

科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 30 年 6 月 5 日現在

機関番号：32601

研究種目：基盤研究(C) (一般)

研究期間：2015～2017

課題番号：15K05686

研究課題名(和文)局所力学特性評価に基づく超長寿命領域の水素助長き裂進展機構の解明

研究課題名(英文) Investigation of hydrogen assisted crack growth mechanism in very long life regime based on the evaluation of local mechanical properties

研究代表者

小川 武史 (Ogawa, Takeshi)

青山学院大学・理工学部・教授

研究者番号：50167318

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 3,800,000円

研究成果の概要(和文)：本研究では、インデンテーション法による局所力学特性評価の高度化を行うとともに、水素容器用アルミニウム合金の湿潤ガス応力腐食割れおよび軸受け鋼の超高サイクル疲労強度に及ぼす水素の影響について検討した。インデンテーション法では、複数の三角錐圧子を用いた硬さ試験によるくぼみ観察から、塑性領域の応力-ひずみ曲線を推定する方法を開発したが、寸法効果が幾何学的に必要な転位の挙動に基づく本質的な現象であることがわかった。アルミニウム合金の応力腐食割れおよび軸受け鋼の超高サイクル疲労の破壊機構については、それぞれ別の方法を用いて検討して成果を得た。

研究成果の概要(英文)：The present study developed an improved method to estimate local mechanical properties by indentation tests and investigated the humid gas stress corrosion cracking (HG-SCC) characteristics of aluminum alloys for hydrogen containers and the effect of hydrogen on the fatigue strength of very high cycle regime. The developed indentation method enabled us to predict local stress-strain response in the plastic region in terms of the observation of dents impressed on the specimen surface. However, it was found that this method had size effect attributed to the geometrically necessary dislocation and that the behavior was essential phenomenon. Therefore, other methods were used to investigate the mechanisms of HG-SCC of aluminum alloys and the very high cycle fatigue of bearing steels.

研究分野：材料強度学

キーワード：構造・機能材料 材料強度 局所力学特性 水素助長き裂進展機構 超長寿命域 インデンテーション法

1. 研究開始当初の背景

水素を用いた燃料電池は、多くの工業製品に利用が期待されているが、二酸化炭素の排出量を抑制するという観点からは、自動車に用いることが多大な効果をもたらすと考えられている。この燃料電池電気自動車(FCEV)には、高圧水素容器を搭載することになるが、1000km近い航続距離を確保するためには、70 MPa(約700気圧)もの高圧水素ガス容器が必要となり、炭素繊維強化プラスチック(FRP)で補強されたアルミニウム合金または樹脂のライナーを用いたタイプが開発されている。容器内部の高圧水素の影響が最も重要であり、検討が進められているが、いずれの容器でも口金部はFRPの補強が及ばない構造であり、外部腐食環境の影響を受けることから、腐食疲労き裂進展(CFCG)および応力腐食割れ(SCC)が懸念される。これについては、(株)本田技術研究所からの受託研究として検討を行い、成果の報告を行った。湿潤大気中では、水素の影響と思われるSCCが認められているが、研究開始段階では、その機構は明らかでない。

研究代表者(小川)は、2013年に苫前グリーンヒルウインドパーク風車破損事故調査委員会の委員を務めた。この報告書に記載されているように、風車の軸受には多くの損傷事故が発生していることがわかった。この問題に関連して、軸受鋼のインデンテーション法による局所力学特性評価と超高サイクル疲労特性については、NTN(株)からの受託研究として検討を行い、成果の報告を行った。軸受の転がり疲労損傷は、白層と呼ばれる異常な組織が発生して、表面が剥離する現象が重要であるが、白層は水素チャージを行うと早期に発生することが知られている。NTN(株)からの受託研究においても、疲労損傷に及ぼす水素の影響をインデンテーション法によって明らかにすることを目指したが、研究開始段階ではその解明には至っていない。一方、軸受鋼の超高サイクル疲労の破壊起点において、光学顕微鏡で観察される黒い領域(ODA)が疲労強度評価の観点から重要である。ODAの発生機構についても水素が重要な役割を持っており、破壊力学的な評価方法に基づく、ODAの成長速度が水素によって加速されると推測していた。

2. 研究の目的

近年、地球温暖化の影響が一段と顕著になり、日本国内においても影響が出始めている原因の一つである二酸化炭素の発生を抑制するために、水素と自然エネルギーの利用があげられる。しかし、水素は金属材料に浸入し、脆性破壊を誘発する物質であり、疲労破壊強度も低下させる。水素を原因とした疲労破壊は、風力発電の軸受でも問題となっている。したがって、水素が疲労強度を低下させる機構を解明しておくことが必要である。研究代表者は、局所力学特性評価の試験技術としてインデンテーション法に着目して評価

法を開発してきた。本研究の目的は、この局所力学特性評価法を水素誘起破壊の機構解明に適用し、低炭素社会を実現するための実構造物および製品の開発を促進させ、安全な水素社会の実現を目指すものである。

3. 研究の方法

研究計画の段階から以下の3点を並行して進めた。

- (1) インデンテーション法による局所力学特性評価の高度化
- (2) 水素容器用アルミニウム合金のSCCに関する研究
- (3) 軸受け鋼の超高サイクル疲労強度に及ぼす水素の影響

研究目的に示したように、(1)の成果を(2)および(3)の研究に適用して破壊機構の解明を行うことを計画していたが、局所力学特性評価の限界が明らかとなり、それぞれ別の方法で(2)および(3)の破壊機構を検討した。

4. 研究成果

- (1) インデンテーション法による局所力学特性評価の高度化

従来のインデンテーション法では、試験力と圧子の押し込み深さの関係の測定に基づき、局所的な力学特性を評価してきた。しかし、圧子の変位をくぼみの深さに置き換えて計測を行うことから、試験片の作成方法、試験方法などに留意点が多く、必ずしも簡便な評価方法とはいえない。そこで、複数の三角錐圧子を用いた硬さ試験によるくぼみ観察から、塑性領域の応力-ひずみ曲線を推定する方法を開発した(雑誌論文)。

この成果から、くぼみの観察を原子間力顕微鏡などにより超微小領域で行えば、極めて局所性の高い力学特性評価が期待された。しかし、インデンテーション法には寸法効果が存在し、局所性の高い測定では高強度側の力学特性が予測された。そこで、Ni単結晶のインデンテーション試験において、走査型電子顕微鏡の結晶解析(EBSD)を用いて詳細な検討を行った結果、図1に示すように、インデンテーション法の寸法効果が幾何学的に必要な(GN)転位の挙動に基づく本質的な現象であることがわかった(雑誌論文)。

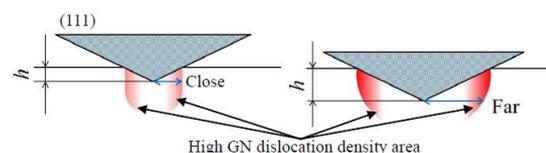


図1 インデンテーション法の寸法効果

- (2) 水素容器用アルミニウム合金のSCCに関する研究

水素容器用アルミニウム合金は、充填と消費に伴う繰返し荷重と高い内圧による静的荷重が作用し、疲労き裂進展(FCG)と応力腐食割れ(SCC)が問題となる。そこで、これら

の試験方法および代表的な材料のき裂進展特性の測定を行った(雑誌論文)。

ここで問題となるのは、FCG と SCC の相互作用が存在するか否かという点である。そこで本研究では、アルミニウム合金では湿潤環境の影響が大きいことが知られているので、乾燥空气中(相対湿度 $RH < 20\%$)と湿潤空气中($RH > 90\%$)の比較のもとに実験を進めた。平成 27 年度に超音波疲労試験機を種々の環境に適用できるように改修し、平成 28 年度に湿潤大気中と乾燥空气中の疲労き裂進展試験を行った。静的負荷装置を改造した 0.02Hz, 通常の疲労試験機による 20Hz, 超音波疲労試験機による 20kHz の疲労き裂進展特性を評価した(学会発表)。平成 29 年度には、これらの実験のデータを拡充した(学会発表)。図 2 および図 3 に 6061 合金の時間依存型および繰返し数依存型のき裂進展特性を示す。これらの結果から、SCC または FCG 機構によるき裂進展速度が高いほうの機構が支配的となることを明らかにし、破面様相にも対応関係が認められた。

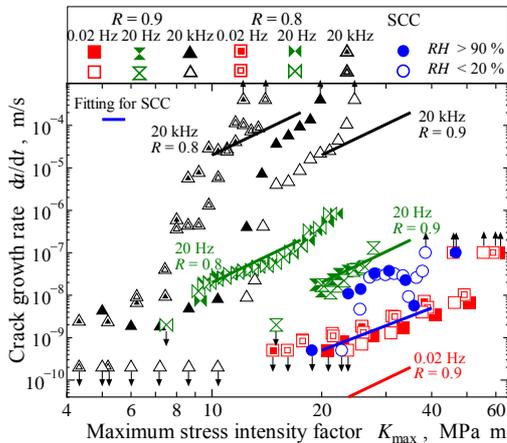


図 2 時間あたりのき裂進展速度と応力拡大係数の関係

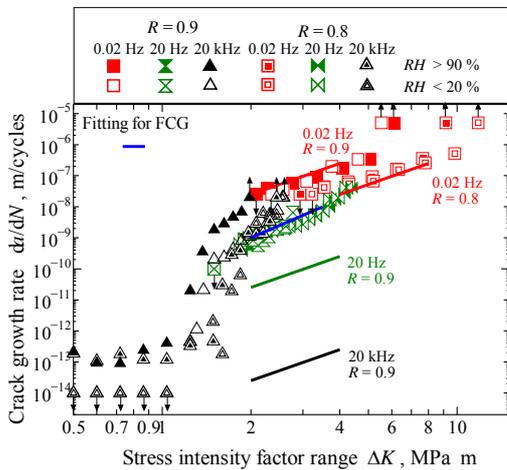


図 3 繰返し数あたりのき裂進展速度と応力拡大係数範囲の関係

長寿命域の安全性を確保するためには、候補材料の SCC 機構によるき裂進展特性を比較する必要がある。本研究では、多くの種類のアルミニウム合金について SCC 試験を行い、成果を得た(学会発表)。き裂進展速度と応力拡大係数の関係を図 4 に示す。

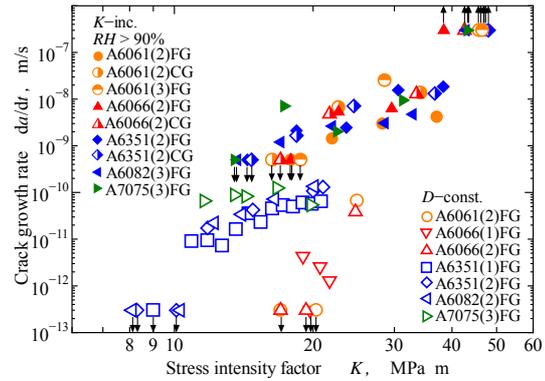


図 4 種々のアルミニウム合金の SCC 特性

(3) 軸受け鋼の超高サイクル疲労強度に及ぼす水素の影響

本研究では、多くの研究が行われている拡散性水素が疲労強度に及ぼす影響ではなく、介在物などにトラップされた非拡散性水素の影響に着目して検討を行った。このために試験片に水素チャージを行った後、1 週間以上放置して拡散性水素を取り除き、超音波疲労試験を行った。実験は 2 種類の軸受け鋼に対して行ったが、1 例として SUJ2 の S-N 曲線を図 5 に示す。水素チャージを行った試験片の疲労強度が低下しており、 10^9 回以上の繰返し荷重で破断に至る試験片が見られる。このような挙動は、ギガサイクル疲労と呼ばれる。超高サイクル領域では、疲労寿命の大部分が ODA と呼ばれる破壊起点近傍の黒く見える領域の形成に費やされることが確認された。

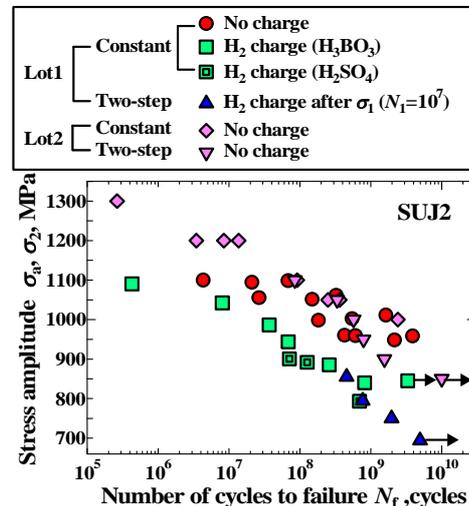


図 5 軸受け鋼 SUJ2 の S-N 曲線

著者らの提案した ODA の進展速度の推定法 (引用文献) を用いて得られた結果を図 6 に示す。水素チャージを行った場合の ODA は、低い応力振幅のもとで高い進展速度を示している。このように、非拡散性水素によっても超高サイクル領域の疲労強度は顕著な影響を受けることが明らかとなった。

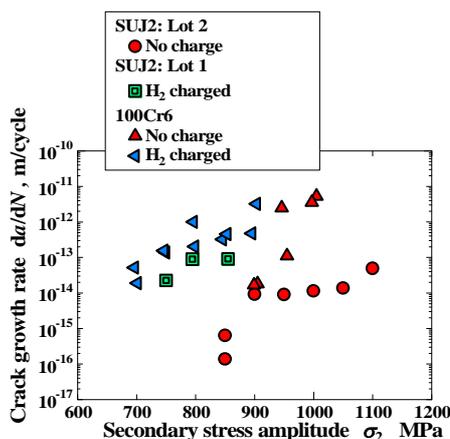


図 6 ODA の成長速度と応力振幅の関係

< 引用文献 >

Takeshi Ogawa, Stefanie E. Stanzl-Tschegg and Bernd M. Schonbauer, A Fracture Mechanics Approach to Interior Fatigue Crack Growth in the Very High Cycle Regime, Engineering Fracture Mechanics, Volume 115, (2014-1), pp.241-254.

5. 主な発表論文等

(研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線)

[雑誌論文] (計 5 件)

中島弘毅 齋藤裕樹 蓮沼将太 小川武史, 硬さ試験による炭素鋼の局所力学特性の推定と配管溶接部への適用, 圧力技術, 査読有, Vol.54, No.1 (2016-1), pp.16-24. DOI:10.11181/hpi.54.16

小川武史 蓮沼将太 渡邊翔太 寒川直輝, 金崎俊彦, 間野覚文, 宮川一夫, 水素容器用アルミニウム合金の応力腐食割れおよび疲労き裂進展の評価方法に関する研究, 圧力技術, 査読有, Vol.54, No.6 (2016-12), pp.277-288. DOI:10.11181/hpi.54.277

中島弘毅 蓮沼将太 小川武史 山谷真和, 櫻井一弥, 鋼板溶接部の引張変形挙動の測定と局所力学特性に基づく強度評価, 圧力技術, 査読有, Vol.55, No.6 (2017-11), pp.303-312. DOI:10.11181/hpi.55.303

Shota HASUNUMA, Hirohisa MIYAZAKI, Kensuke SHIMADA, Takeshi OGAWA, Investigation of the indentation size effect based on measurement of the geometrically necessary dislocation density by

electron backscatter diffraction, Mechanical Engineering Journal, 査読有, Vol. 5 (2018-4), Issue 2 Pages 17-00638. DOI:10.1299/mej.17-00638

Takeshi OGAWA, Shota HASUNUMA, Yosuke INATOMI, Natsumi YASUKOCHI and Shohei SHIGETA, The influence of hydrogen on the very high cycle fatigue property and crack growth characteristics of bearing steels, Mechanical Engineering Letters, 査読有, Vol. 4 (2018-5), Pages 18-00134. DOI: 10.1299/mel.18-00134

[学会発表] (計 6 件)

小川武史, 渡邊翔太, 川元裕介, 蓮沼将太, Al-Mg-Si 系合金の湿潤大気中応力腐食割れの評価方法, 日本機械学会 2016 年度年次大会, 2016 年 9 月.

加藤俊輔, 蓮沼将太, 小川武史, 間野覚文, 宮川一夫, 6000 系 Al 合金の湿潤大気中応力腐食割れ特性に及ぼす微小荷重変動の影響, 日本機械学会 2016 年度年次大会, 2016 年 9 月.

鈴木俊平, 蓮沼将太, 小川武史, 間野覚文, 宮川一夫, 6000 系 Al 合金の高応力比における疲労き裂進展特性の超音波疲労試験, 日本機械学会 2016 年度年次大会, 2016 年 9 月.

平野翔霸, 白輪地峻輝, 蓮沼将太, 小川武史, Al-Mg-Si 系合金の湿潤ガス応力腐食割れ特性に及ぼす化学成分の影響, 日本機械学会関東支部第 23 期総会・講演会, 2017 年 3 月.

鈴木俊平, 蓮沼将太, 小川武史, 間野覚文, 宮川一夫, 湿潤環境におけるアルミニウム合金の超低速疲労き裂進展挙動の検討, M&M2017 材料力学カンファレンス, 2017 年 10 月.

齋藤 奨, 加藤俊輔, 鈴木俊平, 蓮沼将太, 小川武史, 間野覚文, 宮川一夫, 疲労き裂進展または応力腐食割れ機構が支配的となるアルミニウム合金のき裂進展特性, M&M2017 材料力学カンファレンス, 2017 年 10 月.

6. 研究組織

(1) 研究代表者

小川 武史 (OGAWA TAKESHI)
青山学院大学・理工学部・教授
研究者番号: 50167318

(2) 研究分担者

蓮沼 将太 (HASUNUMA SHOTA)
青山学院大学・理工学部・助教
研究者番号: 50709764