

白色 X 線マイクロビームとエネルギー分散型 X 線回折による  
金属材料内局所応力測定手法(EXDM)を用いた  
Cu-Ge 三重結晶における引張応力印加下での局所応力分布測定  
Measurement of Internal Stress Distributions in Cu-Ge Tricrystal Under  
External Tensile Stress by Using Energy-dispersive X-ray Diffraction  
Microscopy (EXDM) with White X-ray Micro Beam

宮澤 知孝<sup>a</sup>, 梶原 聖太郎<sup>b</sup>, 佐藤 眞直<sup>b</sup>  
Tomotaka Miyazawa<sup>a</sup>, Kentaro Kajiwara<sup>b</sup>, Masugu Sato<sup>b</sup>

<sup>a</sup>東京工業大学, <sup>b</sup>(公財)高輝度光科学研究センター  
<sup>a</sup>Tokyo Institute of Technology, <sup>b</sup>JASRI

SPring-8 BL28B2にて開発中の白色 X 線マイクロビームとエネルギー分散型 X 線回折による局所応力測定手法を用い, Cu-Ge 合金三重結晶より作製した粒界三重点を含むモデル試験片の応力測定を行った。その結果, 外部応力負荷下で粒界三重点での応力集中傾向を捉えることに成功した。この応力集中傾向は Cu-Ge 合金双結晶より作製したモデル試験片でも同様に捉えられている。

キーワード: Cu-Ge 三重結晶, EXDM, 白色 X 線マイクロビーム, ラウエ法,  
エネルギー分散型 X 線回折, 応力分布

背景と研究目的:

JASRI 産業利用推進室では放射光 X 線を使った新たな金属材料分析手法として, SPring-8 BL28B2にて, 白色 X 線マイクロビームを用いたエネルギー分散型 X 線回折による金属材料内局所応力分布測定技術(Energy-dispersive X-ray Diffraction Microscopy, EXDM)を開発し, 供用を進めている[1, 2]。同技術は, マイクロビーム化した白色 X 線を結晶粒や粒界といった材料内の局所に照射し, 透過ラウエとエネルギー分散型 X 線回折測定を行うことで, 材料内局所領域の結晶方位とひずみを見積り, 応力分布を評価する手法である。構造用材料として用いられる金属材料の微細組織は強度, 延性, 靱性, 加工性といった機械特性向上のために作りこまれており, 材料内では応力・ひずみの分布は不均一となっている。この不均一性が材料全体の特性に大きく影響をおよぼすことから, 微細組織に対応した局所における応力・ひずみ分布が測定できる手法として注目されている。

同手法では既に SUS316 において, 変形中の結晶粒毎の応力測定や粒界近傍での応力集中を捉えることに成功している[3]。しかしながら, 内部応力のマイクロ分布を実測する技術がこれまで未成熟であったため, 粒界近傍での応力集中のような現象に対する実験的な検証に基づく基礎的な研究が不足している。EXDMによって得られた知見をより深く考察し理解するためには, 基礎的な知見の蓄積が必要である。

そこで, 著者らは材料中に1つの結晶粒界しか含まない Cu-0.5mass%Ge 合金双結晶を用いて外部引張応力印加下の幾何学的因子を単純化した粒界近傍における内部応力分布の評価実験を2012B期より開始した(課題番号: 2012B1580, 2013B1558)。粒界近傍における応力集中を議論する際に, 考慮すべき主な因子として粒界の幾何学的因子と結晶学的因子がある。幾何学的因子とは試験片とその引張方向に対し, 粒界がどのような方向にどのような形状で含まれているかを指し, 結晶学的因子とは粒界をはさみ隣り合う結晶粒の結晶方位の関係や粒界の面方位とその構造のことを指す。課題で用意した合金双結晶は二重円筒型双結晶と呼ばれる内側の円筒型結晶粒とその周囲を取り囲む外側の結晶粒によって構成される双結晶である。この双結晶の場合, 結晶粒間の方位関係は一定となるため, 切り出し方によって結晶方位関係は同じまま結晶粒界の形態を変化させた試験片を作製することができ, 粒界近傍の内部応力分布に対する幾何学的因子のみの影響を検証することができる。2012B期, 2013B期それぞれの実験では試験片引張方向に対して垂直

に粒界が入っている試験片(BC-v)と平行に入っている試験片(BC-p), 45°傾いた粒界が存在する試験片(BC-45)の三種類の試料に対して局所応力測定を行った。本課題では, 粒界三重点が存在する引張試験片を準備し, 外部応力印加下における粒界三重点近傍での応力分布を調査した。

**実験：**

供試材には Cu-0.5wt%Ge 合金三重結晶を用いた。粒界三重点が存在する引張試験片(TC)を三重結晶より切り出し, 局所応力測定用試験片とした。試験片は専用の小型引張試験機に取り付け, 外部応力を負荷しながらの測定を行った。負荷応力は Cu-Ge 合金双結晶の弾性限内で無負荷, 15 MPa の 2 水準である。

EXDM 測定には BL28B2 据付の回折計に二次元検出器(Flat Panel Sensor, FPS)と半導体検出器(Solid State Detector, SSD), XYZ 3 軸走査ステージを取り付け, 透過ラウエパターン測定とエネルギー分散型 X 線回折測定の切り替えが可能な装置系を準備した。装置概要図を Fig.1 に示す。白色 X 線は最小で 10 μm×10 μm まで絞り, 試料を XYZ 3 軸ステージ上に設置した後に XZ 平面内で走査することにより材料内局所での透過ラウエパターン測定及び X 線回折測定を行う。

本実験では試験片の結晶粒界を同定するために結晶粒界イメージを作成した。白色 X 線マイクロビームに対して試料を XZ 平面内で走査し, 各照射位置の透過ラウエパターンを比較し, 変化が大きい箇所を結晶粒界と定義して画像化している。応力解析を行う測定点を結晶粒界イメージより選定した。結晶粒界イメージ作成時に得られた透過ラウエパターンより各ラウエスポットの方位角および仰俯角を見積もり, SSD によって各ラウエスポットのエネルギースペクトルを取得した。これら一連の測定を各測定点で繰り返し, ラウエパターンと各ラウエスポットのエネルギースペクトルのデータ一式を揃えることで, 応力解析を行う。

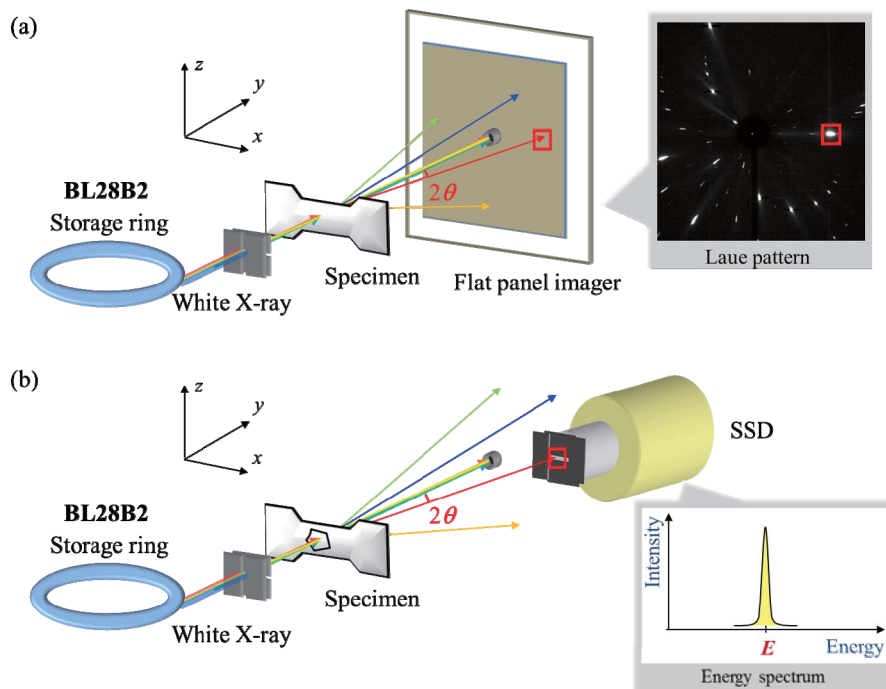


Fig.1. The schematic view of the instrumental layout. (a) is for the measurement of Laue pattern by flat panel imager. (b) is for the measurement of energy spectrum by SSD.

**結果および考察：**

Fig.2(a)に TC の無負荷の状態での粒界イメージを示す。図中の黒い領域が結晶方位の変化が大きい領域, つまり粒界(grain boundary, GB)である。また, 3つの粒界がぶつかる点, つまり粒界三重点(grain-boundary triple-point)も捉えられている。このような粒界は 2012B1580, 2013B1558 で測定した BC-v, BC-p, BC-45 の粒界イメージでも同様に観察されている。Fig.2(b)に粒界三重点近傍での応力分布測定の結果を示す。応力測定を行った領域は Fig.2(a)に赤線で囲む粒界三重点を跨いだ領域である。横軸は粒界三重点からの距離で, 各測定点の相当応力をプロットしている。

Fig.2(b)より応力負荷に伴い粒界三重点近傍で応力値の高い点が確認できる。これは SUS316, BC-v, BC-p, BC-45 それぞれで観察された応力集中と似た傾向であり、応力が集中しやすいとされている粒界三重点で応力集中が起きていることを捉えたと考えている。これらの結果の詳細については現在解析中である。

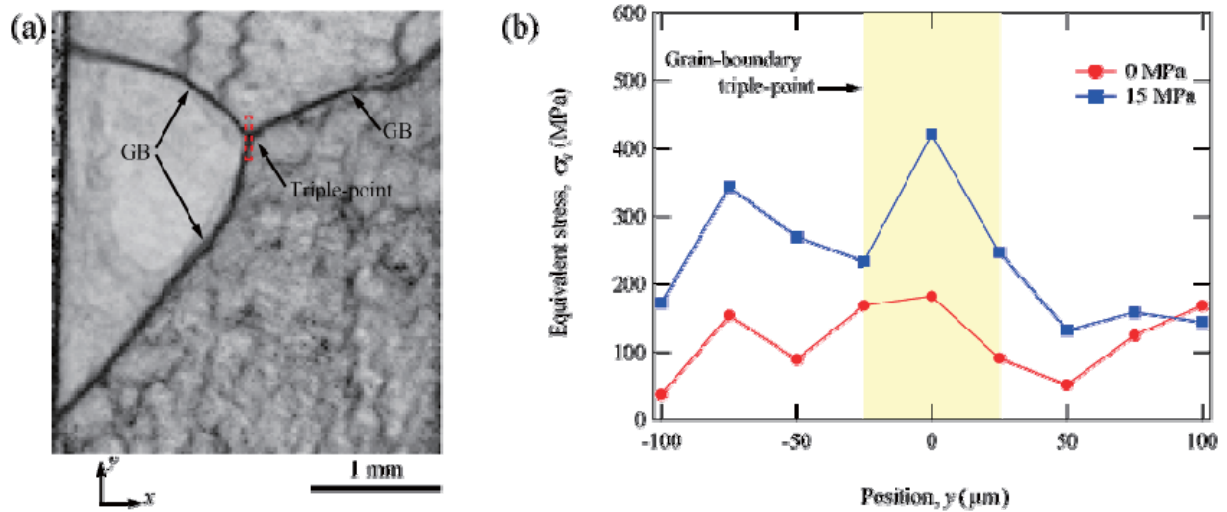


Fig.2. (a) The grain boundary image of the specimen of Cu-Ge tricrystal. (b) The distribution of the equivalent stress as a function of the position from the grain boundary (GB).

参考文献：

- [1] K. Kajiwara et al., *Phis. Stat. Sol. a*, **206**, 1838-1841, (2009).
- [2] K. Kajiwara et al., *ISIJ International*, **53**, 165-169, (2013).
- [3] T. Miyazawa et al., *Proceedings of The 8th Pacific Rim International Congress on Advanced Materials and Processing*, 3467-3473, (2013).