

# 回折コントラストトモグラフィを用いたき裂発生過程の 結晶ミスオリエンテーション挙動のその場観察 In-situ Observation of Total Mis-Orientation under Fatigue 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、疲労試験過程における結晶ミスオリエンテーション挙動観察の効率化のために、疲労試験機をビームライン上に設置して試験片を取り外さずに DCT 測定を行う、その場観察システムを構築することを試みた。その場観察システムに必要な、測定用回転ステージ上に設置可能で、検出器と干渉しない小型疲労試験機を開発した。本試験機をビームライン上に持ち込み、その場観察システムの有効性について検証した。その結果、回転ステージ上で疲労試験が可能であること、疲労試験装置を設置した状態で DCT 測定が可能であることを確認した。その場疲労試験機を用いて疲労き裂発生過程の結晶ミスオリエンテーション挙動を観察したところ、疲労試験初期に結晶粒のトータルミスオリエンテーション $\beta$ は、増加と減少をそれぞれ示すこと、き裂発生箇所ではその変化が大きいことが分かった。

**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 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:  $\beta$ ) を算出することを提案した[9]。 $\beta$ 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、試験片に予ひずみを与えて転位密度の変化をさせた試験片や高サイクル疲労試験において $\beta$ を用いた評価を行った結果、 $\beta$ は結晶の回折面における転位密度と対応しており、 $\beta$ 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。これまでの課題実験では、疲労試験を中断するたびに試験機から試験片を取り外して、DCT 測定を行っていた。この観察手法では、試験機から試験片を取り外すごとに疲労試験での応力-ひずみ挙動に変化が現れること、試験片の取り外しに時間がかかるため効率的な実験が行えないことや試験片に負荷を与えた状態で測定できないなどの問題点が

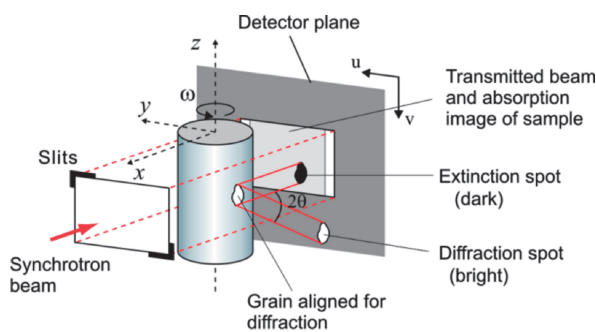


図 1. 回折コントラストトモグラフィの原理

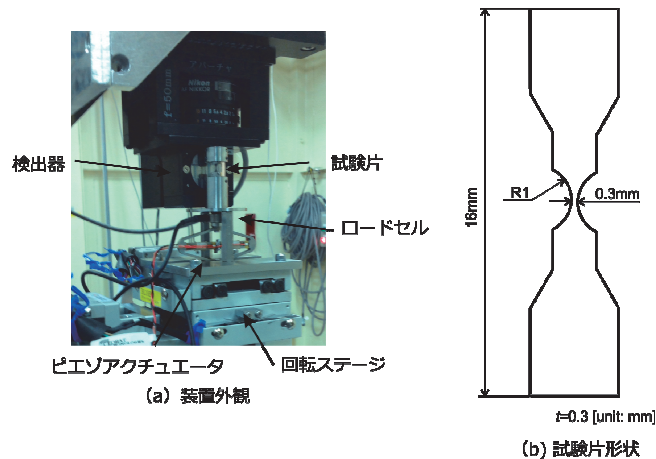


図 2. その場観察用疲労試験機

挙げられた。そこでビームライン上で疲労試験が可能な小型疲労試験機を開発し、疲労試験機から試験片を取り外すことなく疲労試験過程の DCT その場観察手法を構築した。本課題実験では、開発した小型疲労試験機を用いて、その場 DCT 観察システムを構築することを目的とした。

## 2. 実験：

### 2.1：疲労試験機および試験片

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。放射光の透過能から、試験片の最小断面は  $0.3 \text{ mm} \times 0.3 \text{ mm}$  とした。試験片形状に加工後、残留ひずみの除去と結晶粒の粗大化を目的として、 $1100^\circ\text{C}$  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  $55 \mu\text{m}$  であった。本試験片に対して、開発したその場観察用疲労試験機を用いて、高サイクル疲労試験を実施した。疲労試験機の外観図および試験片形状を図 2 に示す。負荷機構として機械増幅型 piezoelectric actuator を用いている。試験機に取り付けたまま DCT 撮影を行うために、観察箇所はアクリルチューブで覆われている。疲労試験条件としては、応力制御で応力比  $R$  を  $-1$ ，負荷周波数  $f$  を  $10 \text{ Hz}$ ，応力波を正弦波とした。目標破断繰返し数は  $1.0 \sim 2.0 \times 10^5 \text{ cycles}$  とし、 $S-N$  曲線から疲労試験での設定応力振幅を決定した。

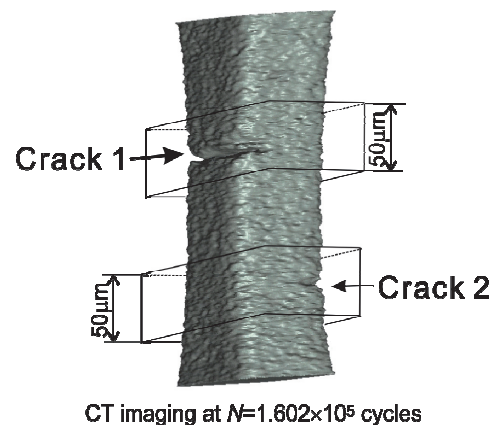
### 2.2：DCT 測定

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 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  $10 \text{ mm}$ ，X 線のエネルギー  $E$  を  $37 \text{ keV}$  とした。サンプルを  $0^\circ$  から  $180^\circ$  または  $360^\circ$  回転させながら常に検出器で露光し、 $0.05^\circ$  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)  $\beta$  を算出することができる。

## 3. 実験結果および考察：

その場 DCT 測定を行った一例について述べる。 $S-N$  曲線をもとに実験での応力振幅  $\sigma_a$  を  $165 \text{ MPa}$  とした。本試験片では、疲労試験機の駆動電圧およびロードセ



CT imaging at  $N=1.602 \times 10^5 \text{ cycles}$

図 3. CT imaging 結果 ( $N=xxx \text{ cycles}$ )

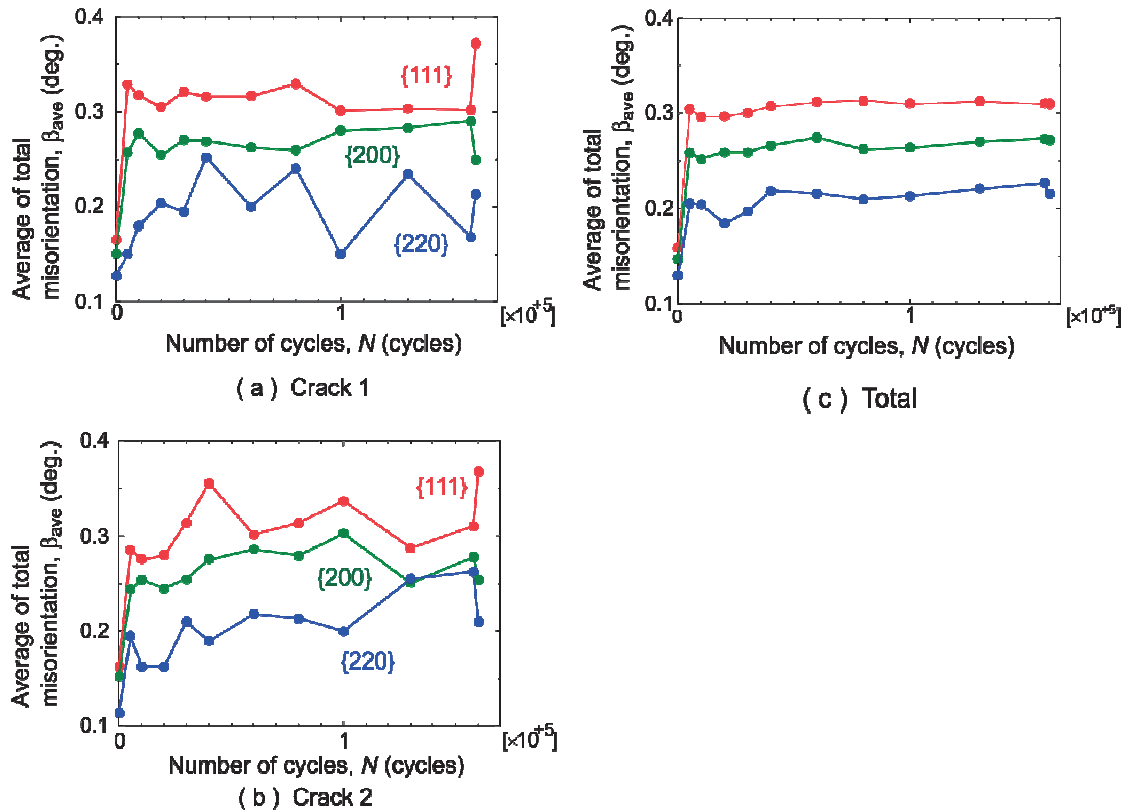


図4 Change of total misorientation in 2016A

ルからの負荷の変化を検知して疲労試験を中断し、通常のCTイメージング撮影を行った。CT撮影時にはアクチュエータにより、疲労試験における最大試験負荷の70%の大きさの引張負荷を与えた。CT撮影結果を図3に示す。図3より二か所からき裂が発生していることが分かった。このときの繰返し数は $N=1.6 \times 10^6$  cyclesであった。

DCT測定毎に回折スポットから結晶粒のtotal misorientation ( $\beta$ )を算出した。DCT測定で得られた回折スポットを回折面ごとに分類して、それぞれの回折面における回折スポットの $\beta$ の平均値を、繰返し数に対して整理した結果を図4に示す。図4では、図3のCrack 1およびCrack 2の位置を中心として $50 \mu\text{m}$ の幅を持つ評価領域を設定し、評価領域内の結晶粒における回折スポットの $\beta$ の平均値の変化を調べた結果(図4(a)および(b))に加えて、測定範囲内のすべての結晶粒における回折スポットに対する $\beta$ の平均値の変化を調べた結果(図4(c))を示している。比較のために2014A期課題実験で行った測定結果を図5に示す[10]。2014A期では、2016A期と同様の試験片形状を用いており、疲労試験機はDCT測定のたびに試験片を測定ステージに取り付ける、従来の手法を用いた測定結果である。2014A期の試験片の破断繰返し数は $N_f=1.099 \times 10^5$  cyclesであった。

図4および5より、2016A期および2014A期での試験結果のいずれにおいても繰返し数とともに $\beta$ が増加した後、一度減少に転じていることがわかる。Crack 2の領域では2014A期と同様に試験開始後 $2 \sim 4 \times 10^4$  cycles付近で $\beta$ の減少が確認できる。2016A期では特に疲労試験開始直後に $\beta$ の増加と減少がそれぞれ現れている。これは2014A期と比較して疲労試験初期を細かく測定したことにより検出されたものと考えられる。またき裂が発生した付近における $\beta$ の変化は、観察視野全体の変化と比較して大きいことから、結晶粒内の組織構造の変化が大きな結晶粒においてき裂が発生していることが示唆される。このように疲労損傷過程において $\beta$ の増加だけでなく減少も生じることが確認された。 $\beta$ の増加は転位密度の増加

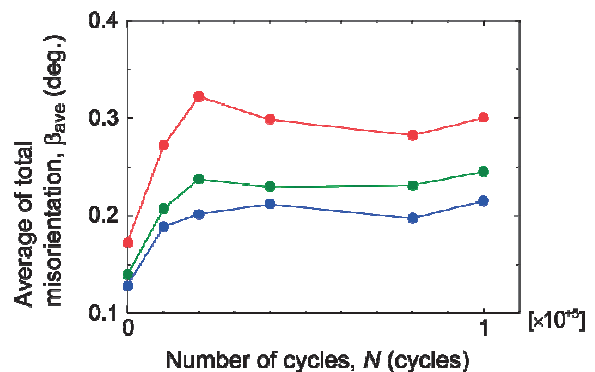


図5 Change of total misorientation in 2014A

と対応していると考えられるため、 $\beta$  の減少は繰返し負荷による動的回復などにより転位の消滅が生じている可能性がある。

以上のように、その場観察システムでは、疲労試験機からの試験片着脱の手順が省略されるため、試験片着脱の時間が短縮できる、着脱時の試験片へのダメージの考慮が不要になるなどの効果があることが確認できた。今後はき裂の発生起点となった結晶粒を特定し、さらに詳細な  $\beta$  の挙動を観察する予定である。

#### 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.