

科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 27 年 6 月 10 日現在

機関番号：17401

研究種目：若手研究(B)

研究期間：2013～2014

課題番号：25870556

研究課題名(和文)単結晶を用いたECAPに伴うHCP金属の変形挙動の解明

研究課題名(英文)Deformation Behavior of Single Crystalline HCP Metals by a Single Pass of ECAP

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) 3,400,000円

研究成果の概要(和文)：金属材料の更なる高強度化を目的として、巨大ひずみ加工による結晶粒微細化に関する研究が行われている。しかしながら、六方晶(HCP)金属における変形挙動については明らかになっていない点が多い。そこで本研究では、HCP単結晶(純Mgと純Zn)を用い、その変形挙動を詳細に調査した。

純Mgと純Znの結晶粒微細化には、双晶発生の有無が大きく影響することが分かった。双晶が発生できる場合には、従来の知見通り、双晶変形が大きな役割を担う。一方で、双晶が発生できない場合、純Mgは変形できず破断する。純Znでは、キンク変形が生じ、その界面で再結晶が生じることで、結晶粒が微細化することが明らかとなった。

研究成果の概要(英文)： In a field of metallic structural materials, studies on the grain refinement using the severe plastic deformation process have been much studied for further strengthening. However, the deformation behavior of metals with a hexagonal close packed (HCP) structure has not been completely cleared yet. In this study, the deformation behavior of HCP single crystals: pure Mg and Zn was investigated in detail.

Experimental results reconfirmed that the twinning is key for the grain refinement when twins can occur. On the other hand, when twins cannot occur, Mg fractures without large deformation. Kink deformation occurs in the deformed pure Zn single crystals, and then new grains with different orientation generate at kink boundaries, i.e. the grain refinement progresses through the recrystallization at kink boundaries.

研究分野：構造材料物性学

キーワード：金属物性 双晶変形 キンク変形

1. 研究開始当初の背景

90年代後半より、金属材料の更なる高強度化を目的として、 $1\mu\text{m}$ 以下の平均結晶粒径を有する超微細粒材料に関する研究が世界的に行われている。超微細粒材料を作製する方法として、相当ひずみ 4.0 以上のひずみを材料に付与できる巨大ひずみ加工法が複数考案されている。巨大ひずみ加工の一種である ECAP (equal-channel angular pressing) は、L 字型の流路を有する金型に、試料を押し通すことで、角部で材料に単純せん断が導入される。試料形状は、加工前後で変化がないため、これを繰り返すことで、材料中に巨大なひずみを導入でき、超微細粒材料の作製が可能となる。

Al、Cu、Fe 等の立方晶系金属材料では、巨大ひずみ加工により、その平均粒径が 200nm 前後まで微細化することが知られている。立方晶系金属においては、材料ごとのすべり系の違いがほとんどなく、結晶粒内に新たなバウンダリが導入する grain subdivision (粒の分断) によって結晶粒の微細化が進むと考えられている。

一方、最密六方晶 (HCP) 構造を有する材料では、巨大ひずみ加工材の平均粒径は立方晶系金属に比べ小さく、例えば Ti や Mg の場合、100nm 以下まで微細化が可能であることが明らかになっている。[文献,] これは、HCP 材料の変形過程では、双晶が大きく寄与するためと考えられるが、その微細化過程は明らかになっていない。また、HCP 金属では、双晶の活動方向が c/a 比に依存して異なることが知られており、Mg (c/a 比 : 1.624) では c 軸圧縮、Zn (c/a 比 : 1.856) では c 軸引張により $\{10\bar{1}2\}$ 双晶が発生する。

結晶粒微細化過程に関する研究では、まずは粒界の影響が皆無である単結晶を用いることが有効である。これまでに、Al、Cu、Ni 等の立方晶単結晶からの巨大ひずみ加工による研究は行われているが、HCP 単結晶からの結晶粒微細化過程に関する研究は皆無である。

2. 研究の目的

本研究では、初期方位の異なる種々の HCP 単結晶 (純 Mg と純 Zn) に対して、室温と高温において 1pass の ECAP を施し、HCP 金属の組織変形過程 (結晶粒微細化および集合組織形成過程) を明らかにすることを目的とした。

3. 研究の方法

(1) 純 Mg 単結晶

初期方位の異なる 2 種類の純 Mg 単結晶試験片を用意した。Figure 1 に各試験片の初期方位を示す。試験片寸法は、 $4\text{mm} \times 4\text{mm} \times 8\text{mm}$ とした。ECAP は、試験温度を 573K で、押出速度 $1.7 \times 10^{-3}\text{mm/s}$ 、潤滑の条件で行った。すべり線および双晶の解析は、光学顕微鏡および SEM/EBSD により行った。

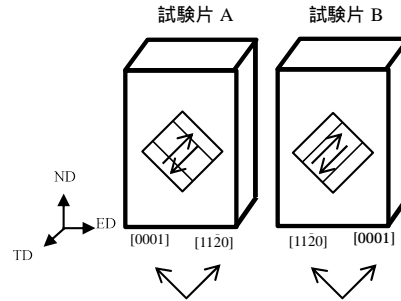


Fig.1 初期方位の異なる 2 種類の Mg 単結晶。

(2) 純 Zn 単結晶

Figure 2 に、試験片形状と 3 種類の初期方位を示す。方位 A は、ND 圧縮により $\{10\bar{1}2\}$ 双晶が発生し、方位 B は、ND 圧縮で $\{10\bar{1}2\}$ 双晶が発生しない。方位 C は、 c 軸の向きが方位 A と方位 B の中間である。試験片の形状は $4\text{mm} \times 4\text{mm} \times 20\text{mm}$ である。各方位に対して複数本の試験片を用意し、組織変化を系統的に調査した。ECAP は、室温において押込速度 $8.3 \times 10^{-5}\text{m/s}$ 、潤滑の条件で 1pass 行った。

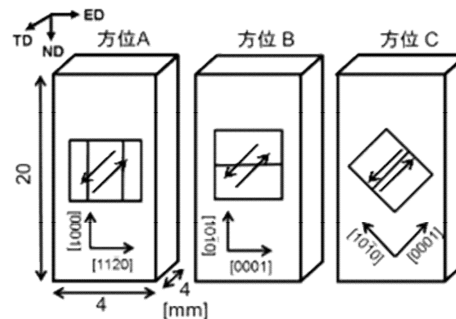


Fig.2 初期方位の異なる 3 種類の純 Zn 単結晶。

組織観察は、TD 面を光学顕微鏡および SEM/EBSD により行った。

4. 研究成果

(1) 純 Mg 単結晶

Figure 3 は、試験片 B の研磨前と研磨後の光学顕微鏡写真である。Figure 3(a)と(b)より、底面すべりと思われるすべり線 (Fig.3(a)黒線) と双晶 (Fig.3(b)黒枠内) が観察された。EBSD 解析の結果、この双晶は $\{10\bar{1}2\}$ 双晶であった。試験片全体における双晶の発生量は少なかったため、主な結晶方位の変形機構は、すべり変形によるものと推察される。また、試験片 A でも同様の変形機構であった。Figure 3(b)の黒枠の範囲において、結晶粒が観察された。この結晶粒は、せん断面を通過する前に双晶内で再結晶したものと考えられる。異なる初期方位にも関わらず、試験片 A と B の最終方位の c 軸は、ND に平行であった。この結果は、623K で ECAP を 1pass 施した純 Mg 多結晶材 [] の c 軸方向と一致していた。このことから、純 Mg 多結晶材で形成される

集合組織は、主にすべり変形によって形成されると推察される。

先行研究として一部行われた、室温で同様の実験を行った結果、室温における方位変化は、底面すべりと{10-12}双晶によって生じること、双晶内で再結晶が生じることが明らかになっている。[] 室温との結果と比較すると、ECAPの試験温度が最終方位に与える影響は小さいことが明らかとなった。

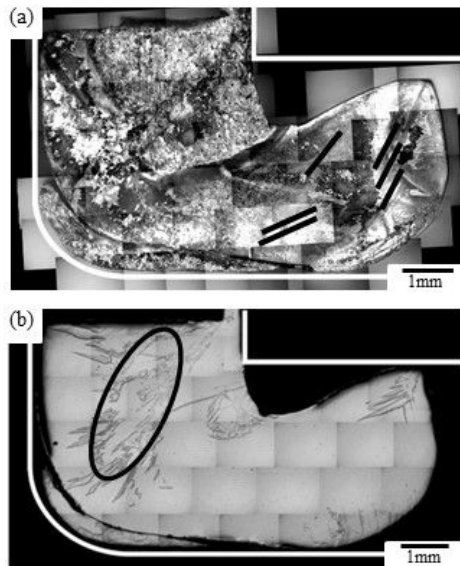


Fig.3 試験片 B の(a)研磨前と(b)研磨後の光学顕微鏡写真。(a)の黒線はすべり線の向きを示し、(b)の黒棒は結晶粒の発生した位置を示す。

(2) 純 Zn 単結晶

初期方位の異なる 3 種類の純 Zn 単結晶に対して、室温で ECAP(equal channel angular pressing)を施し、その変形組織を調査した。

方位 A と C では、試験片が ECAP の理論せん断面 (theoretical shear plane) の通過前にも関わらず、試験片全体に多数の{10 $\bar{1}2$ }双晶が発生することが分かった。これは、せん断面の通過前において、c 軸圧縮応力が加わったためと考えられる。一方、方位 B では、ND 圧縮により{10-12}双晶は幾何学的に発生しない。Figure 4 に、せん断面通過後の(a)方位 A、(b)方位 B および(c)方位 C の光学顕微鏡写真を示す。方位 A と C では、ECAP 初期に観察された双晶は観察されず、試験片全体において、ほぼ等軸の結晶粒が多数観察された。純 Zn の再結晶温度は、15~50 []であることから、双晶内や双晶界面で再結晶が生じたと考えられる。方位 B では、前述したように、せん断面通過前において、双晶および再結晶粒が生じていないことが Fig.4 (b)からも分かる。一方で、せん断面通過後の領域では、キンク変形が生じ、キンク帯に沿って、再結晶粒が観察された。

せん断面通過後の結晶方位を確認するために、EBSD 解析を行った。方位 A と C では、c 軸がせん断方向に対して垂直に配向した。これは、{10-12}双晶により生じた再結晶粒内部で、底面すべりが活動し、せん断方向に底面が揃ったためと考えられる。一方、方位 B では、再結晶粒がキンク帯で観察されるものの、多くの場所において、初期方位が ECAP ダイスに沿って回転しただけであり、TD 面の方位は初期方位のそれと同じであった。

以上の結果から、純 Zn においても、{10-12}双晶は確かに結晶粒微細化と方位回転に大きく寄与することが明らかとなった。一方で、双晶が発生しない場合は、キンク変形が結晶粒微細化と方位変化に寄与することが明らかとなった。

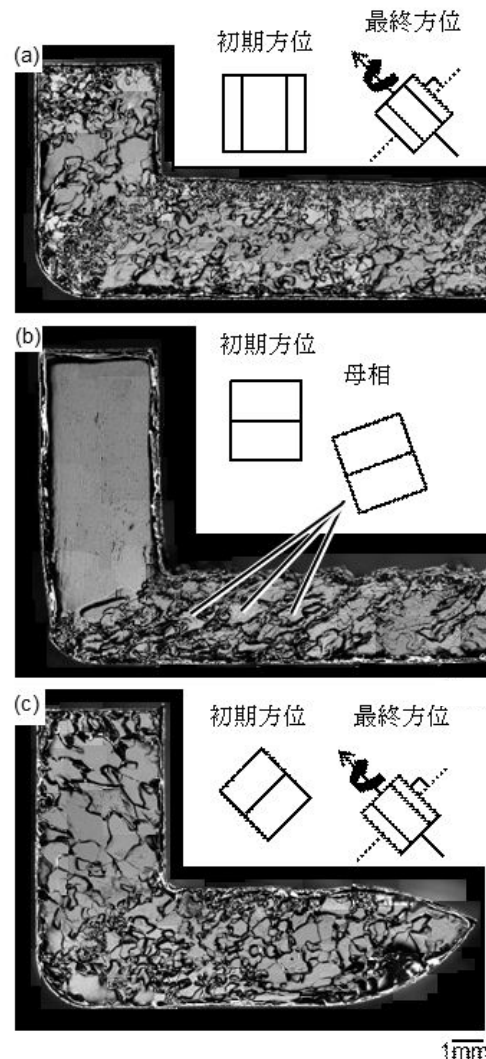


Fig.4 せん断面通過後の(a)方位 A、(b)方位 B および(c)方位 C の光学顕微鏡写真。最終方位の矢印は、c 軸の向き、点線はせん断方向を示す。

(3) HCP 金属の組織微細化と方位変化

純 Mg 単結晶の結果から、Mg の組織微細化と結晶方位変化は、{10-12}双晶が大きく寄与することが分かった。また、純 Zn 単結晶の結果においても、{10-12}双晶が、結晶粒微細化と方位回転に大きく寄与することが分かった。一方で、{10-12}双晶が発生しない場合、純 Mg 単結晶は室温で破断するが、純 Zn では、キンク変形が生じることで、再結晶に伴う、結晶粒微細化と方位変化が生じることが分かった。以上のことから、同じ hcp 金属においても、変形に伴う組織微細化や方位変化は大きく異なることが明らかとなった。

< 引用文献 >

H.Kitahara, S.Matsushita, M.Tsushida, S.Ando, Mater. Trans. Vol. 54, (2013) pp. 528-531.

H.Kitahara, T.Yada, F.Hashiguchi, M.Tsushida, S.Ando, Surf. Coat. Tech., Vol. 243, (2014) pp.28-33.

W.M. Gan, M.Y. Zheng, H.Chang, X.J. Wang, X.G. Qiao, K. Wu, B. Schwebke, H.-G. Brokmeier: J. Alloys. Comp., 470(2009), 265.

H.Kitahara, F.Maruno, M.Tsushida, S.Ando, Mater. Sci. Eng. A Vol. 590, (2014) pp.274-280

大河原薫, 室井良一, 表面化学, 第 26 巻, 第 3 号, 165-170 (2005).

5 . 主な発表論文等

[雑誌論文] (計 1 件)

H.Kitahara, F.Maruno, M.Tsushida, S.Ando, Mater. Sci. Eng. A Vol. 590, (2014), 査読有, pp.274-280, Deformation behavior of Mg single crystals during a single ECAP pass at room temperature
DOI : 10.1016/j.msea.2013.10.025

[学会発表] (計 5 件)

H.Kitahara, F.Maruno, M.Tsushida, S.Ando, Structure of Mg Single Crystals Deformed by ECAP, 8th Pacific Rim International Congress on Advanced Materials and Processing (PRICM-8), Hawaii (2013 年 8 月 7 日)

H.Kitahara, F.Maruno, M.Tsushida, S.Ando, Deformation Behavior of Pure Mg Single Crystals through ECAP Die, MS&T/COM2014, Montreal (2013 年 10 月 28 日)

H.Kitahara, F.Maruno, M.Tsushida, S.Ando, Investigation of deformation behavior of Mg single crystals under an ECAP pass, Thermec2013, Las Vegas (2013 年 12 月 4 日)

長野 恵祐, 津志田 雅之, 北原 弘基, 安藤 新二, 熱間 ECAP による純 Mg 単結晶の結晶方位の変化, 日本金属学会 2015 年春期講演大会, 東京大学 (2015 年 3 月 18 日)

松尾 優大, 津志田 雅之, 北原 弘基, 安藤 新二, 室温 ECAP における純 Zn 単結晶の結晶粒微細化過程と方位回転に及ぼす {1012} 双晶の効果, 日本金属学会九州支部 日本鉄鋼協会九州支部 軽金属学会九州支部 熊本市 合同学術講演大会, 北九州国際会議場 (2015 年 6 月 6 日)

6 . 研究組織

(1) 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

(2) 連携研究者

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