

球状黒鉛鋳鉄への高分解能4Dイメージングの適用

清水, 一行
九州大学大学院工学研究院機械工学部門

戸田, 裕之
九州大学大学院工学研究院 : 教授

山口, 森彦
豊橋技術科学大学機械工学系

Buffiere, Jean-Yves
INSA de Lyon

他

<https://hdl.handle.net/2324/1804185>

出版情報 : Journal of Japan Foundry Engineering Society. 86 (1), pp.19-25, 2014-04-01. Japan Foundry Engineering Society

バージョン :

権利関係 :

球状黒鉛鑄鉄への高分解能 4D イメージングの適用
Application of high-resolution 4D imaging to ductile
cast iron

清水一行^{*}, 戸田裕之^{**}, 山口森彦^{*}, Jean-Yves
Buffiere^{***}, Joël Lachambre^{***}, 上杉健太郎^{****}, 小林
正和^{*}

Kazuyuki Shimizu^{*}, Hiroyuki Toda^{*}, Jean-Yves
Buffiere^{**}, Joël Lachambre^{**}, Kentaro Uesugi^{*},
Masakazu Kobayashi^{*}

^{*} 豊橋技術科学大学 機械工学系

Department of Mechanical Engineering, Toyohashi
University of Technology

^{**} 九州大学 工学研究院 機械工学部門

Department of Mechanical Engineering, Faculty of
Engineering, Kyushu University

^{***} INSA de Lyon, Laboratoire MATEIS umr CNRS
5510

^{****} (財) 高輝度光科学研究センター

Japan Synchrotron Radiation Research Institute

Keyword: Nodular ductile iron, Fatigue crack,
Synchrotron radiation, X-ray CT, Strain mapping

球状黒鉛鑄鉄, 疲労き裂, 放射光, X線 CT, 歪みマッピ
ング

Abstract

Recently, high spatial resolution, which is close to the physical limit, has been achieved in the synchrotron X-ray tomography technique, in which high resolution 3D imaging had been difficult. In the present study, its applicability to 4D imaging (i.e., consecutive capturing of 3D images) is investigated, then being actually applied to the fatigue crack propagation behavior of a ductile cast iron. The shape and spatial distribution of graphite nodules and the 3D morphologies, opening displacement and crack growth rate of a crack are measured together with crack-tip strain mapping. Significantly complex shape of graphite nodules and a crack can be observed.

The fatigue crack is propagated with absorbing graphite nodules successively. Its growth behavior is affected strongly due to stress shielding / anti-shielding effects. The strain distributions around a crack-tip appear to be discontinuous and heterogeneous. The physical mechanisms of three-dimensionally complex crack propagation behaviors are discussed on the basis of these images and quantitative information.

Abstract 和訳

ここ数年，従来は放射光 X 線トモグラフィーにより高分解能で 3D 観察することが困難であった鉄系材料について，理論値に近い高空間分解能での観察が実現されている．本研究では，まず，鉄系材料で 4D 観察（3D 画像の連続取得）が可能であるかを確認した後，これを球状黒鉛鋳鉄における疲労進展き裂挙動に適用した．3D 画像から黒鉛の形状や空間的分布，き裂の 3D 形態，開口変位，進展速度やき裂先端周囲の歪み分布を計測した．黒鉛やき裂の三次元的に非常に複雑な形状が観察できた．

疲労き裂は，黒鉛と順次合体しながら進展した．その進展挙動は，黒鉛による応力遮蔽/反遮蔽効果により大きな影響を受けた．き裂先端近傍の歪み分布は不連続かつ不均一であった．き裂の三次元的に複雑な進展挙動の発現メカニズムをこれらの画像や定量化結果より議論した．

1. 緒言

現実の材料のき裂は，偏向や分岐，局所的な遅延や先行などにより，三次元(3D)的に複雑な様相を呈する．従来から行われてきた表面・断面観察では，これを正確に把握し，またマイクロ組織との相互作用を把握するのは困難である．特に，球状黒鉛鋳鉄のように多数のマイクロ構造が不規則かつ高密度に空間分布する場合，その評価は一層困難と言える．

最近，シンクロトロン放射光を用いたX線トモグラフィ(CT)により，1 μm ないしサブミクロンの高空間分解能で材料の各種挙動を3D/4D可視化(4Dは，3D連続観察)する試みが多数報告されている¹⁾⁻¹⁰⁾．また，単なる観察だけではなく，3D/4D画像の高度な解析により，き裂先端開口変位(CTOD)⁴⁾，歪み⁷⁾，元素濃度⁸⁾，結晶粒形状⁹⁾，結晶方位¹⁰⁾などの情報を材料内部で3D/4D計測できる様になっている．ただし，これらの対象は，主にX線透過率の関係から¹¹⁾，軽金属等に限られていた．

一般に，X線イメージングの適用は，原子番号のおよそ4乗に比例する線吸収係数の増加に伴い，急速に困難になる¹¹⁾．このため，鉄系材料では空間分解能が軽金属などの数～数十倍悪く，き裂や損傷，マイクロ組織の観察すら満足にできないという問題があった．ところが，ここ1,2年で高エネルギーを用いたX線イメージングの理解が急速に進み，鉄系材料であっても物理限界に近い高

空間分解能での 3D イメージングが可能となってきた^{12),13)}. 本研究では, まず鉄系材料の高分解能 3D イメージングを 4D イメージングに拡張するための検討を行う. X線 CT 観察では, 一回の撮像に要する数~数十分の間, 変位を固定する必要がある. 金属材料では, その際に応力緩和に伴う変位が生じ, 空間分解能の低下を招く可能性がある. 本研究では, まず応力緩和が分解能へ与える影響を定量化する.

その後, 疲労き裂進展の第 II 段階の黒鉛と疲労き裂の相互作用を可視化し, 3D/4D 定量評価する. X線 CT 画像から黒鉛の形態および分布を 3D 解析し, き裂先端開口変位 (CTOD), き裂進展速度, および歪みマッピングなどの解析を適用することで疲労き裂進展挙動とマイクロ組織の関係を明らかにする.

2. 実験方法

2.1 試料

試料は, 受け入れままの球状黒鉛鑄鉄 (FCD370 相当) である. 化学組成は, Fe-3.4%C-2.6%Si-0.05%Mg-0.19%Mn-0.005%S-0.01%P である. $1.6 \times 1.6 \text{ mm}^2$ 断面の角柱状に切断後, 角部にレーザー加工でノッチを導入した.

疲労き裂伝播試験に先立って行った空間分解能の評価には, 鑄鉄ではなくステンレス鋼 (SAF2507) を用いた. 鑄鉄では, 黒鉛やマイクロ組織で X線が強く屈折してアーティ

ファクトを生じ，空間分解能の計測が困難である．そのため，組織が非常に単純なステンレス鋼を用いた．ステンレス鋼表面には，予め粒径 $0.5 \mu\text{m}$ の炭化タングステン粒子を貼付した．疲労き裂伝播試験の試験片サイズは， $0.6 \times 0.6 \text{ mm}^2$ である．引っ張り軸方向の空間分解能を測定するため，予め引張方向に対して直角に先端半径 0.1 mm のノッチを放電加工で導入した．

2.2 X線イメージング

実験は，高輝度放射光施設 SPring-8 のアンジュレータービームライン BL20XU の第 2 ハッチで行った．X線エネルギーは，試験片サイズに合わせて球状黒鉛鋳鉄では 64 keV ，ステンレス鋼では 37.7 keV と変化させた．それぞれ， $\text{Si}(511)\text{-}(333)$ ， $\text{Si}(111)\text{-}(111)$ 面を用いた二結晶分光器により単色化している． 2048×2048 画素の CMOS カメラ， $\text{Lu}_2\text{SiO}_5\text{:Ce}$ シンチレータおよび光学レンズからなる検出器を試験片から 120 mm 離して設置した．光学レンズを変えることにより，球状黒鉛鋳鉄では画素サイズ $1.4 \mu\text{m}$ ，ステンレス鋼では $0.5 \mu\text{m}$ とした．また，投影数は $1,800$ である．得られた $1,800$ 枚の透過像は，畳込み逆投影法で 16 bit の 3D 画像に再構成した¹⁴⁾．球状黒鉛鋳鉄では $-2 \sim 8 \text{ cm}^{-1}$ ，ステンレス鋼では $-15 \sim 40 \text{ cm}^{-1}$ の線吸収係数の範囲をそれぞれ 8 bit 画像として抽出し，観察・解析に供した．

荷重下で負荷変位固定中に生じる応力緩和に起因する空

間分解能の低下は，専用その場観察用試験機を回転ステージ上に設置して計測した．引張速度は， 0.0005 mm/sec とした．無負荷から破断直前まで8段階の引張荷重でクロスヘッド変位を固定し，撮像を行った．この間の応力緩和に対応する観察視野内の局所的な変位は，撮像中の炭化タングステン粒子の重心位置の変化から算出した．一方，空間分解能の計測では，試料と空気の界面をまたぐ画素値の遷移を計測した．これをフィッティングして得たシグモイド関数を一回微分し，得られたエッジ広がり関数の半値幅をもって空間分解能とした¹⁾．

2.3 疲労試験

X線CTによる疲労破壊のその場観察は，2.2で述べた試験機を用いた．疲労試験では，最大荷重 520 N ，最小荷重 52 N とし，周波数 15 Hz の正弦波を負荷した．負荷開始後， $60,000$ ， $67,000$ ， $72,000$ および $75,000 \text{ cycle}$ で負荷を停止し，最大荷重で保持しながら3D画像を取得した．また， $72,000 \text{ cycle}$ 負荷後に 52 ， 208 ， 364 ， 520 N の各荷重段階まで負荷後，順次歪みマッピング用の3D画像を取得した．

2.4 3D/4D画像解析

得られた3D画像に写る黒鉛および晶出物をマイクロ組織特徴点とし，材料内部の歪みマッピングを行った．まず，

全てのマイクロ組織特徴点をラベリングし、各特徴点の体積、表面積、重心位置を計測した。体積と表面積の計算は、Marching Cubes 法¹⁶⁾によった。体積 125 voxel 以上のマイクロ組織特徴点が黒鉛である。まず、52, 208, 364, 520N で取得した 3D 画像を全ての並進・回転成分について補正しながら位置合わせした。次に、マッチングパラメータ法¹⁷⁾を用いて全マイクロ組織特徴点の追跡を行なった。パラメータの最適化の結果、重み付け係数 α , β , γ , および探索範囲は、それぞれ 0.9, 0.09, 0.01 および 15 μm となった。この時、追跡精成功率は、97.8% であった。追跡できた 6,996 個の黒鉛や粒子を頂点とする四面体で 3D 空間を隙間や重なりなく Delaunay 分割した¹⁸⁾。そして、各頂点の粒子変位から四面体内の垂直歪みおよびせん断歪み成分のマッピングを行った。これ以外のマイクロ組織特徴点追跡法の詳細は、既報に記述されている¹⁹⁾。その他、き裂先端開口変位は、き裂の 3D 形態から直接計測した⁴⁾。

3. 実験結果および考察

3.1 応力緩和と空間分解能の関係

Fig. 1 に、ステンレス鋼の撮像中に計測された荷重の低下挙動を示す。緩和量が最も小さな 119N, 大きな 173N, およびその中間を示している。いずれの場合も変位固定直後から荷重が急激に低下し、時間が経つと緩和量は徐々に小さくなった。

Fig. 2 に 3D 画像の空間分解能と緩和による変位との関係を示す。引張軸と直交する方向では緩和による変位と分解能に有意な相関は見られず、測定位置によるばらつきが大きい。一般に、この方向の空間分解能は、回転中心で最大、観察視野の外縁部で最小となる。試料ステージの回転軸を中心とする円筒座標で、半径（回転中心から分解能測定位置までの距離）を r 、投影数を N とすると、円周方向のサンプリング間隔 λ は、 $\lambda = r \sin(180/N)$ となる¹¹⁾。サンプリング間隔 λ は測定位置によって異なり、約 0.6 mm 角の試験片表面は $r = 0.4 \sim 0.9 \mu\text{m}$ となる。したがって、サンプリング定理に基づけば、この方向の空間分解能は、理想状態でも $0.8 \sim 1.8 \mu\text{m}$ と大きく変化することになる。一方、引張軸方向では、サンプリング間隔は検出器の画素サイズによって規定される¹¹⁾。本実験では、 $0.5 \mu\text{m}$ と一定である。Fig.2 では、引っ張り軸方向で緩和による変位の増加とともに空間分解能が低下する傾向が見られる。しかし、その低下量 $\Delta\delta$ は最大でも $0.18 \mu\text{m}$ であり、約 $1 \mu\text{m}$ の理論空間分解能の 1/6 程度に過ぎない。これらの結果から、応力緩和による空間分解能の低下は、いずれの方向でも無視できる水準と結論できる。得られた実効空間分解能は $1.8 \sim 1.9 \mu\text{m}$ 程度であり、理論空間分解能とかなり近い。したがって、鉄系材料であっても、引っ張り試験や疲労試験のその場観察など、各種 4D イメージングが充分高い空間分解能を担保しながら実施できるものと結論される。

3.2 球状黒鉛鑄鉄の疲労き裂伝播挙動

3.2.1 材料組織

Fig. 3 に、用いた球状黒鉛鑄鉄の光学顕微鏡写真を示す。また、Fig. 4 には X 線 CT によって撮影した 3D 画像中の全粒子の真球度と直径の分布を示す。球に換算して求めた直径 d は平均で $14.7 \mu\text{m}$ であり、大きく分けて $d < 10 \mu\text{m}$ 、 $d = 10 \sim 35 \mu\text{m}$ 、 $d > 35 \mu\text{m}$ の領域に分けられる。 $d < 10 \mu\text{m}$ のものは概ね晶出物であり、真球度は広く分布している。 $d > 35 \mu\text{m}$ のものは黒鉛であり、Fig.3 のように二次元的に見れば円に近いようにも見受けられるが、3D で計測するとその真球度は低い。一方、 $d = 10 \sim 35 \mu\text{m}$ の微小黒鉛は数も多く、より球に近い傾向にあった。

3.2.2 疲労き裂進展挙動

Fig. 5 に疲労き裂伝播挙動を 3D 描画した。き裂前縁はスムーズではなくジグザグであるが、主に黒鉛との頻繁な合体がこれをもたらしていることがわかる。60,000 cycle 以降、試験片角部に存在するコーナーき裂が徐々に進展している。Fig. 6 は、各疲労サイクルにおけるき裂長さを計測し、Fig.5 に示す角度 θ の関数として表示した。図中には、計測した CTOD の分布も合わせて示した。ハッチングは、き裂先端が黒鉛と合体した領域を示している。これらの領域では、局所的に CTOD およびき裂長さが大きく計測されている。き裂が黒鉛と合体した直後では、き裂進展が一次

的に遅延し，き裂長さが若干短くなる傾向が認められる．これを確認するため，Fig. 7にき裂進展速度とき裂進展後のCTODの分布の関係を示した．マクロ的に見れば，き裂進展に伴いき裂進展速度は徐々に増加する傾向にあるものの，同一サイクル数でも，き裂進展速度の局所的な変動がかなり大きいことがわかる．例えば，72,000～75,000 cycleで $\theta = 0 \sim 5^\circ$ に注目すると，表面近傍の黒鉛でき裂が停留し，き裂進展速度が大きく低下している．これは，Fig. 5(c)および(d)の画像からも確認できる．黒鉛と合体後，き裂は基地と黒鉛の界面を通過して伝播した．また，黒鉛がき裂面から上下どちらかにずれて存在する場合，き裂は黒鉛に向かって偏向して進展した．黒鉛と基地組織の弾性定数には10倍程度の差があり，黒鉛は内部欠陥と見なして良い²⁰⁾．したがって，き裂進展は黒鉛による反遮蔽効果²¹⁾により加速され，かつ黒鉛に向かって偏向することで，結果的に複数の黒鉛を縫うように進展することになる．また，晶出物は基地よりも弾性係数が高く，かつ塑性変形しないため，応力遮蔽効果²¹⁾をもたらしてき裂進展を減速させると共に，き裂が晶出物を避けるように偏向して進展する．このように，き裂先端では黒鉛と晶出物による応力遮蔽／反遮蔽効果が空間的に複雑に作用し，複雑なき裂進展経路を呈するものと結論される．

Fig. 7のデータをCTODとき裂進展速度の関係としてプロットしたものをFig. 8に示す．CTODが $10\mu\text{m}$ 以下では，CTODとき裂進展速度に明瞭な比例関係が認められる．

CTOD が $10\mu\text{m}$ 以上の領域は，き裂と黒鉛の合体による見かけのき裂進展速度となっている．

Fig. 9 に 72,000cycle における 4 つの異なる仮想断面上の相当歪み分布を示す．歪みは，52～520N で計測した．
図中，黒鉛およびき裂を黒で示し，67,000～72,000cycle におけるき裂進展速度も合わせて示している．Fig.9 では，き裂が黒鉛と合体した後の断面（特に，Fig.9(c)）でき裂先端開口変位が黒鉛直径程度に大きくなっている．それらの断面では，き裂先端の歪みも高くなっている．これは，この断面ではき裂が停留する一方で，隣接する断面ではき裂が定常的に進展し，両側のより長いき裂セグメントからの拘束により，き裂が大きく開かれるためである．また，Fig.9(b)および(d)は，き裂が黒鉛と合体した直後とみられ，き裂先端での歪みは比較的小さくなっている．Fig.9(a)ではき裂先端の歪み局在化はほとんど見られず，これに対応してき裂進展速度も低くなっている．これは，き裂が黒鉛が比較的少ない領域を伝播しているためと思われる．押し並べて，歪み分布とき裂進展速度の間に明瞭な相関はないが，これは，歪みは特定のサイクル数で計測しているのに対し，伝播速度は 5,000 サイクルの平均となっているためである．

4. 結言

鉄系材料でごく最近報告された，物理限界に近い高空間分解能での3Dイメージングを4Dイメージングに拡張するための検討を行った．その場観察を想定した負荷変位固定時の応力緩和に伴う局所変位の増加とともに，空間分解能はわずかに低下する傾向が見られた．しかし，その低下量 $\Delta\delta$ は高々理論空間分解能の1/6程度に過ぎず，これによる実効空間分解能の低下は無視できる水準と分かった．得られた実効空間分解能の絶対値は1.8～1.9 μm 程度であり，鑄鉄のような鉄系材料であっても各種4Dイメージングが充分高い空間分解能を担保しながら実施できるものと結論された．

次に，これを球状黒鉛鑄鉄の疲労き裂進展の3D/4D可視化および定量評価に用いた．疲労き裂進展速度は，黒鉛がき裂先端から遠い時にはき裂先端開口変位と明瞭な線形の比例関係を示した．一方，黒鉛にき裂が近づくと，黒鉛の存在に大きな影響を受けた．これにより，複雑なき裂前縁形状や加減速の多い不規則なき裂伝播挙動が発現する．き裂先端近傍に黒鉛がある場合，反遮蔽効果によってき裂は黒鉛に向かって偏向し，同時にき裂進展駆動力が上昇してき裂進展が加速し，結果として黒鉛間を縫うように高速で進展する．また，黒鉛と合体した直後は，き裂先端の鈍化により一次的な減速が見られる．一方，晶出物は応力遮蔽効果によりき裂進展の減速と晶出物を避ける方向へのき裂の偏向をもたらす．これらが重畳し，複雑なき裂進展挙動を呈するものと考えられる．

謝 辞

シンクロトロン放射光実験を行った SPring-8 (課題番号 2012B1011), および科研費・挑戦的萌芽の研究助成 (課題番号 24656439) に心より感謝する.

参考文献

- 1) J.-Y. Buffière, E. Maire, C. Verdu, P. Cloetens, M. Pateyron, G. Peix, J. Baruchel, *Materials Science and Engineering: A* 234-236 (1997) 633-635.
- 2) A. Guvenilir, S. R. Stock, *Fatigue & Fract. of Engng. Mater. & Struc.* 21 (1998) 439.
- 3) W. Ludwig, J-Y. Buffière, S. Savelli and P. Cloetens, *Acta Materialia* 51 (2003) 585-598.
- 4) H. Toda, S. Yamamoto, M. Kobayashi and K. Uesugi, *Acta Materialia* 56 (2008) 6027-6039.
- 5) L. Qian, H. Toda, K. Uesugi, M. Kobayashi and T. Kobayashi, *Physical Review Letters* 100 (2008) 115505.
- 6) N. Liondin, J. Réthoré, J.Y. Buffière, A. Gravouil, F. Hild, S. Roux, *Acta Materialia* 57 (2009) 4090-4101.
- 7) H. Toda, K. Minami, K. Koyama, K. Ichitani, M. Kobayashi, K. Uesugi, Y. Suzuki, *Acta Materialia* 57 (2009) 4391-4403.
- 8) H. Toda, T. Nishimura, K. Uesugi, Y. Suzuki, M. Kobayashi, *Acta Materialia* 58 (2010) 2014-2025.
- 9) H. Toda, Y. Ohkawa, T. Kamiko, T. Naganuma, K. Uesugi, A. Takeuchi, Y. Suzuki, M. Kobayashi, *Acta Materialia*, 61(2013), in press.

- 10) LeClere D J, Kamiko T, Mizuseki Y, Suzuki Y, Takeuchi A, Uesugi K, Kobayashi M, Toda H. Proc ICAA13 edited by Hasso Weiland, Anthony D. Rollett, William A. Cassada. Pittsburgh PA USA: TMS; 2012: 9-14.
- 11) 戸田裕之, 小林正和, 鈴木芳生, 竹内晃久, 上杉健太郎: 顕微鏡, 44 (2009), 199-205.
- 12) H. Toda, F. Tomizato, F. Zeismann, Y. Motoyashiki-Besel, K. Uesugi, A. Takeuchi, Y. Suzuki, M. Kobayashi, and A. Brueckner-Foit, ISIJ Int. 52, 516 (2012).
- 13) D. Seo, F. Tomizato, H. Toda, K. Uesugi, A. Takeuchi, Y. Suzuki, and M. Kobayashi: Applied Physics Letters, 101 (2012) 261901.
- 14) Herman, G. T., 1980, Image Reconstruction from Projections, The Fundamentals of Computerized Tomography (Orlando, Florida: Academic Press).
- 15) H. Toda, K. Shimizu, K. Uesugi, Y. Suzuki and M. Kobayashi: Mater. Trans. 51 (2010) 2045-2048
- 16) W. E. Lorensen and H. E. Cline: Comp. Graph., 21 (1987) 163-169
- 17) M. Kobayashi, H. Toda, Y. Kawai, T. Ohgaki, K. Uesugi, D.S. Wilkinson, T. Kobayashi, Y. Aoki and M. Nakazawa: Acta Mater., 56 (2008) 2167-2181
- 18) C. B. Barber, D. P. Dobkin and H. T. Huhdanpaa: ACM Trans. Math. Softw., 22 (1996) 469-483

- 19) Toda H, Maire E, Aoki Y, Kobayashi M. Three-dimensional strain mapping using in situ X-ray synchrotron microtomography. *J Strain Anal Eng Des* 2011;46:549–61.
- 20) T.J. Marrow, J.-Y. Buffiere, P.J. Withers, G. Johnson and D. Engelberg: *Int. J. Fatigue*, 26 (2004) 717-725
- 21) S. Gong and H. Horii, *J. of the Mech. and Phys. of Solids*, Vol. 37, No. 1 (1989) 27-46.

キャプション一覧表

キャプション一覧表（和訳）