

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 24 年 12 月 30 日現在

機関番号：17401

研究種目：若手研究(B)

研究期間：2010～2011

課題番号：22760080

研究課題名(和文) データ解析を導入した電子後方散乱回折法による疲労損傷の定量評価システムの開発

研究課題名(英文) Development of maintenance systems for quantitative fatigue damage evaluation by electron backscatter diffraction techniques introducing data analysis

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)：信頼性の高いメンテナンスシステム開発のためには、疲労損傷の診断・分析技術の更なる向上が不可欠である。本研究では電子後方散乱回折法を利用した疲労損傷の定量評価システム開発の課題を取り上げ、それらの課題を解決するために必要となる各種研究を行った。主要な成果として、システム開発には各種データ解析が有効であることだけでなく、測定精度の更なる改善が必要であることを示した。

研究成果の概要(英文)：In order to develop highly-reliable maintenance systems, analytical and diagnostic techniques for fatigue damage characterization should be improved further. In the present study, various researches have been performed to solve the problems which have been required to develop the maintenance systems for quantitative fatigue damage evaluation by electron backscatter diffraction techniques. The major findings of this study indicated that not only various data analysis was effective but also further improvement of measurement accuracy should be required for the development of the systems.

交付決定額

(金額単位：円)

	直接経費	間接経費	合計
2010 年度	2,000,000	600,000	2,600,000
2011 年度	1,300,000	390,000	1,690,000
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：疲労損傷 EBSD TEM ステンレス鋼 メンテナンス

1. 研究開始当初の背景

(1) システム開発の意義

原子力機器の材料研究の最近の動向として、国内の原子力発電プラントに対する高経年化対策の充実が求められている⁽¹⁾。高経年化対策を進めるにあたっては、原子力機器に対するメンテナンス技術の一層の高度化が重要となってくる。高度メンテナンスシステム開発のためには、疲労損傷の診断・分析技

術の更なる向上が不可欠である。

電子後方散乱回折(electron backscatter diffraction、以後 EBSD)は、電子線回折の一種であり、菊池パターンと称される回折像から試料表面近傍の結晶方位や結晶構造を同定することが可能である。これまで EBSD 法を利用した様々な結晶特性評価技術が開発されている⁽²⁾。しかしながら、EBSD 法を利用した疲労損傷評価に関する研究例はまだ数

が少なく、特に高サイクル疲労域におけるものは見当たらないようである。

(2) 疲労損傷評価システム開発の課題

① 疲労試験片作成

ステンレス鋼の疲労強度は、試験片の表面状態に影響されることが知られている。疲労損傷を精密に診断・分析する技術を確立するためには、旋盤加工やショットピーニング等の表面加工により表面状態が良く制御された疲労試験片の作成が必要となってくる。研究代表者らは、旋盤加工に応答曲面法を導入することにより、表面状態が制御された疲労試験片の作成に成功している⁽³⁾。しかしながら、当時作成された試験片形状は R. R. Moore 式回転曲げ疲労試験用であり、国内で普及している小野式回転曲げ疲労試験用の試験片形状に対しても同じ技術が適用可能であるか不明である。

② EBSD データ解析

ステンレス鋼に負荷される塑性ひずみ量の定量評価に対しては、EBSD データ解析を通じて得られる平均局所方位差 (averaged local misorientation、以後 M_{ave}) と称される EBSD パラメータが有効であることが示されている⁽⁴⁾。また、ステンレス鋼の低サイクル疲労損傷評価に対しても、 M_{ave} が有効であることが報告されている⁽⁵⁾。しかしながら、EBSD パラメータの高サイクル疲労域への適用性についてはまだ不明である。

③ 結晶方位と微視組織との関係

前述の EBSD データ解析を用いることで、疲労の進行に伴う結晶方位の変化を捉えることが可能である⁽⁵⁾。しかしながら、疲労によってもたらされる結晶方位の変化が、どのような微視組織的な変化によりもたらされているかについては不明である。

2. 研究の目的

本研究では、前述のシステム開発の課題を解決することを目的として、以下の各研究を行った。

(1) 疲労試験片作成

本研究では、旋盤加工に応答曲面法を導入することにより、小野式回転曲げ疲労試験用の試験片形状に対して、表面粗さが制御されたステンレス鋼の試験片が作成可能かどうかについて調べることを目的とする。

(2) EBSD データ解析

本研究では、低サイクル疲労と高サイクル疲労の遷移領域において、EBSD データ解析により疲労損傷の定量評価が可能かどうかについて調べることを目的とする。

(3) 結晶方位と微視組織との関係

本研究では、疲労負荷後のオーステナイトステンレス鋼の微細構造を透過型電子顕微鏡 (transmission electron microscope、以後 TEM) により観察し、その TEM 観察結果と既報⁽⁶⁾の EBSD 解析結果とを比較することで、疲労の進行に伴い変化する結晶方位と微視組織との関係を明らかにすることを目的とする。

3. 研究の方法

(1) 疲労試験片作成

① 供試材および試験片形状

供試材には市販のオーステナイトステンレス鋼 (SUS316) を用い、応答曲面モデル構築用・検証用として旋盤によりそれぞれ予備試験片・疲労試験片の二種類の試験片を作成した。予備試験片の最終形状は直径 9mm、長さ 30mm の円柱形とした。図 1 に疲労試験片の最終形状を示す。ここで、疲労試験片のゲージ部は、予備試験片と同一直径とした。

試験片作成には NC 旋盤 (TAKISAWA TAC-510) を利用した。スローアウェイチップには、ステンレス鋼の軽～中切削用 (Sumitomo Electric VNMG160404N-EX AC630M) を採用し、チップの摩耗の影響を最小限に抑えるため、仕上げ加工の際には毎回チップを新品と交換した。切削時には常に切削油を使用した。

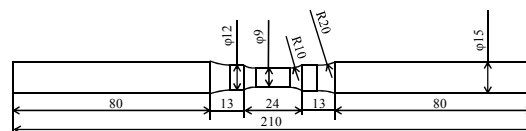


図 1 疲労試験片の最終形状 (単位:mm)

② 実験および解析手順

本研究では、NC 旋盤の回転数を常に一定 (1500 rpm) とし、中心複合計画に基づいて予備試験片の仕上げ加工時の切削条件を、送り速度 : 0.01-0.28 (mm/rev)、切込み深さ : 0.1-2.1 (mm) の範囲内で決定した。表面粗さは接触式の小型表面粗さ測定機 (Mitutoyo Surf-test SJ-210) を使用した。表面粗さのパラメータとして R_a を採用し、4 回測定した平均値を求めた。得られた測定データに対して分散分析を実施し、切削条件と表面粗さとの関係を表現する応答曲面モデルを求めた。

次に、その予備試験片に対して求められた応答曲面モデルが、疲労試験片に対して適用可能であるか確認するため、特定の仕上げ加工時の切削条件で疲労試験片を作成した。なお旋盤加工時に発生する加工対象物の振動を抑制して加工精度を向上させるために、加工対象物を固定するための治具に工夫を施

した。表面粗さの測定方法は、前述の予備試験片の時と同じとした。

(2) EBSD データ解析

① 供試材および疲労試験

供試材には市販のオーステナイトステンレス鋼(SUS316)を用い、これを ASTM E606-80 に準拠した疲労試験片の寸法・形状に旋盤加工し、供試状態とした。この疲労試験片に対して油圧制御引張圧縮疲労試験機(Shimadzu EHF-EG10-20L)を用いて室温にて完全両振りの応力制御疲労試験を行った。その際、波形は正弦波、周波数は負荷される応力振幅に応じて 0.5-2.5 Hz の範囲で変化させた。試験片ゲージ部に軸方向伸び計を取りつけることで、応力-ひずみヒステリシスループを記録した。なお本研究では、最初に疲労寿命を決定するための疲労試験を実施し、次に疲労寿命のおよそ 10%、50%、80%で試験を中断する途中止め疲労試験を行った。

② EBSD 測定

疲労後の試験片に対して、試験片平行部の中央部近傍もしくは破断していない部分の横断面を切り出し、試料表面を 3 μ m までのダイヤモンドペーストにて研磨した。仕上げ用としてコロイダルシリカによる最終研磨を行い、供試状態とした。これらの試料に対して、電界放出型走査電子顕微鏡(Carl Zeiss ULTRA 55)に装備された EBSD データ収集システム(OIM Data Collection)を用いて 250 \times 250 μ m² の領域の結晶方位分布図を、1 試料あたり 5 つ取得した。加速電圧は 20keV で、ステップサイズは 0.5 μ m とした。

③ データ解析

前述のように、EBSD データ解析を通じて得られる M_{ave} は、低サイクル疲労損傷評価に対して有効な EBSD パラメータであることが報告されている。 M_{ave} は、以下の式で表わされる⁽⁴⁾。

$$M_{ave} = \exp\left[\frac{1}{N} \sum_{i=1}^N \ln\{M_L(p_i)\}\right] \quad (1)$$

本研究では、EBSD パラメータとして M_{ave} を採用した。

(3) 結晶方位と微視組織との関係

① 供試材および疲労試験

供試材には市販のオーステナイトステンレス鋼(SUS316)を用い、これを ASTM E606-80 に準拠した疲労試験片の寸法・形状に旋盤加工し、供試状態とした。この疲労試験片に対して油圧制御引張圧縮疲労試験機(Shimadzu EHF-EG10-20L)を用いて室温にて全ひずみ幅が 0.01 と一定になるように軸方向ひずみ制御の疲労試験を行った。その際、波形は三角

波、ひずみ速度は 0.4 \times 10⁻²/s とした。

② TEM 試料作成

疲労後の試験片から TEM 試料を切り出す加工工程を図 2 に示す。切断された試料表面に #2400 までの耐水研磨紙を用いた機械研磨、粒径 3 μ m および 1 μ m のダイヤモンドスラリーを用いたバフ研磨を施し、試料表面を鏡面状に仕上げた。

イオン研磨にはイオンスライサ(JEOL EM-09100 IS)を用い、まず加速電圧 3~6kV、イオンビーム傾斜角度約 2° で試料表面に穴が空くまで研磨した。次に加工工程で試料表面に導入されたダメージ層を除去するために、加速電圧 1~2kV、イオンビーム傾斜角度約 4° で 1h 程度研磨した。

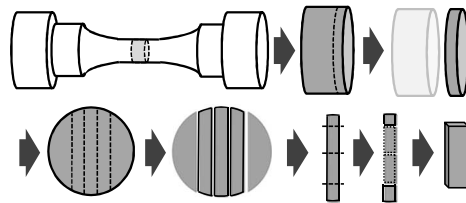


図 2 TEM 試料作成のための切断工程

③ TEM 観察

②で得られた TEM 試料に対して、TEM 装置(JEOL JEM-2000EX)を用いて加速電圧 200 kV、明視野で(100)面の結晶粒の微細組織を比較的低倍率で観察した。

4. 研究成果

(1) 疲労試験片作成

① 応答曲面モデル作成

予備試験片の表面粗さの測定結果に対して実施された分散分析の結果、 R_z のベストフィットモデルは以下の式で表わされる。

$$R_z = 3.39 - 21.1A - 6.00B + 17.2AB + 390A^2 + 3.90B^2 \quad (2)$$

ここで、 A は送り速度(mm/rev)、 B は切込み深さ(mm)である。

② 応答曲面モデル検証

①で得られた応答曲面モデルが疲労試験片に対しても適用可能であるか検証するため、仕上げ加工時の送り速度(mm/rev)と切込み深さ(mm)がそれぞれ 0.12-0.4、0.10-1.1、0.05-1.6 となるような切削条件で疲労試験片を各条件 2 本作成し、それらの試験片の表面粗さを測定した。

図 3 に式(2)を用いて予測した R_z の値と、実験により得られた疲労試験片の R_z の値との関係を示す。同図より、予測値は実験値と良い一致を示すことが分かる。以上より、応答曲面法を導入することにより、表面粗さを

制御した小野式回転曲げ疲労試験用の試験片を作成できることが分かった。

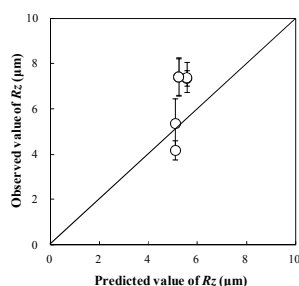


図3 表面粗さの予測値と実験値との関係

(2) EBSD データ解析

① 疲労寿命曲線

図4にオーステナイトステンレス鋼の疲労寿命曲線を示す。同図中、白抜きのプロットは本研究で得られた応力制御疲労試験の疲労寿命に対応している。なお、応力制御疲労試験で記録された応力-ひずみヒステリシスループは、応力振幅を全ひずみ幅に変換するために利用された。一方、黒塗りのプロットは参考として既報⁽⁵⁾のひずみ制御疲労試験の疲労寿命を表わしている。同図より、応力制御疲労試験で得られた疲労寿命は、ひずみ制御疲労試験で得られる寿命曲線にうまく外挿できることが分かった。

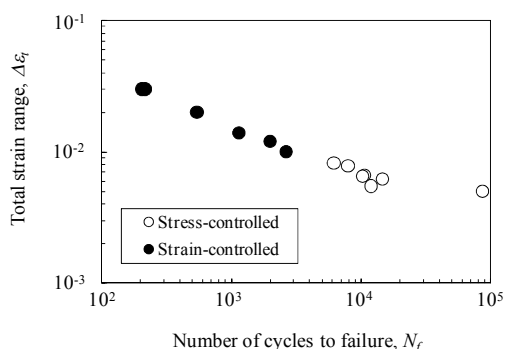


図4 疲労寿命曲線

② 疲労損傷評価

図5にEBSDパラメータである M_{ave} と全ひずみ幅の逆数との関係を示す。図中、白抜きのプロットは300 MPaの応力振幅の下での応力制御疲労試験結果を示し、黒塗りのプロットは参考として既報⁽⁵⁾のひずみ制御疲労試験結果を表わしている。同図より、全ひずみ幅の低下に伴い、 M_{ave} が漸近的に低下することが分かる。このことは、低サイクル疲労と高サイクル疲労の遷移領域の疲労損傷の定量評価には、注意深い測定や解析が不可欠であることを示唆している。以上より、信頼性の高い疲労損傷評価システム開発には、測定精度の更なる改善とEBSDパラメータの一層の高感度化が必要である。

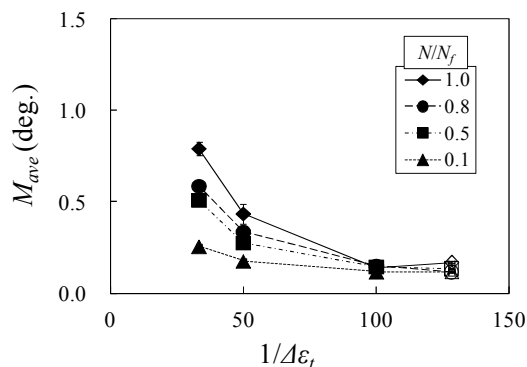


図5 M_{ave} と全ひずみ幅の逆数との関係

(3) 結晶方位と微視組織との関係

① TEM 観察結果

図6にTEM観察により得られた疲労サイクル数比(以後 N/N_f 、 N :疲労サイクル数、 N_f :破断サイクル数)の増大に伴う微細構造の変化を示す。図6(a)は $N/N_f=0$ (無負荷の受入材)、図6(b)は $N/N_f=0.1$ 、図6(c)は $N/N_f=1$ (破断試験片)の明視野像である。ここで、疲労前の図6(a)では転位がまばらに存在し、結晶粒内に一様に存在しているのに対し、疲労後の図6(b)、(c)では転位の分布が偏在化し、転位セル構造が生成されていることが分かる。

次に、EBSDを利用した結晶粒径の評価方法⁽²⁾を参考にし、材料中に生じた転位セルのサイズをTEM観察結果から評価した。図7に転位セルサイズの平均値と疲労サイクル数との関係を示す。同図より、疲労初期と末期の転位セルサイズには有意差が認められ、疲労末期の方が疲労初期よりも転位セルサイズが大きくなっていることが分かる。これは、疲労の進行に伴い転位セルサイズが増大する傾向があることを示唆している。

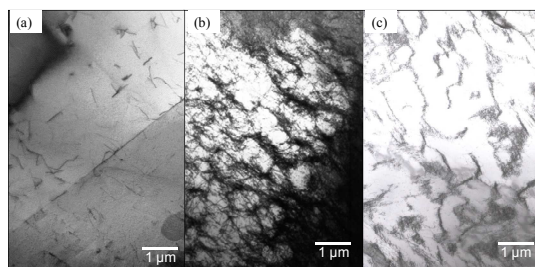


図6 TEM観察による微細構造の変化

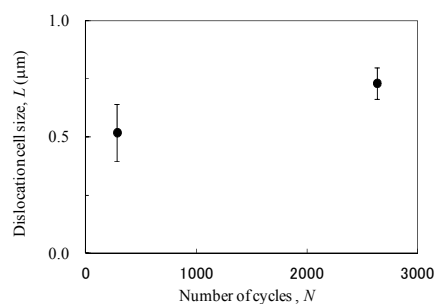


図7 セルサイズと疲労サイクル数との関係

②EBSD 解析結果

図 8 に、TEM 観察で用いたものと同一の疲労負荷を与えたサンプルに対して、既報⁽⁵⁾の EBSD データを引用して求めた局所方位差⁽⁴⁾の分布図を示す。図 8(a)は $N/N_f=0$ 、図 8(b)は $N/N_f=0.1$ 、図 8(c)は $N/N_f=1$ の分布図である。また図 9 に、局所方位差の分布状態を定量化したパラメータである M_{ave} と疲労サイクル数比と関係を示す。同図より、 N/N_f の増加にともない局所方位差が増大する傾向が認められる。

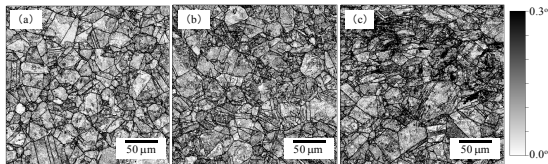


図 8 EBSD 解析による局所方位差分布の変化

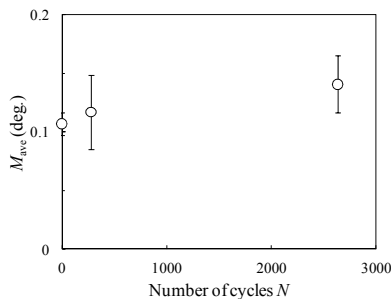


図 9 M_{ave} と疲労サイクル数との関係

③TEM 観察結果と EBSD 解析結果との比較

本研究では TEM 観察により、疲労損傷の蓄積にともない転位セルが形成されることが示された。一方、結晶方位差は転位密度との間に相関があることが知られている。これは前述の EBSD 解析により得られた、疲労サイクル数の増大に伴う局所方位差の変化が、転位セルの形成によってもたらされたことを示唆している。

(参考文献)

- (1) 高守謙郎, 5.2 原子力機器の材料研究の最近の動向, 機械工学年鑑(5. 材料力学), 日本機械学会誌, 112(2009)621-622.
- (2) Humphreys F. J., Review Grain and subgrain characterisation by electron backscatter diffraction, Journal of Materials Science, 36(2001)3833-3854.
- (3) Kuroda M. and Marrow T. J., Preparation of fatigue specimens with controlled surface characteristics, Journal of Materials Processing Technology, 203(2008)396-403.
- (4) Kamaya M., Measurement of local plastic strain distribution of stainless steel

by electron backscatter diffraction, Materials Characterization, 60(2009)125-132.

- (5) Kamaya M. and Kuroda M., "Fatigue damage evaluation using electron backscatter diffraction", Materials Transactions, 52(2011)1168-1176.

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 Kuroda M., Mori T., Effect of geometry on the preparation of fatigue specimens with predetermined surface roughness, International Journal of Modern Physics: Conference Series, Vol.6, pp.324-329, 2012, 査読有.

- ② Mori T, Yamada T., Kuroda M., Kamaya M., Measurement of crystal grain size of austenitic stainless steels under low-cycle fatigue by EBSD technique, Key Engineering Materials, Vols.452-453, pp.809-812, 2011, 査読有.

- ③ Yamada T., Kuroda M., Mori K., Preliminary finite element analysis of shot peening for austenitic stainless steels, Key Engineering Materials, Vols.452-453, pp.813-816, 2011, 査読有.

[学会発表] (計 2 件)

- ① 黒田雅利, 安永和史, 釜谷昌幸, 大西宏幸, 森貴之, 山田輝明, EBSD 解析によるステンレス鋼の疲労損傷検出の検討 (TEM 観察との比較), 日本機械学会第 20 回機械材料・材料加工技術講演会 (M&P2012)CD-ROM 論文集, No.12-9, 615, 2012 年 12 月 1 日, 大阪工業大学 (大阪).

- ② Kuroda M., Kamaya M., Mori T., Ohnishi H., Detectability of fatigue damage of austenitic stainless steel in the transition regime by EBSD techniques, Proceedings of the 3rd Asian Symposium on Materials & Processing, MCMT1, 30 August 2012, IIT Madras (Chennai, India).

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