

放射光白色X線マイクロビームを用いた 結晶粒内のひずみ分布評価技術の開発

(財)高輝度光科学研究センター

○梶原堅太郎、橋本保、佐藤眞直

(株)原子力安全システム研究所

山田卓陽、寺地巧、福村卓也、有岡孝司

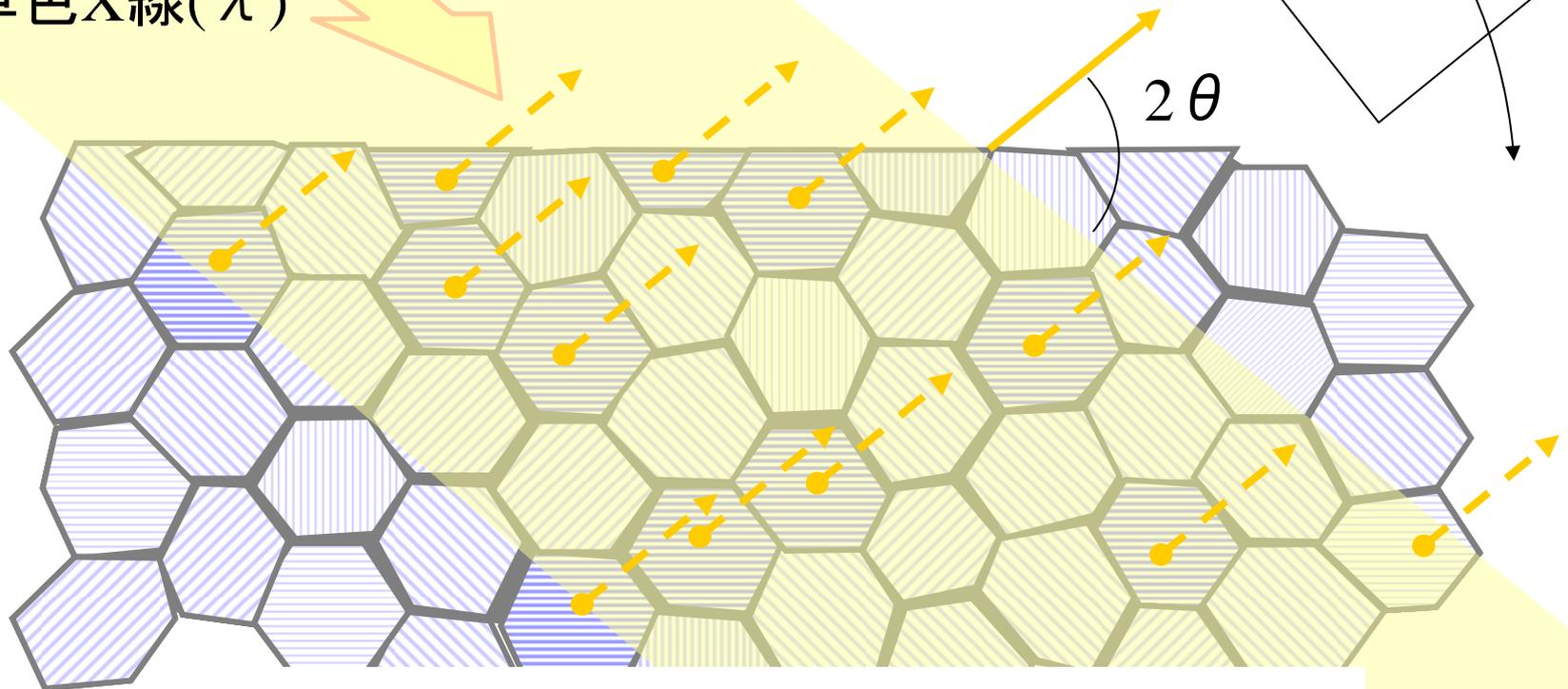
背景

- X線ひずみ測定(回折)

- 非破壊、高感度

$$2d \sin \theta = \lambda$$

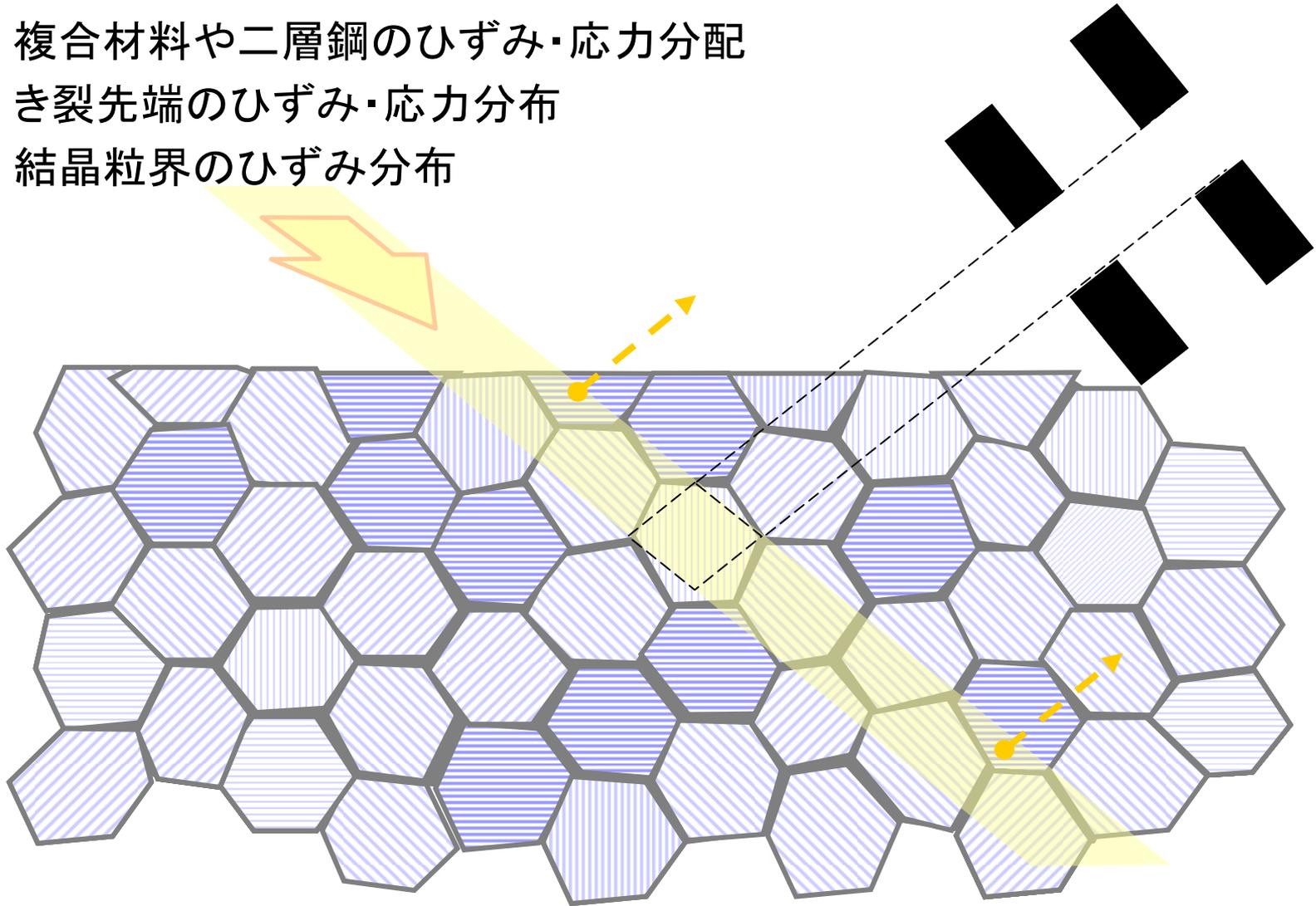
単色X線(λ)



多結晶の平均的なひずみ情報

背景

- 微小領域のひずみ
 - 複合材料や二層鋼のひずみ・応力分配
 - き裂先端のひずみ・応力分布
 - 結晶粒界のひずみ分布

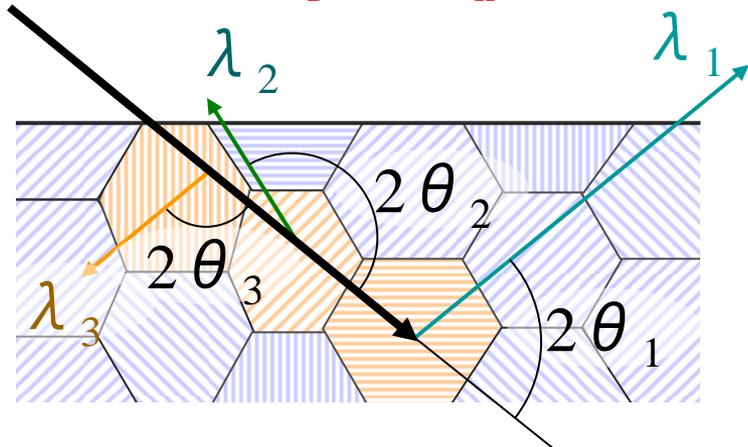


微小領域のひずみ評価技術

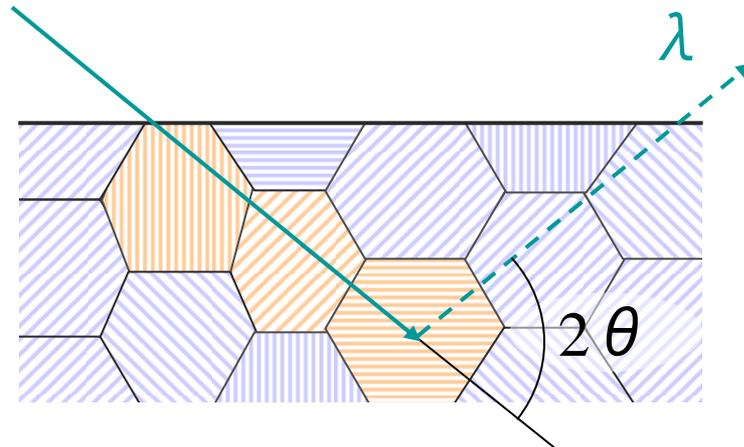
白色X線マイクロビーム

微小領域測定における白色X線の特徴

白色X線($\lambda_1 \cdots \lambda_n$)



単色X線(λ)



必ず回折が起こる

回折条件を探す必要有

- 試料の回転不要
- 位置決め精度
- 時間短縮

既存技術での問題点

既存技術

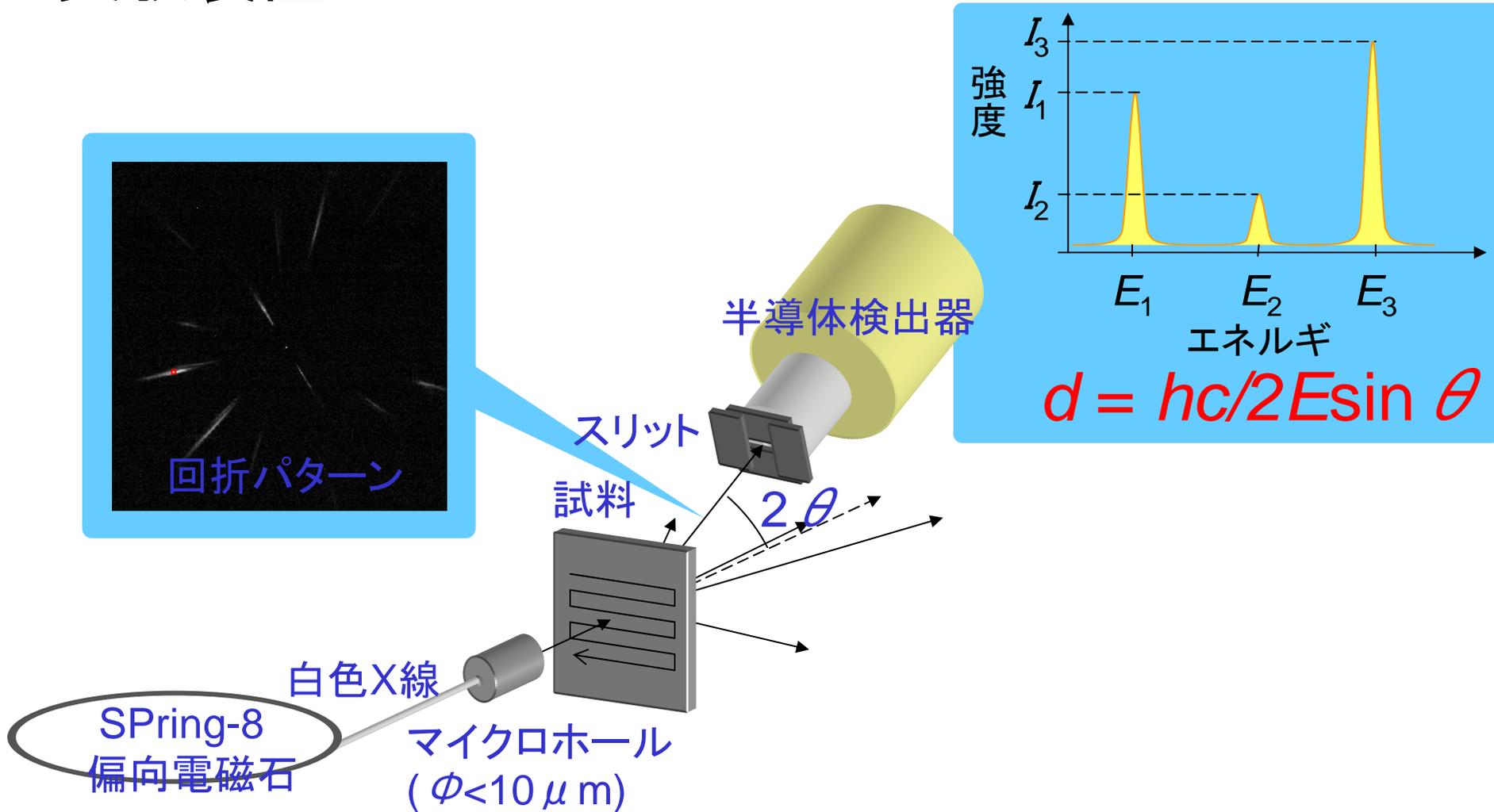
- **EBSD**
 - 表面、格子面の方位分布
- **実験室系X線ひずみ測定**
 - 微小領域に向かない(輝度不足)



- **放射光白色X線ひずみ測定**
 - 試料内部、回折面間隔、位置分解能

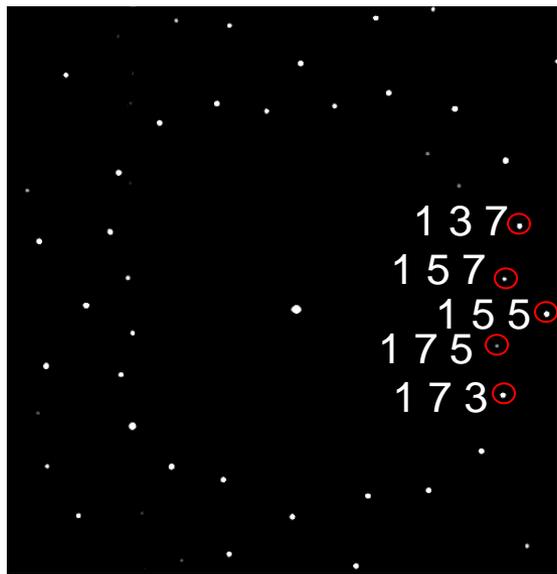
実験

• 実験装置

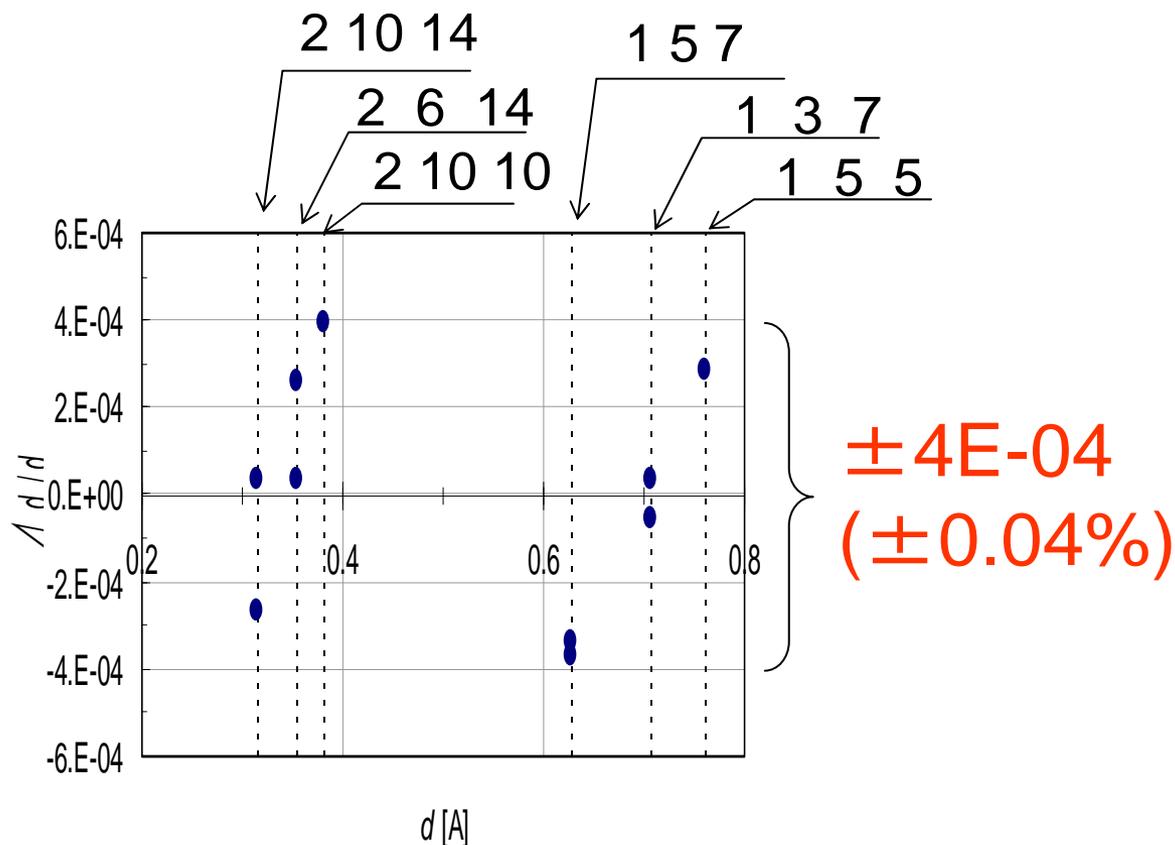


測定精度評価

- 回折面間隔の決定精度評価(シリコンの d を測定)



Si 回折パターン

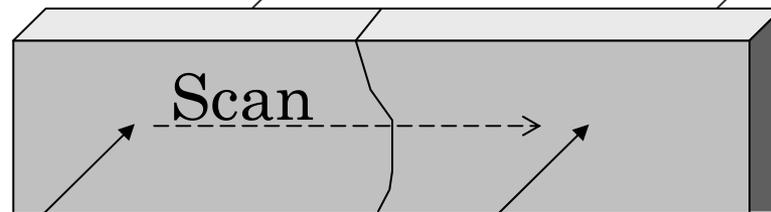
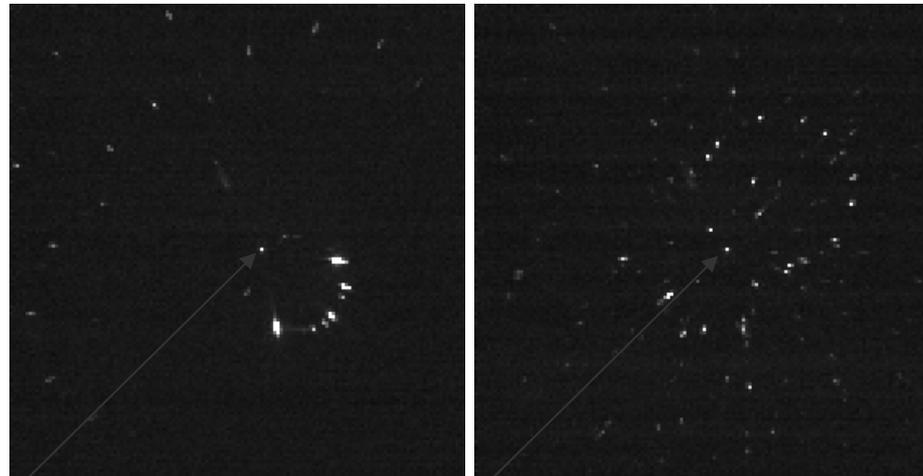


結晶粒界の画像化

概念

White X-ray diffraction

Diffraction patterns

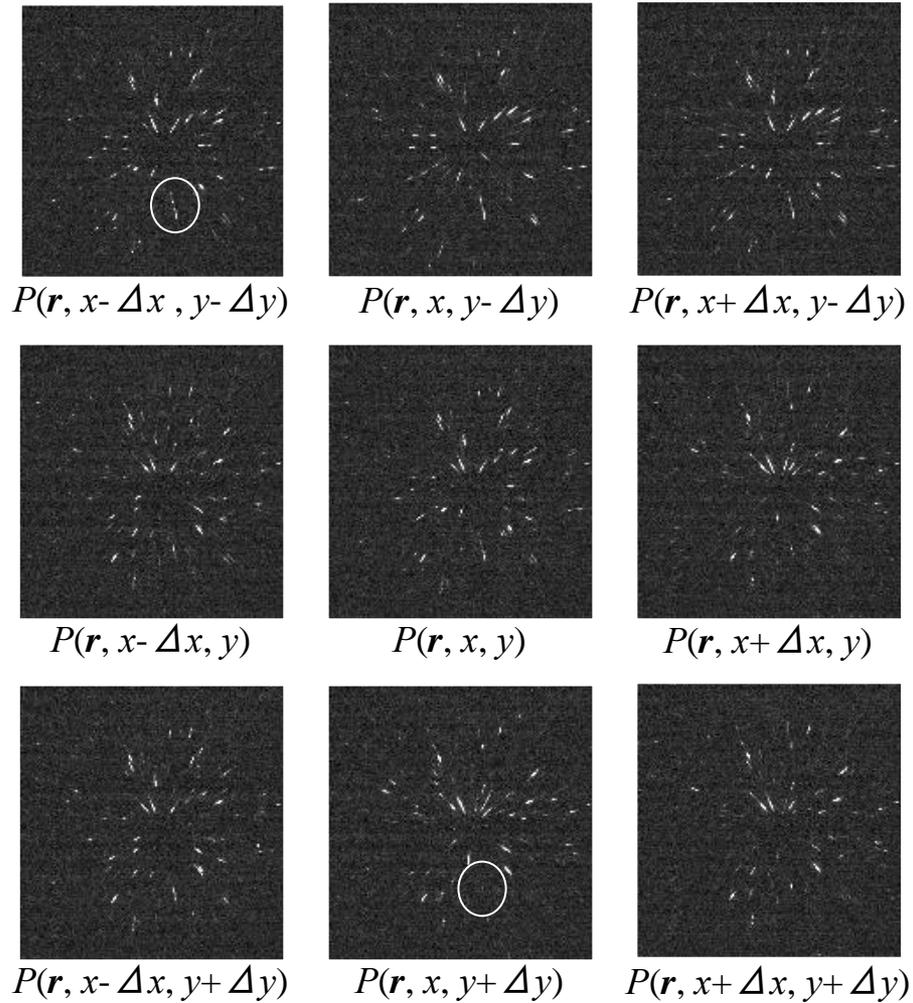


Grain boundary

White X-ray micro-beams

画像処理

Diffraction pattern



画像処理

Process



(b) $P_B(\mathbf{r}, x+1, y+1)$

$$\int P_B(\mathbf{r}, x+1, y+1) d\mathbf{r} = 249$$

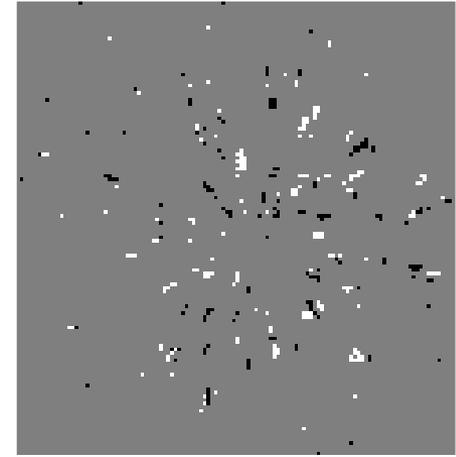


(a) $P_B(\mathbf{r}, x, y)$

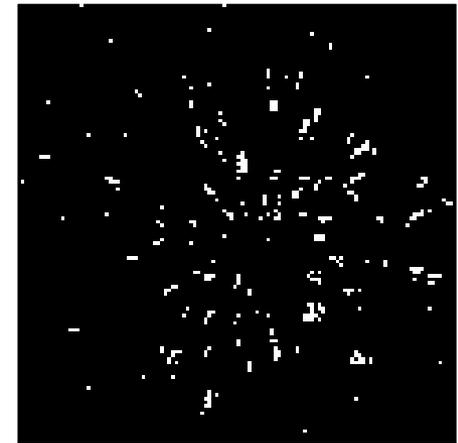
$$\int P_B(\mathbf{r}, x, y) d\mathbf{r} = 274$$

-

=



(c) $P_B(\mathbf{r}, x+1, y+1) - P_B(\mathbf{r}, x, y)$

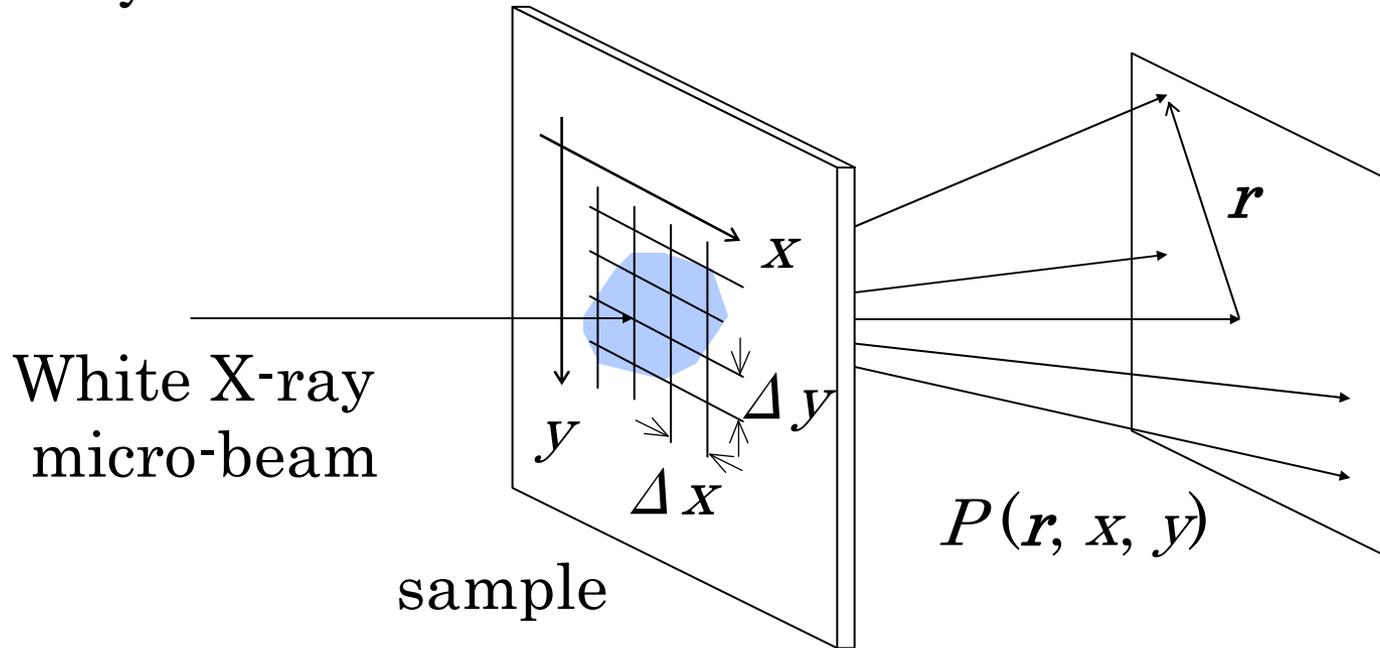


(d) $|P_B(\mathbf{r}, x+1, y+1) - P_B(\mathbf{r}, x, y)|$

$$\int |P_B(\mathbf{r}, x+1, y+1) - P_B(\mathbf{r}, x, y)| d\mathbf{r} = 345$$

画像処理まとめ

White X-ray diffraction



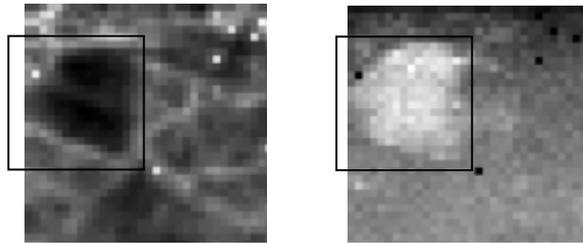
Differentiation $D(x, y)$

$$D(x, y) = \left\langle \frac{\int |P(\mathbf{r}, x + i \times \Delta x, y + j \times \Delta y) - P(\mathbf{r}, x, y)| d\mathbf{r}}{\int P(\mathbf{r}, x + i \times \Delta x, y + j \times \Delta y) d\mathbf{r} + \int P(\mathbf{r}, x, y) d\mathbf{r}} \right\rangle$$

$(i, j = -1, 0, 1)$

結晶粒界の画像

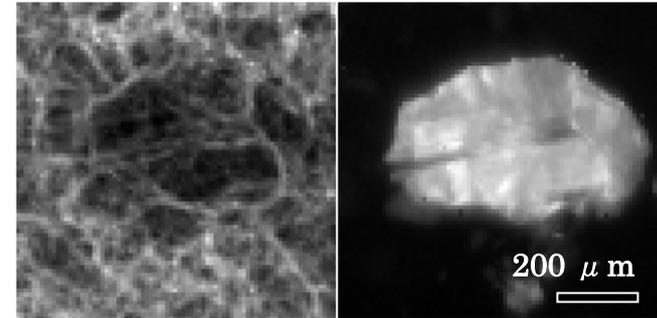
冷間加工度20%



粒界

結晶粒

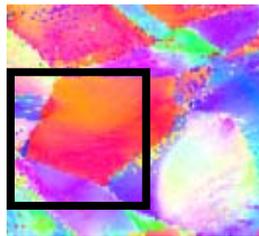
冷間加工なし



(a)

(b)

Figure Images of grain boundaries (a) and grain (b) of the sample.



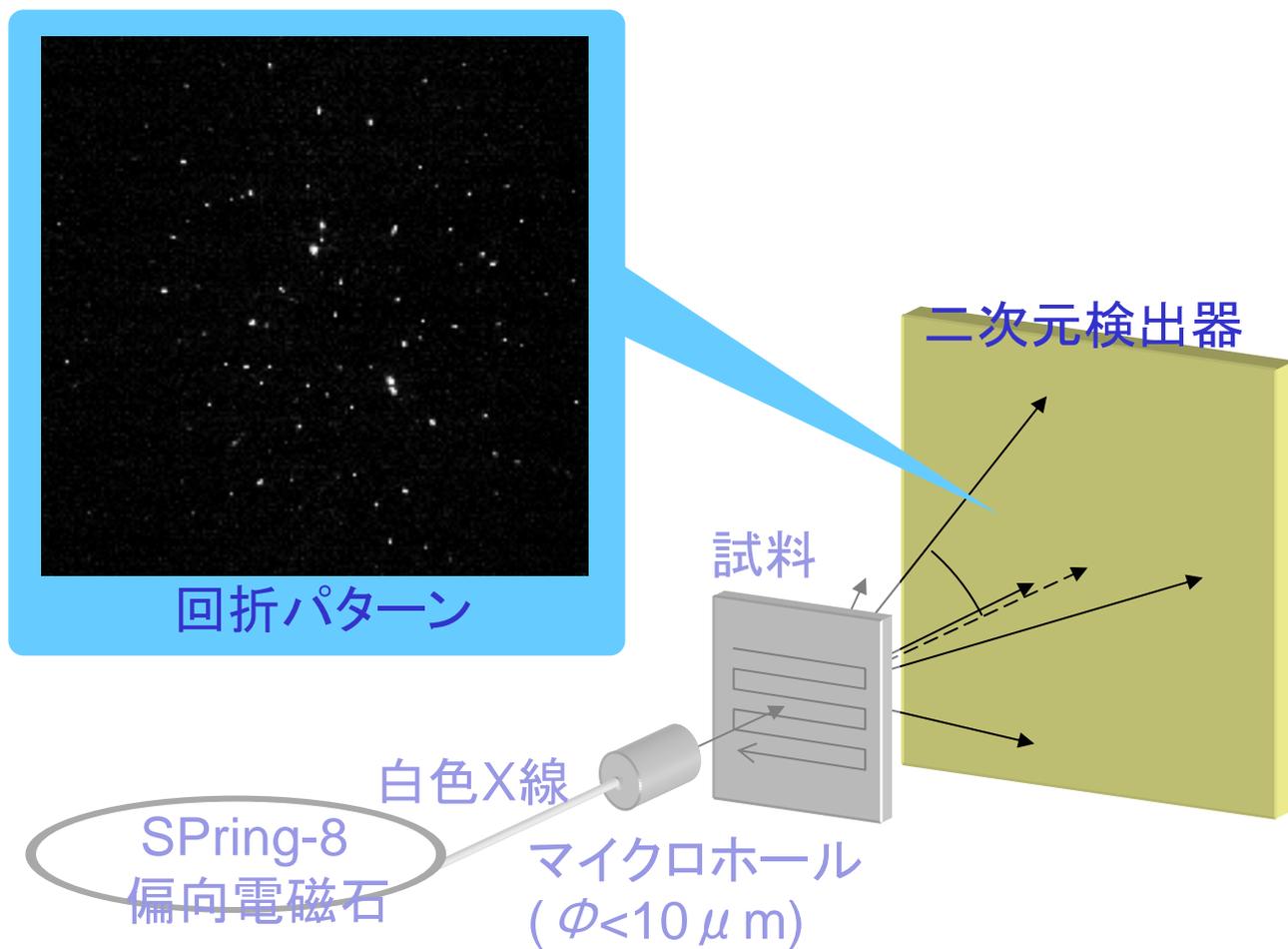
EBS



Figure Images of grains distribution by EBSP.

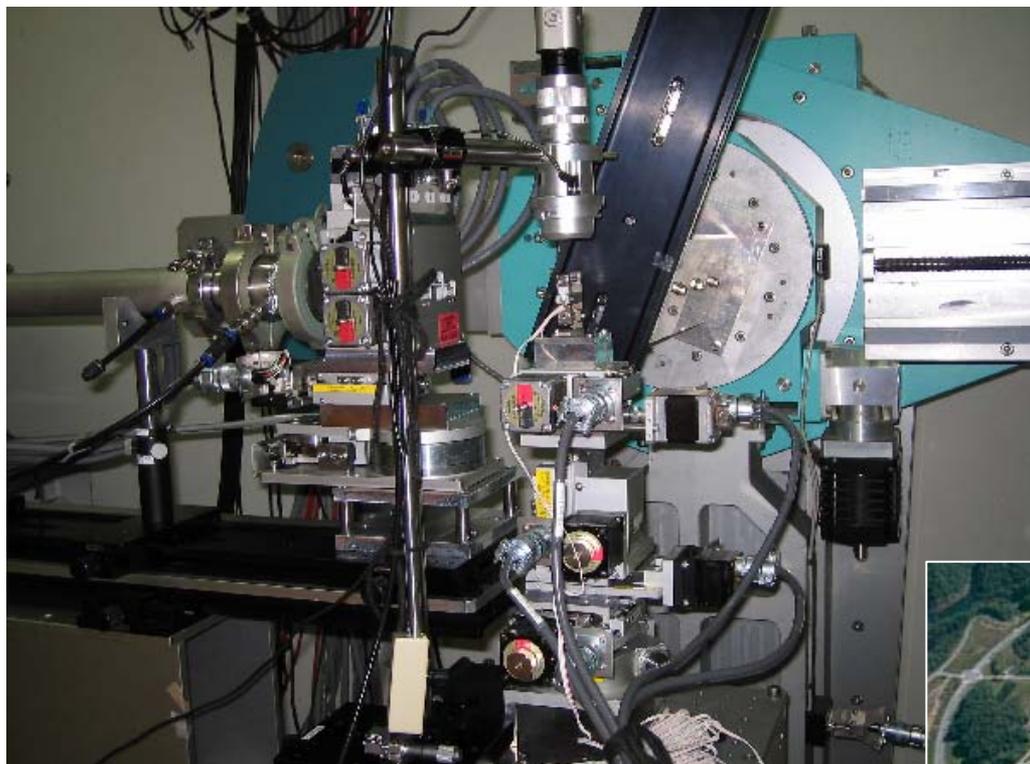
実験装置

- 結晶粒界の画像化



装置写真

BL28B2 SPring-8

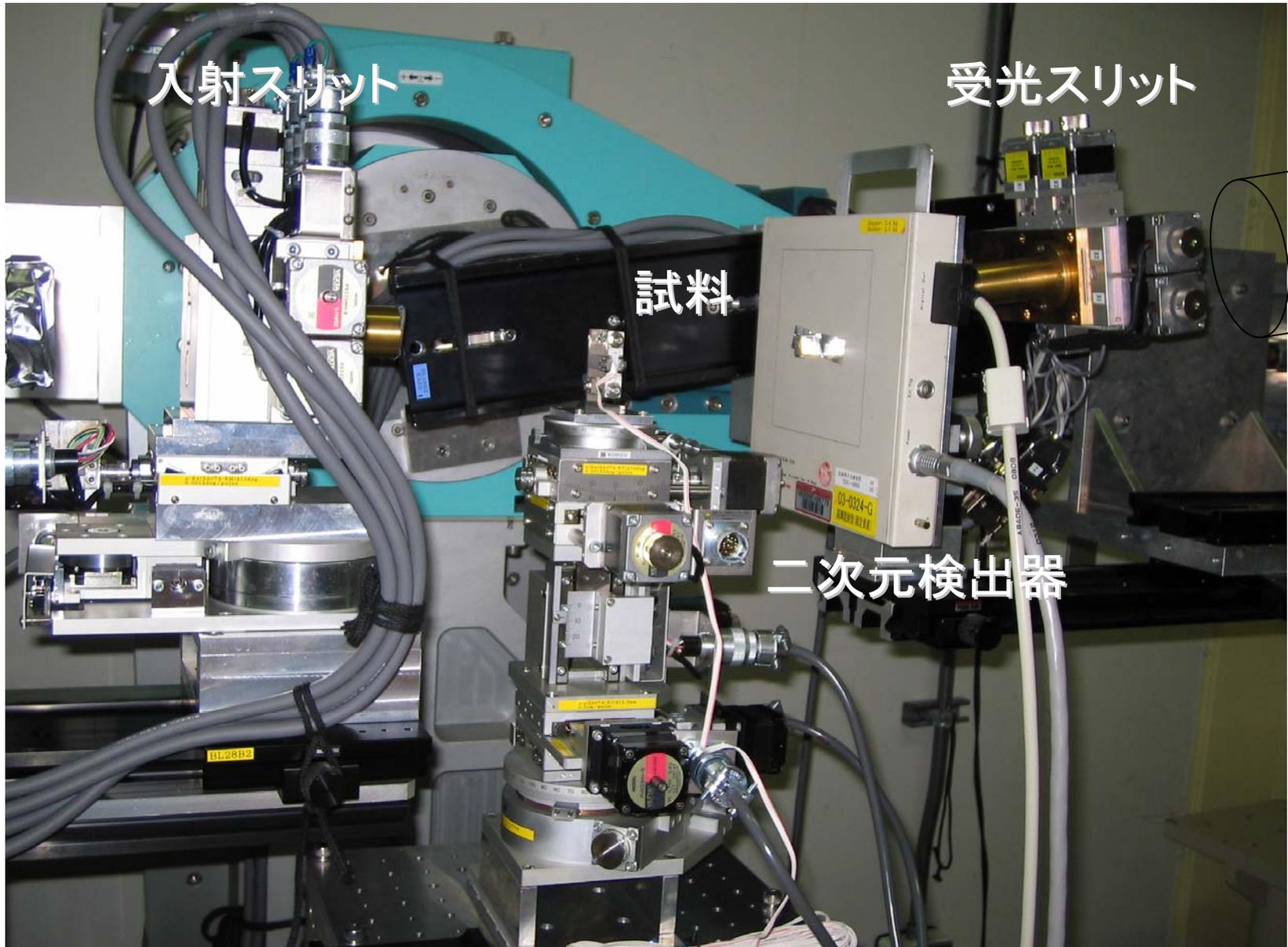


BL28B2

SPring-8



装置写真



観察例

ステンレス鋼の結晶粒内ひずみ分布測定

背景

冷間加工度大

IGSCC進展速度(mm/s)

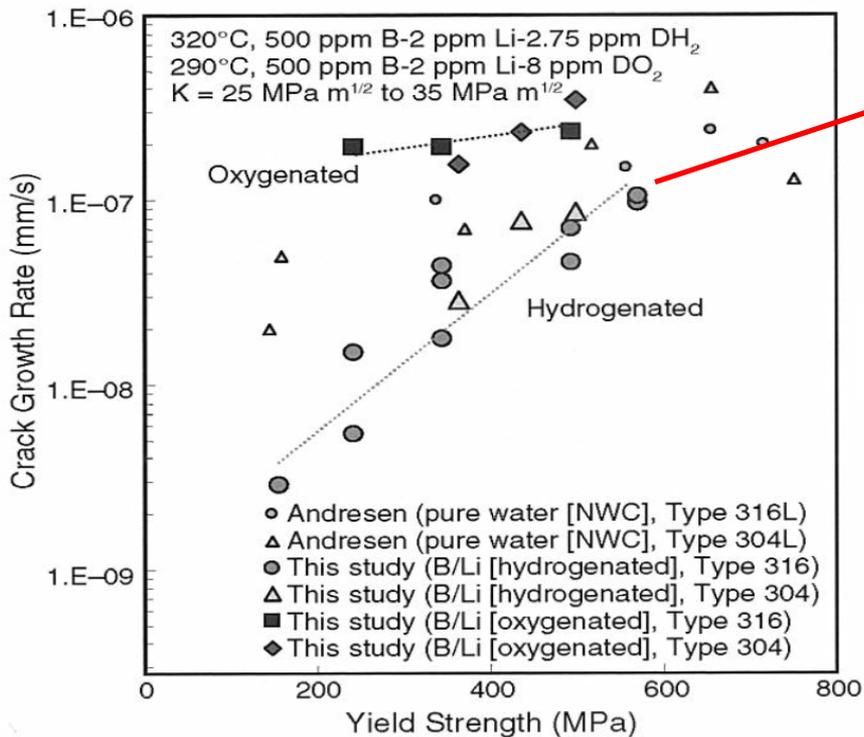
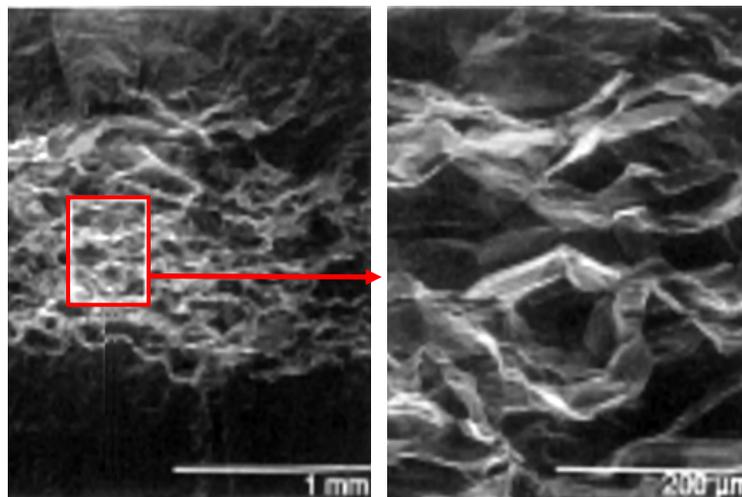


FIGURE 5. Crack growth rate vs. yield strength for specimens exposed to hydrogenated and oxygenated water environments.



20%CW316のSCC破面(粒界型)

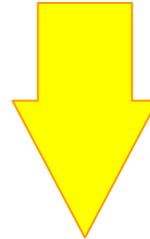
強い冷間加工を加えた
ステンレス鋼は、
非鋭敏化状態であっても、
高温水中で
粒界型のSCC進展を示す。

Ref.: K.Arioka, T.Yamada, T.Terachi, G. Chiba, Corrosion,2007, Vol.63, No.12, p.1114

目的

– ステンレス鋼の粒界型SCC機構解明

– 冷間加工による結晶粒界近傍の応力集中？



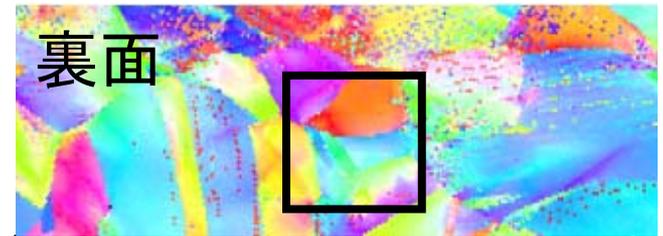
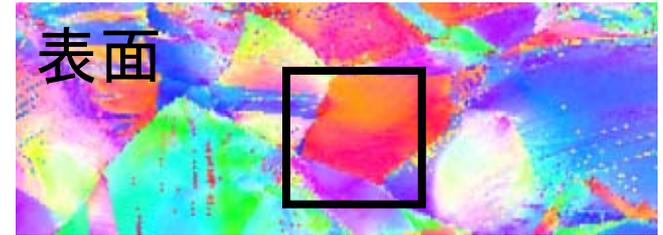
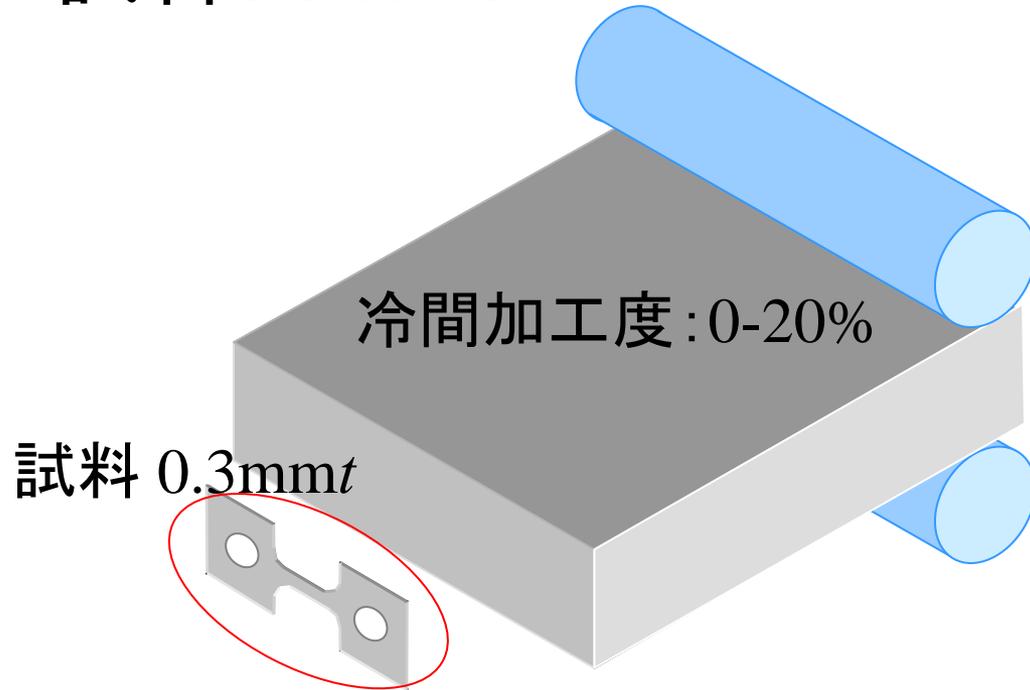
ひずみ分布を測定することで
応力集中を評価

– ひずみのマイクロ分布評価技術開発

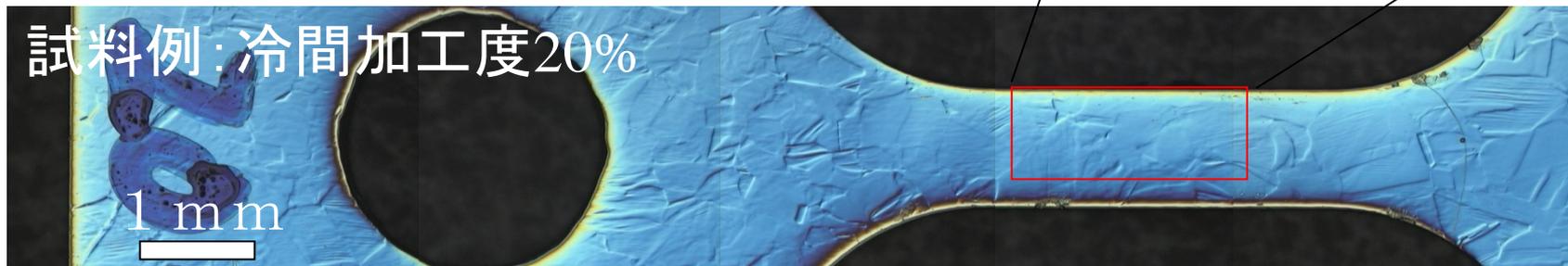
- 試料内部、回折面間隔、位置分解能

実験

- 試料SUS316

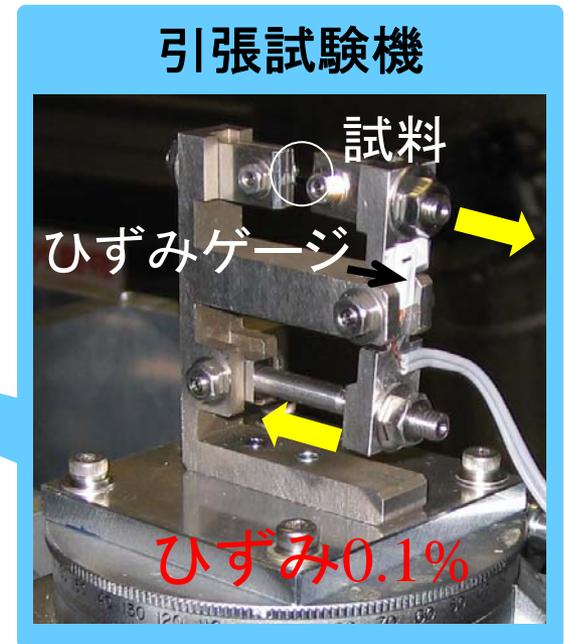
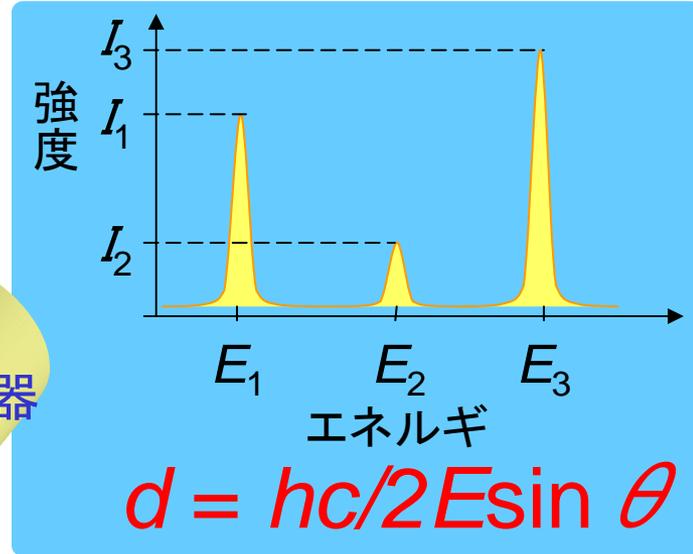
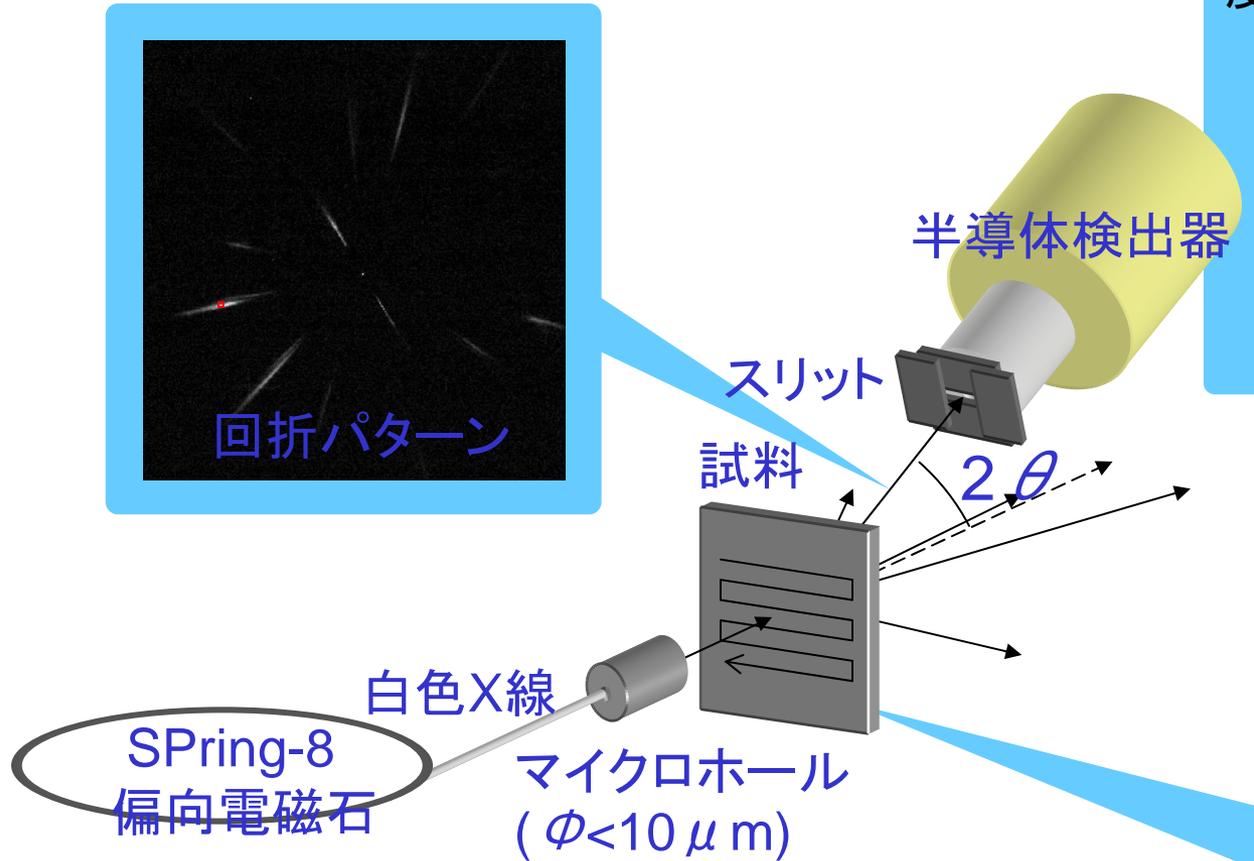


EBSD



実験

実験装置

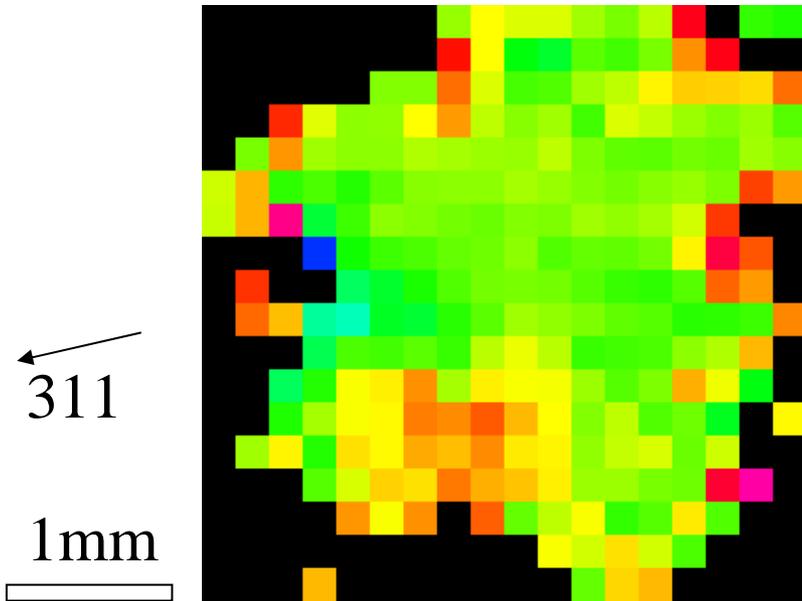


冷間加工度
vs.外力印加による結晶粒内ひずみ分布

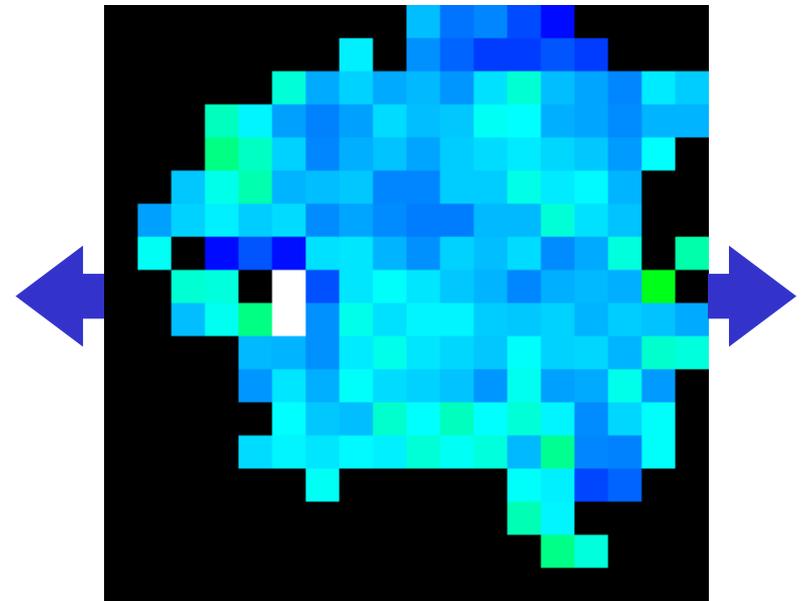
結果1

SUS316(CW20%)

- 回折面間隔(d)分布



引張前



引張後

負荷応力380MPa
0.1%耐力相当

$d \rightarrow$ 大
引張外力による



0.1080

0.10846

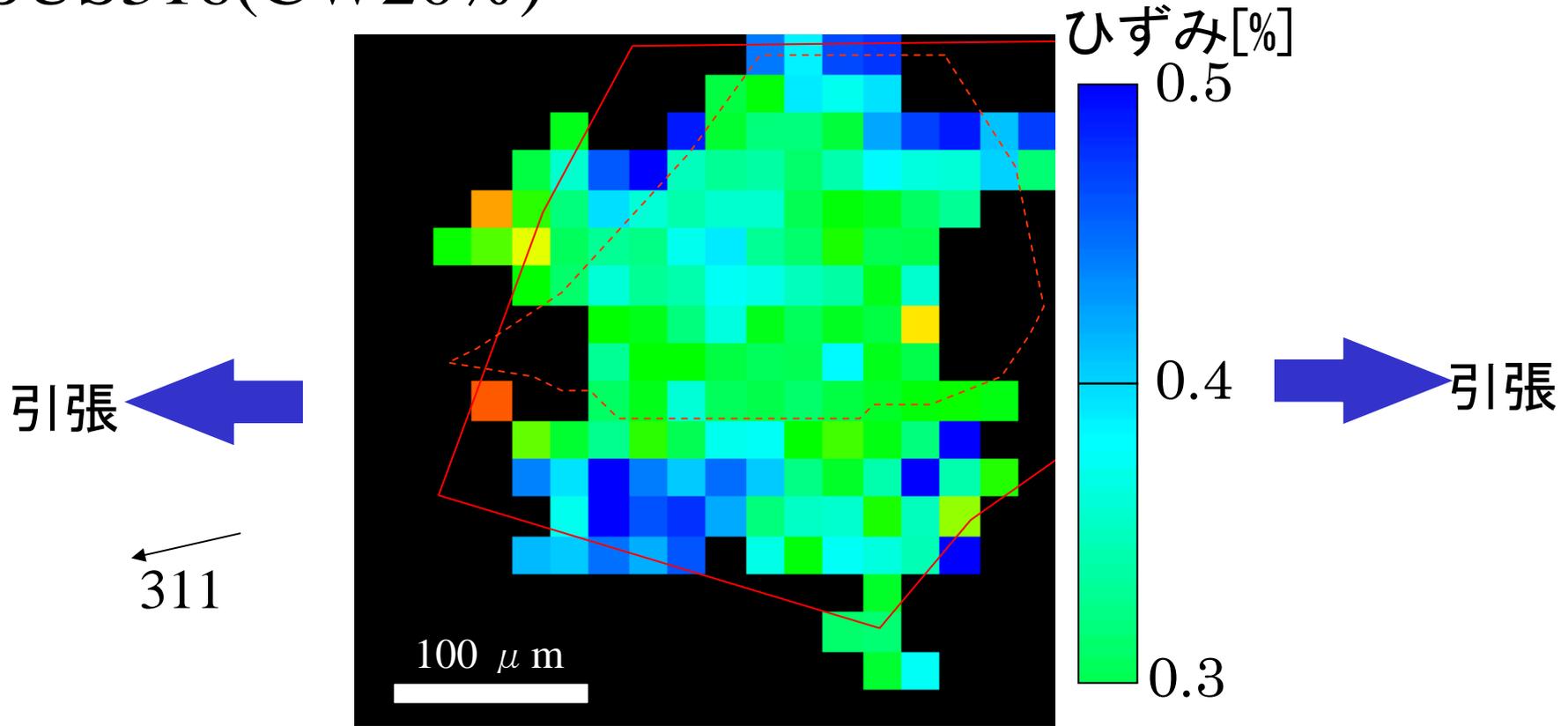
0.10884

0.1090

d [nm]

結果2

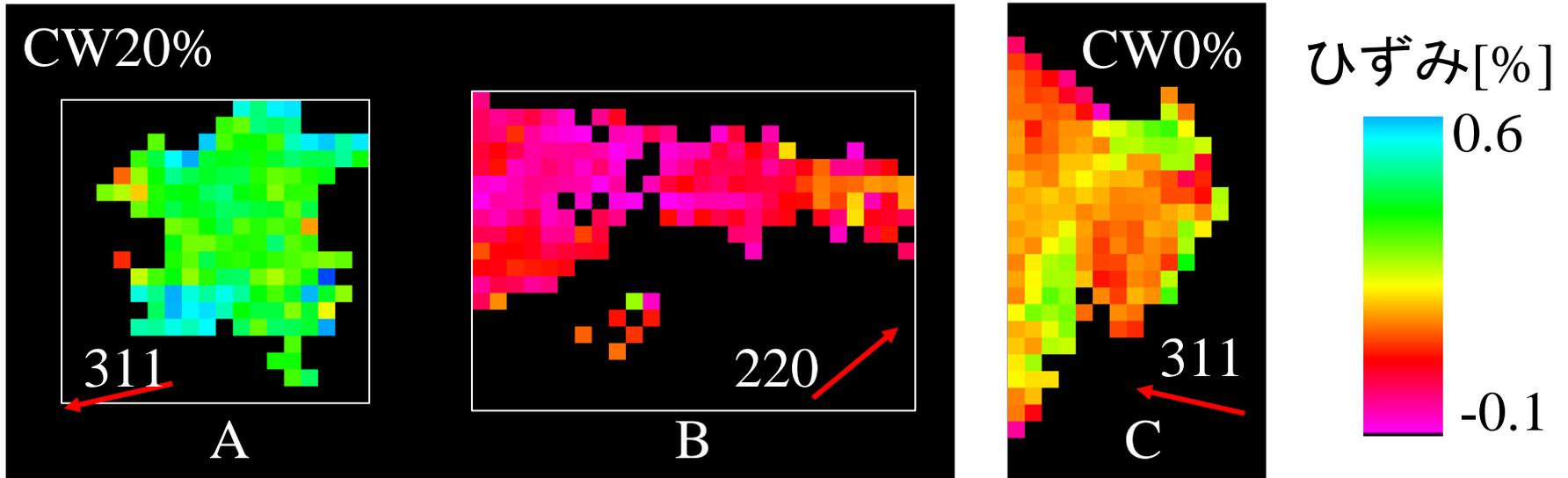
- 引張前後のdの差分 → 外力印加によるひずみの分布
SUS316(CW20%)



結晶粒界近傍にひずみの集中箇所を確認

結果3

- 個々の結晶粒のひずみ分布(冷間加工度の比較)



結晶粒	冷間加工度	ひずみ 平均値
A	20% CW	0.3%
B		0.0%
C	0% CW	0.1%

結晶粒毎にひずみ分布が異なる

まとめ

- 白色X線マイクロビームを使って個々の結晶粒のひずみ評価を行うシステムを開発した。
- 観察例
 - SUS316ステンレス鋼の結晶粒界近傍でひずみ集中箇所が観察された。
 - 結晶粒毎にひずみが異なっている可能性が示唆された。