

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 双晶形成のその場観察

In-situ Observation of Formulation of Twinning for Magnesium Alloy 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および結晶粒レベルでの疲労損傷評価手法を開発している。本課題実験では、本手法をマグネシウム合金の変形時における双晶形成の観察に適用した。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ミスオリエンテーションが小さくなり、その後の除荷過程ではミスオリエンテーションが増加に転じる様子が観察された。これは双晶の形成により回折スポットが連続的に出現しなくなったことや双晶形成の可逆性により除荷時では結晶内の方位差が元の状態に戻ったことが考えられる。

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。

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

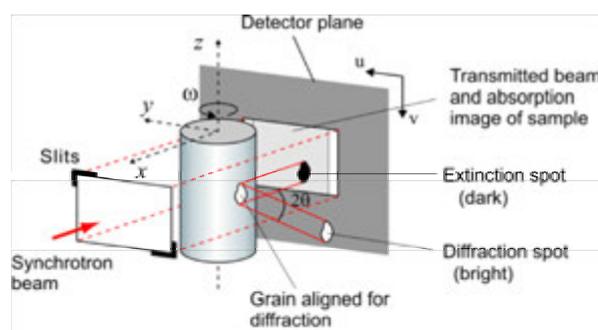


図 1. 回折コントラストトモグラフィの原理

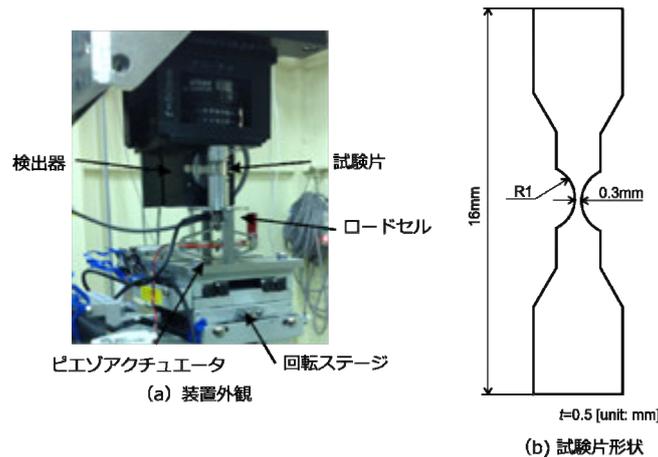


図 2. その場観察用疲労試験機

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 piezoelectric actuator 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 $6 \mu\text{m}$ 付近の圧縮変位から塑性変形が生じており、引張負荷では約 $20 \mu\text{m}$ の変位から塑性変形が生じていることが分かる。このようにマグネシウム合金では圧縮の降伏応力は引張の降伏応力よりも小さい。

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ー BM2($f=24$)と CCD カメラ flash4.0 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 27 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

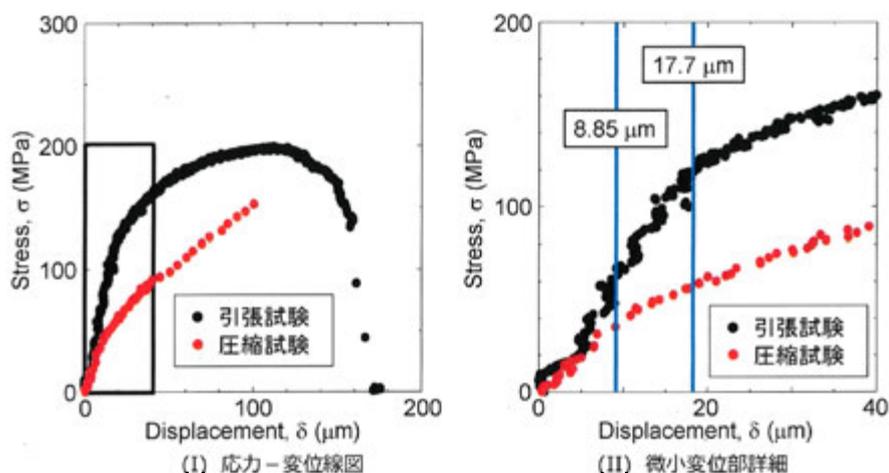
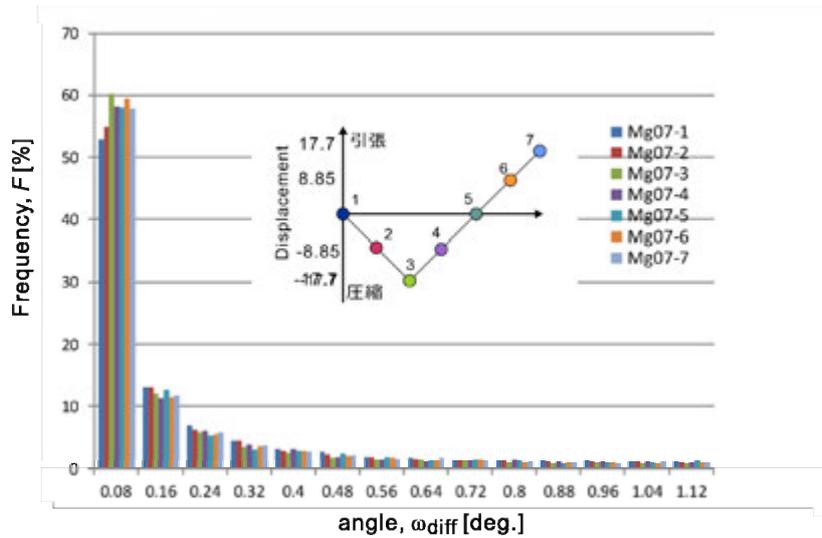
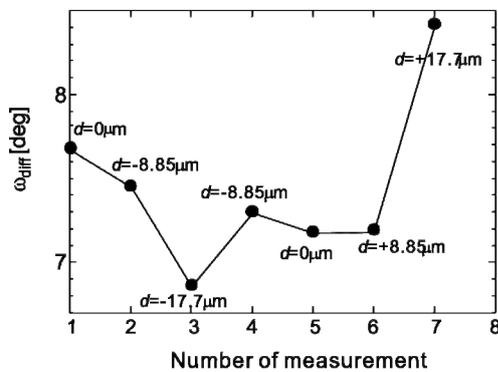


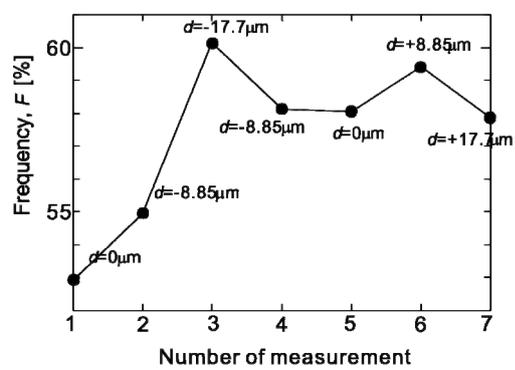
図 3. 引張・圧縮試験結果



(a) ω_{diff} に関するヒストグラム



(b) ヒストグラムの重心の変化



(c) $\omega_{\text{diff}}=0.04\sim 0.12\text{deg}$ の回折スポットの出現頻度の変化

図 4. 圧縮-引張過程における回折スポットにおける出現角度変化 $\Delta\omega_{\text{diff}}$ の変化

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 $500 \mu\text{m}^2$ とした。所定の変形を与えた状態で DCT の測定を行った。

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-変位関係をもとに圧縮負荷において塑性変形を示す変位($d=8.85, 17.7 \mu\text{m}$)を与え、その後同じ大きさの引張負荷を与えた。各変位で停止させた状態で DCT 撮影を行った一例について述べる。回折スポットの出現角度範囲 $\Delta\omega_{\text{diff}}$ を評価した結果を図 4 に示す。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 $\Delta\omega_{\text{diff}}$ および β が増加することが分かっている[10]。図 4(a)では、各回折スポットの $\Delta\omega_{\text{diff}}$ の出現頻度のヒストグラムを示している。図 4(a)より負荷変位に応じて $\Delta\omega_{\text{diff}}$ が小さな回折スポットの数が増えていることが分かる。図 4(b)ではヒストグラムの重心の変化を示している。図 4(b)より、圧縮負荷を与えるにつれて、 $\Delta\omega_{\text{diff}}$ の平均値は小さくなっているが、変位を元に戻す過程では $\Delta\omega_{\text{diff}}$ の平均値は増加に転じていることが分かる。オーステナイト系ステンレス鋼では塑性変形を与えた場合、塑性変形を与える

ほど $\Delta\omega_{\text{diff}}$ の平均値は大きくなる傾向が見られており、マグネシウム合金では異なる傾向が見られた。この原因を検討するために、図4(c)では $\Delta\omega_{\text{diff}}=0\sim 0.08$ degの回折スポットの頻度の変化を調べた。 $\Delta\omega_{\text{diff}}=0\sim 0.08$ degの回折スポット数は圧縮変位が大きくなるにつれて多くなり、変位を元に戻す過程で再び減少していることが分かる。オーステナイト系ステンレス鋼の場合では、塑性変形とともに $\Delta\omega_{\text{diff}}$ が小さなスポットが減少する一方で、 $\Delta\omega_{\text{diff}}$ が大きなスポットが増加しており、 $\Delta\omega_{\text{diff}}$ の平均値は塑性変形が大きくなるほど大きくなった。マグネシウム合金において圧縮負荷で $\Delta\omega_{\text{diff}}$ の平均値が減少し、 $\Delta\omega_{\text{diff}}=0\sim 0.08$ degのスポットが増加した原因として、変形双晶の発生が考えられる。マグネシウム合金の塑性変形は双晶変形によって担われる部分が多い。双晶が発生した部分では元の結晶粒の方位と異なるため、結晶粒内の双晶の回折スポットは元の結晶粒とは異なる位置または角度に現れると考えられる。回折スポットを確認すると、圧縮負荷前のある回折スポットの出現角度範囲内で、圧縮負荷後において回折スポットが小さくなり検出のフィルタリングによって検出されない角度が存在した。このような場合では、出現角度範囲が連続していないため、それぞれ別の結晶粒における回折スポットと分類され、回折スポットの出現角度範囲は小さく評価される。圧縮負荷後に出現角度範囲の中で回折スポットが現れなくなった原因として双晶の部分では元の結晶粒の方位が異なるために回折スポットが現れる場所、または回折条件が異なっていることが考えられる。なお回折スポットのフィルタリングの大きさを変更した場合においても $\Delta\omega_{\text{diff}}$ の変化は同様であった。さらに変形双晶には可逆性があるため、圧縮変形を取り除いた際に変形双晶が消滅したため、 $\Delta\omega_{\text{diff}}$ の平均値が圧縮負荷時から増加したことが考えられる。

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。今後は結晶粒の3次元再構成により双晶の挙動を評価する予定である。

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), 2014A1587.