

## 科学研究費助成事業（科学研究費補助金）研究成果報告書

平成 24 年 5 月 7 日現在

機関番号：15401

研究種目：挑戦的萌芽研究

研究期間：2009 ～ 2011

課題番号：21656035

研究課題名（和文） 水素環境下疲労損傷過程の原子間力顕微鏡微視的直接観察システムの構築と損傷機構解明

研究課題名（英文） Development of Microscopic Observation system based on Atomic Force Microscopy of Fatigue Damage Process under Hydrogen Environment And Investigation of Damage Mechanism

研究代表者

菅田 淳 (SUGETA ATSUSHI)

広島大学・大学院工学研究院・教授

研究者番号：60162913

研究成果の概要（和文）：

$\alpha$ -黄銅ならびに $\alpha+\beta$ 二相Ti-6Al-4V合金における疲労き裂発生挙動ならびに初期進展挙動の観察を行った。 $\alpha$ -黄銅における初期き裂の屈曲挙動はき裂前縁形状とすべり面との幾何学的相対関係により支配され、き裂面の連続性ができる限り保たれる方向へ屈曲することが明らかとなった。Ti-6Al-4V合金では、疲労き裂発生は比較的柔らかく結晶粒の大きい $\alpha$ 相において起こること、また針状の $\alpha+\beta$ 二相領域との粒界に達する場合結晶粒界に沿って迂回して進展する傾向が認められた。

研究成果の概要（英文）：

It was observed the behavior of fatigue crack initiation behavior and early propagation in the two-phase  $\alpha$ - $\beta$  Ti-6Al-4V alloy and  $\alpha$ -brass. It was clear that the crack deflection behavior was dominated by the relative geometry of the slip surface shape and curvature of the crack front. And also, it was found that fatigue crack inclined along the direction of the continuity of the crack surfaces was kept. In Ti-6Al-4V alloy, the fatigue crack initiated in the large and relatively soft  $\alpha$ -grains and propagated along grain boundaries of  $\alpha+\beta$  phase when it reached at the grain boundaries between  $\alpha$ -phase and  $\alpha+\beta$  phase.

交付決定額

(金額単位：円)

	直接経費	間接経費	合計
2009 年度	1,200,000	0	1,200,000
2010 年度	900,000	0	900,000
2011 年度	1,100,000	330,000	1,430,000
年度			
年度			
総計	3,200,000	330,000	3,530,000

研究分野：材料強度学

科研費の分科・細目：機械工学・機械材料・材料力学

キーワード：原子間力顕微鏡，疲労き裂発生，すべり挙動，結晶方位解析，損傷機構同定  
転位，き裂進展挙動，屈曲挙動

### 1. 研究開始当初の背景

近年の深刻化する地球温暖化問題に対処し、CO<sub>2</sub>の排出量の大幅削減を達成すべく、クリーンエネルギーとしての水素を積極的に利用する水素社会の構築に向けた開発が進められている。このような水素エネルギー社会の実現には水素利用機器の安全性確保が非常に重要であり、各種材料の強度に及ぼす水素の影響を明らかにする必要がある。これまで多くのプロジェクトが行われ、多数の研究がなされているが、これらの研究の多くはバルク材の水素環境下の強度特性を種々の材料に対して比較検討している段階であり、その損傷機構の観点から水素の影響を明らかにしようとする研究はほとんど見られないのが現状である。バルク特性の評価という観点からの研究のみでは高耐水素環境材料の開発には限界があり、損傷機構の同定によってその発現を抑制するメカニズムを取り入れた材料開発に取り組む必要があると考えられる。

### 2. 研究の目的

常に局所的な水素の存在状態と局所すべり変形はともに高分解能原子間力顕微鏡を用いれば観察可能であることに着目して、本研究では原子間力顕微鏡大型ステージ上に設置できる環境槽付き疲労試験装置を試作し、繰返し荷重を荷重しながら、疲労き裂先端でのすべり変形挙動と、銀デコレーション法による水素局在化状態の観察を同時に行い、水素状態のすべり変形挙動に及ぼす影響をナノスケールレベルで明らかにすることを目的とする。

### 3. 研究の方法

図1は研究代表者がこれまでに開発してきた原子間力顕微鏡内疲労試験装置の外観である。この装置を用いて $\alpha$ -黄銅ならびにチタン合金Ti-6Al-4Vの疲労き裂進展挙動に及ぼす水素の影響を明らかにすることを目的とした。これまでの研究において、装置の問題点として荷重荷重状態での位置制御が比較的難しく、原子間力顕微鏡による直接観察のためには、図中に示すマイクロメータによる静的変位制御を行う必要があった。本システムでは購入予定の高精度レーザー変位計により

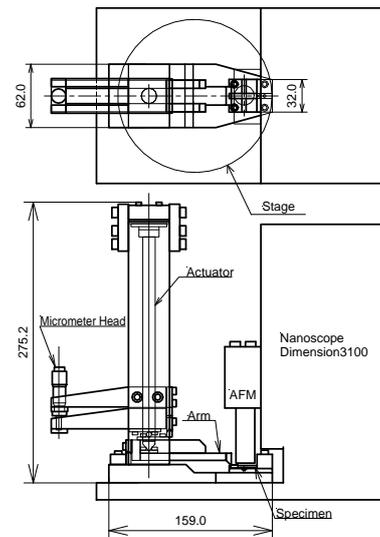
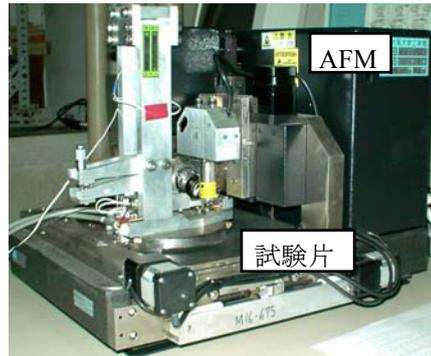


図1 原子間力顕微鏡内疲労試験装置外観

試験片の一部の変位を常時測定し、フィードバックすることで荷重制御下での原子間力顕微鏡観察を可能とするシステムとする。

繰返し荷重下での微視的損傷機構を同定するためには、すべり変形挙動の定量化が必要である。図2は図1に示した疲労き裂

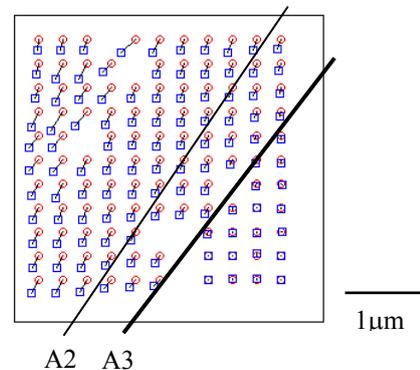


図2 画像処理援用局所すべり変形量計測システム例

先端での AFM 画像の一部を複数の荷重レベルで測定し、画像処理を施すことですべり変形の定量的評価を可能とした変形場計測システム結果の一例である。このシステムにより局所的な転位運動の方向と移動量が計測可能である。しかしながら、水素環境下では材料のぜい化現象が生じ、変形はさらに局所的で微小になる可能性があると考えられるため、現有計測システムの高分解能化を計る。すべり量等の変形場計測の高分解能化は、原子間力顕微鏡の画像そのもの高分解能化と、得られた複数の画像から移動量を抽出する画像処理の高精度化を行う

#### 4. 研究成果

##### (1) 全体のまとめ

$\alpha$ -黄銅ならびにチタン合金 Ti-6Al-4V の疲労き裂発生ならびに初期進展挙動の微視的観察ならびにそれらに及ぼす水素環境の影響を明らかにする研究計画を立案したが、その場観察のための銀デコレーション法による局在水素状態の観察システムの構築が期間内に行えなかったため、ここでは、微視的き裂進展挙動観察の結果についてのみ報告する。

##### (2) $\alpha$ -黄銅のき裂屈折挙動の微視的観察ならびに屈曲機構に関する検討

本研究では、すべりの観察が容易である $\alpha$ -黄銅 (CP2600-O) を試験対象とした。疲労き裂の発生および初期進展への結晶粒界の影響を小さくするために、大気中 820°C、約 1 時間焼鈍しを施し、結晶粒を粗大化させた。0.2%耐力=105 MPa, 引張強度=290 MPa, 破断伸び=74.3%である。焼鈍後の組織観察結果を図 3 に示す。

試験片形状および寸法を図 4 に示す。疲労き裂の発生位置を限定させるために、図中に示すように長さ 15mm の放電加工切欠きを導入するとともに、FIB により切欠き底先端に長さ 50 $\mu$ m, 幅 1.0 $\mu$ m, 深さ 15 $\mu$ m の極微小切欠きを設けた。

図 5 は Sample A における微小疲労き裂の AFM 画像を示したものである。図中 A~D の矢印で、この結晶のすべり線を示している。疲労き裂は図中に模式図で示すように微細な屈曲を繰返して進展していることがわかる。き裂進展方向はすべり線との比較から、主にすべり線 B 方向に沿って進展し、

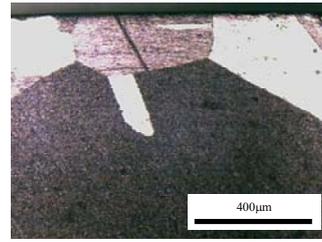


図 3  $\alpha$ -黄銅の焼鈍後の組織写真

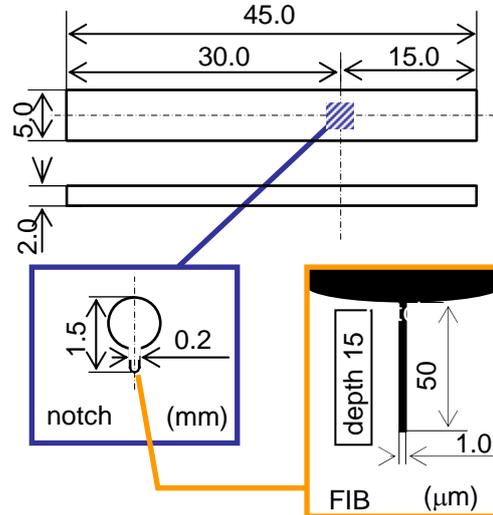


図 4 疲労試験片

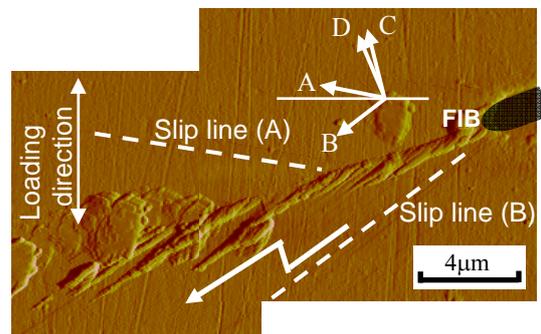


図 5 微小疲労き裂の AFM 観察結果

ある程度進展した後にはすべり線 D 方向に屈曲し、比較的短い距離 D 方向に沿って進展した後、再度屈曲しすべり線 B に進むことがわかる。このような微細な屈曲は、き裂が進展している方向のすべり系が繰返しひずみ硬化により作動しにくくなり、疲労き裂の停留が起こり、他のすべり系が作動しはじめて起こると考えられる。すべり因子の値は省略するが、すべり線 B 方向が最大の値を持つ。

表 1 はすべり方向 B に沿って進展する疲労き裂のすべり因子を示したものである。表中 $\alpha$ は試験片表面のすべり線と荷重軸直

角方向がなす角度,  $\beta$ はすべり面の回転角度,  $\gamma$ はすべり面上ですべり線とすべり方向がなす角度である. ここで $\gamma$ はすべり因子が最大となるすべり方向のみを示している. 表からわかるように停留したき裂先端のすべり因子はすべり方向 D が最大となり, き裂先端で D 方向のすべりが作動し始めることがわかる.

表 1 すべり方向 B に沿って進展する疲労き裂のすべり因子

すべり	$\alpha$	$\beta$	$\gamma$	すべり因子
A	-11	-15	-46	0.567
B	38	34	-44	—
C	-76	-15	-3	0.613
D	-67	-58	-9	0.676

一方, これまでの研究で屈曲方向はすべり因子のみならず, き裂面とすべり面との相対的幾何学形状の影響を受けることが明らかとなっている. 図 6 はすべり面 B 上を進展する疲労き裂の前縁(楕円と仮定)とすべり面 B および D の相対的位置関係の模式図を示したものである. 図中赤線が両すべ

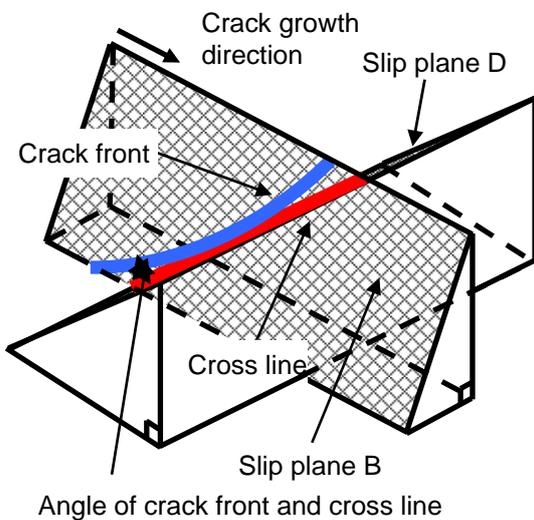


図 6 き裂前縁とすべり面の模式図 (すべり面 B に沿う疲労き裂)

り面の交線である. き裂前縁と交線はほぼ一致しており, 屈曲時にき裂面の連続性が十分保たれると思われ, B 方向から D 方向への屈曲は, すべり因子ならびに幾何学的形状の点からもっとも起こりやすい組合せで生じていることがわかる.

図 7 に Sample B の AFM 画像を示す. す

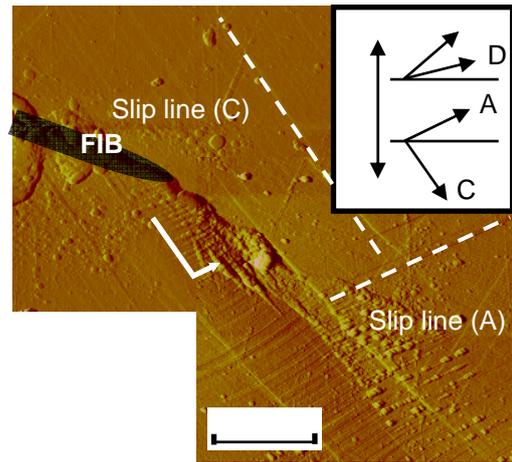


図 7 疲労き裂の AFM 画像(Sample B)

べり線の凹凸が激しく, き裂形状が明確ではないが, 疲労き裂は主にすべり線 C 方向に進展し, すべり線 A 方向への屈曲を繰返しながら進展していることがわかる.

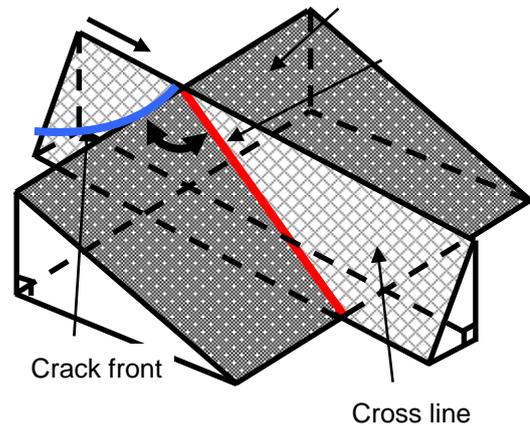


図 8 き裂前縁とすべり面の模式図 (すべり面 C に沿う疲労き裂)

図 8 は仮想き裂前縁と稼働すべり面の幾何学的関係を示したものであるが, Sample A の場合とは異なり, き裂前縁と交差線は傾きが逆の関係にあり, き裂面の連続性の点からは屈曲しにくい面と判断される. また, 値は省略するが, 屈曲後のすべり方向 A のすべり因子も相対的に小さくなく, なぜ, すべり面 A と C による屈曲が生じるのかはさらに詳細に内部方向のき裂面の観察などが必要であり, 今後の検討課題である.

### (3)Ti-6Al-4V 合金の疲労き裂発生ならびに初期進展挙動

供試材料は住友金属社製 $\alpha+\beta$ 二相チタン合金 Ti-6Al-4V 合金である. ナイタール液に

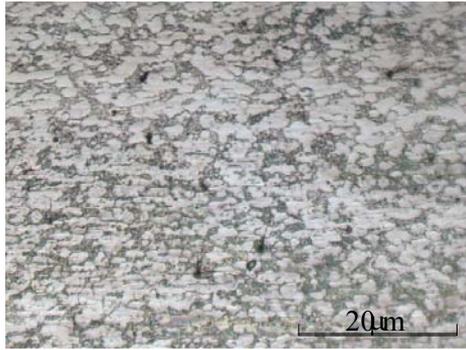


図9  $\alpha+\beta$ Ti-6Al-4V 合金の組織写真

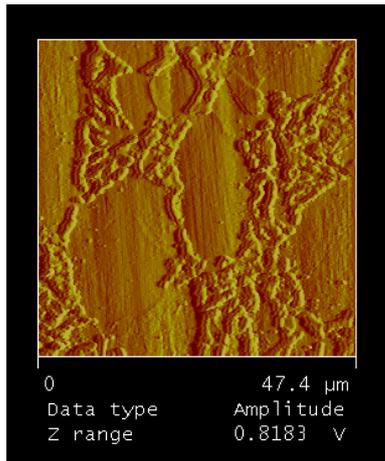


図10  $\alpha+\beta$ Ti-6Al-4V 合金の AFM 観察写真

よるエッチングの組織写真を図9に示す。 $\alpha$ 相ならびに $\beta$ 相が確認される。図10はエッチング後の表面のAFM観察写真である。平坦な初晶 $\alpha$ 相とラメラ組織の $\alpha$ と $\beta$ の二相組織部分が腐食程度の違いにより明確に認められる。初晶 $\alpha$ 相の結晶粒径は約 $20\mu\text{m}$ である。

疲労試験は図11に示す平面曲げ疲労試験片を用いて応力振幅 $550\text{MPa}$ 、応力比 $R=-0.8$ で行った。図に見られるように断面は台形の形状をしているが、疲労き裂発生をAFM観察面上側に限定するためである。ページ数の制限のためS-N曲線は省略するが、他機関での疲労寿命のデータとほぼ一致していた。

図12は連続レプリカ観察によって測定された最小き裂長さの疲労き裂写真である。き裂線を明確にするために太線でトレースを行っている。この写真からは疲労き裂は初晶 $\alpha$ 相で発生していると考えられる。

図13はレプリカ観察で得られた疲労き裂進展挙動から、き裂進展速度を算出しき

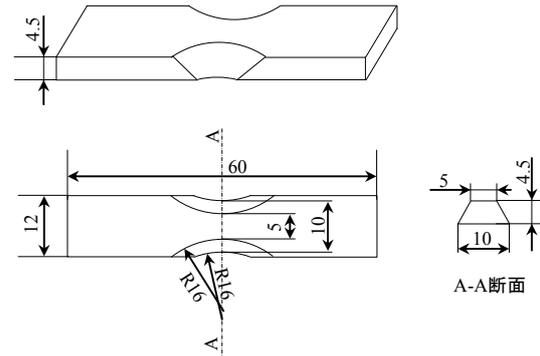
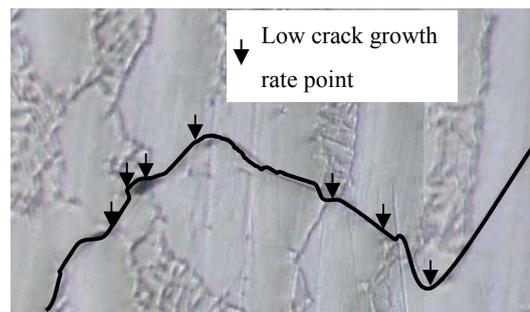


図11 平面曲げ疲労試験片



図12 き裂周辺エッチング画像および最小き裂の模式図



(a) Etched sample.

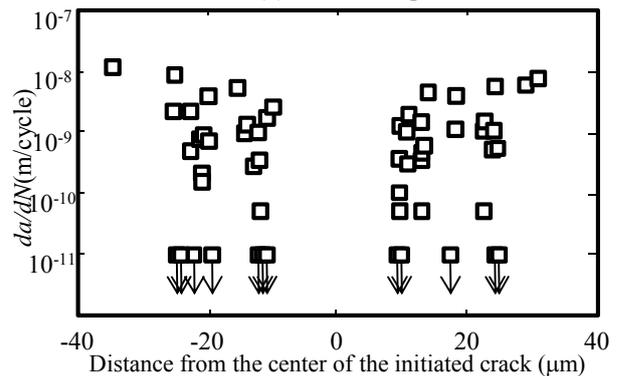


図13 き裂周辺組織とき裂進展速度  
裂進展に及ぼす組織の影響を検討したものである。疲労き裂が初晶 $\alpha$ 相とラメラ相の境界に達するとき裂進展速度が極端に低下することがわかる。また、き裂は境界に達すると、その境界に沿って進展する傾向が認

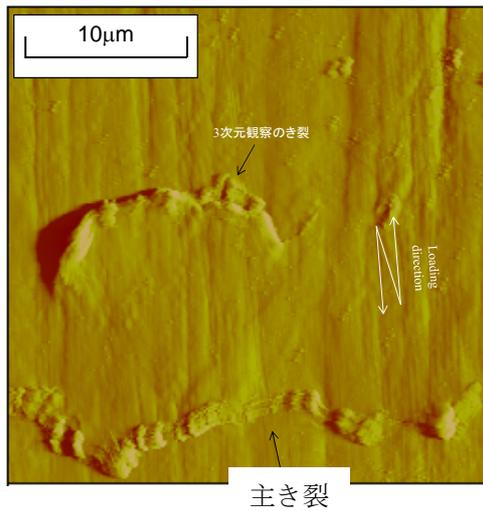


図14 疲労き裂のAFM画像

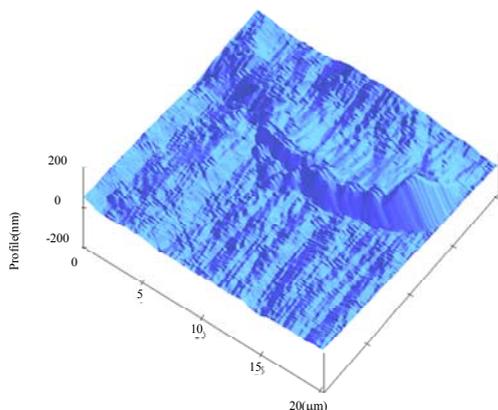


図15 疲労き裂の3次元AFM画像

められる。ただし、観察例は省略するが、場合によってはラメラ組織を横切って進展することもあり、今後、隣接結晶の方位関係などを調べる必要がある。

図14は別の試験片のき裂発生箇所のAFM観察画像である。また図15は3次元化画像であるが、き裂は発生時に数十～百数十nmの高さ変化を呈していることがわかる。

## 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0件)

[学会発表] (計4件)

1. 馬場健太, 曙 紘之, 加藤昌彦, 菅田 淳, き裂前縁形状とすべり面の相対関係に着目した $\alpha$ 黄銅の微小疲労き裂進展屈曲機構の検討, 日本機械学会中国四国支部講演会, 2012

年3月8日, 東広島市

2. 櫻井尚行, 曙 紘之, 加藤昌彦, 菅田 淳 AFMによるTi-6Al-4V合金における疲労き裂発生挙動の観察, 日本機械学会M&M'2011, 2011年7月16日, 北九州市

3. 櫻井尚行, 曙 紘之, 加藤昌彦, 菅田 淳 Ti-6Al-4V合金の疲労き裂発生挙動のAFMによる観察, 日本機械学会中国四国学生会第41回研究発表講演会, 2011年3月5日, 岡山市

4. 馬場健太, 曙 紘之, 加藤昌彦, 菅田 淳,  $\alpha$ -黄銅の微小疲労き裂発生および進展挙動の原子間力顕微鏡その場観察, 日本機械学会中国四国学生会第40回研究発表講演会, 2010年3月8日, 山口市

[その他]

ホームページ等

<http://home.hiroshima-u.ac.jp/zaikyoku/>

## 6. 研究組織

### (1)研究代表者

菅田 淳 (SUGETA ATSUSHI)  
 広島大学・大学院工学研究院・教授  
 研究者番号：60162913

### (2)研究分担者

加藤 昌彦 (KATO MASAHIKO)  
 広島大学・大学院工学研究院・准教授  
 研究者番号：70274115