

科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 27 年 6 月 11 日現在

機関番号：10106

研究種目：基盤研究(C)

研究期間：2012～2014

課題番号：24560083

研究課題名(和文)単結晶内部の延性損傷進展挙動に関する放射光白色X線による研究

研究課題名(英文)Study on ductile damage progress in a single crystal using synchrotron white X-ray

研究代表者

柴野 純一 (Shibano, Jun-ichi)

北見工業大学・工学部・教授

研究者番号：60206141

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 4,100,000円

研究成果の概要(和文)：延性損傷の進展と結晶方位の関係を実験的に検証するためには単結晶を用いたX線回折法が有効である。本研究では、大型放射光施設SPring-8において、白色X線を用いたアルミニウム単結晶の延性破壊進展挙動の検証を行った。その結果、延性損傷進展に伴い発生した転位セルの回転は水平面内に比べ垂直面内で大きいことがわかり、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た。また、転位密度は材料の延性損傷が進むことで全体に増加したが、ノッチ近傍では相対的に低かった。延性損傷進展によるひずみエネルギーの解放の影響が考えられた。

研究成果の概要(英文)：In order to verify experimentally the relation between the progress of ductile damage and crystal orientation, the X-ray diffraction measurements of a single crystal is valid. In this study, verification of the ductile damage progress behavior of an aluminum single crystal under tensile loading was performed by using white X-ray at synchrotron radiation facilities SPring-8. As a result, dislocation cells were generated and rotated near the notch with ductile damage progress. The angle variations in the vertical plane are very large compared with them in a horizontal plane. And, dislocation density increased as ductile damage progressed, but it was relatively low near the notch. The influence of release of the strain energy by ductile damage progress was expected.

研究分野：材料強度学

キーワード：単結晶 延性損傷 転位密度 プロファイル解析 装置関数 白色X線 放射光

1. 研究開始当初の背景

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。き裂の急激な進展は材料の破壊をもたらすため、その発生・進展を非破壊で高精度に推定・評価する手法の開発が産業界から強く望まれていた。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。

一方、結晶性材料から得られる回折X線プロファイルの形状は結晶レベルの損傷状態を反映することが知られており、半価幅による評価が古くから行われている。研究代表者らは、シンクロトロン放射光から得られる高エネルギー白色X線（50keV～150keV）に着目して、高輝度、高指向性を活かした材料内部の微小領域ひずみ測定に関する研究を行ってきた。これまでに、厚さ5mmの高張力鋼内部のき裂先端の透過イメージングとひずみマッピングに成功するなど、放射光白色X線を用いた材料内部の損傷評価に実績を有し、回折X線プロファイル解析を用いた結晶レベルの損傷評価にも取り掛かる準備が整っていた。

2. 研究の目的

シンクロトロン放射光から得られる高輝度、高指向性の白色X線を利用して、負荷方向と結晶方位の関係による結晶内部の延性損傷進展挙動を明らかにする。まず、白色X線を用いるエネルギー分散法による回折X線プロファイル解析のための測定理論を構築する。次に単結晶に荷重を塑性域まで負荷しながら数10ミクロンに絞った白色X線を照射し、透過回折X線から結晶内部の転位密度、不均一ひずみ、転位セルの生成や回転などを評価する測定システムを構築する。実際に本システムを用いて結晶方位の明らかな単結晶に引張荷重を負荷しながら透過回折X線を測定し、結晶内部における延性損傷進展と結晶方位の関係を詳細に検討する。

3. 研究の方法

(1) 白色X線による回折X線プロファイル解析のための測定理論の構築

①白色X線を用いたエネルギー分散法による測定の検出装束系による回折X線プロファイルの広がりや照射白色X線の発散角による回折X線プロファイルの広がりを考慮し、測定手法特有の装置関数を求める。

②装置関数の影響を除去した回折X線プロファイルの積分幅ガウス成分とコーシー成

分から、延性損傷によって生じた転位セルのサイズや転位セル内の不均一ひずみ、転位密度を算出するための理論式を構築する。

(2) 塑性変形における単結晶試験片の回折X線プロファイル解析による延性損傷評価

①引張負荷方向に対して結晶方位が明らかなアルミ単結晶試験片を作製する。

②試験片にSPring-8の白色X線測定環境下で引張荷重を負荷するための小型引張試験機を製作し、測定システムを構築する。

③SPring-8において試験片に引張負荷による塑性ひずみを生じさせ、塑性変形の各段階で負荷を停止し、放射光白色X線を照射して透過回折X線を測定する。

④開発した回折X線プロファイル解析手法を用いて、転位セルの回転、転位密度、不均一ひずみなどを評価し、結晶方位との関係を考察する。

4. 研究成果

(1) 白色X線による回折X線プロファイル解析のための測定理論の構築

数式を含めた詳しい導出過程は後掲の5. 主な発表論文等の雑誌論文①を参照頂きたい。ここでは、概要について述べる。

①エネルギー分散法測定装置系による回折X線プロファイルの広がりへの考慮

白色X線の回折プロファイルの検出には半導体検出器SSDが使われる。SSDに入射したX線は、そのエネルギーに比例した電子・正孔対を生成し、その数に比例した高さを持つ電子パルスに変換される。SSDの特性として電子・正孔対の生成数は統計的揺らぎの影響を受ける。統計的揺らぎは応答関数によって表され、ガウス関数となる。この応答関数を積分幅ガウス成分に変換した。

②発散角による回折X線プロファイルの広がりへの考慮

完全な単結晶の場合、入射側のX線の発散角が零であれば、Braggの回折条件から理論的には回折側で強め合うX線の広がり角も零となる。通常、単結晶でも微細なモザイク構造を有することが多く、それにより回折X線に広がりが生じるが、その強度的な影響は比較的小さいと考える。したがって入射X線が発散角を有する場合は、回折X線もほぼ同じ発散角を有すると考えられる。また実際には、放射光においても入射側や検出器側スリットの先端における屈折による広がりも認められるが、その強度の相対的影響は極めて小さいと考えられる。したがって、単結晶においては回折角の広がりが入射側の発散角とほぼ同等になると考えられる。これを基に放射光の発散による装置関数の積分幅ガウス成分を算出した。

③装置関数の算出

集中ビームを用いた反射法による回折X線測定では考慮しなければならない試料表面性状、侵入深さによる吸収効果、水平・垂直発散効果は平行ビームを用いた透過法による測定ではほとんど影響がない。したがっ

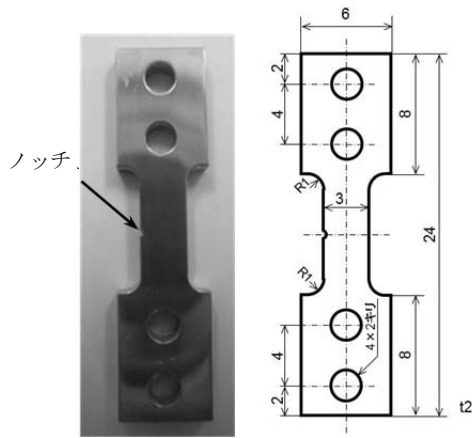


図1 アルミニウム単結晶試験片

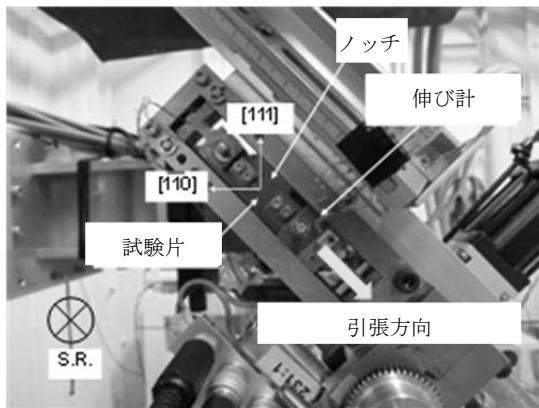


図2 小型引張試験機

て、装置関数は検出器と主に光学系由来の発散角による広がりコンボリューションと考えられ、その積分幅ガウス成分も求められる。よって、測定によって得られた回折X線プロファイルから不均一ひずみ等の影響のみを反映した積分幅ガウス成分が得られる。回折X線プロファイルの積分幅コーシー成分は結晶子サイズによって影響を受けることから装置関数は零とみなして、単結晶試料測定による積分幅コーシー成分から直接求めることとした。

④プロファイルフィッティング

回折X線プロファイルから積分幅のガウス成分とコーシー成分を評価するため、Voigt 関数でプロファイルフィッティングを行った。

⑤不均一ひずみと結晶子サイズの算出

⑥転位密度の算出

(2) 塑性変形における単結晶試験片の回折X線プロファイル解析による延性損傷評価

①試験片の作製

試験片材料として純度 6N (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、ロースピードダイヤモンドカッターで [1-10] 方位と [111] 方位が荷重方向に対してそれぞれ 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。ワイヤー放電加工によって平

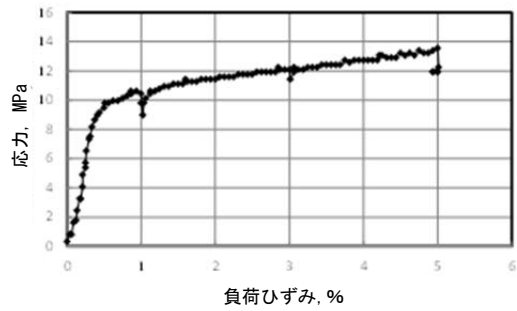


図3 応力-ひずみ線図

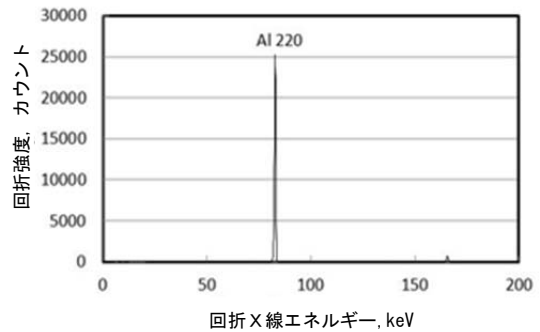


図4 アルミニウム単結晶試験片の回折X線プロファイル

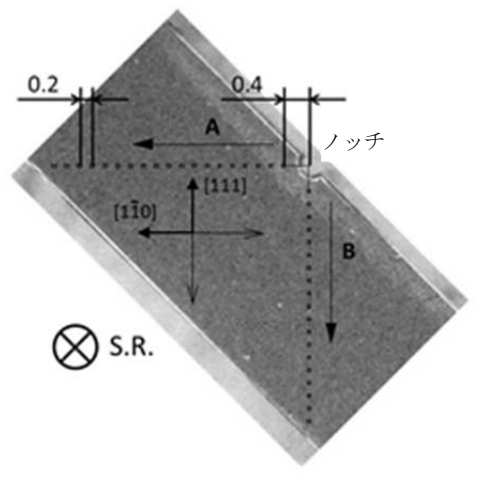


図5 測定位置 (ラインA、B)

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。

②小型引張試験機と応力-ひずみ線図

試験片に引張荷重を加えながら透過回折X線を測定するために作製した小型引張試験機を図2に示す。小型モータを駆動力源として歯車減速機構を介して図中矢印の方向に引張荷重を荷重する。変位計の先端をチャック部に接触させ、チャック部の動きにより変位を測定する。試験片に荷重する荷重はロードセルで測定する。引張速度は約 3.1×10^{-6} /s とした。図3に応力-ひずみ線図を示す。

③測定施設・装置と測定条件

測定には大型放射光施設 SPring-8 に設置された共用ビームライン BL28B2 を利用した。

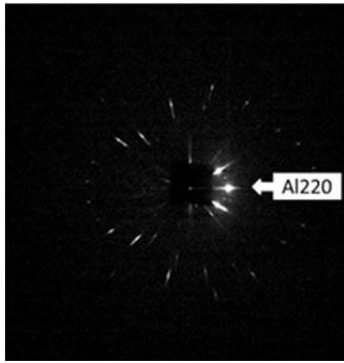


図6 フラットパネルセンサーによるアルミニウム単結晶の透過回折X線のラウエパターン

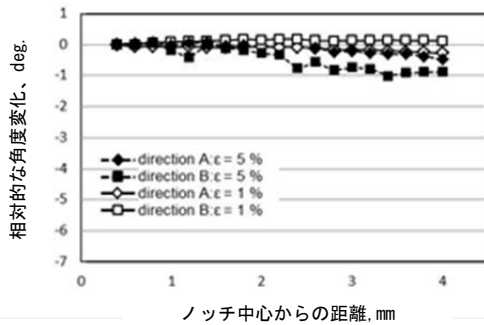


図7 Al(220)面から得られた水平面内の相対的な転位セルの回転角度分布

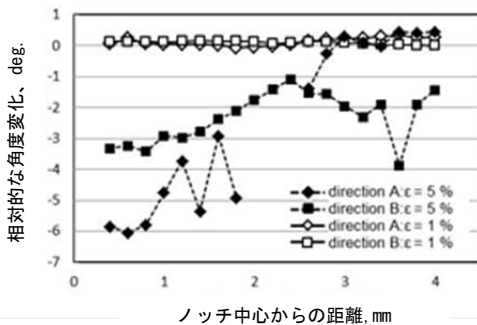


図8 Al(220)面から得られた垂直面内の相対的な転位セルの回転角度分布

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、水平面内で回折角 6° で透過したX線をGe型の半導体検出器(SSD)で測定した。図4に回折X線プロファイルの例を示す。[1-10]結晶方位に関連してAl 220面のピークが測定されている。まず、無負荷の状態試験片中央付近を5点、1点あたり90秒間測定した。得られた各格子面のピークエネルギーの平均値を無ひずみデータとした。次にCCDカメラでノッチの位置を確認後、図5に示すように、数値解析により予測されていた延性損傷の進展方向であるノッチ中心から斜め 45° の方向に沿ってノッチ中心から2方

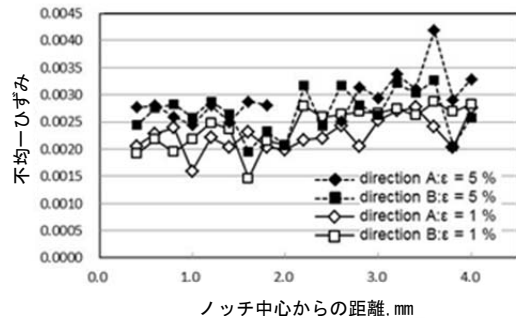


図9 ノッチ近傍の不均一ひずみの分布

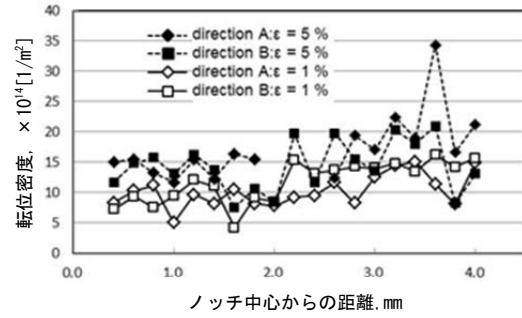


図10 ノッチ近傍の転位密度の分布

向に0.4mm開けて0.2mm間隔でそれぞれ19点測定した。両方向ともAl 220面を負荷ひずみ1.0%、5.0%のときに測定した。1点当たりの測定時間は60秒とした。

④転位セルの生成とその回転

塑性変形が進むにつれて初期設置位置では単結晶試験片から回折X線が検出できなくなった。このことから転位セルの生成とその回転が推測されたため、その回転角度を2次元検出器フラットパネルセンサーで調べた。図6に測定された透過型のラウエパターンの例を示す。試験片を回転させた時に、図6のAl220回折のスポットがフラットパネルセンサー上で中心に対し対称に配置されるように、測定点ごとに試験片の角度を調整した。さらに、回折X線強度が最大となるようにSSDによって微調整を行った。図7、図8に負荷ひずみが1%と5%の各測定位置における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。図7は水平面内、図8は垂直面内における転位セルの角度変化を示している。図7から、水平面内ではノッチに近い位置から結晶方位が徐々に変化していることがわかる。また、測定方向Aにおける角度変化は、負荷ひずみ1%と5%とではほぼ同様の傾向を示しているが、測定方向Bでは5%のときの変化が大きい。図8から、垂直面内では水平面内に比べ負荷ひずみ5%の角度変化がたいへん大きいことがわかる。また、ノッチ近傍の変化が激しい。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た。

⑤不均一ひずみと転位密度の分布

装置関数の成分を除去し、測定によって得られた回折X線プロファイルから不均一ひずみの影響のみを反映した積分幅ガウス成分を得た。その値を基に算出した、負荷ひずみ 1%および 5%における不均一ひずみ分布を図 9 に示す。また、転位密度分布を図 10 に示す。どちらの方向も全体的に 1%よりも 5%の値の方が大きくなっており、延性損傷が進むことで不均一ひずみや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。

(3) 研究成果のまとめ

大型放射光施設 SPring-8 に設置された共用ビームライン BL28B2 において、放射光白色 X 線を用いたアルミ単結晶の延性破壊進展挙動の検証を行った。その結果、延性損傷進展に伴い発生した転位セルの回転は、水平面内に比べ垂直面内で大きく、特に負荷ひずみ 5%のときのノッチ近傍の角度変化がたいへん大きくなった。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た。また、転位密度は材料の延性損傷が進むことで全体に増加したが、ノッチ近傍では相対的に低かった。延性損傷進展によるひずみエネルギーの解放の影響が考えられた。

これらの研究成果により、本研究で開発した放射光白色 X 線を用いた単結晶内部の延性損傷評価システムの有用性を確認することができた。

(4) 今後の展望

本研究によって、単結晶のプロファイル解析で問題となる装置関数の除去について、放射光白色 X 線を用いる場合の新しい手法を提案することができた。しかし、得られた転位密度はやや高い傾向が見られた。原因として装置関数の評価が考えられた。今後、算出方法を検討し、より高精度な評価システムを構築することで、放射光白色 X 線による結晶内部の延性損傷進展挙動に関する研究を推進する。

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕(計 5 件)

- ①柴野純一、梶原堅太郎、塚本拓也、河合紘和、三浦節男、張朔源、菖蒲敬久、引張負荷下で単一すべり系が活動するアルミニウム単結晶の延性損傷評価、材料、査読有、63 巻 7 号、2014、533-538
- ②J. Shibano, K. Kajiwara, T. Tsukamoto, H. Kawai, S. Miura, S. Zhang, T. Shobu, M. Kobayashi, Evaluation of ductile damage progress of an aluminum single crystal with prior activity of single slip system under tensile loading by using synchrotron white X-ray, Materials Science Forum, 査読有、

Vols.777, 2014, 176-181

- ③J. Shibano, M. Kiso, K. Kajiwara, T. Shobu, S. Miura, M. Kobayashi, Study on ductile damage progress of an aluminum single crystal using synchrotron white X-ray, Materials Science Forum, 査読有, Vols.768-769, 2014, 358-365
- ④柴野純一、梶原堅太郎、塚本拓也、河合紘和、張朔源、菖蒲敬久、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、平成 24 年度 SPring-8 重点産業化促進課題・一般課題(産業分野)実施報告書 2012B、査読無、2013、42-45
- ⑤柴野純一、木曾 稔、梶原堅太郎、菖蒲敬久、三浦節男、小林道明、アルミニウム単結晶延性損傷評価のための放射光白色 X 線による検討、材料、査読有、62 巻 7 号、2013、443-450

〔学会発表〕(計 8 件)

- ①富樫宏成、三浦節男、小林道明、柴野純一、超音波スペクトロスコープを用いた転位挙動解析による塑性変形損傷評価、日本機械学会北海道支部第 53 回講演会、2014 年 9 月(室蘭)
- ②柴野純一、河合信志、三浦節男、小林道明、マグネシウム合金の AE 法による低サイクル疲労損傷評価、日本材料学会第 48 回 X 線材料強度に関するシンポジウム、2014 年 7 月(大阪)
- ③河合紘和、柴野純一、三浦節男、梶原堅太郎、放射光白色 X 線を利用したアルミ単結晶延性損傷評価、日本機械学会北海道支部第 52 回講演会、2013 年 9 月(函館)
- ④J. Shibano, K. Kajiwara, T. Tsukamoto, H. Kawai, S. Miura, S. Zhang, T. Shobu, M. Kobayashi, Evaluation of ductile damage progress of aluminum single crystal with prior activity of single slip system under tensile loading by using synchrotron white X-ray, 7th International Conference on Mechanical Stress Evaluation by Neutron and Synchrotron Radiation, 2013 年 9 月(Australia)
- ⑤柴野純一、梶原堅太郎、塚本拓也、河合紘和、三浦節男、張朔源、菖蒲敬久、小林道明、引張負荷下で単一すべり系が活動するアルミ単結晶の延性損傷評価、日本材料学会第 47 回 X 線材料強度に関するシンポジウム、2013 年 7 月(東京)
- ⑥柴野純一、梶原堅太郎、塚本拓也、河合紘和、三浦節男、張朔源、菖蒲敬久、小林道明、放射光白色 X 線によるアルミニウム単結晶の延性損傷評価、日本材料学会第 62 期学術講演会、2013 年 5 月(東京)
- ⑦J. Shibano, M. Kiso, K. Kajiwara, T. Shobu, S. Miura and M. Kobayashi, Study on ductile damage progress of aluminum single crystal using synchrotron white X-ray, 9th International conference on residual stress,

2012年10月 (Germany)

- ⑧柴野純一、木曾 稔、梶原堅太郎、菖蒲敬久、三浦節男、小林道明、放射光白色 X 線によるアルミ単結晶延性損傷進展挙動の検証、日本材料学会第 46 回 X 線材料強度に関するシンポジウム、2012年7月(京都)

6. 研究組織

(1) 研究代表者

柴野 純一 (SHIBANO JUN-ICHI)

北見工業大学・工学部・教授

研究者番号：60206141

(2) 研究分担者

(3) 連携研究者

梶原 堅太郎 (KAJIWARA KENTARO)

高輝度光科学研究センター・副主幹研究員

研究者番号：40443551