

# ヘテロ構造組織を有する粉末焼結金属材料における 低サイクル疲労に及ぼす金属組織の影響の解明 Effect of Hetero Bimodal Structure of Powder Sintering Metals on Tensile Strength

中井 善一<sup>a</sup>, 塩澤 大輝<sup>a</sup>, 菊池 将一<sup>b</sup>  
Yoshikazu Nakai<sup>a</sup>, Daiki Shiozawa<sup>a</sup>, Shoichi Kikuchi<sup>b</sup>,

<sup>a</sup>神戸大学大学院, <sup>b</sup>静岡大学  
<sup>a</sup>Kobe University, <sup>b</sup>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  $\mu$ 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。調和組織材および比較のための未処理粉末の焼結材に対して、繰返し負荷過程における DCT 撮影を行ったところ、通常のステンレス鋼の板材と比較して、粗大結晶粒における転位密度の上昇が抑制されていることが分かった。

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)[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過程の試験片に対して 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:  $\beta$ ) を算出している。 $\beta$  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、高サイクル疲労試験中の  $\beta$  の評価を行った結果、 $\beta$  は結晶の回折面における転位密度と対応していることが明らかとなった[9]-[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。本課題実験では結晶粒組織と繰返し負荷に対する強度の関係を調べるために、SUS304 金属粉末をそのまま焼結した均質材と同じ金属粉末から作成した調和組織材に対して、低サイクル疲労試験中に DCT および CT イメージング撮影を行った。

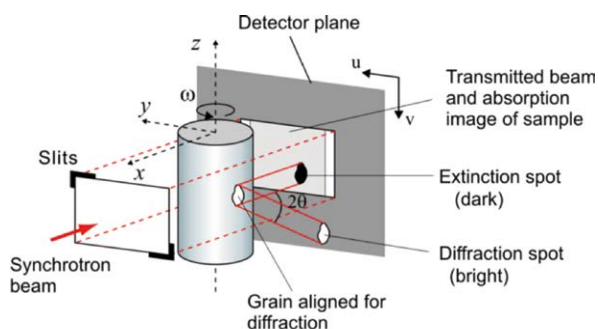


図 1. 回折コントラストトモグラフィの原理

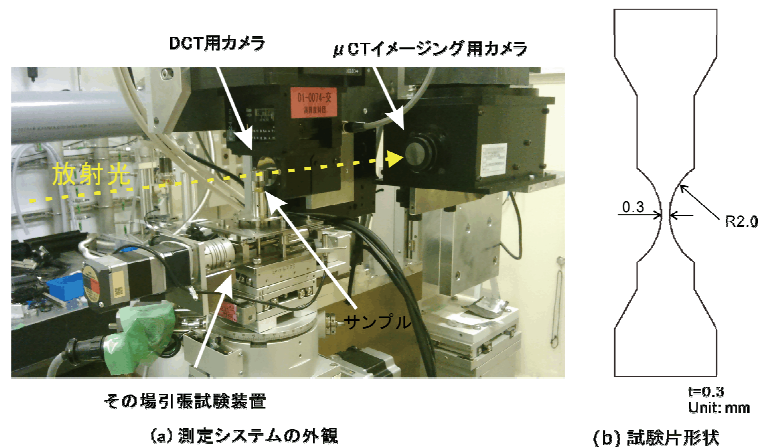


図 2. DCT+CT 切換え測定システムおよび試験片形状

## 2. 実験：

### 2.1：引張試験機および測定システム

供試材として SUS304 調和組織材（MM 材）および比較のための同じ金属粉末に対してメカニカルミリング処理を行わずに焼結した SUS304 均質材（Untreated 材）を用いた。試験片の最小断面はその場負荷試験機の容量から 0.3 mm×0.3 mm とした。試験片形状に加工後、残留ひずみの除去を目的として、MM 材および Untreated 材に対して 950°C で 2 時間保持後炉冷の熱処理をそれぞれ行った。撮影システムの外観および試験片形状を図 1 に示す。ステッピングモータを用いた疲労試験機を 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荷重を、非接触型変位計を用いて引張治具の変位をそれぞれ測定する。本課題実験の疲労試験の条件としては、試験機制御は応力制御とし、応力比  $R=0.1$ 、三角波の応力波形、最大応力 500 MPa の繰返し負荷を試験片に与えた。

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  $\mu$ CT 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 2)。 $\mu$ CT 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  $\mu$ CT 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ー 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、ビームモニター BM(x10) 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  $\mu$ m および 0.35  $\mu$ 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、0.04°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 250ms、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。

### 2.2：測定結果

実験に用いたサンプルの引張試験における応力-変位曲線を図 3 に示す。図中の青丸印が、繰返し負荷試験の最大応力である。図 3 より、MM 材の方が Untreated 材と比較して引張強さおよび破断時の伸びとも大きいことが分かる。この原因として Untreated 材は粉末焼結の際に、多数の空孔が生じており、この空孔からき裂が発生して破断したためと考えられる。また調和組織としての特徴としては、MM 材の降伏応力が Untreated 材よりも大きい。最大応力である  $\sigma_{\max}=500$ MPa は MM 材では弾性変形、Untreated 材では塑性変形開始応力となっている。次に MM 材における繰返し負荷中の  $\beta$  の変化を図 4 に示す。図 4 より、繰返し負荷とともに  $\beta$  が増加していることが分かる。通常の SUS316L 鋼に対して繰返し負荷を与えた場合[11]と比較して、MM 材の  $\beta$  の変化は緩やかであった。Untreated 材では、図 5 に示すような焼結過程での空孔が多く存在していたため、 $\beta$  の変化にも空孔付近の応力集中の影響を受けたと考えられる分布のバラつきが見られた。このた

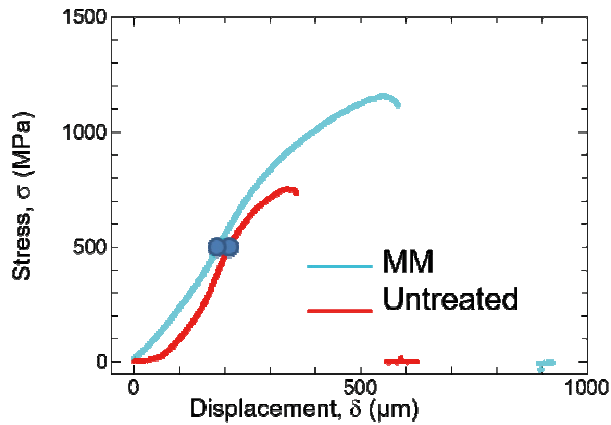


図3 応力-変位曲線

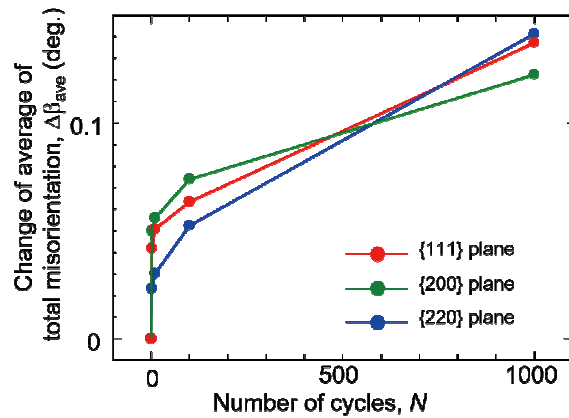


図4 結晶粒内局所方位差の繰返し負荷過程におけるミスオリエンテーションの変化

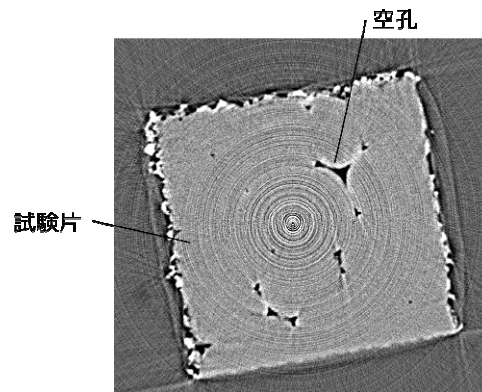


図5 Untreated材における試験片断面像

め調和組織化したことによる影響を直接比較することができなかったが、調和組織材の繰返し負荷過程の微細構造の変化を、その場観察での $\beta$ の変化から評価できる可能性があることが分かった。

- [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*, (2015), In Press.
- [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.