

回折コントラストトモグラフィを用いた
多結晶金属材料における高サイクル疲労損傷評価
Development of High Cycles Fatigue Damage Evaluation Technique for
Polycrystalline Metallic Material by Diffraction Contrast Tomography

中井 善一, 塩澤 大輝, 菊池 将一
Yoshikazu Nakai, Daiki Shiozawa, Shoichi Kikuchi

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(DCT)による結晶組織観察および結晶粒レベルでの疲労損傷評価を試みている。より輝度が高いビームを利用可能な BL46XU において DCT 測定を行うことにより、小さな結晶粒径を有する材料に対して、疲労試験および DCT 観察が可能になった。そこで高サイクル疲労における疲労損傷評価への適用性について検討を行った。DCT 観察が可能な観察部位を有する試験片に対して高サイクル疲労試験が可能で試験機を開発し、同一サンプルについて疲労損傷過程の DCT 観察を行ったところ、繰返し負荷とともに、結晶粒および回折面ごとに回折の拡がり角の変化を観測することができた。DCT を用いて高サイクル疲労における疲労損傷の位置や損傷程度を評価可能で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)

1. 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回折コントラストトモグラフィ(Diffraction Contrast Tomography: DCT)が研究・開発されている[1]。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 DCT を開発し、クリーブ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 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[2-4]。さらに静的引張負荷や低サイクル疲労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[5-7]。また BL46XU を用いることにより、短時間で高コントラストな回折像が得られ、小さな結晶粒を再構成することが可能となった[8]。DCT では試験片サイズを小さくする必要があるが、結晶粒が大きな場合では断面当たりの結晶粒数が少なくなり、強度が低下するため高サイクル疲労の実施が困難であった。BL46XU では短時間で小さな結晶粒が観察できることから、本課題実験では DCT を用いた高サイクル疲労損傷評価への適用性について検討を行った。

2. 実験：

2.1 試験片および疲労試験

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。試験片形状を図 1 に示す。放射光の透過能から、試験片断面は 0.3 mm×0.3 mm とした。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、1100°C で 0.5 時間保持後炉冷の熱処理を行った。熱処理後の平均結晶粒径 D は 55 μm であった。高サイクル疲労は導電型小型疲労試験機を用いた。疲労試験条件としては、応力制御で応力比 $R=-1$ 、負荷周波数 $f=10\text{Hz}$ 、応力波は正弦波とした。疲労試験を中断し、疲労試験機から試験片を取り外して DCT 測定を行った。目標破断繰返し数は $1.0\sim 2.0\times 10^5$ cycles とし、S-N 曲線から応力振幅を決定した。

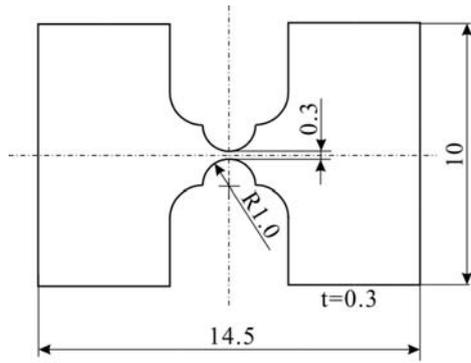


図 1. 試験片形状および寸法

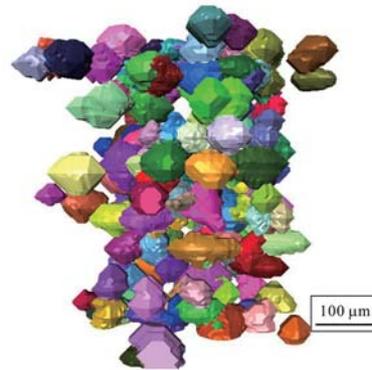


図 2. DCT 再成の一例(N=0 cycle)

2.2 DCT 測定条件

DCT の測定は BL46XU 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。検出器の有効ピクセルサイズは $1.4 \mu\text{m}$ である。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 37 keV 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。回折スポットのコントラスト向上のために、同じ測定を繰り返して画像を重ね合わせる手法を適用した。同一の疲労試験と 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. 実験結果および考察：

DCT による再構成結果の一例を図 2 に示す。図 2 では、疲労試験前の測定に基づく再構成結果を示している。結晶に生じた塑性ひずみを評価するために、回折の拡がり角に着目した。DCT 測定では回折スポットはある角度範囲をもって測定される。この回折スポットの出現角度範囲を回折の拡がり角 $\Delta\omega_{\text{diff}}$ として求めた。応力振幅 $\sigma_a=214 \text{ MPa}$ 、破断繰返し数 $N_f=1.099 \times 10^5 \text{ cycles}$ であった。DCT 測定ごとの回折スポットにおける回折の拡がり角 $\Delta\omega_{\text{diff}}$ のヒストグラムを図 3 に示す。図 3 より、 $N=1.0 \times 10^4 \text{ cycles}$ では、ヒストグラムの分布傾向は疲労試験前の状態から大きく変化を示しており、 $\Delta\omega_{\text{diff}}$ が大きな結晶が増加していることが分かる。その後、初回ほどの変化は見られないが、繰返し数とともに $\Delta\omega_{\text{diff}}$ が大きな結晶が徐々に増加している。高サイクル疲労では繰返し応力振幅が小さいため、回折の拡がり角の変化が得られにくいことが予想されたが、本実験結果のように疲労過程の変化を評価可能であることが分かった。得られた回折スポット群を、回折が生じた結晶ごとに分類し、繰返し数ごとの回折の拡がり角の変化を調べた。回折の拡がり角の変化の一例を図 4 に示す。図 4 では一つの結晶における回折面ごとに分類して、回折面からの回折スポットにおける $\Delta\omega_{\text{diff}}$ の変化を調べた。図 4 より、この結晶では $\{111\}$ 、 $\{200\}$ 面において $\Delta\omega_{\text{diff}}$ の変化が現れているのに対して、 $\{220\}$ 面では変化が現れていないことが分かる。また一つの結晶や等価な回折面においても拡がり角の変化は異なる。これはすべりが生じた面が回折面に影響を与えたものと考えられ、結晶内にどのようなひずみが蓄積されたか詳細に解析できる可能性がある。

これらの実験結果より、高サイクル疲労においても DCT を用いて結晶ごとの変化を調べることにより、疲労損傷評価が可能であることが明らかとなった。すべての結晶について $\Delta\omega_{\text{diff}}$ の解

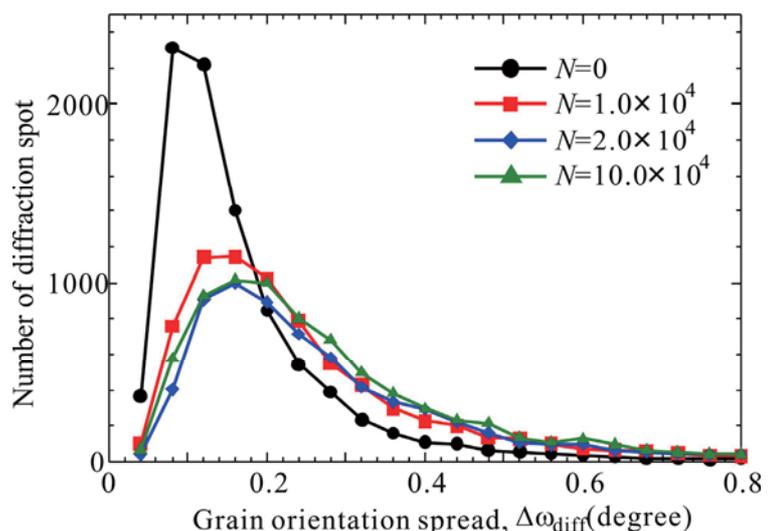


図 3. 回折スポットにおける回折の拡がり角のヒストグラム

析が完了していないため、今後解析作業を進め、疲労損傷が蓄積する箇所の特定期間とき裂発生との関係、方位解析と変化している回折面の関係からどのような塑性ひずみが蓄積されているかについて検討を行う予定である。

参考文献：

- [1] W. Ludwig et al., *J. Appl. Cryst.*, Vol. 41 (2008), pp.302-309.
- [2] 中井善一、塩澤大輝、平成 23 年度 重点産業利用課題成果報告書(2011A), 2011A1786.
- [3] 中井善一、塩澤大輝、SPring-8 利用研究成果集(査読中), 2011B1983.
- [4] D. Shiozawa et al., *Proceedings of 15th International Conference on Experimental Mechanics* (2012).
- [5] 中井善一、塩澤大輝、平成 24 年度 重点産業化促進課題・一般課題(産業分野)実施報告書 (2012A), 2012A1437.
- [6] 中井善一、塩澤大輝、平成 25 年度 重点産業化促進課題・一般課題(産業分野)実施報告書 (2013A), 2013A1645.
- [7] D. Shiozawa et al., *Advanced Materials Research*, Vols. 891-892 (2014), pp. 600-605.
- [8] 中尾亮太 他、第 63 期日本材料学会学術講演会講演論文集, 734 (2014).

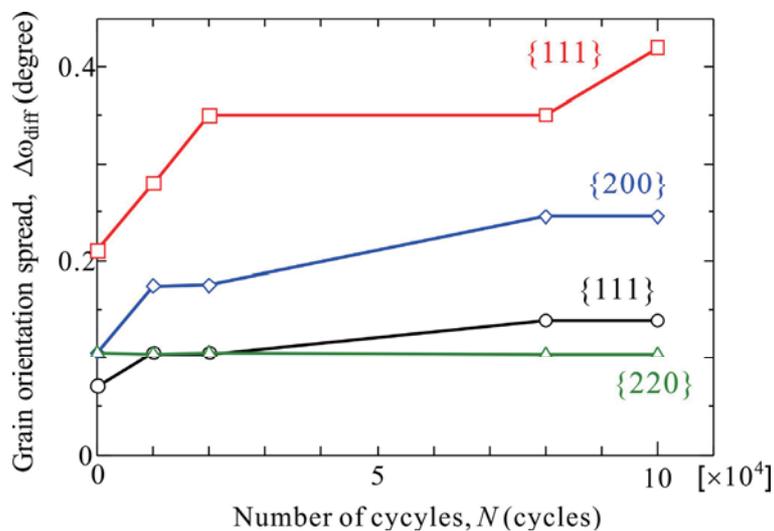


図 4. 同一結晶粒における回折面からの回折スポットの回折の拡がり角の変化