

令和 4 年 6 月 20 日現在

機関番号：32678

研究種目：若手研究

研究期間：2019～2021

課題番号：19K14848

研究課題名（和文）X線回折法を用いた疲労損傷の早期非破壊評価法の開発

研究課題名（英文）Development of fatigue damage evaluation in the early stage using X-ray diffraction

研究代表者

熊谷 正芳（Kumagai, Masayoshi）

東京都市大学・理工学部・准教授

研究者番号：20582498

交付決定額（研究期間全体）：（直接経費） 3,000,000円

研究成果の概要（和文）：オーステナイトステンレス鋼を対象に、低サイクル疲労を模擬して繰返し負荷を加え、その際の転位組織の変化を中性子を用いたラインプロファイル解析により評価した。繰返しに応じて変化する転位組織を転位密度に加えて、転位キャラクターや配置パラメータと併せて考察することで、その形態を予測できる可能性を示した。また、マクロ的には単調に加工硬化するが、母相のオーステナイト相は加工硬化から軟化に転じた。このとき加工誘起変態によりマルテンサイトが形成され、この相が応力を負担していることを示した。これらのことによりX線や中性子の回折を用いた疲労損傷評価への適用可能性が示された。

研究成果の学術的意義や社会的意義

機械構造物を設計する際にはその疲労寿命を予測し、使用期間中に破壊に至らない様に設計されるが、実使用環境においては予想外の負荷が加わるなど必ずしも予測通りの寿命とはならない。そのため、実際の部材の状態を評価し、安全性を担保することが欠かせない。そのため疲労損傷評価・余寿命予測などが行われるが既存の検査・評価手法は使用中の部材の疲労損傷評価はき裂の検出などによる方法がほとんどである。本研究で用いたX線や中性子回折を用いた材料の微視組織評価にもとづく方法が実用化されれば、き裂発生前段階の疲労損傷評価法として経済性安全性の観点から社会に貢献が期待できる。

研究成果の概要（英文）：Neutron diffraction was used to study dislocation structure in austenitic stainless steel exposed to low cycle fatigue. Dislocation character and arrangement parameter, as well as dislocation density, were determined to show morphological aspects of dislocation structure that changed with cyclic loading. Its morphology can be predicted by combining those parameters. Furthermore, even though the material was work hardened in macroscopically, it was work softened after work hardening in the austenite. In the latter stage, deformation-induced-transformation formed martensite and the phase shared stress. Overall, it has been demonstrated that X-rays and neutron diffraction are useful techniques for assessing fatigue damage.

研究分野：材料強度評価

キーワード：低サイクル疲労 疲労損傷 転位組織 X線回折 中性子回折 ラインプロファイル解析

1. 研究開始当初の背景

機械構造物を設計する際にはその疲労寿命を予測し、使用期間中に破壊に至らない様に設計されるが、実使用環境においては予想外の負荷が加わるなど必ずしも予測通りの寿命とはならない。そのため、実際の部材の状態を評価し、安全性を担保することが欠かせない。特に高い安全性が求められる機械構造物においては、不意に生じる大きな負荷による損傷についても把握し、安全に運用がなされなければならない。そのため疲労損傷評価・余寿命予測などが行われるが既存の検査・評価手法は使用中の部材の疲労損傷評価はき裂の検出などによる方法がほとんどである。しかし、比較的大きな負荷の繰り返しによって生じる低サイクル疲労では、き裂発生後破壊までの猶予が少ない、高サイクル疲労においてもき裂発生前に部材に蓄積された損傷を評価できれば余裕を持った計画的な対応が可能となる。

一般に金属材料の疲労は転位の蓄積により微視的なき裂が発生し、それが成長することで破壊に至ると考えられており、転位の蓄積具合などを何らかの方法で評価することができれば、き裂発生前の疲労損傷評価が可能となると考える。材料の研究開発には透過電子顕微鏡 (TEM) を用いた転位組織の観察が広く行われている[1-3]。一方、結晶材料に X 線を照射して得られる X 線回折強度曲線 (ラインプロファイル) は転位密度に代表される材料組織に応じてその形状が変化する。そのためこの形状変化から疲労損傷評価を行う試みが古くから試みられている[4]。しかし、指標として用いられてきた回折 X 線の半価幅は測定系や被測定物の形状など様々な情報を含んだ値であり、必ずしも疲労の指標となる微視組織の物理量を表していないことなどから未だ実現には至っていない。そのため、本研究では疲労損傷のクライテリアとなる微視組織を定量的に評価することが可能な X 線回折強度曲線の逆解析手法 (ラインプロファイル解析) [5-8] を適用することを考えた。ただし、一般に金属材料に負荷が加わると材料中の転位が増加し加工硬化が生じることが多いが、材料や負荷条件によっては繰り返し負荷により軟化が生じる場合もあるなど、単純に転位密度のみを評価しただけでは疲労損傷の程度を把握したことにはならないという課題があり、単純に転位密度のみを評価するのではなく、転位配置の不均一さなど他の状態も併せた評価が必要となる。

2. 研究の目的

本研究においては評価法構築のための基礎研究として、疲労損傷とラインプロファイル解析により得られる微視組織の物理量との関係を明らかにすることを目的としている。なお、本課題はき裂発生前の損傷評価の重要性が高く、かつ転位密度など微視組織の変化が顕著であるなどラインプロファイル解析法を利用することの価値が大きいと考えられる低サイクル疲労を対象とする。また、同疲労が問題となるような機械構造物の代表的材料であるオーステナイトステンレス鋼を対象とする。

3. 研究の方法

(1) 繰り返し負荷および中性子測定

供試材にはオーステナイトステンレス鋼を使用した。固溶化処理した丸棒を機械加工により加工した。引張試験による 0.2%耐力は 247 MPa、引張強さは 581 MPa である。繰り返し負荷および中性子測定は大強度陽子加速器施設 J-PARC の物質・生命科学実験施設 MLF の BL19 (匠) で行った。Fig. 1 に示す様に中性子のビームパス上に引張圧縮試験機を置き、試験片長手方向がビームパスに対して 45°の角度となるようにした。回折線の検出器はビームパスに対して左右 90°方向に設置し、試験片長手方向および半径方向の成分の測定を行った。繰り返し負荷はボールねじ式の引張圧縮試験機により、変位速度を 1mm/min として行った。ひずみ振幅は引張と圧縮それぞれ 1.5%とし、試験片に取り付けた伸び計によって制御した。最大繰り返し数は破断繰り返し数近くの 250 回とした。中性子測定は任意回数の繰り返し負荷後に負荷応力が 0 の位置で一旦停止し、およそ 20 分の回折線蓄積を行った。

(2) ラインプロファイル解析

中性子実験により取得したラインプロファイルは Convolutional Multiple Whole Profile (CMWP) Fitting 法ソフトウェア[9,10]を用い

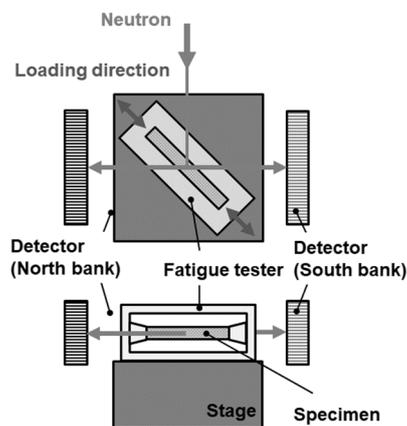


Fig. 1 Schematic illustration of the set-up for cyclic loading and neutron diffraction experiment.

て解析を行った。同法では測定されたラインプロファイル I^{meas} は転位密度などの物理量によって決まる理論的なラインプロファイル I^{theo} と測定系に起因したラインプロファイル I^{inst} の畳み込みにバックグラウンド I^{BG} を加えたものと等しいとして、次式で表される I^{theo} のパラメータを最適化することで解を得ることができる。

$$I^{\text{meas}} = I^{\text{theo}} * I^{\text{inst}} + I^{\text{BG}} \quad (1)$$

なお、この解析では転位密度 ρ の他、転位のキャラクター（刃状転位とらせん転位の構成比による） q 、結晶子サイズ d 、転位の配置パラメータ M を得た。解析に用いた散乱ベクトル K ($=1/d$ 、 d : 格子面間隔) の範囲はおおよそ $K = 4\text{--}13 \text{ nm}^{-1}$ の範囲で行い、 γFe の 110 回折から 420 回折の 10 個のピークを用いた。また、顕著な $\alpha^*\text{Fe}$ の回折が存在した場合にはその回折ピークを解析に含めた。測定系によるラインプロファイルには LaB_6 粉末の測定データを用いた。

(3) 透過電子顕微鏡観察

(2) のラインプロファイル解析により得られた結果より、特徴的な転位組織を呈していると予測される任意の繰返し数 ($N = 0, 10, 30, 100, 250$) 負荷した試料を(1)と同条件で作製し、試験片長手方向に直交する様にタブレット状に切断後、機械研磨および電解研磨により観察試料を作製し、TEM による転位組織の観察を行った。

4. 研究成果

Fig.2 に各繰返し数におけるひずみと負荷応力の最大値を示す。ひずみは繰返し数に対して 1.5% で一定となっており、負荷応力は繰返しごとに増加の傾向があることがわかる。1 サイクル目の負荷応力は 273 MPa であり、引張試験により得られた 0.2% を超えている。その後、負荷応力は繰返し数 10 回にかけて急激に増加し、以後、緩やかに増加し続けた。最終の繰返し数 250 回においてはおよそ 520 MPa であった。

Fig.3 に中性子測定により得られたラインプロファイルの代表例（繰返し数 $N = 0, 1, 10, 100, 250$ ）を示す。無負荷時の回折プロファイルはシャープであるが、繰返し負荷に応じて幅広がりが見られた。また、繰返し数の増加に伴い加工誘起と考えられる bcc の回折ピークが現れた。同様に得られた任意の回数ごとのラインプロファイルを解析した転位密度および転位キャラクター、配置パラメータ、結晶子サイズの各結果を Fig.4 に示す。負荷前の転位密度は $0.5 \times 10^{14} \text{ m}^{-2}$ であり、繰返し 50 回程度までは繰返し毎に転位密度が増加し $7 \times 10^{14} \text{ m}^{-2}$ 程度となった。興味深いことに繰返し数 50 回程度で転位密度は最大となり、その後は緩やかに低下し、繰返し数 250 回で $5.7 \times 10^{13} \text{ m}^{-2}$ となった。転位キャラクターの変化からは初期状態においては刃状転位成分が支配的であったが、繰返し数の増加に伴いらせん転位成分の割合が増加し、繰返し数 30 回程度でピークを迎え、その後再びらせん転位成分が減少し刃状転位成分が増加する傾向となった。また、転位の配置パラメータは初期状態においては十分大きな値であったものが繰返し数の増加に伴い低下し、繰返し数 30~50 回程度で最少となり、その後緩やかに増加する傾向となった。結晶子サイズは初期状態では十分大きく、繰返し数の増加に伴い減少し、繰返し数 50 回程度で最少となった。その後、繰返し数の増加に伴い緩やかに大きくなった。初期状態である固溶化処理された供試材は熱処理により完全に再結晶しており転位密度が非常に少なくかつ小傾角粒界などもほとんど存在しない初期状態であり、塑性変形を伴う繰返し負荷が加えられたことにより、繰返し数 50 回程度までは転位が増殖し、それに伴って結晶子サイズも減少したと説明できる。このことは、TEM 観察結果とも一致した。ここで、転位密度は $N = 50$ 程度で最大となったが、転位キャラクターを考慮してみると、らせん転位成分の密度はそれよりも早い $N = 30$ 程度で最大を迎え、低下し始めている (Fig.5 参照)。一方で刃状転位成分は $N = 30$ 程度までは初期状態から変化がほとんどない (つまり、 $N \leq 30$ での転位密度の増加はらせん転位成分の増加による) が、 $N = 30$ を超える

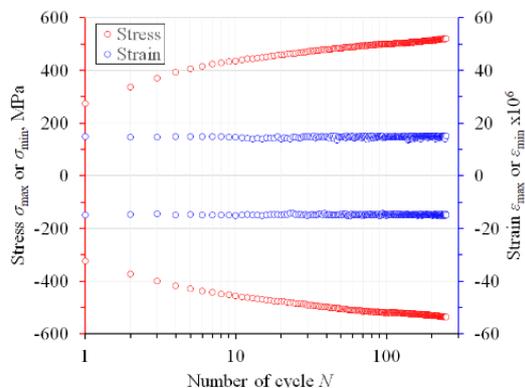


Fig. 2 Strain and stress responses at maximum and minimum loading in each cycle [11].

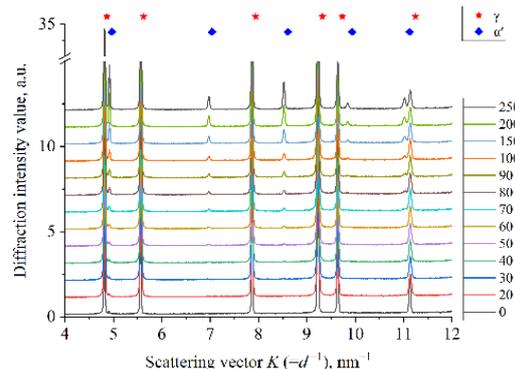


Fig. 3 Diffraction profiles corresponding to various numbers of cycles [11].

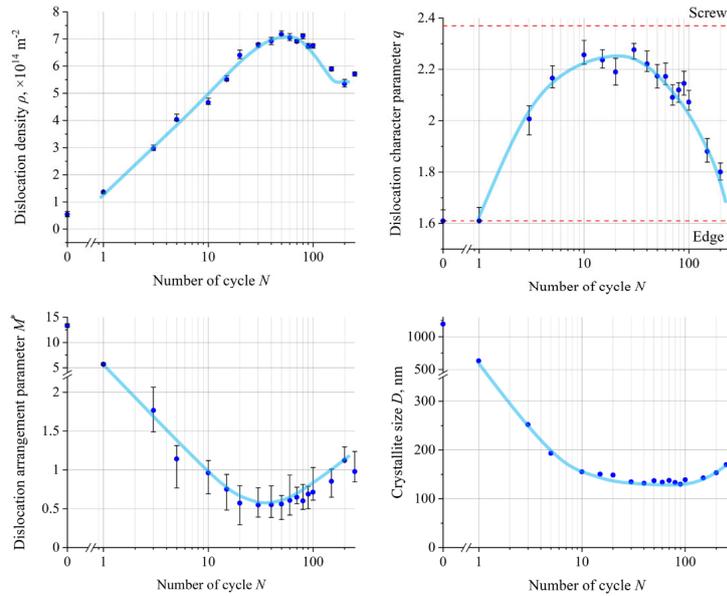


Fig. 4 Computed values of microstructure at each cyclic number in austenite phase: Dislocation density (ρ), dislocation character (q), dislocation arrangement parameter (M^*), and crystallite size (D) [11].

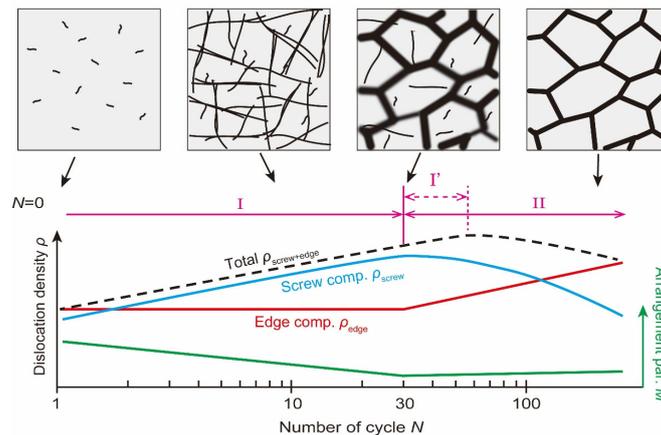


Fig. 5 Schematic of the dislocation structure and the variation of physical parameters obtained via line profile analysis (LPA) [11].

と、増加し始め単調増加することがわかる。このことと転位配置パラメータの変化傾向を併せて考えると、初期状態からの疲労初期状態においてはらせん転位の絡み合いなどによって転位が密度配置に疎密を生じながら転位密度が増加していき、セル組織へ移行していく過程であり、その後 $N=30$ を超えると、らせん転位は交差すべりにより減少する一方、刃状転位はダイポールによるセルウォールを形成して、減少はせずに増加していくと考えられる。

ところで、繰返し負荷によって変化する負荷応力は単調増加 (Fig.2) していたにもかかわらず、転位密度はいったん増加した後に減少に転じた (Fig.4)。一般に塑性変形を伴う繰返し負荷による最大応力の増加は転位密度の増加に伴う加工硬化が原因であると考えられる。加工硬化による降伏応力の変化は Bailey-Hirsch の関係[12]で説明できることから、最大応力が降伏応力に対応しているとして最大応力と転位密度の平方根の関係を Fig.6 にまとめた。繰返し数 50 回以下のデータ (図中の中実丸印) は転位密度の平方根 $\rho^{1/2}$ に対する最大応力 σ_{\max} は直線で近似できており、Bailey-Hirsch の関係で表される転位密度の増加による加工硬化によって最大応力が増加したことがわかる。一方で繰返し数が 50 回を超えた転位密度の減少領域では、この直線から外れ、転位密度が減少しながら緩やかに最大応力が増加する傾向がみられる。転位密度の減少については前述の転位消滅プロセスなどが考えられるが、転位密度の減少と降伏応力の増加は相反する現象である。そのため、転位強化とは別の強化機構が働き、転位密度の低下分と併せてマクロな降伏応力を上昇させたと推測できる。Fig.3 の回折プロファイルからもわかるように、繰返し数の増加に伴い、マルテンサイトの回折強度が顕在化していることから、マルテンサイト相がオーステナイト相に代わって応力を負担した可能性が考えられる。そこで、 $N \leq 50$ で得られた転位密度と最大応力の関係を用いて、 $N > 50$ におけるオーステナイトの応力負担を見積もり、マルテ

ンサイトとオーステナイトの体積分率からマルテンサイトの応力負担分を見積もった[11]。なお、マルテンサイトの応力負担は一定で繰返し負荷により変化しないものとした。その結果、マルテンサイトの応力負担は約 1 GPa となり、Fig.7 に示す様に、繰返し数によるマクロな最大応力の増加に対応した結果を得ることができた。つまり、オーステナイトは加工硬化後、軟化するが加工誘起マルテンサイトが応力負担することによってマクロ的には加工硬化しているということがわかる。このことはマクロな疲労試験では顕在化しないため、加工誘起変態を伴う材料においては注意が必要なることを示唆している。なお、マルテンサイトの応力負担見積もりの妥当性については引き続き検討を進めており、その成果を学会発表および論文発表の予定である。

以上の通りオーステナイトステンレス鋼 SUS316L に塑性変形を伴う引張圧縮ひずみ 1.5% の繰返し負荷をし、それに伴う転位密度など微視組織の変化を中性子を用いたラインプロファイルによる解析を行った。その結果、繰返し数の増加に伴って転位密度は増加、結晶子サイズは減少した。この傾向は繰返し数の比較的初期段階（繰返し数 50 回）で変化し、転位密度と結晶子サイズはそれぞれ緩やかに減少および大きくなった。負荷時の最大応力の繰返し数ごとの増加は転位密度の増加による加工硬化によるものと説明できる。繰返し数 50 回以降の転位密度の減少および結晶子サイズの粗大化は高密度転位領域における転位の消滅によって生じていると推測される。また、繰返し数 50 回以降の最大応力の増大は転位密度の変化からは説明できず、加工誘起マルテンサイトによる応力負担による。

参考文献

- [1] C.E. Feltner, C. Laird, *Acta Metall.* 15 (1967) 1633–1653. [https://doi.org/10.1016/0001-6160\(67\)90138-1](https://doi.org/10.1016/0001-6160(67)90138-1).
- [2] D. Ye, S. Matsuoka, N. Nagashima, N. Suzuki, *Mater. Sci. Eng. A.* 415 (2006) 104–117. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2005.09.081>.
- [3] M.S. Pham, C. Solenthaler, K.G.F. Janssens, S.R. Holdsworth, *Mater. Sci. Eng. A.* 528 (2011) 3261–3269. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2011.01.015>.
- [4] X線材料強度部門委員会第2分科会, *材料.* 19 (1970) 714–721. <https://doi.org/10.2472/jsms.19.714>.
- [5] B.E. Warren, *X-Ray Diffraction*, Dover Publications, New York, 1990.
- [6] E.J. Mittemeijer, U. Welzel, *Modern Diffraction Methods*, Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim, Germany, 2012. <https://doi.org/10.1002/9783527649884>.
- [7] T. Ungár, A. Borbély, *Appl. Phys. Lett.* 69 (1996) 3173–3175. <https://doi.org/10.1063/1.117951>.
- [8] 熊谷, 横山, *材料.* 69 (2020) 277–283. <https://doi.org/10.2472/jsms.69.421>.
- [9] G. Ribárik, T. Ungár, J. Gubicza, *J. Appl. Crystallogr.* 34 (2001) 669–676. <https://doi.org/10.1107/S0021889801011451>.
- [10] G. Ribárik, B. Jóni, T. Ungár, *J. Mater. Sci. Technol.* 35 (2019) 1508–1514. <https://doi.org/10.1016/j.jmst.2019.01.014>.
- [11] M. Kumagai, K. Akita, M. Kuroda, S. Harjo, *Mater. Sci. Eng. A.* (2021) 141582. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2021.141582>.
- [12] J.E. Bailey, P.B. Hirsch, *Philos. Mag.* 5 (1960) 485–497. <https://doi.org/10.1080/14786436008238300>.

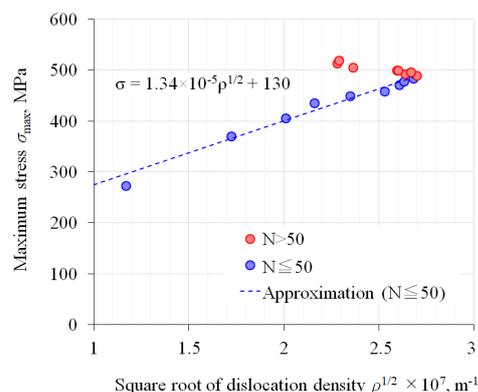


Fig. 6 Relationship between the maximum stress and the square root of the dislocation density [11].

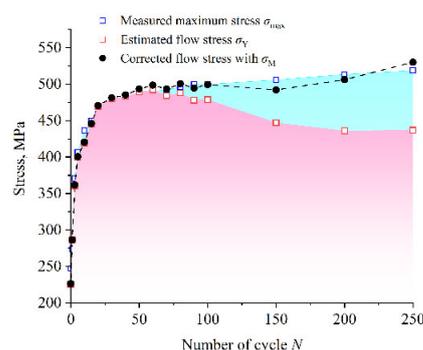


Fig. 7 Estimation of flow stress with/without the strength of the martensitic phase [11].

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計1件（うち査読付論文 1件 / うち国際共著 0件 / うちオープンアクセス 1件）

1. 著者名 Kumagai Masayoshi, Akita Koichi, Kuroda Masatoshi, Harjo Stefanus	4. 巻 820
2. 論文標題 In situ diffraction characterization on microstructure evolution in austenitic stainless steel during cyclic plastic deformation and its relation to the mechanical response	5. 発行年 2021年
3. 雑誌名 Materials Science and Engineering: A	6. 最初と最後の頁 141582 ~ 141582
掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） 10.1016/j.msea.2021.141582	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスとしている（また、その予定である）	国際共著 -

〔学会発表〕 計2件（うち招待講演 0件 / うち国際学会 0件）

1. 発表者名 熊谷正芳, 秋田貢一, 黒田雅利, ステファヌス ハルヨ
2. 発表標題 中性子回折によるオーステナイトステンレス鋼の低サイクル疲労損傷評価
3. 学会等名 第54回X線材料強度に関するシンポジウム
4. 発表年 2020年

1. 発表者名 熊谷正芳, 秋田貢一, 黒田雅利, ステファヌス ハルヨ
2. 発表標題 塑性ひずみを繰返し付与したオーステナイトステンレス鋼の微視組織変化
3. 学会等名 日本鉄鋼協会2021年春季講演大会
4. 発表年 2021年

〔図書〕 計0件

〔産業財産権〕

〔その他〕

6. 研究組織

氏名 (ローマ字氏名) (研究者番号)	所属研究機関・部局・職 (機関番号)	備考
---------------------------	-----------------------	----

7. 科研費を使用して開催した国際研究集会

〔国際研究集会〕 計0件

8 . 本研究に関連して実施した国際共同研究の実施状況

共同研究相手国	相手方研究機関
---------	---------