

修 士 論 文

Cr-Mo-V 鋼のクリープ損傷過程における ボイドの 3 次元形態および空間分布の変化

平成 22 年 2 月 12 日提出

指導教員 酒井 信介 教授

機械工学専攻 86195 片岡 哲志

目次

第1章 序論	9
1.1 研究の背景	9
1.2 研究の目的	11
1.3 本論文の構成	12
第2章 3次元ミクロ組織観察手法：3D-EBSD 法	13
2.1 EBSD (Electron Backscatter Diffraction)	13
2.2 3D-EBSD 法に関する先行研究	16
2.3 3次元ミクロ組織観察手法の比較	17
2.4 3D-EBSD 法の手順	18
2.5 DataCollection の手順	19
2.5.1 観察試料の準備	19
2.5.2 連続断面観察	21
2.6 DataAnalysis の手順	23
2.6.1 z 方向整列	23
2.6.2 3次元再構築	26
2.6.3 結晶粒界面方位の算出	27
2.7 3D-EBSD 法に関する課題と検討	28
2.7.1 研磨量に関する検討	28
2.7.2 機械研磨の平面度	32
2.7.3 試料観察面の傾斜角度の誤差の影響	33
第3章 S45C 結晶組織の 3D-EBSD 観察	34
3.1 観察条件	34
3.2 OIM 解析条件	35
3.3 SEM-EBSD 観察	36
3.4 z 方向整列	37
3.5 結晶粒の 3次元可視化	38
3.6 結晶粒界の 3次元可視化	38
第4章 3次元ミクロ組織のクリープ損傷評価法	39
4.1 EBSD による損傷評価法	39
4.1.1 EBSD による損傷評価に関する先行研究	39
4.1.2 Misorientation	40
4.1.3 GAM (Grain Average Misorientation)	40
4.2 クリープボイドによる損傷評価法	41
4.2.1 クリープボイドの抽出	41

4.2.2	ボイド面積率, ボイド体積率	42
4.2.3	粒界ボイド占有率	42
4.2.4	3次元再構築	43
4.2.5	ボイド3次元形状	44
4.2.6	ボイド3次元空間分布	45
4.2.7	ボイド発生粒界: 粒界点 or 粒界線 or 粒界面	46
4.2.8	ボイド発生粒界における Misorientation の算出.....	47
第5章	クリープ損傷材の 3D-EBSD 観察.....	48
5.1	Cr-Mo-V 鋼	48
5.2	クリープ試験条件	49
5.3	観察条件	51
5.4	OIM 解析条件	52
5.5	SEM 観察	53
5.6	SEM-EBSD 観察	56
5.7	EBSD による損傷評価	59
5.7.1	OIM 解析条件	59
5.7.1	Misorientation 分布.....	59
5.7.2	GAM 分布	60
5.8	3D-EBSD 観察視野に関する検討.....	61
5.8.1	ボイド面積率・体積率	61
5.8.2	粒界ボイド占有率	62
5.8.3	ボイド個数密度	63
5.9	クリープボイドの3次元可視化	64
5.9.1	3次元再構築の条件	64
5.9.2	25%損傷材	65
5.9.3	50%損傷材	67
5.9.4	75%損傷材	68
5.9.5	100%損傷材	70
5.10	クリープボイドによる損傷評価	71
5.10.1	ボイド3次元形状	71
5.10.2	ボイド3次元空間分布	74
5.10.3	ボイドサイズ分布	75
5.10.4	ボイド発生粒界	76
5.10.5	ベイナイト組織における粒界の分類	77
5.10.6	ボイド発生粒界における Misorientation.....	78
5.11	旧オーステナイト粒界の3次元可視化	81
5.11.1	25%損傷材	81

5.11.2 50%損傷材	83
5.11.3 75%損傷材	84
5.11.4 100%損傷材	85
第 6 章 まとめと今後の展望	86
第 7 章 結論	87
謝辞	88
参考文献	89
付録 A : 3D-EBSD 観察 全研磨データ	94
付録 B : OIM 解析	95
付録 C : IMOD コマンド	98

図目次

Fig.1-1	クリープボイドの成長	9
Fig.1-2	3次元結晶組織 ^[12]	10
Fig.1-3	クリープボイド発生粒界の分類 ^[15]	11
Fig.2-1	3D-EBSD 法 ^[21]	13
Fig.2-2	EBSD 装置の概略図	14
Fig.2-3	EBSD 観察例①:ビッカース圧痕直下の S45C 組織変化	15
Fig.2-4	EBSD 観察例②:2.25Cr-1Mo 鋼溶接部	15
Fig.2-5	3D-EBSD FEM モデル ^[19]	16
Fig.2-6	3次元ミクロ組織観察手法の比較	17
Fig.2-7	3D-EBSD 法のフローチャート	18
Fig.2-8	観察試料の準備	19
Fig.2-9	シリアルセクションングの手順	21
Fig.2-10	ビッカース圧痕の形状	22
Fig.2-11	圧痕による z 方向整列の手順	24
Fig.2-12	BMP 画像の z 方向整列	25
Fig.2-13	GrainFile の z 方向整列	25
Fig.2-14	ステレオ投影	27
Fig.2-15	研磨量と加圧力の関係	28
Fig.2-16	研磨量と研磨時間の関係	29
Fig.2-17	変動係数と研磨時間の関係	29
Fig.2-18	研磨量と圧痕サイズの関係	30
Fig.2-19	新規圧痕の研磨の様子	30
Fig.2-20	連続圧痕直下の塑性域	31
Fig.2-21	圧痕 4 つの研磨量の推移	32
Fig.2-22	平均研磨量と標準偏差の推移	32
Fig.2-23	試料観察面の傾斜誤差	33
Fig.3-1	S45C : SEM 画像と EBSD 画像	36
Fig.3-2	S45C : Alignment 後の圧痕画像間の相関係数	37
Fig.3-3	S45C : 結晶粒の 3次元可視化(右)と逆極点図(左)	38
Fig.3-4	S45C : 結晶粒界の 3次元可視化(右)と粒界面方位(左)	38
Fig.4-1	SEM 画像のヒストグラム	41
Fig.4-2	ボイドの抽出	41
Fig.4-3	ボイド画像と粒界画像の平均画像	42
Fig.4-4	2次元ボイド(contour).....	43

Fig.4-5	3次元再構築における重なり判定	43
Fig.4-6	ボイド3次元形状：球 or 長球 or 扁球	44
Fig.4-7	主成分分析による3次元形状の分類	44
Fig.4-8	ボイドの動径分布：観察範囲による制限	45
Fig.4-9	ボイド発生粒界の判別	46
Fig.5-1	ベイナイトの組織構成(左)とEBSD観察(右)	48
Fig.5-2	クリープ試験片 ^[1]	50
Fig.5-3	供試材のクリープ曲線 ^[1]	50
Fig.5-4	Cr-Mo-V 鋼のクリープ破壊機構領域図 ^[59]	50
Fig.5-5	Minimum Grain Size の決定基準	52
Fig.5-6	試験片の埋め込み	53
Fig.5-7	SEM 観察：0%損傷材	54
Fig.5-8	SEM 観察：25%損傷材	54
Fig.5-9	SEM 観察：50%損傷材	54
Fig.5-10	SEM 観察：75%損傷材	55
Fig.5-11	光学顕微鏡観察：100%損傷材	55
Fig.5-12	SEM-EBSD 観察：25%損傷材①	56
Fig.5-13	SEM-EBSD 観察：25%損傷材②	56
Fig.5-14	SEM-EBSD 観察：50%損傷材	57
Fig.5-15	SEM-EBSD 観察：75%損傷材	57
Fig.5-16	SEM-EBSD 観察：75%損傷材	58
Fig.5-17	SEM-EBSD 観察：100%損傷材	58
Fig.5-18	Misorientation と寿命消費率の関係	59
Fig.5-19	GAM 平均値と寿命消費率の関係	60
Fig.5-20	GAM 分布と寿命消費率の関係	60
Fig.5-21	ボイド面積率と寿命消費率の関係	61
Fig.5-22	粒界ボイド占有率と寿命消費率の関係	62
Fig.5-23	ボイド個数密度と寿命消費率の関係	63
Fig.5-24	クリープボイドの3次元可視化：25%損傷材①	65
Fig.5-25	クリープボイドの3次元可視化：25%損傷材②	66
Fig.5-26	クリープボイドの3次元可視化：50%損傷材	67
Fig.5-27	クリープボイドの3次元可視化：75%損傷材①	68
Fig.5-28	クリープボイドの3次元可視化：75%損傷材②	69
Fig.5-29	クリープボイドの3次元可視化：100%損傷材	70
Fig.5-30	ボイド3次元形状の分類：球 or 長球 or 扁球	71
Fig.5-31	球らしさ分布	72
Fig.5-32	長球らしさ分布	73

Fig.5-33	扁球らしさ分布	73
Fig.5-34	ボイド動径分布：ボイド個数密度	74
Fig.5-35	2次元ボイドサイズ分布	75
Fig.5-36	3次元ボイドサイズ分布	75
Fig.5-37	ボイド発生粒界の分類：粒界面 or 粒界線 or 粒界点	76
Fig.5-38	ベイナイト組織における Misorientation 分布	77
Fig.5-39	ベイナイト組織における粒界の分類	77
Fig.5-40	結晶粒界面	78
Fig.5-41	ボイド発生粒界”面”における Misorientation	78
Fig.5-42	結晶粒界線	79
Fig.5-43	ボイド発生粒界”線”における Misorientation	79
Fig.5-44	ボイド発生粒界の分類	80
Fig.5-45	旧オーステナイト粒界とボイドの 3次元可視化：25%損傷材①	81
Fig.5-46	旧オーステナイト粒界とボイドの 3次元可視化：25%損傷材②	82
Fig.5-47	旧オーステナイト粒界とボイドの 3次元可視化：50%損傷材	83
Fig.5-48	旧オーステナイト粒界とボイドの 3次元可視化：75%損傷材②	84
Fig.5-49	旧オーステナイト粒界とボイドの 3次元可視化：100%損傷材	85
付録 Fig.1	S45C：全 50 セクションの研磨 DATA.....	94
付録 Fig.2	Cr-Mo-V 鋼：全 40 セクションの研磨 DATA	94
付録 Fig.3	OIM 試料座標系 ^[22]	95
付録 Fig.4	EBSD と IMOD におけるピクセル形状および座標系の違い	97

表目次

Table.2-1	試料断面作製の手順.....	20
Table.2-2	IMOD コマンド一覧	26
Table.3-1	S45C : 3D-EBSD 観察条件.....	34
Table.3-2	S45C : 3D-EBSD 研磨条件(左)と結果(右)	34
Table.3-3	S45C : OIM 解析条件	35
Table.3-4	S45C : Cleanup 条件.....	35
Table.5-1	素材(Cr-Mo-V 鋼)の履歴 ^[2]	49
Table.5-2	素材(Cr-Mo-V 鋼)の化学成分 ^[2]	49
Table.5-3	クリープ試験条件 ^[1]	49
Table.5-4	Cr-Mo-V : 3D-EBSD 観察条件.....	51
Table.5-5	Cr-Mo-V : 3D-EBSD 研磨条件(左)と結果(右)	51
Table.5-6	Cr-Mo-V : OIM 解析条件	52
Table.5-7	Cr-Mo-V : EBSD 損傷評価 OIM 解析条件	59
Table.5-8	Cr-Mo-V : IMOD モデル作成条件	64
Table.5-9	Cr-Mo-V : IMOD 可視化条件	64
Table.5-10	GrainFile の Cleanup 条件	76

第1章 序論

1.1 研究の背景

今日、我が国の火力発電プラントにおいて、累積運転時間が 20 万時間を超える高経年プラントが年々増加している。そのため、補修コスト低減の観点から、高温機器の”寿命延伸”と”検査間隔の延長”が求められ、的確な余寿命評価の実施とそれに基づく保守・運用計画の策定が重要になってきている^{[1][2]}。

高温機器の寿命の大半は、クリープボイドの発生と成長過程と言われている^{[3][4]}。クリープボイドとは、空孔の拡散によって結晶粒界にできる孔のことである^[5]。粒界は原子構造が乱れているため、拡散に必要な活性化エネルギーが低い。そのため、粒界拡散は格子拡散と比較して急速に起こる^[6]。クリープボイドは、成長して連結し、微小き裂、巨視き裂を経て破壊に至る(Fig.1-1)^[7]。特に、蒸気タービンロータは高速回転体であり、巨視き裂の存在は許容されない^[8]。クリープボイドの発生成長挙動を把握することが必要となる。

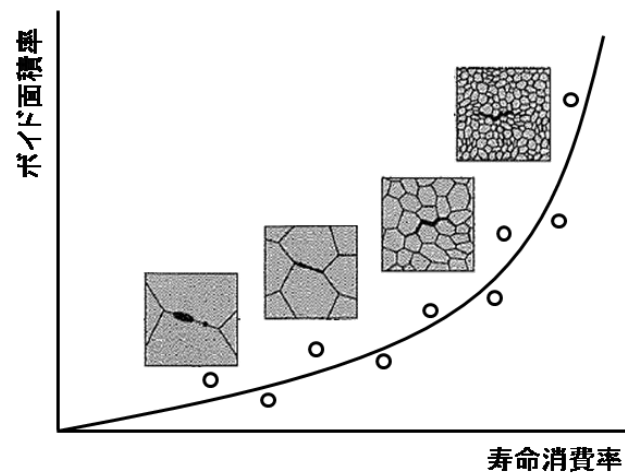


Fig.1-1 クリープボイドの成長

クリープ損傷評価は、ボイド面積率などのパラメータを用いて行われる^{[9][10]}。しかし、従来の損傷評価法は2次元観察に基づいて構築されたものであり、材料内部の3次元組織(Fig.1-2)が反映されているかは明らかにされていない。例えば、クリープボイドは、特定の粒界に集中して発生連結する。その要因として、粒界固有の強度(結晶方位差)、3次元的な粒界面と応力軸方向のなす角度が挙げられている^[11]。また、経験的に粒界3重点に発生しやすいと言われているが、3次元組織には粒界”面”，粒界”線”，粒界”点”の3種類が存在する。しかし、どの粒界にボイドが発生しているのかは明らかでない。ボイドが発生しやすい粒界、しにくい粒界が分かれば新材料の開発に役に立つと考えられる。

近年、ミクロな領域の結晶方位を高分解能(10nm)かつ広範囲にわたって測定できる電子線後方散乱回折法(EBSD)が広く材料研究に適用されている^[13]。結晶方位差から結晶粒界を明確に定義することができる。また、EBSDとシリアルセクションニング法を組み合わせた3D-EBSD法により、3次元マイクロ組織の観察も可能になってきている^[14]。3D-EBSD法をクリープ損傷材へ適用することにより、クリープボイドやボイドが発生している粒界の3次元可視化が可能と考えられる。

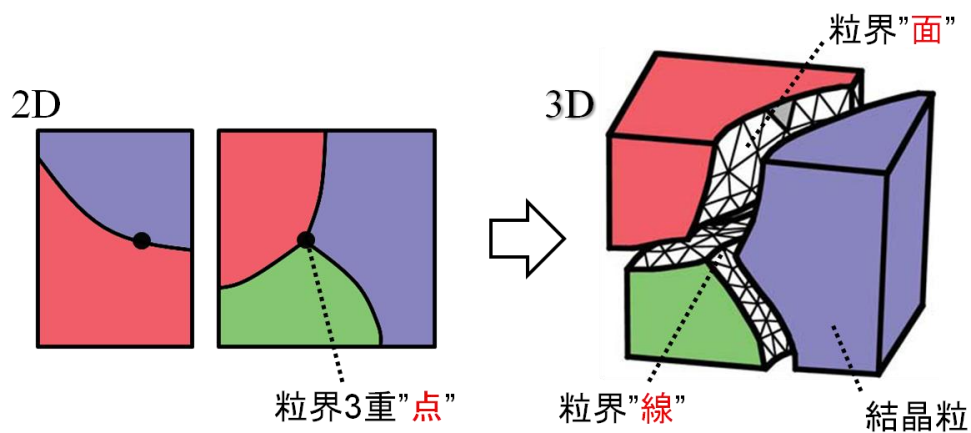


Fig.1-2 3次元結晶組織^[12]

クリープ損傷材の3次元観察に関する先行研究は数少ない。A.A.Wahab ら^{[15][16]}は、廃却後の水蒸気改質管(オーステナイトステンレス鋼)のクリープボイドの形状を、球、ピーナツ型、楕円回転体型に分類、ボイド発生粒界を Fig.1-3 のように分類して、それぞれの分布の関係を調べている。A.Isaac ら^[17]は、X線を用いてボイドの3次元形態やサイズ分布の時間変化を定量的に評価している。ただし、X線の分解能は $2\mu\text{m}$ と低い。野本ら^[18]は、SUS304 クリープ疲労損傷材の結晶粒界と結晶方位を3次元評価している。しかし、Cr-Mo-V 鋼のようなフェライト系耐熱鋼のクリープ損傷材を調べたものではなく、また、損傷初期から損傷中期におけるボイドの3次元形態についても明らかにされていない。

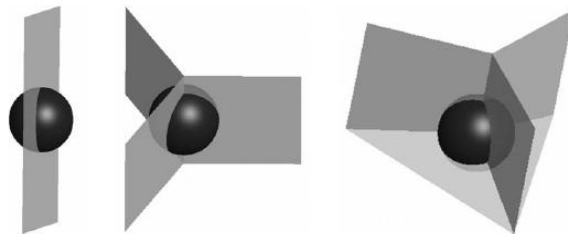


Fig.1-3 クリープボイド発生粒界の分類^[15]

1.2 研究の目的

本研究では、クリープ損傷過程における3次元マイクロ組織の把握を目的とする。クリープボイドの3次元形態、3次元空間分布、発生粒界の特徴を定量的に把握し、従来の2次元観察に基づくクリープ損傷評価法が3次元マイクロ組織を反映しているか検討を行う。

1.3 本論文の構成

第1章 序論

本論文の背景および目的を述べる.

第2章 3次元ミクロ組織観察手法：3D-EBSD 法

3次元ミクロ組織観察手法である 3D-EBSD 法について説明する.

第3章 S45C 結晶組織の 3D-EBSD 観察

3D-EBSD 法を S45C 結晶組織に適用し，課題の抽出と検討を行う.

第4章 3次元ミクロ組織のクリープ損傷評価法

3D-EBSD データを用いたクリープ損傷評価法について説明する.

第5章 クリープ損傷材の 3D-EBSD 観察

3D-EBSD 法をクリープ損傷材(Cr-Mo-V 鋼)に適用する.

第6章 まとめと今後の展望

本論文全体の考察のまとめと今後の展望を述べる.

第7章 結論

本論文の成果を述べる.

付録 A：3D-EBSD 観察における全研磨データを掲載する.

付録 B：OIM 解析について説明する.

付録 C：IMOD コマンドについて説明する.

第2章 3次元ミクロ組織観察手法：3D-EBSD 法

近年、ミクロ組織の3次元観察手法として、シリアルセクショニング法とEBSD観察を組み合わせた3D-EBSD法(Fig.2-1)が提案され、新合金の開発などに応用されている^[19]。シリアルセクショニング法とは、表面観察と表面研磨を繰り返して得られた断面画像から3次元像を再構築する方法である。セクショニング方法として、FIB研磨と機械研磨の2つがある。FIB研磨は、機械研磨と比較して高分解能であるが、観察範囲 $50\times 50\times 50\mu\text{m}$ が限界である^[20]。

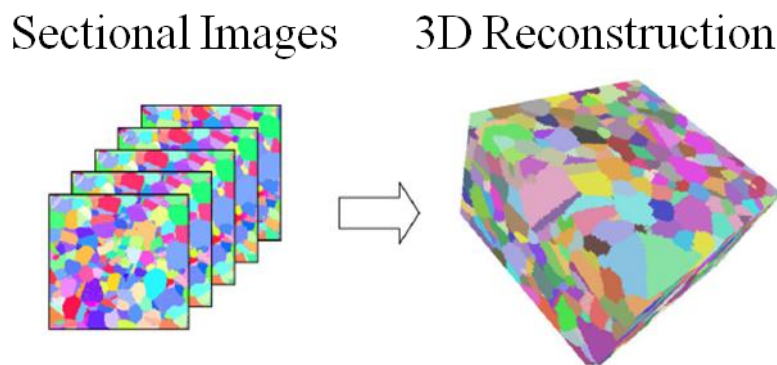


Fig.2-1 3D-EBSD 法^[21]

2.1 EBSD (Electron Backscatter Diffraction)

EBSD(Electron Backscatter Diffraction Pattern : 電子線後方散乱回折パターン法)とは、SEM 試料室内で 70° 前後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池パターンを高感度 CCD カメラで取り込み、パターンの指数付けによって、その照射点の結晶方位を測定する方法である^{[22][23]}。Fig.2-2 に EBSD 装置の概略図を示す。照射電子線が回折される体積(=反応体積)は、 $10\times 10\times 10\text{nm}^3$ 程度である。また、空間分解能は 5-15nm(FE-SEM)、方位差の誤差は 0.5° 程度である。

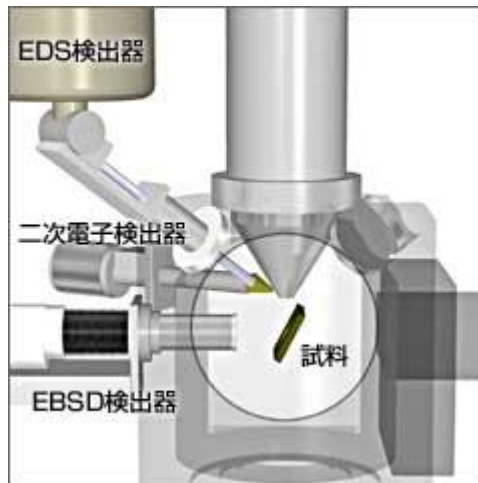


Fig.2-2 EBSD 装置の概略図

EBSD 測定が不可能な試料として、①試料の結晶構造が不明、②試料が非晶質、③試料が強加工を受け、反応体積内で均一な結晶性を維持していない、④試料の結晶粒が反応体積と同等程度かそれよりも小さい場合が挙げられる。また、EBSD 測定の妨げとなる原因としては、①切断や不十分な研磨による加工ひずみ層、②異物付着によるコンタミネーション(真空ポンプの油、試料に存在する有機物)、③酸化皮膜などの生成による表面層の変化などがある。①に関して、試料切り出し・研磨の際には、低速ダイヤモンド切削板の場合、30-50 μm 程度のひずみ層が残る、直径 D の研磨粒子の場合、 $D/3$ 程度の深さのひずみ層が形成されると言われている^[22]。FIB 切削は、10nm に絞られたイオンビームを使用するため、広い観察面の試料作成は困難となり、加工幅は 30-40 μm 程度が現実的な限界と考えられる。

EBSD 観察例として、S45C ビッカース圧痕直下の組織変化と 2.25Cr-1Mo 鋼溶接部を観察した。Fig.2-3 は、S45C に作成したビッカース圧痕の断面の IQ+IPF Map である。画像上部の黒い部分は試料表面、三角のくぼみが圧痕に相当する。圧痕直下の黒部分は、結晶状態が悪い、つまり転位密度が高いことを示している。塑性域に相当する部分である。このように、EBSD 観察によって、変形あるいは破壊に伴うミクロ組織の変化を、結晶方位関係の変化から知ることができる。Fig.2-4 は、2.25Cr-1Mo 鋼溶接部の IQ+IPF Map である。光学顕微鏡観察では、ミクロな結晶組織の違いが分からないが、EBSD 観察では、母材、HAZ 粗粒域、HAZ 細粒域、溶金で組織がはっきり異なることがわかる。

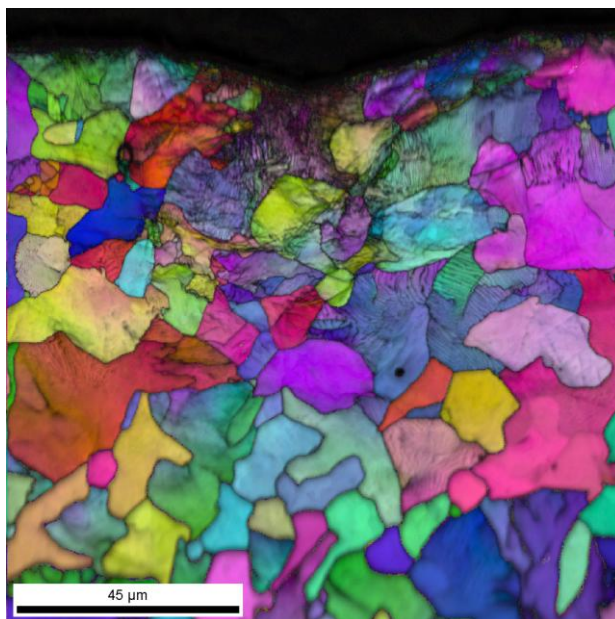


Fig.2-3 EBSD 観察例①:ビッカース圧痕直下の S45C 組織変化

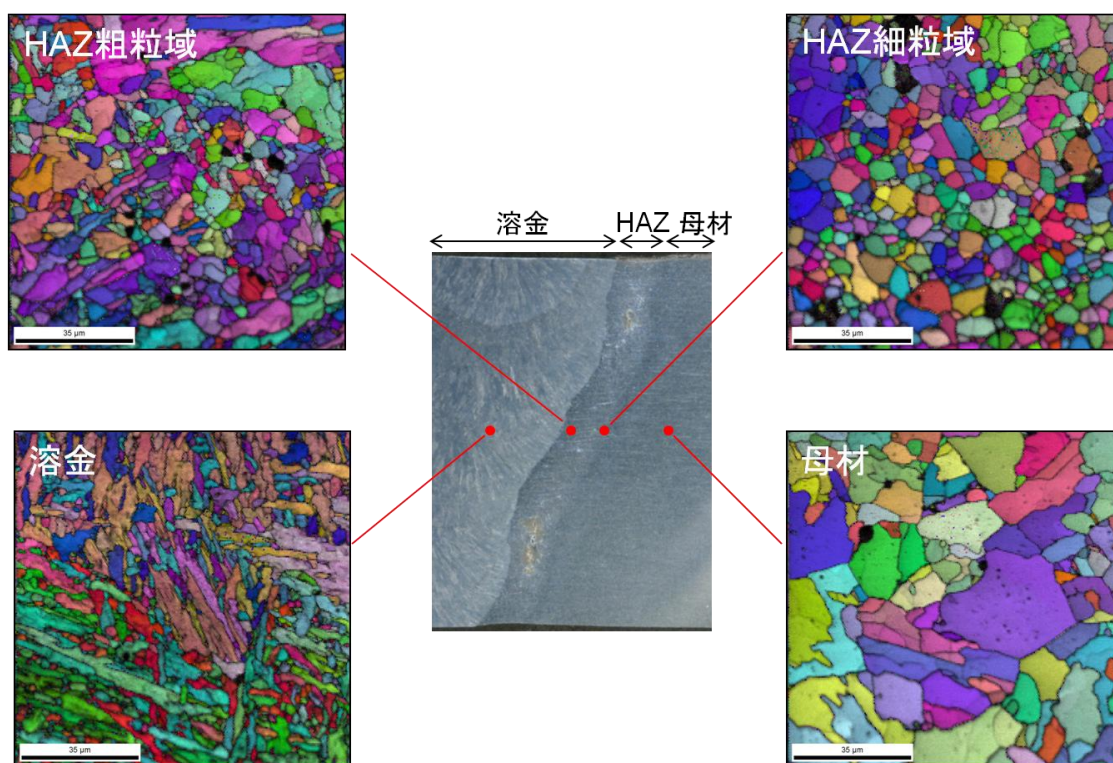


Fig.2-4 EBSD 観察例②:2.25Cr-1Mo 鋼溶接部

2.2 3D-EBSD 法に関する先行研究

近年, EBSD 法を応用した研究が活発に行われている^[13]. その一つが, 3D-EBSD 法^{[24][25]}である. 以前から, 結晶方位情報は測定しないで3次元形状だけ取得する, シリアルセクション法による 3 次元再構築^[26]が行われてきた. 榎本ら^[27]は, 多結晶組織における, 結晶粒の数, 粒界面の数, 粒界エッジやコーナーの数を測定している. G.Spanos ら^{[28][29][30]}は, シリアルセクション法により, セメンタイト, フェライト, パーライトなどの 3 次元組織を観察している. N.Chawla ら^[31]は, FEM モデリングに取り組み, 新合金の開発への応用を目指している. このシリアルセクション法と EBSD 観察を組み合わせたのが, 3D-EBSD 法である. 足立らは, セメンタイト^[32], ラスマルテンサイト^[33], 脆性破面^[34]などの 3D-EBSD 観察に取り組んだ. A.C.Lewis ら^{[35][36][37]}は, 3D-EBSD データを用いて FEM 解析を行い, 新合金の開発を行っている(Fig.2-5). M.A.Groeber^[38], S.Ghosh ら^{[20][21]}, S.Zaefferer ら^{[39][40]}, D.Raabe ら^{[41][42]}もまた, FIB 研磨による 3D-EBSD 観察を行い, 3 次元結晶組織の FEM モデリングに取り組んでいる.

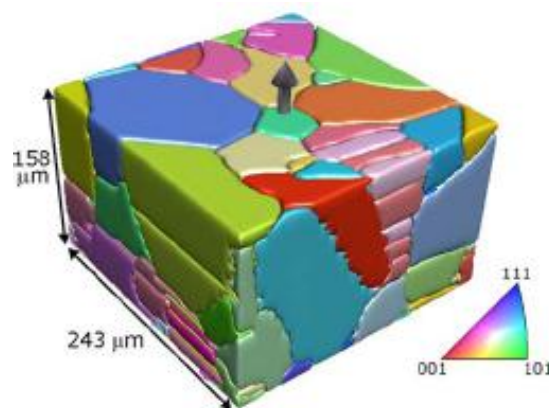


Fig.2-5 3D-EBSD FEM モデル^[19]

2.3 3次元ミクロ組織観察手法の比較

3次元ミクロ組織観察手法における3D-EBSD法の位置づけを説明する。Fig.2-6に、3次元ミクロ組織観察手法の比較を示す。横軸は観察範囲、縦軸は観察分解能となっている。観察範囲と分解能にはトレードオフの関係があり、TEM(Transmission Electron Microscope)、FIB研磨による3D-EBSD法、機械研磨による3D-EBSD法、高強度X線(Synchrotron Radiation)^[43]は、以下のような位置づけとなっている^[14]。高強度X線は、非破壊観察なので時間も含めた4次元観察が可能なのが魅力であるが、まだ分解能が小さいのが現状である。TEMは、薄膜試料を作製する必要がある、厚さ方向にせいぜい数 μm の観察範囲しか取れない。これらに比べて3D-EBSD法は、分解能・観察範囲ともに幅広くカバーしている。

本研究では、機械研磨による3D-EBSD法を用いる。これは、①クリープボイドのサイズが0.1~10 $[\mu\text{m}]$ 程度であること、②クリープ損傷評価にはある程度広い観察範囲が必要であることを考慮すると、クリープ損傷材の3次元観察には機械研磨による3D-EBSD法が最適と考えられるからである。

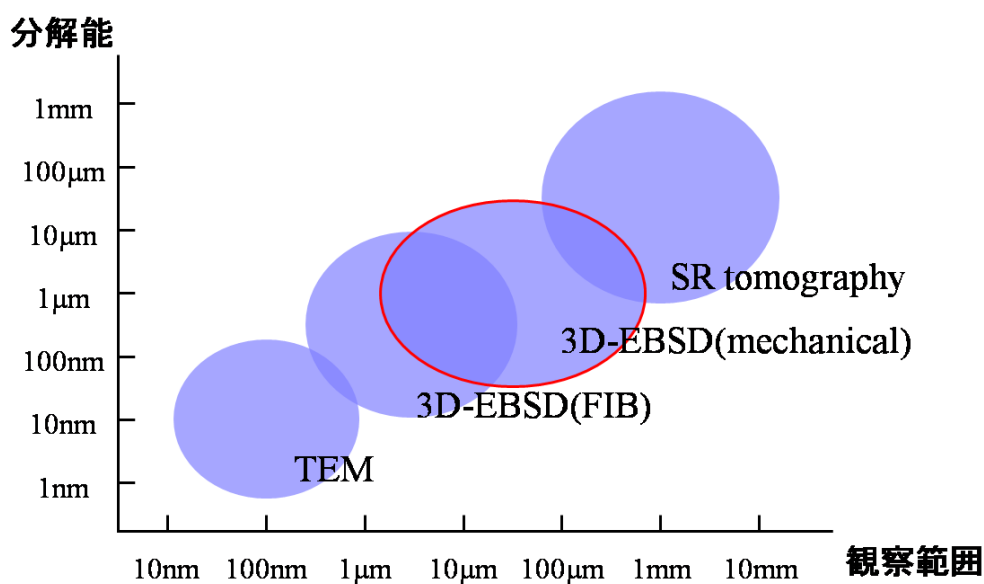


Fig.2-6 3次元ミクロ組織観察手法の比較

2.4 3D-EBSD 法の手順

Fig.2-7 に, 3D-EBSD 法のフローチャートを示す. Data Collection で断面の EBSD 観察を行い, Data Analysis で断面画像から3次元を再構築するという流れである. 以降, DataCollection と DataAnalysis それぞれの詳細な手順を説明する. ここでは Grain の 3 次元観察を前提としている. ボイドや粒界を対象とする場合は, Grain をボイドや粒界に置き換えて実施する.

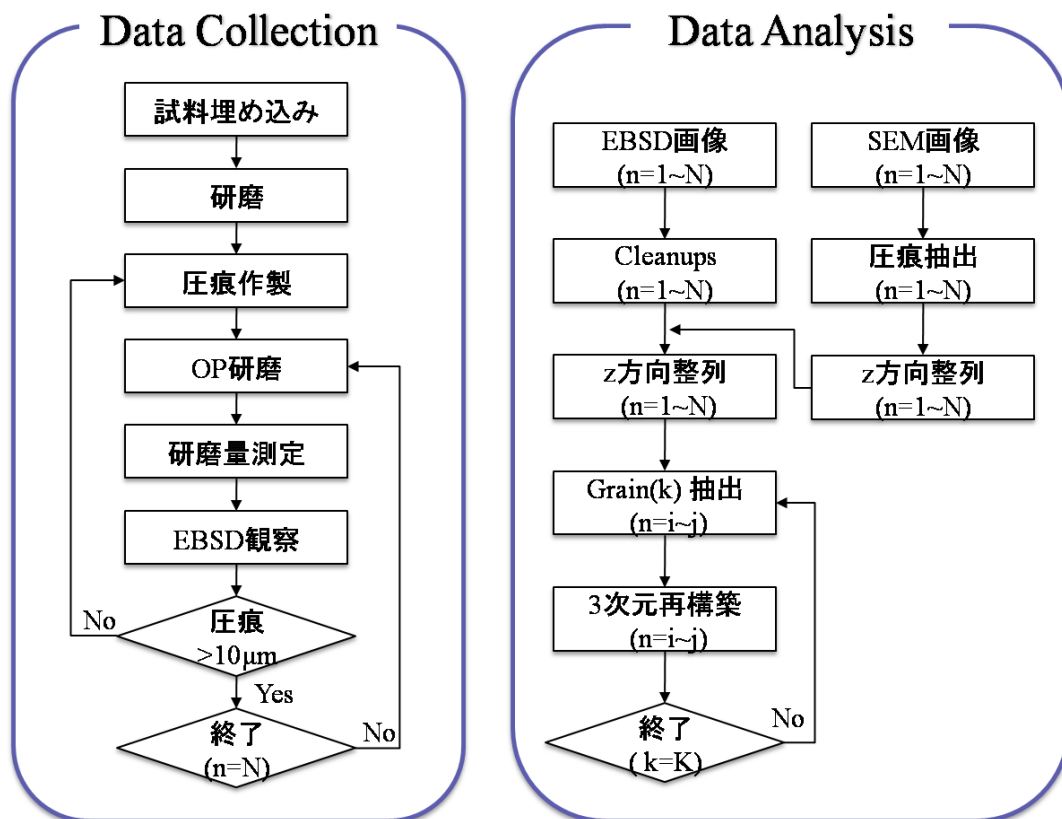


Fig.2-7 3D-EBSD 法のフローチャート

2.5 DataCollection の手順

Data Collection の手順として、①観察試料の準備と②シリアルセクションングの方法を説明する。

2.5.1 観察試料の準備

Fig.2-8 に観察試料の準備の手順を示す。埋め込み・機械研磨により試料面を鏡面に仕上げ、セクションングに必要な圧痕を作製する。

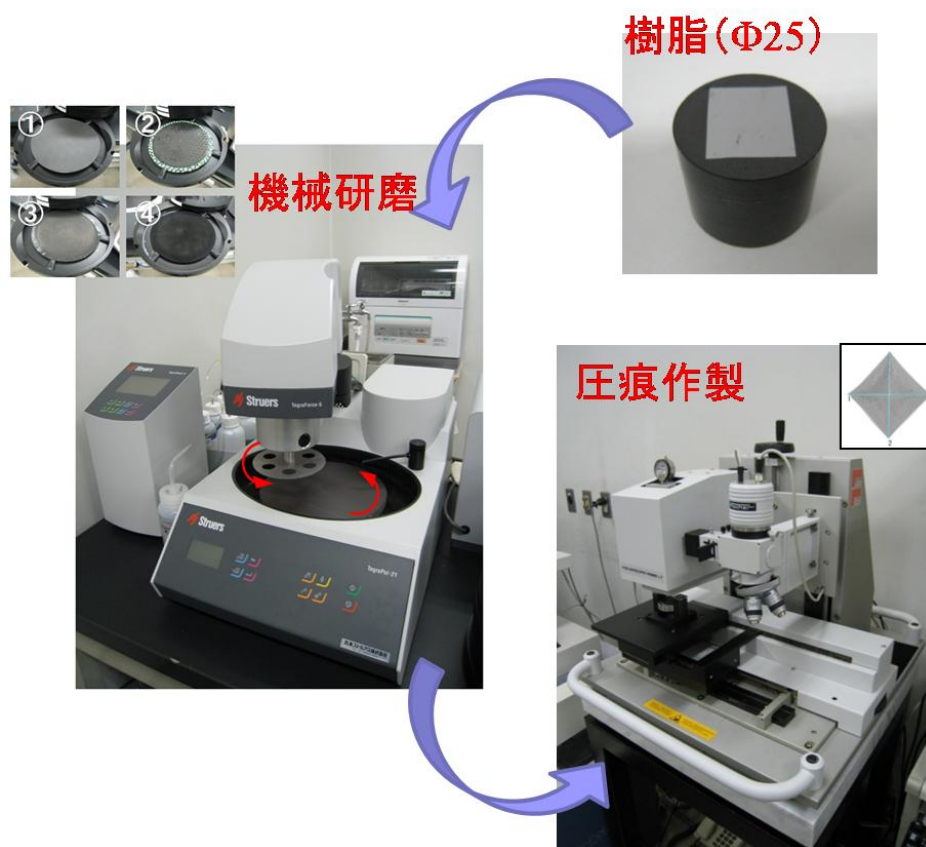


Fig.2-8 観察試料の準備

2.5.1.1 試料埋め込み

試料を熱硬化性樹脂(カーボン系充填剤含有導電性フェノール樹脂)に埋め込む。試料埋め込みには、熱間埋込装置 CitoPress-1 (Struers 製)、シリンダ直径 $\phi 25$ を用いた。熱間埋込樹脂にはポリファストを用いた。

2.5.1.2 機械研磨

EBSD 観察をするためには、試料切り出しの際の加工ひずみ層を取り除く必要がある^[44]。そこで、①面出し研磨、②精研磨、③ダイヤモンド琢磨、④酸化物琢磨(以下 OP)の順で、試料表面を鏡面に仕上げる。各手順間では、試料と試料版を洗浄する。また、OP の後には中性洗剤をかけて試料に付着したコロイダルシリカを取り除き、水で洗い流す必要がある。研磨/琢磨装置には、TegraForce-5, TegraPol-21 (Struers 製)を用いた。Table.2-1 に、各研磨/琢磨に用いた研磨盤、砥粒、懸濁液、潤滑剤を示す。

Table.2-1 試料断面作製の手順

面出し研磨 (PG:Plane Grinding)	Si-C 研磨紙(粒度:#320) 潤滑剤(水)
精研磨 (FG:Fine Grinding)	MD Largo(砥粒:なし,粒径:15-3 μ m) ダイヤモンド懸濁液(DP-Suspension,9 μ m) 潤滑剤(DP-Lubricant, Green)
ダイヤモンド琢磨 (DP:Diamond Polishing)	MD Dac(人絹,砥粒:ダイヤモンド,粒径:9-1 μ m) ダイヤモンド懸濁液(DP-Suspension,3 μ m) 潤滑剤(DP-Lubricant,Green)
酸化物琢磨 (OP:Oxide Polishing)	MD Chem コロイダルシリカ(OP-U, 0.04 μ m)

2.5.1.3 圧痕作製

圧痕作製の目的は、①研磨量測定と②z 方向整列である。機械研磨では、毎セクション同一領域を EBSD 観察することは不可能であり、圧痕を目印として全断面画像を z 方向に整列する必要がある。圧痕は、EBSD 観察領域の外側かつ SEM 観察領域の内側に打つ。また、圧痕は研磨を続けると消失するので、対角線の長さ 10 μ m 以下になる前に、圧痕をオーバーラップする必要がある。圧痕の作製には、マイクロビッカース硬さ試験機(FISCHERSCOPE HM2000)を用いた。

2.5.2 連続断面観察

Fig.2-9 に、連続断面観察(シリアルセクションング)の手順を示す。EBSD 観察と機械研磨を繰り返すことにより、3D-EBSD データを収集する。

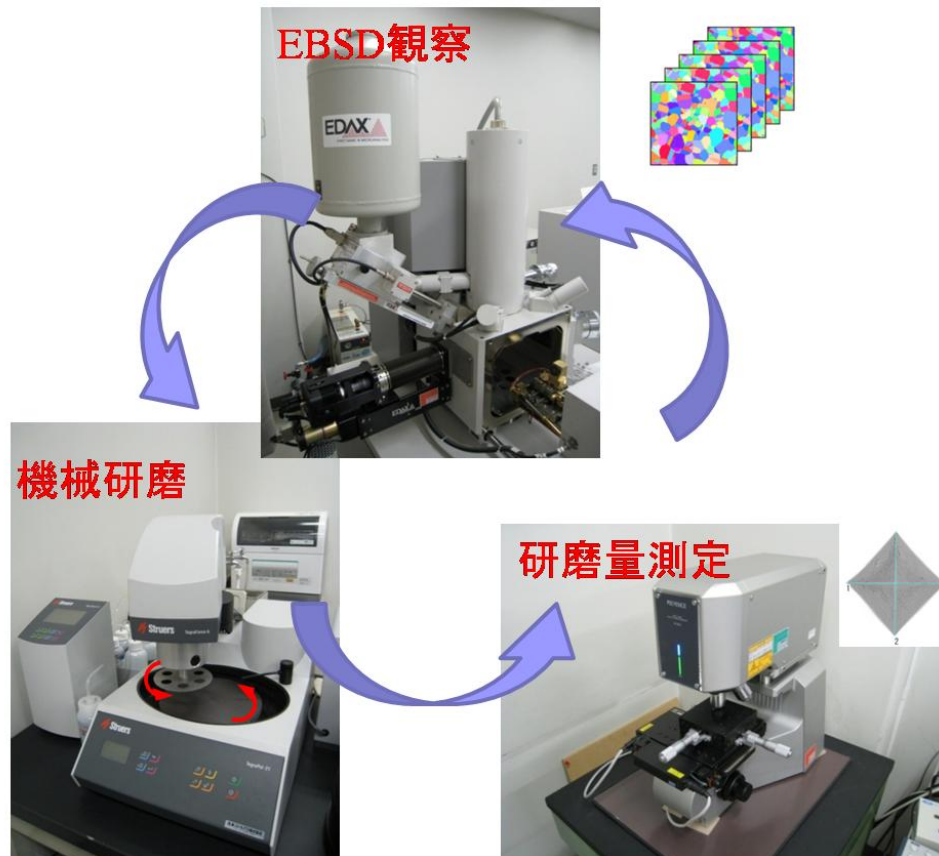


Fig.2-9 シリアルセクションングの手順

2.5.2.1 研磨

シリアルセクションングにおける機械研磨は、OP(Oxide Polishing)により行う。OPとは、コロイダルシリカ($0.04\mu\text{m}$)による研磨である。研磨量は、加圧力と研磨時間によって調整する。OPを水で薄める方法も考えられる。研磨後は、中性洗剤をかけて試料に付着したコロイダルシリカを取り除き、水で洗い流す。これは、コロイダルシリカがEBSD観察の妨げになるのを防ぐためである。琢磨布についても、研磨後に一定時間回転させながら水洗いする。これは、琢磨布上に存在する砥粒の状態を常に一定に保ち、研磨量のばらつきを抑えるためである。

2.5.2.2 研磨量測定

研磨量 Δh は、ビッカース圧痕の平均対角線長さの変化から、式(1)を用いて算出する。 d_2 と d_1 は、それぞれ研磨後、研磨前のビッカース圧痕(Fig.2-10)の平均対角線の長さを表している。圧痕は、対面角 136° の正四角錐型のダイヤモンド圧子を試料に押し付けることによってつける。圧痕対角線長さの測定には、レーザー顕微鏡(Keyence VK-9500)を用いた。

$$\Delta h = \frac{d_2 - d_1}{2\sqrt{2} \tan 68^\circ} \quad (1)$$

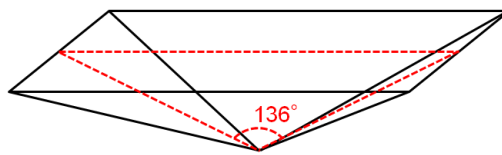


Fig.2-10 ビッカース圧痕の形状

2.5.2.3 EBSD 観察

EBSD 観察により、各断面の結晶方位情報を取得する。観察には、SEM(Elionix ERA-8800FE), OIM 検出器(EDAX-DigiViewIII), OIM Data Collection 5.1 を用いた。観察領域と EBSD 測定 step は、観察対象の結晶粒径や計測時間などを考慮して決定する。ただし、観察領域が y 方向に大きすぎると、試料面が 70° 傾斜していることが原因で、観察領域全体に焦点が合わないので注意する。また、観察領域は原点が中心になるように設定した方が良い。観察領域は一定でなくてもかまわないが、BMP 出力の際にスケールを統一する必要があるため、特に理由がない限り一定にすべきである。また、クリープボイドの観察のように、SEM 観察が高分解能を要求される場合は、OIM Collection の Settings-Beam の ScanSize を大きくする必要がある。また、SEM 側もスロースキャンに設定する必要がある。

2.6 DataAnalysis の手順

Data Analysis の手順として、①z 方向整列と②3次元再構築の方法を説明する。

2.6.1 z 方向整列

DataCollection によって取得した連続断面画像を、圧痕を目印にして z 方向に整列する。まず、サイズの一致した SEM 画像、EBSD 画像を用意する。次に、SEM 画像の圧痕を用いて、各断面間における回転・平行移動行列を求める。最後に、求めた回転・平行移動行列を EBSD データ(EBSD 画像・GrainFile)に適用する。z 方向整列の方法としては、IMOD コマンドの `midas` を用いる方法もある。

2.6.1.1 SEM・EBSD 画像の出力

3D-EBSD 解析に用いるために、SEM 画像と EBSD 画像(IPF Map)を出力する。EBSD データ解析には、TSL OIM Analysis 5.31 を用いた。SEM 画像と EBSD 画像では、 μm 分解能と pixel 解像度の対応を確認し、スケールを統一する必要がある。SEM+IPF Map を出力し、IPF Map の四隅の座標から画像サイズを算出する。

EBSD 画像を作成する前に、以下の Clean up 処理を施してノイズを除去する。Clean up 処理の詳細は、付録 B に掲載する。

- ✓ Grain Dilation
- ✓ Neighbor CI Correlation
- ✓ Average Orientation per Grain
- ✓ IQ Cutoff

2.6.1.2 圧痕による z 方向整列

まず，断面 SEM 画像(n=1~N)から圧痕を抽出する．圧痕のみを抽出して黒く塗りつぶし，背景を白にした圧痕画像(n=1~N)を用意する．圧痕の抽出には GIMP(GNU Image Manipulation Program)を用いた．

次に，圧痕画像を以下の手順(Fig.2-11)で z 方向に整列する．

- ① 2 枚の圧痕画像(n=k, k+1)について，2 つの圧痕の中心を求め，2 点の中心 $\text{center}(k)$, $\text{center}(k+1)$ を求める．
- ② $\text{center}(k)$ と $\text{center}(k+1)$ を一致させるように，圧痕画像(n=k+1)を平行移動．
- ③ $\text{center}(k)$ を中心として，圧痕画像(n=k+1)を 0.5° step で $\pm 5^\circ$ 回転し，式(1)で表される相関係数が最大となるときの θ を求める．
ただし， $n=\text{width}*\text{height}$, x_i, y_i : 圧痕画像(n=k, k+1)の pixel データである．
- ④ ①~③を $k=1\sim N-1$ について行うことで，全断面間について式(2)のような回転行列と平行移動ベクトルを求める．

$$r_{xy} = \frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})(y_i - \bar{y})}{\sqrt{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2} \sqrt{\sum_{i=1}^n (y_i - \bar{y})^2}} \quad (1)$$

$$\begin{pmatrix} \cos \theta & -\sin \theta \\ \sin \theta & \cos \theta \end{pmatrix} \begin{pmatrix} dx \\ dy \end{pmatrix} \quad (2)$$

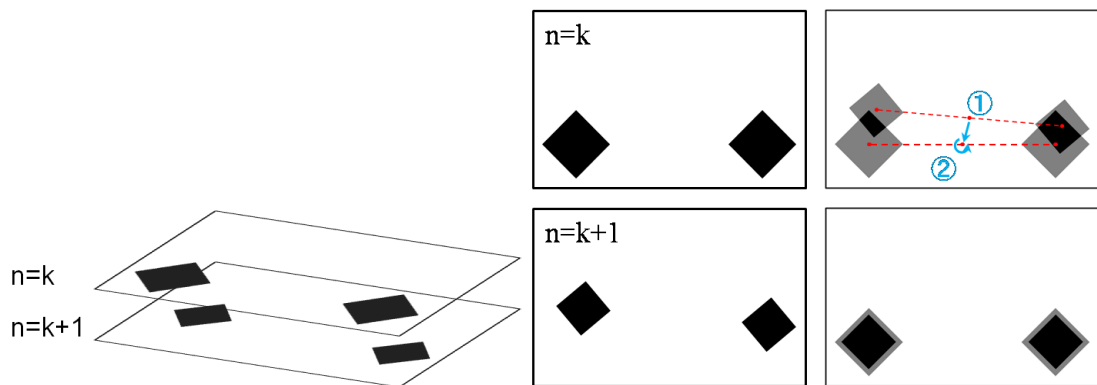


Fig.2-11 圧痕による z 方向整列の手順

2.6.1.3 z 方向整列の BMP 画像への適用

式(1)を用いて, Fig.2-12 のように, $z=1$ の BMP 画像の pixel 座標に対応する $z=k$ の BMP 画像の pixel 座標を求めることで, z 方向に整列する.

$$\begin{pmatrix} X_k \\ Y_k \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \cos \theta & \sin \theta \\ -\sin \theta & \cos \theta \end{pmatrix} \begin{pmatrix} X_{k+1} - dx \\ Y_{k+1} - dy \end{pmatrix} \quad (1)$$

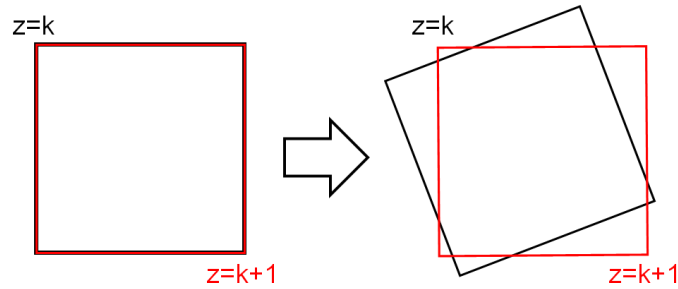


Fig.2-12 BMP 画像の z 方向整列

2.6.1.4 z 方向整列の GrainFile への適用

式(2)を用いて, Fig.2-13 のように, $z=k+1$ の EBSD 座標を $z=k$ に合わせることを繰り返し, 最終的に全セクションを $z=1$ に合わせることで, GrainFile を z 方向に整列する. GrainFile の詳細については, 付録 B に掲載する.

$$\begin{pmatrix} X_{k+1} \\ Y_{k+1} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \cos \theta & -\sin \theta \\ \sin \theta & \cos \theta \end{pmatrix} \begin{pmatrix} X_k \\ Y_k \end{pmatrix} + \begin{pmatrix} dx \\ dy \end{pmatrix} \quad (2)$$

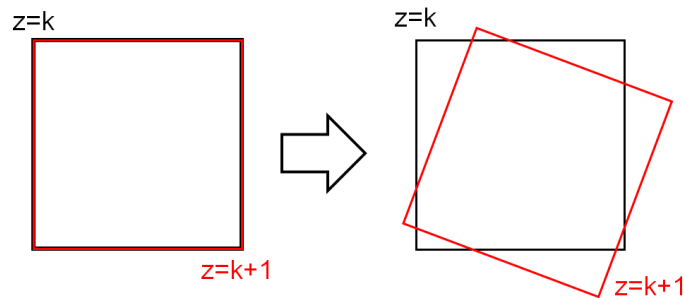


Fig.2-13 GrainFile の z 方向整列

2.6.2 3次元再構築

まず、3次元再構築対象を抽出する。結晶粒 Grain(k)が存在する断面 EBSD 画像 (n=i~j)から Grain(k)を抽出して黒く塗りつぶし、背景を白にした画像を用意する。結晶粒の抽出は、結晶方位を確認しながら同一の結晶粒であるか判断しながら行う。Grain(k)の抽出には GIMP(GNU Image Manipulation Program)を用いた。

次に、断面間を補間して表面を生成することで3次元再構築する。3次元再構築には IMOD(Image processing, Modeling and Display programs)^[45]を用いた。IMODでは、以下のコマンド(Table.2-2)を使用した。IMOD コマンドの詳細については、付録 C に掲載する。

Table.2-2 IMOD コマンド一覧

tif2mrc	TIFF から MRC へ変換
imodauto	自動で輪郭作成
smoothsurf	スムージング
imodmesh	表面メッシュ作成
imodjoin	複数の IMOD モデルの結合
3dmodv, 3dmodv	IMOD モデルの表示
imodinfo	モデル情報の出力

2.6.3 結晶粒界面方位の算出

結晶粒界の性格には、相対方位関係(misorientation)と粒界面方位(inclination)の2つがある^[46]。結晶粒界面の方位は、隣接粒間の方位差とともに、粒界エネルギーと密接に関係しており、粒界上における相変態や析出挙動あるいは応力腐食割れなどの組織敏感な特性を議論するうえで重要である。

結晶粒界面方位の算出手順を以下に示す。OIM で定義されるオイラー角に関しては付録 B に掲載する。

- ① 2つの結晶粒のオイラー角($\varphi_1, \Phi, \varphi_2$)から回転行列 A,B を求める。

$$\begin{pmatrix} \cos \varphi_1 \cos \varphi_2 - \sin \varphi_1 \sin \varphi_2 \cos \Phi & \sin \varphi_1 \cos \varphi_2 + \cos \varphi_1 \sin \varphi_2 \cos \Phi & \sin \varphi_2 \sin \Phi \\ -\cos \varphi_1 \sin \varphi_2 - \sin \varphi_1 \cos \varphi_2 \cos \Phi & -\sin \varphi_1 \sin \varphi_2 + \cos \varphi_1 \cos \varphi_2 \cos \Phi & \cos \varphi_2 \sin \Phi \\ \sin \varphi_1 \sin \Phi & -\cos \varphi_1 \sin \Phi & \cos \Phi \end{pmatrix}$$

- ② 粒界座標群から最小2乗法により回帰平面を求める。

- ③ 粒界面法線ベクトル(n_x, n_y, n_z)を求める。

- ④ 粒界面法線ベクトルと回転行列 A,B から、ミラー指数を算出。

$$\begin{pmatrix} R \\ \begin{pmatrix} 0 \\ 0 \\ 1 \end{pmatrix} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} h_c \\ k_c \\ l_c \end{pmatrix} \quad \begin{pmatrix} R \\ \begin{pmatrix} n_x \\ n_y \\ n_z \end{pmatrix} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} h_b \\ k_b \\ l_b \end{pmatrix}$$

- ⑤ ステレオ投影(Fig.2-14)

- ⑥ 対称性(x=0面, y=0面, z=0面, x=y面, y=z面, z=x面)を用いて逆極点図表示

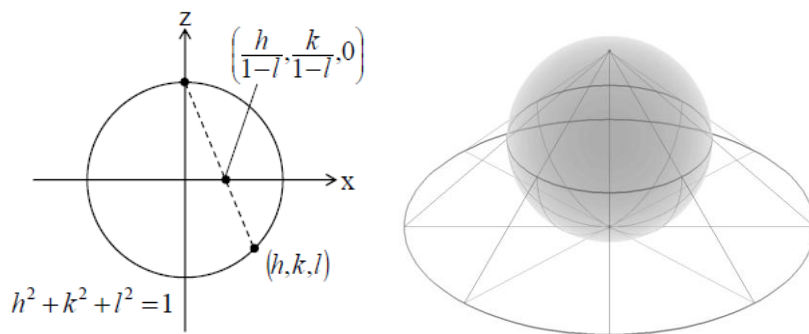


Fig.2-14 ステレオ投影

2.7 3D-EBSD 法に関する課題と検討

3D-EBSD 法に関する主要な課題として、①研磨量と②z 方向整列に関して検討する。ほかにも、3次元像の質の向上や結晶粒抽出の自動化の課題が挙げられる。

2.7.1 研磨量に関する検討

3D-EBSD 法では、研磨量が z 方向の分解能に相当する。しかし、機械研磨は FIB 研磨と比べて精度が悪いと考えられる。そこで、まず研磨量に関して検討を行う。研磨量のばらつきの要因を考察し、精度の高い研磨量制御を目指す。ここで用いるデータは、SM490 を材料としている。

2.7.1.1 研磨量と加圧力の関係

Fig.2-15 に、研磨量と加圧力の関係を示す。研磨時間は 120s で一定とした。研磨量と加圧力には相関は見られなかった。十分な加圧力が得られていれば十分だと思われる。

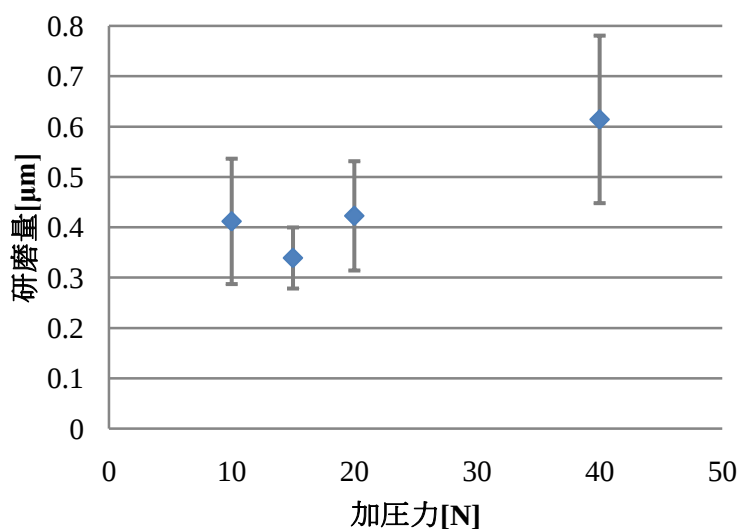


Fig.2-15 研磨量と加圧力の関係

2.7.1.2 研磨量と時間の関係

Fig.2-16 に、研磨量と研磨時間の関係を示す。研磨時間をパラメータとして、5,10,20,30,60,120s に対する研磨量の変化を調べた。加圧力は 10N で一定とした。研磨量と研磨時間は強い相関があり、研磨速度は 5nm/s 程度であった。また、研磨速度は試験片に依存する。埋め込み樹脂に対する試験片の割合が大きいほど研磨速度が小さくなる。

Fig.2-17 に、変動係数と研磨時間の関係を示す。研磨時間 30s 以下になると急激に変動係数が大きくなってしまう。研磨時間 30s のとき、平均研磨量 150nm、標準偏差 38nm である。つまり、38nm 程度のばらつきは防ぐことができず、150nm 以下の研磨量でのセクショニングは、ばらつきが大きすぎるので不適當である。

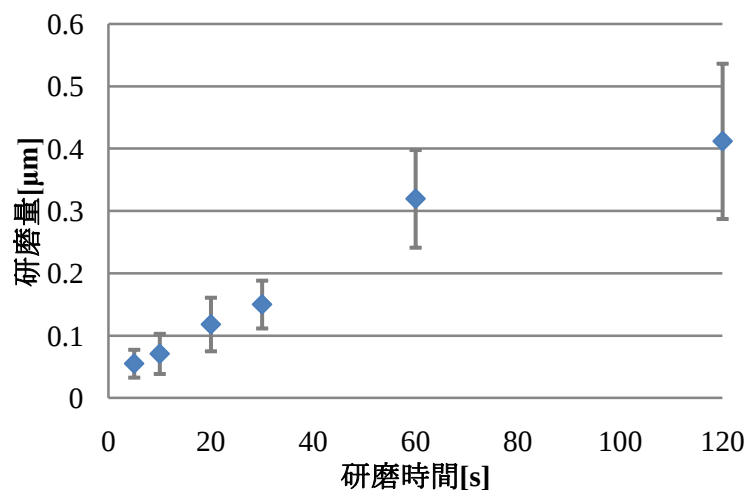


Fig.2-16 研磨量と研磨時間の関係

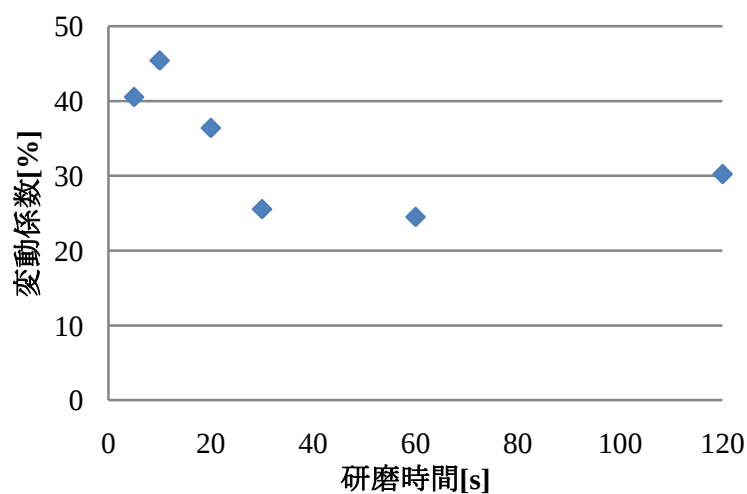


Fig.2-17 変動係数と研磨時間の関係

2.7.1.3 研磨量のばらつきの要因

研磨量のばらつきの要因の1つとして、圧痕を用いることが問題点として挙げられる。Fig.2-18は、研磨量と圧痕サイズの関係である。研磨時間は120sで一定である。圧痕サイズが減少するに従って、①急激な減少、②緩やかな減少が読み取れる。この2つが研磨量のばらつきとなると考えられるため、原因を考察する。

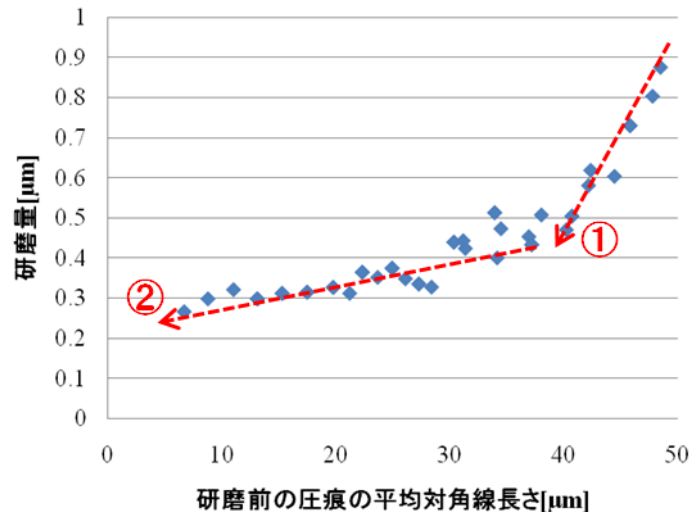


Fig.2-18 研磨量と圧痕サイズの関係

まず、①研磨量の急激な減少について考える。これは、新しい圧痕の周辺が盛り上がっていることに起因している。Fig.2-19は、研磨前と研磨後の圧痕形状の違いを表している。この図から、圧痕まわりの盛り上がり部分の研磨量は、その他の試料面の研磨量と比べて大きくなっていることが分かる。そのため、見かけの研磨量が大きくなっていたと考えられる。

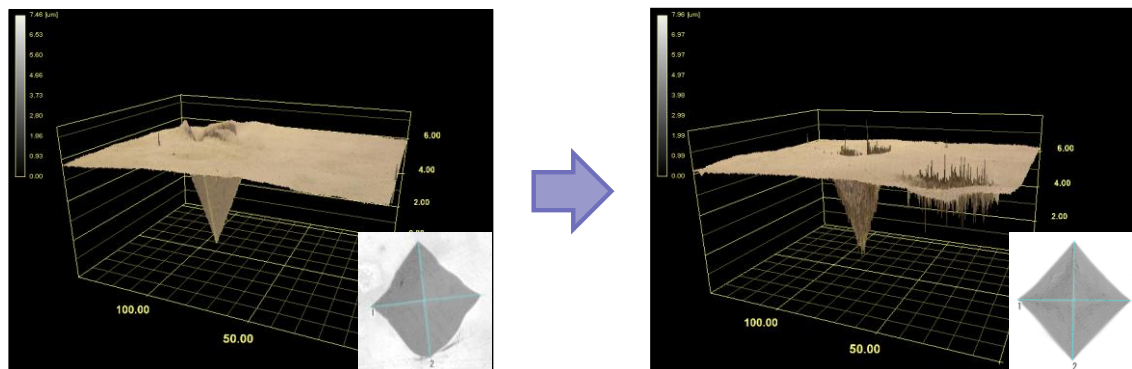


Fig.2-19 新規圧痕の研磨の様子

次に、②研磨量の緩やかな減少について考える．これは、圧痕直下の塑性変形 (Fig.2-3) が原因であると考えられる．圧痕直下の組織は転位密度が高くなり、本来の組織よりも硬くなっているため研磨量が減少したと考えられる．実際にビッカース硬さの変化を求めると、 HV_{pl} の値が 30 程度大きくなっていた．緩やかに減少するのは、Fig.2-3 から分かるように、圧子先端の方が組織への影響が大きいためと思われる．また、Fig.2-20 のように、同じ領域に圧痕を連続して打ち続けると、転位密度が増え続けて研磨量が減少し続けることが考えられる．この場合、圧痕付近と観察領域では研磨量が異なるので、観察領域の研磨量の推定が難しくなる．

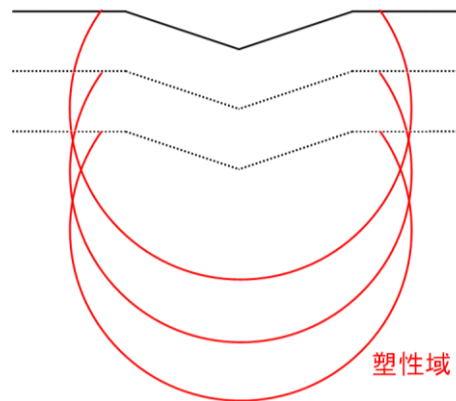


Fig.2-20 連続圧痕直下の塑性域

2.7.2 機械研磨の平面度

機械研磨において、どの程度平面度が保たれているかを考察する。研磨データとして、Cr-Mo-V 鋼の 75%損傷材の 3D-EBSD 観察データを用いることとする。研磨量算出に用いた圧痕 4 つは観察領域 $100\mu\text{m}\times 100\mu\text{m}$ の外側に作製されており、各圧痕間は $200\mu\text{m}$ 程度離れている。

Fig.2-21 に圧痕 4 つの研磨量の推移、Fig.2-22 に平均研磨量と標準偏差の推移を示す。全体の研磨量の変動係数が 26.8%であるのに対して、圧痕 4 つの研磨量の変動係数の平均値は 4.8%であった。したがって、セクションングにおける研磨量のばらつきと比較すると問題ないほど小さく、観察領域の平面度はほぼ一定に保たれている見なすことができる。

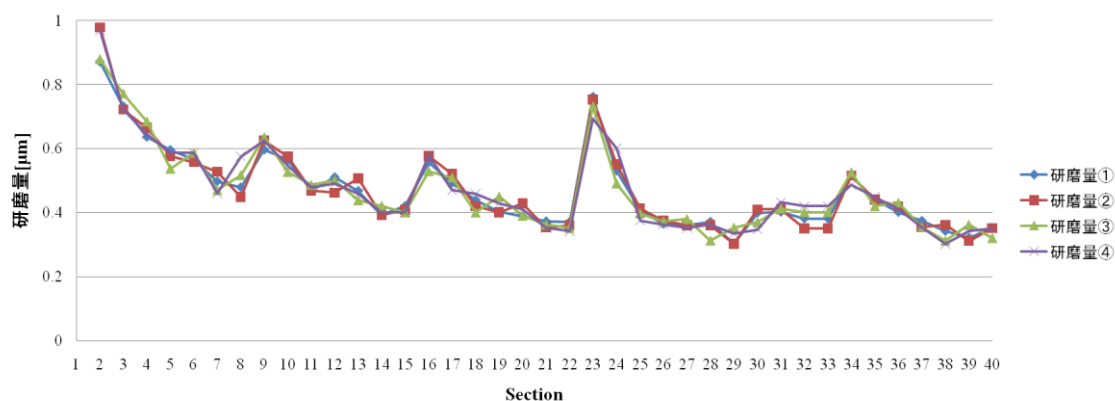


Fig.2-21 圧痕 4 つの研磨量の推移

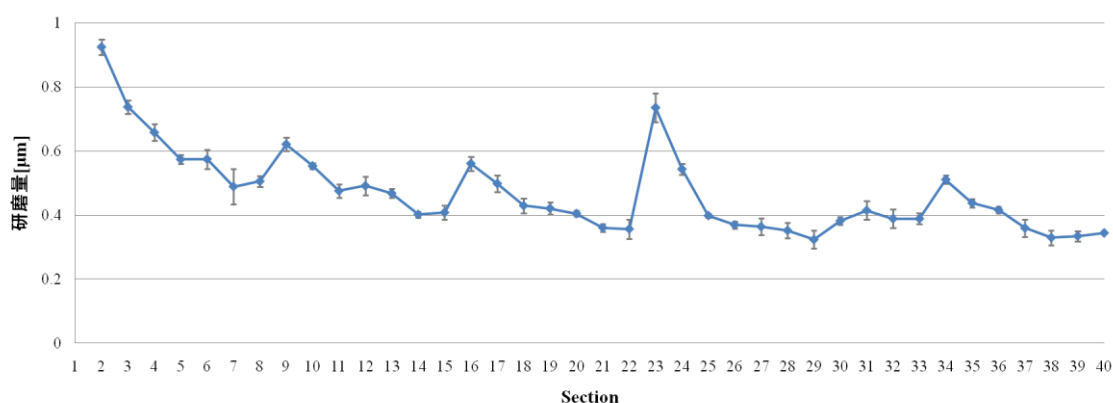


Fig.2-22 平均研磨量と標準偏差の推移

2.7.3 試料観察面の傾斜角度の誤差の影響

今回の S45C の 3D-EBSD 観察では、SEM 画像と EBSD 画像の xy 位置がずれるという問題が生じた。この原因を考察する。Fig.2-23 に示すように、試料台の傾斜角度が 70° であっても、セットした試料の角度が 70° とは限らない。しかし、OIM Collection では、試料観察面の傾きを 70° として認識している。したがって、

① 観察箇所の誤差

…SEM 観察範囲に対する相対座標を用いて EBSD 観察箇所を指定する際。

② 観察範囲の誤差

…観察範囲(縦×横)に傾斜の補正(縦方向に引き伸ばす)を適用する際。

の 2 つの誤差が生じて、SEM 画像と EBSD 画像の位置がずれたと思われる。

はめあい公差とずれ得る角度を考える。はめあい公差 $130\mu\text{m}$ で 0.5° の誤差が生じ得る計算となる。ただし、実際に用いた試料台のはめあい公差は、 $200\mu\text{m}$ である。仮に誤差 0.5° とすると $218\mu\text{m}$ 出っ張る計算となる。目測で試料をセットするので、誤差 0.5° 程度あっても気づかなかったと考えられる。次式より、SEM 観察中心と EBSD 観察中心が仮に $50\mu\text{m}$ ずれると、 $3.6\mu\text{m}$ の誤差が生じることがわかる。

$$50\mu\text{m} \times \left(\frac{1}{\cos 70.5^\circ} - \frac{1}{\cos 70^\circ} \right) \cong 3.6\mu\text{m}$$

対策を考える。①は、SEM 観察中心と EBSD 観察中心を一致させることで防ぐことができる。②は、試料をセットする際に、目測で合わせる以外に方法がない。ただ、②の誤差は①と比較して小さく、影響は少ないと思われる。

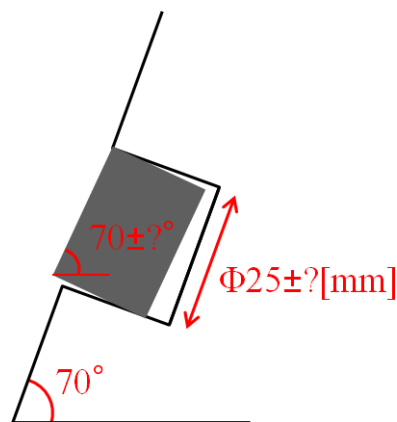


Fig.2-23 試料観察面の傾斜誤差

第3章 S45C 結晶組織の 3D-EBSD 観察

第3章で説明した 3D-EBSD 法を, S45C 結晶粒(粒径 $10\mu\text{m}$ 程度)に適用する. 直径 $2\sim 3\mu\text{m}$ 程度のクリープボイドへの適用に向けて, 3D-EBSD 法の手順の確立, 課題の抽出と検討を行う.

3.1 観察条件

Table.3-1 に, 3D-EBSD 観察条件を示す. EBSD 測定 step は, 平均結晶粒径 $10\mu\text{m}$ 程度であることから決定した. Table.3-2 に, 3D-EBSD 研磨条件を示す. 圧痕の作製条件は, 1000mN , 8s 負荷, 10s 維持とした. 1000mN という値は, EBSD 観察範囲における圧痕サイズの割合を考慮して決定した. 圧痕サイズは, 対角線長さ $d=25\mu\text{m}$, 深さ $h=4.5\mu\text{m}$ 程度であった. 全研磨データを付録 A に掲載する.

Table.3-1 S45C : 3D-EBSD 観察条件

SEM 倍率	600 倍
加速電圧	20kV
WD(EBSD)	12mm
Binning	8×8 (156×117 pixel)
Scan Type	Hexagonal Grid
EBSD 観察領域	$60\mu\text{m}\times 100\mu\text{m}\times 50\text{section}$
Scan step	$0.5\mu\text{m}$
Scan Time	13.7min
Scan Phase	Ferrite

Table.3-2 S45C : 3D-EBSD 研磨条件(左)と結果(右)

研磨時間	2m00s	平均研磨量	$0.28\mu\text{m}$
加圧力	10N	標準偏差	$0.069\mu\text{m}$
回転数	150rpm	変動係数	24.3%

3.2 OIM 解析条件

Table.3-3 に、OIM 解析条件を示す．結晶方位差 5° 以上を結晶粒界と定義する．Table.3-4 に、Cleanup 条件を示す．これは、圧痕部分など明らかに結晶状態にならない部分を削除するためである．IQ Cutoff により、圧痕部分のデータを削除した．また、結晶粒を 3 次元再構築対象とするため、同一結晶粒内で結晶方位を平均化した．EBSD データの Cleanup については、付録 B に詳細を掲載する．

Table.3-3 S45C : OIM 解析条件

Minimum Boundary Misorientation	2°
Grain Tolerance Angle	5°
Minimum Grain Size	2pixel
Minimum Confidence Index	0
画像保存(IPF)	1280×765 pixel

Table.3-4 S45C : Cleanup 条件

Grain Dilation	5° , 2pixel
Neighbor CI Correlation	CI=0.2
Average Orientation per Grain	○
IQ Cutoff	$\text{IQ} > 10\%$

3.3 SEM-EBSD 観察

Fig.3-1 に, Section No.1 の SEM 画像(上)と EBSD 画像(中:Cleanup 前, 下:Cleanup 後)を示す. 今回は実験のため, 圧痕を SEM 観察範囲の内側かつ EBSD 観察範囲の内側に作製した. 試料面が 70 度傾斜していることが原因で, 本来正方形にみえるべき圧痕が三角形になってしまっている. できるだけ影の少ない圧痕形状, ひし形に作製すべきである. Cleanup 前は結晶状態にない圧痕部分にも適当な結晶方位データが割り当てられている. また, 結晶粒内にも方位差が見られる. Cleanup 後は, 圧痕の部分の結晶方位データは削除され黒くなっている. また, 結晶粒内の方位差がなくなっている.

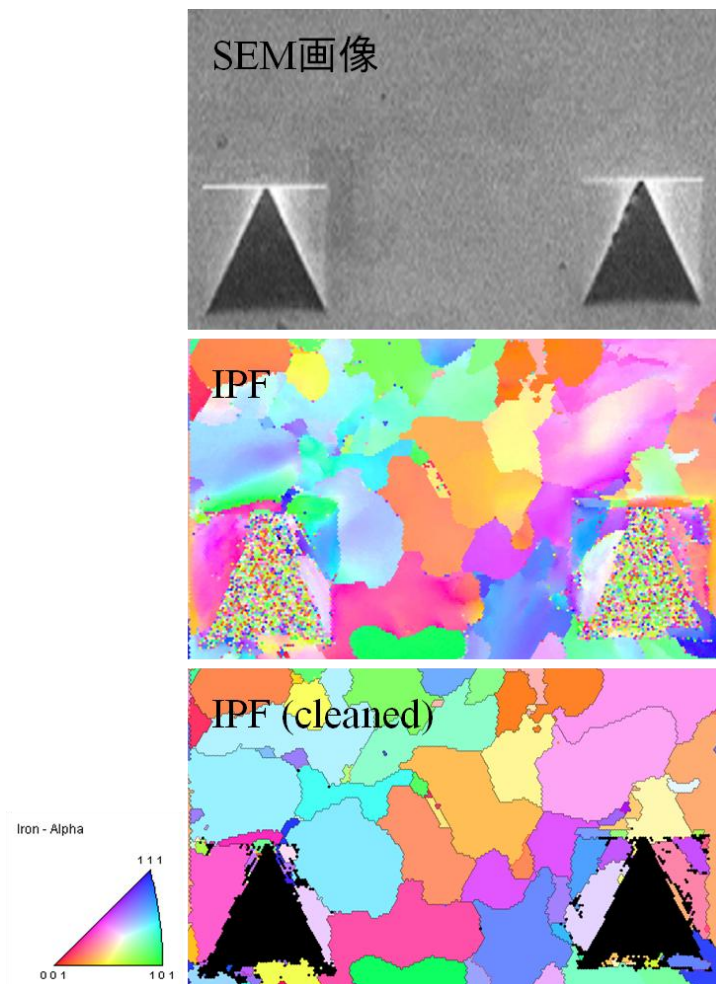


Fig.3-1 S45C : SEM 画像と EBSD 画像

3.4 z 方向整列

Fig.3-2 に、Alignment 後の圧痕画像間の相関係数を示す。青線が、圧痕重心点の差分の平行移動のみの場合である。紫線が、さらに重心点周りに回転させて整列した場合である。圧痕がオーバーラップしている断面は、Section No.を赤丸で囲んである。このグラフから、平行移動のみでも相関係数はほぼ 0.8 以上となっており、比較的うまく整列されていることが分かる。赤丸の部分は、圧痕がオーバーラップしていて、かつ圧痕サイズが小さいために、相関係数が極端に小さくなっていた。これを防ぐためにも、圧痕サイズが大きいうちに新しい圧痕をオーバーラップさせる必要があることが分かる。また、画像を回転させることで結晶方位(オイラー角)も変化してしまう。厳密には結晶方位も補正する必要があるが、影響は無視できるほど小さいと考えられるため、ここでは省略する。

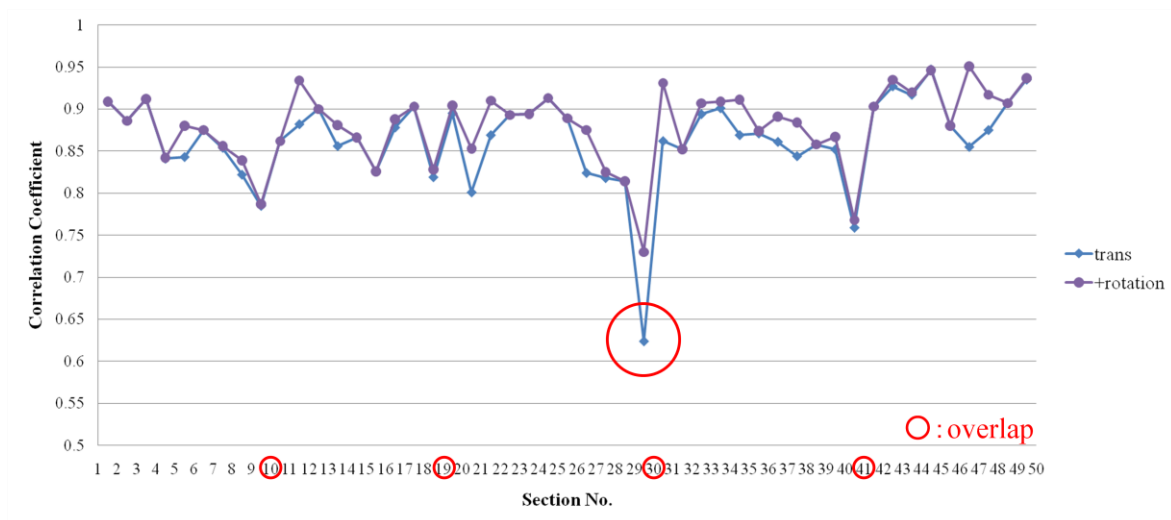


Fig.3-2 S45C : Alignment 後の圧痕画像間の相関係数

3.5 結晶粒の 3 次元可視化

Fig.3-3 に、結晶粒の 3 次元可視化と逆極点図の結果を示す。逆極点図には、各結晶粒の xy 面法線方向の結晶方位を示している。各点の色は、右図の各結晶粒の色と対応している。結晶粒ごとに可視化することも可能である。

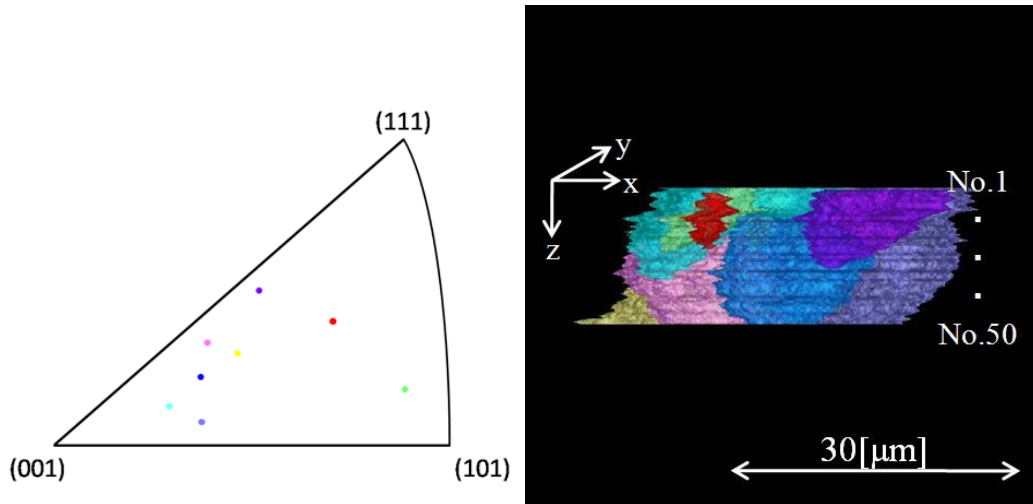


Fig.3-3 S45C : 結晶粒の 3 次元可視化(右)と逆極点図(左)

3.6 結晶粒界の 3 次元可視化

Fig.3-4 に、結晶粒界の 3 次元可視化と粒界面方位の結果を示す。粒界面方位とは、粒界面法線方向における各結晶粒の結晶方位のことである。各点の色は、右図の結晶粒の色に対応している。

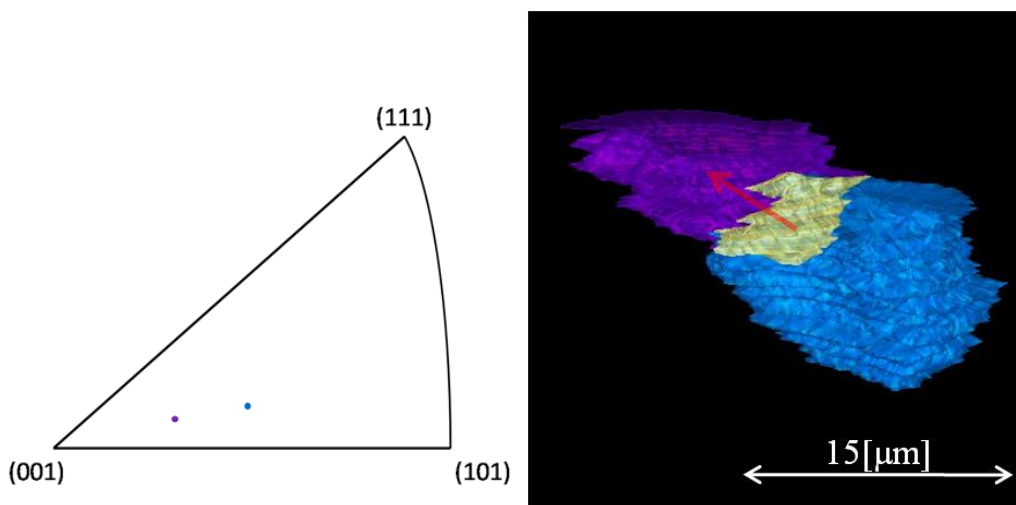


Fig.3-4 S45C : 結晶粒界の 3 次元可視化(右)と粒界面方位(左)

第4章 3次元ミクロ組織のクリープ損傷評価法

4.1 EBSD による損傷評価法

Cr-Mo-V 鋼の組織は、ベイナイト変態時に導入された転位の密度が高いが、この転位組織はクリープ中に回復して転位密度が減少し、下部組織が形成される。550℃、137MPa で破断した試験片の TEM 観察では、転位密度が減少し、ベイナイトラス境界は消え、比較的小さなサブグレインが観察されている^[59]。この”転位密度の変化”を EBSD により計測することにより、クリープ損傷を評価することができると考えた。転位密度の変化を推定するための EBSD パラメータとして、Misorientation と GAM を算出し、損傷評価パラメータとしての有用性を検証する。

4.1.1 EBSD による損傷評価に関する先行研究

近年、EBSD 法を用いて材料のミクロ組織と力学的特性・破壊挙動の関係を調べようとする研究が活発に行われている。例えば、引張変形挙動解析^[47]、in-situ 観察^[48]、塑性ひずみの測定^{[49][50][51]}、EBSD と AFM の複合アプローチによる疲労き裂の観察^[52]などがある。

クリープ損傷評価への応用も試みられてきている。マルテンサイトやベイナイトの組織の耐熱鋼は、多量の転位を導入することで強化されている。そのため、回復や再結晶で転位密度が低下すると降伏応力も低下する。その材料に要求される降伏応力を下回ると寿命となる^[53]。EBSD によって回復や再結晶による転位密度の変化を定量的に評価することが試みられてきている。例えば、SUS304 鋼の EBSD によるクリープ損傷評価^[54]では、損傷の進行に伴い結晶粒内の方位分散が増加しており、比較的初期の損傷状態検出法として適していることが報告されている。クリープボイドは粒界近傍で方位分散の比較的大きいところで生じる傾向があること、結晶粒内の方位分散が増大するとクリープボイドの発生頻度も高くなることが報告されている。SUS316 鋼の EBSD によるクリープ損傷評価^[55]では、GAM 値がクリープ曲線(ひずみ-時間関係)と同様の変化を示すことが報告されている。改良 9Cr-1Mo 鋼溶接継手の EBSD によるクリープ損傷評価^[56]では、母材では 10° 以下の方位差を持つサブバウンダリーの回復が生じ、HAZ 細粒域では 15° 以上の方位差を持つ結晶粒界で回復・再結晶が起こり、組織が肥大化することが報

告されている。2.25Cr-1Mo 鋼 HAZ の EBSD によるクリープ損傷評価^[57]では, HAZ 粗粒域と HAZ 細粒域において, クリープ損傷の進行に従って結晶方位関係の変化が起こることが報告されている。近年, 微小サンプルの採取も可能になってきているため, EBSD 観察によるクリープ損傷評価も今後可能になると考えられる。

4.1.2 Misorientation

Misorientation とは, ピクセル間の方位差のことである。例えば, マルテンサイト組織やベイナイト組織は, 幾何学的結晶方位関係(Kurdjumov-Sachs の関係)を満たしていると言われ, Misorientation 分布に特定のピークが現れる。

4.1.3 GAM (Grain Average Misorientation)

GAM (Grain Average Misorientation)とは, 結晶粒内の隣り合うピクセル間の方位差を結晶粒内の全ピクセルについて平均化したものである。結晶粒界をどのように定義するかが重要となる。結晶粒界の認識については, 付録 B に掲載する。

EBSD では, 結晶粒界を方位差 15° 以上と定義することが多い。しかし, Cr-Mo-V 鋼のようなベイナイト組織あるいはマルテンサイト組織の場合は, 旧オーステナイト粒界を基準として結晶粒を定義することが多い。方位関係から球オーステナイト粒界, パケット粒界, ブロック粒界, ラス粒界を区別することができれば, 回復・再結晶が起きている組織の単位を知ることができ, GAM 値が物理的に意味のある損傷パラメータになると考えられる。EBSD を用いてマルテンサイトの旧オーステナイト粒を抽出することも試みられている^[60]。

4.2 クリープボイドによる損傷評価法

4.2.1 クリープボイドの抽出

SEM 画像からボイドを抽出する方法について説明する．まず，SEM 画像のヒストグラム(Fig.4-1)の $\mu-3\sigma$ (平均値-3 シグマ)を閾値として，2 値化する．次に，ノイズを除去する．ノイズ除去には GIMP(GNU Image Manipulation Program)を用いた．①アンチエイリアス，②ノイズ除去，③2 値化の手順で，ボイド以外のピクセル(粒界など)を除去する．Fig.4-2 のように，ボイドが抽出される．以降，Fig.4-2 右図をボイド画像と呼ぶこととする．

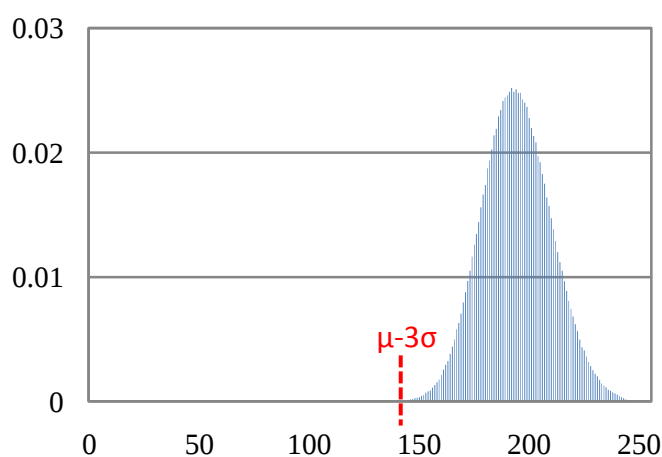


Fig.4-1 SEM 画像のヒストグラム

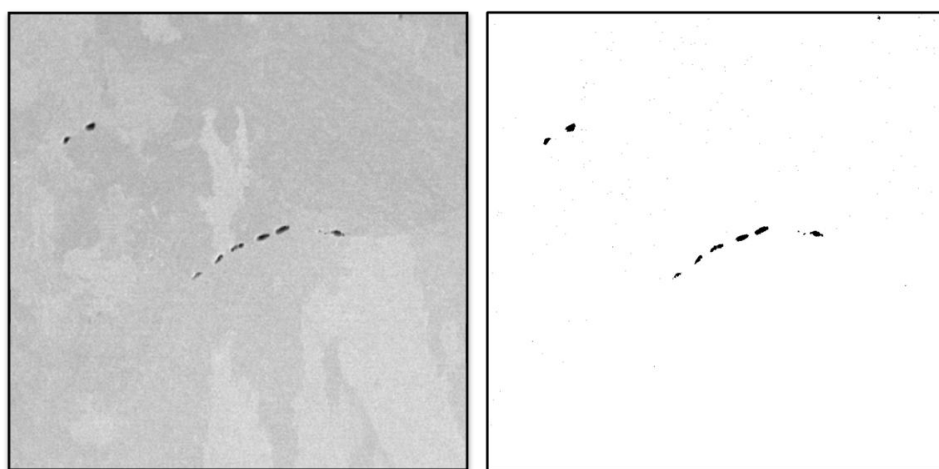


Fig.4-2 ボイドの抽出

4.2.2 ボイド面積率，ボイド体積率

ボイド面積率・体積率は，下式を用いて算出する．算出には IMODinfo で出力した値を用いた．ボイド総面積には“Enclosed Area”の合計値，ボイド総体積には“Total Volume inside the Mesh”の値を用いた．width[pixel]×height[pixel]は画像のサイズ，section はセクション数，z_step[pixel]は研磨量を表している．研磨量[pixel]は，画像サイズ width[μm]×height[μm]と width[pixel]×height[pixel]から求める．

$$\text{ボイド面積率} = \frac{\text{sum}(\text{"Enclosed Area" of voids})}{\text{width} \times \text{height}}$$

$$\text{ボイド体積率} = \frac{\text{"Total Volume inside the Mesh"}}{\text{width} \times \text{height} \times \text{section} \times \text{zstep}}$$

4.2.3 粒界ボイド占有率

Fig.4-3 に，ボイド画像と粒界画像の平均画像を示す．粒界画像は，OIM Analysis で Boundaries-Type-“Rotation Angle”を用いて Line Width=1pixel で表現した．粒界ボイド占有率は，次式を用いて算出する．粒界ボイド重なりピクセル数とは，ボイド画像と粒界画像を重ねたときに，両者が重なったピクセル数のことである．

$$\text{粒界ボイド占有率} = \frac{\text{粒界ボイド重なりピクセル}}{\text{粒界ピクセル}}$$

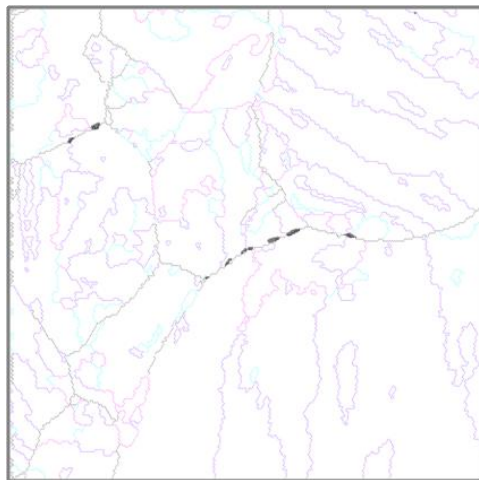


Fig.4-3 ボイド画像と粒界画像の平均画像

4.2.4 3次元再構築

2次元ボイド contour(Fig.4-4)をラベリングして, 3次元ボイドにグループ化する. それぞれの contour は, 座標群(x,y,z), ボイド径, アスペクト比の情報を持つ.

ラベリングの手順を以下に示す.

① IMODinfo から, 2次元ボイドの輪郭座標群を得る.

② contour(k)と contour(k+1)の座標群を比較する.

③ 重なり判定

A. z 方向に連続 $z(k) - z(k+1) = 1$

B. 交差(Fig.4-5 左) $d_{\min} < \text{tolerance}$

C. 内包(Fig.4-5 右) $d_{\max} < 2 * \max(r1, r2) + \text{tolerance}$

($d_{\min}$, $d_{\max}$:座標群間距離の最小値・最大値,

$r1, r2$:contour(k)および contour(k+1)の半径, tolerance:誤差許容範囲)

④ A かつ(B または C)なら, 同じ3次元ボイドに属すると判断する.

以上を, すべての contour について行う.

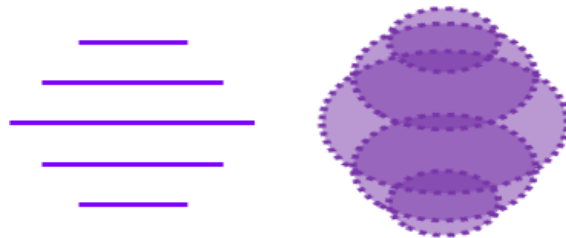


Fig.4-4 2次元ボイド(contour)

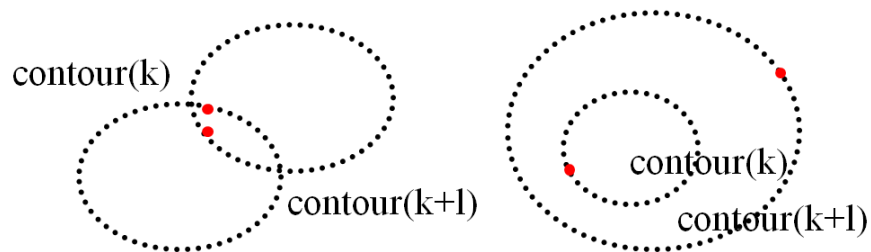


Fig.4-5 3次元再構築における重なり判定

4.2.5 ボイド3次元形状

3次元観察の結果から、Fig.4-6のように、①球、②回転楕円体(長球)、③回転楕円体(扁球)の3種類に分類できると仮定した。ボイドの輪郭座標を主成分分析することにより、ボイドの3次元形状について評価を試みる。主成分分析は、分散が最大となるような互いに直交する軸を見つける手法である。主成分(Principal Component : PC)は、共分散行列の固有値のことである。

Fig.4-7 からわかるように、①球の場合、PC1, PC2, PC3 はすべてほぼ等しくなる。②長球の場合、PC1のみ大きく、PC2とPC3は小さくなる。③扁球の場合、PC1とPC2が大きく、PC3のみ小さくなる。このことを利用して、以下のように①球らしさ、②長球らしさ、③扁球らしさを定義する。ただし、 $PC1+PC2+PC3=3$ である。PC1>PC2>PC3であることを考慮して、扁球らしさのみ分母1.5とした。

$$\begin{aligned} \text{① 球らしさ} & : 1 - \frac{PC1 - PC3}{3} \\ \text{② 長球らしさ} & : \frac{(PC1 - PC2) - (PC2 - PC3)}{3} \\ \text{③ 扁球らしさ} & : \frac{(PC2 - PC3) - (PC1 - PC2)}{1.5} \end{aligned}$$

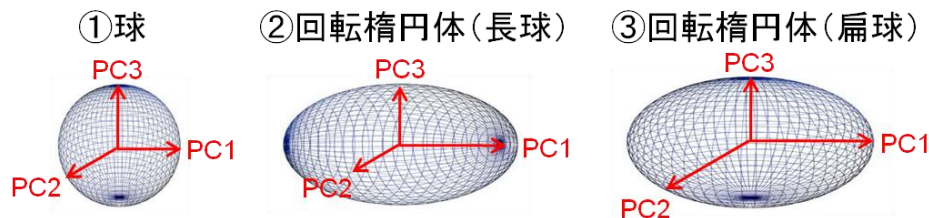


Fig.4-6 ボイド3次元形状：球 or 長球 or 扁球

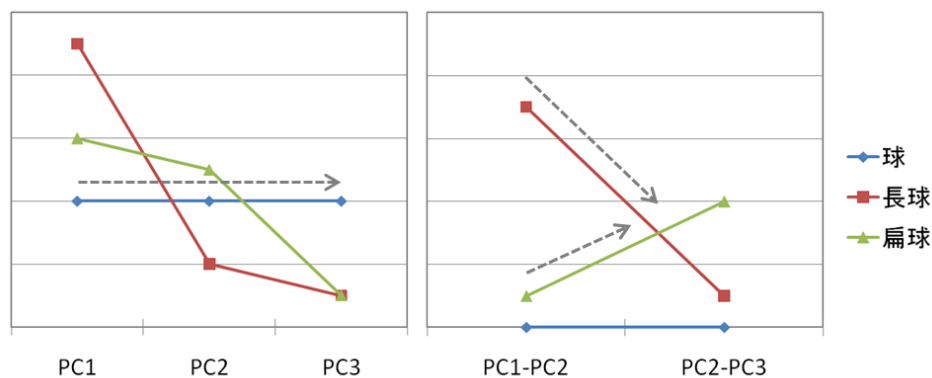


Fig.4-7 主成分分析による3次元形状の分類

4.2.6 ボイド3次元空間分布

ボイドの3次元空間分布を評価するために、ボイド動径分布を算出する．動径分布関数とは、ある粒子を中心として距離 r に存在する粒子の確率数密度分布のことである．ボイド動径分布は、式(1)を用いて算出する．

$$RDF_i(r) = \frac{N(r)}{V(r) \times \rho} \quad (1)$$

$$\left(\begin{array}{l} N(r): \text{球殻内に存在するボイド個数[個]} \\ V(r): \text{半径} r, r+dr \text{の球殻の体積} [\mu\text{m}^3], \rho: \text{全体のボイド個数密度} [\text{個}/\mu\text{m}^3] \end{array} \right)$$

ただし、球殻の半径が大きくなると観察領域を超えてしまうため、以下の制限を加えることにより考慮する．

- ✓ xy 方向：球殻の半径が観察領域を超える範囲は考えない．
- ✓ z 方向：球殻の半径が観察領域を超えた範囲も考える(Fig.4-8)．球殻の体積を、観察領域の中にある球殻の体積として、以下のように定義する．

$$\textcircled{1} \quad r < d_{\min} \text{ のとき} \quad V = \frac{4}{3} \pi (r_{\text{out}}^3 - r_{\text{in}}^3)$$

$$\textcircled{2} \quad d_{\min} < r < d_{\max} \text{ のとき} \quad V = \frac{\pi}{3} (2r^3 + 3d_{\min} r^2 - d_{\min}^3)$$

$$\textcircled{3} \quad r_{\max} < r \text{ のとき} \quad V = \frac{\pi}{3} \{3r^2(d_{\min} + d_{\max}) - (d_{\min}^3 - d_{\max}^3)\}$$

ただし、 r は球殻の半径、 $d_{\min}, d_{\max}$ は、ボイドと z 上端・下端面との距離の最小値、最大値である．

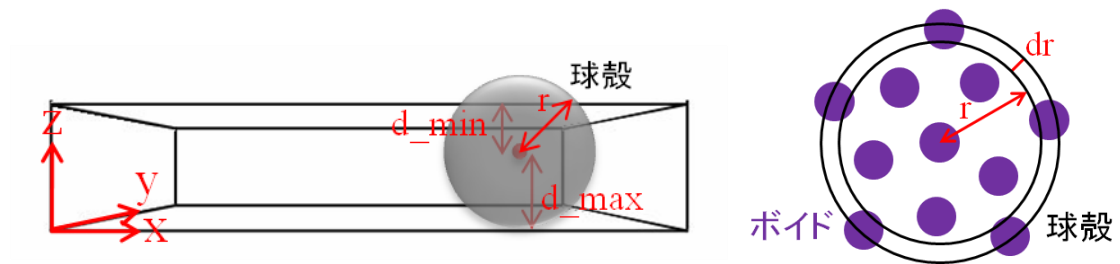


Fig.4-8 ボイドの動径分布：観察範囲による制限

4.2.7 ボイド発生粒界：粒界点 or 粒界線 or 粒界面

ボイド発生粒界は、ボイドが接する結晶粒の数で判別する(Fig.4-9)。ボイドが接する結晶粒の数が、1 のときは粒内、2 のときは粒界面、3 のときは粒界線、4 のときは粒界点というように、ボイド発生粒界を判別することができる。ボイドが存在する点における結晶方位は測定することができないが、ボイドの輪郭における結晶方位は、Cleanup を施すことによって求めることができる。

ボイド発生粒界の判別手順を以下に示す。GrainFile について、ボイド座標とEBSD 座標の対応については、付録 B に詳細を掲載する。

- ① 結晶方位データを Cleanup し、結晶粒ごとに結晶方位を平均化する。
 - ② IMODinfo でボイド座標群を出力、OIM で GrainFile を出力する。
 - ③ ボイド輪郭座標群それぞれに対応する EBSD 測定点を求める。
 - ④ ボイド輪郭座標における結晶方位を求め、結晶方位で昇順にソートする。
 - ⑤ 方位差にある閾値を設けて、接する結晶粒数をカウントする。
- 以上を、すべてのボイドについて行う。

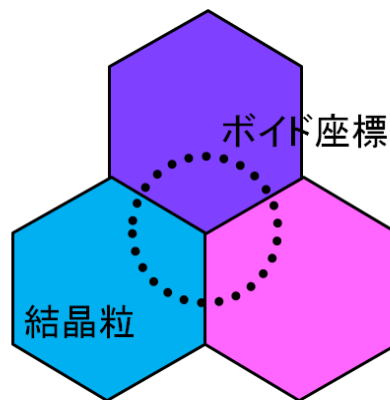


Fig.4-9 ボイド発生粒界の判別

4.2.8 ボイド発生粒界における Misorientation の算出

ボイドが接する結晶粒の数が、2 のとき(粒界面)と 3 のとき(粒界線)は、同時に粒界における方位差(Misorientation)を算出する。粒界面の場合は 1 つ、粒界線の場合は 3 つの Misorientation を算出する。

ボイド発生粒界における Misorientation の算出手順を以下に示す。

- ① 2 つの結晶粒のオイラー角($\varphi_1, \Phi, \varphi_2$)から回転行列 A,B を求める。

$$\begin{pmatrix} \cos \varphi_1 \cos \varphi_2 - \sin \varphi_1 \sin \varphi_2 \cos \Phi & \sin \varphi_1 \cos \varphi_2 + \cos \varphi_1 \sin \varphi_2 \cos \Phi & \sin \varphi_2 \sin \Phi \\ -\cos \varphi_1 \sin \varphi_2 - \sin \varphi_1 \cos \varphi_2 \cos \Phi & -\sin \varphi_1 \sin \varphi_2 + \cos \varphi_1 \cos \varphi_2 \cos \Phi & \cos \varphi_2 \sin \Phi \\ \sin \varphi_1 \sin \Phi & -\cos \varphi_1 \sin \Phi & \cos \Phi \end{pmatrix}$$

- ② 2 つの結晶粒のミラー指数を求める。

$$\begin{pmatrix} A \end{pmatrix} \begin{pmatrix} 0 \\ 0 \\ 1 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} h_{crystal1} \\ k_{crystal1} \\ l_{crystal1} \end{pmatrix}, \quad \begin{pmatrix} B \end{pmatrix} \begin{pmatrix} 0 \\ 0 \\ 1 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} h_{crystal2} \\ k_{crystal2} \\ l_{crystal2} \end{pmatrix}$$

- ③ A,B から、次式より Misorientation Angle θ を求める。

$$\cos \theta = \frac{h_{c1}h_{c2} + k_{c1}k_{c2} + l_{c1}l_{c2}}{\sqrt{h_{c1}^2 + k_{c1}^2 + l_{c1}^2} \sqrt{h_{c2}^2 + k_{c2}^2 + l_{c2}^2}}$$

第5章 クリープ損傷材の 3D-EBSD 観察

5.1 Cr-Mo-V 鋼

本研究で用いる Cr-Mo-V 鋼は、火力発電プラントで用いられているタービンロータ材であり、フェライト系耐熱鋼の代表的なものである。フェライト系耐熱鋼は、オーステナイト系耐熱鋼と比較して耐熱性は劣る。しかし、熱膨張率が低く熱伝導率が大きいため、発生する熱ひずみが小さく、熱疲労対策には有利である。また、大型厚肉部品が比較的安価に製造できるなどに利点があるため、873K以下の温度域で広く用いられている^[5]。

Fig.5-1(右)に、Cr-Mo-V 鍛鋼の EBSD 観察結果を示す。Cr-Mo-V 鍛鋼はベイナイト組織となっている。ベイナイトとは、フェライト(bcc)とセメンタイトと残留オーステナイトから成る組織である^[61]。ベイナイトの組織構成(Fig.5-1(左))はラスマルテンサイトの組織構成^[62]と似ており、旧オーステナイト粒、パケット、ブロック、ベイネティックフェライトから構成されている^[63]。ベイネティックフェライトの結晶は厚さ1 μm 以下でラス状(1つの優先成長方向を持った板状)であり、オーステナイト母相に対して Kurdjumov-Sachs 関係(K-S 関係)をほぼ満たす^[64]。パケットやブロックのサイズは、強度や靱性と密接に結びついている^[65]。一般的に、有効結晶粒径としては旧オーステナイト粒が用いられることが多い^[63]。EBSD による結晶学的パケットの識別も試みられている^[66]。

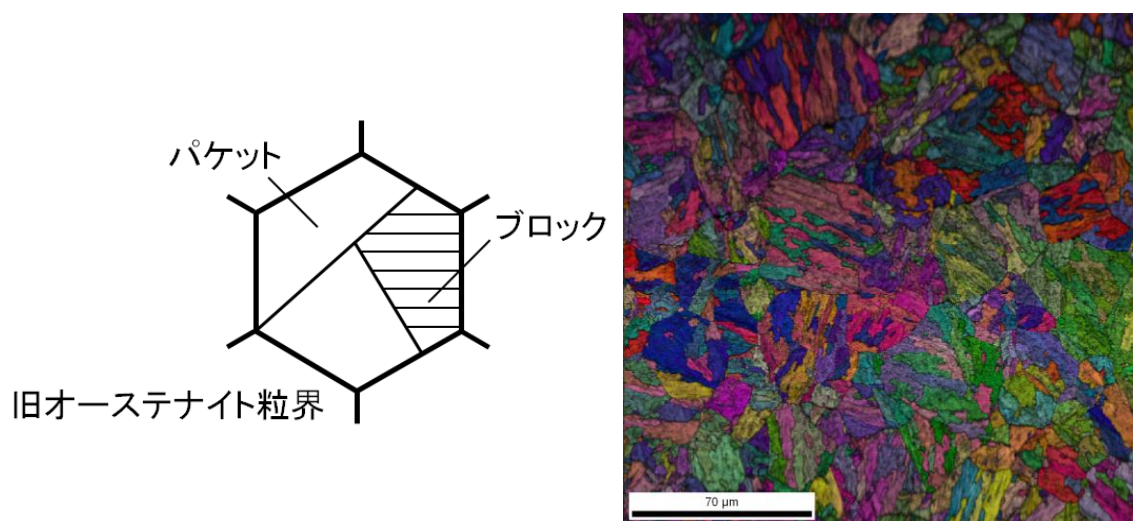


Fig.5-1 ベイナイトの組織構成(左)と EBSD 観察(右)

5.2 クリープ試験条件

本研究では、電力中央研究所から提供して頂いた試験片^{[1][2]}を用いている。Table.5-1 に、素材の履歴を示す。素材は、火力発電所のタービンロータカップリング部から採取したものであり、材質は Cr-Mo-V 鍛鋼である。素材の化学成分は、Table.5-2 のようになっている。Table.5-3 に、電中研にて行われたクリープ試験条件を示す。タービンロータの実際の使用条件は、530℃、100MPa 程度であり、このときの破壊機構は粒界ボイドによる破壊である。クリープ試験条件は、同じ損傷メカニズムを再現できる条件で、かつ破断時間が短くなるような条件に設定してある。試験条件の選定基準には、Fig.5-4 を参考に行っている。Fig.5-3 に、クリープ曲線を示す。

Table.5-1 素材(Cr-Mo-V 鋼)の履歴^[2]

素材	タービンロータカップリング部
運転開始年月	昭和 42 年
累積運転時間	141300 時間
タービン容量	265MW
蒸気条件	16.57MPa, 566℃/538℃
起動停止回数	86 回
材質	タービンロータ材(Cr-Mo-V 鍛鋼)
化学成分(mass%)	Table.5-2 参照

Table.5-2 素材(Cr-Mo-V 鋼)の化学成分^[2]

C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Cu	Mo	V	As	Sn	Fe
0.3	0.19	0.78	0.006	0.006	0.35	1.16	0.14	1.36	0.27	0.014	0.011	Bal.

Table.5-3 クリープ試験条件^[1]

試験方法	単軸クリープ試験
試験片形状	中実丸棒試験片(Fig.5-2)
温度	580℃
応力	180MPa
損傷中断材	25%, 50%, 75%
破断時間	4200hour

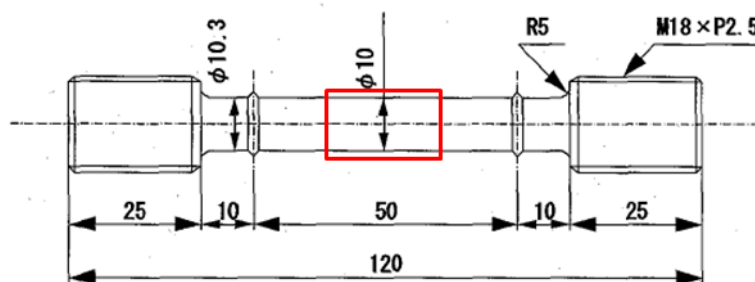


Fig.5-2 クリープ試験片^[1]

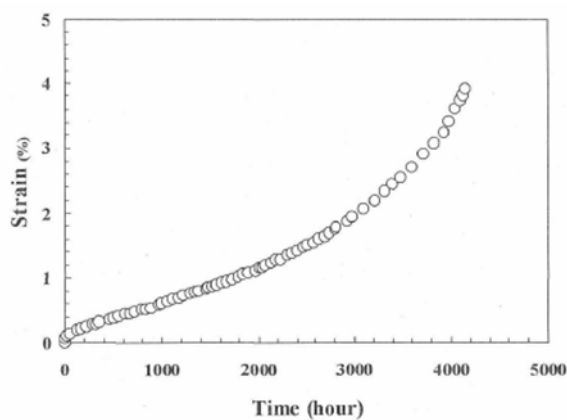


Fig.5-3 供試材のクリープ曲線^[1]

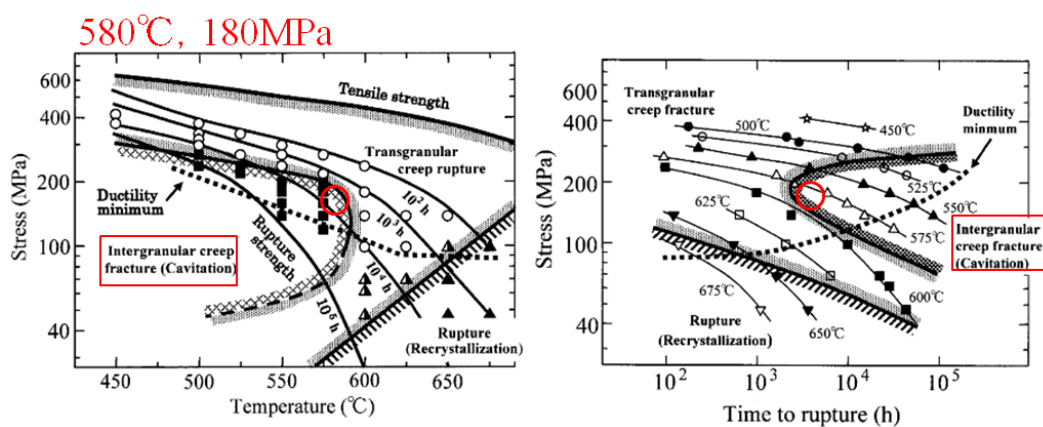


Fig.5-4 Cr-Mo-V 鋼のクリープ破壊機構領域図^[59]

5.3 観察条件

本研究では，”25%損傷材①”，”25%損傷材②”，”50%損傷材”，”75%損傷材①”，”75%損傷材②”，”100%損傷材”の，合計 6 観察視野の 3D-EBSD 観察を行った．Table.5-4 に，3D-EBSD 観察条件を示す．WD(Working Distance)は，観察視野によって多少異なるが，その他の条件は一定としている．観察領域が局所的になり過ぎないように，ある程度の数のボイドと結晶粒が含まれるように， $100\mu\text{m}\times 100\mu\text{m}$ に設定した．ボイドサイズや観察時間との兼ね合いから，Scan step を $0.5\mu\text{m}$ とした．また，クリープボイドの SEM 観察には高分解能が要求されるため，OIM Collection-Beam 設定-ScanSize を 512 から 2048 に変更した．

Table.5-5 に，3D-EBSD 研磨条件を示す．”75%損傷材①”と”75%損傷材②”は，同時に観察したため，研磨データとしては等しくなっている．圧痕の作製条件は，1000mN, 8s 負荷, 10s 維持とした．圧痕サイズは，対角線長さ $d=35\mu\text{m}$ ，深さ $h=5\mu\text{m}$ 程度であった．全研磨データを付録 A に掲載する．

Table.5-4 Cr-Mo-V : 3D-EBSD 観察条件

SEM 倍率	600 倍
加速電圧	20kV
WD(EBSD)	18～20mm
Camera Binning	8×8 (156×117 pixel)
Scan Type	Hexagonal Grid
EBSD 観察領域	$100\mu\text{m}\times 100\mu\text{m}\times 40\text{section}$
Scan step	$0.5\mu\text{m}$
Scan Points / Time	46316points / 22.9min
Scan Phase	Ferrite

Table.5-5 Cr-Mo-V : 3D-EBSD 研磨条件(左)と結果(右)

			25%①	25%②	50%	75%①②	100%
研磨時間	3m30s	平均値	0.43μm	0.32μm	0.39μm	0.46μm	0.49μm
加圧力	10N	標準偏差	0.11μm	0.11μm	0.13μm	0.13μm	0.12μm
回転数	150rpm	変動係数	24.7%	34.0%	34.2%	27.1%	24.6%

5.4 OIM 解析条件

Table.5-6 に、OIM 解析条件を示す．方位差 15° 以上を結晶粒界と定義した．7pixel 以上を結晶粒と認識するように定義した．7pixel という値は，Fig.5-5 のピクセル形状と Scan step の関係を考慮して決定した．ボイドの部分の結晶方位データには意味がないので，CI 値に閾値 0.1 を設けることで削除した．EBSD 画像サイズを先に決定し，それにスケールを合わせて SEM 画像サイズを決定した．

Table.5-6 Cr-Mo-V：OIM 解析条件

Minimum Boundary Misorientation	2°
Grain Tolerance Angle	15°
Minimum Grain Size	7pixel
Minimum Confedence Index	0.1
SEM 画像	1202×3466 pixel
EBSD 画像(IPF)	1004×1000 pixel

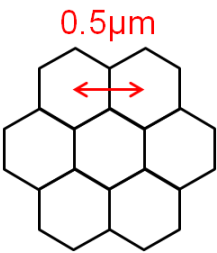


Fig.5-5 Minimum Grain Size の決定基準

5.5 SEM 観察

SEM 観察を行う前に、試料を導電性樹脂に埋め込んだ(Fig.5-6). 試験片の軸平行断面と軸垂直断面の2つの断面を、応力方向を揃えて埋め込んである. 軸平行断面と軸垂直断面の両方を観察してみて、圧倒的に軸平行断面にボイドが多く観察されたので、以後、軸平行断面を観察対象とする. また、観察箇所の選定基準としては、25%、50%、75%については損傷が比較的大きい箇所とした. 以後、3D-EBSD 観察においても、基本的に損傷が大きい箇所を観察対象としている.

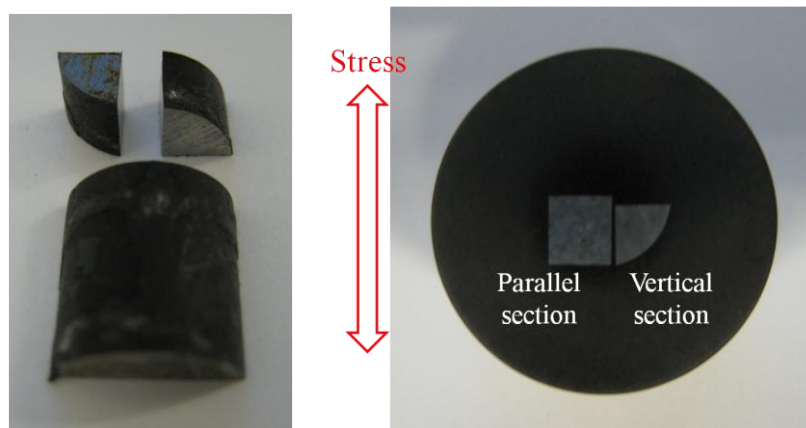


Fig.5-6 試験片の埋め込み

Fig.5-7, Fig.5-8, Fig.5-9, Fig.5-10 に、それぞれ 0%、25%、50%、75%損傷材の SEM 観察結果、Fig.5-11 に 100%損傷材の光学顕微鏡観察結果を示す. 0%損傷材では、クリープボイドは存在しない. 25%損傷材では、 $2\mu\text{m}$ 程度のボイドが発生している. 50%損傷材では、ボイドの数が増加し、かつサイズも大きくなっている. 75%損傷材では、ボイドの連結も見られる. 100%損傷材では、破面以外にも内部に 1mm 以上のき裂が発生している.

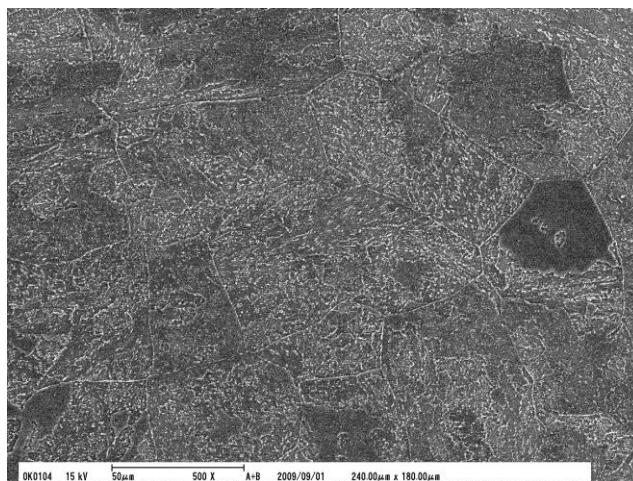


Fig.5-7 SEM 観察：0%損傷材

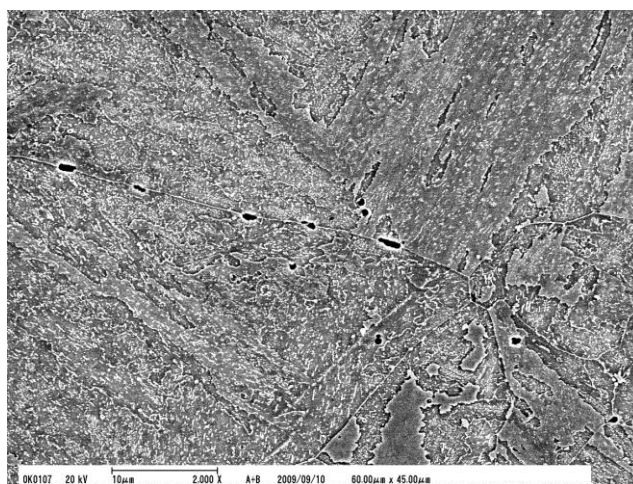


Fig.5-8 SEM 観察：25%損傷材

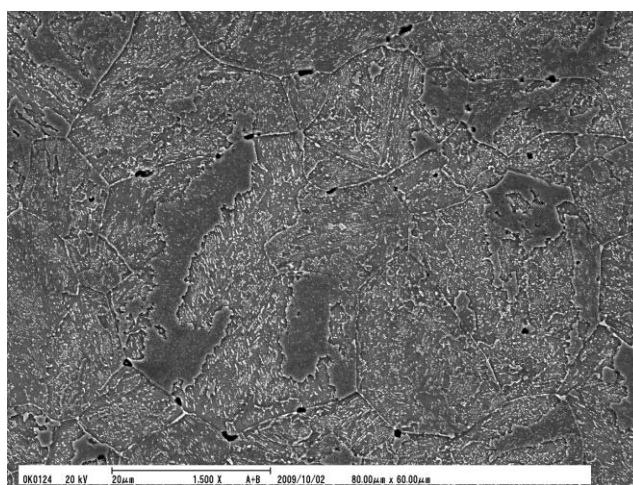


Fig.5-9 SEM 観察：50%損傷材

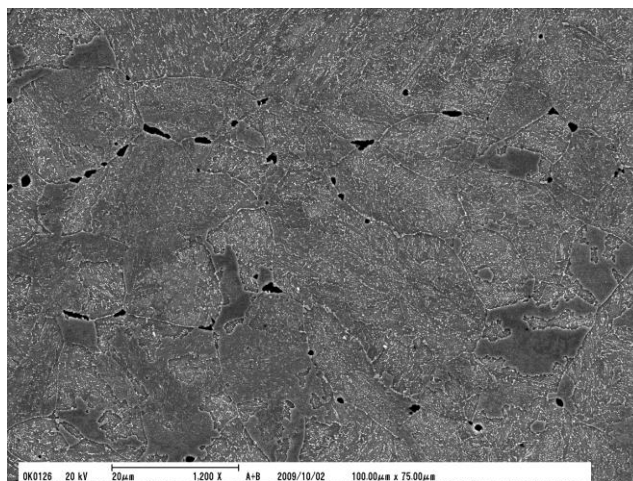


Fig.5-10 SEM 観察：75%損傷材



Fig.5-11 光学顕微鏡観察：100%損傷材

5.6 SEM-EBSD 観察

Fig.5-12 に 25%損傷材①, Fig.5-13 に 25%損傷材②, Fig.5-14 に 50%損傷材, Fig.5-15 に 75%損傷材①, Fig.5-16 に 75%損傷材②, Fig.5-17 に 100%損傷材の Section No.1 における SEM 画像(左)と IPF Map(右)を示す. IPF Map には, SEM 画像からボイドを抽出して重ねて表示させている. Cleanup はしていない. また, 25%損傷材①のみ OIM Collection-Beam 設定-ScanSize が 512 と小さいため, SEM 画像の解像度が悪くなっている.

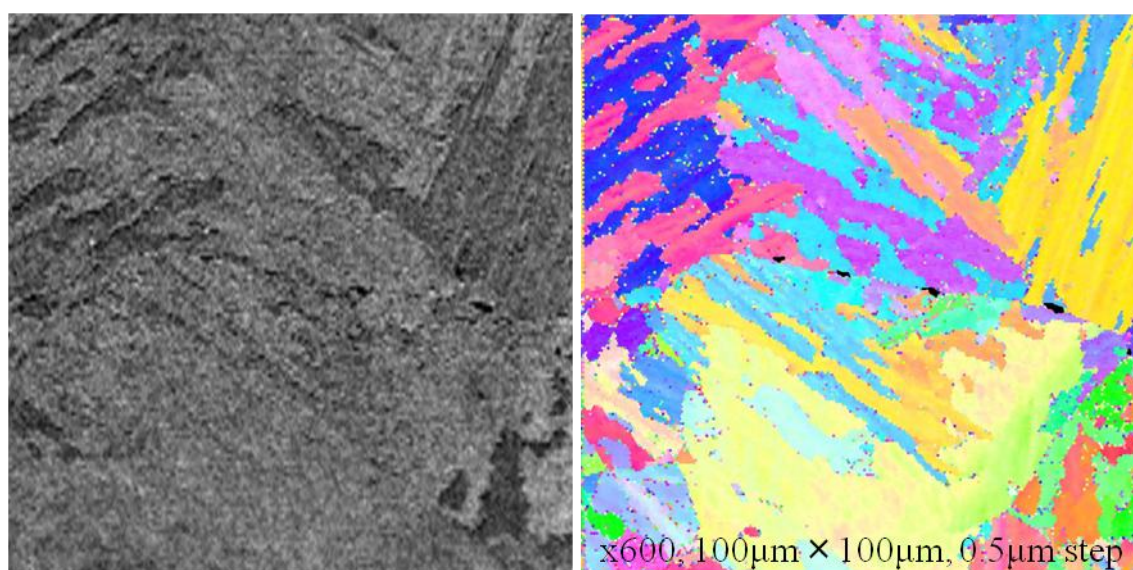


Fig.5-12 SEM-EBSD 観察 : 25%損傷材①

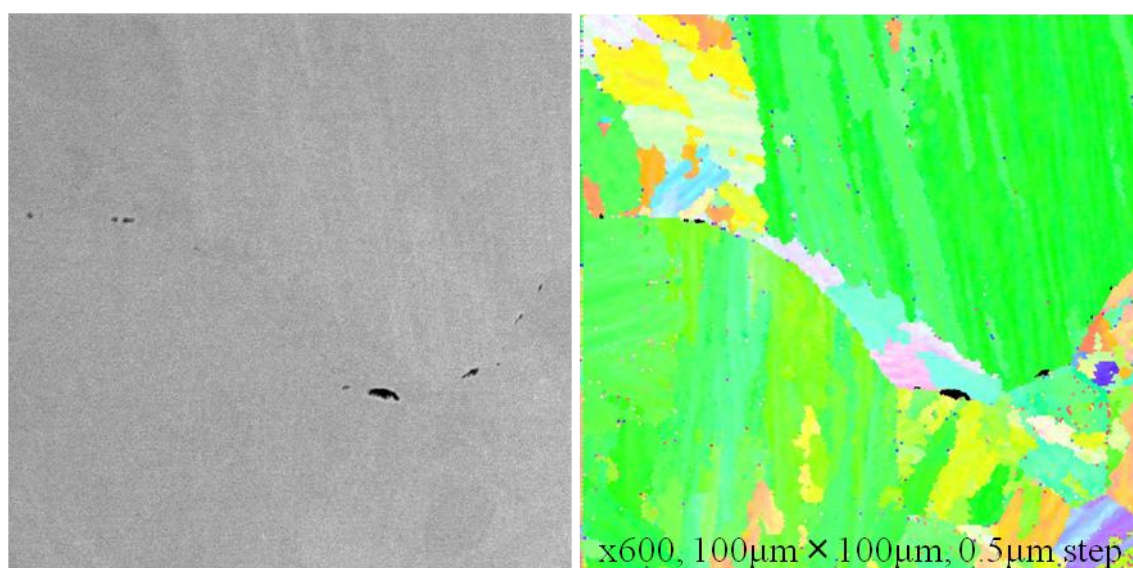


Fig.5-13 SEM-EBSD 観察 : 25%損傷材②

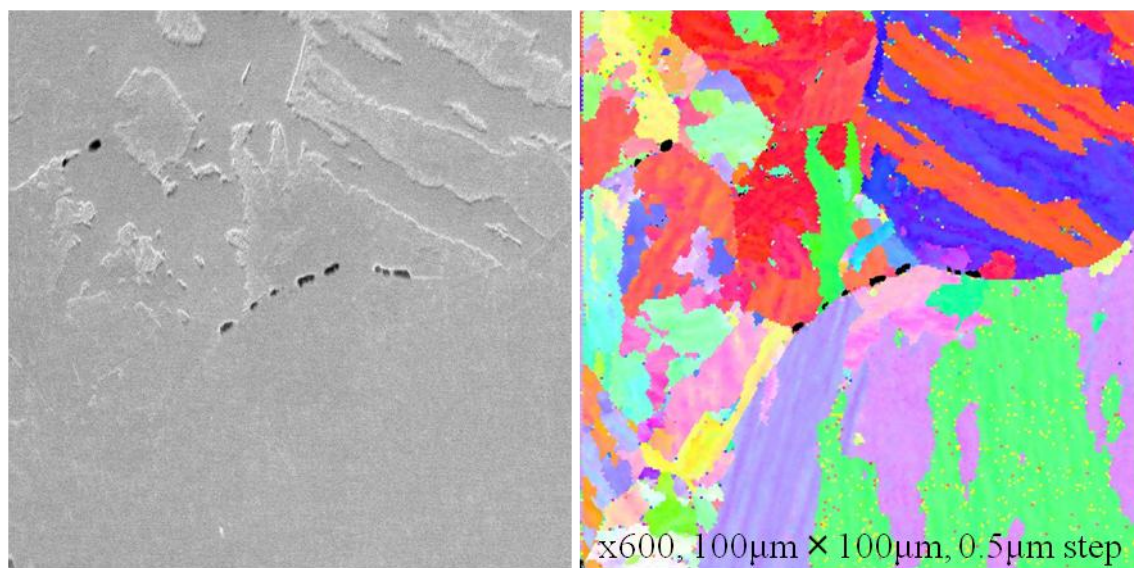


Fig.5-14 SEM-EBSD 観察：50%損傷材

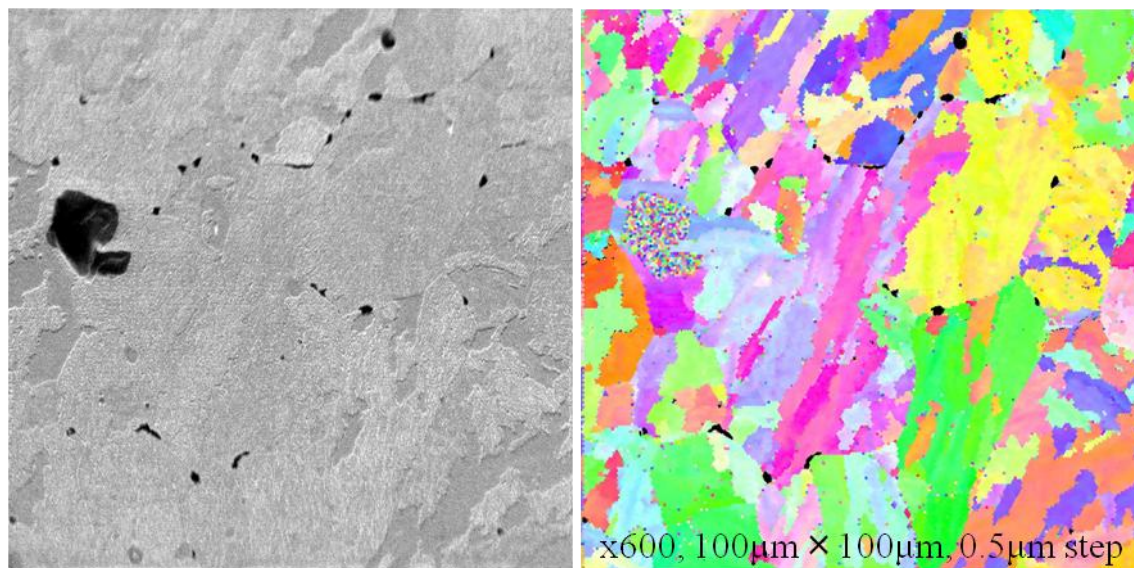


Fig.5-15 SEM-EBSD 観察：75%損傷材

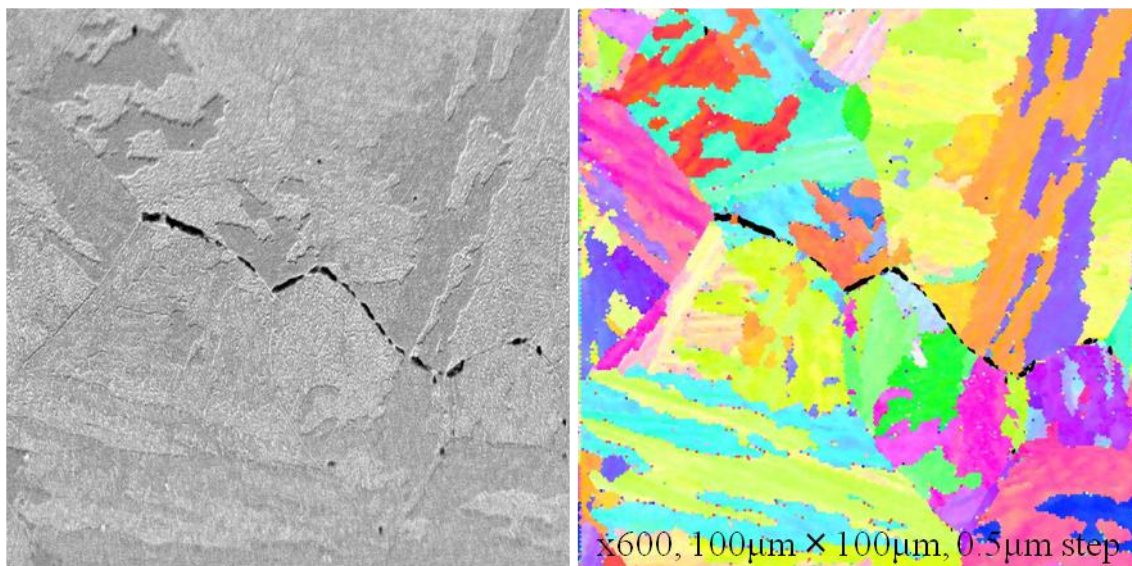


Fig.5-16 SEM-EBSD 観察：75%損傷材

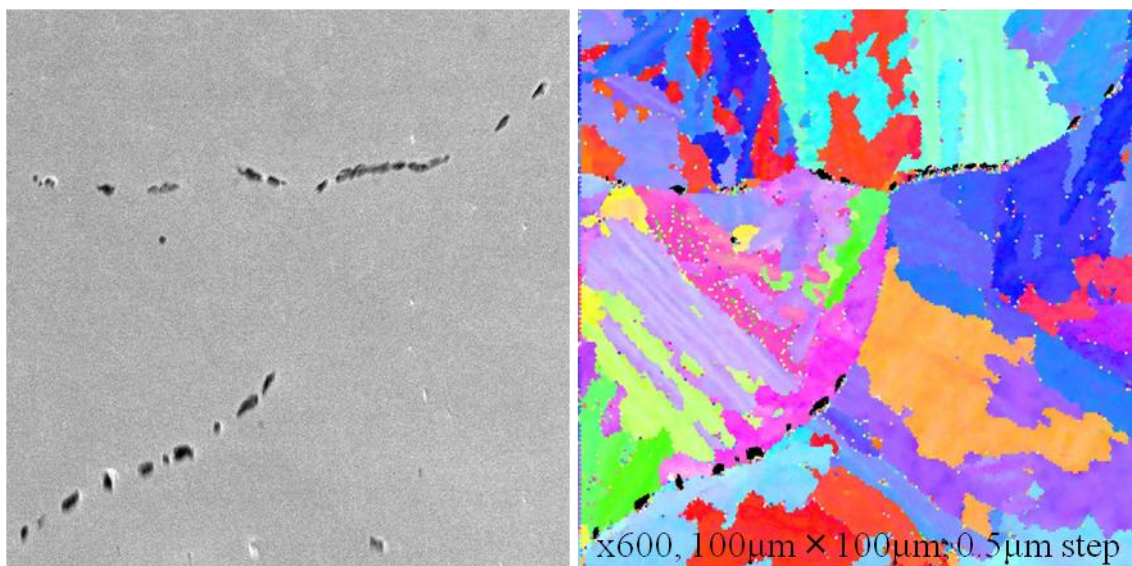


Fig.5-17 SEM-EBSD 観察：100%損傷材

5.7 EBSD による損傷評価

5.7.1 OIM 解析条件

Table.5-7 に、EBSD 損傷評価における OIM 解析条件を示す。Cleanup はしていない。

Table.5-7 Cr-Mo-V : EBSD 損傷評価 OIM 解析条件

Grain Tolerance Angle	15°
Minimum Grain Size	7pixel
Minimum Confidence Index	0.1

5.7.1 Misorientation 分布

Fig.5-18 に、Misorientation 分布の変化を示す。クリープ損傷に伴う Misorientation 分布の大きな変化は見られない。各ピークについても、規則性は見られなかった。

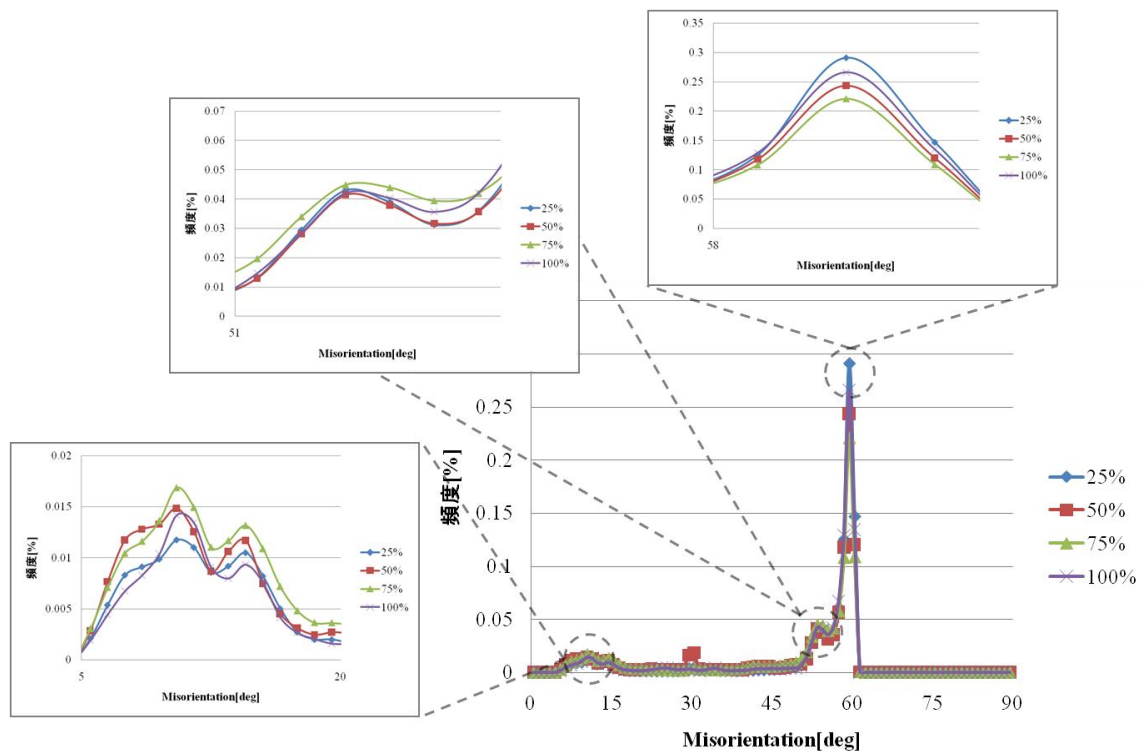


Fig.5-18 Misorientation と寿命消費率の関係

5.7.2 GAM 分布

Fig.5-19 に、クリープ損傷と GAM 平均値の関係を示す。クリープ損傷と GAM 平均値に相関は見られない。結晶粒内の転位密度は、ほとんど変化していないと言える。ただし、これは結晶粒界を方位差 15° 以上と定義した時の結果であり、ラス、ブロック、パケットなどの組織単位の基準としたときの GAM 値の変化に関しては、今後調べてみる必要がある。Fig.5-20 に、クリープ損傷と GAM 分布の関係を示す。100%損傷材については、他と異なる分布を示している。しかし、寿命予測に用いるパラメータとしては適当でない。

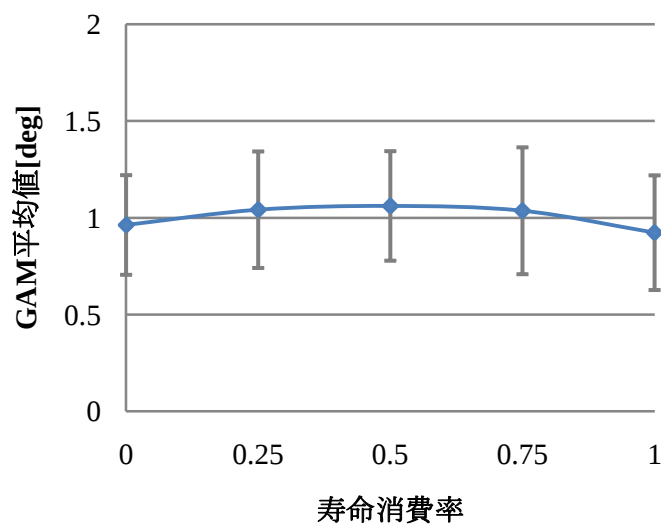


Fig.5-19 GAM 平均値と寿命消費率の関係

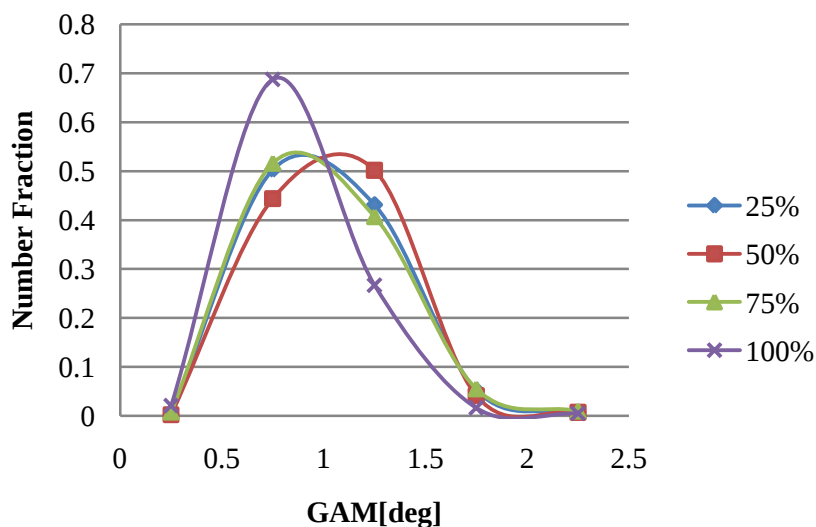


Fig.5-20 GAM 分布と寿命消費率の関係

5.8 3D-EBSD 観察視野に関する検討

本研究では，”25%損傷材①”，”25%損傷材②”，”50%損傷材”，”75%損傷材①”，”75%損傷材②”，”100%損傷材”の，合計 6 観察視野の 3D-EBSD 観察を行った．それぞれが各損傷過程を代表する視野となっているか検討する．

5.8.1 ボイド面積率・体積率

Fig.5-21 に，ボイド面積率と体積率について，全 40section の平均値と標準偏差の変化を示す．25%損傷材で 50%損傷材よりもボイド面積率の高い点が存在する．これは，”25%損傷材②”に対応する．また，寿命消費率 100%でグラフの傾きが小さくなっている．これは，25%・50%・75%損傷材の観察範囲の決定基準が損傷最大の領域であるのに対して，100%損傷材の観察範囲は破断面から少し離れたところであることが原因と考えられる．ボイド面積率を測定する範囲は 0.3mm^2 以上とされている^[7]．ここでは， $100\mu\text{m}\times 100\mu\text{m}\times 40\text{section}=0.4\text{mm}^2$ の観察範囲を対象としている．ただし，z 方向にセクショニングして観察しているため，ばらつきが比較的小さく，体積率との差もない．また，温度 575°C ，応力 170MPa のときのボイド面積率は， $0.1\sim 0.2\%$ 程度である^[7]ことを考えると，今回観察した視野は比較的損傷の大きな視野であると言える．

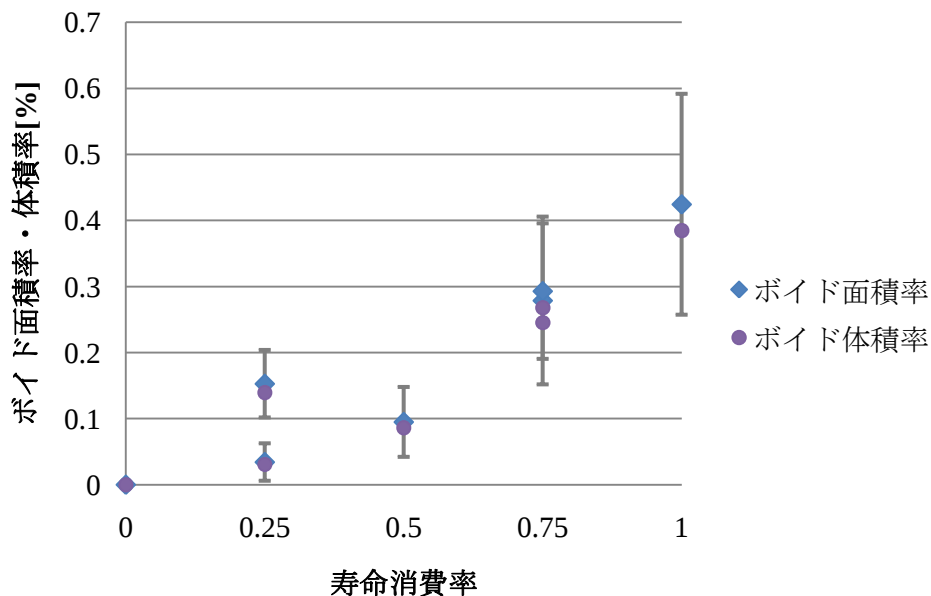


Fig.5-21 ボイド面積率と寿命消費率の関係

5.8.2 粒界ボイド占有率

Fig.5-22 に、粒界ボイド占有率について、全 40section の平均値と標準偏差の変化を示す。ボイド面積率の場合と同様に、25%損傷材で 50%損傷材よりも粒界ボイド占有率の高い点が存在する。これもまた、“25%損傷材②”に対応する。

粒界ボイド占有率は、ボイド面積率と比較して全体的に大きな値となっている。これは、クリープ損傷評価を行う上で、クリープボイド抽出の際のノイズの影響が小さくなるということである。また、クリープボイドは連結して最終的に粒界面が剥離して微小き裂になる。このことを考慮すると、粒界ボイド占有率は物理的に意味のある損傷パラメータである。近年、微小サンプルの採取も可能になってきているため、EBSD 観察によるクリープ損傷評価も可能である。したがって、EBSD データを用いた粒界ボイド占有率も、現場におけるクリープ損傷評価法として有用だと考えられる。

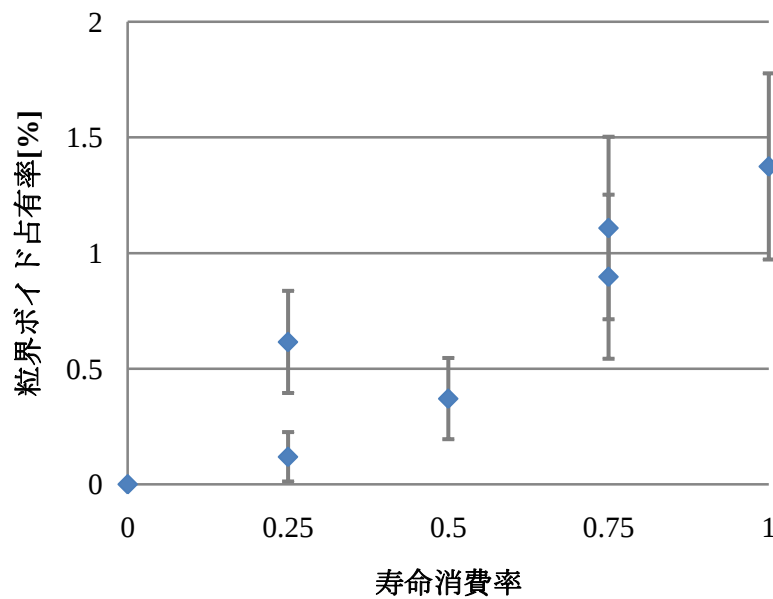


Fig.5-22 粒界ボイド占有率と寿命消費率の関係

5.8.3 ボイド個数密度

Fig.5-23 に、ボイド個数密度の変化を示す．ボイド個数密度[個/mm²]は、全 40section における平均個数密度である．ボイド個数密度[個/mm³]は、3D ボイド総数を観察体積で割った値である．ここでもまた、25%損傷材で 50%損傷材よりもボイド個数密度の高い点が存在し、”25%損傷材②”に対応する．

ボイド個数密度が全体的に増加しているということは、ボイドが連結してボイド個数が減少する速度よりも、同時進行でボイドが発生する速度の方が速いということを示している．

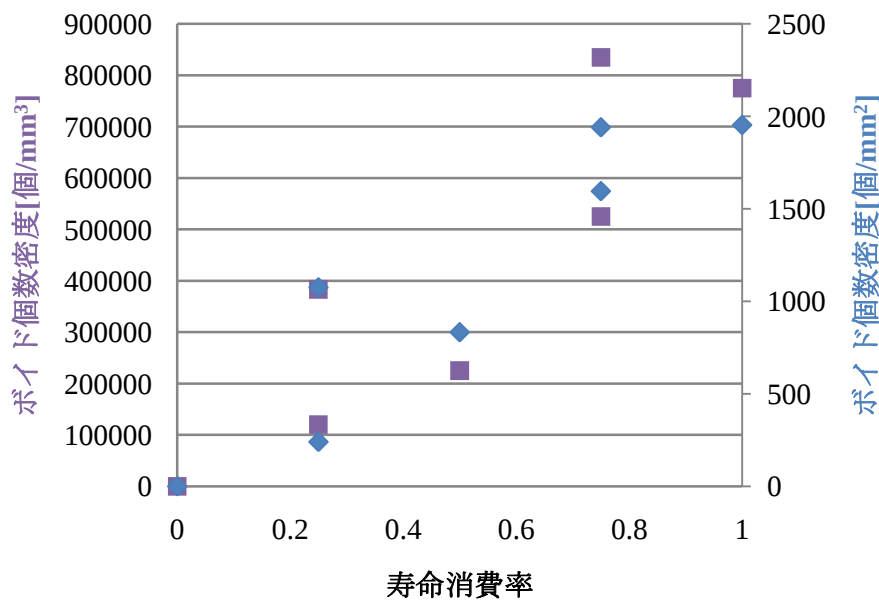


Fig.5-23 ボイド個数密度と寿命消費率の関係

5.9 クリープボイドの 3 次元可視化

5.9.1 3 次元再構築の条件

Table.5-8 に、IMOD モデル作成条件を示す。SEM 画像の分解能から、観察できるボイドの最小サイズはボイド径 $\phi 0.5$ 程度なので、 $\phi 0.5$ 以下のボイド(と認識された部分)を除去する。1 μm は 10pixel に相当することから、 $\phi 0.5$ の円の面積は 20pixel に相当する。以上のことから、20pixel 以下の contour を除去した。また、圧痕による z 方向整列では 2~3 μm のボイドの位置合わせの精度が不足したため、IMOD コマンドの midas を用いて整列した。スムージング、ボイド上端下端のキャップの処理も施した。その他に使用した IMOD コマンドについては、付録 C に掲載する。

Table.5-8 Cr-Mo-V : IMOD モデル作成条件

imodauto	-m 20 -z 5 -o	ノイズ除去
smoothsurf	-nz 2 -dist 10	スムージング
imodmesh	-C	キャップ

Table.5-9 に、IMOD 可視化条件を示す。View1 と View2 の 2 つの可視化条件を設定した。比較のため、観察領域の外形を View-"Bounding Box"で表した。応力軸方向は、すべて y 軸方向である。

Table.5-9 Cr-Mo-V : IMOD 可視化条件

	View 1	View 2
Edit-Object	Mesh-Fill	
Edit-Object-Material	Ambient=127,Diffuse=0 Specular=0,Shininess=0	
Edit-Controls-Scale	0.4	0.5
Edit-Controls-Rotation (X-axis,Y-axis,Z-axis)	(-60,0,30)	(0,0,0)
Edit-Controls-Perspective	20	60
View-"Bounding Box"	○	○

5.9.2 25%損傷材

Fig.5-24 に 25%損傷材①のクリープボイドの 3 次元可視化結果を示す. ボイド 3 次元形状は主に球状で, 数もサイズも小さい. また, ボイド間距離が比較的近いボイド同士がそれぞれ単独で存在できているということが分かる. これは, ボイド発生後, そのボイドの成長が優先的に起こるわけではないのと解釈できる.

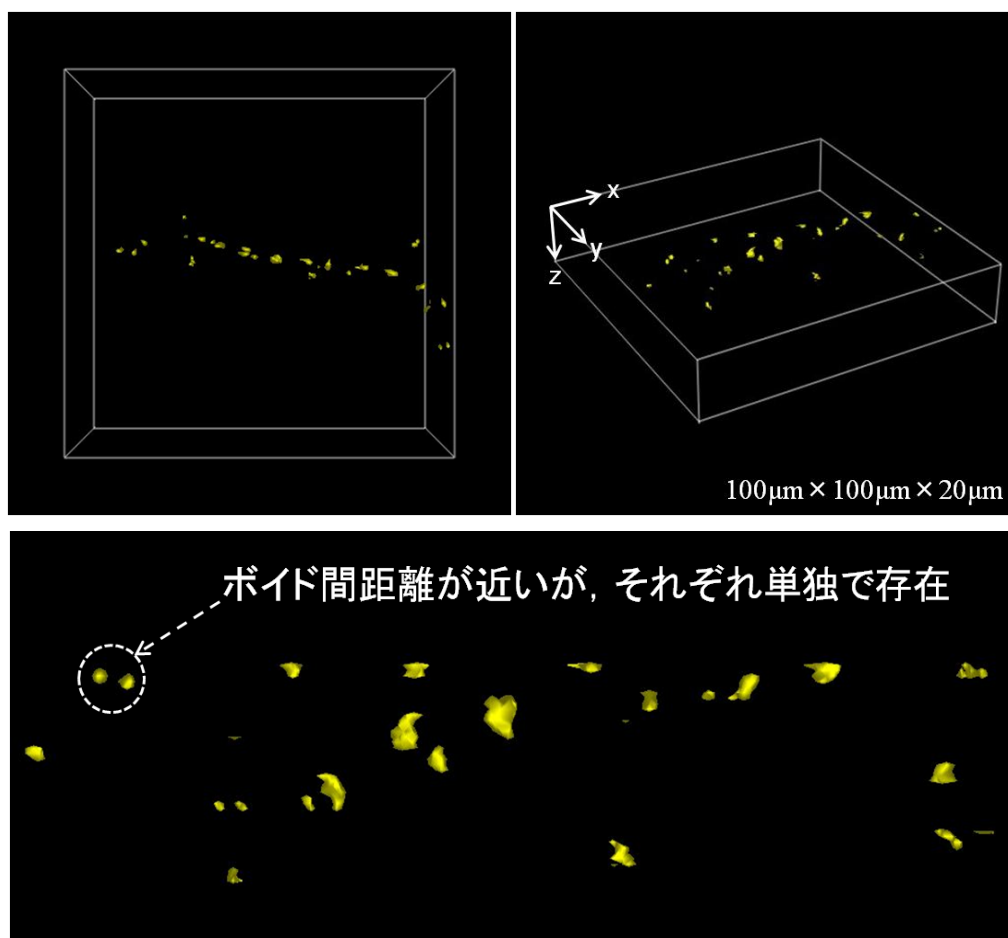


Fig.5-24 クリープボイドの 3 次元可視化 : 25%損傷材①

Fig.5-25 に 25%損傷材②のクリープボイドの 3 次元可視化結果を示す. 25%損傷材②は, 25%損傷にしてはボイドのサイズ・数ともに極端に大きい. ボイド 3 次元形状として特徴的なのは, ある特定の方向に成長した形状のボイドである. このような形状のボイドの場合, ボイドサイズの断面依存が大きい, つまり, 2 次元(断面)観察におけるボイドのサイズと実際の材料内部も含めたときのボイドサイズの差が大きくなる.

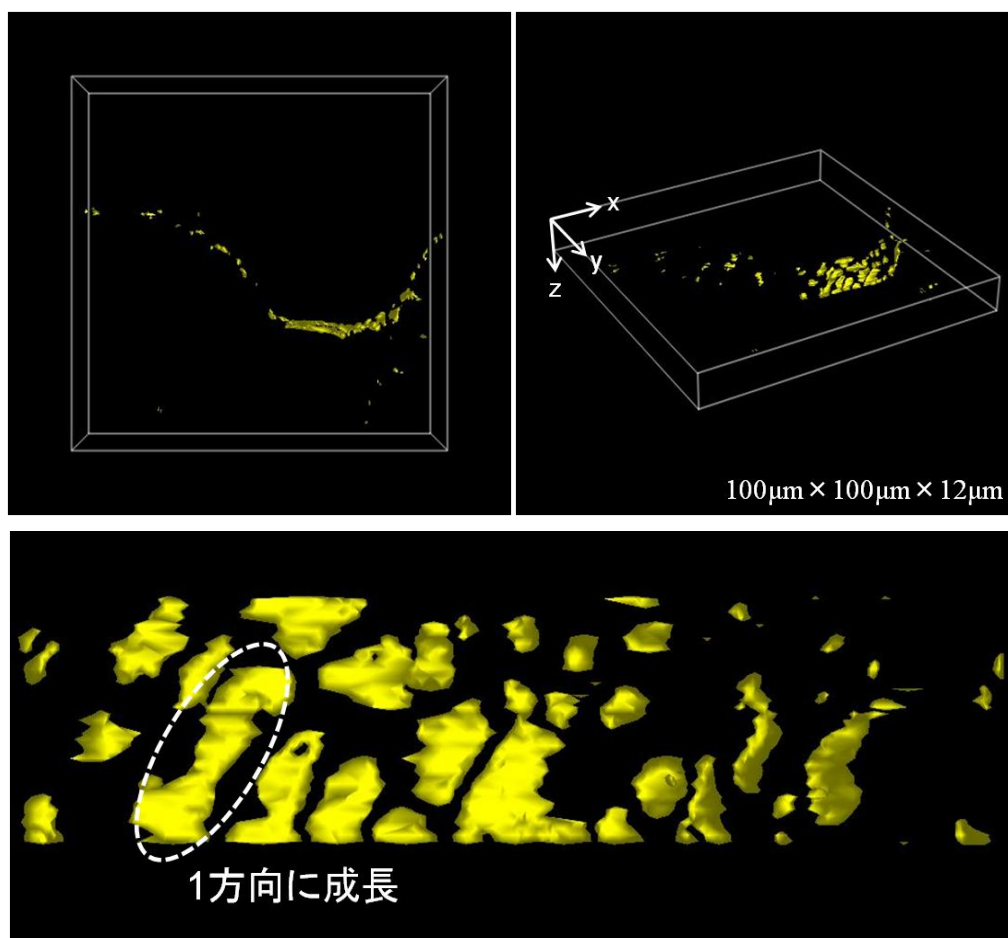


Fig.5-25 クリープボイドの 3 次元可視化 : 25%損傷材②

5.9.3 50%損傷材

Fig.5-26 に、50%損傷材のクリープボイドの 3 次元可視化結果を示す．3 次元形状としては、長球状、扁球状ボイドが存在している．また、くびれた形状のボイドが存在する．これは、くびれた部分で 2 つのボイドが連結したためだと考えられる．ボイド同士が一部しか連結していない場合は、2 次元観察では連結していないように見えても、内部で連結している可能性もある．実際にそのような 3 次元形状のボイドの存在が確認された．ボイド空間分布について考える．ボイドが集中度合いにばらつきが大きい．2 次元観察におけるボイド発生の局所性の理由として、観察断面によるばらつきの他に、そもそものボイドの空間分布のばらつきも大きく影響していると考えられる．

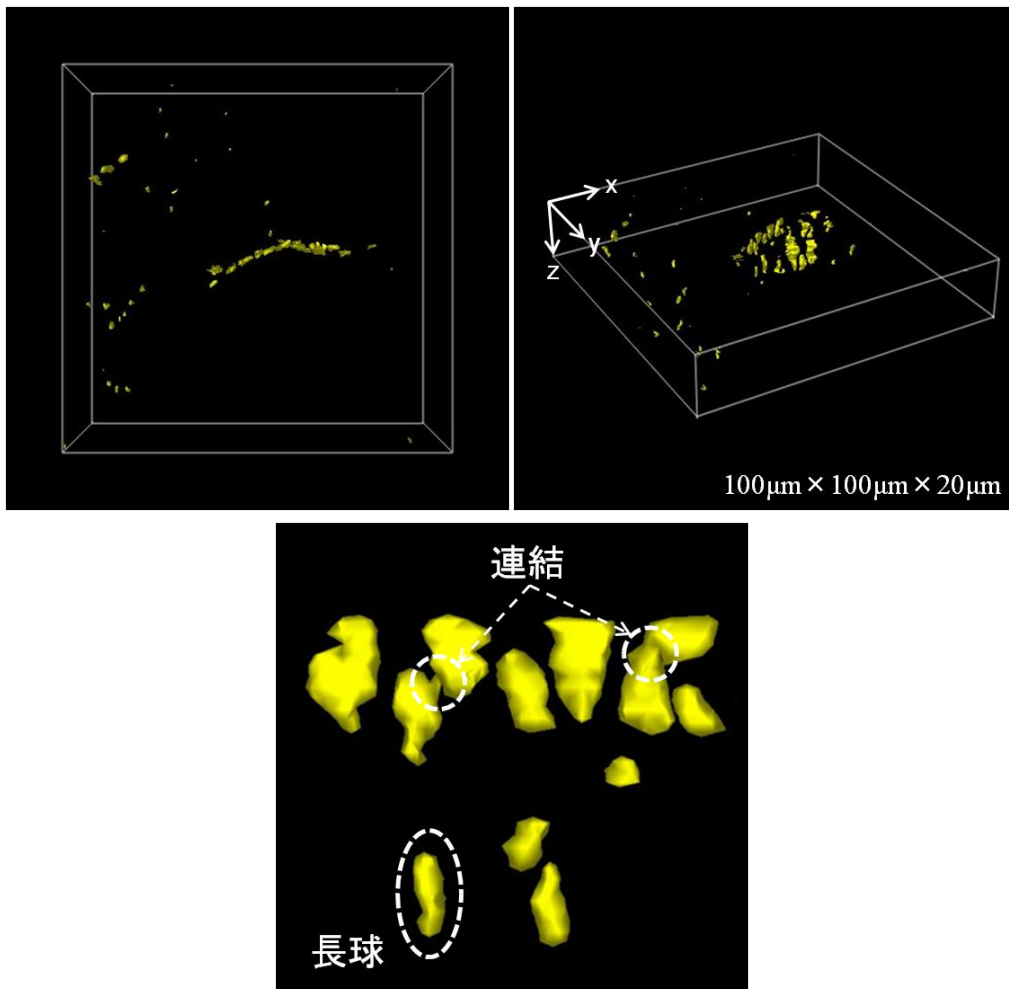


Fig.5-26 クリープボイドの 3 次元可視化：50%損傷材

5.9.4 75%損傷材

Fig.5-27 に 75%損傷材①のクリープボイドの 3 次元可視化結果を示す. ボイド 3 次元形状としては, 球状, 長球状, 扁球状, 連結ボイドすべてが混在している. 50%損傷材と同様に, ボイドの一部が連結してくびれた形状のボイドが存在する. このような形状のボイドは, 観察断面によっては連結していないように認識されてしまい, 損傷のばらつきの要因となっていると考えられる. また, 2 次元観察におけるいわゆる楔形ボイドの 3 次元形状は, 2 つの粒界面上のボイドが粒界線で連結したような形状となっていた.

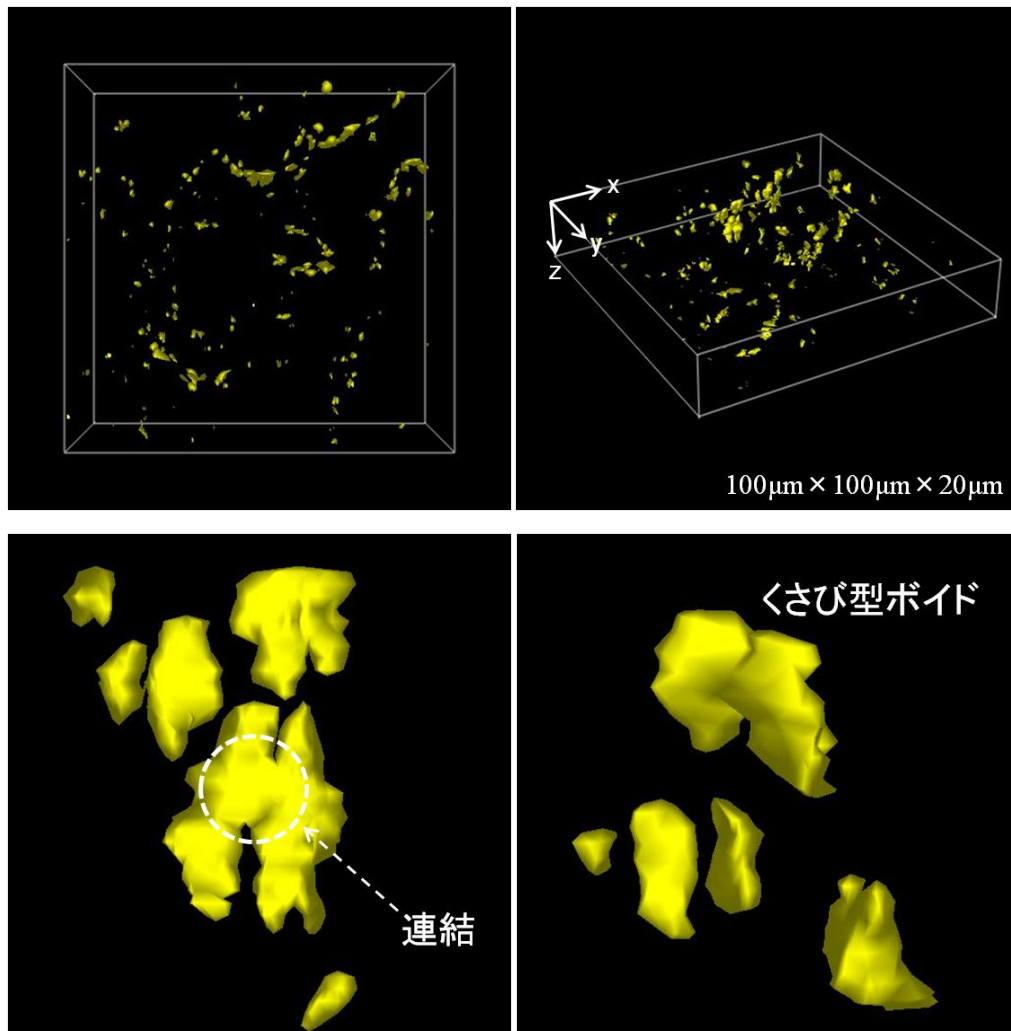


Fig.5-27 クリープボイドの 3 次元可視化 : 75%損傷材①

Fig.5-28 に 75%損傷材②のクリープボイドの 3 次元可視化結果を示す. ボイド 3 次元形状としては, 球状, 長球状, 扁球状, 連結ボイドすべてが混在している. 2 次元観察においては, W 型の粒界面のほとんどが剥離しているように見える. しかし内部まで観察すると, ボイドが連結していない部分, ボイドが存在しない領域も観察され, 粒界面全体は剥離していなかった. このことから, ある一断面の観察結果から結晶粒界が剥離しているかどうかを判断することは難しいと言える.

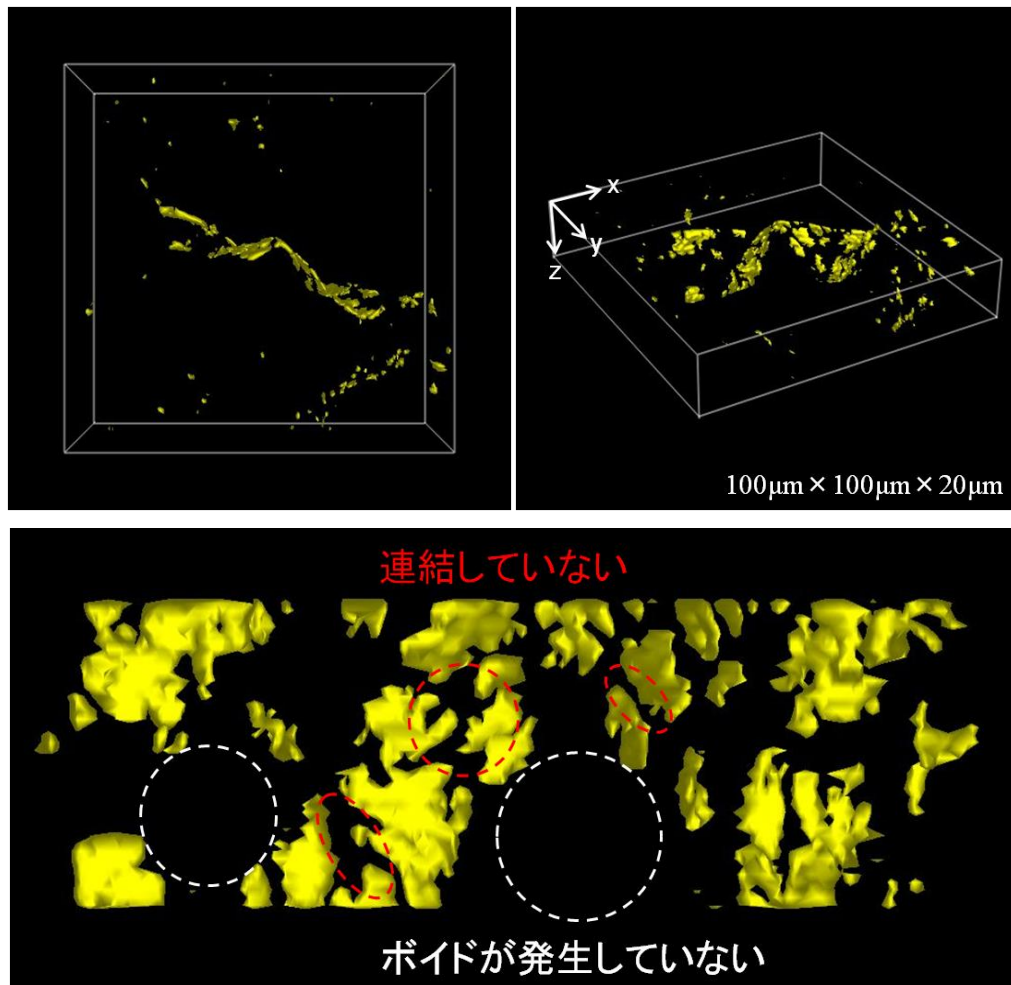


Fig.5-28 クリープボイドの 3 次元可視化 : 75%損傷材②

5.9.5 100%損傷材

Fig.5-29 に 100%損傷材のクリープボイドの 3 次元可視化結果を示す．ボイド 3 次元形状としては，球状，長球状，扁球状，連結ボイドすべてが混在している．75%損傷材②と同様に，粒界面の多くの割合をボイドが占めているが，ボイドが連結していない部分，ボイドが存在しない部分も観察され，粒界面全体は剥離していなかった．ボイド間距離が近いにもかかわらず連結していない部分が存在するのは，ミクロ組織による何らかの拘束があるからだと考えて調べてみたが，特に規則性は見られなかった．

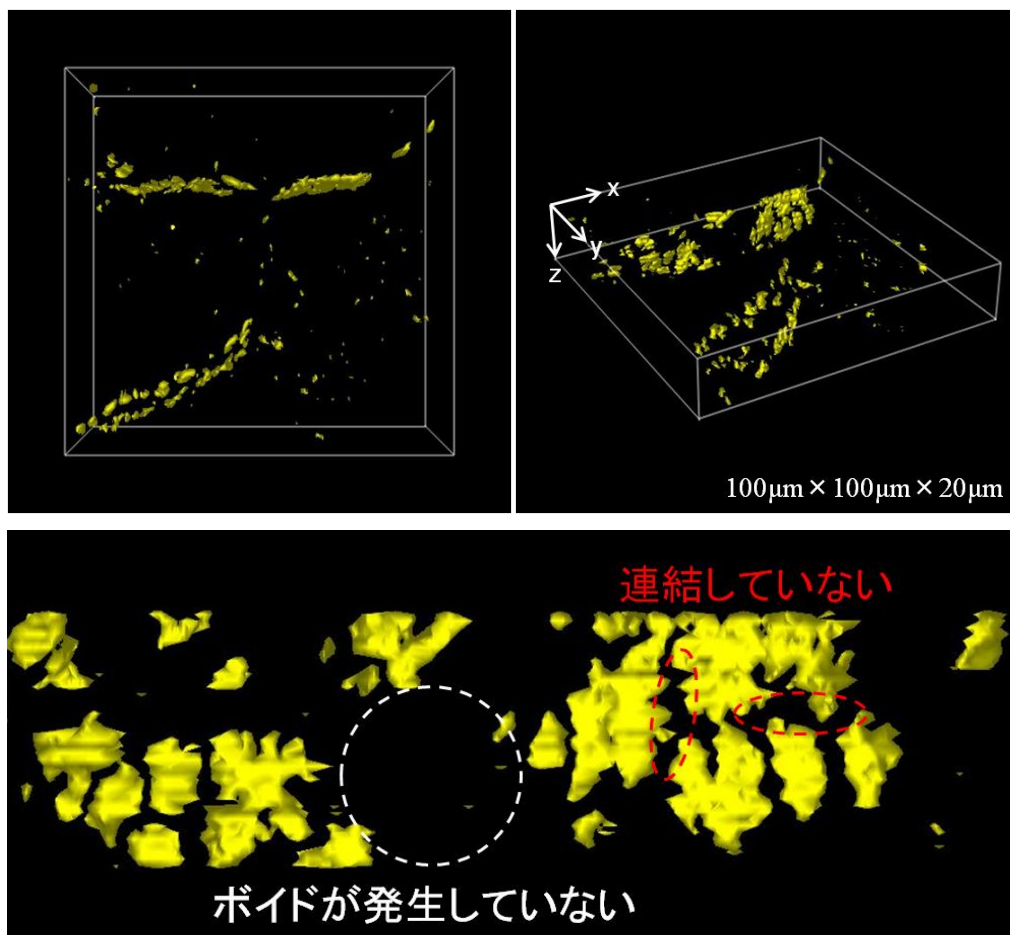


Fig.5-29 クリープボイドの 3 次元可視化：100%損傷材

5.10 クリープポイドによる損傷評価

3D-EBSD 観察視野に関する検討を踏まえて，”25%損傷材①”で 25%損傷を代表し，”75%損傷材②”で 75%損傷を代表して，ポイドの定量評価を行う．

5.10.1 ポイド 3 次元形状

3D-EBSD 観察から，クリープポイドの 3 次元形状は，”球”，”回転楕円体(長球)”，”回転楕円体(扁球)”の 3 タイプ(Fig.5-30)に分類できると考えた．従来の表面観察によると，ポイドの形状は円もしくは楕円と言われている．長球のようにある一定の方向性を持って成長するとすると，観察断面によってポイドのサイズが大きく異なってしまふ．また，扁球のように粒界面に沿って成長としても，粒界面上で等方的に成長しなければ，観察断面依存が大きくなる．

”球らしさ”，”長球らしさ”，”扁球らしさ”を定義し，それぞれが損傷に従ってどのように変化していくのか調べることで，クリープポイドの 3 次元形状の定量評価を試みる．

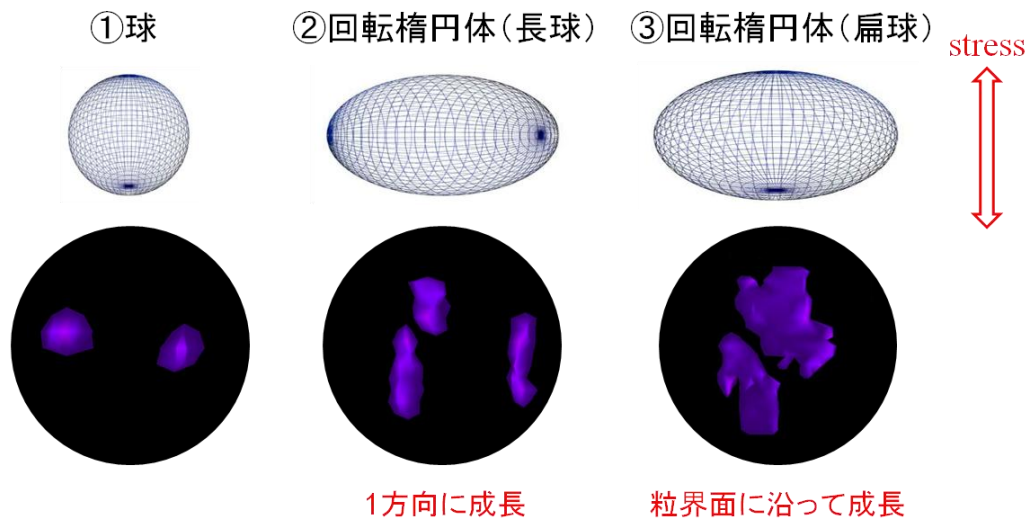


Fig.5-30 ポイド 3 次元形状の分類：球 or 長球 or 扁球

5.10.1.1 球らしさ

Fig.5-31 に、“球らしさ”分布の変化を示す。25%損傷材のみ、“球らしさ”“0.75~1”の割合が大きく、“球らしさ”“~0.5”の割合が小さくなっている。しかし、50%損傷以降はほとんど変化が見られない。また、ピークは損傷に関係なく一定である。これは、損傷度に関係なくボイドが発生し続けるため、球にある程度近い形状のボイドが一定の割合で存在するということを示している。

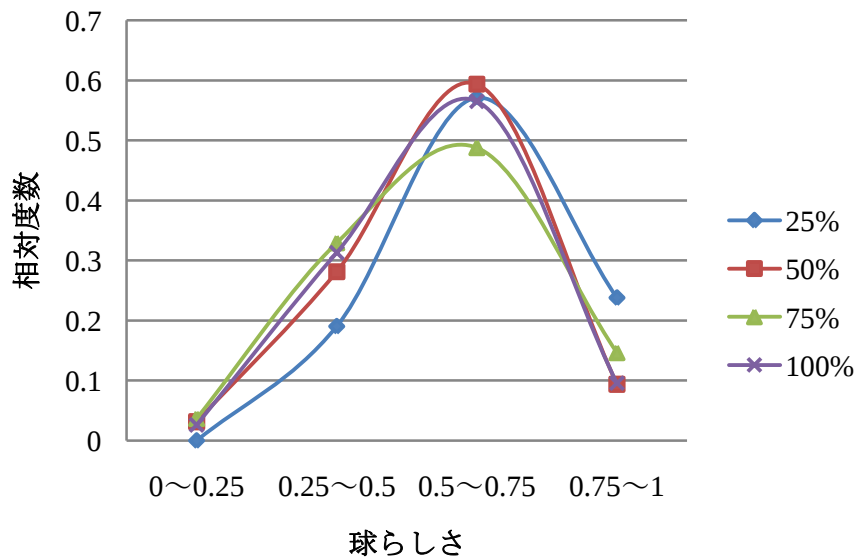


Fig.5-31 球らしさ分布

5.10.1.2 長球らしさ，扁球らしさ

Fig.5-32 に“長球らしさ”の分布を示す。“長球らしさ”の分布は、損傷度によらずほぼ一定である。また、“長球らしさ”が大きいボイドの割合は小さく、1方向に成長するようなボイドは比較的少ないと言える。

Fig.5-33 に“扁球らしさ”の分布を示す。損傷の進行に従って、“扁球らしさ”の大きいボイドの割合が増加し、“扁球らしさ”の小さいボイドの割合が減少している。“扁球らしさ”というのは、粒界面への広がり度合を意味している。したがって、ボイドは粒界面上に広がるように成長すると言える。損傷の進行に従って、粒界面に対するボイドの割合が増大していくものと考えられる。

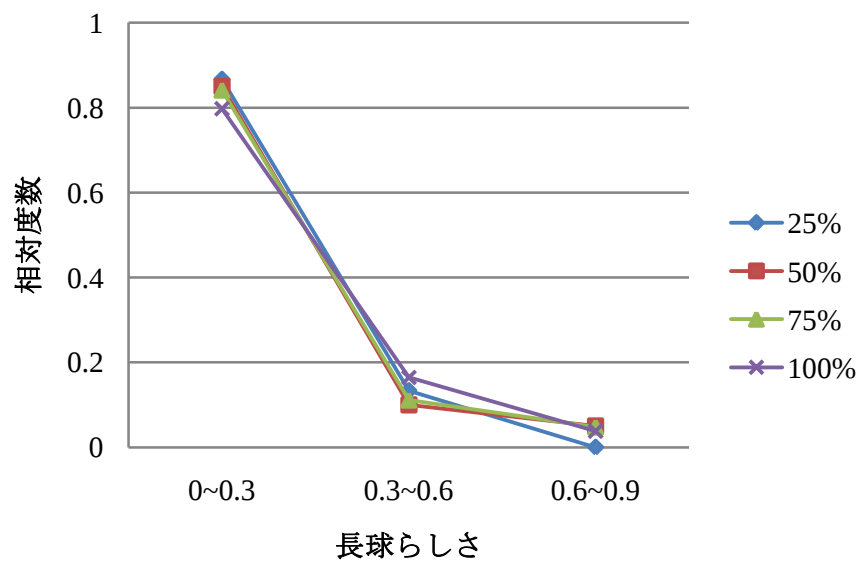


Fig.5-32 長球らしさ分布

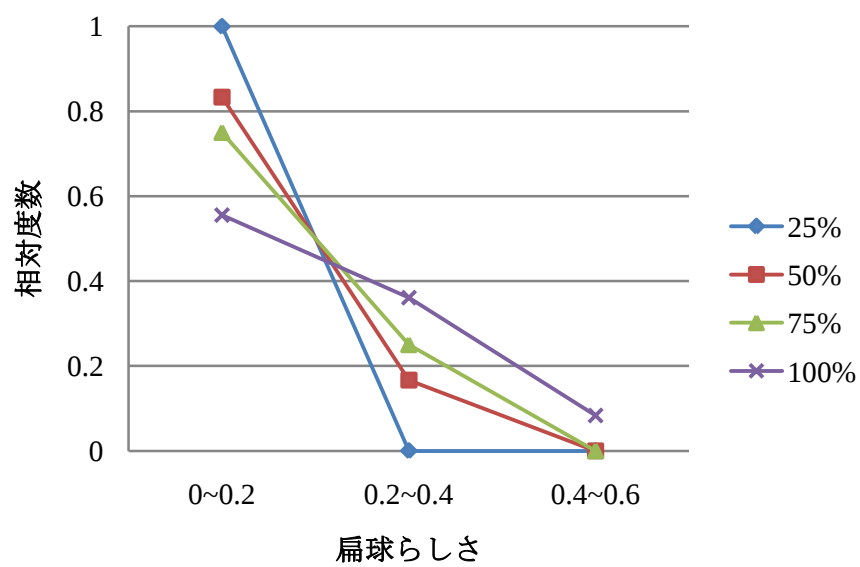


Fig.5-33 扁球らしさ分布

5.10.2 ボイド 3 次元空間分布

Fig.5-34 にボイド動径分布(ボイド個数密度)を示す. 損傷が大きくなるに従って, 全体的に分布が大きくなっている. これは, 近くにボイドが存在する確率が高くなるということであり, ボイド間を埋めるようにボイドが発生していると解釈できる. また, 分布の形状がほとんど変わらない. これは, 小さなボイドが大きなボイドに取り込まれることなく存在することができると解釈できる. 2 次元観察では, 粒界線上でボイドが連結して個数密度が減少するように思われるが, 3 次元観察の結果, 粒界面上ではボイドの連結が等方的に起きているわけではなかった. また, 粒界面上で連結と同時にボイドが発生していくので, 結果的に分布の形状にあまり変化が見られないのだと考えられる.

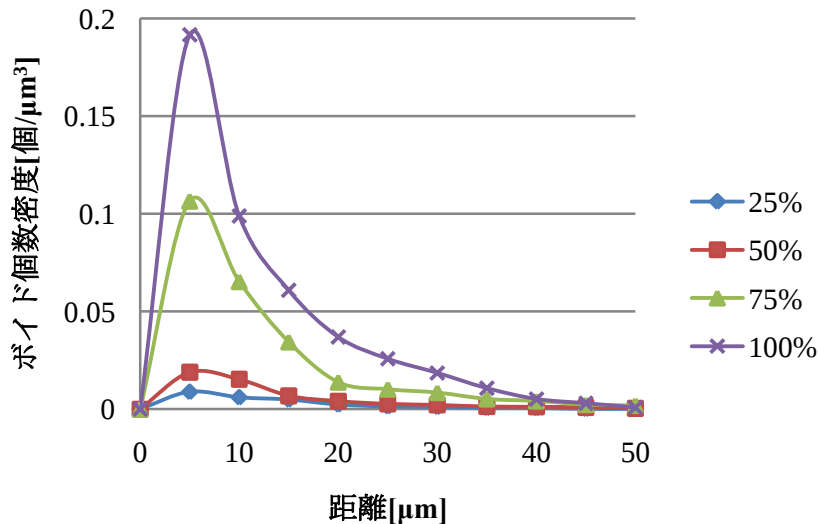


Fig.5-34 ボイド動径分布 : ボイド個数密度

5.10.3 ボイドサイズ分布

Fig.5-35 と Fig.5-36 に、2 次元、3 次元のボイドサイズ分布を示す。ただし、ここでのボイドサイズとは、球とみなしたときの直径のことである。 $\phi 0.5$ 以下のボイドはノイズとして除去したので、ここでも $0 \sim 0.5 \mu\text{m}$ は省略した。どちらのグラフにおいても、損傷が大きくなるに従って、最大ボイドサイズが増大している。また、全体的に度数も増加している。分布の形状にも極端な変化は見られない。これは、ボイドの成長が優先的に起こるわけではなく、ボイドの発生も同時進行的に起こるためと解釈できる。損傷後期はボイドの成長が支配的であるとされていた。これは、2 次元観察では小さなボイドが観察断面上に現れる確率が低いため、ボイドの発生が見逃されていたのだと考えられる。

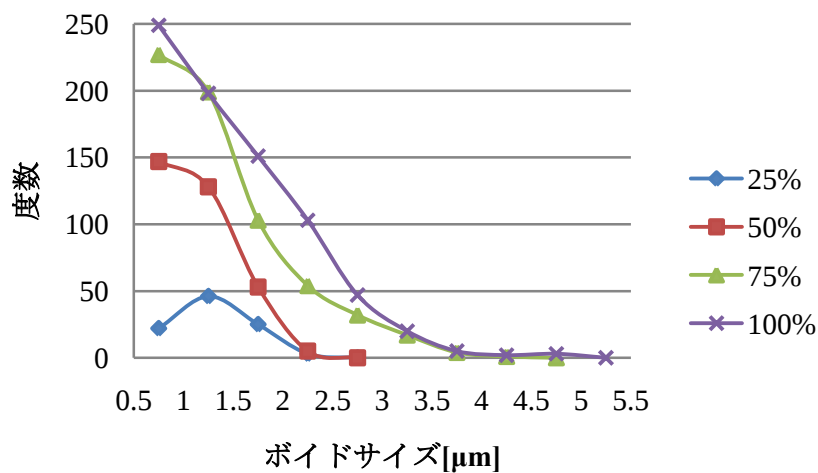


Fig.5-35 2次元ボイドサイズ分布

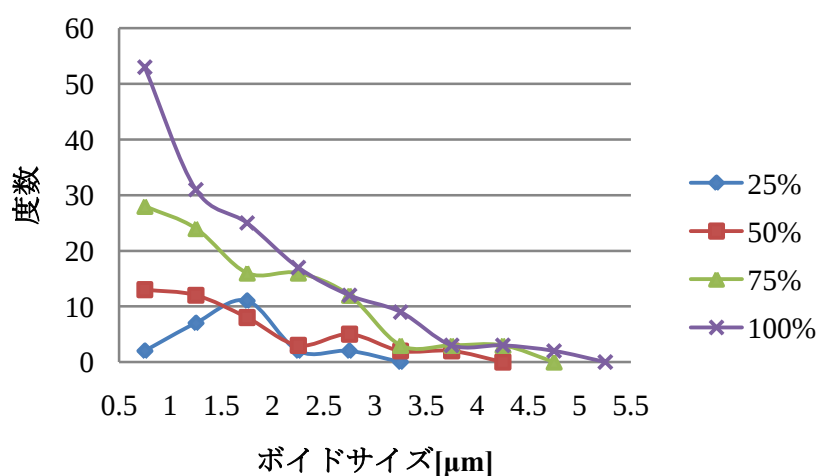


Fig.5-36 3次元ボイドサイズ分布

5.10.4 ボイド発生粒界

クリープボイドが，粒界”面”，粒界”線”，粒界”点”のどの粒界に多く発生しているのかを調べる．ボイド発生粒界は，ボイドが接する結晶粒の数で判断する．ボイドが接する結晶粒数が1なら結晶粒内，2なら結晶粒界面，3なら結晶粒界線，4以上なら結晶粒界点とみなす．ただし，粒界の定義は結晶方位差 15° 以上とした．また，Cleanup は，Table.5-10 のような条件で行った．

ボイド発生粒界の分類を，2 次元観察と 3 次元観察の場合について行った．Fig.5-37 に，それぞれのボイド発生粒界の割合を示す．2 次元のときは，粒界面 62%，粒界線 29%，粒界点 9%となった．3 次元のときは，粒界面 39%，粒界線 28%，粒界点 33%となった．3 次元では，2 次元と比較して粒界面の割合が減少し，粒界点の割合が増加している．これは，材料内部では 2 次元観察で認識できるよりも多くの結晶粒に接して発生していることが多いためだと考えられる．

Table.5-10 GrainFile の Cleanup 条件

Grain Dilation	5° , 7pixel
Neighbor CI Correlation	CI=0.1
Average Orientation per Grain	○

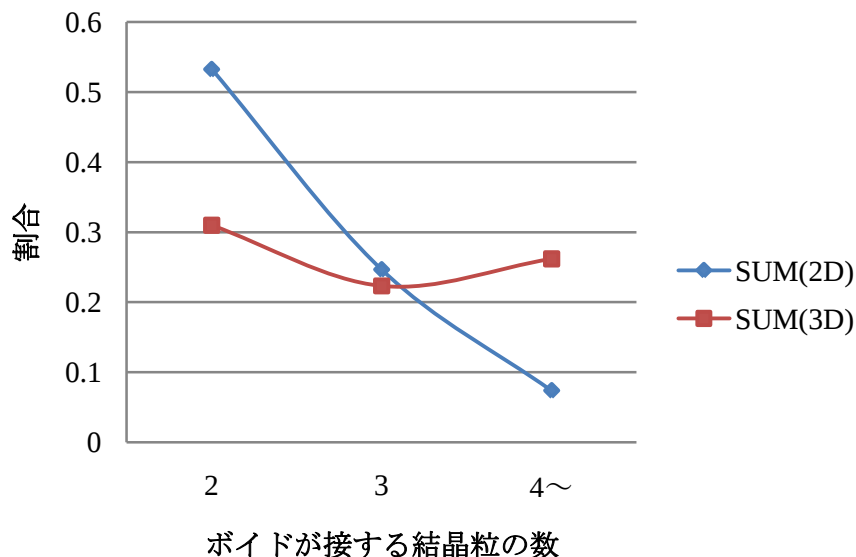


Fig.5-37 ボイド発生粒界の分類：粒界面 or 粒界線 or 粒界点

5.10.5 ベイナイト組織における粒界の分類

ボイド発生粒界の特徴を調べるために、粒界の分類を試みる。Fig.5-38 は、本研究で取得した全 3D-EBSD データ(40section×6sample)における Misorientation の平均分布である。ピークごとに分類を試みる。5~15° は小傾角粒界である。Fig.5-39 は、ピークごとに色分けして粒界を分類した結果である。視覚的に、黒色(15~51°) が旧オーステナイト粒界に対応することがわかる。紫色のピーク(56~62°) は極端に大きい。これは、K-S (Kurdjumov-Sachs) 関係を満たすブロック境界であると考えられる。

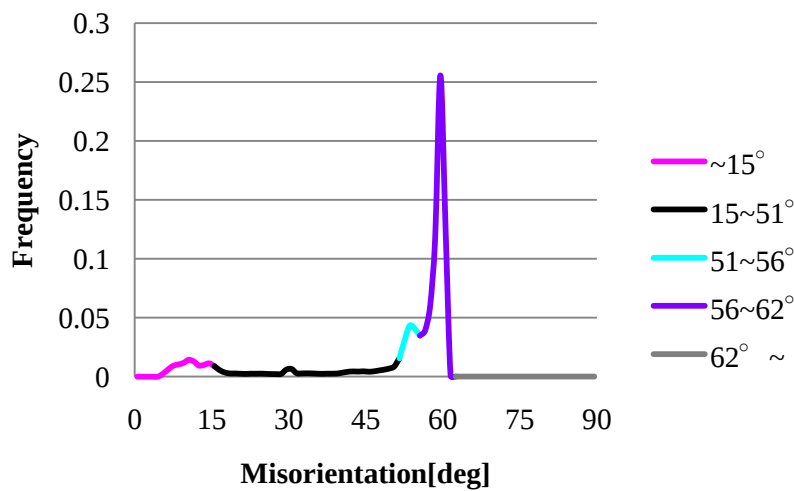


Fig.5-38 ベイナイト組織における Misorientation 分布

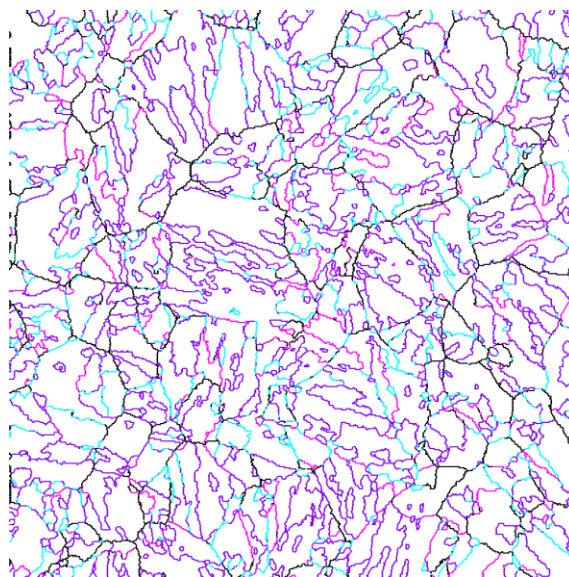


Fig.5-39 ベイナイト組織における粒界の分類

5.10.6 ボイド発生粒界における Misorientation

ボイド発生粒界の特徴を調べるため、粒界における結晶方位差(=Misorientation)を算出する。粒界拡散係数は、粒界における方位差に依存されている^[6]。また、粒界エネルギーは粒界方位差の関数であると言われている^[6]。対応度の良い粒界の粒界エネルギーはより小さく、対応度の悪い粒界の場合はより大きくなる。粒界点は複雑なので、粒界”面”と粒界”線”についてのみ考えることにする。

5.10.6.1 ボイド発生粒界面

まず、ボイド発生粒界面(Fig.5-40)について考える。このとき、ボイドが接する結晶粒の数は1つとなる。Fig.5-41 に、ボイド発生粒界面における Misorientation を分類したときの相対度数を示す。15~51° が 90%以上を占めている。これは、旧オーステナイト粒界に相当する。つまり、ボイド発生粒界面はほぼすべてが旧オーステナイト粒界面であると言える。

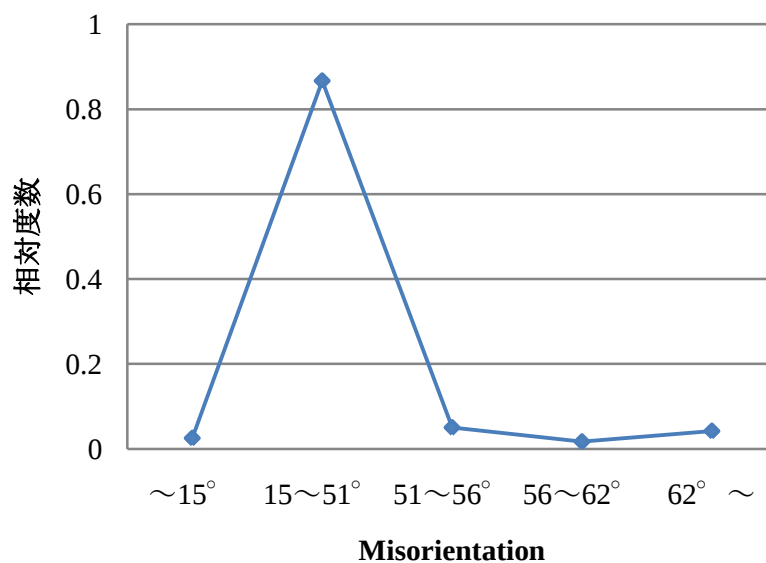
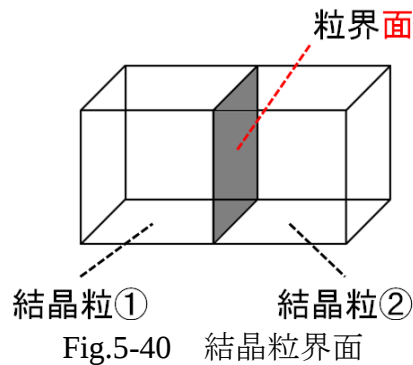


Fig.5-41 ボイド発生粒界”面”における Misorientation

5.10.6.2 ボイド発生粒界線

次に、ボイド発生粒界線(Fig.5-42)について考える．このとき、ボイドが接する結晶粒の数は3つである．Fig.5-43 に、ボイド発生粒界線における Misorientation を分類したときの相対度数を示す．3 つの粒界を昇順にして小さい順に θ_1 , θ_2 , θ_3 としている． θ_1 は $15\sim 51^\circ$ が約 90%, θ_2 は $15\sim 51^\circ$ が約 50% を占めている．これは、旧オーステナイト粒界に相当する．粒界線を形成する 3 粒界についても、旧オーステナイト粒界が多くを占めている．

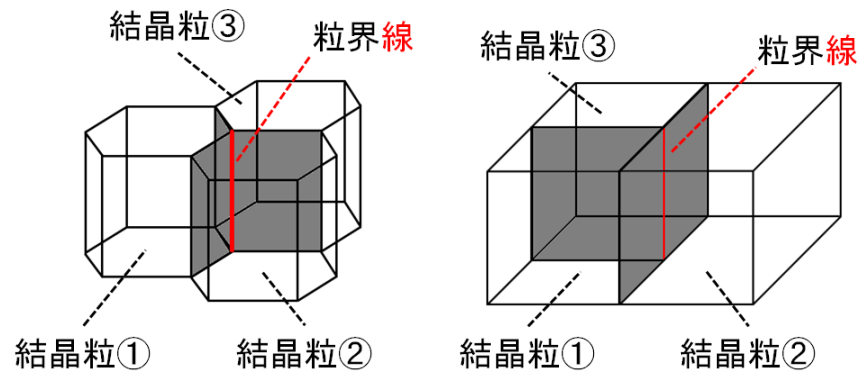


Fig.5-42 結晶粒界線

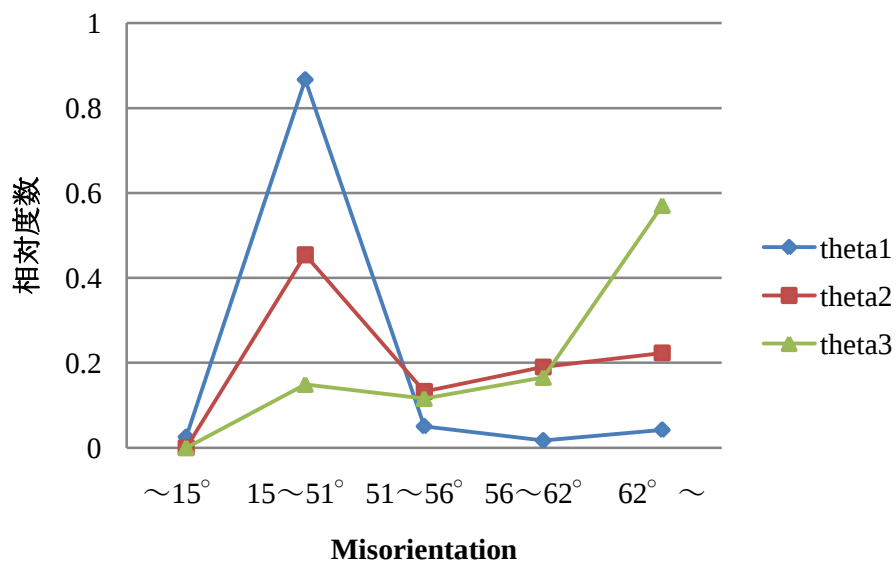


Fig.5-43 ボイド発生粒界”線”における Misorientation

ボイド発生粒界線の特徴を、3 粒界の組み合わせの観点から考えると、以下のよう分類することができる。3 粒界のうち 2 粒界が同じ粒界の場合(Fig.5-42 右), 粒界面上の粒界線である。62° ~の粒界をランダム粒界と呼ぶことにする。

- ・ 3 つすべてが旧オーステナイト粒界 : 旧オーステナイト粒界線
- ・ 2 つが旧オーステナイト粒界 : 旧オーステナイト粒界面上の粒界線
- ・ 2 つが小傾角粒界 : 小傾角粒界面上の粒界線
- ・ 2 つがブロック粒界 : ブロック粒界面上の粒界線
- ・ 2 つがランダム粒界 : ランダム粒界面上の粒界線

ボイド発生粒界面と粒界線の特徴をまとめると、Fig.5-44 のようにボイド発生粒界を分類することができる。全体の 39%を占めるボイド発生粒界面については、うち 87%が旧オーステナイト粒界面である。全体の 28%を占めるボイド発生粒界線については、旧オーステナイト粒界線と旧オーステナイト粒界面上の粒界線だけで約 50%を占めている。ブロック境界面上の粒界線や小傾角粒界面上の粒界線にはほとんど発生していないことが分かる。過去の研究においては、クリープボイドは(旧オーステナイト)粒界 3 重点に発生しやすいと言われている。(旧オーステナイト)粒界 3 重点は 3 次元では(旧オーステナイト)粒界線あるいは粒界点であるが、今回の 3 次元観察では特にボイドの集中は見られなかった。

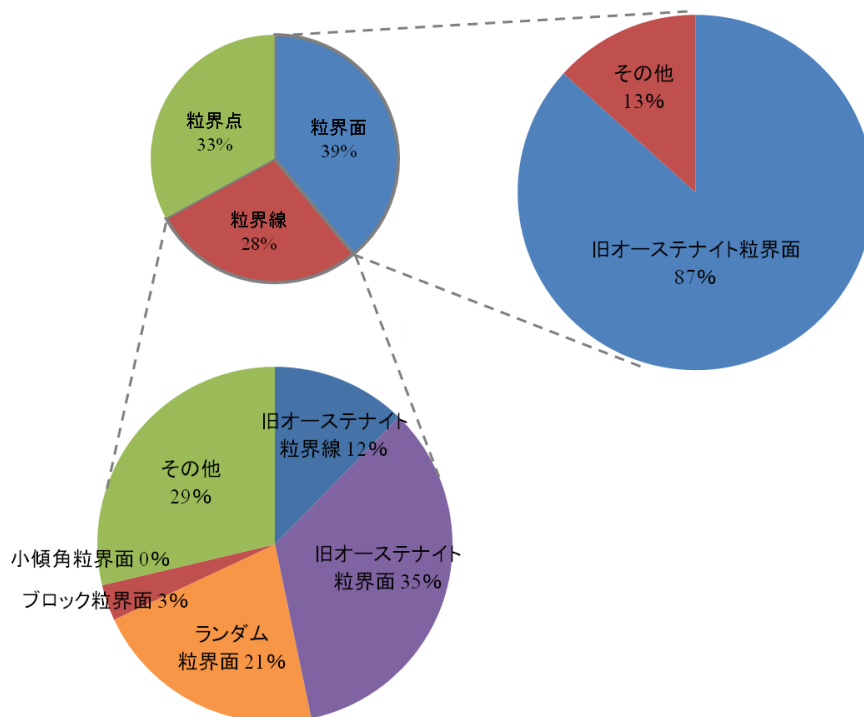


Fig.5-44 ボイド発生粒界の分類

5.11 旧オーステナイト粒界の 3 次元可視化

ボイドの 3 次元可視化と同様にして，旧オーステナイト粒界の 3 次元可視化を行った．旧オーステナイト粒界は，**Misorientation** による分類を利用して抽出した後，**GIMP** を用いて手作業で修正することで作成した．クリープボイドを黄色，旧オーステナイト粒界を灰色で表現している．

5.11.1 25%損傷材

Fig.5-45 に，25%損傷材①の旧オーステナイト粒界とボイドの 3 次元可視化の結果を示す．応力軸方向(y 方向)に垂直な粒界面にほぼすべてのボイドが集中している．また，粒界線にボイドは見られるが，特に集中はしていない．

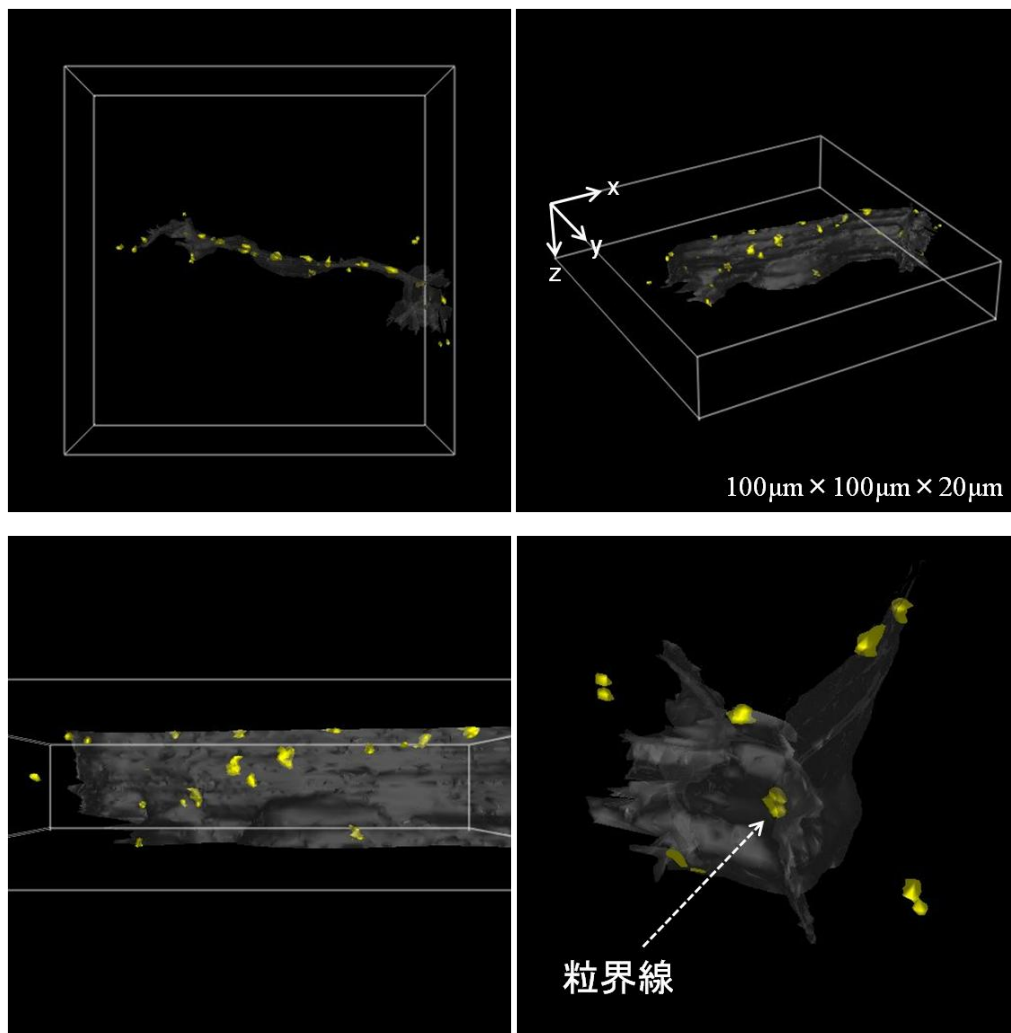


Fig.5-45 旧オーステナイト粒界とボイドの 3 次元可視化：25%損傷材①

Fig.5-46 に, 25%損傷材②の旧オーステナイト粒界とボイドの 3 次元可視化の結果を示す. 応力軸方向(y 方向)に垂直な粒界面にボイドの集中が見られる. 粒界点にはボイドは発生していない. また, 粒界線にもボイドの集中は見られない. 粒界線にボイドが発生しているというよりも, 粒界面に発生して成長したボイドが粒界線で連結したような 3 次元形状, 粒界線上でくびれたような 3 次元形状をしたボイドが観察される.

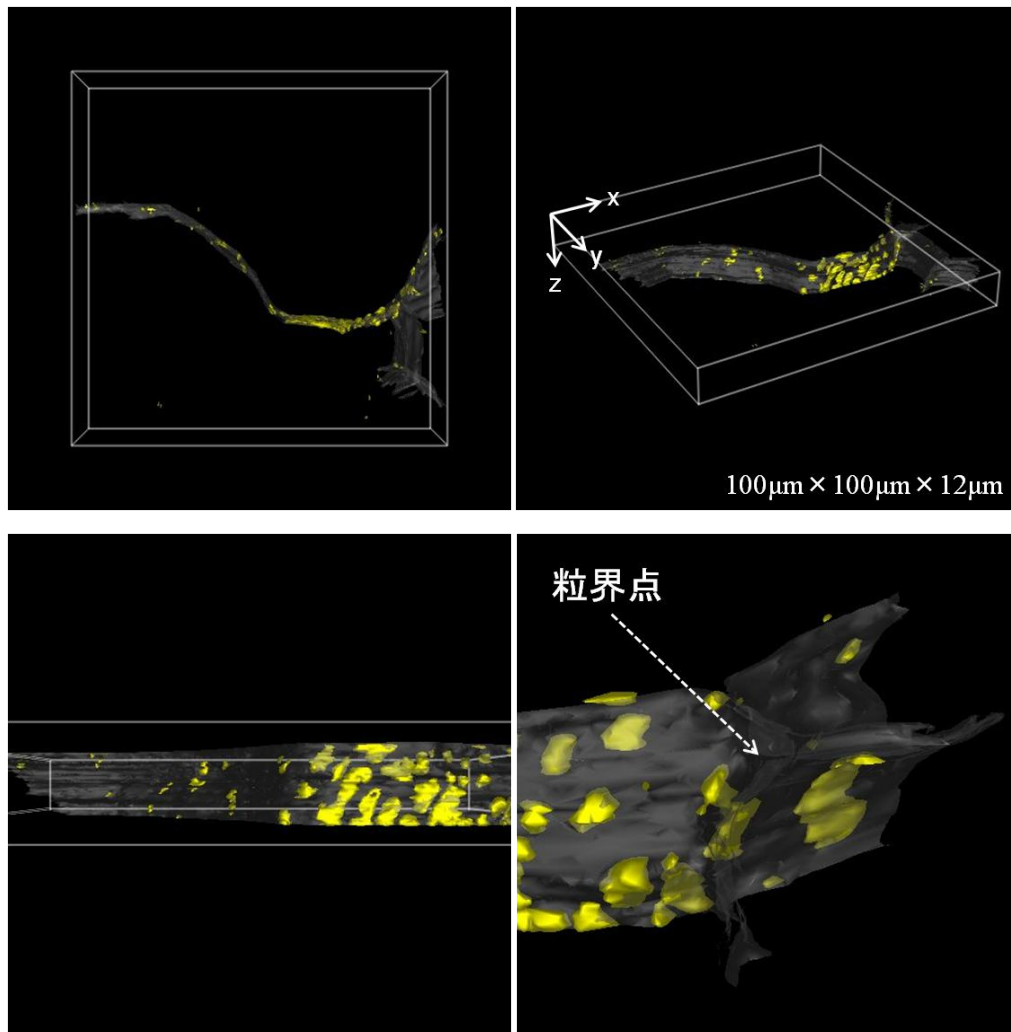


Fig.5-46 旧オーステナイト粒界とボイドの 3 次元可視化 : 25%損傷材②

5.11.2 50%損傷材

Fig.5-47 に, 50%損傷材の旧オーステナイト粒界とボイドの 3 次元可視化の結果を示す. 応力軸方向(y 方向)に垂直な粒界面にボイドの集中が見られることには変わりはないが, 応力軸に垂直な粒界面にもかかわらずボイドが発生していない箇所が存在する. これは, 旧オーステナイト粒界以外の粒界との 3 重点になっているかどうかの影響していると考えられる.

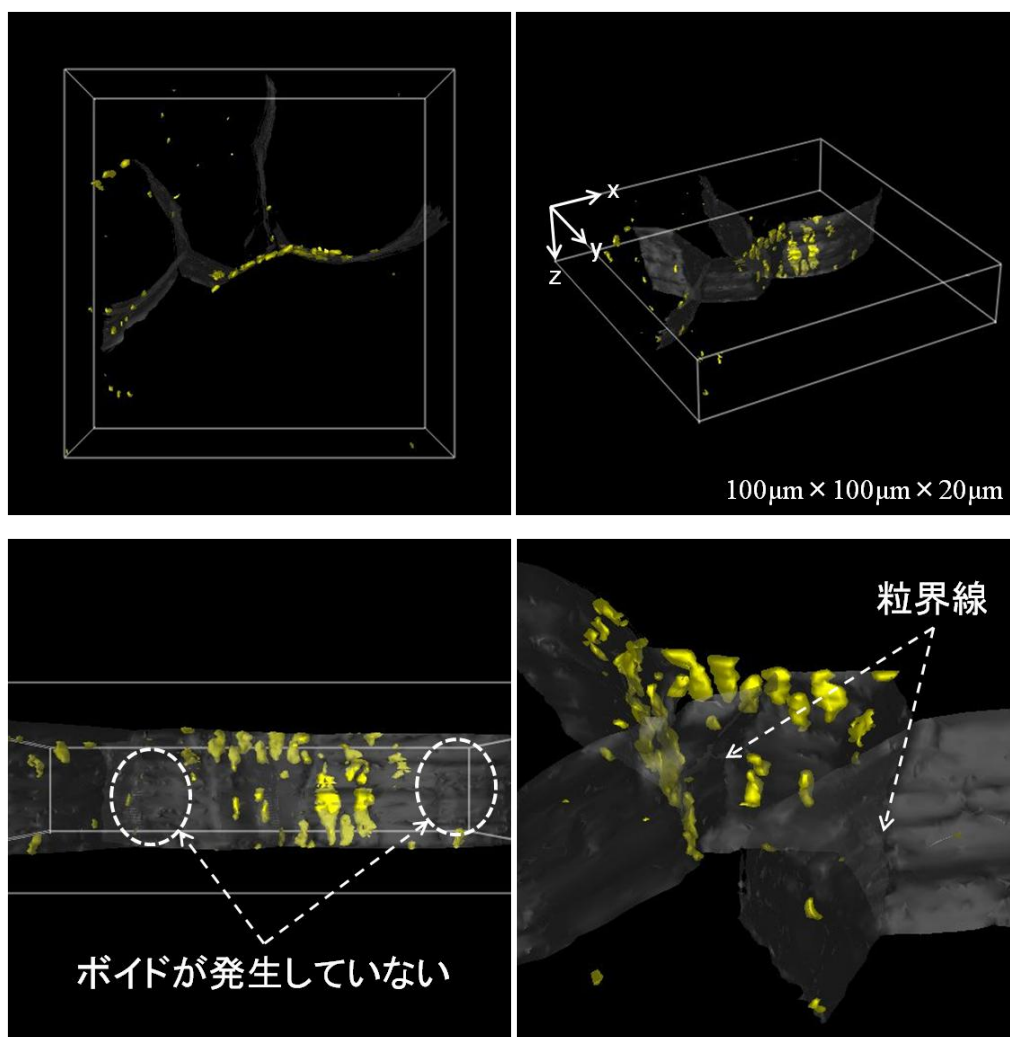


Fig.5-47 旧オーステナイト粒界とボイドの 3 次元可視化 : 50%損傷材

5.11.3 75%損傷材

Fig.5-48 に, 75%損傷材②の旧オーステナイト粒界とボイドの 3 次元可視化の結果を示す. 75%損傷材①については, 旧オーステナイト粒界が明確でなかったため, 3 次元可視化することができなかった. ここでも, 応力軸方向(y 方向)に垂直な粒界面にボイドの集中が見られる. ただし, 75%損傷材②で特徴的なのは, 同じ旧オーステナイト粒界面上でも, 応力軸方向と旧オーステナイト粒界面のなす角度が 90° から離れるにつれてボイドが観察されなくなっている点である. また, 粒界点付近にボイドが存在するが, 集中して発生している様子は見られない.

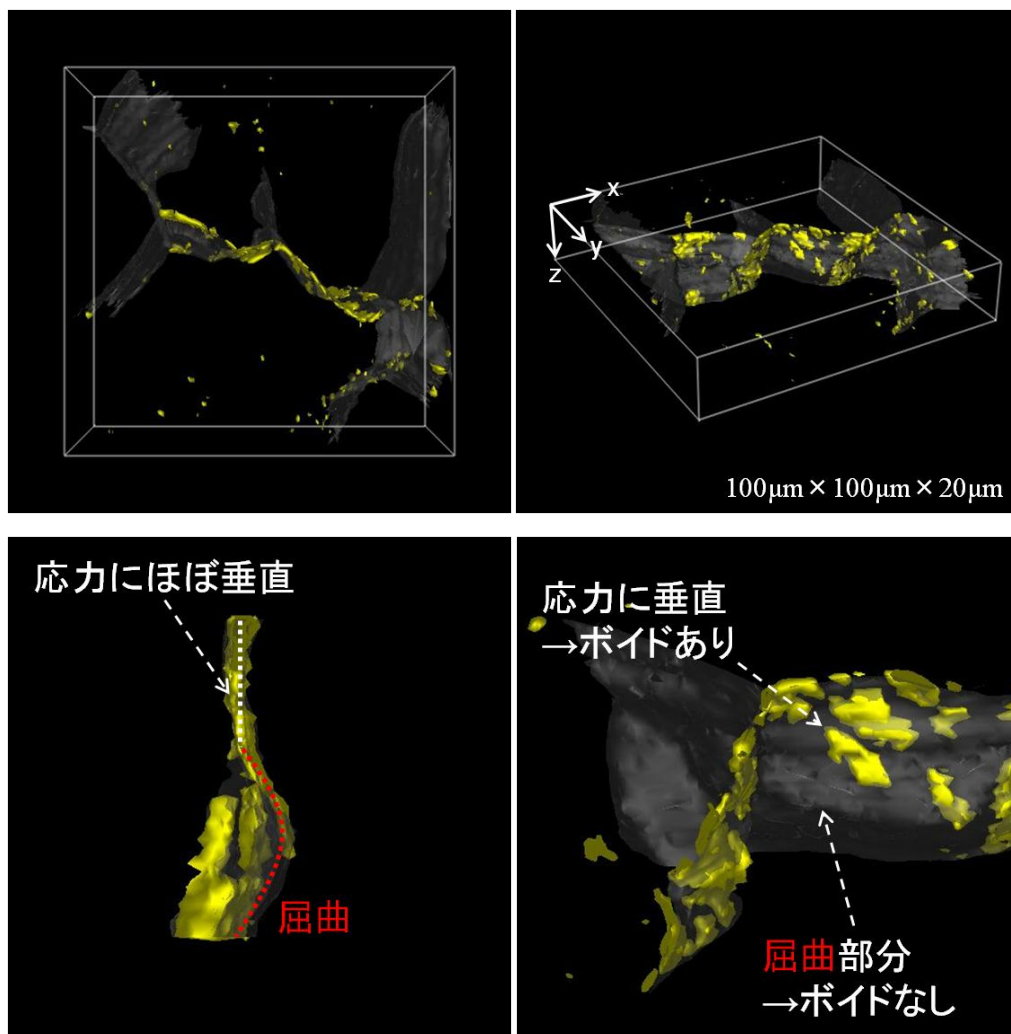


Fig.5-48 旧オーステナイト粒界とボイドの 3 次元可視化 : 75%損傷材②

5.11.4 100%損傷材

Fig.5-49 に，100%損傷材の旧オーステナイト粒界とボイドの 3 次元可視化の結果を示す．ここでも，応力軸方向(y 方向)に垂直な粒界面にボイドの集中が見られる．応力軸方向に平行な旧オーステナイト粒界面にはボイドがほとんど発生していない．また，ここでも粒界線にボイドの集中は見られない．むしろ，粒界線上にボイドの発生はほとんど見られない．粒界点についても，ボイドの発生は見られない．

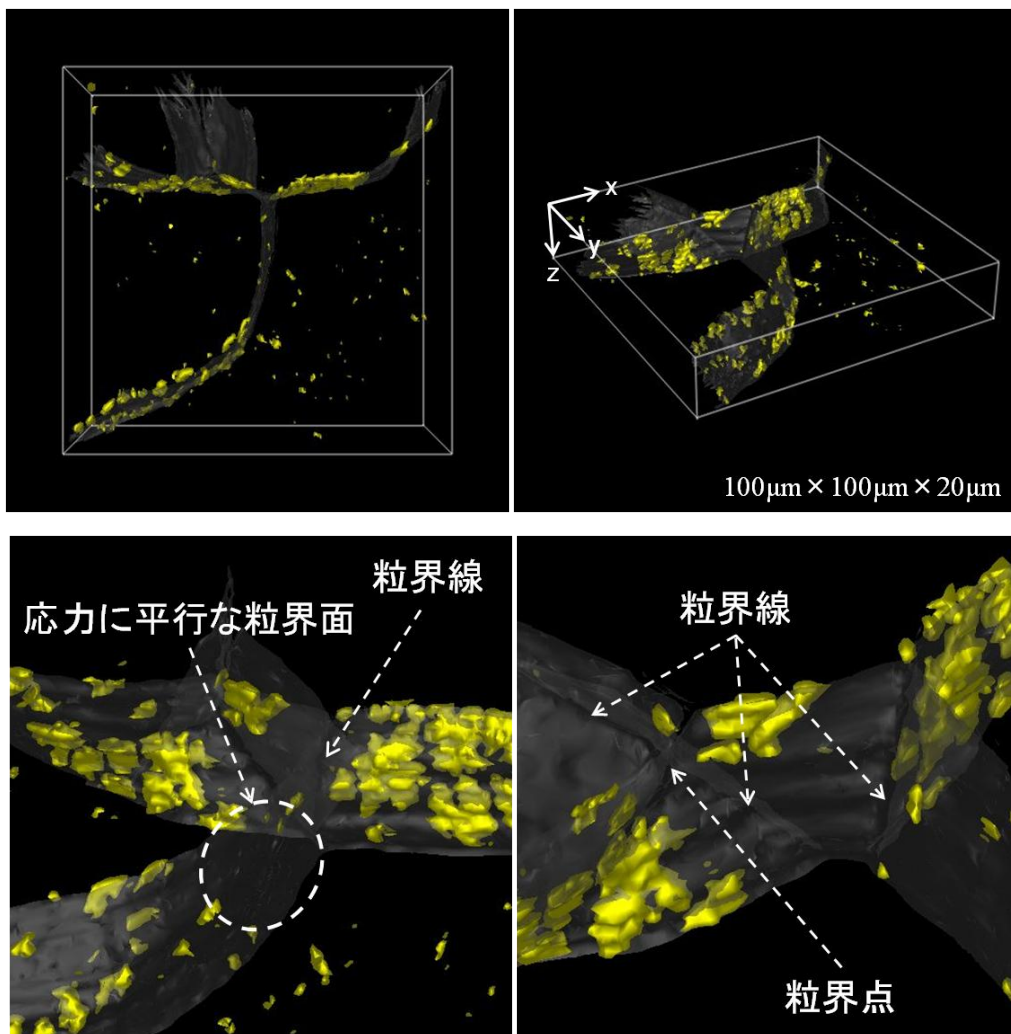


Fig.5-49 旧オーステナイト粒界とボイドの 3 次元可視化：100%損傷材

第6章 まとめと今後の展望

本研究では、クリープ損傷材の3D-EBSD観察を行い、2次元観察に基づくクリープ損傷評価法が3次元ミクロ組織を反映しているか妥当性の検討を行った。

第2章3次元ミクロ組織観察手法:3D-EBSD法においては、機械研磨の平面度、 z 方向分解能に相当する研磨量のばらつきについて検討を行い、観察・解析の手順を確立した。観察領域 $100\mu\text{m}\times 100\mu\text{m}\times 20\mu\text{m}$ 、分解能 $0.5\mu\text{m}$ の比較的高分解能かつ広範囲の観察を可能とした。今後の課題として、研磨量のばらつきの最小化、結晶粒抽出の自動化、 z 方向整列の際の結晶方位回転の補正などが挙げられる。本手法はCr-Mo-V鋼以外の材料にも適用可能であり、今後さらなる高分解能かつ広範囲の観察も可能であると考えられる。

第3章S45C結晶組織の3D-EBSD観察においては、S45Cを対象として、結晶粒および結晶粒界の3次元観察を行った。個々の結晶粒の3次元形状、粒界の3次元形状と粒界面における結晶方位の算出を行った。これを応用すれば、結晶粒の変形と結晶方位との関係を3次元的に把握することも可能と思われる。

第5章クリープ損傷材の3D-EBSD観察においては、クリープボイドの3次元可視化を行い、ボイド3次元形状、ボイド空間分布、ボイド発生粒界の特徴について定量評価を試みた。ボイド3次元形状は、球状から粒界に沿って扁球状に成長・連結していた。また、長球状のボイドも観察された。このような形状のボイドは、2次元観察において損傷評価のばらつきの要因となると考えられるが、球や扁球と比べて数が極端に少なかったことから、影響は小さいと考えられる。ボイド空間分布では、ボイド間距離が小さいにもかかわらず連結していない部分が数多く観察されたことから、ボイドの成長・連結が優先的に起こるわけではないと解釈できる。ボイド発生粒界は、応力軸方向に垂直な旧オーステナイト粒界面が圧倒的に多かった。ただし、2次元観察でボイドが発生しやすいと言われている粒界3重点、つまり3次元組織における粒界線や粒界点には、ボイドの発生があまり見られなかった。今後の課題としては、3D-EBSD法におけるクリープボイドおよび旧オーステナイト粒界抽出の自動化、クリープボイド発生点における旧オーステナイト粒界面の法線方向と応力軸方向のなす角度分布の算出が挙げられる。また、実測3次元モデルを用いて結晶異方性を考慮した有限要素解析を行うことにより、ボイド発生点とミクロ組織の関係などが解明されることが期待される。

第7章 結論

本研究では、クリープ損傷過程における3次元マイクロ組織の把握を目的として、クリープ損傷材の3D-EBSD観察を行った。クリープボイドの3次元形態、3次元空間分布、発生粒界の特徴を定量的に明らかにした。また、従来の2次元観察に基づくクリープ損傷評価法が3次元マイクロ組織を反映しているか検討を行った。

以下に研究成果をまとめる。

- ・3D-EBSD法の確立に取り組み、以下の知見を得た。
 - ✓ 研磨量のばらつきは、ビッカース圧痕周辺の塑性変形による盛り上がり
と圧痕直下の加工硬化の2つが原因である。
 - ✓ 機械研磨の平面度は、4圧痕の研磨量のばらつきが平均研磨量のばらつき
と比較して十分小さいことから、ほぼ一定とみなすことができる。
- ・クリープ損傷材の3D-EBSD観察とボイド定量評価を試み、以下の知見を得た。
 - ボイド3次元形態
 - ✓ 発生初期は球状で、粒界上に沿って広がり扁球状になる。
 - ✓ 長球状のボイドも存在するが、割合は小さい。
 - ✓ 表面上は別々のボイドに見えても、内部で連結している場合もある。
 - ボイド3次元空間分布
 - ✓ ボイドの成長・連結が優先的に起こるわけではない。
 - ✓ 損傷度にかかわらず、ある一定の割合で新しいボイドが発生している。
 - ボイド発生粒界の特徴
 - ✓ 2次元観察で認識できるよりも多くの結晶粒に接して発生している。
 - ✓ 旧オーステナイト粒界面が圧倒的に多い。
 - ✓ 応力軸方向に垂直に近い粒界面に集中している。
 - ✓ 粒界線や粒界点には、ボイドの集中は見られない。

謝辞

お忙しい中貴重な時間を割いて御指導頂き、また企業や研究所の方との議論の場を設けていただきました、東京大学大学院工学研究科機械工学専攻の酒井信介教授に、心より御礼申し上げます。

研究会などの場において鋭い御意見と的確な御指摘を頂きました、東京大学大学院工学研究科機械工学専攻の泉聡志准教授に、厚く御礼申し上げます。

本研究を進めていく上で、多大なる御指導ならびに適切な御助言を賜りました、独立行政法人労働安全衛生総合研究所の山際謙太様に、深く御礼申し上げます。

常に研究室の環境を整備して下さいました、東京大学大学院工学研究科機械工学専攻の原祥太郎助教、博士課程3年の横山喬様、浅川武技術職員に、厚く御礼申し上げます。

クリーブ試験片を御提供頂き、またお忙しい中貴重な御議論を頂きました、財団法人電力中央研究所の緒方隆志様、中村馨様に、厚く御礼申し上げます。

最後に、二年間にわたる研究生活を温かく見守って下さいました、強度信頼性工学研究室の皆様に、この場を借りて心より御礼申し上げます。

参考文献

- [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, 電力中央研究所, 研究報告:T03007, 2003.
- [2] 中村馨, 緒方隆志, クリープボイド発生観察によるボイド発生モデルの開発, 電力中央研究所, 研究報告: Q08008, 2009.
- [3] 多田直哉, 高温環境下での材料寿命予測, 日本機械学会誌, Vol.113, No.1094, pp.8-11, 2010.
- [4] 田村広治, 火力発電プラントの余寿命診断技術, 溶接学会誌, 65(2), pp.147-153, 1996.
- [5] 丸山公一, 中島英治, 高温強度の材料科学 - クリープ理論と実用材料への適用, 内田老鶴圃, 1997.
- [6] Th.ホイマン著, H.メーラー協力, 藤川辰一郎訳, 金属における拡散, シュプリンガー・フェアラーク東京, 2005.
- [7] 日本機械学会編, 動力プラント・構造物の余寿命評価技術, 技報堂出版, 1992.
- [8] 角屋好邦, 蒸気タービン部材のクリープ損傷と寿命評価, 火力原子力発電, 50(9), pp.1092-1101, 1999.
- [9] 相澤威一郎, 経年火力発電機器の非破壊余寿命評価技術, 火力原子力発電, 59(5), pp.395-399, 2008.
- [10] 多田直哉, 北村隆行, 大谷隆一, 粒界キャビティ分布から決定する各種クリープ損傷パラメータの物理的意味について, Journal of the Society of Materials Science, Japan, 45(1), pp.110-117, 1996.
- [11] 西田秀高, 山口寛, 小迫伸聡, ボイラ用低合金鋼の溶接熱影響部粗粒域クリープ損傷評価法:"最大ボイド粒界占有率パラメータ法"の提案, 日本機械学会論文集 A 編, Vol.66, No.648, pp.1574-1582, 2000.
- [12] Gregory S.Rohrer, The distribution of grain boundary planes in polycrystals, JOM Journal of the Minerals, Metals and Materials Society, Vol.59, No.9, 2007.
- [13] 鈴木清一, 足立吉隆, 材料組織解析における EBSD 解析の進展, まてりあ, Vol.47, No.2, pp.72-78, 2008.
- [14] 足立吉隆, 3D-EBSD 法による三次元可視化, ふえらむ, Vol.13, No.10, pp.28-32, 2008.
- [15] Azmi Abdul Wahab and Milo V.Kral, 3D analysis of creep voids in hydrogen

- reformer tubes, *Materials Science and Engineering:A*, Vol.412, Issues 1-2, 5, pp.222-229, 2005.
- [16] A.A.Wahab, Three-dimensional analysis of creep void formation in steam-methane reformer tubes, University of Canterbury. Mechanical Engineering, 2007.
- [17] A.Isaac, F.Sketa, W.Reimers, B.Camin, G.Sauthoff and A.R.Pyzalla, In situ 3D quantification of the evolution of creep cavity size, shape, and spatial orientation using synchrotron X-ray tomography, *Materials Science and Engineering A*, Vol.478, Issues 1-2, pp.108-118, 2008.
- [18] 野本明義, 酒井高行, 緒方隆志, 市原正嗣, 石野栞, 組織観察に基づく SUS304 鋼におけるクリープ疲労キャビティ発生 of 力学的因子の検討, 日本材料学会学術講演会講演論文集, 51, pp.167-168, 2002.
- [19] A.C.Lewis and A.B.Geltmacher, Image-based modeling of the response of experimental 3D microstructures to mechanical loading, *Scripta Materialia*, Vol.55, No.1, pp.81-85, 2006.
- [20] M.A.Groeber, B.K.Haley, M.D.Uchic, D.M.Dimiduk, S.Ghosh, 3D reconstruction and characterization of polycrystalline microstructures using a FIB-SEM system, *Materials Characterization*, Vol.57, No.4-5, pp.259-273, 2006.
- [21] S.Ghosh, Y.Bhandari and M.Groeber, CAD-based reconstruction of 3D polycrystalline alloy microstructures from FIB generated serial sections, *Computer-Aided Design*, Vol.40, Issue 3, pp.293-310, 2008.
- [22] 鈴木清一, EBSD 読本, TSL ソリューションズ.
- [23] 鈴木清一, EBSD 法の基本原理と最近のナノビーム化の利点, まてりあ, 40(7), pp.612-616, 2001.
- [24] 足立吉隆, 組織観察の理想像を目指して-階層的 3D/4D 解析の現状と今後の展開, 自主フォーラムシンポジウム「階層的 3D/4D 解析によるミクロ組織の多様性の解明」, 2009.
- [25] A.D.Rollett, S.B.Lee, R.Campman and G.S.Rohrer, Three-Dimensional Characterization of Microstructure by Electron Back-Scatter Diffraction, *Annual Review of Materials Research*, Vol.37, pp.627-658, 2007.
- [26] 榎本正人, シリアルセクションによる鉄鋼組織の 3 次元可視化と解析, 鐵と鋼, Vol.90, No.4, pp.183-189, 2004.
- [27] 榎本正人, 組織の 3 次元可視化に関する研究(1) 組織の 3 次元可視化が材料研究に及ぼす影響, ふえらむ, Vol.13, No.9, pp.607-610, 2008.
- [28] M.V.Kral and G.Spanos, Three-dimensional analysis of proeutectoid cementite

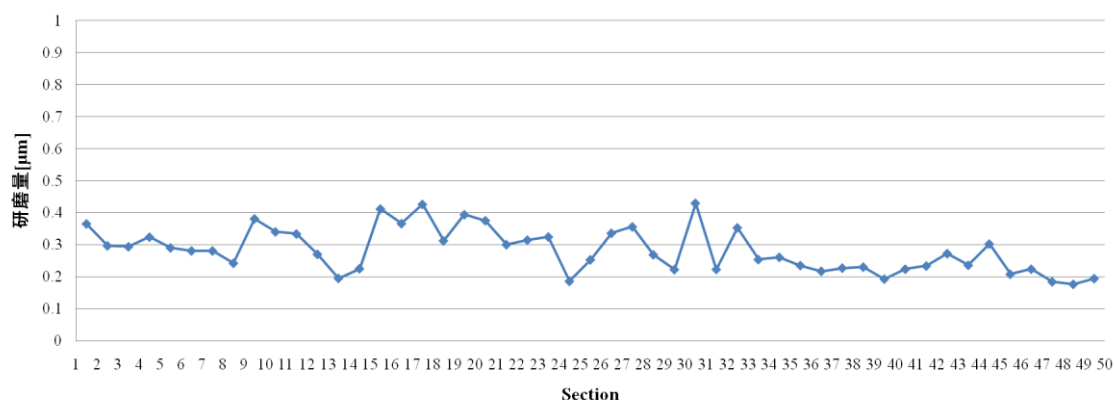
- precipitates, *Acta Materialia*, Vol.47, Issue 2, pp.711-724, 1999.
- [29] M.V.Kral, M.A.Mangan, G.Spanos, R.O.Rosenberg, Three-dimensional analysis of microstructures, *Materials Characterization*, Vol.45, No.1, pp.17-23, 2000.
- [30] M.V.Kral and G.Spanos, Three-dimensional analysis and classification of grain-boundary-nucleated proeutectoid ferrite precipitates, *Metallurgical and Materials Transactions A*, Vol.36, No.5, pp.1199-1207, 2005.
- [31] N.Chawla, R.S.Sidhu, V.V.Ganesh, Three-dimensional visualization and microstructure-based modeling of deformation in particle-reinforced composites, *Acta Materialia*, Vol.54, No.6, pp.1541-1548, 2006.
- [32] Yoshitaka Adachi, Satoshi Morooka, Kiyomi Nakajima and Yoshimasa Sugimoto, Computer-aided three-dimensional visualization of twisted cementite lamellae in eutectoid steel, *Acta Materialia*, Vol.56, Issue 20, pp.5995-6002, 2008.
- [33] S.Morito, Y.Adachi and T.Ohba, Morphology and Crystallography of Sub-Blocks in Ultra-Low Carbon Lath Martensite Steel, *Materials Transactions*, Vol.50, No.8, pp.1919-1923, 2009.
- [34] 小島真由美, 足立吉隆, 友田陽, 池田圭太, 片田康, 1mass 窒素添加オーステナイト鋼の低温脆性破面の 3 次元結晶学的検討, *日本金属学会誌*, Vol.73, No.4, pp.283-289, 2009.
- [35] A.C.Lewis, J.F.Bingert, D.J.Rowenhorst, A.Gupta, A.B.Geltmacher and G.Spanos, Two-and three-dimensional microstructural characterization of a super-austenitic stainless steel, *Materials Science and Engineering: A*, Vol.418, No.1-2, pp.11-18, 2006.
- [36] A.C.Lewis, K.A.Jordan and A.B.Geltmacher, Determination of Critical Microstructural Features in an Austenitic Stainless Steel Using Image-Based Finite Element Modeling, *Metallurgical and Materials Transactions A*, Vol.39, No.5, pp.1109-1117, 2008.
- [37] M.A.S.Qidwai, A.C.Lewis, A.B.Geltmacher, Using image-based computational modeling to study microstructure–yield correlations in metals, *Acta Materialia*, Vol.57, Issue 14, pp.4233-4247, 2009.
- [38] M.A.Groeber, Development of an automated characterization-representation framework for the modeling of polycrystalline materials in 3D, *The Ohio State University*, 2007.
- [39] S. Zaefferer, S.I. Wright and D. Raabe, Three-Dimensional Orientation Microscopy in a Focused Ion Beam-Scanning Electron Microscope A New Dimension of

- Microstructure Characterization, *Metallurgical and Materials Transactions A*, Vol.39, No.22, pp. 374-389, 2008.
- [40] J.Konrad, S.Zaefferer and D.Raabe, Investigation of orientation gradients around a hard Laves particle in a warm-rolled Fe₃Al-based alloy using a 3D EBSD-FIB technique, *Acta Materialia*, Vol.54, Issue 5, pp.1369-1380, 2006.
- [41] Z.Zhao, M.Ramesh, D.Raabe, A.M.Cuitiño and R.Radovitzky, Investigation of three-dimensional aspects of grain-scale plastic surface deformation of an aluminum oligocrystal, *International Journal of Plasticity*, Vol.24, Issue 12, pp. 2278-2297, 2008.
- [42] N.Zaafarani, D.Raabe, R.N.Singh, F.Roters and S.Zaefferer, Three-dimensional investigation of the texture and microstructure below a nanoindent in a Cu single crystal using 3D EBSD and crystal plasticity finite element simulations, *Acta Materialia*, Vol.54, Issue 7, pp.1863-1876, 2006.
- [43] José Baruchel, Jean-Yves Buffiere, Peter Cloetens, Marco Di Michiel, Emilie Ferrie, Wolfgang Ludwig, Eric Maire and Luc Salvo, Advances in synchrotron radiation microtomography, *Scripta Materialia*, Vol.55, Issue 1, pp.41-46, 2006.
- [44] 林富美男, ナノ加工を支える解析技術-試料加工・観察テクニック-, 表面技術, Vol.56, No.7, pp.385, 2005.
- [45] JR.Kremer, DN.Mastrorade and JR.McIntosh, Computer Visualization of Three-Dimensional Image Data Using IMOD, *Journal of structural biology*, Vol.116, No.1, pp.71-76, 1996.
- [46] 幾原雄一, セラミック材料の物理 - 結晶と界面, 日刊工業新聞社, 1999.
- [47] 諸岡聡, 友田陽, 足立吉隆, 森戸茂一, 神山崇, EBSD と中性子回折によるマルテンサイト鋼の階層的不均一変形挙動の解析, 鐵と鋼, 94(8), pp.313-320, 2008.
- [48] G.G.E.Seward, S.Celotto, D.J.Prior, J.Wheeler, R.C.Pond, In situ SEM-EBSD observations of the hcp to bcc phase transformation in commercially pure titanium, *Acta Materialia*, Vol.52, Issue4, pp.821-832, 2004.
- [49] 釜谷昌幸, 電子後方散乱回折を用いた多結晶材料の塑性ひずみの測定, *INSS journal*, 11, pp.161-172, 2004.
- [50] 釜谷昌幸, 電子後方散乱回折(EBSD)による結晶方位差分布の測定, *INSS journal*, 14, pp.253-265, 2007.
- [51] L.N.Brewer, M.A.Othon, L.M.Young and T.M.Angeliu, Misorientation Mapping for Visualization of Plastic Deformation via Electron Back-Scattered Diffraction,

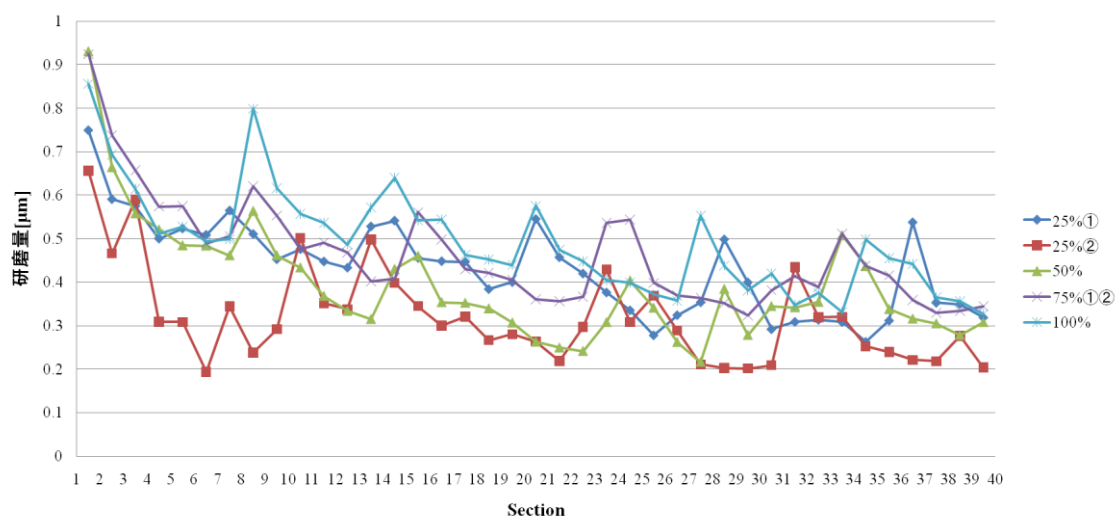
- Microscopy and Microanalysis, Vol.12, pp.85-91, 2006.
- [52] 王昀, オーステナイト系ステンレス鋼の塑性変形および初期疲労損傷に関する微視的研究, 名古屋大学博士学位論文, 2007.
- [53] 丸山公一, クリープ損傷からみた構造材の寿命評価, 溶接学会誌, 63(8), pp.576-588, 1994.
- [54] 野本明義, 緒方隆志, 高温構造材料のキャビティ発生と結晶粒内方位分散の関係, 電力中央研究所, 研究報告: T99071, 2000.
- [55] 横幕俊典, 与田利花, 後方散乱電子回折像(EBSP)を用いた SUS316 のクリープ損傷度評価, 日本材料学会学術講演会講演論文集, 55, 217-218, 2006.
- [56] 米山夏樹, 久布白圭司, 吉澤廣喜, IHI 技報, 47(4), 157-161, 2007.
- [57] 光原昌寿, 寺田大将, 池田賢一, 2.25Cr-1Mo 鋼 HAZ のクリープ変形中における組織変化, 九州大学大学院総合理工学報告, 28(1), pp.9-15, 2006.
- [58] 大谷俊博, 殷福星, 鎌田康寛, マルテンサイト系ステンレス鋼におけるクリープ損傷のミクロ損傷解析と非破壊評価, Vol.58, No.2, pp.136-142, 2009.
- [59] 新谷紀雄, 京野純郎, 九嶋秀昭, タービンロータ Cr-Mo-V 鋼のクリープ破壊機構領域図とクリープ損傷, 鐵と鋼, 92(5), pp.327-333, 2006.
- [60] C.Cayron, B.Artaud and L.Briottet, Reconstruction of parent grains from EBSD data, Materials Characterization, Vol.57, Issues 4-5, pp.386-401, 2006.
- [61] 高木節雄, 津崎兼彰, 材料組織学, 朝倉書店, 2000.
- [62] H.Kitahara, R.Ueji, N.Tsuji, Y.Minamino, Crystallographic features of lath martensite in low-carbon steel, Acta Materialia, Vol.54, Issue 5, pp.1279-1288, 2006.
- [63] 森戸茂一, 組織キャラクタリゼーション--複雑組織は解明されているか, ふえらむ, 14(2), pp.90-96, 2009.
- [64] 古原忠, マルテンサイトおよびベイナイトの基地組織の特徴, ふえらむ, 12(12), pp.748-752, 2007.
- [65] T.Furuhara, H.Kawata, S.Morito, G.Miyamoto and T.Maki, Variant Selection in Grain Boundary Nucleation of Upper Bainite, Metallurgical and Materials Transactions A, Vol.39, No.5, pp.1003-1013, 2008.
- [66] A.Lambert-Perlade, A.F.Gourgues and A.Pineau, Austenite to bainite phase transformation in the heat-affected zone of a high strength low alloy steel, Acta Materialia, Vol.52, Issue 8, pp.2337-2348, 2004.

付録 A : 3D-EBSD 観察 全研磨データ

本文では, 研磨量の平均値と標準偏差しか載せなかった. ここでは, 全セクションにおける研磨データを掲載する. 付録 Fig.1 に, S45C の全研磨データを掲載する. 付録 Fig.2 に, Cr-Mo-V 鋼の全研磨データを掲載する.



付録 Fig.1 S45C : 全 50 セクションの研磨 DATA



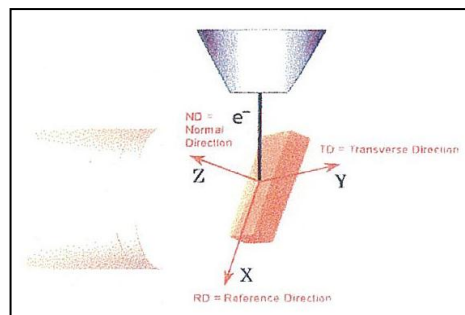
付録 Fig.2 Cr-Mo-V 鋼 : 全 40 セクションの研磨 DATA

付録 B : OIM 解析

OIM(Orientation Imaging Microscope)解析^[22]について説明する．OIM で測定したデータは、各ピクセルに対して xy 座標値、オイラー角、CI 値、Fit 値、IQ 値、相情報、像情報(2 次電子像などの情報)、そして必要に応じて Hough 変換の情報が付加される．

➤ オイラー角

…オイラー角は、試料に固定された座標系(試料座標系)と測定点の結晶格子に固定された座標系(結晶座標系)の回転関係を 3 つの回転角で表現するものである．付録 Fig.3 に、OIM で使用している試料座標系を示す．OIM では、Bunge の定義によるオイラー角、Passive 法(=試料座標系(sample)を回転して結晶座標系(crystal)に一致させる方法)を用いている．



付録 Fig.3 OIM 試料座標系^[22]

➤ CI 値(Confidence Index:信頼性指数)

…パターンの指数付け、算出した結晶方位が正しいのか評価するための指標．算出した結晶方位が正しいのか評価するのに用いられる．CI 値は、0.1 以上で 95% 以上が正しく、立法晶の場合は 0.2-0.3 程度あれば問題ないとされている^[22]．

➤ Fit 値

…Voting 法により得られた方位から、それぞれのバンドがどの位置に現れるべきかを計算し、実際に検出されたバンドとのズレ角を算出し平均化したもの．キャリブレーション、結晶系の適切性などを評価するための指標．Fit 値が最小になるように WD 値を調整する．1.0-1.5 以下程度であれば問題ないとされている^[22]．

➤ IQ 値(Image Quality)

…Hough 空間上のバンドを示すピークの強度情報．バンドが鮮明なほど強くなる．バンドが鮮明になるということは、パターンの発生領域の結晶性が良い、つまり IQ 値は、結晶性の良し悪しを示していることになる．IQmap は、残留ひずみの定性的な評価パラメータとして使用することができる．また、質の低い測定点の情報を削除したりする場合にも有効に使用できる．

○結晶粒界の認識

✓ Minimum Boundary Misorientation Angle

…ピクセル間の方位差がこの角度以上ある場合には，そのピクセル間に境界があると内部的に認識しておくもの．通常 2° である．

✓ Grain Tolerance Angle

…結晶粒を認識するための基準．ピクセル間の方位差がこの角度以下の場合に，同じ結晶粒に属すると判断される．通常 5° である．

✓ Misorientation Angle

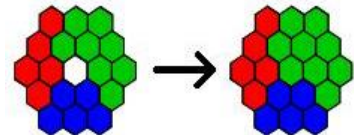
…結晶粒界を表示するための基準．ピクセル間の方位差がこの角度以上の場合に，これらのピクセル間に粒界があるとして表示する．これは，表示上の問題のみで，結晶粒径を計算したりする結晶粒の認識などには関与していない．

○Clean up 処理

OIM データ測定時において，試料表面の傷や試料研磨が不完全など様々な理由によりうまく測定できなかったピクセルの方位データを，その周囲の正常な測定がなされたピクセルのデータで補完する方法である．

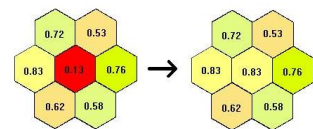
✓ Grain Dilation

…結晶粒と認識されなかったピクセルの方位データを，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．周囲の最大 CI 値ピクセル方位に置き換える．最もよく使用される処理である．



✓ Neighbor CI Correlation

…ユーザ指定 CI 値以下のピクセルの結晶方位と CI 値を，隣接するピクセルのうち最も高い CI 値のピクセルデータに置き換える方法．

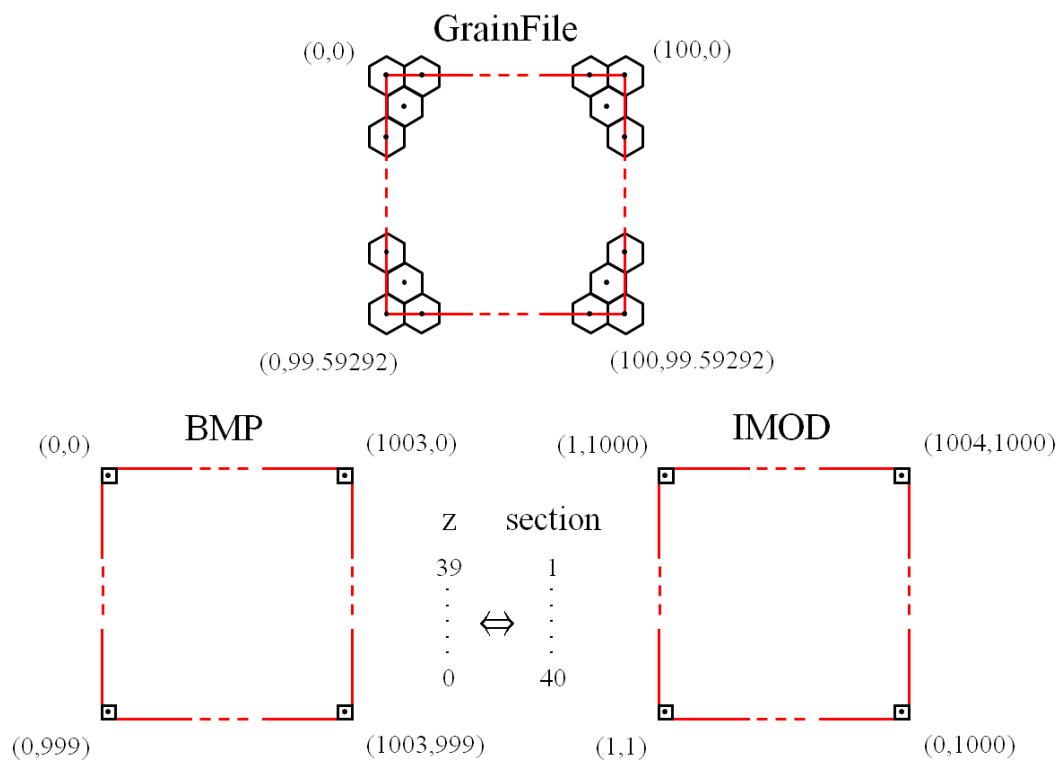


✓ Average Orientation per Grain

…結晶粒内のすべての方位データを，結晶粒内で平均化した方位データで置き換える方法．

○GrainFile

GrainFile とは，元の測定データに GrainID を加えたテキストデータのことである．各ピクセルに対して，オイラー角，xy 座標値，IQ 値，CI 値，Fit 値，GrainID，相情報が含まれている．付録 Fig.4 に，GrainFile，BMP，IMOD におけるピクセル形状および座標系の違いを示す．ピクセル形状が六角形のため，GrainFile の座標に注意する必要がある．また，z 座標が高い方から低い方へセクショニングしていくので，IMOD モデル作成の際には順序を逆にする必要がある．



付録 Fig.4 EBSD と IMOD におけるピクセル形状および座標系の違い

付録 C : IMOD コマンド

実際に使用した IMOD コマンドの詳細について説明する.

○**tif2mrc** : tif2mrc <TIFF image file> <MRC image file>

○**midas** : midas <MRC image file>

○**imodauto**

imodauto [options] <MRC image file> <IMOD model file>

- c <r,g,b> : color
- l <value> : low threshold 以下に輪郭線 (black 0~255 white)
- m <value> : 輪郭作成する最小ピクセル数 (default is 10)
- o : smooth areas
- z <value> : z 方向 step[μm] / (xy 面の pixel の 1 辺[$\mu\text{m}/\text{pixel}$])
→研磨量/EBSD ステップサイズ

○**smoothsurf**

smoothsurf [options] <Input_IMOD model file> <Output_IMOD model file>

- nz <value> : フィッティングに含めるセクション数
- dist <value> : フィッティングに含めるピクセル数

○**imodmesh**

imodmesh [options] <IMOD model file>

- C : すべてにキャップ
- R : 分解能

○**3dmod**

3dmod [options] <MRC image file> <IMOD model file>

- V : model view window

○**3dmodv**

3dmodv [options] <IMOD model file>

- s <width,height> : window size
- f : フルスクリーン表示

○**imodinfo**

imodinfo [options] <IMOD model file>

- f <filename> : ファイル保存
- vv : 詳細情報の表示
- a : 座標表示

以上

通し番号 1-99 完

修 士 論 文

平成 22 年 2 月 12 日提出

機械工学専攻 86195 片岡 哲志