

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
純アルミニウム多結晶材料内での局所応力分布の測定
**Measurement of Internal Stress Distributions in Polycrystalline
Pure Aluminum by using Energy-dispersive X-ray Diffraction Microscopy
(EXDM) with White X-ray Micro Beam**

宮澤 知孝^a, 櫻庭 光隆^a, 梶原 聖太郎^b, 佐藤 眞直^b
Tomotaka Miyazawa^a, Hirotaka Sakuraba^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

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 (Energy-dispersive X-ray Diffraction Microscopy, EXDM)の応用開発として弾性定数の異方性が異なる材料の応力評価を行い, 実用材料解析のための基礎知見蓄積を目的とする. 具体的な実験としては, 純アルミニウム(Al)の多結晶試験片の応力分布測定を行い, 2015A1679にて測定を行った純銅の多結晶試験片の応力分布の結果と比較し, 弾性定数の異方性の違いが応力の分布に与える影響を議論する.

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, アルミニウム

背景と研究目的:

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 線回折測定技術を応用し, 金属材料内の局所変形分析手法として, 内部応力分布を評価する技術 EXDM を SPring-8 BL28B2にてユーザーに供用している[1-6]. 同測定法はマイクロサイズに絞った輝度の高い白色 X 線を用いることで, 結晶粒内部や粒界といった金属材料内局所で応力評価を実現している. 課題申請者は同手法を用い, SUS316 冷間加工材や純 Cu, SUS304 などの材料の局所応力測定を行い, 結晶粒ごとの応力の不均一分布や粒界近傍での応力集中現象を捉えることに成功した[2-6]. これらの材料は全て面心立方構造であり, 弾性定数に異方性を持つことが共通している. 弾性定数に異方性のある材料の場合, 一軸応力を印加した際, 結晶方位と印加方向の関係によって変形の様相が異なることが知られている. これは多結晶材料のとき, 材料の弾性変形域においても, 結晶粒ごとに弾性定数の異方性に由来する変形の異方性が現れ, 結晶粒ごとの応力・ひずみの不均一分布の原因になると予測される. また, この応力・ひずみの不均一分布が粒界での応力集中に影響を及ぼすと考えられる.

本課題では, 面心立方構造を持ち, 弾性定数の異方性が小さい純 Al 多結晶材に着目した. 純 Al は弾性定数の異方性が Cu や Fe のオーステナイト相に比べて小さいため, 多結晶材料内の各結晶粒の変形の不均一は小さくなることが予想され, 結晶粒同士の押し合いへし合いも小さくなると考えられる. それに伴い, 結晶粒ごとの応力の不均一分布や結晶粒界での応力集中が生じてても, その度合いは小さくなると考えられる. そこで, 本課題では純 Al 多結晶材の外部応力負荷下での応力分布を EXDM によって調査した.

実験:

Al(99.99%)の多結晶材料を供試材とし, 773 Kにて1hの焼鈍を行い, 放電加工機によってドッグボーン型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 0.3 mm とした.

EXDM 測定は BL28B2にて実施した. BL28B2 据付の回折計を中心に二次元検出器(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, Fig. 1 に示すような透過ラウエパターン測定とエネルギー分散型 X 線回折測定との切り替えが可能な装置系を組み上げた. プロブとなる白色 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, X 線照射部の応力を見積もるため, ラウエパターンに現れる各スポットのエネルギースペクトルの測定を行い, 格子ひずみを評価した. 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 20 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, 外部応力負荷下での局所応力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. 外部負荷応力は 0, 10 MPa の 2 水準である.

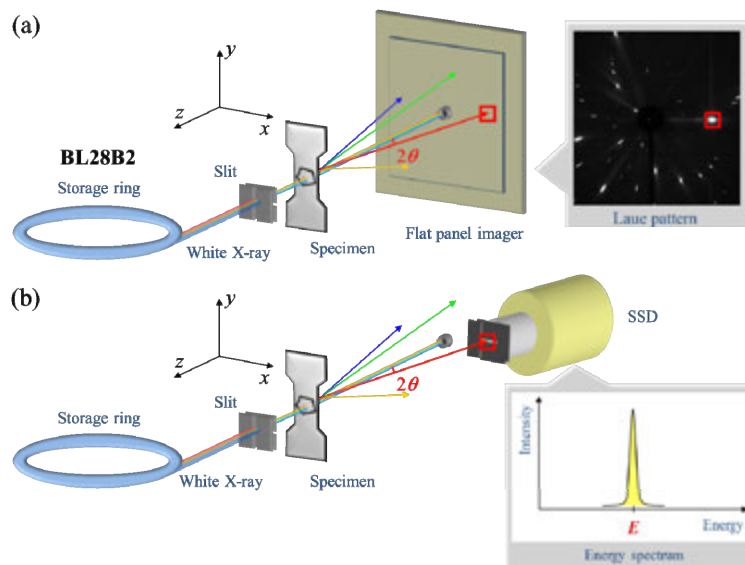


Fig. 1. The schematic view of the instrumental layout for EXDM in BL28B2. (a) is the measurement system of the Laue pattern with flat panel sensor. (b) is the measurement system of the energy spectrum with solid state detector.

結果および考察 :

Fig. 2 に結晶粒界イメージと外部応力負荷下での各測定点の主応力のベクトルを示す. 結晶粒界イメージングでは透過ラウエパターンが変化した領域, すなわち結晶方位の変化した粒界を黒く描くため, 黒い線状の領域が粒界である. 主応力ベクトルにおいては, 赤いベクトルが引張応力, 青いベクトルが圧縮応力となり, 主応力の大きさと方向を示している. Fig. 2(a)では, 各測定点ごとにその主応力の向きはバラついており, その大きさも非常に小さい. 外部応力を負荷しない状態であるため, どの測定点においてもほとんど変形していないと言える. これに対し, Fig. 2(b)では外部応力負荷に伴い多くの測定点の主応力ベクトルが引張へと変化しており, ベクトル自体も大きくなっている. また, 一部の測定点では大きな圧縮応力が生じている. このように各測定点で外部応力負荷によって不均一な変形が生じていることを示唆しており, 純 Al 多結晶材においても結晶粒ごとの応力の不均一分布を捉えることに成功した. 弾性定数の異方性の小さい純 Al 多結晶材においても, 純 Cu 多結晶材の結果と同様に結晶粒ごとの応力の不均一分布が生じていると言える. 現在, 結晶粒界近傍の測定結果の解析を進めており, 応力集中の大きさについても純 Cu 多結晶材の結果と比較を行う. これらの結果より弾性定数の異方性の大きさが応力の不均一分布に及ぼす影響についてより詳細に議論していく.

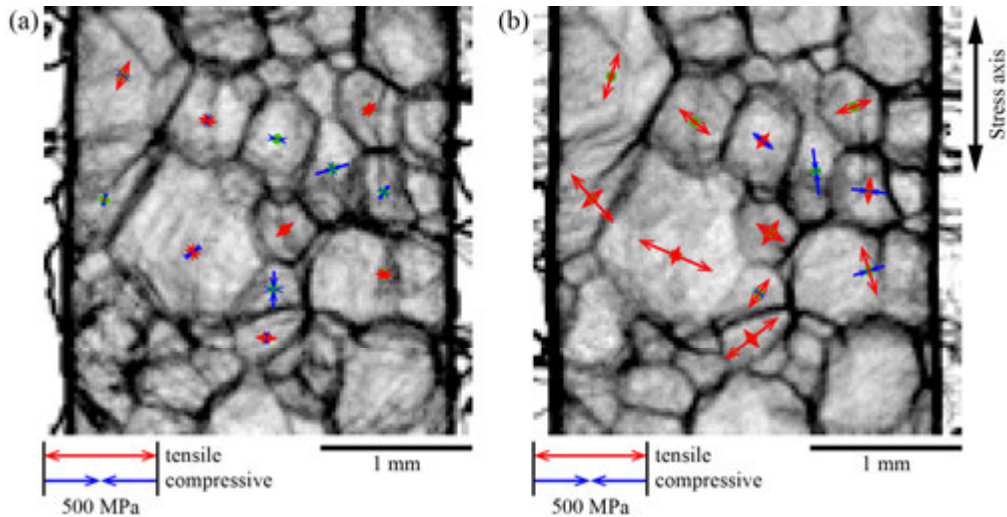


Fig. 2. The grain boundary image of the pure Al polycrystalline specimen with the principle stress vectors of each grain. (a) 0 MPa, (b) 10 MPa.

謝辞：

本研究の一部は，日本アルミニウム協会研究助成の援助により行われたものである．特記して感謝の意を示す．

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).
- [4] 宮澤知孝 他, 平成 27 年度 SPring-8 産業新分野支援課題・一般課題(産業分野)実施報告書 (2015A), 2015A1679.
- [5] M. Chen, et al., *Materials Today: Proceedings*, **2S**, S937-S940, (2015).
- [6] A. Matsumoto, et al., *Materials Today: Proceedings*, **2S**, S945-S948, (2015).