

回折コントラストトモグラフィを用いた疲労き裂発生過程の 結晶ミスオリエンテーションの観察 Observation of Grain Misorientation in Fatigue Crack Initiation Process 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手法を開発している。本課題実験では、き裂発生と DCT で測定される結晶粒内のミスオリエンテーションの総和(total misorientation: β)との関連性について調査するために、き裂発生箇所を限定するための切欠きを有する試験片に対して疲労試験と DCT 測定をき裂が発生するまで繰返し行った。疲労試験過程の β を評価したところ、切欠き底付近の結晶粒の、主すべり系である{111}面において β が最も大きくなることが分かり、 β の変化とき裂発生の関連性が示唆された。

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 2014B 期では、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)を算出することを提案した[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、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や高サイクル疲労試験について、 β を用いた評価を行った結果、 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。本課題実験では、き裂発生と DCT で測定される β との関連性について調査するために、き裂発生箇所を限定するための切欠きを有する試験片に対して、同一サンプルでの DCT 連続測定を行った。

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。放射線の透過能から、試験片断面は 0.3 mm×0.3 mm とした。き裂発生箇所を限定するために、図 1 に示したような切欠きを設けた。この切欠き底部における応力集中係数は約 1.40 である。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、高サイクル疲労試験を実施した。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 $1.0\sim 2.0\times 10^5\text{cycles}$ とし、 $S-N$ 曲線から応力振幅を決定した。

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($f=50$)と CCD

カメラ C4880-41S の組み合わせを用いた。検出器構成の有効ピクセルサイズは $2.8 \mu\text{m}$ である。測定条件としては、サンプルーカメラ間の距離 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、 0.05° だけ回転するごとに画像を取得している。同一の試験片に対する疲労試験と 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。

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、その一部のみが回折スポットとして投影される。一つの結晶粒が回折条件を満たす入射 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。疲労試験過程における DCT の測定結果から、 β を算出した。

実験結果および考察：

き裂発生まで DCT 測定を行った一例について述べる。図 2 に示したように、負荷繰返し数 $N=1.01 \times 10^5 \text{ cycles}$ でき裂が確認された。図 2 に示した撮影領域内の回折スポットの β のヒストグラムを図 3 に示す。図 3(a)ではすべての回折スポットにおけるヒストグラムを、図 3(b)~(d)では回折スポットを回折面ごとに分類して整理したものを示している。図 3(a)より、疲労試験前と比較

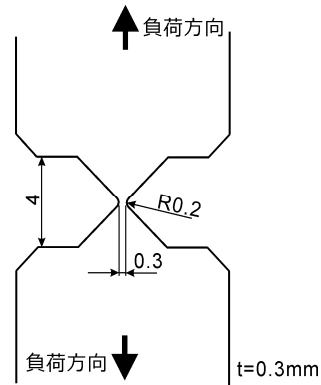


図 1. 試験片観察部の詳細図

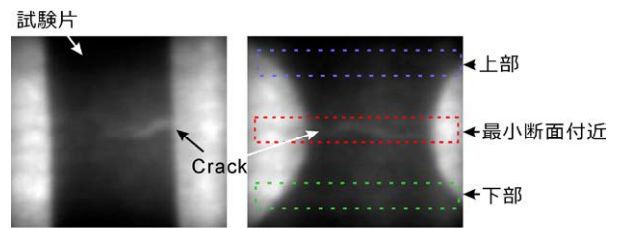


図 2. 透過像 ($N=1.01 \times 10^5 \text{ cycles}$)

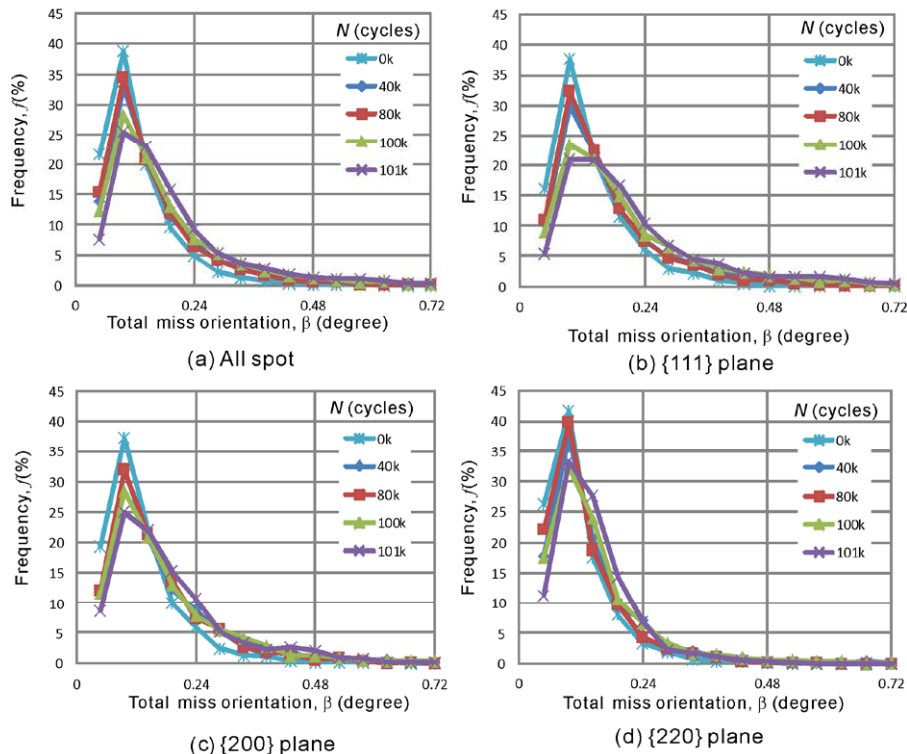


図 3. 疲労疲労試験中の回折面におけるミスオリエンテーション β のヒストグラム

して、繰返し負荷後では大きな β を有する回折スポットの割合が多くなっていることが分かる。回折面間で比較すると、FCC結晶構造の主すべり面である $\{111\}$ 面において、ヒストグラムの変化が最も大きくなっていた。ヒストグラムの変化量を詳細に見るために、 β の平均値 β_{ave} の変化を図4に示す。図4より、疲労試験開始後と破断直前において、 β_{ave} が大きくなっていることが分かる。また $\{220\}$ 面ではほとんど変化していないのに対して、 $\{111\}$ 面における β_{ave} の変化が最も大きい。

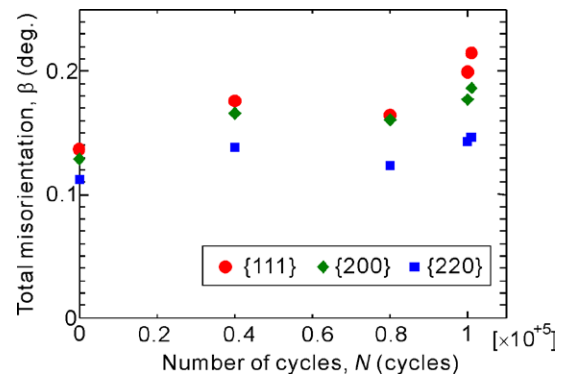


図4. 回折面ごとの β_{ave} の変化

次に結晶の断面位置ごとに β の整理を行った。図2に示したように、切欠き底の最小断面部付近の結晶粒と切欠き底から離れた位置(上部, 下部)における結晶粒に分類してそれらのヒストグラムを調べた。このときの β_{ave} の変化を図5に示す。図5より、切欠き底に位置する結晶粒の、 $\{111\}$ 面における β_{ave} の変化が最も大きいことが分かる。これは、主すべり系である $\{111\}$ 面において転位運動が活発に生じており、 β の変化とき裂発生過程の微視構造変化の間に関連性があることを示唆しているものと考えられる。

以上のように、結晶粒内の局所方位差の総和 β とき裂発生との関連性についての知見が得られた。本実験では、疲労試験中に β の停留と減少も見られた。 β の減少は予ひずみを与えた場合にも観察され、転位の再配列と対応している可能性が考えられた。切欠きを導入することで応力集中が生じ、加工硬化と軟化がそれぞれ生じたことが考えられる。切欠き材では平滑試験片よりも疲労寿命が延びる傾向があった。今後は、結晶粒間の相互作用について検討を行うとともに、き裂発生寿命と β の関係について詳細な検討を行う予定である。

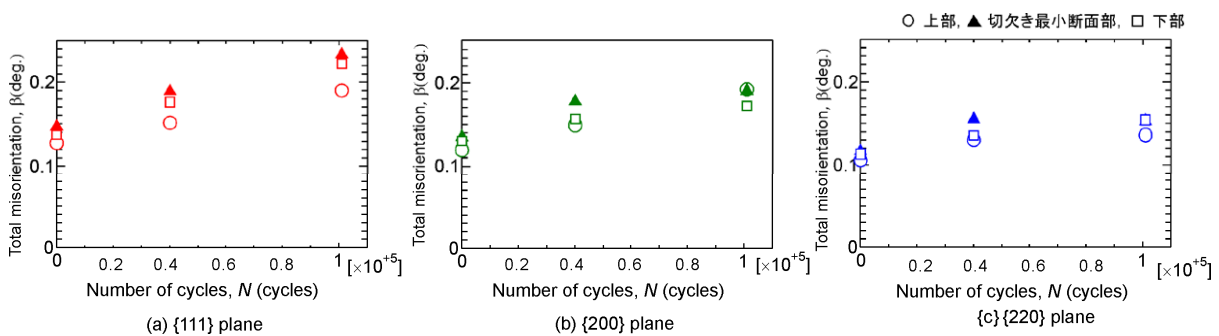


図5. 試験片部位ごとの β_{ave} の変化

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., *International Journal of Fatigue* (2015), In Press.
- [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] 中井善一 他、日本機械学会関西支部 第 90 期定時総会講演会, pp. 86-89 (2015).