

高輝度放射光 CT 法による鉄鋼材料の超長寿命域における疲労破壊機構の解明

研究代表者	神戸大学大学院	工学研究科	教授	中井 善一
共同研究者	神戸大学大学院	工学研究科	准教授	田中 拓
共同研究者	神戸大学	自然科学融合環	助教	日和 千秋
共同研究者	神戸大学大学院	工学研究科	助教	塩澤 大輝

1. 緒言

金属材料の疲労現象が発見されて以来1世紀半以上が経過し、これまで多くの研究が行われてきたが、今なお疲労を主因とした破壊事故が後を絶たない。その原因は、設計者、製造者、使用者が疲労現象に対する認識不足や不注意によることもあるが、疲労寿命が種々の因子の影響を受け、あまりにも複雑な現象であるために、実用機器の疲労寿命を十分な精度で予測することが困難な場合が多いことにも起因している。その解決のためには、疲労のメカニズムの解明とそれに基づく損傷評価法の開発が必要不可欠である。特に、新たな製品が開発された場合、経験に基づく設計や保守管理のみでは十分に安全性を確保できない場合があり、メカニズムに基づいて疲労寿命および疲労損傷評価を行うことが必要となる。

鉄鋼材料は、室温・大気中において疲労限度を持ち、 10^7 回の繰返しに耐えることができれば、それ以上振幅が一定の負荷を繰返し続けても疲労破壊することはないものと考えられてきた。しかしながら、近年、高強度鋼において、 10^8 回以上の繰返し後に疲労破壊する場合のあることがわかってきた。このような超長寿命疲労では、材料内部に存在する介在物よりき裂が発生し破断に至ることが、 10^7 回以前に疲労破壊する場合と決定的に異なっている。後者の場合、材料表面に発生したき裂が進展し破断に至る。材料内部にき裂が発生する場合、き裂の基点となる内部の微小な介在部の位置および寸法、および微小な内部き裂の検出法を開発する必要がある。しかしながら、一般に鉄鋼材料の内部観察に用いられている産業用 X 線 CT 法や超音波イメージング法では、 $100\ \mu\text{m}$ 以下の寸法の内部介在物やき裂を非破壊的に検出することはできない。

そこで、本研究では大型放射光施設(SPring-8)によって得られる高輝度放射光を用いて、鉄鋼材料の内部観察を試みた。SPring-8では、実験室向け X 線装置の X 線と比較して高輝度かつ指向性が高く、必要な単色 X 線を分光器で取り出すことができるため、高空間分解能かつ高感度な画像を得ることができる。また、高い平行性を有する放射光では、後述の屈折コントラスト法を利用することにより、高い検出能を実現することができる。本報告では、SPring-8の放射光を用いた内部の微細な介在物およびき裂を検出する技術の確立を行い、微小き裂観察への適用性について検討を行った結果について述べる。

2. 実験方法

2.1 測定装置

SPring-8は、兵庫県西部の西播磨学園都市に建設された周長約1.5 kmの蓄積リングを持つ大型放射光施設である。SPring-8には現在、49本のビームラインがあるが、本実験は産業用ビームラインBL19B2、第3ハッチにおいて行った。X線は偏向電磁石を線源とする単色X線を用いた。測定装置の構成概要を図1に示す。検出器としてズーミング管（浜松ホトニクス製、C4880-50-24A）およびCCDカメラを用いた。

X線CT法では、観察対象にX線を照射し、透過したX線が作る二次元像を、試料を回転させて種々の角度で撮影する。得られた画像群から数値演算処理を施すことにより、三次元像を再構成する。断面図の再構成には、SPring-8が公開している、FBP (Filtered Back Projection) 法を用いたソフトウェアを適用した。

2.2 屈折コントラスト法

放射光を用いた透過像では、屈折コントラストイメージが得られる。図2に屈折コントラスト法の原理を示す。平行なX線が試料に入射した場合、透過像上で試料の密度分布境界線上にあたる部分では、

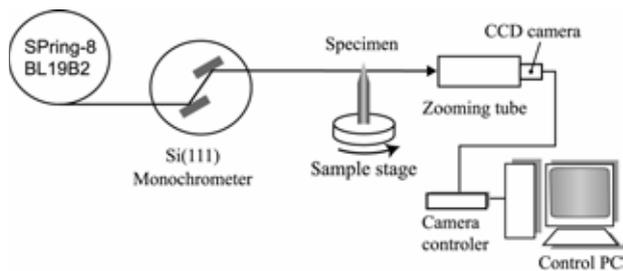


図1 測定装置の概要

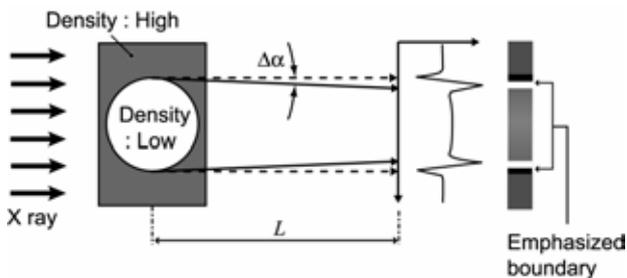


図2 屈折コントラスト法

屈折した X 線と直進した X 線の重なりが顕著に現れる。屈折した X 線が届かない検出面上では強度が落ち、わずかに内側では屈折光の寄与で強度が増す。このため、吸収線量の差が低い場合でも、密度分布による屈折により高コントラストイメージが得られる。

境界における屈折角が $\Delta\alpha$ である場合、検出器の空間分解能を d とすると試料-検出器間距離 L は $d / \Delta\alpha$ 以上でなければ屈折コントラストの効果は得られない。

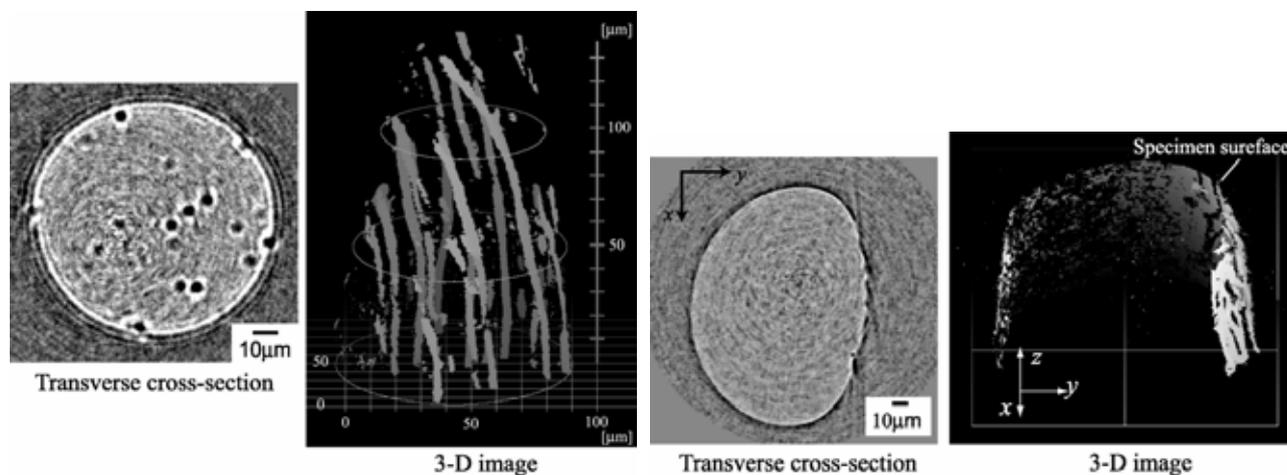
3. 高強度鋼における介在物の検出 [1-2]

内部疲労き裂発生 の 基 点 となる 介在物 の 検出 可能性 について 検討 した。測定 には、快削鋼 (SAE12L14, SAE1215) および 機械 構造 用 炭素 鋼 (S35C) を 用いた。放射 光 による CT イメージング 像 を 図 3 に 示す。撮影 条件 は、X 線 エネルギー 25keV、ズーム ング 管 倍率 80 倍、試料 - カメラ 間 距離 300mm である。快削 鋼 の 場合、試料 の 横断面 図 を 示した 図 3(a) より、複数 の 円状 の 像 が 試験 片 内部 に 分布 して いる こと が 分かる。これら の 黒い 円状 の 像 は、鉄 鋼 材料 内部 の 密度 の 異なる 金属 組織 である と 考え られる。黒い 円状 の 直径 は、約 7~9 μm 程度 であ った。

図 3(a) の 右側 に 示した 三次元 イメージ ング には、得られ た CT 像 に 二値化 処理 を 施し、明暗 を 逆に 表現 した 後、三次元 イメージ ング 化 処理 を 施して いる。図内 の 白色 で 表現 されて いる 部分 は 横断面 像 で は 黒色 の 部分 に 相当 する。また、試験 片 の 輪郭 (表面) に 現れる 明暗 線 は 除去 し、輪郭 の 概要 を ワイヤ ー フレーム で 示して いる。内部 に 母地 と 異なる 組織 が 多数 分布 して おり、試料 長手 方向 に 細長 く 伸びて いる こと が 分かる。また 切削 時 の 塑性 変形 により 曲が った 試料 先端 の 形状 に 応じて 組織 が 曲が っている こと が 観察 できる。一方、図 3(b) に 示した 炭素 鋼 の CT 像 で は 内部 に この ような 像 が 現れて いない。

CT イメージング におい て 検出 され た 組織 を 同定 する ため に、エッチング による 金属 組織 観察 および EPMA (Electron Probe Micro-Analysis) による 組織 分析 を 行 った。観察 は 試験 片 長手 方向 に おい て 行 った。

図 4 は エッチング なし、およ び 3% ナイタル による エッチング 後 の 組織 写真 である。快削 鋼 の 組織 写真 (図 4(a)) におい て 他 の 組織 と 比較 して 黒色 に 見える 部分 は 介在物 である と 推定 される。炭素 鋼 の 組



(a) 快削鋼 (SAE12L14)

(b) 炭素鋼 (S35C)

図3 CT イメージング像

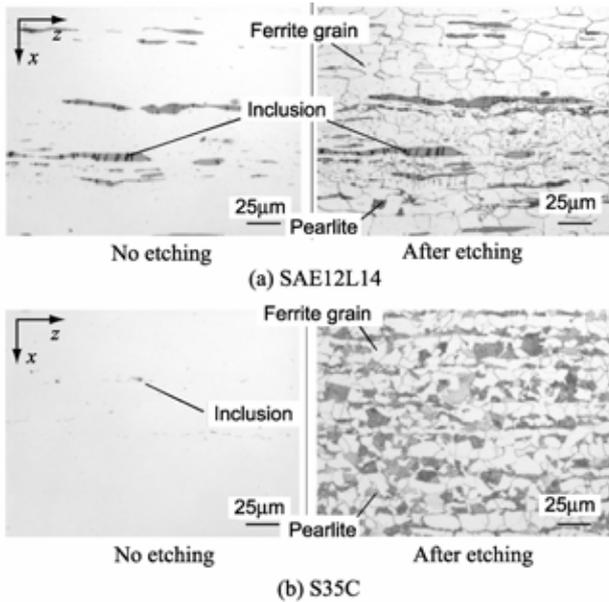


図4 金属組織写真

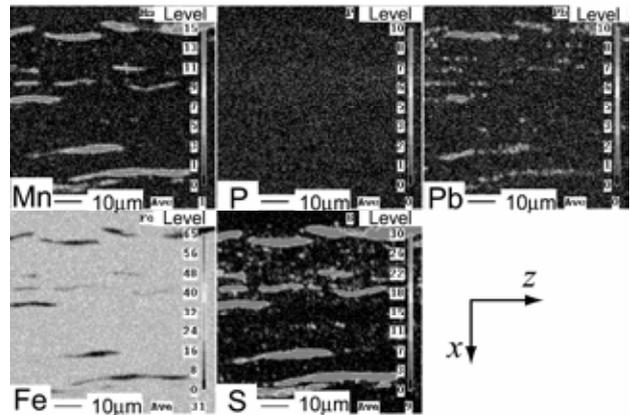


図5 元素分析 (SAE12L14)

織写真 (図4(b)) では、エッチング処理を施すことにより、フェライト・パーライト相の組織が現れている。この場合、黒色に見えるパーライト相が介在物と同様に試験片長手方向に伸びるように分布している。快削鋼について EPMA を用いて組織成分の分析を行った結果を図5に示す。この図では、元素の含有率が高い部分が明るい色調で表現されている。図より S, Mn, Pb が多く存在していることが分かる。これらの成分は長手方向に細長い形状で分布している。図4と5を比較すると、CT イメージングではパーライト相は検出されず、MnS 介在物を検出していることがわかる。

4. 疲労き裂の検出 [3-4]

4.1 フレッシング疲労き裂の検出

フレッシングとは接触した面間において、微小なすべりの繰返しが起こる現象であり、これらの作用により疲労強度が著しく低下することが知られており、フレッシング疲労と呼ばれている。実際にフレッシング疲労は、車軸、タービンなど多くの機器・構造物において生じている。発生直後の疲労き裂は複雑な形状をしており、その進展メカニズム解明とき裂進展寿命を評価するためには、その形状を正確に測定することが必要である。そこで、放射光 CT イメージングによってフレッシング疲労き裂の観察を行った。

疲労試験装置の概要と CT 観察用の試料採取場所を図6に示す。観察に用いた材料は、析出硬化型ステンレス鋼である。CT 観察において、X 線エネルギーは 35KeV とした。

カメラ-試料間距離 L を 160mm および 1,160mm と変えて試料の同じ箇所での測定を行った結果を図7および8にそれぞれ示す。本測定では、 0° から 180° までを 2° 刻みで透過像を撮影した。図7では三次元形状に再構成した像の、図6に示した接触面に平行な面における断面積を示している。また図8は、図内の点線における断面積である。図7および図8より L を 160mm とした場合では $L=1160mm$ とした場合と比較して、点線②で示したような不明瞭な箇所があることが分かる。このように屈折コントラストにより通常の吸収コントラストでは観察できない組織がこの現象を利用すると観察できるようになる。

図7(a),(b)および(c)の像を得た箇所の試料表面の電子顕

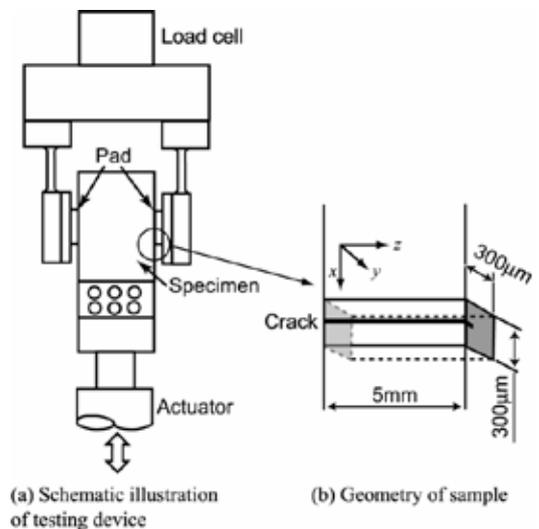


図6 フレッシング疲労き裂の観察

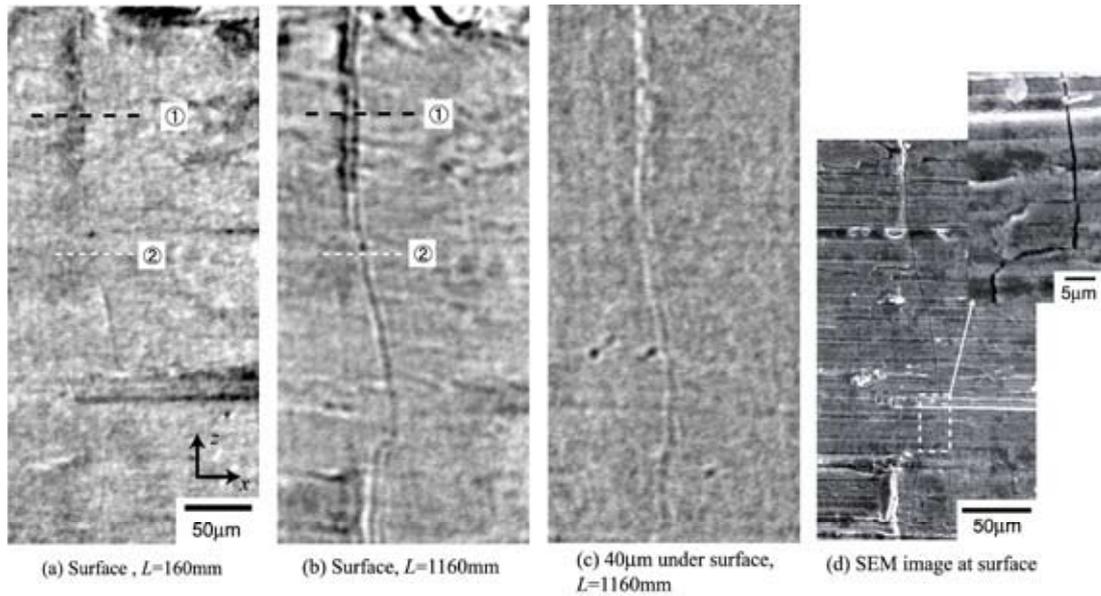


図7 屈折コントラストの影響

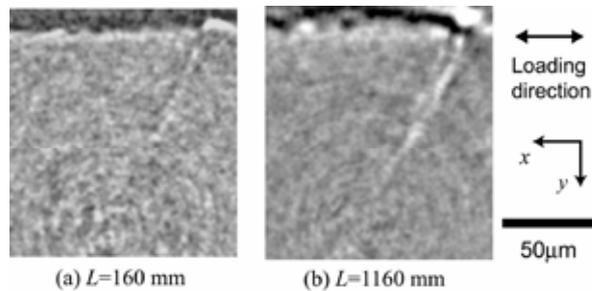


図8 フレッシング疲労き裂のイメージング像

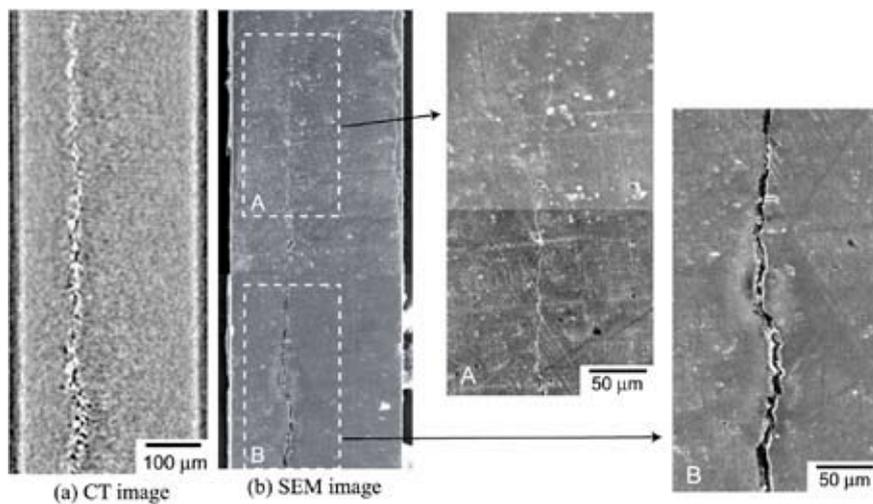


図9 内部における観察結果の比較

微鏡(SEM)画像を図7(d)に示した。SEM画像上のき裂が屈曲を示す位置および形状と同様のものがCTにより得られていることが分かる。また図7(d)内のき裂が屈曲を示す位置を拡大した画像が示すように、表面におけるき裂開口量は $1\mu\text{m}$ 以下であり、微小な開口量のき裂でも検出できていることが分かる。

次に、CTにより得られた内部における観察結果と実際のき裂形状との対応について調べるため、CTの測定を行った後、試料をエポキシ系樹脂に埋め込み、表面から $80\mu\text{m}$ 程度研磨を行った。この研磨を行った試料についてSEMにより実際の内部のき裂形状を観察した。SEM画像および表面から $80\mu\text{m}$ の位置におけるCT像を図9に示す。図9(a),(b)より、SEM画像のき裂と同じ位置にCT像でもき裂像が得られていることが分かる。しかしながらき裂近傍と内部のCT像ではき裂像の様相が異なっている。表

面近傍では連続な形状としてき裂が検出されているのに対し、試料内部では粒状の像が連結した形状が観察されている。図 9(b)に示したこれらのき裂形状を示す箇所(A, B)の詳細な SEM 画像より、粒状の像が観察された領域 B ではき裂面の粗さが大きく、部分的にき裂面が接触していることが分かる。き裂像のコントラストが低く観察された領域 A では、領域 B と比較してき裂の開口量が小さい。したがって、CT 像上でき裂が粒状に観察される箇所は、き裂開口量が大きくかつ部分的に接触しているものと考えられる。

これらのことにより、CT 像では、内部の詳細なき裂形状が反映されており、非破壊的にき裂形状の三次元像を得ることができるため、き裂伝ばモードの変化やき裂の合体に伴う複雑な形状変化を観察できることがわかった。現在、CT により得られたき裂から有限要素解析モデルを構築し、き裂の破壊力学的評価を試みている。

4.2 ねじり疲労き裂の検出

ねじり疲労き裂におけるき裂も、その成長に伴って、せん断モードから引張モードへき裂伝ばモードが変化して、複雑なき裂形状を呈することが知られている。そのメカニズム説明および微小き裂の観察への適用性の検討を行った。観察に用いた材料は高強度鋼である。X 線エネルギーを 35keV、カメラ-試料間距離を 160mm とし、 0° から 180° まで 1° 刻みで透過像を得た。

検出されたき裂の試料表面における SEM 画像および試料内部の断面における CT 像を図 10 に示した。図 10 より、試験片長手方向に伸びた Crack A と幅方向に伸びた Crack B の 2 つのき裂が存在していることが分かる。フレットング疲労き裂と異なり、カメラ-試料間距離を 160mm と小さくした場合でも、ねじり疲労き裂が検出された。この原因として応力比 $R=-1$ のねじり疲労試験では、き裂面が接触し、摩耗することで無負荷状態でもき裂が開口したのと考えられる。

Crack A および Crack B の三次元イメージング像を図 11 および 12 にそれぞれ示す。図 11 より Crack A

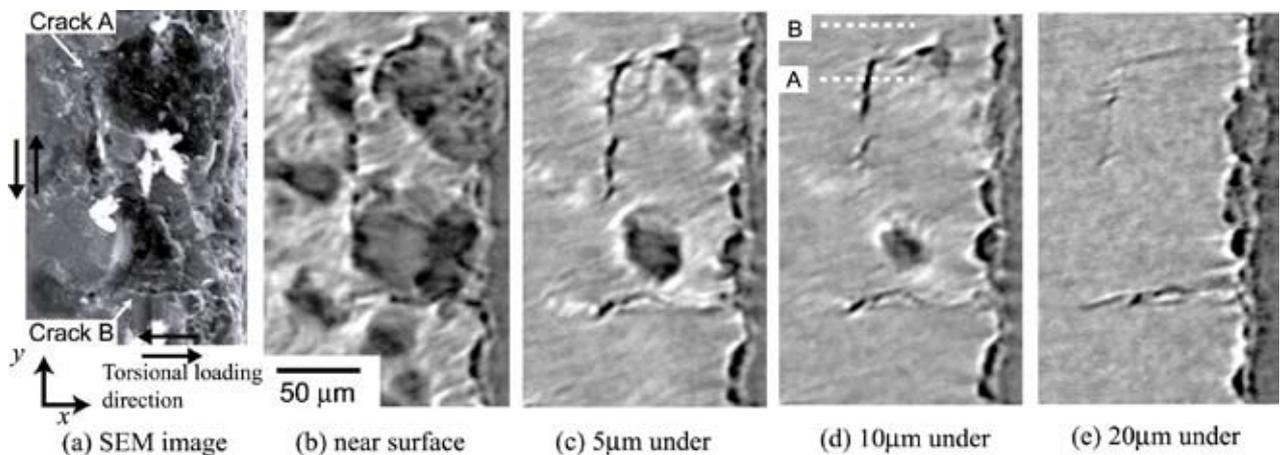


図 10 ねじり疲労き裂の SEM および CT イメージング像

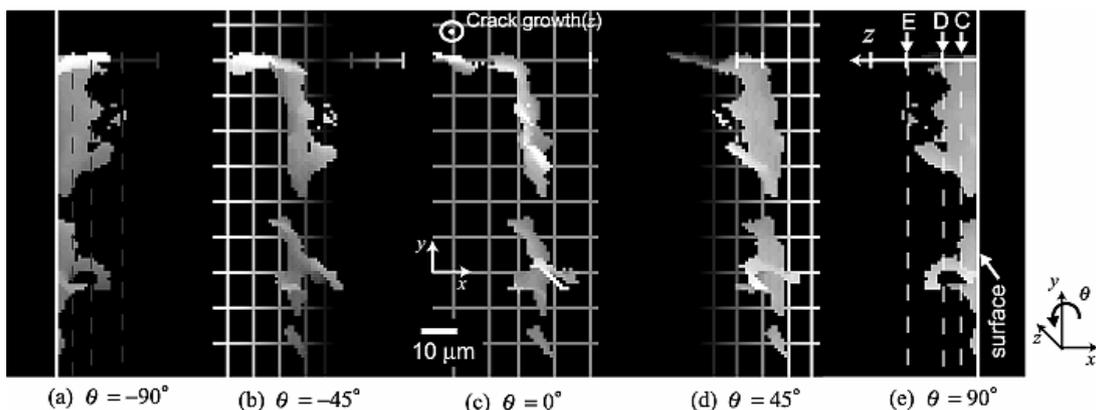


図 11 3-D CT イメージング像(Crack A)

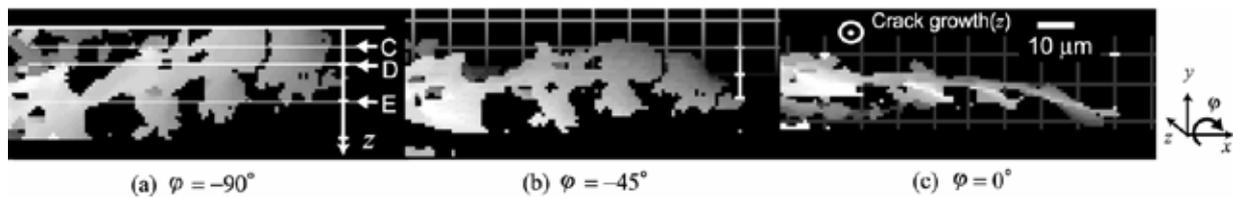


図 12 3-D CT イメージング像(Crack B).

はき裂長さ $40\mu\text{m}$ 、き裂深さ $20\mu\text{m}$ のき裂と、き裂長さ $30\mu\text{m}$ 、き裂深さ $10\mu\text{m}$ のき裂で構成されていることが分かる。また、Crack A と Crack B はき裂先端が部分的に開口した複雑な形状を示している。また、全体としては最大せん断応力面に沿っていても微視的には最大主応力方向に垂直となっている部分の多いことは興味深い点である。

5. 結 言

鋼中の内部の観察手法として、放射光を適用した X 線イメージング手法を開発した。鋼中の介在物、ねじり疲労試験およびフレット疲労試験により導入されたき裂の観察を行った結果、次のような知見を得た。

- (1) 放射光 CT イメージングにより、直径 $7\sim 10\ \mu\text{m}$ 程度の円柱状に分布する介在物の三次元的な位置、形状および寸法を定量的に評価できることがわかった。
- (2) フレット疲労き裂について、試料表面に対して斜めに発生する発生初期のき裂形状を三次元的に観察することができた。また、屈折コントラストの効果により $1\mu\text{m}$ 程度の開口量をもつき裂を検出することができた。
- (3) 材料を表面より研磨し材料内部におけるき裂形状を電子顕微鏡により確認したところ、CT イメージングによる観察結果とほぼ同じであり、き裂形状を的確に観察できていることが証明された。
- (4) ねじり疲労によるき裂については、き裂深さが $10\ \mu\text{m}$ 程度の微小なものを検出することが可能であった。また、フレット疲労き裂の場合と同様に、き裂先端形状を観察することができた。

以上のことから、本研究で開発した放射光 CT イメージングは、高分解能で内部の介在物およびき裂形状を詳細に観察できることから、超長寿命域における内部起点型疲労破壊のメカニズム解明に対する有用な手法であることが明らかとなった。また、鉄鋼材料における未知の疲労現象の解明に役立つものと期待される。

本研究は JFE21 世紀財団の援助を受けると共に、(財)高輝度光科学研究センター(JASRI)の大型放射光施設(SPring-8)の援助を受け、産業ビームライン(BL19B2)で実施した(課題番号 200B0179, 2006A1444 および 2006B0216)。さらに、JASRI・梶原堅太郎氏には、SPring-8 測定装置使用法についてのご指導をいただいた。記して謝意を表す。

参考文献

- [1] Y. Nakai, D. Shiozawa, H. Tanaka, Y. Morikage, H. Okado and T. Miyashita : “Quantitative Analysis of Inclusions and Fatigue Cracks in Steel by X-ray Computed Tomography Using Ultra-bright Synchrotron Radiation”, New Methods of Damage and Failure Analysis of Structural Parts, Ostrava, Czech (2006) 277-286.
- [2] 塩澤大輝, 中井善一, 森影康, 田中拓, 尾角英毅, 宮下卓也 : 「高輝度放射光の X 線 CT イメージングを用いた高強度鋼中の介在物の定量的評価」, 日本機械学会論文集 (A), 第 72 巻, 第 724 号 (2006) 1846-1852.
- [3] Y. Nakai, D. Shiozawa, Y. Morikage, T. Kurimura, H. Tanaka, H. Okado and T. Miyashita : “Observation of Inclusions and Defects in Steels by Micro Computed-tomography using Ultrabright Synchrotron Radiation”, Fourth International Conference on Very High Cycle Fatigue Edited by John E. Allison, J. Wayne Jones, James M. Larsen and Robert O. Ritchie : The Minerals, Metals & Materials Society (2007) 67-72.
- [4] 塩澤大輝, 中井善一, 栗村隆之, 森影康, 田中拓, 尾角英毅, 宮下卓也, 梶原堅太郎 : 「放射光マイクロCTによる鋼中のき裂観察」, 材料, Vol.52, No.10, (2007) pp. 951-957.