

機械材料の3D/4Dイメージングと応用解析技術

九州大学 戸田裕之
(工・機械工学部門、3D/4D構造材料研究センター(兼務))

謝辞

水素: 大語英之、稲森隆、D.J.Leclere(以上、豊橋技科大)
DAGT: 田辺靖人(九大)、神子貴信、小林正和(以上、豊橋技科大)
R4ME: R. Batres(モンテレー工科大)、Han Li、Y. Dong、D.Seo(以上、九大)



水素:

・革新的新構造材料「高強度・高靱性アルミニウム合金の開発」(H26~)
・ヘテロ構造制御「水素分配制御によるアルミニウム合金の力学特性最適化」(H26~H31)
R4ME
・科研費・基盤(S)「リバーズ4D材料エンジニアリングによる材料開発プロセス革新」(H24~H28)

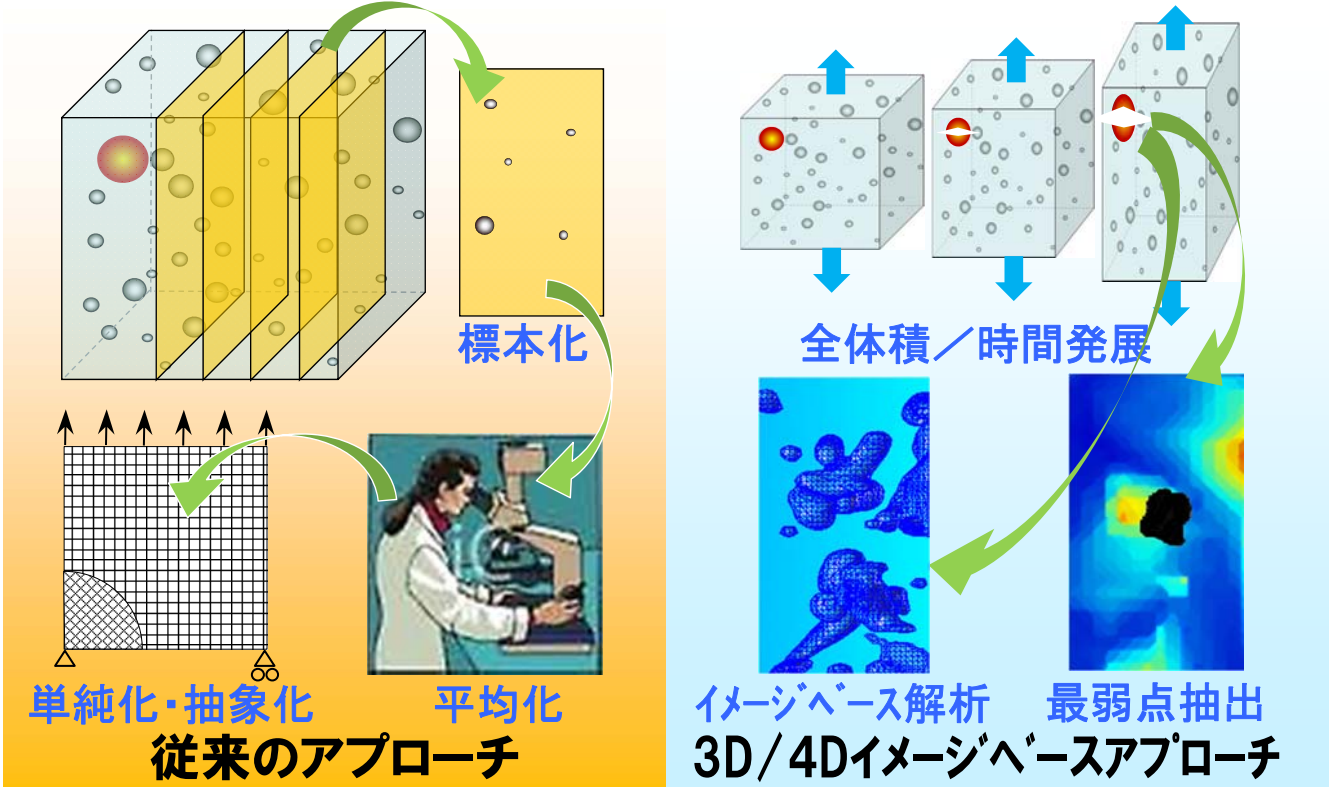
■はじめに

■3D/4Dイメージングの手法

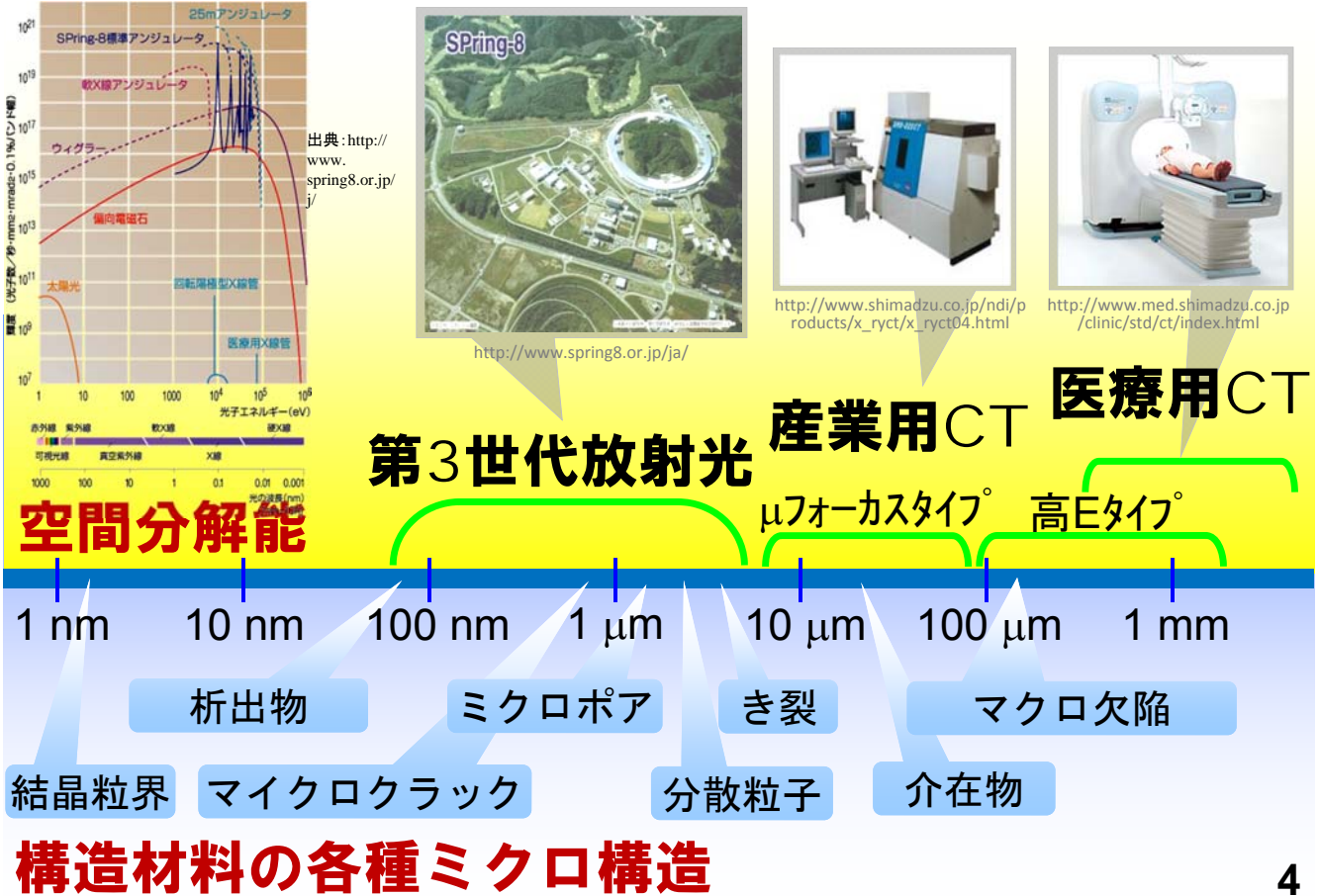
■イメージベース解析とその効力

1. 4D画像におけるミクロ組織特徴点追跡
2. 多結晶組織の4Dイメージング

■まとめ



- 標本化、平均化、単純化、抽象化排除。全数・時間、局所、複雑、最弱
- 複雑、不規則に見える時間発展挙動、ミクロ構造をそのまま解析



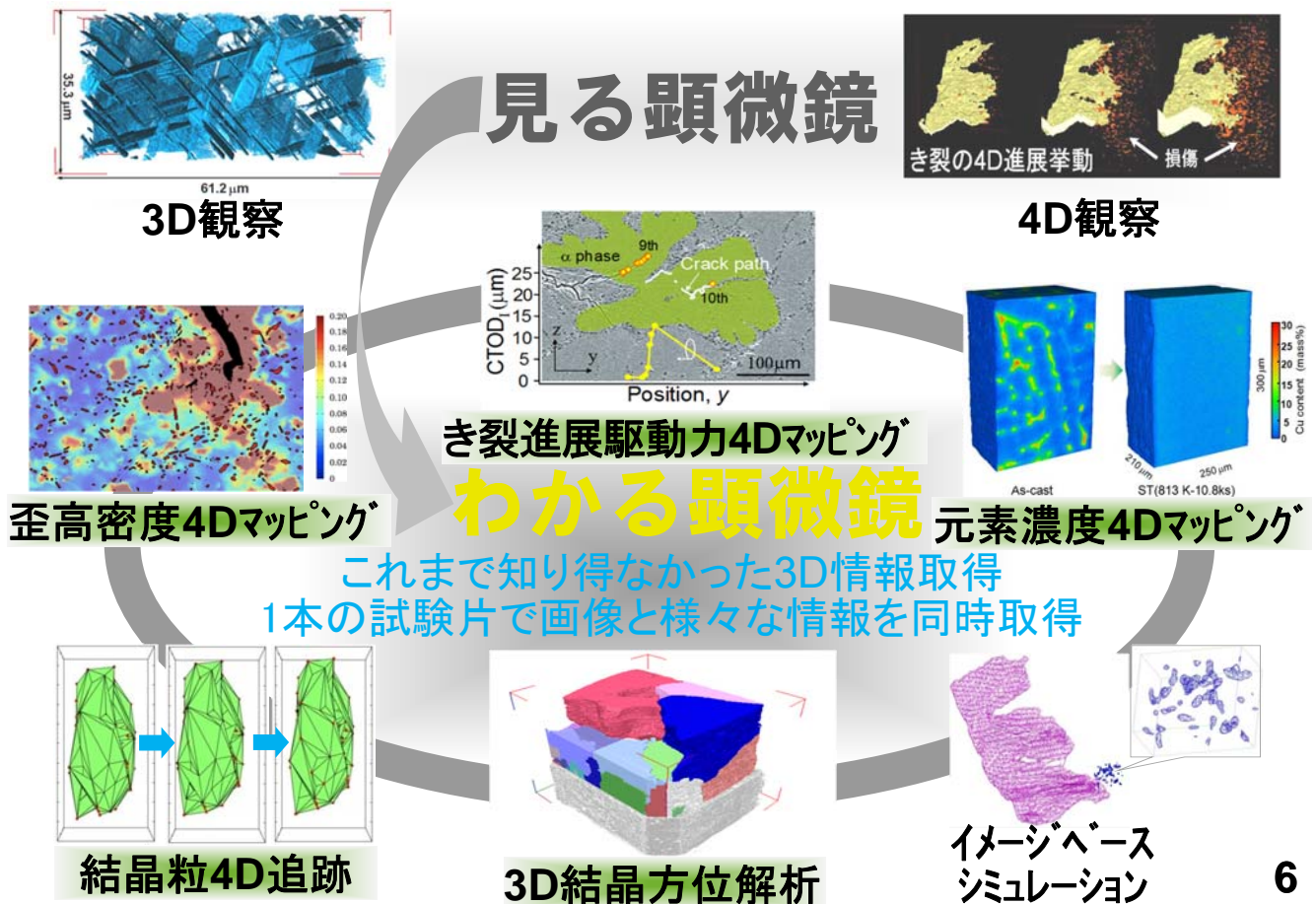
■はじめに

■3D/4Dイメージングの手法

■イメージベース解析とその効力

1. 4D画像におけるマイクロ組織特徴点追跡
2. 多結晶組織の4Dイメージング

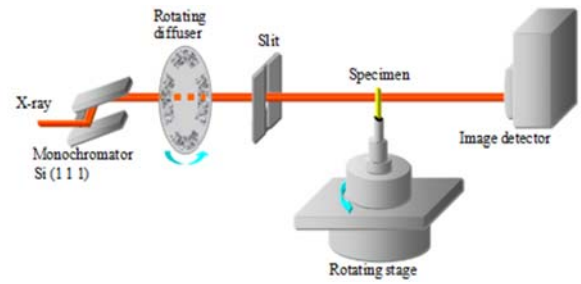
■まとめ



投影型トモグラフィ

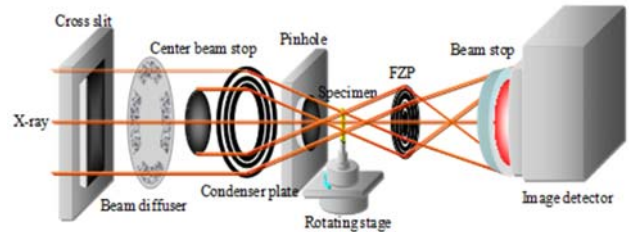
- 分解能 $1 \mu\text{m}$
- 試験片 $1 \times 1\text{mm}$ (断面)

Rayleigh's diffraction limit,
 $\varepsilon = 0.61\lambda / NA = 1 \mu\text{m}$



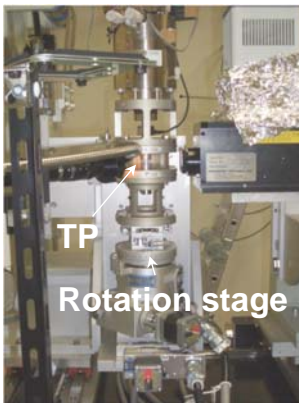
結像型トモグラフィ(レンズ使用)

- 分解能: 典型的には 100 nm ~
- 視野: 0.1 角程度
- フレネルゾーンプレート使用



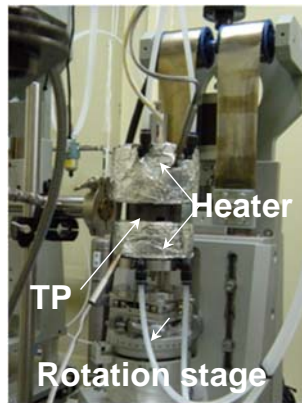
Toda, et al., Appl. Phys. Lett. (2006)

- 投影型は空間分解能 $1 \mu\text{m}$ 。結像型はさらに1桁向上。結像型にした場合のコントラストの低下は、Zernike位相コントラストイメージング法の活用などで補う(2016トライアル)
- 大気中で計測でき、回転ステージ上に自由に加熱、負荷などのデバイス設置可能



疲労試験機

- 5kg で 2kN 発生
- 圧縮空気駆動



高温試験機

- 800K で試験
- モーター駆動



疲労試験機

- 500N 発生
- ピエゾ駆動



超小型試験機

- 重量 100g 以下
- 超高分解能撮像

*SIP革新的構造材料で導入 *ヘテロ構造制御で導入

その場観察用特殊材料試験機

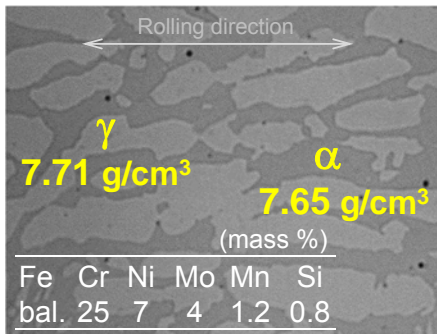
- 放射光下でできる特殊材料試験機: 現在6号機で4台現役。高温用、疲労用、長ストローク試験用、超小型で超高分解能イメージング用などのバリエーション
- 最近では、他のユーザーの使用も多い

Paganin et al., J. Microsc., 206(2002), 33

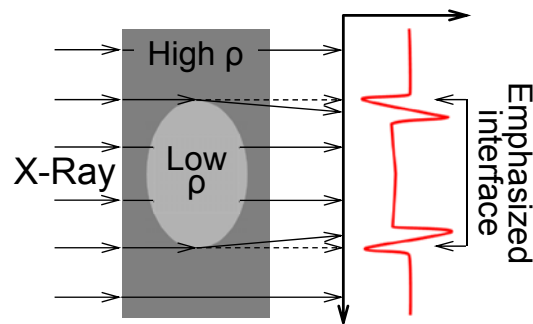
$$\varphi(x, y) = \frac{1}{2} \ln \left(\mathcal{F}^{-1} \left\{ \frac{\mathcal{F}[I(x, y)/I_0(x, y)]}{\beta/\delta + [\lambda L/4\pi](u^2 + v^2)} \right\} \right)$$

I and I_0 : Intensities of transmitted and incident X-ray, λ : Wave length, L : Camera length, β and δ : Components on absorption and phase

- サンプルは均一という仮定: もし密度が不均一でも組成が同じならこのアルゴリズムは適用できる可能性
- 入射波が単色で平面波
- カメラ長(z)が近接場近似を満たす: $z \ll d^2/\lambda$

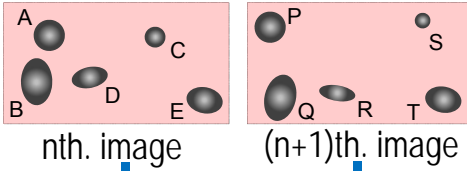


SAF2507 dual phase stainless steel used



Fresnel diff. leading to interference fringes that enhance edges utilized 9

- はじめに
- 3D/4Dイメージングの手法
- イメージベース解析とその効力
 1. 4D画像におけるミクロ組織特徴点追跡
 2. 多結晶組織の4Dイメージング
- まとめ

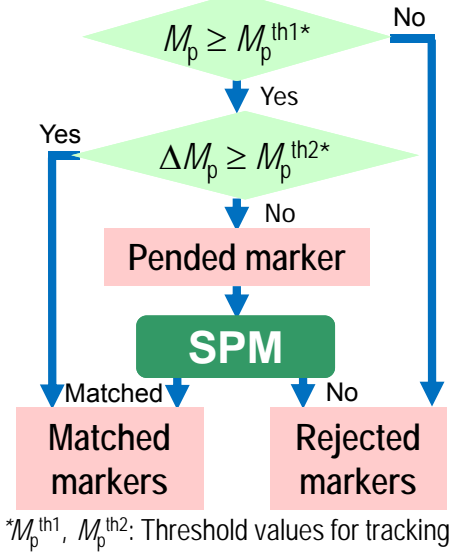


Matching parameter, M_p

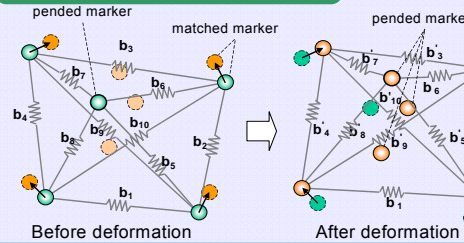
$$M_p = \alpha \times M_L + \beta \times M_V + \gamma \times M_S$$

M_L : Parameter for location, M_V : Parameter for volume
 M_S : Parameter for surface area
 α, β, γ : Parameter's weight ($\alpha + \beta + \gamma = 1$)

Matching Parameter, M_p



Spring model (SPM)



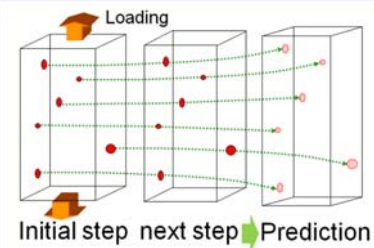
Total energy of imaginary spring, E_{sp}

$$E_{sp} = \frac{1}{N_{sp}} \sum_{i=1}^{N_{sp}} \frac{|\mathbf{b}'_i - \mathbf{b}_i|}{|\mathbf{b}_i|}$$

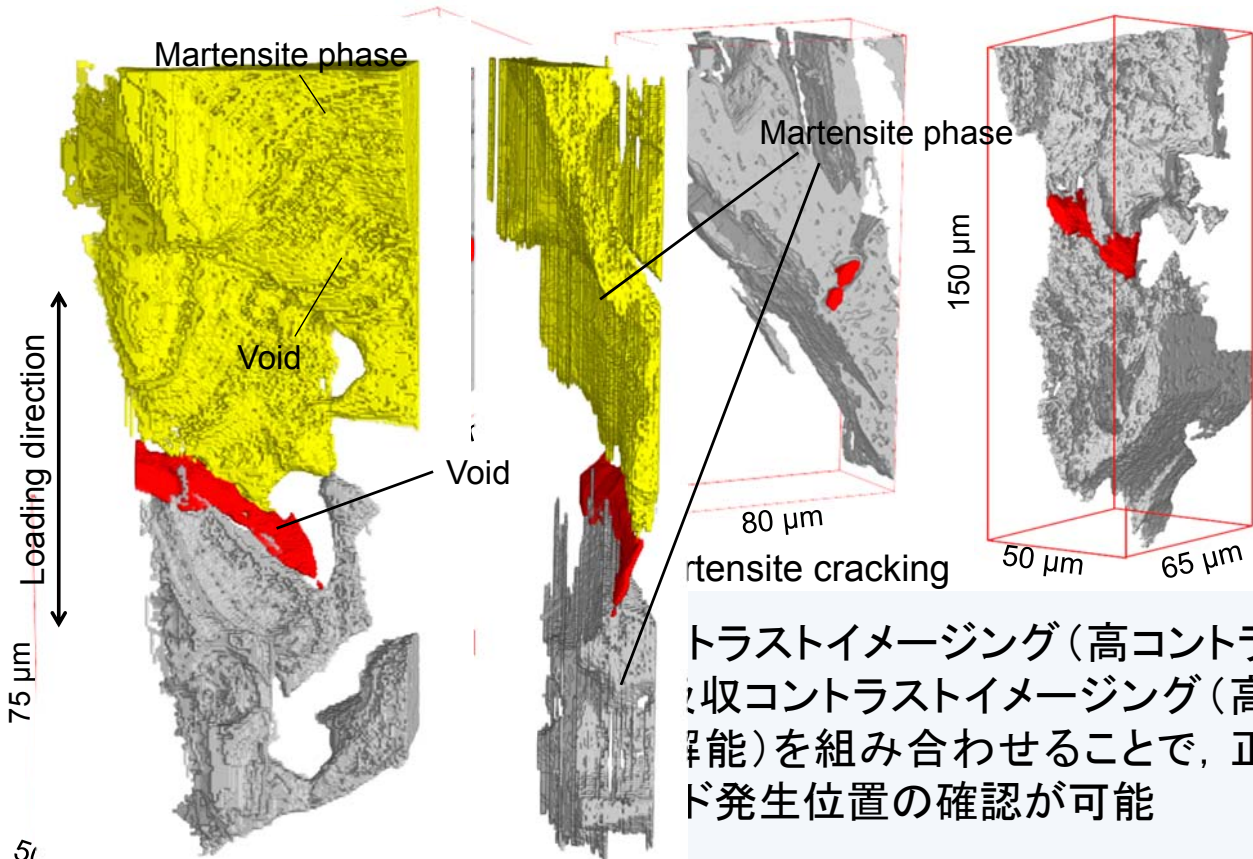
N_{sp} : number of springs
 \mathbf{b} and \mathbf{b}' : spring vectors

Trajectory prediction

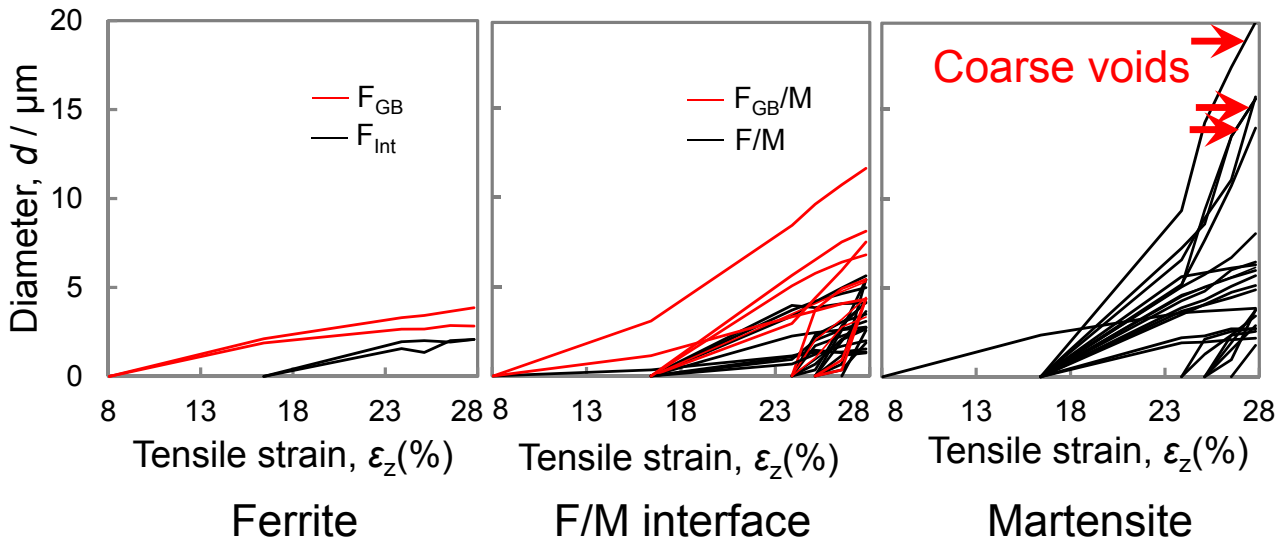
- Data extrapolation by polynomial approximation
- Physical theories utilized if it is appropriate



Kobayashi, Toda, et al., Acta Mater. (2008)



トラストイメージング (高コントラスト) と
 収縮コントラストイメージング (高解能) を組み合わせることで、正
 交発生位置の確認が可能

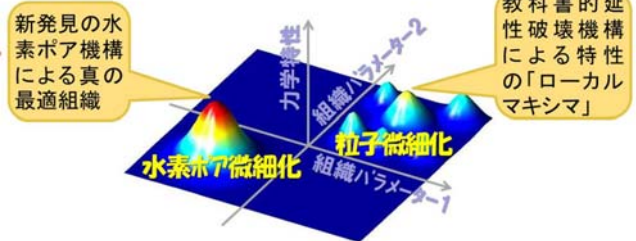
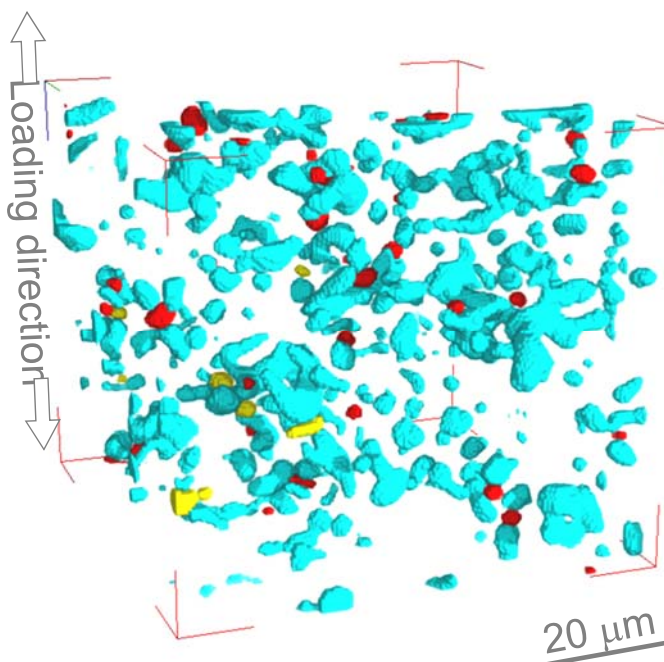


- マルテンサイトの破壊により発生するボイドは、急速に成長
- フェライト/マルテンサイト界面に発生するボイドがそれに次ぐ成長速度。その中でも、フェライト結晶粒界と交差するフェライト/マルテンサイト界面で高い成長速度
- フェライト内部のボイドは緩やかに成長

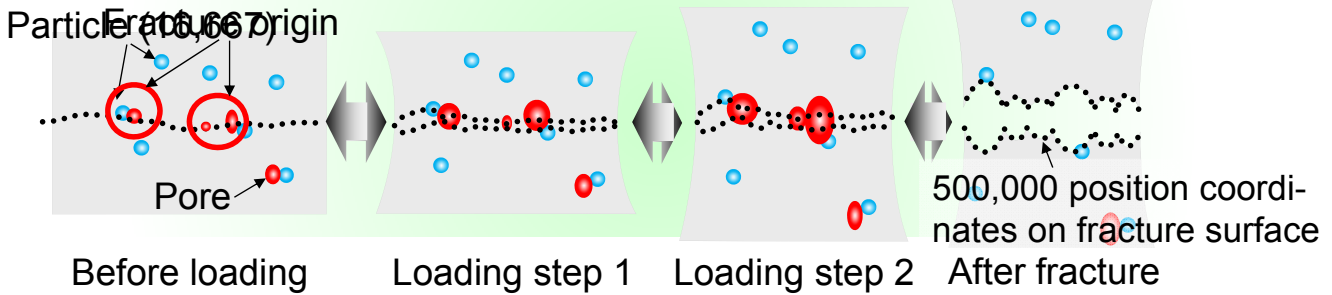
Toda, et al., Acta Mater. (2016), submitted.

Toda, Oogo, et al., Metall. Mater. Trans. (2013)

- Pores caused the final fracture
- The other pores
- Void from particle damage
- Particles



- アルミニウムの引張試験 (試験片の一部拡大)
- 水素ポアが早期に成長し合体という、これまでに知られていない破壊機構
- 教科書的な破壊機構 (粒子の損傷とその成長・合体)は補完的に機能

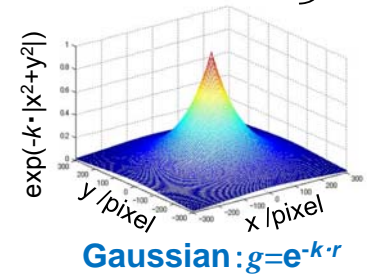


■ 3D離散データ補完: 動径基底関数による局所変位場の定量評価

$$u^i = \sum_{j=1}^N c^j \cdot g(\|p_i - p_j\|)$$

[u^i : particle displacement, $\|\cdot\|$: Euclidean distance between particles, $g(\|\cdot\|)$: radial basis functions, c^j : interpolation coefficient to be determined]

$$\begin{pmatrix} u_x^1 & \dots & u_x^N \\ u_y^1 & \dots & u_y^N \\ u_z^1 & \dots & u_z^N \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} c_x^1 & \dots & c_x^N \\ c_y^1 & \dots & c_y^N \\ c_z^1 & \dots & c_z^N \end{pmatrix} \begin{pmatrix} g(\|p_1 - p_1\|) & \dots & g(\|p_1 - p_N\|) \\ \vdots & \ddots & \vdots \\ g(\|p_N - p_1\|) & \dots & g(\|p_N - p_N\|) \end{pmatrix}$$

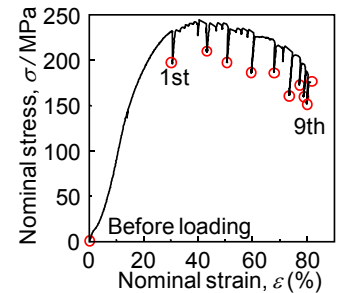
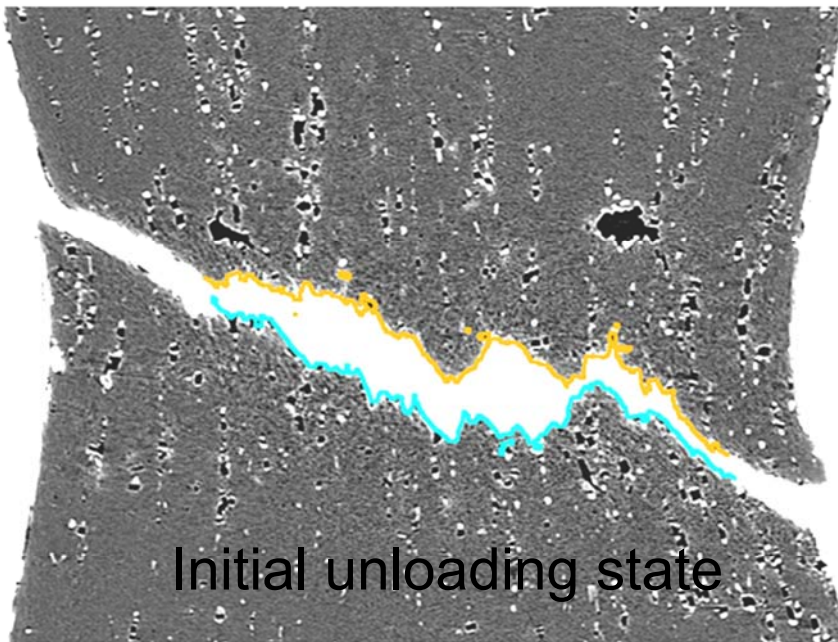


■ 時間を遡り、破面座標を軌跡予測

$$u = \sum_{i=1}^N c^i \cdot g(\|P - p_i\|)$$

Toda, Minami, et al., Acta Mater. (2009)

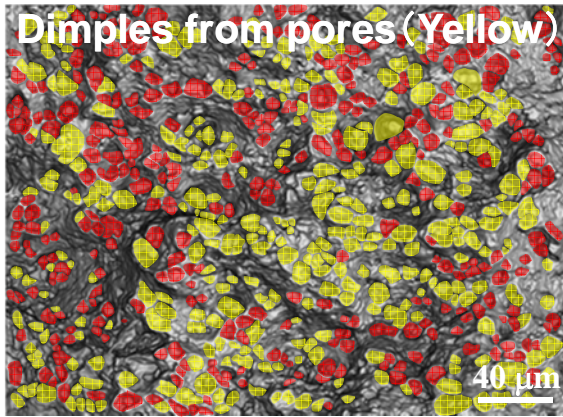
破面の「時間を遡る追跡」



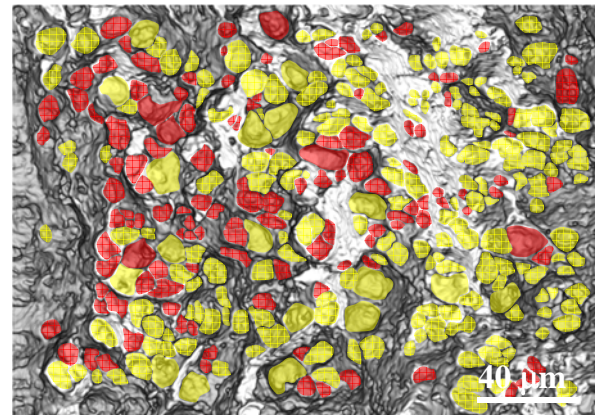
Toda, Oogo, et al., Metall. Mater. Trans. (2014)

上側(黄色)、下側(青色)の破面の軌跡を時間を遡って推定

- 顕著な破面の粗さは、局所変形の効果で形成
- 負荷前の画像における破壊起点を特定。破面形成をもたらしたミクロ組織特徴点は、主に内在する水素マイクロポア



平滑材の破断面



予き裂材の破断面

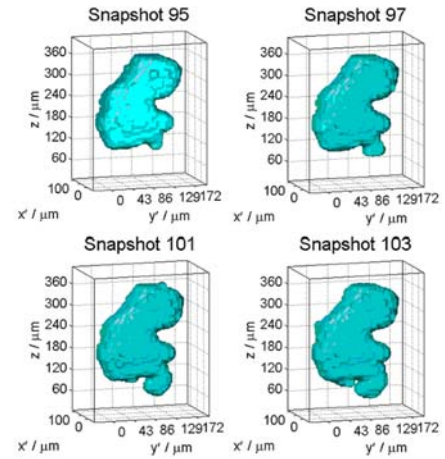
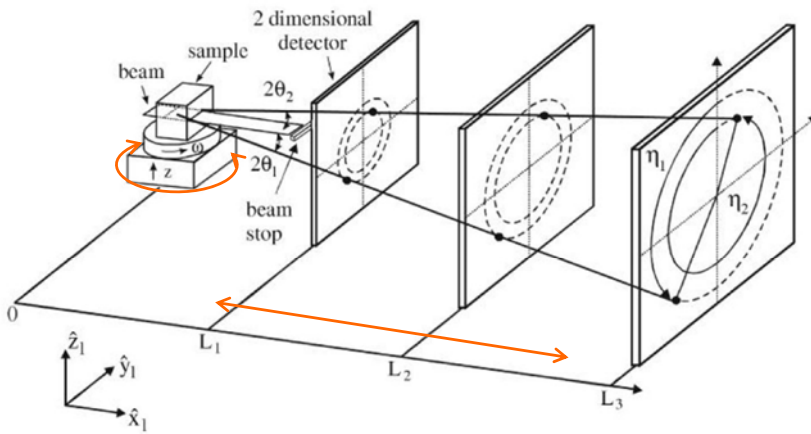
Toda, Oogo, et al., Metall. Mater. Trans. (2014)

平滑・ノッチ・予き裂材における破面上のディンプルパターンの起源

Properties		Unnotched	Notched	Pre crack
Areal fraction (%)	Micro pore	54.6	< 62.3	< 67.1
	Particle damage	45.4	37.7	32.9

- 内在する析出水素(ポア)が主な破壊起点
- その傾向は、ノッチやき裂からの破壊(三軸応力となる場合)で、より顕著

- はじめに
- 3D/4Dイメージングの手法
- イメージベース解析とその効力
 1. 4D画像におけるマイクロ組織特徴点追跡
 2. 多結晶組織の4Dイメージング
- まとめ



Schmidt et al. (2006)
Science, 305, 229

X線回折を利用した三次元結晶方位解析

X線回折パターン

位置・方位を決定

3Dマッピング

ESRF、APSで実施

$\epsilon = 0\%$

Poulsen, et al., Acta Mater., 51(2003), 3821

$\epsilon = 6\%$

変形中の回折斑点のボケ

■ 欠点: 変形破壊への適用困難

引張試験その場観察

結晶粒界3D可視化

ペンシルビームX線回折

3D粒子像

粒界+粒内粒子

歪分布

(200)

(111)

$G = gg_0^{-1}$

結晶方位計測

Toda, Kamiko, et al., Acta Mater. (2016)

粒界修飾画像

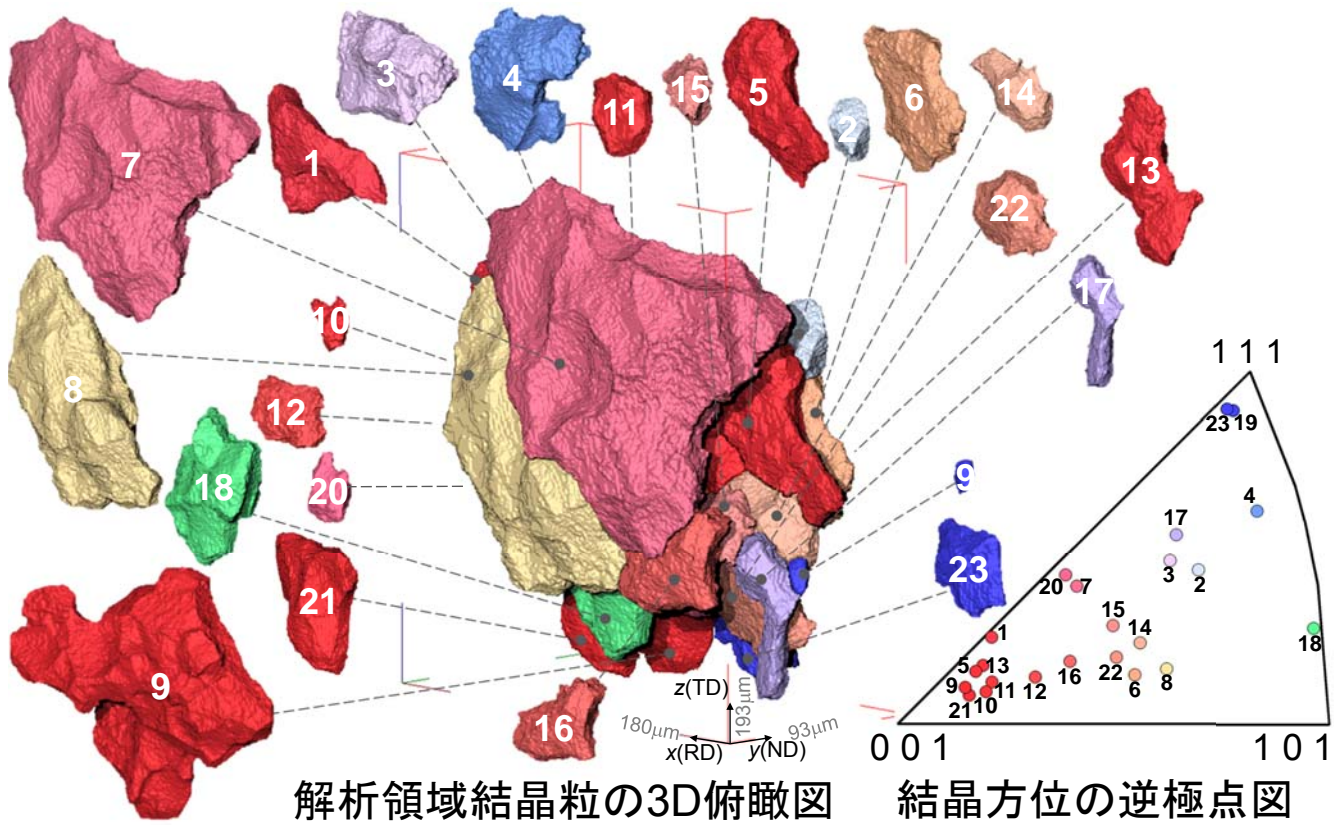
粒界上の粒子

多面体再構成

結晶粒界追跡法

Toda, Ohkawa, et al., Acta Mater. (2013)

20



解析領域結晶粒の3D俯瞰図

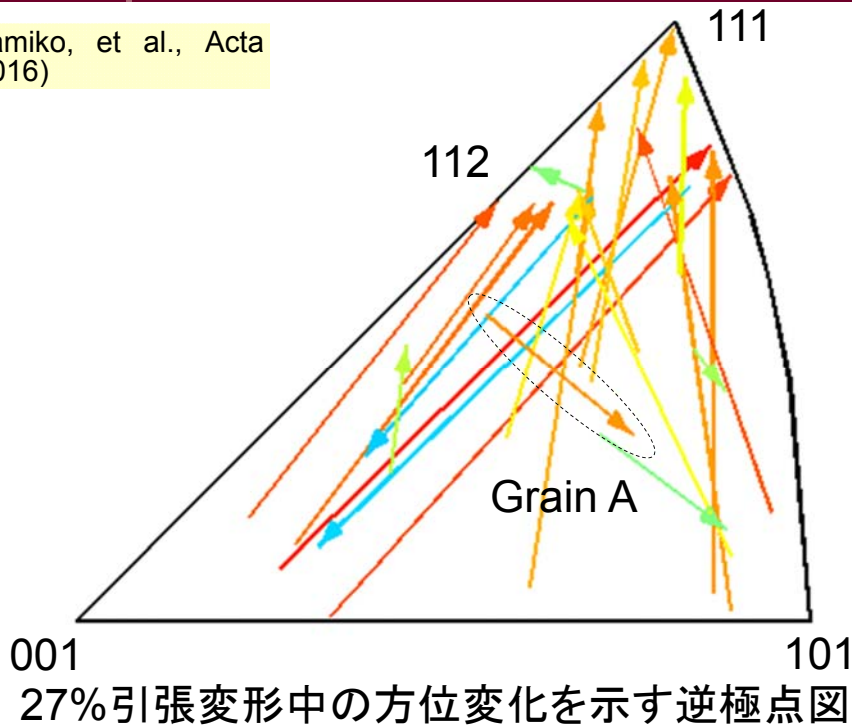
結晶方位の逆極点図

■ 解析領域にある全ての結晶粒で方位決定

Toda, Kamiko, et al., Acta Mater. (2016)

21

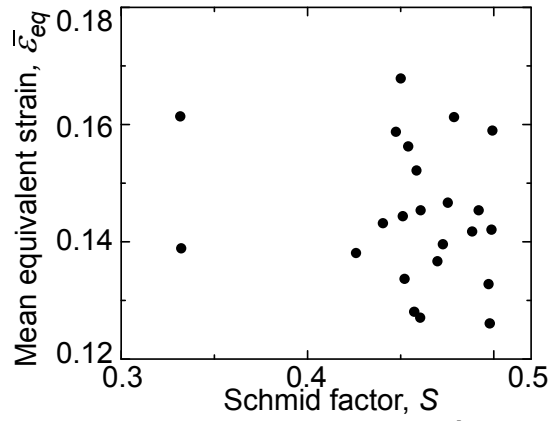
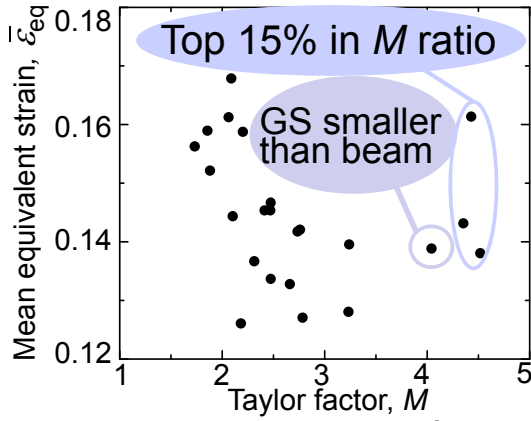
Toda, Kamiko, et al., Acta Mater. (2016)



27%引張変形中の方位変化を示す逆極点図

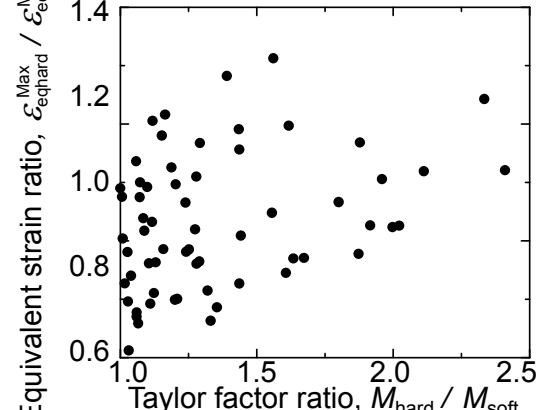
- 優先方位から外れる結晶粒が7個。そのうち、5個は試験片表面近傍に存在
- 残りの2個(例えば結晶粒A)は、優先方位とは異なる方向に回転

22



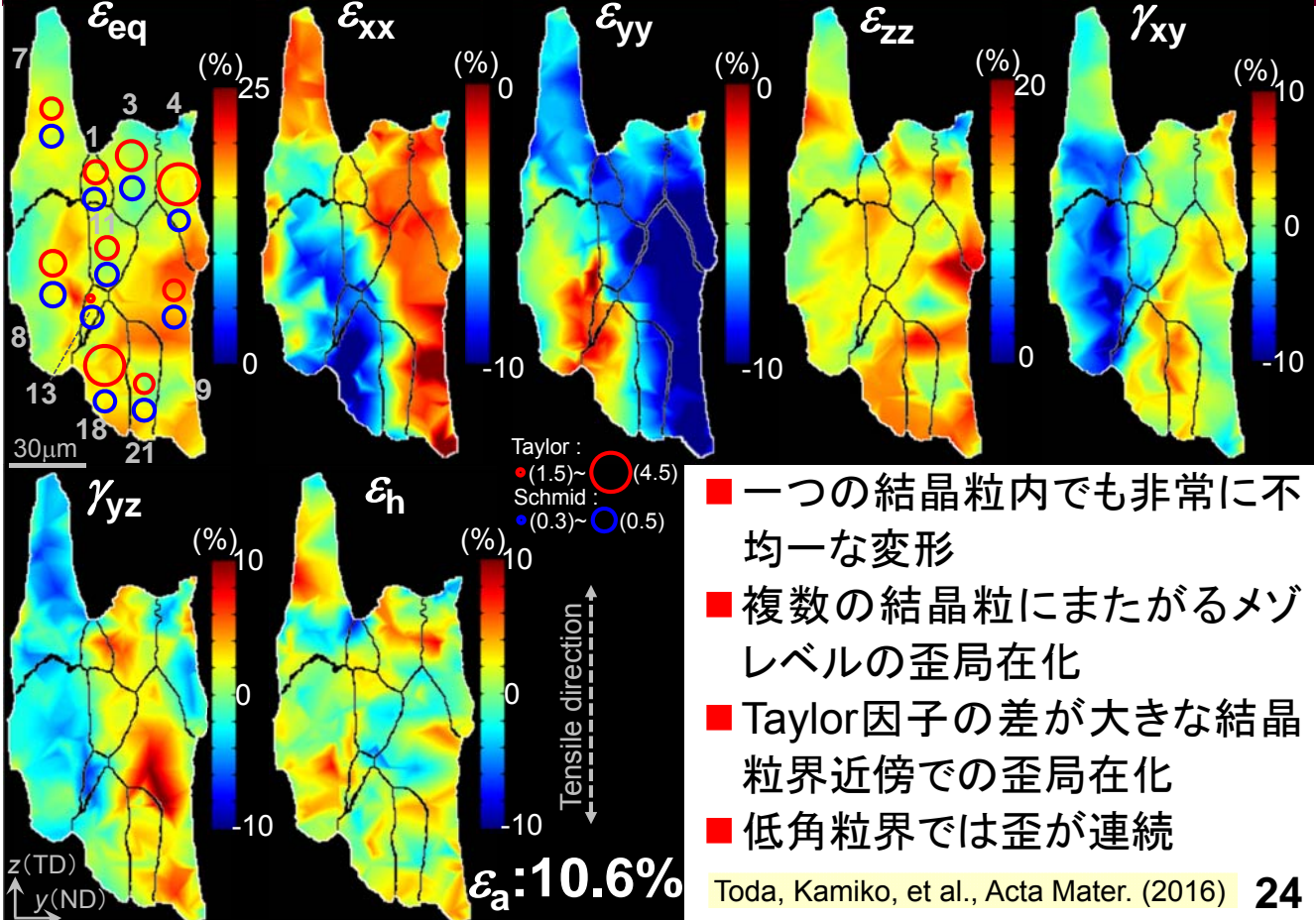
Taylor因子と平均相当歪

Schmid因子と平均相当歪

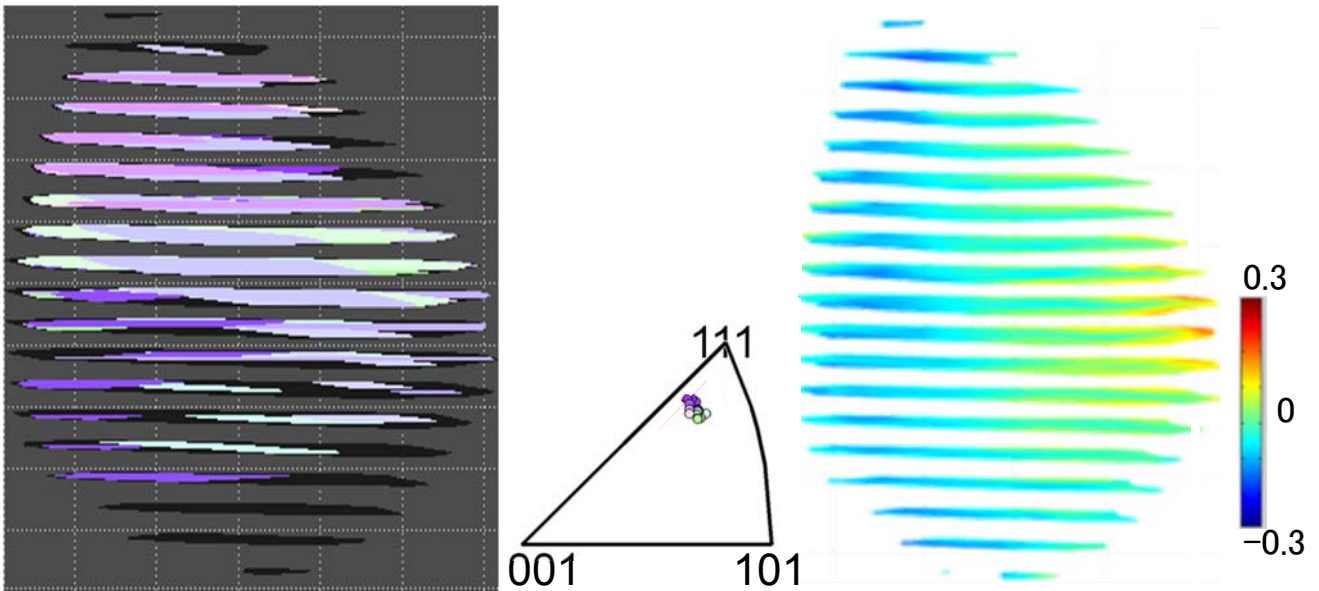


Taylor因子比と最大相当歪比

- Schmid因子と歪分布には一義的な対応なし
- Taylor因子が高いほど相当歪減少
- Taylor因子比が高い隣接粒間で局所変形大



- 一つの結晶粒内でも非常に不均一な変形
- 複数の結晶粒にまたがるメゾレベルの歪局在化
- Taylor因子の差が大きな結晶粒界近傍での歪局在化
- 低角粒界では歪が連続



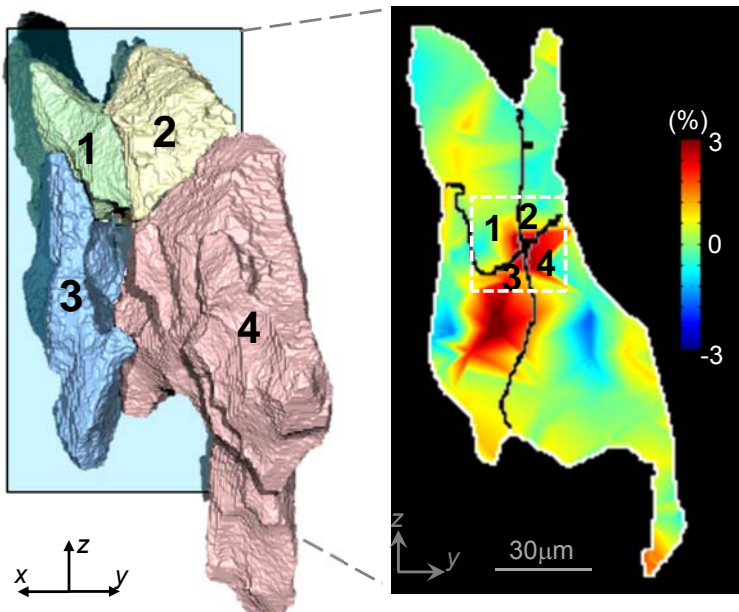
結晶粒内の方位分布

結晶粒内の相当塑性歪分布

- 結晶粒の左下部分は他領域と異なる方位。この部分は歪み局在化。この段階では、結晶粒のSubdivisionは見られない
- 複雑な3Dεおよび方位分布は、隣接粒のうち特定のものととの強い相互作用による

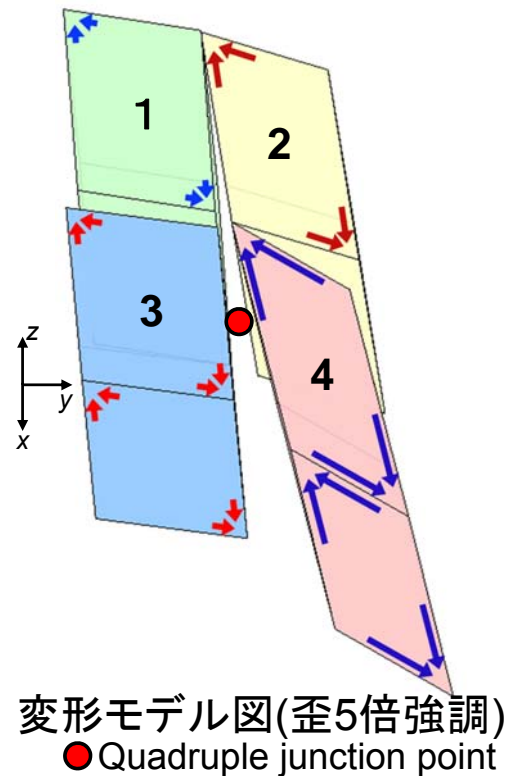
Toda, Kamiko, et al., Acta Mater. (2016)

Toda, Kamiko, et al., Acta Mater. (2016), under review



結晶粒3D像

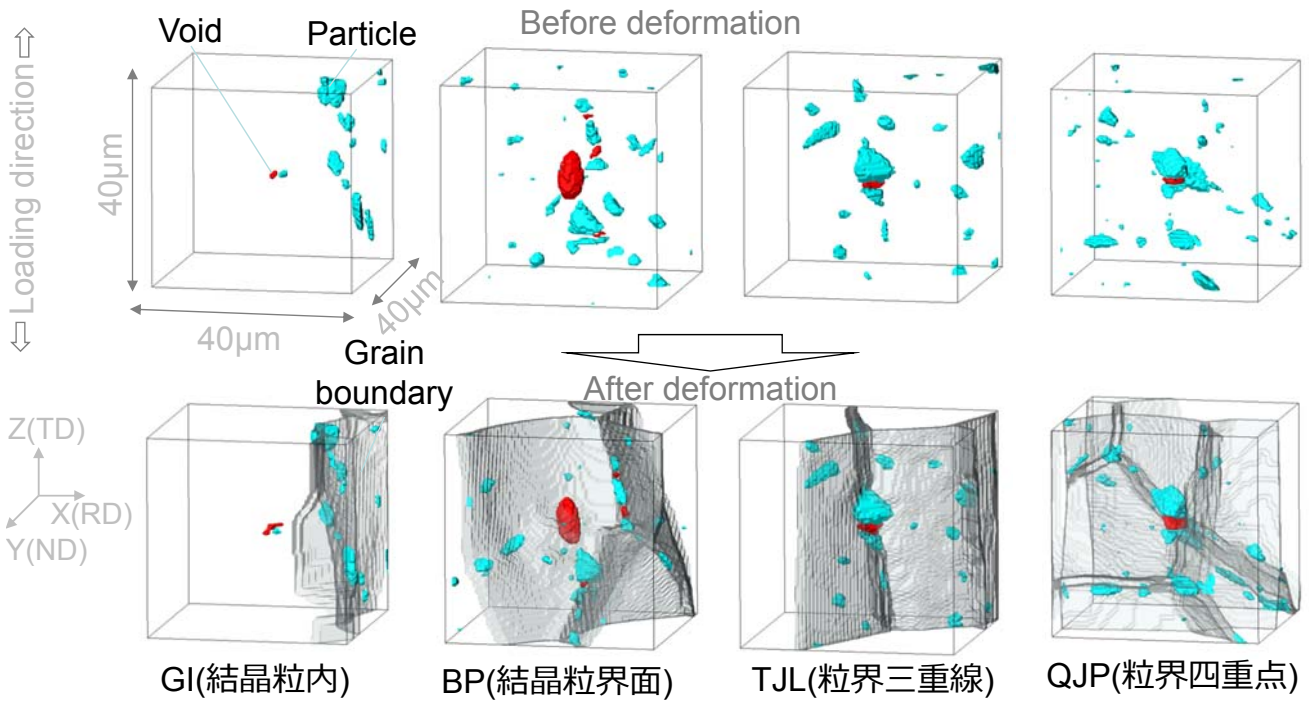
静水圧歪分布



変形モデル図(歪5倍強調)

● Quadruple junction point

- 粒界四重点近傍で三軸引張歪発生：損傷発生成長を示唆
- 結晶粒4の大きなせん断により変形の大きなミスマッチ発生



■ 結晶粒界の交わり方により、結晶粒内、結晶粒界面、粒界三重線、粒界四重点の四つのサイトにボイドを分類し、その成長挙動を解析

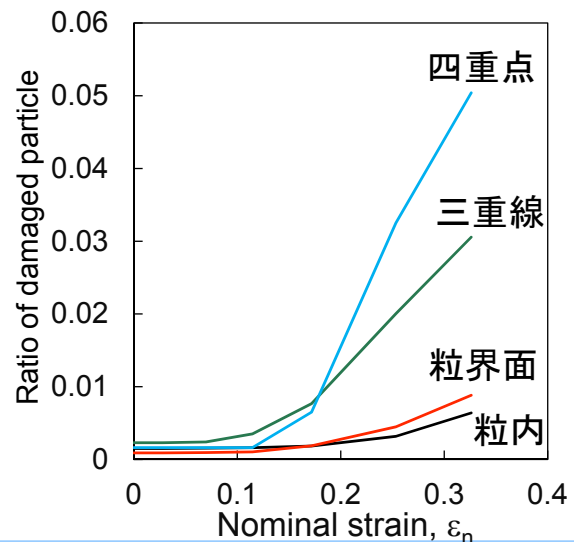
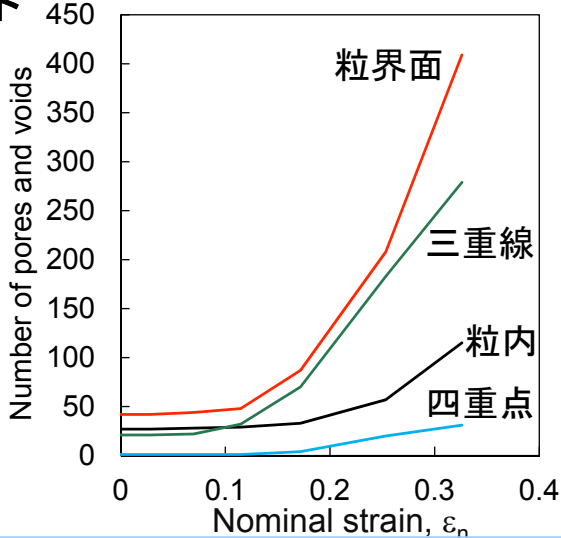
Shimoji, et al, unpublished work

粒子

Shimoji, et al, unpublished work

	GI	BP	TJL	QJP
Volume fraction, $V_f / \times 10^{-3} \%$	8.9	39.8	17.5	2.1
Number density, $\rho_p / \times 10^{-6} \mu m^{-3}$	11.9	30.6	6.0	0.4
Diameter, $d / \mu m$	2.1	2.5	3.1	3.9

ボイド



■ 粒子は結晶粒界面に数多く分布, 粗大な粒子は四重点に分布
 ■ 結晶粒界の交点が増加するに伴い破壊確率が増加.

これまでの成果

- SPring-8を用いたX線CTによる3D/4Dイメージングで、空間分解能最高100nm、時間分解能最高1s以下、密度差1%以下の分離という高分解能・高コントラストイメージングが可能。多結晶組織の4Dイメージングなども可能に
- 各種3D/4Dイメージベース解析により、どういう形状、位置、タイミングでどの程度のミクロ構造変化や損傷・破壊が起きるかを、4D画像とそれに対応する歪み、化学成分、結晶方位などの定量的なデータとして取得。確実な現象の理解可能

これからどこへ行くのか？

- 3D/4D複雑データ(1本の試験片にも数万～数十万個のミクロ構造が見えるビッグデータ!)を用いた構造材料のミクロ組織最適化
- 多結晶、粒子、ボイドなど様々なミクロ構造を全て考慮した構造材料の変形・破壊の終局的な理解