

科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 28 年 6 月 8 日現在

機関番号：14501

研究種目：基盤研究(C) (一般)

研究期間：2013～2015

課題番号：25420017

研究課題名(和文)放射光回折コントラストトモグラフィを用いた疲労損傷評価法の開発

研究課題名(英文)Development of fatigue damage evaluation technique by synchrotron radiation diffraction contrast tomography

研究代表者

塩澤 大輝(Shiozawa, Daiki)

神戸大学・工学(系)研究科(研究院)・准教授

研究者番号：60379336

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 4,000,000円

研究成果の概要(和文)：結晶マッピング法である回折コントラストトモグラフィ(DCT)を開発し、疲労損傷評価への適用を検討した。DCT測定が可能な試験片に対して、低サイクル疲労および高サイクル疲労試験機をそれぞれ開発し、疲労損傷過程における結晶内部の変化をDCTを用いて観察する手法を構築した。疲労損傷を評価するパラメータとして回折像が現れる角度範囲から結晶粒内のミスオリエンテーションを算出した。疲労試験中のを評価したところ、繰返し数とともにが増加すること、schmid因子が最大の回折面においての変化が最大になること、き裂が発生した結晶粒においての変化が大きいことなどが明らかとなった。

研究成果の概要(英文)：A three dimensional grain mapping technique for polycrystalline materials, called X-ray diffraction contrast tomography (DCT), was developed at SPring-8. The shape and location of grains could be determined by DCT using the apparatus in a bending beam line of SPring-8. To evaluate the dislocation structure in fatigue tests, the rotation angle spread of individual grains was measured. The rotation angle spread is caused by mosaicity, which is related to the dislocation structure in a grain. The total misorientation in a grain is calculated from the rotation angle spread. The total misorientation in a grain was found to increase with increasing the number of loading in the low cycles fatigue test and high cycles fatigue test. The biggest change of the total misorientation obtained by DCT is observed at the diffraction plane with the largest schmid factor. Fatigue damage could also be evaluated from the total misorientation obtained by DCT measurement.

研究分野：非破壊検査，材料強度学

キーワード：非破壊評価 疲労 材料強度学 放射光

1. 研究開始当初の背景

放射光 CT イメージングを拡張した結晶粒形状を取得しマッピングする手法である回折コントラストトモグラフィ (Diffraction contrast tomography: DCT) が提案され、研究開発が途に就いた。DCT は金属結晶組織を観察する手法として提案され、金属の開発への応用が検討されていた。

2. 研究の目的

本研究では、DCT を用いて、き裂発生前の損傷状態を評価する非破壊検査手法を開発することを目的とした。DCT では、Fig. 1 に示すように回折条件を満たした結晶において現れる回折スポット像を、サンプルを回転させながら撮影しこれらに画像処理を施すことで結晶粒形状を取得する。さらに回折現象を解析することにより、結晶方位を得ることが可能である。疲労損傷過程を観察するために、DCT 解析手法の高精度化を検討するとともに、疲労損傷過程の時間変化を得る観察スキームを構築することを検討した。

3. 研究の方法

高輝度放射光施設 SPring-8 で DCT の測定を実施した。DCT の高精度化の検討として、偏向磁石を線源とするビームラインに加えて、より輝度が高いアンジェレータを線源とするビームラインにおいて観察を行った。疲労損傷過程の DCT 観察を行うために、低サイクル疲労および高サイクル疲労試験を実施し、疲労試験を適宜中断させて DCT 測定を行うことを繰り返した。DCT 測定が可能な試験片サイズに対して疲労試験を実施できる試験機を開発した。地震荷を受けた部材の疲労損傷評価を目的として、低サイクル疲労では予ひずみを与えた材料について試験を行い、DCT 測定結果に及ぼす予ひずみの影響について検討を行った。

4. 研究成果

4.1 DCT 撮影の高精度化。
アンジェレータを線源とするビームラインでは偏向磁石を線源とするビームラインよりも輝度が高い。このため短時間で高コントラスト画像が得られる。そこでノイズ除去を目的として2回の撮影結果を重ね合わせる手

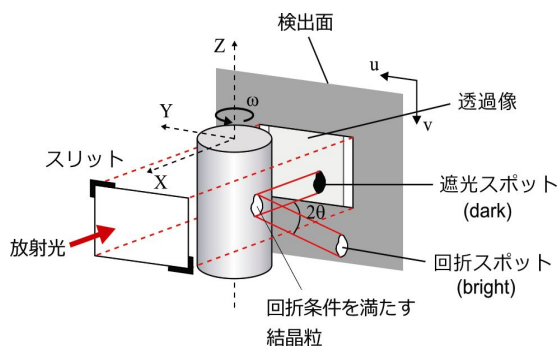
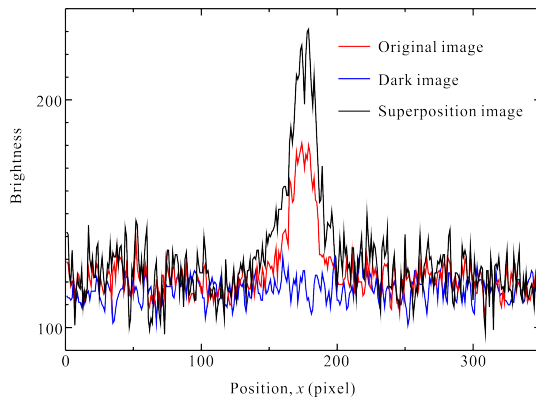
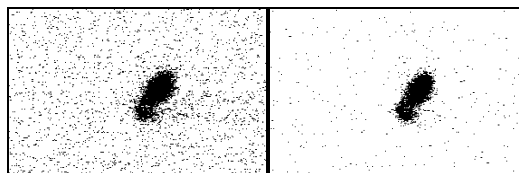


Fig. 1 回折コントラストイメージングの原理

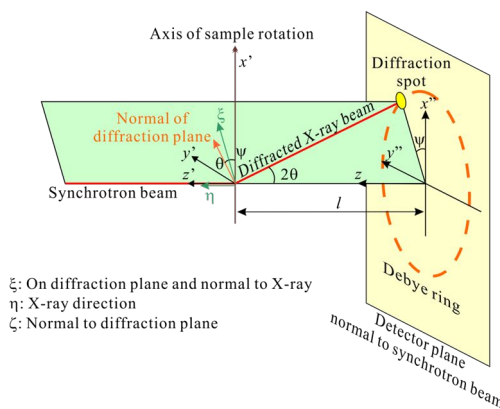
法を検討した。重ね合わせ撮影によりランダムなノイズの低減とコントラスト向上が期待された。重ね合わせ撮影の効果を図. 2 に示す。Fig. 2 より、重ね合わせ撮影により回折スポット部におけるコントラストが向上していることが分かる。



(a) Line profile of diffraction spot



(b) 元画像(1回撮影) (c) 重ね合わせ撮影
Fig. 2 重ね合わせ撮影の効果



ξ : On diffraction plane and normal to X-ray
 η : X-ray direction
 ζ : Normal to diffraction plane

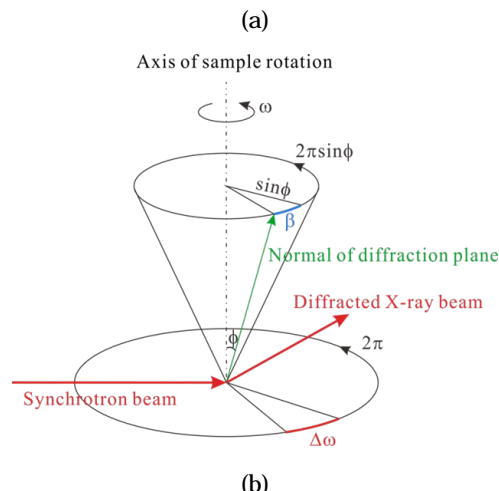


Fig. 3 回折像の出現角度範囲とトータルミスオリエンテーションの関係

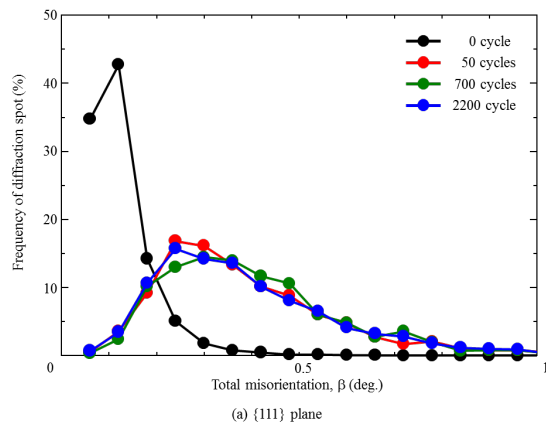


Fig. 4 低サイクル疲労での {111} 面における総ミスオリエンテーションのヒストグラム

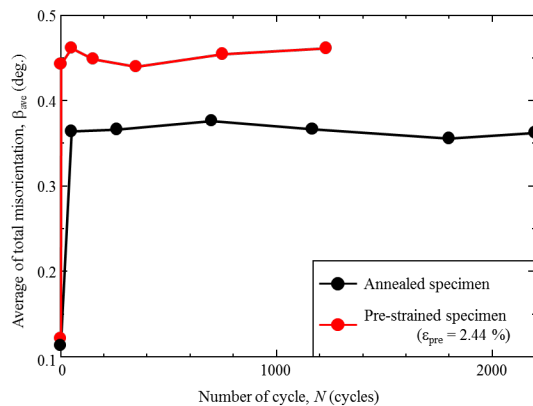


Fig. 5 低サイクル疲労試験におけるβの変化に及ぼす予ひずみの影響

4.2 DCT における疲労損傷評価パラメータ

DCT 測定では、試験片を回転させながら結晶の回折像を取得する。回折像はある角度範囲にわたって現れることから、この回折像の出現する角度範囲 $\Delta\omega_{dif}$ は結晶粒内での変化と対応している可能性が考えられた。事前の引張試験中に測定を行った結果弾性変形では $\Delta\omega_{dif}$ に変化は現れなかったのに対して、塑性変形が大きくなるほど $\Delta\omega_{dif}$ が大きくなることが分かった。そこで回折像の出現範囲と疲労損傷との関連について調べた。回折像の出現範囲は回折面の方位の影響を受けるため、Fig. 3 に示すように回折像の出現角度範囲から回折面のトータルの方位差 β を算出し、疲労試験中の β の変化を調べた。

4.3 低サイクル疲労試験

DCT 測定が可能な試験片厚さは X 線が透過する厚さから約 0.3mm ~ 0.5mm である。試験片を回転させたときにどの方向からでも X 線が透過するように観察する試験片の断面サイズを 0.3mm × 0.3mm とした。この試験片に対して低サイクル疲労試験を実施できる小型試験機を開発した。変位計で試験片のチャック間距離を測定して、変位制御を可能とした。試験片のひずみはデジタル画像相関法により測定した。本試験機を SPring-8 に持ち込み、疲労試験と DCT 測定を繰り返しながら疲労試験中の β の変化を調べた。低サイクル疲

労試験の条件として、ひずみ速度を 0.63%/s、ひずみ比 $R_\epsilon = -1$ とし、ひずみ範囲を $\Delta\epsilon = 1.66\%$ とした。予ひずみとして $\Delta\epsilon_p = 2.44\%$ を負荷させた後、同様の試験条件 ($\Delta\epsilon = 1.66\%$) で低サイクル疲労試験を行った。予ひずみを与えない試験片における {111} 面におけるトータルミスオリエンテーション β のヒストグラムを Fig. 4 に示す。Fig. 4 より、試験開始後に β の大きな結晶の数が大きくなっていることが分かる。同様に予ひずみを与えた場合についても β の変化を調べた。測定で得られた結晶粒の β の平均値の負荷繰返しに対する変化を Fig. 5 に示す。予ひずみを与えた場合では、予ひずみ付与後に大きく β が増加し、試験開始直後ではさらに増加する傾向を示したが、その後減少し、さらに繰返し負荷を与えると増加に転じていることが分かる。また疲労試験でのひずみ範囲が同じ場合でも、予ひずみを与えた場合の方が β の値が大きく、試験開始直後に特異な β の変化が見られた。この挙動は現在も調査中であるが、応力振幅の変化より加工硬化および軟化と対応していることから転位の再配列が関連しているものと考えられる。

4.4 高サイクル疲労

荷重制御、負荷周波数 30Hz で試験可能な高サイクル疲労試験を開発し、SPring-8 において疲労試験を行いながら DCT 測定を行った。疲労試験条件として、応力比 $R = -1$ 、負荷周波数 $f = 10\text{Hz}$ 、応力振幅 $\sigma_a = 211\text{MPa}$ とした。{111} 面における β のヒストグラムを Fig. 6 に示す。Fig. 6 より、低サイクル疲労試験と同様に繰返し数とともに β が大きな結晶が増加していることが分かる。また回折面ごとに β の変化を比較したところ、fcc 構造の主すべり面である {111} 面における変化が最も大きいことが分かった。そこで個々の結晶について、回折面ごとに β の変化を調べた。結晶マッピング結果を Fig. 7 に、同図中の Grain A における結晶の回折面ごとの β の変化を Fig. 8 にそれぞれ示す。Fig. 8 より、き裂が発生した位置における結晶では β が最も大きく変化していることが分

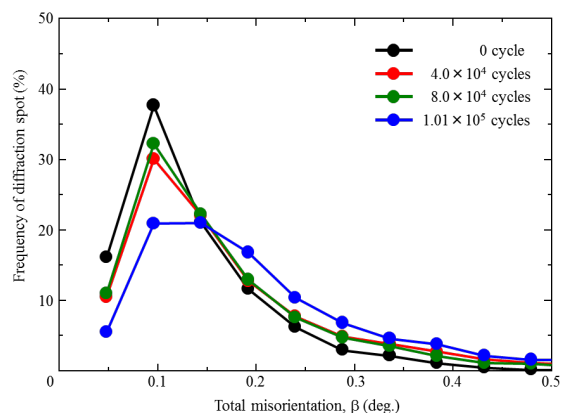
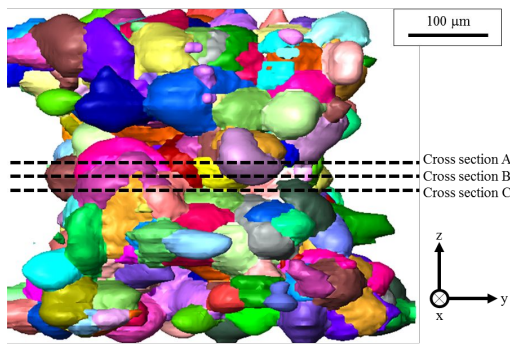


Fig. 6 高サイクル疲労での {111} 面における総ミスオリエンテーションのヒストグラム

かる．さらに同じ結晶粒内の等価な $\{111\}$ 面においても異なる挙動を示している．そこで回折面ごとに Schmid 因子を算出し，疲労試験過程の β の最大変化量との対応を整理した結果を Fig. 9 に示す．Fig. 9 より Schmid 因子が理論的に最大となる 0.5 に近いほど， β の変化が大きいたことが分かる． β の変化は転位密度の増加と関連があり，さらにき裂発生とも関連性があることが明らかとなった．



(a) 3D 結晶マッピング結果

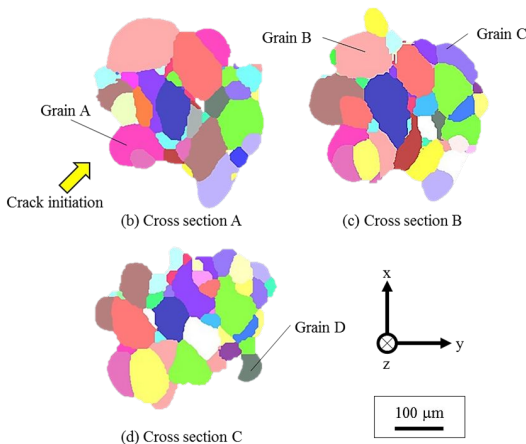


Fig. 7 結晶マッピング結果

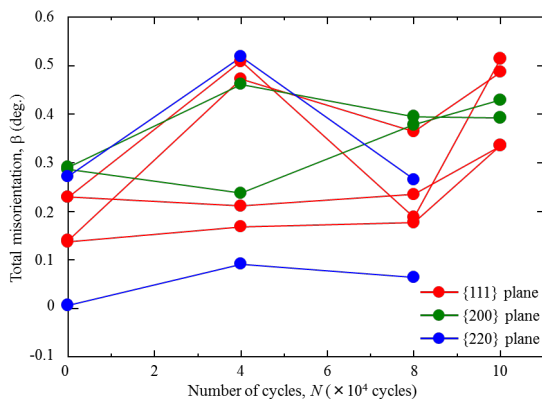


Fig. 8 Grain A における回折面ごとの β の変化

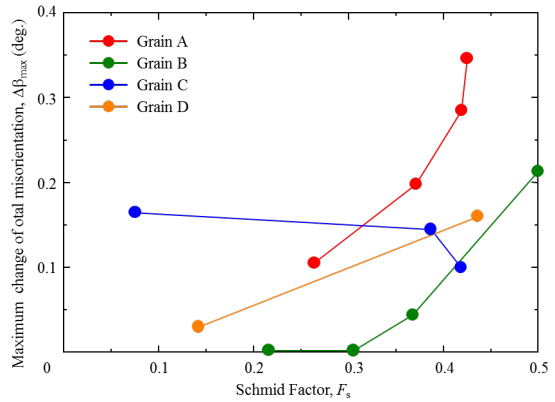


Fig. 9 Schmid 因子と β の変化量の関係

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)

[雑誌論文](計 3 件)

(1) 塩澤大輝, 岡田宗大, 中井善一
放射光 μ CT イメージングを用いたアルミニウム合金の腐食疲労におけるピットの成長およびき裂発生過程の 4D 解析
軽金属, 査読有, Vol. 64, No.11, pp. 564-569(2014)

(2) D. Shiozawa, Y. Nakai, R. Miura, N. Masada, S. Matsuda, R. Nakao
4D evaluation of grain shape and fatigue damage of individual grains in polycrystalline alloys by diffraction contrast tomography using ultrabright synchrotron radiation
Int. J. of Fatigue, 査読有, Vol. 82, Part2, pp.247-255(2016)

(3) T. Makino, Y. Neishi, D. Shiozawa, S. Kikuchi, S. Okada, K. Kajiwara, Y. Nakai
Effect of defect shape on rolling contact fatigue crack initiation and propagation in high strength steel
Int. J. of Fatigue, 査読有, In Press (2016 2).

[学会発表](計 14 件)

松田翔太, 政田尚也, 塩澤大輝, 中井善一, 三浦亮太郎, 高輝度放射光を用いた回折コントラストトモグラフィによる疲労損傷評価に関する検討, 日本機械学会 M&M2013 材料力学カンファレンス, 岐阜大学, (岐阜県) (2013.10.11 ~ 14)

佐藤一矢, 塩澤大輝, 根石豊(新日鐵住金), 牧野泰三, 中井善一, 岡田宗大
放射光 μ CT 及び小型転動疲労試験機を用いた転動疲労き裂進展過程の観察, 日本機械学会 M&M2013 材料力学カンファレンス, 岐阜大学, (岐阜県) (2013.10.11 ~ 14).

政田尚也, 松田翔太, 塩澤大輝, 中井善一
高輝度放射光を用いた回折コントラストイ

メージによるき裂発生過程の結晶組織観察, 日本材料学会 信頼性・破壊力学合同シンポジウム(第16回破壊力学シンポジウム), 阿蘇ファームランド,(熊本県)(2013.11.20~22).

岡田宗大, 塩澤大輝, 中井善一
放射光 μ CTイメージングによる腐食疲労におけるピットの成長及びき裂発生過程の4D解析, 日本材料学会 信頼性・破壊力学合同シンポジウム(第16回破壊力学シンポジウム), 阿蘇ファームランド,(熊本県)(2013.11.20~22).

中尾亮太, 塩澤大輝, 政田尚也, 松田翔太
放射光回折コントラストトモグラフィによる低サイクル疲労の損傷評価, 第63期日本材料学会学術講演会, 福岡大学(福岡県)(2014.5.16~5.18)

小濱友也, 塩澤大輝, 佐藤一矢, 根石 豊, 牧野泰三, 中井善一, 高輝度放射光ラミノグラフィを用いた高強度鋼中の転動疲労き裂の観察M&M2014材料力学カンファレンス, 福島大学,(福島県)(2014.7.19~7.21)

浅川直也, 松田翔太, 中尾亮太, 塩澤大輝, 菊池将一, 中井善一, 高輝度放射光を用いた回折コントラストトモグラフィによるSUS316L鋼の高サイクル疲労損傷の評価, 日本材料学会第64期学術講演会, 山形大学,(山形県)(2015.5.23~5.24)

小濱友也, 塩澤大輝, 佐藤一矢, 根石 豊, 牧野泰三, 中井善一, 高輝度放射光ラミノグラフィを用いた高強度鋼中の転動疲労き裂の観察, 日本機械学会M&M2015 材料力学カンファレンス, 山形大学,(山形県)(2015.5.23~5.24)

T. Makino, Y. Neishi, D. Shiozawa, S. Kikuchi, S. Okada, K. Kajiwara, Y. Nakai, Effect of defect length on rolling contact fatigue crack propagation in high strength steel, The 5th International Conference on Crack path, Palazzo Tassoni, Ferrara, Italy, (2015.09.16~09.18)

Y. Nakai, D. Shiozawa, S. Kikuchi, K. Sato, T. Obama, Y. Neishi, T. Makino, In-situ Observation of Rolling Contact Fatigue Cracks by Laminography Using Synchrotron Radiation, The 5th International Conference on Crack path, Palazzo Tassoni, Ferrara, Italy, (2015.09.16~09.18)

N. Asakawa, D. Shiozawa, S. Kikuchi, S. Matsuda, R. Nakao, Y. Nakai, Evaluation of High Cycle Fatigue Damage for Austenitic Stainless Steel by Diffraction Contrast Tomography Using Ultra-bright Synchrotron Radiation, Proc. of International Conference on Advanced Technology in Experimental Mechanics 2015(ATEM'15) ロワジュールホテル豊橋,(愛知県)(2015.10.04~10.8)

T. Obama, D. Shiozawa, S. Kikuchi, Y.

Neishi, T. Makino, Y. Nakai, 4D Observation of Crack Propagation Behavior under Rolling Contact Fatigue by Synchrotron Radiation Laminography Proc. of International Conference on Advanced Technology in Experimental Mechanics 2015(ATEM'15) ロワジュールホテル豊橋,(愛知県)(2015.10.04~10.8)

中尾亮太, 浅川直也, 松田翔太, 塩澤大輝, 菊池将一, 中井善一, 高輝度放射光によるステンレス鋼の疲労におけるミスオリエンテーション評価, 日本機械学会M&M2015 材料力学カンファレンス, 慶應義塾大学,(神奈川県)(2015.11.21~11.23)

小濱友也, 塩澤大輝, 菊池将一, 根石 豊, 牧野泰三, 中井善一, 高輝度放射光ラミノグラフィを用いた転動疲労き裂の発生および進展過程の観察, 日本機械学会M&M2015 材料力学カンファレンス, 慶應義塾大学,(神奈川県)(2015.11.21~11.23)

6. 研究組織

(1) 研究代表者

塩澤 大輝 (SHIOZAWA DAIKI)

神戸大学大学院・工学研究科・准教授

研究者番号: 60379336