26 日, 名城大学(愛知県名古屋市)
3. Kazutaka Fukuda, Yuta Koyanagi, Masayuki Tsushida, Hiromoto Kitahara, Tsuyoshi Mayama and Shinji Ando, Activation stress of slip systems in pure magnesium single crystals by using pure shear test, PRICM9, 2016 年 8 月 1 日, 京都国際会議場(京都市)
4. 小柳祐太, 津志田雅之, 北原弘基, 安藤新二, 純 Mg 単結晶における純粋せん断試験片の形状検討, 平成 28 年度日本金属学会・日本鉄鋼協会・軽金属学会九州支部合同学術講演会, 2016 年 6 月 11 日, 九州大学(福岡県春日市)
5. 安藤新二, 小柳祐太, 福田一貴, 津志田雅之, 北原弘基, 眞山剛, 純粋せん断試験による hcp 金属のすべり系の CRSS の評価, M&M2015, 2015 年 11 月 21 日, 慶応義塾大学(神奈川県横浜市)
6. 福田一貴, 津志田雅之, 眞山剛, 北原弘基, 安藤新二, 純粋せん断による純マグネシウム単結晶におけるすべり系の活動応力の評価, 日本金属学会 2015 年(第 157 回)秋期講演大会, 2015 年 9 月 16 日, 九州大学(福岡県福岡市)
7. 福田一貴, 津志田雅之, 北原弘基, 安藤新二, 純粋せん断試験による純マグネシウムにおける非底面すべりの活動応力, 平成 27 年度日本金属学会・日本鉄鋼協会・軽金属学会九州支部合同学術講演会, 2015 年 6 月 6 日, 北九州国際会議場(福岡県北九州市)
8. 森貴志, 津志田雅之, 北原弘基, 安藤新二, HCP 金属単結晶の純粋せん断試験における各すべり系の活動性の評価, 金属学会 156 回春期講演大会, 2015 年 3 月 18 日, 東京大学(東京都)

〔その他〕

ホームページ等

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

#### 6. 研究組織

##### (1) 研究代表者

安藤 新二 (ANDO, Shinji)

熊本大学・先進マグネシウム国際研究センター・教授

研究者番号: 4 0 2 2 2 7 8 1

##### (2) 研究分担者

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: 5 0 3 9 7 6 5 0