

格子ひずみ測定による残留応力評価のための新規な X 線の弾性率の決定手法の構築

大阪大学 産業科学研究所

准教授 多根 正和

(平成 27 年度 一般研究開発助成 AF-2015011)

キーワード：弾性率，マイクロメカニクス，集合組織

1. 研究の目的と背景

冷間加工等の塑性加工プロセスにより材料中に形成される残留応力は、破壊や疲労強度に大きな影響を与えるため、その正確な評価は加工プロセス条件を検討する上で極めて重要である。X 線応力測定法は、測定精度が高いことから最も広範に利用されている残留応力測定法である。X 線による残留応力評価には、X 線測定により得られる格子ひずみと残留応力とを結び付ける X 線の弾性率が必要となる(回折弾性率とも呼ばれる X 線の弾性率は、引張試験等で得られる機械的弾性率とは異なる)。

一般に X 線の弾性率は、等方的な多結晶材料を対象として測定されている。そのため、集合組織に起因した弾性異方性を有する多結晶材料に対して正確な残留応力を与えない。しかし、鉄鋼材料をはじめとする多くの金属材料においては、集合組織による弾性異方性を反映した X 線の弾性率は、ほとんど実測されていない。

実測によらずに集合組織による弾性異方性を反映した X 線の弾性率を得る方法として、モデル計算により X 線の弾性率を推定する方法が挙げられる。集合組織を反映した X 線の弾性率を力学モデルにより理論的に推定するためには、材料の単結晶弾性率の把握が不可欠である。しかし、実用的な金属材料においても、単結晶弾性率が実測されている合金組成および結晶構造は限定されている。この理由として、多くの合金組成および結晶構造において、単結晶育成が困難であることが挙げられる(単結晶育成に対する実験的な労力も、実測されている単結晶弾性率が限定されている要因であると考えられる)。

最近、Tane らは、集合組織を有する多結晶から単結晶の全弾性スティフネスを決定することができる inverse Voigt-Reuss-Hill (iVRH) 近似を提案した¹⁾。この方法を用いれば、単結晶育成が困難な材料においても、単結晶弾性率を決定することが可能である。しかし、iVRH 近似では、多結晶中の結晶粒間の弾性相互作用が正確にモデル化されていないため、強い弾性異方性を示す単結晶においてその決定精度が低下すると考えられる。さらに、iVRH 近似は、六方晶の弾性対称性を有する単結晶についてのみ構築されており、他の弾性対称性を有する単結晶弾性率を決定するための方法は構築されていない。したがって、より正確で汎用性の高い方法の開発が必要とされている。

本研究では、多結晶の弾性率から多結晶内の結晶粒の結晶配向性、結晶粒の形状および結晶粒間の弾性相互作用

用を考慮して単結晶の弾性率を決定することが可能な inverse Self-consistent (iSC) 近似を構築する。さらに、六方晶系材料以外の結晶構造に適用可能な iVRH 近似を構築する。加えて、iSC 近似および iVRH 近似を一方向凝固によって作製された純銅多結晶および押出加工を施した純 Mg 多結晶に適用し、その単結晶弾性率決定精度を結晶する。さらに、iSC 近似と Self-consistent 法を組み合わせた X 線の弾性率決定方法を構築する。

2. 実験方法

結晶成長方位 ($\langle 100 \rangle$) が凝固方向に配向した集合組織を有する多結晶銅 (DS-Cu) 試料を作製するために、純度 99.99 mass% の純銅の鋳塊を Ar 雰囲気下にて、カーボンるつぼ内で熔融させた。次に、熔融物を水冷銅を用いた冷却装置によって底面を冷却した鋳型に流し込み、一方向に凝固させた。また、純 Mg (99.9 mass%) の鋳塊に対して押出加工を施すことにより²⁾、多結晶 Mg 中に集合組織を形成させた。

硝酸、リン酸および酢酸を含む溶液を用いて DS-Cu 試料の表面をエッチングした。エッチング後の微細組織を光学顕微鏡 (Optiphot, Nikon Co., Ltd.) を用いて観察した。さらに、DS-Cu 試料に対して、一方向凝固によって形成された集合組織を、X 線極点図 (CuK α 線; Smart Lab および Ultima IV, Rigaku) を用いて解析した。

押出加工を施した純 Mg 試料の表面を、クロスセクションポリリッシャ (JEOL SM-09010) を用いて研磨した。研磨後の微細構造を Orientation imaging microscopy (TSL solution K.K. OIM Data Collection and Analysis Ver.6.1.3) を備えた走査型電子顕微鏡 (JEOL 7001FTY) を用いて観察し、電子後方散乱電子回折 (EBSD) パターンを得た。また、試料の広い範囲における結晶方位分布を調べるために、押出加工によって形成された集合組織を、X 線極点図を用いて解析した。X 線極点図の測定は、押出加工を施した純 Mg の押出方向に平行および垂直な断面に対して実施された。

弾性率測定のために、約 $8 \times 8 \times 8$ および $4 \times 4 \times 4$ mm³ の寸法を有する立方体試料を、放電加工機を用いて DS-Cu 試料および押出加工を施した多結晶 Mg 試料からそれぞれ切り出した。得られた多結晶試料の弾性率の全ての独立な成分 c_{ij} を、室温下で超音波共鳴法 (RUS 法)³⁾ に電磁超音波共鳴法 (EMAR 法)⁴⁾ と組み合わせた方法を用いて測定した。ここで、RUS 法による解析では、立方体試料

の共鳴周波数から弾性率の c_{ij} 成分が決定される。EMAR 法は RUS 法によって測定された共鳴ピークの振動モードを同定するために使用された。このモード同定は、多結晶試料の全ての独立な弾性率成分を高精度に決定するために非常に重要であった。

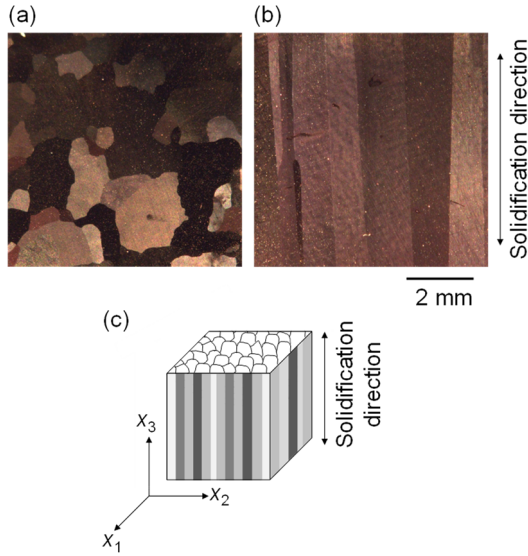


図 1: 凝固方向に(a)垂直および(b)平行な断面に対して観察した DS-Cu 試料の微細組織の光学顕微鏡写真。 (c) DS-Cu 試料の微細組織の模式図および試料座標系。 Reprinted from Ref. 5 with permission.

3. 実験結果

図 1 に凝固方向に(a)垂直および(b)平行な断面に対して観察された DS-Cu 試料の微細組織の光学顕微鏡写真を示す。図 1(a) では結晶粒は等方的であり、図 1(b)では、凝固方向に伸長している。これは、一方向凝固によって凝固方向に沿って成長したロッド状の結晶が形成されたことを示している。結晶粒の凝固方向の長さが立方体試料の辺の長さよりも大きい場合、結晶粒の形状を回転楕円体で近似した場合、アスペクト比 a_3 / a_1 は ∞ である。

図 2 に押出加工を施した純 Mg 試料 (EXTR-Mg) の押出方向 (Extrusion direction: ED) に(a)垂直および(b)平行な断面における EBSD パターンから得られる逆極点図マップを示す。図 2(a)においては、 $\langle 10\bar{1}0 \rangle$ および $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ 方位が主に観察された。これは、これらの 2 方向が押出方向に配向していることを意味する。これに対応して、図 2(b) に示す押出方向に平行な断面では、 $[0001]$ 方位が多く観察された。両方の断面において、結晶粒の形状は等方的であり、等軸粒が押出加工によって形成されたことがわかる。

押出加工を施した純 Mg 試料における詳細な結晶粒の形状を EBSD パターンから評価した。図 2(b)に示す押出方向に平行な断面において、結晶粒の形状を回転楕円体で近似し、長軸と短軸の比であるアスペクト比および長軸の方位分布を解析した。その結果、アスペクト比の平均値は 1.8 であり、長軸の方位がランダムに配向していること

が明らかになった。

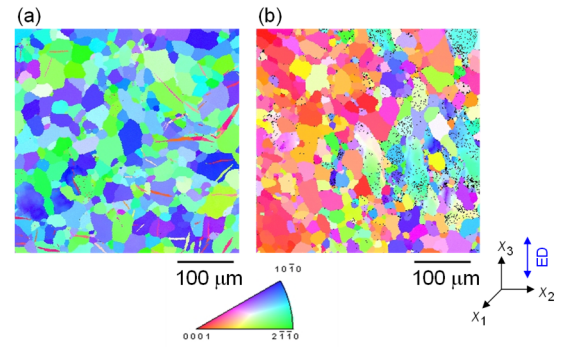


図 2: 押出加工を施した純 Mg 試料 (EXTR-Mg) の押出方向 (Extrusion direction: ED) に(a)垂直および(b)平行な断面の逆極点図マップ。 Reprinted from Ref. 5 with permission.

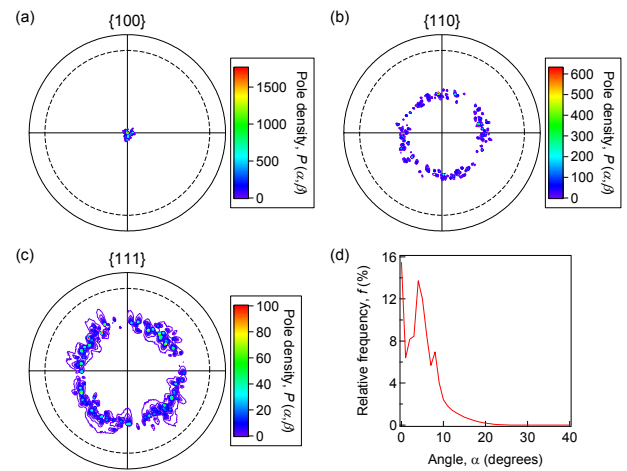


図 3: 凝固方向に垂直な断面に対して測定した DS-Cu 試料の(a){100}、(b){110}および(c){111}極点図⁵⁾。(d) 天頂角 α に対してプロットした DS-Cu 試料における $\langle 100 \rangle$ の頻度分布。 Reprinted from Ref. 5 with permission.

図 3(a)に、凝固方向に垂直な断面に対して測定した DS-Cu 試料の $\{100\}$ 極点図を示す。極点図におけるオイラー角の N 極は、凝固方向に平行な方向に存在し、極点図の中心に位置している。 α と β はそれぞれオイラー角における天頂角と方位角を表す。X 線強度は、角度 α および β に対して 1° 間隔で測定されている。図 3(a)の $\alpha=0^\circ$ (極点の中心) に極密度が集中して分布しており、 $\langle 100 \rangle$ が凝固方向に強く配向していることがわかる。図 3(b)および(c)の $\{110\}$ および $\{111\}$ 極点図に示すように、凝固方向回りの回転 (方位角 β による回転) に関して、 $\alpha \sim 45^\circ$ もしくは $\alpha \sim 55^\circ$ における極密度は、各極点図においてほぼ等方的に分布している。これらの結果は、DS-Cu 試料中に柱状晶組織 (Fiber texture) が形成されていることを示している。

凝固方向に配向した $\langle 100 \rangle$ の方位分布をより詳細に調べるために、 $\langle 100 \rangle$ の相対頻度を角度 α に対して計算した。その結果を図 3(d)に示す。相対頻度は $\alpha=0 \sim 25^\circ$ に局在し、これは $\langle 100 \rangle$ が凝固方向に強く配向していることを意味

する。

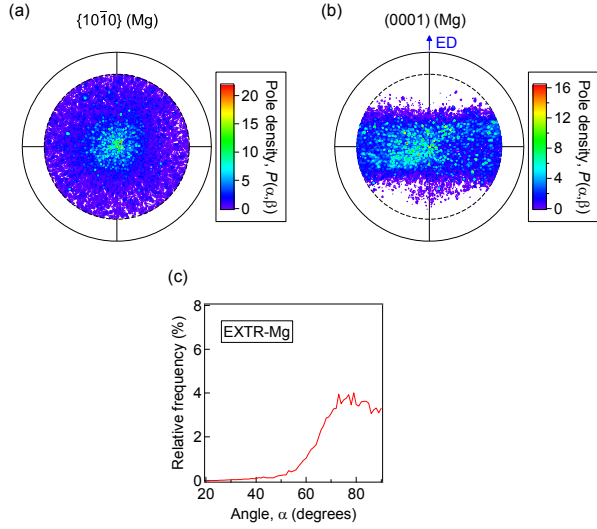


図 4: (a)押出方向 (ED) に垂直な断面に対して測定した純 Mg 試料の $\{10\bar{1}0\}$ 極点図. (b) 押出方向に平行な断面に対して測定した純 Mg 試料の $\{10\bar{1}0\}$ 極点図. (c) 天頂角 α に対してプロットした押出加工を施した純 Mg 試料の $[0001]$ 方位の頻度分布. Reprinted from Ref. 5 with permission.

図 4(a)に押出方向 (ED) に垂直な断面に対して測定した押出加工を施した純 Mg 試料の $\{10\bar{1}0\}$ 極点図を示す。ここで、オイラー角の N 極は押出方向と平行な方向に位置する。図 4(a)から、 $\{10\bar{1}0\}$ 方位が、押出方向に弱く配向していることがわかる。また、 $\{10\bar{1}0\}$ 方位は、押出方向周りの回転に関して等方的に分布していることがわかる。図 4(b)に押出方向に平行な断面に対して測定した (0001) 極点図を示す。ここで、押出方向に平行な方向に位置するオイラー角の N 極は極点図の上部に位置している。図 4(b)において、 $[0001]$ 方位は押出方向に垂直な面の近くに分布している。具体的には、図 4(c)の $[0001]$ 方位の頻度分布に示すように、 $[0001]$ 方位は主に $\alpha \geq 50^\circ$ の方向に分布している。これらの結果は、純 Mg 試料中に押出加工により繊維状集合組織 (Fiber texture) が形成されたことを示している。

$\langle 100 \rangle$ が凝固方向に強く配向した集合組織を反映し、巨視的には弱い斜方晶系の弾性対称性を有する DS-Cu 試料の全ての独立な弾性スティフネスを RUS 法と EMAR 法を組み合わせた手法を用いて測定した。さらに、Voigt-Reuss-Hill 近似および Self-consistent 法を用いて、斜方晶系の弾性スティフネスから、凝固方向 (x_3 方向) を 6 回回転軸とする六方晶系の弾性スティフネス (c_{11} , c_{33} , c_{13} , c_{44} , c_{66}) を算出した。

押出し加工を施した純 Mg 試料においては、RUS 法と EMAR 法を組み合わせる手法を用いて、押出方向を 6 回回転軸とした六方晶系の弾性スティフネスの全成分を測定した。

4. 多結晶試料から単結晶弾性率を決定する方法の構築

4.1 inverse Voigt-Reuss-Hill 近似

多結晶体の弾性率から六方晶系以外の結晶構造の単結晶弾性率を決定するため手法である iVRH 近似を新たに構築するにあたり、まず初めに、単結晶弾性率から多結晶弾性率を推定する方法について説明する。単結晶の全ての独立な弾性スティフネスの成分が既知であれば、それらの値と多結晶体を構成する結晶の配向分布の情報から、多結晶体の巨視的な弾性スティフネスを計算することができる。この計算のための手法として Voigt-Reuss-Hill 近似が知られている。iVRH 近似は Voigt-Reuss-Hill 近似をベースとした手法であり、VRH 近似とは逆に多結晶体の弾性スティフネスから単結晶の弾性スティフネスを推定する。

次に、iVRH 近似のベースとなる Voigt 近似の詳細について説明する。応力負荷により、多結晶体を構成する結晶粒に均一なひずみが発生すると仮定 (近似) すると、多結晶の巨視的な弾性スティフネステンソル $C_{ijkl}^{(V)}$ は、単結晶の弾性スティフネステンソル C_{ijkl}^{sc} と結晶配向分布 $f(\alpha, \beta, \phi)$ を用いて、次式で与えられる⁵⁾：

$$C_{ijkl}^{(V)} = \frac{1}{8\pi^2} \int_0^\pi \int_0^{2\pi} \int_0^{2\pi} f(\alpha, \beta, \phi) C_{ijkl}^{sc'}(\alpha, \beta, \phi) \sin \alpha d\alpha d\beta d\phi. \quad (1)$$

ここで、 $C_{ijkl}^{sc'}(\alpha, \beta, \phi)$ は結晶粒の座標系 x' と単結晶の座標系 x との間のオイラー角 α , β および ϕ により、単結晶の弾性スティフネステンソル C_{ijkl}^{sc} を結晶粒の座標系に座標変換した結晶粒 (単結晶) の弾性スティフネスである。式(1)における結晶配向分布 $f(\alpha, \beta, \phi)$ には次式が成立する：

$$\frac{1}{8\pi^2} \int_0^\pi \int_0^{2\pi} \int_0^{2\pi} f(\alpha, \beta, \phi) \sin \alpha d\alpha d\beta d\phi = 1. \quad (2)$$

inverse Voigt (iVoigt) 近似では、単結晶の弾性スティフネス $C_{ijkl}^{sc(V)}$ を未知数として計算される多結晶の弾性スティフネス $C_{ijkl}^{(V)}$ と多結晶の弾性スティフネスの実験値 $C_{ijkl}^{(meas)}$ との差

$$F_{sc}(C_{ijkl}^{sc(V)}) = \sum_{ijkl} \left\{ \frac{C_{ijkl}^{(V)} - C_{ijkl}^{(meas)}}{C_{ijkl}^{(meas)}} \right\}^2, \quad (3)$$

を最小化する単結晶弾性率 $C_{ijkl}^{sc(V)}$ を決定する⁵⁾。ここで、総和(summation)は斜方晶系弾性体の 9 個の独立な弾性スティフネステンソルに適用される。

Reuss 近似においては、多結晶へのひずみの負荷により、それを構成する結晶粒に均一な応力が発生すると仮定 (近似) すると、多結晶体の巨視的な弾性コンプライアンステンソル $S_{ijkl}^{(R)}$ は、単結晶の弾性コンプライアンスと結晶配向分布を用いて、次式で与えられる⁵⁾：

$$S_{ijkl}^{(R)} = \frac{1}{8\pi^2} \int_0^\pi \int_0^{2\pi} \int_0^{2\pi} f(\alpha, \beta, \phi) S_{ijkl}^{sc'}(\alpha, \beta, \phi) \sin \alpha d\alpha d\beta d\phi.$$

(4)

多結晶の弾性スティフネス $C_{ijkl}^{pc(R)}$ は、弾性コンプライアンス $S_{ijkl}^{pc(R)}$ を用いて計算される。

inverse Reuss (iReuss) 近似では、iVoigt 近似の場合と同様に、Reuss 近似によって得られる多結晶の弾性スティフネス $C_{ijkl}^{pc(R)}$ と多結晶の弾性スティフネスの実験値 $C_{ijkl}^{pc(meas)}$ との差が最小となるように、単結晶の弾性スティフネス $C_{ijkl}^{sc(R)}$ を決定する。

iVRH においては、単結晶の弾性スティフネスは iVoigt 近似と iReuss 近似の平均値によって与えられる。

$$C_{ijkl}^{sc(H)} = \frac{C_{ijkl}^{sc(V)} + C_{ijkl}^{sc(R)}}{2}. \quad (5)$$

式(1)～式(5)は六方晶系以外の単結晶に適用可能である。実際に、iVRH 近似を用いて単結晶の弾性スティフネスを決定するためには、集合組織を反映した多結晶の独立な弾性スティフネスの数が単結晶の独立な弾性スティフネスの数と等しいか、それより大きい必要がある。

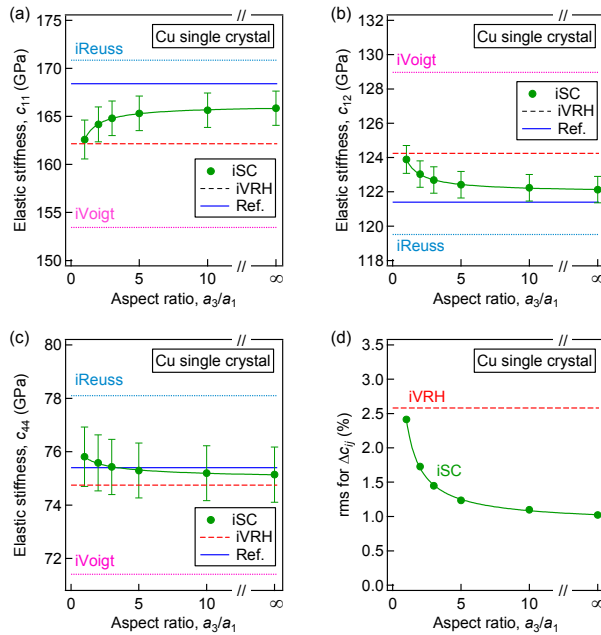


図 5: iSC 近似および iVRH 近似によって得られた単結晶銅の弾性スティフネス: (a) c_{11} , (b) c_{12} および (c) c_{44} ⁵⁾. iSC 近似では、多結晶内の銅結晶粒の形状を、アスペクト比 a_3/a_1 を 1, 2, 3, 5, 10 もしくは ∞ とする回転楕円体に近似した。比較として、単結晶銅試料を用いて直接的に測定された弾性スティフネスの文献値(Ref.)⁶⁾と iVoigt 近似および iReuss 近似によって得られた弾性スティフネスを図中に示す。 (d) iSC 近似と文献値⁶⁾の弾性スティフネスの差の二乗平均平方根 (rms) 値および iVRH 近似と文献値の差の rms 値。Reprinted form Ref. 5 with permission.

4・2 inverse Self-consistent 近似

本研究において新たに考案した多結晶の弾性率から多

結晶内の結晶粒の配向分布、結晶粒の形状および結晶粒間の弾性相互作用を考慮して単結晶の弾性率を決定することが可能な iSC 近似について説明する。

単結晶弾性率を用いて多結晶弾性率を計算する Self-consistent 法では、多結晶の弾性スティフネスの行列表記 (C^{pc}) は次式で与えられる ^{5,8)}:

$$C^{pc} = \langle C^{sc(i)} A^{(i)} \rangle \langle A^{(i)} \rangle^{-1}. \quad (6)$$

ここで、 $C^{sc(i)}$ は単結晶の弾性スティフネス C^{sc} をオイラ一角 α , β および ϕ によって結晶粒の座標系に座標変換した結晶粒 (単結晶) の弾性スティフネスである。Eshelby の等価介在物理論⁹⁾により、式(6)における $A^{(i)}$ は次式で与えられる:

$$A^{(i)} = [I + S^{(i)}(C^{pc})^{-1}(C^{sc(i)} - C^{pc})]^{-1}. \quad (7)$$

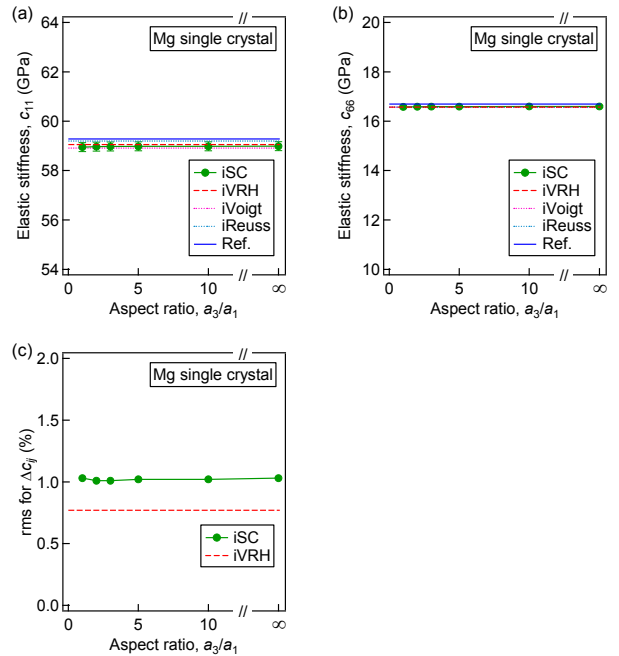


図 6: iSC 近似および iVRH 近似によって得られた単結晶 Mg の弾性スティフネス: (a) c_{11} および (b) c_{66} ⁵⁾. iSC 近似では、多結晶内の Mg 結晶粒の形状を、アスペクト比 a_3/a_1 を 1, 2, 3, 5, 10 もしくは ∞ とする回転楕円体に近似した。比較として、単結晶 Mg 試料を用いて直接的に測定された弾性スティフネスの文献値(Ref.)⁷⁾と iVoigt 近似および iReuss 近似によって得られた弾性スティフネスを図中に示す。プロットおよびエラーバーはそれぞれ 4 個の測定値から得られた平均値と標準偏差を表す。 (c) iSC 近似と文献値⁷⁾の弾性スティフネスの差の rms 値および iVRH 近似と文献値の差の rms 値。Reprinted form Ref. 5 with permission.

ここで、 I は単位行列であり、 $S^{(i)}$ は多結晶の弾性スティフネス C^{pc} と楕円体に近似された結晶粒のアスペクト比に依存する Eshelby テンソルの行列表記である。 $\langle X \rangle$ は多

結晶を構成する結晶粒の結晶配向分布 $f(\alpha, \beta, \phi)$ を考慮した行列 $\mathbf{X}$ の配向平均である。多結晶の弾性スティフネス $\mathbf{C}^{\text{pc}}$ を得るためには、Self-consistent 計算によって式(6)および式(7)を満足する $\mathbf{C}^{\text{pc}}$ を決定する。単結晶の弾性異方性が弱い場合には、多結晶弾性率は結晶粒形状にほとんど依存しないが、単結晶の弾性異方性が強い場合、多結晶弾性率は結晶粒形状に影響を受けるため、Self-consistent 法を用いた計算が有効である。

iSC 近似においては、式(6)において計算された多結晶の弾性スティフネス c_{ij}^{pc} とその実験値 $c_{ij}^{\text{pc(meas)}}$ との差を最小化するように、単結晶の弾性スティフネス $\mathbf{c}^{\text{sc}}$ を決定する。iSC 近似を用いて、単結晶の弾性スティフネスを決定するためには、iVRH 近似の場合と同様に、多結晶の独立な弾性スティフネスの数が単結晶の独立な弾性スティフネスの数と等しいか、それより大きい必要がある。

4・3 inverse Self-consistent 近似および inverse Voigt-Reuss-Hill 近似の単結晶弾性率決定精度の検証

図 5(a)に iSC 近似および iVRH 近似によって得られた単結晶銅の弾性スティフネス c_{11} を示す。iSC 近似においては、多結晶内の銅結晶粒の形状を、アスペクト比 a_3/a_1 を 1, 2, 3, 5, 10 もしくは ∞ とする回転楕円体に近似した。プロットおよびエラーバーはそれぞれ 11 個の測定値から得られた平均値と標準偏差を表す。比較として、単結晶銅試料を用いて直接的に得られた弾性スティフネスの文献値 (Ref.)⁶⁾と iVoigt 近似および iReuss 近似によって得られた弾性スティフネスを示す。iSC 近似によって得られた c_{11} は、アスペクト比 a_3/a_1 の増加に伴って増加し、文献値との差はアスペクト比 ∞ を仮定した場合に最も小さい。 c_{12} においても、図 5(b)に示すように、文献値(Ref.)と iSC 近似との差は a_3/a_1 の増加に伴って減少する。これは、図 1 に示す多結晶銅 (DS-Cu) の結晶粒の形状に対応したアスペクト比において、最も精度良く弾性スティフネスを決定可能であることを意味する。図 5(c)に示すように、 c_{44} における文献値(Ref.)と iSC 近似との差は a_3/a_1 に依存せず非常に小さい。

ここで、iVRH 近似に着目すると、図 5(a-c)に示すように、全ての弾性スティフネスの成分において iVRH 近似と文献値との差は、iSC 近似と文献値との差よりも大きい。これは、単結晶銅の弾性スティフネスの決定において、iVRH 近似よりも本研究において構築した iSC 近似の方が優れていることを意味する。図 5(d)に iSC 近似および iVRH 近似により得られた単結晶銅の弾性スティフネスと文献値⁶⁾との差の二乗平均平方根(rms)値を示す。iSC 近似における rms 値は、アスペクト比の増加に伴って減少し、すべてのアスペクト比において iVRH 近似の rms 値よりも小さい。これも iSC 近似の優位性を示す結果である。また、iSC 近似において、アスペクト比 ∞ での rms 値は 1%程度であり、非常に高い精度で単結晶弾性率を決定可能であることがわかる。

ここで、iSC 近似の優位性について、単結晶の弾性異方性を反映した多結晶内の弾性不均質性に着目して考察する。多結晶内の弾性不均質性を評価するにあたり、iVoigt 近似と iReuss 近似との差に着目する。図 5(a-c)に示すように iVoigt 近似と iReuss 近似によって計算される c_{ij} の値の差は、大きい。Voigt 近似と Reuss 近似との間の差は、多結晶体内の弾性不均質性の増加に伴って増加することから、iVoigt 近似と iReuss 近似との差は多結晶銅 (DS-Cu) 中の弾性不均質性が強いことを意味している。この弾性不均質性により、結晶粒間に強い弾性相互作用が働く。このため、多結晶銅の弾性スティフネスは結晶粒の形状に影響を受け、結果的に、結晶粒のアスペクト比は単結晶の弾性スティフネスの決定に影響を与える。iSC 近似では、このような結晶粒の形状を反映した結晶粒間の弾性相互作用を考慮することができるが、iVRH 近似では、弾性相互作用は考慮されない。そのため、単結晶の弾性異方性を反映し、弾性不均質性の強い多結晶銅に対しては、iVRH 近似と比較して iSC 近似の方が有効である。

iSC 近似および iVRH 近似によって得られた単結晶 Mg の弾性スティフネス c_{11} を図 6(a)に示す。比較として、単結晶 Mg 試料を用いて直接的に測定された弾性スティフネスの文献値(Ref.)⁷⁾と iVoigt 近似および iReuss 近似によって得られた弾性スティフネスを図中に示す。iSC 近似によって得られた c_{11} は、アスペクト比 a_3/a_1 にほとんど依存せず、全てのアスペクト比において文献値と非常に良く一致する。このことは、図 6(b)に示すように、 c_{66} においても同様であり、アスペクト比の考慮は単結晶弾性率にほとんど影響を与えない。また、iVRH 近似に着目すると、図 6(a)および(b)に示すように、全ての弾性スティフネスの成分において iVRH 近似と文献値との差は非常に小さい。

iSC 近似および iVRH 近似によって得られた単結晶 Mg の弾性スティフネスと文献値⁷⁾との差の rms 値を図 6(c)に示す。iSC 近似における rms 値は、アスペクト比にほとんど依存せず、iVRH 近似の rms 値とほぼ同様である。両近似法の rms 値は 1%程度であり、高い精度で単結晶弾性率を決定可能であることがわかる。このように、単結晶 Mg の場合においては、多結晶銅の場合とは異なり、iSC 近似と iVRH 近似の間に単結晶弾性率の決定精度に大きな差はない。

純 Mg 単結晶の弾性スティフネスの決定において、iSC 近似と iVRH 近似との差が小さいことに対して、多結晶 Mg の弾性不均質性に着目して考察する。図 6(a)および(b)に示すように、単結晶銅の場合とは異なり、iVoigt 近似と iReuss 近似によって計算される c_{ij} の値の差は、極めて小さい。これは、多結晶銅と比較して、単結晶の弾性異方性に起因した多結晶 Mg 内の弾性不均質性が極めて小さいことを意味している。この弾性的な均質性により、結晶粒間の弾性相互作用が小さい。このため、iSC 近似において、結晶粒のアスペクト比は単結晶の弾性率の決定に影響を与えない。このように、単結晶の弾性異方性が弱く、多結

晶の弾性不均質性が小さい多結晶においては, iSC 近似よりも計算が簡便な iVRH 近似を用いても, 非常に高い精度で単結晶弾性率を決定することが可能である。

5. inverse Self-consistent 近似と Self-consistent 法を組み合わせた X 線の弾性率決定法の構築

iSC 近似と Self-consistent 法を組み合わせた新規な X 線の弾性率決定法について説明する。新たに構築した iSC 近似を用いれば, 単結晶弾性率が実測されていない材料においても, 集合組織を有する多結晶材料の弾性特性を解析することより, 単結晶弾性率を決定することが可能である。得られた単結晶弾性率と式(6)および式(7)の Self-consistent 法を用いれば, 試料の座標系に対してオイラー α および β で定義される X 線回折装置(L)の座標系において, 任意の集合組織に対する多結晶の弾性スティフネス C_{ijkl}^L を計算することが可能である。得られた多結晶の弾性スティフネス C_{ijkl}^L を用いて計算される多結晶の弾性コンプライアンス S_{ijkl}^L を用いれば, 多結晶内の残留応力 $\langle \sigma_{ij}^L \rangle$ と残留ひずみ $\langle \epsilon_{ij}^L \rangle$ との関係:

$$\langle \epsilon_{ij}^L \rangle = S_{ijkl}^L \langle \sigma_{kl}^L \rangle, \quad (8)$$

を得ることができる。ここで, オイラー α および β で定義される X 線回折装置の座標系の x_3' 方向に hkl 面が存在するある結晶粒 m について考える。結晶粒内の x_3' 方向の垂直ひずみは,

$$\epsilon_{33}^{L(m)} = A_{33kl}^{L(m)} \langle \epsilon_{kl}^L \rangle, \quad (9)$$

で与えられる。ここで, $A_{33kl}^{L(m)}$ は Eshelby の等価介在物理論に基づき, 式(7)を用いて計算される。 x_3' 方向に hkl 面が存在するすべての結晶粒について平均化を行うと, 結晶粒内のひずみの平均値は次式で与えられる:

$$\{\epsilon_{33}^{L(m)}\} = \{A_{33kl}^{L(m)} \langle \epsilon_{kl}^L \rangle\} = \{A_{33kl}^{L(m)}\} \langle \epsilon_{kl}^L \rangle. \quad (10)$$

式(10)に式(8)を代入すると, 多結晶内の残留応力 $\langle \sigma_{ij}^L \rangle$ と X 線回折法によって測定される x_3' 方向の垂直ひずみとの間の関係式を得る:

$$\{\epsilon_{33}^{L(m)}\} = \{A_{33ij}^{L(m)} S_{ijkl}^L \langle \sigma_{kl}^L \rangle\} = \{A_{33ij}^{L(m)}\} S_{ijkl}^L \langle \sigma_{kl}^L \rangle. \quad (11)$$

多結晶内の残留応力 $\langle \sigma_{ij}^L \rangle$ を試料の座標系の残留応力 $\langle \sigma_{ij}^s \rangle$ に座標変換することにより, 次式を得る:

$$\{\epsilon_{33}^{L(m)}\} = \{A_{33ij}^{L(m)} S_{ijmn}^L \Omega_{mk} \Omega_{nl} \langle \sigma_{kl}^s \rangle\} = \{A_{33ij}^{L(m)}\} S_{ijmn}^L \Omega_{mk} \Omega_{nl} \langle \sigma_{kl}^s \rangle. \quad (12)$$

Ω_{mk} は残留応力を X 線回折装置(L)の座標系から試料座標系に変換するための変換テンソルである。ここで, 式(12)が多結晶試料内の残留応力と X 線回折法によって計測されるひずみとの間をつなぐ X 線の弾性率を表わす。上記に示すように, iSC 近似と Self-consistent 法を組み合わせることにより, 単結晶弾性率が実測されていない集合組織を有する多結晶材料に対しても, 集合組織を反映した弾性異方性を考慮して X 線の弾性率を計算することが本研究により可能となった。

6. まとめ

本研究において, 多結晶の弾性率から多結晶内の結晶粒の結晶配向性, 結晶粒の形状および結晶粒間の弾性相互作用を考慮して単結晶の弾性率を決定することが可能な SC 近似の構築をおこなった。さらに, 従来の iVRH 近似を発展させ, 六方晶系以外の結晶構造を有する単結晶の弾性率の決定にも適用可能な iVRH 近似の構築を行った。加えて, iSC 近似および iVRH 近似を一方向凝固によって作製された純銅多結晶および押出加工を施した純 Mg 多結晶に適用し, 単結晶弾性率の決定精度を明らかにすることで, 構築した手法の有効性を実証した。さらに, 新たに考案した iSC 近似と Self-consistent 法を組み合わせることにより, 単結晶弾性率が実測されていない単結晶で構成された集合組織を有する多結晶材料に対して X 線の弾性率を決定する方法を構築した。

謝 辞

本研究は, 公益財団法人天田財団平成 27 年度一般研究開発助成により遂行されたものであり, ここに深く感謝の意を表します。

参考文献

- 1) M. Tane, Y. Nagai, H. Kimizuka, K. Hagihara, Y. Kawamura, Acta Mater. 61 (2013) 6338-6351.
- 2) T. Mayama, M. Noda, R. Chiba, M. Kuroda, Int. J. Plast. 27 (2011) 1916-1935.
- 3) I. Ohno, J. Phys. Earth 24 (1976) 355-379.
- 4) H. Ogi, H. Ledbetter, S. Kim, M. Hirao, J. Acoust. Soc. Am. 106 (1999) 660-665.
- 5) M. Tane, K. Yamori, T. Sekino, T. Mayama, Acta Mater. 122 (2017) 236-251.
- 6) R.F.S. Hearmon, Adv. Phys. 5 (1956) 323-382.
- 7) S. Eros, C.S. Smith, Acta Metall. 9 (1961) 14-22.
- 8) L.J. Walpole, J. Mech. Phys. Solids 17 (1969) 235-251.
- 9) J.D. Eshelby, Proc. R. Soc. Lond. A 241 (1957) 376-396.