

令和 4 年 6 月 29 日現在

機関番号：10106

研究種目：基盤研究(C) (一般)

研究期間：2019～2021

課題番号：19K04065

研究課題名(和文)放射光透過ラウエ法を用いた曲げ負荷中の単結晶の回転と残留ひずみ解析

研究課題名(英文) Analysis of rotation and residual strain in a single crystal under bending load using synchrotron radiation transmission Laue method

研究代表者

吉田 裕 (Yoshida, Yutaka)

北見工業大学・工学部・教授

研究者番号：30626122

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 2,700,000円

研究成果の概要(和文)：本研究では、放射光白色X線を用いてAZ31Bマグネシウム(Mg)合金の4点曲げ試験後の結晶の回転とひずみ分布、及び透過型電子顕微鏡を用いたミクロ構造解析から変形の詳細について報告した。また、放射光透過ラウエ法により4点曲げ試験中のMg単結晶の回転とひずみの逐次測定を行なった。さらに、逐次計測のための小型4点曲げ試験機を開発し、その走査型電子顕微鏡法/電子線後方散乱回折法によって得られた結果を提示した。これらの評価法がMg合金の延性損傷評価のため有用であることを確認した。

研究成果の学術的意義や社会的意義

Mg系材料は、構造用の金属材料として最軽量であることから家電、自動車および医療の分野において、実用化が期待されているが、Mg系材料は特殊な結晶の回転からなる変形挙動がみられるため材料内部の残留ひずみ分布が複雑となる。材料破壊の観点からプレス加工などにおいて、材料内部の残留ひずみを把握することが重要である。本研究成果はMg加工精度の向上に寄与すると考えられる。

研究成果の概要(英文)：In this study, we reported the crystal rotation and strain distribution in AZ31B magnesium (Mg) alloy after the four-point bending test using synchrotron radiation white X-rays, and the detail of deformation from microstructural analysis using a transmission electron microscope. In addition, the sequential measurement of the rotation and strain in Mg single crystals during the four-point bending test were performed by synchrotron radiation transmission Laue method. Furthermore, we developed a four-point bending equipment for sequential measurement and presented the results by scanning electron microscopy/electron back scatter diffraction. It confirmed that these evaluation techniques are useful for the ductile damage evaluation of Mg alloys.

研究分野：材料強度学

キーワード：放射光 白色X線 単結晶 残留ひずみ 透過型電子顕微鏡

様式 C - 19、F - 19 - 1、Z - 19 (共通)

1. 研究開始当初の背景

金属材料は特定の格子面のひずみや結晶の回転が優先的に発現することが知られているが、マグネシウム(Mg)系材料では、引張と圧縮負荷時では変形機構が異なるため、曲げ加工のように材料内部で引張と圧縮が混在する場合、破壊機構が複雑になる。このことから材料の健全性や余寿命の観点から純曲げ区間の結晶挙動を評価することが重要である。代表者らは、4点曲げによる材料内部の延性損傷進展メカニズムの解明を目的に検討をすすめている。圧延された Mg 合金(AZ31B)において、底面が負荷方向に対して垂直になる場合、{10-12}双晶変形、{10-10}や{10-11}すべりが活動的になるが、その詳細は明らかになっておらず、さらなる検討が必要であると考えられた。特にアコースティックエミッションを利用した調査においては引張・圧縮負荷の除荷時にスプリングバックの影響で中立軸以外にも引張・圧縮境界が発現する。また、材料内部に引張の残留ひずみがある場合、材料破壊の観点からクラックの進展に影響がでると考えられる。しかしながら、現在までに残留ひずみに着目した調査が行われていない。

本研究では、Mg 系材料の曲げ試験中の引張・圧縮領域の変形を追跡することで材料内部の変形機構を解明できると考えた。それは結晶内の各格子面挙動を一括調査する必要があり、大型放射光施設(SPring-8)を利用することで達成できる。さらに、電子顕微鏡(SEM 及び TEM)観察による検証を行うことで延性損傷評価法の高度化を目指した。

2. 研究の目的

本研究では、白色 X 線回折測定から 4 点曲げ負荷時の Mg 系材料の変形機構を明らかにすることが目的である。2 次元検出による 4 点曲げ試験中の Mg 単結晶の透過ラウエ測定が実施されれば、結晶の回転と残留ひずみから純曲げ区間の変形機構が明らかになる。さらに、走査型電子顕微鏡(SEM)及び透過型電子顕微鏡(TEM)観察により変形機構の詳細を明らかにする。

3. 研究の方法

(1) AZ31B による検討

供試材である AZ31B は、機械研磨を用いて 25×2×1mm のサイズに加工し、圧延方向と圧延面の異なる 4 種類の曲げ試験片として、曲げ試験機により曲げられた。その後、SPring-8 に設置された BL28B2 共用ビームラインにて、各押し込み量の曲げ試験後の試験片に対して白色 X 線回折測定を行なった。さらに測定後の試験片を慎重に切断・加工し TEM サンプル(2.6×0.5×0.1mm)加工し、イオンスライサにより観察部を 100nm 以下の薄膜サンプルとして仕上げた。作製したサンプルにより局所領域の TEM (HITACHI H9000NAR) 観察を実施した。

(2) Mg 単結晶による検討

供試材は Mg 単結晶とし、機械研磨により試験片(25×2×1mm)を作製し、SPring-8 に設置された BL14B1 共用ビームラインにて、放射光白色 X 線を用いた透過ラウエ法により 4 点曲げ試験の逐次測定を行なった。透過ラウエ法を実施するため 2 次元検出器を用いて閾値電圧を測定した。

得られた閾値電圧を X 線エネルギーに変換するため、校正を行なう必要がある。校正には鉛とタングステンを利用し、白色 X 線照射によって得られる蛍光 X 線の特性 X 線(K 線)を用いた。照射によって得た K 線から閾値エネルギーと閾値電圧の関係から校正係数を得た。閾値エネルギーに相当する閾値電圧の決定には各ピクセル位置の閾値電圧を用いて、閾値 X 線エネルギーに換算した後に中心差分をとり X 線エネルギー単色像を作成した。

本研究では放射光測定時、検出器を移動させて 9 か所の X 線エネルギー単色像の取得を行なった。1 か所の X 線エネルギー像は 38000×9=342000 ピクセルで構成されており、これらを貼り合せて 1 枚の全体像とした。9 か所の接合部の貼り合せ処理や得られたデータには欠損部分があるため、それを補完する目的で新規 python プログラムを開発し効率化を行った。

最後に、X 線エネルギー像から X 線強度が最大となる X 線エネルギー単色像を抽出し、ビーム中心と X 線強度の最大位置を結ぶ直線上のラインプロファイルを得て決定した。ここで得られた X 線エネルギー単色像内の距離は、回折角に変換し、X 線強度と 2θ の関係とした後、Gauss 関数によるフィッティングを行い、ピーク回折角を決定し、上記によって、決定した X 線エネルギーと回折角の関係から各格子面の面間隔を決定し、格子ひずみを算出した。

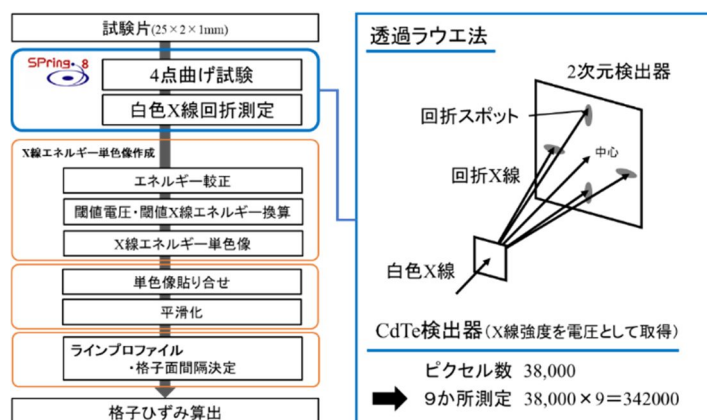


図1 透過ラウエ法による評価手順

(3) 走査型電子顕微鏡による検討

放射光による解析結果を検証するため、SEMに取り付け可能な小型4点曲げ試験機を製作し検討を行った。図2(a)と(b)に設計した曲げ試験機の3D-CADモデルおよび各部品を示す。試験機全体の寸法はSEM内部に設置する際に使用するホルダに取り付けられるよう12.5 mm×9 mmとした。4点曲げの機構は試験機中央の掘り込み部にクロスヘッドを取り付け、ネジをレンチにより回転させることでクロスヘッドが上方に変位し、試験片が曲げられるよう設計した。試験部の寸法は、押し込み側のスパン長さが4 mm、支持部側(上側の2点)のスパン長さが8 mm、圧子の円柱半径は0.5 mmとした。クロスヘッドを押し込むネジはM2×6 mm、ネジピッチは0.4 mmであり、押し込み量はネジの回転量×ピッチとした。

開発した小型4点曲げ試験機の有用性を検討するためMg単結晶試験片を準備してSEM/電子線後方散乱回折(EBSD)による計測を実施した。試験片は{0002}が平行であり押し込み方向に対して{10-10}が垂直とし、ダイヤモンドカッターおよび機械研磨により10×2×1mmの試験片サイズとした。

SEM観察面はバフ研磨、クロスセクションポリリッシャ加工(JEOL IB-0910CP)により鏡面仕上げを行った。作製した試験片を試験機に取り付け押し込み量を0、0.4、0.8、及び1.2 mmとしSEM観察を実施した(図2(c))。その後、試験片の純曲げ区間のEBSD計測により、逆極点図(IPF)マップを取得した。これにより4点曲げ負荷中の変形機構を調査した。

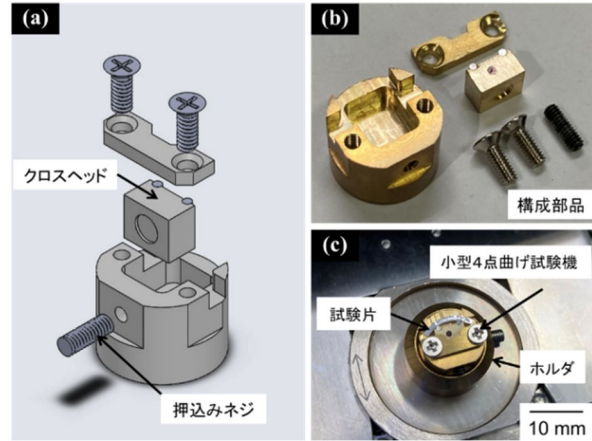


図2 (a)と(b)小型曲げ試験機及び(c)設置の様子

4. 研究成果

(1) AZ31Bによる結果

放射光白色X線による{0002}の積分強度の結果(図3)から3種類(A, C及びD)の試験片において、圧縮側から0.4mmの測定位置で減少が認められた。一方、B試験片では0.4mmの位置で増加することがわかった。また、除荷した試験片の格子ひずみでは、試験片Cにおいては0.4mmの位置で{10-10}の格子ひずみが圧縮方向に最大となることがわかった(図4(c))。さらにTEM観察を実施したところ、0.4mmの位置では、0.3mmや0.5mmの位置と比較して双晶量が少ないことが明らかになり、また、局所領域において、図5に見られる双晶を分断するすべりが認められた。これらの結果から、0.4mmの位置では局所せん断変形が起きると考えられた。

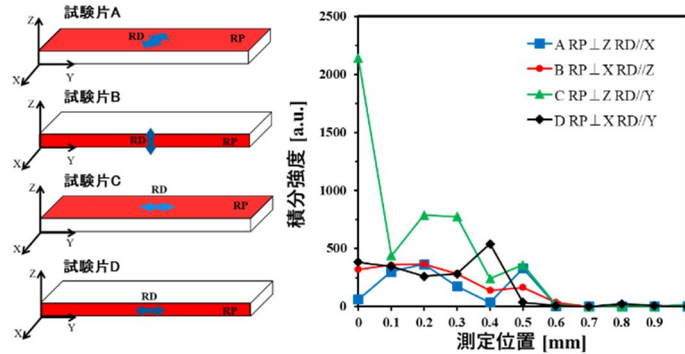


図3 各試験片での{0002}面の積分強度の結果¹⁾

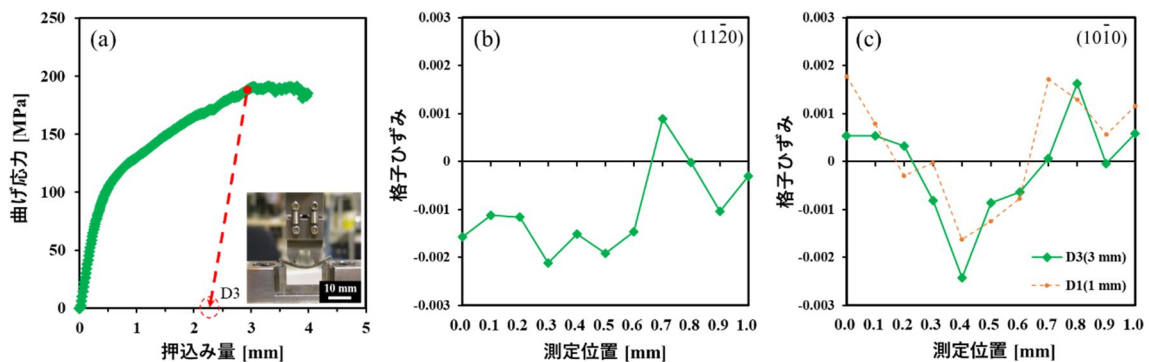


図4 試験片Cの(a)4点曲げ試験結果(b)及び(c){11-20}と{10-10}の格子ひずみの結果^{2), 3)}

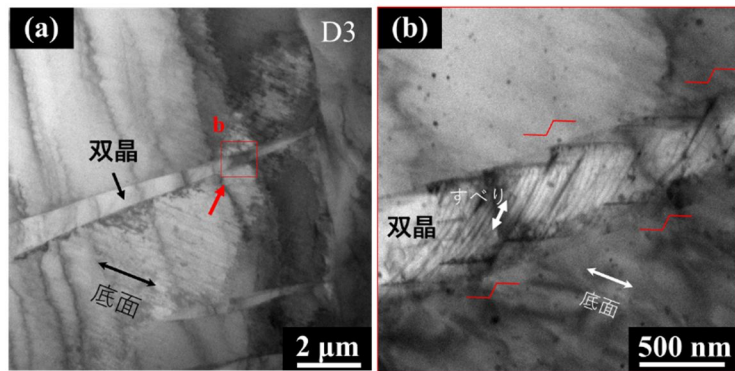


図5 D3 曲げ後の試験片 C 内 0.4 mm 位置の TEM による観察結果
(b)は、(a)写真内の b 部拡大写真^{2), 3)}

(2) 透過ラウエ法を用いた Mg 単結晶 4 点曲げ試験の解析結果

図 6 (a)は各ピクセルにおける係数 a_i と b_i の分布である。図 6 (b)は、閾値電圧像であり、図 6 (c)は閾値電圧から換算した X 線エネルギーによる X 線エネルギー像である。図 6 (d)はカメラ長を 300 mm の X 線エネルギー像であり、図 6 (e)はカメラ長 600 mm で再測定したエネルギー単色像である。図 6 (f)は、(e)内の黄枠部分 f の {10-10} 面の回折スポットの強度分布を示している。ピクセルの抜けやノイズがあるため、これらを補完するためガウシアンフィルタによる平滑化を行った。図 6 (g)に平滑化後の強度分布を示す。ピクセルの抜けやノイズを除去することができている。

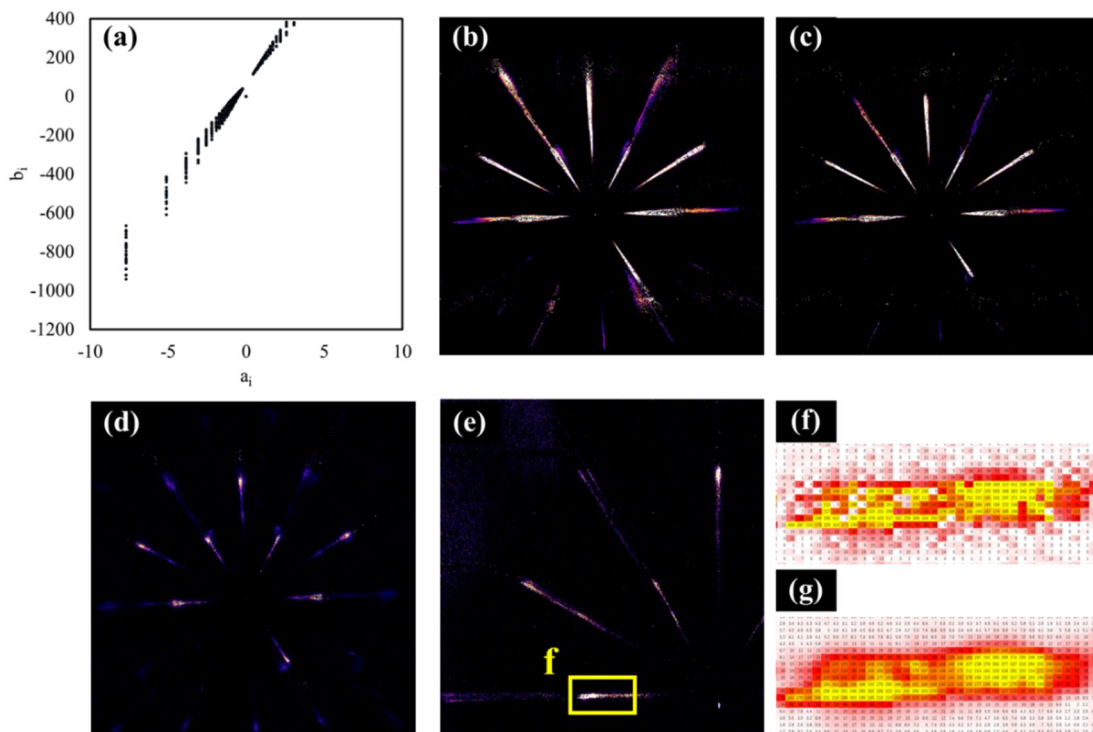


図 6 (a)エネルギー較正係数分布, (b) 閾値電圧像, (c) X 線エネルギー像,
(d) カメラ長 300mm と (e) カメラ長 600mm での X 線エネルギー単色像,
(f) と (g) {10-10} の回折スポットの平滑化前及び平滑化後の X 線エネルギー単色像⁵⁾

図 7 (a)は平滑化後の X 線エネルギー単色像から得られるラインプロファイル結果を示している。X 線強度と回折角 2θ の関係となっておりエネルギーの変化に伴い X 線強度ピークが回折角 2θ の高角度側にシフトしていることがわかる。これらの結果から X 線強度が最大となるものを抽出し、図 7 (b)から格子面間隔を得た。図 7 (c)に押込み量 2.5 mm 時の (10-10) の格子面間隔の分布を示す。カメラ長 300 mm の時、格子面間隔は安定しておらず圧縮応力と引張応力によるひずみの傾向も評価することは難しい。これは角度分解能が約 0.04° であり {10-10} 面の回折スポットが検出される角度の範囲では、1 ピクセル毎に約 1% の誤差を生じるためである。解像度が低いためピクセルの抜けやノイズの影響で回折角 2θ のズレも大きいことが原因である。回折像全体のパターンの変化を確認するためには不十分であった。一方で、600 mm での分解能は約 0.02° であり格子面間隔算出の精度として十分であると考えられた。

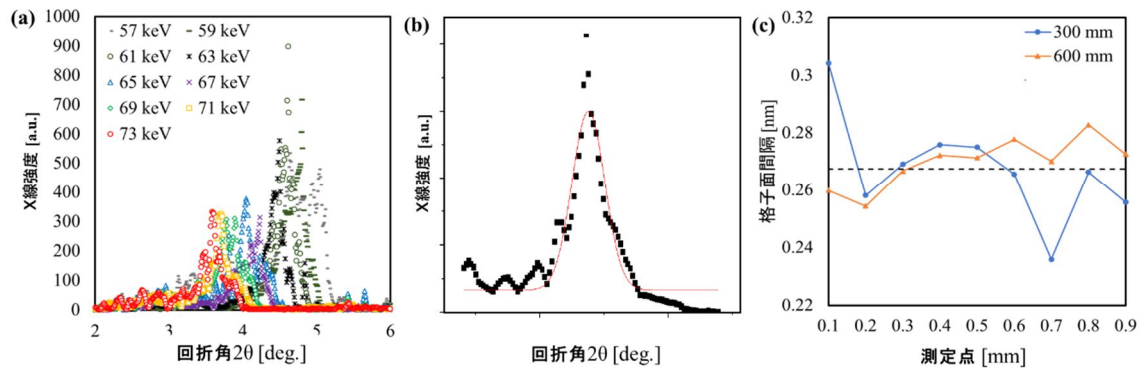


図7 (a)と(b){10-10}の回折 X 線プロファイル及び(c)格子面間隔⁵⁾

(3) SEM/EBSD による結果

図8は、開発した小型4点曲げ試験機を用いたSEM/EBSDの結果である。押し込み量0.8mmを加えると亀裂が発生し、1.2mmでさらに進展していることがわかる(図8(c)と(d))。図8(e)-(h)は、EBSD計測によって得られたIPFマップ像である。押し込み量が0mmの像では一様な底面が確認できるが、押し込み量0.4mmでは{101-2}双晶が圧縮側の端から約700μmまで発達している。さらに押し込みを加えると双晶組織の領域が拡大することが観察でき、逐次計測が可能であることが検証できた。今後、さらなる発展が期待できた。

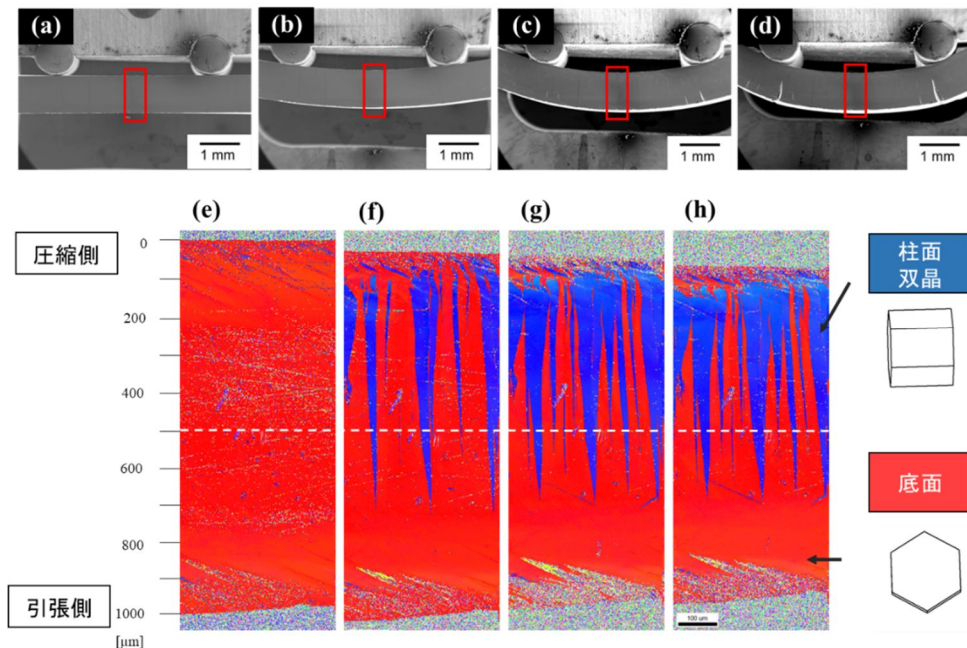


図8 SEM/EBSDの結果 (a)と(e)0, (b)と(f)0.4, (c)と(g)0.8, 及び(e)と(h)1.2mm押し込み⁶⁾

【参考】

- 1) 立石優河, 小倉幹矢, 齊藤香太, 吉田裕, 柴野純一, 梶原堅太郎, 放射光白色 X 線による4点曲げ試験後のマグネシウム合金内のひずみ分布, 日本材料学会 第53回 X 線材料強度に関するシンポジウム 2019年7月11日(大阪)
- 2) Y. Yoshida, J. Shibano, M. Ogura, K. Saito, K. Kajiwara, Localized shear deformation in magnesium alloy by four-point bending, Materials Science and Engineering: A 793 139851(2020)
- 3) 伊澤陸斗, 齊藤香太, 小倉幹矢, 藤澤一人, 吉田裕, 柴野純一, 梶原堅太郎, 4点曲げ後のマグネシウム合金の純曲げ区間における局所せん断変形, 日本金属学会 2020年秋期第167回講演大会 2020年9月15日(オンライン)
- 4) 宇佐見進哉, 磯田和, 藤澤一人, 吉田裕, 柴野純一, 鈴木賢治, 齋藤寛之, 菖蒲敬久, 白色 X 線を用いた4点曲げにより曲げられた Mg 単結晶の解析, 日本金属学会 2020年秋期第167回講演大会 2020年9月15日(オンライン)
- 5) 宇佐見進哉, 磯田和, 伊澤陸斗, 吉田裕, 柴野純一, 鈴木賢治, 豊川秀訓, 城鮎美, 菖蒲敬久, 透過ラウエ法を用いたマグネシウム単結晶の純曲げ区間の変形挙動及び内部損傷評価, 日本材料学会 第55回 X 線材料強度に関するシンポジウム 2021年10月8日(オンライン)
- 6) 伊澤陸斗, 吉田裕, 大久保賢二, 走査型電子顕微鏡内設置小型曲げ試験機の開発, 日本設計工学会 北海道支部 2021年度研究発表講演会 2021年12月24日(オンライン)

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計2件（うち査読付論文 2件 / うち国際共著 0件 / うちオープンアクセス 0件）

1. 著者名 Yoshida Yutaka, Shibano Jun-ichi, Ogura Mikiya, Saito Kota, Kajiwara Kentaro	4. 巻 793
2. 論文標題 Localized shear deformation in magnesium alloy by four-point bending	5. 発行年 2020年
3. 雑誌名 Materials Science and Engineering: A	6. 最初と最後の頁 139851 ~ 139851
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1016/j.msea.2020.139851	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

1. 著者名 SHOBU Takahisa, SHIRO Ayumi, YOSHIDA Yutaka	4. 巻 69
2. 論文標題 Characterization of Microstructures by X-Ray Diffraction Line Profile Analysis	5. 発行年 2020年
3. 雑誌名 Journal of the Society of Materials Science, Japan	6. 最初と最後の頁 343 ~ 347
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.2472/jsms.69.343	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

〔学会発表〕 計13件（うち招待講演 0件 / うち国際学会 0件）

1. 発表者名 宇佐見進哉, 磯田和, 伊澤陸斗, 吉田裕, 柴野純一, 鈴木賢治, 豊川秀訓, 城鮎美, 菫蒲敬久
2. 発表標題 透過ラウエ法を用いたマグネシウム単結晶の純曲げ区間の変形挙動及び内部損傷評価
3. 学会等名 日本材料学会第55回X線材料強度に関するシンポジウム
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 秋倉淳平, 簾谷竜平, 稲垣満帆, 中川勇年, 吉田裕
2. 発表標題 X線回折によるLZ91マグネシウム合金の引張り負荷中の弾性/塑性遷移域におけるその場測定及びTEMによる検証
3. 学会等名 日本材料学会第55回X線材料強度に関するシンポジウム
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 伊澤陸斗, 吉田裕, 大久保賢二
2. 発表標題 走査型電子顕微鏡内設置小型曲げ試験機の開発
3. 学会等名 日本設計工学会北海道支部2021年度研究発表講演会
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 前田幸成, 二瓶孟司, 宇佐見進哉, 吉田裕
2. 発表標題 遠隔操作のための4点曲げ試験システム開発
3. 学会等名 日本設計工学会北海道支部2021年度研究発表講演会
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 伊澤陸斗, 齊藤香太, 小倉幹矢, 藤澤一人, 吉田裕, 柴野純一, 梶原堅太郎
2. 発表標題 4点曲げ後のマグネシウム合金の純曲げ区間における局所せん断変形
3. 学会等名 日本金属学会2020年秋期第167回講演大会
4. 発表年 2020年

1. 発表者名 宇佐見進哉, 磯田和, 藤澤一人, 吉田裕, 柴野純一, 鈴木賢治, 齋藤寛之, 菖蒲敬久
2. 発表標題 白色X線を用いた4点曲げにより曲げられたMg単結晶の解析
3. 学会等名 日本金属学会2020年秋期第167回講演大会
4. 発表年 2020年

1. 発表者名 秋倉淳平, 簾谷竜平, 藤澤一人, 吉田裕, 柴野純一
2. 発表標題 引張試験によるLZ91マグネシウム合金薄板の弾性-塑性遷移域の評価
3. 学会等名 日本金属学会2020年秋期第167回講演大会
4. 発表年 2020年

1. 発表者名 立石優河, 本間与主愛, 川村拓夢, 吉田裕, 柴野純一
2. 発表標題 透過X線回折によるマグネシウム合金薄板の引張負荷中の延性損傷評価
3. 学会等名 日本材料学会 第68期学術講演会
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 宇佐見進哉, 寺林賢吾, 吉田裕, 柴野純一
2. 発表標題 放射光白X線を用いた単結晶の延性損傷評価に関する検討
3. 学会等名 日本鉄鋼協会・金属学会両北海道支部合同サマーセッション
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 礪田和, 齊藤香太, 吉田裕, 柴野純一
2. 発表標題 4点曲げ試験後のAZ31マグネシウム合金内部のマイクロ組織
3. 学会等名 日本鉄鋼協会・金属学会両北海道支部合同サマーセッション
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 天田稔希, 村上達哉, 吉田裕, 柴野純一
2. 発表標題 AZ31マグネシウム合金薄板の引張破断前の透過回折X線測定
3. 学会等名 日本鉄鋼協会・金属学会両北海道支部合同サマーセッション
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 簾谷竜平, 岩谷健祐, 吉田裕, 柴野純一
2. 発表標題 マグネシウム合金の弾性・塑性遷移域の内部挙動
3. 学会等名 日本鉄鋼協会・金属学会両北海道支部合同サマーセッション
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 立石優河, 小倉幹矢, 齊藤香太, 吉田裕, 柴野純一, 梶原堅太郎
2. 発表標題 放射光白色X線による4点曲げ試験後のマグネシウム合金内部のひずみ分布
3. 学会等名 日本材料学会 第53回X線材料強度に関するシンポジウム
4. 発表年 2019年

〔図書〕 計0件

〔産業財産権〕

〔その他〕

北見工業大学 材料力学研究室ホームページ 研究成果 http://stress2.mech.kitami-it.ac.jp/SML-2021/Home/home.html 北見工業大学 機械電気系 材料力学研究室ホームページ https://me-and-eee.er.kitami-it.ac.jp/material_mechanics/

6. 研究組織

	氏名 (ローマ字氏名) (研究者番号)	所属研究機関・部局・職 (機関番号)	備考
--	---------------------------	-----------------------	----

7. 科研費を使用して開催した国際研究集会

〔国際研究集会〕 計0件

8. 本研究に関連して実施した国際共同研究の実施状況

共同研究相手国	相手方研究機関
---------	---------