

科学研究費助成事業（科学研究費補助金）研究成果報告書

平成 25 年 5 月 27 日現在

機関番号：14501

研究種目：若手研究（B）

研究期間：2010～2012

課題番号：22760078

研究課題名（和文） 放射光を用いた結晶三次元マッピング法による
クリープ損傷評価法の開発

研究課題名（英文） Development of creep damage evaluation method by three-dimensional
grain mapping technique using synchrotron radiation

研究代表者

塩澤 大輝（SHIOZAWA DAIKI）

神戸大学・大学院工学研究科・助教

研究者番号：60379336

研究成果の概要（和文）：本研究では、CT イメージング技術を拡張した、結晶粒形状および結晶方位を三次元的に可視化する結晶 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)の開発を行った。まず日本の放射光施設 SPring-8 における測定条件について検討を行い、アルミニウム合金、ステンレス鋼および工業用純鉄に適用し、本手法により結晶構造を解析できることを明らかにした。回折コントラストの測定時に得られる回折の拡がり角に着目すると、静的な引張負荷および繰返し負荷の増加とともに回折の拡がり角が大きくなることが分かった。以上のことから DCT による結晶 3D マッピング法および回折の拡がり角を疲労損傷評価パラメータとして用いることにより、き裂発生につながる疲労損傷およびクリープ損傷を評価できる可能性があることが分かった。

研究成果の概要（英文）：The three dimensional grain mapping technique for polycrystalline material, that is termed X-ray diffraction contrast tomography (DCT) has proposed. In the present study, the measurements of DCT were conducted in SPring-8 and the condition of measurement and data procedure were discussed. Developed technique was applied to aluminum alloy and stainless steel. It was found that the shape and location of grain can be determined by three-dimensional mapping technique using the apparatus in SPring-8, BL19B2 bending beam line. Next, for evaluation of plastic deformation, the internal grain orientation spread of the individual grain was counted. The grain orientation spread is caused by the mosaicity, which related to the change of microstructure. The grain orientation spread increased with increasing in the tension stress in the plastic deformation region and cyclic loading. It is possible to evaluate fatigue damage in microstructure, such as crack initiation and creep damage, by the DCT technique and using the grain orientation spread as one of the fatigue damage parameters

交付決定額

(金額単位：円)

	直接経費	間接経費	合計
2010 年度	1,600,000	480,000	2,080,000
2011 年度	800,000	240,000	1,040,000
2012 年度	800,000	240,000	1,040,000
年度			
総計	3,200,000	960,000	4,160,000

研究分野：工学

科研費の分科・細目：機械工学、機会材料・材料力学

キーワード：機械材料・材料力学、非破壊検査、放射光 CT

1. 研究開始当初の背景

近年、二酸化炭素排出量の削減が求められ

ており、火力発電プラントでは発電効率の向上のために、タービンを回す蒸気やガスの温度

を上げることが大きなテーマとなっている。過酷環境で使用される場合、長期・安定運転を支える予防保全技術や高温部品の寿命延伸も不可欠である。さらに老朽化が進んでいる火力発電プラントが多く、その余寿命評価技術の高精度化が喫緊の課題である。特に火力発電プラントのタービンやボイラ、配管系などの高温機器においては、クリーブ損傷の評価が最重要課題の一つである。

SEM 観察によるボイドの空孔率の測定や透過型電子顕微鏡 (TEM) による転位密度の測定、結晶方位差を用いた組織観察法が提案されている。しかしながら、組織観察評価では劣化・損傷程度の定量的評価は容易ではなく、さらにクリーブボイドは表面に現れるとは限らないため、損傷の程度や進行度を正確に評価している保証はない。そのため、結晶構造の変化およびボイドの密度・寸法を精度良く評価する手法の開発が望まれている。

2. 研究の目的

本研究では、放射光・CT イメージング技術を拡張した、クリーブ損傷劣化の解析手法を開発することを目的として、 μ CT イメージングを用いた微小欠陥の三次元定量評価法と、結晶粒形状および結晶方位を三次元的に可視化する結晶 3D マッピング法の開発を行った。

3. 研究の方法

μ CT イメージングおよび結晶マッピング法の測定は、高輝度放射光施設 SPring-8 の BL19B2 ビームラインで行った。

(1) μ CT イメージングによる微小欠陥の評価法の検討としては、ねじり疲労き裂および転動疲労き裂を測定対象として、き裂進展挙動の三次元的評価を試みた。

(2) 結晶 3D マッピング法は、結晶の回折コントラストイメージに画像処理を施すことにより結晶の形状および方位を得る手法である。結晶マッピング法の開発では、測定条件の検討、塑性変形および繰返し負荷を与えたサンプルに対して同手法の適用を試みた。

4. 研究成果

(1) ねじり疲労き裂の定量的評価

ねじり疲労き裂はき裂先端で複雑なき裂進展モードを示すため、材料内部におけるき裂の三次元形状に基づいた評価が必要である。そこで、放射光 μ CT イメージングを用いたき裂の三次元形状の観察、き裂進展挙動の三次元形状の抽出、およびその寸法の定量的

評価を試みた。CT イメージングで得られたき裂の形状・寸法に基づき、欠陥のモデル化および FEM 解析用モデルの作成手順を構築した。解析スキームにより、応力拡大係数などを用いたき裂の破壊力学的評価を適用できることが明らかとなった。

(2) 転動疲労き裂の進展挙動の評価

転動疲労き裂は、転動面直下の内部からき裂が発生・進展することからこれまでその進展挙動の詳細な検討がなされていない。材料内部の欠陥およびき裂進展を観察するスキームの構築を試みた。転動疲労き裂を対象として、き裂進展挙動の三次元形状の抽出を試みた。小型の転動疲労試験機を開発し、一本の試験片に対して転動疲労過程におけるき裂発生および進展挙動の観察を試みた。人工欠陥を導入したサンプルについて本疲労試験機を用いて連続的な CT 観察を行った結果、人工欠陥からき裂の発生および進展を観察することに成功した。

(3) 結晶マッピングの開発

SPring-8 の BL19B2 ビームラインでの X 線エネルギー、検出器構成および撮影手法などの回折コントラストイメージを撮影する条件について検討を行った。回折コントラストの撮影では、通常の CT 撮影と同様にサンプルを 180 度回転させながら透過像を撮影する。今回通常の CT 撮影法である回転と撮影を交互に行うステップ撮影と、回転させながら露光して撮影する連続撮影の二種類について比較した結果、回転速度と露光時間を調節することにより連続撮影ではステップ撮影と比較して結晶の回折コントラストを正確に得ることが可能であることが分かった。

結晶解析スキームを次の様に構築した。撮影画像について、背景画像の除去、モルフォロジー再構成による回折コントラストの抽出を行い、さらに結晶ごとの回折コントラスト像に分類する。分類された回折コントラストについて ART 法を適用し、結晶粒形状の再構成を行った。この解析スキームにより結晶粒形状、およびサンプル断面上の結晶粒分布を得ることが可能であることが分かった。

(4) 結晶マッピング法を用いた塑性変形の評価

結晶マッピング法の撮影では、サンプルの回転にともない回折スポットが連続的に現れることが分かった。この回折スポットが現れる回転角度の範囲を回折の拡がり角 (Grain orientation spread) として、引張負荷および繰返し負荷に伴う回折の拡がり角の変化

を調べた。静的な引張負荷を与えたサンプルに対して同手法を適用し、塑性変形に伴って回折の拡がり角が大きくなることを明らかにした。また繰返し負荷を与えた場合では、局所的に、回折の拡がり角が大きくなる結晶が現れる様子が観察された。この回折の拡がり角を用いることで、損傷の蓄積を可視化および評価できるものと考えられ、クリープ損傷の評価に適用できると考えられる。

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4件)

①Daiki Shiozawa, Y. Nakai, T. Murakami and H. Noshō
Observation of 3D shape and propagation mode transition of fatigue cracks in Ti-6Al-4V under cyclic torsion using CT imaging with ultra-bright synchrotron radiation, International Journal of Fatigue
査読有
2013, In press.
DOI: 10.1016/j.ijfatigue.2013.02.018

②Daiki Shiozawa, Y. Nakai, T. Murakami and H. Noshō
Observation of Fatigue Crack Propagation Behavior under Torsional Loading by Using Synchrotron Radiation Micro-CT Imaging Procedia Engineering
査読有
2011, 1479-1484.

③Y. Nakai and Daiki Shiozawa
Initiation and Growth of Pits and Cracks in Corrosion Fatigue for High Strength Aluminium Alloy Observed by Micro Computed-tomography Using Ultra-bright Synchrotron Radiation, Applied Mechanics and Materials
査読有
2011, 162-167.

④Daiki Shiozawa
Yoshikazu Nakai, Tomonobu Murakami,
Observation of crack propagation under torsion fatigue tests by synchrotron radiation μ CT imaging, Procedia Engineering
査読有
Vol. 2, 2010, 1413-1419.

[学会発表] (計21件)

①塩澤 大輝
高輝度放射光による三次元結晶マッピング法を用いた多結晶金属組織観察
日本機械学会関西支部 第88期定時総会講演会
2013.3.16-3.17
大阪工業大学

②塩澤 大輝
放射光 μ CT 及び小型転動疲労試験機を用いた高強度鋼における転動疲労下のき裂進展過程の観察
平成24年度関西学生会卒業研究発表会
2013.3.15
大阪工業大学

③塩澤 大輝
高輝度放射光を用いた回折コントラストモグラフィによる金属組織評価
平成24年度関西学生会卒業研究発表会
2013.3.15
大阪工業大学

④塩澤 大輝
回折コントラストモグラフィによる結晶組織観察と損傷評価への適用
第26回放射光学会年会・放射光科学合同シンポジウム
2013.1.12-1.13
名古屋大学

⑤Daiki Shiozawa
Evaluation of Plastic Strain by Three-dimensional Grain Mapping Technique Using SPring-8, The 5th International Symposium on Designing, Processing and Properties of Advanced Engineering Materials
2012.11.05-11.08
Toyohashi.

⑥ Daiki Shiozawa
Observation of Crack Propagation under Rolling Contact Fatigue in High-strength Steels by Micro CT Imaging, The 5th International Symposium on Designing, Processing and Properties of Advanced Engineering Materials
2012.11.05-11.08
Toyohashi.

⑦塩澤 大輝
放射光 μ CT イメージングを用いた高強度鋼における転動疲労き裂進展挙動の観察, 日本材料学会疲労シンポジウム

2012. 11. 20
慶應義塾大学 (横浜)

⑧ Daiki Shiozawa
Development of Three-dimensional Grain Mapping Technique in SPring-8 and Evaluation of Plastic Strain
15th International conference on experimental mechanics(ICEM 15)
2012. 7. 23-7. 27
Portugal

⑨ Daiki Shiozawa
Observation of Crack in Carbon Steel Under Contact Rolling Fatigue by Micro CT Imaging Using Ultrabright Synchrotron Radiation
15th International conference on experimental mechanics(ICEM 15)
2012. 7. 23-7. 27
Portugal

⑩ 塩澤 大輝
結晶 3D マッピング法による塑性ひずみ評価法の開発
第 61 期日本材料学会学術講演会
2012. 5. 25-5. 27
岡山大学

⑪ 塩澤 大輝
X線回折コントラスト像を用いた結晶 3D マッピング法の検討
SPring-8 利用推進協議会 第六回金属材料評価研究会
2012. 3. 3
東京

⑫ Daiki Shiozawa
Development of Three-dimensional Grain Mapping Technique in SPring-8, ATEM' 11
2011. 9. 19-21
神戸国際会議場 (神戸)

⑬ Daiki Shiozawa
Observation of Delamination Defects and Cracks in High-strength Steels under rolling Contact Fatigue by SR Micro CT Imaging, ATEM' 11
2011. 9. 19-21
神戸国際会議場 (神戸)

⑭ Daiki Shiozawa
Evaluation of Torsional Fatigue Crack Propagation by Shinchrotron Radiation Micro-CT Imaging, ATEM' 11
2011. 9. 19-21
神戸国際会議場 (神戸)

⑮ 塩澤 大輝
高輝度 μ CT を用いた高強度鋼の転動疲労下のき裂検出, 日本機械学会 M&M2011 材料力学カンファレンス
2011. 7. 16-18
九州工業大学 (北九州)

⑯ 塩澤 大輝
高輝度放射光 CT によるねじり疲労き裂の進展・分岐挙動の観察と評価, 第 60 期材料学会学術講演会
2011. 5. 25
大阪大学

⑰ 塩澤 大輝
放射光 μ CT イメージングを用いた疲労き裂進展挙動の観察と評価, 日本機械学会関西学生会 学生員卒業研究発表会
2011. 3. 18
京都工業繊維大学

⑱ 塩澤 大輝
回折コントラストイメージを用いた三次元結晶マッピング法の開発, 日本機械学会関西学生会 学生員卒業研究発表会
2011. 3. 18
京都工芸繊維大学

⑲ 塩澤 大輝
回折コントラストイメージを用いた結晶構造解析, M&M2010 材料力学カンファレンス
2010. 10. 9
長岡科学技術大学

⑳ 塩澤 大輝
疲労研究における放射光 μ CT イメージングの利用, 日本材料学会疲労部門委員会
2010. 9. 27
神戸市しあわせの村

㉑ 塩澤 大輝
回折コントラストイメージを用いた結晶構造解析手法の開発
第 59 期日本材料学会総会学術講演会
2010. 5. 22
北海道大学 (札幌)

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・助教
研究者番号: 60379336