

## FCC 金属材料の延性損傷進展における結晶方位依存性に関する検討 Study on Crystal Orientation Dependence in Ductile Damage Progression in FCC Metallic Material

柴野 純一<sup>a</sup>, 梶原 聖太郎<sup>b</sup>, 福田 憲市<sup>a</sup>, 江口 雅人<sup>a</sup>, 城 鮎美<sup>c</sup>, 菖蒲 孝久<sup>c</sup>  
J. Shibano<sup>a</sup>, K. Kajiwara<sup>b</sup>, K. Fukuda<sup>a</sup>, M. Eguchi<sup>a</sup>, A. Shiro<sup>c</sup>, T. Shobu<sup>c</sup>

<sup>a</sup>北見工業大学, <sup>b</sup>(公財)高輝度光科学研究センター, <sup>c</sup>(独)日本原子力研究開発機構  
<sup>a</sup>Kitami Institute of Technology, <sup>b</sup>JASRI, <sup>c</sup>JAEA

負荷方向に対して $[1\bar{1}0]$ 方位が $45^\circ$ の傾きを有するアルミニウム単結晶を用いて両側ノッチを施した試験片を作製し、引張試験により塑性変形させながらノッチ近傍を白色 X 線で測定した。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 $45^\circ$ 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、FCC 単結晶の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検証が必要となる。

本研究では, 負荷方向に対して $[110]$ 方位が $45^\circ$ の傾きを有するアルミニウム単結晶を用いて平行部の両側に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を高エネルギー白色 X 線で測定した。負荷方向に対し $45^\circ$ の方向に現れる(222)面あるいは(220)面のピークを測定した。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 $45^\circ$ の方向に沿って回折 X 線を測定した。X 線回折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, 塑性ひずみの増加に伴いそれらの値も変化することを確認した。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 6 N(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 $45^\circ$ 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。ワイヤー放電加工によって平行部中央の両側に幅 0.4 mm, 深さ 0.3 mm のノッチ加工を施した。

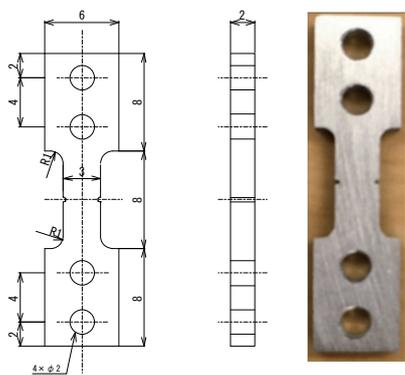


図1. アルミニウム単結晶試験片

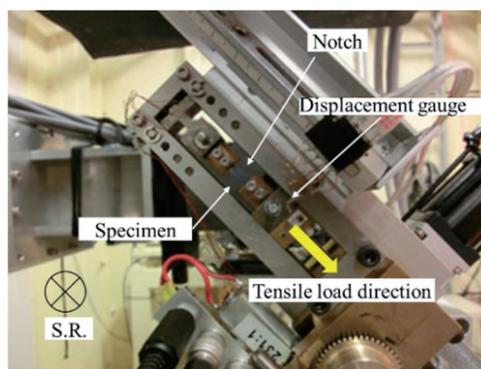


図2. 小型引張試験機

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と検出器側共に高さ 0.05 mm, 幅 0.05 mm とした。放射光白色 X 線を試験片に照射し, 回折角  $6^\circ$  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。[110]結晶方位に関連して Al220 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。エネルギー校正式は, 放射性同位元素の Co-57 と Am-241 から得られる 4 つのピークを用いて求め, 式(1)を得た。

$$E_n = 0.0588 \times CH + 0.3081 \quad [\text{keV}] \quad (1)$$

ここで, CH は MCA のチャンネルナンバーである。式(1)より 1 チャンネルあたりのエネルギー幅は 58.8 eV であり, 4096 チャンネルで約 241 keV までのエネルギーの弁別が可能である。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。塑性域で負荷を止めてノッチ底から斜め  $45^\circ$  の方向に沿って(110)面の回折 X 線を測定した。測定位置を図 4 に示す。ノッチ先端から水平・垂直方向に 0.05 mm ずつ移動させた位置を基点 S とし, 数値解析により予測された延性損傷の進展方向である図 4 中の A, B の方向に 0.1 mm 間隔で 15~16 点測定を行った。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転位セル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  $\Delta \varepsilon$  は, 回折 X 線プロファイル積分幅の真のガウス成分  $\beta_G$  と Bragg 角  $\theta_B$  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  $\beta_G$  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  $\Delta \varepsilon$  から算出した[2]。

図 5, 6 に Al(220)面の負荷ひずみが 1%と 5%の各測定位置の垂直面内および水平面内における転位セルの回折面法線方向の測定開始点に対する相対的な角度変化を示す。垂直面内ではノッチ近傍から徐々に結晶方位が変化していることがわかる。  $\varepsilon = 5\%$  のとき, 方向 B の回転角の変化が特に大きい。これは図 4(b)のシミュレーション結果の相当塑性ひずみが高い領域と一致する。方向 A の回転角度は

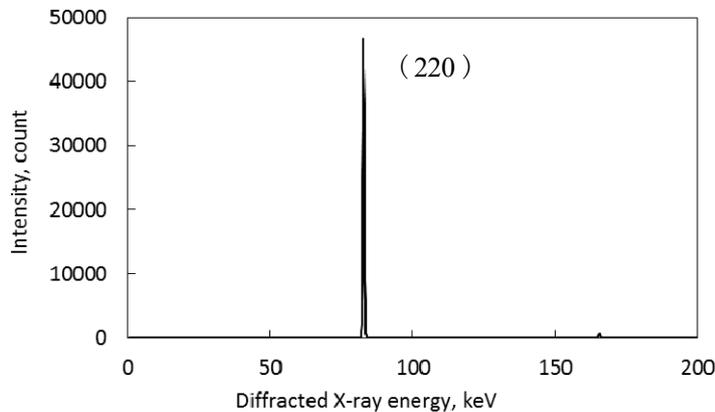


図 3. アルミニウム単結晶の回折 X 線プロファイル

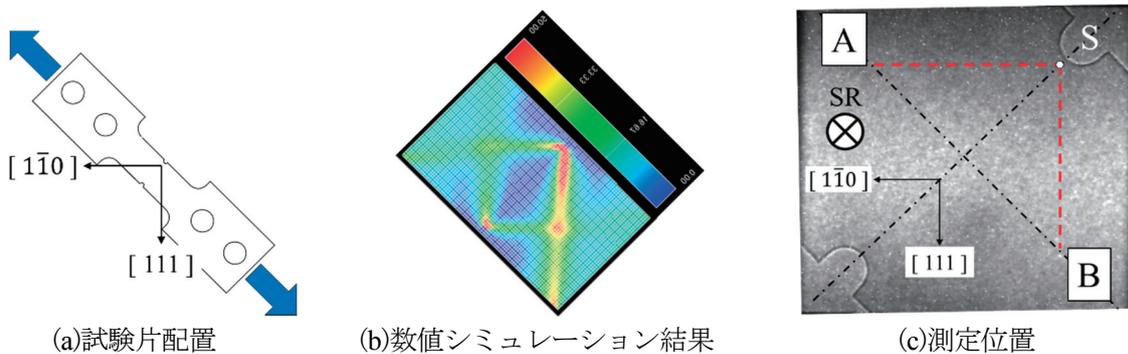


図 4. アルミニウム単結晶試験片における回折 X 線プロファイルの測定位置

ノッチ近傍では変化は小さいが、基点 S から 1.0 mm 以上離れたあたりから急激に大きくなった。図 6 から、水平面内では方向 A, B ともに変化は見られなかった。引張負荷による Al(111)面のすべり活動が転位セルの生成と回転に大きな影響を及ぼしていることが考えられる。

転位密度分布を図 7 に示す。転位密度はどちらの方向も  $\epsilon=1\%$  のときの方が全体的に高い。転位セルの回転が大きかった方向 B の転位密度は比較的低い値を示している。また、 $\epsilon=5\%$  になると全体的に減少した。これは延性損傷の進展に伴い、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転位密度が減少したと考えられる。

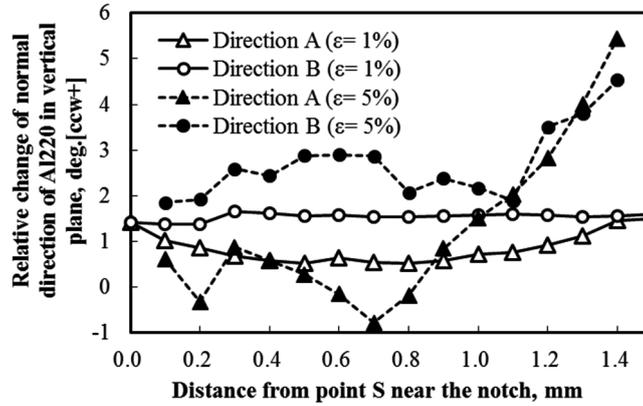


図 5. 垂直面内における転位セルの角度変化

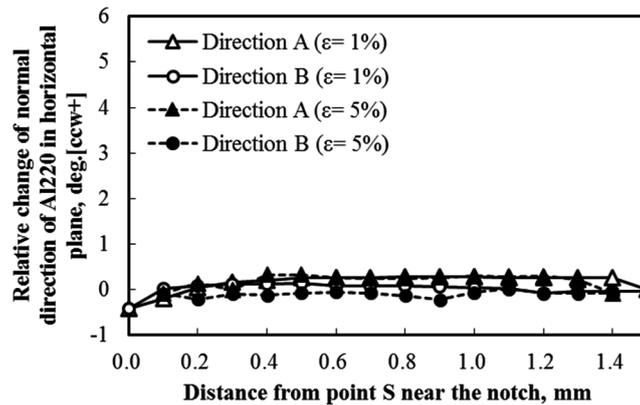


図 6. 水平面内における転位セルの角度変化

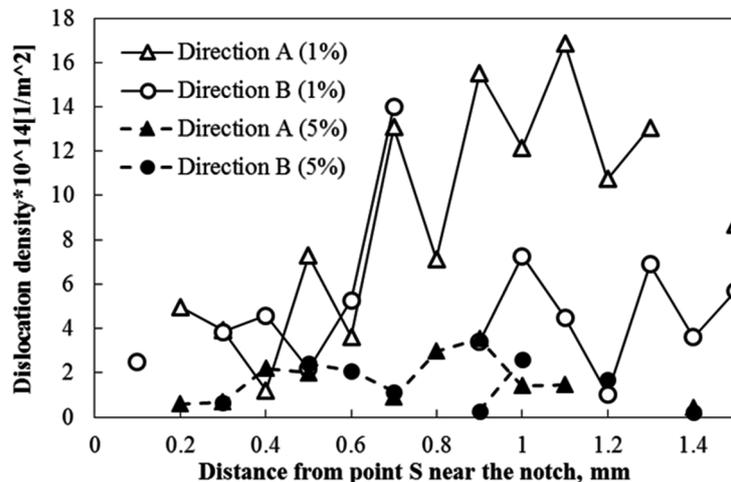


図 7. Al220 回折 X 線プロファイルの積分幅ガウス成分から推定された転位密度分布

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, Vol.62, No.7, pp.443-450 (2013).
- [2] G. K. Williamson and R. E. Smallman, *Philos. Mag.*, Vol.1, pp.34-46 (1956).