

白色 X 線マイクロビームを用いたエネルギー分散型 X 線回折顕微法  
による金属材料内局所ひずみの 3 次元評価法の開発  
Study of Analysis Method of Three Dimensional Local Strains  
in Metallic Material by Energy-Dispersive X-ray Diffraction Microscopy  
with Using White X-ray Micro Beam

宮澤 知孝<sup>a</sup>, 菅沼 亮佑<sup>a</sup>, 梶原 聖太郎<sup>b</sup>, 佐藤 眞直<sup>b</sup>  
Tomotaka Miyazawa<sup>a</sup>, Ryosuke Suganuma<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 線マイクロビームを用いたエネルギー分散型 X 線回折による局所応力測定手法の応用開発として、材料内局所ひずみのテンソル評価法を検討した。実験として X 線の入射方向を試験片板面法線方向と平行な状態(0°)と 45°傾斜した状態で同一箇所の回折測定を行い、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。

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, 局所ひずみ評価

#### 背景と研究目的：

構造用材料として用いられる金属材料の変形機構解明を目的として、課題申請者のグループでは、白色 X 線マイクロビームを用いたエネルギー分散型 X 線回折顕微法(Energy dispersive X-ray diffraction microscopy, EXDM)を SPring-8 BL28B2にて開発している。同手法では、蓄積リングより放出される白色 X 線をマイクロビーム化して多結晶材料内の粒内や粒界といった局所に照射し、回折された X 線のエネルギースペクトルより結晶格子面間隔を測定することで照射領域の結晶方位とひずみを見積り、弾性定数を用いて局所応力を算出している[1][2]。本手法は既にユーザー供用を進め、SUS316やFe-Ni合金等の鉄系材料、純CuやCu-Ge合金等の銅系材料の測定を行っている[2-7]。これらの実験では材料内局所での変形の不均一を実験的に捉えてきたが、それらの応力は試験片の板面と平行な面内での 2 次元応力のみであった。これは、応力計算時の仮定と回折測定装置系で取得する回折線を制限していることに起因する。現在の EXDM では、試験片ゲージ部の面積が厚さに比較して十分に大きい試験片を用いるため、試験片厚さ方向には応力が解放していると仮定して板面内での応力(2 階のテンソルの 2 次の正方行列)を計算している。実際の装置系では、測定時間短縮も兼ねて透過ラウエパターンとエネルギー分散型 X 線回折プロファイルの測定範囲を回折角  $2\theta$  で最大 20°までとし、測定する回折線を絞っている。そのため、入射 X 線に対して 10°以下の傾きしか持たない格子面の回折から試験片板面内のひずみは評価しているが、X 線入射方向に垂直な格子面の回折は測定しておらず、厚さ方向のひずみの評価は行っていない。しかし、本来材料の変形は 3 次元的なものであり、ひずみと応力は 2 階のテンソル(3 次の正方行列)で評価することが望まれる。そこで本課題では、EXDM の応用開発として回折線の測定範囲を広げ、同一箇所の多数の格子面のひずみ算出を行い、3 次の正方行列で表される応力とひずみのテンソルを評価する方法を検討した。

#### 実験：

測定用試験片には純 Cu 単結晶を供試材として用いた。Cu(99.99%)を原材料としてブリッジマン法により結晶方位を制御した単結晶を育成し、放電加工機によってドッグボーン型引張試験片を切り出した。引張試験片ゲージ部のサイズは、幅 3 mm, 長さ 5 mm, 厚さ 0.5 mm とし、結晶方位は、引張方向[4 1 9], 板面(2 1 -1)と引張方向[0 0 1], 板面(1 0 0)の 2 種類を用意した。

EXDM 測定は BL28B2にて実施した。図 1 に示すように 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組み上げた。プローブとなる白色 X 線は  $25\ \mu\text{m} \times 25\ \mu\text{m}$  まで絞り、試験片を取り付けた引張試験機を XYZ 3 軸ステージ上に設置した後に  $x$ - $y$  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を取得した。このとき、取得した透過ラウエパターンから結晶粒界イメージング法によって試験片ゲージ部のイメージングを行い、測定領域選定の指標とした[1]。

さらに本実験では、3 次元的な変形を評価するために試験片板面( $x$ - $y$  面)のひずみと試験片厚さ方向のひずみ情報を取得した。試験片ゲージ部より測定領域を選定し、試験片を板面が入射 X 線に垂直となる状態( $0^\circ$ )と応力軸( $y$  軸)で試験片を  $45^\circ$ 傾けた状態でそれぞれ透過ラウエパターンとエネルギースペクトルを測定した。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位置より回折 X 線の仰俯角を見積もり、各測定点で  $0^\circ$ ,  $45^\circ$ それぞれの状態で 30 点ずつスペクトルを取得した。また、これら一連の測定を外部応力を負荷しながら繰り返し、変形中のひずみの解析を行うための透過ラウエパターンとエネルギースペクトルのデータを取得した。負荷応力は 0, 6, 12, 70 MPa の 4 水準である。

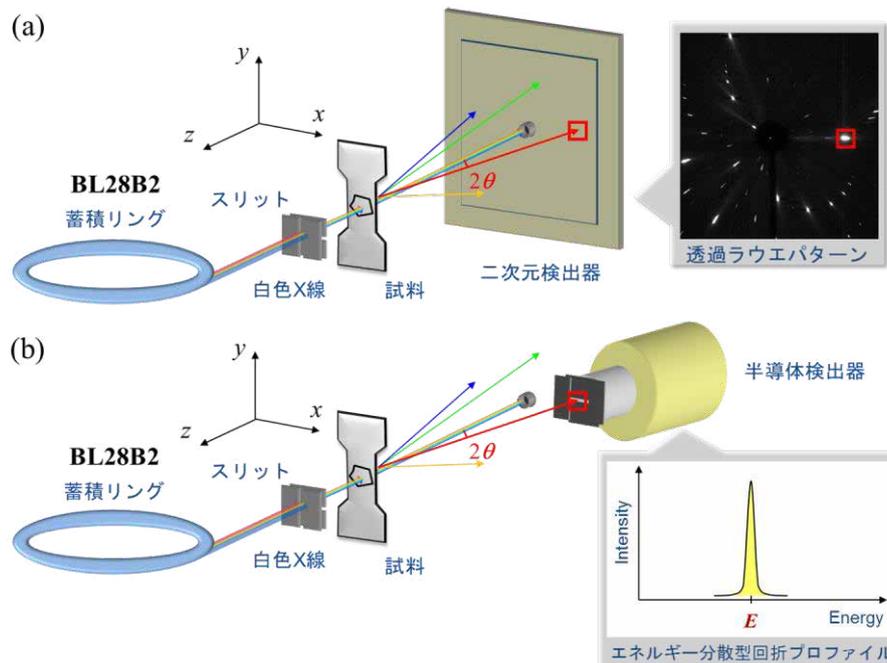


図 1. BL28B2 における EXDM 装置レイアウト。(a)二次元検出器による透過ラウエパターン測定および(b)半導体検出器によるエネルギー分散型 X 線回折測定。

### 結果および考察：

図 2(a)に引張方向[419], 板面(21-1)の単結晶のゲージ部の無負荷の状態での結晶粒界イメージを示す。左右両端の縦の黒い線が試験片ゲージ部側端であり、試験片が単結晶であるため、ゲージ部内には黒線で表される粒界は存在しない。この結晶粒界イメージより赤のバツ印で示す  $20\ \mu\text{m} \times 20\ \mu\text{m}$  の領域にて結晶方位およびひずみの評価を行った。図 2(b)に測定領域の透過ラウエパターンを示す。ラウエパターンより解析した試験片板面の結晶方位は図 2(c)のステレオ投影図で表される。これに対して、試験片を応力軸周りで  $45^\circ$ 傾けた状態での同一領域の透過ラウエパターンを図 2(d)に、解析より得られた結晶方位のステレオ投影図を図 2(e)に示す。これらの結晶方位間の角度は  $46.4^\circ$ となり単結晶試験片の幾何学的な結晶方位関係ともよく一致している。SSD によるエネルギー分散型 X 線回折測定では、これらの透過ラウエパターンより、30 点ずつ回折スポットを選択し、多数の格子面からのエネルギースペクトルを取得することができた。

### 今後の課題：

ラウエパターンから得られた結晶方位情報とエネルギースペクトルから算出される複数の格子面のひずみより、測定領域のひずみテンソルの解析を行っていく。

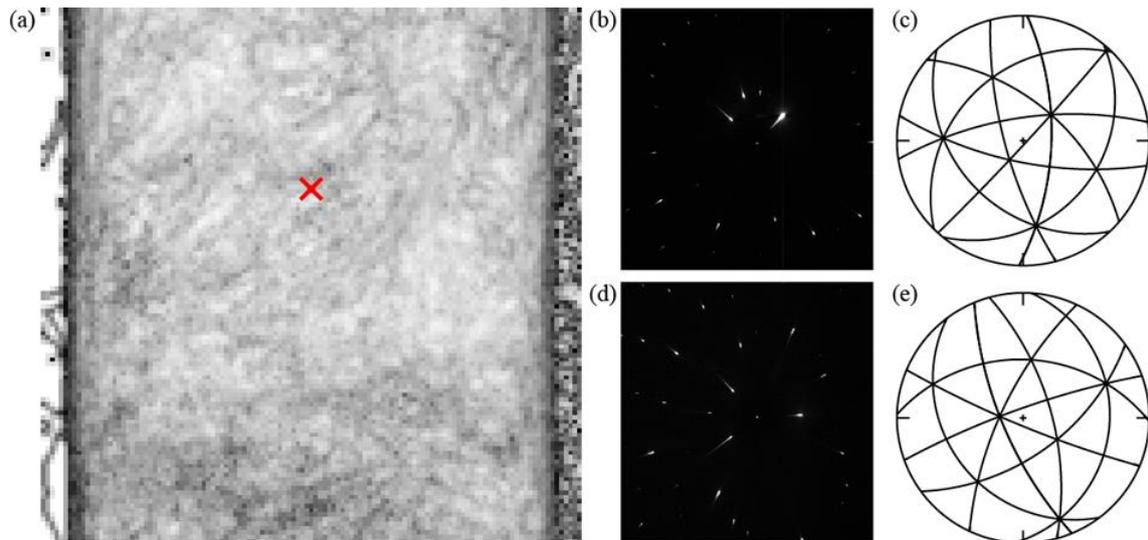


図 2. (a)純銅単結晶試験片ゲージ部の結晶粒界イメージ. 赤のバツ印が結晶方位とひずみの評価を行った領域を示す. 試験片の傾き  $0^\circ$  のときの(b)透過ラウエパターンと(c)ステレオ投影図. 試験片の傾き  $45^\circ$  のときの(d)透過ラウエパターンと(e)ステレオ投影図.

参考文献：

- [1] K. Kajiwara et al., *Phys. 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).
- [4] 宮澤知孝 他、平成 26 年度 産業新分野支援課題・一般課題(産業分野)実施報告書(2014A), 2014A1580.
- [5] 宮澤知孝 他、平成 27 年度 産業新分野支援課題・一般課題(産業分野)実施報告書(2015A), 2015A1679.
- [6] M. Chen et al., *Materials Today: Proceedings*, **2S**, S937-S940 (2015).
- [7] A. Matsumoto et al., *Materials Today: Proceedings*, **2S**, S945-S948 (2015).