

# マイクロイメージングによる 金属材料の4D疲労損傷評価

中井善一  
神戸大学大学院工学研究科  
機械工学専攻



## これまでの研究

### マイクロCTイメージング

- ・フレッティング疲労き裂の観察
- ・ねじり疲労き裂の観察
- ・超高サイクル疲労における内部き裂の観察
- ・腐食ピットおよび腐食疲労き裂の観察

### ラミノグラフィー

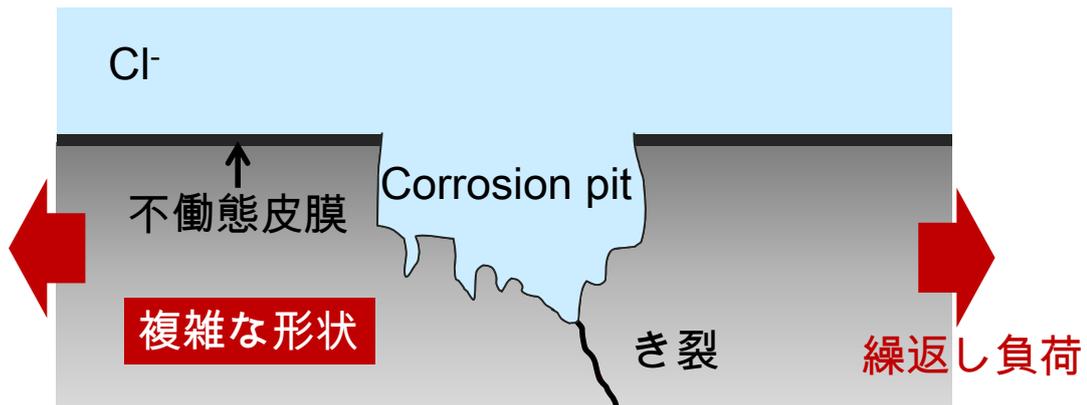
- ・転動疲労き裂の観察

### 回折コントラストイメージング

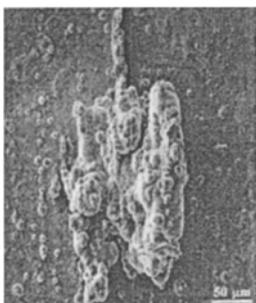
- ・引張り試験中のミスオリエンテーション変化の観察
- ・疲労試験中のミスオリエンテーション変化の観察

# 腐食疲労損傷の観察

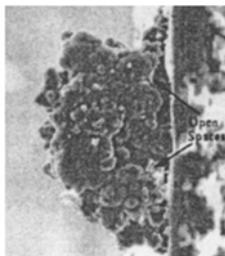
## 腐食疲労



表面から観察できない



Top view



Side view

き裂は内部から発生

実際の腐食ピット形状

Robert P. Wei, et al., Corrosion and corrosion fatigue of aluminum alloys an aging aircraft issue , Proc. FATIGUE '99, pp. 2197-2204.

# 材料および試験片

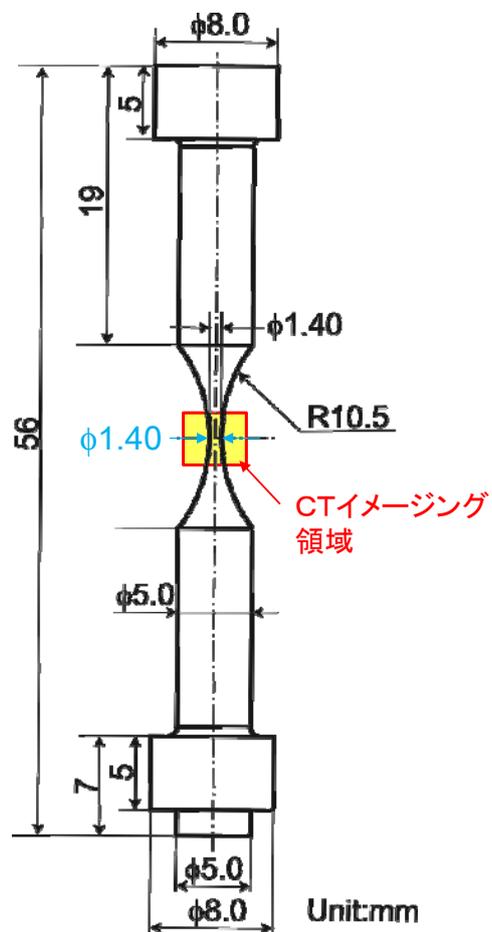
Al alloy: A7075-T651

化学成分(mass%)

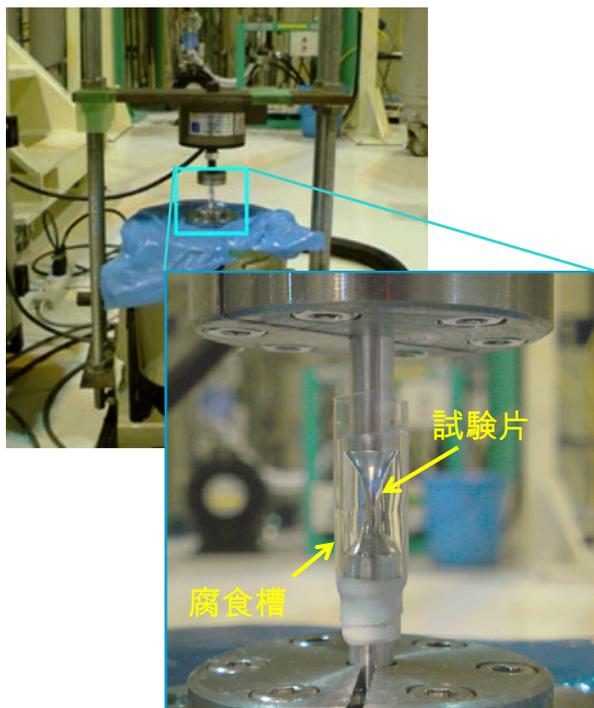
Si	Fe	Cu	Mn	Mg
0.09	0.24	1.5	0.07	2.4
Cr	Zn	Ti	Ti+Zr	Al
0.20	5.7	0.01	0.01	bal.

力学的性質

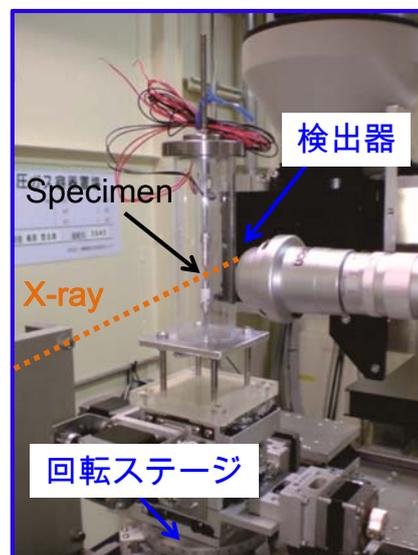
引張り強さ (MPa)	609
0.2% 耐力 (MPa)	575
破断伸び (%)	11.5



# 実験装置



疲労試験装置



CT イメージング

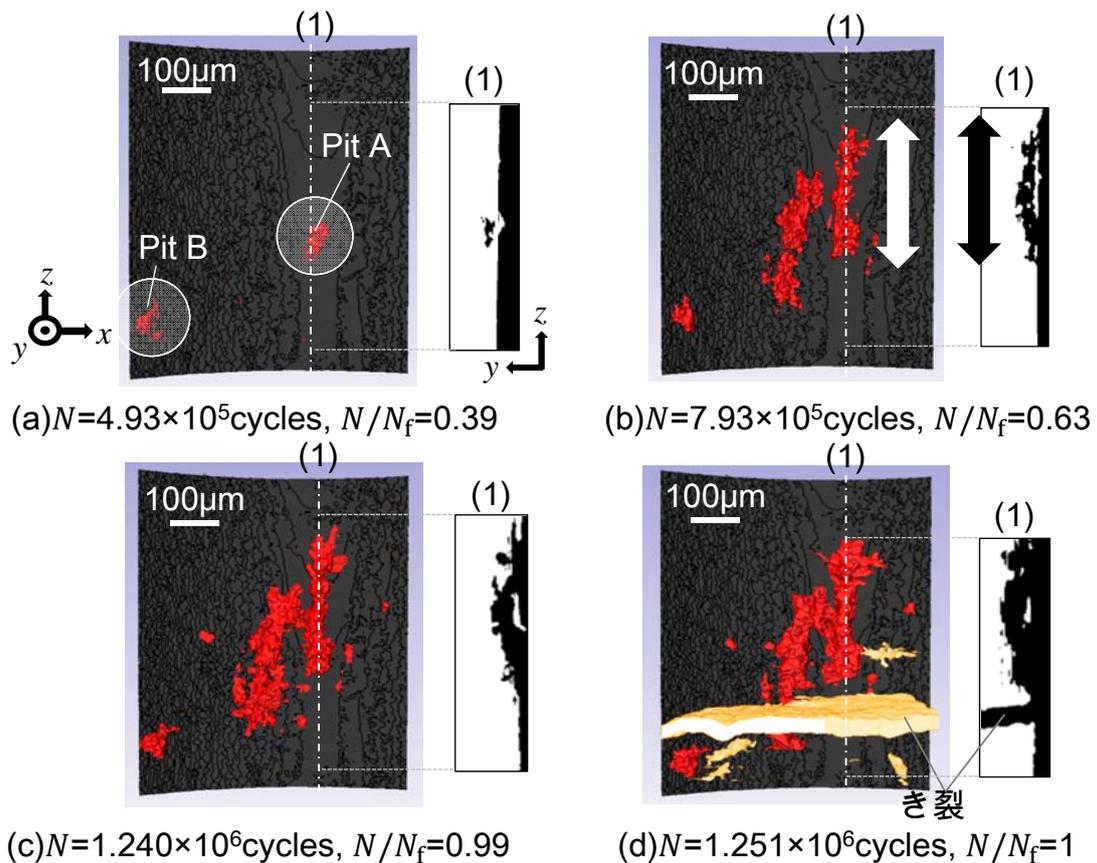
# 疲労試験およびイメージング条件

疲労試験		CTイメージング	
NaCl (%)	3.0	X-ray energy (keV)	20
Loading freq. (Hz)	20	Specimen-camera distance (mm)	10~350
Stress ratio	-1	Rotation step angle (deg.)	0.5
Stress amp. (MPa)	115	Effective pixel size ( $\mu\text{m}/\text{pixel}$ )	1.4~3.0

Number of cycles for CT	$N/N_f$
$N = 4.93 \times 10^5$ (cycles)	0.394
$N = 5.93 \times 10^5$ (cycles)	0.474
$N = 7.93 \times 10^5$ (cycles)	0.634
$N = 8.93 \times 10^5$ (cycles)	0.714
$N = 1.100 \times 10^6$ (cycles)	0.879
$N = 1.240 \times 10^6$ (cycles)	0.991
$N = 1.251 \times 10^6$ (cycles)	1

## 腐食ピットとき裂



# 介在物と腐食ピット

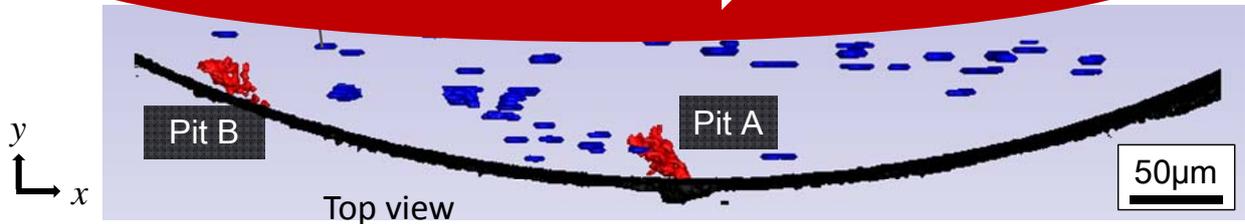
$N = 4.93 \times 10^5$  cycles  
 $N/N_f = 0.39$



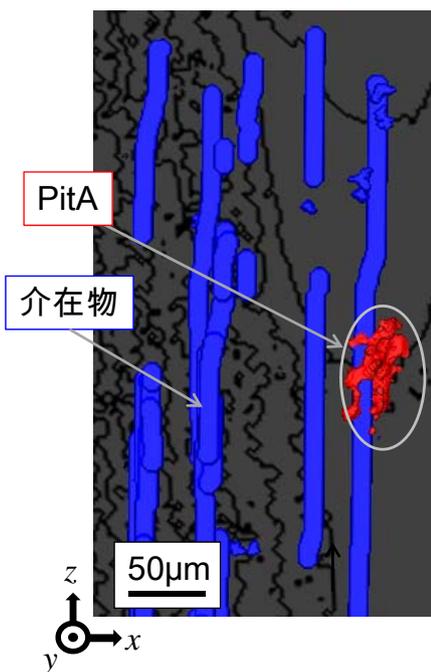
Pit B-表面直下に介在物なし

Pit A-表面直下に介在物あり

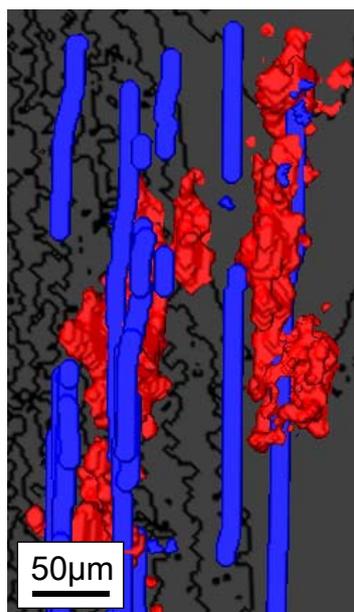
表面直下に介在物あり → ピットが成長  
 表面直下に介在物なし → ピットが成長しない



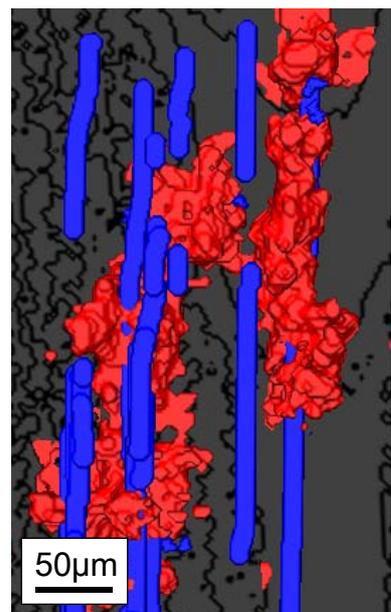
# 介在物とき裂



$N = 4.93 \times 10^5$  cycles  
 $N/N_f = 0.39$

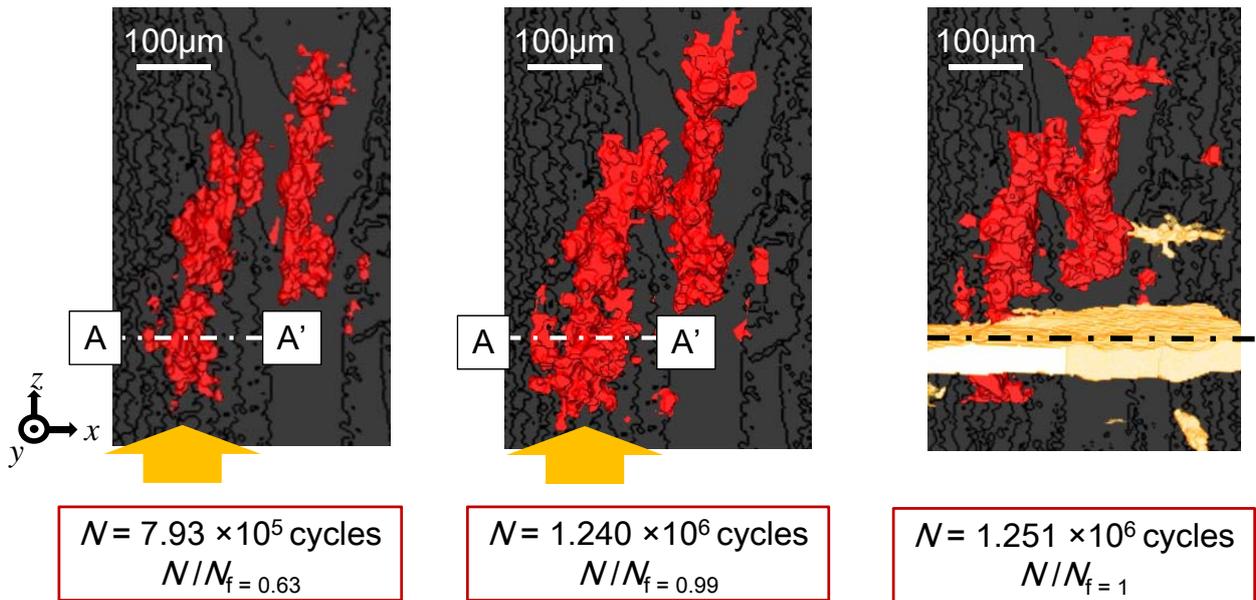


$N = 7.93 \times 10^5$  cycles  
 $N/N_f = 0.63$

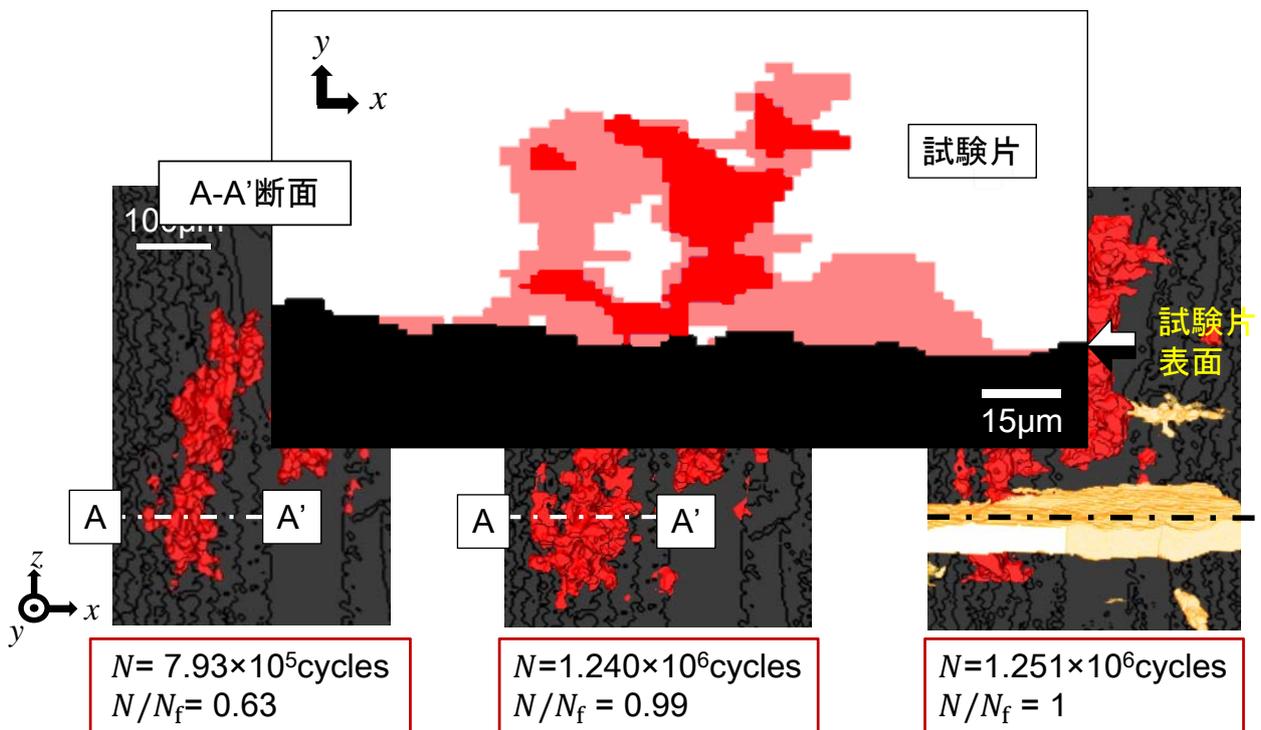


$N = 1.240 \times 10^6$  cycles  
 $N/N_f = 0.99$

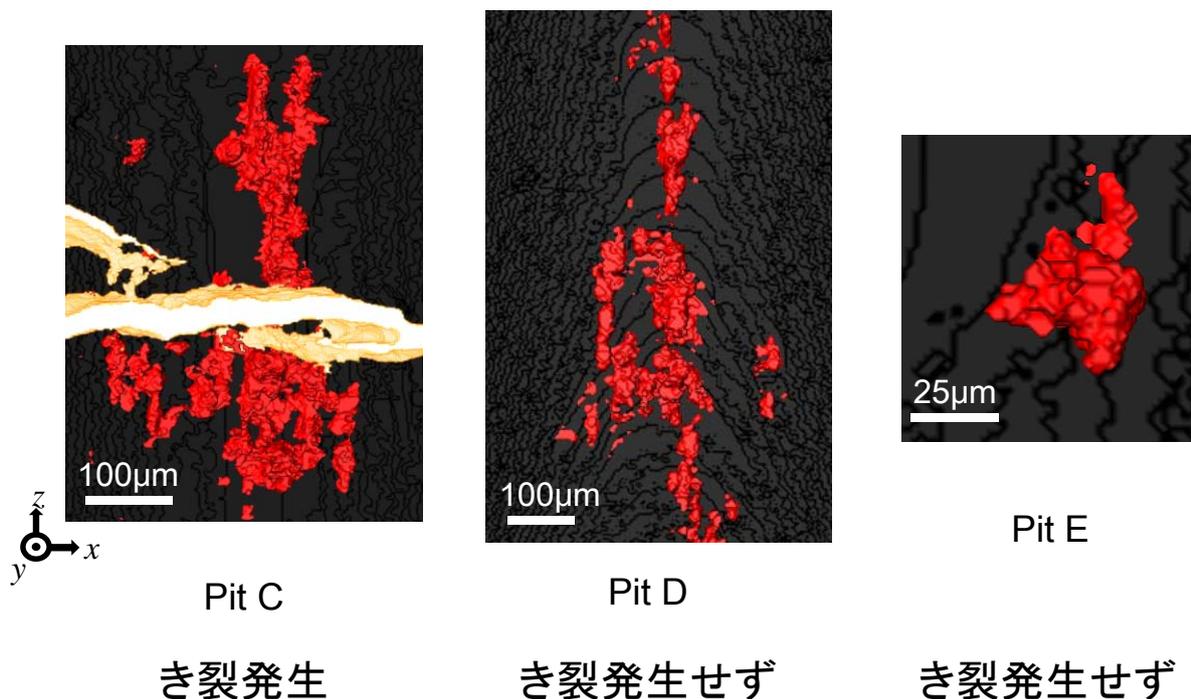
# 腐食ピットとき裂



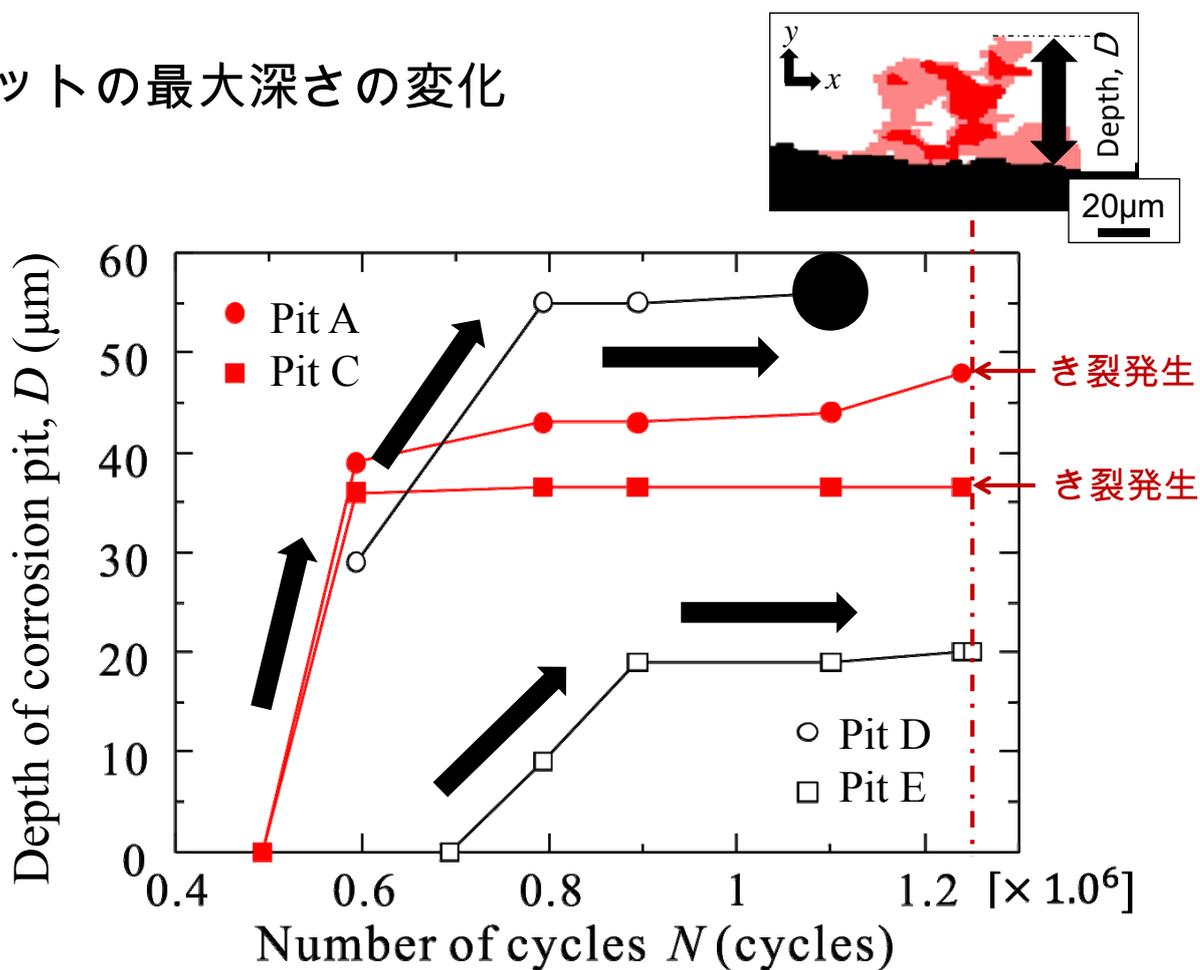
# 腐食領域の拡大



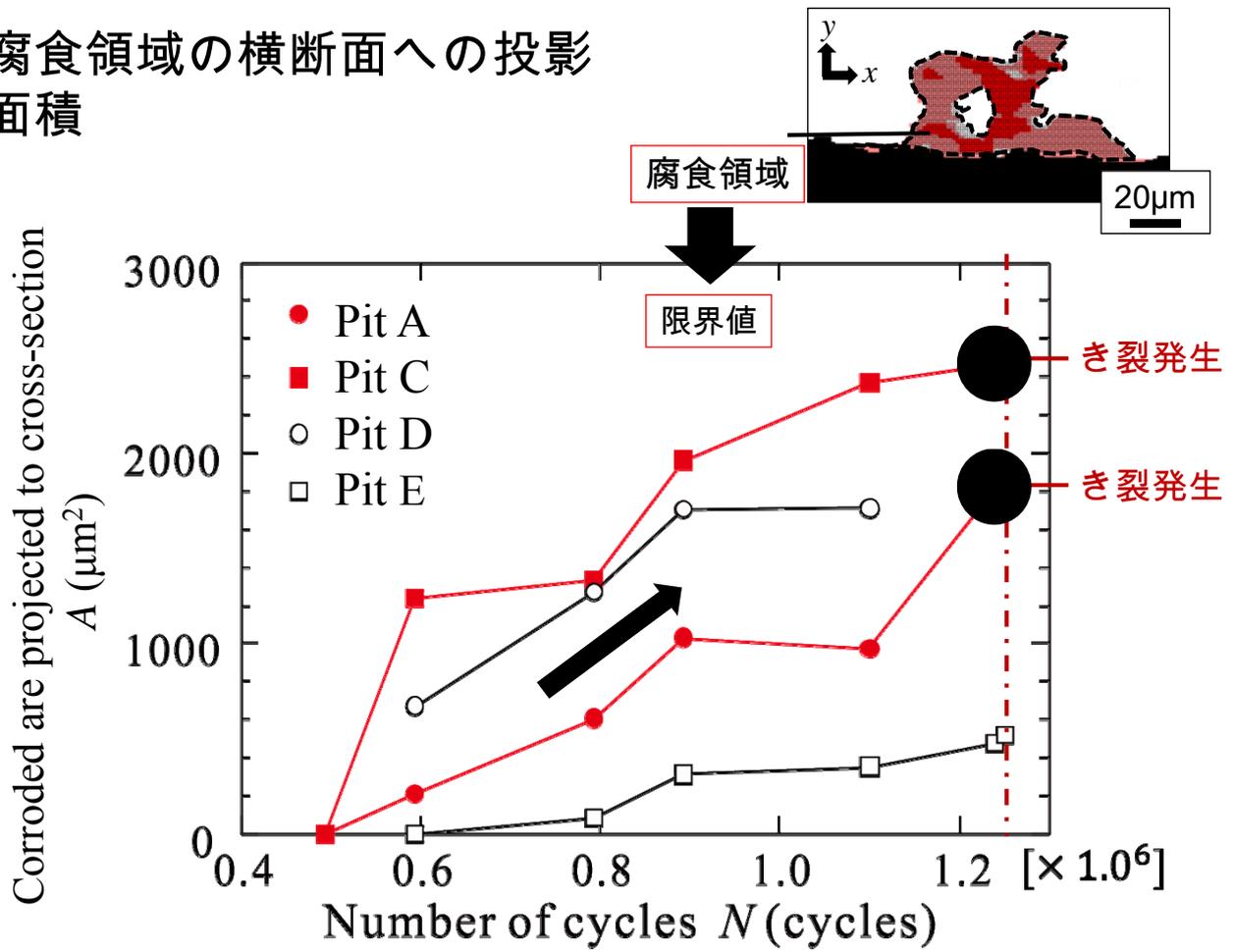
## き裂が発生した介在物と発生しなかった介在物の相違



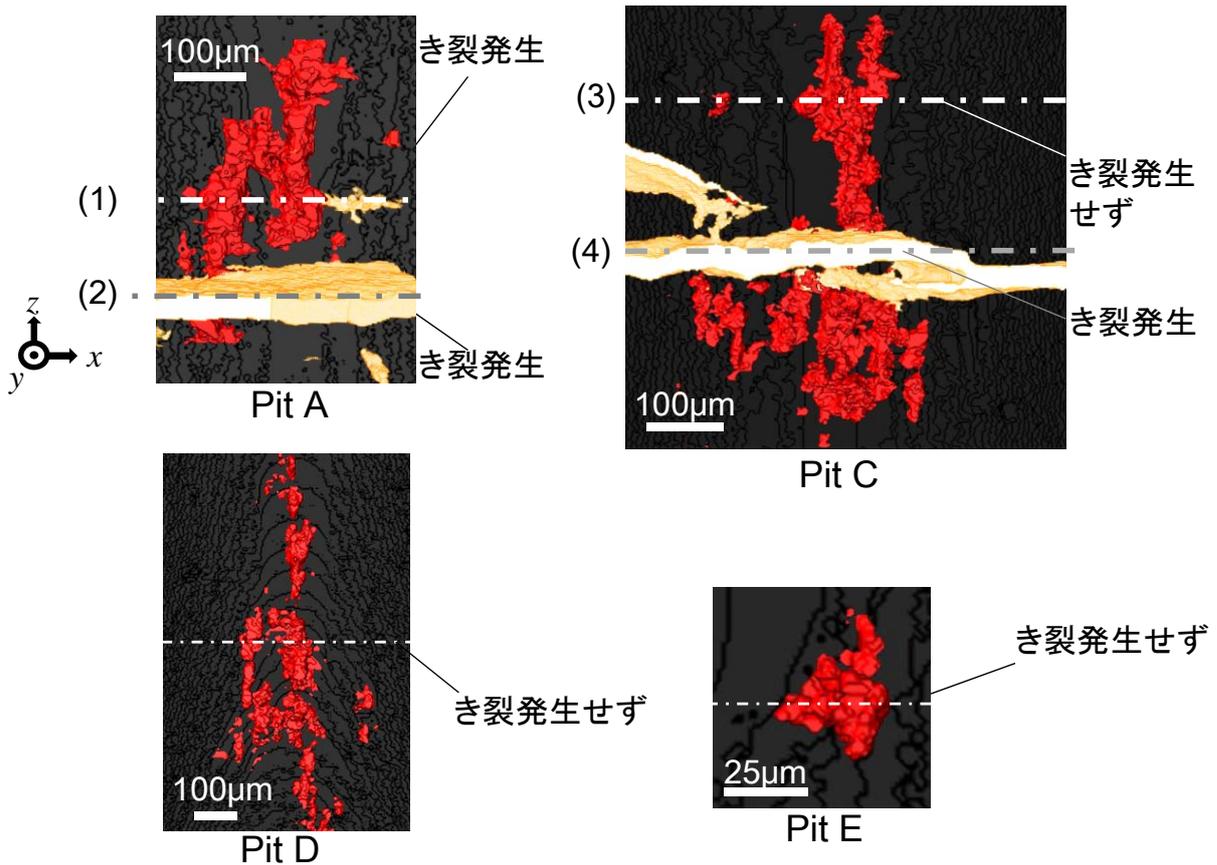
## ピットの最大深さの変化



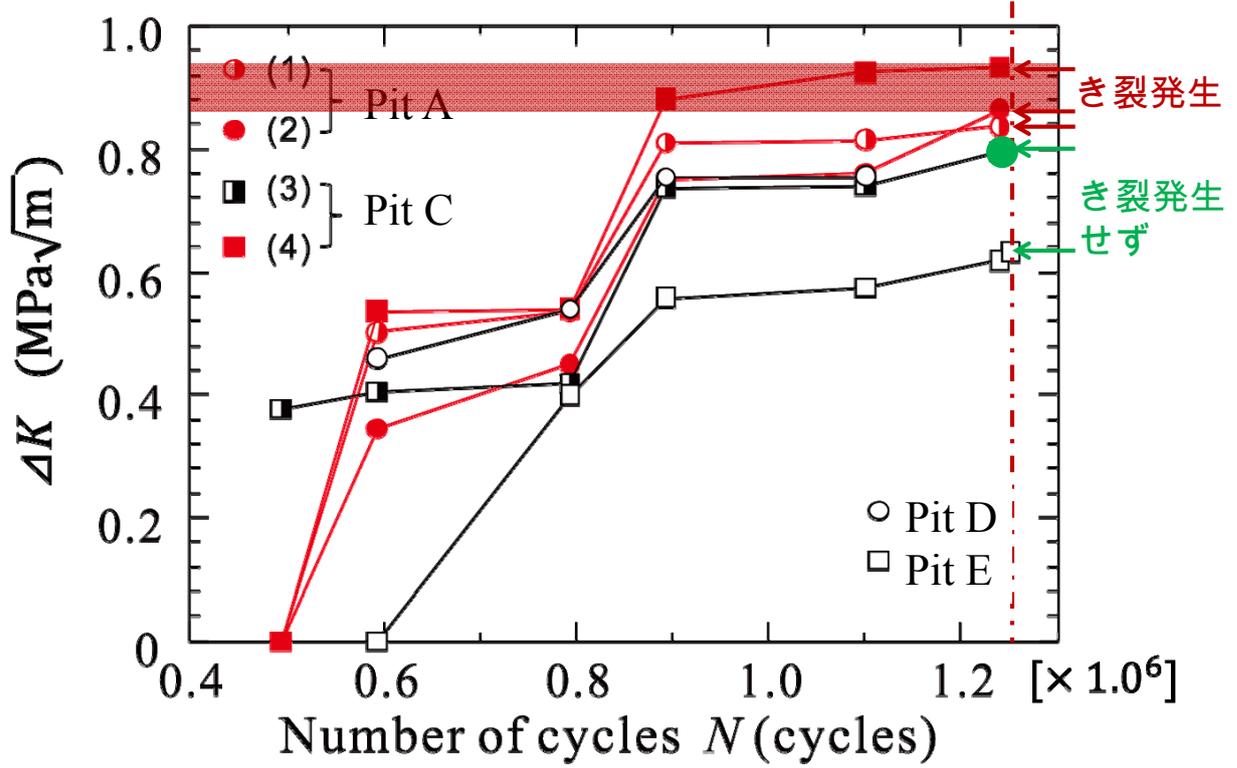
# 腐食領域の横断面への投影面積



# $\Delta K$ 評価断面



## $\Delta K$ の変化

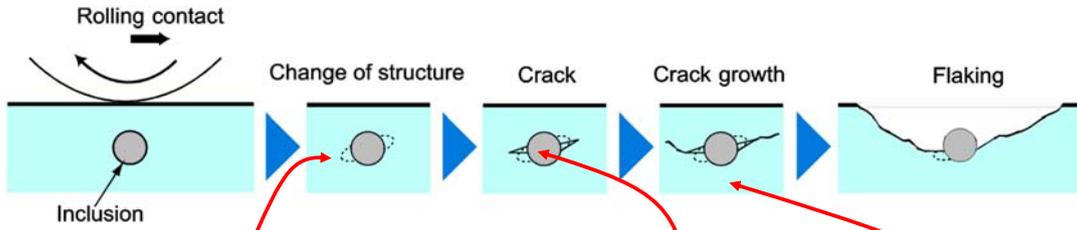


## 転動疲労き裂の観察

## ベアリング



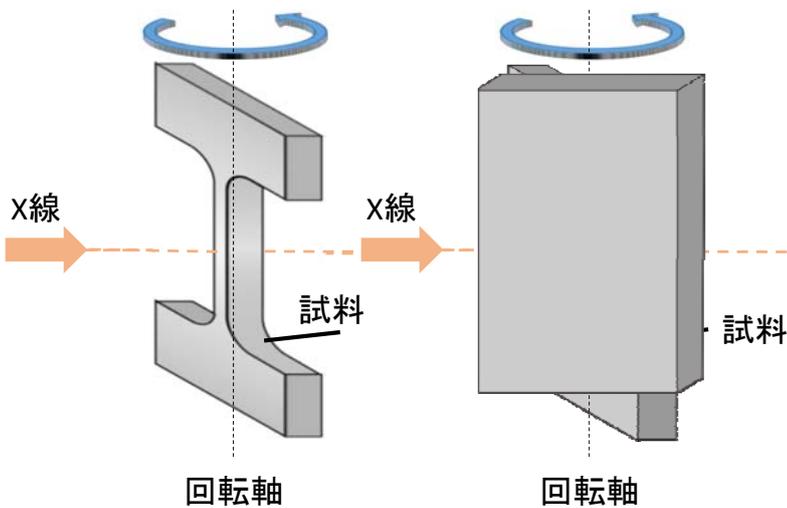
### 転動疲労のメカニズム



繰返し負荷による非金属介在物周辺の微視組織変化  
組織変化によって助長された表面下での疲労き裂発生  
表面下におけるき裂発生と表面への進展  
金属顕微鏡やSEMでは、表面下で生じた現象は観察できない

## CTイメージングとラミノグラフィ

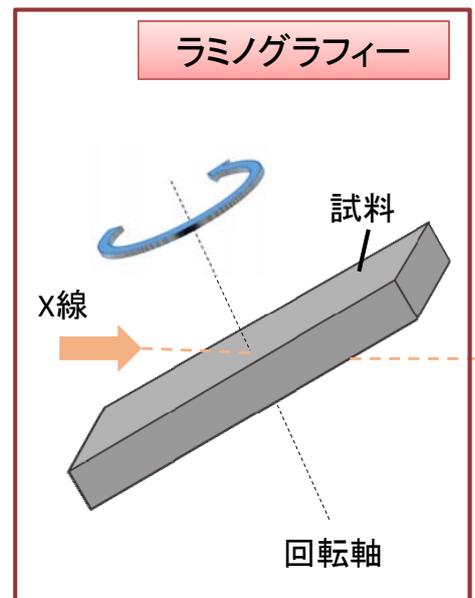
### μCT イメージング



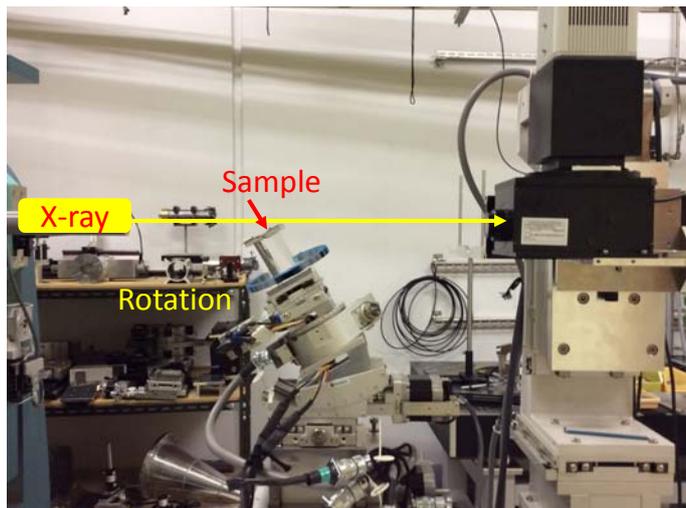
細線

薄板

### ラミノグラフィ



# ラミノグラフィー観察条件



BL46XU ビームライン

X線源：アンジュレータ

X線検出器:

- ビームモニター
- CCDカメラ

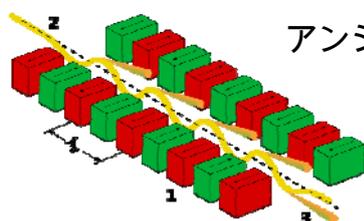
有効ピクセルサイズ: 0.74  $\mu\text{m}$

X線エネルギー: 37 keV

CTステップ角: 0.5 deg.

全撮影数: 948

試料-カメラ間距離: 0.3 m



アンジュレータ

- 1: 磁石
- 2: 左上から電子線入射
- 3: 右下からシンクロトン放射光放出

<https://commons.wikimedia.org/wiki/File:Undulator.png#/media/File:Undulator.png>

## 材料および試験片

材料：改変SUJ2鋼

化学成分 (mass%):

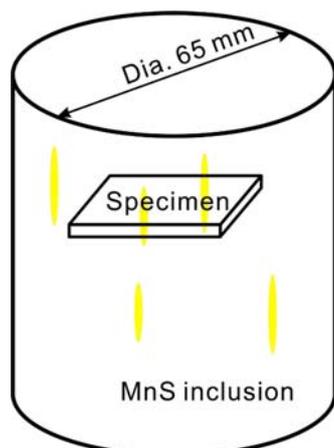
1.00C, 0.35Si, 0.47Mn, 0.006P,  
**0.017-0.049S**, 1.50Cr, and  
balance Fe.

試験片の板厚方向に  
引き伸ばされた介在物が存在

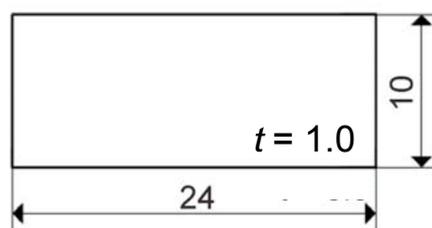
高濃度の硫黄を含む  
(MnS 介在物)

熱処理条件:

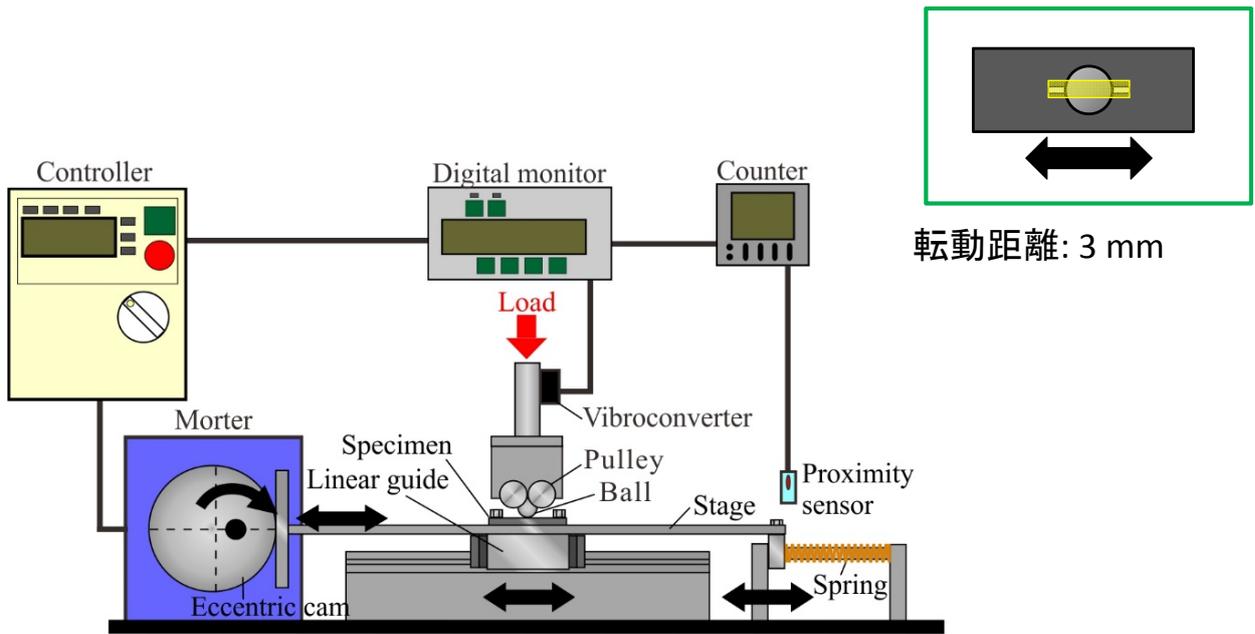
1103 K, 0.5 h  $\rightarrow$  焼入れ  
焼戻し: 453 K, 2h



試験片(寸法: mm)

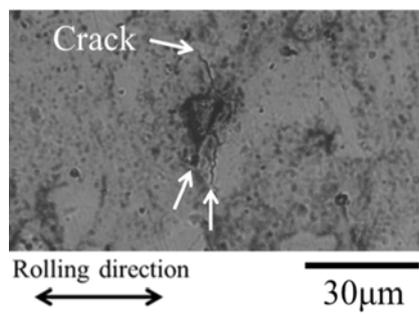


# 転動疲労試験機



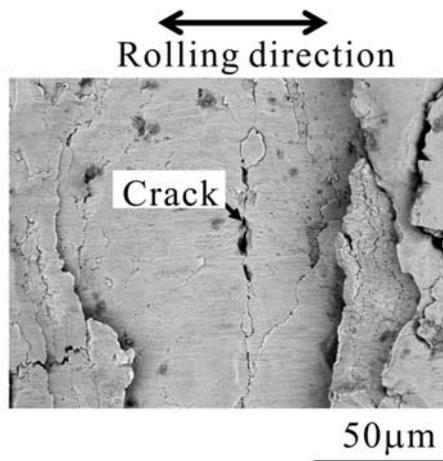
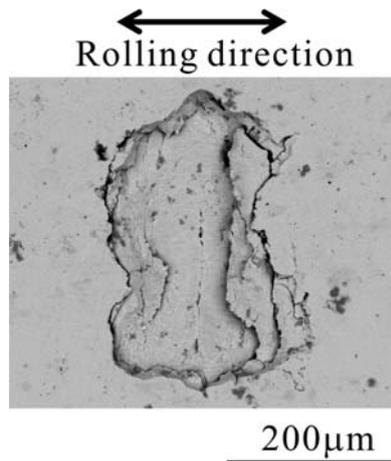
微小寸法の試験片の転動疲労試験を行える。

## フレーキングの表面観察



S: 0.020 mass%  
 $\rho_{\max} = 5.39 \text{ GPa}$

き裂発生後  
フレーキング前  
( $N = 1.10 \times 10^7$  cycles)



フレーキング後 ( $N = 1.295 \times 10^7$  cycles)

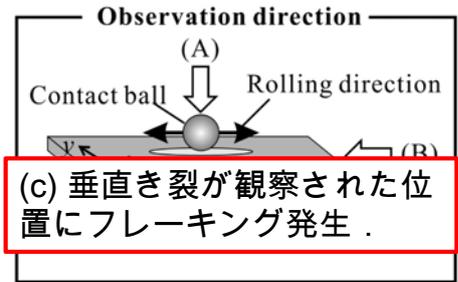
# 3Dイメージ s: 0.020 mass%, $\rho_{\max} = 5.39$ GPa

橙: 介在物

赤: き裂  $N = 1.10 \times 10^7$  cycles

白: き裂  $N = 1.10 \times 10^7 \sim 1.168 \times 10^7$  cycles

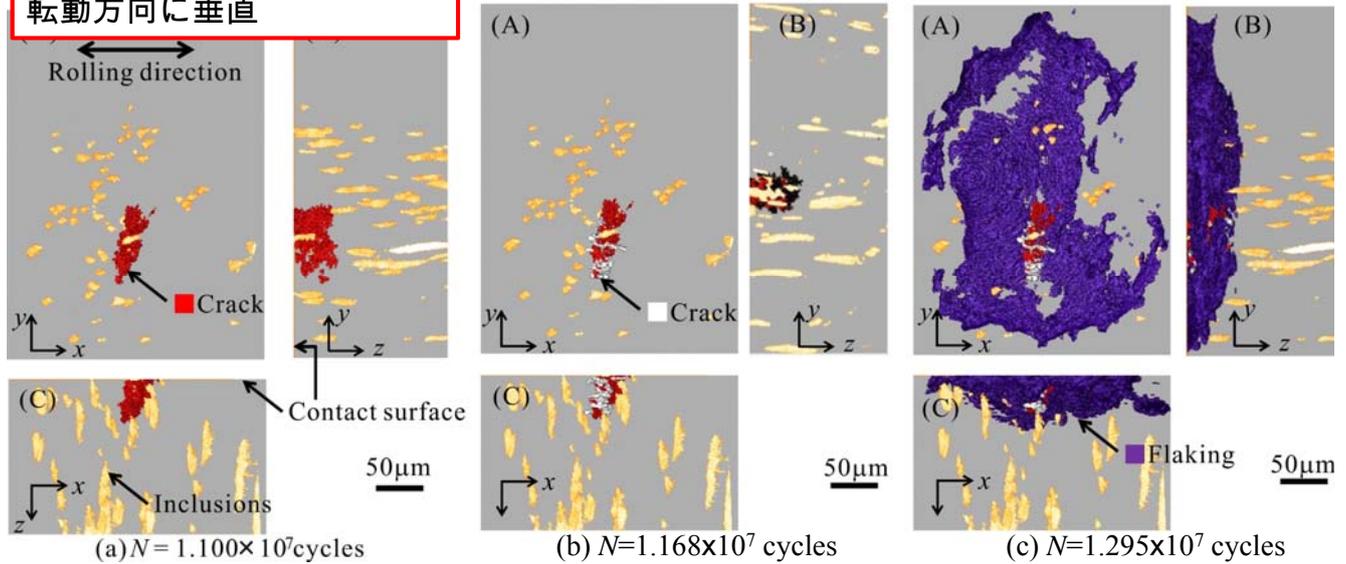
紫: フレーキング形状



(a) 表面に達した長さ約30  $\mu\text{m}$ の円柱状介在物から表面き裂発生。このき裂面は、転動方向に垂直

(b) 深さ方向に、き裂がわずかに進展。

(c) 垂直き裂が観察された位置にフレーキング発生。

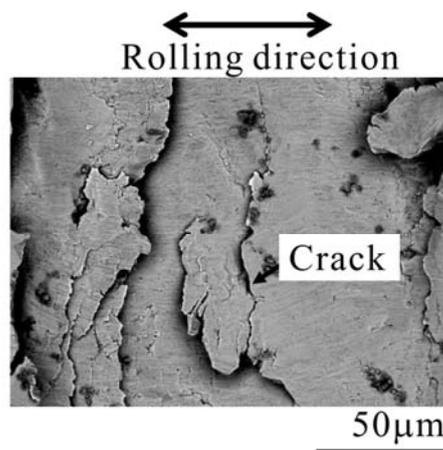
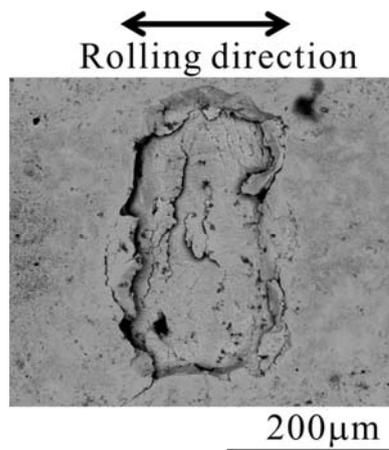
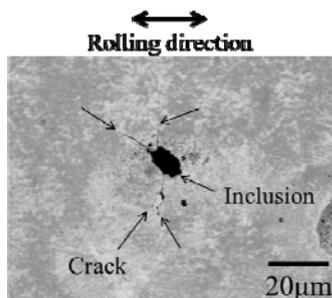


## フレーキング位置での表面観察

s: 0.049 mass%

$\rho_{\max} = 5.39$  GPa

き裂発生後、  
フレーキング前  
( $N = 6.00 \times 10^6$  cycles)



(a) フレーキング

(b) フレーキングの拡大図

フレーキング後 ( $N = 7.67 \times 10^6$  cycles)

# 3Dイメージ $S: 0.049 \text{ mass}\%$ , $\rho_{\max} = 5.3$

(a) 表面に達した長さ約60  $\mu\text{m}$ の円柱状介在物から表面き裂発生  
このき裂面は、転動方向に垂直

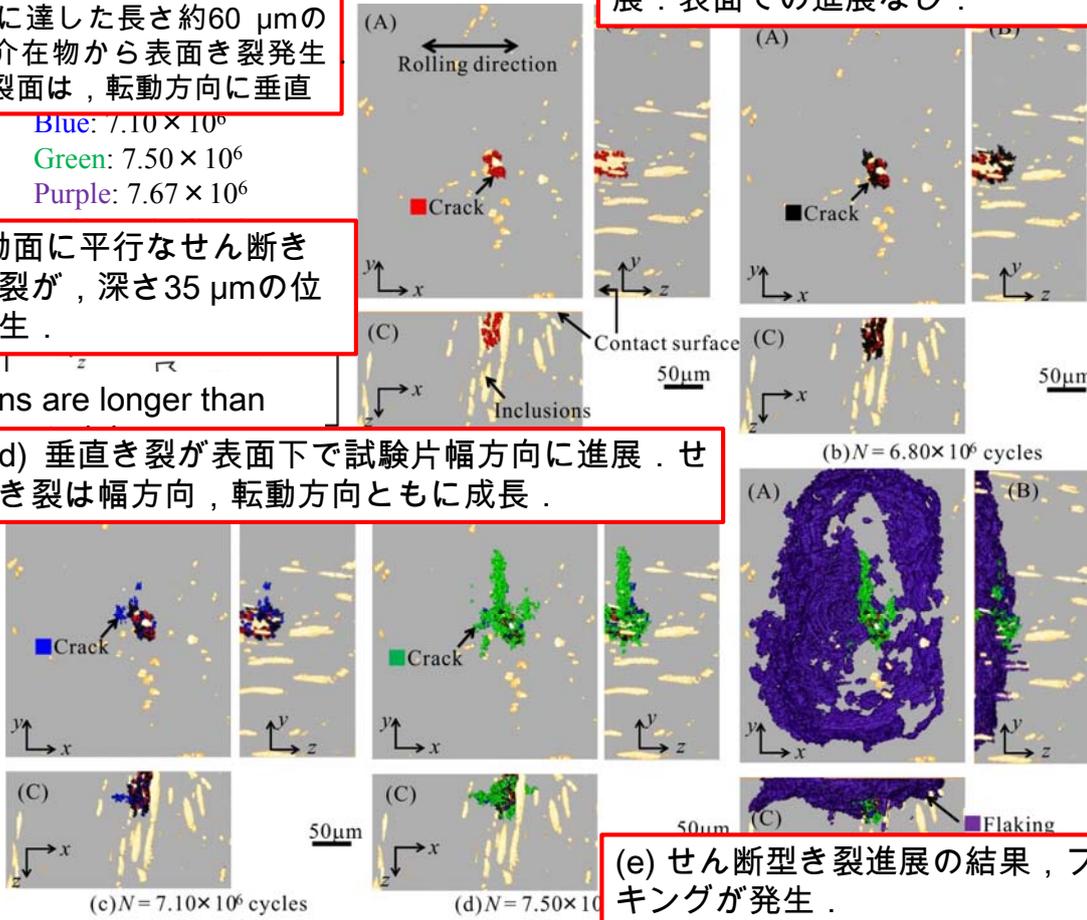
Blue:  $7.10 \times 10^6$   
Green:  $7.50 \times 10^6$   
Purple:  $7.67 \times 10^6$

(c) 転動面に平行なせん断型き裂が、深さ35  $\mu\text{m}$ の位置に発生。

Inclusions are longer than

(c) ~ (d) 垂直き裂が表面下で試験片幅方向に進展。せん断型き裂は幅方向、転動方向ともに成長。

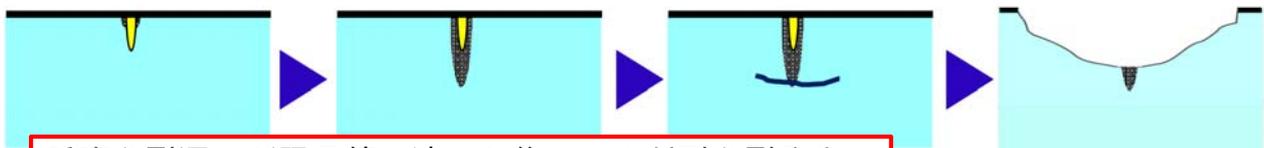
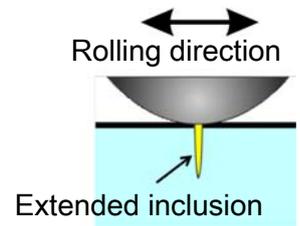
(b) 垂直き裂が介在物の最深部まで進展。表面での進展なし。



## S量の影響

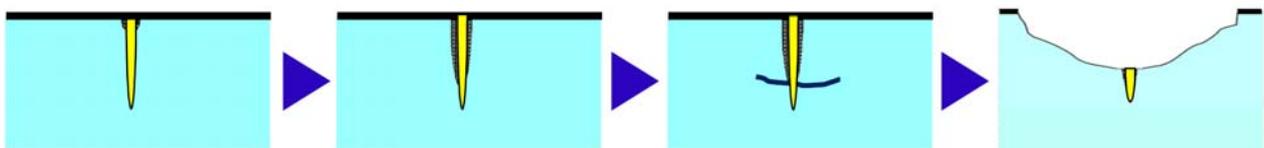
最大せん断応力位置の深さ: 67  $\mu\text{m}$

$S: 0.020 \text{ mass}\%$   $N_v: 1.10 \times 10^7$   
 介在物深さ: 30  $\mu\text{m}$   $N_s: 1.168 \times 10^7$   
 フレーキング深さ: 30-40  $\mu\text{m}$   $N_f: 1.295 \times 10^7$



垂直き裂深さが限界値に達した後、せん断型き裂発生。

$S: 0.049 \text{ mass}\%$   $N_v: 6.00 \times 10^6$   
 介在物深さ: 60  $\mu\text{m}$   $N_s: 7.10 \times 10^6$   
 フレーキング深さ: 30-40  $\mu\text{m}$   $N_f: 7.67 \times 10^6$



(1) 垂直き裂発生,  $N_v$  (2) 垂直き裂進展 (3) せん断型き裂発生,  $N_s$  (4) フレーキング,  $N_f$

# 回折コントラストトモグラフィー による疲労損傷の観察



## 転位→結晶面の湾曲

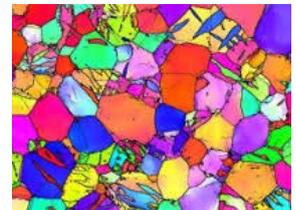
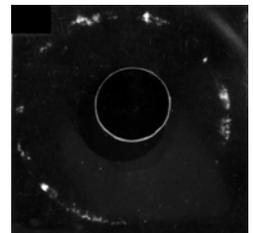
### 細束X線回折法

表面の結晶粒のみ測定可.

ひずみが10%程度以上になると, 連続環になるため, 測定困難

照射域中のどの結晶の値であるか判別できない.

試料サイズに制限なし.



### 電子後方散乱回折法 (EBSD)

表面の結晶粒のみ測定可.

方位解析精度は $0.1^\circ$ 以下. ただし, 自動化されたシステムによる測定の場合,  $2^\circ$ 未満の方位差の情報は切り捨て.

試料サイズはSEMの資料室の大きさに制限.



### X線回折コントラストトモグラフィ法 (DCT)

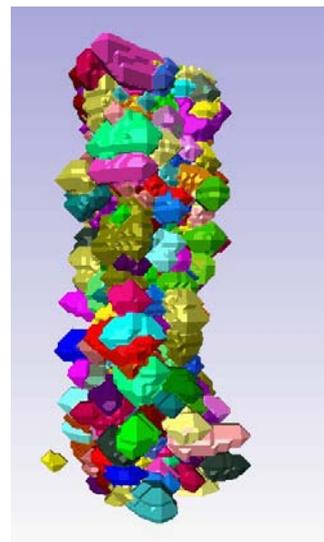
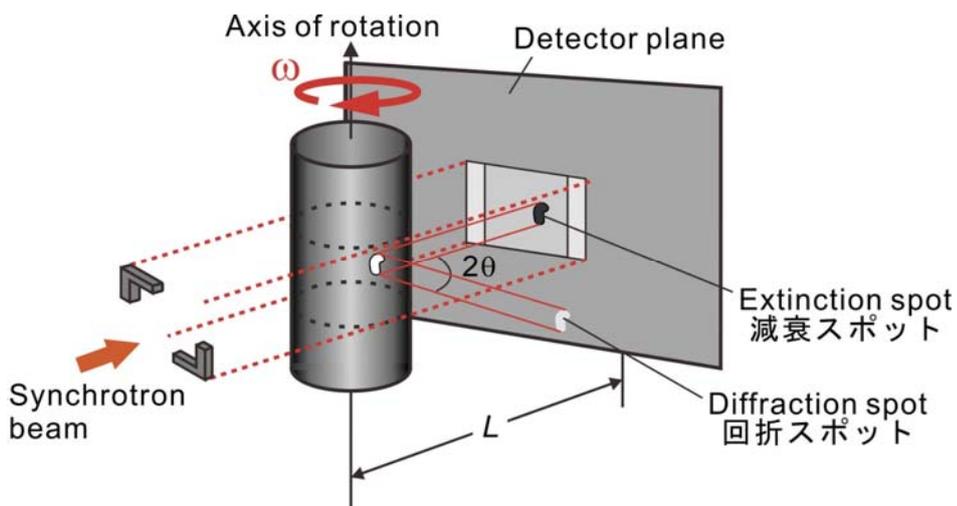
内部の結晶粒の測定可.

結晶粒形状を三次元的に観察可.

方位解析精度は, 試料回転ステップ角( $0.2^\circ$ 程度).

試料サイズはX線透過厚さ(放射光の場合, 鉄鋼では1mm程度)に制限.

# 回折コントラストモグラフィー(DCT)の原理



回折スポット  
減衰スポット  
両スポットの位置関係



結晶粒の形状  
結晶粒の位置  
結晶方位

2016/1/8

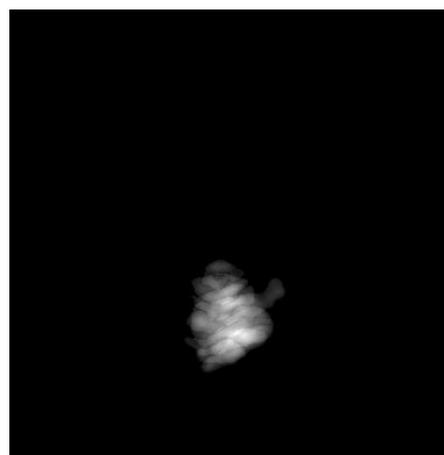
31

## 回折スポットの拡がり

ステンレス鋼  
焼鈍材



$\omega = 53.65 \sim 54.00$

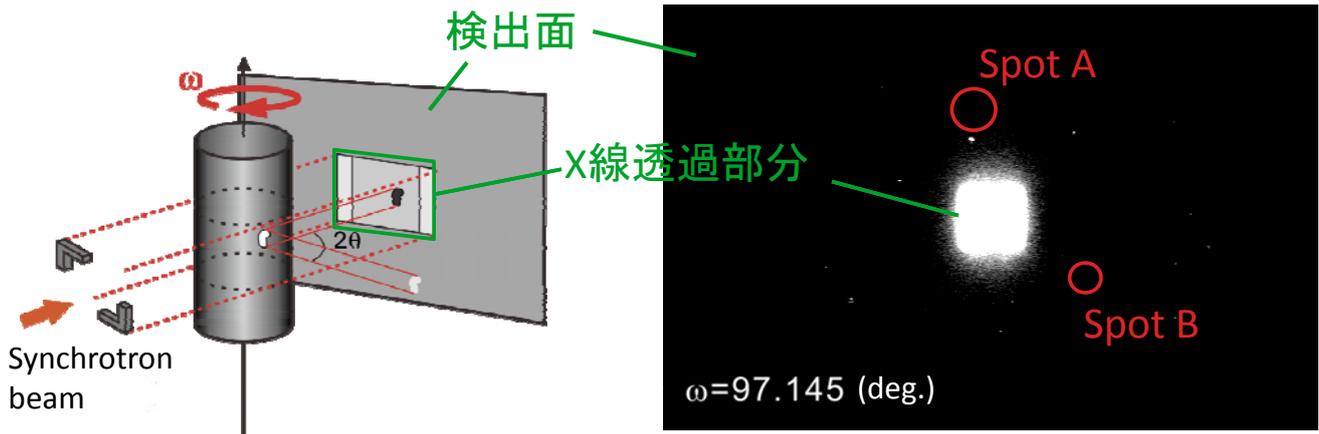


Summation of spot

各回転角におけるスポット形状は、結晶粒の一部  
回折スポットは微小回転の間に連続して現れる。

結晶粒形状の再構成のためには、同一結晶粒に含まれるスポットの加算が必要。

# 回折の拡がり角 $\Delta\omega_{diff}$



回折の拡がり角  $\Delta\omega_{diff}$ : 回折スポットが現れる角度範囲

Spot A

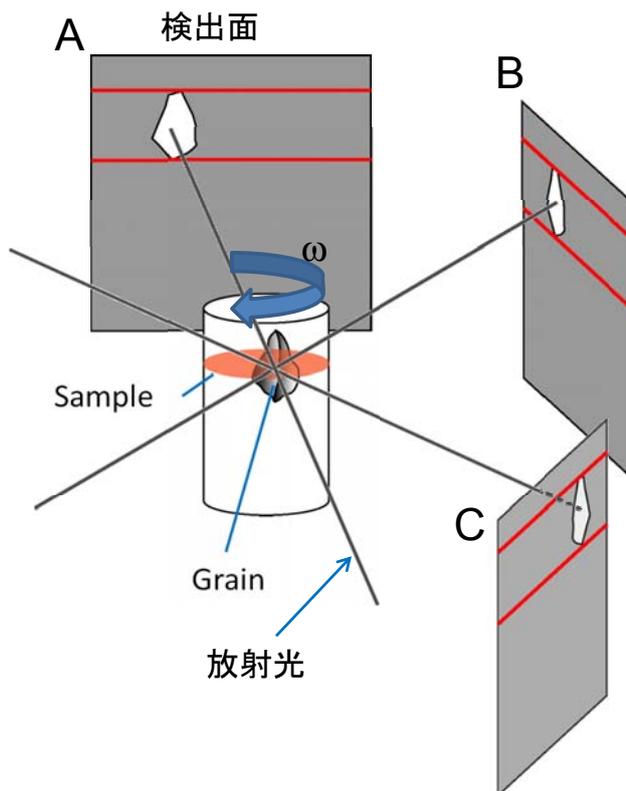
$$\omega = 97.531^\circ \sim 98.406^\circ$$

$$\Delta\omega_{diff} = 0.875^\circ$$

Spot B

$$\omega = 97.390^\circ \sim 97.495^\circ$$

$$\Delta\omega_{diff} = 0.105^\circ$$

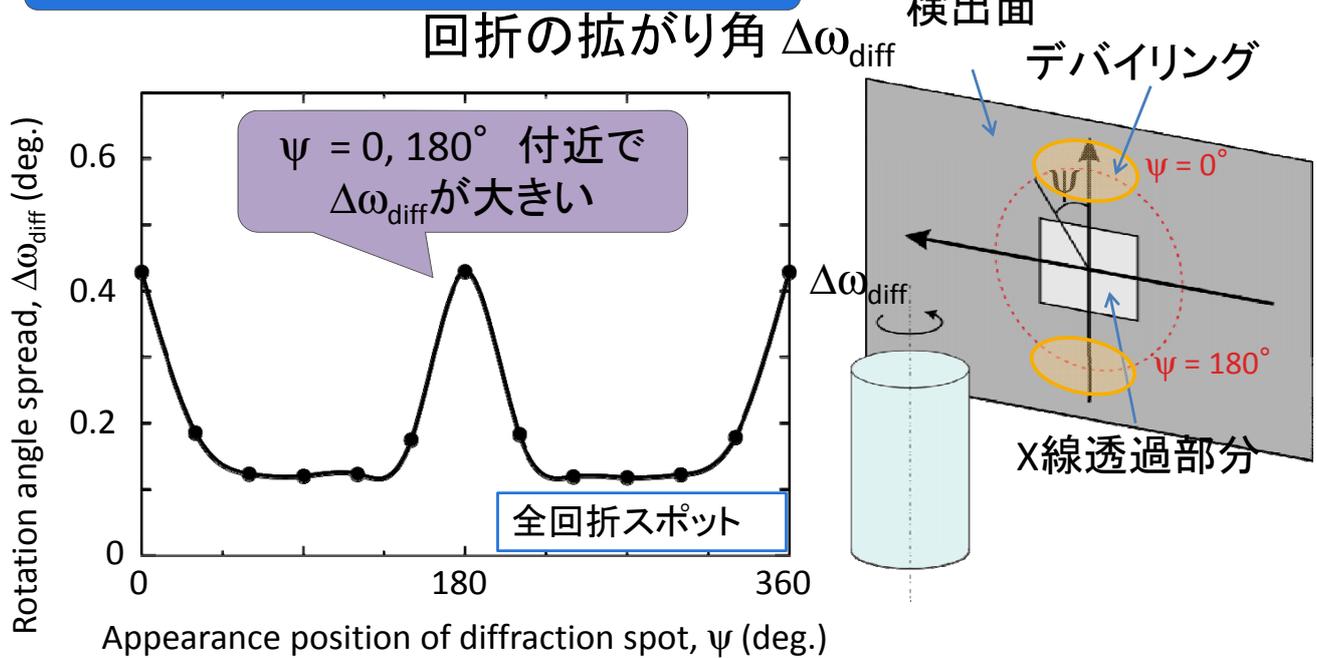


試料回転中、一つの結晶粒から多数の回折スポットが現れる。

同一結晶粒からの回折スポットを抽出。

同一結晶粒からの回折スポットを再構成することにより、各結晶粒の3次元形状を再構成。

## 回折スポットの出現位置と $\Delta\omega_{diff}$ の関係



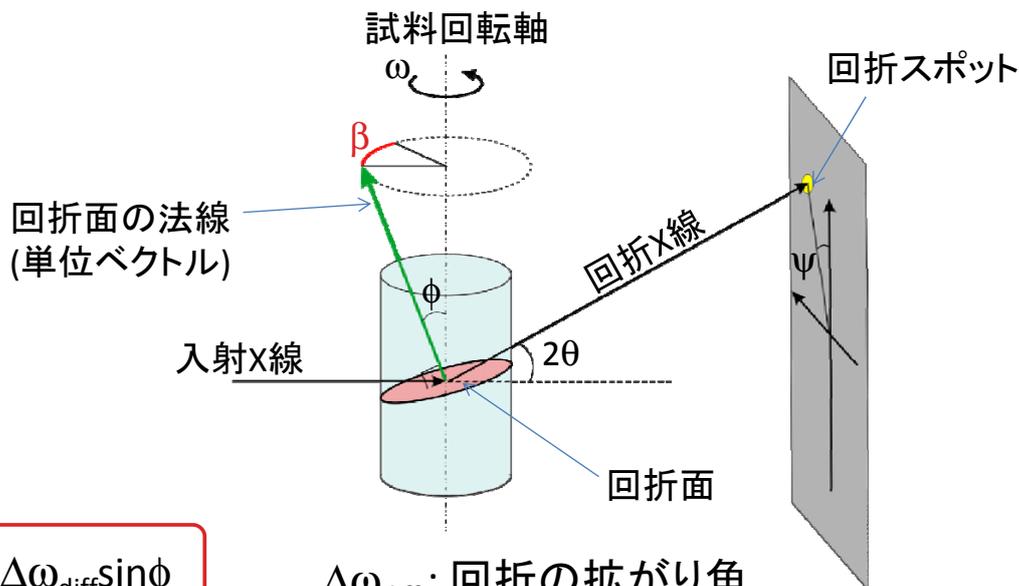
回折スポットの出現位置によって  
 $\Delta\omega_{diff}$  は異なる値になる

2016/1/8

35

## 全ミスオリエンテーション: $\beta$

- 回折スポットの出現位置による影響を補正



$$\beta = \Delta\omega_{diff} \sin\phi$$

$$\phi = \cos^{-1}(\cos\theta \sin\psi)$$

$\Delta\omega_{diff}$ : 回折の拡がり角

$\phi$ : 回折面の法線と試料回転軸のなす角度

$2\theta$ : 回折角

2016/1/8

36

## 格子ひずみ

Braggの回折条件より

$$\Delta\theta = \theta - \theta_0 = \tan \theta_0 \left( \frac{d}{d_0} \right) = \varepsilon \tan \theta_0 \quad \longrightarrow \quad \varepsilon = \frac{\theta - \theta_0}{\tan \theta_0}$$

$$\tan(2\theta) = \frac{R}{l}$$

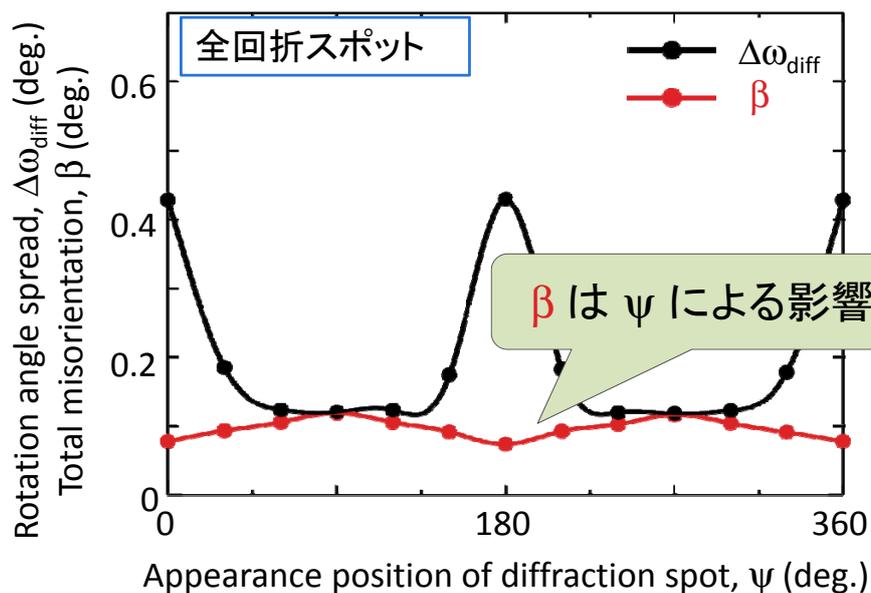
$\theta$ : 回折角

$R$ : デバイリングの半径=回折スポットと減衰スポット間の距離

$l$ : 結晶から検出器までの距離

## $\beta$ と $\Delta\omega_{\text{diff}}$ の比較

回折スポットの出現位置と  $\beta$ ,  $\Delta\omega_{\text{diff}}$  の関係



$\beta$  により疲労損傷評価

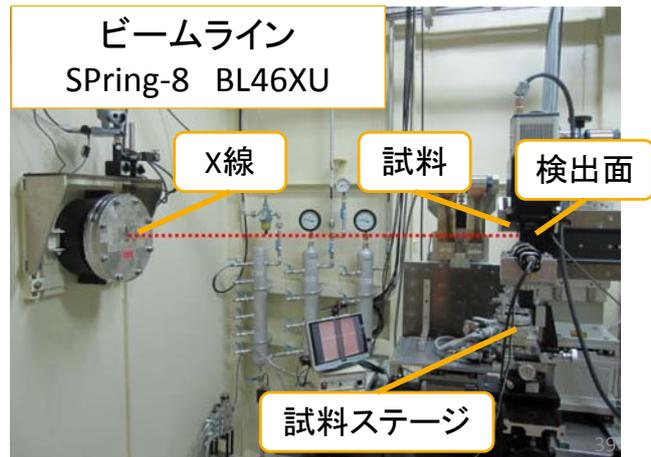
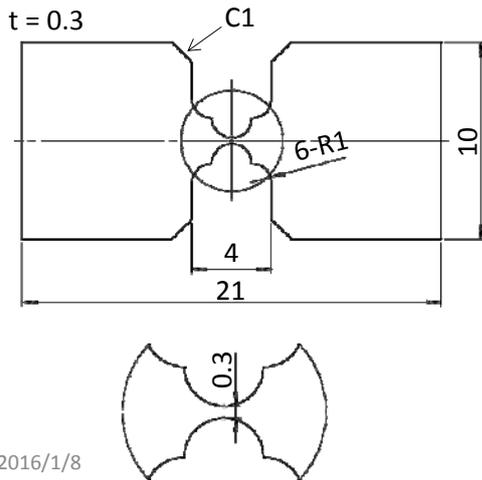
# 試料および測定条件

## 試料

供試材	SUS316L
熱処理	1100°C 30 min
平均結晶粒径	55 μm
応力集中係数	1.09

## 測定条件

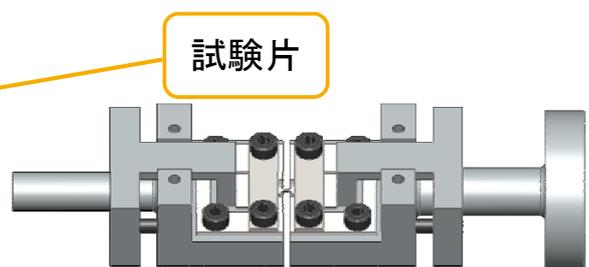
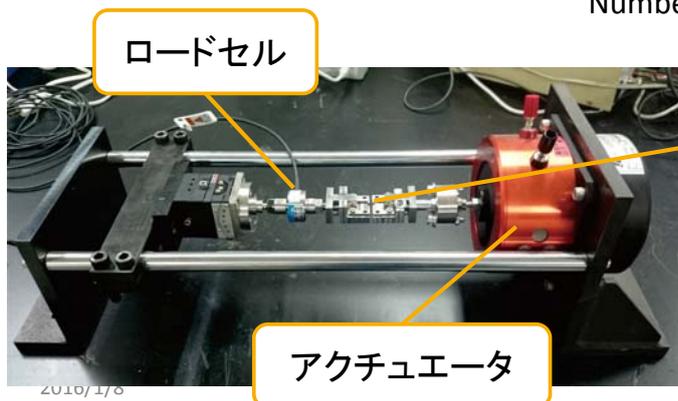
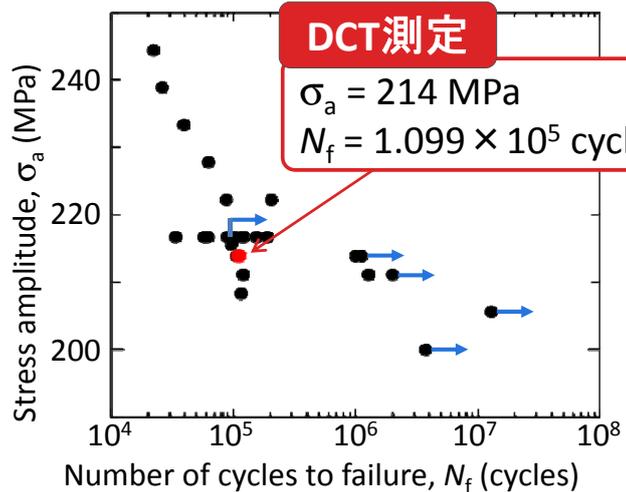
試料-検出面間距離	10 mm
エネルギー	37 keV
露光時間	1.0 s
ステップ角	0.04 deg.



# 試験装置および試験条件

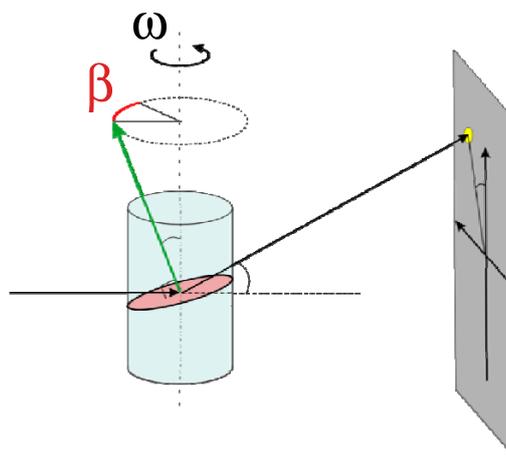
## 試験条件

応力比	$R = -1$
負荷周波数	$f = 10 \text{ Hz}$
応力波	正弦波



# 実験結果

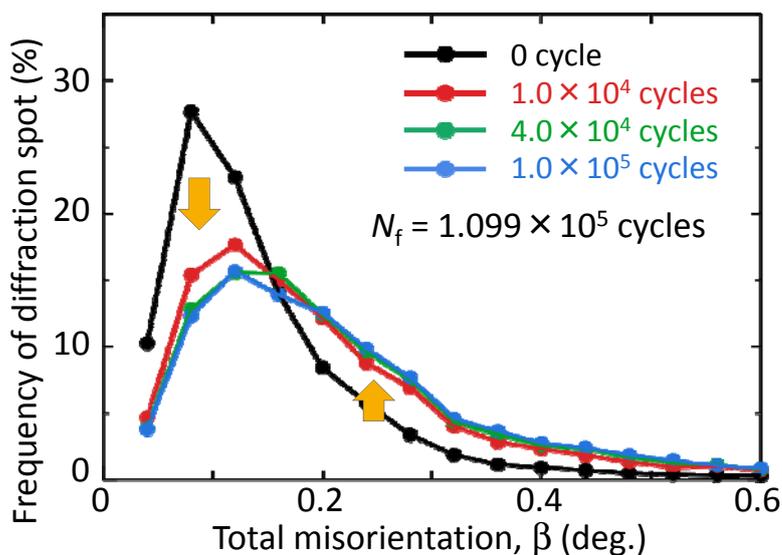
- 全ミスオリエンテーション  $\beta$  による疲労損傷評価



2016/1/8

41

$\beta$  のヒストグラム (全回折スポット)



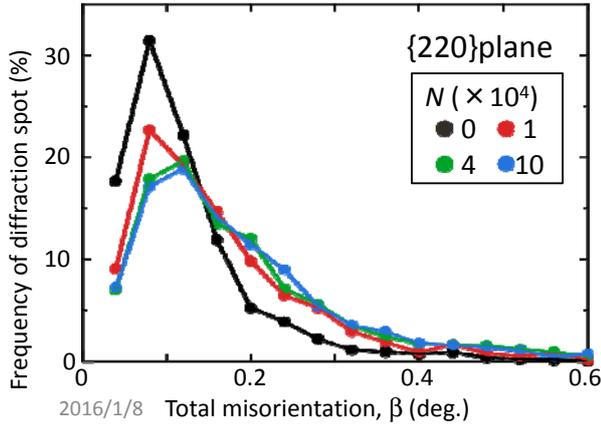
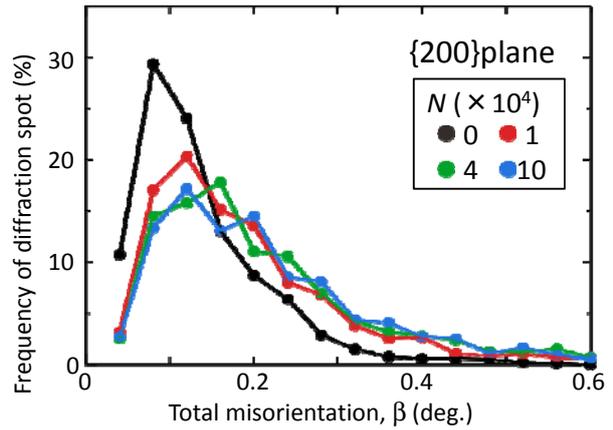
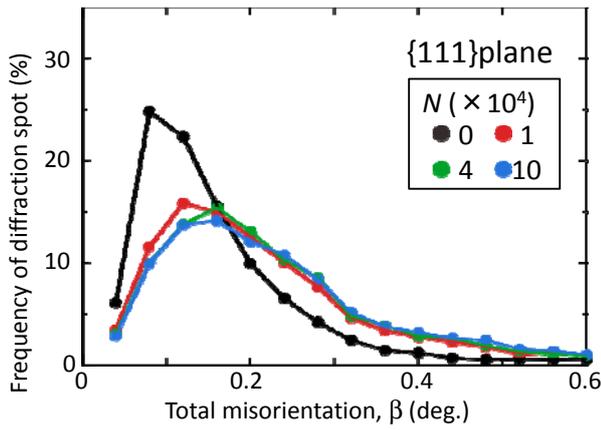
Number of cycles ( $\times 10^4$ cycles)	0	1.0	4.0	10.0
Average of $\beta$ (deg.)	0.15	0.24	0.26	0.27

繰返し数とともに  $\beta$  の平均値が増加

2016/1/8

42

# β のヒストグラム (回折面ごと)



Number of cycles ( $\times 10^4$ )	0	1.0	4.0	10.0
{111}plane	0.17	0.27	0.29	0.30
{200}plane	0.13	0.20	0.22	0.24
{220}plane	0.12	0.18	0.21	0.21

β 変化量

{111}面(主すべり面) 大

## β の増加

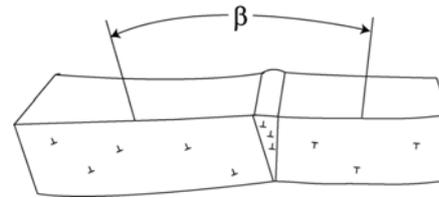
すべり変形により  
転位密度増加



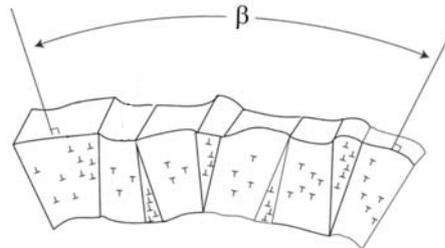
結晶面湾曲



β 増加



転位密度  
増加



{111}面(主すべり面)ではすべりが生じやすい



β 変化量が大

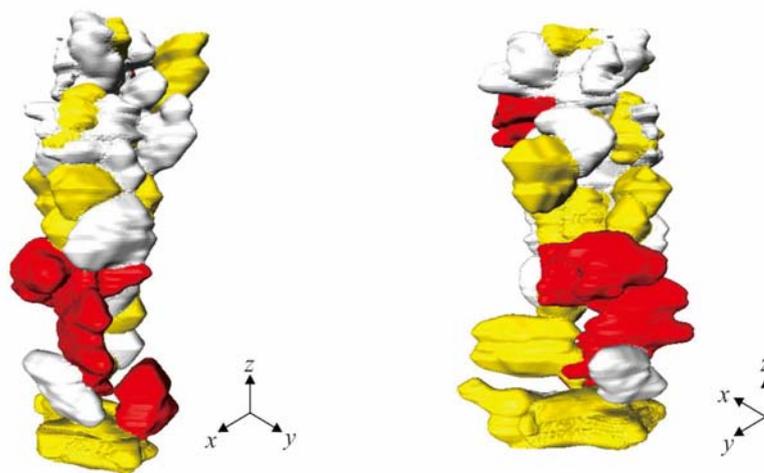
## 実験結果

- 特定の結晶における  $\beta$  の変化
- $\beta$  と Schmid 因子の関係

2016/1/8

45

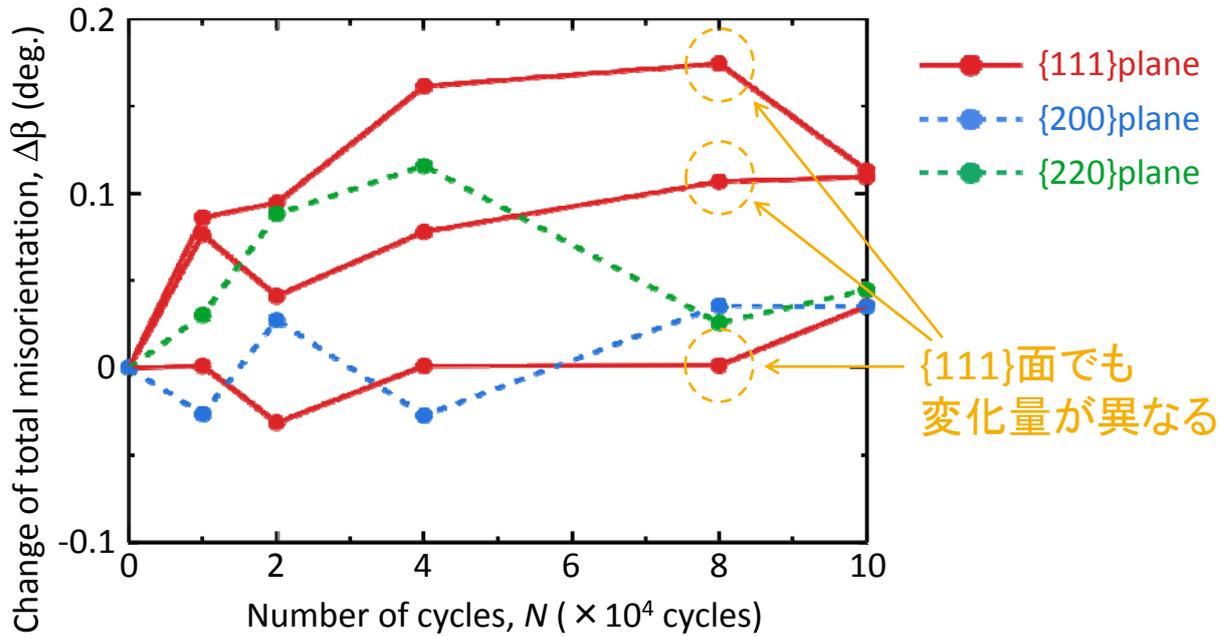
### 疲労試験中の $\beta$ の変化 (純鉄)



□:  $\beta < 0.12^\circ$ , ■:  $0.16^\circ < \beta < 0.4^\circ$ , ■:  $\beta > 0.44^\circ$

# 特定の結晶における $\beta$ の変化

## 繰返し数ごとの $\beta$ の変化量



**{111}面**(主すべり面)で  $\beta$  の変化量が大きいものが存在

2010/1/10

47

### 回折面の方位

$$x = x'$$

$$y = y' \cos \omega - z' \sin \omega$$

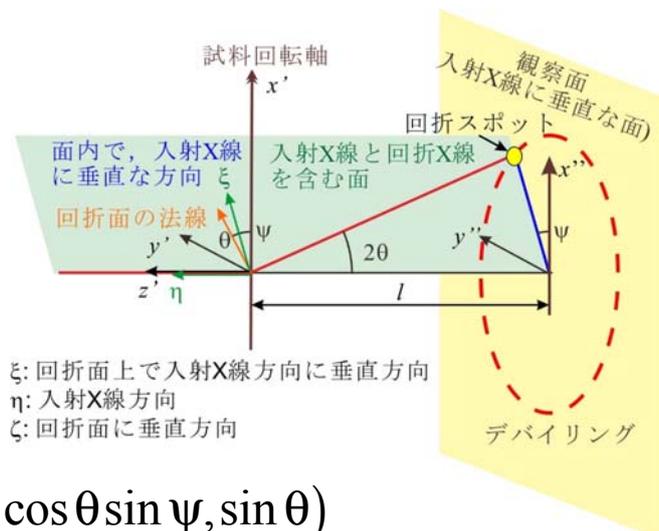
$$z = y' \sin \omega + z' \cos \omega$$

ここで

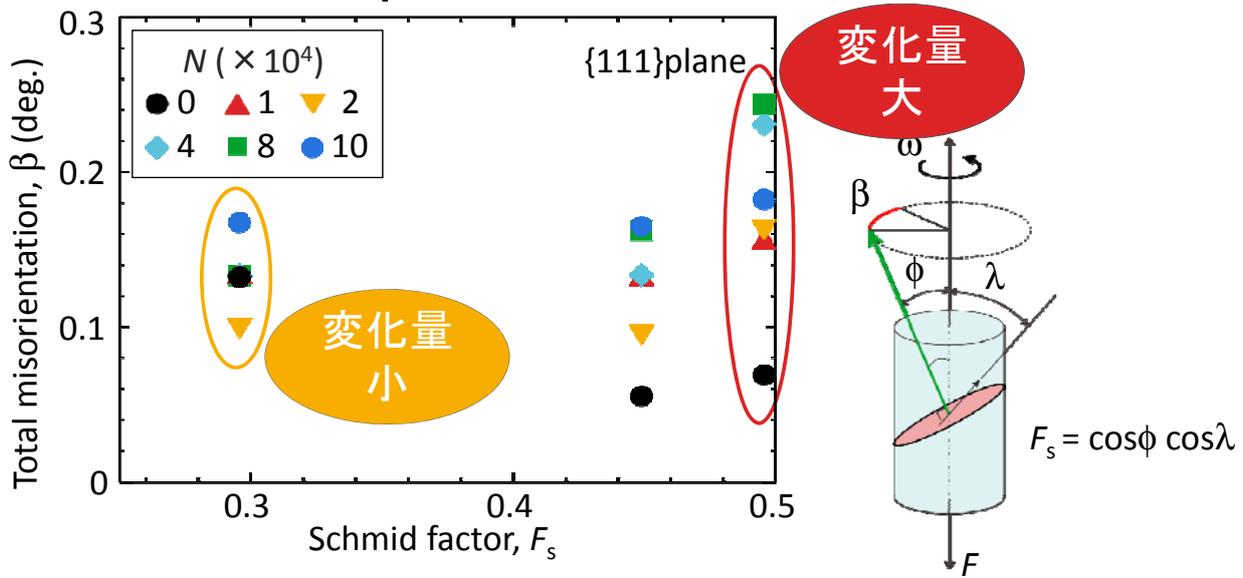
$$(x', y', z') = (\cos \theta \cos \psi, \cos \theta \sin \psi, \sin \theta)$$

- $\omega$ : 基準位置からの試料回転角
- $(x, y, z)$ : 試料に固定した座標系
- $(x', y', z')$ : 回折スポット出現時の座標系

- $x'$ : 試料回転軸方向=軸力負荷方向
- $y'$ : 観察面に平行な方向
- $z'$ : 放射光入射方向



# β とSchmid因子の関係

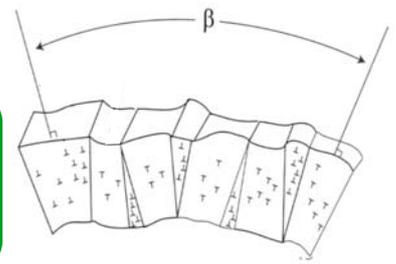


Schmid因子が大きいほど  $\beta$  は大きく変化

Schmid因子が大きい → すべりが生じやすい

転位密度が高く回折面が湾曲

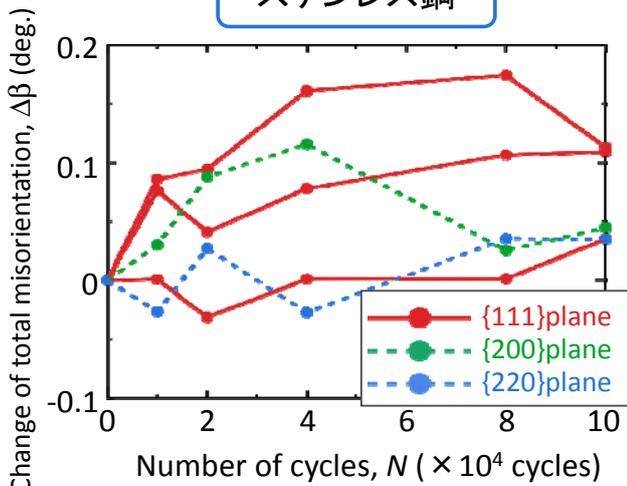
2016/1/8



# ステンレス鋼と純鉄の比較

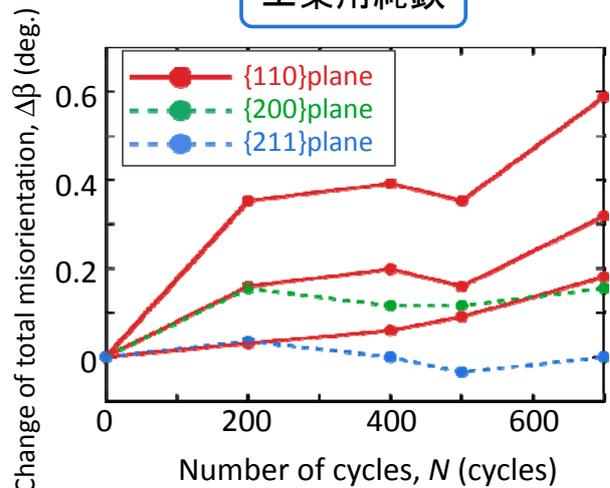
各結晶粒 繰返し数ごとの  $\Delta\beta$

ステンレス鋼



ステンレス鋼 : fcc  
 主すべり面 : {111}面

工業用純鉄



工業用純鉄 : bcc  
 主すべり面 : {110}面

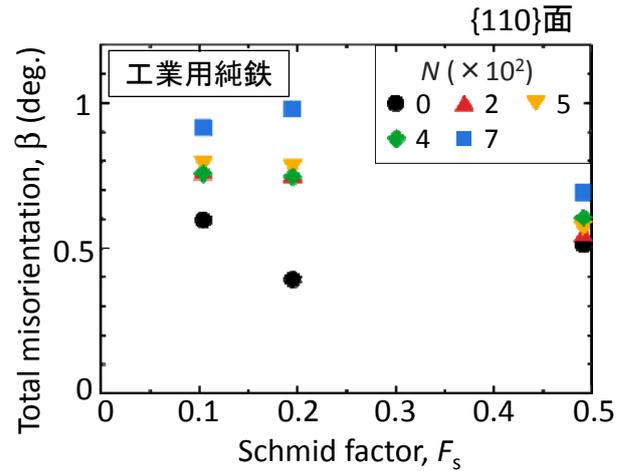
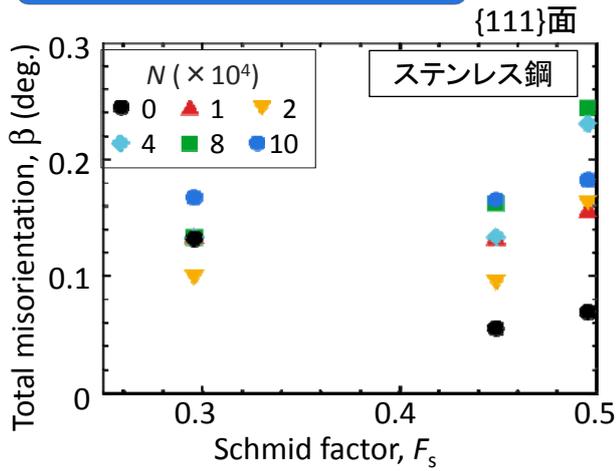
主すべり面で  $\beta$  の変化が大きいものが存在

2016/1/8

50

# ステンレス鋼と純鉄の比較

## Schmid因子と $\beta$ の関係



ステンレス鋼 : fcc

Schmid因子が大きいほど変化大

工業用純鉄 : bcc

Schmid因子に無関係

詳細な転位の挙動が評価可能

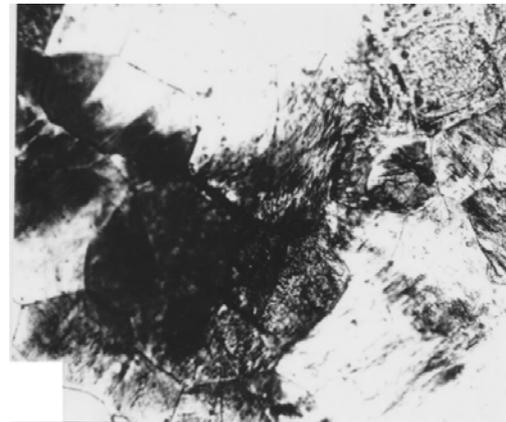
$\beta$ により詳細な疲労損傷評価が可能

## 疲労すべり帯の形状



fcc構造( $\alpha$ 黄銅) “planer-slip”

Y. Nakai, T. Kusakawa, and N. Hayashi, Proc. ATEM'99, Vol. 1, pp.152-157, 1999.



bcc構造(低炭素鋼) “wavy-slip”

bcc構造(構造用鋼)の下限界近傍におけるせん断型進展破面 (pencil glideの痕跡)

Y. Nakai, K. Tanaka, and T. Nakanishi, Eng. Frac. Mech., Vol. 15, pp.291-302, 1981.

