EBSD 測定を用いた 4 点曲げ試験による
単結晶マグネシウム変形機構の解明

北見工業大学　工学部　機械電気系
教授　吉田　裕
（2022 年度 一般研究開発助成 AF-2022030-B3）

キーワード：単結晶マグネシウム，4 点曲げ，SEM-EBSD 解析

１．研究の目的と背景

様々な分野での応用が期待されるマグネシウム(Mg)合金において，曲げ特性を理解することは重要である．これまで，3 点曲げ試験によって，引張側で認められるすべり変形と圧縮側で見られる双晶変形についての基礎研究が報告されているが，純曲げ条件下での変形挙動に関する報告は非常に少ない．W. Wu 等は中性子線を用いて 4 点曲げ試験時の特定格子面の挙動を報告している [1]．また，著者らも大型放射光施設を利用して曲げ負荷後の結晶の回転と残留ひずみの詳細を明らかにしたが [2,3]，変形機構の解明のためには単結晶 Mg を用いた結晶方位が既知である単結晶 Mg 試料による逐次変化を調査する必要がある．特に図 1 (a)および(b)に示すように，結晶方位の異なる結晶粒では曲げ特性はもとよりそれらの変形機構は大きく異なると考えられるが，十分な検証が行われていない．さらに，曲げ変形に伴う加工硬化の詳細を明らかにすることも重要である．純曲げ条件下で変形した領域では，組織変化に応じて硬さ分布が異なると考えられる．

本研究では著者らが開発した小型 4 点曲げ試験機を用いて，その場 SEM-EBSD 測定による逐次観察ならびに組織変化に伴う硬さ分布の解析を行い，Mg 単結晶の曲げ変形機構および加工硬化挙動の解明を目指す．

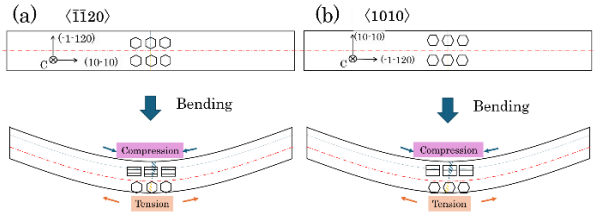


図 1　(a)⟨1120⟩ および(b)⟨1010⟩ 方位の結晶サンプル

２．実験方法

本研究では，一般的な 4 点曲げ試験に加えてその場逐次観察を実施し，変形挙動の検討を行った．図 2 に 4 点曲げ試験中の様子および SEM ホルダーに取り付けた小型試験機を示す．SEM 内に挿入可能な小型 4 点曲げ試験機(φ12.5 mm×9 mm)は，押込みねじをレンチで回転させることで本体内のクロスヘッドが上下方向に移動し，4 点曲げを行う機構である．クロスヘッドを押込むネジは M2×6 mm で，ネジピッチは 0.4 mm であり，押込み量はネジの回転量にピッチを乗じた値とした．試験部の寸法は押込み側のスパン長さ L が 4 mm，支持部側(上側の 2 点)の変形区間が 8 mm，圧子の円柱半径は 0.5 mm としている．試験サンプルは単結晶 Mg(MaTecK，5N)を購入し，ダイヤモンドカッター及び機械研磨機(JEOL，HAL-2)により，約 10×2×1mm の寸法に加工して準備した．また EBSD 測定のためには試験サンプルの観察面を鏡面仕上げする必要があるためバフ研磨を施した後，クロスセクションポリッシャ(JEOL IB-0910CP)による仕上げ研磨を行った．

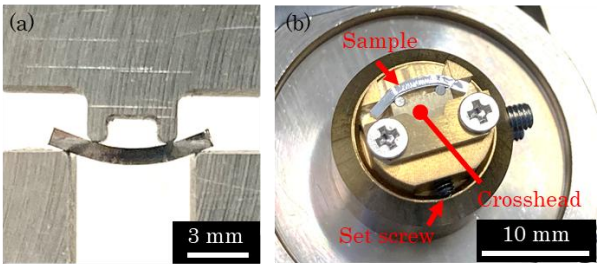


図 2　(a)曲げ試験の様子および(b)開発した小型 4 点曲げ試験機（SEM ホルダーに取り付けた状態）

その後，試験サンプルを試験機に固定し，押込み量を 0～0.8 mm として，各結晶サンプルにおける押込み量と曲げ応力の関係を調査した．曲げ応力 σ は(1)式で与えられる．

$$\sigma = \frac{3PL}{bh^2} \qquad (1)$$

ここで，Pは荷重，b と h は結晶サンプルの幅(2 mm)と厚さ(1 mm)である．

また，各押込み量において SEM-EBSD 測定を実施し，得られた IPF マップから結晶回転，双晶形成およびすべり変形の発達過程を解析することで，曲げ変形メカニズムを検討した．さらに，曲げ試験後の結晶サンプルについて，組織変化した各領域において硬さ分布を評価し，組織変化と加工硬化挙動との関係について議論した．

３．研究成果 [4]

3.1　4 点曲げ試験

図 3 は，4 点曲げ荷重を負荷した単結晶 Mg の曲げ応力と押込み量との関係を示す．弾性変形から塑性変形への遷

移は約 0.05 mm の変位で生じ，その後加工硬化が進展した．圧子先端部では，〈$\bar{1}\bar{1}20$〉方位サンプルにおいて 0.637 mm の押込み量で亀裂が発生し，その際の最大曲げ応力は 279 MPa であった．一方，〈$10\bar{1}0$〉方位サンプルでは 0.812 mm の押込み量で亀裂が発生し，最大曲げ応力は 398 MPa に達した．最大曲げ応力および押込み量の値は，それぞれ約 42.6%および 27.5%高い値を示した．図 4 に各方位サンプルの曲げ変形時の SEM 観察の様子を示す．本研究では，EBSD 測定結果を基に，各結晶方位における変形メカニズムの違いについて考察した．

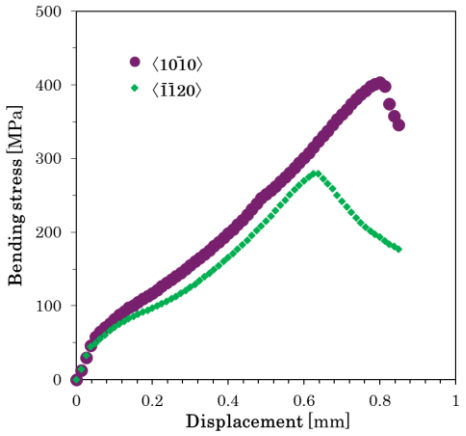


図 3　〈$\bar{1}\bar{1}$20〉および〈$10\bar{1}0$〉方位サンプルの曲げ応力と押込み量との関係

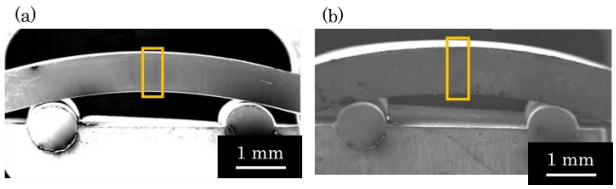


図 4　(a)〈$\bar{1}\bar{1}$20〉（押込み量 0.6 mm）及び，(b)〈$10\bar{1}0$〉（押込み量 0.8 mm）方位サンプルの曲げ変形時の SEM 観察の様子

3.2　IPF マップによる組織観察

図 5 は〈$\bar{1}\bar{1}$20〉方位サンプルの曲げ変形前後における結晶方位解析（IPF）マップ結果を示し，図 6 には IPF マップから得られた各領域の面積比を示す．母相（P）および双晶（T1）の結晶方位からなる領域が形成された底面方向は曲げ負荷に対してほぼ垂直方向へ回転するのみであった．また，押込み量が 0.3 mm を超えた付近から双晶領域が増加し始め，0.4 mm では面積比が 0.179 に達して顕著な増大が認められた．これらの結果より，加工硬化の進行と双晶量の増加との間には明確な相関があり，双晶変形が加工硬化に影響することが示唆される．

図 7 は〈$10\bar{1}0$〉方位サンプルの曲げ変形前後の IPF マップ結果を示し，図 8 には IPF マップから得られた各領域の面積比を示す．さらに図 9 は図 7(d)の圧縮側（250–500 μm の高さ範囲）および引張側（500–750 μm の高さ範囲）の拡大図を示す．変位の増加に伴い T1 および T2 が発生し成長方向は長手方向に対して±60°傾いた方向であった．また，引張側では青色領域が出現し，EBSD-TD マップから長手方向と平行な結晶方位を有することが確認できる．圧縮側では DT が確認され（図 9(a)），双晶同士の相互作用が生じることが推察される．また，引張側の長手方向に平行な領域 T3（図 9(b)）が長手方向に沿って形成され，T1 を分断する．このような T3 領域の形成および双晶組織の複雑化により，押込み量 0.4mm 以降の曲げ応力増加が生じたと考えられる．

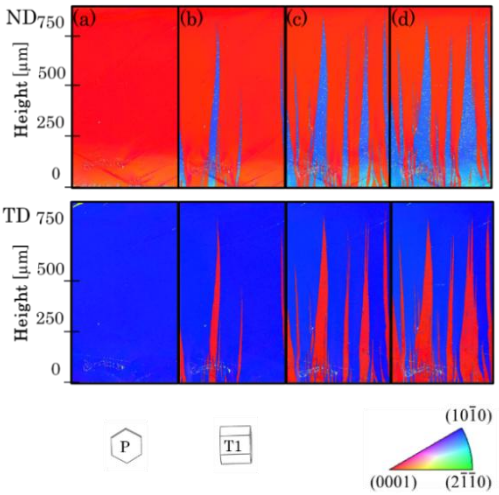


図 5　〈$\bar{1}\bar{1}$20〉方位サンプルの曲げ変形時の IPF マップ像

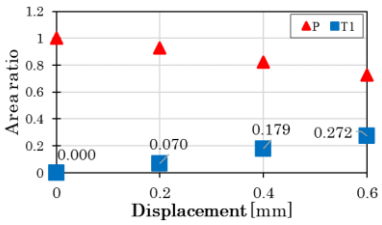


図 6　〈$\bar{1}\bar{1}$20〉方位サンプルの曲げ変形時の IPF マップから得られた面積比

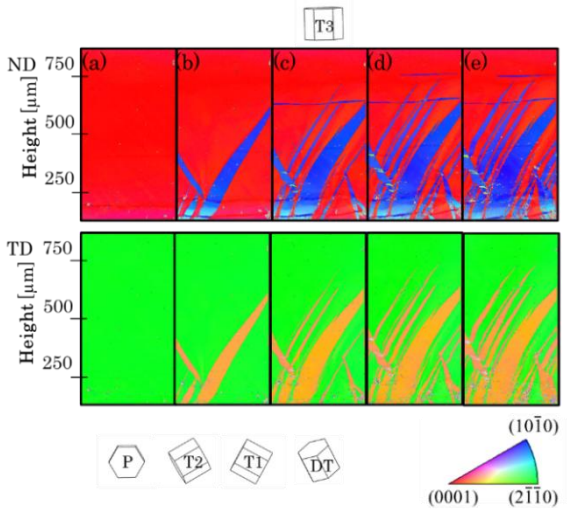


図 7　〈$10\bar{1}0$〉方位サンプルの曲げ変形時の IPF マップ像

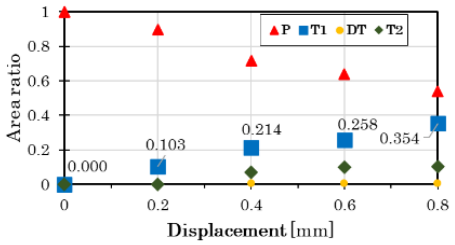


図 8　〈1$\bar{0}$10〉方位サンプル曲げ変形時の IPF マップから得られた面積比

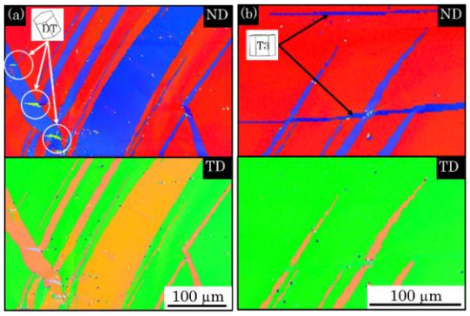


図 9　〈1$\bar{0}$10〉方位サンプルの(a)圧縮側（押込み量 0.4 mm），(b)引張側（押込み量 0.6 mm）の IPF マップ像の拡大図

〈1$\bar{0}$10〉方位サンプルについて，図 10 に示す SE 像および BSE 像を用いて，押込み量の増加に伴う組織変化を確認した．図 10(a)～(c)は圧縮側近傍の 0.2，0.4 および 0.8 mm 時の SE 像であり，図 10(d)，(e)は，それぞれ図 10(b)および(c)中の領域 *d* および *e* を拡大した SE 像および BSE 像である．変形の進展に伴い，サンプル表面の凹凸やすべり帯が次第に明瞭になる様子が示された．さらに BSE 像では双晶の発達や組織の細分化を示唆するコントラスト変化が認められた．これらの変形組織の形成および発達により，試料は 0.812 mm までの押込み量まで破壊しなかった．

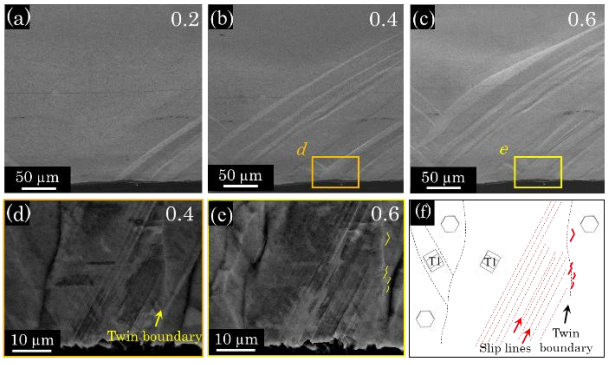


図 10　〈1$\bar{0}$10〉方位サンプルの SEM 像，押込み量(a)0.2 mm，(b)0.4 mm，(c)0.6 mm，(d)(b)中 *d* の拡大図，(e)(c)中 *e* の拡大図，(f)(e)のイラスト

3.3　硬さ試験

図 11 に〈1$\bar{1}$20〉方位サンプルのビッカース硬さ試験後の光学顕微鏡写真および試験荷重 0.0005 N における硬さ測定結果をまとめた箱ひげ図を示す．P 領域の硬さの平均は 79.2 Hv，T1 領域は 50.4 Hv であった．これらの結果より，圧縮側に形成された双晶領域は母相に比べて低い硬さを示すものの，双晶変形に伴う組織変化が曲げ変形中の加工硬化挙動に影響を及ぼし，曲げ応力の増加に寄与するものと考えられる．

図 12 に〈1$\bar{0}$10〉方位サンプルのビッカース硬さ試験後の光学顕微鏡写真および試験荷重 0.0005 N における硬さ測定結果を示す．P 領域の平均硬さは 69.3 Hv であり，T1 領域は 40.9 Hv, T2 領域は 42.8 Hv, DT 領域は 53.3 Hv, T3 領域は 34.9 Hv であった．T1 と T2 領域では，底面すべりを伴う変形が生じていると考えられ，これが曲げ変形量の増大および曲げ応力緩和に寄与したと考えられる．一方，DT 領域では T1 および T2 領域より高い硬さを示しており，双晶間相互作用による局所的な加工硬化が生じていることが示唆される．

以上の結果より，〈1$\bar{0}$10〉方位試料における加工硬化は，圧縮側で生じた双晶間相互作用および引張側に形成された T3 領域による T1 双晶の分断に起因すると考えられる．

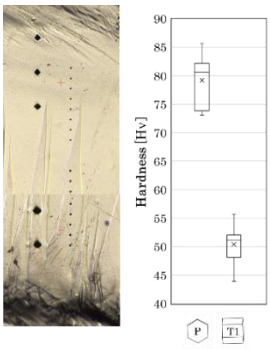


図 11　〈1$\bar{1}$20〉サンプル（押込み量 0.6 mm）の曲げ変形後の硬さ結果

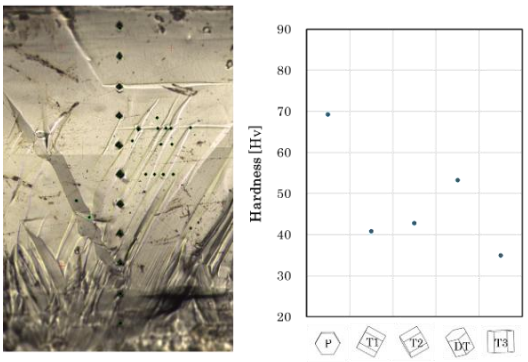


図 12　〈1$\bar{0}$10〉サンプル（押込み量 0.8 mm）のの曲げ変形後の硬さ結果

４．まとめ

開発した小型 4 点曲げ試験機を用い，負荷中の SEM-EBSD 測定および組織変化に伴う硬さ分布の解析を行った結果，以下の知見が得られた．

正面を向いていた P 領域は，曲げ負荷によって一部の結晶はほぼ垂直方向に回転し，T1 領域を発現する．

〈$11\bar{2}0$〉方位試料では，回転した底面は負荷方向に対してほぼ垂直であるため転位活動は抑制される．一方，〈$10\bar{1}0$〉方位試料では，底面が負荷方向に対して傾くため，底面すべりが活性化し，転位活動が促進された．

〈$10\bar{1}0$〉方位試料では，圧縮側に形成された DT 領域および引張側に形成された T3 領域が T1 領域内の転位活動を阻害した．これにより，双晶間相互作用や組織の細分化が生じ，加工硬化が促進されたと考えられる．

以上により，結晶方位によって活性化する変形機構および加工硬化機構が異なるため，単結晶 Mg の曲げ応力および変形量には顕著な方位依存性が現れることが明らかとなった．

謝　辞

上記の研究成果は，令和 7 年に日本設計工学会秋季大会研究発表講演会にて優秀発表賞を受賞した．本研究の遂行にあたり，北海道大学の柴山環樹教授，大久保賢二技術職員，ならびに自然科学研究機構核融合研究所の能登裕之助教により多大なご支援とご協力を賜った．ここに深く感謝申し上げる．また，本研究に対して助成を賜りましたことに心よりお礼申し上げる．

参考文献

1) W. Wu, A.D. Satoica, D. Yu, M.J. Frost, H.D. Skorpenske, K. An, Crystals, Vol. 8, pp.348, (2018).
2) S. Kawai, Y. Yoshida, H. Asano, S. Miura, M. Kobayashi, J. Shibano, Mater. Sci. Eng. A, Vol. 668, pp.120-124, (2016).
3) Y. Yoshida, J. Shibano, M. Ogura, K. Saito, K. Kajiwara, Localized shear deformation in magnesium alloy by four-point bending, Mater. Sci. Eng. A, 793 139851 (2020)
4) Yutaka Yoshida, Rikuto Izawa, Kenji Ohkubo, *Analysis of deformation mechanisms in magnesium single crystals using a dedicated four-point bending tester*, Journal of Magnesium and Alloys 12(5) 1911-1917 2024.