

白色 X 線マイクロビームとエネルギー分散型 X 線回折顕微法 (EXDM)
による方位制御を行った純銅双結晶の局所応力評価
Measurement of Distributions of Local Stress in Oriented Cu Bicrystals
by using Energy-dispersive X-ray Diffraction Microscopy
(EXDM) with White X-ray Micro Beam

宮澤 知孝^a, 菅沼 亮佑^a, 梶原 聖太郎^b, 佐藤 眞直^b
Tomotaka Miyazawa^a, Sukanuma Ryousuke^a, Kentaro Kajiwara^b, Masugu Sato^b

^a東京工業大学, ^b(公財)高輝度光科学研究センター
^aTokyo Institute of Technology, ^bJASRI

結晶方位を制御して育成した純銅双結晶試料を 3 種類用意し, 白色 X 線マイクロビームを用いたエネルギー分散型 X 線回折法 (Energy-dispersive X-ray Diffraction Microscopy, EXDM) によって結晶粒界近傍の局所応力分布測定を行った。その結果, 双結晶試験片における粒界近傍での応力集中を捉えることができた。各双結晶試験片の結晶方位関係と応力集中の様態の比較・検討は粒界での応力集中現象の解明につながると考える。

キーワード: EXDM, 白色 X 線マイクロビーム, 透過ラウエ法, エネルギー分散型 X 線回折, 局所応力測定, 純 Cu, 双結晶

背景と研究目的:

構造用金属材料の力学特性や安全性の向上のため, 材料内局所, 特に結晶粒界近傍での変形機構の解明が盛んになっている。著者らのグループでは, 材料内局所での変形状態を評価する手法として放射光 X 線マイクロビームを用いたエネルギー分散型 X 線回折法 (Energy dispersive X-ray Diffraction Microscopy, EXDM) の開発と同手法による局所変形評価を進めてきた[1-6]。SUS316 や SUS304 といった実用ステンレス鋼の局所応力測定をはじめ, 多結晶材料内での結晶粒界における応力の実測により, 結晶粒界近傍では局所的な応力集中が生じていることを捉えることに成功した。しかし, 応力集中の度合いは様々であり, 集中が発生する結晶粒界の特徴やそのメカニズムの詳細はまだ未解明である。そこで, 本研究では, 粒界を挟む結晶粒の結晶方位関係に着目し, 変形の不適合度と粒界近傍での応力集中の度合いとの関係を明らかにすることを目的として実験を実施した。測定試験片を双結晶とし, さらに各結晶粒の方位を制御することで, 結晶粒界が 1 つしかない試験片を様々な結晶方位関係で作製し, EXDM によって結晶粒界近傍での局所応力の測定を行い, 不適合度と応力集中の関係を検討する。

実験:

純度 99.99% の Cu を供試材とし, ブリッジマン法により双結晶を育成した。結晶方位を制御し, 方位関係の異なる 3 種類の双結晶を用意し, それぞれの双結晶からゲージ部の粒界が応力軸に対して垂直に入るように引張試験片を切り出した。X 線が十分に透過可能な厚さとして試験片は 1 mm 以下の厚さに調整した。

EXDM 測定は BL28B2 にて実施した。BL28B2 据え付け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 三軸走査ステージを取り付け, Fig. 1 に示すような透過回折測定系を組み上げた。入射 X 線となる白色 X 線は四象限スリットにより最小で 10 μm \times 10 μm まで絞り, 試料に照射した。試験片は専用の小型引張試験機に取り付けた状態で XYZ ステージに設置した。測定ではまず, 走査透過ラウエパターンの取得のため, 白色 X 線を 25 μm \times 25 μm に絞り, 試験片を x-y 平面内で走査し, FPS により連続的にラウエパターンの測定を行った。この走査透過ラウエパターンより結晶粒界イメージング法を用いて試験片ゲージ部の結晶粒界イメージを作成し, 粒界位置を可視化することで測定領域選定の指標とした[1]。結晶粒界イメージより局所応力の測定点を選定し, ひずみを評価するため, 各測定点のラウエパタ

ーに現れる回折線のエネルギースペクトルを SSD によって測定した。エネルギースペクトルの測定では、透過ラウエパターンのスポットの位置より回折 X 線の仰俯角を見積もり、各測定点で 20 本ずつスペクトルを取得した。これら一連の測定を外部応力を負荷しながら繰り返し、変形中の透過ラウエパターンとエネルギースペクトルを取得した。各測定点の透過ラウエパターンより結晶方位を、エネルギースペクトルから格子ひずみをそれぞれ見積もり、弾性定数を用いて、主応力を算出した。3 種の双結晶試験片で応力水準は統一し、無負荷および 10 MPa の 2 水準でそれぞれ測定を行い、局所応力分布を調査した。

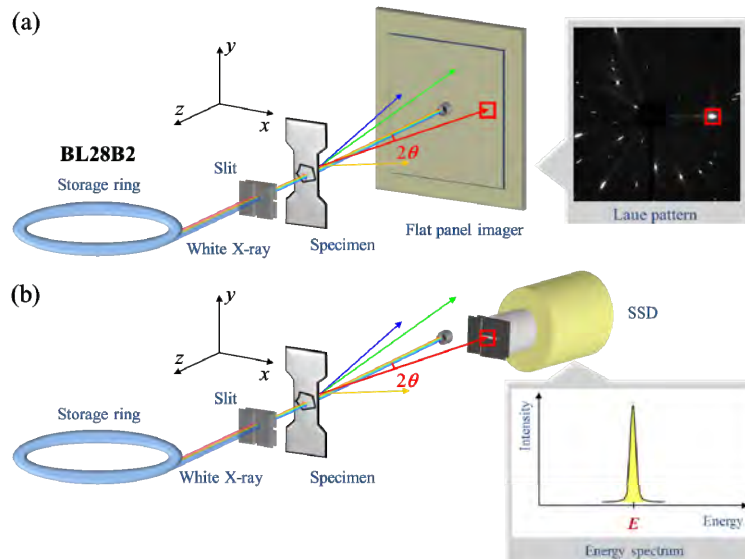


Fig. 1 The schematic view of the instrumental layout for EXDM in BL28B2. (a) is the measurement system of the Laue pattern with flat panel sensor. (b) is the measurement system of the energy spectrum with solid state detector.

結果および考察：

$(\bar{1}11\bar{2})[314]-(\bar{1}\bar{1}5)[\bar{1}10]$ 双結晶試験片より得られた無負荷のときの結晶粒界イメージを Fig. 2 に示す。結晶粒界イメージングでは、各 X 線照射点の透過ラウエパターンを隣合う点のパターンと比較したときの変化の大きさから結晶粒界を描く手法であり、透過ラウエパターンの変化が大きい、言い換えると結晶方位の変化が大きい照射点を粒界として黒く描いている。Fig. 2 の結晶粒界イメージでは中央に水平に粒界が入っており、試験片は双結晶であることが確認できる。この粒界をまたぐように線上に応力の分布を測定した 2 つの領域を line A と line B で示す。10 MPa の外部負荷応力下での各測定点の相当応力を粒界からの距離に対してプロットしたグラフを Fig. 3 に示す。A と B どちらの領域においても結晶粒界近傍で応力値が高くなっており、外部応力負荷によって粒界で応力集中が生じていたといえる。今後の解析では、他の 2 種の双結晶試験片における結晶粒界近傍の応力分布を評価し、応力集中の有無と不適合度との関係を議論していく。

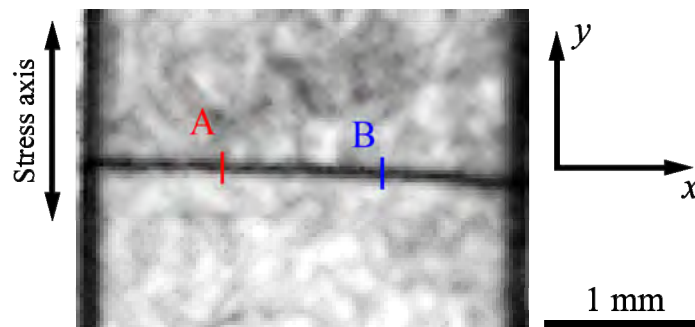


Fig. 2 The grain boundary image of bicrystal specimen without the external stress. The line A and line B indicate the scan areas for measuring the local stress distribution.

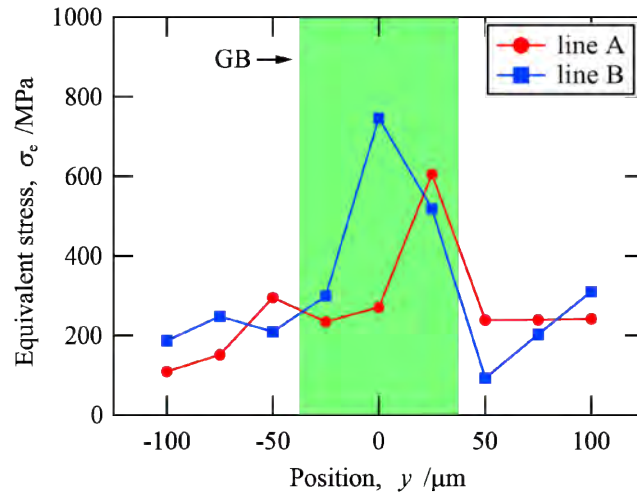


Fig. 3 The distributions of the equivalent stress as a function of the position from the grain boundary (GB) in the bicrystal specimen under the external stress of 10 MPa. Line A and B were indicated in Fig. 2.

参考文献：

- [1] K. Kajiwara, M. Sato, T. Hashimoto, I. Hirose, T. Yamada, T. Terauchi, T. Fukumura, K. Arioka: *Phis. Stat. Sol. a*, 206 (2009), 1838-1841.
- [2] K. Kajiwara, M. Sato, T. Hashimoto, T. Yamada, T. Terauchi, T. Fukumura, K. Arioka: *ISIJ International*, 53 (2013), 165-169.
- [3] "Measurement of Distributions of Local Internal Stress near Grain Boundary in SUS316 by EXDM Using White X-ray Micro Beam", T. Miyazawa, K. Kajiwara, M. Sato, T. Hashimoto, T. Yamada, T. Terachi, T. Fukumura, K. Arioka: *Proceedings of The 8th Pacific Rim International Congress on Advanced Materials and Processing*. (2013) 3467–3473.
- [4] "Local Stress Evaluation during Deformation in SUS304 Austenitic Stainless Steel", M. Chen, T. Miyazawa, A. Shibata, D. Terada, M. Sato, N. Tsuji: *Materials Today: Proceedings (ICOMAT2014 proceedings)*, 2 (2015), S937-S940.
- [5] "Relationship between local stress field in austenite and variant selection in deformation-induced martensitic transformation in Fe-24Ni-0.3C alloy", A. Matsumoto, M. Chen, T. Miyazawa, A. Shibata, M. Sato, N. Tsuji: *Materials Today: Proceedings (ICOMAT2014 proceedings)*, 2 (2015), S945-S948.
- [6] "エネルギー分散型 X 線回折法による外部応力下での純 Cu 多結晶の局所応力測定", 菅沼亮佑, 東京工業大学 学士論文, (2016).