

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  
純金属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  
Metals by using Energy-Dispersive X-ray Diffraction Microscopy (EXDM)**

宮澤 知孝<sup>a</sup>, 菅沼 亮佑<sup>a</sup>, 梶原 堅太郎<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 線マイクロビームとエネルギー分散型 X 線回折による局所応力測定手法を用い, 純 Cu 多結晶材料の外部応力負荷下での応力分布測定を行った. その結果, 結晶粒ごとに主応力の大きさと向きは異なり, 不均一に分布していることを実験的に明らかにした.

キーワード: EXDM, 白色 X 線マイクロビーム, ラウエ法, エネルギー分散型 X 線回折

**背景と研究目的:**

課題申請者のグループでは, 金属材料内の局所構造情報分析手法として, 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, 結晶格子面間隔の測定から内部応力分布を評価する技術(Energy-Dispersive X-ray Diffraction Microscopy, EXDM)を SPring-8 BL28B2にて開発し, ユーザーに供用している[1-3]. 同技術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の応力測定を実現している. 本手法での実験実例として原子力発電プラントの高温水配管で用いられる SUS316 において, 変形中の材料内局所応力測定を既に実施している[2][3]. これらの研究では冷間加工を受けた SUS316 では応力腐食割れ(Stress Corrosion Cracking, SCC)による亀裂が発生した場合にその亀裂進展が応力の不均一分布によって促進されるという仮説のもとに, EXDMにて局所応力測定を行い, 結晶粒毎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. そして, 得られた結果より応力の不均一分布が SCC による亀裂の進展をどのように促進するのか, また, 応力の不均一分布自体がどのように発生するのかを議論している. しかしながら, 材料組織内での内部応力のマイクロ分布を実測する技術がこれまで未成熟であったため, 応力の不均一分布に対する実験的な検証に基づく基礎的な研究が不足しており, その考察は思うように進んでいない. EXDMによって得られたデータを十分に議論し, 考察するためには基礎的な知見の蓄積が必要であり, EXDMの実用材料への適用における課題となっている. そこで本研究では, 弾性変形域における結晶粒ごとの応力の不均一分布の一因と考えられている弾性定数の異方性に着目し, 材料内での不均一な変形について実験的な検証を試みる.

EXDMにて測定実績のある SUS316 のような面心立方構造を持つ金属は弾性定数に異方性を持つものが多い. このような弾性定数に異方性のある材料の場合, 一軸負荷を印加した際, 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. ひいては多結晶材料の場合, 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, それらが, 応力・ひずみの不均一分布の原因となる. SUS316 多結晶材料においては, EXDMによって結晶粒ごとの応力の不均一な分布を捉えており, その解釈と考察を進めている. しかし, 同材料では冷間加工を加えられていることもあり, 応力の不均一分布の原因を議論するにあたり, 弾性定数の異方性だけでなく複数の要因を考慮しなければならない. そのため, 応力の不均一分布現象をより詳しく理解するためには弾性定数の異方性の影響のみを検討できる基礎データが必要となっている.

そこで本研究では、弾性定数の異方性が応力の不均一分布に与える影響を議論するために純金属多結晶材料の外部負荷下での応力分布を EXDM によって評価し、基礎データを蓄積することを目的として、面心立方構造を持つ金属の中で弾性定数の異方性が高い銅の多結晶試験片を用意し、EXDM によって結晶粒ごとの応力分布を測定した。

**実験：**

供試材には純 Cu(99.99%)多結晶材を用いた。供試材よりドッグボーン型試験片(ゲージ部: 3 mm × 5 mm × 0.5 mm)を切り出し、1273 K にて焼鈍を行うことで結晶粒を粗大化させ、局所応力測定用試験片とした。試験片は専用の小型引張試験機に取り付け、外部応力を負荷しながらの測定を行った。負荷応力は無負荷、10 MPa の 2 水準である。

EXDM 測定には 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 線回折測定との切り替えが可能な装置系を準備した。装置概要図を Fig. 1 に示す。白色 X 線は最小で 10 μm × 10 μm まで絞り、試料を XYZ 3 軸ステージ上に設置した後に XY 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測定及び X 線回折測定を行う。

本実験では試験片の結晶粒界を同定するために結晶粒界イメージを作成した。白色 X 線マイクロビームに対して試料を XY 平面内で走査し、各照射位置の透過ラウエパターンを比較し、変化が大きい箇所を結晶粒界と定義して画像化している。応力解析を行う測定点を結晶粒界イメージより選定した。結晶粒界イメージ作成時に得られた透過ラウエパターンより各ラウエスポットの方位角および仰俯角を見積もり、SSD によって各ラウエスポットのエネルギースペクトルを取得した。これら一連の測定を各測定点で繰り返し、ラウエパターンと各ラウエスポットのエネルギースペクトルのデータ一式を揃えることで、応力解析を行う。

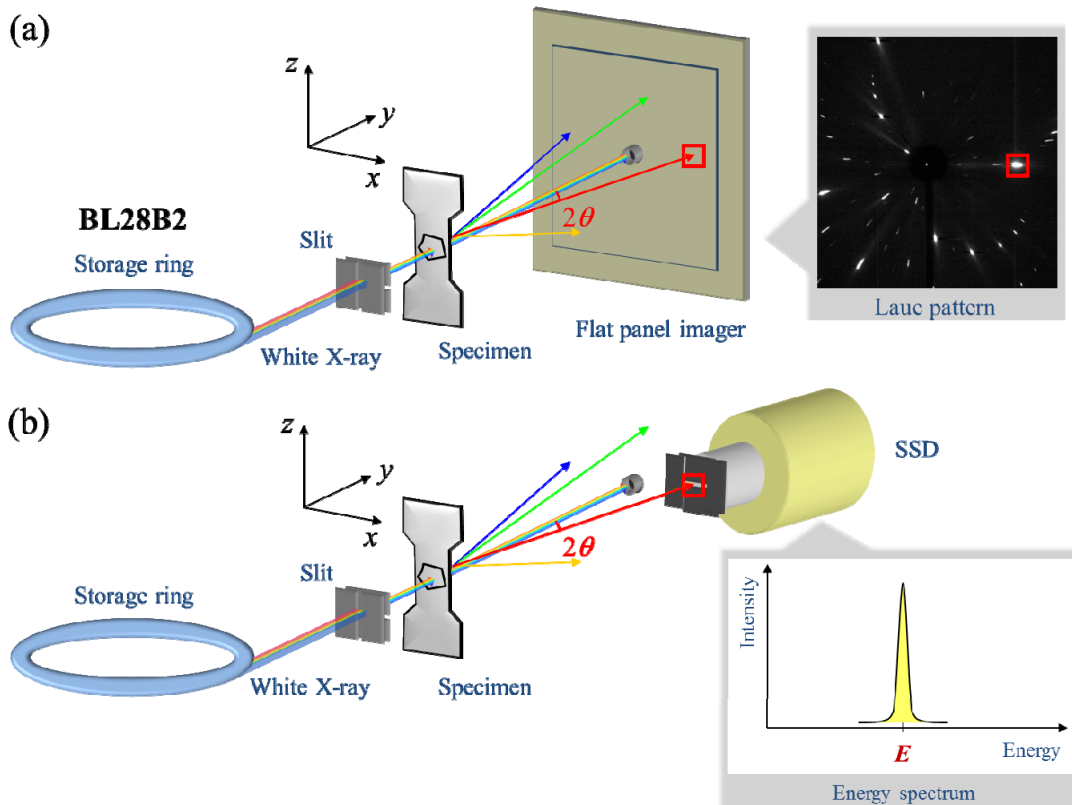


Fig. 1. The schematic view of the instrumental layout for EXDM in BL28B2. (a) is the measurement system of the Laue pattern with flat panel sensor. (b) is the measurement system of the energy spectrum with solid state detector.

### 結果および考察：

Fig. 2(a)に無負荷の状態での結晶粒界イメージを示す。図中の黒い領域が結晶方位の変化が大きい領域、つまり粒界(grain boundary, GB)である。Fig. 2(b)に示す SEM-EBSD による結晶方位マップと粒界イメージを比較するとそれぞれの結晶粒は概ね同じ形状をしていることがわかる。これより透過ラウエパターンより十分に組織の観察ができていていると言える。また、結晶粒が十分に粗大で、試料厚さ方向に結晶粒が抜けていることを示唆しており、応力解析においては、試料厚さ方向の応力は解放されており、平面応力状態であると仮定して解析を行った。粒界イメージより 9 点の測定点を決定し、局所応力を評価した。Fig. 3(a)は無負荷状態、Fig. 3(b)は 10 MPa の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。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. 3(a)では、各測定点での応力はほとんどが圧縮応力であり、これは試験片を引張試験機に取り付けた際に生じた圧縮応力であると考えられる。各測定点ごとにその主応力の向きと大きさはバラついていることがわかる。これに対し、Fig. 3(b)より外部応力負荷に伴い各測定点の主応力のベクトルが引張の状態に変化していることが確認できる。これは SUS316 で観察された応力の不均一分布と似た傾向であり、純 Cu 試験片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ができたと考えている。これらの結果の詳細については現在解析中である。

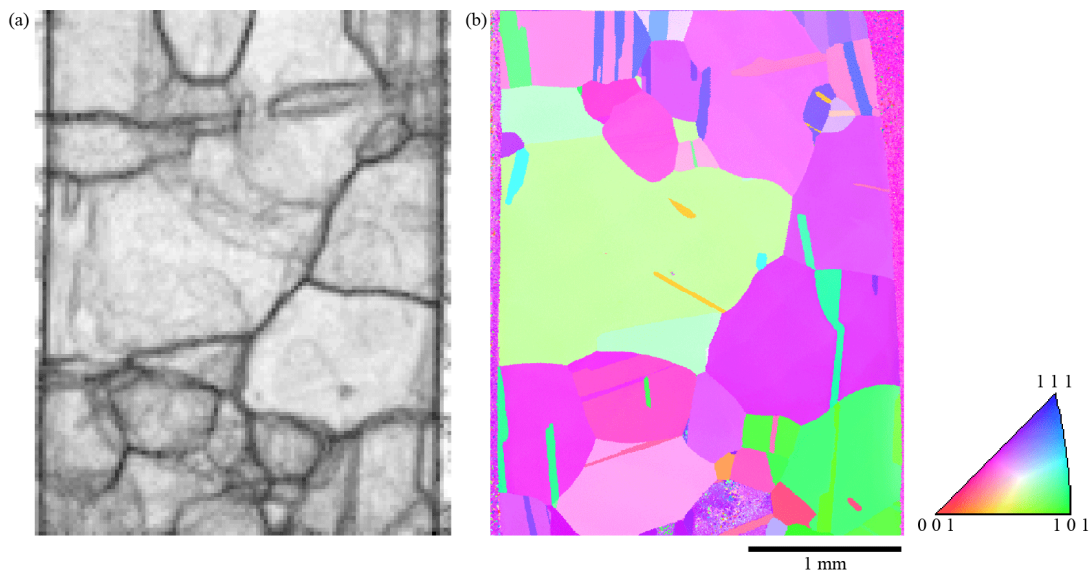


Fig. 2. The grain boundary image (a) and the IPF map (b) of the pure Cu polycrystalline specimen.

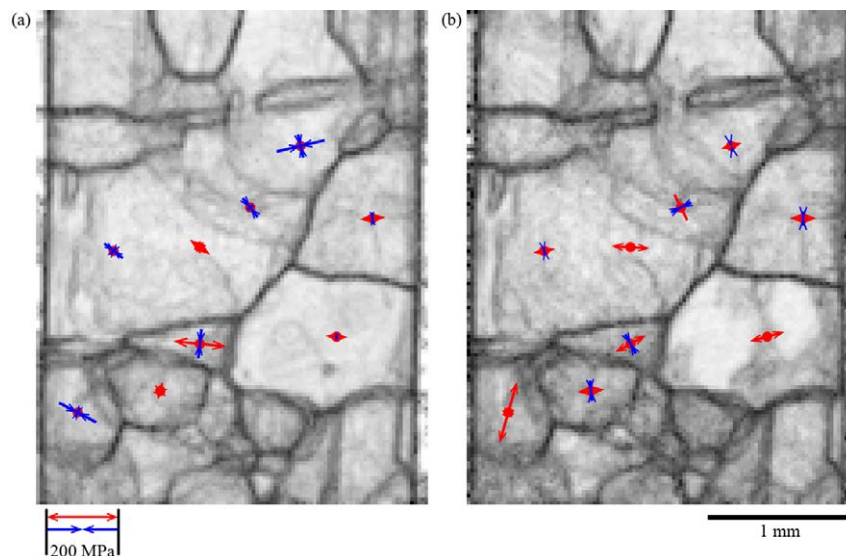


Fig. 3. The grain boundary image of the pure Cu polycrystalline specimen with the vectors of the principle stresses of each grain. (a) 0 MPa, (b) 10 MPa.

**謝辞：**

本研究の一部は，日本銅学会研究助成，および日本鉄鋼協会研究振興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).