

## 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 5月24日現在

機関番号：17102

研究種目：基盤研究（C）

研究期間：2010～2012

課題番号：22560085

研究課題名（和文） 異なるガス環境における疲労き裂伝ば速度の統一的评价とその限界

研究課題名（英文） A unified evaluation of fatigue crack growth rate in different gas environments and its application limits

研究代表者

尾田 安司 (ODA YASUJI)

九州大学・工学研究院・助教

研究者番号：20091340

研究成果の概要（和文）：水素環境中における炭素鋼き裂伝ば速度の大きな加速は延性的な破面からぜい性的な擬へき開破面に遷移し、擬へき開破面率が增大することで起こる。擬へき開破面への遷移挙動や破面率は繰返し速度の影響を受ける。水素環境にあっても、窒素環境と同様に、疲労き裂伝ば速度が大きく加速せず、延性的な破面が支配的な試験条件がある。通常のき裂進展試験では、擬へき開破面の発生条件に達しても、延性ストライエーションのみならず、粒界破面も混在する。延性的な領域で、疲労き裂伝ば速度と直接に対応するき裂先端のすべりを定義する試みは成功しなかった。

研究成果の概要（英文）：High acceleration of the fatigue crack growth rate of carbon steel in hydrogen environment is due to transition from ductile fracture to quasi-cleavage(QC) fracture and to increase in area ratio of QC fracture surface. Loading frequency influences the transition behavior and QC area ratio. There exist conditions where ductile fracture has high proportion of the fracture surface and low acceleration of fatigue crack growth rate in nitrogen environment as well as in hydrogen. Usual fatigue crack growth test reveals not only ductile fracture surface but intergranular fracture surface even at the beginning of QC fracture. It was not successful to attempt to define the slip behavior directly related to the crack growth rate.

交付決定額

(金額単位：円)

	直接経費	間接経費	合計
2010年度	2000,000	600,000	2600,000
2011年度	500,000	150,000	650,000
2012年度	500,000	150,000	650,000
総計	3000,000	900,000	3900,000

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：金属疲労、き裂伝ば速度、水素、すべり、その場観察

1. 研究開始当初の背景

近年、燃料電池自動車等の開発に関連して

水素ガス環境における金属疲労き裂伝ば挙動の研究が必要とされている。疲労き裂伝ば挙動は力学・環境・材料が複雑に相互作用する現象であり、異なる条件下のものを比較検討することが困難である。疲労き裂伝ば速度を统一的に表せる尺度を定義できれば、評価が容易になる。従来の研究により、炭素鋼や低合金鋼などは、疲労き裂伝ば速度に及ぼす水素の影響が小さな領域と著しい領域があることが知られている。両者の境界がどのようにして決まるのか、そして、水素ガスの影響が小さい領域の疲労き裂伝ばメカニズムはどのようなものか。もし大気や窒素ガス中などと同様にき裂先端におけるすべり面分離であれば、異なる環境であっても、疲労き裂伝ば速度が统一的な尺度で評価できる可能性があり、従来の評価法やデータが有効となることが期待できる。

## 2. 研究の目的

水素ガス環境で、疲労き裂伝ば速度に及ぼす水素の影響の小さな領域とその影響が大きな領域その境界がどのようにして決まるか明らかにすること。水素ガス環境の影響の小さな領域で统一的な比較をすることが可能か、そのパラメータとして疲労き裂伝ば速度と直接的に結びつくすべり（有効すべりと呼ぶ）が定義できるかを明らかにする。

## 3. 研究の方法

(1) 軸荷重もかけることができ、各種環境中の疲労き裂伝ば挙動をその場観察できる疲労試験装置を開発する。

(2) 水素環境中で疲労試験した試験片の破面観察により、どのような疲労き裂伝ば機構かを明確にすること。

(3) 破面観察により、水素環境中でのき裂伝ば挙動で、水素の影響が小さい領域から著しい領域への遷移がどのようにして起こっているかを明確にする。

(4) 大気中や窒素ガス中の疲労き裂伝ばメカニズム（すべり面分離）と同様な領域（上記の水素ガスの影響が小さい領域）で、疲労き裂伝ば速度と直接に関係するすべり（有効すべり）が定義できないかを調査する。その条件からの逸脱がどのような条件で起こるか調べる。

## 4. 研究成果

### (1) 試験装置の開発

図1に本課題で開発した、ガス環境中でのその場観察可能な顕微鏡を装着した疲労試験装置を示す。

試験環境としては、大気、水素ガス、窒素ガス（またはアルゴンガス）が可能である。ガスの圧力は、絶対圧で 0.12 MPa までである。荷重容量は微小試験片用として約 300 N

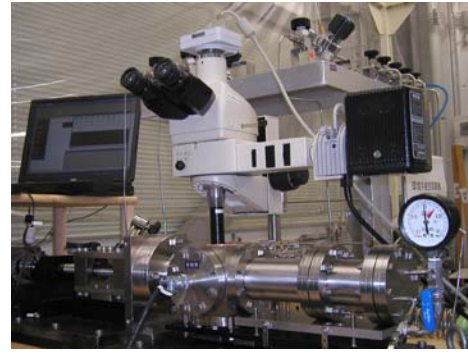


図1 その場観察環境疲労試験装置

とした。観察は、環境中でもガラス窓を通して、光学顕微鏡として 500 倍で、さらに CCD カメラを装着し、モニターで拡大観察を行えるようにした。

### (2) 疲労き裂伝ば速度および破面形態に及ぼす環境および繰返し速度の影響

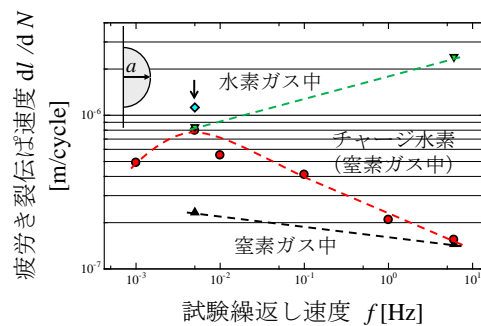
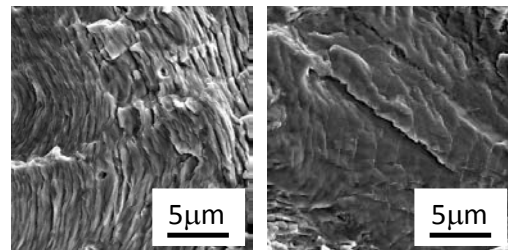


図2 き裂伝ば速度に及ぼす環境、繰返し速度の影響 ( $\Delta\epsilon_f=0.7\%$ 、 $a=0.32\text{mm}$ 、S10C 10% 予ひずみ材、曲げ疲労試験)



(a) 窒素ガス  $f=0.005\text{Hz}$  (b) 水素ガス +チャージ水素  $f=0.005\text{Hz}$

図3 典型的破面

図2は、各種環境下の疲労き裂伝ば速度に及ぼす繰返し速度の影響を表している。力学量は、 $\Delta\epsilon_f$ およびき裂寸法を同一とすることでそろえてある。図3には、典型的な破面の

例を示す。窒素ガス中では、図3(a)に見られるような延性ストライエーション状模様が繰返し速度にかかわらず、ほぼ破面全体を占める。水素が存在する環境では、通常、疲労き裂伝ば速度が増大する。大きく増大するところでは、図3(b)のような擬へき開破面(ぜい性ストライエーションを伴うことが多い)となる。水素がき裂伝ば速度にそれほど大きな影響を及ぼさない領域では、延性ストライエーション状破面と擬へき開破面が混在する。

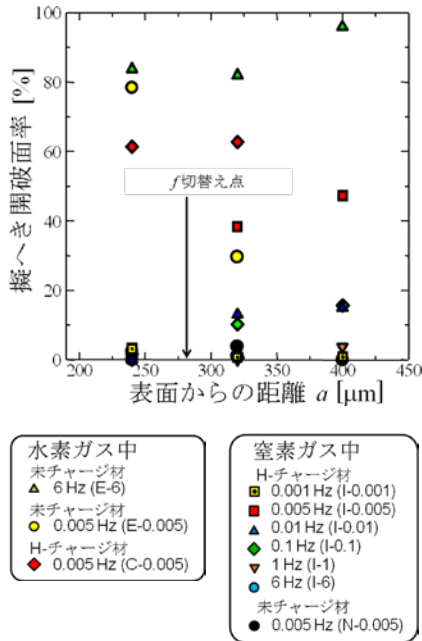


図4 擬へき開破面率

図4は、図2の試験における破面の擬へき開破面率を示している。繰返し速度  $f$  の切替え点から左側のデータはすべて6 Hz に対するもので右側は種々の繰返し速度に対するものである。

水素チャージ材を6 Hz で試験したものは、き裂伝ば速度も加速せず、擬へき開破面率も0%で延性ストライエーション状模様になっていく。1 Hz でのき裂伝ば速度は少し加速するが、擬へき開破面率はほぼ0%で延性ストライエーション状模様が支配的である。また、0.005 Hz でのき裂伝ば速度がピーク値を示し、擬へき開破面率も高い値を示すのに、さらに低い0.001 Hz で試験したものは、き裂伝ば速度も低下し、擬へき開破面率も0%程度に低下している。その他、水素が関係している場合は、疲労き裂伝ば速度が高くなり、それには擬へき開破面率が大きく関係している。延性ストライエーション状模様が支配的な破面では、き裂先端におけるすべりでき裂伝ば速度を定義できる可能性がある。また未チャージ材を水素ガス中で試験したもので、 $f$

を6 Hz から0.005 Hz に低下させると、疲労き裂伝ば速度が低下し、擬へき開破面率も大きく低下させることも注目すべきである。

### (3) 擬へき開破面の発生

(2)で示したように、水素の影響は擬へき開破面の発生以降が大きくなるので、発生の特徴がどうであるかは重要である。

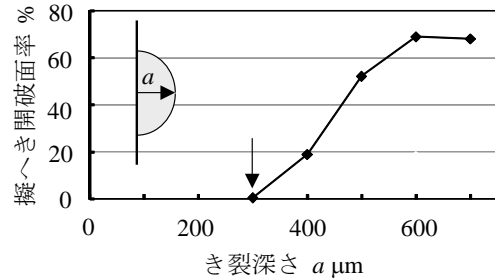


図5 擬へき開破面率(水素ガス中、S10C 焼鈍し材、 $\Delta\epsilon_t=0.5\%$  曲げ疲労試験)

図4では、力学量を選び、延性ストライエーション状の破面と擬へき開破面のみが出現し易いようにした試験であった。図5は、き裂寸法が徐々に大きくなる場合の結果である。き裂寸法  $a$  が300  $\mu\text{m}$  で擬へき開破面ができ始めている。

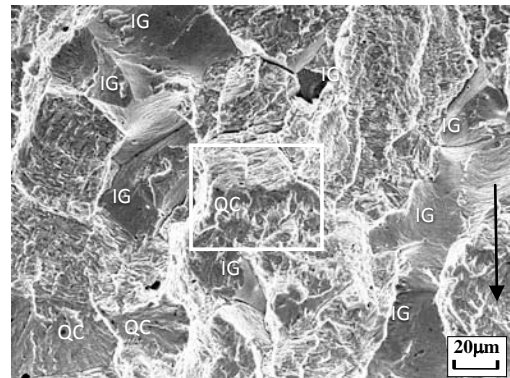


図6 擬へき開発生付近(図5の↓に対応)

図6は、擬へき開(QC)破面が形成し始める箇所の写真である。□内部のQCと記した箇所がQC破面が発生したところである。延性ストライエーション状模様から遷移しているのが分かる。また、その周囲は延性ストライエーション状模様だけでなく粒界破面(IGと記した箇所)が混在している。

延性ストライエーション状模様は、き裂前縁からのすべり面分離で形成されるとされる模様であり、本課題では、水素環境でも支配的な領域があり、そのき裂進展メカニズムから擬へき開破面への遷移を注目している。しかしながら、図6の場合は、粒界破面も混



在している。粒界破面は延性ストライエーション形成のき裂伝ばメカニズムが荷重繰返し一回ごとのき裂先端でのすべり面分離に基づくのと異なり、多数の荷重繰返しによる疲労被害の累積が関与するメカニズムであり（日本機械学会論文集 A、75、1754-1763、2009）、本課題の整理にとっては不利なメカニズムである。しかしながら、疲労き裂伝ば速度には大きな影響を与えないという点では、実用的には延性ストライエーション状模様形成モデルで整理できる可能性は残る。

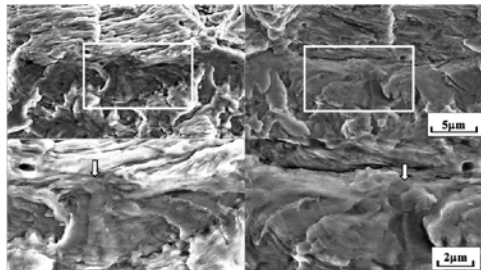


図7 擬へき開発生起点（図6口部分のマッチング写真）

図7は、図6の擬へき開破面の発生箇所付近を拡大、マッチングしたものである。擬へき開破面は起点を持ち、図中↓で示したところである。起点を中心に円弧状の縞が観られる。擬へき開の起点は局所的である。相対的に延性ストライエーション形成機構での進展が困難になり、擬へき開という新たなメカニズムの発生で、より速い速度でき裂進展が継続されると考えられる。

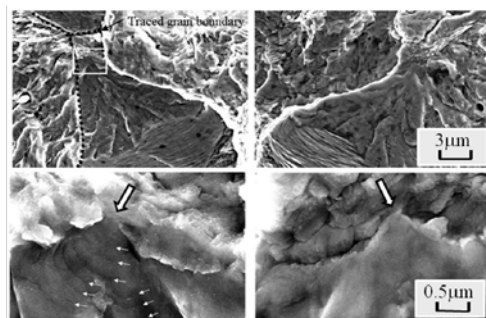


図8 擬へき開破面起点の例

図8も擬へき開破面起点の例である。↓で示す起点を中心として、円弧状のぜい性ストライエーションが観察される。擬へき開破面は結晶粒を単位としているようで、起点は複数の粒界の交点近傍となっている。起点周囲は通常の延性破面であり、西川らによるぜい性ストライエーション形成に基づくき裂伝ば機構（日本機械学会論文集 A、76 巻、1325-1334、2010）と同様に延性引き裂きにより形成されたと推察される。

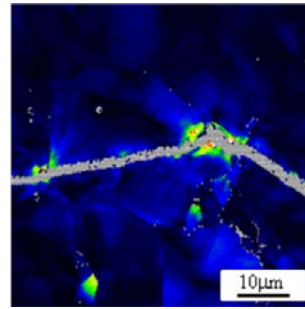
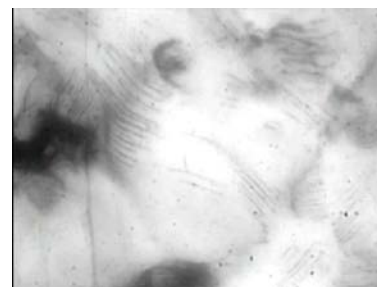


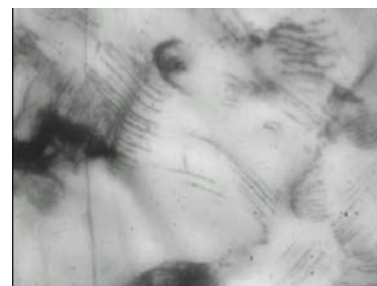
図9 擬へき開起点（EBSD 像）

図9は典型的なぜい性ストライエーションを伴う擬へき開の領域の疲労き裂進展のEBSD 像である。粒界近傍に大きなひずみが発生しており、擬へき開の起点として有利な場所と考えられる。擬へき開起点の形成に関しては、多結晶材料の力学的な局所性それと合わせり水素の局所性が延性ストライエーション形成機構から擬へき開破面形成への遷移に有利に働くものと考えられる。

#### (4) 疲労き裂先端におけるすべり挙動観察例



(a)



(b)

図10 すべり挙動その場観察例（水素ガス中、S10C 焼鈍し材）

図10に疲労き裂先端におけるすべり挙動をその場観察したものの例を示す。低炭素鋼 S10C を  $\Delta\epsilon_f=0.8\%$  で曲げ疲労試験したものの最大荷重付近で連続したサイクルの像である。き裂伝ば速度をき裂先端すべりと直接的に関係づけるためには、すべりの集中度が高いことが望まれるが、十分な例が得られなかった。

水素環境における延性的な疲労き裂伝ばの限界は擬へき開への遷移で決まっている。擬へき開への遷移には、多結晶であることは大きな意味をもつ。また、繰返し速度の影響を受けることから、擬へき開発生の仕方は複雑になる。一方、延性的な疲労き裂伝ばをき裂先端すべりで表すには、他結晶の場合、粒界破壊メカニズムの混入等理想的なものから遠ざかることになる。近似的な取扱いが必要と考えられる。

#### 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 1 件)

Atsushi NISHIMOTO, Yasuji ODA, Hiroshi NOGUCHI, Loading Frequency Effects on the Fatigue Crack Growth Rate and Fracture Surface Morphology of Low carbon Steel in Case of Long-Term Use in Hydrogen Gas, Key Engineering Materials, Vol. 483-489, 2012, pp. 323-326. 査読有り.  
DOI:10.4028/www.scientific.net/KEM.488-489.323

[学会発表] (計 1 件)

Atsushi NISHIMOTO, Yasuji ODA, Hiroshi NOGUCHI, Loading Frequency Effects on the Fatigue Crack Growth Rate and Fracture Surface Morphology of Low carbon Steel in Case of Long-Term Use in Hydrogen Gas, The 10th International Conference on Fracture Damage Mechanics (FDM 2011), 19-21 Sept. 2011, Dubrovnik, Croatia.

#### 6. 研究組織

##### (1) 研究代表者

尾田 安司 (ODA YASUJI)  
九州大学・大学院工学研究院・助教  
研究者番号：20091340

##### (2) 研究協力者

西本 篤史 (NISHIMOTO ATSUSHI)  
九州大学・大学院工学府