

疲労とクリープ損傷度評価への 後方散乱電子回折像法(EBSP法)の応用

後方散乱電子回折像法 (Electron Backscatter Diffraction Pattern法, 以下EBSP法) はもともと材料の結晶方位等の微視的組織解析を目的に使用されてきたが^{1)~3)}、変形に伴う結晶の回転や、転位の導入による回折像の乱れを捉えられるため、これらの挙動を定量化できれば疲労やクリープ損傷を受けた材料の損傷度が評価でき、構造物としての余寿命推定が可能となる。そこで本稿では代表的な高温構造材料である市販のSUS316および原子力用SUS316NGについて、引張、疲労、クリープなどの損傷を与えてEBSP解析を行い、各損傷度とEBSPパラメーター間の相関関係 (マスターカーブ) を取得し、損傷の定量的評価が可能であることを示した。また、一例として得られた疲労損傷マスターカーブを利用して、実機の低サイクル疲労に対する余寿命推定法を提案した。

B-1

EBSPによる損傷評価法の原理

- 1) 与田利花ほか：R&D神戸製鋼技報, Vol.52(2002), No.2, p.66
2) R.Yoda et al. : Microscopy and Microanalysis, Vol.8, supp.2, (2002), CD676
3) 与田利花ほか：R&D神戸製鋼技報, Vol.55(2005), No.1, p.56

EBSP法は、走査電子顕微鏡 (SEM; Scanning Electron Microscope) の試料室内で試料に電子線を照射した際に発生する後方散乱電子回折像すなわちEBSP (第1図) をもとに照射点の結晶方位を計測する方法である。第2図に示すように微小ステップサイズごとに電子線を走査することにより、試料の平面領域における各点のEBSPと結晶方位情報を得ることができる。

金属材料が塑性変形を受けると、転位の導入によって結晶粒内や粒界において回転やすべりを生じ微小な方位変化がもたされるため、この方位変化 (Misorientation) を変形の指標として用いることが期待できる。そこで本稿ではこの方位変化に着目して、低サイクル疲労とクリープ損傷の評価パラメータとしての適用可能性を検討した。

方位差の算出にはTSL社OIM (Orientation Imaging MicroscopyTM) システムを用いた。方位差は以下の方法で求めた。

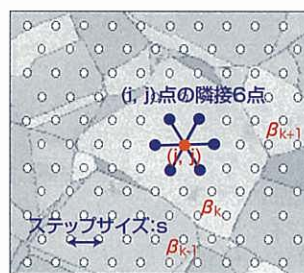
第2図に示すように解析ステップサイズをsとする六角形状の二次元配列測定データの中で、k番目の結晶粒について全隣接2点間の方位差を求め、これらを平均してその結晶粒の平均方位差 β_k とした。さらにk番目の結晶粒面積を A_k 、全結晶粒面積をAとして、結晶粒面積の重み付き平均値を粒平均方位差 (GAM; Grain Average Misorientation) と定義した。すなわちGAMは次式で表される。

$$GAM = \left[\sum_{k=1}^m (\beta_k A_k) \right] / A \quad \dots\dots\dots (1)$$

ここで、m: 結晶粒の数、 β_k : k番目の結晶粒における平均方位差である。



第1図 SUS316から得られるEBSPの一例



s: ステップサイズ
(i, j): 各電子線照射点
 β_k : 結晶粒kにおける平均方位差
 β_{AREA} : 測定領域の平均方位差
 $\beta_{AREA} = \left[\sum_{k=1}^m (\beta_k A_k) \right] / A$
 A_k : 結晶粒kの面積
A: 全結晶粒の面積 (= $\sum A_k$)

第2図 EBSPによる方位差の測定・解析方法

B-2

塑性歪の検出

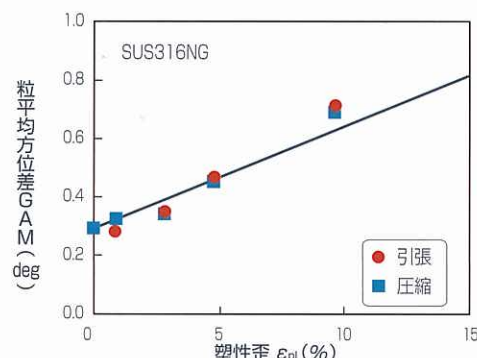
SUS316NGについて無負荷材および9.7%の引張塑性歪付与材の逆極点図 (IPF; Inverse Pole Figure) マップを第3図に示す。

引張変形材には結晶性の乱れや方位の乱れが明



第3図 無歪および9.7%歪材の逆極点図方位 (IPF) マップ

瞭に認められ、塑性歪ありなしの定性的な判断がIPFマップによって可能であることがわかる。



第4図 引張/圧縮変形における塑性歪と粒平均方位差の関係

第4図に示すように塑性歪 ε_{pl} と粒平均方位差GAM間には引張、圧縮によらず同一の線形関係が得られ、塑性変形に対するマスターカーブとして使用できる。

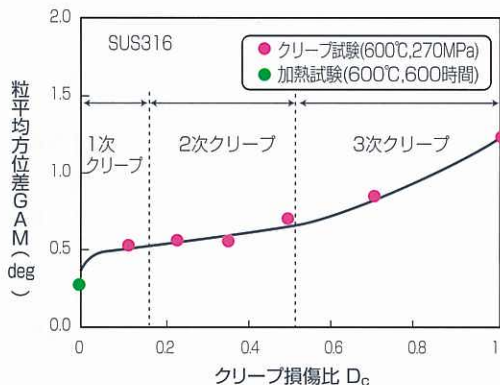
このマスターカーブの適用事例としてロックウ

エル圧痕周辺の残留歪分布が報告されており、多軸歪状態においても、本マスターカーブによってMises相当塑性歪の分布が大略推定できることが示されている⁴⁻⁵⁾。

4)横幕俊典ほか：第54期材料学会通常総会学術講演会前刷集(2005), p.47
5)与田利花ほか：材料とプロセス, Vol.18, No.6, (2005), p.1582

クリープ損傷度の検出

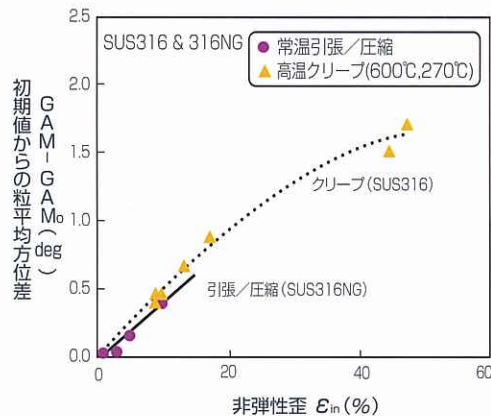
SUS316について600℃にて270MPaのクリープ破断試験を行い破断寿命 t_r を求めた後、種々の負荷時間 t でクリープ試験を中断し損傷材を作製した。そして前項と同様にEBSPによる粒平均方位差を求め、クリープ損傷比 D_c ($=t/t_r$)との関係を求め第5図に示した。



第5図 クリープ損傷比と粒平均方位差の関係

ここで、損傷比0のデータとしては無負荷で600℃の長時間加熱材の方位差 GAM_0 をプロットした。重錘負荷時に瞬間歪(主に塑性歪成分からなる)が発生するためGAMに大きな変化があるが、2次クリープ領域では損傷比の増加とともにGAMが漸増し、3次クリープ付近から更に増大している。すなわちGAMはクリープカーブと同様な時間的变化を示しており、非弾性歪と良好な相関性があることが示唆される。

第6図には初期からの粒平均方位差の変化 ΔGAM ($=GAM - GAM_0$)と非弾性歪(塑性歪+クリープ歪)の関係を示した。



第6図 クリープおよび常温引張/圧縮における非弾性歪と粒平均方位差変化 ΔGAM の関係

第3次クリープ開始点近傍の非弾性歪20%程度までは、非弾性歪と ΔGAM と間には良好な線形関係が成立している。第5図のクリープ損傷比とGAMの関係には負荷応力依存性が現れるが、非弾性歪と ΔGAM の関係には負荷応力依存性が少なく、クリープ寿命診断用のマスターカーブとして利用できることが明らかになった⁶⁾。

第6図には、クリープデータに加えて第4図に示したSUS316NGの常温引張/圧縮試験のデータも合わせてプロットしたが、両者はほぼ同一の関係となっていることから、長時間のクリープにおける損傷マスターカーブを引張や圧縮の短時間試験から簡便に推定できることがわかる。なお、同様の結果がフェライト系材料についても報告されている⁷⁾。

6)与田利花ほか：材料とプロセス, Vol.19, No.3, (2006), p.450

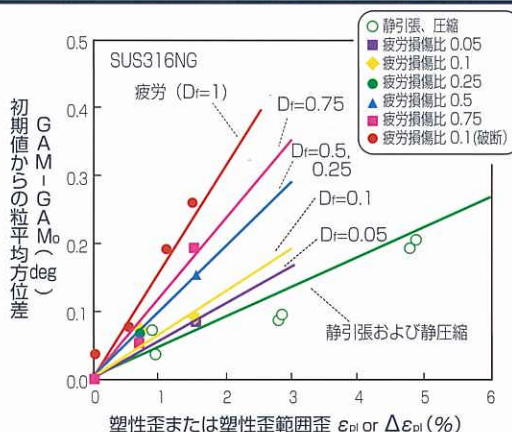
7)美野和明ほか：日本金属学会誌, Vol.64, (2000), p.50

低サイクル疲労損傷度の検出

SUS316NGについて、前項のクリープ試験同様、種々の歪範囲で常温低サイクル疲労試験を行って破断繰り返し数 N_f を求めた後、種々の疲労損傷比 D_f ($=n/N_f$)で途中止めした試験片を作製して、塑性歪範囲 $\Delta\varepsilon_{pl}$ と粒平均方位差変化 ΔGAM の関係を求めた⁸⁾。

第7図に示すように疲労損傷比が $0 < D_f < 1$ のデータは、単調引張/圧縮試験(繰り返し数 $n = 1$ に相当する)のデータと $D_f = 1$ (繰り返し数 $n = N_f$)のデータの間に位置しており、損傷比の増加とともに線図の傾きが増大する。

$D_f = 1$ の線図の傾きは静引張および静圧縮変形の傾きの約4倍になっている。



第7図 低サイクル疲労および引張/圧縮変形における塑性歪と粒平均方位差変化の関係

B-4

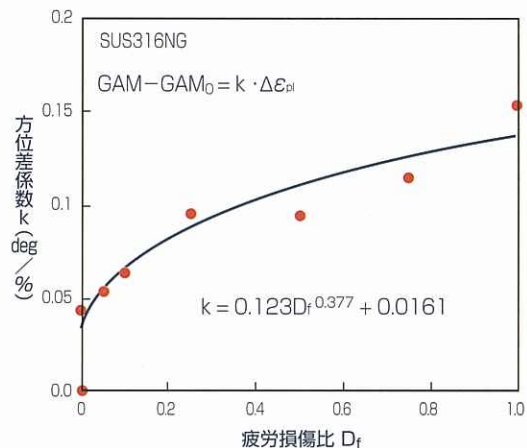
このことから一方向の単調変形に比べて繰り返し変形のある場合には破壊時において約4倍の方位差変化があることがわかる。塑性歪範囲と方位差変化 ΔGAM の間には大略比例関係が成立し、その比例定数 k は疲労損傷比に対して次式のような非線形関係となる（第8図）。

$$\Delta GAM = k(D_f) \Delta \varepsilon_{pl} \quad \cdots \cdots (2)$$

$$k(D_f) = 0.123D_f^{0.377} + 0.0161 \quad \cdots \cdots (3)$$

本式がSUS316NGの低サイクル疲労損傷に関するマスターカーブとなる。

第8図より ΔGAM は、疲労損傷比 D_f の増大とともに初期に急増し、その後は損傷比とともにほぼ比例的に増加することがわかる。



第8図 低サイクル疲労損傷比と方位差変化係数の関係

B-5

低サイクル疲労余寿命推定法の提案

機器の塑性歪範囲 $\Delta \varepsilon_{pl}$ が何らかの方法で既知の場合には、計測した方位差変化から(2)式を用いて $k(D_f)$ が得られ、更に(3)式から損傷比 D_f を推定することができる。しかし一般には塑性歪範囲は不明であるため、上記の(2)式と(3)式のみからは損傷比を求められない。そこで以下の方法を提案する。

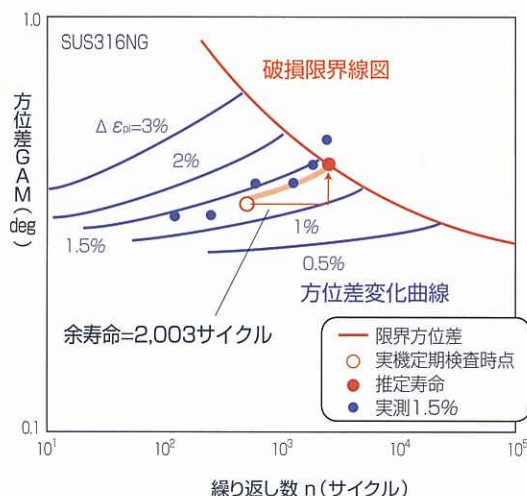
(2)および(3)式から、 $\Delta \varepsilon_{pl}$ ごとに疲労損傷比 D_f と ΔGAM の関係が得られる。ここで $D_f = n/N_f$ であるから、 $\Delta \varepsilon_{pl}$ に対応する疲労寿命 N_f が既知であれば ΔGAM と繰返し数 n の関係が得られる。

SUS316NGにおいて低サイクル疲労における塑性歪範囲と寿命の間には以下のManson-Coffin則が成立する。

$$\Delta \varepsilon_{pl} = 49.3N_f^{-0.456} \quad \cdots \cdots (4)$$

この $\Delta \varepsilon_{pl}$ と N_f の関係を、(2)、(3)式に適用すれば塑性歪範囲ごとの方位差の発達曲線が第9図のように得られる。

ここでは代表的な例として $\Delta \varepsilon_{pl} = \Delta 0.5, 1, 2$ および3%の変化曲線を示したが、任意の塑性歪範囲に対する曲線を描くことができる。



第9図 方位差変化線図による余寿命推定法の提案

そして各歪範囲において $D_f=1$ （すなわち $n=N_f$ ）における方位差が低サイクル疲労の破壊限界値となり第9図の各変化曲線の打ち切り条件となる。

この線図を用いれば実機の余寿命診断と負荷歪の推定が容易に行える。

例えば運転後500サイクルにおいて粒内方位差を計測し 0.355° であったとすると、その後の運転条件が同一であれば、 $n=500$ サイクル、 $GAM=0.355^\circ$ の点を通る変化曲線に沿って方位差が変化し、限界曲線に交差する時点で疲労寿命と診断される。

この例の場合には塑性歪範囲1.39%、余寿命2003サイクルと推定される。

SUS316系合金ではEBSPパラメータとして粒平均方位差が損傷の指標になることを示したが、損傷過程での下部組織の変化を考慮して材料に応じた適切なパラメータの選択が必要である。

弊社ではステンレス鋼、低合金鋼、超合金など各種材料の損傷評価に取り組んでおり、材料に応じた適切なパラメータを抽出していきたい。また、上記で紹介した低サイクル疲労損傷度評価は比較的歪範囲が大きい（塑性歪範囲0.5%以上）場合に適用できるものであり、実用上重要なより低歪範囲の損傷度評価に対してはEBSP計測機器を含めた方位差測定精度の改善が必要であり、今後の課題である。

[エンジニアリングメカニクス事業部

強度技術部 横幕 俊典]

[エレクトロニクス事業部 技術部 与田 利花]