

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

中井 善一<sup>a</sup>, 塩澤 大輝<sup>a</sup>, 菊池 将一<sup>b</sup>  
Yoshikazu Nakai<sup>a</sup>, Daiki Shiozawa<sup>a</sup>, Shoichi Kikuchi<sup>a</sup>

<sup>a</sup>神戸大学大学院, <sup>b</sup>立命館大学

<sup>a</sup>Kobe University, <sup>b</sup>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 $\mu$ 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。調和組織材では、未処理粉末の焼結材およびステンレス鋼の板材と比較して、繰返し負荷過程での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]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:  $\beta$ )を算出している。 $\beta$ 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 $\beta$ の評価を行った結果、 $\beta$ 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[9]-[11]。

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、繰返し負荷中にDCTおよびCTイメージング撮影を行い、結晶粒内のミスオリエンテーションの変化について調べた。

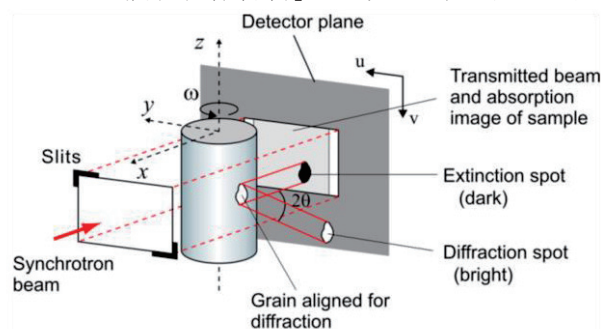


図1. 回折コントラストトモグラフィの原理

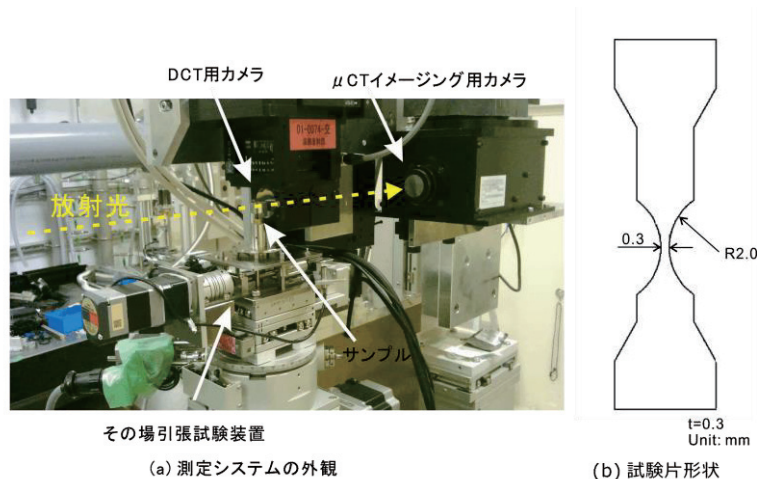


図 2. DCT+CT 切換え測定システムおよび試験片形状

## 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  $0.3\text{ mm} \times 0.3\text{ mm}$  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  $950^\circ\text{C}$  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。ステッピングモータを用いた疲労試験機を 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。本課題実験の疲労試験の条件としては、試験機制御は応力制御とし、応力比  $R=0.1$ 、三角波の応力波形、最大応力  $500\text{ MPa}$ 、および  $R=-1$ 、正弦波状の応力波形、応力振幅  $250\text{ MPa}$  の二種類の繰返し負荷を試験片に与えた。

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  $\mu\text{CT}$  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 (図 2)。 $\mu\text{CT}$  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移動することにより、迅速に  $\mu\text{CT}$  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 FLASH2.0 を用いた。検出器の有効ピクセルサイズはそれぞれ  $2.4\text{ }\mu\text{m}$  および  $0.35\text{ }\mu\text{m}$  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  $10\text{ mm}$ 、X 線のエネルギー  $E$  を  $37\text{ keV}$  とした。サンプルを  $360^\circ$  回転させながら常に検出器で露光し、 $0.04^\circ$  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  $37\text{ keV}$ 、露光時間を  $250\text{ ms}$ 、サンプル-カメラ間の距離  $L$  を  $300\text{ mm}$  とし、サンプルを  $180^\circ$  回転させる間に  $0.5^\circ$  ごとに透過像を得た。

### 2.2：測定結果

予備試験により得られた  $R=0.1$  での S-N 曲線を図 3 に示す。図 3 より、MM 材の疲労強度は Untreated 材よりも大きいことが分かる。これは調和組織による影響のほか、今回作成した Untreated 材では、粉末焼結の際に空孔が生じており、この空孔からき裂が発生していたことが考えられる。SPring-8 の課題実験では、同じ応力負荷におけるミスオリエンテーションの変化を調べるために、MM 材および Untreated 材ともに最大応力が  $500\text{ MPa}$  となる条件 ( $R=0.1$ ) で疲労試験を行った。Untreated 材および MM 材における初期状態からの  $\beta$  の変化量 ( $\Delta\beta$ ) を図 4 および図 5 にそれぞれ示す。図 5 では、同じ繰返し応力負荷を与えた SUS316L 材試験片に対する測定結果を合わせて示している。SUS316L 試験片の結晶粒径は、MM 材の粗大結晶粒系と同程度の大きさである。図 4 より、Untreated 材では疲労試験開始直後に  $\beta$  が大きく変化した後、 $\beta$  の増加はほとんど生じていないことが分かる。図 5 より、MM 材の  $\beta$  は繰返し負荷とともに緩やかに増加していることが分かる。一方、SUS316L 材では Untreated 材と同様に試験開始直後に  $\beta$  が大きく変化した後

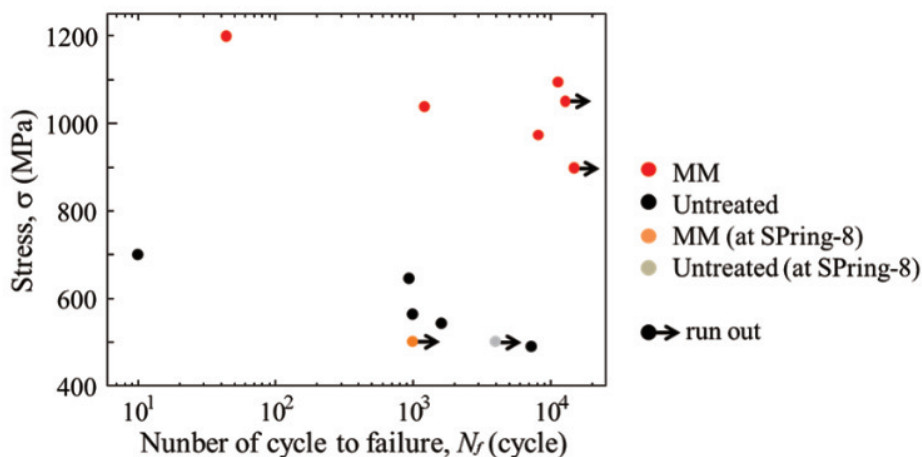


図 3.  $S-N$  曲線

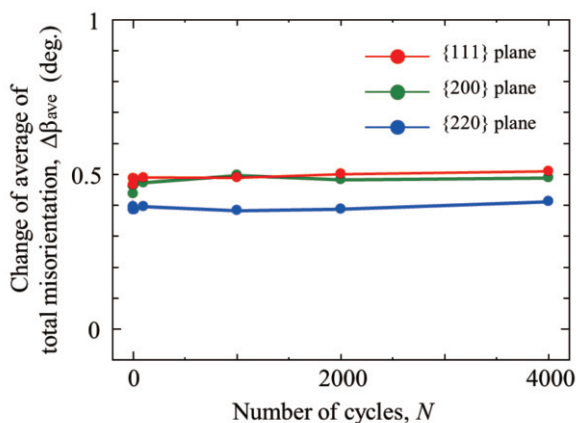


図 4. untreated 材における結晶粒内局所方位差の変化

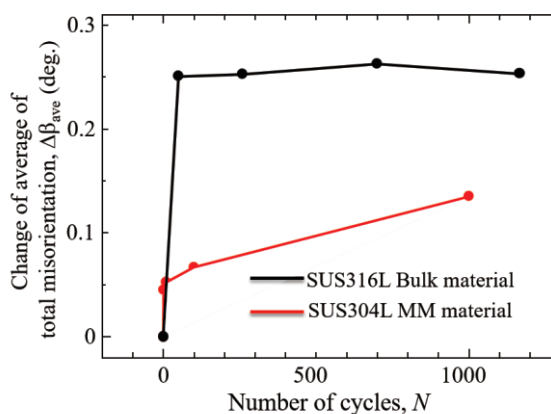


図 5. MM 材および SUS316L 材における結晶粒内局所方位差の変化

は、ほとんど増加していない。調和組織材における DCT 測定では、結晶粒の検出分解能から粗大結晶粒のみを検出して評価している。このため、MM 材の粗大粒におけるミスオリエンテーションの変化は、粗大粒の周りの微細結晶粒のネットワークによって抑制されていることを示しているものと考えられる。

- [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)
- [11] 中川 湧紀 他, 放射光 DCT インライン計測による金属材料の疲労過程中的ミスオリエンテーション変化の観察, M&M2017 材料力学カンファレンス (2017), OS0531.