純マグネシウム単結晶における 曲げ変形の結晶方位依存性

北原 弘基¹ 津志田雅之² 安藤 新二^{3,*}

¹熊本大学パルスパワー科学研究所

²熊本大学工学部技術部

³熊本大学先進マグネシウム国際研究センター

J. Japan Inst. Met. Mater. Vol. 80, No. 1 (2016), pp. 102–107

Special Issue on Frontier Researches Related to Nano/Microstructure, Microstructure Control and Mechanical Properties of Materials

© 2015 The Japan Institute of Metals and Materials

Orientation Dependence of Bending Deformation Behavior in Magnesium Single Crystals

Hiromoto Kitahara¹, Masayuki Tsushida² and Shinji Ando^{3,*}

¹*Institute of Pulsed Power Science, Kumamoto University, Kumamoto 860–8555*

²*Faculty of Engineering, Kumamoto University, Kumamoto 860–8555*

³*Magnesium Research Center, Kumamoto University, Kumamoto 860–8555*

Magnesium single crystals with different orientations were applied to three-point bending tests, and the bending deformation behavior was investigated. When the basal plane is parallel to the neutral plane, the specimens deformed due to basal slips. The specimens show gull-shape after deformation. On the other hand, when the neutral plane and the axis were parallel to $(11\bar{2}0)$ and $[1\bar{1}00]$, the specimen deformed due to $\{10\bar{1}2\}$ twinning. However, it broke after a few percent of deformation, and then it showed V-shape. The specimen, whose neutral plane and axis are $(11\bar{2}0)$ and $[0001]$ also deformed due to basal slips. Relationship between bending yield stress of the specimens and CRSS of basal slip, or $\{10\bar{1}2\}$ twin was discussed.
[doi:10.2320/jinstmet.JB201515]

(Received August 31, 2015; Accepted November 13, 2015; Published December 11, 2015)

Keywords: *magnesium, single crystal, bending, basal slip, $\{10\bar{1}2\}$ twin*

1. 緒 言

環境保護やエネルギー消費の低減を目的として，自動車等の輸送機器の軽量化のために，マグネシウム合金の利用が検討されている．そのような機器の部材としてマグネシウム合金を利用する場合には，その塑性加工特性が問題となる．一般にマグネシウムおよびその合金は，高温では比較的良好な延性を示すが，室温付近での延性はあまり高くはないことが問題となる．また圧延材や押出し材では集合組織形成に伴って，引張の降伏応力と圧縮の降伏応力が大きく異なる¹⁾といった変形の異方性が生じることが知られている．このような挙動は，マグネシウムの結晶構造が hcp 構造であるため結晶対称性が低く，容易なすべり系の数が限られており，さらに限られた種類の双晶が活動することから生じるといえる．すなわちマグネシウムの主すべり系は $\{0001\}\langle 11\bar{2}0 \rangle$ 底面すべりであり，その CRSS は約 0.8 MPa²⁾ 程度と極めて低い．しかし底面すべりの等価なすべり面は 1 つしかないため，例えば荷重軸が $[0001]$ 軸に平行もしくは垂直な場合は，底面す

べりに対するシュミット因子は 0 になり，引張や圧縮にかかわらず，すべりを起こすことはできない．また底面すべりについて容易な変形様式として $\{10\bar{1}2\}$ 双晶があり，6.9 MPa (1000 psi) 程度³⁾ の低い応力で活動すると報告されている．しかしこの双晶は， $[0001]$ 軸に平行な引張もしくは垂直な圧縮では生じることができない．したがって，これ以外のいわゆる非底面すべりの活動が必要となる．そのようなすべり系として $\{1\bar{1}00\}\langle 11\bar{2}0 \rangle$ 柱面すべり⁴⁾ や $\{11\bar{2}2\}\langle \bar{1}\bar{1}23 \rangle$ 2 次柱面すべり⁵⁾ があるが，それらの CRSS は底面すべりや双晶変形に比べてかなり高い値を示す．このように多数の変形様式があり，それらの変形応力が大きく異なることが，マグネシウムやその合金が変形に対して強い結晶方位依存性を示す原因であるといえる．

このような変形挙動の理解のために，一般的には引張試験や圧縮試験による研究がなされているが，曲げ変形に関する研究は極めて少ない⁶⁾．マグネシウムの板材から種々の部品を加工する場合には，曲げ加工も重要なプロセスであることから，曲げ変形挙動を理解することも，マグネシウム合金の利用において重要なことと考えられる．そこで本研究では，曲げ変形における結晶方位依存性を調査するために，純マグネシウム単結晶を用いた 3 点曲げ試験を行い，その変形挙

* Corresponding author, E-mail: shinji@msre.kumamoto-u.ac.jp

動ならびに変形応力について検討することにした。

2. 実験方法

市販の純度 99.99% の純マグネシウム素材から、高純度黒鉛るつぼを用いて、改良型ブリッジマン法により、高純度アルゴンガス雰囲気中で単結晶を作製した。この単結晶の方位を X 線背面反射ラウエ法により決定し、硝酸を用いた無歪切断機により角柱試験片を切り出し、硝酸：過酸化水素水：エタノール＝5：7：20 からなる研磨液を用いた酸研磨盤により表面を平滑にし、寸法約 3 mm×3 mm×25 mm に仕上げた。加工した試験片は、加工中の歪を取り除くために熱サイクル焼鈍を施した。1 サイクル 21.6 ks で 673 K、および 723 K で 1.8 ks 保持し、その温度間を 5.5×10^{-3} K/s で変化させるものであり、これを 8 サイクル行った。作製した試験片の方位を Fig. 1 に示す。A 試験片および B 試験片は、中立面が (0001) に平行であり中立軸がそれぞれ $[1\bar{1}00]$ および $[11\bar{2}0]$ である。C 試験片は $[0001]$ 軸が中立面に平行で、中立軸に垂直であり、D 試験片は $[0001]$ 軸に中立軸が平行である。すなわち、図中に示したように、いずれの試験片も 3 点曲げ変形で生じる圧縮および引張の応力に対して底面が

Fig. 1 Schematic illustrations of four kinds of Mg single crystals with different crystal orientations.

Fig. 2 Photograph of three-point bending device used in this study. (Unit: mm)

平行もしくは垂直となり、底面すべりのシュミット因子が 0 となる方位を選定した。3 点曲げ試験は、Fig. 2 に示すような、スパン $L=14$ mm、支持部の半径が 2 mm、中央圧子先端の半径が 1 mm の小型試験装置を用いて行った。中央圧子の押し込み速度は 1.67×10^{-2} mm/s とし、室温大気中で試験を行った。試験中および試験後の表面はノマルスキー型微分干渉顕微鏡により観察した。また圧子に取り付けたロードセルの荷重 P から、次式を用いて曲げ応力 σ を評価した。

$$\sigma = 3PL / (2bh^2) \quad (1)$$

ここで b および h は、それぞれ試験片の厚さおよび高さである。

3. 実験結果

各試験片の曲げ応力-変位曲線を Fig. 3 に示す。また各試験片の寸法と降伏時の荷重 P_y および曲げ降伏応力 σ_y の値を Table 1 に示す。A および B 試験片の曲線の形状は同様であり、それぞれ 18.1 MPa および 12.2 MPa で降伏した。降伏後は小刻みな応力変動と数回の大きな応力落下が見られるが、全体的には緩やかに加工硬化した。A および B 試験片に曲げ変位を、それぞれ 3 mm および 4 mm まで負荷した点で試験を中断したが、破断してはいなかった。C 試験片は 32.3 MPa および 33.2 MPa で降伏し、変位約 0.4 mm まで応力が小刻みに上下しながら加工硬化した。その後は急速に急激に応力が上昇し、変位約 1 mm、曲げ応力約 180 MPa においてき裂が発生した。D 試験片は、6.4 MPa および 12.3 MPa で降伏したが、その後はほとんど加工硬化を示さ

Fig. 3 Bending stress-displacement curves of the specimens.

Table 1 Specimen sizes of the specimens and the bending properties.

Specimen	L /mm	b /mm	h /mm	P_y /N	σ_y /MPa	τ_{yz} /MPa
A	14.0	2.43	2.93	18.0	18.1	1.09
B	14.0	2.54	2.46	8.9	12.2	0.71
C-1	14.0	3.34	3.09	49.0	32.3	—
C-2	14.0	2.70	3.17	42.9	33.2	—
D-1	14.0	3.72	3.52	14.0	6.4	0.53
D-2	14.0	2.47	3.27	15.5	12.3	0.96

ず、変位 4 mm まで破断することなく変形した。この結果から、結晶方位により曲げ変形挙動が大きく異なることがわかる。

この変形挙動の違いを試験片側面の観察に基づいて比較した。Fig. 4 に A および B 試験片の試験後の外観を示す。いずれも破断することなく変形しており、底面に平行な底面すべりのすべり線が生じていた。またすべり線は両支持部の間に集中しており、試験片は「ひ」の字型に変形していることがわかる。また圧子の下部付近から両側に双晶が生じている。Fig. 5(a)~(c)に、この双晶部、圧子の下部および支持部上部付近を拡大したものをそれぞれ示す。Fig. 5(a)に示すように、双晶内部に生じたすべり線と母相のすべり線の角度、および双晶の角度より、この双晶はマグネシウムで容易に生じる $\{10\bar{1}2\}$ 双晶であることがわかった。また Fig. 5(b)で示すように、圧子の直下にはすべり線が見られず、すべり線はその両側に広がっている。このすべり線は、左右の支持部まで広がっているが、Fig. 5(c)に見られるように、その外側ではほとんど生じていなかった。この様子は B 試験片でも同様であった。

Fig. 4 Optical micrographs of (a) A and (b) B specimens after bending test.

Fig. 6 に、B 試験片の降伏時の中央圧子直下のすべり線を示す。降伏直後のわずかな変形においても、圧子下部から試験片の下面側まで短いすべりが生じていることがわかる。このすべり線は変形が進むにつれ試験片の左右に広がっていった。またそれに伴い Fig. 5(a)に見られる双晶が発生した。Fig. 3 の応力-変位曲線に見られた大きな応力変動はこの双晶によるものと考えられる。しかし双晶変形の領域は、試験片の全体に比べて小さいことから、A および B 試験片は、主に底面すべりによって変形しているといえる。

次に C 試験片の様子を Fig. 7 に示す。(a)のようにわずかに V 字型に変形した後、試験片中央部下面からき裂が生じた。(b)に試験片上面側の側面を拡大したものを示す。圧縮応力が働く試験片の上面側には $(1\bar{1}02)$ 双晶が密集して発生していることがわかる。マグネシウムでは底面に平行な圧縮により $\{10\bar{1}2\}$ 双晶が生じることが知られており³⁾、また(b)の双晶の方向から、これらは $(1\bar{1}02)$ 双晶であると判断した。この $(1\bar{1}02)$ 双晶の下端は引張応力が作用する試験片下面側まで伸びていた。また(c)および(d)には、き裂部を側面 $([0001]$ 方向) および下面 $([1\bar{1}20]$ 方向) から観察したものである。この 2 面観察より、破断面は $(10\bar{1}1)$ 面であることがわかった。Fig. 8 に降伏における応力落下を示した後、0.1 mm 程度変形させたときの中央圧子近傍の様子を示す。

Fig. 6 Optical micrograph of slip lines at the center area of B specimen beneath the loading pin at yielding.

Fig. 5 Optical micrographs of (a) twins, basal slip lines at areas beneath the loading pin (b) and above the supporting pin (c) on the surface of A specimen.

Fig. 7 Optical micrographs of (a) appearance of C specimen, (b) $\{10\bar{1}2\}$ twins and a crack observed from (c) $[0001]$ and (d) $[\bar{1}\bar{1}20]$ after the bending test.

Fig. 8 Optical micrograph of C specimen beneath the loading pin after the stress drop by yielding at a displacement of about 0.1 mm.

最初圧子下部に $(10\bar{1}2)$ 双晶および $(0\bar{1}12)$ 双晶が生じた後、中央圧子と両端の支持部の間で生じた $(1\bar{1}02)$ 双晶が徐々に左右に広がっていった。そして Fig. 7(a) に示したように、この $(1\bar{1}02)$ 双晶が試験片の上面を埋め尽くしたとき、下面で裂が発生した。

最後に D 試験片の様子を Fig. 9 に示す。中央部を 4 mm 程度変形させても破断することなく、(a) のように V 字型に変形した。(b) に示すように中央圧子の下部、および (c) の右側に見られるように、支持部付近には $\{10\bar{1}2\}$ 双晶が発生しているが、(c) に見られるような縦方向に多量の底面すべりのすべり線が観察された。したがって D 試験片は主に底面すべりによって変形していることがわかった。

以上、4 つの方位の試験片を曲げ試験した結果、A、B および D 試験片はいずれも底面すべりで変形するが、変形後の形状には違いが生じ、また C 試験片は $\{10\bar{1}2\}$ 双晶で変形することがわかった。すなわち、曲げ変形において、変形挙動に強い結晶方位依存性があることがわかった。

4. 考 察

すべり線観察結果より、マグネシウム単結晶の変形挙動は強い結晶方位依存性を示すことがわかった。また Fig. 3 に示したように、曲げ試験における変形応力も結晶方位ごとに大きく異なった。ここでは各試験片の変形応力と活動した変形機構の関係を考えることにする。

まず A および B 試験片は 12~18 MPa 程度の曲げ応力で降伏した。この曲げ応力は、試験片に生じる圧縮および引張応力に相当するが、この応力に対する底面すべりのシュミット因子は 0 であるため、シュミット因子では曲げ降伏応力と底面すべりの CRSS との関係は説明できない。ここですべり線観察結果から推定した A および B 試験片における変形機構の模式図を Fig. 10(a) に示す。図に示したように座標軸をとると、試験片中の底面に働くせん断力は τ_{xy} と表せ、これは点線で示す面のせん断応力 τ_{yx} と等しくなる。したがって τ_{xy} は次式で求められることになる。

$$\tau_{xy} = \tau_{yx} = (P/2) / (bh) \quad (2)$$

ここで A 試験片では、中立軸方向すなわちせん断力が働く方向が $[1\bar{1}00]$ であり、底面すべりのすべり方向とは 30° 異なるため荷重は $P \cos 30^\circ$ とする。このことを考慮すると Table 1 に示すように $\tau_{yx} (= \tau_{xy})$ は 1.09 MPa および 0.71 MPa となった。これは底面すべりの CRSS²⁾ とほぼ一致する。すなわち A および B 試験片の曲げ降伏応力は、底面に作用するせん断変形に支配されていることがわかる。

ここで A および B 試験片は、試験片の両端が拘束されていないにもかかわらず、Fig. 4 のような形状に変形した理由を考える。通常の曲げ試験では、支持部の間の上下で圧縮変形および引張変形が生じ、その結果 V 字型に変形するといえる。しかし A および B 試験片での変形は、中立面に平行な底面に沿ったせん断変形である点が大きな特徴である。この場合 Fig. 10(b) に示すように、圧子下部付近の底面上の

Fig. 9 Optical micrographs of (a) appearance of D specimen and $\{10\bar{1}2\}$ twins beneath the loading pin (b) and near the supporting pin (c) after the bending test.

Fig. 10 Illustrations of deformation mechanisms in (a) A and B specimens showing gull-shape and (b) a specimen when dislocations on basal planes glide to its edge.

Fig. 11 Illustrations of (a) dislocation glides under the bending test and (b) the generation of dislocations on a basal plane, in D specimen.

転位源から増殖した転位がすべり面上を運動し、試験片の両端まで到達すれば、試験片はV字型の形状になると考えられる。しかし Fig. 4 で分るように、すべり線は両支持部までしか観察されない。すなわち、底面上の転位は支持部付近において何らかの理由で運動が阻害されたと考えられる。せん断変形が進行するこの部分に転位が堆積し傾角粒界のようになるため、Fig. 10(a)のように、この部分で結晶が曲がり、最終的に Fig. 4 のような形状になったと考えられる。また底面上の転位がパイルアップするため、変形の進行に伴いより多くの転位を増殖させるためには高い応力が必要となり、応力-変位曲線に見られるように加工硬化を示したとい

える。しかし、なぜ支持部で転位の運動が妨げられたのかは、今後の検討を要する。

次に同様に底面すべりが生じた D 試験片について考える。この場合、Fig. 11(a)に示すように、圧子の押し込み方向と底面すべりの方向が一致しており、底面上のせん断力は τ_{yx} で求められる。その結果は Table 1 に示すように、0.53 MPa および 0.96 MPa となり、これらは底面すべりの CRSS とほぼ一致している。したがってこの降伏応力は底面すべりの CRSS に依存するものであり、D 試験片の変形は A および B 試験片と同様に、底面に沿ったせん断変形であるといえる。ここで Fig. 3 の曲げ応力-変位曲線では、A お

Fig. 12 Illustration of deformation mechanism in C specimen.

よび B 試験片とは異なり，D 試験片はあまり加工硬化を示さず変形している．その理由を次のように考えた．

Fig. 11(b)に示すように，荷重を負荷すると底面に沿ってせん断応力が作用し，それにより底面上の転位源が活動し，転位ループを増殖することになる．試験片は単結晶であり，転位の運動方向に対して，運動を妨げるものがないために，すべりの進行に伴い先頭の転位ループは結晶外に抜け出ることになる．そこで，すべり面上にある一定量の転位が分布した状態で定常的なすべり変形が進行すると考えると，変形応力は一定の値となると考えられる．しかし，この機構が妥当であるかを検証するには，今後転位分布の観察等が必要である．

最後に $\{10\bar{1}2\}$ 双晶で変形した C 試験片について考える．Kelly ら³⁾の $[11\bar{1}00]$ 圧縮試験では， $\{10\bar{1}2\}$ 双晶は 6.9 MPa 程度で起こるとしている．Fig. 7(b)で示した，C 試験片の上面を占めた $(1\bar{1}02)$ 双晶に対し，曲げ応力は $[11\bar{1}00]$ 圧縮に相当するが，その曲げ降伏応力は 33 MPa 程度であり，Kelly らの圧縮試験における値と大きく異なっている．ここで C 試験片の変形の模式図を Fig. 12 に示すが，圧縮側から発生した双晶が反対の引張側まで到達している．すなわち，双晶による試験片の変形は圧縮側のみであり，引張側では生じていないと考えると，変形を生じない中立面が，C 試験片では引張側の方に移動したとみなせるのではないかと考えた．その場合，式(1)において，試験片の高さ h は 2 倍となるため曲げ応力は $1/4$ になり，圧縮側で約 8 MPa 程度の応力が生じていることになる．この値は上述の双晶変形に必要な応力

にはほぼ一致しており，双晶の変形応力と曲げ変形応力が関連することを強く示唆している．しかしながらこの評価の妥当性を示すには，変形時の試験片の圧縮および引張側における歪や応力を詳細に調査する必要があると考えられる．

5. 結 言

純マグネシウムの変形機構を理解するために，単結晶を用いて曲げ変形における変形挙動の方位依存性を調査した．その結果，中立面が (0001) に平行であり，中立軸がそれぞれ $[11\bar{1}00]$ および $[11\bar{1}20]$ である A および B 試験片は，いずれも底面すべりにより変形し，加工硬化を示すことがわかった． $[0001]$ 軸が中立面に平行で，中立軸に垂直である C 試験片では， $\{10\bar{1}2\}$ 双晶によって変形するが，わずかに変形した後破断した．中立軸が $[0001]$ 軸に平行で，中立面が $(11\bar{1}20)$ である D 試験片は底面すべりにより変形するが，ほとんど加工硬化は示さないことがわかった．またそれぞれの試験片の変形応力は，底面すべりおよび双晶変形の CRSS と関係があることを示すことができた．

本研究の一部は JSPS 科研費 21560688 および 25870556，ならびに(公財)軽金属奨学会の補助金により実施したものであり，ここに深く感謝の意を表する．

文 献

- 1) M. R. Barnett, Z. Keshavarz, A. G. Beer and D. Atwell: *Acta Mater.* **52**(2004) 5093–5013.
- 2) H. Asada and H. Yoshinaga: *J. Japan Inst. Metals* **23**(1959) 649–652.
- 3) E. W. Kelly and W. F. Hosford, Jr.: *Trans. Metal. Soc. AIME* **242**(1968) 5–13.
- 4) F. E. Hauser, P. R. London and J. E. Dorn: *Trans. Metal. Soc. AIME* **206**(1956) 589–593.
- 5) S. Ando, K. Nakamura, K. Takashima and H. Tonda: *J. JILM* **42**(1992) 765–771.
- 6) I. Aslam, B. Li, Z. McClell, S. J. Horstmeier, Q. Ma and P. T. Wang: *Mat. Sci. Eng. A* **590**(2014) 168–173.