

回折コントラストトモグラフィを用いた結晶粒内の転位密度評価 Evaluation of Dislocation Density inside Grain 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た。DCT で得られる結晶粒内のミスオリエンテーションの総和(total misorientation: β)と結晶粒内の転位密度の関係を調べるために、予ひずみを導入した試験片に対して DCT 測定を行い、 β の変化について検討した。その結果、予ひずみにより転位が導入された場合では、予ひずみがない場合と応力ひずみ挙動が同じとなる定常状態でも β が大きくなること分かった。高サイクル疲労から低サイクル疲労になるほど、 β の大きさが大きくなっていくことから、 β は疲労損傷と関連した回折面における転位密度を反映している可能性があることが分かった。

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 DCT により結晶 3D マッピングが可能であること、さらに静的引張試験や疲労試験過程のサンプルに対して DCT 測定を行い、回折スポットの出現角度から算出される結晶のミスオリエンテーションは、結晶内部の構造変化を反映していることが明らかとなった[2-8]。構造変化は転位密度変化と対応していると考え、本課題実験では、試験片に予ひずみを与えて転位密度の変化をさせたサンプルについて、DCT を用いた観察を行った。予ひずみの導入によって増加した転位密度や、その後の繰返し負荷での軟化挙動における転位密度の現象を観察して、DCT による転位密度変化の評価の可能性について検討した。また高サイクル疲労における DCT 観察結果との比較を行い、DCT 測定で得られるミスオリエンテーションによる疲労損傷評価について検討した。

実験：

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、試験片中央の 0.5 mm の平行部を観察箇所とした。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。本試験片に対して、低サイクル疲労試験を実施した。試験片取り付け治具間の変位と試験片平行部におけるひずみの校正を行った。疲労試験条件としては、試験片の取り付け治具間の変位制御とし、ひずみ振幅 $\Delta\varepsilon_a=0.792(\%)$ (変位振幅： $\Delta u_a=15 \mu\text{m}$)とした。予ひずみの大きさは $\Delta\varepsilon_{pre}=4.08(\%)$ ($\Delta u_a=100 \mu\text{m}$)および $\Delta\varepsilon_{pre}=2.15(\%)$ ($\Delta u_a=50 \mu\text{m}$)とした。低サイクル疲労試験中に試験を中断し、疲労試験機から試験片を取り外して DCT 測定を行った。

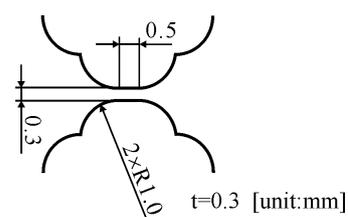


図 1. 試験片観察部の詳細図

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ー BM2($f=50$)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、 0.06° だけ回転するごとに画像を取得している。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。

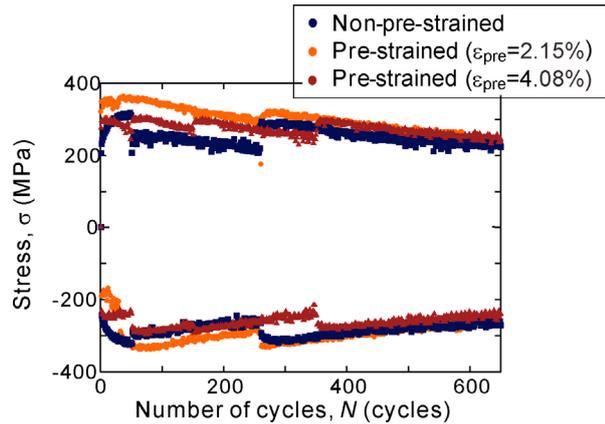


図 2. 低サイクル疲労試験における最大引張-圧縮応力の変化($\Delta\varepsilon_a=0.792\%$)

実験結果および考察：

DCT では、回折条件を満たした結晶の回折スポットを撮影して、結晶粒形状の再構成を行う。一方、通常結晶面(回折面)は完全な平面ではなく、転位の存在によりわずかに彎曲している。したがって特定の入射角に対して結晶粒の全投影形状が現れるのではなく、その一部のみが投影される。一つの結晶粒が回折条件を満足する入射 X 線の角度範囲 $\Delta\omega_{\text{diff}}$ を計測し、さらに回折面の法線と試料回転軸の関係を考慮することにより、結晶粒の局所方位差の総和(total misorientation) β を算出することができる。そこで疲労試験過程における DCT の測定結果から、total misorientation β を評価した。

低サイクル疲労試験における引張および圧縮の最大応力の変化を図 2 に示す。最大応力の変化における不連続部は、試験片の取り外しによるものである。図 2 より、試験片着脱の影響は見られるが、予ひずみを与えない場合では試験開始後、繰返し負荷とともに加工硬化を示し、その後徐々に減少を示していることが分かる。一方、予ひずみを与えた場合では、予ひずみなしの場合と比較して、引張応力側では繰返し加工硬化の挙動を示すことなく試験開始直後から高い応力を示した。その後急激に応力振幅が低下する繰返し軟化を示した。また、圧縮側では繰返し数とともに応力の増加が見られその後減少する変化傾向が見られており、予ひずみがない場合と異なる挙動を示している。400 cycles 以降では予ひずみの有り無しによらず、ほぼ同じ変化を示した。

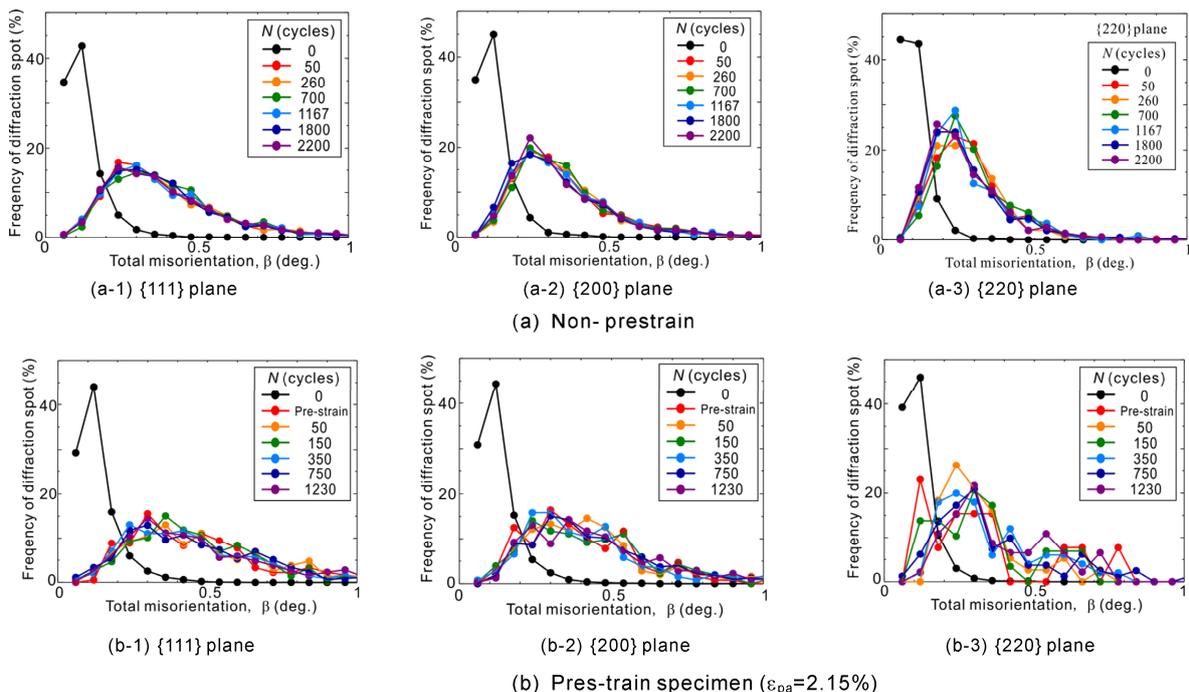


図 3. 低サイクル疲労試験中の回折面におけるミスオリエンテーションのヒストグラム

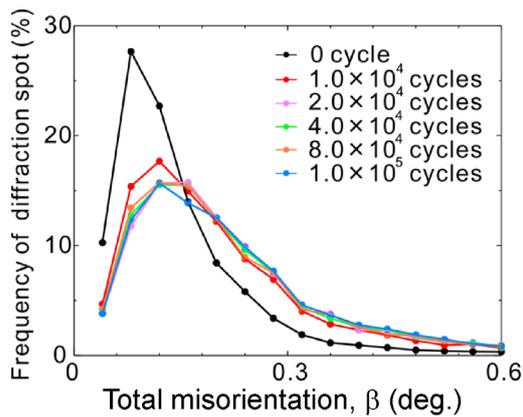


図 4. 高サイクル疲労試験中の回折面におけるミスオリエンテーションのヒストグラム

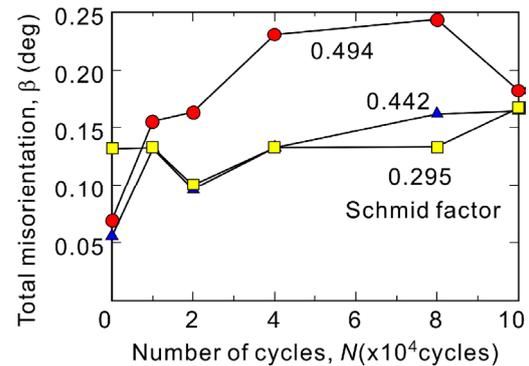


図 5. 高サイクル疲労試験中の{111}面におけるミスオリエンテーションの変化

予ひずみ無しの場合および予ひずみ $\Delta\epsilon_{pre}=2.15\%$ の場合における、回折スポットの β のヒストグラムにおける変化を図3に示す。同図では、{111}面、{220}面および{200}面の回折面で生じた回折スポットごとにそれぞれ分類している。図3より、予ひずみ無しの場合では、試験前の状態と比較して50 cyclesの時点で β の値が大きな回折スポットが増加した後、その後の繰返し数ではヒストグラムの変化は少なく、ほぼ同様の分布傾向を示していることが分かる。また{220}面、{200}面、{111}面と β の分布の重心が大きくなっており、{111}面で β が大きな回折スポットの割合が最も多い。次に予ひずみ $\Delta\epsilon_{pre}=2.15\%$ の場合では、予ひずみ無しの場合と比較して、すべての回折面において β の分布の重心は大きくなっている。また{220}面におけるヒストグラムは、他の回折面と比較して繰返し数に対して一定の分布傾向を示しておらず、ばらつきが大きい。

過大な予ひずみを与えた場合、低サイクル疲労寿命は低下する場合があることが報告されている[9]。図1に示したように今回の実験では、予ひずみの有無によらず同じひずみ振幅の疲労試験では、同様の応力振幅に収束している。同じ変形挙動を示している場合でも、予ひずみを与えた場合では、予ひずみ無しの場合よりも β が大きい。 β の大きさの違いは、予ひずみを与えた際に導入された結晶粒内の転位密度に対応しており、同じ定常状態の変形挙動を示した場合においても、 β が大きい。すなわち転位密度が多い予ひずみ試験片では低サイクル疲労においてはき裂の発生やき裂進展が早くなり、疲労寿命が短くなるものと考えられる。

β が疲労寿命に与える影響を比較するために、2014A期課題実験における高サイクル疲労との比較を行った。図4に応力振幅 $\sigma_a=214$ MPaでの高サイクル疲労における、 β のヒストグラムの変化を示す。図4より、 β の最頻値は0.2 deg.付近に存在しており、低サイクル疲労の場合よりも β が小さいことが分かる。さらにある結晶における{111}面の回折スポットの β の変化を調べた結果を図5に示す。同図には、回折面ごとにschmid factorを算出して併せて示した。図5よりschmid factorが大きな回折面では β が繰返し数とともに大きくなっていることが分かる。{111}面は主すべり系のすべり面であり、さらにすべりが生じやすいschmid factorが大きな回折面では、転位が多く蓄積され回折面の湾曲が大きくなったことが考えられる。

以上のように β は結晶の回折面における転位密度と対応しており、 β の大きさおよび変化から結晶粒内の疲労損傷を評価できる可能性があることが明らかとなった。

今後の課題：

Total misorientation β は、回折面における転位密度を反映しており、同じ応力-ひずみ挙動を示している場合においても、 β が大きい場合では転位の蓄積が生じていること示唆している可能性があることが明らかとなった。今後は、低サイクル疲労においても結晶粒ごとの β の変化や結晶間の相互作用について調べる予定である。

参考文献：

- [1] W. Ludwig et al., *J. Appl. Cryst.*, Vol.41, pp. 302-309 (2008).
- [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, 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, pp. 600-605 (2014).
- [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).
- [9] 伊土智裕 他、M&M2010 材料力学カンファレンス, 1702 (2014).