

鉄単結晶内微小部残留応力解析

Analysis of stress distribution in iron single crystal

課題代表者：(株)日鐵テクノリサーチ 今福宗行

SPring-8 BL19B2にて、微小部(ビームサイズ0.05 mm X 0.05mm)X線回折実験を行い、厚さ0.23 mmのレーザー照射鉄単結晶板のレーザー照射痕列近傍の表面応力分布解明のための微小領域測定解析の可能性を探索した。測定回折指数は{663}の等価な6指数を選んだ。今回の測定では回折ピークの正確な回折角を測定することが困難であるため、応力解析までは至ることができなかった。

キーワード：鉄、単結晶、歪み、応力、レーザー照射

1. 目的

GOSS 方位 ($\{110\}\langle 001\rangle$) 鉄単結晶表面にレーザー照射処理を施すことにより、 $\langle 001\rangle$ 方向の180度磁区が細分化し、交流磁場中のエネルギー損(いわゆる鉄損)が劇的に低減することが知られている。これまでの我々のラボ X線を用いた単結晶 X線応力解析実験により、レーザー照射処理により材料表面に局所的圧縮引張残留状態が形成されていることが明らかとなってきた。今回、放射光を用いた微小部 X線回折により単結晶表面微小部の複数の等価指数方向の歪みを測定解析し、レーザー照射位置近傍の詳細な応力分布解析を試みることにした。

2. 方法

ビームライン：挿入光源による高輝度高エネルギー X線が利用できる SPring-8 BL19B2
試料：表面にレーザー照射処理した $\{110\}\langle 001\rangle$ 鉄単結晶板 (サイズ：25mmX25mmX0.23mm、RD: $\langle 001\rangle$ 、TD: $\langle 1-10\rangle$ 、ND: $\langle 110\rangle$)
実験方法・条件：X線ビームサイズを微小に絞り、反射 X線回折測定を行った。
X線エネルギー：18.35keV
回折指数：Fe{663} ($2\theta = 120.015^\circ$) (633, 363, 36-3, 63-3, 336, 33-6 の6指数)
ビームサイズ：50 μm X50 μm
測定位置：レーザー照射スポット近傍 RD に沿って、-0.2、-0.1、-0.05、0.0、0.05、0.1、0.2mm

まずはフラットパネルディテクター(浜ホト製 C7942CA-02 MOS image sensor for x-ray)を用いて各指数の回折スポットのおおよその位置を決定した。次に X線ビームをスリットで 50 μm X50 μm に絞り、レーザー照射スポット近傍 RD に沿って、X=-0.2、-0.1、-0.05、0.0、0.05、0.1、0.2mm 位置で各指数の回折プロファイルを測定した。

単結晶からの回折スポットを正確に捉えるために、回折角の追い込みを

調整 調整 検出器側横スリット制限 調整 調整 検出器側縦スリット制限 2 調整
調整 /2 測定

という手順で行った。

得られた回折プロファイルに対しガウス関数によるフィッティングを行い、各位置および指数の回折角を求めた。

3. 実験結果

表1に解析結果をまとめた。回折プロファイルがうまく取得できず解析不能の場合は斜線を引いたカラムとなっている。

表1 .{ 6 3 3 } 回折角一覧表 (X,mm は RD 方向の測定位置)

X, mm	-0.20		-0.10		-0.05	
h k l	2theta	error	2theta	error	2theta	error
6 3 3	120.2532	0.00033	120.2319	0.0002	120.191	0.00061
3 6 3	120.2537	0.00027	120.2534	0.00023	120.259	0.00013
3 6 -3	120.2516	0.00024	120.2584	0.00015	120.2501	0.00028
6 3 -3	120.258	0.00021	120.2826	0.00079	120.2547	0.00026
3 3 6	120.2451	0.00022	120.2491	0.00021	120.2362	0.00027
3 3 -6	120.2488	0.00029	120.252	0.00087	120.2598	0.0003

X, mm	0.00		0.05		0.10	
h k l	2theta	error	2theta	error	2theta	error
6 3 3	120.1894	0.00051	120.2441	0.0002	120.2617	0.00022
3 6 3	120.2574	0.00034	120.259	0.00022	120.3033	0.0005
3 6 -3	120.2687	0.0004			120.216	0.00037
6 3 -3	120.2472	0.00014	120.2296	0.00015	120.2826	0.00026
3 3 6			120.2592	0.0008	120.27	0.00113
3 3 -6	120.2584	0.0003	120.2026	0.00078	120.2319	0.00014

X, mm	0.20	
h k l	2theta	error
6 3 3	120.2529	0.00031
3 6 3	120.2531	0.00018
3 6 -3	120.2538	0.00028
6 3 -3	120.2522	0.00033
3 3 6	120.2491	0.00018
3 3 -6	120.2548	0.00023

次に、得られた回折角のデータより単結晶応力解析法により応力解析を試みた。その結果を表2にまとめた。

表2 . 解析された応力値一覧 (X,mm は RD 方向の測定位置)

X, mm	σ_{11}	error	σ_{12}	error	σ_{22}	error
-0.20	25.1	7.1	9.4	3.3	49.2	19.5
-0.10	89.1	126.7	76.9	58.7	212	345.8
-0.05	-126.2	162.5	73.4	75.3	-333.7	44.37
0.00	-124.1	131.4	62.3	60.9	-306.5	358.7
0.05	-105.3	152.3	82.6	58.7	-401.6	312.4
0.10	-104	189.5	95.2	87.9	-309.2	517.4
0.20	1.2	15.6	-2.2	7.2	0.4	42.5

本結果を検討したところ、レーザー照射近傍 $\pm 0.1\text{mm}$ では解析された応力値は回帰分析の相関も悪く信頼性が低い結果となり、実験は失敗したものと考えられる。その原因としては、本実験の回折ピーク探索手順ではレーザー照射近傍では弾塑性変形により大きく変化した逆格子空間内での回折座標位置を正確に捉えることができなかったためと考えられる。一方、 $X=\pm 0.2\text{mm}$ では、レーザー照射による弾塑性変形が小さく逆格子空間内での回折座標位置の変化が小さいので、一度回折ピークを見つければ他の回折指数の回折座標位置を見つけることは容易である。実際、この位置での解析された応力値はほぼゼロであり、この位置での実験は成功しているものと考えられる。

4. 今後の課題

歪んだ単結晶の回折ピーク位置を正確に捉えるためのスリット制限方法等の回折角追い込み手法のさらなる検討が必要である。