

回折コントラストトモグラフィによる多結晶金属材料の疲労損傷評価 Evaluation of Fatigue Damage in Polycrystalline Metal by Diffraction Contrast Tomography

中井 善一, 塩澤 大輝
Yoshikazu Nakai, Daiki Shiozawa

神戸大学大学院
Kobe University

結晶 3D マッピング法の一つである回折コントラストトモグラフィは、結晶の位置や形状、結晶方位などの組織観察を可能とする。本研究は、SPRING-8において結晶 3D マッピング法を開発し疲労損傷などを定量的に評価する手法を構築することを目的とする。本課題実験では、引張・圧縮の繰返し負荷を与える両振り疲労試験中に回折コントラストトモグラフィによる結晶粒の観察を行い、同手法の疲労損傷評価への適用性について検討を行った。測定が可能な微小試験片に対して両振り疲労試験が可能な試験機を開発し、変位制御による低サイクル疲労試験と回折コントラストトモグラフィの測定を繰り返すことにより、疲労損傷過程の結晶粒の変化を観察した。回折スポットの一部が連続して現れる角度範囲を回折の拡がり角として、疲労試験中の回折の拡がり角を調べた。引張圧縮の繰返し負荷を与えた場合、回折の拡がり角が大きくなることが分かった。さらに回折面ごとに回折の拡がり角の変化を調べたところ、面心立方格子の主すべり系である {111} 面で回折の拡がり角の変化が大きいたことが分かった。結晶ごとのすべり変形の変化およびその蓄積を評価できる可能性があることが明らかとなった。

キーワード： 回折コントラストトモグラフィ (Diffraction Contrast Tomography),
金属疲労 (Fatigue), 金属組織観察 (Crystal structure analysis)

背景と研究目的：

近年、回折コントラストを用いて結晶粒の形状および方位を解析する手法が研究・開発されている。本手法によれば結晶粒の形状および方位を高精度に測定できる結晶 3D マッピングが可能となる。本研究では、結晶 3D マッピング法である回折コントラストトモグラフィ (Diffraction Contrast Tomography: DCT)[1]を開発し、クリープ損傷評価や疲労損傷などを定量的に評価する手法を構築することを目的としている。これまでにアルミニウム合金やステンレス鋼、工業用純鉄などに対して、BL19B2 のイメージング用の測定装置を用いて DCT により結晶 3D マッピングが可能であることを明らかにした[2][3][4]。さらに静的引張負荷や繰返し引張負荷を与えたサンプルに対して DCT 測定を行い、結晶の塑性ひずみの評価へ適用が可能であることを示した[5][6]。基礎的な疲労メカニズムの研究は、これまで引張-圧縮負荷を与える両振り疲労試験によって行われている。そこで本課題実験では、両振り疲労試験中のサンプルに対して DCT 測定を行い、DCT による疲労損傷評価への適用性について検討を行った。

実験：

1. 試験片および疲労試験機

供試材としてオーステナイト系ステンレス鋼 SUS316L を用いた。試験片形状に加工後、残留ひずみの除去と結晶粒の粗大化を目的として、1020°C で 2 時間保持後炉冷を行う熱処理を行った。熱処理後の平均結晶粒径は 85 μm であった。試験片形状を図 1 に示す。放射光の透過能をもとに、試験片断面は 0.3 mm \times 0.3 mm とし、最小断面部付近を観察領域とした。この微小試験片に対して、引張・圧縮負荷を与えることが可能な疲労試験機を開発した。疲労試験機の外観写真を図 2 に示す。アクチュエータとして電動シリンダを採用し微小な制御を行っている。試験片チャック間の変位をひずみゲージ式変位計で、負荷をロードセルで測定しフィードバック制御を行うことにより、ひずみおよび負荷制御による疲労試験が可能となっている。本実験では変位制御による両振

り低サイクル疲労試験を行った。

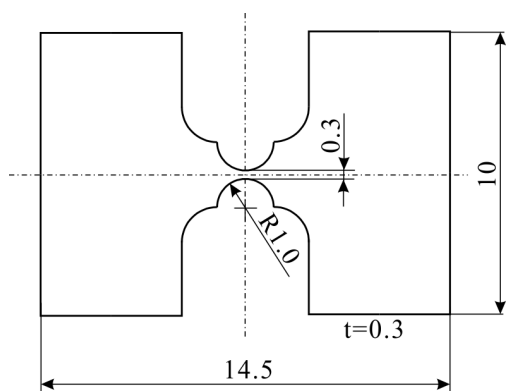


図 1. 試験片形状

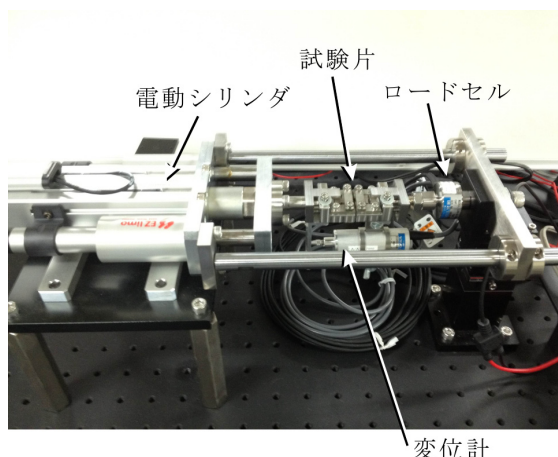


図 2. 疲労試験機外観

2. 観察条件

DCT の測定は BL19B2 ビームラインにて行った. 検出器にはビームモニタ BM2($f=24$)と CCD カメラ C4880-41S の組み合わせを用いた. 4 ピクセルを 1 つのピクセルとした扱う 2×2 ビニングモードで撮影を行い, このときの有効ピクセルサイズは $2.8 \mu\text{m}$ であった. 測定条件としては, サンプル-カメラ間の距離 L を 10 mm , X 線のエネルギー E を 37keV とした. サンプルを 0° から 180° または 360° 回転させながら常に検出器で露光し, 0.04° だけ回転するごとに画像を取得している. このときの露光時間は 1 秒である. 規定の繰返し負荷に達するごとに疲労試験を中断し, 試験片を疲労試験機から取り外してビームラインにおいて DCT 測定を行った. 疲労試験と DCT の測定を繰り返すことにより, き裂発生までの結晶粒および回折スポットの変化の観察を行った.

3. 実験結果

変位振幅を $25 \mu\text{m}$ ($\epsilon_a \approx 3.15\%$) とし, 繰返し負荷 $N = 600 \text{ cycles}$ を与えた試験片の電子顕微鏡観察結果を図 3 に示す. 図 3 より試験片にき裂が発生しており, 開発した疲労試験機によりき裂発生までの疲労損傷過程を観察することが可能であることが分かる.

静的引張試験中の DCT 測定では, 塑性変形量の増加に伴って回折スポットが現れる角度範囲が増加した. この角度範囲を回折の拡がり角 (Grain orientation spread: GOS) として回折スポットごとに GOS を算出した[3][5][6]. 変位振幅が $25 \mu\text{m}$ とした場合の繰返し数に対する GOS および GOS のヒストグラムの変化を図 4(a)~(c) に示す. 図 4(a) および (b) では, GOS を有する回折スポット数の相対度数をプロットしている. 図 4(a) より $N=720 \text{ cycles}$ では試験前 ($N=0 \text{ cycle}$) と比較して GOS が約 0.32° である回折スポットの数が減少する一方で, 大きな GOS を有する回折スポットの数が増加していることが分かる. SUS304 鋼に対する引張・引張繰返し負荷の場合と比較して, 両振り負荷の場合では GOS が大きくなる結晶数の割合が大きい. さらに回折面ごとに分けてヒストグラムを作成した結果を図 4(b) に, 一つの結晶に対して繰返し数に対する回折スポットの, 試験開始前からの GOS の変化を調べた結果を図 4(c) にそれぞれ示す. 図 4(b) より, $\{111\}$ 面におけるヒストグラムの変化が $\{200\}$ 面と比較してわずかに大きいことが分かる. ある結晶に対して回折スポットの, 繰返し数に対する GOS の変化を調べた図 4(c) より, $\{111\}$ 面の GOS が疲労試験開始後から増加しており, 続いて別の $\{111\}$ 面の GOS に変化が生じていることが分かる. $\{200\}$ 面ではわず

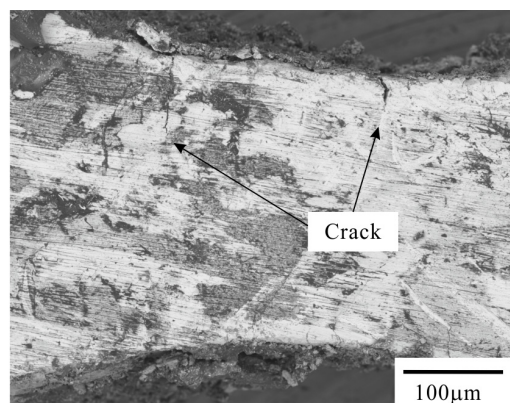
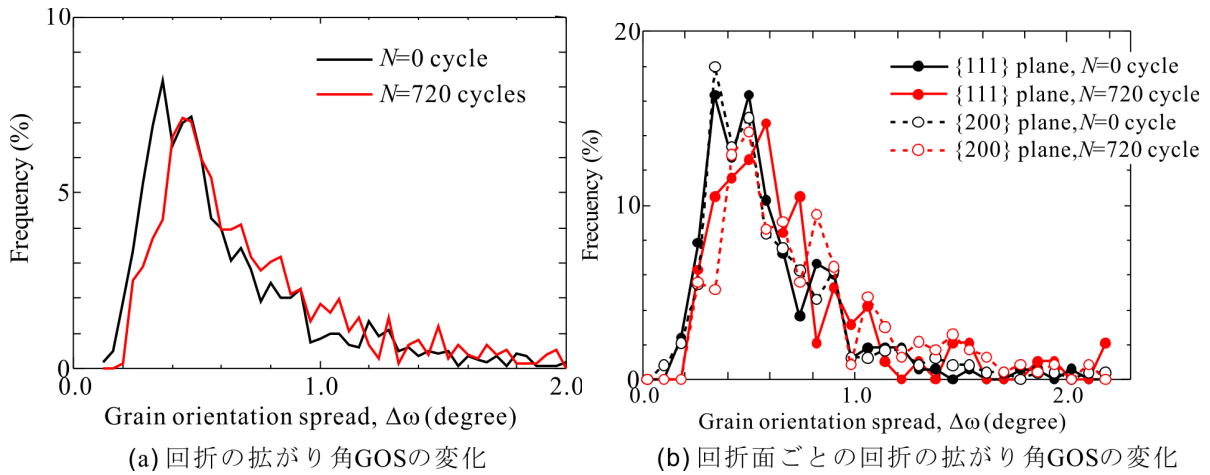
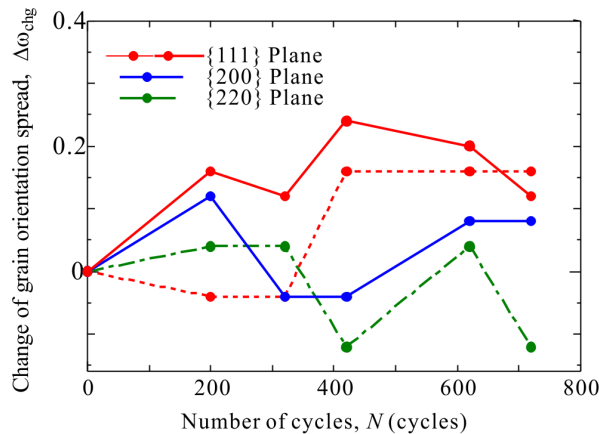


図 3. 疲労試験後の試験片表面の SEM 画像 (変位振幅: $25 \mu\text{m}$, $N = 600 \text{ cycles}$)



(a) 回折の拡がり角GOSの変化

(b) 回折面ごとの回折の拡がり角GOSの変化



(c) 同一結晶内の回折の拡がり角GOSの変化量

図4. 両振り繰返し負荷による結晶における回折の拡がり角の変化

かに増加が見られ、{220}面についてはほとんど変化が現れていない。FCCの主すべり系は{111}面であることから、主すべり系における転位の挙動の影響がGOSに現れているものと考えられる。このようにDCT測定におけるGOSを用いて結晶粒内の疲労損傷過程における金属組織の変化を評価できる可能性が考えられる。

今後の課題：

微小試験片用の低サイクル疲労試験機を開発し、引張・圧縮繰返し負荷における疲労損傷過程の結晶組織変化を回折コントラストモグラフィにより観察を行った。その結果、回折コントラストモグラフィ測定での回折の拡がり角(GOS)を回折面毎に評価することにより、結晶粒内における組織変化を詳細に評価できる可能性があることが明らかとなった。今後は、結晶3DマッピングとGOS評価を組み合わせることにより、試験片内部の疲労損傷の蓄積やき裂発生過程の金属組織評価を行う予定である。

[1] W. Ludwig, et al., : X-ray Diffraction Contrast Tomography: A Novel Technique for Three-Dimensional Grain Mapping of Polycrystals. I. Direct Beam Case, *Journal of Applied Crystallography*, **41**, 302-309 (2008).
 [2] 中井善一, 塩澤大輝, 重点産業利用報告書(2011), 2010B1842.
 [3] 中井善一, 塩澤大輝, 重点産業利用報告書(2011), 2011A1786.
 [4] 中井善一, 塩澤大輝, 利用報告書, 2011B1983 (2012).
 [5] D. Shiozawa, et al., Proceedings of 15th International Conference on Experimental Mechanics (2012).
 [6] 中井善一, 塩澤大輝, 利用報告書, 2012A1437 (2012).