

SPring-8金属材料評価研究会(第13回)/  
第21回SPring-8先端利用技術ワークショップ

平成30年1月22日

-放射光x線ラミノグラフィー法を  
用いた引張試験におけるボイド  
発生-成長の4D観察-

九州大学 工学研究院  
古君 修

趣旨：**金属材料の特性**とミクロ構造に  
関連して、放射光の役割を議論する  
**注目技術**の紹介。

延性破壊

ラミノグラフィ

# *Contents*

1. 延性破壊と脆性破壊
2. 延性破壊機構
3. ボイド発生-成長の4D観察  
工業用純鉄とIF鋼の局部伸び支配因子

# 破壊の分類

延性 (Ductile) × 粒内 (Intragranular)  
脆性 (Brittle) × 粒界 (Grain boundary)

- 粒界破壊だからと言って、脆性破壊ではない。
- 延性破壊と脆性破壊の組織学的支配因子は異なる。

# 粒内破壊の分類

研究分野

延性

脆性

破壊力学

非線形

線形

(Fracture mechanics)

(Stress and pre-crack are necessary to fracture)

pre-crack : 先在欠陥

転位論

大規模降伏

小規模降伏

(Dislocation theory)

破面解析学

ディンプル

リバーパターン

(Fractography)

(垂直/せん断)

結晶学

せん断面

へき開面

(Crystallography)

(原子面の結合力)

ボイド

(Void nucleation  
& growth)

(引張) 局部変形域  
で発生・成長

N/A

←  
今回着目

# 延性と延性破壊研究の重要性

延性破壊は脆性破壊と異なり瞬時の破壊ではないため、安全な破壊形態と言われ非線形破壊力学の工業的重要性は高くなかったが。

厚板：

- ・ 近年注目を浴びているシェールガス、メタンハイドレート等の非在来型天然ガスの生産の増加
- ・ CO<sub>2</sub>ガス海底貯槽の必要性

⇒ 拡散しにくいガスの輸送用パイプで**不安定延性破壊を回避**

不安定延性破壊：き裂伝播速度とパイプ内の減圧波速度が平衡状態になり、一定の内圧を保ち続けながらき裂が伝播し続ける破壊形態。

薄板：

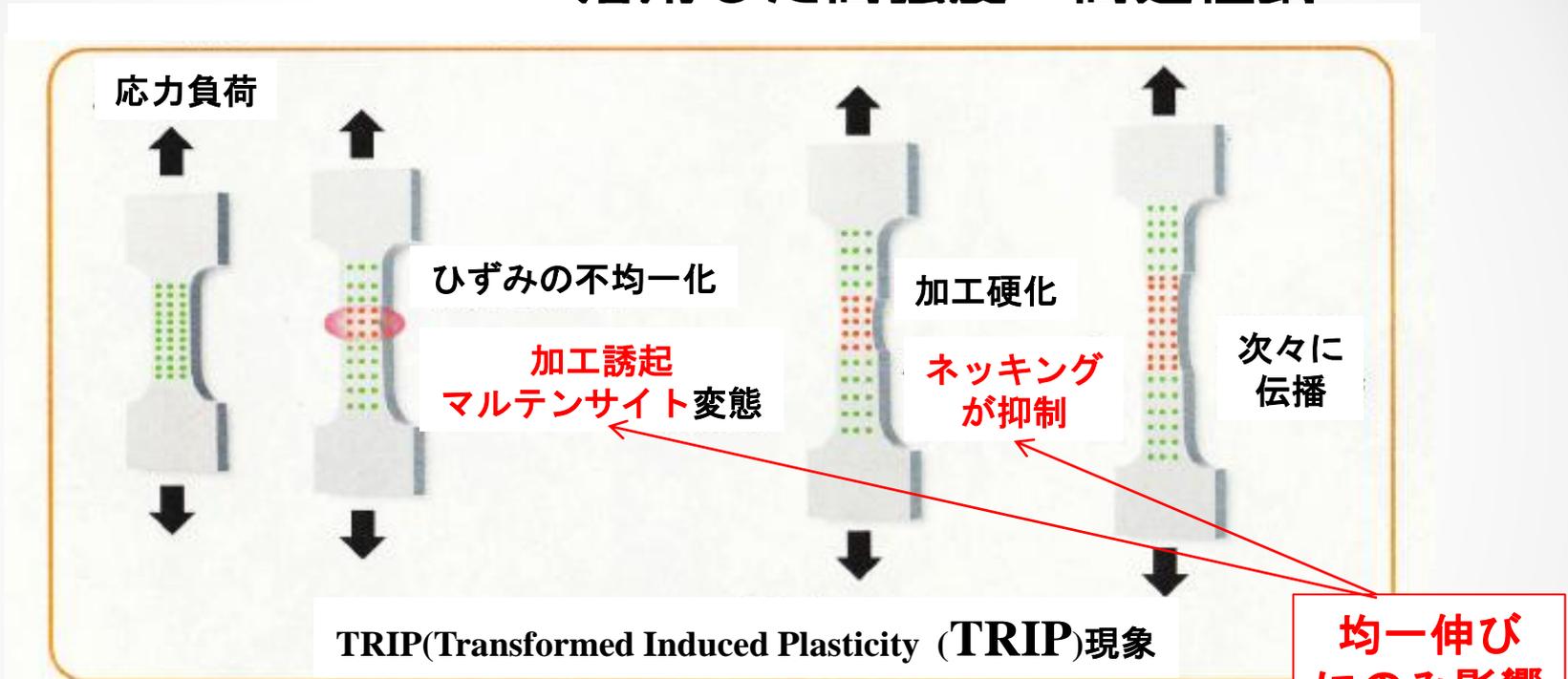
- ・ **高強度鋼板の成形性改善**

⇒ **伸び（延性：塑性変形能）の向上**

・ いずれも、ここ20年、注目されている学問分野 ●<sub>6</sub>

# 高強度TRIP - assisted 鋼における $\gamma$ の影響

TRIP<sup>1)</sup>-assisted鋼<sup>2)</sup> :  $\gamma$ の $\alpha'$ への加工誘起変態を  
活用した高強度 - 高延性鋼



均一伸びと局部伸びの組織支配因子は異なる<sup>3)</sup>。  
全伸びでは伸びと組織の関係は論じられない。

- 1) V. F. Zackay, E. R. Parker, D. Fahr and R. Busch: Trans. ASM, 60 (1967) 252.
- 2) T. Nakamura and K. Wasaka: Tetsu-to-Hagané, 61 (1975) 2067.
- 3) M. Yamamoto, R. Ochi, K. Yasuda, M. Aramaki, S. Munetoh and O. Furukimi: NETSU SHORI, 56(2016), 285.

# *Contents*

1. 延性破壊と脆性破壊
2. 延性破壊機構
3. ボイド発生-成長の4D観察  
工業用純鉄とIF鋼の局部伸び支配因子

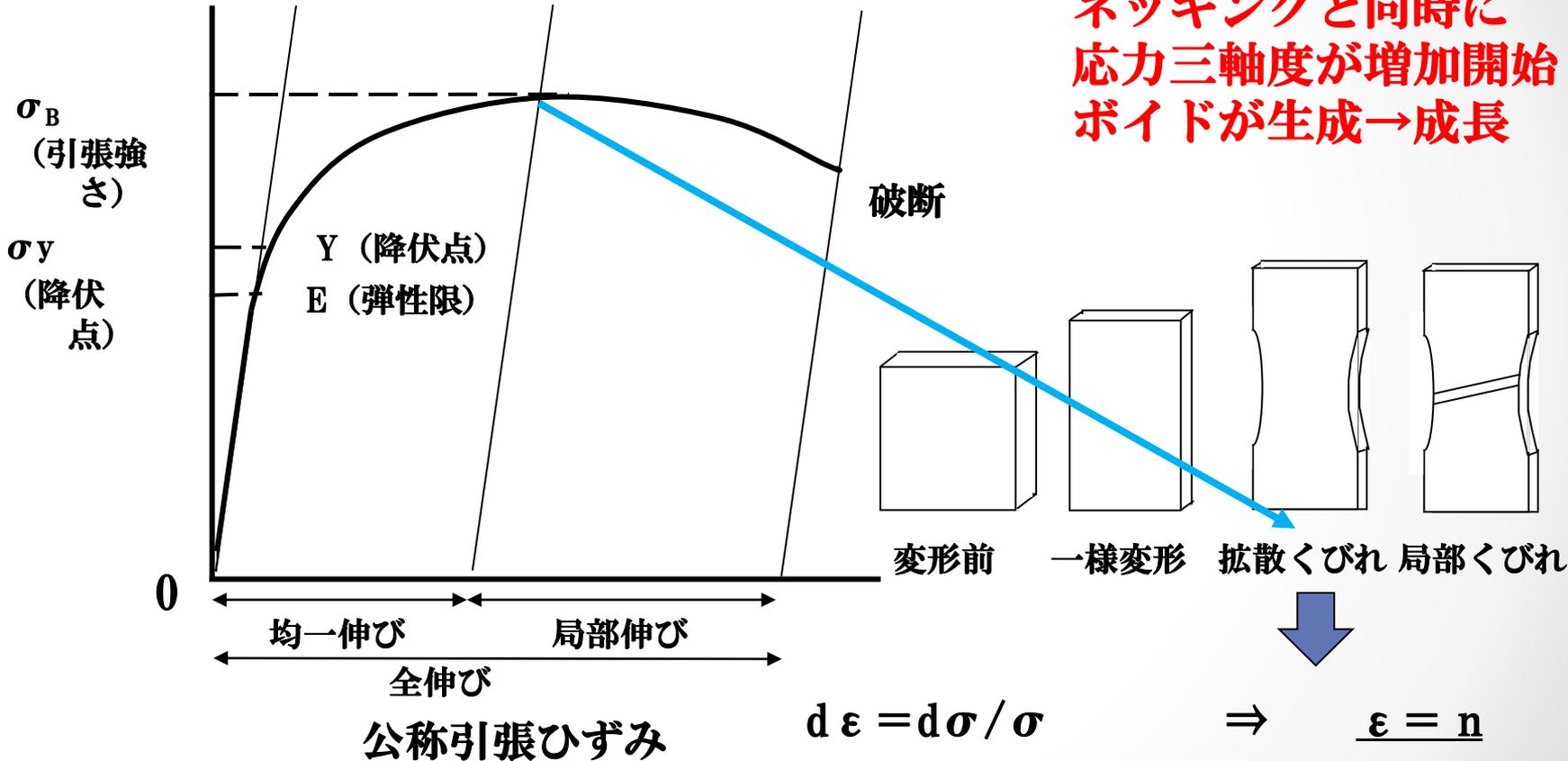
# 応力-ひずみ曲線の局部伸び域での材料内部の変化

破断に向かう伸びで何が起きているのか？

転移の増加、すべり + 最大荷重近傍で

ネッキングと同時に  
応力三軸度が増加開始  
ポイドが生成→成長

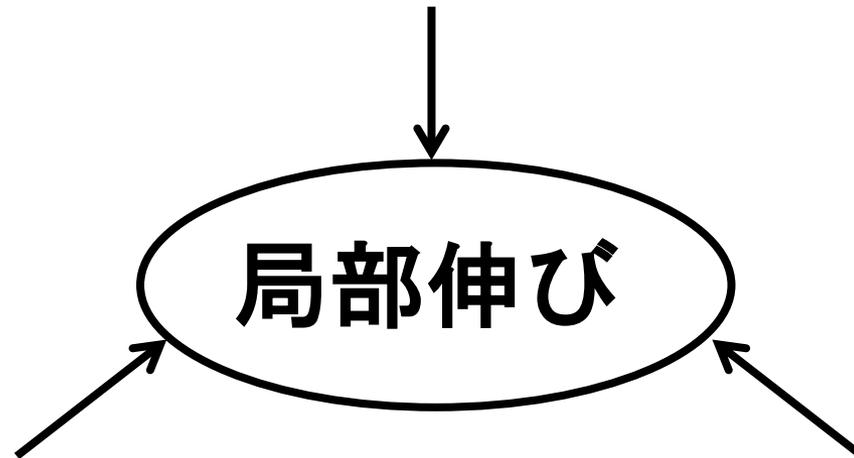
公称引張応力



ひずみ増分が加工硬化係数と一致した時

# 局部伸びの支配因子をまとめると

**応力三軸度**：試験片形状（板厚・・・）、  
マクロ的応力-ひずみ曲線



**ボイド**の発生起点：  
粒子（介在物、析出物）、  
粒界面・・・

**ボイド**の成長-連結：  
ボイド間の組織の  
強度、伸び特性  
（ミクロ的応力-ひずみ曲線）

# ボイドの発生起点

## 1) 粒界

単相鋼：大角粒界、亜粒界

二相鋼：二相界面（フェライト-マルテンサイト、  
フェライト-オーステナイト・・・）

※二相鋼の場合、ボイドはマクロ的応力-ひずみ曲線の  
最高荷重より前で発生

## 2) 粒子（介在物、析出物）

## 3) すべり帯 (Slip band)

## 4) 転位

## 5) 原子空孔

- 実際の材料で、単一の発生起点のケースは少ない。

# ボイド成長と応力三軸度

J.R.Rice, D.M.Tracey : J. Mech. Phys. Solids, 17(1969), 201-217.

## Rice & Tracy model (球形ボイドの成長モデル)

ボイドの成長成分

応力3軸度

$$dR/R_0 = 0.283 * \exp(\sigma_m / \bar{\sigma}) d\varepsilon_{eq}$$

$R_0$  : ボイドの初期半径

$\sigma_m$  : 平均応力  $(\sigma_1 + \sigma_2 + \sigma_3)/3$

$\bar{\sigma}$  : Mises応力

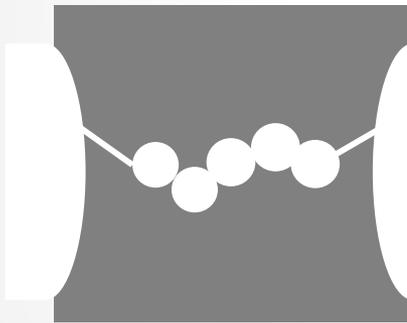
$\varepsilon_{eq}$  : 相当塑性ひずみ

# ボイド成長と連結モデル

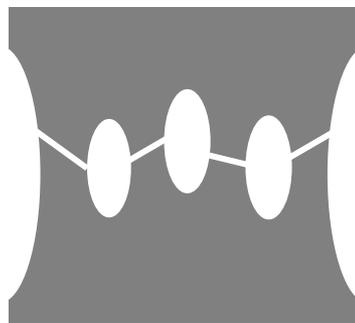
McClintock, F. A. : “A Criterion for Ductile Fracture by the Growth of Holes”  
J. Appl. Mech., 35(1968) , 353–371.

P. F. Thomason : “ A Theory of Ductile Fracture by Internal Necking of Cavities”  
J. Institute. Metals, 96(1968) , 360–365.

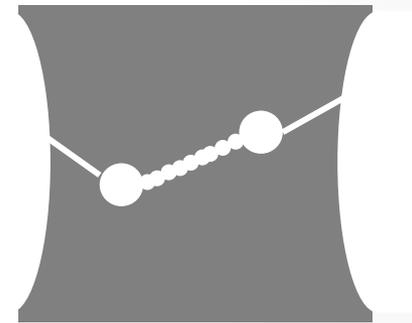
Cox T. B. , Low J. R. Jr. : “An investigation of the plastic fracture of AISI 4340 and 18 Nickel-200 Grade Maraging Steels” Metall.Trans. A, 5(1974), 1457-1470.



**McClintock**  
ボイド成長



**Thomason**  
内部くびれ



**Cox**  
ボイドシート

いずれも引張変形の前からボイドが存在すると仮定してモデル構築  
⇒実際には最大荷重近傍からボイドの発生開始:このプロセスの解析は困難  
⇒精緻なボイド成長過程の4D観察が必要

# *Contents*

1. 延性破壊と脆性破壊
2. 延性破壊機構
3. **ボイド発生-成長の4D観察**  
**工業用純鉄とIF鋼の局部伸び支配因子**

**JASRI承認課題採択番号2016A1183**

# IF 鋼とは？

## IF 鋼 : Interstitial free steel

Ti, Nb などの炭化物、窒化物形成元素を添加し、格子間原子を低減させ、深絞り性を向上させた鋼板。主に、自動車用外板に使用されている。

# *Difference in void nucleation site and local elongation between industrial pure iron & IF steel*

O. Furukimi, Y. Takeda, M. Yamamoto, M. Aramaki, S. Munetoh, H. Ide, M. Nakasaki, Voids nucleation and growth examination during tensile deformation for IF steel by synchrotron X-ray laminography and EBSD, Tetsu-to-Hagané, 103 (2017) DOI: 10.2355/tetsutohagane.TETSU-2017-011.

## **Chemical composition of IF steel and industrial pure iron tested (mass%)**

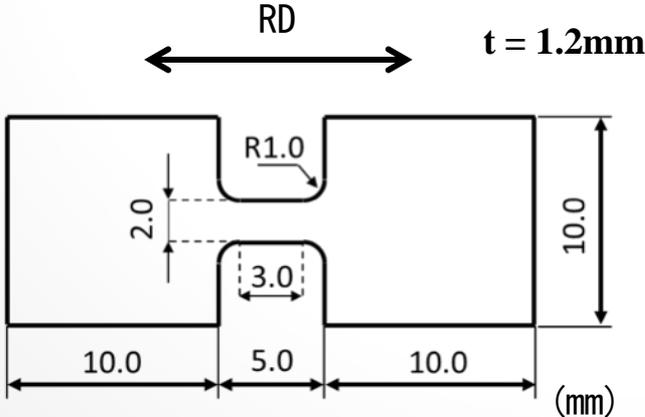
<b>Specimen</b>	<b>C</b>	<b>Si</b>	<b>Mn</b>	<b>P</b>	<b>S</b>	<b>Ti</b>	<b>Al</b>	<b>N</b>
<b>A (IF steel)</b>	<b>0.002</b>	<b>0.002</b>	<b>0.14</b>	<b>0.01</b>	<b>0.004</b>	<b>0.046</b>	<b>0.048</b>	<b>0.0020</b>
<b>B (Industrial pure iron)</b>	<b>0.003</b>	<b>0.001</b>	<b>0.16</b>	<b>0.01</b>	<b>0.004</b>	<b>—</b>	<b>0.001</b>	<b>0.0017</b>

**IF steel : Hot rolling – Annealing (973K x 150s) t = 4.2mm**

**Industrial pure iron : Hot rolling – Annealing (1138K x 75s) t = 4.0mm**

# Strength and elongation of IF steel and industrial pure iron

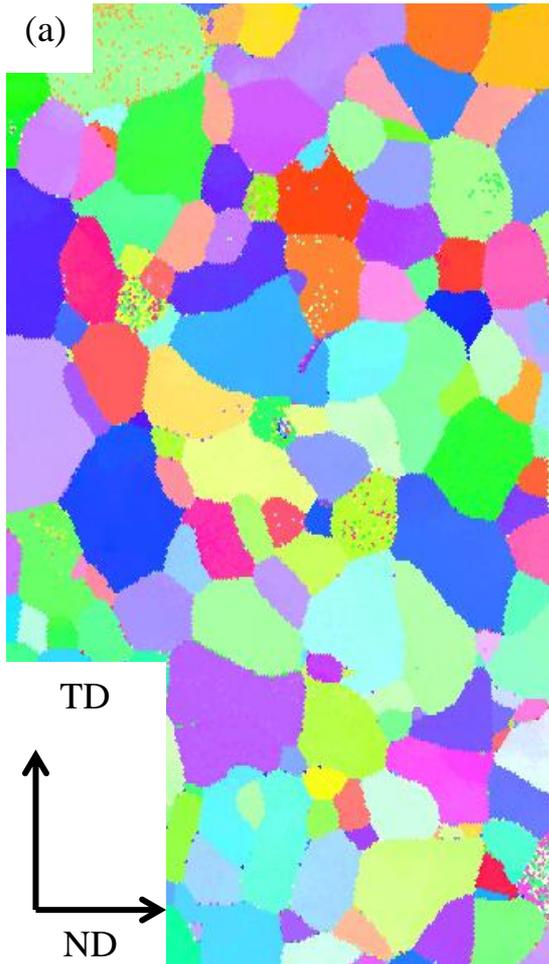
Specimen	0.2% Proof Strength (MPa)	Tensile Strength (MPa)	Uniform Elongation (%)	Local Elongation (%)
A (IF steel)	188	275	33	46
B (Industrial pure iron)	216	281	28	39



Initial strain rate :  
 $1 \times 10^{-3}/s$

# *EBSD images of base metal*

**Hot-rolled and annealed IF steel**

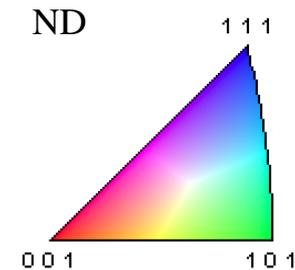


**d = 20 $\mu$ m**

**Industrial pure iron**



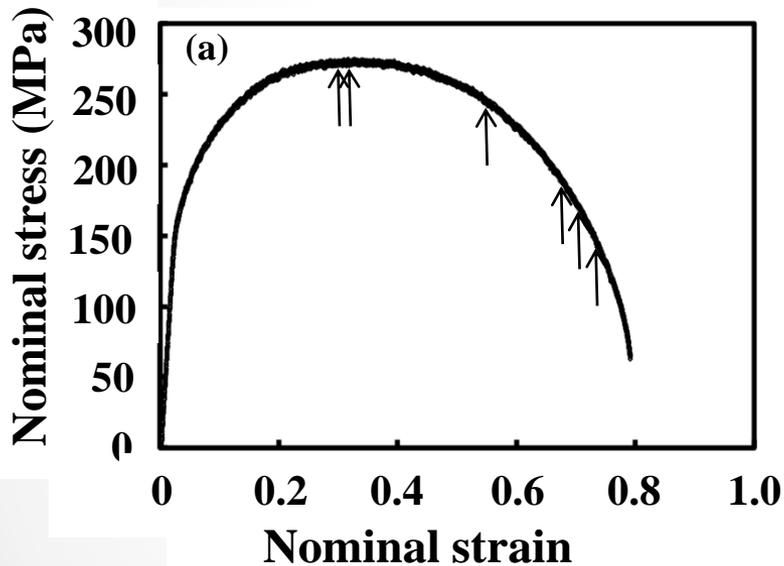
**d = 35 $\mu$ m**



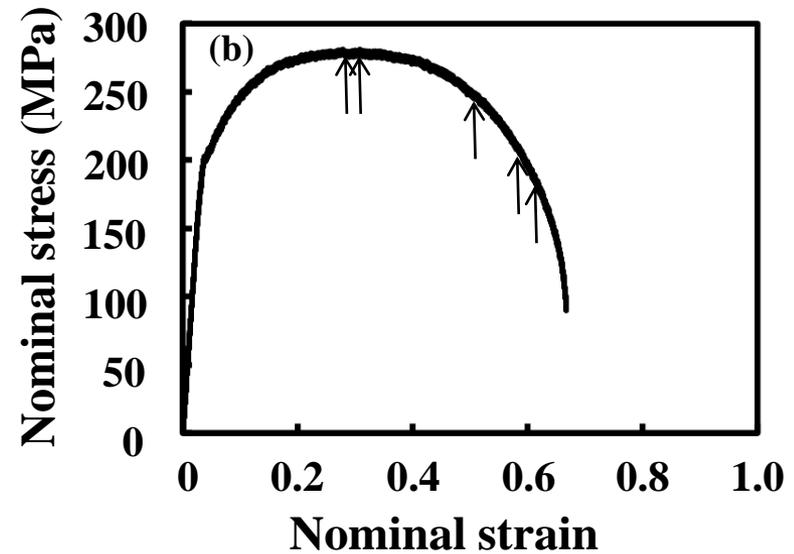
**Hall-Petc Effect :**  
**22MPa (10% of 0.2%PS)**

# Stress-strain curves

Hot-rolled and annealed IF steel



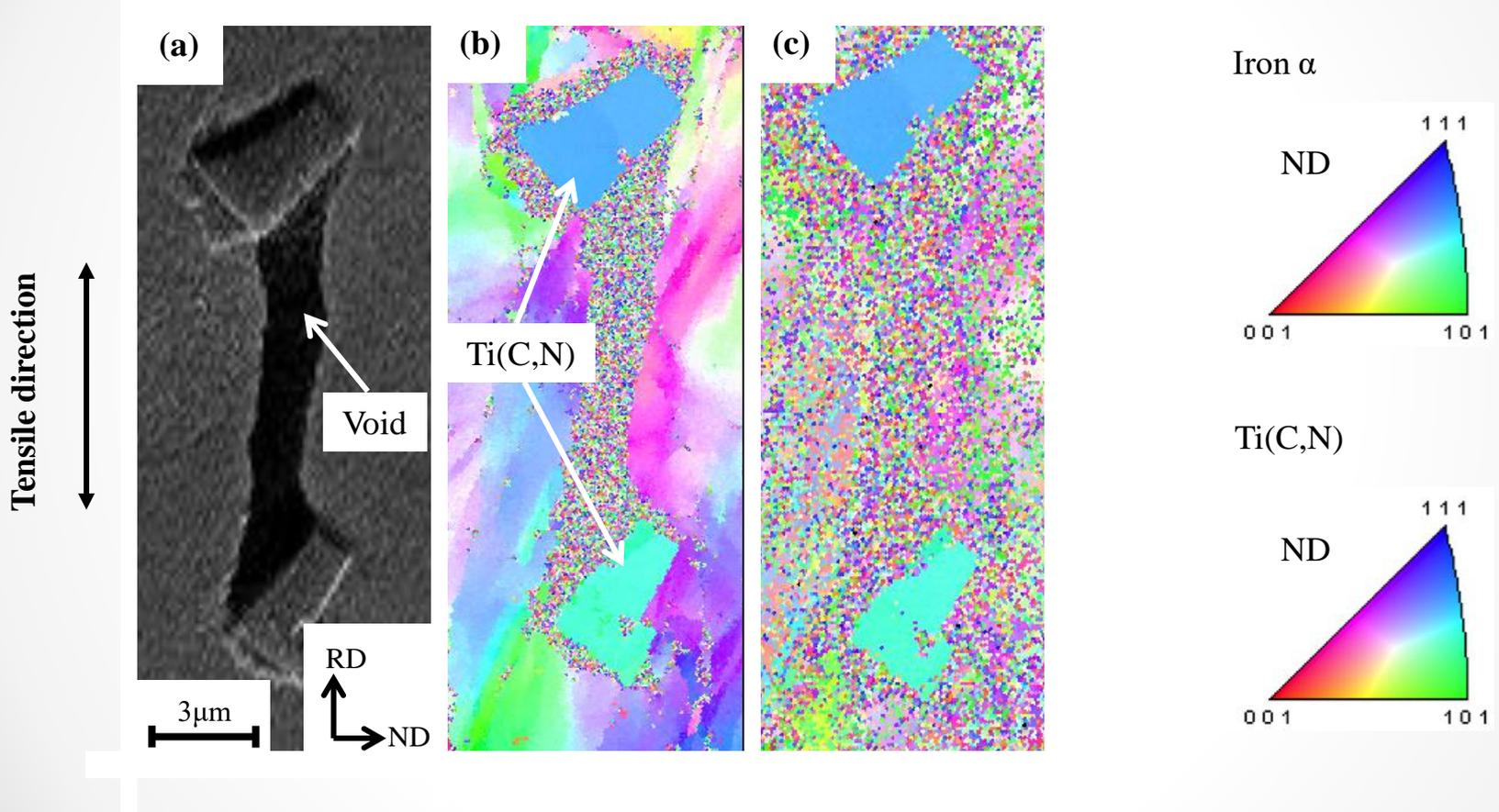
Industrial pure iron



Arrows :stopping points  
to observe voids by  
Synchrotron X-ray.

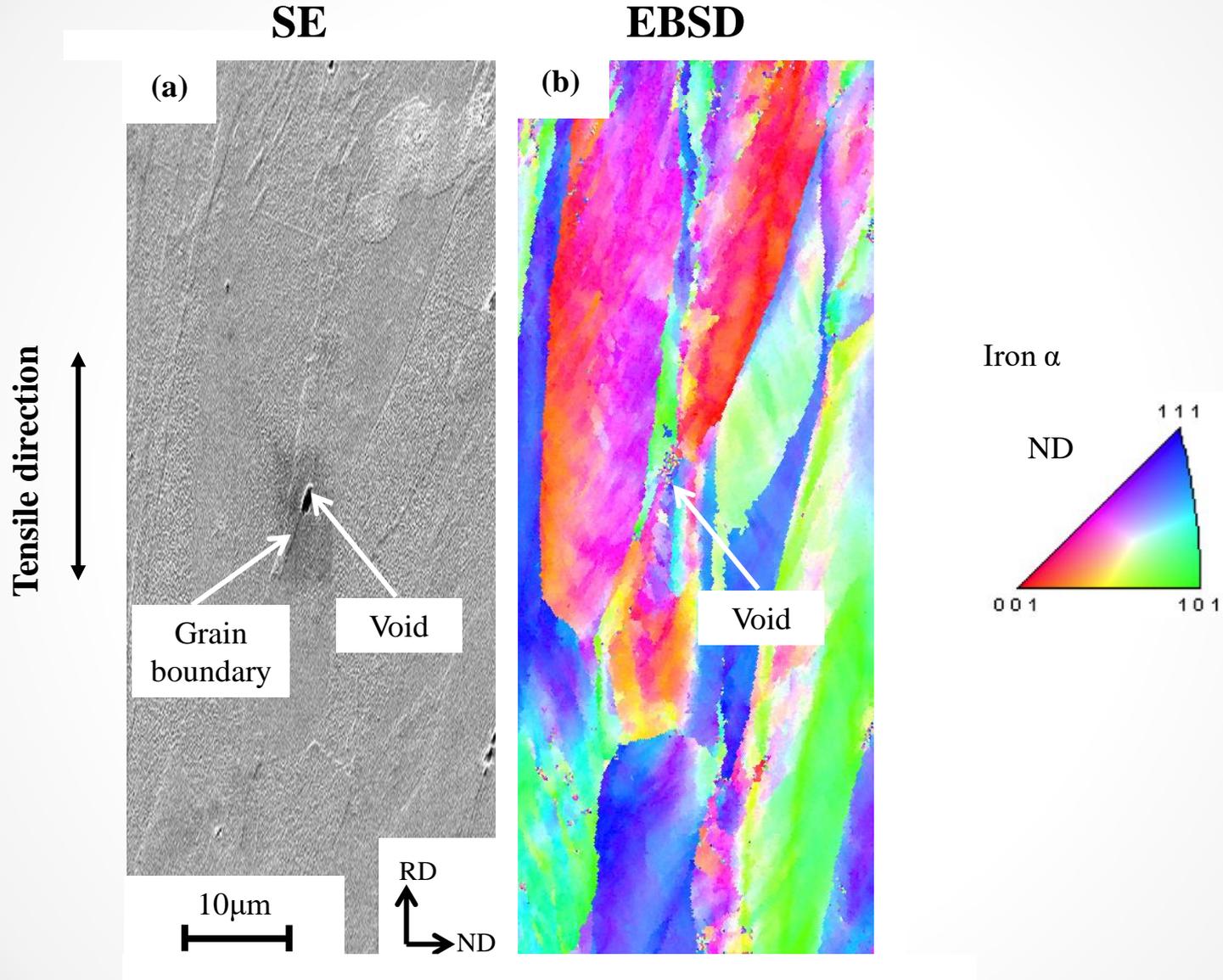
# SE and EBSD images after tensile test for IF steel ( $\epsilon_p = 1.2$ )

SE      IPF map of all phase      IPF map of Ti(C,N) phase



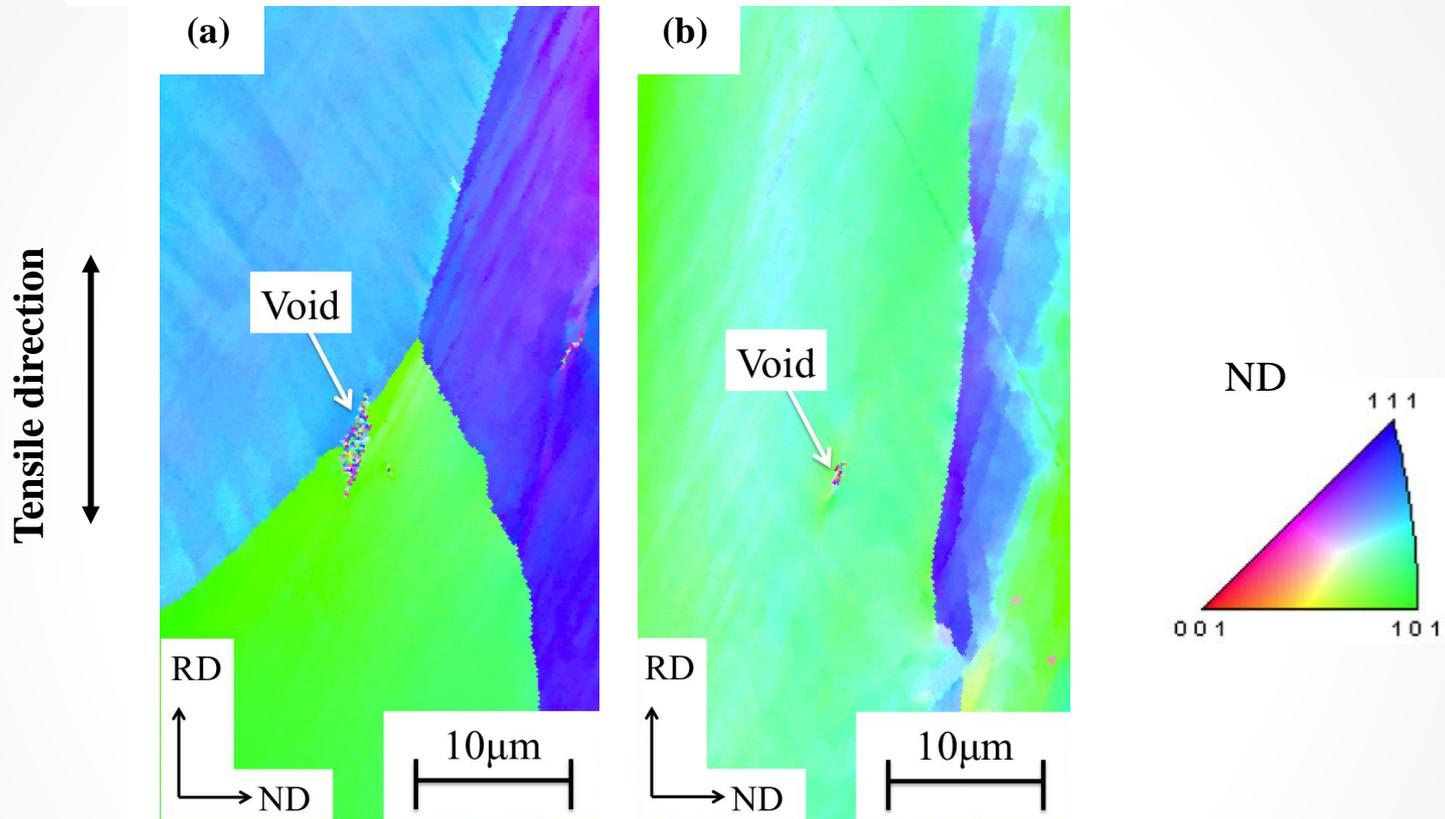
**Void nucleation site : Ti(C,N) in grain boundary**

# SE and EBSD image after tensile test for IF steel ( $\epsilon_p = 1.1$ )



• **Void nucleation site : in grain boundary**

# *EBSD images after tensile test ( $\epsilon_p = 0.25$ ) for industrial pure iron*



**Void nucleation sites :  
grain boundary and inter granular (sub grain boundary)**

## *Void nucleation site*

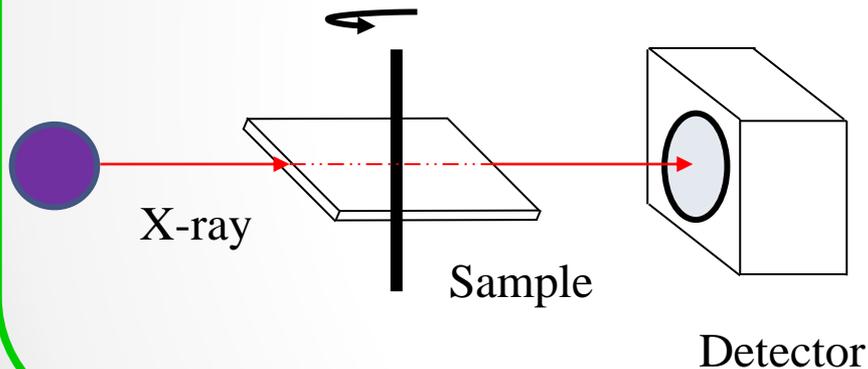
	<b>Grain boundary</b>	<b>Precipitates in grain boundary</b>	<b>Precipitates in intra granular</b>
<b>IF steel</b>	<b>50%</b>	<b>20%</b>	<b>30%</b>
<b>Industrial pure iron</b>	<b>100%</b> <b>(Sub G.B. 30%)</b>	—	—

# Experiment by using Laminography

M. Hoshino, K. Uesugi, A. Takeuchi, Y. Suzuki, N. Yagi, Three-dimensional structural analysis of laterally extended objects using X-ray laminography, J. Jpn. Soc. Synchrotron Radiat. Res. 26 (2013) 257–267

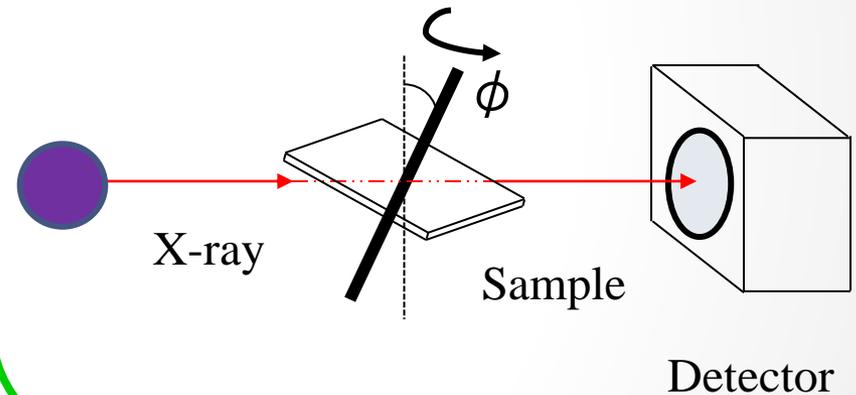
## Conventional X-ray CT

Rotation axis : vertical to X-ray



## X-ray Laminography

Rotation axis : oblique to X-ray( $\phi$ )



Merit : Decrease in X-ray penetration distance

⇒ Increase in X-ray strength

Demerit : Detection limit is  $1 \sim 2 \mu\text{m}$



Applicable to voids analysis of tensile test specimen ( $t \geq 1.0\text{mm}$ )

## *Observation conditions*

**ビームライン : BL20XU (37.7keV)**

**試料の回転軸傾き角 : 45°**

**可視光変換型高解像度X線イメージングユニット**

**(浜松ホトニクス BN-AA50, SCMOS:ORCA FLASH4.0)**

**露光時間 : 600ms**

**投影数 : 3600枚/360°**

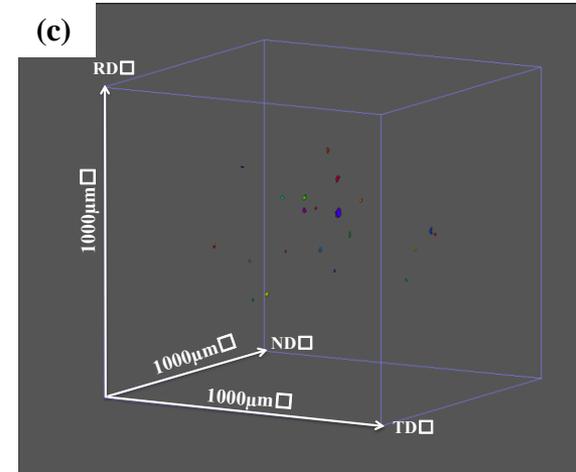
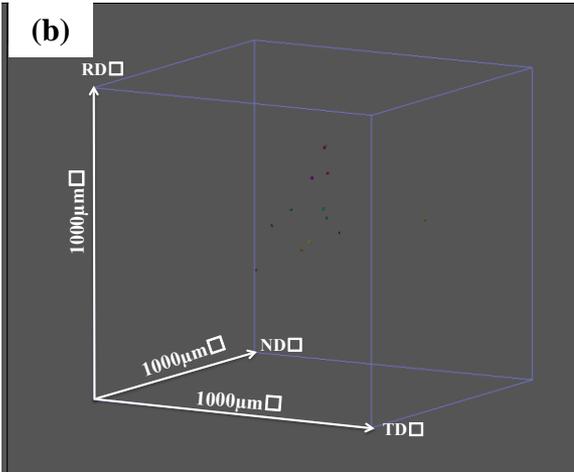
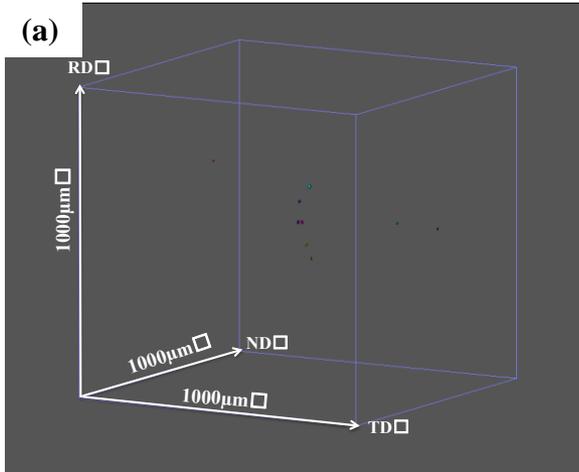
# 3D images of voids for IF steel obtained by laminography method

$\epsilon_p = 0.17$

$\epsilon_p = 0.18$

$\epsilon_p = 0.56$

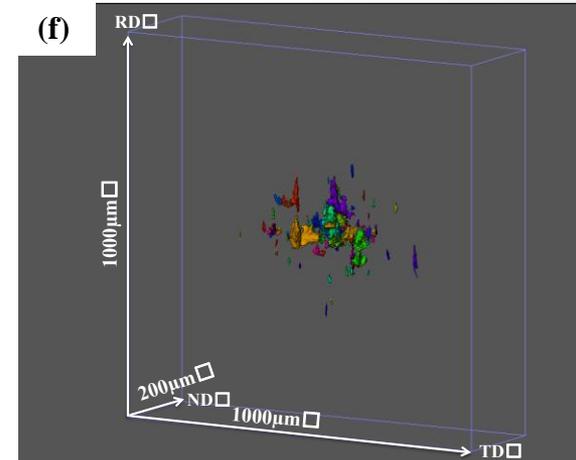
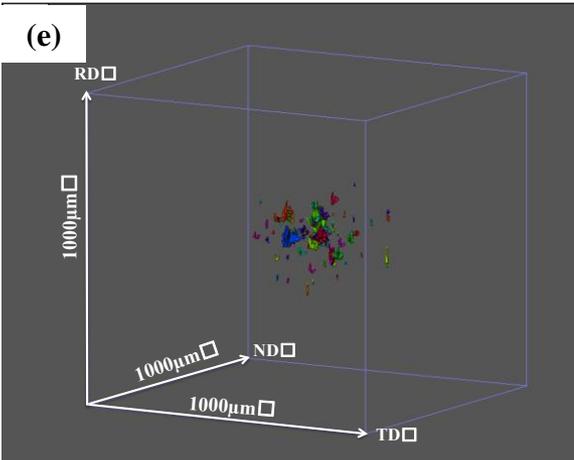
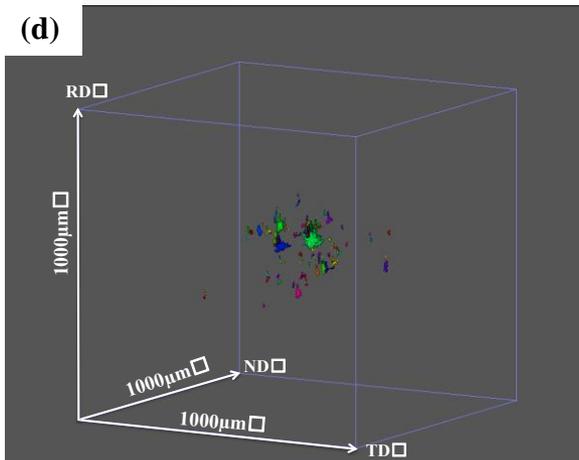
Tensile direction



$\epsilon_p = 0.62$

$\epsilon_p = 1.1$

$\epsilon_p = 1.3$



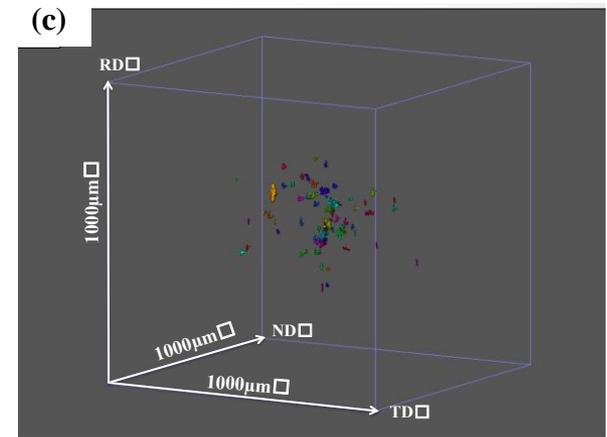
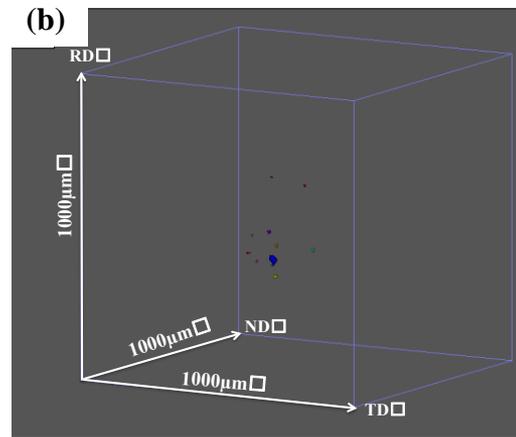
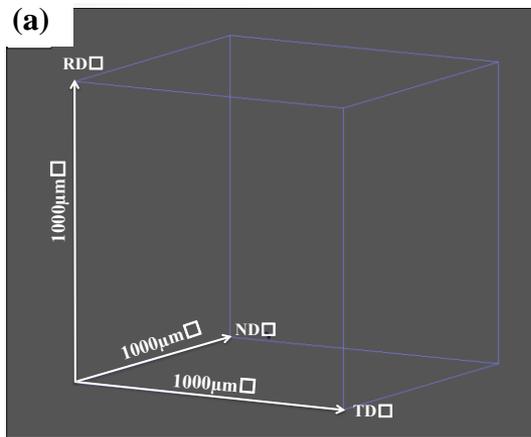
$\epsilon_p$  : Reduction of area (Plastic strain)

# 3D images of voids for industrial pure iron obtained by laminography method

$\epsilon_p = 0.18$

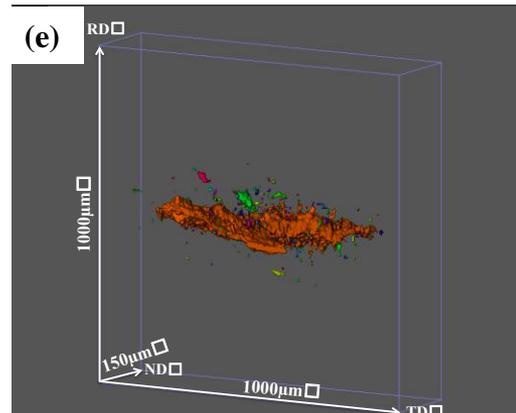
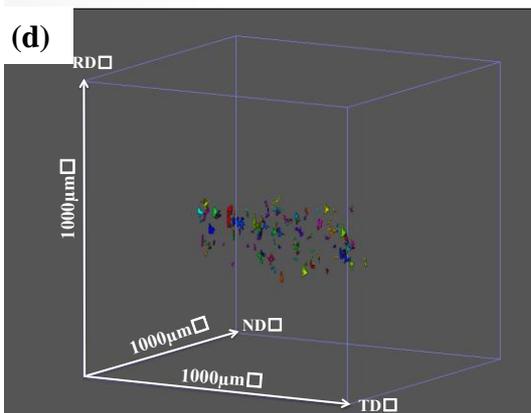
$\epsilon_p = 0.20$

$\epsilon_p = 0.63$



$\epsilon_p = 0.85$

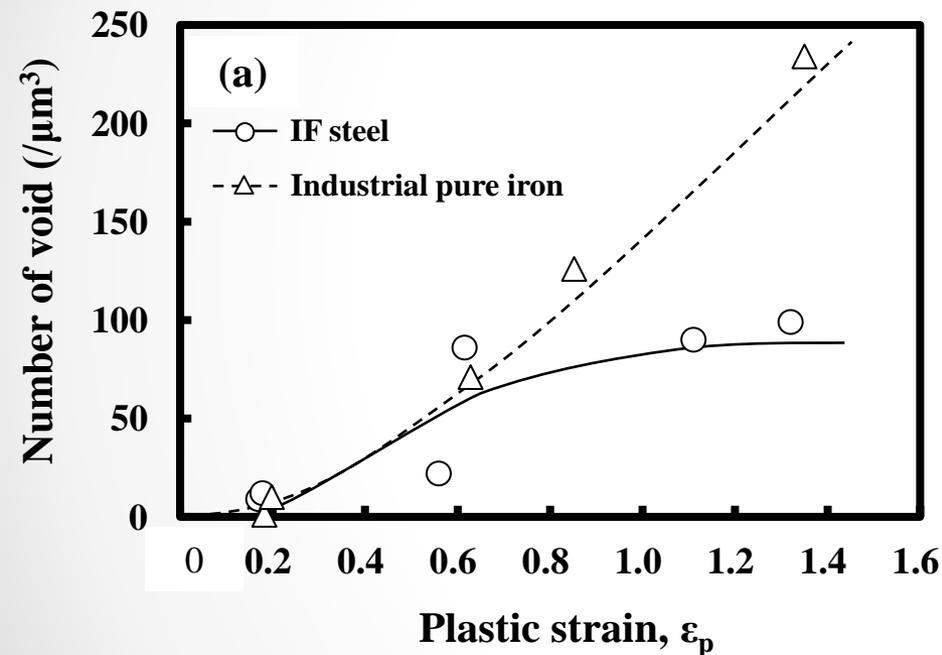
$\epsilon_p = 1.4$



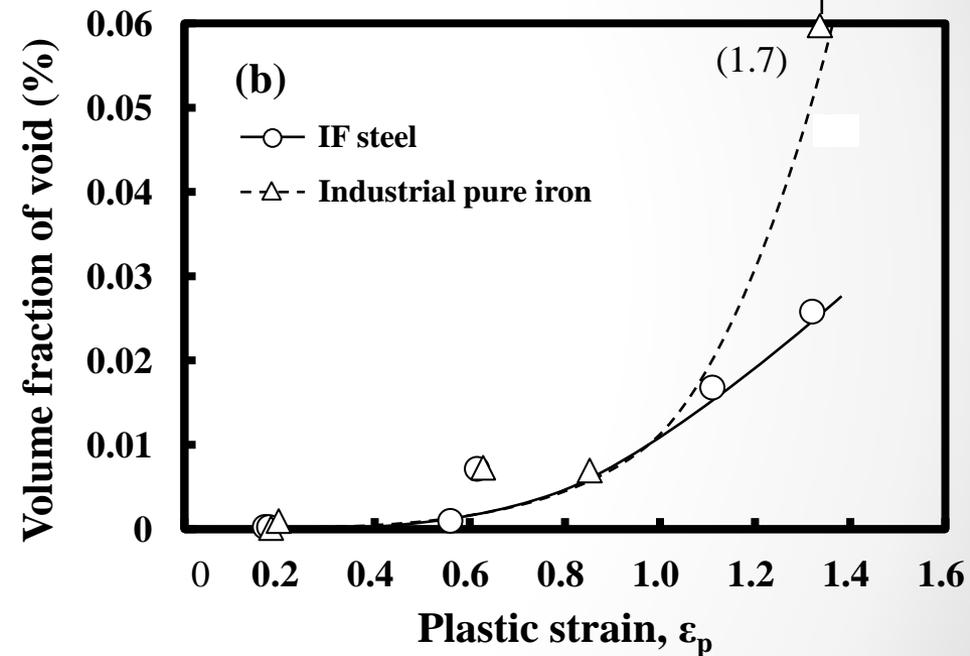
Tensile direction

# Effects of plastic strain on number of void and volume fraction of void for industrial pure iron and IF steel

number of void

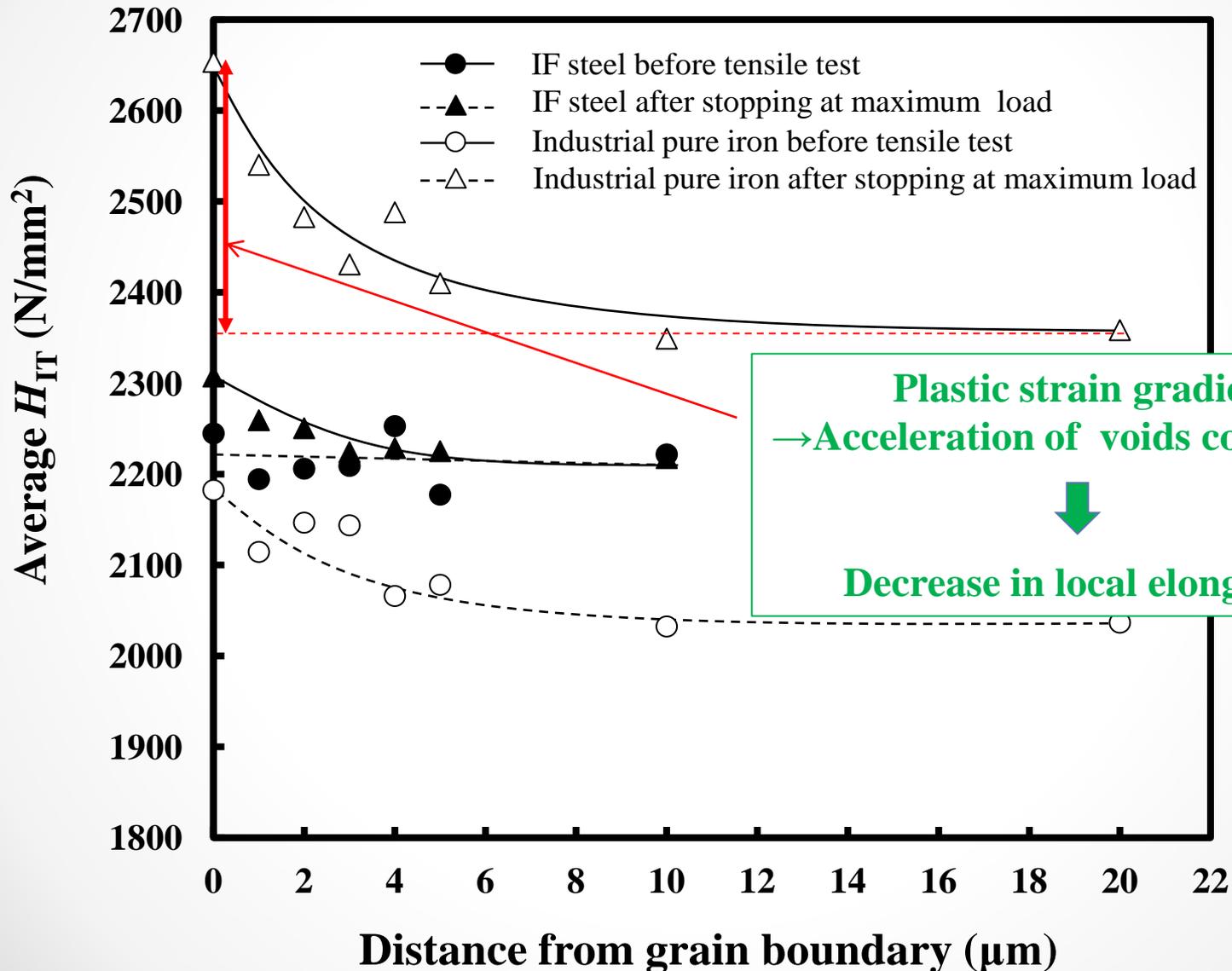


volume fraction of void



**Voids number & volume fraction:  
Industrial pure iron > IF steel**

# Relationships between average $H_{IT}$ and distance from grain boundary for industrial pure iron and IF steel



## [結論]

ラミノグラフィー法でIF鋼と工業用純鉄のボイドの発生-成長-連結を観察

- ・ 工業用純鉄では  $\varepsilon_p$  が1.4で急激な成長-連結
- ・ この高  $\varepsilon_p$  域でもIF鋼ではボイドの急激な成長-連結なし



IF鋼で高い局部伸びを示す主な要因 :  
ボイドの急激な成長-連結の抑制

メカニズム

粒界近傍での硬さ不均一性が工業用純鉄で大  
→ 塑性ひずみの傾斜