デジタルホログラフィック顕微鏡を用いた純チタン試験片の 引張りに伴う表面形状変化

Change in Surface Profile of Pure Titanium Specimen during Tension Using Digital Holographic Microscope

○学 高橋 孝輔 (岡山大院), 正 多田 直哉 (岡山大自然), 正 内田 真 (岡山大自然)

Kousuke TAKAHASHI, Okayama University, 3-1-1 Tsushima-naka, Kita-ku, Okayama, 700-8530, Japan

Naoya TADA, Okayama University, 3-1-1 Tsushima-naka, Kita-ku, Okayama, 700-8530, Japan

Makoto UCHIDA, Okayama University, 3-1-1 Tsushima-naka, Kita-ku, Okayama, 700-8530, Japan

Key Words: Pure Titanium, Surface Profile, Digital Height Correlation Method, Digital Holographic Microscope

1. 緒 言

多結晶金属材料は、結晶方位や大きさの異なる多数の結晶粒で構成されており、不均一な弾塑性変形挙動を示す。特に材料表面に位置する結晶粒に関しては、この変形不均一性が表面の凹凸や高度分布の変化となって現れる。一方、近年、デジタルホログラフィック顕微鏡が開発され、材料表面における比較的広い範囲の高度分布が高精度かつ短時間で取得できるようになり、半導体や MEMS 関連の分野で利用されている。そこで本研究では、多結晶純チタン試験片に対して引張り試験を行い、同顕微鏡により取得した材料表面の高度分布に対してデジタル高度相関法¹⁾を適用し、材料表面の各結晶粒における平均高度増分について検討を行った。

2. 試 験 方 法

2.1 試験片

試験素材には、厚さ 1mm、純度 99.5wt% の工業用純チタン板材を使用した。この板材からワイヤーカット放電加工で図 1 に示す形状・寸法の試験片を切り出し、その後、表面を 1500 番までの耐水研磨紙を用いて研磨を行った。また、残留応力除去および結晶粒径の調整のため、1143K、2 時間保持の条件で真空焼鈍を行い、結晶粒の識別を容易にするために電解研磨および化学腐食を行った。

Fig.1 Shape and size of tensile specimen (mm)

2.2 デジタルホログラフィック顕微鏡

デジタルホログラフィック顕微鏡 (Digital Holographic Microscope, DHM: スイス Lyncee Tec 社, 反射型 DHM R1100) はホログラムを利用して試験片表面の 3D 画像を高分解能で測定できる。ホログラムはビデオカメラ経由で PC に保存された後、位相と振幅信号に分けられ、この 2 つの信号を再構築することにより、リアルタイムで 3D 画像が得られる。1 枚の画像取得に要する時間は最短 1μs であり、同顕微鏡の垂直および水平分解能はそれぞれ 0.2nm, 2845nm (対物レンズ 5 倍) である。

2.3 引張り試験

引張り試験には定格容量 2kN の引張・圧縮小型材料試験機 ((株) 井元製作所) を用いた。試験片に段階的に引張り負荷を与え、各段階で DHM を用いて表面の高度測定を行った。これを試験片表面において多数のすべり線が観察されるまで続け、除荷した。各段階で与えた負荷荷重を表 1 に示す。

Table 1 Load at each step

Step	0th	1st	2nd	3rd	4th	5th
Load P (N)	0	211	423	476	529	556

6th	7th	8th	9th	10th	11th
582	608	635	661	794	0

2.4 デジタル高度相関法

撮影したデジタル輝度画像を用いて材料表面上の同一点を探索する手法にデジタル画像相関法²⁾がある。本手法は撮影画素の 1 画素以下の分解能で同一点探索やひずみ評価が可能のため、最近では、材料試験においても用いられている。本研究では、輝度画像データを DHM により取得した高度分布に置き換えて同一点探索を行うデジタル高度相関法を用いて、段階的な引張り変形前後における同一領域を特定し、その領域内の高度分布変化について検討した。

2.5 平均高度

多結晶金属材料の不均一変形は、結晶粒間の高度差となって現れると考えられる。そこで、本研究では対象領域内全体の平均高度を基準とし、その基準に対して各結晶粒中心部の高度が負荷とともにどのように変化するかについて検討した。各結晶粒の高度は、その結晶粒の中心に位置する 21×21 pixels (結晶粒が小さい場合は 11×11 pixels) の正方形領域の平均高度 h_m とした。 h_m は次式より求めた。

$$h_m = \frac{1}{n^2} \sum_{i=1}^n \sum_{j=1}^n h(x_i, y_j) \quad (1)$$

ここで、 n は正方形領域の縦軸 (試験片長手方向に垂直) または横軸 (試験片長手方向) のピクセル数であり、 (x_i, y_j) は各ピクセルの位置、 h はその位置での高度である。位置の特定は、前述のデジタル高度相関法を用いて行った。

3. 試験結果

3.1 試験片表面の様子

システム金属顕微鏡 BX41M-LED (オリンパス (株)) から得られた変形後の観察領域の画像を図2に示す。図中では、測定対象となる結晶粒の結晶粒界をわかりやすく実線で示し、評価する結晶粒に番号を与えている。図からわかるように、引張り負荷後の試験片表面にはすべり線が発生しており、その発生状況も結晶粒毎に異なっている。

Fig.2 Specimen surface after tensile test

3.2 平均高度増分

図3に各結晶粒の平均高度増分、図4に単位荷重あたりの平均高度増分の変化を示す。図4では平均高度 h_m から負荷前の平均高度 h_{m0} を引いた値を、荷重 P で除している。両図では、結晶粒1から結晶粒20までのデータを示している。図4から、引張り負荷が476(N)時に単位荷重あたりの平均高度が大きく変化していることが確認でき、その前段階の荷重である423(N)より大きな荷重で塑性変形が始まったと考えられる。

図5に2つの弾性変形段階間 ($P=0(N)$ から $211(N)$ と $P=0(N)$ から $423(N)$) における平均高度増分の関係、図6に弾性変形段階 ($P=211(N)$ から $423(N)$) と塑性変形段階 ($P=608(N)$ から $793(N)$) における平均高度増分の関係を示す。図6では、縦軸のスケールが横軸のスケールの10倍となっていることに注意を要する。図5から、弾性変形段階では、結晶粒毎に平均高度増分に違いがあるものの、異なる負荷荷重間でも同一結晶粒ではほぼ同じ平均高度増分を示すことがわかる。次に図6を見ると、図5のように同じ平均高度増分を示す結果にはなっていないが、弾性変形段階における平均高度増分の大小と塑性変形段階における平均高度増分の大小が対応していることがわかる。

謝辞

本研究の一部は、三井造船(株)との連携研究の一環として実施した。デジタルホログラフィック顕微鏡の使用に際しては、(株)デジタルマイクロシステムズ谷田俊和氏と(株)薈テクノロジー松田知足氏に御協力を賜った。ここに、感謝の意を表する。

文献

- (1) 多田直哉, 清水一郎, 八木伸暁: 日本非破壊検査協会平成21年度春季大会講演概要集, (2009), pp. 107-108.
- (2) 西川出: 非破壊検査, Vol. 54, No. 3 (2005), pp. 132-138.

Fig.3 Change in average height for Grains 1 to 20

Fig.4 Relative change in average height by unit load for Grains 1 to 20

Fig.5 Increase in average height by unit load

Fig.6 Increase in average height by unit load