

回折コントラストトモグラフィを用いたヘテロ調和組織金属材料の変形挙動に及ぼすネットワーク構造の役割の解明

Role of Network Structure of Hetero Bimodal Powder Sintering Metals on Deformation Behavior

中井 善一^a, 塩澤 大輝^a, 菊池 将一^b
Yoshikazu Nakai^a, Daiki Shiozawa^a, Shoichi Kikuchi^b

^a 神戸大学大学院, ^b 静岡大学
^a Kobe University, ^b Shizuoka 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を, 調和組織を有する粉末焼結金属の引張変形時における組織変化の観察に適用した. 調和組織とは結晶粒微細化プロセスと粉末冶金プロセスを複合化し, 延性に富む粗大結晶粒の周りに高強度な微細結晶粒をネットワーク状に配置させた組織であり, 延性と強度を両立させた材料特性を発現させることができる. この複雑な組織が強度および変形挙動を発現させるメカニズムについては不明な点が多く残されている. 本研究では金属組織観察が可能な DCT と 3D 形状の測定が可能な μ CT イメージングを用いて, 調和組織と変形挙動との関係について調査を行った. 粗大結晶粒と微細結晶粒のサイズの比率を保ったままそれぞれを大きくした試料を作成して, 微細結晶粒の変化も併せて評価することを試みた結果, DCT 測定において微細結晶粒の変化を観察できることが分かった.

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)

1. 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, 図 1) [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している. DCT により結晶 3D マッピングが可能であること, 静的引張試験や疲労試験過程において回折スポットの出現角度幅から得られる結晶粒内のミスオリエンテーションの総和 (total misorientation: β) は結晶の回折面における転位密度と対応していることを明らかにしている [2]-[11].

本研究では結晶粒微細化プロセスと粉末冶金プロセスを複合化し, 延性に富む粗大結晶粒の周りに高強度な微細結晶粒をネットワーク状に配置させた「調和組織材料」に対して本手法を適用し, ネットワーク状の結晶粒組織と変形挙動および強度との関係について調査することを目的とした. これまでに, 調和組織材の引張試験, 疲労試験過程における β の変化を観察している. DCT で検出可能な結晶粒径のサイズの限界から, 粗大粒のみの観察に留まっていた. そこで本課題実験では, 粗大結晶粒と微細結晶粒のサイズの比率を保ったままそれぞれを大きくした試料を作成して, 微細結晶粒の変化も併せて評価することを試みた. これにより微細結晶粒の役割について詳細な検討を行う.

2. 実験:

2.1: 引張試験機および測定システム

メカニカルリングの時間および焼結温度

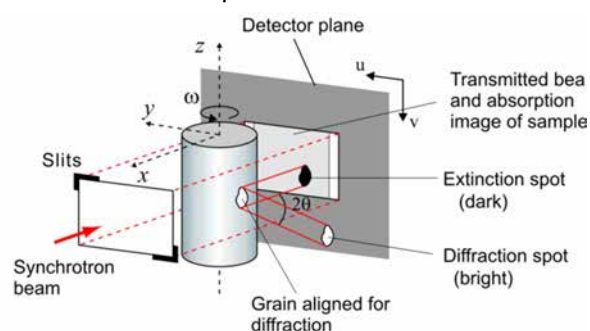


図 1. 回折コントラストトモグラフィの原理

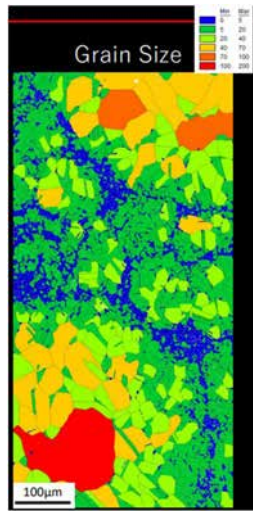


図2 結晶組織観察結果

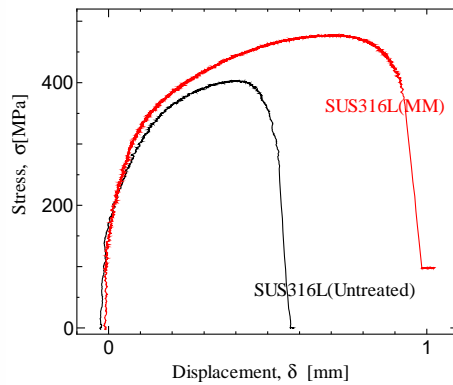


図3 引張試験結果

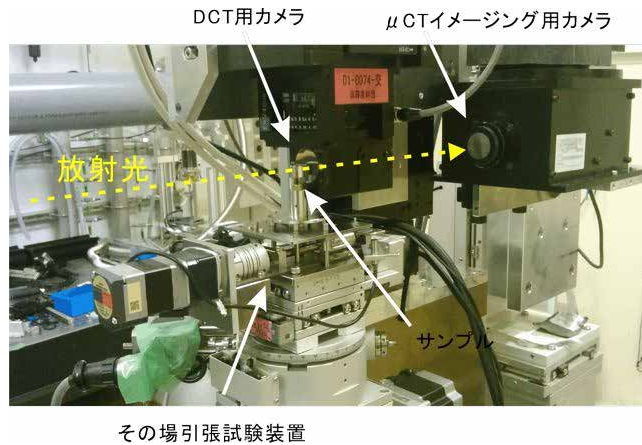


図4 DCT測定システムおよび試験片形状

を調整して、粗大結晶粒および微細結晶粒サイズを大きくした SUS316L 調和組織材 (MM 材) を作製した。比較のための市販の板材から切り出した SUS316L (Untreated 材) を用意した。EBSD による結晶組織観察の結果を図 2 に示す。粗大結晶粒 (Core) の平均粒径は $77 \mu\text{m}$ であり、微細結晶粒 (shell) の平均結晶粒は $15 \mu\text{m}$ であった。試験片の引張試験の結果を図 3 に示す。図 3 より、MM 材は、市販の SUS316L 材である Untreated 材と比較して、引張強さおよび破断伸びともに大きくなっており、調和組織材としての結晶粒径の結晶粒サイズを保ちながら両者の結晶粒サイズを大きくしても、調和組織材としての特性が現れていることが分かった。

DCT 撮影システムの外観および試験片形状を図 4 に示す。ステップモーターを用いた引張試験機を DCT 測定の回転ステージ上に設置した。本試験機ではロードセルを用いて試験力を、変位計を用いて伸びを測定した。サンプルのそばに DCT 撮影用のカメラを設置し、離れた位置に μCT イメージング用のカメラを同一ビームライン上に設置した (図 4)。 μCT イメージング撮影時は DCT 用カメラがビームライン上から移動することにより、迅速に μCT イメージングに切り替えることができる。DCT 測定の検出器にはビームモニタ BM2($f=24$)と CCD カメラ flash4.0 の組み合わせを用いた CT 撮影用の検出器には、ビームモニタ BM($\times 10$)と CCD カメラ FLASH2.0 を用いた。検出器の有効ピクセルサイズはそれぞれ $2.4 \mu\text{m}$ および $0.35 \mu\text{m}$ である。DCT の測定条件としては、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 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。得られた画像から回折スポットを検出し、その大きさと位置を記録する。このとき画像のノイズを削除することを目的として、輝度の大きさとスポットの面積を閾値とするフィルタリングを行った。CT 撮影条件としては、X 線のエネルギー E を 37 keV 、露光時間を 250 ms 、サンプル-カメラ間の距離 L を 300 mm とし、サンプルを 180° 回転させる間に 0.5° ごとに透過像を得た。

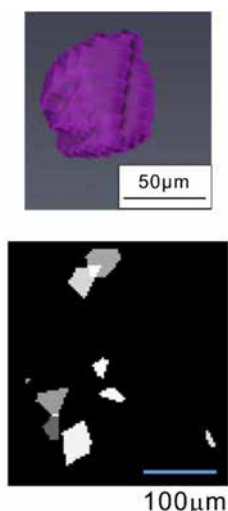


図 5 DCT 再構成結果

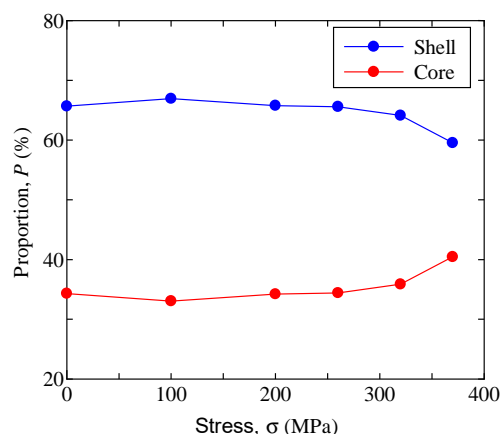


図 6 引張試験過程における回折スポット数の変化

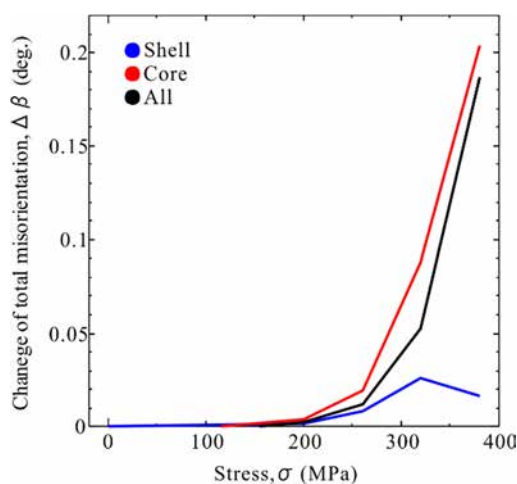


図 7 引張試験におけるミスオリエンテーションの変化

2.2 : 測定結果

実験ではビームライン上に引張試験装置を設置し、引張試験を行いながら、ある引張力に達するごとに引張試験を中断して、負荷をかけた状態で DCT および CT イメージング撮影を行った。

DCT 再構成結果の一例を図 5 に示す。図 5 では再構成の途中であるが、粒径が約 15 μm および約 60 μm の結晶粒がそれぞれ再構成できていることが確認できた。DCT 撮影における回折スポットの数の変化およびミスオリエンテーションの変化を調べた結果を図 6 および図 7 にそれぞれ示す。粗大結晶 (Core) と微細結晶 (Shell) の閾値を 40 μm として回折スポットを Core と Shell に分類し、その個数と回折スポットのミスオリエンテーションの変化を調べた。回折スポットの数をみると、260 MPa 以降では総スポットにおける Core の割合が増加していることが分かる。これは転位密度が上昇してミスオリエンテーションが大きくなると回折スポットが現れなくなるため、Shell の回折スポットの数が Core の回折スポットの数と比べて大きく減少していることが考えられる。図 7 より、初期からのミスオリエンテーションの変化量 $\Delta\beta$ を見ると、Core および Shell とともに 200 MPa 以降でミスオリエンテーションが増加しており、Shell では 320 MPa から減少に転じていることが分かる。Core および Shell とともに塑性変形開始後からミスオリエンテーションの増加が生じていることを示している。370 MPa における Shell の $\Delta\beta$ の減少は、負荷によってミスオリエンテーションが大きくなった結晶が、回折スポットとして現れなくなり、ミスオリエンテーションが小さな結晶粒のみが検出されたことによるものと考えられる。このように DCT 解析において、Core だけではなく、Shell の結晶粒におけるミスオリエンテーションの

変化について観察できることが分かった。今後は、結晶ごとにミスオリエンテーションの変化を調べることにより、Core と Shell の結晶粒における変形機構の違いについて検討する予定である。

【参考文献】

- [1] W. Ludwig et al.: *J. Appl. Cryst.*, Vol. 41 (2008), pp. 302-309.
- [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, 平成 23 年度 重点産業利用課題成果報告書(2011B), 2011B1983.
- [4] D. Shiozawa et al., *International Journal of Fatigue*, Vol. 82 (2016), pp.247-255.
- [5] 中井善一, 塩澤大輝, 平成 24 年度 産業新分野支援課題・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 産業新分野支援課題・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 (2014), pp. 600-605.
- [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, (2014), 734.
- [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.
- [10] 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 (2014A)
- [11] 中川湧紀 他, 放射光 DCT インライン計測による金属材料の疲労過程中的のミスオリエンテーション変化の観察, M&M2017 材料力学カンファレンス(2017), OS0531.