

2014年2月14日

SPring-8 金属材料評価研究会（第9回） -金属組織と加工・変形現象の解析-
研究社英語センタービル

放射光を利用したXRDラインプロファイル解析

～伸線加工パーライト鋼の転位キャラクター解析への応用～

東北大学 金属材料研究所

佐藤 成男

Outline

- はじめに
 - ・ ラインプロファイル解析の紹介

- 実験室X線回折装置を利用したパーライト鋼のラインプロファイル解析
 - ・ 加工率の変化に伴う転位密度の変化とそれに伴う強化機構の考察

- エネルギー分散型X線回折法によるパーライト鋼のラインプロファイル解析
 - ～ BL28B2利用 ～

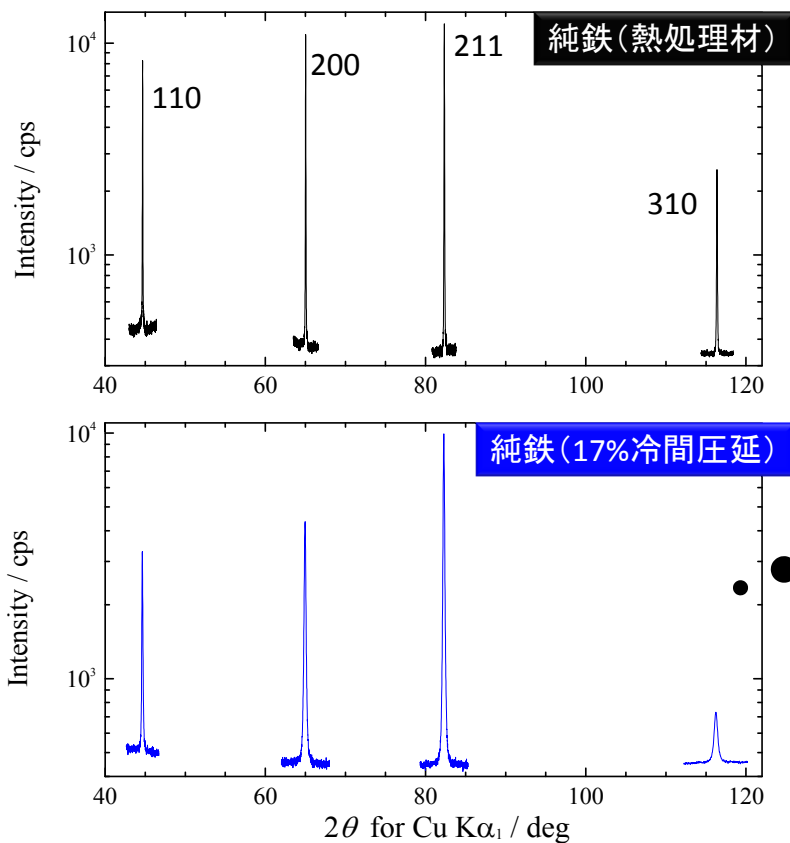
- 高輝度マイクロX線を利用したラインプロファイル解析
 - ～ BL22XU利用 ～

- まとめ

なぜラインプロファイル解析が必要？

- ▶ 材料の力学特性(強度、延性、破壊、疲労等)、加工誘起変態、析出……
 - 転位、転位セル組織、転位dipole等が関与
 - 転位の分布、密度の把握と諸特性とを関連づける研究
- ▶ 従来の転位の評価法
 - 電子顕微鏡による直接観察
 - ◎視覚的に形状、分布を評価
 - △転位密度の定量的な評価
 - ・統計精度を得るには多大な努力を要する
 - ・サンプリングに伴う転位の変化
 - ・複雑な組織を持つ場合、転位を選択的に観察することが困難
- ▶ 異なるプローブによる転位の定量評価法が必要
 - X線回折におけるラインブロードニングは“サイズ効果”と“転位などによるマイクロひずみ効果”
 - 古典的な理論の限界(どこまで正しいのか?)
 - 近年の理論による転位キャラクターの評価(材料強度特性を議論できるのか?)

塑性変形に伴う回折ピークの形状変化



塑性変形により転位導入
→ ラインブロードニング

- ・ 解析理論はいくつかある。
- ・ どのピークを使えば良いか？
- ・ ピーク幅だけ注目すれば良いか？

古典理論の問題点

Scherrerの式

$$I = I_e F^2 \frac{\sin^2(\pi/\lambda)\Delta s \cdot N_1 a_1}{\sin^2(\pi/\lambda)\Delta s \cdot a_1} \frac{\sin^2(\pi/\lambda)\Delta s \cdot N_2 a_2}{\sin^2(\pi/\lambda)\Delta s \cdot a_2} \frac{\sin^2(\pi/\lambda)\Delta s \cdot N_3 a_3}{\sin^2(\pi/\lambda)\Delta s \cdot a_3}$$

ラウエ関数をガウス関数で近似

$$I = I_e F^2 N^6 \exp(-(\pi/\lambda^2)(Na)^2 (\Delta s)^2)$$

⋮

$$B(2\theta) = \frac{A\lambda}{D \cos \theta} \quad (A: \text{Scherrer定数})$$

ラウエ関数をガウス関数で近似する点や、Scherrer定数の粒子形状・回折指数依存に伴う誤差を許容すれば、ナノ粒子サイズの解析においては比較的妥当な結果を導く。

↓ ただし…

そもそも転位を考慮していない。
金属組織の結晶粒内には転位によるマイクロひずみを含むため、適用できない。

Williamson-Hallの式

マイクロひずみ (ε)

$$\varepsilon = \frac{\Delta d}{d} \approx \frac{\Delta d^*}{d^*} \quad (d^*: \text{面間隔の逆数})$$

ブラッグの式 ($2 \sin \theta = \lambda d^*$) より

$$\Delta d^* = \frac{\cos \theta}{\lambda} \cdot \Delta 2\theta$$

⋮

回折拡がりサイズ効果とひずみ効果の和とすれば

$$\Delta K = \frac{A}{D} + \frac{2\varepsilon \sin \theta}{\lambda}$$

マイクロひずみを定数として単純化し、試料間のマイクロひずみを試料間で相対的に評価可能

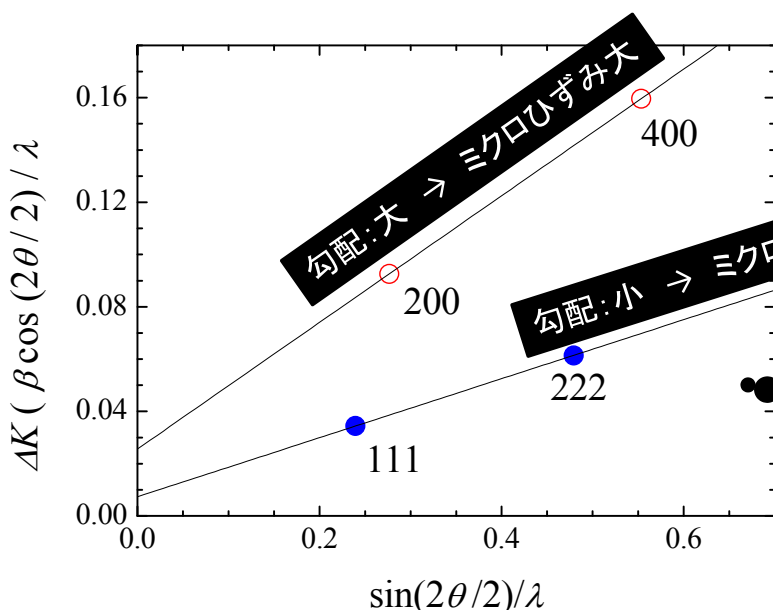
↓ ただし…

次の点を考慮していない…

- 結晶方位による弾性定数の違い
- Burgers vectorと結晶方位の関係
- 転位配列によるマイクロひずみの緩和
- マイクロひずみは転位芯からの距離の関数

どの回折を解析に利用すべきか？

Cu合金 (50%冷間圧延) のWilliamson-Hall plot

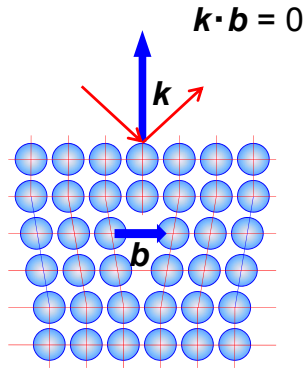


回折面により
マイクロひずみの
現れ方は異なってくる

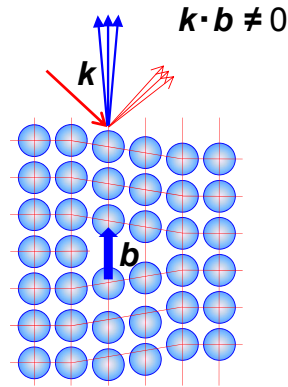
※主な要因

- 結晶面によるヤング率の違い
- {111}面: 158.2 GPa
- {100}面: 96.8 GPa

考慮すべき転位によるひずみの異方性



転位による回折ピークの拡がり : 小



転位による回折ピークの拡がり : 大

$b : a/2\langle 110 \rangle$ on $\{111\}$ for FCC

+ screw or edge ? + 弾性定数の異方性

回折指数ごとに転位のコントラストは変化

この特徴を解析すれば、転位キャラクターの精密解析が可能

modified Williamson-Hall
modified Warren-Averbach method

マイクロひずみの異方性を考慮し、
全ての回折を利用した解析法

➤ *modified* Williamson-Hall method

$$\Delta K = \frac{0.9}{D} + \left(\frac{\pi T^2 b^2}{2} \right)^{\frac{1}{2}} \cdot \sqrt{\rho} \cdot \left(K^2 \bar{C} \right) + O(K^2 \bar{C})$$

$$\Delta K = \frac{0.9}{D} + 2\varepsilon \cdot \sin\left(\frac{2\theta}{2}\right) / \lambda$$

ΔK : breadths of diffraction peaks
 D : crystallite size
 T : constant depending on the effective outer cut-off radius of dislocations
 b : modulus of the Burgers vector
 \bar{C} : average contrast factor

マイクロひずみの異方性
→ コントラストファクター : C

$$C = C_{h00} \left[1 - q \frac{(h^2 k^2 + h^2 l^2 + k^2 l^2)}{(h^2 + k^2 + l^2)^2} \right]$$

for cubic crystal
らせん・刃状転位の割合より変化
 c_{11}, c_{12}, c_{44} の弾性コンプライアンスより算出

➤ *modified* Warren-Averbach method

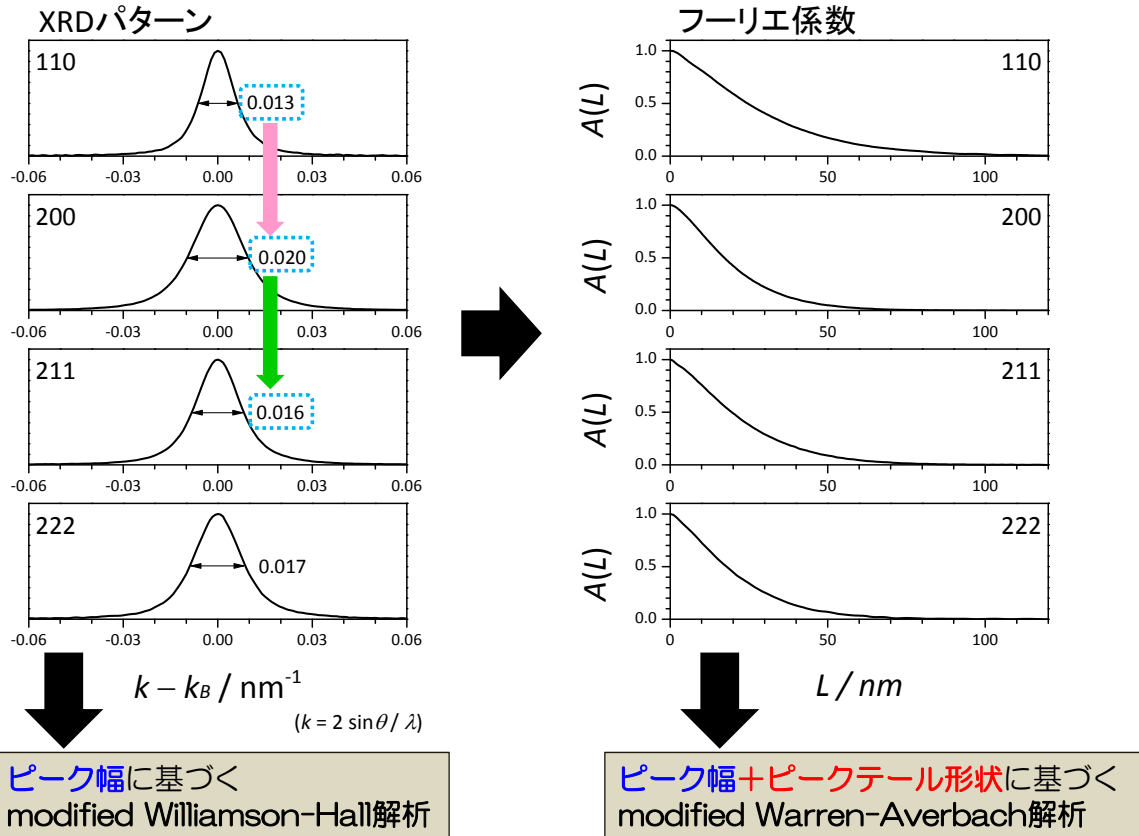
$$\ln A(L) \cong \ln A^S(L) - \frac{\pi b^2}{2} \cdot \rho L^2 \cdot \ln\left(\frac{R_e}{L}\right) (K^2 \bar{C}) + O(K^2 \bar{C})^2$$

$$\ln A = \ln A^S - 2\pi^2 L^2 \langle \varepsilon^2 \rangle / d^2$$

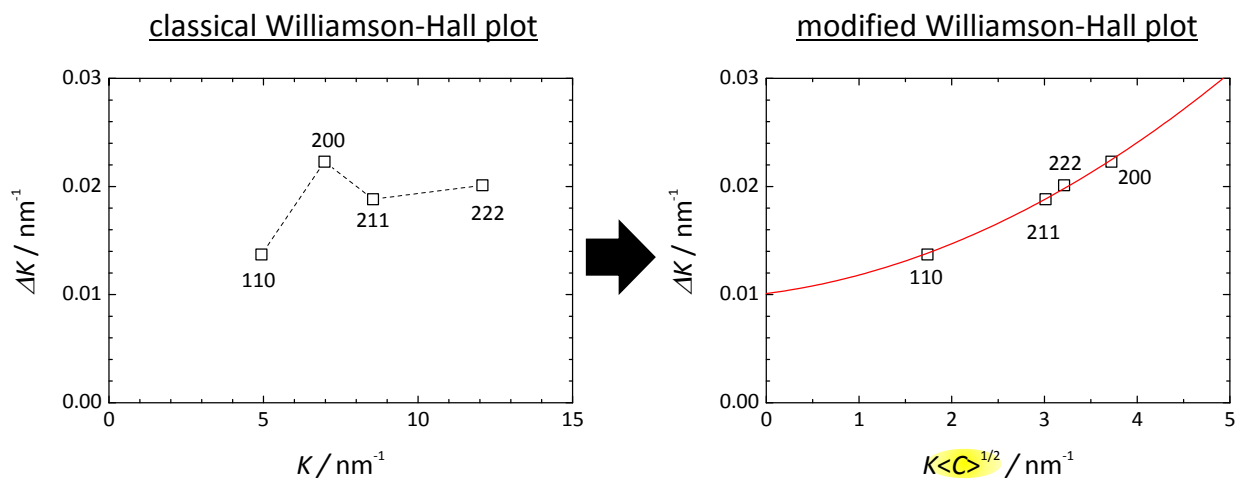
$$\langle \varepsilon^2 \rangle = \left(\frac{\rho C b^2}{4\pi} \right) \ln\left(\frac{R_e}{L}\right)$$

$A(L)$: real part of Fourier coefficients of structural profile
 L : Fourier length
 R_e : effective outer cut-off radius of dislocations
 $A^S(L)$: size component of Fourier coefficients

解析例：純鉄板（圧延率:38%）：XRDパターン



純鉄板（圧延率:38%）：コントラストファクターによる Williamson-Hallプロットの修正



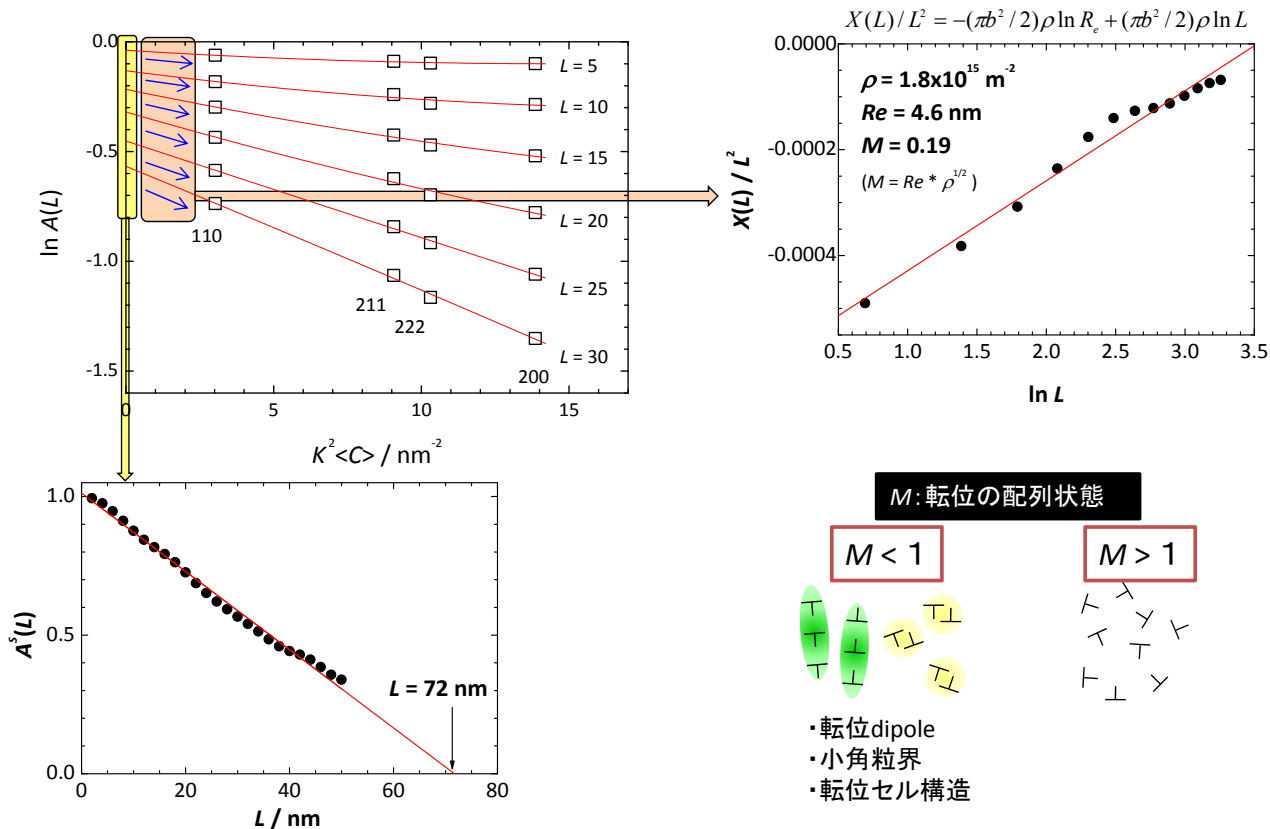
✓ ジグザグな変化

Reflection	Contrast factor (C_{hkl})
110	0.121
200	0.284
211	0.121
222	0.066

転位の影響: 大
 転位の影響: 小

✓ コントラストファクター補正による
放物線上にプロット

純鉄板（圧延率:38%）： modified Warren-Averbach法による
転位密度、結晶子サイズの解析



転位の配置状態を表す M 値について

M: 転位ひずみ場のスクリーン効果の度合い

$$M = R_e \cdot \rho^{1/2}$$

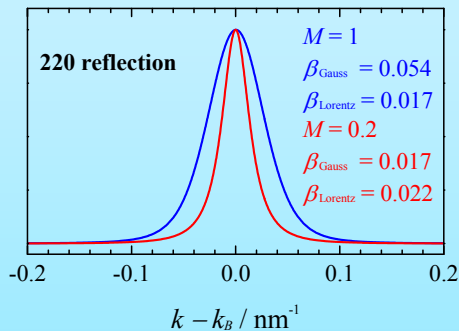
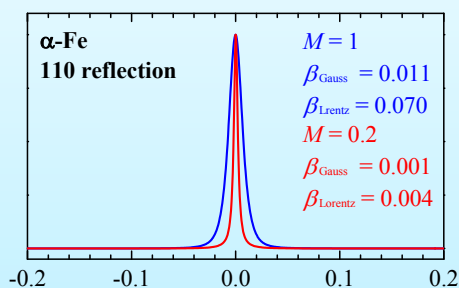
R_e : 転位によるひずみ場の大きさ
 ρ : 転位密度

M < 1
 → スクリーン効果により、 R_e が小
 M > 1
 → スクリーン効果が小さく、 R_e が大

回折ピークの拡がりにも影響

転位密度が等しい場合でも、
 転位の配列状態によりラインブロードニングは変化する。
 M<1の場合、ピーク幅は小さくなり、
 Lorentz成分が大きくなる。

転位密度: $2 \times 10^{15} \text{ m}^{-2}$



Outline

- はじめに
 - ・ ラインプロファイル解析の紹介
- 実験室X線回折装置を利用したパーライト鋼のラインプロファイル解析
 - ・ 加工率の変化に伴う転位密度の変化とそれに伴う強化機構の考察
S. Sato, et al., ISIJ International, Vol. 53 (2013), 673–679.
- エネルギー分散型X線回折法によるパーライト鋼のラインプロファイル解析
～ BL28B2利用 ～
- 高輝度マイクロX線を利用したラインプロファイル解析
～ BL22XU利用 ～
- まとめ

パーライト鋼の伸線加工に伴う強化機構

- パーライトラメラ（ラメラ周期：数十nm）のフェライトに導入される転位による加工硬化
- フェライト相の細粒強化
- セメント相の分解に伴うフェライト相中の炭素濃度の増加



金属組織写真集 鉄鋼材料編（日本金属学会）



転位、結晶子の定量評価

従来研究： 透過電子顕微鏡による定量化の試み

セメント相-フェライトラメラの複相微細組織により、転位を選択的に抽出することは難しく、その定量解析には課題がある。

本研究： XRDラインプロファイル解析による定量化

転位キャラクターの定量解析と

サブグレインに相当する結晶子サイズをもとに粒径効果を評価

→ 伸線加工に伴う強化機構を考察

試料：炭素量、ひずみを変えたパーライト鋼

試料提供： 東京製綱／研究所

パーライト鋼試料の成分 (mass%)

試料名	C	Si	Mn	P	S
73C	0.73	0.19	0.50	0.021	0.0072
84C	0.84	0.21	0.75	0.021	0.0049

共析点近傍の
2種類の組成

パーライト鋼試料の加工量と機械的性質

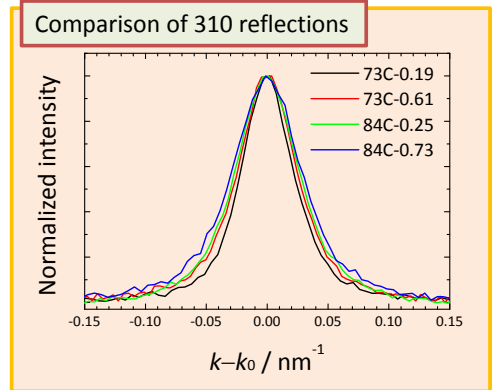
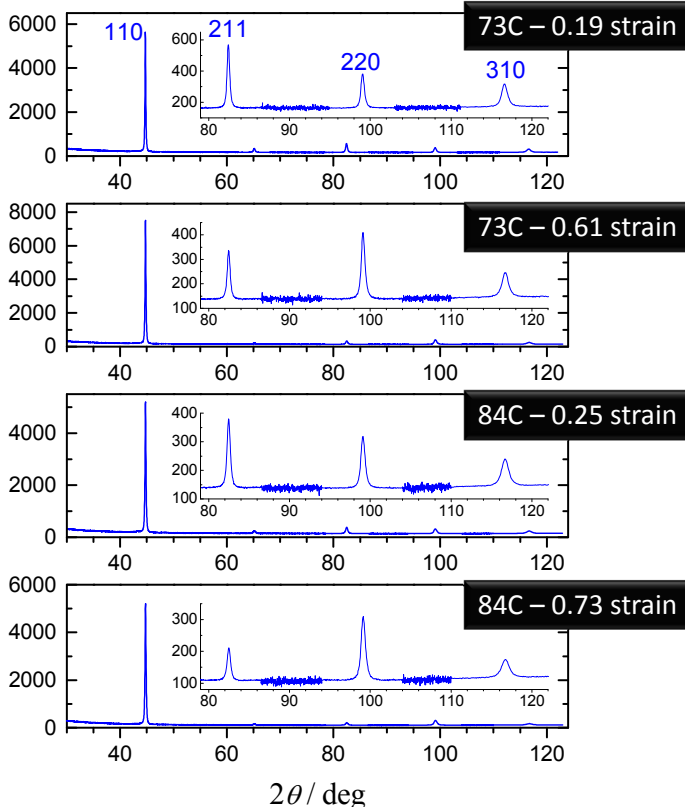
試料名	原料径 (mm)	線径 (mm)	減面率 (%)	ひずみ	引張強さ (MPa)
73C	5.50	5.00	17.3	0.19	1194
		4.05	45.8	0.61	1370
84C	4.60	4.05	22.5	0.25	1412
		3.20	51.6	0.73	1584

加工ひずみ増加
に伴う
引張強度の増加

炭素の組成増加に
伴う引張強度の増加

転位キャラクターをもとに考察

X線回折パターン



- ✓ 加工量の増加に伴いピーク幅は増加する傾向
- ✓ 炭素量が多い方が、ピーク幅が大きい傾向

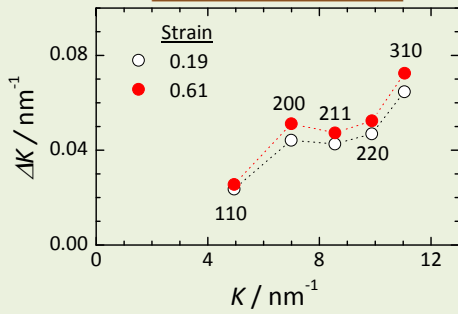


転位による結晶歪みの増加
and / or
結晶子サイズの微細化

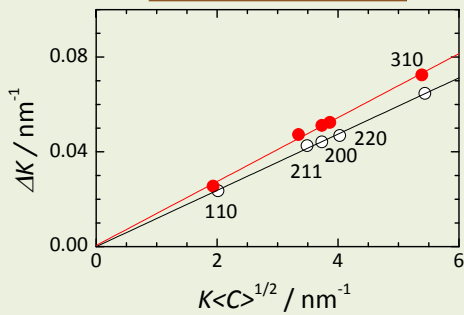
Classical and modified Williamson-Hall plots

73C

Classical Williamson-Hall

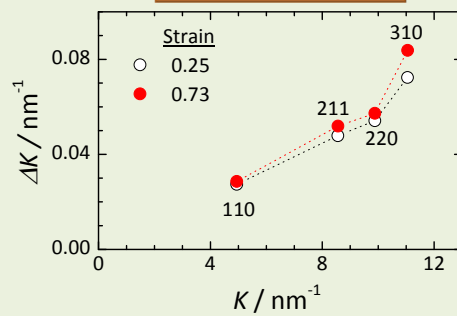


Modified Williamson-Hall

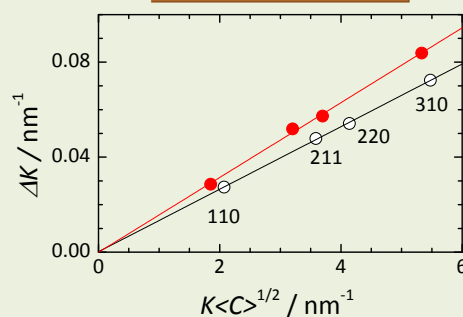


84C

Classical Williamson-Hall



Modified Williamson-Hall



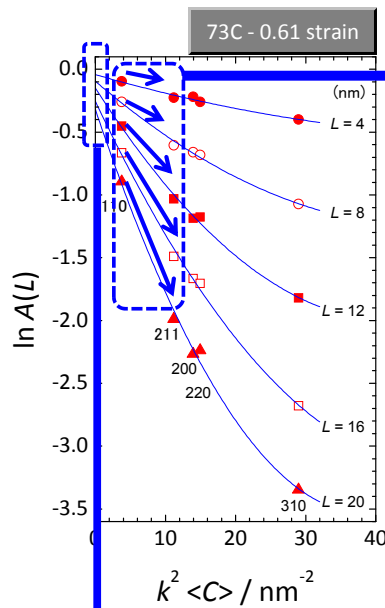
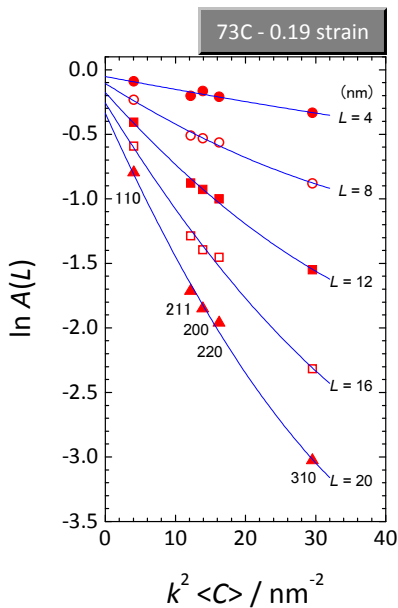
✓ classical method はジグザグな変化

✓ modified method によりほぼ線形的な変化に修正される。

✓ 73Cと84Cの勾配を比較すると、84Cがより大きい

↓
転位による結晶ひずみは73Cより84Cが大きい傾向

modified Warren-Averbach method : 73C試料での解析例



勾配変化：結晶ひずみ

ひずみ量の増加に伴い
勾配変化が大きくなる

↓
結晶ひずみの増加を示唆

切片：サイズ情報

ひずみ量の変化にかかわらず
切片位置は変わらない

↓
結晶子サイズの変化小を示唆

ラインプロファイル解析から求められたマイクロ組織パラメーター

Specimen	Strain	Crystallite size (nm)	Dislocation density, ρ (m^{-2})	Outer cut-off radius of dislocations, R_e (nm)	Dislocation arrangement parameter, M ($=R_e \cdot \rho^{1/2}$)
73C	0.19	69	2.74×10^{15}	8.1	0.42
	0.61	70	4.05×10^{15}	7.6	0.48
84C	0.25	55	3.82×10^{15}	6.8	0.42
	0.73	53	5.48×10^{15}	6.5	0.48

✓ ひずみ量0.7程度まで、結晶子サイズは変化しない
↓
このひずみ領域において、結晶子サイズの変化は小さいことを示唆

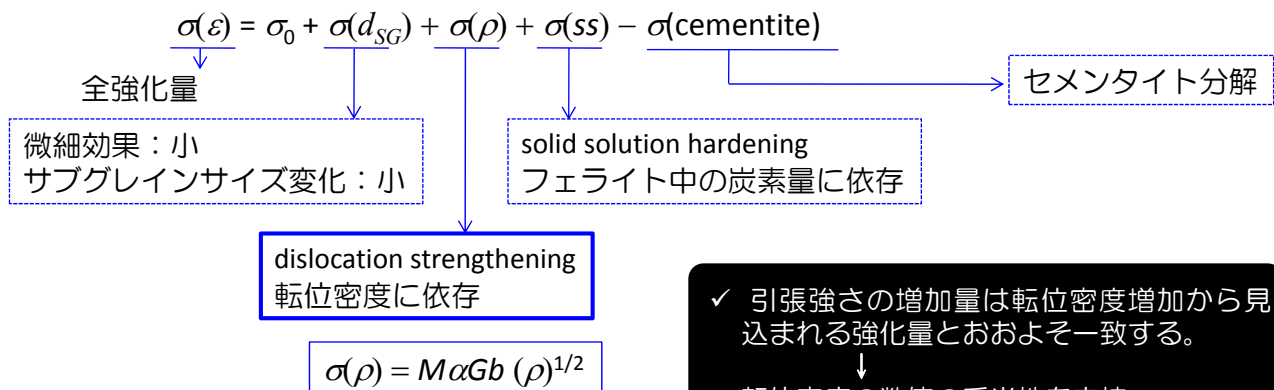
✓ 炭素の組成量が多いほど結晶子サイズが小さい
↓
結晶子サイズは炭素組成の増加に伴い微細化

✓ 約0.2の低ひずみでも $10^{15} m^{-2}$ オーダーの高密度の転位が導入

✓ ひずみ量の増加に伴い転位密度が増加

✓ 炭素の組成量が多いほど転位密度は高い傾向
✓ 炭素の組成量、ひずみ量にかかわらず転位の配置パラメーターは変化しない。
↓
炭素の組成が変化しても転位の配置、dipoleキャラクターへの影響は小さく、単純に転位密度を大きくする効果として作用する。

パーライト鋼の強化メカニズムの理論式とそれに基づく考察



M : Taylor factor (3)
 α : constant parameter (0.24)
 G : shear modulus (77.5 GPa)
 b : Burgers vector (0.248 nm)
 ρ : dislocation density

✓ 引張強さの増加量は転位密度増加から見込まれる強化量とおおよそ一致する。
↓
 ● 転位密度の数値の妥当性を支持
 ● ひずみ量0.7程度までのパーライト鋼強化機構は転位密度の増加が支配要因となる。
 ● セメントタイト分解に伴う固溶強化の効果は小さく、セメントタイトの体積減少による強度低下に相殺されていると推察される。

試料名	引張強さの増加量 ΔTS / MPa	転位密度増加による強化量 $\Delta \sigma_{\text{dislocation}}$ / MPa
73C	176	164
84C	172	156

小 括

X線回折ラインプロファイル解析により伸線加工を施したパーライト鋼の結晶子サイズと転位キャラクターの定量化を試みた。得られた知見は以下の通りである。

- ▶ 炭素の組成量が大きくなると結晶子サイズは小さくなる。一方、加工に伴うサイズの変化は小さい。
- ▶ 炭素の組成量が大きくなると加工に伴う転位蓄積は大きくなる。
- ▶ ひずみ量0.2程度の小さい伸線加工でも 10^{15}m^{-2} オーダーの転位が導入される。
- ▶ ひずみ量0.7程度までの強化機構は転位密度増加が支配要因となる。



実験室回折装置から転位密度を解析することは可能
ただし・・・
構造体内部、またその内部における転位密度分布を
解析するにはマイクロビーム・高エネルギーが利用できる
SPring-8の高輝度X線源が不可欠

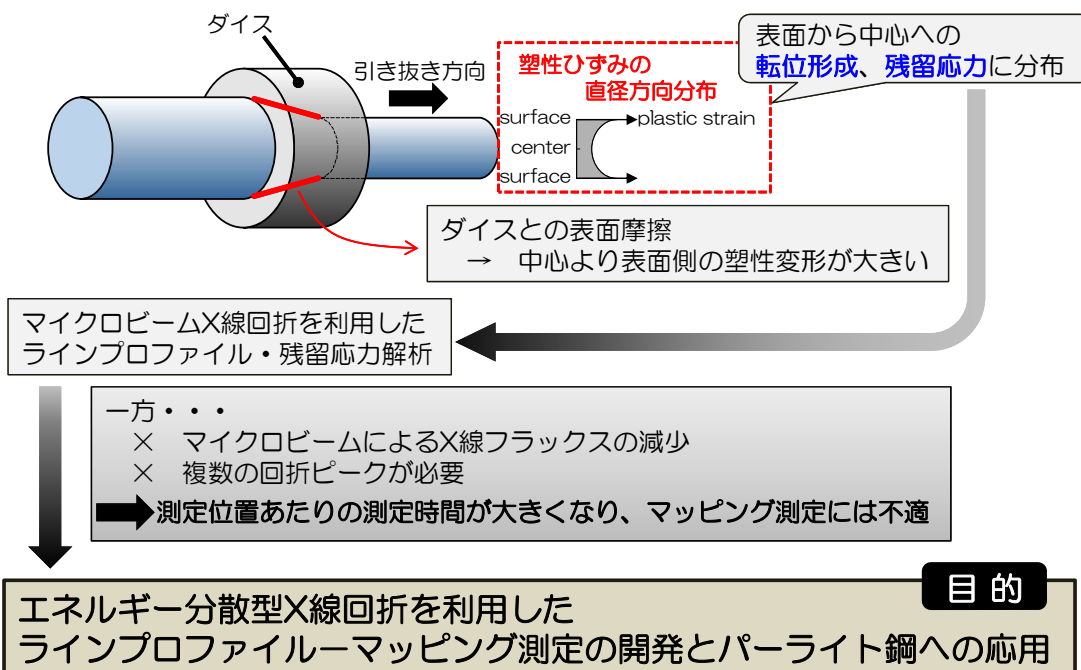
Outline

- ▶ はじめに
 - ・ ラインプロファイル解析の紹介
- ▶ 実験室X線回折装置を利用したパーライト鋼のラインプロファイル解析
 - ・ 加工率の変化に伴う転位密度の変化とそれに伴う強化機構の考察
- ▶ エネルギー分散型X線回折法によるパーライト鋼のラインプロファイル解析
 - ～ BL28B2利用 ～
S. Sato, et al., Mater. Character., Vol. 83 (2013), 152–160.
- ▶ 高輝度マイクロX線を利用したラインプロファイル解析
 - ～ BL22XU利用 ～
- ▶ まとめ

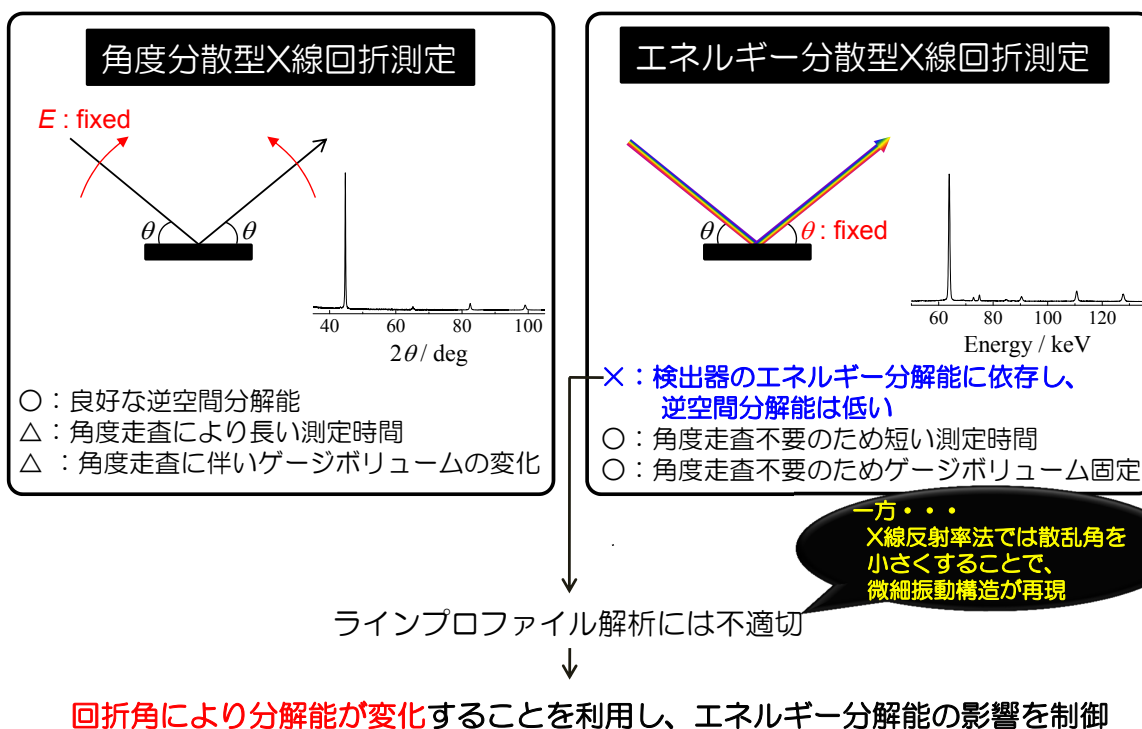
背景および目的

伸線加工パーライト鋼

(用途：橋梁のサスペンションケーブル、タイヤのスチールコード、など)



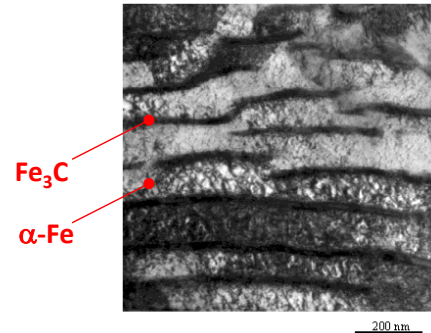
エネルギー分散型X線回折



実験方法

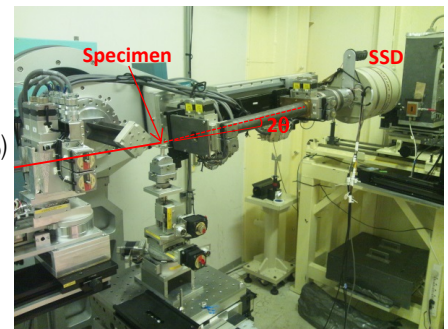
● 試料

組成：Fe-0.84%C-0.21%Si-0.75%Mn
 -0.021%P-0.005%S
 伸線加工：真ひずみ: 0.25 (φ4.60→φ4.06へ減面)
 形状：φ4.06 mm棒状 (長さ：3mmで切断)

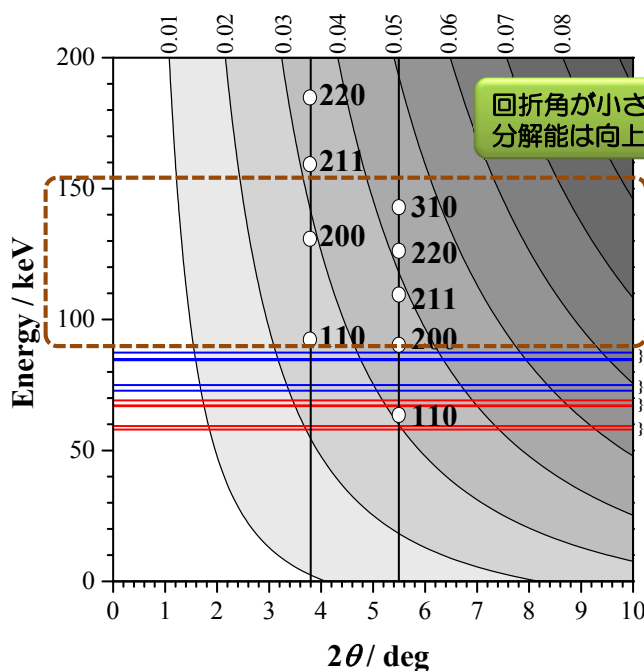


● X線回折測定

ビームライン：BL28B2 @ SPring-8
 (白色X線ビームライン)
 X線検出器：Ge半導体検出器
 (GLP-16195/10P4, ORTEC)
 エネルギーキャリブレーション：LaB₆粉末(NIST SRM660b)
 光学系ラインプロファイル：LaB₆粉末
 ビームサイズ：60×600 μm² (残留応力解析)
 100×600 μm² (ラインプロファイル解析)



検出器エネルギー分解能ΔE → 逆空間分解能Δk



$$k = 2 \sin \theta / \lambda = 2E \sin \theta / hc$$

$$\Delta k = 2 \Delta E \sin \theta / hc$$

$$\Delta E^2 = \left\{ 2.355 \sqrt{F \omega E} \right\}^2 + \varepsilon_{el}^2$$

F : Fano factor

ω : pair creation energy

ε_{el} : electronic noise

$\Delta E = 205 \text{ eV @ } 5.9 \text{ keV}$

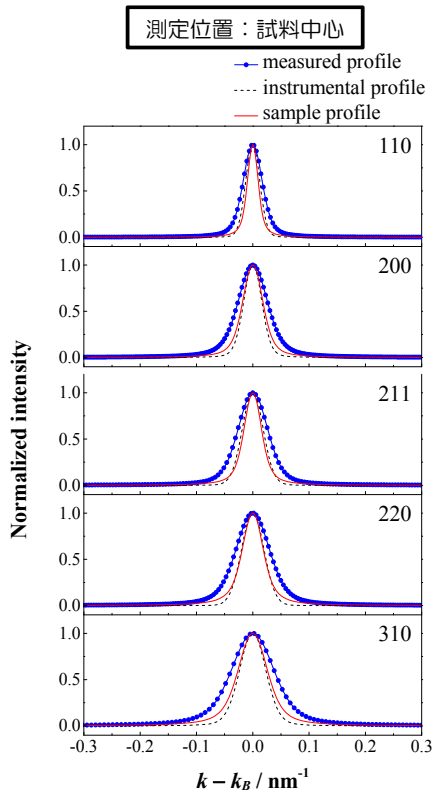
$525 \text{ eV @ } 122 \text{ keV}$

- ✓ 回折角が小さくなるとBragg反射は高エネルギー側にシフト
- ✓ 50keV以下のX線は試料に吸収
- ✓ 光学系由来のPb, Wの蛍光X線が発生
- ✓ 150keV以上のX線フラックスは低下

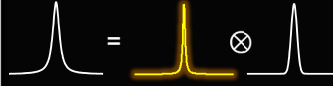
$$2\theta = 3.8^\circ \text{ for } 110, 200$$

$$2\theta = 5.5^\circ \text{ for } 211, 220, 310$$

試料ラインプロファイルのデコンボリューション



$$f_{\text{measured}} = f_{\text{sample}} \otimes f_{\text{instrumental}} \rightarrow f_{\text{sample}} \text{ のデコンボリューション}$$



◆ Stokes法によるデコンボリューション

f_{measured} と $f_{\text{instrumental}}$ のFWHMに大きな差が必要
→ 適用不可

◆ Voigt関数フィット

f_{measured} と $f_{\text{instrumental}}$ のGaussian、Lorentzian項を
もとにデコンボリューション



測定プロファイルと装置プロファイルの差は小さいが、
Voigt関数を利用したデコンボリューションにより、
ラインプロファイル解析が可能

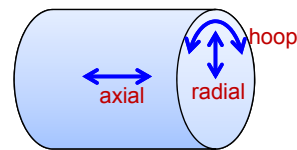
解析方法（残留応力）

● 残留応力解析：3軸応力解析

測定回折： α -Fe 110反射

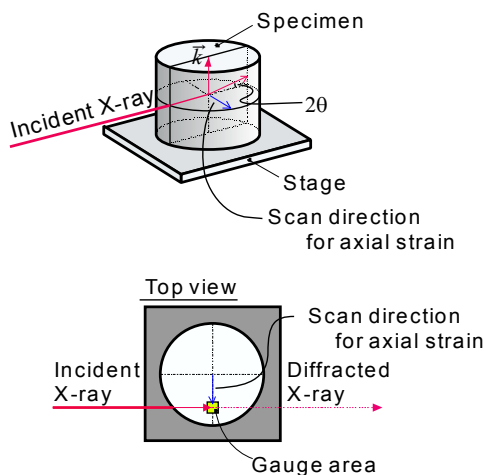
回折角： 3.2°

測定方位：radial, hoop, axial directions

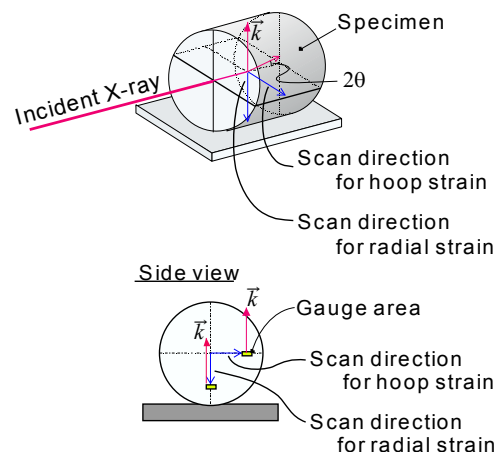


ヤング率： $E_{110} = 223.5 \text{ GPa}$
ポアソン比： $\nu_{110} = 0.273$ by Kröner model

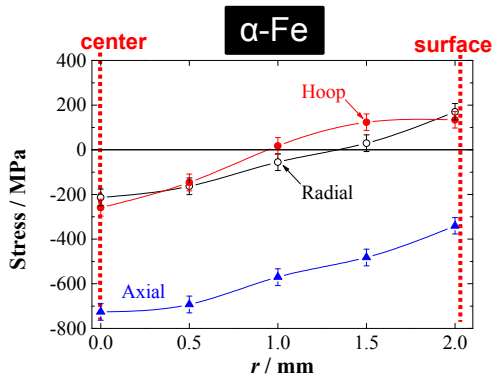
Axial direction



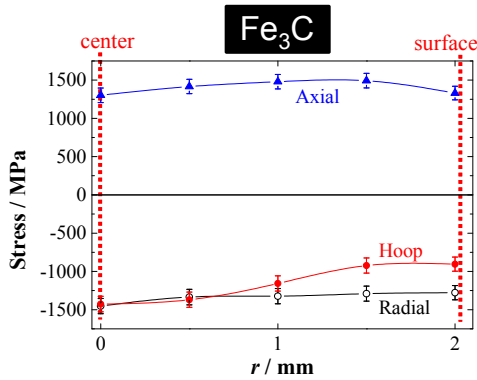
Radial and hoop directions



残留応力の半径方向分布解析結果

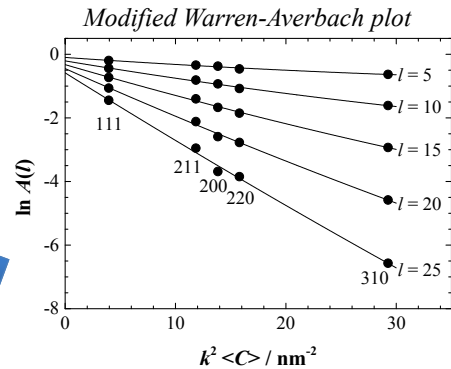
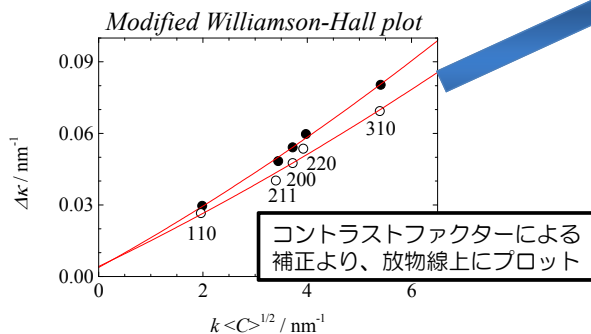
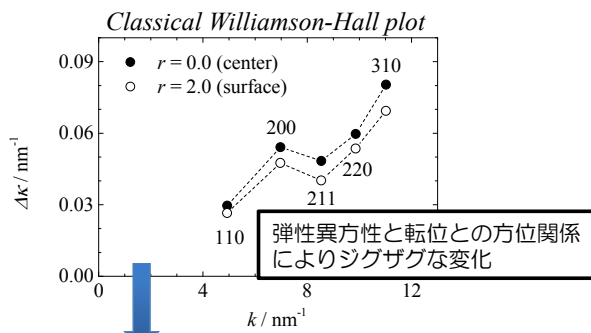


- ✓ フェライト相には中心部軸方向において700MPaの高い残留応力が存在する。
- ✓ セメント相には逆の残留応力が加わり(>1GPa)フェライト相との応力バランスを形成している。
- ✓ 表面側のフェライト相の軸方向残留応力は中心部の約半分である。



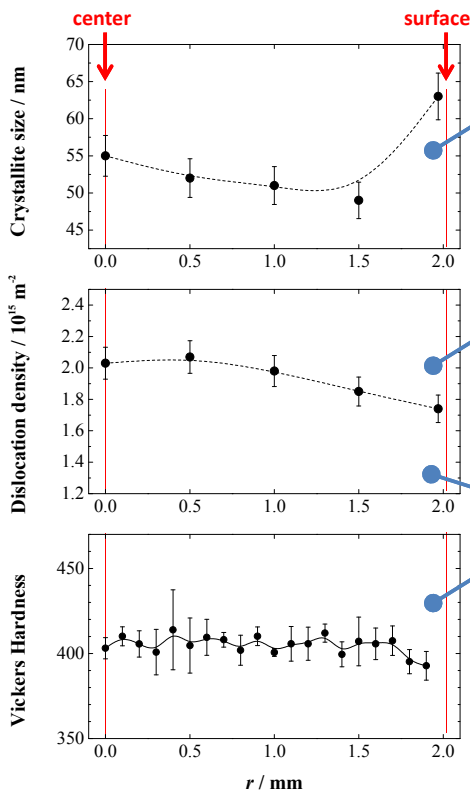
ラインプロファイル解析による転位密度の分布解析から、残留応力との関係を議論

試料ラインプロフィルのデコンボリューション



◆ Modified W-Hプロット
表面より中心位置の勾配が大きく、中心位置における転位密度が大きいことを示唆

結晶子サイズ分布、転位密度分布



✓ 結晶子サイズは最表面で大きい傾向にある。
 ダイスとの表面摩擦によりワイヤ表面の温度上昇が生じ、その結果、結晶子サイズの増加につながったと推測される。

✓ 転位による強化の寄与, σ_p :

$$\sigma_p = M\alpha Gb\rho^{1/2}$$
 (M: Taylor factor, G: shear modulus, b: Burgers vector, ρ : dislocation density)
 転位による強化は770 MPaに達する。
 → 中心部における高い残留応力700 MPaを許容

✓ 転位密度の分布は小さい。
 ✓ Vickers硬度は均一であり、転位密度はほぼ一定であることを示唆している。

小 括

エネルギー分散型X線回折の分解能が小角回折により改善され、ラインプロファイル解析を実現した。

伸線加工パーライト鋼に本手法を適用し、得られた知見は次の通りである。

- ◆ フェライトに形成される残留応力の特徴として、伸線方向に対する大きな圧縮応力である。この圧縮応力は線材中心で最も高く、表面にむけて緩和する傾向を持つ。
- ◆ 結晶子サイズは線材中心より表面で大きい。これは加工時のダイスとの摩擦熱により表面が高温となり、回復が生じたためと推定される。
- ◆ 半径方向における転位密度分布と残留応力分布の相関は小さい。
- ◆ 線材表面から中心にかけての塑性変形量の違いにもかかわらず、転位密度の分布は小さい。



メリット：構造体内部を探る力は極めて高い。
 残留応力も評価可能。
 デメリット：d-space分解能は決して高くはないため、
 転位密度：小、結晶子サイズ：大の試料は不適。

Outline

- はじめに
 - ・ ラインプロファイル解析の紹介
- 実験室X線回折装置を利用したパーライト鋼のラインプロファイル解析
 - ・ 加工率の変化に伴う転位密度の変化とそれに伴う強化機構の考察
- エネルギー分散型X線回折法によるパーライト鋼のラインプロファイル解析
 - ～ BL28B2利用 ～
- 高輝度マイクロX線を利用したラインプロファイル解析
 - ～ BL22XU利用 ～
- まとめ

背景および目的

エネルギー分散型X線回折ラインプロファイル解析
→ 塑性変形量が大きい試料に対応

↓
低ひずみ加工試料への対応

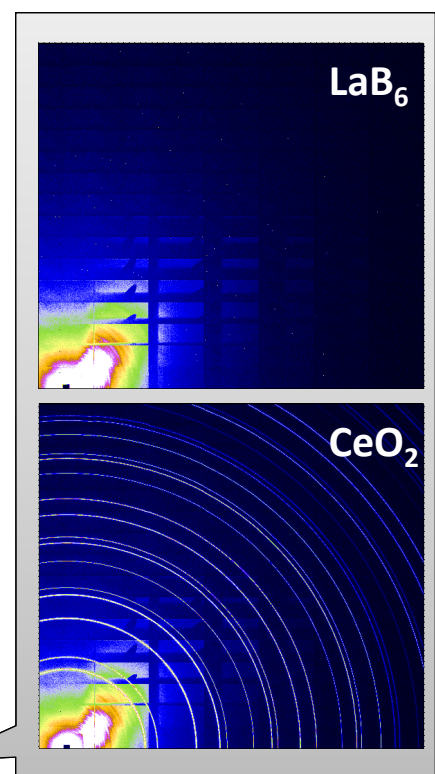
目的

アンジュレーター光源と二次元検出器を利用した
ラインプロファイル測定・解析系の構築

課題

平行度の高いマイクロビームを使用した場合、
装置プロファイルを定義する標準試料（ LaB_6 粉末）
の粒径が大きいため、その回折を得ることは難しい。

微細粒の CeO_2 粉末からはデバイリングを測定できるが、
 LaB_6 粉末からはリング状の回折を得ることができない。



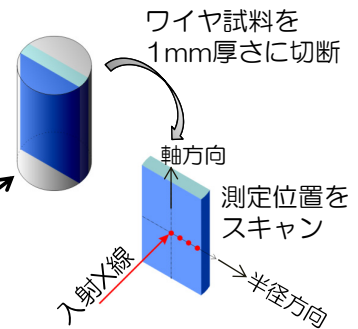
実験方法

● 試料

組成：Fe-0.73%C-0.20%Si-0.47%Mn
-0.012%P-0.006%S

伸線加工：真ひずみ：1.39（ $\phi 5.50 \rightarrow \phi 2.74\text{mm}$ へ減面）

形状：1mm厚さに切断



● X線回折測定

ビームライン：BL22XU @ SPring-8

入射X線：30.036 keV

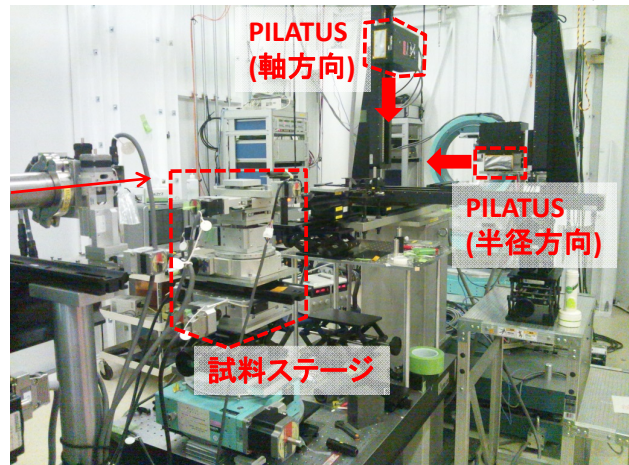
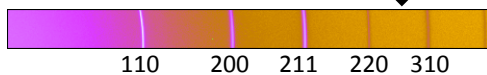
X線検出器：PILATUS100K

ビームサイズ：200×200 μm^2

測定時間：50 s/frame (5 frame※)

試料-検出器間距離：約 860 mm

※ PILATUS移動により α -Feの
110~310反射を測定



装置プロファイルの算出方法

実験室系XRD装置で評価した CeO_2 粉末
→ SPring-8測定系のラインプロファイルを定義

SPring-8で測定される CeO_2 粉末のラインプロファイル： $F_{\text{CeO}_2}(\text{SP8})$ は

- SPring-8装置系のラインプロファイル： $F_{\text{inst}}(\text{SP8})$
- CeO_2 構造由来のラインプロファイル： $F_{\text{CeO}_2}(\text{struct})$

のコンボリューション

$$\diamond F_{\text{CeO}_2}(\text{SP8}) = F_{\text{inst}}(\text{SP8}) \otimes F_{\text{CeO}_2}(\text{struct})$$

あらかじめ、 $F_{\text{CeO}_2}(\text{struct})$ を求めれば $F_{\text{inst}}(\text{SP8})$ が求められる。

実験室系XRDで測定される CeO_2 粉末のラインプロファイル： $F_{\text{CeO}_2}(\text{Lab})$ は

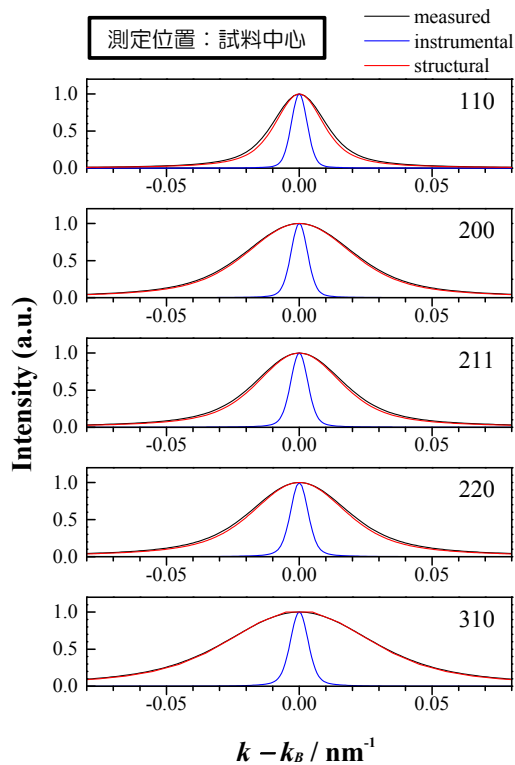
- 実験室装置系のラインプロファイル (LaB_6 粉末)： $F_{\text{inst}}(\text{Lab})$

と

$$\diamond F_{\text{CeO}_2}(\text{Lab}) = F_{\text{inst}}(\text{Lab}) \otimes F_{\text{CeO}_2}(\text{struct})$$

の関係がある。

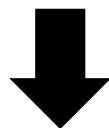
デコンボリューション例



SPring-8装置系プロファイルの主な広がり要因

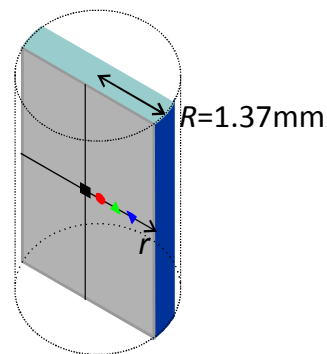
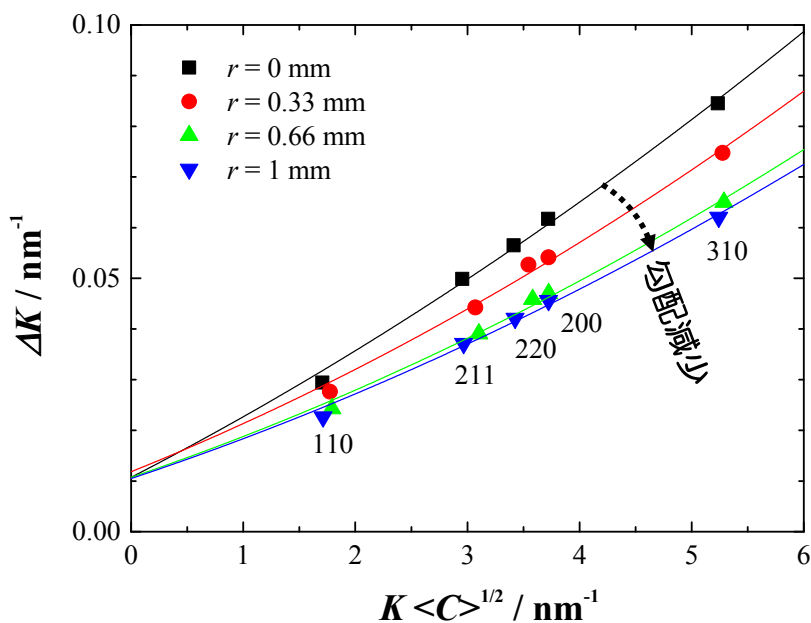
- ビームサイズ (200 μm)
- 試料厚さ (1 mm)

これらの要素は、試料-検出器間距離 (約 860 mm) より十分小さいため、試料の測定プロファイルに与える影響は小さい。



低ひずみ加工試料に対するラインプロファイル解析が可能であることを示唆

ミクロひずみのワイヤ半径方向分布 ~ modified Williamson-Hallプロットからの考察 ~

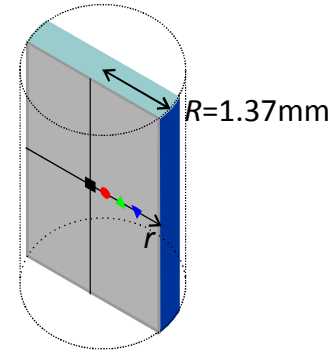
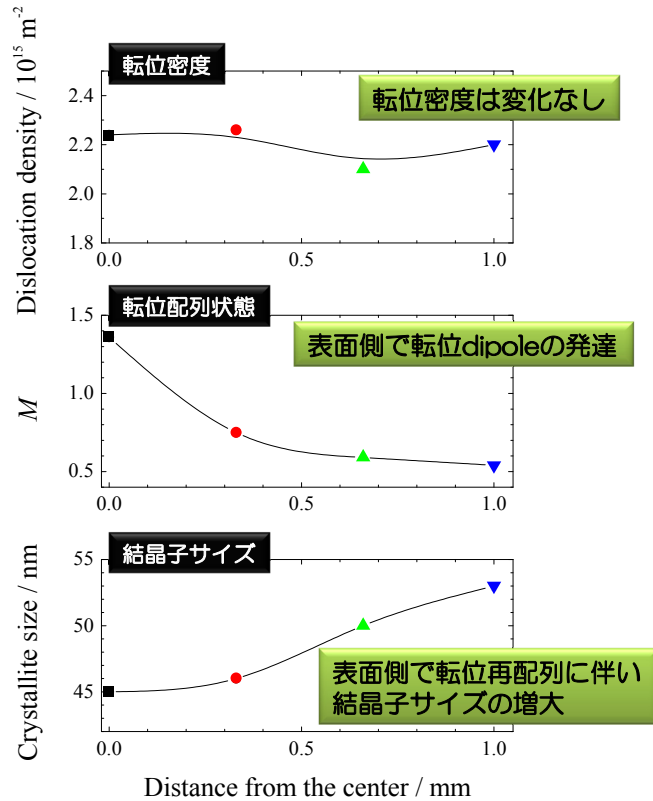


中心より表面側で勾配減少

↓
ミクロひずみ
(転位密度 or 転位のひずみ場)
中心 > 表面側

塑性変形量 (中心 < 表面) からの予想と矛盾

マイクロひずみのワイヤ半径方向分布 ～ modified Williamson-Hallプロットからの考察 ～



半径方向の塑性変形量の勾配は
転位増加にはつながらず、
転位再配列を促す。

小 括

- 実験室XRDにて構造プロファイルを定義した CeO_2 粉末を用いることで、放射光装置由来のプロファイルを定義することが可能。
- 伸線ワイヤ加工を施したパーライト鋼において、ワイヤ半径方向の転位密度分布はほとんど生じていない。
- 伸線加工に伴う半径方向の塑性変形量の勾配は転位の安定配置への再配列につながる。

【2次元検出器を利用したXRDラインプロファイル解析の特徴】

- ◆ 本研究の対象試料は切断により残留応力が解放 → 残留応力評価は不可
ただし・・・
- ◆ 高分解能、かつ短時間で、転位キャラクターの精密解析が可能

まとめ

- ◆ ラインプロファイル解析理論の進歩により、材料強度特性を議論できる転位キャラクター解析が可能となった。
- ◆ 実験室XRDラインプロファイル解析：試料表面の情報
- ◆ 放射光XRDラインプロファイル解析：
 - ・ 構造体内部の情報
 - ・ ハイスループットによるマッピング測定
 - ・ エネルギー分散型XRDでは残留応力の同時解析

※※※ ラインプロファイル解析の留意点 ※※※

- ✓ ピーク幅のみに着目せず、**ピークテールの形状を正確に再現することが重要。**
 - S/N、S/Bに応じた測定条件を設定すること。
- ✓ Williamson-Hall解析の勾配増加は必ずしも転位密度増加を意味しない。
 - 転位のスクリーン効果を念頭に入れること。