The Society of Materials Science, Japan

205

マグネシウムの低温圧縮変形の結晶粒径依存性に及ぼす双晶境界の影響

崇城大学[院]　○西山　徹　中島綾太　　崇城大学　小野長門

Effect of Twin Boundaries on Grain Size Dependence of Compressive Deformation at Low Temperature in Magnesium

Toru NISHIYAMA, Ryota NAKASHIMA and Nagato ONO

1　緒　　言

実用金属の中で最も軽い Mg とその合金は比強度，リサイクル性，振動吸収能，電磁遮蔽性などに優れているため，循環型超軽量金属材料として注目されている．また，Mg の機械的性質は結晶粒径に大きく依存し，結晶粒微細化で向上することもよく指摘されている．しかし，最密六方構造を持つ Mg は異方性が大きく [1]，低温での塑性加工が極めて困難である．この Mg を圧縮変形すると，引張時に比べて変形初期から双晶が現れるが，双晶境界が粒界と同様に金属の強化に寄与するか否かについては不明である．

本研究では結晶粒径の異なる Mg を作製し，液体窒素とドライアイスを用いて室温以下で圧縮試験した．この結果から，表面結晶粒でのすべり帯や双晶の出現に及ぼす変形温度と粒径の影響を明らかにした．さらに，双晶の形成が関与する Mg の圧縮変形における Hall-Petch 関係 ($\sigma_y = \sigma_0 + k_y d^{-1/2}$) の妥当性とその係数 k_y を検討した．

2　実験方法

本研究では大阪冨士工業（株）より提供された純度 99.95%の Mg 圧延板から，3×3×10mm^3 の角柱状試験片を切り出した．各試験片に対しエメリー紙での機械研磨後，粒径調整のために 573K，673K，723K で 10h の焼鈍を行って平均結晶粒径 40μm，60μm，80μm，160μm の 4 種類の試料を作製した．その後，165ml の硝酸と 335ml のメタノール混合液での電解研磨により，試料表面を鏡面に仕上げた．77K，213K，293K における圧縮試験は島津製 AGI-5kN を用い，1.7×10^{-4}s^{-1} のひずみ速度で行った．各試料の圧縮変形でのすべり帯や双晶の出現を確認するため，最初に 0.1%の塑性ひずみを与えて除荷重し，微分干渉型顕微鏡により試料表面の様相を確認した．さらに，同様の手順で試料の変形と観察をひずみ量 2.5%まで繰り返し，圧縮変形に伴う双晶出現の割合を求めた．

3　実験結果および考察

3.1　応力－ひずみ曲線と変形様相の観察　Mg の圧縮変形では，マクロな降伏後に応力一定の領域が形成される．この軟鋼のリューダース変形に類似した特徴は，双晶の出現によるものである．Fig.1 は，77K で圧縮変形した各結晶粒径の試料の応力－ひずみ曲線を示す．Mg の降伏応力は，結晶粒微細化により顕著に増大する．一方，293K と 213K で圧縮試験した Mg の変形初期において，{$10\bar{1}2$}タイプのレンズ状引張双晶が確認できる．Fig.2 (a) および (b) は，粒径 160μm の試料の 77K での観察結果である．塑性ひずみ 0.1%での試料の粗大結晶粒には太くて直線的なすべり帯が顕著に認められるとともに，レンズ状の引張双晶が出現する．その後，0.5%までのひずみ増加により幅の狭い{$10\bar{1}1$}タイプの帯状圧縮双晶も現れる．つまり，圧縮試験の温度が低下するほど Mg の変形応力は上昇することから，特に粗大結晶粒ですべり帯や双晶の出現は容易になると考えられる．

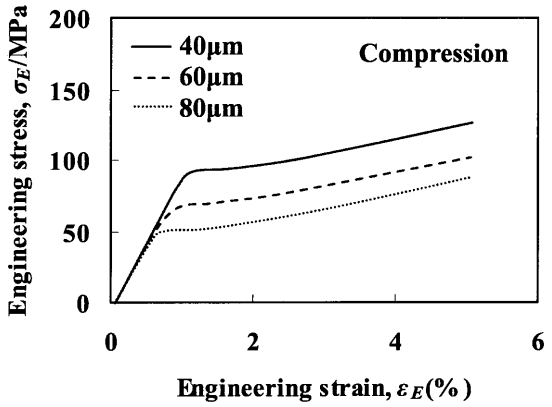

Fig.1 Stress-strain curves of polycrystalline magnesium having each grain size at 77K.

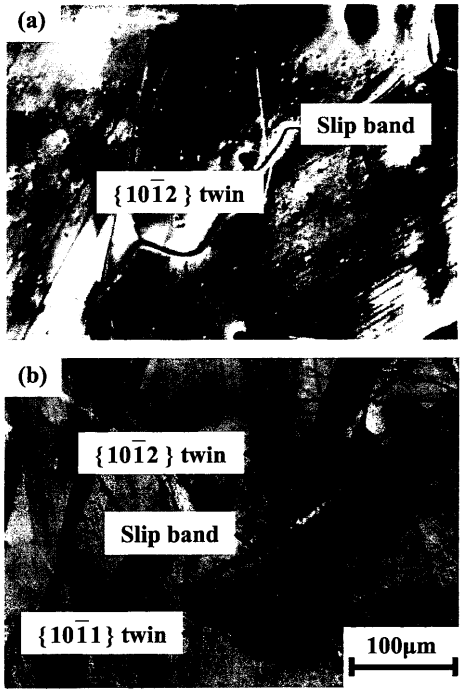

Fig.2 Surface grains of polycrystalline magnesium having a grain size of 160μm at 77K: (a) Plastic strain of 0.1%; (b) Plastic strain of 0.5%.

NII-Electronic Library Service

The Society of Materials Science, Japan

3.2 双晶出現の変形温度および結晶粒径依存性 Fig.3 は，粒径 60μm の試料の 77K，213K，293K での圧縮ひずみの増加に伴う双晶出現の割合を表したものである．Mg のマクロな降伏後，双晶が現れる表面結晶粒はすべての温度で変形の進行とともに急激に増し，塑性ひずみ 2.0%前後でほぼ試料全体に達する．ひずみ量0.1%～1.5%の範囲において，変形双晶は試験温度の低下に伴って形成し易くなることが分かる．同様に，粗大結晶粒の試料ほど双晶の形成は容易であることが確認できる．このため，室温以下の低温で圧縮変形した Mg での双晶出現には温度および結晶粒径依存性があるといえる．

3.3 Hall-Petch 関係の検討 Fig.4 は，圧縮変形した Mg の各変形温度での 0.2%耐力と-1/2 乗した粒径の関係を示す．室温以下での Mg の 0.2%耐力と粒径の関係は，すべて直線で整理できる．Table1 は，Fig.4 の全直線の Hall-Petch 係数 k_y 値を最小二乗法により求めた結果である．双晶算入の有無に関係なく引張時[2]と同様に，圧縮変形での k_y 値は温度の低下に伴って増加する．このとき，圧縮試験での k_y 値の温度依存性はかなり大きく，213K 以下の k_y 値は引張変形の結果より大きくなる．また，双晶を含む場合と含まない場合を比較すると，213K 以下の k_y 値は双晶の算入で減少する．粒界での堆積転位モデルに基づいて，多結晶金属の降伏が最大せん断応力の成分をもつ結晶粒から起こるとすれば，k_y 値は次式で表せる．

$$k_y = 4\delta_l^{1/2}(\tau_l - \tau_f) \quad (1)$$

ここで，δ_l は最初の結晶粒のすべり面を隣接結晶粒内に延長した平面に沿った粒界からの距離，τ_f は単結晶の臨界せん断応力，τ_l は δ_l の位置に固着された転位が動き始めるときのせん断応力である．τ_l および τ_f がその温度で一定であれば，k_y は $\delta_l^{1/2}$ に比例する．圧縮変形では，温度の低下に伴って双晶出現の割合が増加する．双晶を算入する方が粒径は小さくなり，実際に粒界への堆積転位数 n は減少する．この堆積転位に作用する応力を σ とすると，先頭転位は粒界で $n\sigma$ の応力集中を受ける．したがって，室温以下の温度低下に伴う双晶境界の形成で堆積転位による応力集中は減少し，式（1）の δ_l とともに k_y 値は小さくなると思われる．以上の結果から，Mg の低温圧縮変形で生じる双晶境界は粒界と同等に評価し，Hall-Petch 関係式に算入すべきであると考えられる．

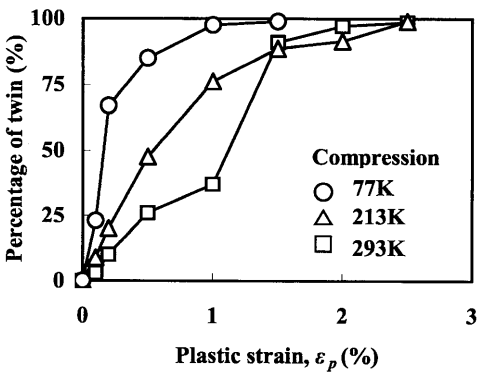

Fig.3 Relation between the percentage of deformation twin and the plastic strain in polycrystalline magnesium having a grain size of 60μm at each temperature.

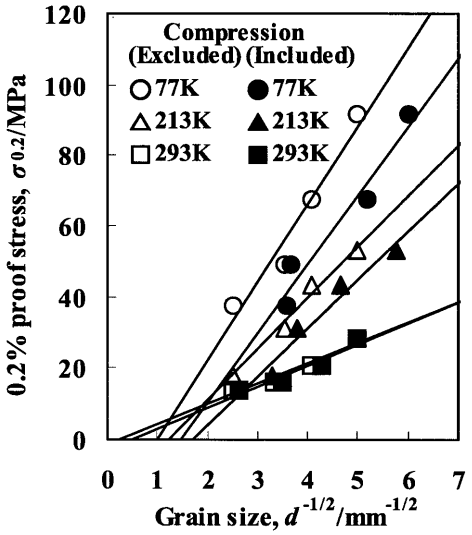

Fig.4 Relation between 0.2% proof stress and the inverse square root of grain size in polycrystalline magnesium under compressive loading at each temperature.

Table1 The k_y values of 0.2% proof stress at each temperature shown in Fig.4. The asterisk is data for polycrystalline magnesium by Ono *et al.*[2]

Testing	Temperature (K)	k_y (MPa·mm$^{1/2}$)
Tension*	77	12.5
	213	10.0
	293	9.2
Compression (Excluded twin)	77	22.0
	213	14.4
	293	5.7
Compression (Included twin)	77	19.4
	213	13.6
	293	5.9

4 結　　言

(1) 圧縮試験の温度が低下するほど Mg の変形強度が上昇することから，表面結晶粒でのすべり帯や双晶の出現は容易になる．さらに，粗大結晶粒の試料には変形双晶が現れ易い．つまり，低温で圧縮変形した Mg における双晶形成には温度および結晶粒径依存性がある．

(2) 引張変形時と同様に，Mg の低温圧縮変形により求めた Hall-Petch 係数 k_y 値は，試験温度の低下に伴って増加する．このとき，圧縮試験での k_y 値の温度依存性はかなり大きく，213K 以下の k_y 値は引張変形の結果に比べて増大する．

(3) Mg の圧縮変形で双晶境界を結晶粒径に算入した場合，k_y 値は小さくなる．これは，粒界における堆積転位モデルを適用すれば双晶境界も転位運動の障害となって粒界での堆積転位数が減少し，その応力集中が低くなることに起因すると考えられる．

参考文献

1) 小池淳一，宮村剛夫，軽金属，**54**-11, 460 (2004).
2) N. Ono, R. Nowak and S. Miura, Mater. Letters, **58**-1, 39 (2004).

NII-Electronic Library Service