Mg 単結晶における変形機構の結晶方位依存性

安藤新二^{*1}, 北原弘基^{*1}Orientation Dependence of Deformation Mechanism
in Magnesium Single CrystalsShinji ANDO^{*2} and Hiromoto KITAHARA^{*2}^{*2} Kumamoto University, Dept. of Materials Science and Engineering
2-39-1 Kurokami, Kumamoto, 860-8555 Japan

It is important to clarify deformation mechanisms, such as slip and twin, for understanding deformation behavior of crystalline materials. In hcp metals, there are many deformation mechanisms related to the crystal structure. In this study, magnesium single crystals were stretched in $[11\bar{2}0]$ and compressed in $[0001]$ in various directions in the range of 77K to 573K to investigate the deformation behavior by non-basal slips and twins. In both case, $\{11\bar{2}2\} \langle\bar{1}1\bar{2}3\rangle$ second order pyramidal slip is activated in all magnesium and magnesium alloy single crystals, and its yield stress shows anomalous temperature dependence in the range from 77K to 293K, however, the yields stress decreased rapidly with increasing temperature over 293K. In $[11\bar{2}0]$ compression and $[0001]$ tensile test, $\{10\bar{1}2\}$ twin occurred at 5-10MPa in both case. These results indicate that deformation behavior of magnesium single crystal strongly depends on the loading orientation.

Key Words : magnesium, single crystal, tension, compression, slip, twin, yield stress

1. 緒 言

マグネシウムは環境エネルギー問題の観点において近年注目されている金属である。しかしマグネシウムの塑性加工では、室温での延性が低いことや変形の異方性が高いことが問題となる。したがってマグネシウムの変形機構を詳細に理解することが必要である。しかし、hcp 構造であることから、種々のすべり系や双晶系が活動するため、その変形挙動は十分に解明されているとはいえない。マグネシウムの場合、主すべり系は底面すべりであるが、これだけでは von-Mises の条件を満足できない。そこで従来は、 $\{1\bar{1}00\} \langle\bar{1}1\bar{2}0\rangle$ 柱面すべりの活動が考えられているが、このすべりを加えても独立すべり系は合計 4 にしかならない。したがってこれ以外の錐面すべり系や双晶の活動が必要となる。そこで本研究では、マグネシウム単結晶を用いて底面すべりが起こらない方位である $[11\bar{2}0]$ 引張、 $[0001]$ 圧縮および $[10\bar{1}0]$ 圧縮試験を行い、各方位の変形機構を調査した。また合金添加の影響を調べるため Mg-Al 合金単結晶についても調査した。

2. 実験方法

純度 99.9% のマグネシウムおよび Mg-Al インゴットから、改良型ブリッジマン炉を用いて単結晶試験片を作製した。引張試験片は、幅 3mm、厚さ 0.3-0.5mm、平行部長さ 20mm とした。圧縮試験片は 3mm×3mm×6mm とした。試験片の加工には酸切断機および酸研磨版を用い、加工後、673K-723K を 21.6ks で変化させる熱サイクル焼鈍を 8 サイクル施した。引張および圧縮試験は、温度は 77K から 573K、歪速度は $4.0-6.0 \times 10^{-5}/s$ とした。試験後、試料表面のすべり線観察および EBSD 解析を行った。

3. 実験結果と考察

3・1 $[11\bar{2}0]$ 引張試験 $[11\bar{2}0]$ 引張における代表的な応力-歪曲線を図 1 に示す。図中の横矢印は降伏点を示す。ここで降伏点は弾性域からはずれ始める点とした。77K では降伏後、直線的な加工硬化を示した。133K では降伏応力が低下するが、その後 293K にかけて温度上昇に伴い、降伏応力が上昇する異常温度依存性を示している。373K 以上になると、降伏後は直線硬化を示さず、ほぼ一定の応力で変形した。すべり線観察により、降伏時に活動したすべり系はいずれの

^{*1} 非会員、熊本大学大学院自然科学研究科マテリアル工学専攻

(〒860-8555 熊本市黒髪 2 丁目 39-1)

E-mail: shinji@msre.kumamoto-u.ac.jp

温度においても $\{11\bar{2}2\} \langle \bar{1}123 \rangle$ 2 次錐面すべりであった。293K において流動応力が約 150MPa 以上になると $\{10\bar{1}1\} \langle \bar{1}123 \rangle$ 1 次錐面すべりのすべり線も観察された。室温では最大 6% 程度の伸びを示した後、 $\{10\bar{1}1\}$ で破断した。 $[11\bar{2}0]$ 引張では 2 次錐面すべりおよび柱面すべりにおけるシュミット因子はいずれも約 0.43 でほぼ等しい値を持つが、 $[11\bar{2}0]$ 引張柱面すべりによるすべり線は全く観察されなかった。

133K から 293K における降伏応力の異常温度依存性は、この温度域における 2 次錐面すべりによる変形が、 $(c+a)$ 刃状転位が、熱活性化過程により不動化し転位の運動距離が低下するに伴って、 $(c+a)$ らせん転位が 1 次錐面を介した 2 重交差すべりによってすべり帯を拡張させる機構で説明できる。293K 以上では降伏応力は減少するが、その変化の理由として、不動化した転位が再度活性化し活動できるようになるか、交差すべりに必要な応力が温度上昇により急激に減少することが考えられるが、現時点では明らかにできていない。

3・2 [0001] 圧縮試験 $[0001]$ 圧縮における応力歪曲線を図 2 に示す。ここで下矢印は破断点を示す。いずれの試験片とも、引張試験と同様に、降伏応力は 133K から 293K にかけて異常温度依存性を示した。すべり線観察より、この降伏は 2 次錐面すべりによるものであった。しかし、引張の場合と異なり、降伏後わずかに変形しただけで破断し、また破断歪は温度上昇に伴い減少した。293K 以下では 2 次錐面すべりのみが活動し、 $(11\bar{2}4)$ で破断した。室温以上では、 $\{10\bar{1}3\}$ 双晶や $\{10\bar{1}1\} - \{10\bar{1}2\}$ 2 重双晶が発生し、 $(30\bar{3}4)$ にそって破断した。

図 3 に $[11\bar{2}0]$ 引張と $[0001]$ における降伏応力の温度依存性を比較した。いずれも 2 次錐面すべりにより降伏しているが、その値は $[0001]$ 圧縮が高い値を示している。これには試験片の形状による影響が大きく出ているものと考えられる。

圧縮において、降伏後容易に破断する原因として、2 重双晶の発生が考えられる。2 重双晶は $[0001]$ 圧縮による $\{10\bar{1}1\}$ 双晶が発生するが、その双晶内でさらに $\{10\bar{1}2\}$ 双晶が発生することで変形が抑制され、その結果き裂が容易に発生するためであると考えられる。この 2 重双晶は強い温度依存性があると考え、温度上昇に伴い破断歪が減少することが説明できる。

3・3 [0001] 引張試験および $[11\bar{2}0]$ 圧縮試験 $[0001]$ 引張および $[11\bar{2}0]$ 圧縮の結果を、それぞれ図 4 および図 5 に示す。いずれの場合、も 5-10MPa の応力において $\{10\bar{1}2\}$ 双晶が発生した。この双晶変形開始応力はばらつきが大きい、温

度依存性はほとんどみられない。また圧縮と引張における差もない。 $\{10\bar{1}2\}$ 双晶変形では、双晶が発生すると、ほぼ一定の応力で双晶帯の発生や拡張を生じ、それが試験片の全体に広がると低温では急激な加工効果を生じるようになる。しかし高温では、ほぼ一定の流動応力を示して変形する。

3・4 $[10\bar{1}0]$ 圧縮試験 $[10\bar{1}0]$ 圧縮における応力-歪曲線を Fig. 6 に示す。293K および 473K では 4MPa 程度で降伏した。この場合、 $\{10\bar{1}2\}$ 双晶のみが生じており、歪の増加に比例して双晶帯広がり、歪約 7% で試験全体に双晶帯が広がった。これ以上の歪になると、試験片は急激に加工硬化し破断したが、その挙動は $[0001]$ 圧縮とほぼ同じであった。これは双晶による結晶回転により、資料全体の方位が変わり、圧縮軸がほぼ $[0001]$ となったためである。

これに対し 573K では、約 6MPa で降伏した後、ほぼ一定の応力で変形した。この場合は、双晶変形は全く観察されず、柱面すべりと思われるすべり線が観察された。 $[10\bar{1}0]$ 圧縮における降伏応力の温度依存性を Fig. 7 に示すが、473K 以下では 4MPa 程度で双晶変形が生じるのに対し、573K では 6MPa 程度で柱面すべりのみが活動していることから、柱面すべりの CRSS は強い負の温度依存性が、 $\{10\bar{1}2\}$ 双晶には弱い正の温度依存性があると考えられる。

3・5 Mg-Al 合金における $[11\bar{2}0]$ 引張試験

アルミニウムはマグネシウム合金の代表的な添加元素である。変形機構に対するアルミニウムの影響を調べるため、Mg-0.5at%Al および Mg-1.0at%Al 合金単結晶を作製し、 $[11\bar{2}0]$ 引張を行った。その代表的な応力-歪曲線を図 7 に示す。Mg-0.5at%Al では 77K では変形応力が上昇するが、応力歪曲線の形状は変化がほとんどない。しかし 293K では、降伏後、加工硬化を示した後、流動応力がほぼ一定になった。この場合、降伏直後には 2 次錐面すべりのすべり線が生じていたが、その後 $\{10\bar{1}1\}$ 双晶も発生していた。Mg-1.0at%Al では、低温ではセレーションが生じ、293K では降伏後、ほぼ一定の応力で変形した。この場合は、 $\{10\bar{1}1\}$ 双晶によってのみ変形した。これらのことから、アルミニウム添加は 2 次錐面すべりの降伏応力を上昇させ、 $\{10\bar{1}1\}$ 双晶の変形開始応力を下げる効果があり、わずかな添加で、変形機構が大きく変化する事がわかった。

4. 結 言

マグネシウム単結晶における荷重軸方位 により様々な変形挙動を示す事がわかった。

(1) $[11\bar{2}0]$ 引張および $[0001]$ 圧縮では, $\{11\bar{2}2\} \langle \bar{1}\bar{1}23 \rangle$ 2 次錐面すべりにより降伏する. $[0001]$ 圧縮では, 373K 以上では $\{10\bar{1}1\} - \{10\bar{1}2\}$ 2 重双晶が容易に活動するため, 降伏後わずかな歪で破断する。

(2) $[10\bar{1}0]$ 圧縮では, 293K-473K では $\{10\bar{1}2\}$ 双晶により変形し, 歪 7% 以上では結晶方位回転により, $[0001]$ 圧縮と同じ変形挙動を示す. また 573K では双晶が発生せず, 柱面すべりにより変形する。

(3) アルミニウムを 0.5-1.0at%添加すると, $[11\bar{2}0]$ 引張では 2 次錐面すべりの降伏応力が上昇し, $\{10\bar{1}1\}$ 双晶によって変形するようになる。

Fig.1 Stress-strain curves in $[11\bar{2}0]$ tension.

Fig.2 Stress-strain curves in $[0001]$ compression.

Fig.3 Temperature dependence of yield stress in $[11\bar{2}0]$ tension and $[0001]$ compression.

Fig.4 Stress-strain curves in $[0001]$ tension.

Fig.5 Stress-strain curves in $[11\bar{2}0]$ compression.

Fig.6 Stress-strain curves in $[10\bar{1}0]$ compression.

Fig.7 Stress-strain curves of Mg-Al single crystals in $[11\bar{2}0]$ tension.