

平成 22 年 5 月 29 日現在

研究種目：若手研究（B）
 研究期間：2008～2009
 課題番号：20760073
 研究課題名（和文） 統計学を利用した電子後方散乱回折による疲労損傷の定量評価システムの構築
 研究課題名（英文） Establishment of quantitative evaluation systems of fatigue damage by electron backscatter diffraction using statistics
 研究代表者
 黒田 雅利（KURODA MASATOSHI）
 熊本大学・大学院自然科学研究科・准教授
 研究者番号：00432998

研究成果の概要（和文）：電子後方散乱回折を用いて塑性ひずみを検出する試みに関しては、これまで様々な評価パラメータが提案されている。しかしながら、どのパラメータが最適であるかについて詳細に検討した研究例はほとんど見当たらないようである。また、電子後方散乱回折を利用した疲労損傷評価に関する研究は、まだ報告例が数少ないのが現状である。そこで本研究では、様々な統計的手法を導入することにより疲労損傷度を定量的に評価することが可能となる手法を考案し、その手法の妥当性について従来までに提案されている評価パラメータと比較の上検討を行った。

研究成果の概要（英文）：So far, several types of the parameters have been proposed to detect plastic strains by electron backscatter diffraction (EBSD). However, there is little information on the most suitable parameters through the detailed discussion. There is also limited information on the evaluation of fatigue damage by EBSD. In the present study, the procedures which enable to evaluate fatigue damage quantitatively have been suggested by introducing statistical approaches. The applicability of the procedures has also been discussed by comparing the parameters formerly proposed.

交付決定額

（金額単位：円）

	直接経費	間接経費	合計
2008 年度	2,100,000	630,000	2,730,000
2009 年度	1,200,000	360,000	1,560,000
年度			
年度			
年度			
総計	3,300,000	990,000	4,290,000

研究分野：材料強度学

科研費の分科・細目：機械工学 機械材料・材料力学

キーワード：疲労 原子力材料 電子後方散乱回折

1. 研究開始当初の背景

近年、国内で原子力発電プラントの新規立地が困難であること、および経済性などの理由から、通常 30～40 年とされている現在稼働中の軽水炉の寿命を延長させるための研

究活動が精力的に行われている⁽¹⁾。軽水炉の供用期間延長のためには、構造物の疲労損傷や経年劣化の状態を精度良く評価することが求められる。

電子後方散乱回折 (electron backscatter

diffraction、以後 EBSD)は、走査型電子顕微鏡内において試料表面に電子線を照射することにより生じる電子線回折で、その回折パターンから試料表面の結晶方位や結晶構造を同定することができる⁽²⁾。EBSD法を用いることで、材料内部に導入される転位により引き起こされる結晶方位の変化を捉えることが可能である。近年、EBSD装置を利用して材料の局所的な塑性ひずみを検出する試みが精力的に行われている。例えばこれまで塑性ひずみを定量化するパラメータとして、結晶変形量、修正結晶変形量、局所方位差平均の3つのパラメータが考案され、その有効性が報告されている⁽³⁻⁵⁾。

これらのパラメータ算出のためのデータ処理は、市販のソフトウェアでは対応できないため、C言語を利用したプログラムが用いられている。しかしながら、そのプログラムは複雑でかつユーザーフレンドリーではないため、汎用性を高めるためには容易にこれらのパラメータを算出できることが望ましい。また、EBSD法を利用した疲労損傷評価に関する研究例は、まだ数少ないのが現状である。さらに、疲労損傷評価にはどのようなパラメータが最適であるかについて検討した研究例はほとんど見当たらないようである。

2. 研究の目的

そこで本研究では、まずC言語で作成された複雑なEBSD解析プログラムの汎用性を高めるために、Microsoft Visual C++を用いて独自にGraphical User Interface (GUI)を作成することで、その解析プログラムのインターフェース化を行った。また疲労損傷を定量的に評価することが可能となる新たなパラメータを考案し、そのパラメータの適用性について、これまで考案されてきたパラメータと比較の上検討を行った。

3. 研究の方法

(1) 供試材および疲労試験

供試材は表1に示す化学成分を有する市販のオーステナイト系ステンレス鋼(SUS316)を用いた。その機械的性質を表2に示す。その棒材を図1に示すASTMに準拠した形状・寸法⁽⁶⁾に機械加工後、疲労試験を行った。

疲労試験は、油圧制御引張圧縮疲労試験機を用いて全ひずみ幅($\Delta\varepsilon_r$)制御で行った。まず $\Delta\varepsilon_r=0.01, 0.012, 0.014, 0.016, 0.02, 0.03$ の6条件の下で破断試験を行った。ここで破断寿命は、引張側荷重値が最大値あるいは定常値の3/4に低下した繰返し数と定義した⁽⁷⁾。次に、 $\Delta\varepsilon_r=0.01, 0.02, 0.03$ の3条件において、それぞれ破断寿命の10%、50%、80%程度のサイクル数後に疲労試験を中断する途中止め試験を行った。

表1 化学成分

	[wt%]								
Material	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo	
SUS316	0.050	0.260	1.290	0.035	0.028	10.000	16.810	2.000	

表2 機械的性質

Material	0.2% proof stress [MPa]	Tensile strength [MPa]	Elongation [%]	Brinell hardness [HB]
SUS316	278	602	58	143

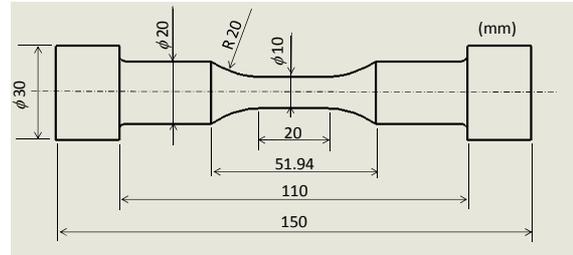


図1 試験片形状

(2) EBSD測定

疲労試験後、各試験片平行部の中央部近傍の横断面をワイヤ放電加工機により切り出して樹脂埋めを施した。その樹脂埋めされたサンプルに対して、シリコンカーバイド研磨紙(#320~#1200)および2種類のダイヤモンド研磨剤(9 μm 、3 μm)による研磨を行った。さらに、コロイダルシリカ(0.04 μm)を用いた最終研磨を施し鏡面状に仕上げた。

結晶方位の測定には、電界放射型走査電子顕微鏡に結晶方位測定装置ならびに解析ツールが組み込まれたSEM-EBSDシステムを利用した。加速電圧は20keVで、測定時のステップサイズは0.5 μm とした。

(3) EBSD解析プログラムとGUI作成

EBSD解析プログラムにより算出可能な既存のパラメータは結晶変形量、修正結晶変形量、局所方位差平均の3つである⁽³⁻⁵⁾。本研究では、そのプログラムのインターフェース化を目的として、Microsoft Visual C++ 2008を用いて高度なプログラミング技術が不要となるGraphical User Interface (GUI)を試作した。

(4) EBSDパラメータ

粒界結晶変形量

本研究では、粒界結晶変形量 BC_d として以下のパラメータを考案した。

$$BC_d = \frac{\sum_{k=1}^{n_g} \left| \sum_{b=1}^{n_b} \beta(p_k, b) \right|}{\sum_{b=1}^{n_g} n_b} \quad (1)$$

ここで、 n_g は測定範囲に含まれる結晶粒の総数、 n_b は同じ結晶粒 k に属する結晶粒界に面するデータ点数、 p_k は結晶粒 k の中心方位、

$\beta(\rho_k, b)$ は中心方位と同じ結晶粒内で結晶粒界に面するデータ点 b の方位との方位差を示す。本研究では、結晶粒界に面するデータ点は、図2(a)に示すように隣り合うデータ点の方位差が 5° 以上となるデータ点と定義した。すべてのデータに対して結晶粒界に面するデータ点を定義後、図2(b)に示すようにそれぞれの結晶粒界に面するデータ点と中心方位との方位差を求めその平均をとることで、粒界結晶変形量を算出した。

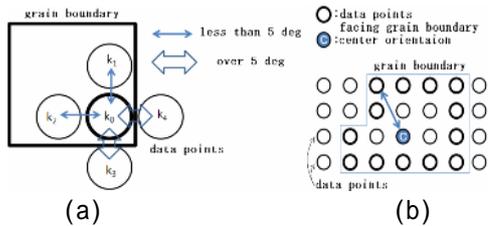


図2 粒界結晶変形量算出手法

結晶粒サイズ

測定範囲内で結晶粒と定義されたすべての結晶粒の面積の総和 S は、その面積に対応するピクセルの総和 P_g を用いて以下の式により求められる。

$$S = P_g \times S_u \quad (2)$$

ここで、 S_u は単一ピクセル面積である。本研究では、EBSD測定ステップ間隔は $0.5\mu\text{m}$ であることから、単一ピクセル面積 S_u は $0.25\mu\text{m}^2$ となる。平均結晶粒面積 S_A は次式で求められる。

$$S_A = S/N_g \quad (3)$$

ここで、 N_g は測定範囲内で結晶粒と定義された結晶粒の総数に相当する。円相当径 d は、平均結晶粒面積 S_A を用いて最終的に以下の式で表される⁽⁸⁾。

$$d = \sqrt{\frac{4}{\pi} S_A} \quad (4)$$

本研究では d を結晶粒サイズと定義した。結晶粒サイズ算出のための概念図を図3に示す。

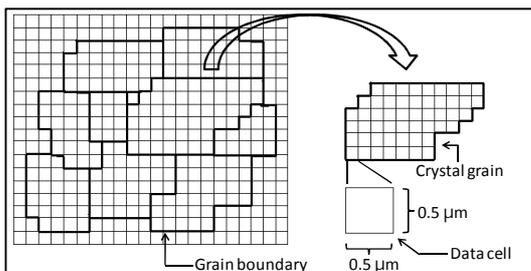


図3 結晶粒サイズ概念図

4. 研究成果

(1) 疲労寿命曲線

図4に $\Delta\epsilon_f = 0.01, 0.012, 0.014, 0.016, 0.02, 0.03$ の6条件の下での疲労試験結果を示す。同図より全ひずみ幅と破断寿命との関係は、両対数グラフ上において直線で表されることが分かる。

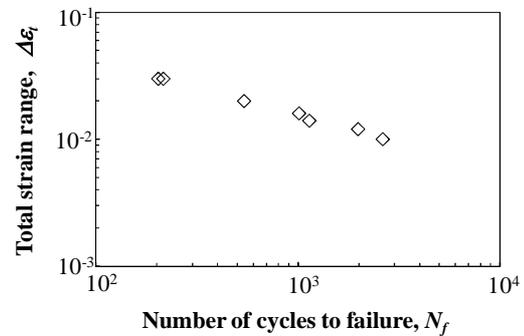


図4 疲労寿命曲線

(2) GUI機能を有するEBSD解析プログラム

今回作成したGUI機能(起動時に立ち上がるフォームおよび解析結果の表)を図5に、解析結果が出力されるまでの手順を図6のフローチャートにそれぞれ示す。また、本解析プログラムを実行することにより出力される結晶方位分布図の例を図7に示す。基本的な操作手順としては、図5のフォーム上で左から右にクリックすることで、ファイルの選択、初期設定値の指定、解析、結果の出力が可能である。本研究において作成したGUI機能により、EBSD解析プログラムが簡単に実行できるようになった。

Column1	Column2	Column3	Column4	Column5	Column6	Column7
file name	Num_cycle	Num_point	Num_gran	Cd	MCD	Move
LCF15_S.ans	0.25	166239	207	0.491256	0.452097	0.191106
LCF15_10.ans	27	166238	250	0.932223	0.868051	0.218612
LCF15_20.ans	135	159138	219	2.915205	2.183371	0.512889
LCF15_30.ans	168	156743	204	2.670829	2.302705	0.547479
LCF15_100.5.ans	284	156824	203	2.921538	2.663717	0.546895

図5 GUI機能の例

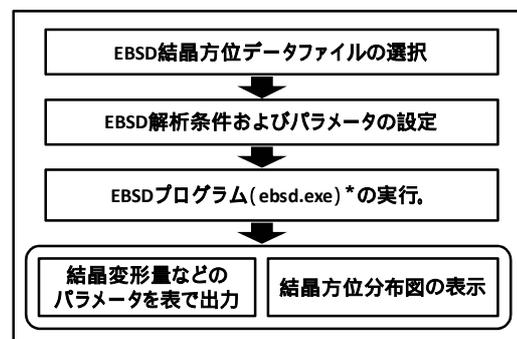


図6 解析結果出力までのフローチャート

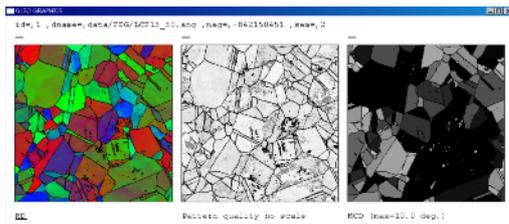
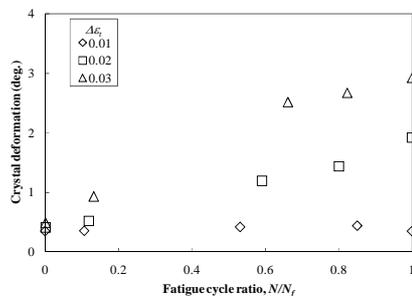


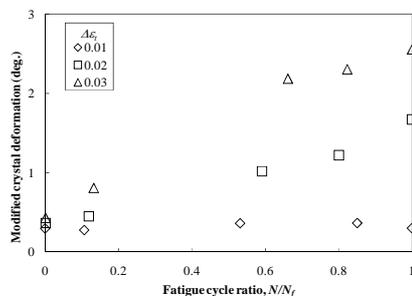
図7 結晶方位分布図の出力例

(3) 従来の EBSD パラメータによる疲労損傷評価

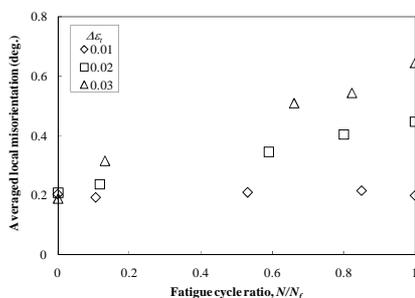
図8にEBSD解析プログラムによって得られた結晶変形量、修正結晶変形量、局所方位差平均と疲労サイクル数比との関係を示す。同図より、 $\epsilon_f=0.02, 0.03$ では疲労サイクル数比の増加に伴い、結晶変形量、修正結晶変形量、局所方位差平均がともに単調に増加していることがわかる。従ってこれら3つのパラメータは、比較的高応力下での疲労損傷評価に対して有効であると考えられる。



(a) 結晶変形量



(b) 修正結晶変形量



(c) 局所方位差平均

図8 各EBSDパラメータによる疲労損傷評価

(4) 新たな EBSD パラメータによる疲労損傷評価

粒界結晶変形量

図9に全ひずみ幅 $\epsilon_f=0.01, 0.02, 0.03$ における疲労サイクル数比と粒界結晶変形量との関係を示す。同図より、疲労サイクル数比の増加に伴い、粒界結晶変形量が単調に増加する傾向が見受けられる。今後、この粒界結晶変形量が、比較的低応力下での疲労損傷評価に対して有効であるかについて、さらに詳細な検討が必要であると考えられる。

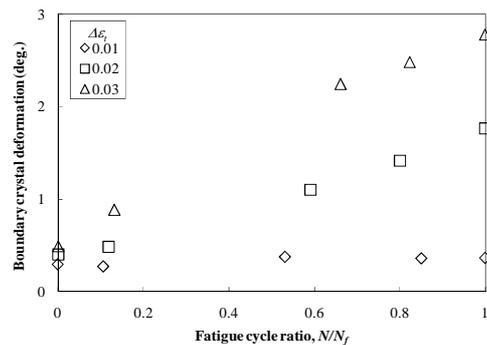


図9 疲労サイクル数比の増加に伴う粒界結晶変形量の変化

結晶粒サイズ

図10に全ひずみ幅 $\epsilon_f=0.01, 0.02, 0.03$ における疲労サイクル数比と結晶粒サイズの逆数との関係を示す。同図より結晶粒サイズの逆数と疲労サイクル数比の間には、比較的良好な相関関係が認められることが分かる。今後、様々な疲労データに対する結晶粒サイズのパラメータの有効性について、さらに詳細な検討が必要であると考えられる。

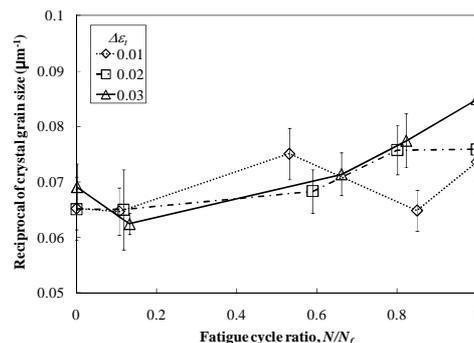


図10 疲労サイクル数比の増加に伴う結晶粒サイズの逆数の変化

(参考文献)

- (1) Kuroda M., Yamanaka S., Yamada K., Isobe Y., Detection of plastic deformation and fatigue damage in pressure vessel steel by leakage magnetic flux sensors, Materials Science Research International, 7 (2001) 213-218.

- (2)Humphreys F.J., Characterisation of fine-scale microstructures by electron backscatter diffraction (EBSD), Scripta Materialia, 51 (2004) 771-776.
- (3)Kamaya M., Wilkinson A.J., Titchmarsh J.M., Measurement of plastic strain of polycrystalline material by electron backscatter diffraction, Nuclear Engineering and Design 235 (2005) 713-725.
- (4)Kamaya M., Wilkinson A.J., Titchmarsh J.M., Quantification of plastic strain of stainless steel and nickel alloy by electron backscatter diffraction, Acta Materialia, 54 (2006) 539-548.
- (5)Kamaya M., Measurement of local plastic strain distribution of stainless steel by electron backscatter diffraction, Materials Characterization, 60 (2009) 125-132.
- (6)ASTM Designation E606-80 (1980).
- (7)日本材料学会, 委員会報告, 材料, 24-258 (1975) 254.
- (8)Kangwantrakool S., Golman B., Shinohara K., Journal of Chemical Engineering of Japan, 36 (2003) 49-56.

5. 主な発表論文等

(研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線)

[学会発表](計4件)

森貴之、久保健太郎、山田輝明、釜谷昌幸、黒田雅利、森和也、ステンレス鋼の結晶方位解析プログラムの開発() - ビジュアル C による GUI の試作 -、日本機械学会九州支部第 63 期総会・講演会、2010 年 3 月 15 日、熊本大学工学部

釜谷昌幸、森貴之、山田輝明、黒田雅利、森和也、ステンレス鋼の結晶方位解析プログラムの開発() - 結晶粒サイズに着目した疲労損傷評価 -、日本機械学会九州支部第 63 期総会・講演会、2010 年 3 月 15 日、熊本大学工学部

山田輝明、釜谷昌幸、黒田雅利、保田健、台場拓也、今村康博、森和也、電子後方散乱回折による 316 系ステンレス鋼の低サイクル疲労損傷評価、日本機械学会 M&M2008 材料力学カンファレンス、2008 年 9 月 16 日～18 日、立命館大学びわこ・くさつキャンパス

森貴之、柴田隼平、釜谷昌幸、黒田雅利、森和也、電子後方散乱回折法による疲労損傷検出のための最適結晶パラメータの検討、日本機械学会 M&M2008 材料力学カンファレンス

ス、2008 年 9 月 16 日～18 日、立命館大学びわこ・くさつキャンパス

6. 研究組織

(1)研究代表者

黒田 雅利 (KURODA MASATOSHI)
熊本大学・大学院自然科学研究科・准教授
研究者番号：00432998