

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 引張-圧縮サイクル中の双晶形成過程のその場観察 In-situ Observation of Twin Boundary Formation of Magnesium Alloy under Tension-compression Cyclic Loading by Diffraction Contrast Tomography

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

^a神戸大学大学院, ^b静岡大学工学部
^aKobe University, ^bShizuoka 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。引張-圧縮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。実験では弾性変形内の引張負荷と、引張負荷と同じ大きさであり、かつ圧縮降伏応力を超える圧縮変形を繰返し与えた。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、引張変形過程ではいずれの回折面にもミスオリエンテーションの変化は見られなかったのに対して、圧縮塑性変形過程では双晶面では大きく変化する様子が見られた。さらに再び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に大きな変化が見られた。これは圧縮過程で生じた双晶の形成が引張では底面すべりの活動に影響を及ぼしており、疲労き裂の発生に関連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]-[8]。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[9]。 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。

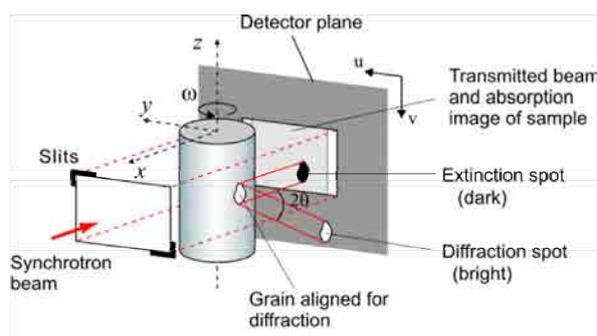
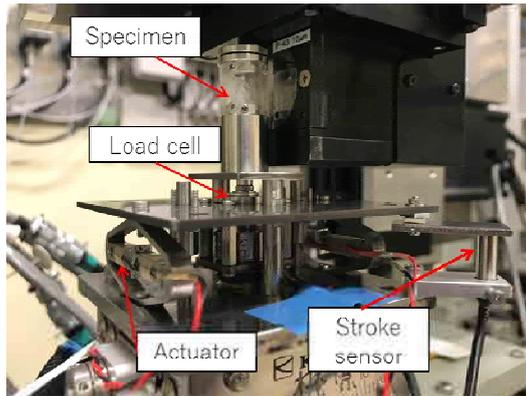


図 1. 回折コントラストトモグラフィの原理



(a) その場疲労試験機の外観



最少断面部直径 $d=0.6$ mm

(b) 観察用試験片

図 2. その場観察用疲労試験機および試験片の外観図

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

試験片の最小断面はその場負荷試験機の容量から直径 $600 \mu\text{m}$ の円形状とした。その場疲労試験機および試験片の外観を図 2 に示す。これまでの試験片は長方形断面を有していたのに対して、透過厚さの変化がない円形断面に変更した。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。引張・圧縮試験機の外観図を図 2(a) に示した。負荷機構として機械増幅型ピエゾアクチュエータを用いている。アクチュエータ部の変位を試験機変位(ストローク)として非接触型変位計を用いて測定している。この引張・圧縮試験機を DCT 測定の回転ステージ上に設置した。

2.2：DCT 測定

DCT の測定は BL14B2 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 C4880-41S の組み合わせを用いた。検出器の有効ピクセルサイズは $2.4 \mu\text{m}$ である。測定条件としては、サンプル-カメラ間の距離 L を 10 mm 、X 線のエネルギー E を 22 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。フィルタリングにおけるスポットの大きさは $1000 \mu\text{m}^2$ 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：

応力-試験機変位の関係を図 3 に示す。図 3 より、圧縮側の変形で塑性変形を示していることがわかる。一方で引張過程では圧縮過程と比較して大きな応力増加勾配が現れておらず、巨視的な塑性変形を示していない。図 3 中の丸印で示したタイミングで DCT 測定を行った。繰返し負荷の

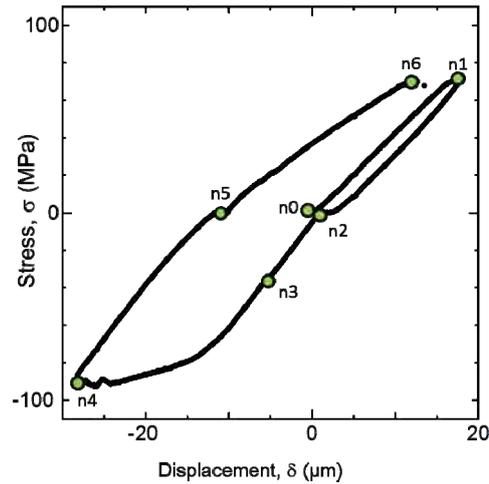


図 3. 圧縮-引張過程における応力試験機変位の関係

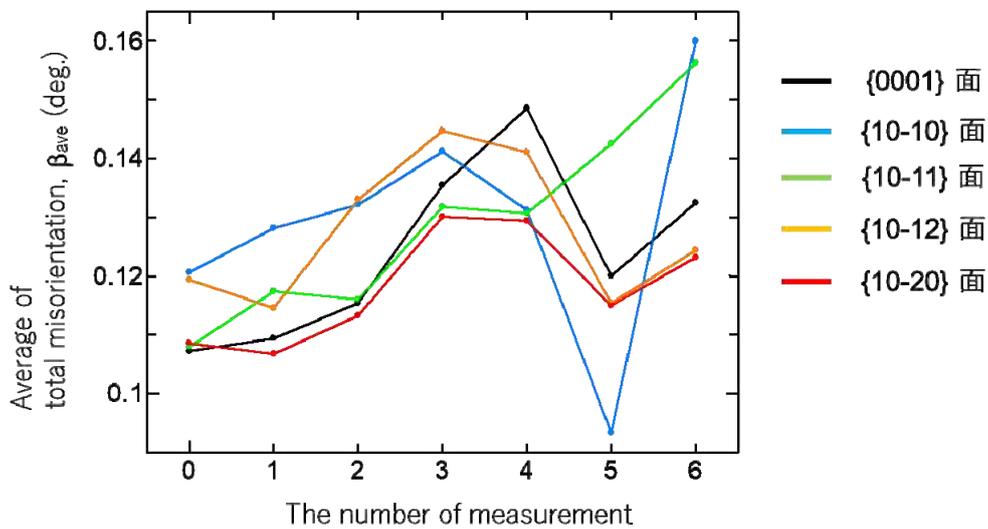


図 4. 引張-圧縮過程における β の変化

1 サイクル目の過程における DCT 測定中の回折スポットの局所方位差の総和 β の変化を図 4 に示す。図 4 の横軸は図 3 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 が増加した。[8]-[11]

図 4 より、いずれの回折面においても引張変形の過程(n0→n1→n2)では β の値に大きな変化は見られないのに対して、圧縮変形を与える過程(n2→n3→n4)では β の値は増加していることが分かる。その後圧縮を除荷する(n4→n5)過程では{10-11}面を除いた回折面では β は減少し、その後引張変形に入る(n5→n6)過程では β は増加に転じている。弾性変形内である引張負荷時には結晶組織に変化は生じていないため、 β の変化は現れていないが、圧縮過程では{10-12}面や{10-11}面において形成される変形双晶が生成され、それに伴い、{0001}面においても双晶の影響が β に現れたものと考えられる。さらに圧縮を除荷すると可逆的な変形双晶の一部が元の状態に戻ったことを実験結果は示唆している可能性がある。このように引張-圧縮負荷における回折面ごとの変化を観察することができた。今後は結晶ごとに β の増加傾向を解析し、き裂発生の起点となる挙動を観察する予定である。

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(2014B)、2014B1798.
- [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(2014A)、.
- [11] 中川 湧紀 他, *M&M2017 材料力学カンファレンス講演論文集*, (2017)