

卒業論文

EBSD を用いた金属結晶方位の計測と有限要素法解析への応用

p. 1～p. 62 完

平成 22 年 2 月 5 日提出

指導教員 泉 聡志 准教授

80191 田中 雅浩

## 目次

第1章 序論 .....	6
1. 1 背景.....	6
1. 2 目的.....	7
1. 3 本論文の構成 .....	7
第2章 方法 .....	8
2. 1 EBSD.....	8
2. 2 シリアルセクションング .....	9
2. 3 モデル作成方法.....	9
2. 3. 1 EBSD.....	9
2. 3. 2 有限要素法解析.....	10
2. 3. 3 有限要素法モデル作成方法 .....	12
第3章 2次元解析 .....	15
3. 1 試験条件.....	15
3. 2 解析条件.....	16
3. 3 解析結果.....	18
第4章 3次元解析 .....	21
4. 1 解析条件.....	21
4. 2 解析結果.....	21
第5章 考察 .....	42
5. 1 2次元解析と3次元解析との比較 .....	42
5. 2 3次元解析をした場合の応力分布とボイド発生場所の関係 .....	47
5. 3 応力集中の原因.....	51
第6章 結論 .....	59
6. 1 本研究の結論 .....	59
6. 2 今後の課題.....	59
引用文献 .....	60
謝辞.....	61

図 2.1 EBSD 測定結果の出力ファイル .....	9
図 2.2 EBSD で用いる六角形ピクセル .....	10
図 2.3 2次元モデル作成の方法 .....	11
図 2.4 FEM モデル .....	11
図 2.5 EBSD 測定データ .....	12
図 2.6 3次元モデル作成方法 .....	14
図 3.1 Fe-3%Cr-0.5%C 合金の恒温変態線図 [6] .....	16
図 3.2 クリープ試験片形状 [5] .....	16
図 3.3 解析部分の EBSD 方位マップ .....	17
図 3.4 解析モデルのメッシュと拘束 .....	17
図 3.5 要素のグループ .....	18
図 3.6 X 成分応力 .....	18
図 3.7 Y 成分応力 .....	19
図 3.8 ミーゼス相当応力 .....	19
図 3.9 第一主応力 .....	20
図 4.1 解析モデルのメッシュ .....	21
図 4.2 解析部分の EBSD 方位マップ .....	22
図 4.3 X 成分応力 .....	22
図 4.4 Y 成分応力 .....	23
図 4.5 Z 成分応力 .....	23
図 4.6 ミーゼス相当応力 .....	24
図 4.7 ミーゼス応力が 230MPa 以上の部分のみを表示したもの .....	24
図 4.8 第一主応力 .....	25
図 4.9 第一主応力が 230MPa 以上の部分のみを表示したもの .....	25
図 4.10 解析部分の EBSD 方位マップ .....	26
図 4.11 X 成分応力 .....	26
図 4.12 Y 成分応力 .....	27
図 4.13 Z 成分応力 .....	27
図 4.14 ミーゼス相当応力 .....	28
図 4.15 ミーゼス相当応力が 230MPa 以上の部分のみを表示したもの .....	28
図 4.16 第一主応力 .....	29
図 4.17 第一主応力が 230MPa 以上の部分のみを表示したもの .....	29
図 4.18 解析部分の EBSD 方位マップ .....	30
図 4.19 X 成分応力 .....	30
図 4.20 Y 成分応力 .....	31
図 4.21 Z 成分応力 .....	31

図 4.22	ミーゼス相当応力	32
図 4.23	第一主応力	32
図 4.24	解析部分の EBSD 方位マップ	33
図 4.25	X 成分応力	33
図 4.26	Y 成分応力	34
図 4.27	Z 成分応力	34
図 4.28	ミーゼス相当応力	35
図 4.29	第一主応力	35
図 4.30	解析部分の EBSD 方位マップ	36
図 4.31	X 成分応力	36
図 4.32	Y 成分応力	37
図 4.33	Z 成分応力	37
図 4.34	ミーゼス相当応力	38
図 4.35	第一主応力	38
図 4.36	解析部分の EBSD 方位マップ	39
図 4.37	X 成分応力	39
図 4.38	Y 成分応力	40
図 4.39	Z 成分応力	40
図 4.40	ミーゼス相当応力	41
図 4.41	第一主応力	41
図 5.1.2	次元解析 X 成分応力頻度	42
図 5.2.3	次元解析 X 成分応力頻度	43
図 5.3.2	次元解析ミーゼス相当応力頻度	44
図 5.4.3	次元解析ミーゼス相当応力頻度	45
図 5.5.2	次元解析第一主応力	46
図 5.6.3	次元解析第一主応力	47
図 5.7		48
図 5.8		49
図 5.9		49
図 5.10		50
図 5.11		50
図 5.12		51
図 5.13	第一種応力集中部	52
図 5.14	同範囲の結晶粒	52
図 5.15	第一種応力集中部	53
図 5.16	同範囲の結晶粒	53

図 5.17 第一主応力集中部 .....	54
図 5.18 同範囲の結晶粒 .....	54
図 5.19 第一主応力集中部 .....	55
図 5.20 同範囲の結晶粒 .....	55
図 5.21 第一主応力集中部 .....	56
図 5.22 同範囲の結晶粒 .....	56
図 5.23 第一主応力集中部 .....	57
図 5.24 同範囲の結晶粒 (No. 20) .....	57
図 5.25 同範囲の結晶粒 (No. 21) .....	57
図 5.26 同範囲の結晶粒 (No. 22) .....	57
図 5.27 .....	58
図 5.28 同範囲の結晶粒 .....	58

# 第1章 序論

## 1. 1 背景

我が国の火力発電プラントなどでは経年が進み、タービンロータなどでボイドの発生・成長といった微視的損傷が報告されている。[1]クリープボイドが成長すると亀裂となり粒界破壊を起こし、タービンロータの寿命はクリープボイドの成長によって決定される。よってクリープボイドの発生成長メカニズムの解明は余寿命評価精度を向上させ、検査・補修コストの低減につながることになる。

クリープボイドの成長は結晶粒界上で起こるため、粒界周辺の応力状態に関係があると考えられている。結晶粒界にかかる応力は粒界の角度のみによるわけではない、なぜならば結晶は結晶格子に対する方向によって弾性率の変化する異方性材料であるからである。そもそも応力とはテンソルであり、その面の方向と力の方向を考慮すると3次元の場合面の法線方向が3成分、力の方向が3成分で9成分ある。そのうち力の釣り合いを考えると独立な応力成分は6個となる。同様にひずみも6成分あるので応力とひずみの関係であるステイフネス行列は6行6列の行列となり、対称なのでそのうち独立な成分は21個である。物体が結晶体である場合はその対称性により独立な成分がさらに少なくなる。あらゆる結晶は、結晶軸の軸比及び軸角の間の関係によって7つの結晶系に分類されるが、このうち最も対称性の高い結晶系である立方晶では独立な成分は3つのみであり、完全に等方性の材料の場合は2つだけとなる。そのため等方性材料の弾性定数はヤング率とポアソン比の2つのみで表すことができる。金属結晶が異方性を持ちながらマクロには等方性材料として扱われているのはその材料が多結晶材であり、結晶方位がランダムだからである。しかし圧延材の場合には結晶粒の結晶方位が方向性を持って変形するため圧延方向とその直交方向では強度が大きく異なる。[2]材料が持つマイクロなレベルでの組織構造を知るためには、1個々々の結晶粒の方位を知りそれらがどのように配向しているかを知る必要がある。クリープボイドの発生成長観察は、結晶粒ごとの組織を調べ、異方性を考慮しなければいけない一例である。

最も簡便な多結晶材解析の例としてはシミュレーションによって2次元の結晶を作成し、その粒界と荷重の角度のみを考慮してボイド成長をシミュレーションする例や、同様の結晶に結晶方位による直交異方性を考慮して解析した例がある。[1]これらの方法は簡便であるが、マルテンサイトやベイナイトのような粒界が複雑な結晶粒を再現できず、また、3次元的な構造を無視しているため実際の材料における応力分布を再現できていないか不明である。

3次元的な応力解析はこれまで結晶粒の結晶成長シミュレーションによって作られた結晶において行われてきた。[3]実際の材料を測定して結晶粒モデルを作り解析することが少なかったのは、今まで結晶方位の測定が難しかったためである。TEMによる観察では数

十 nm のオーダーで結晶方位の決定が可能であったが、試料を薄膜にする必要があること、広い領域の観察が困難なことなどから方位測定による組織解析への応用は限定的であった。しかし 1992 年頃から急速に発展した EBSD 法は高速に広範囲の結晶方位を測定することを可能にした。[2]そのため、EBSD によって得られた結晶方位データをいかした様々な解析が広がり始めている。

## 1. 2 目的

クリープボイドの発生成長の要因の一つとして粒界付近の応力が関係していると考えられているが、結晶粒界付近の応力を調べるには結晶の異方性を考慮した FEM 解析が必要である。

本研究では、クリープ中断試験を行った試料の EBSD 測定データを基に金属材料の結晶方位を考慮したモデルを作成して応力分布を調べ、ボイド付近の応力や応力集中が起こる要因を考察する。

2 次元解析は一回の EBSD 測定によって得られたデータのみで行うことができるので多数測定必要な 3 次元解析に比べて行い易い反面、実際の結晶粒を解析しているとは言い難い。2 次元解析と 3 次元解析の結果を比較し 2 次元解析の結果の信頼性を検討する。

## 1. 3 本論文の構成

本論文は 6 章から構成される。

第 2 章では結晶方位を測定する装置である EBSD の説明と 3 次元的なデータを取得するためのセクショニングについての説明、FEM 解析を行うための 2 次元、3 次元モデル作成方法を示す。

第 3 章では簡便な方法として 2 次元的なデータのみを用いて FEM 解析を行った結果を示す。

第 4 章では複数の断面のデータを用いた 3 次元 FEM 解析結果を示す。

第 5 章では 3 次元解析と 2 次元解析との比較とその評価の仕方についての検討、ボイドと応力分布の関係についての考察、応力集中部分についての考察を行う。

第 6 章では以上の結果を総括し、今後の課題を検討する。

## 第2章 方法

### 2. 1 EBSD

EBSD 法 (electron backscatter diffraction, 電子後方散乱回折像法) は結晶方位を測定する方法である。装置は SEM と一体になっており, SEM 試料室内で  $70^\circ$  前後と大きく傾斜した試料に電子線を照射した際に電子線後方散乱回折により発生する菊地パターンを蛍光スクリーンに投影して TV カメラ等で取り込み, さらに画像解析を行ってそのパターンの指数付けを行いその照射点の結晶方位の測定を行う。EBSD 法は電子線回折法の一技法であるが, 結晶構造を解析することで試料のミクロな組織等を調べる手法であり, 結晶構造が全く不明の試料には適応できない。すなわち測定時には試料についての情報を予め入力しておかなければならない。また, EBSD 法では試料を大きく傾斜させる必要があるが, 電子線の角度走査等の必要はなく高立体角でパターンを取り込むことができるため, ミクロな領域の結晶方位を精度良くしかも従来の技術と比較し格段に高速で測定できるメリットがある。さらに電子線を連続的に移動させながら結晶方位を測定することにより, 結晶方位によるマッピングデータ, すなわち定量的・統計的なデータとして試料の組織解析に使用することができる。

EBSD は回折像から結晶方位を求めるが, その回折像は菊地パターンと言われる。試料に入射した電子線は試料の原子により, 弾性散乱, 非弾性散乱を起こし試料内を進んでいく。つまり各原子が新たな光源として振舞う。菊池パターン非弾性散乱電子が主となって形成される。非弾性散乱にはプラズマ振動の励起, 内殻電子の励起, フォノンの励起, 二次電子の発生等いろいろな現象があるが, このうちフォノンの励起等エネルギー損失の極めて小さい場合 (波長の変化が無視できるくらい) の非弾性散乱電子の強度はその進行方向に依存する。入射電子線の進行方向に最大の強度をもち散乱角が大きくなるに従いその強度は弱くなる。試料内部で非弾性散乱した電子が結晶面で回折されると電子線はブラッグの式に従い回折される。この回折像が菊地パターンである。この菊地パターンは実格子をそのまま反映したものであり, 画像解析によって結晶方位の決定に用いることができる。

EBSD パターンの発生領域は試料の表面から 30~50nm 程度の深さであり, 極表層の情報得られる。そのため表面は研磨して平滑とし, 出来る限り表面加工の影響を取り除くことが望ましい。また, 空間分解能は SEM の電子線プローブ径に依存している。FE-SEM を用いた場合 5~15nm 程度の分解能となる。[2]一度の電子線照射で測定点の結晶方位が得られるので照射点を x, y 方向に走査していくことにより 2 次元的な結晶方位マップが得られる。また, SEM と一体であるため同時に EBSD 測定領域を含む SEM 画像も得ることができ, ボイドやビッカース圧痕等の位置を確認することができる。



## 2. 2 シリアルセクションング

一度の EBSD 測定で得られるのは 2 次元的な結晶方位データである。3 次元的な結晶粒モデルを作るには複数の断面を測定する必要がありこれをセクションングという。

試料には予めマイクロビッカース試験機によって圧痕をつけておき、その圧痕の大きさを結晶方位測定と同時に撮った SEM 画像より求める。測定後一定時間コロイダルシリカを用いて機械研磨を行う。その後再び結晶方位測定と SEM 画像の取得を行う。以上を z 方向にモデルを作りたい深さだけ繰り返す。

EBSD・SEM 試料室から出して研磨し再び試料室内部に固定する際に位置と角度のずれが発生する。そのため SEM 画像でビッカース圧痕の位置を調べることによってそれぞれ一つ前の断面と比した移動量・回転角度の情報を得ることができる。また、圧痕の大きさから研磨量を確認することができる。

## 2. 3 モデル作成方法

### 2. 3. 1 EBSD

試料を EBSD で測定し、TSL OIM Analysis 5 を用いてデータをクリーニングすると以下のようなデータが得られる。

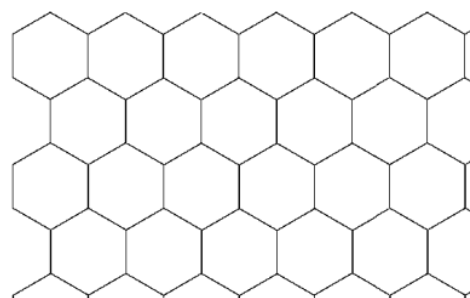
```
# Header: Project2::25%_No.20_20091015_x600_100x100_0.5::All data::Grain Size 1/22/2010
#
# Column 1-3: phi1, PHI, phi2 (orientation of point in radians)
# Column 4-5: x, y (coordinates of point in microns)
# Column 6: IQ (image quality)
# Column 7: CI (confidence index)
# Column 8: Fit (degrees)
# Column 9: Grain ID (integer)
# Column 10: edge (1 for grains at edges of scan and 0 for interior grains)
# Column 11: phase name
0.43139 1.26340 3.80129 0.00000 0.00000 903.9 0.911 0.43 1 1 Ferrite
0.23723 1.06237 0.76775 0.50000 0.00000 879.7 0.411 0.76 2 1 Ferrite
0.23723 1.06237 0.76775 1.00000 0.00000 617.0 0.411 0.79 2 1 Ferrite
3.39037 2.09661 5.52347 1.50000 0.00000 744.4 0.500 1.18 2 1 Ferrite
3.39409 2.10516 0.81881 2.00000 0.00000 894.7 0.893 0.85 2 1 Ferrite
5.41584 2.19764 3.81890 2.50000 0.00000 985.5 0.929 0.50 2 1 Ferrite
3.42622 2.10683 0.84098 3.00000 0.00000 885.0 0.929 0.56 2 1 Ferrite
3.42649 2.10847 0.84034 3.50000 0.00000 848.2 0.571 0.96 2 1 Ferrite
3.43287 2.10981 0.84096 4.00000 0.00000 856.7 0.446 1.10 2 1 Ferrite
```

図 2.1 EBSD 測定結果の出力ファイル

これはそれぞれ phi1, PHI, phi2 がラジアンで表したオイラー角 (z-x-z) によって表した結晶方位。x, y は測定点の座標, IQ はイメージクオリティで、高い方がよい EBSD パターンが得られたということ, CI は信頼性指数で方位の算出が適正であるかどうかを示す値で、0.2~0.3 程度あれば問題ないとされる。逆にそれ以下ではそのピクセルのデータは正しくない可能性が高いということであり、材料データやキャブリレーションが正しく行

われていればそのピクセルは転位などの格子欠陥の入った部分であるか、電子線が複数の結晶粒にまたがってしまっているか、ボイドであるため正しく測定できなかったと考えることができる。Fit は検出したバンドから算出した方位をもとに得られた各結晶面のバンドとそれに対応する検出したバンドのずれを表している。各バンドのずれ角を平均化して表したものである。この値が小さければそのまま指数付の信頼性が高いということにもつながる。Edge は測定範囲の縁に触れているピクセルで 1 となり、それ以外で 0 である。

[2]Phase name は測定点の相を表していて、この場合はすべてフェライトである。ただし前途のように全く材質や相が不明の場合は測定できないので、測定前に予想される相を入力しておく必要がある。



このピクセルは通常の矩形ピクセルと違い図 2.2 のような六角形ピクセルであることに注意

する必要がある。普通の矩形ピクセルではなく六角形ピクセルを用いるのは、結晶粒界を認識する際に隣接するピクセル間の距離が方向によって異なると正確な粒界の定義が出来ないことや、隣接ピクセルの方位差が一定以上の時に粒界線を引くが四角形では点で接することがあり線が引けないことがあるという理由からである。[2]よって x 方向には  $0.5 \mu\text{m}$  ごとに測定したが y 方向には  $0.433 \mu\text{m}$  間隔での測定となる。

図 2.2 EBSD で用いる六角形ピクセル

データクリーニングには様々な方法があるが Grain Dilation という方法を用いた。これは結晶粒の定義で結晶粒と認識されなかったピクセルのデータを周辺の結晶粒と認識されたピクセルの方位に置き換える方法である。結晶粒の認識を方位差が  $5^\circ$  以下で 2 つ以上のピクセルがつながっていることとしたので、孤立しているピクセルがクリーンアップ対象となり、その周囲 6 個のピクセルのうち最も CI 値が高いピクセルの方位で置き換えられる。これは結晶粒と認識されないピクセルがなくなるまで繰り返される。最終的にピクセル 7 個以下でひとつの結晶粒となった場合は隣接する結晶方位の近い結晶粒と合体させる。

[2]Grain Dilation を行った後 Neighbor CI Correlation というクリーンアップを行う。これは指定したしきい値以下の CI 値のピクセルの結晶方位と CI 値を隣接する 6 個のピクセルのうち最も CI 値の高いピクセルのデータに置き換える処理である。[2]今回は  $\text{CI}=0.1$  をしきい値として処理を行った。以上の処理を行った後、結晶粒内の結晶方位を平均化する。

### 2. 3. 2 有限要素法解析

有限要素法では通常 CAD のような境界面（線）によって構成されるデータをメッシュ分割することによって要素分割を行う。結晶粒界をこの境界線としてモデルを作成したものがこれである。これは基本的には粒界三重点を直線で結んでいくという方法を用いて以下のアルゴリズムで作成した

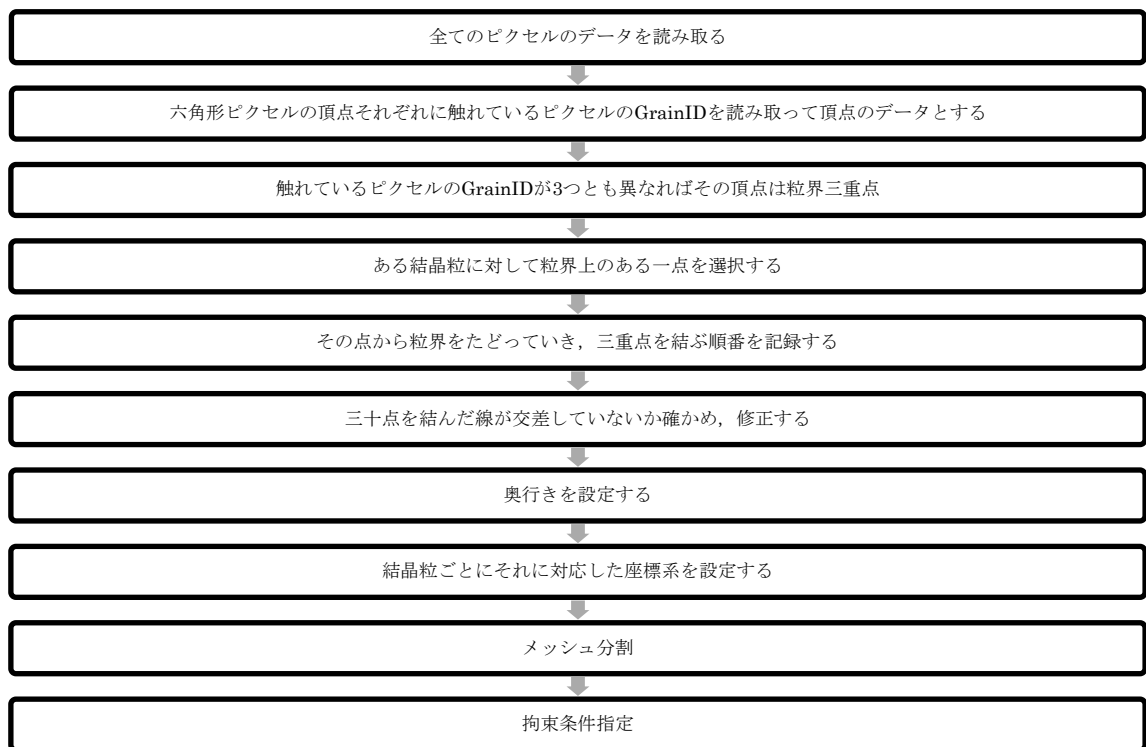


図 2.3 2次元モデル作成の方法

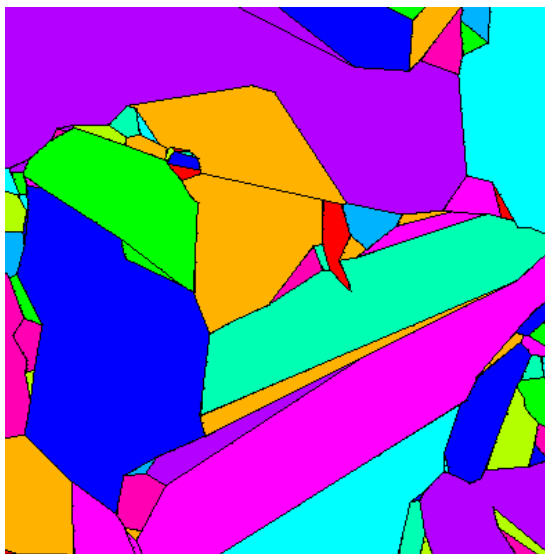


図 2.4 FEM モデル



図 2.5 EBSD 測定データ

図 2.4 を見ればわかるようにベイナイトのような結晶粒界の複雑な組織の場合極めて再現性が悪くなる。また、メッシュ分割が必ずしも自動的に行えない場合があり、できたとしても品質の悪いメッシュしか作成できない箇所ある。さらに 3 次元化をこの考え方の拡張で行おうとすると各平面間での結晶粒の対応を確定しなければならないが、ノイズやデータクリーニングのためにならずしも対応しないためその作業の自動化は極めて難しい。

よって今回の解析のように結晶粒が様々な形状をとる可能性がある場合は通常メッシュ分割ではなくボクセル分割を行う方法が適していると考えられる。3 次元ソリッドに対して空間固定の直交格子分割を行い、そのボクセル自体を要素として計算する有限要素法である。ボクセル有限要素法は要素分割を細かくしていくと極めて計算量が大きくなってしまふことや面が平滑にならないことなどのデメリットがあるが、メッシュ分割を自動的に実行することが難しい形状であっても決まった格子状に分割することで必ず要素分割を行うことができるというメリットがある。[4]よって今回は 2 次元解析においては画像を格子状に分割してその四角形ひとつひとつを要素として有限要素法解析を行うこととした。今回の解析では ANSYS11.0 を用いたが大学版では最大節点数 256000 という制限があるため 3 次元では  $78 \times 78 \times 40$  の 243360 ボクセルに分割し、2 次元では  $78 \times 78$  の 6084 ボクセルで解析を行った。

### 2. 3. 3 有限要素法モデル作成方法

まず 2 次元解析モデルの作成方法を述べる。モデルを作成したい EBSD データの中でモデル作成範囲の正方形領域を決め、それを  $78 \times 78$  に分割する。比較のためモデル作成範囲は 3 次元解析でのそれと同一範囲とし、用いる画像はセクショニングデータ 40 枚のうち中央部の 20 枚目を用いた。分割した各四角形エリアの中心点に最も近いピクセルの結晶方位データと GrainID をその要素のデータとする。TSL OIM Analysis 5 によって出力される結晶

方位  $\phi_1$ ,  $\Phi$ ,  $\phi_2$  は EBSD に固定された試料座標系を結晶格子の座標系に合わせるためのオイラー角であるが、それぞれ試料座標系の Z 軸回りに  $\phi_1$  回転、回転後の X 軸回りに  $\Phi$  回転、その後の Z 軸回りに  $\phi_2$  回転するという意味である。解析に使用する ANSYS の座標指定はオイラー角によってできるが回転順が Z 軸回り、X 軸回り、Y 軸回りの順番で指定するため変換が必要である。それぞれの軸回りの角度を  $\theta_z$ ,  $\theta_x$ ,  $\theta_y$  とすると、回転行列の成分対応より

$$\begin{aligned}\theta_x &= \sin^{-1}(\cos(\phi_2) \sin(\Phi)) \\ \theta_y &= -\tan^{-1}(\sin(\phi_2) \tan(\Phi)) \\ \theta_z &= -\tan^{-1}\left(\frac{-\cos(\phi_1) \sin(\phi_2) - \sin(\phi_1) \cos(\phi_2) \cos(\Phi)}{-\sin(\phi_1) \sin(\phi_2) + \cos(\phi_1) \cos(\phi_2) \cos(\Phi)}\right)\end{aligned}$$

と変換される。次に GrainID ごとにこの  $\theta_z$ ,  $\theta_x$ ,  $\theta_y$  のオイラー角をもつ局所座標系を作成して各要素に対して局所座標系を設定する。また、試料を取り付けた時の傾きが方位に反映されるので測定範囲の傾きを計算し補償している。その後弾性率と拘束条件を指定して弾性 FEM 解析を行う。

2次元解析であるにも関わらず3次元ソリッド要素を使用しているのは、3次元的な直交異方性と結晶方位による座標系の指定をするためである。

3次元解析を行う場合は各セクションの位置合わせがはじめに必要となる。ビッカース圧痕が2箇所押し込められているので  $k$  枚目の画像におけるビッカース圧痕の位置に  $k+1$  枚目の画像におけるビッカース圧痕を重ね合わせるように、 $k+1$  枚目の画像を移動、回転させる。この際の  $x$ ,  $y$  移動量と回転角度を全ての平面間で記録する。次にこのデータを用いて各セクションの EBSD 測定点を 1 枚目のセクションの座標であらわすように座標変換を行う。 $k$  枚目のデータはまず  $k-1$  枚目の座標で表し、次に  $k-2$  枚目の座標で表し・・・と繰り返すので  $k-1$  回の座標変換を行うことになる。

次に全てのセクションにおいて測定データのある領域というのが限られるので 1 枚目の座標においてその領域を決定し、その領域に含まれる最大の正方形を求め、その正方形をモデル作成範囲とし 2次元モデル作成と同様に要素の座標系を設定して、それを 40 セクション  $z$  方向に繰り返してモデルを作成する。 $Z$  方向の各要素の厚さは実際の研磨量と同じとする。



図 2.63 次元モデル作成方法

## 第3章 2次元解析

金属結晶は3次元的な構造をとっているがそれをすべて測定してモデルを構築するにはセクションングをしなければならず、煩雑になる。また、現在のポイド面積率占有率の測定などはすべて2次元の画像によって行われている。よってまずは一枚のEBSD測定データを用いて2次元的なモデルを作成して解析を行う。

### 3. 1 試験条件

測定・解析する試料は、電力中央研究所より提供していただいた。タービンロータカップリング部より採取した焼戻しベイナイト組織をもつCr-Mo-V鋼であり、Feの残りの化学組成は表3.1に示す。[5]

表 3. 1 試料の化学組成

C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo	V
0.28	0.34	0.52	0.018	0.017	0.37	1.06	1.10	0.29

表 3. 2 試料の機械的性質

0.2%耐力	引張強さ	伸び	絞り
696.4MPa	847.3MPa	15.6%	47.1%

図3.1に示すようにオーステナイトを急冷すると不拡散変態であるマルテンサイト変態を起こしマルテンサイトに変化する。冷却を遅くすると高温ではパーライトが生成するが温度を下げるとベイナイトが生成する。ベイナイトは微細なbccフェライトと炭化物粒子からなる複相組織である。この点では共析組織の一種といえるが、両相はパーライトのようなラメラ構造をとらない。[6]

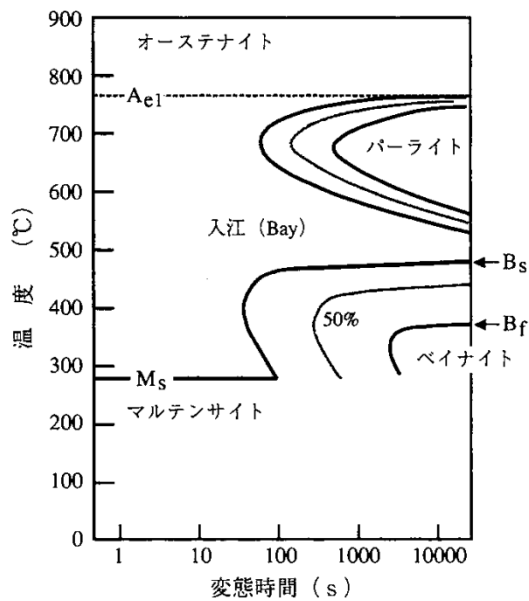


図 3.1 Fe-3%Cr-0.5%C 合金の恒温変態線図 [6]

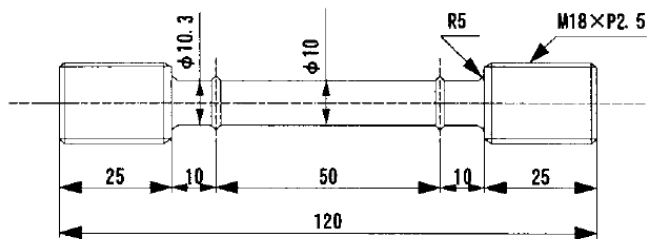


図 3.2 クリープ試験片形状 [5]

図 3. 2 の試験片を用いて応力 180MPa, 温度 580°C でクリープ中断試験を実施し, 破断時間に対して中断時間が 25%, 50%, 75% となる時間で試験を中断しクリープ損傷材を作成した. 本試験条件での破断時間は 4200 時間であった. [5]

### 3. 2 解析条件

試料を EBSD を用いて  $100\mu\text{m} \times 100\mu\text{m}$  の範囲について  $0.5\mu\text{m}$  間隔で測定した. 六角形ピクセルのため, 測定点は 46316 点であった.

これをもとに 2 次元モデル作成プログラムによってモデルを作成し以下の条件で FEM 解析を行う. ただし, 後述する 3 次元解析と比較するためにモデル作成範囲は 3 次元モデルにおける断面と同一範囲とした.

ヤング率

C11=171GPa

C12=100GPa

C44=86GPa



これは試験温度での単結晶純鉄（フェライト）の値である。 [5]

要素：六面体八接点ソリッド要素（SOLID185）

拘束条件

図 3. 4 のように一面は x 方向拘束と剛体運動を防ぐ拘束をした。反対側に 180MPa の引張分布荷重をかけた。

25% 損傷材の 40 枚のセクションのうち 20 枚目の  $74\mu\text{m} \times 74\mu\text{m}$  の範囲をモデルとし、 $78 \times 78$  要素に分割して厚さ方向は 1 要素  $0.5\mu\text{m}$  とした。

節点数 12482，要素数 6084 である。

単位系は  $\mu\text{m}$ ，N，sec 系を用いている。そのため，応力の単位は TPa となる。

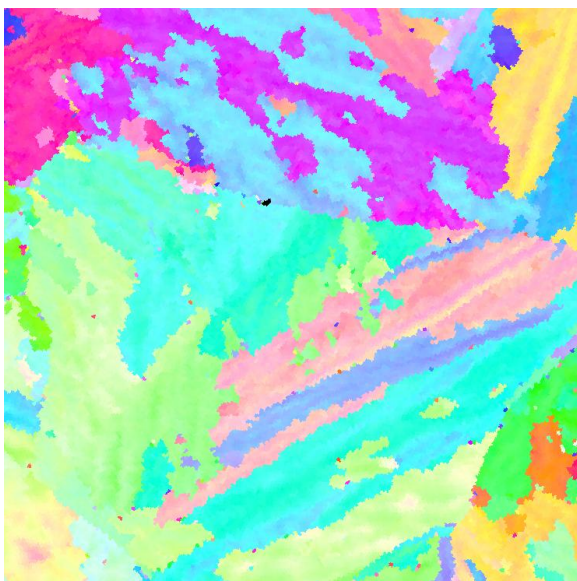


図 3.3 解析部分の EBSD 方位マップ

画像上部の旧オーステナイト粒界と思われる部分にボイドが発生している。



図 3.4 解析モデルのメッシュと拘束

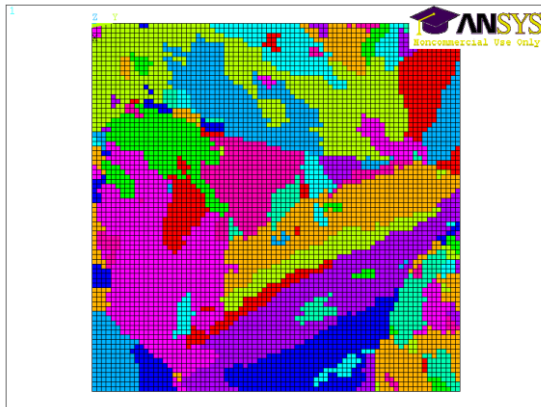


図 3.5 要素のグループ

このようにメッシュ分割を行い，色分けしたグループで結晶方位に対応した座標を指定する。

### 3. 3 解析結果

#### 25% 損傷材

この画像の中では上下方向に引張荷重をかけている。

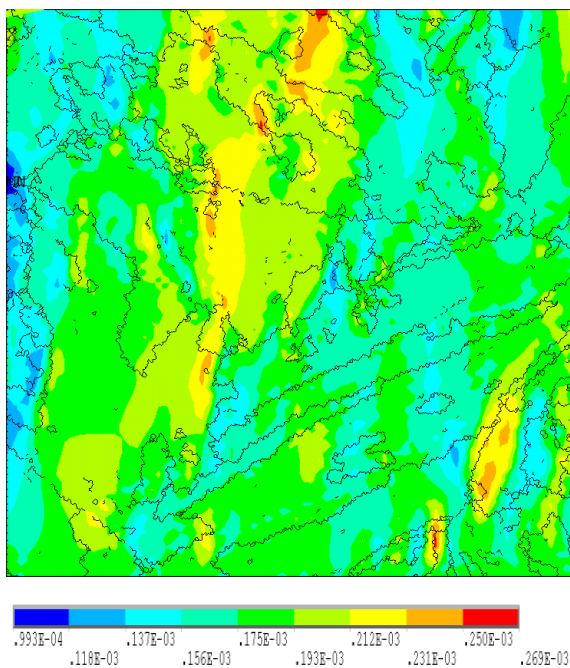


図 3.6 X 成分応力

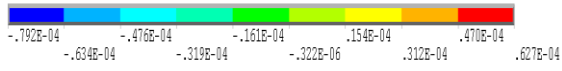
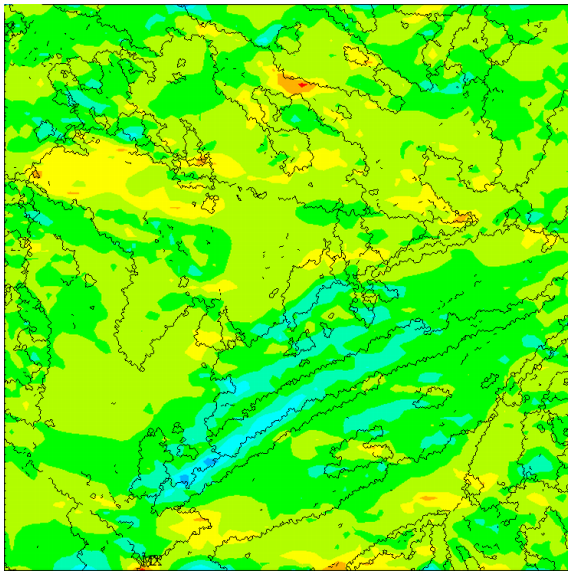


図 3.7 Y 成分応力

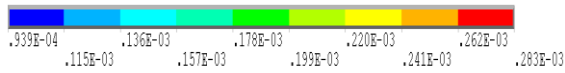
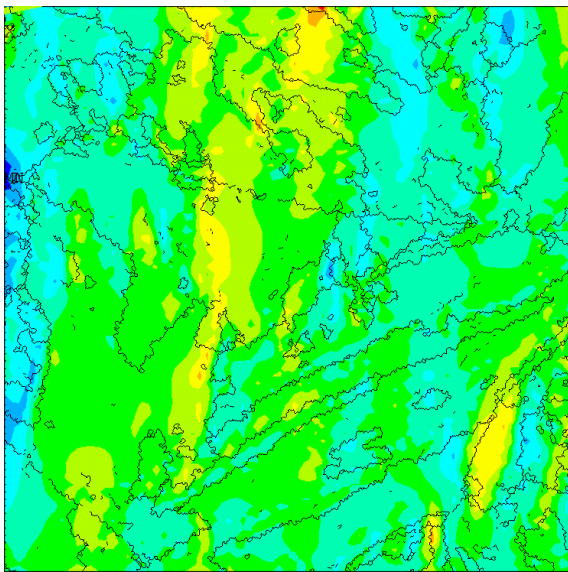


図 3.8 ミーゼス相当応力

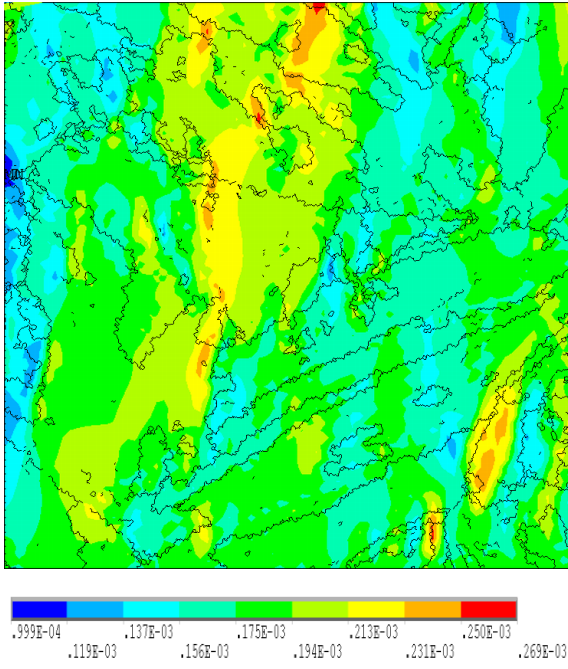


图 3.9 第一主应力

## 第4章 3次元解析

25%損傷材について2箇所, 50%損傷材について1箇所, 75%損傷材について2箇所, 100%損傷材（破断材）について1箇所測定と解析を行った。

### 4. 1 解析条件

測定材料や試験条件, 拘束条件は2次元解析と同じである。

各材料について記した範囲を  $78 \times 78$  要素に分割し, 厚さ方向はセクショニングごとに要素を作成したため 40 要素として図 4. 1 のようなモデルを作成した。節点数 255881, 要素数 243360 となった。

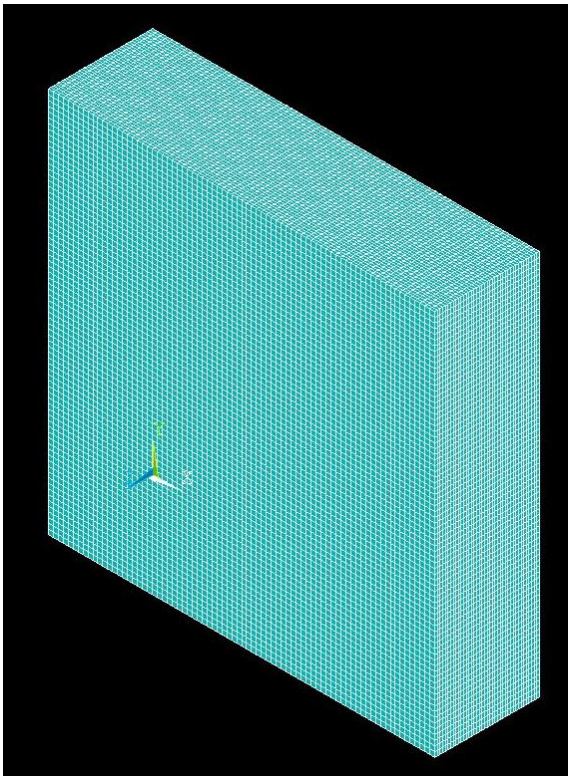


図 4.1 解析モデルのメッシュ

### 4. 2 解析結果

25%損傷材 1

$100 \mu\text{m} \times 100 \mu\text{m}$  の範囲を  $0.5 \mu\text{m}$  ずつ研磨して 40 枚測定し,  $74 \mu\text{m} \times 74 \mu\text{m} \times 20 \mu\text{m}$  の範囲について解析した。

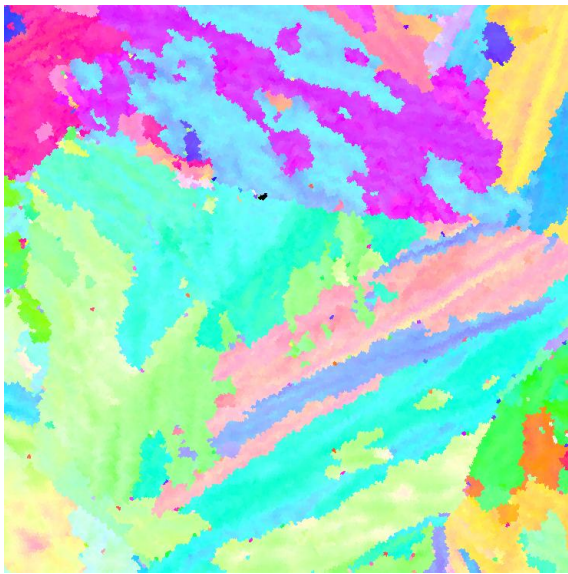


図 4.2 解析部分の EBSD 方位マップ

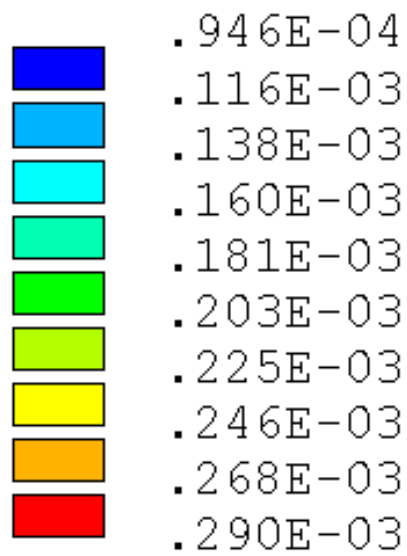
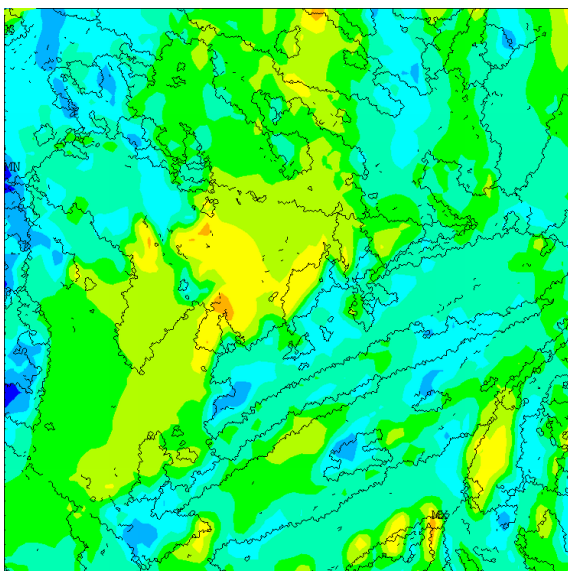


図 4.3 X 成分応力

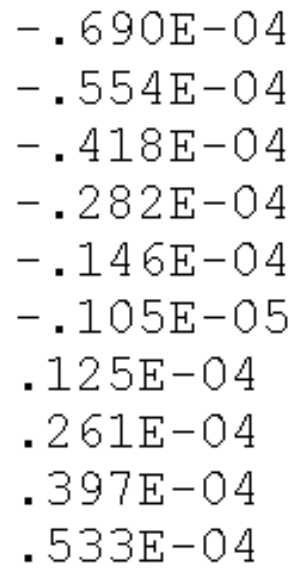
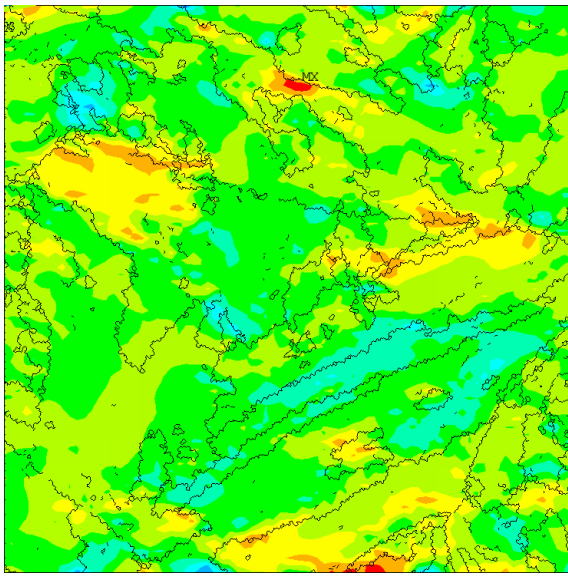


图 4.4 Y 成分应力

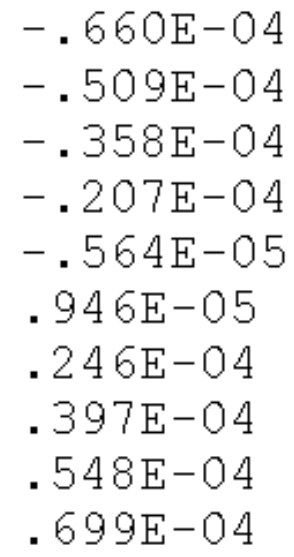
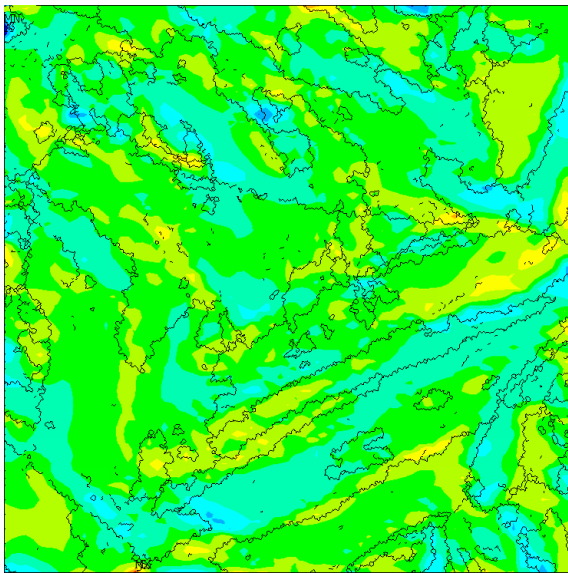


图 4.5 Z 成分应力

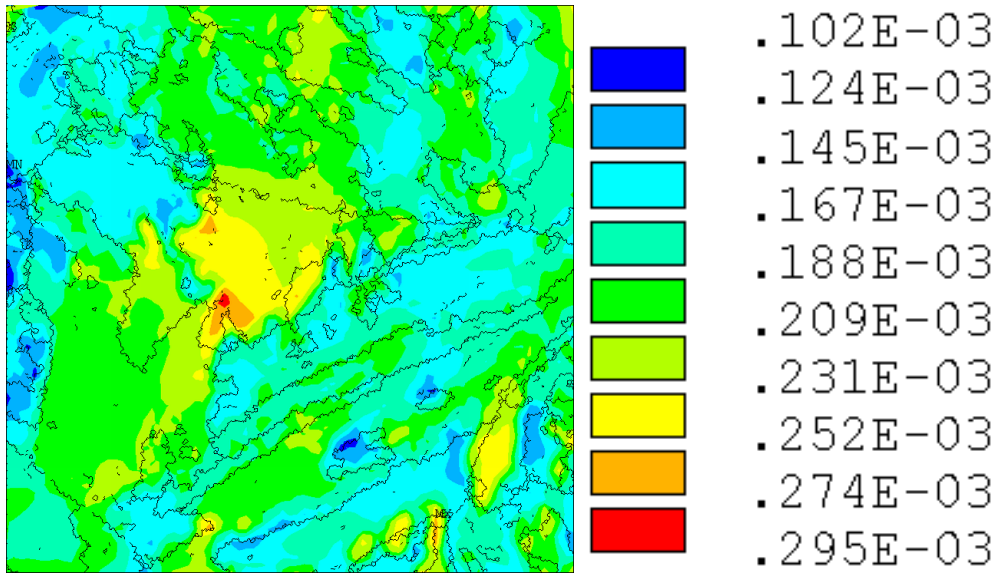


図 4.6 ミーゼス相当応力

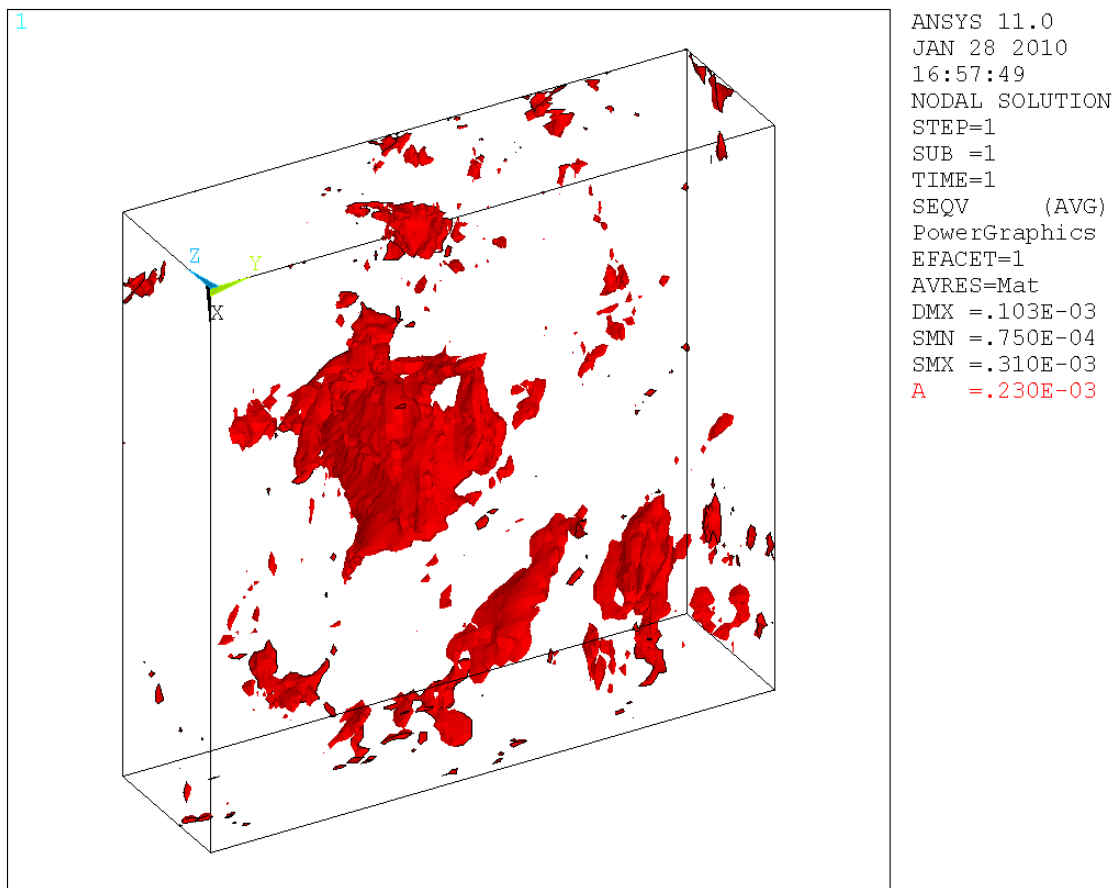


図 4.7 ミーゼス応力が 230MPa 以上の部分のみを表示したもの



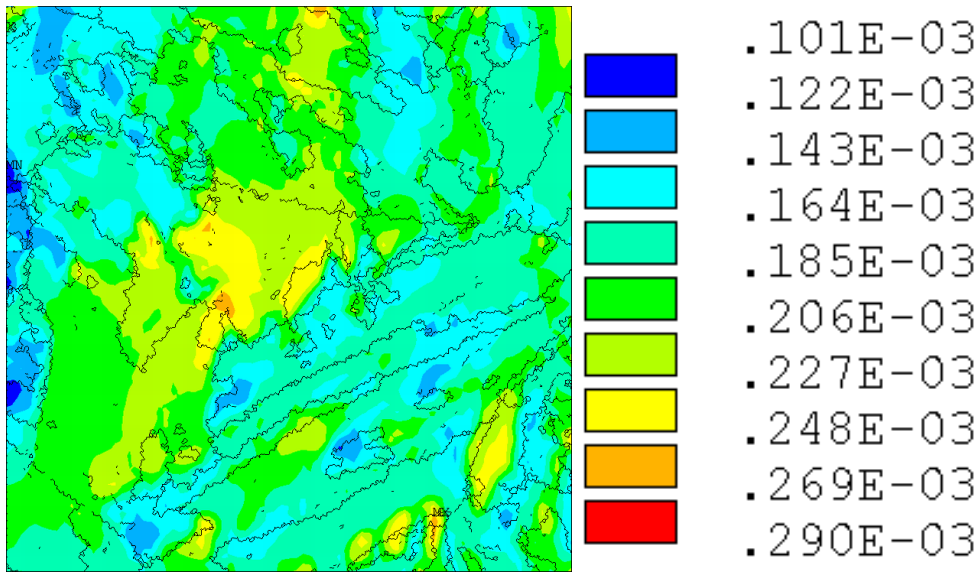


図 4.8 第一主応力

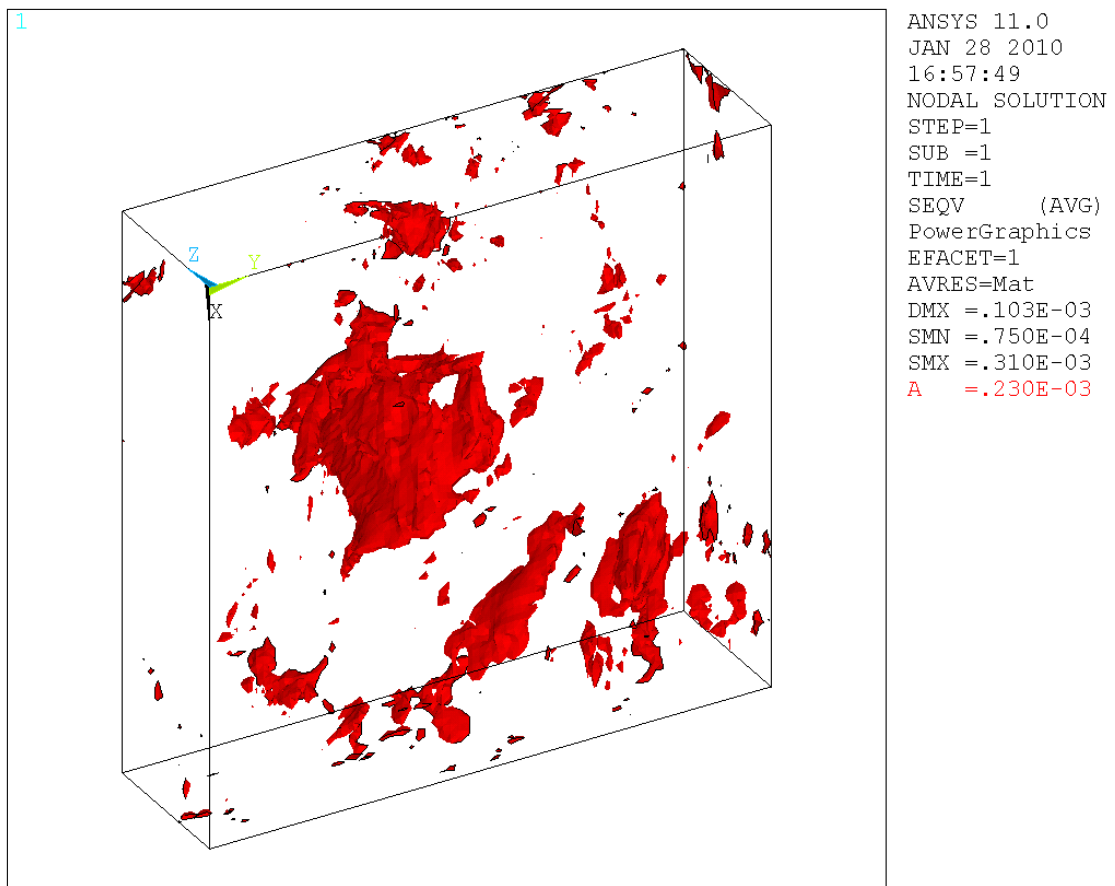


図 4.9 第一主応力が 230MPa 以上の部分のみを表示したもの

25% 損傷材 2

100  $\mu\text{m}$   $\times$  100  $\mu\text{m}$  の範囲を 0.3  $\mu\text{m}$  ずつ研磨して 40 枚測定し, 77  $\mu\text{m}$   $\times$  77  $\mu\text{m}$   $\times$  12  $\mu\text{m}$  の範囲について解析した.



図 4.10 解析部分の EBSD 方位マップ

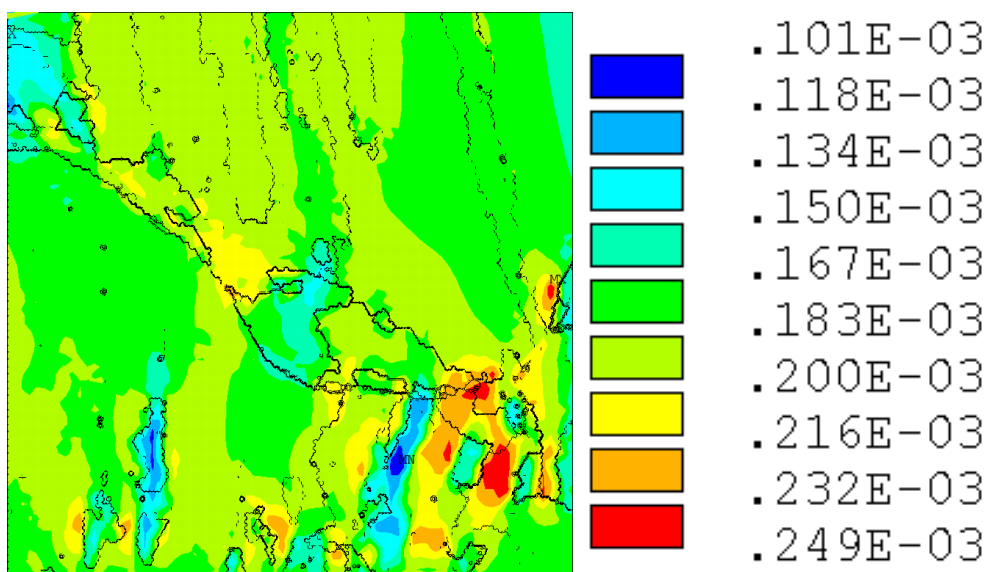


図 4.11 X 成分応力

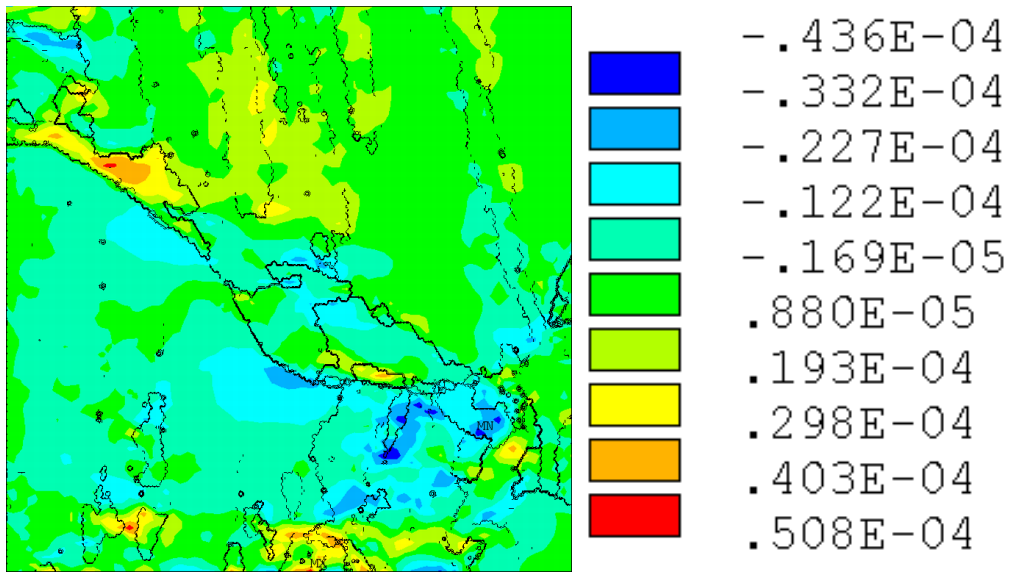


图 4.12 Y 成分应力

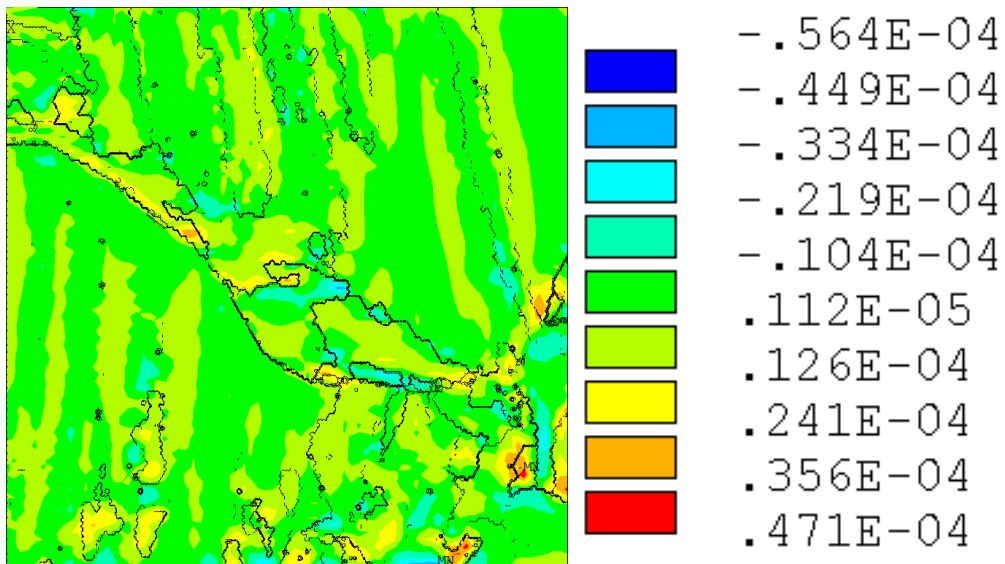


图 4.13 Z 成分应力

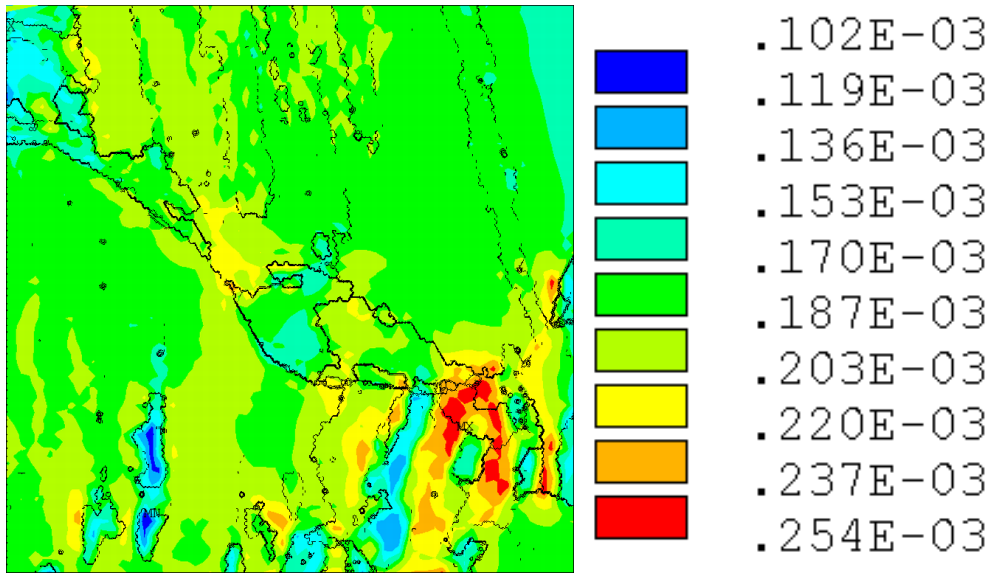


図 4.14 ミーゼス相当応力

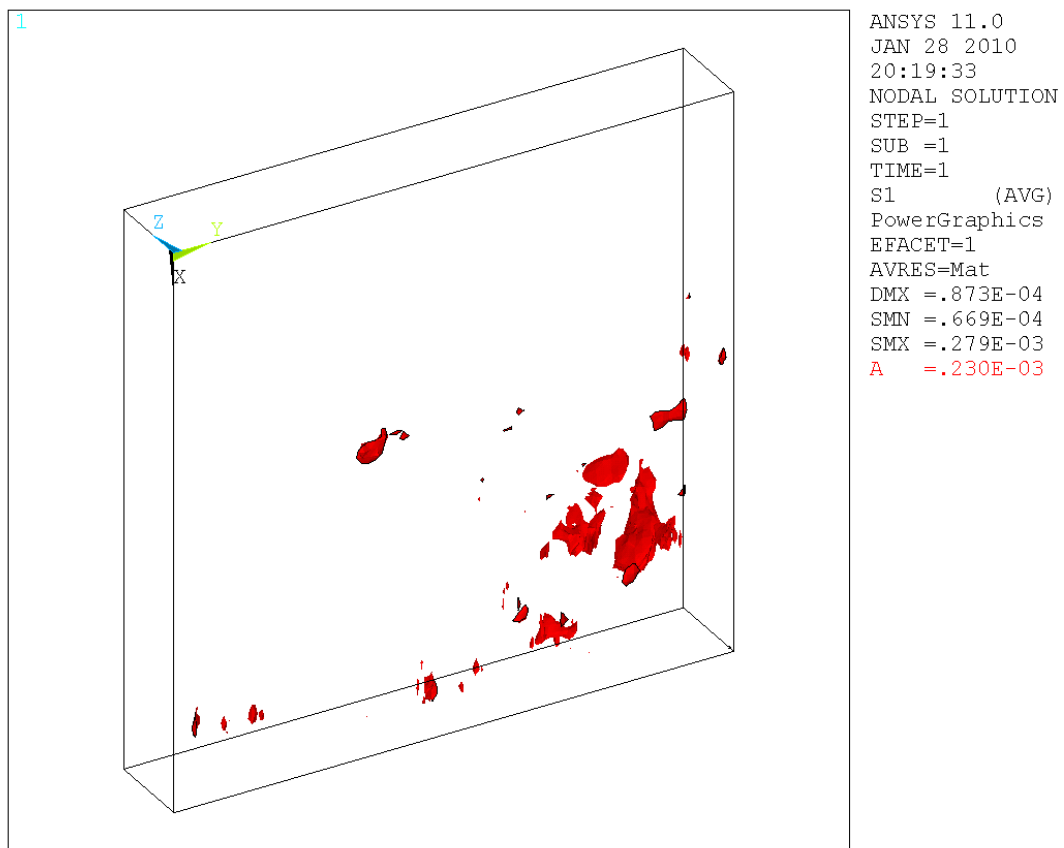


図 4.15 ミーゼス相当応力が 230MPa 以上の部分のみを表示したもの

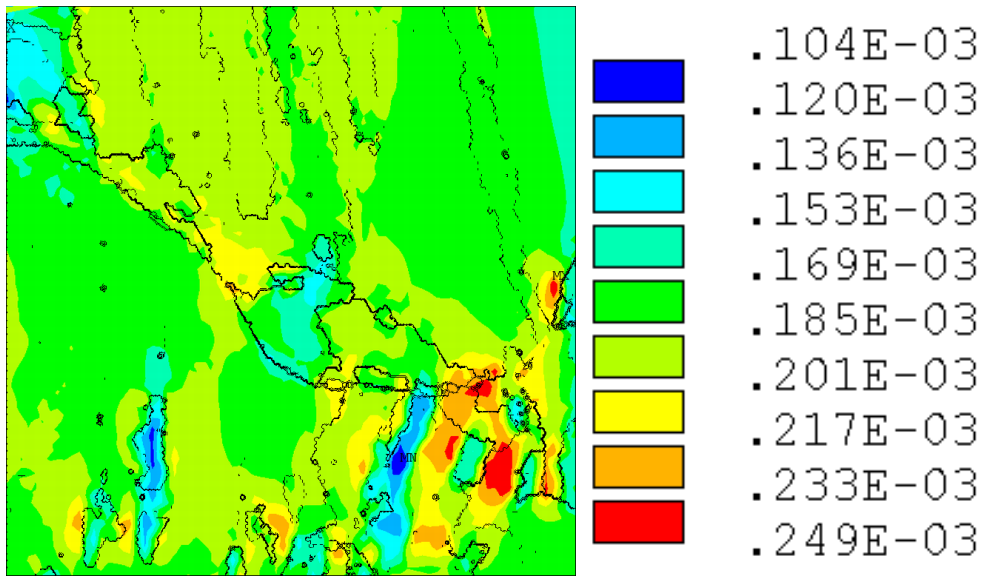


図 4.16 第一主応力

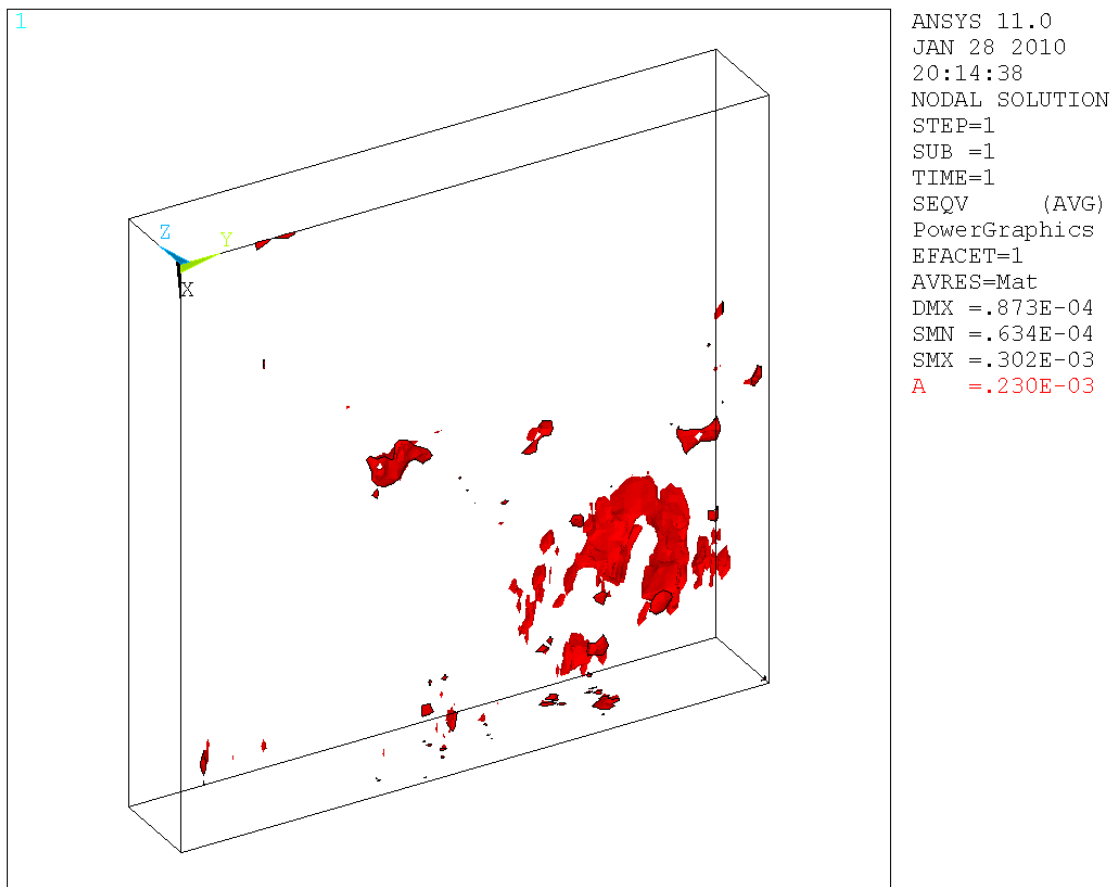


図 4.17 第一主応力が 230MPa 以上の部分のみを表示したもの

50% 損傷材

100  $\mu\text{m}$   $\times$  100  $\mu\text{m}$  の範囲を 0.5  $\mu\text{m}$  ずつ研磨して 40 枚測定し, 91  $\mu\text{m}$   $\times$  91  $\mu\text{m}$   $\times$  20  $\mu\text{m}$  の範囲について解析した.

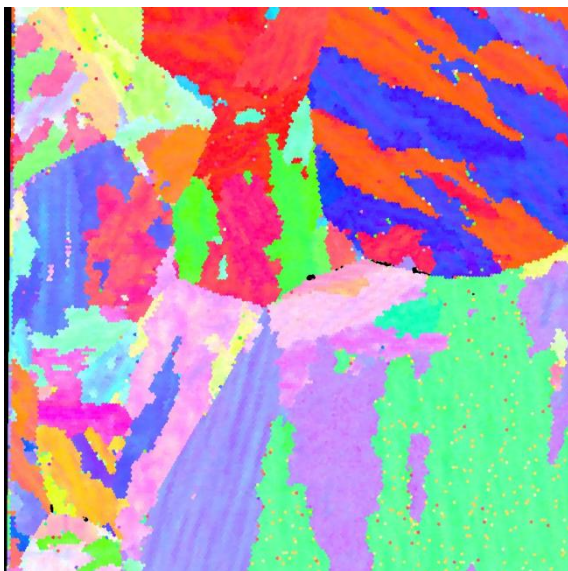


図 4.18 解析部分の EBSD 方位マップ

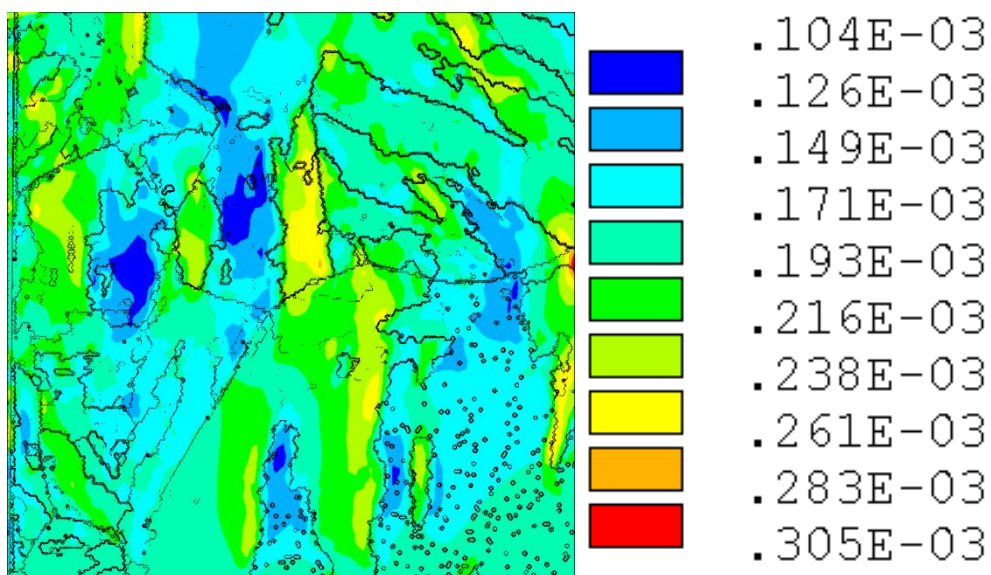


図 4.19 X 成分応力

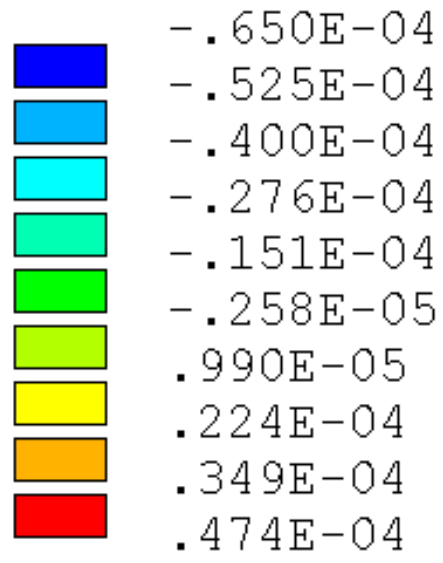
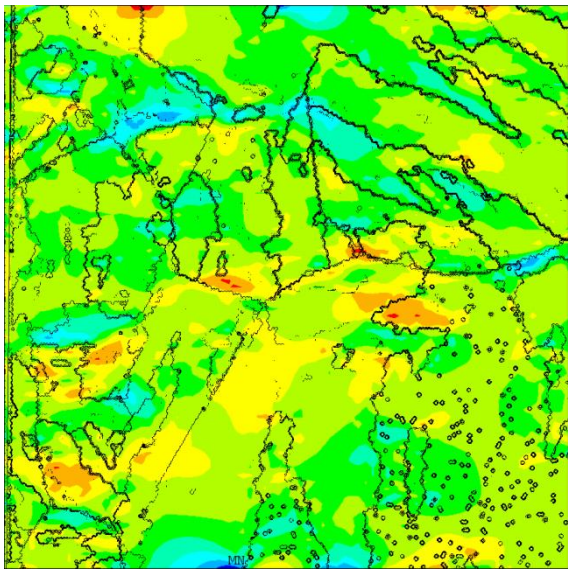


图 4.20 Y 成分应力

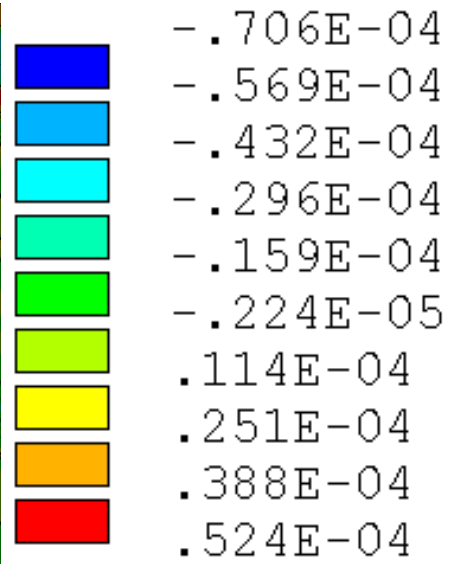
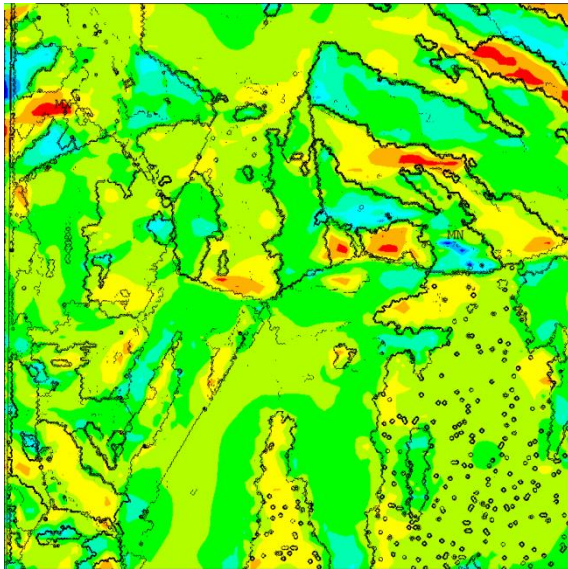


图 4.21 Z 成分应力

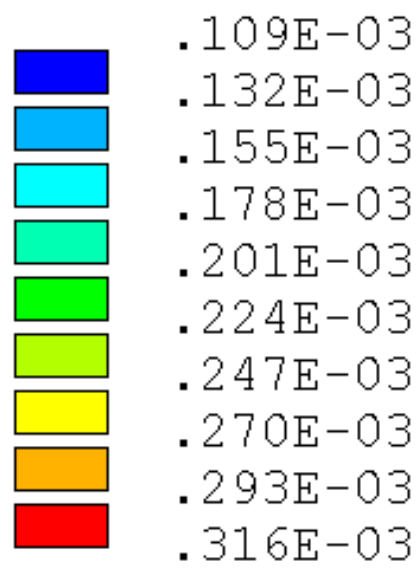
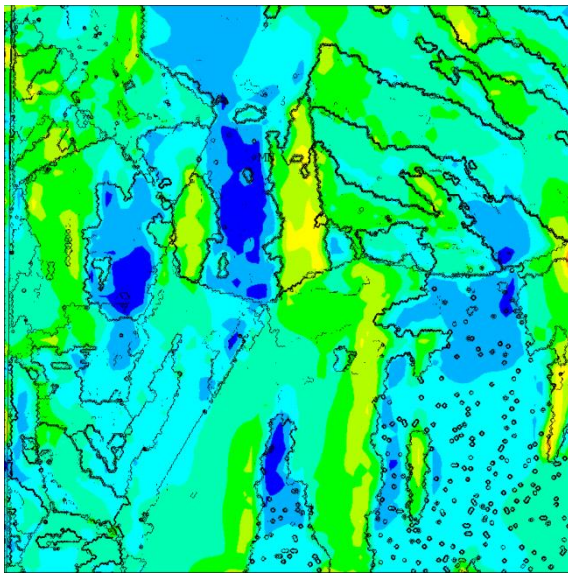


図 4.22 ミーゼス相当応力

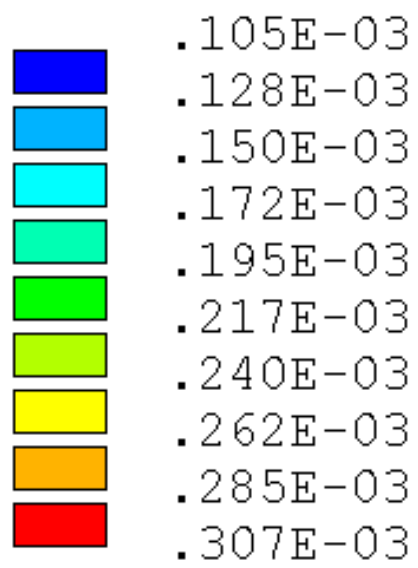
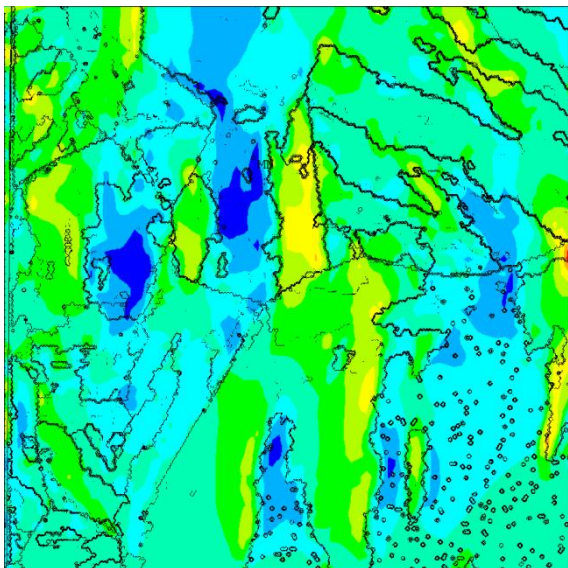


図 4.23 第一主応力



75%損傷材 1

100  $\mu\text{m}$   $\times$  100  $\mu\text{m}$  の範囲を 0.5  $\mu\text{m}$  ずつ研磨して 40 枚測定し, 81  $\mu\text{m}$   $\times$  81  $\mu\text{m}$   $\times$  20  $\mu\text{m}$  の範囲について解析した.

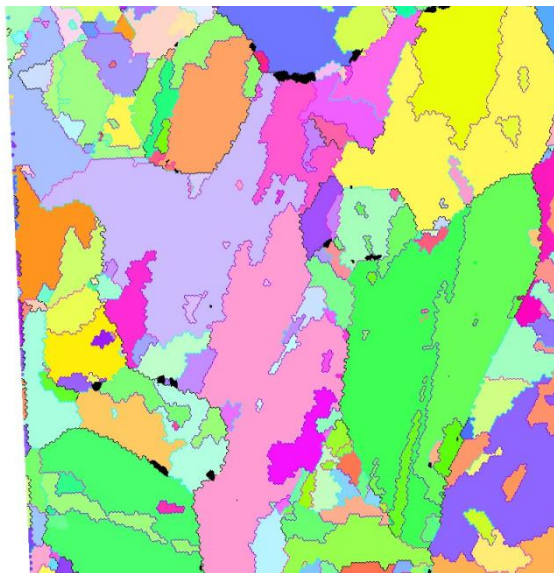


図 4.24 解析部分の EBSD 方位マップ

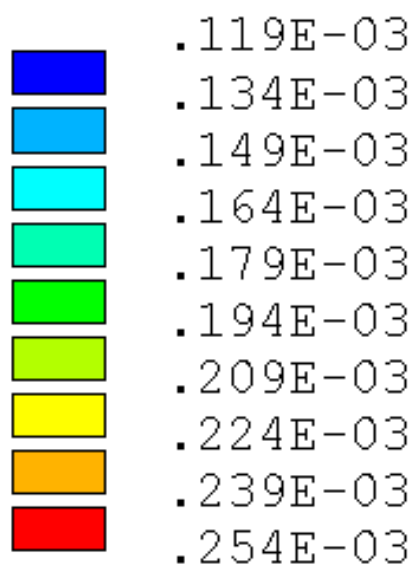
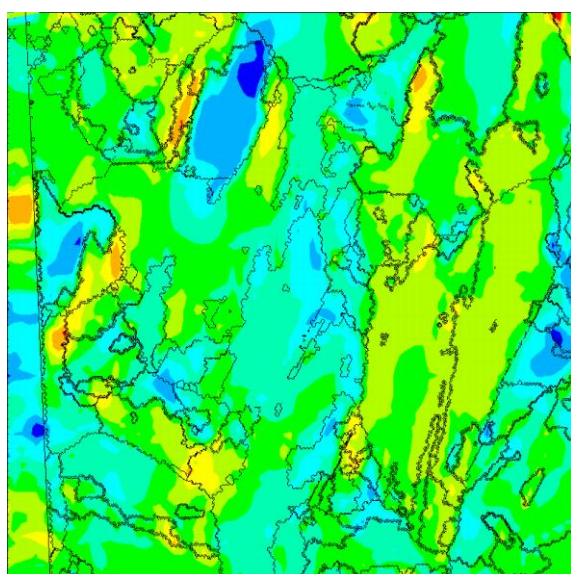


図 4.25 X 成分応力

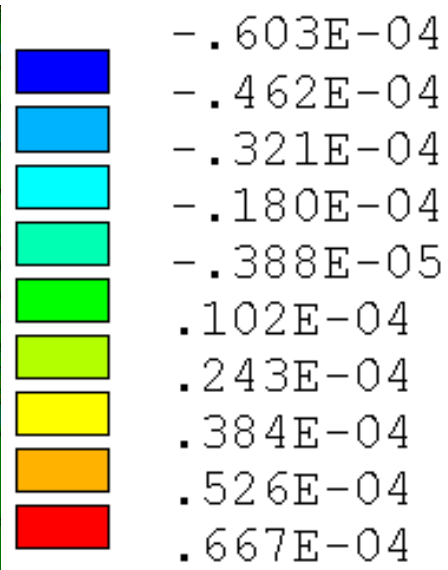
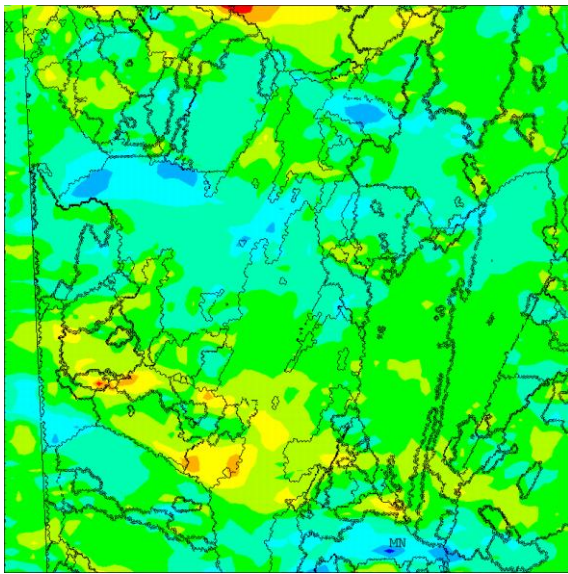


图 4.26 Y 成分应力

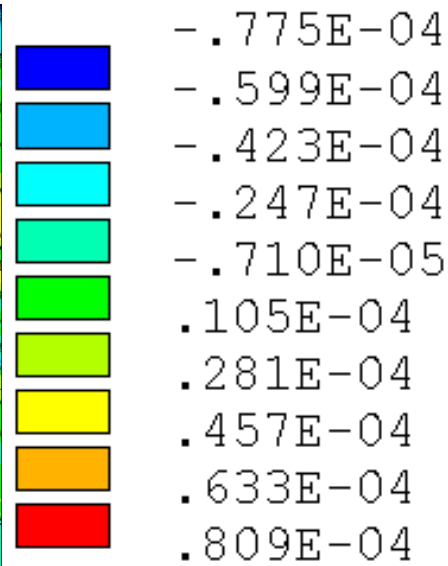
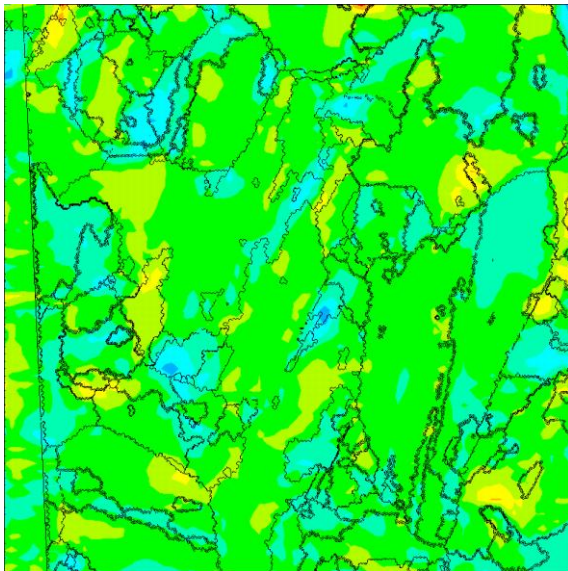


图 4.27 Z 成分应力

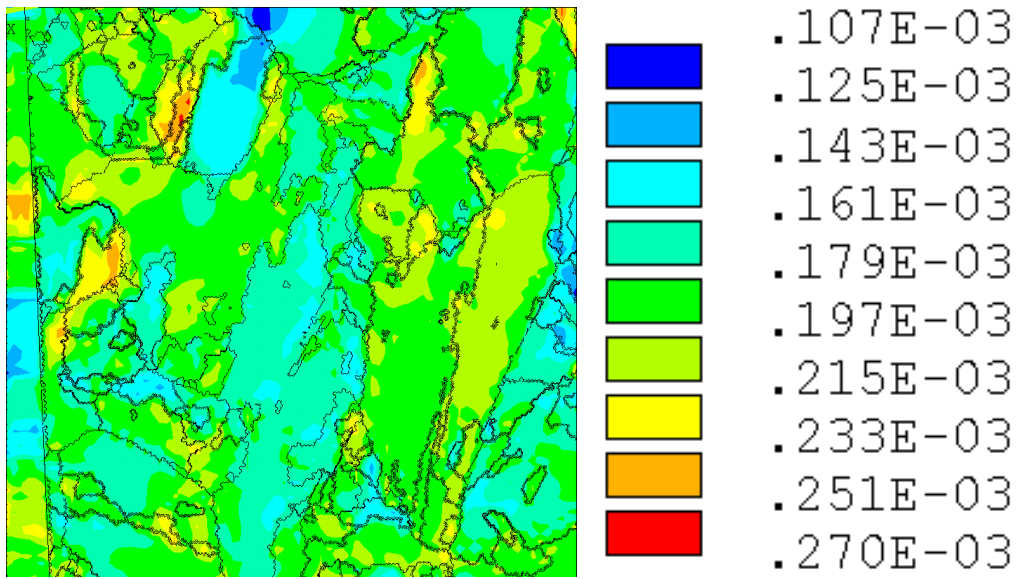


図 4.28 ミーゼス相当応力

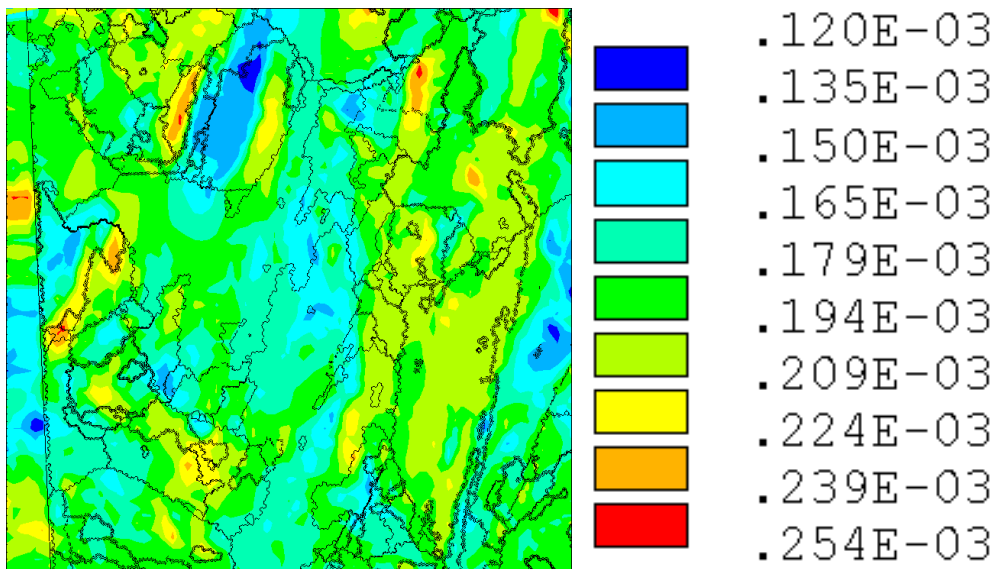


図 4.29 第一主応力

75%損傷材 2

100  $\mu\text{m}$   $\times$  100  $\mu\text{m}$  の範囲を 0.5  $\mu\text{m}$  ずつ研磨して 40 枚測定し, 76  $\mu\text{m}$   $\times$  76  $\mu\text{m}$   $\times$  20  $\mu\text{m}$  の範囲について解析した.

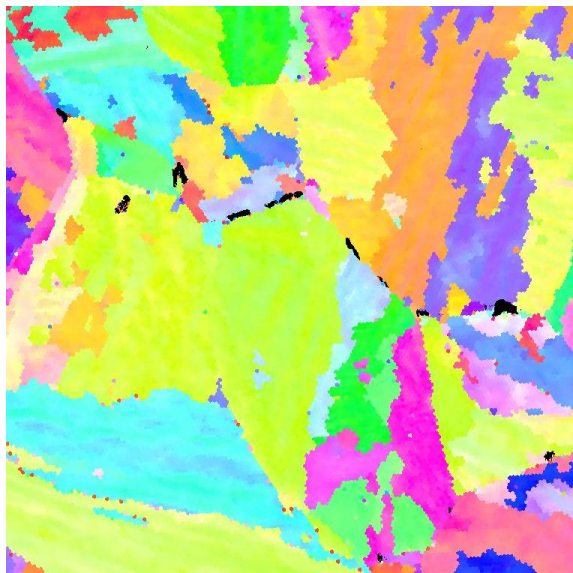


図 4.30 解析部分の EBSD 方位マップ

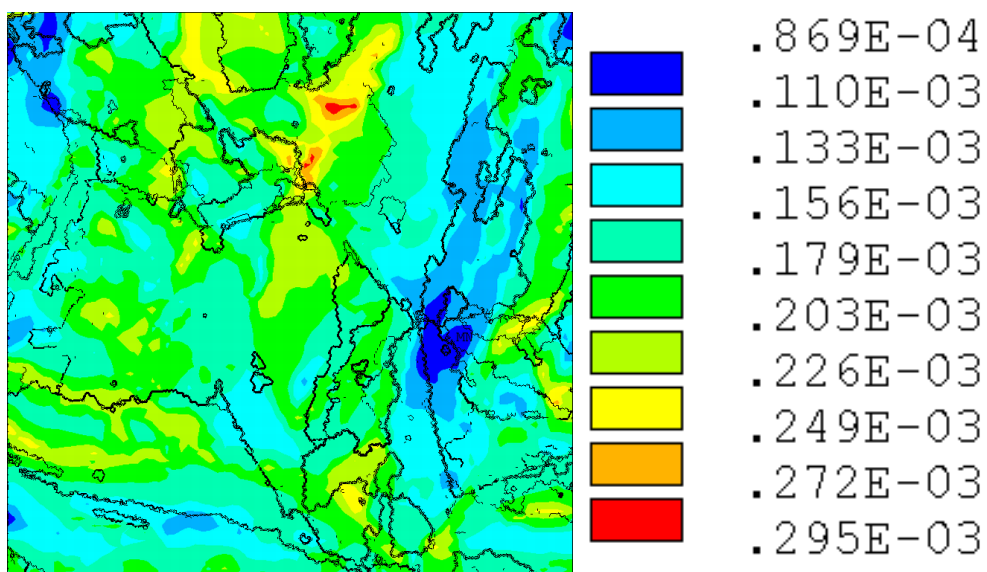


図 4.31 X 成分応力

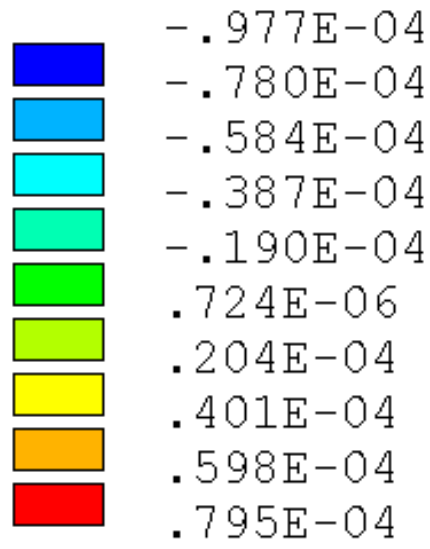
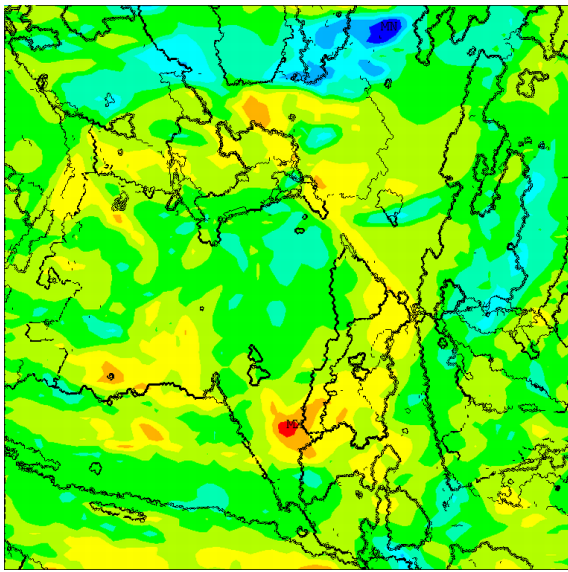


图 4.32 Y 成分应力

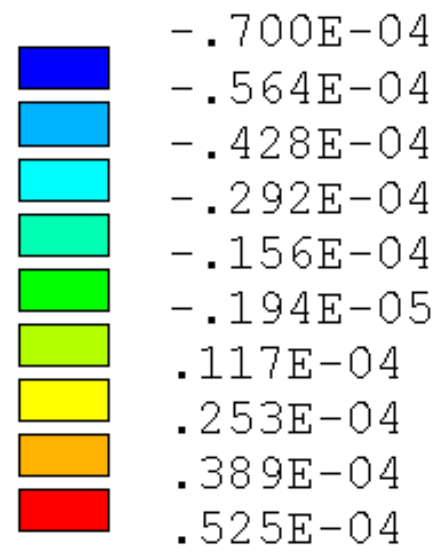
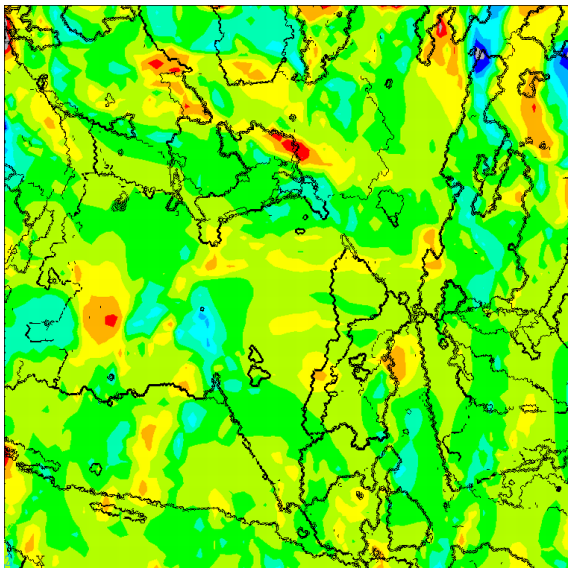


图 4.33 Z 成分应力

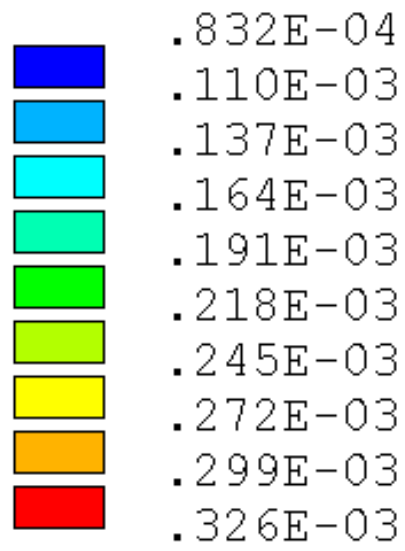
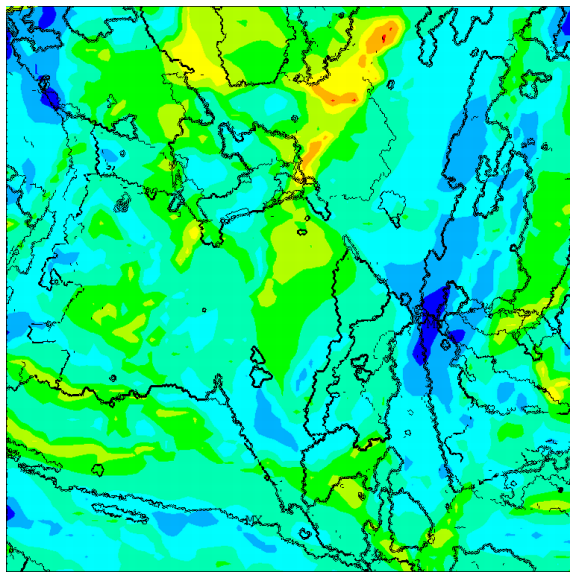


図 4.34 ミーゼス相当応力

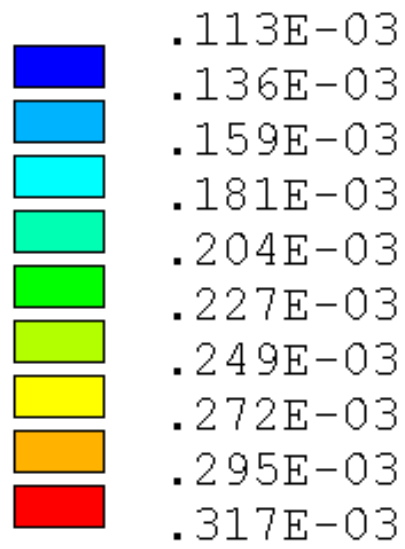
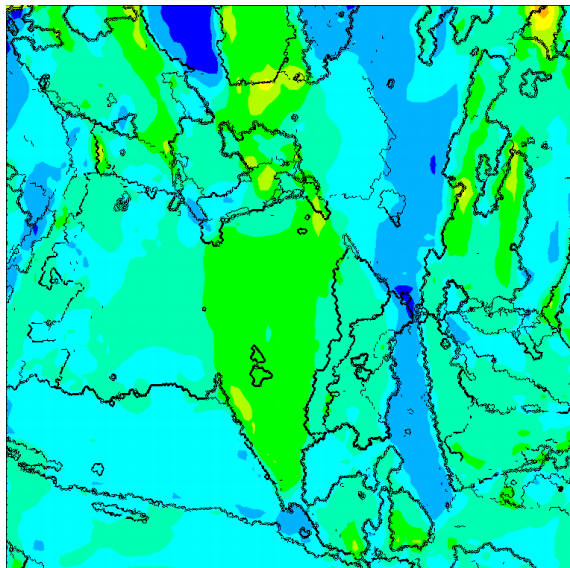


図 4.35 第一主応力

100%損傷材

100  $\mu\text{m}$   $\times$  100  $\mu\text{m}$  の範囲を 0.5  $\mu\text{m}$  ずつ研磨して 40 枚測定し, 84  $\mu\text{m}$   $\times$  84  $\mu\text{m}$   $\times$  20  $\mu\text{m}$  の範囲について解析した.

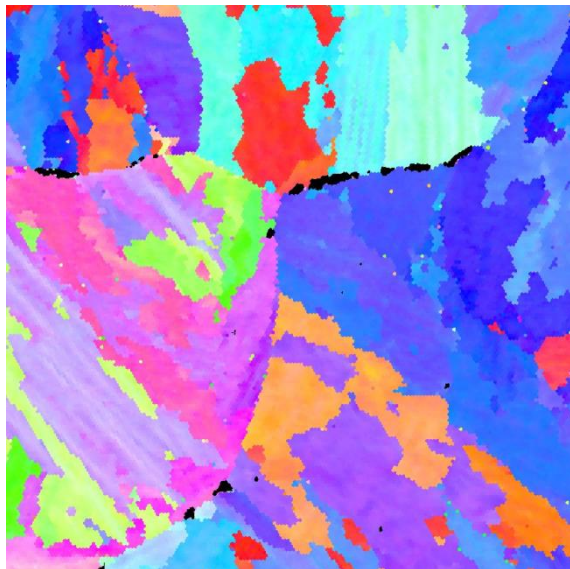


図 4.36 解析部分の EBSD 方位マップ

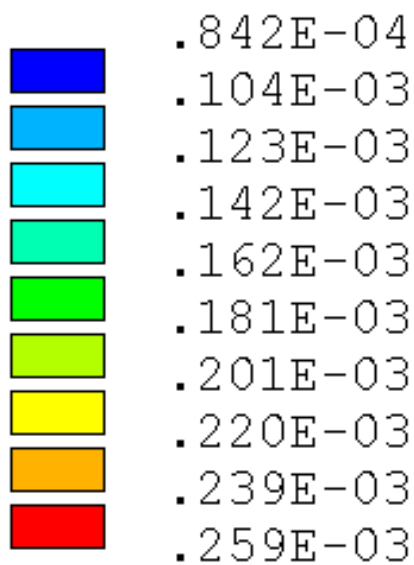
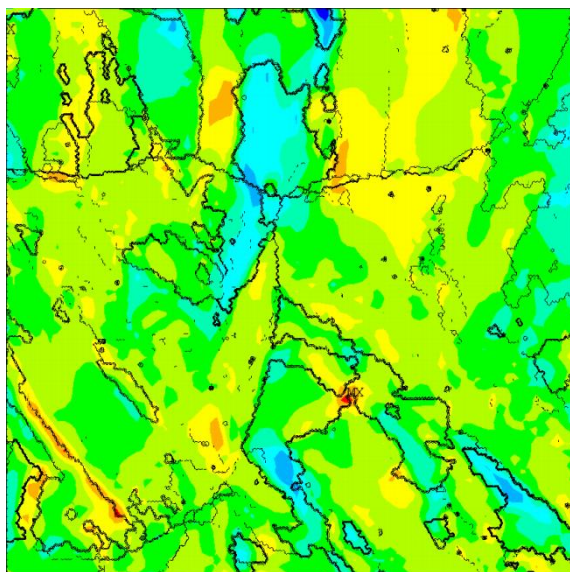


図 4.37 X 成分応力

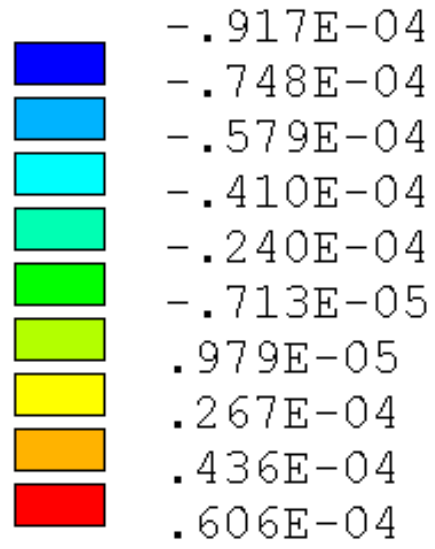
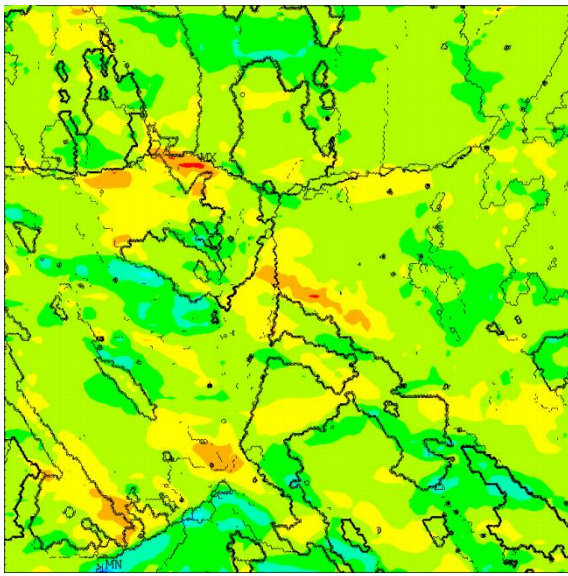


图 4.38 Y 成分应力

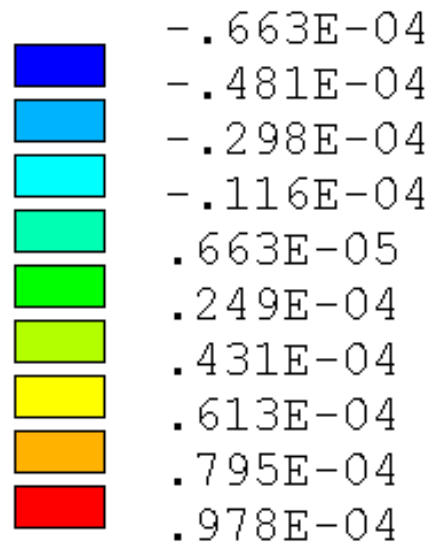
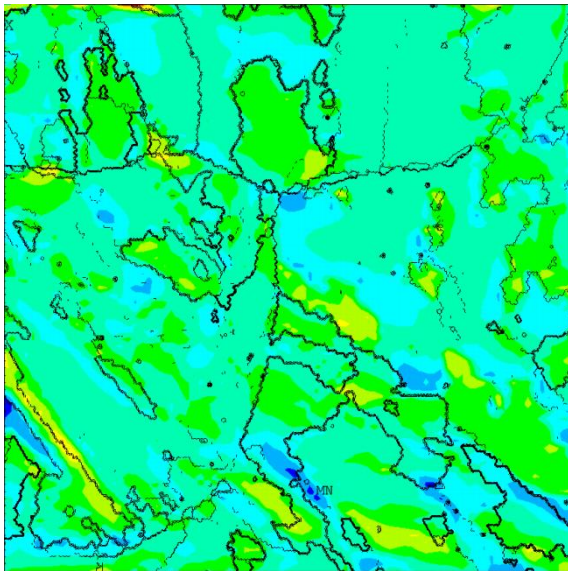


图 4.39 Z 成分应力



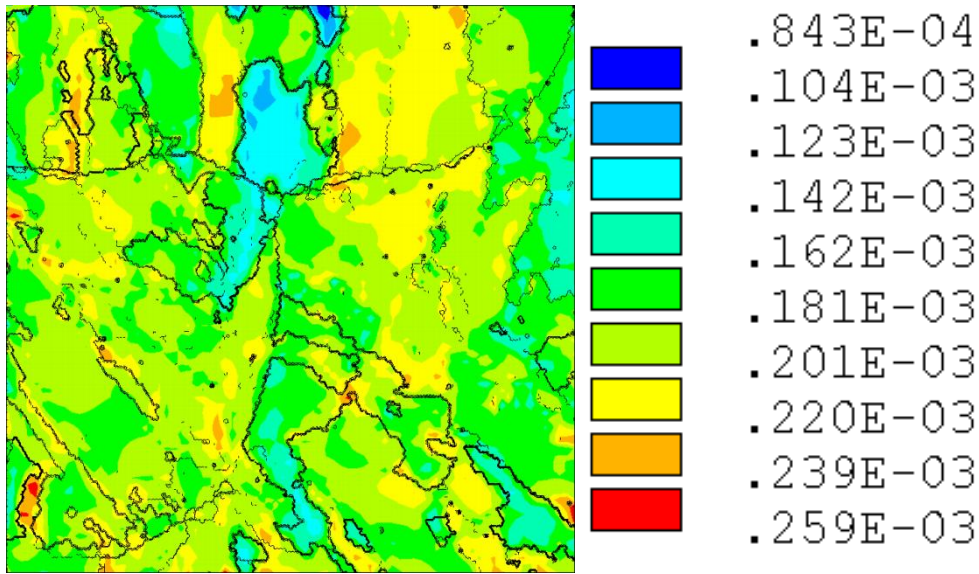


図 4.40 ミーゼス相当応力

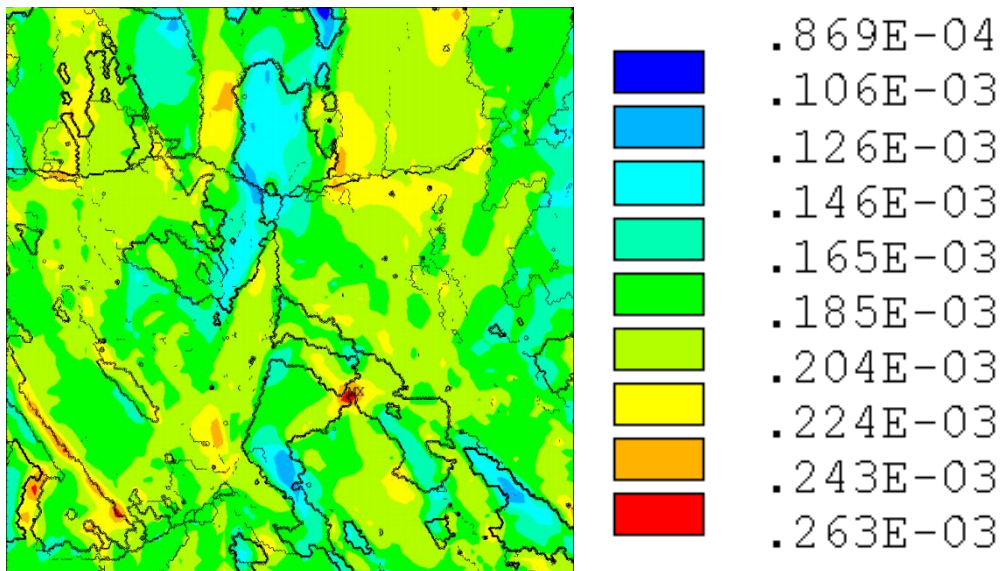


図 4.41 第一主応力

## 第5章 考察

### 5. 1 2次元解析と3次元解析との比較

節点の応力のヒストグラムを示す。25%損傷材二箇所、50%損傷材一箇所、75%損傷材二箇所、100%損傷材一箇所での結果の合計である。各平均応力が引張荷重の180MPaとならないのはモデルの中央部分のみの応力頻度をとっているためである。応力集中は引張荷重の180MPaに対する倍率で計算している。

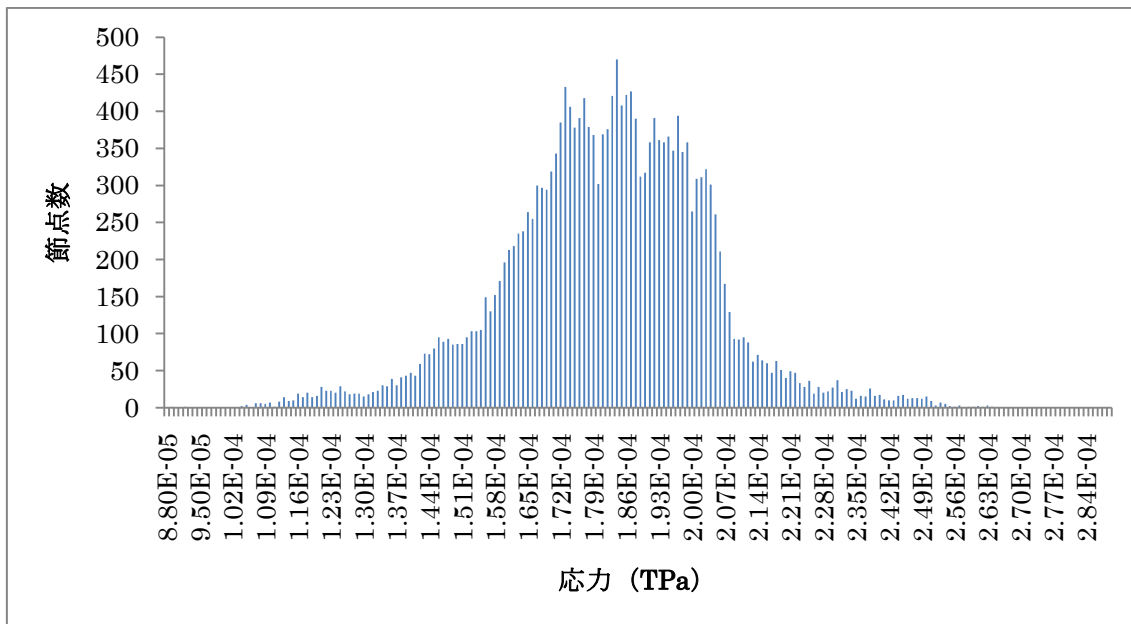


図 5.1 2次元解析 X 成分応力頻度

モデルの中央部分 40 要素四方の応力頻度をとった。

平均 181MPa

標準偏差 21.5MPa

最大で 1.46 倍の応力集中が見られた。

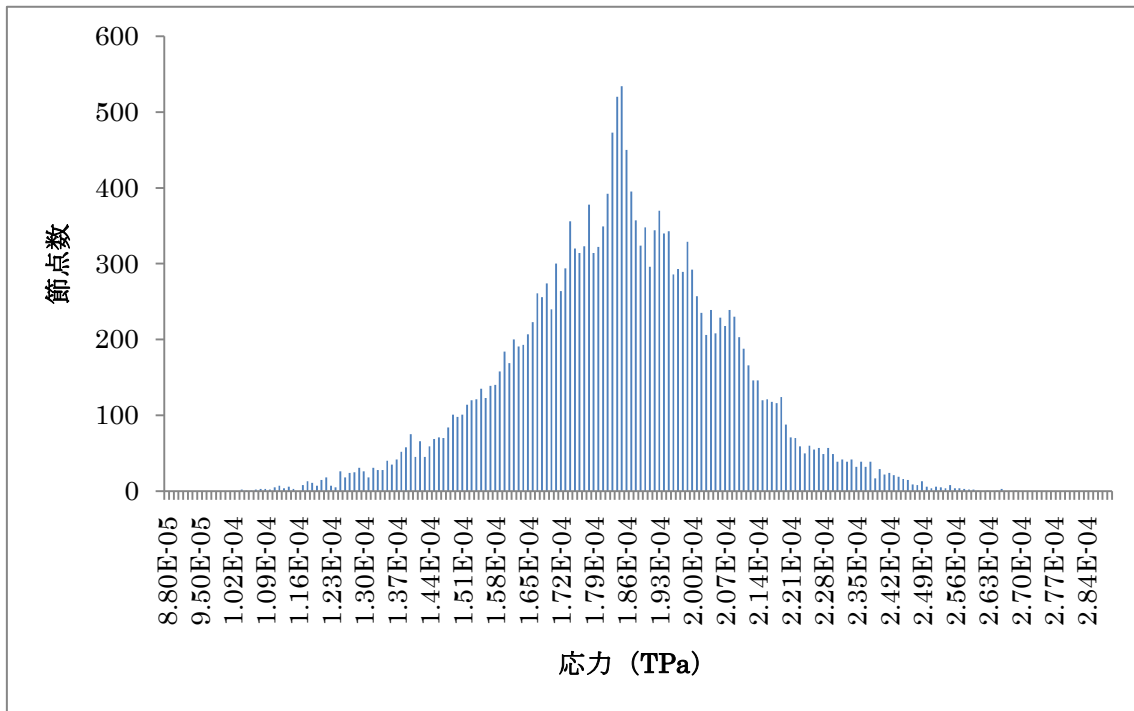


図 5.23 次元解析 X 成分応力頻度

同様にモデルの中央部分 40 要素四方の応力頻度をとった。

平均 184MPa

標準偏差 22.9MPa

最大で 1.49 倍の応力集中が見られた。

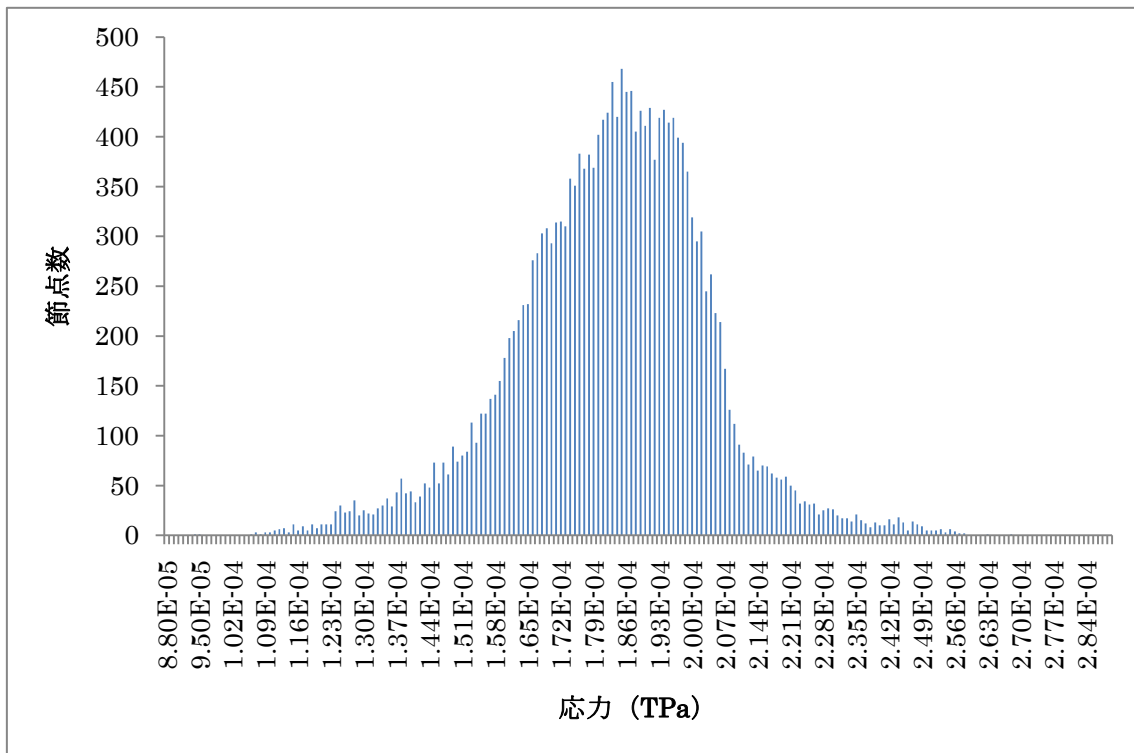


図 5.3 2次元解析ミーゼス相当応力頻度

同様にモデルの中央部分 40 要素四方の応力頻度をとった.

平均 182MPa

標準偏差 20.5MPa

最大で 1.48 倍の応力集中が見られた.

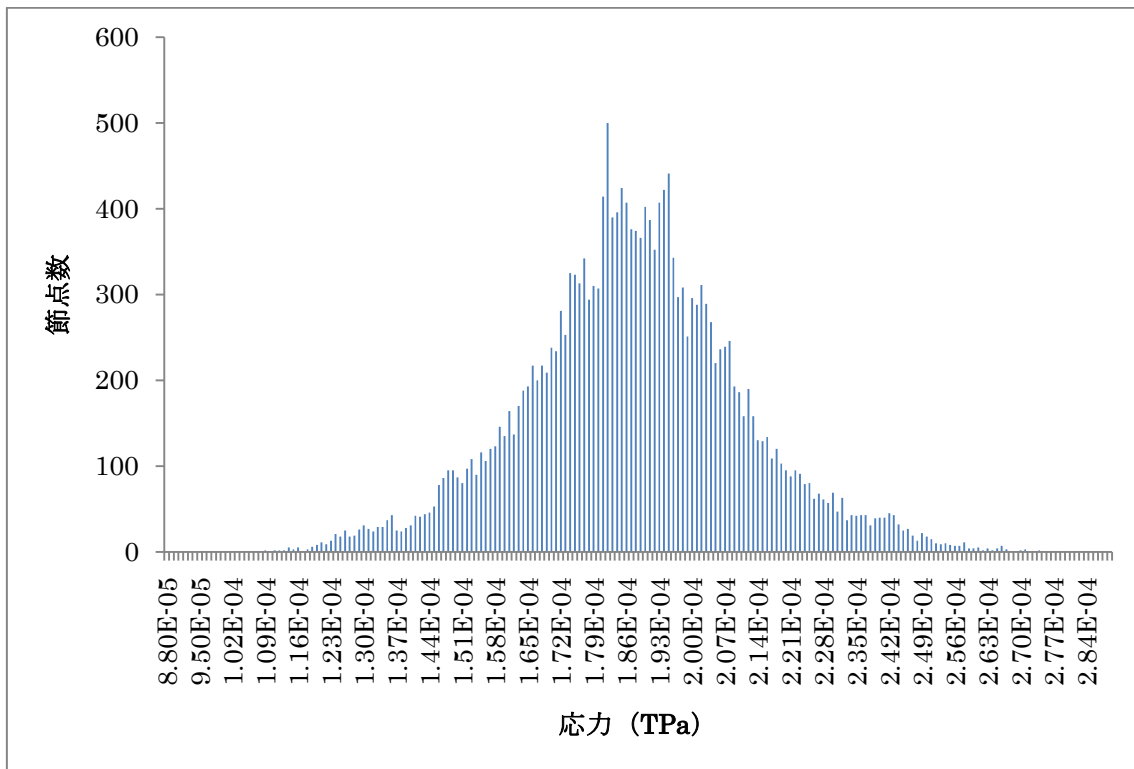


図 5.43 次元解析ミーゼス相当応力頻度

同様にモデルの中央部分 40 要素四方の応力頻度をとった.

平均 187MPa

標準偏差 23.4MPa

最大で 1.59 倍の応力集中が見られた.

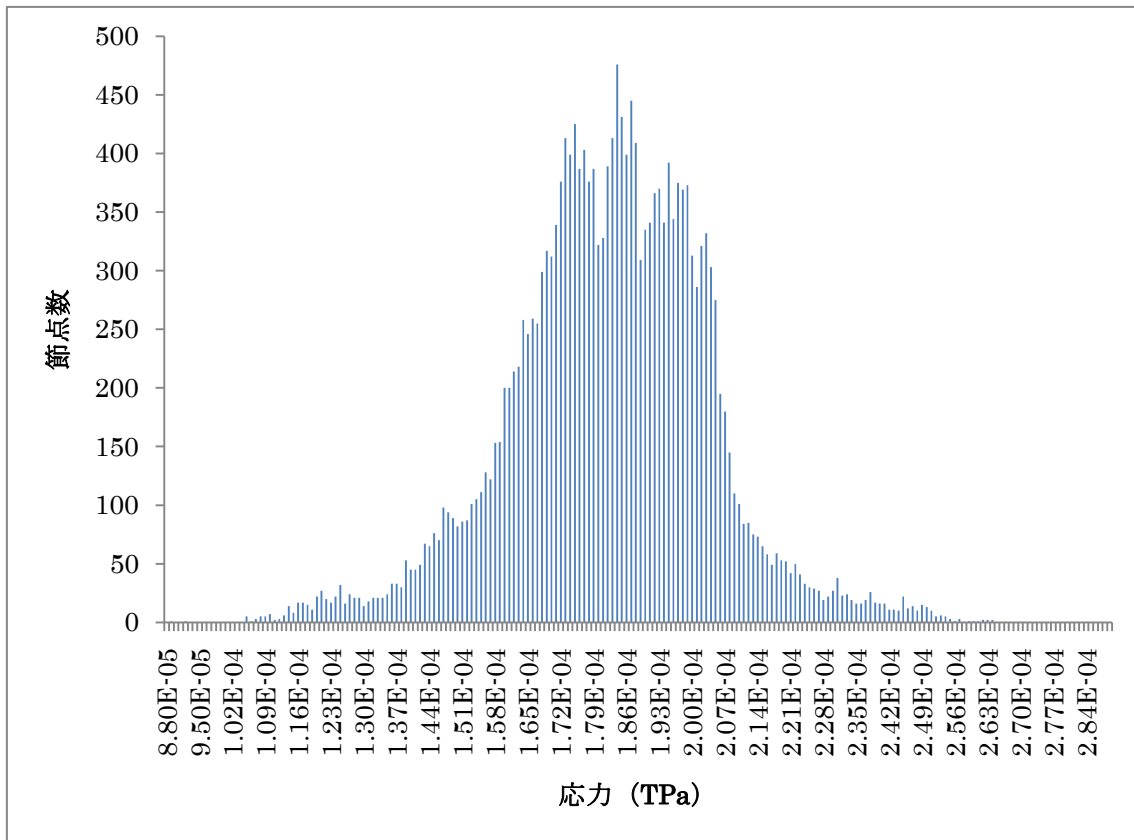


図 5.5 2次元解析第一主応力

同様にモデルの中央部分 40 要素四方の応力頻度をとった.

平均 182MPa

標準偏差 21.4MPa

最大で 1.46 倍の応力集中が見られた.

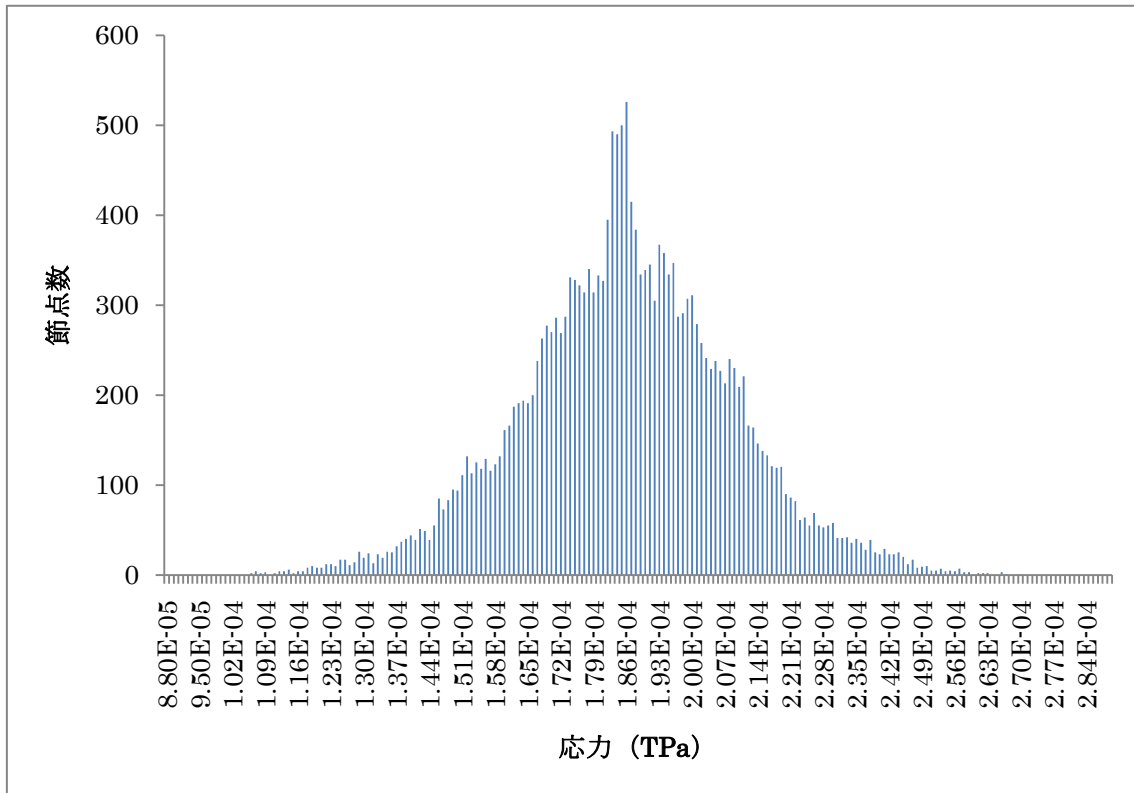


図 5.63 3次元解析第一主応力

同様にモデルの中央部分 40 要素四方の応力頻度をとった。

平均 186MPa

標準偏差 22.4MPa

最大で 1.49 倍の応力集中が見られた。

全ての応力について 3 次元解析の方が 2 次元解析に比べて応力の強さがわずかに裾の広い分布を持っているという結果になった。応力集中度も全ての応力で 3 次元解析の方が大きいという結果になった。よって結晶粒の局所応力の値を考える必要がある場合、3 次元解析を行うと 1.1 倍程度 2 次元解析よりも相当応力が高くなる部分が存在する可能性がある。

応力の分布は全体としては 2 次元と 3 次元で同様の傾向があるものの一部の応力集中部が 2 次元解析では再現できていない。

### 5. 23 次元解析をした場合の応力分布とボイド発生場所の関係

25% 損傷材 2 ではボイドが発生している粒界の近くにて応力集中と大きな応力勾配が存在している。よってこれらのボイドは応力集中がボイド発生に寄与していると考えられる。しかしそれ以外の試料においてはボイド発生場所が特徴ある応力場になっているとは言えない。

この弾性解析の結果はクリープ変形を経た試料を観察したためクリープ中断試験終了時の応力分布を求めていることになる。実際にはクリープ変形にともなり応力分布が変化していくため、ボイドが存在している部分は試験中のある時点では応力集中部であった可能性もある。よって今回の結果から単に応力がボイドの発生に与える影響は小さいと結論づけることはできない。

逆に応力集中部でありながらボイドが発生していない部分もあり、ボイドは核となる析出物等が必要であるという従来の説を支持する結果となった。

また、ボイドの成長速度は粒界に垂直な成分の応力に依存した式を用いてシミュレーションすることがある。[5]そのため、粒界に垂直な成分の応力について以下の箇所について求めた。

25%損傷材 20 枚目

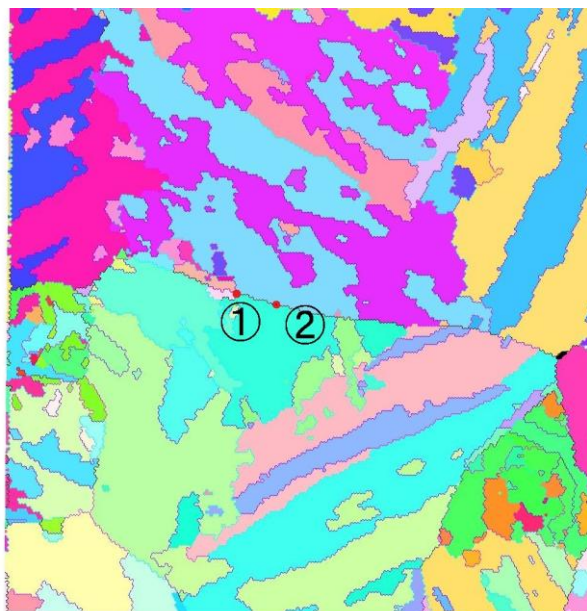


図 5.7

- ①粒界三重点，ボイド無し，旧オーステナイト粒界上：173MPa
- ②ボイド，旧オーステナイト粒界上：195MPa



25%損傷材 2 20 枚目

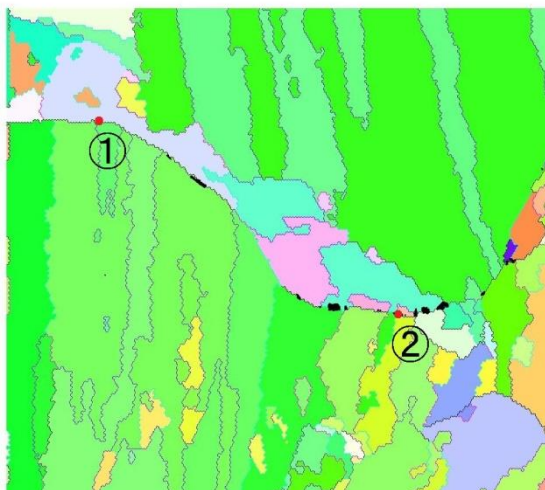


図 5.8

①ボイド無し，旧オーステナイト粒界上：198MPa

②ボイド，旧オーステナイト粒界上：161MPa

50%損傷材 20 枚目

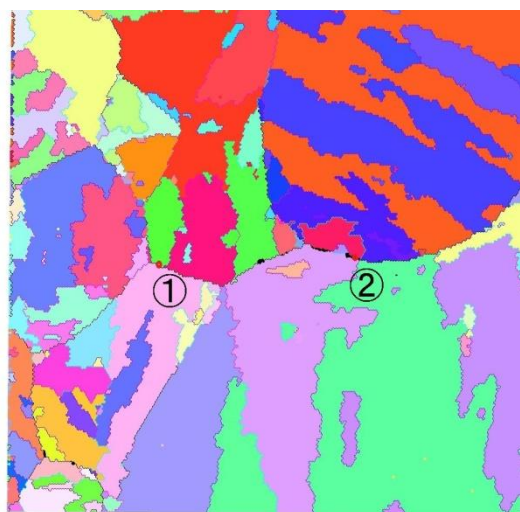


図 5.9

①ボイド無し，旧オーステナイト粒界上：192MPa

②ボイド，旧オーステナイト粒界上：186MPa

75% 損傷材 1

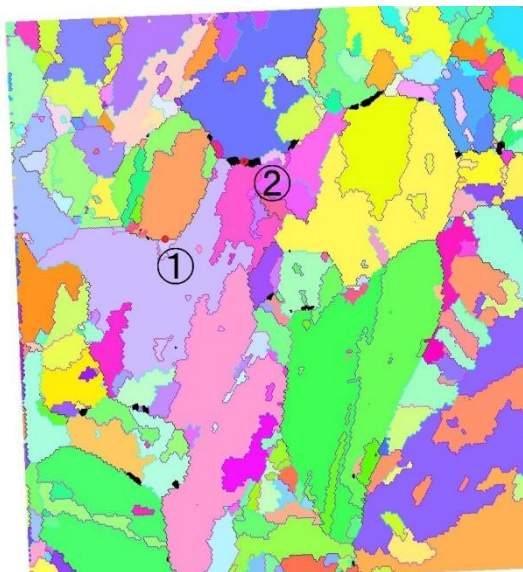


図 5.10

①ボイド無し，旧オーステナイト粒界上：153MPa

②ボイド，旧オーステナイト粒界上：169MPa

75% 損傷材 2

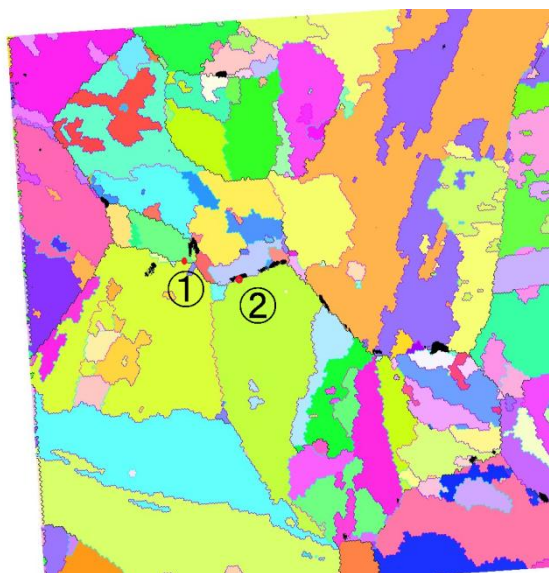


図 5.11

①ボイド無し，旧オーステナイト粒界上：169MPa

②ボイド，旧オーステナイト粒界上：175MPa

100%損傷材

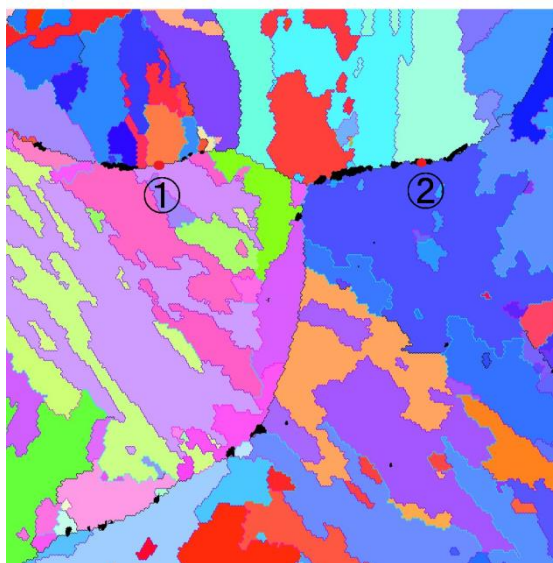


図 5.12

①ボイド無し，旧オーステナイト粒界上：193MPa

②ボイド，旧オーステナイト粒界上：197MPa

ボイドのある箇所とボイドの無い箇所についてそれぞれ一箇所ずつ垂直な成分の応力を調べたが必ずしもボイドのある箇所の方が応力が大きいというわけではないという結果になった。これもボイド発生には核が必要であるためや，弾性解析のみではクリープ試験中に応力分布が変化するためと考えられる。

### 5. 3 応力集中の原因

応力が集中する機構は隣接する結晶粒の相対的な弾性定数の関係が大きく影響していることが指摘されている。[3]以下に各応力集中部付近の結晶粒の等価弾性率を示す。コンター図は第一主応力の大きさに対応している。等価弾性率とは方向によって決まる弾性率で，ある結晶方位の単結晶材を一軸で引張った場合の弾性率である。

25% 損傷材

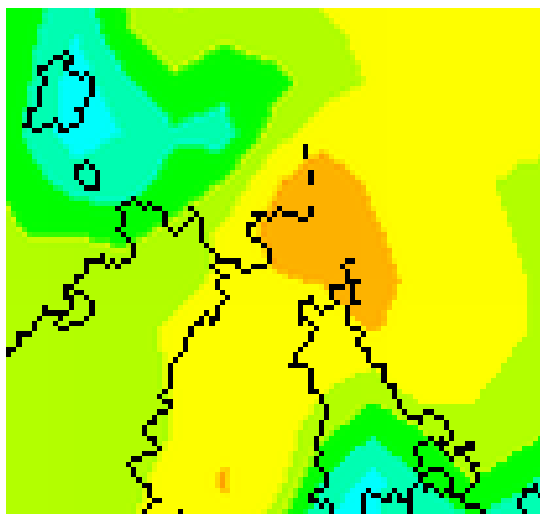


図 5.13 第一種応力集中部



図 5.14 同範囲の結晶粒

① 201.5GPa

② 190.3GPa

③ 120.4GPa

標準偏差 44.0GPa

最大の差 81.1GPa

25% 損傷材 2

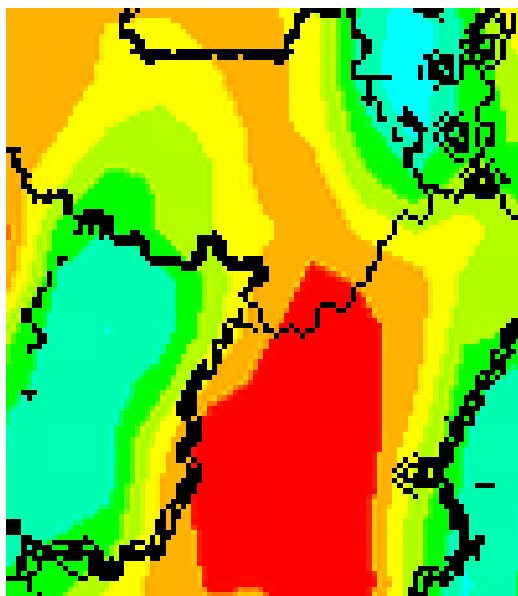


図 5.15 第一種応力集中部



図 5.16 同範囲の結晶粒

① 205.0GPa

② 104.8GPa

③ 176.4GPa

標準偏差 51.6GPa

最大の差 100.2GPa

50% 損傷材

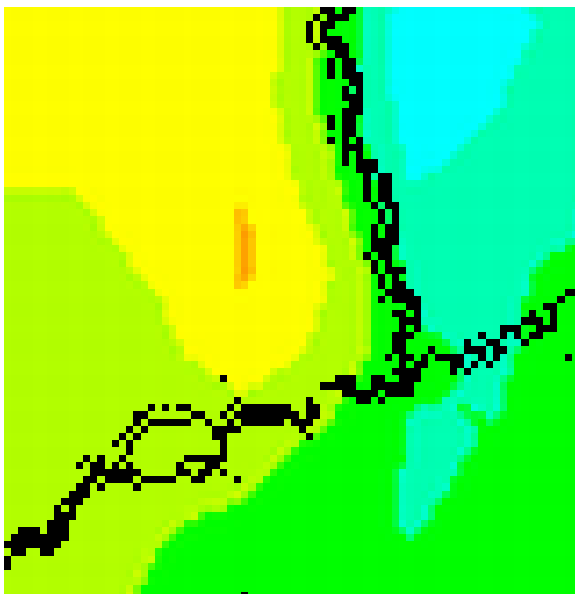


図 5.17 第一主応力集中部



図 5.18 同範囲の結晶粒

① 98.70GPa

② 208.9GPa

③ 187.6GPa

標準偏差 58.5GPa

最大の差 110.2GPa

75% 損傷材

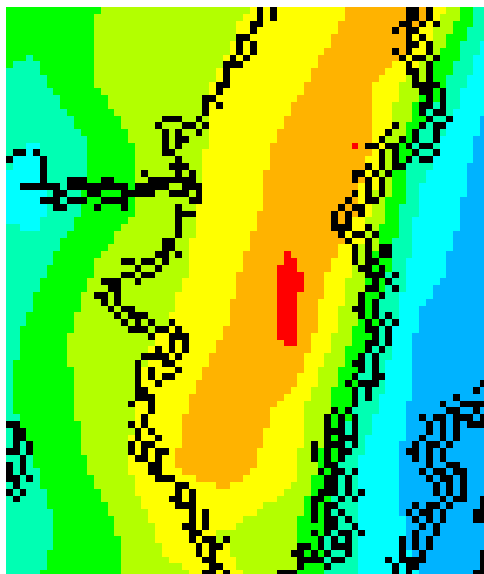


図 5.19 第一主応力集中部



図 5.20 同範囲の結晶粒

① 139.9GPa

② 177.4GPa

③ 164.9GPa

④ 146.8GPa

標準偏差 17.1GPa

最大の差 37.5GPa

75% 損傷材 2

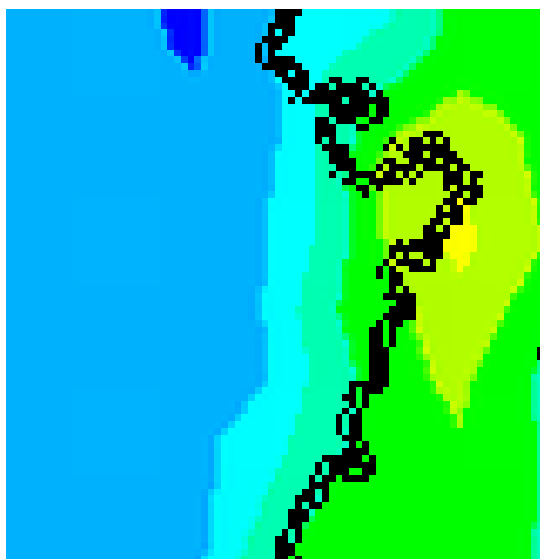


図 5.21 第一主応力集中部



図 5.22 同範囲の結晶粒

① 111.1GPa

② 164.9GPa

標準偏差 38.0GPa

最大の差 53.8GPa



100%損傷材

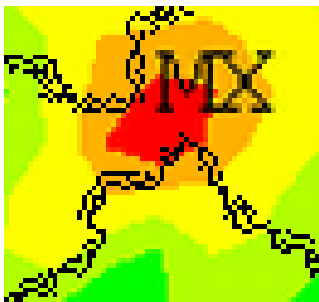


図 5.23 第一主応力集中部



図 5.24 同範囲の結晶粒 (No. 20)



図 5.25 同範囲の結晶粒 (No. 21)



図 5.26 同範囲の結晶粒 (No. 22)

20~22 セクションについて示している.

① 136.9GPa

② 121.0GPa

③ 140.1GPa

標準偏差 10.2GPa

最大の差 19.1GPa

25% 損傷材 2



図 5.27



図 5.28 同範囲の結晶粒

① 135.3MPa

② 206.8MPa

標準偏差 50.6GPa

最大の差 71.5GPa

100% 損傷材以外の応力集中部では隣接する結晶粒において等価弾性率が大きく異なるのにもかかわらず接しているためひずみが等しくなった結果、等価弾性率の高い結晶粒内において応力が高くなっていると言える。大部分はこの機構により応力集中が起きているものと考えられる。

100% 損傷材において②の等価弾性率の低い部分に応力集中が見られる。これはこの部分において①と③の結晶粒が飛び出ているため②の結晶粒はくびれているために起きる応力集中だと考えられる。このように形状に由来する応力集中も発生する。

逆に最後に示した 25% 中断材 2 のような等価弾性率が大きく違う場合であっても粒界の角度が応力軸に垂直な方向に近い場合は応力集中が起こらない。これは粒界が応力軸に垂直な場合二つの結晶粒のひずみの違いが許容されるからであると考えられる。

## 第6章 結論

### 6. 1 本研究の結論

以下のような結論が得られた。

ベイナイト組織である Cr-Mo-V 鋼では、ミーゼス応力が最大で均質材の場合の 1.59 倍になる場所が存在した。

2次元解析と3次元解析を比較すると3次元解析の方が応力の偏りが大きくなる傾向がある。

ボイド発生位置と弾性解析による応力集中位置は必ずしも対応しない。

多くの応力集中は等価弾性率が大きく異なる結晶が応力軸に垂直な方向で隣接している粒界で発生し、その他にも結晶粒の形状によっても発生する。

### 6. 2 今後の課題

クリープ変形によって結晶粒の形状が変化することにより応力集中も変化していくと考えられる。よってクリープ変形を考慮したクリープ解析を行うことで応力分布とボイド発生に関する新たな知見が得られる可能性がある。また、今回の解析では考慮しなかった残留応力について考慮した解析を行うことができればより実際の応力分布に近いものを得ることができる。

引用文献

1. 緒方隆志. タービンロータ材のクリープボイド成長挙動の解明とボイド成長シミュレーションプログラムの開発. 2003.
2. 鈴木清一. EBSD 読本 OIM を使用するにあたって. TSL ソリューションズ.
3. 北村隆行釜谷昌幸. 3次元多結晶モデルによる結晶粒界における局所応力評価.
4. 鈴木克幸. ボクセル解析法と CAE.
5. 緒方隆志. 蒸気タービンロータ局所領域におけるクリープボイド成長シミュレーション. 2006.
6. 高木節雄/津崎兼彰. 材料組織学. 朝倉書店, 2000.

## 謝辞

一年間指導して下さった泉准教授や酒井教授，研究室のみなさんには感謝しております。本当にありがとうございました。特に膨大な回数の EBSD 測定をしていただき，データを提供して下さった修士二年の片岡哲志さんには厚く御礼申し上げます。

労働安全衛生研究所の山際謙太様には EBSD を使わせていただいただけでなくいろいろと相談に乗っていただき感謝しております。

電力中央研究所の緒方隆志様には試料を提供していただき，また，さまざまなアドバイスをしていただきありがとうございました。

熊谷助教には違う研究室でありながら研究や計算機の使い方など様々なアドバイスをいただき感謝しております。

以上、簡単ではありますが謝辞にかえさせていただきます。

以上

p. 1～p. 62 完

平成 22 年 2 月 5 日提出

080191 田中 雅浩