

科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 29 年 6 月 12 日現在

機関番号：12701

研究種目：基盤研究(B) (一般)

研究期間：2014～2016

課題番号：26289002

研究課題名(和文)電子線・X線回折ハイブリッド法による金属材料の変形損傷評価の高度化

研究課題名(英文) Advancement of deformation damage evaluation in metallic materials by the electron and X-ray diffraction hybrid method

研究代表者

秋庭 義明 (Akiniwa, Yoshiaki)

横浜国立大学・大学院工学研究院・教授

研究者番号：00212431

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 13,200,000円

研究成果の概要(和文)：走査型電子顕微鏡に装着可能な、超音波モーター駆動の負荷試験機を構築するとともに、EBSD測定が可能なシステムを完成させた。単調変形による損傷を評価するために、EBSD法による評価パラメータおよびX線パラメータ変化を抽出した。EBSD法によって測定された弾性ひずみは、有限要素法によって得られた分布とよく一致した。塑性ひずみ評価は、EBSD法で得られるKAMパラメータが有効であった。X線法による半価幅はKAMの関数として表すことができた。

研究成果の概要(英文)：Tensile testing device which could be attached to the scanning electron microscope was developed and the EBSD measurement system under loading was completed. In order to evaluate the damage by monotonic tensile loading, effective EBSD parameters and X-ray diffraction parameters can be determined. The elastic strains and stresses agreed well with the results calculated by the finite element method. In plastic region, KAM parameter measured by EBSD method is effective to evaluate the plastic strain. Full width at half maximum obtained by X-ray method could be expressed as a function of the value of KAM.

研究分野：工学

キーワード：機械材料・材料力学 金属物性 X線 放射線

1. 研究開始当初の背景

近年、各種プラントをはじめ大型設備における経年劣化が進行し、静的変形や繰返し負荷が作用する部位においては、残存強度(寿命)評価および延命対策などの保全、維持管理技術の確立が重要課題となっている。転位構造変化の観点から見ると、変形の進行とともに転位束の形成、増殖、連結そしてセル組織の形成の各過程を経る。これらを破壊限界との関連から定量的に評価することができれば、残存強度評価が可能となる。

材料の力学的変形挙動は、機械的な試験によって評価可能であるものの、変形損傷を予め予測することは困難である。これに対して、結晶からの回折現象を利用した場合、部材中の各構成相の応力や結晶内部の微視的ひずみ、および転位密度等に関する情報が得られる利点があり、観察対象領域寸法を変化させることによってミクロ領域情報からマクロ領域情報までの情報を得ることができる。従来、材料中の微視構造を評価する手法としてX線法が有力なツールとして用いられてきており、回折ピークの位置変化から弾性ひずみ・応力が評価される。また、回折プロファイル形状は結晶構造の乱れに関する情報を有しており、これより副結晶粒寸法や転位密度を求めることができる¹⁾。従来のX線法では、X線の出力強度や集光技術が不十分であったために、局所領域評価が困難であったが、高出力X線発生装置や全反射コリメータの利用により微小部観察が可能になってきているとともに、高輝度放射光によってサブミクロンの局所領域の情報抽出も可能となってきた。

一方、局所領域の結晶情報を得る方法として電子線後方散乱回折法(EBSD)が多用されるようになってきた。本手法はサブミクロン領域の結晶方位解析が可能であり、変形メカニズムの解析に有用であるものの、結晶方位の情報のみでは強度解析に充分ではなかった。しかしながら近年、結晶格子情報を高精度に解析することによって、極局所領域のひずみ評価が可能になってきた²⁾。

そこで申請者らは、実験室レベルおよび放射光施設を利用した局所領域のX線回折情報と、さらに局所領域の結晶構造評価が可能でEBSDによるひずみ解析に注目し、これまで個々の技術ごとに評価されてきた各情報を有機的に結びつけることによって、より高精度な損傷評価技術の開発が可能であることに着目した。

2. 研究の目的

本研究の目的は、EBSDによる極局所領域の結晶方位およびひずみ測定によって、個々の結晶の内部の二次元分布を明らかにするとともに、実験室X線および放射光によるひずみ分布との対応を明らかにするとともに、回折プロファイル解析によって副結晶粒寸法や転位密度等を照射領域寸法との関連とし

て明らかにすることによって、実用構造部材の変形損傷を評価するシステムを開発することである。そのため、次の三点を大きな目的にする。

まず第一にSEM内およびX線回折装置に装着可能な高精度負荷装置を開発するとともに、EBSDによる高精度ひずみ測定法を確立する。負荷装置には、負荷過程で照射位置が変化しない両チャック部移動機構を採用する。またEBSD測定では、ひずみ算出に際して基準となる無ひずみ結晶データが必要であるため、各結晶内部に無ひずみ領域を確保する方法を確立する。

第二に、照射領域寸法の異なる実験室X線および放射光による回折X線情報を取得し、EBSD法で得られた結晶方位およびひずみ情報を総合的に取りまとめ、損傷評価に適切なパラメータを抽出する手法を開発する。

第三に本手法を、溶接継手材および疲労損傷材の実用構造要素を対象とした損傷検出に適用することにより、システムの実用性および汎用性を高めることを目的とする。

3. 研究の方法

(1) 現有の走査型電子顕微鏡およびX線回折装置に装着可能な、その場観察用負荷装置を新規に試作開発する。負荷にはSEM観察時の電子線走査の障害とならないよう超音波モータを利用し、最大変位速度 1mm/sec ~ 0.1μm/sec、最大負荷荷重 1000N とし、一定負荷荷重での保持が可能な仕様とする。負荷による観察位置の移動を最小限にするために、試料の両端チャック部が同量変位するような機構にすることを検討するが、軽量化が必要な場合には片側引張機構を採用する。

(2) Si単結晶(Siウェハー)の曲げ負荷によってEBSDによるひずみ測定精度を明らかにする。その後、負荷装置を用いて弾性範囲内の計測によって、負荷装置の制御精度を明らかにする。EBSDによるひずみ測定にはWilkinson法を用いて、ひずみゲージ出力との比較から、その測定精度を明らかにすることを旨とする。

(3) 本手法の実用的部材を対象とするために、SUS430の薄板を用いて、上記と同様の検討を行うことによって汎用性の拡大を目指す。試料は、熱処理によってなるべく結晶粒を粗大化させ、ゲージ部には一つの結晶しかないような試験片を用意する。

(4) 電磁鋼板として用いられる3%Si鉄を用いて、切欠き底でのひずみ・応力分布を検討する。このとき、なるべく粗大化した材料を用いて、試験片のゲージ部は、一つの結晶からなるように試料を切出す。これによって、単結晶切欠き材を作製し、弾性ひずみ分布、および塑性変形領域でのすべり線の評価を目指す。3%Si鉄の圧延材はGOSS方位を有することが知られているため、試料の切出し方向に関して、試料表面が(011)、引張負荷方向が<010>となるように切り出して、すべり発

生限界について検討する。また、結晶方位を考慮した有限要素解析を実施して、解析結果と測定ひずみ分布を比較検討する。

(5) 試料の切出し方向を変化させて、すべり系と負荷方向を変化させることで、すべり発生限界に及ばず結晶方位の影響を検討する。このとき、切出し方向を工夫すると、すべり変形が、面外の場合と、面内の場合について検討することが可能である。このような場合における EBSD 法による有用なパラメータの抽出を検討する。

(6) 前年度で明らかにした、塑性領域での EBSD パラメータを用いて、3%Si 鉄の切欠き材を用いて、比較的大きな塑性領域での変形様式を評価する方法を検討する。すなわち、塑性領域での逆極点図より得られる結晶の回転量を定量的に抽出し、切欠き底近傍の試料の表面変形について検討する。

(7) X 線法と EBSD 法の対応を明らかにすることを目的として、オーステナイト系ステンレス鋼 SUS316NG を用いて、種々の塑性ひずみまで単軸引張変形を加えた試料に対して評価する。X 線法では、塑性変形量の簡便評価に用いられる半価幅変化に注目し、塑性ひずみ量と半価幅の関係を明らかにする。EBSD 法では、各種パラメータを導出して、両者を比較検討することから相互関係を明らかにする。

(8) 上記の SUS316NG 材と同様に、フェライト材である炭素鋼を用いて、やはり種々の塑性ひずみを負荷した試料について検討し、結晶構造の寄与について明らかにする。ただし、炭素鋼には、結晶粒径が 2 ミクロン程度の細粒鋼である SUF 鋼を用いて、粒径効果についても検討する。

(9) X 線法について、塑性ひずみと半価幅の関係の汎用性を確認するために、厚みが 2 ミクロン程度の純アルミニウム薄膜の単調引張の場合について検討し、半価幅変化が、薄膜についても塑性ひずみ評価に有用なパラメータであることを明らかにする。

(10) EBSD 法の汎用性を確認するために、炭素量や P 量の異なるスポット溶接材の変形破壊過程に応用する。具体的には、スポット溶接部から微小試料を切出し、未溶着部から溶着部であるナゲット内へのき裂進展を EBSD 法で評価することを試みる。そのために、まずは、三点曲げによって SEM 内で破壊させるための手法を確立することを目指す。

(11) 純アルミニウムの微小切欠き材を対象として、3%Si 鉄の切欠き材と同様の検討を行い、弾性ひずみ・応力分布評価および塑性領域におけるすべり変形評価を試みる。これまで 3%Si 鉄において、面内すべり変形が生じるすべり系では、塑性変形初期に対して EBSD 法に適用限界があることが示唆されたため、より純粋な材料でその適用限界を明らかにする。

(12) H26 年度に確立したスポット溶接材から切出した微小試験片の三点曲げ破壊法を用

いて、炭素量や P 量の異なるスポット溶接材の破壊試験を実施し、破壊過程におよぼす炭素量および P 量の影響を、EBSD 法を援用して解析評価する。特に溶接時にマルテンサイト変態した溶接部におけるき裂進展経路について、微視組織との関連を検討する。

(13) H27 年度に X 線法と EBSD 法との相補性について検討したが、さらに、加工誘起変態をとまなう SUS301 ステンレス鋼で、結晶粒径が 2 ミクロン程度の細粒材について検討する。加工誘起変態が生じる場合、オーステナイト相およびマルテンサイト相それぞれについて、X 線パラメータおよび EBSD パラメータが評価可能であるため、変形過程でのパラメータ変化が、単相材料とどのように異なるかを検討する。

4. 研究成果

(1) 現有の走査型電子顕微鏡および X 線回折装置に装着可能な、その場観察用負荷装置を新規に試作開発した。負荷には SEM 観察時の電子線走査の障害とならないよう超音波モータを利用した。最大負荷荷重 1000N としたが、低負荷荷重において高精度な荷重分解能が必要な場合には、最大荷重容量が 500N および 200N のロードセルが装着可能となるようにした。また EBSD 測定時には電子線に対して試料表面を 70 度傾斜させる必要があるが、SEM 内での負荷装置を安定して静止させるために、負荷装置自体は 40 度の傾斜にとどめ、負荷装置内で試料を 30 度傾斜させる構造にするとともに、片側引張機構にすることによって軽量化をはかることによって信頼性を向上させ、十分な精度で固定することに成功した。

(2) Si 単結晶(Si ウェハー)の薄板を用いて、一定の曲率を有する負荷治具に固定することによって曲げひずみを負荷した。この時の断面(高さ方向)の直線的なひずみ分布を測定することから、Wilkinson 法によるひずみ測定の精度を明らかにした。またこの時の表面ひずみをひずみゲージによって計測することによってキャリブレーションを行った。この結果、測定されるひずみ分布は、ひずみゲージ出力とよく一致することを明らかにした。このときの測定精度は $\pm 2.5E-4$ 程度の範囲でばらつくことを示した。これによって、本手法による測定精度があきらかとなり、今後の実用部材での測定精度を議論する基礎データが得られた。

(3) 汎用性を高めるため、鉄鋼材料を対象として同様の測定を、SUS430 について行った。その結果、鋼においては試料作製時の残留応力の評価が重要であることを示した。残留応力と系統誤差を除去した後の測定精度は、ひずみゲージの測定結果に対して 3%程度の誤差範囲で一致することを示した。

(4) 電磁鋼板として用いられる 3%Si 鉄を用いて、切欠き近傍のひずみ・応力分布に対する Wilkinson 法の適用を検討した。結晶粒径が

10mm 程度となる素材から、微小切欠き試験片を切出し、単結晶材料の切欠き材のひずみ測定を行った。このとき、3%Si 鉄は、圧延加工による GOSS 方位を有するため、試料の切出し方向を工夫することで、すべり系と負荷応力方向を制御することができる。試料表面が (011)、引張負荷方向が <010> となるように試料を切り出した。弾性範囲内では有限要素法によって得られた解析解とよく一致することを示した。また、塑性変形領域においては、塑性変形量の評価のために局所方位差 KAM がよい評価パラメータであることを明らかにした。

(5)3%Si 鉄について、負荷方向を <-101> とした場合について、(4)と同様に検討した。弾性範囲内では本試料についても有限要素解析結果とよく一致した。ただし、塑性変形領域については、<-101>材における最大シュミット因子となるすべり系が、面内変形であるためにすべりトレースが生じにくく、KAM の変化もほとんど表れないことを示した。すなわち、すべり系によっては、KAM は塑性変形評価には適さないことがわかった。

(6)3%Si 鉄の単結晶を用いて、片側切欠き材の単調引張試験を実施し、塑性変形領域までを含めて引張負荷を行いながら EBSD 測定を実施した。弾性ひずみ分布および塑性領域における局所方位差 KAM の有効性ととも面外変形について EBSD による方位差変化から導出することを試み、試料の極表面は結晶の回転による変形が生じていることを明らかにした。この場合、面外すべりが顕著なほど、結晶の回転から予測される変位と実測値が一致することを示した。

(7)オーステナイト系ステンレス鋼を用いて、0%から50%程度まで単調引張によって変形させた試料について、X線法による半価幅変化を抽出し、塑性ひずみの増加とともに半価幅が増加することを明らかにした。さらに EBSD 測定を実施し、KAM が塑性ひずみとともに増加することを示すとともに、微視的相当ひずみも増加することを示した。すなわち、塑性変形による転位密度の増加が、X線法および EBSD 法いずれでも検出可能で、特に微視的塑性ひずみに対応することを示した。

(8)上述のオーステナイト系ステンレス鋼と同様に、結晶粒径が2ミクロン程度の超細粒鋼を用いて、0%から20%程度までのひずみを負荷した試料について検討した結果、オーステナイト鋼のような、系統的な傾向は明確に現れず、材料による影響、もしくは測定対象領域寸法と、結晶粒径との相互関係について、さらに検討する必要があることがわかった。

(9)X線法を用いて純アルミニウムを含む数種類のスパッタアルミニウム合金について単調引張変形過程で塑性ひずみの増加とともにX線回折線幅が増大し、応力が最大値をとった以降に減少することを明らかにした。

(10)スポット溶接によって接合した薄板材を対象として、接合部近傍より切出した微小試験片の3点曲げ強度評価を EBSD 法とともに検討し、試験方法を確立することができた。

(11)純アルミニウム単結晶の切欠き材に対する負荷過程での EBSD 測定を実施した。弾性範囲内では、Wilkinson 法によって切欠き底の応力分布の評価が可能であった。一方、塑性変形領域については、すべり系が面内に限定されるような状況での塑性変形初期においては、KAM の変化は顕著でなかった。さらに塑性変形が発達した場合には、KAM、CI、IQ、GROD が有効であった。塑性変形初期に EBSD 法を適用する際には、すべり系と負荷形態に対して十分な注意が必要であることを明らかにした。

(12)炭素量及びP量の異なる素材を用いてスポット溶接した部材から、溶接ナゲットと未溶着部を含む微小試験片を切出し、三点曲げ負荷によって破壊するときのき裂進展挙動及びき裂進展経路について検討した。特に、実際のスポット溶接部材と微小試料の破壊様相を比較するため、試料厚さの影響を検討した。試料表面におけるすべり帯発生時の J 積分は、0.03%C 材では厚みによらないが、それ以上の炭素鋼においては、厚くなるほど J 積分が大きくなった。き裂の進展経路を EBSD 像をもとに検討した。0.2%C 材では延性き裂進展であり、ブロック、パケットおよび旧粒の内部進展が主であった。同じ炭素量で P 量を増加させると境界での進展割合が多くなった。0.5%C 材では不安定き裂進展が生じ、各組織単位の境界での進展が主であった。すなわち、不純物元素 P は各領域の境界での強度低下をもたらすことが示唆された。

(13)結晶粒径が2ミクロン程度の細粒炭素鋼、細粒の SUS301 および通常組織の SUS316NG を対象として、塑性変形過程での塑性ひずみと EBSD パラメータ変化およびX線による半価幅変化を明らかにすることから、EBSD 法と X 線法との関係を検討した。塑性ひずみ増加に伴う KAM、GAM の変化は、粗粒の SUS316NG の変化割合が大きいものの、塑性ひずみの増加傾向とよく対応した。X線半価幅は、SUS301 の加工誘起マルテンサイトの半価幅が、塑性変形の増加とともに低下し、X線法と EBSD 法では得られる傾向が異なることが明らかになった。特に EBSD 法によって得られる相当ひずみ変化量と半価幅の変化量は、変態を伴う SUS301 の結果のみ傾向が異なり、同一の相当ひずみ変化量で比較すると、炭素鋼や SUS316NG に比較して、マルテンサイト相の半価幅は小さく、逆にオーステナイト相の半価幅は大きくなることがわかった。今後、転位密度との関連においてさらに検討の必要があることが示唆された。

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 2件)

秋庭義明, 萩原寿喜, 木村英彦, 小島由梨, 古迫誠司, 岩田圭司, EBSD法による3%Si鉄の切欠き近傍の応力ひずみ評価, 材料, 査読有, Vol.64, 2015, 542-547

菅原大貴, 秋庭義明, 後藤裕史, スパッタアルミニウム薄膜の変形特性に及ぼす熱履歴の影響, 材料, 査読有, Vol.65, 2016, 170-175

〔学会発表〕(計 9件)

秋庭義明, 萩原寿喜, 木村英彦, 小島由梨, 古迫誠司, 岩田圭司, EBSD法による3%Si鉄の切り欠き近傍の応力ひずみ評価, 日本材料学会第48回X線材料強度に関するシンポジウム, 2014年07月24日~2014年07月25日, 大阪

菅原大貴, 秋庭義明, 後藤裕史, スパッタアルミニウム薄膜の変形強度特性に及ぼす熱処理の影響, 日本材料学会第48回X線材料強度に関するシンポジウム, 2014年07月24日~2014年07月25日, 大阪

秋庭義明, 菅原大貴, 後藤裕史, 時効処理されたアルミニウム合金薄膜の変形特性のX線評価, 日本材料学会第49回X線材料強度に関するシンポジウム, 2015年07月16日~2015年07月17日, 大阪

秋庭義明, 富永真, 木村英彦, 瀬戸山大吾, 古迫誠司, 岩田圭司, 3%Si鉄の切欠き材における変形挙動のEBSD評価, 日本材料学会第49回X線材料強度に関するシンポジウム, 2015年07月16日~2015年07月17日, 大阪

Y. Akiniwa, H. Kimura, Y. Kojima, S. Furusako and K. Iwata, Stress Measurement Near Notch in 3%Si Iron by EBSD Method, The International Conference on Advanced Technology in Experimental Mechanics 2015, 2015年10月04日~2015年10月08日, Toyohashi

半沢文也, 小市萌子, 秋庭義明, アルミニウム合金薄膜の低サイクル疲労強度評価, 日本材料学会, 第50回X線材料強度に関するシンポジウム, 2016年07月21日~2016年07月22日, 東京

秋庭義明, 半沢文也, 菅原大貴, 後藤裕史, アルミニウム合金薄膜の静的強度特性に及ぼす膜厚の影響, 日本材料学会, 第50回X線材料強度に関するシンポジウム, 2016年07月21日~2016年07月22日, 東京

山口博暉, 秋庭義明, 木村英彦, X線法およびEBSD法による塑性変形損傷評価, 日本材料学会, 第50回X線材料強度に関するシンポジウム, 2016年07月21日~2016年07月22日, 東京

Y. Akiniwa, M. Tominaga, H. Kimura, D. Setoyama, S. Furusako, K. Iwata, Evaluation of Deformation Behavior of Notched Grain-Oriented Electrical Steel by EBSD Method, The 10th Asia-Pacific

Conference on Fracture and Strength: APCFS2016, 2016年09月19日~2016年09月22日, Toyama

6. 研究組織

(1) 研究代表者

秋庭 義明 (AKINIWA YOSHIAKI)
国立大学法人横浜国立大学・大学院工学研究院・教授
研究者番号: 00212431

(2) 研究分担者

小川 雅 (OGAWA MASARU)
国立大学法人横浜国立大学・大学院工学研究院・助教
研究者番号: 90635236

(3) 連携研究者

菖蒲 敬久 (SHOUBU TAKAHISA)
独立行政法人日本原子力研究開発機構・量子ビーム応用研究部門・研究員
研究者番号: 90425562