九州大学学術情報リポジトリ Kyushu University Institutional Repository

# 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: 球状黒鉛鋳鉄への高分解能 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\*\*\*, 上杉健太朗\*\*\*\*, 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 球状黒鉛鋳鉄,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

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

 $\mathbf{2}$ 

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, またミ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ミ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 ィー(CT)により, 1μm 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 <sup>1)·10)</sup>.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) <sup>4)</sup>, 歪み <sup>7)</sup>, 元素濃度 <sup>8)</sup>, 結晶 粒形状 <sup>9)</sup>, 結晶方位 <sup>10)</sup>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 <sup>11)</sup>, 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<sup>11</sup>.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、ミクロ組織の観察 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 <sup>12),13)</sup>.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ミクロ 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鋳鉄(FCD370 相当)
である.化学組成は、Fe-3.4%C-2.6%Si-0.05%Mg-0.19%Mn0.005%S-0.01%Pである. 1.6×1.6 mm<sup>2</sup>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,鋳鉄ではなくステンレス鋼(SAF2507)を用いた.鋳鉄では,黒鉛やミクロ組織で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 µm 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,0.6×0.6 mm<sup>2</sup>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、 Si(511)-(333)、Si(111)-(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、 Lu2SiO5: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 µm、ス テンレス鋼では 0.5 µm 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 <sup>14)</sup>. 球状黒鉛鋳鉄では -2 ~8 cm<sup>-1</sup>、ステンレス鋼では -15 ~ 40 cm<sup>-1</sup>の線吸収係数の範囲 をそれぞれ 8bit 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 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 cycle 負荷後に 52,208,364,520N 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ミクロ組織 特徴点とし、材料内部の歪みマッピングを行った.まず、

全てのミ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 以上のミク 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) を用いて全ミ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 um 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<sup>18)</sup>. 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.これ以外のミクロ組織特徴点追跡法の詳細 は, 既報に記述されている<sup>19)</sup>. この他, き裂先端開口変位 は, き裂の 3D 形態から直接計測した<sup>4)</sup>.

- 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 $\lambda$ は,  $\lambda = r \sin (180/N)$ となる <sup>11)</sup>. 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=0.4~0.9µm 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 0.8~1.8 µm 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<sup>11)</sup>.本実験では,0.5 μm 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 Δδは最大でも 0.18 μm であり,約 1μm 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~ 1.9µm 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 球状黒鉛鋳鉄の疲労き裂伝播挙動

3.2.1 材料組織

Fig. 3 に,用いた球状黒鉛鋳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 μm であり,大きく分けて d < 10 μm, d = 10~35 μm, d > 35 μm の領域に分けられる. d < 10 μm 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 μm 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 = 10~35 μm 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. 60,000cycle 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 ~ 5° 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って伝播した. 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 10μm 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 10μm 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 72,000 cycle 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 Δδ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 1.8~1.9µm 程度であり,鋳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,これを球状黒鉛鋳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.

シンクロトロン放射光実験を行った SPring-8 (課題番号 2012 B1011),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

- 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.
- A. Guvenilir, S. R. Stock, Fatigue & Fract. of Engng. Mater. & Struc. 21 (1998) 439.
- 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, 上杉健太朗: 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)