

回折コントラストトモグラフィを用いた疲労における 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 Misorientation 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、疲労過程での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。疲労試験機と DCT 測定が分かれている従来の DCT 観察システムと比較して、その場観察システムでは DCT 測定間の間隔を短くすることができ、また DCT 測定回数を多くとることができるため、より詳細な変化挙動の観察ができることなどの効果を確認した。

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)

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を行った材料に対して 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: β)を算出することを提案した[9]。 β 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 β を用いた評価を行った結果、 β は結晶の回折面における転位密度と対応しており、 β 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

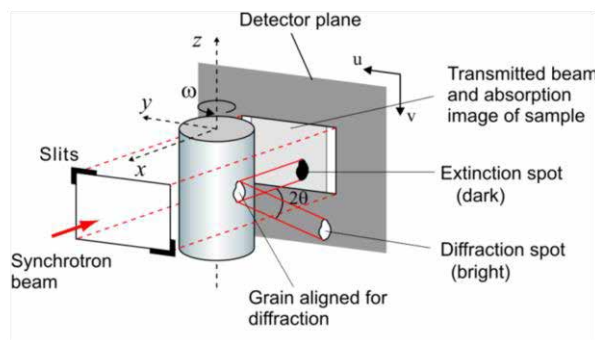
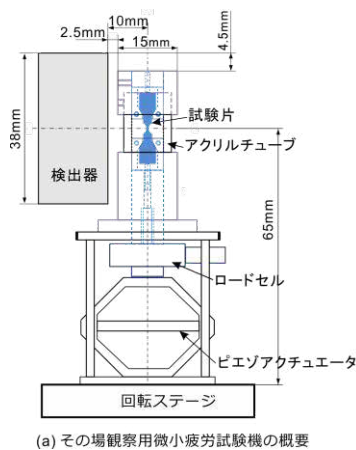
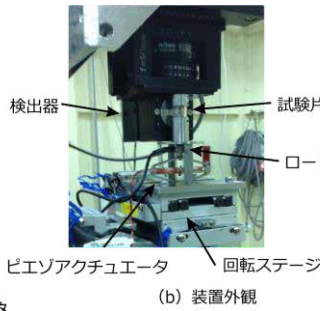


図 1. 回折コントラストトモグラフィの原理



(a) その場観察用微小疲労試験機の概要



(b) 装置外観

図 2. その場観察用疲労試験機

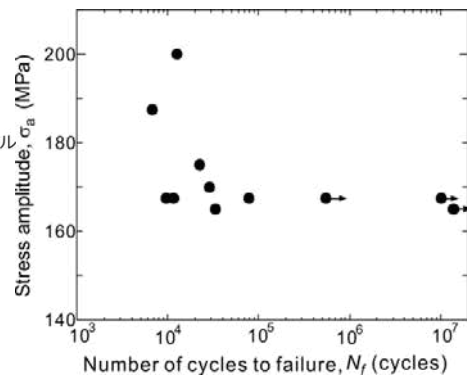


図 3. S-N 曲線

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 その場観察を行うことを試みた．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．

実験：

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，試験片の最小断面部は $0.2 \text{ mm} \times 0.2 \text{ mm}$ とした．疲労試験機の容量が小さいため，これまでの試験片(最小断面部： $0.3 \text{ mm} \times 0.3 \text{ mm}$)よりも小さい．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°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．疲労試験機の概要および外観図を図 2 に示す．負荷機構として機械増幅型ピエゾアクチュエータを用いている．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 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．

DCT の測定は BL46XU 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-カメラ間の距離 L を 10 mm ，X 線のエネルギー E を 37 keV とした．サンプルを 0° から 180° または 360° 回転させながら常に検出器で露光し， 0.05° 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足する入射 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) β を算出することができる．

実験結果および考察：

開発したその場観察用疲労試験機と $0.2 \text{ mm} \times 0.2 \text{ mm}$ の最小断面部の試験片における S-N 曲線を図 3 に示す．概ね応力振幅の低下とともに破断寿命が延びる典型的な S-N 曲線の傾向を示していることから，本疲労試験機で疲労試験が可能であることが確認された．S-N 曲線をもとに DCT 観察を行う応力振幅 σ_a を 165 MPa とした．

その場 DCT 測定を行った一例について述べる．DCT 測定毎に回折スポットから結晶粒の局所方位差の総和(total misorientation) β 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 β 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。比較のために2014A期課題実験で行った測定結果をあわせて示している。ただし2014A期では、疲労試験機はDCT測定度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り、試験片の最小断面部は0.3mm×0.3mmと本課題実験での形状よりも大きい。また2014A期の試験片は実験中に疲労破壊したのに対して、2015B期では 10^7 回の繰返し負荷時で未破断であった。図4より、いずれの実験においてもfcc構造の主すべり面である{111}面において、他の回折面と比較して大きな変化が現れていることが分かる。また2014A期および2015B期ともに{111}面では繰返し数の増加とともに β が増加した後、減少に転じて一定値を示している。2014A期では試験片は破断したのに対して、2015B期では破断しない応力振幅を負荷していたため、{111}面での β の変化が小さかったものと考えられる。さらに2015B期では2014A期と比較して β の値が大きい。この原因として試験片寸法の違いが異なることが考えられるが、さらなる検討が必要である。2015B期の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。その結果、図4に示したように従来のサンプルを着脱する手法と比較して、その場観察システムでは疲労試験開始後の短い繰返し数間隔での測定や、多くの測定回数の実施などが可能となっている。

今後の予定：

以上のように本課題実験では、その場DCT観察システムの構築に成功した。今後は本試験装置を用いて、き裂発生過程の詳細なDCT撮影を行う予定である。

参考文献：

- [1] W. Ludwig et al., *J. Appl. Cryst.*, Vol. 41, pp. 302-309 (2008).
- [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、SPring-8利用研究成果集, Vol.3, No.2, pp.457-460, 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 重点産業化促進課題・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 重点産業化促進課題・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, pp. 600-605 (2014).
- [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, 734 (2014).
- [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.

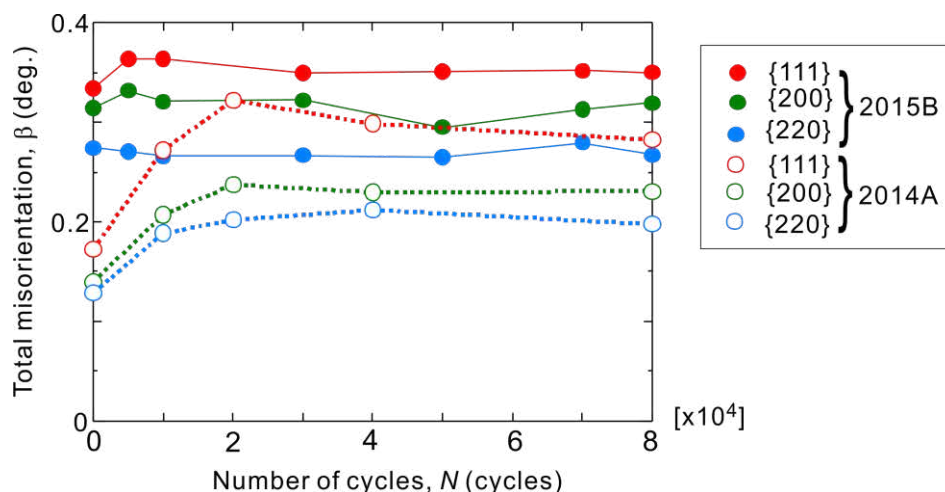


図4. 回折面ごとの β_{ave} の変化(2015B：その場観察, 2014B：従来法)