

平成 30 年 5 月 29 日現在

機関番号：17401

研究種目：挑戦的萌芽研究

研究期間：2016～2017

課題番号：16K14423

研究課題名(和文) マイクロ単結晶を用いたその場観察破壊・疲労試験法の開発

研究課題名(英文) In-situ observation during fracture and fatigue testing of micro single crystal

研究代表者

峯 洋二 (Mine, Yoji)

熊本大学・大学院先端科学研究部(工)・准教授

研究者番号：90372755

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 2,900,000円

研究成果の概要(和文)：従来の材料試験法では困難であった、微細で複雑な階層組織を有する合金のき裂進展挙動を解析するため、標準的な試験片の50分の1まで縮小した超小型試験片を用いたき裂進展試験技術を開発した。この手法を用いて、先端高強度鋼の重要組織であるマルテンサイトにおける疲労き裂進展の素過程を調査した。また、水素脆化が問題となる準安定オーステナイト鋼について発達するマルテンサイトとき裂進展の関係性を明らかにした。

研究成果の概要(英文)：A conventional mechanical test is difficult to analyze the relationship between the microstructural and mechanical properties in an alloy with a complicated hierarchical microstructure. We developed micro fatigue crack growth testing technique using a specimen downsized to 1/50 from the standard compact-tension (CT) specimen. The fatigue crack growth behavior of single-packet structures was examined using small CT specimens with different habit plane orientations to elucidate the microstructural cracking in lath martensite steels. This study also focused on the martensitic transformation during fatigue crack growth in twinned crystals to elucidate the hydrogen-induced twin boundary separation in type 304 stainless steel.

研究分野：材料強度学

キーワード：構造・機能材料

1. 研究開始当初の背景

疲労過程は、き裂の発生、伝ばおよび最終破壊に分類される。特にき裂の伝ば過程を把握することは、疲労寿命を予測し、安全かつ経済的に機械構造物を使用する上で非常に重要である。一般に金属材料の疲労き裂進展は、き裂先端の微小領域における塑性変形に基づいている。しかしながら、先進高强度鋼の主要構成組織であるラスマルテンサイトの非常に微細かつ複雑な階層構造を有するものでは、疲労き裂進展の素過程を把握することが難しく、未だ機構の詳細は明らかにされていない。ところで、金属材料の機械的性質を支配する組織構成要素の寸法はサブミクロンから数十ミクロンのオーダーであるが、MEMS (Micro Electro Mechanical System) デバイスにおける微小構造体の寸法範囲と丁度一致している。そのため MEMS 用材料の評価のために開発されたマイクロ材料試験技術は、金属材料の強度特性発現機構の解明にも、威力を発揮する有効な方法である。申請者は、マイクロ引張試験技術と金属組織学的評価手法を融合させ、様々な金属材料 (マルテンサイト鋼^(1,2)、ステンレス鋼^(3,4)、Mg 合金⁽⁵⁾、Ti 合金⁽⁶⁾) の変形機構の解明に取り組んできた。その成果は独創性に優れ、国内外から注目を集めている。この手法を応用することで、目的とするメソスケールでの疲労き裂進展の素過程を観察することが可能となる。

2. 研究の目的

複雑な階層構造において微視組織要素レベルでのき裂進展機構を解明することができれば、破壊・疲労に関する新たな知見を得ることができ、安全・安心な社会の実現に大いに貢献できる。これまでは結晶粒径をサブミリまで粗大化できる材料について、ミニチュアサイズのコンパクトテンション (CT) 試験片を用いた検討により一定の成果を挙げた。しかし粗大化が困難な階層組織を有する合金のき裂進展挙動の解析には適用できない。試験片厚さを数十ミクロンまで減じた CT 試験片を用いたマイクロき裂進展試験技術の確立により、微視組織要素レベルのき裂進展挙動の観察を可能にする。電子線後方散乱回折 (EBSD) 解析や透過型電子顕微鏡 (TEM) 観察などの金属組織学的評価と組み合わせることで、力学特性と組織要素を直接関連付けて、き裂進展機構を解明する。本研究では、初年度にマイクロ疲労き裂進展試験が可能な装置の開発を行い、ラスマルテンサイト鋼から採取した組織要素についてき裂進展の素過程を観察する。次年度は、開発した装置を用いて、ラメラ組織を有する TiAl 基合金またはパーライト鋼、双晶界面を有するオーステナイト鋼または HCP 金属についてのき裂進展機構の解明に展開する。

3. 研究の方法

まず、マイクロ CT 試験片を用いた破壊試験ならびに疲労き裂進展試験の手法を確立するため、既存のマイクロ引張試験機の試験片把持部、 piezoelectric actuator のストロークならびに制御システムを変更した (図 1)。疲労試験片には図 2 に示すような形状のマイクロ CT 試験片 (幅 $W=1\text{ mm}$ 、厚さ $B=50\text{ }\mu\text{m}$) を使用した。試験片の加工はレーザ加工機で行い、切欠き先端部のみ集束イオンビーム (FIB) 加工機を用いて形成した。図 1 中の枠中に示すように、ピン (直径 $200\text{ }\mu\text{m}$) に試験片に設けた穴を引っ掛けて荷重を負荷した。加工の作業効率と応力集中を考慮して、ピン穴は図 2 に示すようなひし形形状としている。対象をゲージ長さの短いマイクロ引張試験片から CT 試験片へ変更することに伴い、piezoelectric actuator を長ストローク型のものに変更した。また、繰返し負荷のために、ファンクションジェネレータを用いて制御を行った。

階層組織を有する材料として極低炭素鋼ラスマルテンサイトを使用した。ラスマルテンサイトの構造は旧オーステナイト粒、パケット、ブロック、ラスと順に小さくなっていく。著者らの先行研究⁽¹⁾では、塑性変形が単一パケット内の晶癖面方位に強く依存することが明らかになっている。この情報を基に、き裂先端部が単一パケットで構成されるようにマイクロ試験片を採取し、切欠き方位を

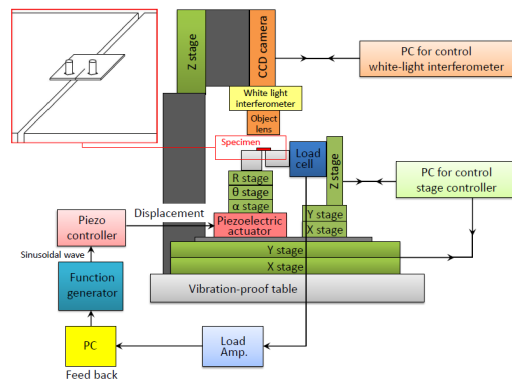


図1 マイクロCT試験片を用いたき裂進展試験機のブロック図

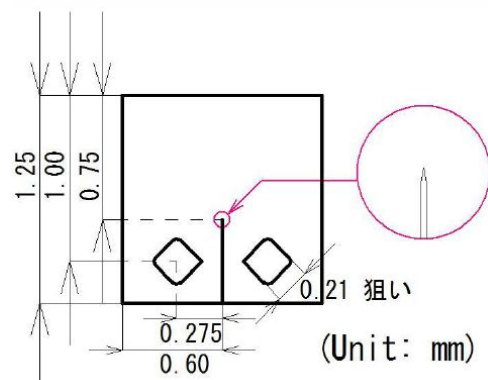


図2 マイクロCT試験片の形状

変えて疲労き裂進展試験を行い、き裂進展の晶癖面方位依存性を調査した。この際、事前にEBSD解析により方位関係を取得し、(110)極点図を用いることで、晶癖面方位の試験片厚さ方向の傾きも正確に把握した。

さらに、初期状態では単相組織ではあるが、荷重負荷を受けてマルテンサイトに変態することで、水素脆化感受性が高まることが問題となっている。準安定オーステナイト系ステンレス鋼 SUS304 についても調査を行った。特に、水素誘起双晶界面分離機構の解明に主眼を置いて研究を行うため、焼鈍双晶を含む粗大粒から切欠きが双晶境界上に配置されるようにCT試験片を採取した。

疲労き裂進展試験は室温、大気中にて、応力比 0.1、繰返し速度 1Hz で行った。また、き裂先端で活動するすべり系を調査するため、試験後のき裂先端部よりマイクロサンプリングにより試料を採取し、TEM 観察を行った。

4. 研究成果

本研究では、従来の材料試験において標準的に用いられる CT 試験片を 50 分の 1 まで縮小した超小型 CT 試験片を用いたマイクロき裂進展試験技術を確立した。

極低炭素鋼ラスマルテンサイトにおける検討では、切欠き先端におけるパケットの晶癖面と切欠き面との角度が 0° 、 70° および 90° となるように試験片を作製した（それぞれ P、I および N 試験片と称す）。P 方位では切欠き先端がブロック内、ブロック境界上に配置された 2 種類の試験片を作製した（それぞれ P_{SB} および P_{BB} 試験片と称す）。I 試験片は他の試験片に比べて最大で 1 桁低い疲労き裂進展速度を示した。 $K > 6 \text{ MPa m}^{1/2}$ において、P_{SB} 試験片は P_{BB} 試験片に比べて高いき裂進展抵抗を示した。き裂進展経路を観察したところ、P_{SB} 試験片ではき裂が分岐と偏向を繰返し進展し、P_{BB} 試験片ではブロック境界に沿ってき裂進展した。I 試験片ではモード I き裂進展方向とほぼ平行にき裂進展したのに対し、N 試験片では切欠き方向から約 80° 偏向した。破面観察の結果、P_{SB}、P_{BB} および I 試験片ではストライエーション状模様が観察された。P_{SB} 試験片においてブロック内でき裂の停滞が確認され、そのときの塑性域はブロック幅と同程度であった。このことより、き裂の分岐、偏向といった外生的要素だけでなくブロック境界による塑性拘束といった内生的要素もき裂進展抵抗の増加に寄与していると考えられる。

オーステナイト系ステンレス鋼 SUS304 における水素誘起双晶界面分離に関する検討では、切欠き面//双晶界面(111)および切欠き方向//[$-1-12$]となるように双晶界面を配置した。水素チャージは pH = 3.5 の硫酸水溶液を用いて、電流密度 27 Am^{-2} 、液温 353K にて陰極チャージ法により行った。未チャージ材において、初期にはき裂は双晶界面に平

行に進展したが、徐々にモード 進展方向から反れて、片方の結晶粒の中を進展した。一方、水素チャージ材では、き裂は一貫して双晶界面に沿って進展した。未チャージ材の破面はラス状の形態を成しており、一方向に並んだステップが観察された。切欠き方向とステップの角度は、形成されたマルテンサイトの晶癖面トレースの角度と一致していた。破面から FIB を用いてサンプリングし、TEM 観察を行った結果、破面直下では、マルテンサイト組織が観察された。また、マルテンサイト中にはセル構造の発達も認められた。このことは、未チャージ材において、き裂前方に形成されたマルテンサイト中をき裂が進展したことを示唆している。一方、水素チャージ材では、{111}との交線に対応するステップを伴う平坦破面が形成された。両破面に対し電子線後方散乱回折 (EBSD) を用いて方位解析を行い、マッチングをとったところ、オーステナイトとマルテンサイトの組合せと、互いに異なる晶癖面をもつマルテンサイト同士の組合せが観察された。このことは、水素チャージ材における双晶界面分離では、マルテンサイト変態は有効なき裂先端応力遮へい効果をもたらさないことを意味している。

さらに、同様に階層組織をもつ Ti-6Al-4V ラメラ合金についても展開している。本合金は、最密六方構造 (HCP) をもつ 相と体心立方構造 (BCC) をもつ 相からなる二相合金であるが、両相には決まった結晶方位関係があることが知られている⁽⁷⁾ため、相の結晶方位に留意して試験片の切り出し方位を決定し、検討を開始した。

以上のように、従来の試験法ではき裂進展挙動の解析ができなかった粗大化が困難な階層組織を有する合金について、微視組織要素レベルのき裂進展挙動の観察を可能にするとともに、電子線後方散乱回折 (EBSD) 解析や透過型電子顕微鏡 (TEM) 観察などの金属組織学的評価と組み合わせることで、力学特性と組織要素を直接関連付けて、き裂進展機構を解明することが可能になった。

< 引用文献 >

- (1) Y. Mine, K. Hirashita, H. Takashima, M. Matsuda, K. Takashima, Micro-tension behaviour of lath martensite structures of carbon steel, Mater. Sci. Eng. A 560 (2013) 535-544.
- (2) Y. Mine, H. Takashima, M. Matsuda, K. Takashima: Microtension behaviour of lenticular martensite structure of Fe-30 mass% Ni alloy, Mater. Sci. Eng. A, 618 (2014) 359-367.
- (3) Y. Mine, K. Hirashita, M. Matsuda, K. Takashima, Martensite formation in hydrogen-containing metastable austenitic stainless steel during micro-tension testing, Metall. Mater.

- Trans. A 42 (2011) 3567-3571.
- (4) Y. Mine, K. Hirashita, M. Matsuda, M. Otsu, K. Takashima, Effect of hydrogen on tensile behaviour of micrometre-sized specimen fabricated from a metastable austenitic stainless steel, Corros. Sci. 53 (2011) 529-533.
 - (5) Y. Mine, R. Maezono, H. Oda, M. Yamasaki, Y. Kawamura, K. Takashima, Deformation behavior of long-period stacking ordered structured single crystals in Mg85Zn6Y9 Alloy, Mater. Trans. 56 (2015) 952-956.
 - (6) Y. Mine, H. Fujisaki, M. Matsuda, M. Takeyama, K. Takashima, Microtension behaviour of TiAl polysynthetically-twinned crystals with 0°- and 90°-oriented lamellae, Scr. Mater. 65 (2011) 707-710.
 - (7) W.G. Burgers, On the process of transition of the cubic-body-centered modification into the hexagonal-close-packed modification of zirconium, Physica 1 (1934) 561-586.

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2件)

- (1) S. Ueki, Y. Mine, K. Takashima, Crystallographic study of hydrogen-induced twin boundary separation in type 304 stainless steel under cyclic loading, Corros. Sci. 129 (2017) 205-213. 査読有
DOI: 10.1016/j.corosci.2017.10.013
- (2) Y. Mine, N. Horita, Z. Horita, K. Takashima, Effect of ultrafine grain refinement on hydrogen embrittlement of metastable austenitic stainless steel, Int. J. Hydrogen Energy 42 (2017) 15415-15425. 査読有
DOI: 10.1016/j.ijhydene.2017.04.249

[学会発表](計21件)

- (1) 片島俊介, 峯 洋二, 高島和希, 微小試験片を用いたTi-6Al-4Vラメラ合金における疲労き裂進展機構の調査, 日本鉄鋼協会第175回春季講演大会, 千葉工業大学新習志野キャンパス(千葉県・習志野市), 2018.03.20
- (2) 峯 洋二, 松村卓哉, 森戸茂一, 高島和希, 極低炭素鋼ラスマルテンサイトにおける疲労き裂進展機構の結晶学的考察, 日本金属学会2018年春季講演大会, 千葉工業大学新習志野キャンパス(千葉県・習志野市), 2018.03.20
- (3) 峯 洋二, 高島和希, マイクロ引張試験によるSUS304単結晶および超微細粒に

おける水素脆化挙動の評価, 日本金属学会2017年秋季講演大会, 北海道大学札幌キャンパス(北海道・札幌市), 2017.09.08

- (4) Y. Mine, Z. Horita, K. Takashima, Hydrogen embrittlement of type 304 austenitic stainless steel and effect of ultrafine grain refinement, The 15th International Conference on Advanced Materials, Kyoto (Japan), 2017.09.01
- (5) Y. Mine, T. Matsumura, K. Takashima, Crystallographic orientation dependence of fatigue crack growth in lath martensite of carbon steel, FiMPART2017, Bordeaux (France), 2017.07.10
- (6) Y. Mine, K. Kwak, T. Mayama, K. Takashima, Microtensile behaviour of lath martensite structures in medium carbon steels, FiMPART2017, Bordeaux (France), 2017.07.10
- (7) Y. Mine, S. Ueki, K. Takashima, Crystallographic study of hydrogen-induced fatigue crack growth in type 304 austenitic stainless steel, Materials Science and Engineering Congress 2016 (MSE2016), Darmstadt (Germany), 2016.9.29
- (8) Y. Mine, O. Kraft, K. Takashima, Characterization of hydrogen embrittlement of metastable austenitic stainless steel using micro-tensile testing, THERMEC2016, Graz (Austria), 2016.05.
- (9) Y. Mine, T. Matsumura, S. Ueki, K. Takashima, Anisotropic plasticity and crystallographic fatigue crack growth in lath martensite structures of carbon steel, THERMEC2016, Graz (Austria), 2016.05.

[その他]

ホームページ等

<http://www.msre.kumamoto-u.ac.jp/~senta/n/>

6. 研究組織

- (1) 研究代表者
峯 洋二 (MINE YOJI)
熊本大学・大学院先端科学研究部・准教授
研究者番号: 90372755
- (2) 研究分担者
高島和希 (TAKASHIMA KAZUKI)
熊本大学・大学院先端科学研究部・教授
研究者番号: 60163193