純チタンにおける微小圧痕形状に及ぼす結晶方位の影響[†]

清水 一郎^{*} 多田 直哉^{*}

Influence of Crystallographic Orientation upon Microscopic Indentation Shape on Pure Titanium

by

Ichiro SHIMIZU^{*} and Naoya TADA^{*}

A micro indentation testing has been used to investigate the local mechanical properties of engineering materials. Since the size of indentation becomes much smaller than the average grain size of ordinary metallic materials by that testing, the results must be influenced more or less by the characteristics of each grain in which the indentation is imposed. However, the influences of crystal orientation of the grain upon the indentation results have scarcely been investigated for polycrystalline metals. In the present study, the micro indentation tests were performed on the grains of commercially pure titanium, of which the crystal orientations were evaluated beforehand by an electron back scattering diffraction technique. The relationships between the crystal orientation and the resultant indentation shapes as well as the indentation hardness values were then experimentally investigated. The results showed clear orientation dependences of the indentation shape and indentation hardness for the titanium grains. The anisotropy and the distortion of indentation profile tended to increase, while the obtained indentation hardness tended to decrease with increase in the angle between $\langle 0001 \rangle$ direction and the surface normal direction. The distortion of the indentation shape was found to appear due to the pile-up of materials in the limited area around the indentation by the restricted plastic flow with regard to the crystal orientation. These results are supposed to indicate the possibility to use an indentation made on grain's surface for the identification of its crystal orientation in polycrystalline titanium.

Key words : Micro indentation test, Polycrystalline metal, Indentation shape, Crystal orientation, Pure titanium, Grains

1 緒 言

押し込み荷重と圧子変位の関係を連続的に記録可能な微小押し込み試験は、局所的な機械的性質を求める方法として注目されており、弾性係数の測定^{1), 2)}や、基材上薄膜の機械的性質測定^{3), 4)}などへの適用が図られている。この手法を通常が多結晶金属材料へ適用する際には、圧痕寸法が結晶粒径よりも小さくなることから、測定結果は結晶方位の影響を受けることが予想される。一方、押し込み試験に基づく圧痕形状等を結晶方位と関係づけることができれば、それらの情報から結晶方位を推定することが可能になると期待される。従来の代表的な結晶方位測定手法としては、X線回折法⁵⁾や電子線回折法⁶⁾が挙げられるが、これらは高精度な結晶方位測定が可能な反面、比較的高価な装置を必要とするとともに、その操作にある程度の熟練を要する。このような背景から著者らは、簡便に結晶方位を評価する方法として、微小押し込み試験によって結晶粒表面に設けた圧痕を用いることを最終目標とする新たな研究を開始した。

金属材料において、結晶方位が圧痕形状や圧痕周囲の変形状態に及ぼす影響については、これまでに幾つかの研究結果が報告されている。集合組織によって圧痕形状

に異方性が生じることは比較的古くから知られており、例えば Tozawa ら⁷⁾は、異方性を有する黄銅板にビッカース硬さ試験を行い、圧痕の両対角線に寸法差が生じることを示している。その後、押し込み試験に用いる圧子の高精度化と圧痕の微小化に伴って、結晶粒単位の検討も始められており、Nibur ら⁸⁾は純ニッケルとステンレス鋼の各結晶粒に設けたビッカース圧痕周囲に現れるすべり段差(すべり線)と結晶方位の関係を明らかにしている。また、Wang ら⁹⁾は銅単結晶に対して押し込み試験を行い、圧子の向きと結晶方位の関係に応じて、圧痕周囲の盛り上がり形態に特有なパターンが現れることを示している。しかしながら、これまでの研究例は圧痕周囲の変形状態に着目したものが多く、押し込み試験に伴う圧痕形状に対する結晶方位の影響を定量的に検討するには至っていない。

このような背景から本研究では、微小押し込み試験による圧痕形状と結晶方位の関連付けを目的とし、すべり系が比較的限定されている最密六方構造の多結晶純チタンを用いて、結晶方位を電子線後方散乱解析法で測定するとともに、圧痕形状を走査型レーザー顕微鏡で調べることによって、各結晶粒内における結晶方位が、押し込み硬さや圧痕形状に及ぼす影響について検討を行った。

[†] 原稿受理 平成 19 年 7 月 11 日 Received July 11, 2007 ©2008 The Society of Materials Science, Japan

^{*} 正 会 員 岡山大学大学院自然科学研究科 〒700-8530 岡山市津島中, Grad. School of Nat. Sci. Technol., Okayama Univ., Tsushima-naka, Okayama 700-8530

2 実験方法

2・1 試験片

供試材は純度 99.5wt%, 板厚 13mm の商業用圧延純チタン板 (JIS-H4600 TP270H) である。この板材から Fig. 1 に示すような直方体形状の試験片を切り出した後、試験対象とする面を 2000 番までの耐水研磨紙で平坦に研磨した。次に、残留応力除去および結晶粒粗大化のため、1123K, 2 時間保持の条件で真空焼鈍を行った。さらに、電解研磨によって鏡面に仕上げた後、化学腐食を行って結晶粒界を識別できるようにした。結晶粒径は求積法で約 120 μm であり、結晶粒形状はほぼ等方的であった。

2・2 結晶方位測定

圧延加工を受けた純チタン板材は、再結晶後も特徴的な集合組織を呈することが知られている。¹⁰⁾そこで、結晶方位が異なる結晶粒を選択するために、Fig. 1 に示すように圧延面である上面 (Top surface) および圧延方向に平行な側面 (Side surface) の 2 つの面を試験対象とした。

各面において複数の結晶粒を選択し、走査型電子顕微鏡 (日立サイエンスシステムズ, S-3500N 形) に組み込んだ電子線後方散乱回折装置 (Oxford Instruments, Link Opal) によって結晶方位をあらかじめ測定した。

純チタンは最密六方構造を有しており、その対称性から、試料座標系上における $\langle 0001 \rangle$ 方向 (c 軸方向) および $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ 方向 (a 軸方向) で結晶方位を代表させることができる。そこで以下では結晶方位を、Fig. 2 に示すように c 軸方向が試料表面法線方向 (上面では z 方向, 側面では -y 方向) とする角度 φ と、a 軸方向を試料表面に投影した方向が圧延垂直方向 (上面では y 方向, 側面では z 方向) とする最小の角度 ψ で表現することにする。なお、純チタンにおける代表的なすべり系は、 $\{0001\} \langle 11\bar{2}0 \rangle$ (底面), $\{10\bar{1}0\} \langle 11\bar{2}0 \rangle$ (柱面), $\{10\bar{1}1\} \langle 11\bar{2}0 \rangle$ (錐面) の 3 種類であるが、室温では主に前者 2 種類の

Fig. 1 Dimension of specimen and orientation of indentations on surfaces. (dimensions in mm)

Fig. 2 Definition of angles φ and ψ .

すべりと $\{10\bar{1}2\} \langle 10\bar{1}1 \rangle$ 双晶が主体となって塑性変形することが知られている。^{11), 12)}

2・3 微小押込み試験

微小押込み試験は、軸芯に対する面角度が 68° の三角錐形状の圧子を微小表面材料特性評価システム (ミットヨ, MZT-4 形) に取り付け、各結晶粒に対して Table 1 に示す条件で 5 回行い、5 つの微小な圧痕を設けた。この条件による圧痕は、面内における一辺の長さが約 15 ~ 20 μm の三角錐となり、平均結晶粒径と比べると十分に小さい。このとき、押込み硬さ H は次式で求められる。

$$H = c \frac{(\sqrt{F_1} - \sqrt{F_0})^2}{h_m} \quad (1)$$

ここで、 h_m (μm) は基準荷重 F_0 (mN) 時に対する押込み荷重 F_1 (mN) 時の最大押込み深さ、 c は圧子形状に基づく定数であり、用いた三角錐圧子に対しては $c = 2.972$ となる。試験片形状と各面における圧痕の向きは Fig. 1 に示す通りとした。すなわち、圧痕は一つの稜線の面内における方向が圧延垂直方向と平行になるように設けた。したがって 2・2 節で定義した角度 ψ は、圧痕の向きと a 軸の試料表面投影方向の関係も表している。

2・4 圧痕形状の測定と評価

圧痕形状は、縦方向分解能 0.01 μm , 横方向分解能 0.15 μm の走査型共焦点レーザー顕微鏡 (オリンパス, OLS1100 形) を用いて観察した。この顕微鏡では、全面に焦点が合った輝度画像と、観察範囲に対応した高さデータを得ることができる。そこで、前者から圧痕形状を測定するとともに、後者と組み合わせることによって圧痕周囲における材料流れ状態についても調べた。

レーザー顕微鏡観察から得た圧痕の形状を特徴付けるために、硬さに依存しない対象として、頂角と辺のゆがみに着目して評価を行った。

頂角については、圧痕の各辺のゆがみによって角度の同定が困難となる場合が想定された。そこで Fig. 3 に示

Table 1 Conditions of indentation test.

Indentation load F_1	300 mN
Standard load F_0	30 mN
Loading velocity	10 mN/s
Holding time	10 s
Unloading time	10 s
Temperature	297 K

Fig. 3 Evaluation procedure of vertical angles of an indentation from height data.

すように、圧痕を含む高さデータより、圧痕から充分離れた周囲における最小二乗平面を算出し、その最小二乗平面から最大押し込み深さ h_m に対する一定割合 $d \cdot h_m$ 以上低いデータのみを抽出した圧痕投影画像を作成した後、3つの頂角 α_i ($i = 1, 2, 3$) を測定した。 d の値を変化させた際の圧痕形状変化の一例を Fig. 4 に示す。 d が小さいと圧痕の輪郭が不鮮明となるが、逆に大きすぎると異方性の情報が失われることから、本研究では $d = 0.1$ を用いることとした。このようにして得られた3つの頂角の平均的な偏差量 $\Delta\alpha$ を次式で定義して用いた。

$$\Delta\alpha = \frac{1}{3} \sum_{i=1}^3 \left| \alpha_i - \frac{\pi}{3} \right| \quad (2)$$

一方、辺のゆがみ量については Fig. 5 に示すように、まず輝度画像における圧痕の頂点を直線で結んだ近似三角形を描き、各辺におけるその直線からの偏差が最も大きい点より近似三角形における辺へ垂線を下ろし、近似三角形側を基点としたベクトル $\mathbf{u}_i$ ($i = 1, 2, 3$) として定義した。以下ではこれを張出しベクトル (Bulge vector) と呼ぶことにする。張出しベクトルについては、圧痕寸法に伴って大きくなることが容易に予想される。そこで、1つの圧痕における3つの張出しベクトルのベクトル和を合成張出しベクトルとし、その大きさを圧痕投影面積 A_p の平方根で除して正規化した値 $|\mathbf{U}|$ を次式から求め、圧痕におけるゆがみ量を代表する値として用いた。

$$|\mathbf{U}| = \frac{1}{\sqrt{A_p}} |\mathbf{u}_1 + \mathbf{u}_2 + \mathbf{u}_3| \quad (3)$$

3 実験結果

3・1 圧痕の形状

最初に、結晶方位が圧痕形状に影響することを定性的に確認するために、予め結晶方位を測定した結晶粒について、設けた圧痕形状を詳細に観察した。特徴的な圧痕形状の例を Fig. 6 に示す。図中の六角柱は、最密六方晶における単位格子の向きを示しており、左図は圧痕を設

Fig. 4 An example of the change in binary image of indentation profile with d value indicated in Fig. 3.

Fig. 5 Definition of bulge vectors from warped indentation profile.

けた結晶粒、右図は圧痕の拡大図である。Fig. 6 (a)は等方的な圧痕形状の例であり、 $\langle 0001 \rangle$ 軸 (c 軸) 方向が試料表面法線方向に比較的近い。一方、Fig. 6 (b)は圧痕形状に異方性が強く現れている例であり、面内における c 軸に近い方向に圧痕形状が長く伸びるとともに、輪郭が大きくゆがんでいる。一方、同一結晶粒内に設けた複数個の圧痕を比較すると、圧痕寸法に多少の違いがみられるものの、形状については異方性やゆがみを含めてほぼ同様であることが確認された。これらの結果は、純チタンにおいて、結晶方位が圧痕形状に影響することを明確に示唆している。

このような圧痕形状に関連し、Fig. 6 (b)に示した比較的強い異方性を呈している圧痕について、その周囲における三次元的形状を走査型共焦点レーザー顕微鏡によって測定した結果を Fig. 7 に示す。ここでは、最小二乗面からの高さを濃淡で表示しており、黒に近いほど高い領域となる。圧痕斜面および端部において若干のノイズが認められるものの、外側へ大きな張出しが認められる辺の周囲と、その対角上にある頂点付近において、周囲より盛り上がった領域が比較的広く現れていることがわかる。すなわち、圧痕周囲において特定の面外方向へ優先的な材料流れが生じ、その結果として Fig. 6 (b)に示し

(a) A grain with isotropic indentation profile

(b) A grain with anisotropic indentation profile

Fig. 6 Examples of indentation shapes on grain's surface of titanium. The hexagonal prism indicates a direction of unit cell of hcp structure.

Fig. 7 Contour maps around anisotropic indentations shown in Fig. 6 (b). The pile-up of material locating outside of bulged edge is clearly observed.

たように, 試料表面法線方向から二次元的に観察した際の圧痕形状に異方性やゆがみが現れると考えられる.

3・2 圧痕形状に及ぼす結晶方位の影響

式 (2) で定義した各圧痕における頂角の平均偏差量 $\Delta\alpha$ と, 2・2 節で定義した c 軸の試料表面法線方向に対する傾き角度 ϕ および a 軸の投影方向が圧延垂直方向となす最小角度 ψ の関係を Fig. 8 に示す. 図中では同一結晶粒内に設けた 5 つの圧痕における平均値と最大値および最小値を示している. なおここでは, Fig. 3 で示した高さデータからの圧痕形状抽出過程において異方性の情報が失われる可能性を考慮し, 各項角の偏差量が全て 0.02rad に満たなかった圧痕については $\times$ 印で示している. また, Fig. 8 (b) では角度 ψ が $0 \leq \psi \leq \pi/6$ の範囲であり, 圧痕の向きと a 軸方向の関係を表している. c 軸の傾き角度 ϕ (Fig. 8 (a)) に対しては, 結果に多少のばらつきはあるものの, 全体的には傾き角度が大きくなるほど頂角の平均偏差量も増大する傾向が認められる. すなわち, c 軸が試料表面法線方向から傾くほど, 圧痕形状の異方性は顕著になることがわかる. 一方, Fig. 8 (b) に示す a 軸の角度 ψ については, 頂角の平均偏差量との間に明確な傾向は得られていない.

次に, 式 (3) で定義した正規化合成張出しベクトルの大きさ $|\mathbf{U}|$ と, 結晶方位を表す角度 ϕ および ψ の関係を Fig. 9 に示す. 図中における各データ点の表示方法は Fig. 8 と同様である. c 軸の傾き角度 ϕ との関係 (Fig. 9 (a)) については, 角度の増加に伴う $|\mathbf{U}|$ の増大傾向が比較的明瞭に認められた. すなわち, c 軸方向が試料表面

(a) $\Delta\alpha-\phi$

(b) $\Delta\alpha-\psi$

Fig. 8 Relation between the average deviation of vertical angles of indentation and angles ϕ and ψ , which denote the crystal orientation for the global coordinate system. The $\times$ mark denotes the data for indentations of which the deviation of all vertical angles are less than 0.02rad .

法線方向から傾くほど, 圧痕形状のゆがみも大きくなる傾向が確認された. 一方, a 軸の方向を示す角度 ψ との関係 (Fig. 9(b)) については, 頂角と同様に明確な傾向を得ることはできなかった.

3・3 押し込み硬さと結晶方位の関係

式 (1) で定義した押し込み硬さ H と, c 軸の傾き角度 ϕ の関係を Fig. 10 に示す. 図中の表示は Fig. 8 と同様に平均値と最大値および最小値を示しており, 同一結晶粒内における硬さの差異は小さいことがわかる. c 軸の試料表面法線方向に対する傾き角度 ϕ に対しては, 若干のばらつきがあるものの, 角度が大きくなるに伴って押し込み硬さが低下する明確な傾向が認められた.

4 考察

第 3 章で示した結果より, 圧痕形状を表すべく定義した各パラメータおよび押し込み硬さと, c 軸の試料表面法線方向に対する傾き角度 ϕ の間には, 比較的明確な傾向が認められた. 一方, 圧痕に対する a 軸の方向を示す角度 ψ に対しては, 前述の変数との関連性がほとんど認められなかった.

(a) $|\mathbf{U}|-\phi$

(b) $|\mathbf{U}|-\psi$

Fig. 9 Relationships between magnitude of normalized convex vector $|\mathbf{U}|$ and angles ϕ and ψ .

Fig. 10 Relationships between indentation hardness H and angle ϕ .

押し込み硬さは圧子の押し込みに伴う抵抗の大きさを示すパラメータである。先に2・2節で述べたように、純チタンにおいてすべり方向は底面内に限定されていることから、一般には押し込み方向に対して底面が傾くほど、すべりが活動しやすくなり、押し込み硬さが低下したと考えられる。一方、a軸の方向についても押し込み硬さと無関係ではないと予想されるが、a軸方向は底面内に正負を合わせて6つあることから、試料座標系に対する角度変化が生じて、すべり変形に対する影響が現れにくいと予想される。

圧痕の頂角については、ある程度以上の深さでは圧子形状がほぼ完全に転写されて圧痕形状が等方的となってしまうため、本研究ではFig. 4で示したように圧痕形状の異方性が残る高さを選択し、その平面で切断して得られた投影形状から評価を試みた。その結果、頂角の平均偏差量 $\Delta\alpha$ を用いることによって、c軸の試料表面法線方向に対する傾き角度との間に比較的確な相関を得ることができた。しかしながら一部の圧痕ではこの傾向と一致しない例も認められ、それらは総じて平均偏差量が非常に小さかった。すなわち、これらの圧痕には、評価に用いた d の値($d = 0.1$, 最大押し込み深さに対する相対割合)が適さなかった可能性がある。また、盛り上がり箇所が圧痕の頂点に近ければ頂角への影響は強く現れると予想されるが、逆に盛り上がりが頂点より遠ければ頂角に対する影響は低下するであろう。これらを考慮した圧痕頂角評価法の改良は今後の課題である。

辺のゆがみについては、圧子の導入で押し出された材料に、結晶方位と圧子の向きによって限定された方向へ塑性流れが生じることにより、各辺における特定部分に局所的な盛り上がりを生じ、結果として試料表面法線方向から観察した圧痕形状の各辺に張出し形態が現れることがわかった。そこで、明瞭な関連が認められたc軸の傾き角度に着目し、個々の圧痕についてさらに詳細な観察を試みた。傾き角度が異なる3つの結晶粒における圧痕形状の典型的な例をFig. 11に示す。圧痕周囲にはすべり線の発生も認められたため、図中にはそれらも併せて示している。なおここでは、各辺における張出しベクトルについて、圧痕外向きを正、圧痕内向きを負として区別している。Fig. 11(a)はc軸方向が試料表面法線方向から大きく傾いている例であり、すなわち φ の値が大きい。このとき、圧痕形状はc軸に近い方向に大きくゆがんでおり、底面すべりによるすべり線が観察された。また、2つの辺に大きな正の張出しが現れており、同一のすべり系が2つの辺の近傍で同様に活動しているようである。Fig. 11(b)は φ の値が中程度の例であり、小さな正の張出しが圧痕の中心から見てc軸方向に近い辺で認められた。この圧痕でも同一のすべり系が2つの辺付近で活動しているようであるが、片側の辺ではさらに別の柱面すべりが現れ、多重すべりが生じていた。Fig. 11(c)はc軸方向がほぼ試料表面法線方向に近い例であり、辺のゆがみがほとんど認められず、圧痕周囲で明瞭なすべり線も観察されなかった。なお、このようなすべり線の様子は、同一結晶粒内に設けた複数個の圧痕でほぼ同様であることを確かめている。これらの点を考慮して、Fig. 9

Fig. 11 Typical examples of indentation shapes for different crystal orientations. The value with radian unit indicates the vertical angle, while that with micron unit indicates the magnitude of bulge vector on each side of indentation.

(a)に示した合成張出しベクトルの大きさ $|\mathbf{U}|$ とc軸の傾き角度 φ の関係を、圧痕周囲で観察されたすべり系の数で分類してプロットし直した結果をFig. 12に示す。表面で観察されるすべり線が全てのすべり系を示しているとは言えないものの、単一すべり系からなるすべり線のみが観察された圧痕においては、いずれも $|\mathbf{U}|$ が大きな値を示している。この結果から、c軸が試料表面法線方向から傾斜し、三角錐圧子の各斜面下で生じる塑性流れの方向に対する限定が強くなるほど、辺のゆがみが大き

Fig. 12 Relationships between magnitude of normalized convex vector $|\mathbf{U}|$ and angle φ shown in Fig. 9 (a). The marks $\odot$, $\circ$ and $\times$ denote the results for indentations around that the slip-lines by multi-slip systems, the slip-line by single slip system and no slip-line are observed.

く現れる可能性が示唆される。一方、このような辺のゆがみに対する $\{10\bar{1}2\} <\bar{1}011>$ 双晶の影響については不明であるが、双晶はその機構から発生し得る塑性ひずみ量が限られているため、試料表面への盛り上がりに対する寄与はそれほど大きくないと考えられる。

本研究において、結晶方位を示す角度 ϕ と ψ の一方を一定値として、他方のみを変化させた結果を得ることは実験的に困難であったため、明確な傾向が認められた c 軸の傾き角度 ϕ と各パラメータの関係に対して、 a 軸の方向を示す ψ の値が影響を及ぼす可能性が予想される。しかしながら、 ψ の値が比較的均一にばらついていたこと、Fig. 11 で示したような直接観察において、 c 軸の傾き角度と圧痕形状の異方性の間に明確な関係が認められたことから、 ψ の値の影響は小さいと考えている。一方、 a 軸の方向と圧痕形状の関係については、図で示した以外にも、頂角あるいは辺のゆがみに関連する種々の評価方法を試みたものの、本研究の範囲では明確な傾向を得ることができなかった。また、本研究では純チタンの焼鈍材を用いて圧痕形状の評価を行ったが、圧痕周囲の盛り上がり形態に対しては、加工硬化指数による影響も指摘されている。¹³⁾ これらの点は、圧痕形状を結晶方位評価に用いる最終目的に対して、今後さらに検討すべき課題である。

5 結 言

比較的強い塑性異方性を有する最密六方構造の多結晶純チタンを用いて、あらかじめ結晶方位を測定した結晶粒表面に対して微小押込み試験を行い、各結晶粒における結晶方位が圧痕形状や押込み硬さに及ぼす影響について検討を行った。得られた結果を要約すると以下の通りである。

(1) 微小押込み試験によって結晶粒内に設けた圧痕には、結晶方位と関連して異方性や辺のゆがみが現れる。これらは、圧子の押込みに伴い、材料が結晶方位によって限定された方向へ変形することにより、圧痕の各辺周囲に局所的な盛り上がりを生じるためである。

(2) 硬さに影響されない圧痕形状評価値のひとつとして、試料表面から最大押込み深さの一定割合だけ低い高さで切断した圧痕形状から、頂角の平均的な偏差量を求めた。この頂角の平均偏差量は、試料表面法線方向に対する c 軸の傾き角度に伴って増加し、圧痕形状の異方性が顕著になった。

(3) 圧痕における辺のゆがみ量を定量的に評価するために、圧痕の頂点を結んだ直線からの偏差が最も大きい点を求め、その点から直線への垂線を各辺の張出しベクトルとして定義した。それらの合成ベクトルの大きさを圧痕面積の平方根で正規化した値を用いたところ、純チタンにおける c 軸の試料表面法線方向に対する傾き角度に伴って明確な増加傾向を示し、結晶方位と相関を有することが確かめられた。

(4) 押込み硬さは、試料表面法線方向に対する c 軸の傾き角度が大きい結晶粒ほど増加する傾向を示した。

おわりに、本研究の遂行に協力された、元岡山大学工学部学生、井上貴敏氏（現、高菱エンジニアリング(株)）、寺内大地氏（現、倉敷化工(株)）に謝意を表します。

参 考 文 献

- 1) M. F. Doerner and W. D. Nix, "A method for interpreting the data from depth-sensing indentation instruments", *Journal of Materials Research*, Vol.1, No.4, pp.601-609 (1986).
- 2) A. R. Franco Jr., G. Pintaúde, A. Sinatora, C. E. Pinedo and A. P. Tschiptschin, "The use of Vickers indenter in depth sensing indentation for measuring elastic modulus and Vickers hardness", *Materials Research*, Vol.7, No.3, pp.483-491 (2004).
- 3) T. Chudoba, N. Schwarzer and F. Richter, "New possibilities of mechanical surface characterization with spherical indenters by comparison of experimental and theoretical results", *Thin Solid Films*, Vols.355-356, pp.284-289 (1999).
- 4) M. Kunert, B. Baretzky, S. P. Baker and E. J. Mittemeijer, "Hardness-depth profiling on nanometer scale", *Metallurgical and Materials Transactions*, Vol.32A, pp.1201-1209 (2001).
- 5) T. Abe, "Analysis of strength II : experimental approach", pp.79-108 (1984) Ohmsha.
- 6) V. Randle, "Microtexture determination and its applications" (1992) Maney Publishing.
- 7) Y. Tozawa and M. Nakamura, "The orientation of Vickers hardness number in anisotropic metal", *Journal of Japan Society of Technology and Plasticity*, Vol.8, No.82, pp.631-638 (1967).
- 8) K. A. Nibur and D. F. Bahr, "Identifying slip systems around indentations in FCC metals", *Scripta Materialia*, Vol.49, pp.1055-1060 (2003).
- 9) Y. Wang, D. Raabe, C. Klüber and F. Roters, "Orientation dependence of nanoindentation pile-up patterns and of nanoindentation microtextures in copper single crystals", *Acta Materialia*, Vol.52, pp.2229-2238 (2004).
- 10) S. Nagashima, "Texture", pp.140-144 (1984) Maruzen.
- 11) S. Nemat-Nasser, W. G. Guo and J. Y. Cheng, "Mechanical properties and deformation mechanisms of a commercially pure titanium", *Acta Materialia*, Vol.47, No.13, pp.3705-3720 (1999).
- 12) The Society of Materials Science, Japan ed., "Kikaizairyo gaku", pp.3-39 (2000) The Society of Materials Science, Japan.
- 13) J. Alcal, A. C. Barone and M. Anglada, "The influence of plastic hardening on surface deformation modes around Vickers and spherical indents", *Acta Materialia*, Vol.48, pp.3451-3464 (2000).