

放射光 X 線ラミノグラフィによる転動疲労き裂の観察(1) Observation of Rolling Contact Fatigue Crack by SR X-ray Laminography(1)

牧野 泰三^a, 根石 豊^a, 中井 善一^b, 塩澤 大輝^b
Taizo Makino^a, Yutaka Neishi^a, Yoshikazu Nakai^b, Daiki Shiozawa^b

^a新日鐵住金(株)総合技術研究所, ^b神戸大学大学院工学研究科
^aNippon Steel & Sumitomo Metal Corporation, ^bKobe University

転動疲労は表面内部の介在物からき裂が発生・進展するため、介在物寸法や基地組織の高強度化などの転動疲労メカニズムにおける影響を直接的な観察に基づいて検討したものはほとんどない。そこで本研究では SPring-8 の放射光を用いたイメージングと新たに開発した小型転動疲労試験機を用いて、同一試験片について転動疲労き裂進展挙動の観察を行っている。本課題実験では、転動疲労き裂の発生進展を観察する手法として、ラミノグラフィを適用することを検討した。通常の CT イメージングでは透過厚さの制限から試料の観察部分は 1 mm 以下の大きさとする必要があるため、き裂発生直後に試料が破断し、進展過程を観察することが困難であった。そこで本課題実験では、プリント基板の非破壊検査に適用されている内部観察手法であるラミノグラフィの転動疲労き裂への適用性について検討を行った。フレーキング(はく離損傷)が発生した長方形板状の試験片をラミノグラフィにより観察したところ、内部き裂を観察することが可能であることが分かった。試験片を切断して電子顕微鏡により直接観察を行った結果と比較したところ、10~20 μm 程度の微小なき裂もラミノグラフィにより検出できることが確認された。さらに通常の CT イメージングの検討により想定していた透過厚さよりも厚い試験片に対してもラミノグラフィによる観察が可能であることが明らかとなった。

キーワード： 転動疲労(Rolling Fatigue), ラミノグラフィ(Laminography),
高強度鋼(High-strength Steels)

背景と研究目的：

本研究では SPring-8 の放射光を用いた CT イメージングによって転動疲労下における内部介在物からのき裂発生・進展挙動を観察することを目的とする。これまでに、CT イメージングが直接可能な試験片とこの試験片のための転動疲労試験機を開発し、転動疲労試験と CT 観察を繰り返すことにより同一試料において転動疲労き裂がどのように発生・進展するかを連続観察することを可能とした。介在物を模擬した人工欠陥を有する試験片に対して、人工欠陥からのき裂の発生・進展挙動を観察することに成功している[1]。実際の介在物からの転動疲労き裂の発生過程の観察を試みたところ、CT 観察部を小さくしたため、き裂発生後にすぐに破断が生じ、き裂進展過程を観察することが困難であることが分かった[2][3]。そこで本課題実験では、CT イメージングが適用できない平板状のサンプルに対しても内部観察が可能なラミノグラフィの適用を検討した。ラミノグラフィによる内部の介在物分布の測定および、き裂形状の観察への適用性について検討を行った結果について述べる。

実験：

2.1 転動疲労試験機および試験片

試験片およびラミノグラフィの概要図[4][5]および外観写真を図 1 に示す。ラミノグラフィでは図 1 に示すように試験片および CT 観察用回転ステージを ϕ だけ傾けて設置し、この状態で回転ステージを回転させながら透過像を取得する。360°回転させた場合、図 1 に示すように全ての角度において X 線が透過する領域ができる。この領域に関する透過像を画像処理により作成して画像再構成を行うと、観察領域の断層画像が得られる。平板状のサンプルの場合、通常の CT では透過しないサンプル厚さの X 線入射角度が出来るのに対して、ラミノグラフィでは全ての角度で透

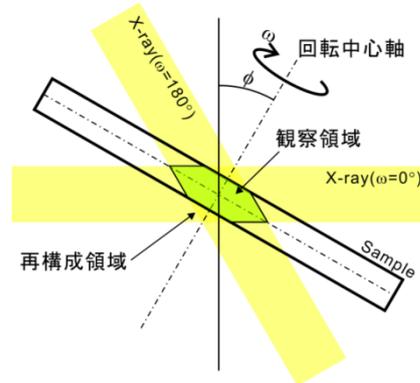
過可能な厚さが保たれる。ただし透過像に対して画像処理を施す必要があるため、本手法では CT と比較して鮮明な画像が得られない。

介在物からのき裂発生を観察する場合には、転動疲労起点となる主たる介在物が MnS となるように調整するため、多量の S 量 (0.017 mass%) を含有する SUJ2 鋼を、真空溶解炉を用いて 150 kg インゴットに溶製した。表 1 に供試鋼の代表的な化学成分を示す。溶製したインゴットは、熱間鍛伸により直径 60 mm の棒鋼に加工し、更に球状化焼鈍処理を施した後、試験片における転動疲労評価面が、棒鋼の長手方向に対して垂直面 (横断面) となるように板材を粗加工によって切り出した。そして、加熱温度 830°C、均熱時間 30 min の焼入れ処理と、加熱温度 180°C、均熱時間 120 min の焼戻し処理を行った。

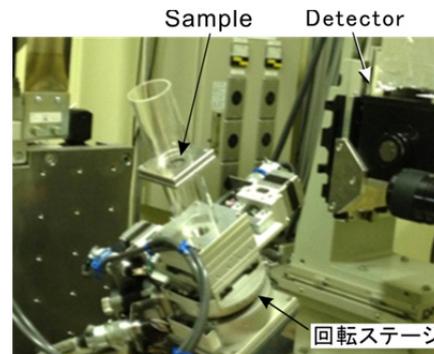
ラミノグラフィ観察が可能な透過厚さを検討するために、試験片厚さ t を 0.3 mm, 0.4 mm, および 0.5 mm と変化させた試験片を用意した。転動疲労試験は、開発した小型転動疲労試験機で行った (図 2)。本疲労試験機では、試験片はリニアガイド上に設置されている。リニアガイドは偏心カムに接続されており、偏心カムの回転運動によりリニアガイドの直線往復運動を生じさせる。森式転動疲労試験機では一方向のみにボールが摺動するのに対して、本疲労試験機では試験片の CT 観察部位上をボールが往復する。試験片の着脱が容易であり、X 線が透過可能な試験片サイズでも転動疲労試験が可能な仕様となっている。本実験では直径 6.0 mm の鋼球を用いており、ボールの摺動距離は 3 mm である。

表 1. 供試鋼の代表的な化学成分 (mass%)

鋼種	C	Si	Mn	P	S	Cr
SUJ2	1.00	0.35	0.47	0.006	0.017	1.50



(a) ラミノグラフィの観察領域の概要



(b) 測定装置の外観

図 1. ラミノグラフィ

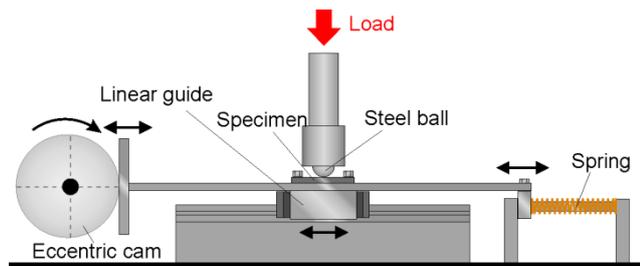


図 2. 転動疲労試験機の概要

2.2 ラミノグラフィ観察条件

CT イメージング撮影は SPring-8 の BL19B2 ビームラインで行った。撮影では Si(111)モノクロメータにより単色化した X 線を用いた。検出器にはビームモニタ BM(x10)と CCD カメラ (C4880-41S) の組み合わせを用いた。検出器は 4 つのピクセルで 1 つのピクセルを構成する 4×4 ビンニングモードを使用し、このときの有効ピクセルサイズは 1.48 μm である。ラミノグラフィの回転軸の傾斜角を $\phi=30^\circ$ とした。X 線エネルギーを 37keV とし、 0° から 360° まで 0.5° および 1.0° 刻みで回転させながら透過像をそれぞれ得た。試料を写さない画像である参照画像を取得する必要がある。この参照画像はサンプルを下げるによりアクリルチューブのみを透過する画像を得た。屈折コントラストの影響を検討するために、サンプル-カメラ間距離 L は 250 mm および 350 mm と二種類の距離について撮影した。サンプルの透過像および参照画像の露光時間はそれぞれ 10 秒および 6 秒とした。

結果および考察：

厚さ 0.4 mm の試験片に対してヘルツ応力 $p_{max}=4.64$ GPa で転動疲労試験を行い、破損後 ($N_f=9.00 \times 10^5$ cycles) の試験片についてラミノグラフィを適用した結果を図 3 に示す. 図 3 では試験片長手方向、すなわち鋼球の摺動方向を x 軸、試験片厚さ(深さ)方向を z 軸としている. 撮影条件としては、透過像を取得する回転刻み角度を 1.0° とし、サンプル-カメラ間距離を $L=350$ mm とした. またラミノグラフィ観察結果を確認するために、試験片を切断して断面観察を行った結果を合わせて示す. ラミノグラフィによる再構成画像である図 3(a)および(b)より、内部のき裂が再構成により検出されていることが分かる. この再構成画像に二値化処理を施し、き裂を表示した画像、およびこの位置における断面を SEM 観察した結果を図 4 および図 5 にそれぞれ示す. ラミノグラフィと SEM による観察結果を比較すると、転動面に平行な比較的大きなき裂だけではなく、転動面に対して斜め方向に進展した開口量が小さなき裂も、ラミノグラフィにより検出されていることが分かる. これより、ラミノグラフィにより転動疲労き裂の詳細な分布も検出できることが明らかとなった.

厚さ $t=0.5$ mm の試験片に対してもラミノグラフィを適用した. 露光時間は、0.4mm 厚と同様としてき裂を検出することができた. これまでの CT イメージングが可能な試料の X 線透過長さは 0.8 mm である. 回転軸の傾斜角が 30° の場合、厚さ $t=0.5$ mm の試験片の X 線透過長さは約 1 mm となり、CT イメージングでは十分な透過画像が取得できない厚さとなる. CT イメージングでは観察出来なかった試験片厚さに対して、ラミノグラフィで観察できた原因としてラミノグラフィでは CT イメージングと比較して露光時間を長く設定できることが考えられる. ラミノグラフィでは参照画像といわれる試験片を写さない背景画像を、通常の透過像撮影時とは異なる条件で撮影することができる. 参照画像では X 線を遮る物がなく、短い露光時間でカメラの画像信号の最大値に達するため、CT イメージングのように試験片を撮影する透過画像の露光時間を参照画像の露光時間に合わせると、試験片部で十分な画像信号が得られない. ラミノグラフィでは CT イメージングよりも露光時間を長く設定して、試験片部で十分な透過 X 線強度が得られるため、CT イメージングでは観察できな

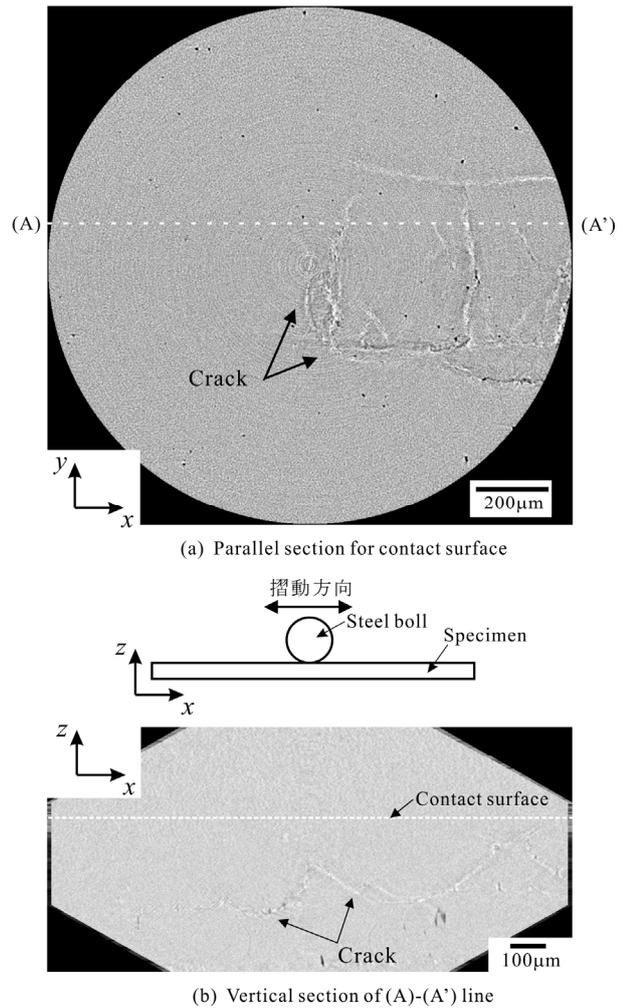


図 3. ラミノグラフィによる再構成図 ($t=0.4$ mm, $p_{max}=4.64$ GPa)

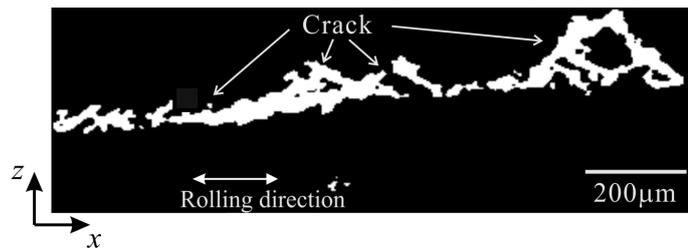


図 4. ラミノグラフィのき裂画像 (xz 断面)

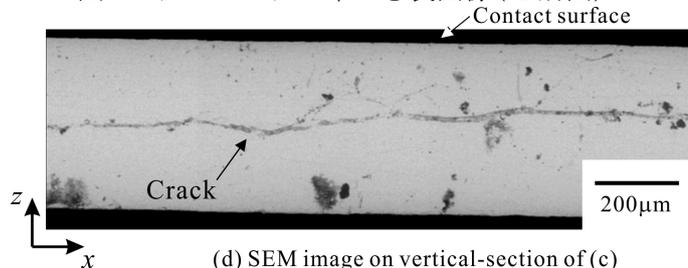


図 5. SEM 観察像(図 4 と同一 xz 断面)

かった試料厚さが大きなものも観察できたものと考えられる。さらに、厚さ 0.3 mm の試験片についても観察を行った。露光時間は 0.5 mm 厚の場合と同じであるため、0.5 mm の試験片と比較してノイズが少ない再構成画像を得ることができた。

まとめと今後の予定：

ラミノグラフィにより平板状試験片を観察用試料形状に加工することなくそのまま内部観察することが可能であること、また内部の微小なき裂の検出および介在物形状の観察が可能であることが分かり、平板状の転動疲労試験片におけるき裂進展の観察に有効であることが明らかとなった。今後は、転動疲労を初期および中期で中途止めしたサンプルについてラミノグラフィの観察を行い、き裂発生過程への適用性について検討を行う予定である。

参考文献：

- [1] 牧野泰三 他，2012A 期 重点産業利用課題報告書(2012), 2012A1596.
- [2] 牧野泰三 他，2012B 期 重点産業利用課題報告書(2012), 2012B1735.
- [3] 塩澤大輝 他，日本材料学会 第 31 回疲労シンポジウム(2012), pp.72-76.
- [4] 佐野雄二 他，2011B 期 重点産業利用課題報告書(2012), 2011B1861
- [5] 釣谷浩之 他，マイクロエレクトロニクスシンポジウム論文集(2012), pp.207-210.