

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25年 3月31日現在

機関番号：12701
 研究種目：基盤研究（C）
 研究期間：2010～2012
 課題番号：22560073
 研究課題名（和文） 微小き裂形成とメゾスケール組織要因および局所ひずみ勾配との関係
 研究課題名（英文） Effects of microstructure and strain incompatibility on micro-crack generation
 研究代表者
 梅澤 修（UMEZAWA OSAMU）
 横浜国立大学・大学院工学研究院・教授
 研究者番号：20343171

研究成果の概要（和文）： α チタン合金、オーステナイト鋼、Si 鋼の高サイクル疲労における不均一変形挙動について、電子線あるいは中性子線回折法を用いた実験手法と、Taylor 解析を基礎としたモデリング手法を併せて解析し、粒界近傍でのひずみ不整合に起因した内部疲労き裂発生モデルを導いた。試験片内部における粒界近傍でのひずみ不整合は、開口応力を生じた結晶面に微視割れを形成し、さらに不均一すべりによりその微小き裂の成長を生じる。

研究成果の概要（英文）：Heterogeneous deformation in high-cycle fatigue of α -titanium alloy, austenitic steel and silicon steel has been characterized with electron or neutron diffraction techniques as well as modeling based on Taylor analysis. Subsurface crack generation model due to strain incompatibility in the vicinity of grain boundaries was proposed; the incompatibility may form a microstructural cracking with crack opening stress and microcrack growth with heterogeneous slip in the specimen interior.

交付決定額

（金額単位：円）

	直接経費	間接経費	合計
2010年度	1,800,000	540,000	2,340,000
2011年度	1,000,000	300,000	1,300,000
2012年度	600,000	180,000	780,000
総計	3,400,000	1,020,000	4,420,000

研究分野：工学

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：疲労き裂・ひずみ不整合・不均一変形・中性子散乱回折・粒応力・完全拘束モデル

1. 研究開始当初の背景

(1) 疲労強度特性の評価研究は、我が国では主として材料力学部門に所属する研究者らにより長年にわたって進められてきた。これらは、設計の定量値を工学的に与えることが主目的である。近年活発な研究が行われている高強度鋼や強加工を用いた超微細粒組織材料では、内部疲労き裂発生を呈して高サイクル疲労強度が低下し、高強度化に見合った高サイクル疲労強度の上昇が得られない。また、Ni 基や Ti 基合金では、低サイクル疲労

域から破壊モードの競合（表面き裂発生と内部き裂発生）が生じる。介在物などの不均一組織の存在や、酸化や水素脆化などの環境因子は、内部き裂破壊現象を加速したり現出させたりするものの、き裂形成の本質を議論するには、不均一変形（転位構造）と金属組織との相互作用の検討が不可避である。極低温下のように高強度で変形異方性が顕著となる場合、より低サイクル数側で内部疲労き裂発生を検出しやすく、その機構検討が進んできた。先在欠陥に依らない内部疲労き裂発生

による破壊では、き裂発生点にファセットが確認される。 α チタン合金における柱面すべりに代表される転位列が変形組織を支配し、相界面または粒界に応力集中が生じる結果、内部き裂が生じると考えられる。このように、き裂発生点と母相組織との対応や、疲労強度特性と破壊き裂様相との関係が整理されてきたものの、き裂形成機構の詳細や高疲労強度化の金属組織設計指針の整理には至っていない。変形モードおよび結晶組織の不均一性を前提としたき裂発生モデル考慮する場合、線形力学に基づく理解のみでは、事象の理解はもとより設計指針の提示も困難となる。現在、製品の環境性能向上（軽量化など）に合わせた材料の高性能化や長寿命化などが図られているが、これは同時に力学的な限界性能を求める場合が多い。材料の諸性質を決定づける主要因には、原子サイズレベルからサブミクロンサイズレベルにわたる組成や構造の「不均一性」が関与している。すでに「不均一性」の関与を裏付ける有力な「物証」が金属材料の疲労、クリープ、遅れ破壊などで得られるようになり、「不均一性」の果たす役割は、変形や破壊を律速する過程に直接つながることへの認識が高まった。

(2) マクロな降伏応力以下での繰返し変形により局所的に形成された下部転位組織を対象に、反射電子線回折パターンを利用した半定量な可視化解析によって局所的に結晶界面でひずみ不整合（応力集中）が生じていることを示した。これは破壊き裂形成までの段階については、線形力学に基づいた疲労損傷評価（第1近似）では記述が困難であり、変形モードおよび結晶組織の不均一性を前提とした変形組織の形成、変形を拘束する界面等の障害物近傍でのひずみ不整合（弾性変形粒と塑性変形粒の界面）が変形集中に果たす役割、変形集中と微視き裂形成の機構など、疲労き裂発生機構に係わる学術的・統一的見地からの研究が必要であることを意味する。

(3) そこで、不均一変形が顕著な（積層欠陥エネルギーが低い）チタン合金及びオーステナイト鋼を用い、隣接結晶方位をランダム化して有効結晶粒径を微細化し、可動転位を均一分散して優先すべり系の結晶方位依存性を低めることにより、ひずみ不整合を減少して内部疲労き裂発生を抑制する実験的検証を進めている。一部の実験では、界面への応力集中を低減して高サイクル疲労強度改善に有効であるが、内部疲労き裂発生の回避には十分でないことが示された。可動転位の均一分散は材料全体に前損傷を与えるに等しく、低サイクル疲労強度などの特性低下を招く。しかし、優先変形モードと微視割れ面は一般的に一致せず、ひずみ不整合部と微視割れを形成する局所変形集中部の区別、微視き裂の形成機構は未だ明らかでなく、個別のモ

デル提示にとどまっている。

2. 研究の目的

(1) ひずみ不整合に基づいたき裂発生モデルを構築し、高強度合金の極低応力振幅における疲労き裂発生について統一的・学術的理解を導き、強加工などの非平衡プロセスを利用して製造する高強度合金の疲労破壊と長寿命・安全設計への材質制御の指針とつなげることを最終目標としている。本研究では、①混粒組織における疲労軟化挙動と疲労強度、②不均一変形モード解析によるひずみ勾配形成、③中性子散乱回折を用いた疲労軟化領域と弾性場形成領域の応力状態、について解析し、ひずみ不整合と結晶組織を反映したき裂発生モデルの提案を目的とした。

3. 研究の方法

(1) HCP、FCC、BCCの各種金属において混粒組織を形成して、その疲労強度評価と疲労変形挙動の解析を行うため、3種の供試材、すなわち、①Ti-1.0Fe-0.40合金、②24Cr-15Ni-4Mn-0.3N鋼、③Fe-X Si (X=1.5, 3, 4, 5)熱間圧延板(いずれもmass%)を用いた。これら供試材に、加工熱処理を施し、異なる集合組織、混粒組織、可動転位の分散を制御した。Ti-1.0Fe-0.40合金では、T材(圧延方向に垂直)およびL材(圧延方向に平行)と圧延面を同じくして互いに垂直な二方向圧延を施したCR材を作製した。また、等軸粒にかつ隣接 α 粒の方位関係をランダム化するために、L材に溝圧延およびスウェーijing加工を施したCS材を作製した。いずれにも焼鈍熱処理(750℃-1h)を施した。24Cr-15Ni-4Mn-0.3N鋼では、溶体化(ST)材を溝圧延し、部分再結晶熱処理を施した(PR材)。Fe-X Si (X=1.5, 3, 4, 5)熱間圧延板である。

荷重制御疲労試験は、いずれも応力比 $R=0.01$ で実施し、試験温度は300K(大気中)または77K(液体窒素中)である。各種試験材の疲労強度を評価するとともに、疲労破断材の破面観察および断面観察を行い、疲労強度とき裂発生挙動、マクロな変形挙動(応力-ひずみ関係)、ミクロな変形組織形成について検討した。破面観察には、SEMおよび3Dレーザー顕微鏡を用いた。また、SEM-EBSD法によりファセット面方位の直接同定を行った。(2) 完全拘束(Taylor)モデルを基礎とし、不均一変形モード解析によるひずみ勾配形成について解析した。まず、Ti合金(HCP)では、臨界せん断応力の大小による変形モードの選択を考慮し、優先すべり系を設定し、二次すべり系の選択の違いによるTaylor因子 M および塑性仕事率の応力軸方位に対する変化を解析し、微小き裂の開口応力について検証した。

次に、微小き裂形成に及ぼす引張内部応力場とせん断内部応力場の影響を評価した。微小き裂成長過程では、すべり変形によるき裂進展遅れが支配的となり、すべり変形によって与えられた転位がき裂先端へ抜けることによるずれがき裂成長の要因と仮定し、微小き裂（ファセット）を与える結晶面毎の微小き裂進展速度を議論した。

さらに、オーステナイト鋼（FCC）における{111}<110>転位列の組み合わせによる粒応力の形成について、転位列が形成した軟質粒と隣接する硬質粒との間の結晶粒界垂直成分の変位の不整合性を保持するために、軟質粒と硬質粒の力学的相互作用を考慮した緩和拘束（RC）モデルを提案し、結晶粒間の相互作用を対象とした二次的な塑性変形挙動を評価した。

(3) 疲労軟化領域と弾性場形成領域の損傷状態について、SEMによる組織観察、SEM-EBSD法による結晶方位および損傷状態の解析、TEMによる転位組織観察を行った。また、軟質粒（塑性変形）と硬質粒（弾性変形）の違い、各材料における粒応力の違いなどを評価するために、中性子散乱回折を用いた。日本原子力研究開発機構研究用原子炉 JRR-3 内の残留応力解析用中性子回折装置 RESA-II を用い、残留ひずみおよび集合組織測定を実施した。測定体積内平均波長 $\lambda \approx 0.22\text{nm}$ 、 χ 測定範囲 $0 \sim 90^\circ$ （ 5° ステップ）、 ϕ 測定範囲 $0 \sim 360^\circ$ （ 5° ステップ）、1 点あたり 15sec、入射スリット $10 \times 10\text{mm}$ 、検出器側スリット $10 \times 10\text{mm}$ である。一方、中性子回折その場変形測定には、大強度陽子加速器施設（J-PARC）/物質・生命科学施設（MLF）内の工学材料回折装置“匠”を用いた。引張試験の制御は、弾性域では荷重制御、塑性域では変位制御（ひずみ速度 $2 \times 10^{-6} \text{ s}^{-1}$ ）である。

4. 研究成果

(1) Ti-1.0Fe-0.40 合金 CR 材における内部疲労き裂発生源（ファセット）は、応力軸から約 40° 傾いており、SEM-EBSD 法によるファセット面方位の直接方位測定の結果、{0001} と同定した。そこで、 α -Ti 合金の繰返し塑性変形により形成されたある引張内部応力場を有する結晶粒に対し、完全拘束モデルを用い、活動する主すべり系の役割と引張内部応力場の蓄積容易な方位を解析した。{0001} 上に生じた引張内部応力場は塑性緩和し難い状況であり、緩和には、<c+a> 錘面すべり {10-11}<11-23> の活動が必要である（図 1）。しかし、錘面すべりの活動は認められず、引張内部応力場が蓄積されたと考えられる。

(2) Ti-1.0Fe-0.40 合金 CS 材は{0001} が応力軸に対し垂直に配向した繊維状集合組織を示す。すなわち、RD 周りに(10-10)極、ND から TD 周りにかけて(0001)極が集積している。

中性子回折による解析の結果、(10-10) 柱面と(10-11) 錘面は圧縮、(0002) 底面は引張の残留ひずみが存在する。方位密度と(0002) 底面の残留ひずみには相関が見えるが、他の 2 つの回折面は相関に乏しい。また、多結晶体内の個々の結晶粒単位の異方性が確認できる。つまり、多結晶体でありながらも、単結晶体の集合体のような塑性変形挙動、粒応力分配を示した。

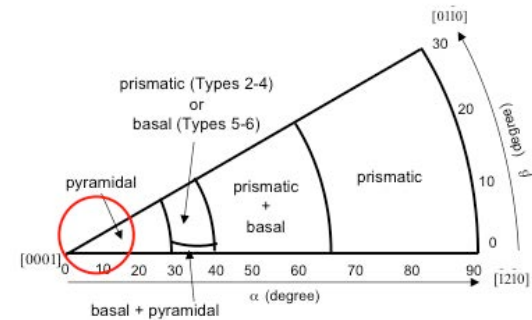


図 1 α チタンの低温引張変形下における優先すべり系の模式図

(3) Ti-1.0Fe-0.40 合金 CS 材は、結晶粒微細化と結晶方位ランダム化により転位列の堆積長さを短くし、粒界近傍における応力集中の最大値を小さくして高サイクル疲労強度向上を意図したものである。図 2 に示す S-N データでは、300 K では改善の効果が認められるが、77 K では認められない。

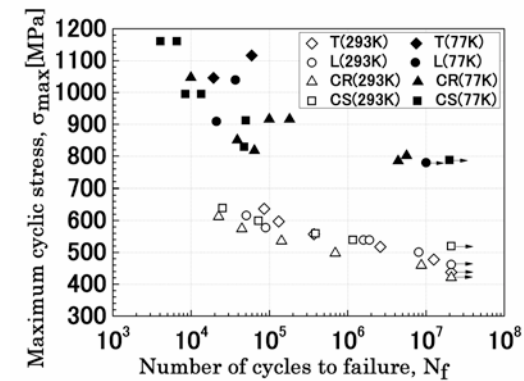


図 2 Ti-1.0Fe-0.40 合金の 77 K と 293 K における S-N データ

主き裂選択（ステージ II へ遷移）に必要な応力拡大係数範囲を結晶粒 1 つのファセットでは満足できないため、内部疲労破壊の起点部は複数のファセットから形成されていた。内部き裂先端の応力拡大係数を与える近似式は次のように書き表せる。

$$\Delta K_{I\max} = A \cdot \sigma_{\max} \sqrt{\pi \sqrt{\text{area}}}$$

ここで、A: 定数、 σ_{\max} : 最大主応力、 $\sqrt{\pi \sqrt{\text{area}}}$: 最大主応力に垂直な面に投影した内部き裂面積である。図 3 に示すように、内部き裂発生域における任意の応力で“ $\Delta K_{th} = \text{一定}$ ”の概念

が成立する。つまり、内部き裂発生点の大きさは最大応力に依存する。

CS 材におけるファセット面方位を SEM-EBSD 法により直接同定した結果、{10-10}ファセットの集合が多く検出された。しかし、試験片表面近傍の起点部には{0001}ファセットが存在しており、微小き裂の進展・合体過程において{10-10}ファセットが形成されたと推定される。すなわち、{0001}を応力軸に平行に配向した場合でも、{0001}割れをきっかけに集合組織を有する柱面へと微小き裂の成長が生じたと考えられる。

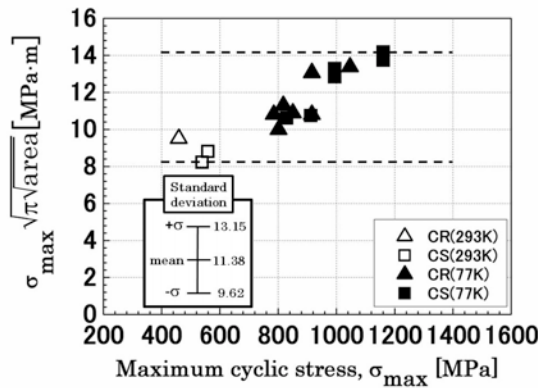


図3 Ti-1.0Fe-0.40合金に生じた内部き裂発生点の大きさ評価

そこで、引張・せん断内部応力場を{0001}と{10-10}上へ与え、すべり変形挙動の解析結果を元に内部疲労破壊の粒内割れをモデル化した。{0001}上に引張・せん断内部応力場が存在する場合、引張内部応力場は蓄積され、せん断内部応力場は{0001}〈11-20〉の活動を誘起する。一方、{10-10}上に引張・せん断内部応力場が存在する場合、引張内部応力場は蓄積され、せん断内部応力場はすべり変形を誘起する。緩和するために活動するすべり系は、せん断方向[2-1-10]近傍では{10-10}〈1-210〉、せん断方向[0001]近傍では{0001}〈1-210〉、せん断方向[2-1-10]と[0001]との間では、{0001}〈1-210〉と{10-10}〈1-210〉が活動する。{0001}上で生じたせん断内部応力場と比較して、大きなせん断ひずみを要する。これより、微小き裂発生機構は、引張成分の内部応力場とすべりの重量と考えられる、微小き裂の進展が、すべりによって形成されるき裂先端のバーガースベクトル分のずれに対応すると仮定するならば、{0001}上で形成された微小き裂よりも、{10-10}上で形成された微小き裂の方が微小き裂の進展速度は大きくなる。

以上より、高サイクル疲労強度の改善が得られないのは、微小き裂の成長過程で形成された{10-10}ファセットの微小き裂進展速度が大きく、{10-10}集合組織が発達していたためである。内部疲労き裂発生を回避して高

サイクル疲労強度向上を図るには、マクロスケールでの塑性変形の均一化を得るように転位の堆積長さを短くする結晶粒微細化の他に、集合組織の形成方位にも配慮しなければならないことを指摘した。

(4) 24Cr-15Ni-4Mn-0.3N高窒素オーステナイト鋼 ST 材の低温高サイクル疲労では、粒界割れを原因とする内部き裂発生が顕著に生じ、疲労強度が低下する。部分再結晶熱処理を施した PR 材では、高サイクル疲労強度が飛躍的に向上したものの、内部き裂発生を完全に回避することはできなかった。積層欠陥および変形双晶をともなう{111}〈110〉転位列形成が変形組織を支配している。PR 材は、転位列堆積長さが短く、すべり系も複雑化するなど、塑性変形のマクロな均一化が得られており、粒界への応力集中が低減したと判断できる。

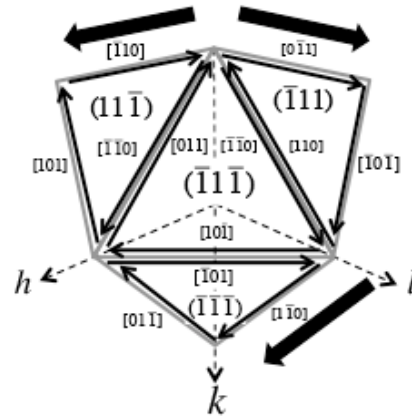


図4 ひずみ不整合を緩和する硬質粒内の活動すべり系 (M_{max} , $\phi_2=45^\circ$)

しかしながら、粒界割れが生じたことは、粒界面を開口する変位の不整合性が存在するものと考え、協調変形モデルを変位不整合が要因となり生じる粒界割れへ適用した。堆積転位列を軟質粒(降伏)へ導入し、軟質粒と硬質粒(未降伏)における二次的塑性変形挙動、活動すべり系やその活動度について解析した。堆積転位列を有する軟質粒で二次すべり系が、堆積転位列と同一のすべり面で活動した時、ほとんど全ての方位で粒相互作用を緩和できる。しかし、主すべり面での転位反射は協調変形に対して適用し難い。軟質結晶粒内で堆積転位列と同一の面で二次すべり系が活動しないと時、協調変形はほとんど生じない。変位不整合を緩和するために、硬質粒内のすべりはほとんど全ての方位で駆動可能である。Taylor 因子最大値 M_{max} 周りの方位では、変位の不整合が大きく蓄積され、かつ3つのすべり系が駆動した。3つのすべり系は、図4に示すような異なる8面体すべり面で駆動する。しかしながら、変位の不整

合性により発生した応力は完全に緩和されず、応力は結晶粒界垂直方向に蓄積される。この時、その内部応力場は{111}垂直方向近傍に存在する。以上より、結晶粒界を開口しようとする応力集中と3つのすべり系上での転位の集合の組み合わせが界面割れを引き起こす可能性が大であることを明らかにした。このモデル解析結果は、ファセット面上で観察されるすべりトレースや結晶学的なピットや突き出しと一致する。

(5) Si 添加量の増加にともない 10^7 疲労強度は増大した。しかし、引張強度比の値は 0.91 から 0.64 に減少した。破壊起点部は 5Si のみ試験片内部であり、1.5Si, 3Si, 4Si はすべて試験片表面である。結晶粒界近傍で結晶回転が生じており、Si 量の増大とともに局在化の傾向を示した。5Si では、結晶粒内にミスオリエンテーションはほとんど認められなかった。すなわち、粒界近傍に変形勾配が形成しており、交差すべりの抑制による結晶粒界への応力集中を支持している。一方、1.5Si では、結晶粒内に網目状のミスオリエンテーション模様が観察され、転位セル組織を反映していると考えられる。

5. 主な発表論文等

[雑誌論文] (計 5 件)

① M. Morita, O. Umezawa, A modeling approach to evaluate grain interaction induced by {111}<1-10> planar slips in face centered cubic polycrystalline materials, ISIJ International, 査読有, Vol. 52, 2012, pp. 1163-1171

DOI:10.2355/isijinternational.52.1153

② 諸岡 聡, 梅澤 修, Stefanus, Harjo, 長谷川浩平, 田路勇樹, その場中性子回折法によるフェライト-マルテンサイト型複合組織鋼における引張変形挙動の定量的解析, 鉄と鋼, 査読有, Vol. 98, 2012, pp. 311-319

DOI:10.2355/tetsutohagane.98.311

③ M. Morita, O. Umezawa, Slip deformation analysis based on full constraints model for α -titanium alloy at low temperature Materials Transactions, 査読有, Vol. 52, 2011, pp. 1595-1602

DOI:10.2320/matertrans.L-M2011815

④ O. Umezawa, S. Morooka, Subjects on fatigue crack generation in high strength alloys for long-life design, Materials Science Forum, 査読有, Vol. 685, 2011, pp. 278-284

DOI:10.4028/www.scientific.net/MSF.685.

278

[学会発表] (計 22 件)

① 神田純一, 諸岡 聡, 梅澤 修, 高 Si 鋼

の変形組織と弾性場の解析, 日本鉄鋼協会第 165 回春季講演大会, 2013. 3. 28, 東京電機大

② 諸岡 聡, 梅澤 修, チタン合金の塑性変形挙動に及ぼす粒応力分配と集合組織の影響, 日本金属学会分科会 第 2 回「結晶と組織の配向制御による材料高性能化」研究会, 2012. 10. 12, 倉敷市芸文館

③ 湯浅貴幸, 梅澤 修, 小野嘉則, α チタン合金の低温疲労強度に及ぼす結晶粒方位ランダム化の影響, 日本鉄鋼協会第 162 回秋季講演大会, 2011. 9. 22, 大阪大

④ M. Morita, O. Umezawa, Analysis of heterogeneous deformation behavior by full constraints model in alpha-titanium alloy, Proceedings of the 12th World Conference on Titanium, 2011. 6. 20, China National Convention Center (中国)

⑤ M. Morita, S. Morooka, O. Umezawa, Influence of heterogeneous deformation on microstructural cracking in alpha-titanium alloys, TMS 2011 Annual Meeting & Exhibition, 2011. 3. 2, San Diego Convention Center (米国)

⑥ 諸岡 聡, 梅澤 修, Stefanus Harjo, その場中性子回折による α -チタン合金の不均一変形挙動解析, 日本鉄鋼協会秋期講演大会, 2010. 9. 25, 北海道大

6. 研究組織

(1) 研究代表者

梅澤 修 (UMEZAWA OSAMU)

横浜国立大学・大学院工学研究院・教授

研究者番号: 20343171

(2) 研究分担者

諸岡 聡 (MOROOKA SATOSHI)

横浜国立大学・大学院工学研究院・研究教

員

研究者番号: 10534422