中性子回折法による金属ガラスの変形挙動評価

原子力機構	○鈴木裕士	東北大学	才田淳治
日鐵テクノ	今福宗行	日産アーク	佐藤成男

Evaluation of deformation behavior on Metallic Glass by Neutron diffraction Hiroshi SUZUKI, Junji SAIDA, Muneyuki IMAFUKU and Shigeo SATO

1緒 言

中性子回折やX線回折法による残留応力測定は,多結 晶や単結晶などの結晶材料には適用できるが,非晶質材 への適用は困難とされてきた.最近では,放射光X線に よりハローパターンを測定し,その情報から得られた動 径分布曲線より引張変形に伴う局所構造変化を評価し, その結果からひずみ変化を求める Direct space method や,第一ハローの位置変化からひずみ変化を求める Q-space method が報告されている¹⁾.中性子回折法で も同様な方法により非晶質材のひずみ状態を評価する ことが可能と考えられる.そこで本研究では,非晶質材 であるモノリシックな金属ガラスを用いて,単軸引張負 荷時における中性子ひずみ測定の可能性を検討した.

2 実験方法

試料は Zrs5Al10Ni5Cu30 四元系金属ガラスとした. 試 験片直径は 2mm,長さは約 40mm で両端 10mm をネジ 加工した. 中性子回折実験は,日本原子力研究開発機構 の JRR-3 ガイドホールに設置された残留応力解析用中 性子回折装置 (RESA)を用いた.スリットサイズを入 射側,検出器側ともに 10mm×15mm とし,スリットー 試料間距離を約 70mm とした.中性子の検出器前には 20'のコリメータを設置している.中性子の波長は,シリ コンの標準粉末を用いて測定した結果,約 0.2073nm で あった.本測定では,単軸負荷に伴う第一ハローのピー ク位置変化を測定し,Q-space method によるひずみ測 定の可能性を検討した.なお,回折角度は第一ハローの 46°から 70°までを次式で示されるピーク関数でフィッ ティングすることにより求めた.

 $y = y_0 + A \exp(-\exp(-z) - z + 1)$ (1)

 $z = (x - x_c)/w$

ここで、x。はピーク位置、Aはバックグラウンドを差し 引いた強度、ynはバックグラウンド強度を示している. 試験片の巨視的なひずみ変化は、試験片中央部に貼付し たひずみゲージにより測定した.負荷条件は、0、120、 240、360、480MPa の5段階とした.事前に本試験片 のヤング率を測定した結果、約78GPa であり、負荷除 荷過程において線形的な変化を示した.

3 実験結果および考察

Fig.1に RESA で測定した第一ハローのプロファイル を示す.得られる第一ハローのピーク幅は半価幅で約 10°であり、このハローピークについて 0.1°以下のピー ク位置変化を正確に測定する必要がある.ピークトップ の強度が 400 カウントになるように、プロファイルの一 点の測定時間を10分に設定して1°間隔で測定した場合、 8回の繰り返し測定におけるピーク位置のばらつきは最 大最小差で±0.1°以上である.ひずみで考えれば±0.0018 の精度となる.第一ハローの変化は、負荷応力 120MPa に対して 0.1°以下と予想されるため, 前述の条件では精 度の高い測定は困難である.そこで、統計精度を上げる ために,最大強度が約400カウントとなるプロファイル を6回(無負荷のときのみ8回)繰り返して測定し、そ れらを合計することで 2000 カウント以上のプロファイ ルを得た. その結果, 無負荷状態におけるピーク位置の ばらつきは最大最小差で±0.025°以下となった. Fig.2 に 各負荷における第一ハローのプロファイル(相対強度) を示す.負荷によらず第一ハローの形状はほぼ等しいが, 20=60°の位置に注目すると回折強度が徐々に増加する 傾向が確認できる、これは、ひずみゲージからの回折が 負荷の増加に伴ってピークシフトしているためであり,







Fig.2 Change of 1st halo peak profiles with respect to the applied stress.



Fig.3 Changes in average Q value in two cases.



Fig.4 Change in average Q value without maximum and minimum Q values obtained from the 1st halo peak with approximately 400 counts.

金属ガラスの構造変化とは直接関係がない.次に、負荷 と Q (=4πsinθ/λ) 値の関係を Fig.3 に示す. 前述したよ うに、20=60°周辺の回折強度はひずみゲージからの回折 の影響を受けるため、20=60±1°の強度データを除いて式 (1)によりフィッティングすることで Q 変化を評価し た(Fig.3 の〇). その結果, 無負荷から 120MPa まで の Q 変化がやや大きいために, 負荷応力変化に対する線 形性は見られなかった. この要因は、120MPa における 第一ハローの形状にあると考えられる. Fig.2 からも明 らかなように、120MPa のプロファイルのみ 20=51°に 最大強度があり(他は 20=52°), これが原因となって低 Q.側に引っ張られている可能性がある.この問題は、プ ロファイルの統計不足が要因の可能性もあるが、6回の 繰り返し測定で得られた全てのプロファイルにおいて, 20=51°に最大強度が認められたことから、負荷応力 120MPaにおいて、何らかの構造変化が生じている可能 性も考えられる. そこで, 20=60±1°に加えて 51°の強度 データも除いて式(1)でフィッティングした結果,0, 240, 360, 480MPaのQは変化しないが、120MPaに おけるQ値は高Q側にシフトした(Fig.3の●).120MPa 以外の負荷における Q 値に変化が無かったことを考え れば、20=51°の散乱強度が 120MPa における回折角決

定精度に影響を及ぼしていたと推測される.このように, 一般的な回折ピークに比べると第一ハローのピーク幅 は広いために、ピーク形状のわずかな変化がピーク位置 の決定精度に大きな影響を及ぼす.次に、240MPaを境 に非線形挙動を示す原因を検討した.測定した6回(あ るいは8回)分のプロファイルのQ値を求め,それらの Q 値を負荷ごとにプロットした結果を Fig.4 に示す. ±1.5°程度のばらつきの幅が見られるが,負荷が増加する に従いQ値が低下している傾向が明らかに確認できる. 負荷応力が 240MPa では,他と大きく外れた値が確認さ れたため、6回(あるいは8回)分のピーク位置のうち 最大値と最小値を差し引いて平均化すると、■で示され た変化のように 500MPa までほぼ線形的は変化をして いる様子が確認できた. Fig.3 では、240MPa のときの 外れ値も含んで全ての値で平均化していたために, 240MPaを境に非線形挙動を示したが、その外れ値が悪 影響を及ぼしていたとすれば、Fig.4 に■で示した変化 や、±1.5°のバンドで示した変化のように、500MPa ま で負荷に対して線形的に変化すると判断できる. このと きのヤング率を求めると約 99GPa であり、機械的なヤ ング率 78GPa に比べると 3 割程度大きい. Poulsen ら は、放射光から得られる高エネルギーX線を用いて, Mg60Cu30Y10三元系金属ガラスの圧縮変形挙動を,第一 ハローのQ値変化から評価しているが、そのときのヤン グ率は機械的ヤング率(69GPa)とほぼ等しい 64GPa と報告しており、本結果とはやや異なる結果であった 1). 本結果と Poulsen らの結果の違いが,材料の違いによる 本質的なものなのか、測定精度による統計・系統誤差的 なものなのかを明らかにするため、本研究において得ら れた結果の妥当性を今後評価する必要がある.

以上のように、第一ハローのピーク強度を稼ぐだけで なく、考えられる誤差要因をできるかぎり取り除くこと で、負荷応力に対してQ値が線形的に変化する様子を確 認することができた、今後は本結果の再現性を確認する ことで、得られた結果の妥当性を評価する必要がある.

4 結 言

Q-space method によるひずみ測定では、ピーク強度 を十分に稼ぐことで統計精度を向上させることが必要 となる.最大強度が 400 カウント以上のピークを6回か ら8回測定し、それらから得られるQ値の最大値と最小 値を差し引いて平均化したQ値からひずみ変化挙動を 評価した結果、負荷応力 500MPaまでほぼ線形的なひず み変化をすることが確認できた.このように、中性子回 折法においても、Q-space method により、金属ガラス の変形挙動を評価できる可能性のあることを明らかと した.今後は本結果の再現性を確認することで、得られ た結果の妥当性を評価する必要がある.

参考文献

 H. Poulsen, J. Wert, J. Neuefeind, V. Honkimaki and M. Daymond, Nature Materials, 4, 33 (2005).