

ヘテロ構造組織を有する粉末焼結金属材料における 引張強度に及ぼす金属組織の影響の解明 Effect of Hetero Bimodal Structure of Powder Sintering Metals on Tensile Strength

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, Kei Ameyama^b, Mie Ota^b

^a神戸大学大学院, ^b立命館大学

^aKobe University, ^bRitsumeikan 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 イメージングを用いて、調和組織と変形挙動との関係について調査を行った。調和組織材および、比較のための未処理粉末の焼結材に対して、引張負荷過程の DCT 撮影を行ったところ、調和組織材では未処理材と比較して、粗大結晶粒における転位密度の上昇が抑制されていることが分かった。

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)

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]-[8]。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 [9]。 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。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、SUS304 金属粉末をそのまま焼結した均質材と同じ金属粉末から作成した調和組織材に対して、引張試験中に DCT および CT イメージング撮影を行った。

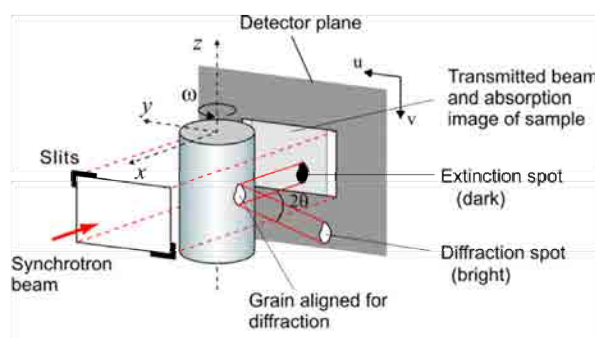


図 1. 回折コントラストトモグラフィの原理

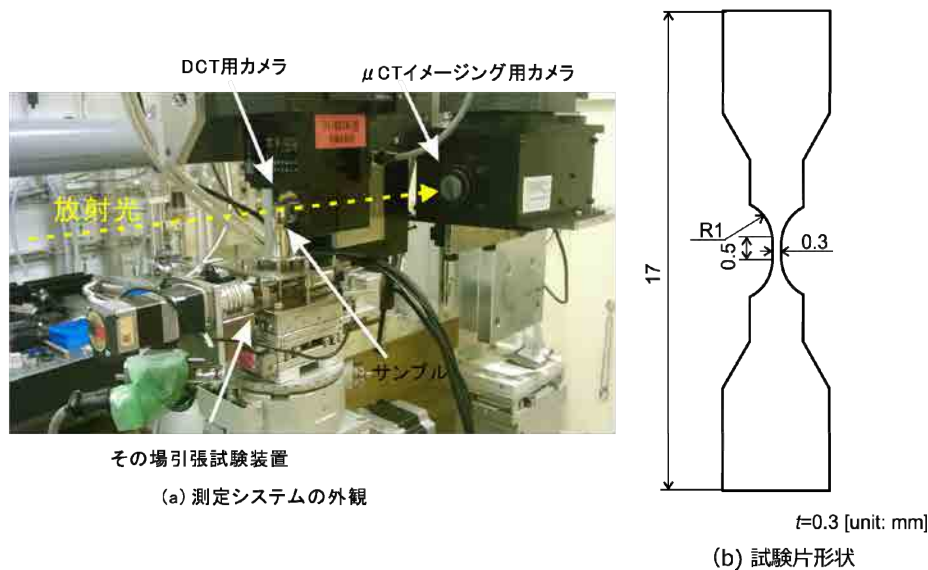


図 2. DCT+CT 切換え測定システムおよび試験片形状

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 (MM 材) および比較のための同じ金属粉末に対してメカニカルミリング処理を行わずに焼結した SUS304 均質材 (Untreated 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、残留ひずみの除去を目的として、MM 材および Untreated 材に対して 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 1 に示す。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引張治具の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 μCT 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。μCT 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移動することにより、迅速に μCT 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 FLASH2.0 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 37 keV 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、0.06°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 37 keV, 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

実験時の応力-変位曲線を図 3 に示す。引張試験中に青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。DCT は、引張試験開始から弾性変形と塑性変形の変遷する領域にかけて行っている。塑性変形の領域では CT イメージング撮影のみ (橙丸印) を行っている。測定タイミングは引張応力を基準として、MM 材と Untreated 材間で同じ引張応力となるように設定した。図 3 より、MM 材の方が Untreated 材と比較して引張強さはほぼ同じであるが、降伏応力がわずかに大きいことが分かる。

次に回折スポットの出現角度から算出される、結晶粒内の局所方位差の総和 β の変化を回折面ごと、およびそれらの平均としてまとめたものを図 4 に示す。図 4 より、いずれの材料においても引張試験の後半にかけて β が増加しており、特に Untreated 材では MM 材と比較して早期から β が増加し始めていることが分かる。さらに弾性変形である 500 MPa 以降においても Untreated 材では MM 材よりも大きな β の値を示している。Untreated 材において弾性領域から β の増加が現れて

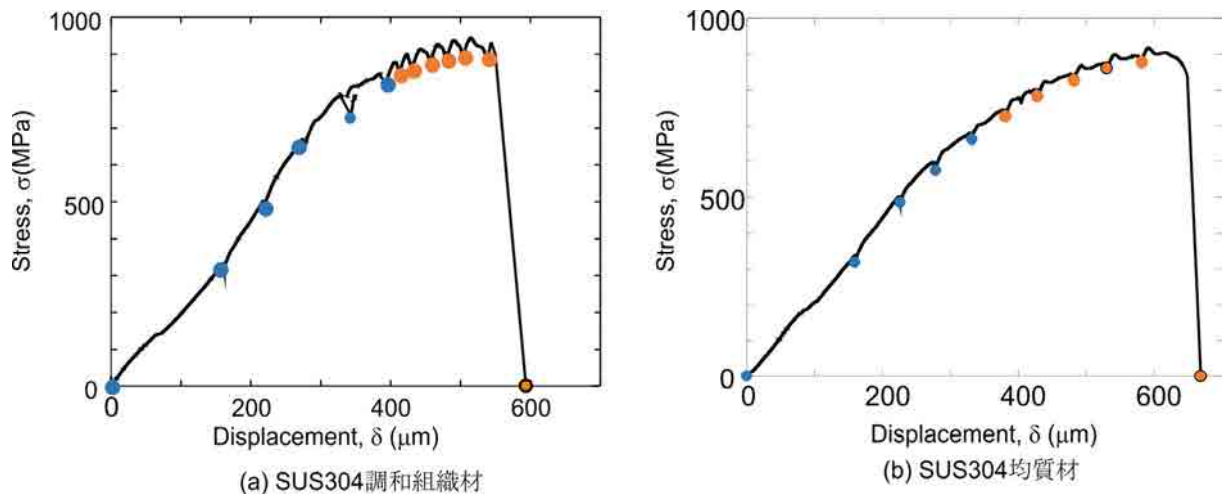


図 3. 応力-変位曲線と測定タイミングの関係 (SUS304 調和組織材および SUS304 均質材)

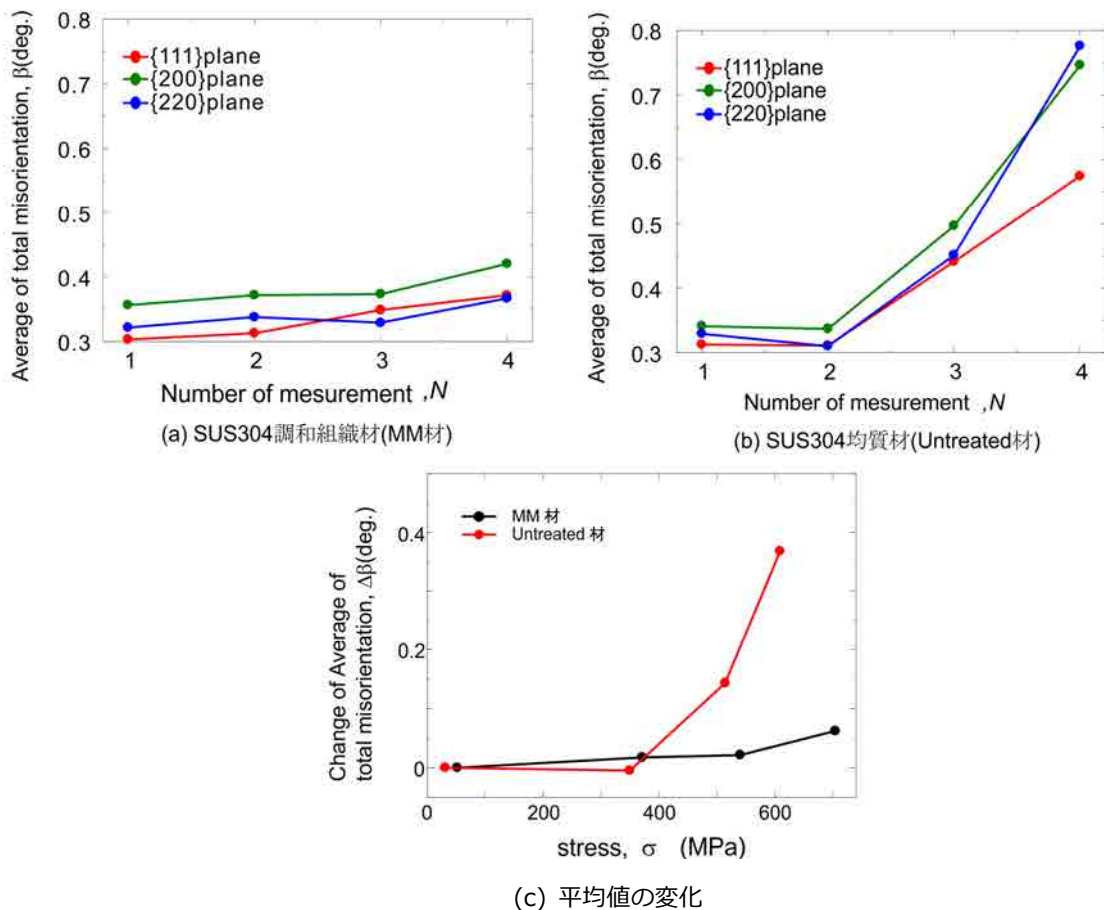


図 4. 結晶粒内局所方位差の引張負荷過程における変化

いる原因としては、巨視的には弾性変形挙動を示しているが、結晶レベルの微視的には塑性変形が生じていることが考えられる。図 3 に示した β の算出に使用された結晶粒は主に粗大結晶粒からの回折であり、 β の変化は主に粗大結晶粒における転位密度の変化を示したものと考えられる。MM 材の β の変化が Untreated 材と比較して小さくなった原因として、調和組織では粗大結晶粒の回りは微細結晶粒で囲まれており、粗大結晶粒の変形が拘束されているため転位密度の増加が抑制されたものと考えられる。このように DCT における β の評価から、調和組織特有の挙動を評価することが可能であることが分かった。

本課題実験では、DCT および CT イメージングの切替え同時撮影システムを用いて、引張試験

過程の結晶ごとの変形挙動を評価できる可能性が示された。今後は CT イメージング結果と DCT 結果を比較して、ネッキングや破断開始位置と結晶組織の関係や、結晶組織の 3 次元再構成結果と比較しながら結晶粒ごとの転位密度変化について検討し、変形挙動に及ぼす調和組織の影響について議論する予定である。

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(2014B)、2014B1798.
- [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(2014A)、2014A1587.