

平成21年3月31日現在

研究種目：基盤研究(B)

研究期間：2006～2008

課題番号：18360325

研究課題名（和文） マグネシウム合金の変形と破壊に及ぼす変形双晶の役割

研究課題名（英文） Role of Deformation twinning on the deformation and fracture of magnesium alloys

研究代表者

小池 淳一(KOIKE JUNICHI)

東北大学・大学院工学研究科・教授

研究者番号：10261588

研究成果の概要：圧延したマグネシウム合金の室温引張変形中に形成される変形双晶において、変形初期に形成される  $\{10\text{-}12\}$  双晶、ならびに変形後期に形成される  $\{10\text{-}11\}$  双晶、 $\{10\text{-}13\}$ - $\{10\text{-}12\}$  二重双晶は、顕著な表面起伏を伴わない。また、 $\{10\text{-}11\}$ - $\{10\text{-}12\}$  二重双晶も一次・二次双晶のせん断面が異なる場合は顕著な表面起伏を伴わない。一方で、せん断面が同じ  $\{10\text{-}11\}$ - $\{10\text{-}12\}$  二重双晶だけが局所的大変形を生じて顕著な表面起伏を伴い、破壊起点になることが明らかになった。

交付額

(金額単位：円)

	直接経費	間接経費	合計
2006年度	5,600,000	1,680,000	7,280,000
2007年度	5,100,000	1,530,000	6,630,000
2008年度	4,300,000	1,290,000	5,590,000
年度			
年度			
総計	15,000,000	4,500,000	19,500,000

研究分野：材料化学

科研費の分科・細目：材料工学・構造・機能材料

キーワード：マグネシウム、変形、双晶、破壊

## 1. 研究開始当初の背景

マグネシウム合金は次世代軽量構造材料として注目されているものの、プレス成形などの二次成形性に難点がある。また、室温で一軸引張試験を行った場合に、10～20%の破断伸びを示すにも拘わらず、絞り量が非常に小さく、巨視的には脆性破壊のような破壊形態を示す。このような成形性の欠如や脆性的破壊の原因として、変形中に形成される双晶の関与を示唆する結果が多く報告されている。例えば、変形後期に双晶が形成されると、

双晶内部で多数の転位がすべる結果、局部変形が生じ、母相とのひずみの不一致から発生する応力集中によって破壊が生じるとする仮説がある。一方で、変形初期に双晶が形成された場合には、双晶界面が非常に動き易く、外力の負荷・除荷に伴って双晶幅の拡大と収縮が擬弾性変形を生じる原因になるという最近の実験結果もある。このように、マグネシウム合金の双晶は、ある場合には付加的な変形機構となり延性向上に寄与するが、別の場合には局所変形を促して延性を低下

させる原因となる。

マグネシウム合金の双晶に関しては、変形機構とは別に結晶学的な観点から研究が行なわれ、多くのタイプが形成されることが報告されている。しかし、これらの双晶が上述した変形と破壊に及ぼす影響については明らかになっていない。また、形成される双晶のタイプは結晶配向性、応力負荷方向、変形温度などに依存することが定性的にわかっているが、それぞれの双晶の形成原因と変形・破壊に及ぼす役割に関する明確な知見は得られていない。

## 2. 研究の目的

マグネシウム合金多結晶材料を変形し、変形中に形成される双晶タイプを決定し、それぞれの双晶が変形と破壊に及ぼす影響を個別に明らかにして、延性向上の指針を構築することである

## 3. 研究の方法

試料には AZ31 マグネシウム合金 (Mg-3Al-1Zn, 重量%) の圧延板を用いた。この合金は汎用性が高い材料であるだけでなく、粒界や粒内に析出物を形成しないため、変形と破壊機構の担い手としては、転位と変形双晶に限定することができて好都合である。試料は 300°C~500°C の温度範囲において熱処理を行い、種々の結晶粒径を有する試料を得た。試料は圧延方向を引張軸にするように切り出して引張試験片とした。引張変形は室温において初期ひずみ速度が  $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  となる条件で行った。ひずみ量が 5, 10, 15% あるいは破断伸び (22~24%) において試験を中断し、表面組織および内部組織の観察を解析を行った。

表面組織観察は収束イオンビーム顕微鏡 (FIB) を用いて行った。この観察において表面起伏が観察された場合は、着目する場所を FIB で加工して断面観察用の薄片とした。この試料は透過電子顕微鏡 (TEM) によって断面組織観察に供されるとともに、電子線回折法によって表面起伏下部に形成された組織の結晶学的情報を解析し、双晶タイプを決定した。

## 4. 研究成果

Fig. 1(a) に 5% 変形後の試料表面組織を示す。明瞭な表面起伏が観察できなかったために表面を少し腐食した。その結果、図に示すようにレンズ状の双晶が数多く観測された。実線部を断面加工し (b) の TEM 像、(c) の回折パターンを得た。表面起伏はなく、断面形状もレンズ状であること、および双晶界面で底面は  $\langle 1-210 \rangle$  方向を軸に  $86^\circ$  回転していることが判明した。このような角度関係を有

する双晶は  $\{10-12\}$  双晶である。

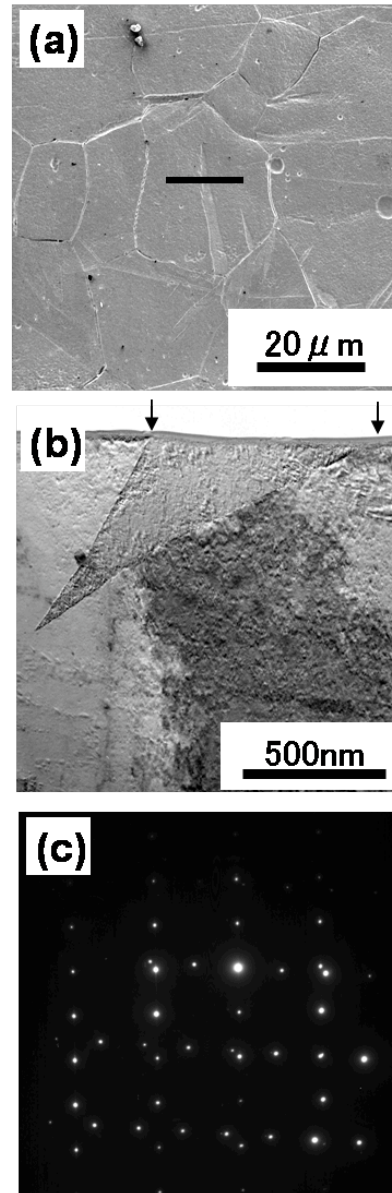


Fig. 1 公称ひずみ量 5% 変形後の試料。(a) FIB による表面組織、(b) TEM による断面組織、(c) 双晶を含む領域の電子線回折図形

Fig. 2(a) に 10% 変形後の試料表面組織を示す。この場合は腐食をすることなしに細い線状の双晶が観察された。この細い双晶を含む領域を断面加工して (b) に示す TEM 像を得た。表面には著しい起伏が形成されていないことがわかった。また、断面形状は薄いプレート状であり、双晶界面を含む領域からの回折パターン (c) から底面は  $\langle 1-210 \rangle$  方向を軸に  $56^\circ$  回転していた。このような角度関係を有する細い双晶は  $\{1011\}$  双晶であり、著しい表面起伏は伴わないことが判明した。

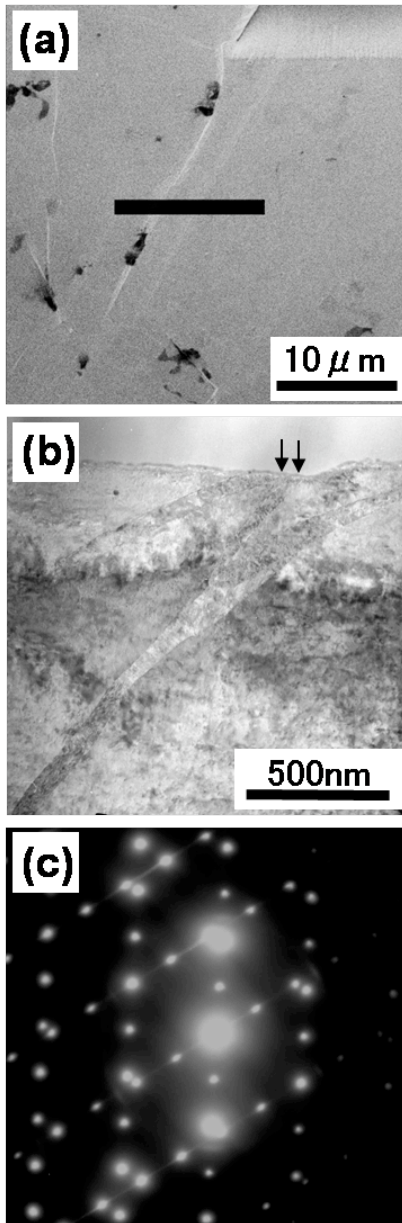


Fig. 2 公称ひずみ量10%変形後の試料。  
(a)FIBによる表面組織、(b)TEMによる断面組織、(c)双晶を含む領域の電子線回折図形

Fig. 3(a)に15%変形後の試料表面組織を示す。大変形によるクラックと表面起伏を伴った太い双晶が観察された。この表面起伏を伴う実線部分を断面TEM観察した結果を(b)に示す。表面起伏は連続的に傾斜しており、起伏の下部には双晶が形成されていることがわかった。この領域の回折パターン(c)から底面は $\langle 1-210 \rangle$ 方向を軸に $37^\circ$ 回転しており、双晶界面と母相の底面とは $54^\circ$ の角度をなすことがわかった。底面の回転角度のみに注目すると $\{30-34\}$ 双晶の $34.69^\circ$ や、 $\{30-32\}$ 双晶の $39.16^\circ$ に近い。しかし、そのときの双晶界面はそれぞれ $17.35^\circ$ 、 $70.42^\circ$ となり

$54^\circ$ にはならない。また、双晶界面にのみ注目すると $\{30-34\}$ 双晶に近い。 $\{30-34\}$ 双晶はこれまでの研究でも存在は示唆されてきたが、底面の回転角度が $70.86^\circ$ となり、観察結果とは大きく異なる。さらに底面は双晶界面を境にして非対称であり、このことから上記の双晶タイプは該当しないことが明らかである。一方で $\{30-34\}$ 双晶は見かけの界面指数が $\{30-34\}$ であり、実質的には多重双晶であるという報告がある。Reed-Hillは単結晶の変形後に形成された双晶とすべり線をトレース解析し複雑な内部構造を有する

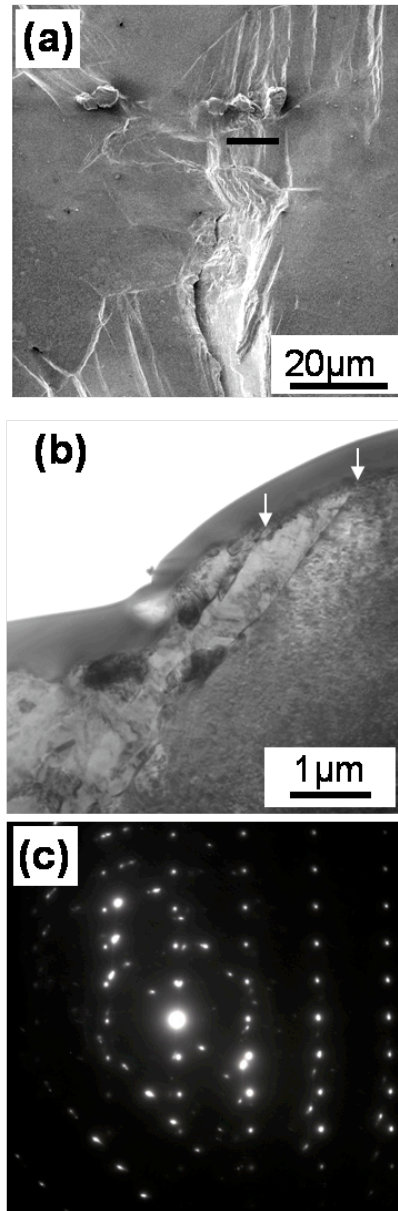


Fig. 3 公称ひずみ量15%変形後の試料。  
(a)FIBによる表面組織、(b)TEMによる断面組織、(c)双晶を含む領域の電子線回折図形



双晶を報告している。これは初期双晶として {10-11} 双晶が生じ、その内部に {10-12} 双晶が生じる二次双晶である可能性を示唆している。この二重双晶が形成されると底面は {10-11} 双晶によって  $56.17^\circ$  回転され、その後 {10-12} 双晶によって  $86.28^\circ$  回転されることになる。その結果、二重双晶内の底面は母相と  $37.55^\circ$  の傾きをなす。これらの角度関係は本実験で得た結果とよく合致する。よって、Fig. 3 における双晶は {10-11}-{10-12} 二重双晶である。Fig. 3 の他に著しい表面起伏を有する約 20 個の異なる領域において同様の観察と解析を行なったが、すべての場合においてこの {10-11}-{10-12} 二重双晶が存在することが明らかになった。

Fig. 4(a) に破断時の試料表面組織を示す。中央右側の \* 印で示す部分はすでにクラックとなった双晶が観察される。しかし、その左側には未だ顕著な表面起伏に至っていない双晶が存在している。この双晶について実線部を断面加工し、TEM 観察を行なうと Fig. 4(b) のようになっていた。図面右上から斜めに観察される白いコントラストの双晶はクラックを形成した双晶であり、それは {10-11}-{10-12} 二重双晶であった。その左側にある複数の双晶は複雑な組織を呈しており、点線部を拡大して Fig. 5(a) に示す。双晶境界が明確に区別できるように模式図を Fig. 5(b) に示し、各領域を左から A, B, ... F とする。また、数字をふった境界部から得た回折パターンの解析結果に基づいて、それぞれの領域の底面配置を破線で示す。D は母相 F に対して {10-11} 双晶であった。また、E は D に対して {10-12} 双晶であった。以上から、E は母相 F に対して {10-11}-{10-12} 二重双晶であり、二重双晶形成過程を結晶学的に明らかにできた。

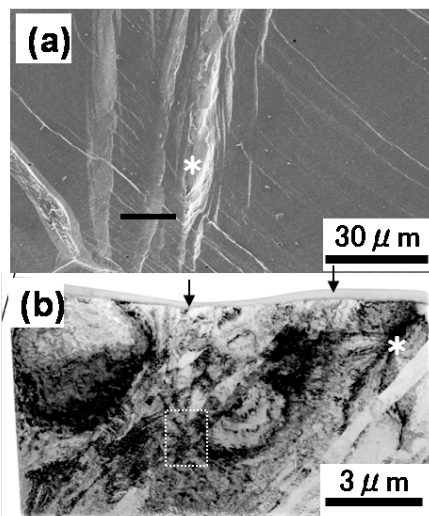


Fig. 4 破断ひずみ量 22% 変形後の試料。(a) FIB による表面組織、(b) TEM による断面組織

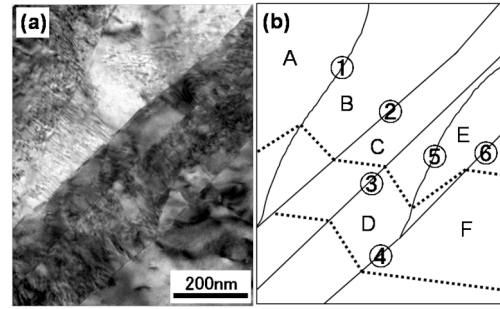


Fig. 5 (a) 破断試料組織 Fig. 4 (b) の部分を高倍率で観察した断面 TEM 像 (b) 双晶界面と底面トレースの配列を示す模式図

二重双晶の形成要因については、双晶のせん断ひずみから説明できる。{10-11} 双晶と {10-12} 双晶はそのせん断ひずみの大きさが 0.137, 0.130 とほぼ等しく、またその方向も逆である。よって、二つの双晶せん断ひずみを合成するとお互いが相殺して非常に小さいせん断ひずみ ( $\gamma = 0.04$ ) になる。つまり、初期双晶として形成された {10-11} 双晶のせん断ひずみを打ち消すように {10-12} 双晶がその内部に形成されていると考えられる。

では、なぜ非常に大きな表面起伏を形成し、早期破断に導くようなクラックとなるのかについて、これまでの他の研究もふまえて考察する。

既に吉永や Reed-Hill らによって提唱されているように、双晶内部に局在化した底面すべりを考える。この底面すべりによって双晶界面で転位が堆積して応力集中が生じるとする。双晶界面に堆積する転位数と応力集中は双晶内の底面の長さに比例する。このとき、Fig. 4 で示したように {10-11} 双晶は非常に薄いプレート状であり、双晶内を横断する底面は短い。このため、表面起伏に至るような大変形をするにはすべり距離が充分でなかった可能性がある。しかし、堆積転位の応力集中によって {10-12} 双晶を誘起するには充分であり、{10-11} 双晶の内部に {10-12} 双晶が形成されて二重双晶になったと考えられる。二重双晶になると双晶は太く成長するが、たとえ {10-11} 双晶と同じ厚さだとしても双晶内部を横断する底面は約 3 倍の長さになる。ゆえに、より大きいせん断変形が生じるとともに、界面における大きい応力集中の支援があり、局所的な大変形の結果として表面起伏が形成されると考える。この大変形が継続的に生じるとすると、双晶界面におけるひずみの不一致が十分に大きくなり、クラックの形成とその後の破断に至ると考える。実際に Barnett らは二重双晶の界面においてマイクロボイドの存在を報告している。この場合

は界面での転位堆積の結果としての Zener 型のクラック形成機構が示唆される。しかし、二重双晶内での局部変形がクラック形成に至る過程について不明な点は多く、今後の詳細な研究の必要がある。

#### 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 4 件)

- ① 小池淳一、マグネシウム合金の室温変形機構—変形双晶に注目して—、軽金属学会誌、印刷中 (2009)、査読有
- ② 安藤大輔、小池淳一、Microstructural investigation of twins under the fracture surface in AZ31 magnesium alloys, Magnesium Technology 2009, 印刷中 (2009)、査読有
- ③ 小池淳一、佐藤優典、安藤大輔、Origin of anomalous {1012} twinning during tensile deformation of Mg alloy sheet, Materials Transaction, 49, 2792-2800 (2008)、査読有
- ④ 安藤大輔、小池淳一、AZ31 マグネシウム合金における変形誘起表面起伏と二重双晶の関係、日本金属学会誌, 71, 684-687 (2007)、査読有 (若手講演論文賞)

[学会発表] (計 22 件)

- ① 安藤大輔、小池淳一、AZ31 マグネシウム合金における二重双晶によるクラック形成過程の観察、日本金属学会 2009 年春期大会 (東京, 2009/3/30)
- ② 小池淳一、変形双晶と機械的信頼性、日本金属学会 2009 年春期大会 (東京, 2009/3/29) (基調講演)
- ③ 安藤大輔、小池淳一、Microstructural investigation of twins under the fracture surface in AZ31 magnesium alloys, TMS 2009 Annual Meeting, (San Francisco, USA, 2009/2/18)
- ④ 小池淳一、安藤大輔、マグネシウム合金における変形双晶の重要性、軽金属学会秋期大会 (東京, 2008/11/16) (基調講演)
- ⑤ 安藤大輔、須藤祐司、安藤大輔、小池淳一、マグネシウム合金における破壊基点となる双晶タイプ、軽金属学会秋期大会 (東京, 2008/11/16)
- ⑥ 小池淳一、安藤大輔、Strain accommodation twins and failure initiation twins in magnesium alloys, MagNET Workshop (Vancouver, Canada, 2008/11/7) (招待講演)
- ⑦ 藤山直人、安藤大輔、須藤祐司、小池淳一、小池淳二、微小ひずみ領域における AZ31 マグネ

シウム合金の変形挙動、日本金属学会 2008 年秋期大会 (熊本, 2008/9/25)

- ⑧ 安藤大輔、藤山直人、須藤祐司、小池淳一、日本金属学会 2008 年秋期大会 (熊本, 2008/9/25)
- ⑨ 小池淳一、安藤大輔、Formation mechanisms of {1012} twins in Mg alloys during a-axis tension, Materials Science and Engineering Conference (Nurnberg, Germany, 2008/9/2)
- ⑩ 小池淳一、安藤大輔、Deformation mechanisms of Mg alloys at ambient temperature, NIMS Week (Tsukuba, 2008/7/26) (招待講演)
- ⑪ 小池淳一、安藤大輔、Deformation twinning for stress accommodation and failure initiation in Mg alloys, International Materials Research Congress (重慶、中国, 2008/6/9) (招待講演)
- ⑫ 安藤大輔、小池淳一、AZ31 マグネシウム合金の破断面の組織学的形態と内部双晶タイプの関係、日本金属学会 2008 年春期大会 (東京, 2008/3/27)
- ⑬ 小池淳一、マグネシウム合金の変形における双晶の役割、軽金属学会東北支部シンポジウム「軽金属構造材料の応用の可能性とその実際」(仙台, 2008/2/8) (招待講演)
- ⑭ 小池淳一、Deformation and Fracture mechanisms of magnesium alloys, Asian Forum on Light Metals & Exhibition (高雄、台湾, 2007/12/5) (招待講演)
- ⑮ 安藤大輔、小池淳一、AZ31 マグネシウム合金における変形双晶形成に及ぼす結晶粒径の影響、軽金属学会秋期大会 (千葉, 2007/11/10)
- ⑯ 小池淳一、安藤大輔、佐藤優典、宮村剛夫、Role of twinning on deformation mechanisms of Mg alloys, The 2nd Asian Symposium on Magnesium Alloys (福岡, 2007/10/3) (招待講演)
- ⑰ 安藤大輔、小池淳一、Relation between deformation-induced surface relief and double twinning in AZ31 Mg alloy sheets, The 2nd Asian Symposium on Magnesium Alloys (福岡, 2007/10/3) (ベストポスター賞)
- ⑱ 安藤大輔、小池淳一、AZ31 マグネシウム合金における結晶粒径と変形・破壊挙動の関係、日本金属学会 2007 年秋期大会 (岐阜, 2007/9/20)
- ⑲ 小池淳一、安藤大輔、佐藤優典、マグネシウム合金の転位すべり・変形双晶に着目した変形機構の粒径依存性、日本金属学会 2007 年秋期大会 (岐阜, 2007/9/20)
- ⑳ 小池淳一、Mg 合金の塑性変形異方性と変形・破壊機構の特徴、鉄鋼協会自主フォー

ラム（豊橋、2007/8/22）（招待講演）

②1 小池淳一、安藤大輔、宮村剛夫、Role of twinning on fracture in Mg alloys, Workshop on Advanced Magnesium Alloys and Their Applications（上海、中国、2007/8/2）（招待講演）

②2 小池淳一、Mg 合金の変形と破壊の微視的機構、第17回高性能Mg合金創成加工研究会（熊本、2007/7/20）（招待講演）

## 6. 研究組織

### (1) 研究代表者

小池 淳一（KOIKE JUNICHI）  
東北大学・大学院工学研究科・教授  
研究者番号：10261588

### (2) 研究分担者

根石 浩司（NEISHI KOJI）  
東北大学・大学院工学研究科・助教  
研究者番号：00404020

### (3) 連携研究者

### (4) 研究協力者

山崎 仁丈（YAMAZAKI YOSHIHIRO）  
カリフォルニア工科大学・大学院工学研究科・博士研究員