

二相ステンレス鋼の 4D 延性破壊挙動 4D Ductile Fracture Behavior in Duplex Stainless Steel

戸田 裕之^a, 富里 福東^a, 原崎 諒^a, 徐 道源^a, 小林 正和^a, 谷山 明^b, 橋本 保^c, 上杉 健太郎^c
Hiroyuki Toda^a, Fukuto Tomizato^a, Ryo Harasaki^a, Dowon Seo^a, Masakazu Kobayashi^a, Akira Taniyama^b,
Tamotsu Hashimoto^c, Kentaro Uesugi^c

^a豊橋技術科学大学, ^b新日鉄住金株式会社, ^c(公財)高輝度光科学研究センター
^aToyohashi University of Technology, ^bNippon Steel & Sumitomo Metal Corporation, ^cJASRI

鉄鋼材料の二相組織の密度差は非常に小さく、X 線の吸収の違いで二相を区別するのは困難である。単一距離位相回復処理を適用し、分解能を落とすことなく二相組織を可視化することを試みた。二相ステンレス鋼小型試験片を用いた引張試験をその場観察し、1 μm 以上の介在物がまず損傷を受け、より小さな発生活点から破断直前に発生したボイドがその間隙で発生し、最終破断に至ることが分かった。二相の界面でのボイド発生が最も多い。

キーワード： 二相ステンレス鋼, X 線 CT, 二相組織可視化, ボイド発生成長

背景と研究目的：

アルミニウムなどでは、X 線トモグラフィー(以下 CT)で 1 μm 以上の高空間分解能が得られ、材料内のマイクロ組織を鮮明に可視化できるようになっている。一方、鉄鋼材料は、その数~数十倍低い分解能しか得られていないため、材料評価方法として有用ではなかった。ところが、最近 2 年間の我々の研究では、前方散乱や回折の悪影響を避けることで、鉄鋼材料でも物理限界に近い高空間分解能が得られた[1]。ところで、鉄鋼材料はフェライト-マルテンサイトに代表される様々な二相組織を有する事が特徴である。ただし、様々な二相組織で二相の密度差は非常に小さく、X 線の吸収の違いで二相を区別するのは困難である。そこで我々の研究室では、単一距離位相回復処理を適用し、大きく分解能を落とすことなく二相組織を可視化することを試みた[2]。

一般に、二相鋼の破壊挙動は、損傷や破壊等の事象が二相およびそれらの界面で生じ得る。しかし、従来の研究は表面・断面の 2 次元的な評価のため、材料内部の組織や各種時間発展挙動を正しく把握することは困難である。破壊過程で発生するボイドについても、その発生位置やタイミングが依然として議論の対象となっている。そこで、本研究では、フェライト-オーステナイト二相ステンレス鋼に位相コントラストイメージングを適用し、損傷挙動解明のモデルケースとして、その有用性を確認する。

実験：

供試材は、フェライト-オーステナイト二相ステンレス鋼 SAF2507 である。放射光施設 SPring-8 の BL20XU で小型試験片を用いた引張試験をその場観察した。Fig.1 は応力-ひずみ関係で、全 11 段階で空間分解能約 1 μm の CT 画像を得た。X 線エネルギーは 40 keV、試料-検出器間距離は 65 mm である。カメラは CMOS タイプを用い、BM3 ビームモニタを利用した。露光時間は 150 ms で、投影数は 1800 投影/180 度とした。

二相の密度差による X 線の位相シフトは、試料-検出器間の距離がある程度大きい時、X 線の強度変化として検出される。位相像は式(1)のように X 線吸収による画像の逆空間像にフィルタリングし、逆フーリエ変換することで得られる[3]。ここで、 φ は位相分布、 I は透過 X 線強度、 I_0 は入射 X 線強度、 λ は波長、 L は試料-検出器間距離、 β と δ はそれぞれ X 線の吸収と位相を表す複素屈折率の分布である。

$$\varphi(x,y) = \frac{1}{2} \ln F^{-1} \left\{ \frac{F[I(x,y)/I_0(x,y)]}{\beta/\delta + [\lambda L/(4\pi)](u^2 + v^2)} \right\} \quad (1)$$

最終段階から無負荷段階へ、時間を遡って 3D 像に写る粒子やボイド等のマイクロ組織特徴点を追跡した。2D 組織の観察・解析との対応から、無負荷段階まで追跡可能なものは介在物とそこから発生したボイドとし、体積増加からボイドの発生を定義した。途中までしか追跡できなかったものは、空間分解能以下の何かを起点とするボイドである。また、引張試験中に観察された全てのボイドについて、ボイド中心からの距離の増加とともに画素値がどのように変化するかを解析し、発生位置を二相界面か各相内かを判別した。

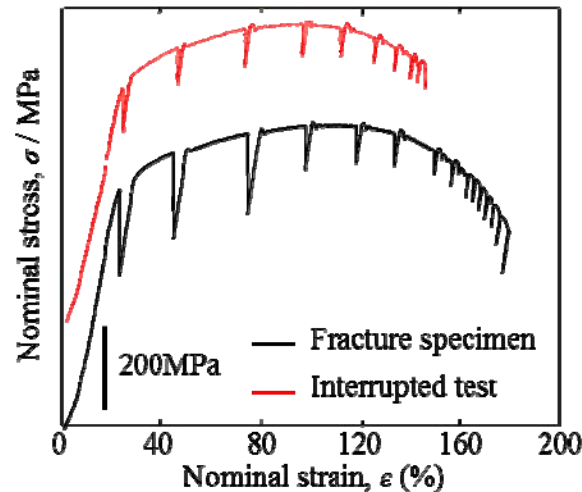


Fig. 1. Nominal stress-nominal strain curve for tensile test.

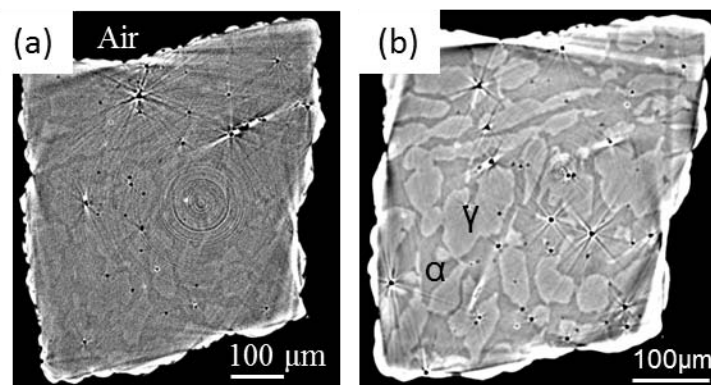


Fig. 2. Effects of the phase retrieval treatment on a cross-sectional image; a) before phase retrieval and b) after phase retrieval with $\Delta\delta = 7.2 \times 10^{-8}$.

結果および考察：

Fig.2 は、屈折率のパラメータ $\Delta\delta$ を変え、位相回復処理を行った CT 画像である。位相回復処理によりフェライト-オーステナイトにコントラスト差がつき、二相が明瞭になっている。また、屈折率のパラメータ $\Delta\delta$ の値を変化させて再構成したとき、値の増加に伴い、位相回復後の画像はノイズが低減するが、分解能も低下することも分かった。

負荷段階の画像を順に見比べていくと、材料内部では、まず $1 \mu\text{m}$ 以上の介在物が損傷を受けてボイド発生した。そして、先に発生したボイドの間隙において CT 画像では確認できないより小さな何らかの発生起点から発生したボイドが急速に成長し、最終破断に至ることが分かった。ボイド発生は二相の界面で発生するものが最も多く、次いで硬質相であるオーステナイト相であった。

Fig.3 は、各ひずみ段階で発生したボイドの引張方向の分布である。今回の観察では、CT で捉えることのできる $1 \mu\text{m}$ より大きなサイズの介在物を起点とするボイドとそれ以外の発生起点が分解能以下で観察できないボイドが観察された。そこで、これらの 2 つに発生ボイドを分けてまとめた。CT で観察可能な $1 \mu\text{m}$ 以上の介在物が発生起点であるボイドは、約 8 割のボイドが最大

応力付近($\epsilon=74\sim 113\%$)で集中して発生した。この観察可能な介在物を起点とするボイドは試料全体で均一に発生している。一方、CTでは観察できない起点から発生しているボイドは破断直前まで、発生し続けている。このボイドは最大応力以降に特にくびれが生じた領域で高い発生数を示している。

Fig.4(a)および(b)は材料全体で、 $1\ \mu\text{m}$ 以上の介在物から発生したボイドと、それ以外で発生したボイドの球相当直径の変化挙動である。Fig.4(a)は各ひずみ段階で、 $1\ \mu\text{m}$ 以上の介在物から発生したボイドの球相当直径の成長を示している。最大荷重点付近($\epsilon=74$ から 126%)で発生したボイドが成長する傾向にある。Fig.4(b)に示した発生起点が不明なボイドでは、 $\epsilon=126\sim 144\%$ に出てきたものが最も顕著に成長した。発生したボイドはくびれ部に集中して発生していることから、応力三軸度の上昇と共に急激に成長していることが推察できる。

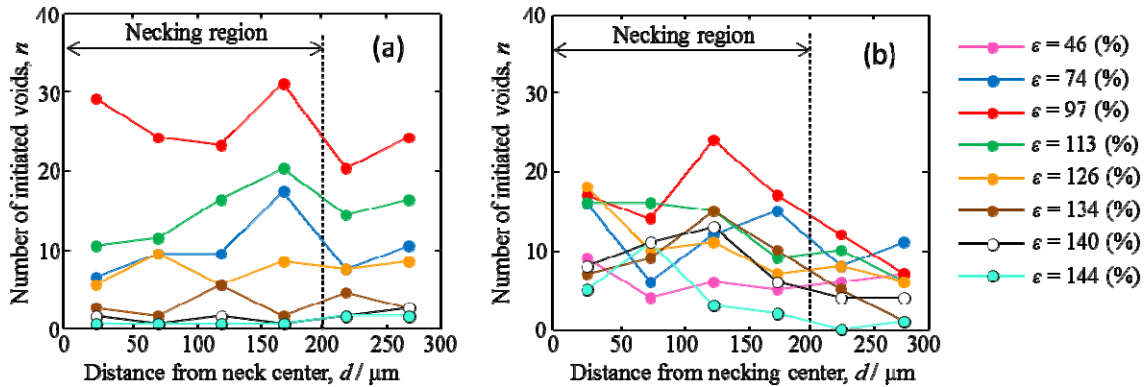


Fig. 3. Number of voids initiated from a) visible particles and b) invisible particles at each nominal strain levels as a function of distance from necking center.

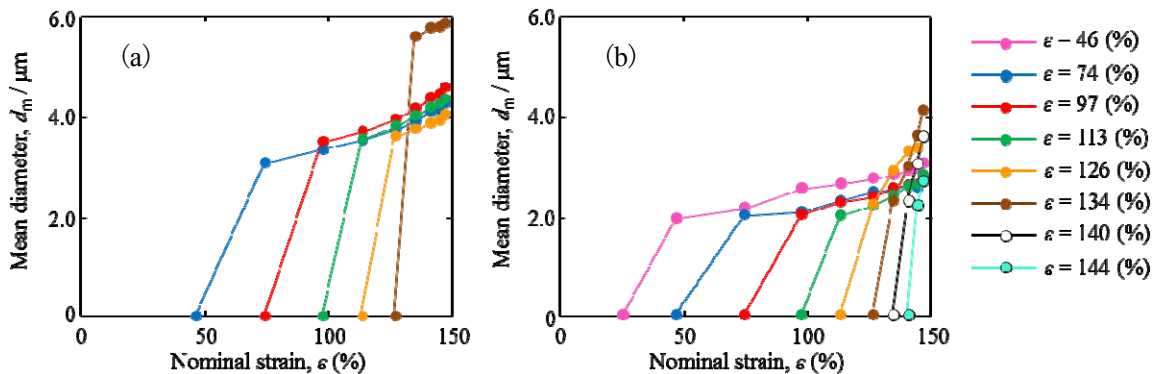


Fig. 4. Changes in the mean diameter of voids which are initiated from a) visible and b) invisible particles.

まとめ：

二相ステンレス鋼をモデルケースとし、X線CTおよび位相コントラストイメージングを用いて二相鋼の破壊挙動を解析した。位相コントラストイメージングによって二相組織の三次元観察ができ、二相鋼の破壊挙動を観察できた。その結果、 $1\ \mu\text{m}$ 以上の介在物がまず損傷を受け、より小さな発生起点から破断直前に発生したボイドがその間隙で発生し、最終破断に至ることが分かった。ボイド発生は二相の界面で発生するものが最も多く、次いで硬質相であるオーステナイト相であった。破断直前に発生し、急速に成長するボイドの存在があるという知見が得られ、破壊抵抗を向上させるために、介在物サイズの $1\ \mu\text{m}$ 以下への微細化や二相の変形能や加工硬化能、各相のサイズと空間的分布等を制御するマイクロ組織制御の可能性が示唆された。

参考文献：

- [1] D.Seo et al., *Appl. Phys. Lett.* **101**, 261901(2012)
- [2] 原崎諒, H24年度豊橋技術科学大学 修士論文
- [3] D.Paganin et al., *Journal of Microscopy.*, 206, 33-40(2002).