

令和 3 年 6 月 11 日現在

機関番号：32689

研究種目：挑戦的研究（萌芽）

研究期間：2019～2020

課題番号：19K21925

研究課題名（和文）電子風力場制御による金属疲労損傷治癒技術の開発と金属原子再配列・再結合機構の解明

研究課題名（英文）Development of fatigue damage healing technology of metals by electron wind force control and elucidation of atom rearrangement and recombination mechanism

研究代表者

細井 厚志（Hosoi, Atsushi）

早稲田大学・理工学術院・教授

研究者番号：60424800

交付決定額（研究期間全体）：（直接経費） 4,900,000円

研究成果の概要（和文）：高密度電流場制御による金属材料の疲労損傷及びき裂治癒を実現し、そのメカニズムを解明することを目的とした。高密度電流印加によって、金属材料表面の突き出しの成長を遅らせることができることを明らかにした。電流印加によって、PSBのchannelに存在する原子空孔に作用することで原子空孔密度を低下させ、突き出しの成長を抑制させる可能性があることを示した。また、疲労き裂に対するパルス電流の効果として、き裂部周辺の熱圧縮応力が作用し、き裂閉口やき裂面間架橋が生じて、応力拡大係数を減少することが示された。

研究成果の学術的意義や社会的意義

本研究の成果により、金属材料にパルス電流を印加することで疲労き裂発生が遅延や発生したき裂の治癒の可能性が示された。電流は抵抗の低いところを選択的に流れることから微小欠陥やき裂を迂回するため、その先端に高密度電流場が形成される。つまり損傷部に選択的に電流の効果が付与することができる利点がある。

研究成果の概要（英文）：Fatigue damage and crack healing of metallic materials were achieved by controlling high-density current field, and its mechanism was investigated. It was found that the growth of extrusion on the surface of metallic materials could be retarded by applying high-density current. It was shown that the current application could reduce the atomic vacancy density by acting on atomic vacancies in the channel of the PSB, and thus suppress the growth of the extrusion. It was also shown that the effect of pulsed current on fatigue cracks is to reduce the stress intensity factor by acting on the thermal compressive stress around the crack, resulting in crack closure and inter-plane bridging.

研究分野：材料力学、破壊力学

キーワード：疲労き裂治癒 高密度電流

### 1. 研究開始当初の背景

材料の損傷治癒技術はこれまで高分子やセラミックス材料を中心に研究開発がなされてきた。その治癒方法は予め損傷治癒媒質を材料に埋め込み、き裂が生じるとき裂治癒媒質の化学反応によってき裂を埋めるという手法が一般的である。一方、金属疲労における損傷治癒技術は未だ確立されていない。その理由は金属内部にき裂治癒媒質を入れる材料開発が困難なことや、疲労き裂においてはき裂表面に酸化膜が形成され、塑性変形や欠陥は一般に非可逆性を示すためである。そもそも、現在問題になっている老朽化した実構造物の金属材料にはき裂治癒媒質は含まれていないため、き裂治癒媒質を用いることなく外部エネルギーの付与によって疲労損傷を現場で治癒できるこれまでに無い新しい技術が必要である。

### 2. 研究の目的

研究代表者はこれまで疲労き裂治癒に関する研究を行ってきたが、電子風力による転位の消失機構が未解明であることや、き裂表面の酸化膜によりき裂治癒が阻害されるという課題があった。本研究は高密度電流場を制御することによる疲労損傷の治癒及びそのメカニズムを解明することを目的とした。

### 3. 研究の方法

#### 3.1 疲労損傷治癒

試験材料には純銅を用いた。試験片は図1に示すようなダンベル型の試験片とした。試験片加工時に発生した残留応力を除去するために700°Cで焼鈍し処理を施した。熱処理後試験片表面に形成された酸化被膜を除去し、試験片表面を平滑化することを目的として電解研磨を実施した。

試験片表面に突き出しを発生させることを目的として疲労試験を実施した。油圧式疲労試験機 (EHF-EV20kN 1-020-0A, SHIMADZU Corp.) を使用した。試験は変位制御にて実施し、変位比  $R=u_{max}/u_{min}=-1$ 、周波数 5Hz、変位振幅は 0.05mm とした。圧縮荷重時の座屈を防止するために標点間を 10mm とし試験を実施した。

疲労試験によって試験片表面に形成された突き出しの成長を追跡することを目的として原子間力顕微鏡 (AFM) を用いて突き出しの観察を行った。AFM 観察は疲労試験前後、電流印加前後に実施することで電流印加が突き出しの成長に与える影響の調査を行った。各サイクルにおける試験片表面をレプリカ法により保存し、AFM 観察を実施した。観察を行ったサイクル数はそれぞれ、 $N=0, 1.0 \times 10^3, 2.0 \times 10^3, 3.0 \times 10^3, 4.0 \times 10^3, 5.0 \times 10^3$  cycles である。

疲労特性の改善を目的として電流印加を実施した。図1に示した試験片の丸穴に電極を差し込み、電流の流れる方向が左の電極から右の電極となるように電流印加を施した。印加した電流は直流のパルス電流であり、その条件は  $50A/mm^2, 1ms \times 1$  回である。電流印加は上記の AFM 観察時に取り外した際の実施し、電流印加前後の様子をレプリカフィルムに保存した後、AFM 観察を行った。

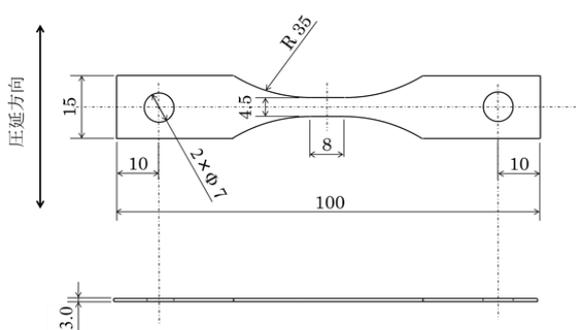


Fig. 1 Geometry and dimension of specimen

#### 3.2 疲労き裂治癒

疲労き裂治癒には鉄鋼材料を用いた。実験は Compact tension 試験片を用いて試験を行い、疲労試験により最大試験力  $P_{max}=2.0kN$ 、応力比  $R=0.05$ 、周波数  $f=10Hz$  の条件の下、予き裂長さ  $a=7mm$  導入し、その後圧縮力を付与しながら  $I=9.0kA, t=5.0msec$  の電流印加を施す治癒処理を行った。治癒処理が完了した試験片について、治癒処理前に導入した予き裂を超える長さまで疲労き裂を導入する再疲労試験を行った。得られたき裂進展特性のデータと破面観察、COD 評価および  $\Delta K$  算出からき裂の治癒効果を評価した。

#### 4. 研究成果

##### 4. 1 疲労損傷治癒

図2にレプリカフィルムで採取した試験片評点部分の表面のAFM観察像を、図3に電流印加の有無による突き出しの成長追跡の結果を示す。図3よりサイクル数の増加に伴って突き出しの高さが増加していることが確認された。また、図3において電流印加の有無による突き出しの成長速度を比較したところ、電流印加を実施しなかった試験片の突き出しの成長速度は0.155nm/cycleであったのに対し、電流印加を行った試験片の成長速度は0.116nm/cycleであった。また、電流印加を実施した試験片では同一サイクル数において突き出しの高さが減少することが確認された。以上のことから電流印加は突き出しの成長速度を鈍化させることや突き出しの高さを減少させる効果があることが示唆された。

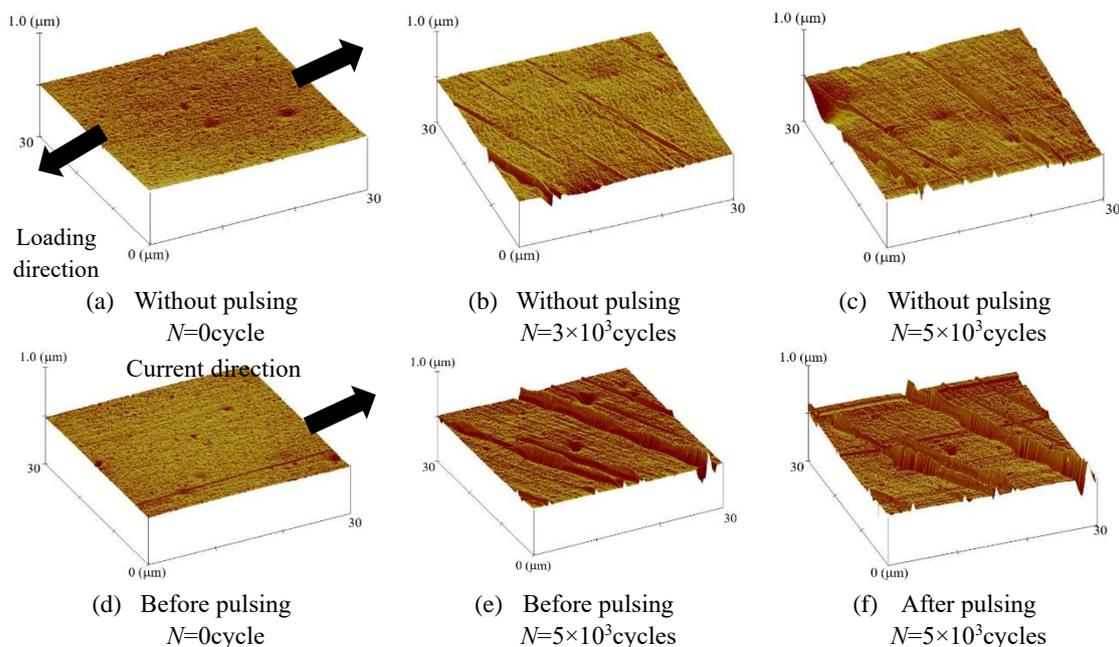


Fig. 2 AFM image of replica film surface; (a)~(c) without pulsed specimen, (d)~(f) pulsed specimen

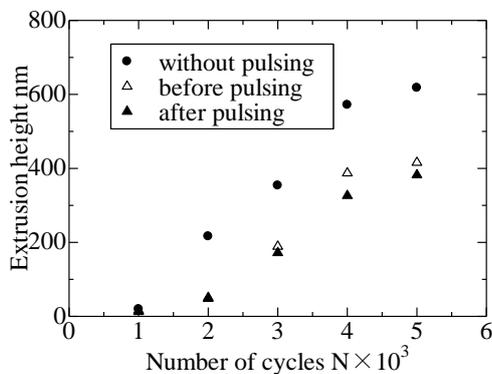


Fig. 3 Growth of extrusion height

##### 4. 2 固執すべり帯の突き出しモデルに基づく評価

電流印加による突き出しの成長鈍化に対する考察として、Polák らによる PSB 成長モデルを基に解析モデルを構築した。このモデルは PSB 内部で生成される原子空孔に着目したモデルである。図4に本モデルの模式図を示す。図4では PSB の channel に存在する原子空孔が電流の影響を受けて PSB の wall や matrix の vein に向けて運動している様子を表している。Polák らのモデルでは、原子空孔は channel で飽和状態に達し、それが拡散する時に伴う原子の流れが突き出しや入り込みを形成する要因であるとしている。一般的に高密度パルス電流はエレクトロマイグレーションと呼ばれる原子の拡散を引き起こすことが知られている。そこで本モデルでは、飽和状態に達した原子空孔に対して電流印加を行った際に原子拡散が促進されることによって発生する channel 内における原子空孔の密度の低下について検討した。また、密度が低下した原子空孔が再び飽和するまでの間突き出しの成長が抑制されると考えサイクル数と突き出し成長の関係をモデル化した。

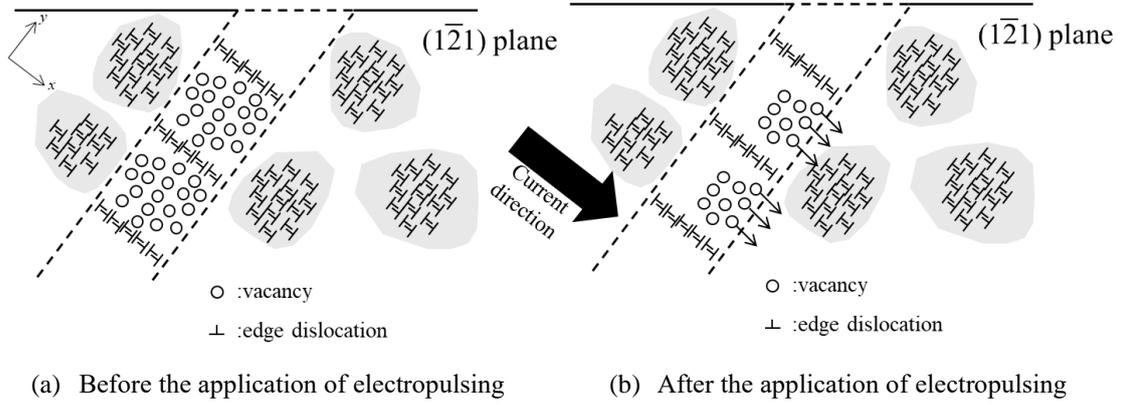


Fig. 4 Schematic image of the application of electropulsing to PSB

式 (1) に電流印加を実施した原子空孔の分布を示す.

$$c_v = \frac{p}{A} \left[ 1 - \frac{\cosh(ar)}{\cosh\left(\frac{aw}{2}\right)} \right] - \frac{D_{vep} apt_{ep}}{Aw} \cdot \frac{\sinh(ar)}{\cosh\left(\frac{aw}{2}\right)} \quad (1)$$

式(1)において  $c_v$  は原子空孔の濃度,  $p$  は原子空孔の生成速度,  $A$  は原子空孔消滅係数,  $w$  は PSB の幅,  $a$  は  $a = \sqrt{A/D_v \tau}$ ,  $t_{ep}$  は電流印加時間,  $D_{vep}$  は電流印加時の拡散係数を表している. 今回は電源装置の最長印加時間である 10ms とした. また, 電流印加時には電流印加方向にのみ原子の移動が促進されることから電流印加方向への拡散係数  $D_{vep}$  を通常の原子の拡散係数  $D_v$  の 100 倍と見積もった. channel から matrix への原子空孔の流出は原子空孔が channel 内で飽和状態である場合において発生する. 原子空孔が再び飽和状態に達するまでに要するサイクル数は, 式(1)に示した電流印加後の原子空孔の分布関数を用いた拡散方程式を解くことによって求められる. 今回は簡単のために原子空孔の拡散が発生しない温度領域において再び飽和状態に達するまでのサイクル数を求める. この温度領域におけるサイクル数に対する原子空孔の濃度は  $c_{vsat} = 3.56 \times 10^{-4}$  である. 原子空孔が再び飽和状態に達するまでに要するサイクル数は次式で求められる.

$$N_{sat} = \frac{1}{A} \left( \ln \frac{1 - \frac{A}{p} c_{vep}}{1 - \frac{A}{p} c_{vsat}} \right) \quad (2)$$

式(2)において  $N_{sat}$  は原子空孔が再び飽和状態に達するまでに要するサイクル数である. 式(2)を用いて  $N_{sat}$  を求めた結果,  $N_{sat} = 2.9 \times 10^3 \text{ cycles}$  となった. 図 5 に電流印加の有無による突き出しの成長予想を示す. 尚, 図 5 における突き出しの成長モデルにおける電流印加は  $N = 5.0 \times 10^3 \text{ cycles}$  の疲労試験が終了する毎に行うと仮定した. 本研究では, 突き出しの成長は Polák らが提唱する原子空孔が channel 内で飽和状態に達した際に発生するという仮定に基づいて評価を行った. 電流印加は図 4 に示したように, 既に channel 内に存在する原子空孔の密度を低減させる効果があると考えられる. その結果, channel 内で飽和状態の原子空孔の密度が低下し, channel 内で再び原子空孔が飽和状態に達するまでの間突き出しの成長は抑制されることが考えられる.

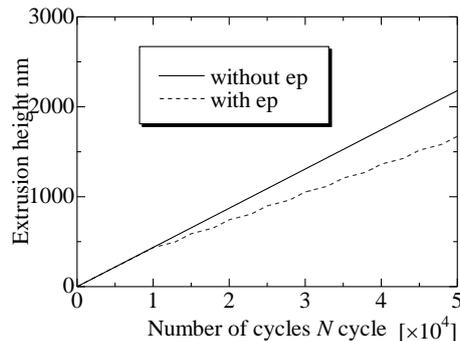


Fig. 5 Prediction of extrusion height with the application of electropulsing

#### 4. 3 疲労き裂治癒

試験条件および治癒処理前後での応力拡大係数範囲  $\Delta K$  の挙動を表 1 に示す. EPT は電流印加のみ, EPTCL は電流印加および圧縮力付与による治癒処理を行った試験片を示している. 結果より電流印加回数 50 回では  $\Delta K$  の減少を, 200 回では  $\Delta K$  の増加を確認した. 圧縮力付与したものはき裂の接触面積を増加させたことで熱影響が減少し,  $\Delta K$  変化量は小さかった. 図 6, 7 に示す EPT200 破面観察よりディンプルのような延性的に破壊した破面が観察され一部でき裂面が接合した様子を確認した.

Table 1 Effect of electropulsing conditions on stress intensity factor range.

Sample	$n$ times	CL kN	$\Delta K$ MPa $\cdot$ m <sup>1/2</sup>	
			Before	After
EPT50	50	0	17.64	16.93
EPTCL50	50	2.5	17.84	17.73
EPT200	200	0	17.50	18.11
EPTCL200	200	2.5	17.57	17.61

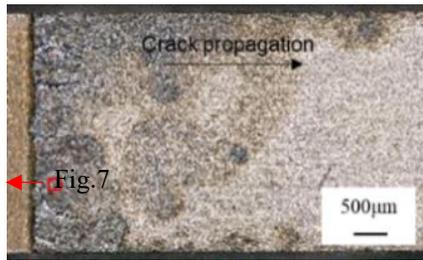


Fig.6 Fracture surface observed by microscope

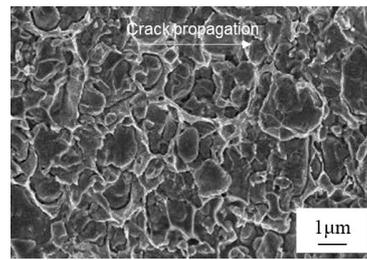


Fig.7 SEM image of fracture surface

#### 4. 4 癒処理前後でのき裂開口変位量(COD)評価

ランダムパターンを付与した試験片を用いてデジタル画像相関法による変位分布取得を行った. 取得した変位分布は図 8 のように示され, 最小試験力を基準としたときの最大試験力時の  $y$  方向変位分布である. 電流印加回数の違いについて調査した. 結果より電流印加回数 10 回ではすでにき裂の根元まで電流印加によるき裂閉口の影響が発現し, 50 回にてき裂近傍での平均き裂開口変位量が最大となった. 200 回では図 9 に示す通り, き裂先端では開口が解消していた. 一方でノッチ先端側では開口していることが確認でき, き裂面の接合によるものと示唆された.

また, ニュートン・ラフソン法を参考にした非線形最小二乗法を基に, デジタル画像から応力拡大係数範囲  $\Delta K$  を算出した. 結果として  $\Delta K$  は電流印加回数 10 回では 1.43 MPa  $\cdot$  m<sup>1/2</sup>, 50 回では 3.97 MPa  $\cdot$  m<sup>1/2</sup>, 200 回では 2.34 MPa  $\cdot$  m<sup>1/2</sup> 減少した. 電流印加回数 200 回について疲労き裂進展特性評価では  $\Delta K$  は増加し, 変位分布による算出では  $\Delta K$  は減少するといった異なる結果が得られた. 異なる結果が得られた要因として疲労き裂進展特性評価では再疲労試験 400cycle 後の  $\Delta K$  を評価している一方で変位分布による算出では再疲労試験を行わず, 治癒処理直後の  $\Delta K$  を評価しているためと考えられる.

以上のことから電流印加回数 10 回ではき裂根元まで熱影響が及び, き裂閉口現象が発生していたと考えられる. 50 回では電流印加による治癒効果が最大であった. 高密度電流場が形成されたことにより, ノッチ先端側を中心に熱影響部が発生し, き裂の一部領域が閉口もしくは接合したことが  $\Delta K$  の減少を促進し治癒効果として発現したと考えられる. 200 回では 50 回より  $\Delta K$  の減少量が低下しており, き裂先端の熱影響による残留引張応力発生が寄与していると考えられる. 本研究により複数回の電流印加による治癒効果の向上が確認されたが, 過度の電流印加は治癒効果を低減させることが示唆された.

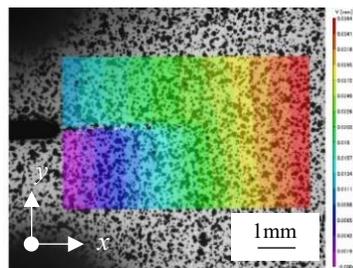


Fig.3 Displacement distribution of  $y$  direction after electropulsing ( $n=50$ ).

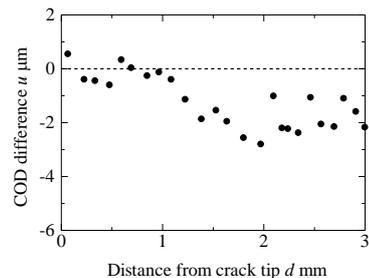


Fig.4 Crack opening displacement difference by healing treatment ( $n=200$ ).

5. 主な発表論文等

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

1. 著者名 細井厚志	4. 巻 90
2. 論文標題 金属材料の疲労き裂治癒技術	5. 発行年 2020年
3. 雑誌名 金属	6. 最初と最後の頁 19-26
掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） なし	査読の有無 無
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	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 1件）

1. 発表者名 高橋秀幸, 佐々春佳, 有村誠矢, 細井厚志, 川田宏之
2. 発表標題 高密度パルス電流印加による純銅の疲労損傷発達に及ぼす影響とそのメカニズムの解明
3. 学会等名 第28回機械材料・材料加工技術講演会
4. 発表年 2020年

1. 発表者名 Hideyuki Takahashi, Taro Maeyama, Atsushi Hosoi, Hiroyuki Kawada
2. 発表標題 Suppression of slip band growth of copper alloy subjected to fatigue loading by electropulsing
3. 学会等名 7th International Conference on Self-Healing Materials (国際学会)
4. 発表年 2019年

〔図書〕 計1件

1. 著者名 細井厚志他	4. 発行年 2020年
2. 出版社 技術情報協会	5. 総ページ数 446ページ（内133-140担当）
3. 書名 自己修復材料, 自己組織化, 形状記憶材料の開発と応用事例	

〔産業財産権〕

〔その他〕

<http://www.hosoi.amech.waseda.ac.jp/index.html>

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
---------	---------