

残留応力測定から構築する変形の転位モデル

Dislocation Model of Deformation Constructed from the Measurement of Residual Stress.

城 鮎美

徳島大学大学院 博士後期課程 2年

1. 緒言

転位¹⁾は結晶欠陥の一種である。結晶欠陥には様々な種類が存在し、線欠陥の代表的なものが転位である。転位は不純物原子のように実体のある欠陥ではなく、原子配列の局所的な乱れとして特徴づけられている。結晶の力学的性質を支配する最も重要な欠陥は転位であることから、材料の力学的性質の評価を行う上で転位は欠かせないパラメータのひとつである。

転位密度については、現在透過型電子顕微鏡(TEM)を用いて評価が行われている。しかし、TEMを利用する場合は試料を薄片化する必要があるため、実機材における正確な転位密度の評価は困難とされてきた。

非破壊の転位密度の評価方法として X 線回折プロファイル解析²⁾がある。微細粒³⁾やナノ結晶を測定対象とした研究は行われているが、単結晶内部の転位密度の評価については、既存のプロファイル解析が適応できないなどの問題などにより、現時点においてほとんど例を見ない。

X 線回折プロファイル解析の測定ツールの一例として、実験室 X 線および放射光が挙げられる。転位は上述したとおり原子配列の局所的な乱れであることから、できる限りビーム径を小さくし、局所領域の測定を行った方がよい。実験室 X 線については、照射 X 線の発散角が比較的大きいことや十分な X 線強度が得られないなどの問題により、局所領域の測定は困難である。しかし、放射光は高輝度かつ指向性の良い光であるため、ビーム寸法を極めて小さく整形するこ

とが可能であり、さらに高エネルギーの放射光を用いることで、試料内部の局所領域測定が実現できる⁴⁾。

これまでの研究により、初期方位において成分結晶の主すべり系のすべり方向が 90° ねじり関係にある双結晶の場合、引張変形を与えると主すべり系の活動によってらせん転位が粒界に集積することが明らかになっている⁵⁾。粒界に向かって集積したらせん転位は、長範囲の応力場を発生させ、さらに粒界に集積した転位はマイクロ残留応力を発生する原因となる。

長範囲の応力場は粒界からの距離に応じて応力・ひずみにも影響を与えると考えられる。そのため、本研究では粒界からの距離に応じたひずみを測定し、ひずみと転位との相互関係を明らかにすることで、新たな転位モデルを構築することを目標としている。今回の実験では転位モデル構築の前段階として、アルミニウム双結晶を利用し、粒界からの距離に応じた局所領域のひずみを放射光によって測定した。本報はその結果について報告する。

2. 測定試料

本研究では、初期方位において成分結晶の主すべり系のすべり方向が 90° ねじり関係にある、修正ブリッジマン法で作製された純度 99.99 mass% の純アルミニウムを使用した。主すべりの模式図を図 2.1 に示す。粒界をはさむ成分結晶のうち、左側の結晶を「結晶 A」、右側の結晶を「結晶 B」と定義する。

ねじり関係にある双結晶は、引張変形を与えることで粒界面(YZ 平面)にらせん転位のネットワークを形

成する。1組の平行ならせん転位群による応力場⁶⁾の考え方を利用して、ねじり関係にある双結晶の応力場を求めることが原理的には可能であると考えられるが、現時点では複雑な実験結果と対応できる状況にはなかったため、本報では割愛する。

双結晶からの引張試験用の試験片切出しは、結晶にひずみを与えないように放電加工機を利用した。この際、粒界からの距離の依存性を見るために結晶Bの幅を広くするように切出しを行った。試験片の大きさは図2.2に示すとおりである。試料表面は耐水研磨紙で湿式研磨を行った後、バフ研磨を施した。その後、試料表面の加工層を除去し、試料表面を鏡面仕上げするために電解研磨を行った。

引張試験は室温で行い、インストロン型万能試験機を用いて16%ひずみまで変形させた。また、無ひずみ格子面間隔(d_0)を測定するための試料は $20 \times 12.35 \times 3.5 \text{ mm}^3$ のサイズで切出し、同様の表面処理を行った。

引張変形を与えた後、試料表面に現れるすべり線や変形帯の様子を光学顕微鏡および走査型電子顕微鏡(SEM)によって観察した。観察の結果、図2.3に示すように、試料表面では結晶Aの近傍において交差すべりが起きていることが確認できた。また、同じ結晶Aにおいても粒界から離れると、図2.4に示すように粒界近傍に比べて交差すべりの密度が低くなっていた。さらに、結晶Bにおいては、交差すべりは起こっておらず、単一すべりパターンのみであることが図2.5より確認できた。

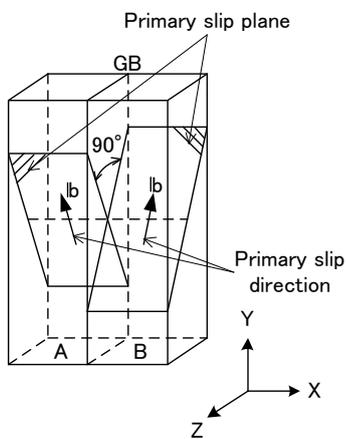


図 2.1 ねじり関係にある双結晶

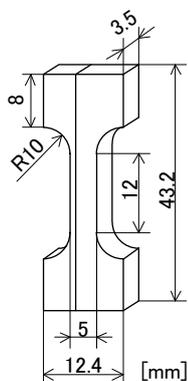


図 2.2 試験片形状および寸法

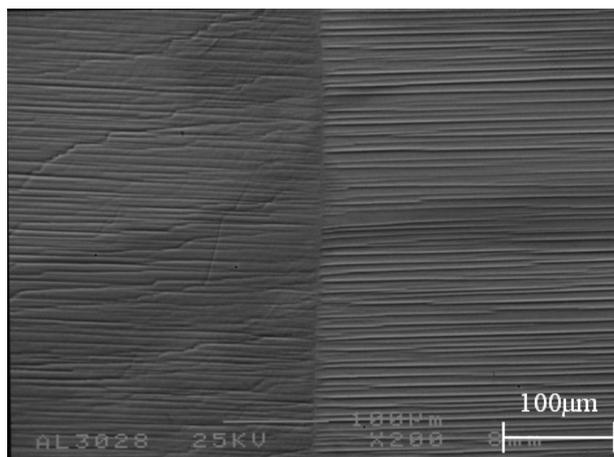


図 2.3 SEM 観察による 16%引張変形を与えた試料の粒界近傍の様相

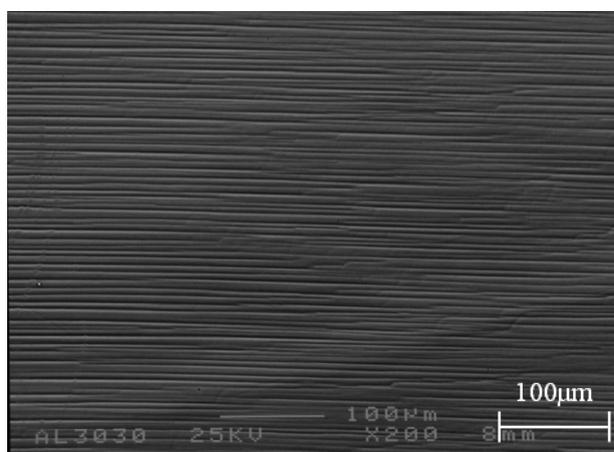


図 2.4 SEM 観察による結晶 A の粒界から離れた位置における交差すべりパターン

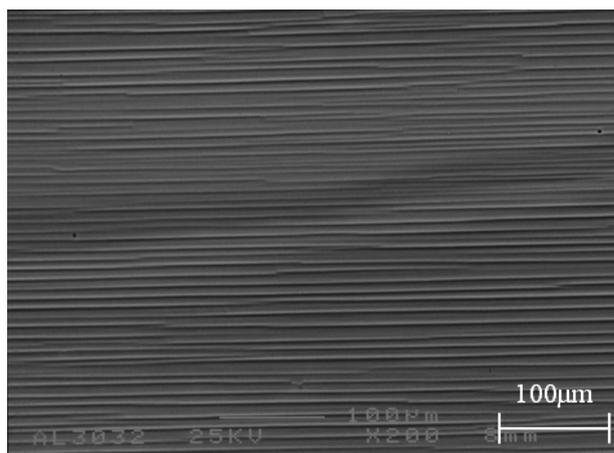


図 2.5 SEM 観察による結晶 B の粒界から離れた位置における単一すべりパターン

3. 実験条件

実験には SPring-8 に設置されている単結晶構造解析ビームライン BL02B1 を使用した。表 3.1 に放射

光応力測定条件を示す。放射光で用いたエネルギーは CeO_2 粉末から得られる複数の回折線より回帰分析した結果、17.989keVであった。試料に入射するビームサイズは縦 0.2 mm、横 0.2 mm とし、受光側は縦 0.2 mm、横 1.0 mm でダブルスリット光学系とした。測定装置は縦振 4 軸回折計を使用し、ゴニオメータ上に試料位置調整用 xyz ステージをセットした。実験における光学系を図 3.1 に示す。測定にはひずみスキャンニング法を使用し、試料内部のひずみ分布測定を行った。

表 3.1 SR による応力測定条件

Beam line	BL02B1
X-ray energy	17.989keV
Incident slit size	ds1: 0.2 × 0.2
Receiving slit size	rs1: 0.2 × 1.0
	rs2: 0.2 × 1.0
Detector	NaI
Specimen	Al twist boundary bicrystal
Thickness	3.5mm
	d_0 : Al 311
Diffraction plane	d : Al 220
	Al 311

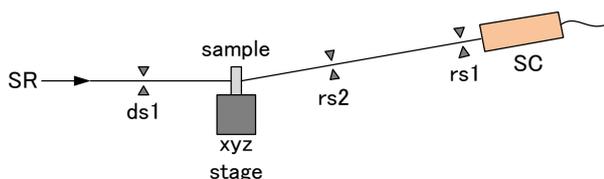


図 3.1 光学系

4. 実験結果および考察

4.1 無ひずみ格子面間隔 d_0

無ひずみ試料の粒界に垂直な方向 (X 方向) のライン上における、各位置での回折プロファイルを図 4.1 に示す。測定位置のステップは 0.3mm である。本来、無ひずみの単結晶であれば、どの位置においても回折角は同じになるはずだが、図 4.1 より位置において形状・強度ともにばらつきがあり、ピークの種類についてもシングルピークおよびダブルピークの 2 種類が存在していることが確認できた。

位置によるピーク値の変化を確認するため、全ての位置において Gauss 関数を利用し、シングルピークのフィッティングを行った。ここでシングルピークのフィッティングを行ったのは、位置による形状や強度のばらつきなどを無視し、平均的な値を用いることで評価を行うためである。回折角および半価幅分布を図 4.2(a)、(b) に示す。図 4.2 では、縦軸が粒界に平行方向 (Y 方向)、横軸は粒界と垂直方向 (X 方向) を示しており、左から右に向かって粒界近傍からエッジ近傍へと変化していく様子を表している。図 4.2(a) より、ピーク値は粒界からの距離などによって規則的に変化しているわけではなく、それぞれの位置でばらつきを持っていることがわかった。また、図 4.2(b) より、半価幅も同様に位置によってばらつきがあり、幅の変化に規則性がないことがわかった。

同様方法で作製したアルミニウム双結晶の無ひずみ試料表面の結晶方位を電子後方散乱回折 (EBSD) によって測定しても、ほぼ同様であるという結果が得られた。しかしながら X 線によって回折プロファイルを測定すると、図 4.1 のように測定位置によってピーク形状が異なり、ピークのシフトが起きていることが確認できた。このような現象が起こる原因として、亜結晶粒の存在が挙げられる。

測定に用いたアルミニウム双結晶は修正ブリッジマン法を利用して結晶を育成しているため、作製段階で既に温度勾配が生じている。そのため、結晶粒界を持たない単結晶粒内であっても、温度勾配の影響を受けて位置によって少しずつ結晶方位に差異が生じると考えられる。しかしながらその差異は $1\sim 2^\circ$ 以内と非常に微小であるため、EBSD を利用しても方位変化を観察することが難しい。方位の近い原子群が集まることで亜結晶粒を形成し、それらが多数集まることで単結晶を形成していると考えられる。そのため、測定位置のステップをさらに細かくすることにより、図 4.2(a) の回折角分布は正確な亜結晶粒界の位置を知る重要な手掛かりになると予想される。

温度勾配は試料の厚み方向 (Z 方向) にも当然影響を与えると考えられるので、試料内部においても亜結晶粒が存在している確率が高い。しかし、亜結晶粒が試料表面から裏面にかけてどのように分布して

いるのかは現段階では不明である。これを確認するためには、Z 方向のライン上で少しずつステップを変えながら測定を行い、ピーク形状がどのように変化していくかを調査する必要がある。

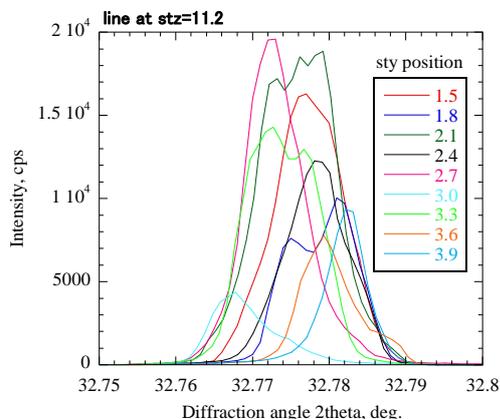
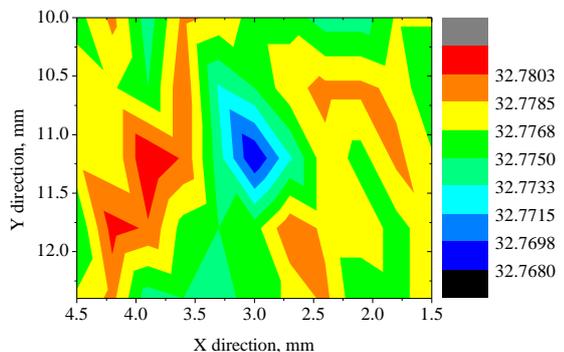
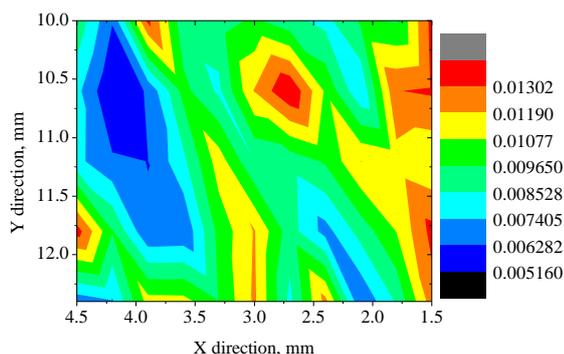


図 4.1 無ひずみ試料の X 方向ライン上における回折プロファイル



(a) Diffraction angle



(b) FWHM

図 4.2 回折角および半価幅分布

4.2 粒界からの距離に依存したひずみの変化

(220)および(311)反射の特定の極に着目し、粒界からの距離を変化させながら回折プロファイルの測定を行った。回折プロファイルを基に算出したひずみおよび半価幅分布を図 4.3 および図 4.4 に示す。なお、

ひずみ算出のために利用した d_0 は、4.1 で述べたとおり各位置でのばらつきが大きく、ダブルピークになっている部分も多数存在することから、Gauss 関数を用いてダブルピーク分離もしくはシングルピークのフィッティングを行い、それぞれ低角側と高角側で平均値を求めた。図 4.5 に Gauss 関数を用いたダブルピーク分離の一例を示す。

(220)および(311)反射の回折プロファイルは、多くの位置でダブルピークになっていた。特に、(311)反射についてはピークが 3 つ混在しているケースも存在し、位置によって形状のばらつきが非常に大きかった。無ひずみ試料の回折プロファイルもダブルピークになっているケースが多数存在したものの、ピークが 3 つに分離しているケースはなかったことから、引張変形を与えることで回折プロファイルのピークが分離していく現象が起こる場合が考えられる。これは塑性変形に伴い、転位がセル壁を形成することに起因すると予想される。

(220)反射のひずみ分布については、粒界から 1mm 離れた位置において引張側へ急激な変化が見られた。それ以外は低角および高角側ともにそれほど大きなひずみの変化は見られなかった。また、半価幅分布については、高角側のピークは粒界から離れるにつれ緩やかに幅が広がっていくのに対し、低角側のピークは 0.5mm 離れた位置から急激に減少していた。

(311)反射のひずみ分布については、粒界上で圧縮ひずみとなっており、距離が離れていくにつれて引張ひずみ側に移行した。粒界と粒界から 1.5mm 離れた位置ではシングルピークであった。半価幅については、低角側は粒界から離れるにつれて減少傾向を示すが、1mm を過ぎた時点から増加していった。高角側についても同様に、粒界から離れるにつれて増加傾向にあった。

ねじり関係にある双結晶の場合、粒界にらせん転位が集積することから、粒界近傍では半価幅が広く、粒界から離れるにつれて半価幅は減少すると考えられる。(220)反射については、低角側はその傾向が見られるが、高角側については逆の傾向が得られた。また、(311)反射についても、予想される傾向とは異なる

った結果が得られた。

(220)および(311)反射を比較してみても、ひずみおよび半価幅の分布に大きな違いがあった。アルミニウムは弾性異方性の小さい材料として知られているが、これらの結果より、単結晶の場合は試料の結晶方位と測定する回折面による変形の違いを考慮する必要があることが分かった。

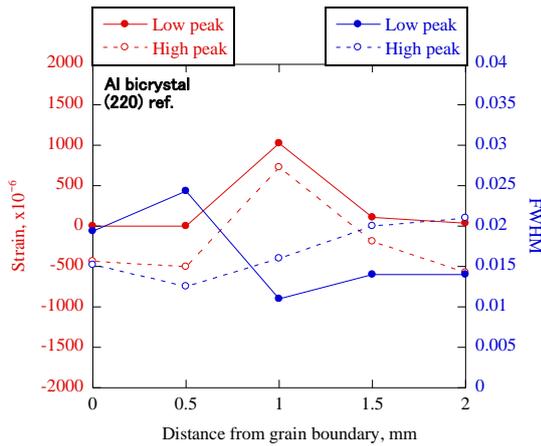


図 4.3 (220)反射のひずみおよび半価幅分布

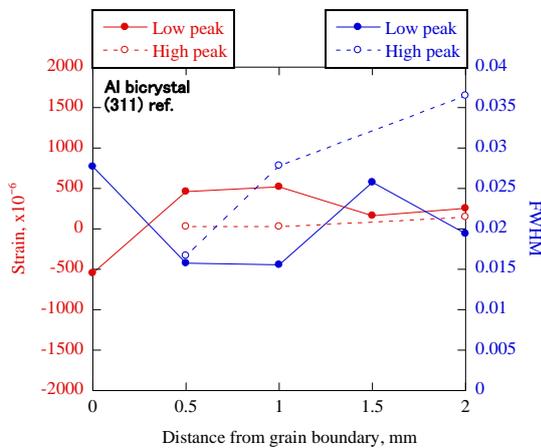


図 4.4 (311)反射のひずみおよび半価幅分布

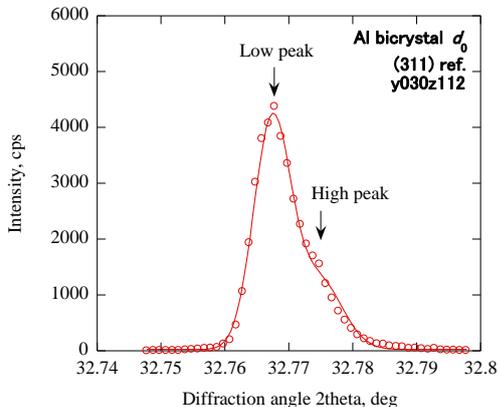


図 4.5 無ひずみ試料のダブルピーク分離の一例

5. 今後に向けた課題

今回の実験ではアルミニウム双結晶を利用し、粒界からの距離に応じた局所領域の応力・ひずみを放射光によって測定を行った。

ひずみスキャンニング法は無ひずみ格子面間隔 d_0 の値が求められるひずみの値に大きく影響を与える。今回の実験では無ひずみ試料と引張負荷を与えた試料が別々であったことや、位置によるピーク形状や回折角にばらつきがあったために d_0 の信頼性が低かった。また、変形を与えた試料のピークプロファイルは、形状がいびつであるためにフィッティングも難しく、これが信頼性を低くする一因にもなっている。今後より精度の高い測定を行うためには、無ひずみ状態から少しずつ負荷を与えて相対的な変化を追うその場測定が必要になってくると考えられる。また、本研究ではひずみから転位モデルを構築することを目標としているが、測定に使用する回折面によってひずみが異なるとモデル構築は困難である。そのため、複数の回折面の測定を行い、回帰分析等を用いて平均的なひずみを算出し、求められたひずみを基にモデル構築を行う必要があると考えられる。

参考文献

- 1) 加藤雅治:入門 転位論, 裳華房, pp.1-2 (1999).
- 2) たとえば, T. Ungar and A. Borbely: The Effect of Dislocation Contrast on X-Ray Line Broadening: A New Approach to Line Profile Analysis, Appl. Phys. Lett., **69**, pp.3173-3175 (1996).
- 3) M. Zehetbauer et al.: Scanning X-Ray Diffraction Peak Profile Analysis in Deformed Cu-Polycrystals by Synchrotron Radiation, Acta mater., **47**, **3**, pp.1053-1061 (1999).
- 4) 田中啓介, 鈴木賢治, 秋庭義明, 菖蒲敬久:放射光による応力とひずみの評価, 養賢堂 (2009).
- 5) F. Inoko, T. Fujita and K. Akizono: Recrystallization of Aluminum Bicrystals with a $\pi/2$ Radian $\{211\}$ Twist Grain Boundary, Scripta Metallurgica, **21**, 1399-1404 (1987).
- 6) 猪子富久治:双結晶の変形と疲労, 軽金属, pp.512-519 (1980).