

アルミニウム単結晶延性損傷進展の結晶方位依存性に関する
放射光白色 X 線による検討
Study on Crystal Orientation Dependence of Ductile Damage Progress of
an Aluminum Single Crystal using Synchrotron White X-ray

柴野 純一^a, 梶原 堅太郎^b, 塚本 拓也^a, 河合 紘和^a, 張 朔源^c, 菖蒲 敬久^c
Jun-ichi Shibano^a, Kentaro Kajiwara^b, Takuya Tsukamoto^a, Hirokazu Kawai^a, Z. Shuoyuan^c, Takahisa Shobu^c

^a 北見工業大学, ^b(公財)高輝度光科学研究センター, ^c(独)日本原子力研究開発機構
^aKitami Institute of Technology, ^bJASRI, ^cJAEA

引張負荷下において単一すべり系が優先的に活動するアルミニウム単結晶を用いて片側ノッチを有する試験片を作製し, 引張り試験により塑性変形させながらノッチ近傍に白色 X 線を照射し回折 X 線プロファイルを測定した. 数値解析により延性損傷が進展すると予測されたノッチ中心から斜め 45°の方向に沿って透過回折 X 線を測定した. 回折 X 線プロファイルから得られる積分幅ガウス成分から不均一ひずみや転位密度を算出し延性損傷進展挙動を確認した.

キーワード: 単結晶, 延性損傷, 結晶方位, 回折プロファイル解析, 白色 X 線

背景と研究目的:

延性材料では塑性変形時の局所的な結晶レベルの損傷(転位の蓄積, 点欠陥の発生, マイクロクラックの発生)からマクロき裂が生じ進展することが知られている. 多結晶材料内部のき裂先端は局所的には 1 つの結晶粒に達したのち, その結晶粒内部に進展するか結晶粒界を伝播するかは, き裂先端近傍の応力場と結晶方位との関係も決定要因の 1 つとなることが推測される. したがって, 結晶方位とき裂進展の関係を明らかにすることが重要であり, そのためには単結晶レベルでの延性損傷進展に関する基礎的検証が重要となる.

本研究では, 負荷方向に対して $[1\bar{1}0]$ 方位が 45°の傾きを有するアルミニウム単結晶を用いてノッチを有する試験片を作製し, 引張り試験により塑性変形させながらノッチ近傍に白色 X 線を照射し透過回折 X 線プロファイルを測定した. 解析結果から予測されていた延性損傷の進展方向であるノッチ底から斜め 45°の方向に沿って回折 X 線を測定した. 回折 X 線プロファイルから得られる積分幅ガウス成分から不均一ひずみや転位密度を算出し延性損傷進展挙動を検討した. プロファイル解析に必要な装置関数の決定では, エネルギー分散法特有の応答関数などを考慮した方法[1]を用いた.

実験:

試験片材料には純度 6N(純度約 99.9999%)のアルミニウム単結晶を使用した. 試験片は結晶方位の明らかな円板から, ダイヤモンドカッターで負荷方向に対して $[1\bar{1}0]$ 方位が 45°の傾きを有するように切り出し, フライス加工によって図 1 に示すような I 字型平板引張試験片を作製した. ワイヤ放電加工によって平行部中央の片側に幅 0.34mm, 深さ 0.20mm のノッチ加工を施した.

本実験では大型放射光施設 SPring-8 の共用ビームライン BL28B2 を利用した. 試験片を図 2 に示す小型引張試験機に設置した. 測定におけるスリットサイズは照射側が高さ 0.05mm, 幅 0.05mm, 検出器側では高さ 0.1mm, 幅 0.1mm とした. 放射光白色 X 線を試験片に照射し, 回折角 6°で透過した回折 X 線を Ge 型の半導体検出器(SSD)で測定した. 図 3 に回折 X 線プロファイルを示す. $[1\bar{1}0]$ 結晶方位に関連して Al 220 面のピークが測定されている. 検出された回折 X 線のエネルギーはマルチチャンネルアナライザー(MCA)によって 4096 チャンネルに弁別される. エネルギー較正式は, 放射性同位元素 Co-57 と Am-241 から得られる 4 つのピークを用いて求めた. ひずみ速度を約 $3.1 \times 10^{-6} / \text{s}$ とし, 試験片には塑性変形するまで荷重を負荷した. 塑性域で荷重を止めてノッチ底から斜め 45°の方向に沿って Al 220 面の回折 X 線を測定した. 測定箇所は図 4 に示すようにノッチ中心から荷重方向に対して 45°の 2 方向に 0.2mm 間隔でそれぞれ 19 点とし, 両方向とも Al 220 面を公称ひずみ 1.0%, 5.0%のと

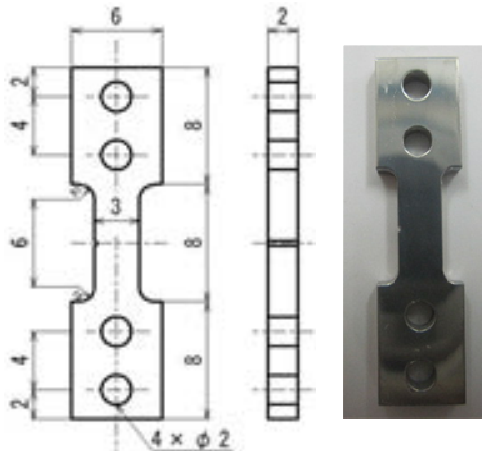


図1. アルミニウム単結晶試験片

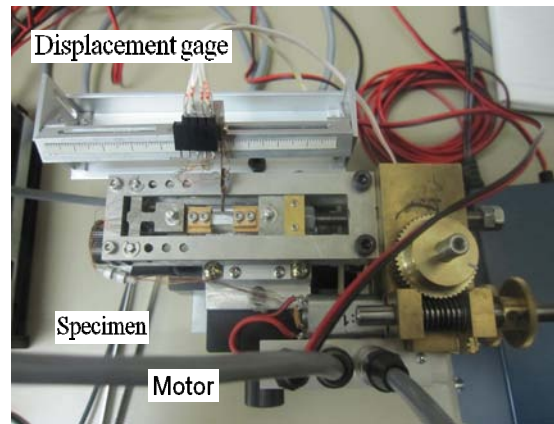


図2. 小型引張試験機

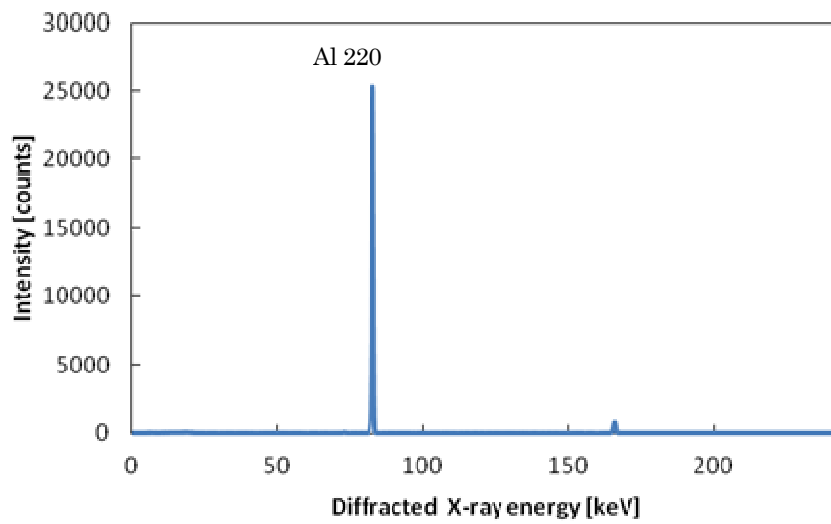


図3. アルミニウム単結晶の回折 X 線プロファイル

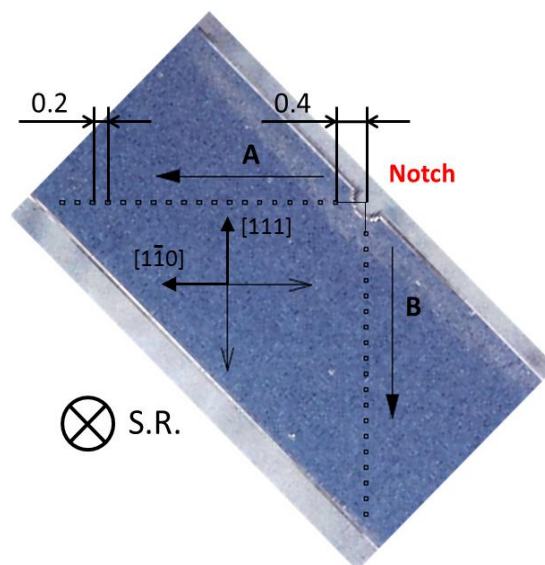


図4. アルミニウム単結晶からの回折 X 線プロファイルの測定位置

きに測定した。測定点ごとに2次元検出器であるフラットパネルセンサーを用いて新たに生成した亜結晶粒の回転方向を検出し結晶方位を合わせ半導体検出器で回折 X 線を測定した。1点当たりの測定時間は60秒とした。

結果及び考察：

回折 X 線プロファイルから延性損傷の進展を検討するため Voigt 関数でプロファイルフィッティングを行った。不均一ひずみ $\Delta\epsilon$ は、回折 X 線プロファイル積分幅の真のガウス成分 β_G と Bragg 角 θ_B の時に格子面間隔 d で回折する X 線エネルギー E_B を用いて算出した。なお、ガウス成分 β_G を求める際に必要となる装置関数は応答関数や放射光の発散角を用いて算出している[1]。転位密度は不均一ひずみ $\Delta\epsilon$ から算出した[2]。

図5に負荷ひずみ1.0%および5.0%における回折 X 線プロファイルの積分強度の分布を示す。図より負荷ひずみ1.0%では測定方向 A, B どちらの方向においてもノッチ近傍で積分強度が低いことがわかる。一般に積分強度は回折にあずかる格子面を有する結晶粒が多いほど高くなる。本試験片のように単結晶の場合は、延性損傷の進展によって生じた亜結晶が関係する。ノッチ近傍は延性損傷が進展しやすく、すべり帯の発生に伴う亜結晶の発生も多いため、それらがわずかながら回転することで回折にあずかる格子面が減少する。したがって積分強度も低くなっていると考えられる。一方、ノッチから離れた領域では亜結晶の発生が少ないことが推測され、その結果、積分強度が相対的に高くなっていると考えられる。

図6に負荷ひずみ1.0%および5.0%における転位密度の分布を示す。どちらの方向も全体的に1.0%よりも5.0%の値の方が大きくなっており、延性損傷が進むことで転位密度が増加することを示している。またノッチ近傍が相対的に少し下がっているのは延性損傷の進展に伴うすべり面の活動によるひずみエネルギーの解放がより多く生じていることが原因と考えられる。

今後の課題：

単結晶の測定では結晶方位と測定方向のずれが測定精度に大きく影響する。単結晶では延性損傷の進展によって亜結晶が生成しわずかながら回転するため、2次元検出器を用いて結晶方位を探索し回折 X 線強度から最終的に方位を定めた。しかし、人の操作では追跡できない領域も存在した。本測定を迅速かつ高精度に行うためには、白色 X 線による結晶方位自動探索システムが必要と思われる。

参考文献：

- [1] 柴野純一, 他, アルミニウム単結晶延性破壊評価のための放射光白色 X 線による検討, 材料, (2013)7月号掲載予定。
- [2] G. K. Williamson and R. E. Smallman, "Dislocation densities in some annealed and cold-worked metals from measurements on the X-ray debye-scherrer spectrum", *Philos. Mag.*, **1**, 34-46(1956).

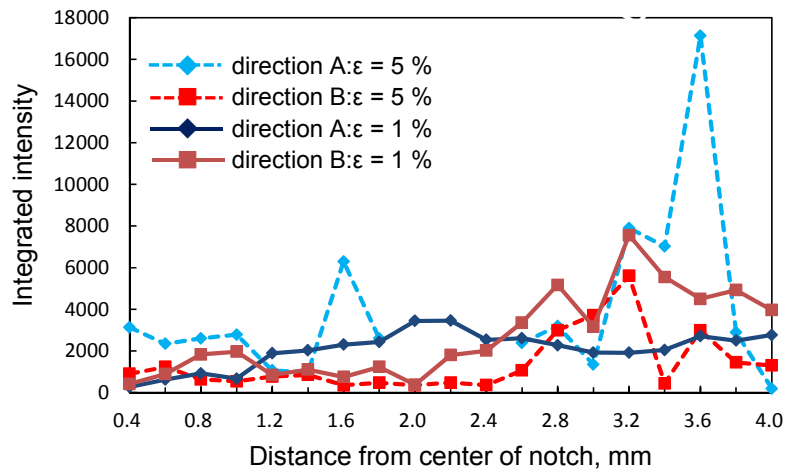


図 5. Al220 回折 X 線の積分強度分布

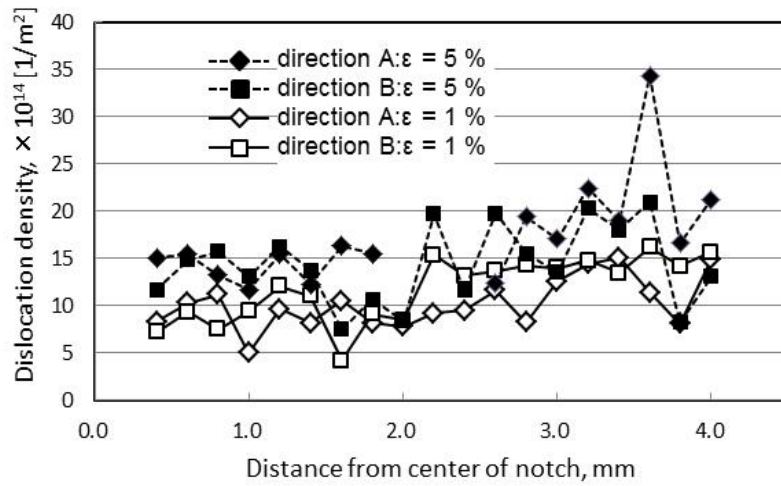


図 6. Al220 回折 X 線プロファイルの積分幅ガウス成分から推定された転位密度分布