

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†

柴 野 純 一* 木 曾 稔** 梶 原 堅 太 郎***
菖 蒲 敬 久**** 三 浦 節 男* 小 林 道 明*

Study on Evaluation of Ductile Damage of Aluminum Single Crystal Using Synchrotron White X-Ray

by

Jun-ichi SHIBANO*, Minoru KISO**, Kentaro KAJIWARA***, Takahisa SHOBU****,
Setsuo MIURA* and Michiaki KOBAYASHI*

The ductile damage progress of the FCC single crystal was verified by the profile analysis using the white X-ray obtained in BL28B2 beam-line of SPring-8. In this study, an aluminum single crystal of the purity 6N was used as a specimen prepared in the I-type geometry for tensile test. The notch was introduced into one side of the center of a parallel part of the specimen by wire electric discharge machining. White X-ray, which has 200 microns in height and 100 microns in width, was incident into the specimen on the Bragg angle θ of 3 degrees in the horizontal plane using energy dispersive X-ray diffraction technique. The specimen was deformed by elongation along crystal orientation [001], and the diffraction profile of the white X-ray which penetrated it was analyzed. In profile analysis, the instrumental function was defined in consideration both of a divergence by a slit and a response function peculiar to an energy dispersive method. The Gauss component of integral breadth related to non-uniform strain and the Cauchy component of integral breadth related to crystallite size were determined by removing the broadening by the instrumental function from the diffraction profile of white X-ray. As a result, in 1.1% of applied strain, increase of the lattice strain was observed in the direction of about 45 degrees of slant from the notch bottom. However, the Gauss component and the Cauchy component of the integral breadth did not indicate the distinct tendency. In 2.2% of applied strain, the lattice strain reduced in the direction of about 45 degrees of slant from the notch bottom. Non-uniform strain and dislocation density decreased similarly. On the other hand, the development of crystallite was estimated in the area due to the increasing of the Cauchy component. The characteristic of the ductile damage progress near the notch of the aluminum single crystal which has crystal orientation [001] along the tensile direction was confirmed by this method.

Key words: Profile analysis, Instrumental function, Ductile damage, Non-uniform strain, Single crystal, White X-ray

1 緒 言

老朽化の進む機械構造物の破壊事故防止に向けた余寿命の予知や材料の損傷状態把握を目的とした材料非破壊評価法の確立が望まれている。著者らの一人は塑性変形による材料損傷の力学的挙動に関して理論モデルを提案した¹⁾さらに、Hill や Rice が提唱する加速度波理論²⁾や衝撃波理論³⁾などの音速分布を基準として提案している延性損傷クライティリオン⁴⁾を組み込んだ有限要素多結晶モデル⁵⁾(Finite Element Poly-crystal Model: FEPM)を用いたシミュレーションによって、FCC 結晶における延性損傷進展は結晶方位に依存することを明らかにしている^{6), 7)}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。塑性変形などの金属材料損傷と X 線回折法により得られる回折 X 線プロファイルの形状には関連があることが知られており、古くから多くの研究が行われている。^{8)~14)}

それらは、主に特性 X 線、放射光単色 X 線や中性子を用いている。塑性変形を生じた材料の単独の回折 X 線プロファイルから不均一ひずみや結晶子サイズの情報を取り出すためには回折 X 線プロファイルに含まれる測定系固有の情報(装置関数)を差し引かなければならない。それは、通常、結晶粒径が 10 ~ 20 数ミクロン程度の比較的大きめの粉末試料を測定し求められている。この方法は多結晶材料の測定では有効と思われるが、単結晶の場合、装置関数の決定には用いることはできない。なぜならば、粉末試料の場合、回折方向がランダムなため受光側の光学系に基づく発散角の影響が出てしまうためである。全く不均一ひずみや転位の存在しない単結晶を測定することができれば装置関数を求めることはできるが、そのような完全な試料を得ることは難しい。

著者らはこれまでに、大型放射光施設 SPring-8 において得られる高エネルギー白色 X 線を用いたエネルギー分

† 原稿受理 平成 24 年 11 月 12 日 Received Nov. 12, 2012 ©2013 The Society of Materials Science, Japan

* 正 会 員 北見工業大学工学部 〒090-8507 北見市公園町, Dept. of Mech. Eng., Kitami Inst. of Tech., Kouen-cho, Kitami, 090-8507

** 函館どつく(株) 〒040-8605 函館市弁天町, Hakodate Dock Co., Ltd., Benten-cho, Hakodate, 040-8605

*** 高輝度光科学研究センター 〒679-5148 兵庫県佐用郡佐用町光都, JASRI, Sayo-gun, Hyogo, 679-5148

**** 正 会 員 日本原子力研究開発機構 〒679-5148 兵庫県佐用郡佐用町光都, JAEA, Sayo-gun, Hyogo, 679-5148

散法により, 材料の内部ひずみを測定する手法の開発を行っている.¹⁵⁾白色 X 線を利用した測定では, 検出器に半導体検出器 (SSD), 波高分析器 (MCA) を用いる. SSD は X 線のエネルギーを検出するもので, その較正には予めエネルギー値の明らかな放射性同位元素あるいは蛍光 X 線を測定して決定している. 放射性同位元素のエネルギースペクトルは単一であるが, 測定されるエネルギースペクトルはガウス関数型となる. このような広がりには SSD, MCA や電子回路などによる分解能に関係し, 応答関数と呼ばれている. 逆にさまざまなエネルギー値を有する単一スペクトルを測定することによって, 測定系固有の応答関数をエネルギーの関数として求めることができる. さらに, 単結晶の回折 X 線の測定では, 放射光そのものの発散, 入射・受光側におけるスリットの発散角や試料のセッティング誤差が回折 X 線プロファイルの広がりにも影響する. これも測定系固有のものであり考慮しなければならない. これらを算出し, 先の応答関数にフォルディングすることで測定系固有の装置関数を定められる可能性がある. このことは, 単結晶の回折 X 線プロファイル解析において, 白色 X 線によるエネルギー分散法では装置関数を求めるために標準試料の測定を行わなくてもよいことを示している.

本研究では, まず, エネルギー分散法特有の応答関数と発散角による広がりを考慮した装置関数を導出し, 回折 X 線プロファイルから不均一ひずみや結晶子サイズに由来する積分幅ガウス成分とコーシー成分を求める方法を示す. 実際に大型放射光施設 SPring-8 の共用ビームライン BL28B2 において, アルミニウム単結晶を塑性域まで引張変形させ, 結晶内部から得られた透過回折 X 線プロファイルから不均一ひずみや転位密度分布を評価し, 本法の有効性を検討する.

2 理 論

2・1 検出装置系による回折プロファイルの広がり

白色 X 線の回折線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¹⁶⁾によって表され, 式 (1) に示すガウス関数となる.

$$R(E_n, E_n^p) = \frac{1}{\sqrt{2\pi}\hat{s}(E_n^p)} \exp\left[-\frac{(E_n - E_n^p)^2}{2\hat{s}(E_n^p)^2}\right] \quad (1)$$

この式は, エネルギー E_n^p の X 線が E_n のエネルギーを有するものとして測定される確率を示す. また, 式 (1) の $\hat{s}(E_n^p)$ はガウス分布の標準偏差であり式 (2) で求められる.

$$\hat{s}(E_n^p) = \frac{\Delta E_{FWHM}(E_n^p)}{2\sqrt{2\ln 2}} \quad (2)$$

ここで, ΔE_{FWHM} は単一エネルギー E_n^p を測定したときに得られるプロファイルの半価幅 FWHM であり式 (3) で表される.¹⁷⁾

$$\Delta E_{FWHM}(E_n^p) = \left[\Delta E_{amp}^2 + \left\{ 2.355(F_f \beta E_n^p)^{1/2} \right\}^2 \right]^{1/2} \quad (3)$$

ここで, ΔE_{amp} はプリアンプを含めた電子回路における分解能低下量, F_f は Fano ファクター (約 0.1), β は SSD に用いられている半導体の電子・正孔対生成エネルギーであり, ゲルマニウム Ge の場合 2.8eV である.

ΔE_{FWHM} は次式によって積分幅に変換できる.

$$WG_{SSD}(E_n^p) = \frac{1}{2} \sqrt{\frac{\pi}{\ln 2}} \Delta E_{FWHM}(E_n^p) \quad (4)$$

2・2 発散角による回折プロファイルの広がり

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, 単結晶は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も入射側の発散角とほぼ同等になると考えられる. ここで, 幅 amm の光源から L mm の位置に制限幅が bmm のスリットを設置したとすると, スリット通過直後の放射光の水平方向の発散角は次式で計算できる.

$$\Delta\theta = 2 \tan^{-1} \left(\frac{a+b}{2L} \right) [\text{deg}] \quad (5)$$

式 (5) をエネルギー分散法における Bragg の関係式 (6) に代入することで, 発散による装置関数の積分幅ガウス成分として式 (7) を算出できる.

$$\frac{\Delta E_D}{E_n^p} = \cot \theta_B \cdot \Delta\theta \quad (6)$$

$$WG_D(E_n^p) = \Delta E_D = \cot \theta_B \cdot \Delta\theta \cdot E_n^p \quad (7)$$

2・3 装置関数

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は式 (4) と式 (7) から式 (8) となる.

$$wG_0 = (wG_{SSD}^2 + wG_D^2)^{1/2} \quad (8)$$

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 β_G は式 (9) で得られる.

$$\beta_G = (wG^2 - wG_0^2)^{1/2} \quad (9)$$

回折 X 線プロファイルの積分幅コーシー成分 β_C 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 wC から直接求めることとする.

$$\beta_C = wC \quad (10)$$

2・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、式(11)で示したVoigt関数でプロファイルフィッティングを行った。

$$I = I_0 + A \frac{2\ln 2}{\pi^{3/2}} \frac{wC}{wG^2} \int_{-\infty}^{\infty} \frac{e^{-t^2}}{\left(\sqrt{\ln 2} \frac{wC}{wG}\right)^2 + \left(\sqrt{4\ln 2} \frac{E - E_c}{wG} - t\right)^2} dt \quad (11)$$

ここで、 I はピーク強度、 I_0 はバックグラウンド、 A は積分強度、 E_c はピーク位置のX線エネルギー、 wG は回折X線プロファイルの積分幅のガウス成分、 wC はコーシー成分である。

2・5 不均一ひずみと結晶子サイズの算出

結晶の格子面間隔 d が不均一ひずみ $\Delta\varepsilon$ によって変化している場合、エネルギー分散法における回折条件式から式(12)、(13)が成り立つ。

$$2d(1 + \Delta\varepsilon) \sin \theta_B = \frac{hc}{E_B - \beta_G} \quad (12)$$

$$2d(1 - \Delta\varepsilon) \sin \theta_B = \frac{hc}{E_B + \beta_G} \quad (13)$$

ここで、 θ_B はBragg角、 h はプランク定数、 c は光速、 E_B はBragg角 θ_B の時に格子面間隔 d で回折するX線エネルギーである。

式(12)、(13)より不均一ひずみ $\Delta\varepsilon$ を求めると式(14)が得られる。

$$\Delta\varepsilon = \frac{\beta_G}{E_B} \quad (14)$$

結晶子の厚さ D を格子面間隔 d の m 倍とし、回折X線が干渉しあうことで強度がちょうど零になるときのX線エネルギーの上限と下限をそれぞれ $E_B + \beta_C$ と $E_B - \beta_C$ とすると、エネルギー分散法における回折条件式から式(15)、(16)が成り立つ。

$$2D \sin \theta_B = (mn + 1) \frac{hc}{E_B + \beta_C} \quad (15)$$

$$2D \sin \theta_B = (mn - 1) \frac{hc}{E_B - \beta_C} \quad (16)$$

ここで n は回折次数である。式(15)、(16)より結晶子サイズ D を求めると式(17)が得られる。

$$D = \frac{hc}{2\beta_C \sin \theta_B} \quad (17)$$

2・6 転位密度の算出

転位密度は不均一ひずみ $\Delta\varepsilon$ から次式で算出する。⁸⁾

$$\rho = \frac{k\Delta\varepsilon^2}{Fb^2} \quad (18)$$

ここで、 b はバーガースベクトル、 F は転位間の相互作用に関する因子、 k はひずみ分布に依存する定数である。 F は通常1とされ、 k は面心立方格子ですべり方向を[110]とする場合16.1とする。⁸⁾

3 実験方法

3・1 試験片

試験片材料として純度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、ロースピードダイヤモンドカッターで結晶方位[001]が引張方向を向くように切り出し、フライス加工によってFig. 1に示すようなI字型平板引張試験片を作製した。

さらに、ワイヤー放電加工によって平行部中央の片側に幅0.32mm、深さ0.15mmのノッチ加工を施した。デジタルマイクロスコプを用いて観察したノッチ形状をFig. 2に示す。また上記試験片を小型引張試験機に取り付けるために、試験片の両端を厚さ0.35mmの真鍮薄板、厚さ2mmの真鍮板で挟みFig. 1のようにネジで固定した。

3・2 小型引張試験機

放射光白色X線を照射しながら試験片に引張荷重を加えるために用いた小型引張試験機をFig. 3に示す。小型モーターを駆動力源として歯車減速機構を介して図中矢印の[001]方向に引張荷重を負荷する。Z軸方向、X軸方向の正確な位置決めを行うために、専用のジグを作製しXYステージを縦に取り付けている。XYステージは±10mmの移動が可能である。Fig. 3に示す変位計は先端がチャック部に接しており、チャック部の動きにより変位を測定する。最大2mmまでの変位を測定することが可能である。試験片に負荷する荷重はロードセルで測定する。試験機の変位計、荷重計はA/D変換器を介してPCに接続され、測定中にPCの画面で荷重-変位線図を確認できる。ひずみ速度は約 $3.1 \times 10^{-6}/s$ とした。

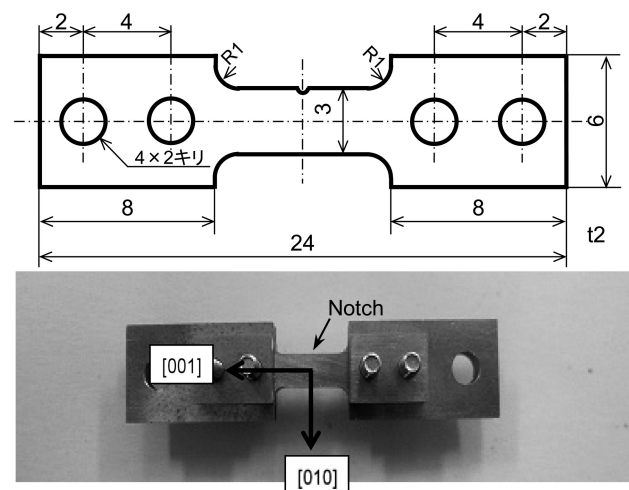


Fig. 1 Specimen configuration for tensile test.

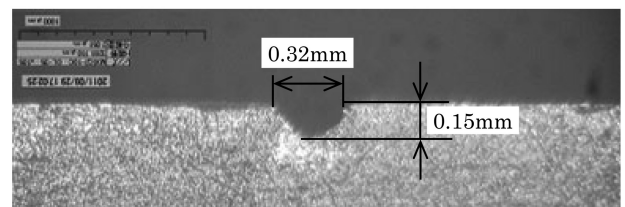


Fig. 2 Notch size of one-side notched specimen.

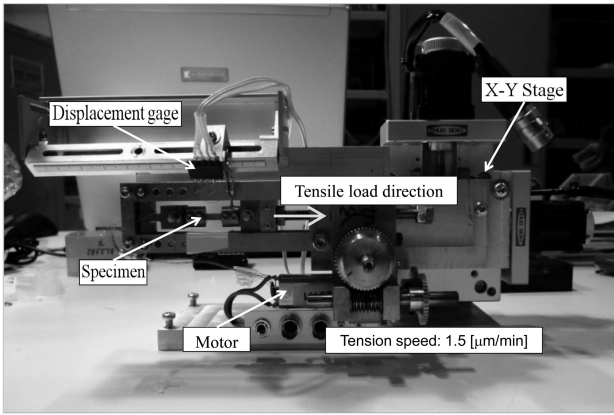


Fig. 3 Compact tension equipment for strain measurement using synchrotron white X-ray.

3・3 測定装置と測定条件

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。検出器には Ge の半導体検出器 (以下 SSD) を用いた。検出された X 線エネルギーはマルチチャンネルアナライザー (以下 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 から得られる 3 つのピークを用いて求め、式 (19) となった。

$$En = 0.05398 \times CH + 0.25663 \quad [\text{KeV}] \quad (19)$$

ここで、 CH は MCA のチャンネルナンバーである。式 (19) より、本測定システムでは 1 チャンネルあたりのエネルギー幅は 53.98eV であり、4096 チャンネルで約 221keV までのエネルギーの弁別が可能である。

測定時の散乱 X 線によるバックグラウンドを低減させるため照射側上流にアブソーバーとして Al 板 8mm を入れ放射光の低エネルギー側を減少させた。SSD は水平面内で回転させ、回折角は 6° 、照射側、検出器側のスリットサイズは共に高さ $200\mu\text{m}$ 、幅 $100\mu\text{m}$ とした。ひずみは透過型白色 X 線法⁷⁾で測定した。この場合のゲージボリュームは Fig. 4 となる。負荷による試験片の方向変化を考慮し、Fig. 4 の Y 軸回りに $\pm 0.25^\circ$ の揺動をかけながら各格子面のひずみを測定した。

BL28B2 ビームラインの第 2 ハッチ内の試料は大きさ $300\mu\text{m}$ の光源から 44m の位置にある。そこで本実験装置の配置や測定条件を基に、式 (5) に $L = 43500\text{mm}$ 、 $a = 0.3\text{mm}$ 、 $b = 0.1\text{mm}$ を代入すると

$$\Delta\theta = 5.269 \times 10^{-4} \quad [\text{deg}] = 9.195 \times 10^{-6} \quad [\text{rad}] \quad (20)$$

となる。

4 実験結果と考察

4・1 引張負荷試験と測定位置

Fig. 5 に試験片の透過回折 X 線プロファイルの一例を示す。Al[001] 結晶方位に関連して Al 002, 004, 006 の各格子面の回折ピークが測定されている。

まず、無負荷の状態です試験片中央付近を 5 点、1 点当たり 90 秒間測定した。得られた Al 002 面のピークエネルギーの平均値 (58.4218 ± 0.0066 [keV]) を無ひずみデータとした。この平均値と標準偏差を基にひずみ誤差を推

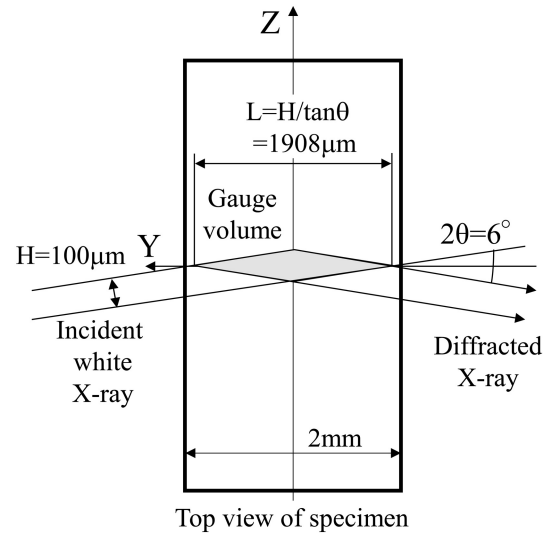


Fig. 4 Schematic diagram of gauge volume using transmission diffracted X-ray.

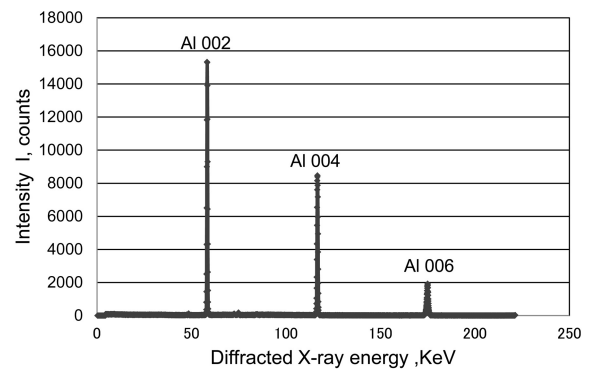


Fig. 5 Diffracted X-ray profile of Al single crystal by using white X-ray.

定すると $\Delta\epsilon \approx 1.13 \times 10^{-4}$ となる。また、無負荷時の回折 X 線プロファイルの積分幅ガウス成分は 0.42584 ± 0.00268 [keV]、コーシー成分は 0.007448 ± 0.001183 [keV] となった。次に弾性域から塑性域にかけて連続的に負荷を与えた。Fig. 6 に荷重—ひずみ線図を示す。図から FCC 単結晶を [001] 方位に引張変形させた場合によく見られる第 II 段階と第 III 段階が確認できる。これは、塑性変形開始直後から等価なすべり面が複数活動する多重すべりが生じていることを示している。ノッチ近傍の測定は、Fig. 6 に示すように負荷ひずみ 1.1%、2.2% で行なった。

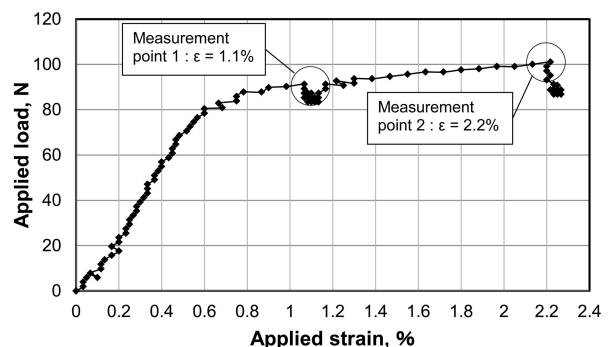


Fig. 6 Load-deformation diagram of one-side notched specimen.

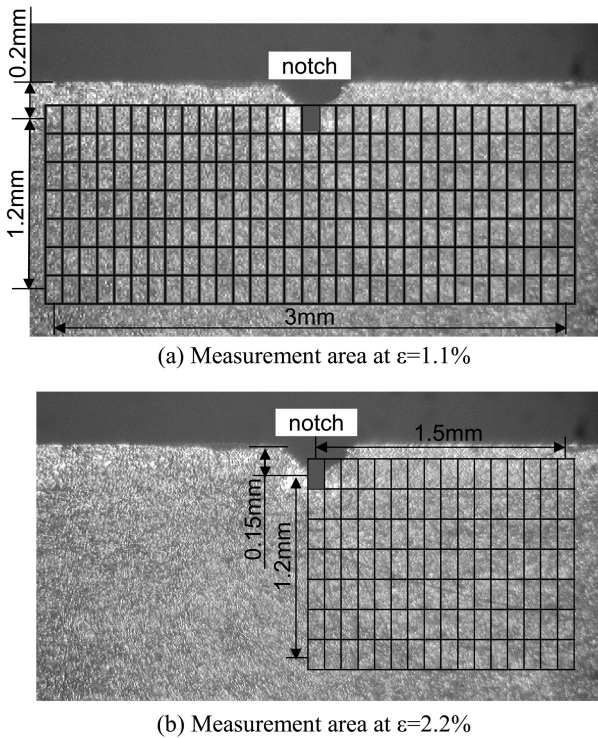


Fig. 7 Measurement area near notch at measurement points 1 and 2.

ひずみ 1.1% を測定点 1, ひずみ 2.2% を測定点 2 とする。CCD カメラでノッチの位置をその都度確認後, 測定範囲をそれぞれ Fig. 7 のように設定した。測定点 1 では横 3mm × 縦 1.2mm の領域を横 0.1mm 間隔で 31 点, 縦 0.2mm 間隔で 7 点の合計 217 点, 測定点 2 では横 1.5mm × 縦 1.2mm の領域を横 0.1mm 間隔で 16 点, 縦 0.2mm 間隔で 7 点の合計 112 点とした。測定中は負荷を停止しチャック間距離を保持しながら, 1 点当たり 100 秒で測定した。

4・2 ノッチ近傍の格子ひずみと積分幅各成分の分布

Fig. 8 に測定点 1 ($\epsilon = 1.1\%$) における Al 002 面の格子ひずみの分布を示す。図からノッチ近傍より斜め約 45° 方向にひずみが増加していることがわかる。

ここで, 式 (9) と (10) を用いて回折プロファイルの積分幅のガウス成分とコーシー成分を算出した結果を, それぞれ Fig. 9, Fig. 10 に示す。Fig. 9 のガウス成分の分布には明確な傾向は見られないが, 無負荷時に比べ大きな

値を示す領域が偏在している。Fig. 9 のノッチ底直下を詳しく見るとガウス成分の小さい領域があり, さらにその前方にやや縦長のガウス成分の大きい領域がある。この実験で用いた単結晶の結晶方位の場合, 面内で $\{111\}$ 面に属する 4 つのすべり面が同時に活動する可能性が高い。この場合, ノッチ底近傍は 2 つのすべり面が交差しやすい領域となる。そのため, 塑性変形の早い段階で多重すべりが始まり, そのことがひずみエネルギーの開放をもたらす不均一ひずみや転位密度に関連する積分幅ガウス成分が低下したと考えられる。また, Fig. 10 から結晶子サイズの変化を反映しているコーシー成分には大きな変化は見られない。一般に結晶子サイズがサブミクロンオーダー以下にならないとコーシー成分の検出精度は高くならないことから, 試験片は単結晶のまま, あるいは亜結晶粒 (サブグレイン) ができたとしても比較的大きな状態で存在していると考えられる。

Fig. 11 に測定点 2 ($\epsilon = 2.2\%$) における Al 002 面の格子ひずみの分布を示す。図からノッチ近傍より斜め約 45° 方向にひずみが周囲に比べ小さい領域が現れた。さらに, Fig. 12 にガウス成分, Fig. 13 にコーシー成分の分布を示す。Fig. 12 からガウス成分もノッチ近傍から斜め約 45° 方向のひずみの減少領域に沿って減少しているのがわかる。一方で Fig. 13 に示すコーシー成分はひずみ減少領域に沿って増大しているのがわかる。この結果は, 損傷の進展方向に亜結晶粒の発生を示唆している。

また, Fig. 9 と Fig. 10, Fig. 12 と Fig. 13 からガウス成分が高い領域でコーシー成分が低い, あるいはその逆の傾向がみられる。単結晶のように結晶のサイズで考えると大きい領域ではコーシー成分は小さくなるが, その領域でひずみエネルギーが増大したとすると不均一ひずみや転位密度に関連する積分幅ガウス成分が増加することが考えられる。さらにひずみエネルギーが増大し, その領域にすべりが生じたとするとそのひずみエネルギーは解放され, それと同時にすべり面の活動による亜結晶の生成が推測される。この時, ガウス成分が小さくなりコーシー成分が大きくなることが考えられる。亜結晶が生成した領域でもさらに塑性変形が進むとひずみエネルギーが再び蓄積されその開放が生じる, といった過程が繰り返されていると考えられる。

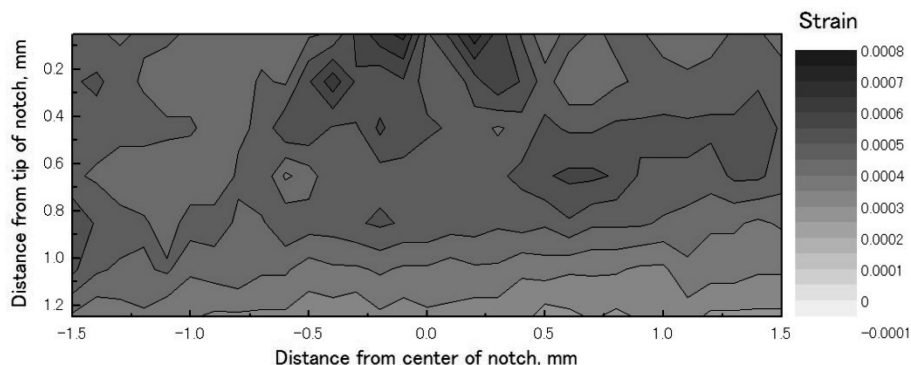


Fig. 8 Distribution of lattice strain of Al 002 near notch at measurement point 1 ($\epsilon = 1.1\%$).

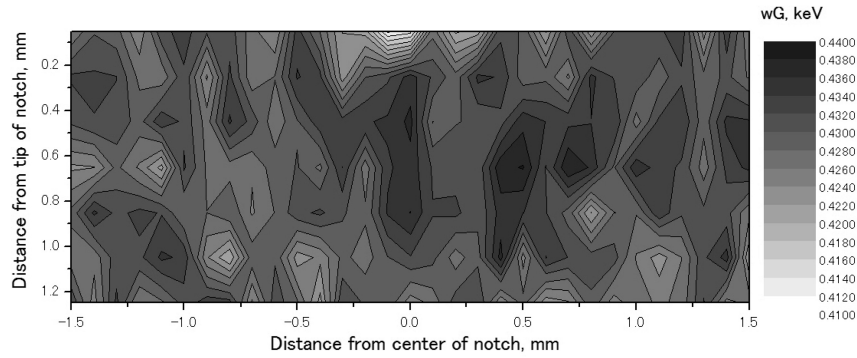


Fig. 9 Gauss component of integral breadth of Al 002 diffraction profile near notch at measurement point1 ($\epsilon = 1.1\%$).

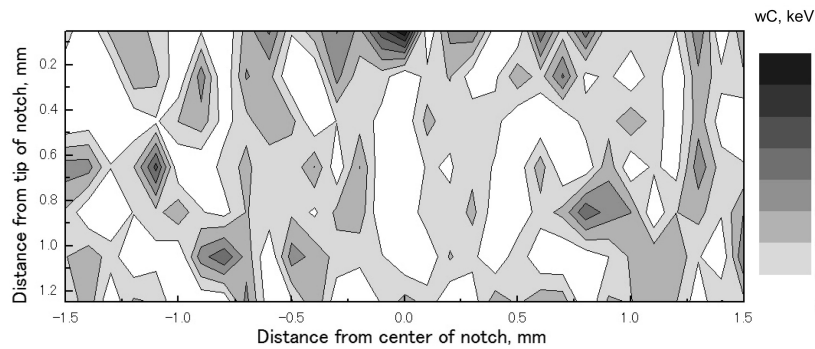


Fig. 10 Cauchy component of integral breadth of Al 002 diffraction profile near notch at measurement point1 ($\epsilon = 1.1\%$).

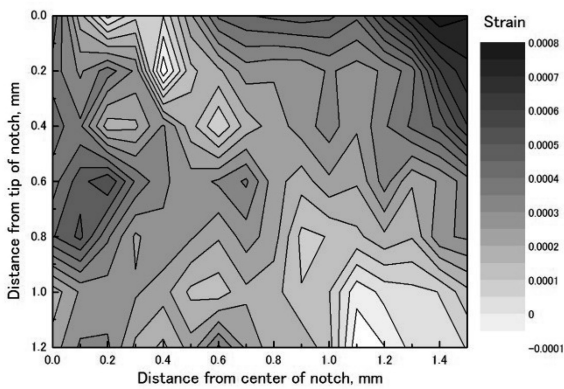


Fig. 11 Distribution of lattice strain of Al 002 diffraction profile near notch at measurement point 2 ($\epsilon = 2.2\%$).

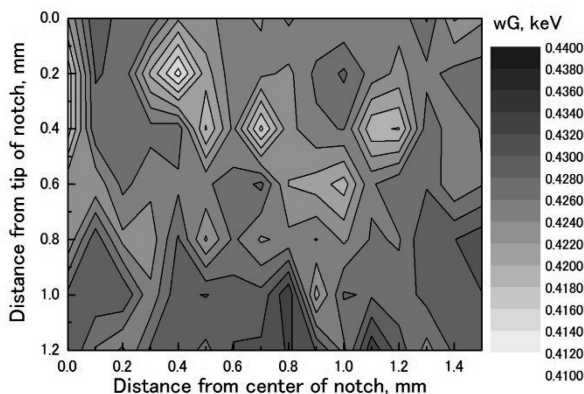


Fig. 12 Distribution of Gauss component of integral breadth of Al 002 diffraction profile near notch at measurement point2 ($\epsilon = 2.2\%$).

4・3 ノッチ近傍の不均一ひずみと転位密度の分布

今回の実験でエネルギー較正式の算出に用いた放射性同位元素 Co-57 の測定プロファイルをガウス曲線でフィッティングし積分幅のガウス成分を算出した。回折 X 線エネルギーとガウス成分の関係を式 (4) で最小 2 乗近似することで、検出器における装置関数の積分幅ガウス成分 wG_{SSD} [keV] は次式となった。

$$wG_{SSD}(E_n^p) = (0.0686222 + 0.0013833 \times E)^{1/2} \quad (21)$$

Fig. 14 に式 (21) のグラフを示す。

式 (14) を用いて求めた測定点 2 における不均一ひずみ分布を Fig. 15 に示す。不均一ひずみも Fig. 12 に示したガウス成分分布と同様にノッチ近傍斜め約 45° 方向に周囲に比べ値の低い領域が存在することがわかる。Fig. 16 に式 (18) を用いて算出した転位密度分布を示す。不均一ひずみ同様、ノッチ近傍斜め約 45° 方向に周囲に比べ値の低い領域が存在する。無負荷時の 5 点の平均転位密度は $6.855E14$ [$1/m^2$] であったので、無負荷時の値に比べても低い領域が存在する。無負荷時においても転位密度が比較的高い理由としては、本実験で使用した試験片は円板状の単結晶からダイヤモンドカッターやフライス加工によって成形しており、その過程で転位密度が増加した可能性が考えられる。なお、熱処理は再結晶による多結晶化を懸念して実施していない。また、装置関数が小さめに評価されている可能性もあるが、Fig. 12 を見ると装置関数のガウス成分とほぼ同じ値を示した領域もあり、その影響ではないと考えられる。したがって、Fig. 16 の転位密度が低い領域は、局所的な延性損傷進展によるひ

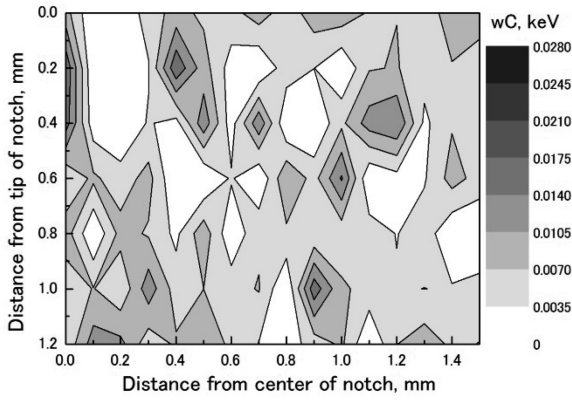


Fig. 13 Distribution of Cauchy component of integral breadth of Al 002 diffraction profile near notch at measurement point2 ($\epsilon = 2.2\%$).

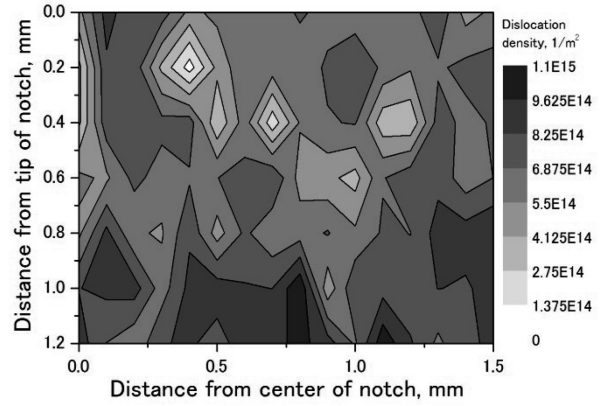


Fig. 16 Distribution of dislocation density of Al 002 diffraction profile near notch at measurement point2 ($\epsilon = 2.2\%$).

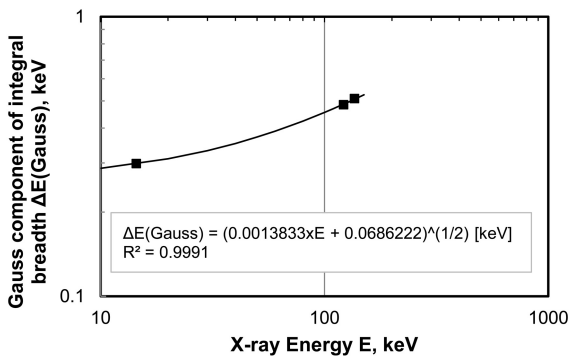


Fig. 14 Gauss component of integral breadth of instrumental function in the measurement system.

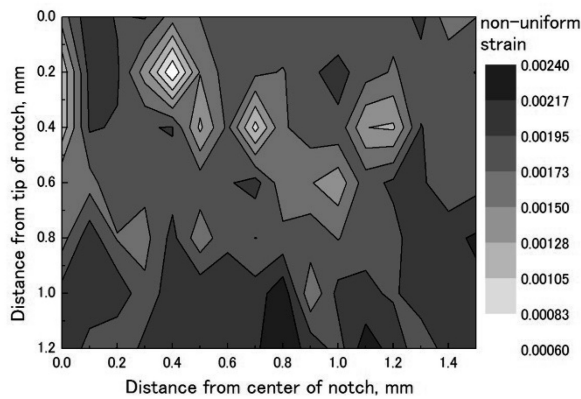
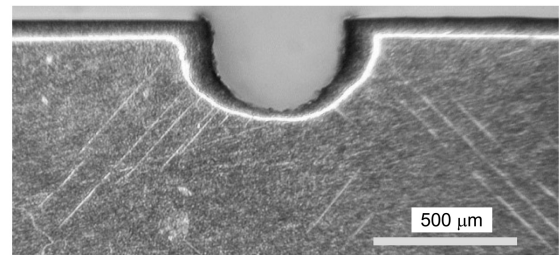
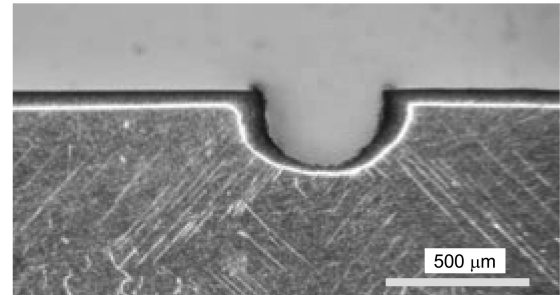


Fig. 15 Distribution of non-uniform strain of Al 002 diffraction profile near notch at measurement point2 ($\epsilon = 2.2\%$).



(a) measurement point1 ($\epsilon=1.1\%$)



(b) measurement point2 ($\epsilon=2.2\%$)

Fig. 17 Distribution of slip band near notch of aluminum single crystal which was deformed by elongation along crystal orientation Al [001].

5 結 言

白色X線を用いたプロファイル解析により、FCC単結晶の延性損傷進展の検証を行った。プロファイル解析では、エネルギー分散法特有の応答関数と発散角による広がり方を考慮した装置関数を導出し、回折X線プロファイルから積分幅ガウス成分とコーシー成分を求める方法を提案した。それを基に積分幅ガウス成分から結晶粒の不均一ひずみ、積分幅コーシー成分から結晶子サイズ、そして転位密度の算出式を導出した。実際に大型放射光施設 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線を用いたアルミニウム単結晶の延性破壊進展挙動の検証を行った。得られた主な結果を以下に示す。

(1) 負荷ひずみが 1.1% の段階でノッチ底から斜め約 45° の方向にひずみの増大がみられた。また、不均一ひ

ずみエネルギーの開放の影響が大きいと考えられる。

Fig. 17 に、試験片は異なるが同じ負荷条件で得られた負荷ひずみ 1.1%、2.2% の時のノッチ近傍表面の光学顕微鏡写真を示す。図から、負荷ひずみ 1.1% で既にノッチ近傍より斜め約 45° 方向にすべり帯が発生しており、2.2% の時にはさらに多くのすべり帯が発生していることがわかる。特に負荷ひずみ 2.2% 時に見られる多くのすべり帯の発生は局所的にひずみエネルギーの解放をもたらすため、それによって格子ひずみ、不均一ひずみや転位密度の低下が生じたと考えられる。

ずみに関連する回折 X 線プロファイル積分幅のガウス成分には明確な傾向は見られなかったが、無負荷時に比べ大きな値を示す領域が偏在した。結晶子サイズに関連するコーシー成分にはあまり変化は見られなかった。

(2) 負荷ひずみが 2.2% の段階ではノッチ底から斜め 45° 方向に格子ひずみが減少した。同様に積分幅のガウス成分も減少し装置関数の値に近い領域も存在した。逆にその領域でコーシー成分の増大がみられた。

(3) [001] 方位が引張負荷方向を向いたアルミニウム単結晶のノッチ近傍の不均一ひずみ分布と転位密度分布から延性損傷の進展方向とその特徴を明らかにした。

なお、本研究は(財)高輝度光科学研究センターの SPring-8 利用研究 2010B1540 ならびに 2011B1189 の援助を受けるとともに、研究の一部は JSPS 科研費 21560074 と 24560083 の助成を受けた。ここに記して謝意を表する。

参 考 文 献

- 1) M. Kobayashi, "Ultrasonic nondestructive evaluation of micro structural changes of solid materials under plastic deformation -part I. Theory", *International Journal of Plasticity*, Vol.14, pp.511-522 (1998).
- 2) R. Hill, "Acceleration waves in solids", *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, Vol.10, pp.1-16 (1962).
- 3) J. R. Rice, "The localization of plastic deformation", *Theoretical and Applied Mechanics* (edited by W. T. Koiter), *Proceedings of the 14th IUTAM Congress*, pp.207-219 (1975).
- 4) M. Kobayashi, "Analysis of deformation localization based on proposed theory of ultrasonic wave velocity propagating in plastically deformed solids", *International Journal of Plasticity*, Vol.26, pp.107-125 (2010).
- 5) K. Takahashi, "Theory of polycrystal plasticity", Corona Publishing Co., Ltd., Tokyo (1999).
- 6) Y. Tsuchiya, S. Miura, J. Shibano, Y. Ozaki and M. Kobayashi, "Crystal orientation dependence of deformation localization and ductile fracture in FCC Bi-crystal materials", *Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers Series A*, Vol.77, No. 780, pp.1199-1212 (2011).
- 7) K. Yamada, S. Miura, J. Shibano, Y. Ozaki and M. Kobayashi, "Crystal orientation dependence on deformation localization and ductile fracture in FCC tri-crystal materials", *Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers Series A*, Vol.78, No.788, pp.468-480 (2012).
- 8) 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", *Philosophical Magazine*, Vol.1, pp.34-46 (1956).
- 9) J. I. Langford, "A rapid method for analyzing the breadths of diffraction and spectral lines using the Voigt function", *Journal of Applied Crystallography*, Vol.11, pp.10-14 (1978).
- 10) T. H. Keijsers, J. I. Langford, E. J. Mittemeijer and A. B. P. Vogels, "Use of the voigt function in a single-line method for the analysis of X-ray diffraction line broadening", *Journal of Applied Crystallography*, Vol.15, pp.308-314 (1982).
- 11) T. H. Keijsers, E. J. Mittemeijer and H. C. F. Rozendaal, "The determination of crystallite-size and lattice-strain parameters in conjunction with the profile-refinement method for the determination of crystal structures", *Journal of Applied Crystallography*, Vol.16, pp.309-316 (1983).
- 12) T. Ungar, S. Ott, P. G. Sanders, A. Borbely and J. R. Weertman, "Dislocations, grain size and planar faults in nanostructured copper determined by high resolution X-ray diffraction and a new procedure of peak profile analysis", *Acta Materialia*, Vol.46, No.10, pp.3693-3699 (1998).
- 13) T. Ungar, "Dislocation densities, arrangements and character from X-ray diffraction experiments", *Materials Science and Engineering*, A309-310, pp.14-22 (2001).
- 14) E. Schafler, M. Zehetbauer and T. Ungar, "Measurement of screw and edge dislocation density by means of X-ray bragg profile analysis", *Materials Science and Engineering*, A319-321, pp.220-223 (2001).
- 15) J. Shibano, K. Kajiwara, K. Kiriya, T. Shobu, K. Suzuki, T. Arai, S. Miura and M. Kobayashi, "Study on computerized tomography and strain mapping near the internal crack tip of steel bar using synchrotron white X-ray", *Advances in X-ray Analysis*, Vol.52, pp.376-382 (2009).
- 16) N. Tsoufanidis, B. W. Whering and M. E. Wyman, "The use of an analytical response function for unfolding beta spectra", *Nuclear Instruments and Methods*, Vol.73, pp.98-102 (1969).
- 17) T. Fukamachi, S. Hosoya and O. Terasaki, "The precision of interplanar distances measured by an energy-dispersive diffractometer", *Journal of Applied Crystallography*, Vol.6, No.117, pp.117-122 (1973).