

**調和組織を有する粉末焼結金属材料における
特異な変形挙動メカニズムの解明**
**Elucidation of a Mechanism of Deformation Behavior of Powder Sintering
Metals with a Harmonic Bimodal Structure**

塩澤 大輝^a, 菊池 将一^a, 中井 善一^a, 飴山 恵^b, 太田 美絵^b
Daiki Shiozawa^a, Shoichi Kikuchi^a, Yoshikazu Nakai^a

^a神戸大学大学院, ^b立命館大学

^aKobe University, Ritsumeikan 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を, 調和組織を有する粉末焼結金属の引張変形時における組織変化の観察に適用した. 調和組織とは結晶粒微細化プロセスと粉末冶金プロセスを複合化し, 延性に富む粗大結晶粒の周りに高強度な微細結晶粒をネットワーク状に配置させた組織であり, 延性と強度を両立させた材料特性を発現させることができる. この複雑な組織が強度および変形挙動を発現させるメカニズムについては不明な点が多く残されている. 本研究では金属組織観察が可能な DCT と 3D 形状の測定が可能な μ CT イメージングを組み合わせることにより, 調和組織と変形挙動との関係について調査を行うことを目的とする. 本課題実験では引張試験中に DCT 測定と μ CT 撮影を切り替えて行う測定システムを構築した. μ CT イメージングによりネッキング過程を, DCT により粗大結晶粒の再構成が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](図 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試験片に対して DCT 測定を行い, 回折スポットの出現角度幅は, 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]-[9]. さらに回折スポットの出現角度幅から結晶粒内のミスオリエンテーションの総和(total misorientation: β)を算出している[10]. β は, 結晶粒内の回折面の湾曲程度を評価するパラメータと考えられ, 高サイクル疲労試験中の β の評価を行った結果, β は結晶の回折面における転位密度と対応していることが明らかとなった.

本研究では結晶粒微細化プロセスと粉末冶金プロセスを複合化し, 延性に富む粗大結晶粒の周りに高強度な微細結晶粒をネットワーク状に配置させた「調和組織材料」に対して本手法を適用し, ネットワーク状の結晶粒組織と変形挙動および強度との関係について調査することを目的とした. そこで本課題実験では結晶粒組織と変形との関係を調べるために DCT および CT イメージングの切替え同時撮影システムを構築した. 本撮影システムでは試験片の変形を μ CT イメージングで撮影し, 結晶粒組織を DCT で撮影する. ビームライン上に二つの検出器を配置し, 二つの撮影を効率的

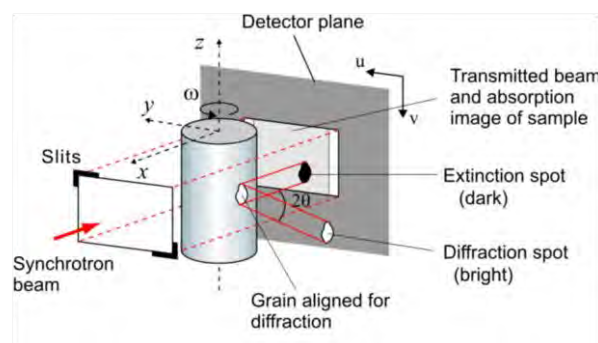


図 1. 回折コントラストトモグラフィの原理

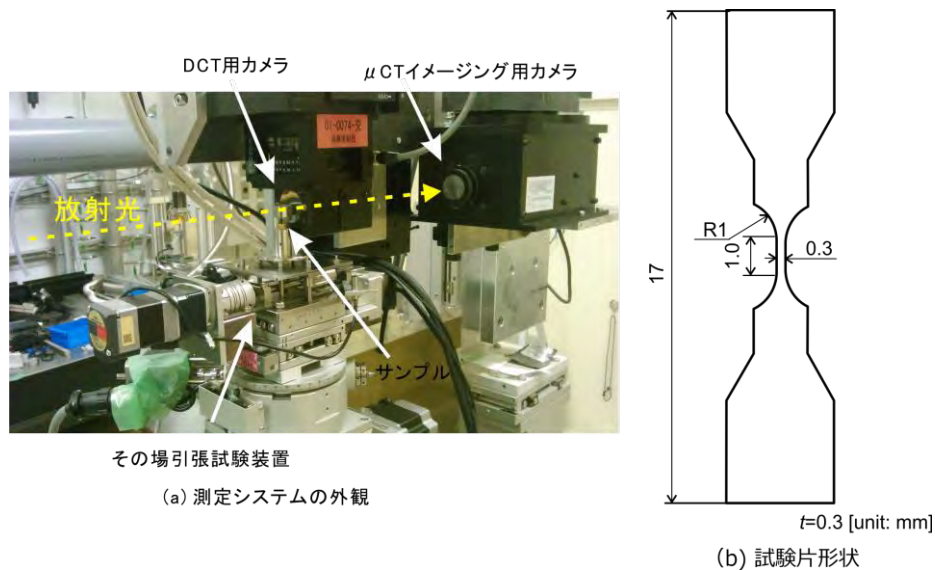


図 2. DCT+CT 切換え測定システムおよび試験片形状

に切り替えるシステムを導入し、その動作の確認を行った。

2. 実験：

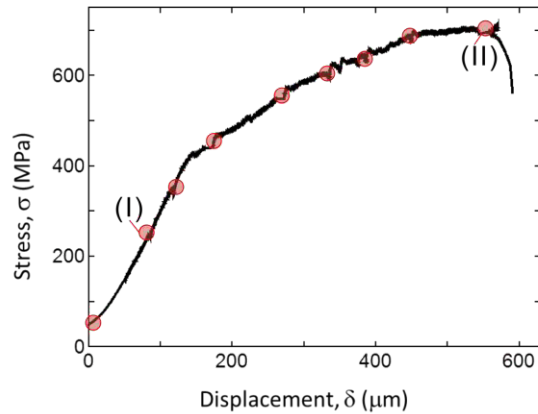
2.1：引張試験機および測定システム

供試材として SUS304 調和組織材および比較のための SUS316L 粗大結晶粒材を用いた。試験片の最小断面はその場負荷試験機の容量から 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、SUS316L 粗大結晶粒材に対しては 1100°C で 0.5 時間保持後炉冷の熱処理を、SUS304 調和組織材に対しては 950°C で 2 時間保持後炉冷の熱処理をそれぞれ行った。撮影システムの外観および試験片形状を図 2 にそれぞれ示す。ステップモータを用いた引張試験機を DCT 測定の回転ステージ上に設置した。本引張試験機ではロードセルを用いて荷重を、非接触型変位計を用いて変位をそれぞれ測定する。サンプルのそばに DCT 撮影用のカメラを設置し、離れた位置に CT イメージング用のカメラを同一ビームライン上に設置した。CT イメージング撮影時は DCT 用カメラがビームライン上から離れることにより、迅速に CT イメージングに切り替えることができる。DCT 測定の検出器にはビームモニタ BM2($f=24$) と CCD カメラ flash4.0 の組み合わせを用いた。CT 撮影用の検出器には、ビームモニタ BM($\times 10$) と CCD カメラ C4880-41S を用いた。検出器の有効ピクセルサイズはそれぞれ 2.4 μm および 0.35 μm である。DCT の測定条件としては、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 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。得られた画像から回折スポットを検出し、その大きさと位置を記録する。このとき画像のノイズを削除することを目的として、輝度の大きさとスポットの面積を閾値とするフィルタリングを行った。CT 撮影条件としては、X 線のエネルギー E を 37keV、露光時間を 250 ms、サンプル-カメラ間の距離 L を 300 mm とし、サンプルを 180°回転させる間に 0.5° ごとに透過像を得た。

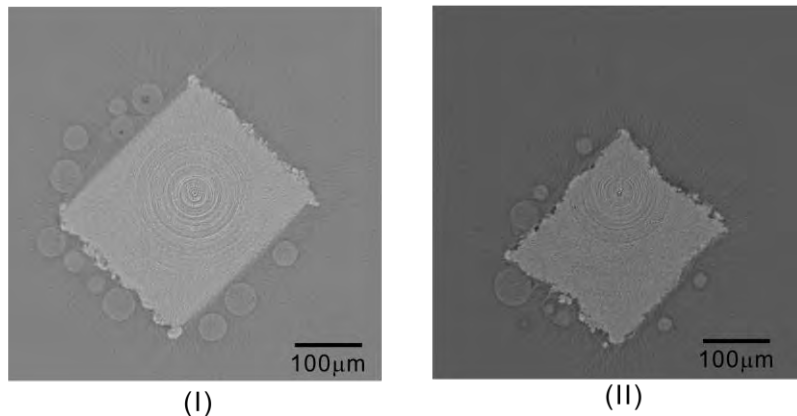
2.2：測定結果

DCT および CT イメージングの測定結果の一例について述べる。図 3(a)に SUS316L 粗大結晶粒材における実験時の応力-変位曲線を示す。引張試験中に丸印のタイミングで DCT および CT イメージング撮影を行った。このときの CT イメージング撮影の一例を図 3(b)に示している。試験片側面の球状の物質はマーキング用のガラスビーズである。図 3(b)に示すように試験片にネckingが生じており、断面積が減少している様子が確認できる。

SUS304 調和組織材における DCT 撮影結果と EBSD 撮影結果の比較を行った一例を図 4 に示す。調和組織材では、粗大結晶粒と微細な結晶粒がネットワーク上に配置しており、その中の粗大な結晶粒については DCT により結晶粒形状が検出できていることが分かる。



(a) 応力-変位曲線



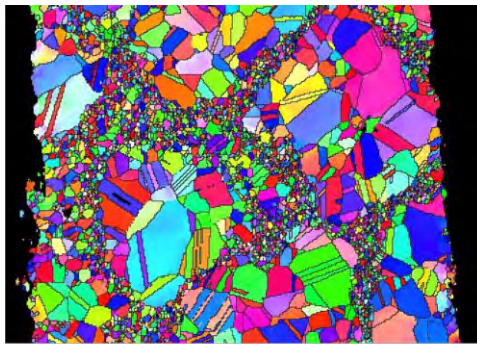
(b) CTイメージング結果

図3. 引張試験結果 (SUS316L 粗大結晶粒材)

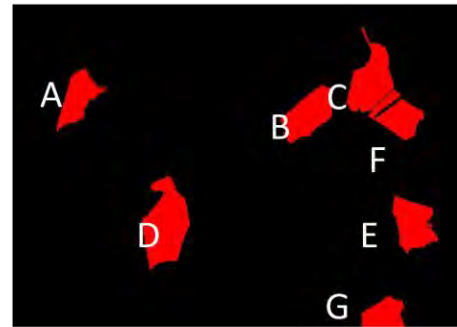
DCT および CT イメージングの切替え同時撮影システムは操作用 PC から制御することができ、短時間での切り替えが可能である。さらに DCT 撮影用の検出器に高速度な検出器を採用することで DCT 測定時間を短縮することができた。本課題実験では CT イメージングで変形を、DCT で調和組織の組織観察を行うことが可能であることが分かった。今後はさらに DCT および CT イメージ解析を進め、結晶粒組織とネッキング変形などの対応について、DCT と CT イメージング結果を比較しながら調査を行う予定である。

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, 平成 23 年度 重点産業利用課題成果報告書 (2011B), 2011B1983.
- [4] D. Shiozawa et al., International Journal of Fatigue, (2015), In Press.
- [5] 中井善一, 塩澤大輝, 平成 24 年度 産業新分野支援課題・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 産業新分野支援課題・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, (2014), 734.
- [9] 中井善一 他, 平成 26 年度 産業新分野支援課題・一般課題(産業分野)実施報告書 (2014A), 2014A1587.
- [10] 中井善一 他, 平成 26 年度 産業新分野支援課題・一般課題(産業分野)実施報告書 (2014B), 2014B1798.

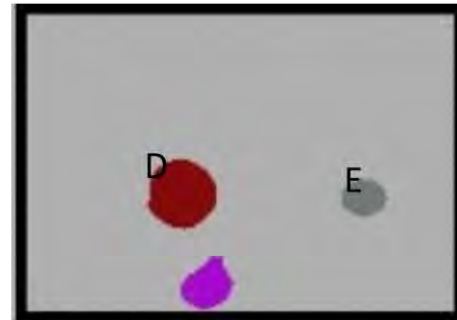
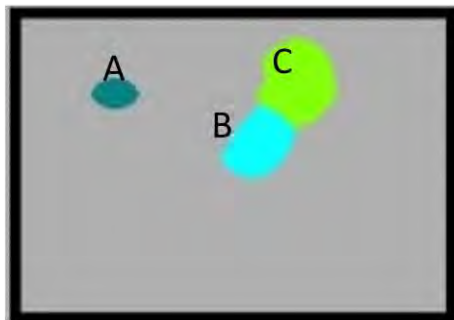


100 m (1) IPFマップ



(2) 粗大結晶粒の抽出

(a) EBSD観察結果



(b) DCT再構成

図 4. SUS304 調和組織の EBSD 観察結果と DCT 測定結果の比較