

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

安藤 大輔* 小池 淳一

東北大学大学院工学研究科知能デバイス学専攻

J. Japan Inst. Metals, Vol. 71, No. 9 (2007), pp. 684-687
© 2007 The Japan Institute of Metals

Relationship between Deformation-Induced Surface Relief and Double Twinning in AZ31 Magnesium Alloy

Daisuke Ando* and Junichi Koike

Department of Material Science, Tohoku University, Sendai 980-8579

In Mg alloys, twins have been known to be an important deformation mechanism. However, their roles on deformation mechanisms have not been well understood. In this work, we performed tensile test of rolled sheets of AZ31 Mg alloys at room temperature. A number of large surface reliefs were observed in a region near a fractured edge. TEM observation showed the formation of twins under the large surface relief. Crystallographic analysis indicated that the basal planes of the twins were tilted by approximately 37° with respect to the basal planes of the matrix, corresponding to the formation of $\{10\bar{1}1\}$ - $\{10\bar{1}2\}$ double twins. This is considered to make basal dislocation slip highly active within the twin. The localized deformation within the twins may lead to the formation of crack-like faults.

(Received April 23, 2007; Accepted June 1, 2007)

Keywords: magnesium, twin, deformation, failure

1. 緒 言

Mg は最密六方晶をとる金属であり、室温では底面すべり系の CRSS (臨界分解せん断応力) は非底面すべり系の CRSS の約 1/100 と非常に小さい値をとるため、底面に平行な方向には容易にすべるが、非底面の方向には変形しにくいとされている¹⁾。このため、c 軸成分のひずみを発現する機構として変形双晶が重要な役割を果たすと考えられている。主な変形双晶のタイプは $\{10\bar{1}2\}$, $\{10\bar{1}1\}$ が知られており、いずれも c 軸成分のせん断ひずみを有するため異方性の高い転位すべりの補足的変形機構として有効である。

双晶形成に伴う表面起伏を測定すると、 $\{10\bar{1}2\}$ 双晶は起伏がほとんど確認されないのに対して、 $\{10\bar{1}1\}$ 双晶は顕著な起伏を伴っているという報告がある³⁾。その原因はそれぞれの変形双晶のせん断ひずみの差では説明ができず、双晶形成に伴う底面方位の回転が考えられている。すなわち $\{10\bar{1}2\}$ 双晶の形成は c 軸を 86° 回転させるために双晶と母相の底面すべりの分解せん断応力に大きな差はない。これに対して、 $\{10\bar{1}1\}$ 双晶は c 軸を 56° 回転させるため、双晶内部の底面すべりの分解せん断応力が大きくなる。その結果、双晶内部で局所的な大変形が生じることが予想され^{4,5)}、これが顕著な表面起伏の原因になると考えられている。また、双晶

内部の大変形は双晶界面および端部において顕著なひずみの不一致を生じ、破壊の起点になることも予想されている。しかし、以前の報告は表面起伏と双晶タイプの関係を晶癖面のトレース解析に依存しているため双晶タイプの決定法に曖昧さが残る。また最近の報告では EBSD 法によって双晶タイプを決定しており⁶⁾、観察試料の準備の際に試料表面が研磨されていて表面起伏との関連性を明確にできていない。

そこで、本研究においては双晶タイプと表面起伏の関係を明らかにすることを目的として、変形後の試料に形成される表面起伏を観察し、その部分から TEM 試料を切り出すことによって、表面起伏の下部に存在する双晶タイプを決定した。さらに表面起伏を伴わない双晶タイプも同様に決定し両者のタイプを比較することで表面起伏形成の原因を明確にすることを試みた。

2. 実験方法

試料は厚さが 1.2 mm の AZ31 マグネシウム合金 (Mg-3Al-1Zn in mass%) 圧延板を用いた。圧下率 4% の冷間圧延を行なった後、 400°C で 4 h または 8 h の焼鈍を施した。平均粒径は光学顕微鏡組織の直線交差法より求め、それぞれ $40\text{ }\mu\text{m}$, $80\text{ }\mu\text{m}$ であった。いずれの試料でも異常成長粒は少なく均一な粒径分布であった。これらの焼鈍試料からゲージ長 15 mm、ゲージ幅 4 mm の試験片を切り出した。圧延による表面傷や酸化物の影響を除去するためにエメリー紙を用

* 東北大学大学院生 (Graduate Student, Tohoku University)

いて #4000 まで機械研磨をした後、化学研磨によって表面を鏡面に仕上げた。化学研磨液の組成は無水エタノール 50 ml, 硝酸 8 ml であった。一軸引張試験は室温で圧延方向に行なった。試験は初期ひずみ速度が $1.0 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ となるように一定のクロスヘッド速度で行ない、公称ひずみで 5, 10, 15, 22% の変形をした試料を用意した。ここで 22% は破断時の公称ひずみである。変形後の試料は Focused Ion Beam 装置 (FIB) で表面観察を行い、表面起伏部が観察される領域を厚さが 100 nm 以下になるまで断面加工し TEM 試料を得た。同様に明瞭な起伏が観察されない領域からも TEM 試料を作製した。TEM での内部組織観察と回折パターンの解析により双晶タイプの特特定を行なった。この際、観察方向は菊池図形を用いて $\langle 1\bar{2}10 \rangle$ 方向とした。

3. 結果と考察

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 $\langle 1\bar{2}10 \rangle$ 方向を軸に 86° 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 $\{10\bar{1}2\}$ 双晶である。

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 $\langle 1\bar{2}10 \rangle$ 方向を軸に 56° 回転していた。このような角度関係を有する細い双晶は $\{10\bar{1}1\}$ 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. 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 $\langle 1\bar{2}10 \rangle$ 方向を軸に 37° 回転しており、双晶界面と母相の底面とは 54° 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 $\{10\bar{1}6\}$ 双晶の 34.69° や、 $\{30\bar{3}2\}$ 双晶の 39.16° に近い。しかし、そのときの双晶界面はそれぞれ 17.35° , 70.42° となり 54° にはならない。また、双晶界面にのみ注目すると $\{30\bar{3}4\}$ 双晶に近い。

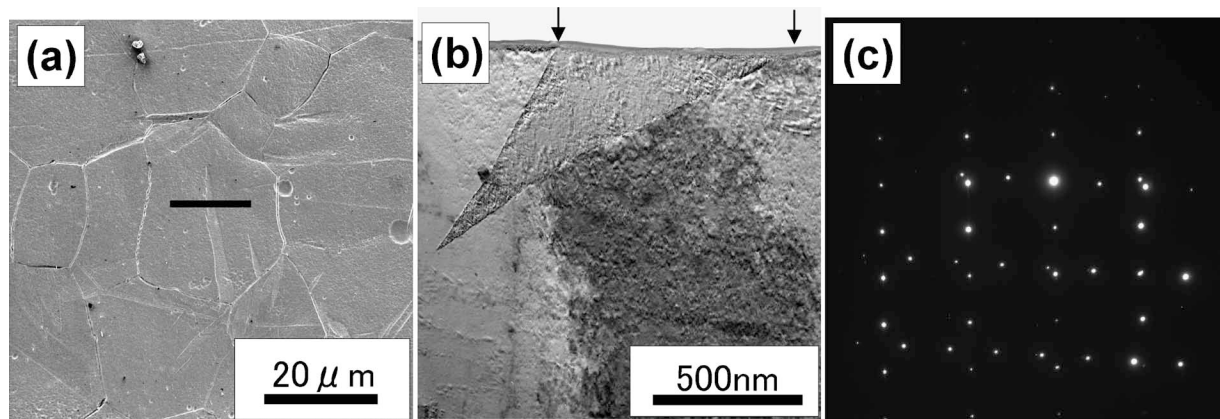


Fig. 1 (a) An FIB image of surface deformed to 5%. (b) A Cross-sectional TEM image of the solid line region. Arrows on the surface show the position of the twin interface. (c) A selected-area diffraction pattern, indicating basal-plane tilt by 86° .

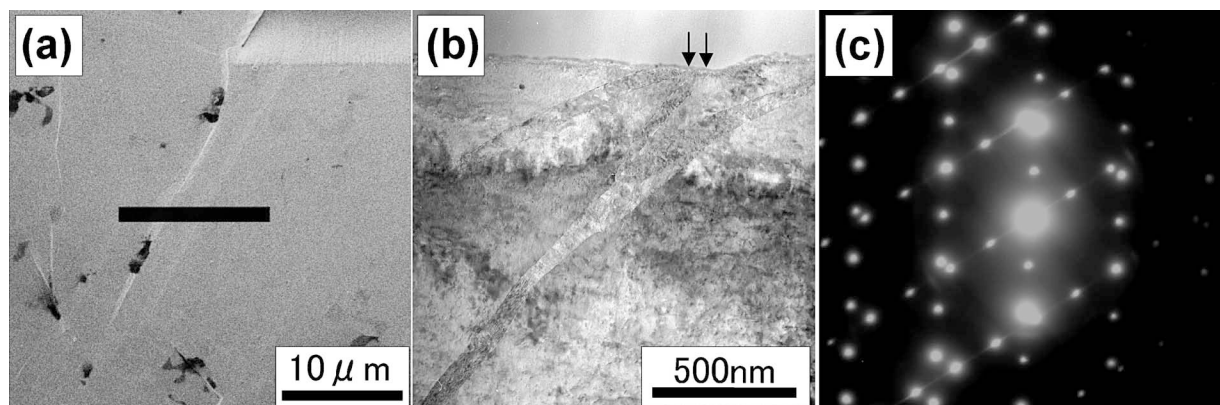


Fig. 2 (a) An FIB image of surface deformed to 10%. (b) A Cross-sectional TEM image of the solid line region. Arrows on the surface show the position of the twin interface. (c) A selected-area diffraction pattern, indicating basal-plane tilt by 56° .

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° 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 $\{30\bar{3}4\}$ 双晶は見かけの界面指数が $\{30\bar{3}4\}$ であり、実質的には多重双晶であるという報告がある⁷⁻¹⁰⁾。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双晶を報告している⁹⁾。これは初期双晶として $\{10\bar{1}1\}$ 双晶が生じ、その内部に $\{10\bar{1}2\}$ 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 $\{10\bar{1}1\}$ 双晶によって 56.17° 回転され、その後 $\{10\bar{1}2\}$ 双晶によって 86.28° 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° 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 $\{10\bar{1}1\}$ - $\{10\bar{1}2\}$ 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 $\{10\bar{1}1\}$ - $\{10\bar{1}2\}$ 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 $\{10\bar{1}1\}$ - $\{10\bar{1}2\}$ 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とともに、Table 1 に双晶のタイプをまとめた。D は母相 F に対して $\{10\bar{1}1\}$ 双晶であった。また、E は D に対して $\{10\bar{1}2\}$ 双晶であった。以上から、E は母相 F に対して $\{10\bar{1}1\}$ - $\{10\bar{1}2\}$ 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。

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。 $\{10\bar{1}1\}$ 双晶と $\{10\bar{1}2\}$ 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 $\{10\bar{1}1\}$ 双晶のせん断ひずみを打ち消すように $\{10\bar{1}2\}$ 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^{1,4,5)}や Reed-Hill¹⁰⁾ 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

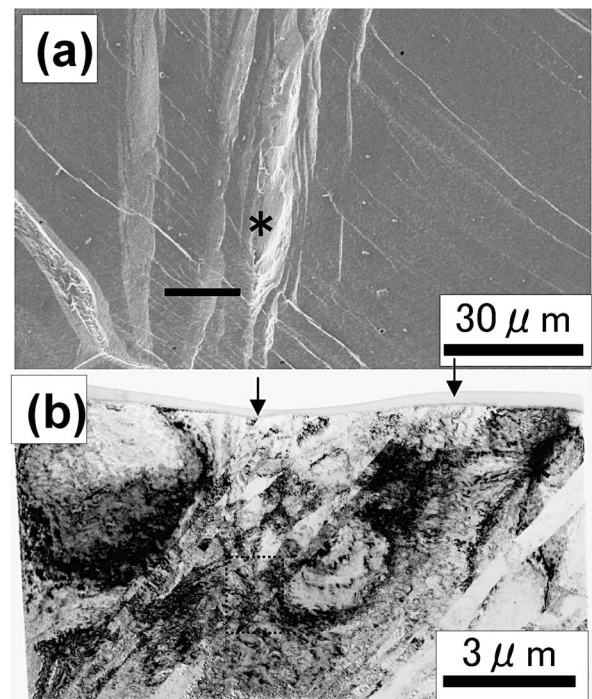


Fig. 4 (a) An FIB image of surface deformed to 22%. (b) A Cross-sectional TEM image of the solid line region. Arrows on the surface show the position of the twin interface.

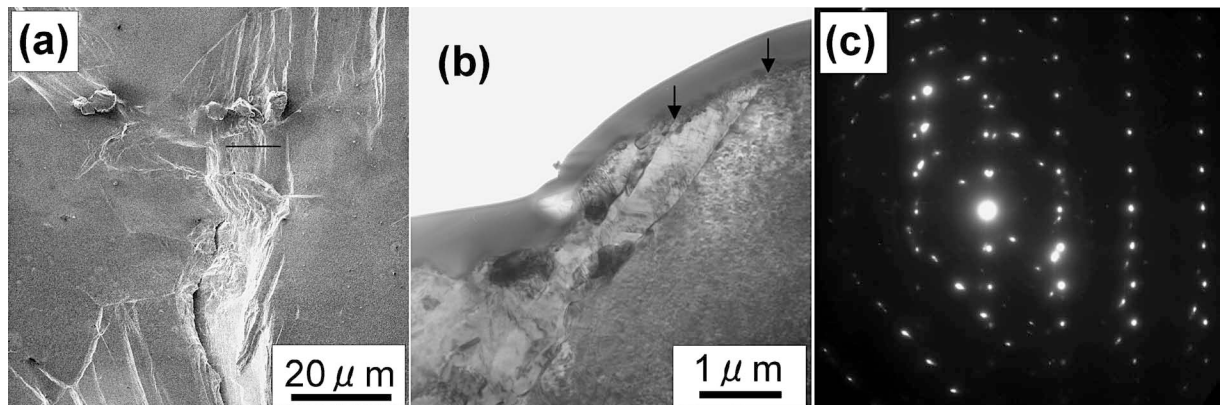


Fig. 3 (a) An FIB image of surface deformed to 15%. (b) A Cross-sectional TEM image of the solid line region. Arrows on the surface show the position of the twin interface. (c) A selected-area diffraction pattern, indicating basal-plane tilt by 37° .

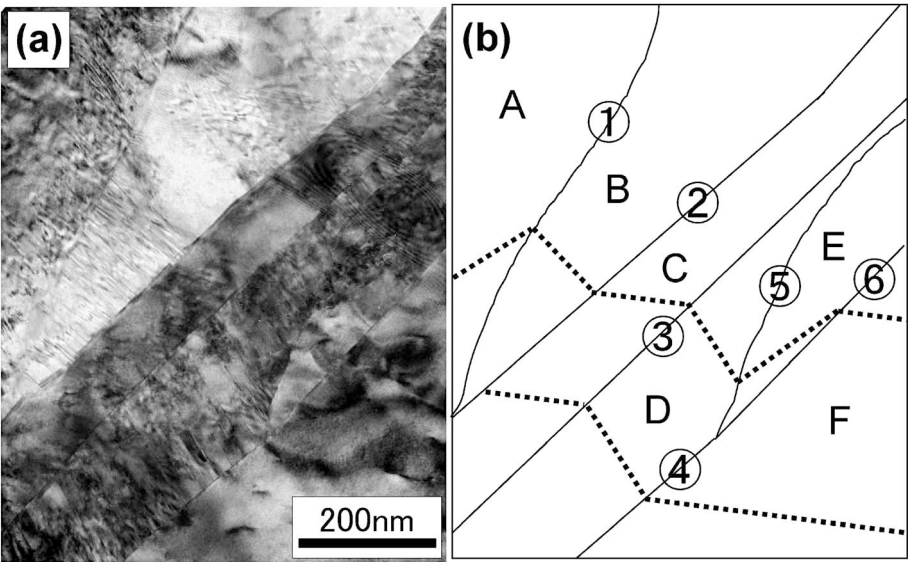


Fig. 5 (a) A magnified image of the enclosed area in Fig. 4. (b) A Schematic illustration to indicate twin boundaries by solid lines and basal-plane traces by dotted lines.

Table 1 The type of twins at the numbered boundaries.

Number	①	②	③	④	⑤	⑥
Twin type	$\{10\bar{1}2\}$	$\{10\bar{1}1\}$	$\{10\bar{1}1\}$	$\{10\bar{1}1\}$	$\{10\bar{1}2\}$	$\{10\bar{1}1\}-\{10\bar{1}2\}$

面の長さに比例する．このとき，Fig. 4 で示したように $\{10\bar{1}1\}$ 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十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 $\{10\bar{1}2\}$ 双晶を誘起するには十分であり， $\{10\bar{1}1\}$ 双晶の内部に $\{10\bar{1}2\}$ 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 $\{10\bar{1}1\}$ 双晶と同じ厚さ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则认为．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^{6,11)}．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，二重双晶内での局所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．

4. 結 論

AZ31 圧延板を室温で引張試験し，表面起伏と双晶タイプ

の関係について調べた．レンズ状の $\{10\bar{1}2\}$ 双晶，細いバンド状の $\{10\bar{1}1\}$ 双晶は表面起伏を伴わないのに対して，太いバンド状である $\{10\bar{1}1\}-\{10\bar{1}2\}$ 二重双晶は著しい表面起伏を形成し，クラックに至っているものもあった．また，段階的な表面起伏の内部組織の観察によって， $\{10\bar{1}1\}-\{10\bar{1}2\}$ 二重双晶が形成される過程を明らかにした．二重双晶が形成される過程は，初期双晶として形成された $\{10\bar{1}1\}$ 双晶のせん断ひずみを打ち消すように $\{10\bar{1}2\}$ 双晶がその内部に形成されている．この二重双晶内部にすべり変形が局在化することによって局所的大変形が生じ破壊に至ると考えられる．よって，マグネシウム合金の延性向上には二重双晶の形成を抑制することが重要である．

文 献

- 1) H. Yoshinaga and R. Horiuchi: Trans., JIM **4**(1963) 134.
- 2) R. E. Reed-Hill and W. D. Robertson: Acta Metall. **5**(1957) 717.
- 3) J. Koike: Metall. Mater. Trans. A **36A**(2005) 1689.
- 4) H. Yoshinaga and R. Horiuchi: Trans., JIM **4**(1963) 1.
- 5) H. Yoshinaga, T. Obara and S. Morozumi: Mater. Sci. Eng. A **12**(1973) 255-264.
- 6) Z. Keshavarz and M. R. Barnett: Scripta Mater. **55**(2006) 915-918.
- 7) B. C. Wonsiewicz and W. A. Backofen: Trans. Metall. Soc. AIME **239**(1967) 1423.
- 8) R. E. Reed-Hill: Trans. Metall. Soc. AIME **218**(1960) 554.
- 9) W. H. Hartt and R. E. Reed-Hill: Trans. Metall. Soc. AIME **239**(1967) 1511.
- 10) W. H. Hartt and R. E. Reed-Hill: Trans. Metall. Soc. AIME **242**(1968) 1127-1133.
- 11) M. R. Barnett, M. D. Nave and C. J. Bettles: Mater. Sci. Eng. A **386**(2004) 205-211.