

回折コントラストトモグラフィを用いたマグネシウム合金における 繰返し負荷過程における双晶形成のその場観察 In-situ Observation of Formulation of Twinning for Magnesium Alloy under Tension-compression Cyclic Deformation by Diffraction Contrast Tomography

中井 善一^a, 塩澤 大輝^a 菊池 将一^a
Yoshikazu Nakai^a, Daiki Shiozawa, Shoichi Kikuchi^a

^a神戸大学大学院

^aKobe University

結晶 3D マッピング法の一つである回折コントラストトモグラフィ(DCT)による結晶組織観察をマグネシウム合金の引張圧縮繰返し変形時における組織変化の観察に適用した。マグネシウム合金の変形挙動の特徴として塑性変形時に双晶を形成することが挙げられ、この変形双晶により引張および圧縮負荷での降伏応力がそれぞれ異なる。圧縮および引張の繰返し負荷時における結晶粒組織を、負荷をかけた状態でのその場観察を行った。実験では圧縮降伏応力を超える変形を与え、その後変形を元に戻し、さらに圧縮と同じ大きさの引張負荷を与えた。この過程における結晶ミスオリエンテーション挙動を観察したところ、オーステナイト系ステンレス鋼の場合とは異なり、圧縮塑性変形過程では{0001}面でのミスオリエンテーションが小さくなり、双晶面では大きくなる様子が見られた。一方引張塑性変形過程では{0001}面でのミスオリエンテーションは大きくなり、双晶面では変化は見られなかった。これは圧縮では双晶の形成が引張では底面すべりが生じていることを示唆している可能性が考えられた。

キーワード： 回折コントラストトモグラフィ(Diffraction Contrast Tomography),
金属疲労(Fatigue), 金属組織観察(Crystal structure analysis)

1. 背景と研究目的：

近年、回折コントラストを用いて結晶粒の形状および方位を解析する手法が研究・開発されている。本手法によれば結晶粒の形状および方位を高精度に測定できる結晶 3D マッピングが可能となる。本研究では、結晶 3D マッピング法である回折コントラストトモグラフィ(Diffraction Contrast Tomography: DCT)[1](図 1)を開発し、クリープ損傷評価や疲労損傷などを定量的に評価する手法を構築することを目的としている。これまでにアルミニウム合金やステンレス鋼、工業用純鉄などに対して DCT により結晶 3D マッピングが可能であること、さらに静的引張試験や疲労試験過程の試験片に対して DCT 測定を行い、回折スポットの出現角度幅は、結晶内部の構造変化を反映していることが明らかとなった[2]-[9]。さらに 2014B 期では、回折スポットの出現角度幅から結晶粒内のミスオリエンテーションの総和(total misorientation: β)を算出することを提案した[10]。 β は、結晶粒内の回折面の湾曲程度を評価するパラメータと考えられ、試験片に予ひずみを与えて転位密度の変化をさせた試験片や高サイクル疲労試験において β を用いた評価を行った結果、 β は結晶の回折面における転位密度と対応しており、 β の大きさおよび変化から結晶粒内の疲労損傷を評価できる可能性があることが明らかとなった。

本課題ではマグネシウム合金の引張・圧縮過程における双晶の生成を、DCT を用いてその場観察することを試みた。マグネシウム合金では引張の降伏応力と圧縮の降伏応力の大

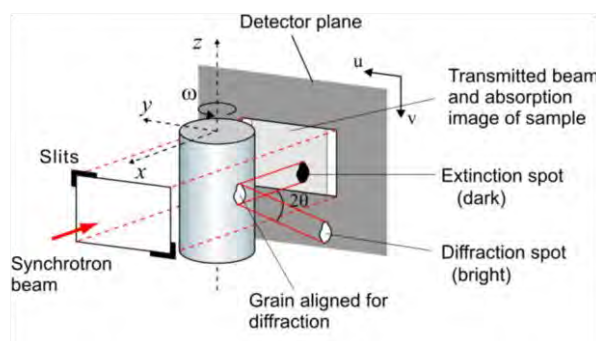


図 1. 回折コントラストトモグラフィの原理

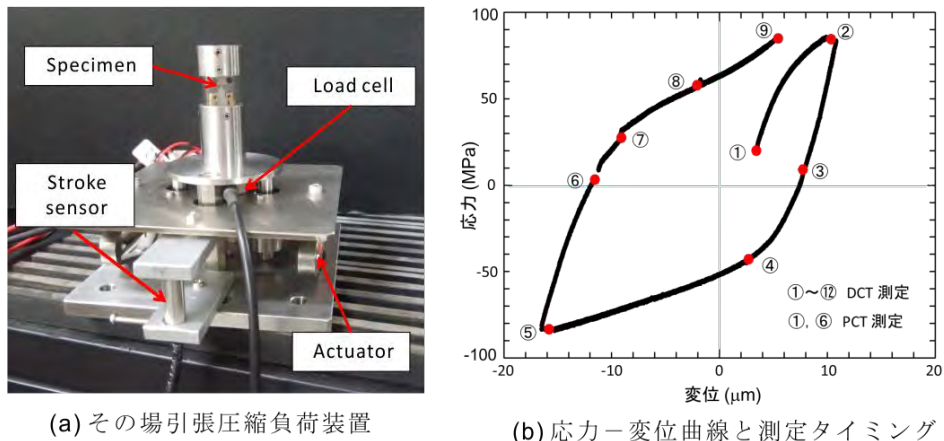


図 2. その場観察用疲労試験機

きさは異なっており、この原因として双晶の生成が挙げられている。双晶の生成機構はマグネシウム合金における変形能に重要な役割を果たす一方で、き裂の起点となると考えられている。変形挙動や強度と双晶の活動の関係を 3 次元的にその場観察することが可能となれば、より高強度な組織構造の材料の創製に役立つものと期待される。

2. 実験：

2.1：疲労試験機および試験片

供試材としてマグネシウム合金 AZ31 を用いた。試験片の最小断面はその場負荷試験機の容量から $0.3 \text{ mm} \times 0.3 \text{ mm}$ とした。試験片形状に加工後、残留ひずみの除去と結晶粒の粗大化を目的として、 600°C で 4 時間保持後炉冷の熱処理を行った。その場引張・圧縮試験機の外観図および試験片形状を図 2 に示す。負荷機構として機械増幅型 piezo アクチュエータを用いている。この引張・圧縮試験機を DCT 測定の回転ステージ上に設置する。試験機に取り付けたまま DCT 撮影を行うために、観察箇所はアクリルチューブで覆われている。本試験片に対して引張および圧縮試験を行った結果を図 3 に示す。図 3 より圧縮降伏応力は 78.9 MPa であり、引張降伏応力は 147 MPa 付近に存在していることが分かる。

2.2：DCT 測定

DCT の測定は BL19B2 ビームラインにて行った。検出器にはビームモニタ BM2($f=24$)と CCD カメラ flash4.0 の組み合わせを用いた。CT 撮影用の検出器には、ビームモニタ BM($\times 10$)と CCD カメラ C4880-41S を用いた。検出器の有効ピクセルサイズはそれぞれ $2.4 \mu\text{m}$ および $0.35 \mu\text{m}$ である。DCT の測定条件としては、サンプルーカメラ間の距離 L を 10 mm 、X 線のエネルギー E を 35

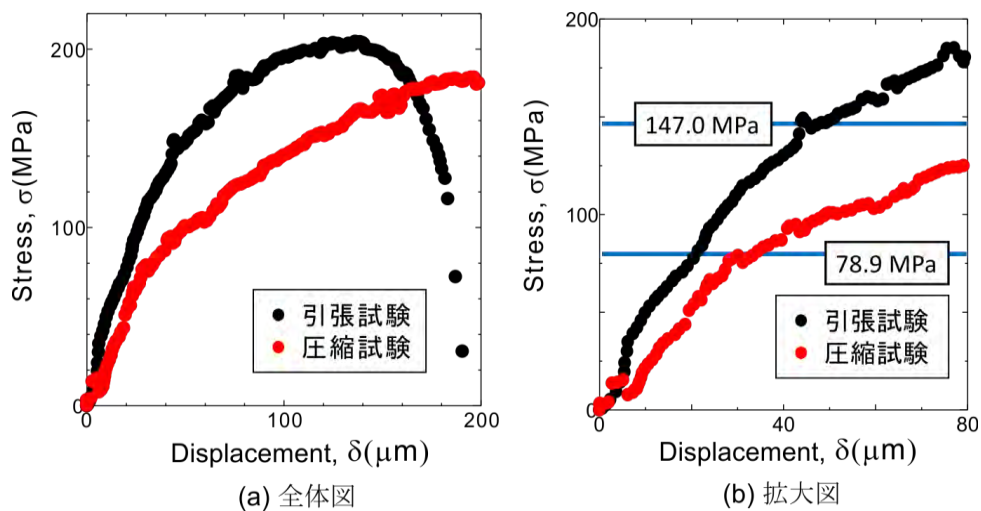


図 3. 引張・圧縮試験結果

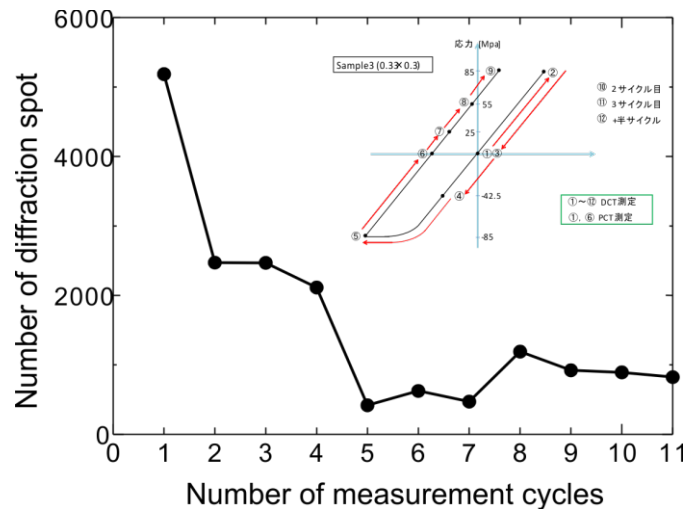


図 4. 圧縮-引張過程における回折スポットの出現数の変化

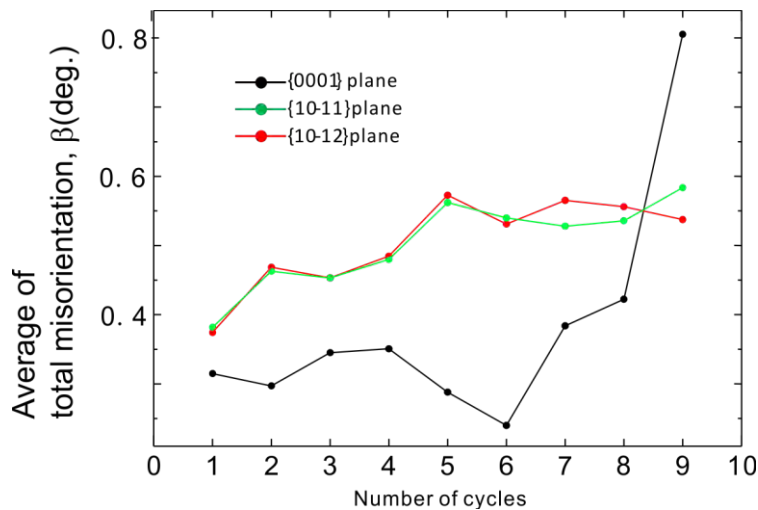


図 5. 圧縮引張過程における β の変化

keV とした。サンプルを 360° 回転させながら常に検出器で露光し、 0.04° だけ回転するごとに画像を取得している。得られた画像から回折スポットを検出し、その大きさと位置を記録する。このとき画像のノイズを削除することを目的として、輝度の大きさとスポットの面積を閾値とするフィルタリングを行った。CT 撮影の条件としては、サンプル-カメラ間の距離 L を 300 mm とし、サンプルを 180° 回転させる間に 1.0° ごとに透過像を得た。フィルタリングにおけるスポットの大きさは $625 \mu\text{m}^2$ とした。

DCT では、回折条件を満たした結晶の回折スポットを撮影して、結晶粒形状の再構成を行う。一方、通常結晶面(回折面)は完全な平面ではなく、転位の存在によりわずかに彎曲している。したがって特定の入射角に対して結晶粒の全投影形状が現れるのではなく、その一部のみが回折スポットとして投影される。一つの結晶粒が回折条件を満足する入射 X 線の角度範囲 $\Delta\omega_{\text{diff}}$ を計測し、さらに回折面の法線と試料回転軸の関係を考慮することにより、結晶粒の局所方位差の総和 (total misorientation) β を算出することができる。

3. 実験結果および考察：

図 3 の応力-変位曲線をもとに、引張負荷では弾性変形範囲内であり圧縮負荷では塑性変形となる 85 MPa の大きさの、引張および圧縮負荷を与える繰返し負荷試験を行った。図 2(b) に示した繰返し負荷試験中における応力-変位曲線に合わせて示したタイミングで DCT 測定をそれぞれ行った。繰返し負荷過程における DCT 測定中の回折スポットの出現数および局所方位差の総和 β の

変化を評価した結果を図 4 および 5 にそれぞれ示す。図 4 および 5 の横軸は図 2(b)中の測定タイミングである。オーステナイト系ステンレス鋼では塑性変形や疲労損傷などによる転位密度の上昇とともに β が増加し、さらに回折スポットの輝度が減少して出現する回折スポット数は減少する傾向が見られた。

図 4 より、回折スポットは最初の引張負荷および大きな塑性変形を示した④→⑤の圧縮変形時で大きく減少しており、その後引張変形である⑦→⑧で増加していることが分かる。一方図 5 より、底面すべりが生じる $\{0001\}$ 面では、 β は圧縮の塑性変形が生じている④→⑤→⑥で減少していることが分かる。その後⑥→⑨の引張負荷の過程で $\{0001\}$ 面の β は増加に転じている。双晶面である $\{10\bar{1}1\}$ および $\{10\bar{1}2\}$ 面では、最初の引張負荷①→②および圧縮の塑性変形時の④→⑤において増加を示しているが、その他の変形過程では変化は見られなかった。

圧縮の塑性変形過程では、 $\{0001\}$ 面の β は減少し、 $\{10\bar{1}1\}$ および $\{10\bar{1}2\}$ 面では増加していた。圧縮の塑性変形では変形双晶が発生していると考えられることから、 $\{10\bar{1}1\}$ および $\{10\bar{1}2\}$ 面における β の増加は変形双晶に関する変化を示唆していることが考えられる。また圧縮から引張負荷転じた変形過程では、 $\{0001\}$ 面の β は増加しているのに対して、 $\{10\bar{1}1\}$ および $\{10\bar{1}2\}$ 面では大きな変化が見られなかった。これは引張負荷過程では変形双晶は生じておらず、おもに底面すべりが活動していることを示唆している可能性がある。このようにマグネシウム合金における β の変化はオーステナイト系ステンレス鋼とは異なる挙動を示すことが分かった。

マグネシウム合金における変形と双晶発生との関係を DCT により観察できることが明らかとなった。今後は個々の結晶に関する解析を進め、結晶面の変化と変形挙動について詳細な検討を行う予定である。

参考文献：

- [1] W. Ludwig et al.: J. Appl.Cryst., Vol. 41 (2008), pp. 302-309.
- [2] 中井善一, 塩澤大輝, 平成 23 年度 重点産業利用課題成果報告書(2011A), 2011A1786.
- [3] 中井善一, 塩澤大輝, 平成 23 年度 重点産業利用課題成果報告書(2011B), 2011B1983.
- [4] D. Shiozawa et al., International Journal of Fatigue, (2015), In Press.
- [5] 中井善一, 塩澤大輝, 平成 24 年度 産業新分野支援課題・一般課題(産業分野)実施報告書(2012A), 2012A1437.
- [6] 中井善一, 塩澤大輝, 平成 25 年度 産業新分野支援課題・一般課題(産業分野)実施報告書(2013A), 2013A1645.
- [7] D. Shiozawa et al., Advanced Materials Research Vols. 891-892 (2014), pp. 600-605.
- [8] 中尾亮太 他, 第 63 期日本材料学会学術講演会講演論文集, (2014), 734.
- [9] 中井善一 他, 平成 26 年度 産業新分野支援課題・一般課題(産業分野)実施報告書(2014A)、2014A1587.
- [10] 中井善一 他, 平成 26 年度 産業新分野支援課題・一般課題(産業分野)実施報告書(2014B)、2014B1798.