

科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 27 年 6 月 22 日現在

機関番号：10101

研究種目：基盤研究(A)

研究期間：2012～2014

課題番号：24246024

研究課題名(和文) 高強度チタン合金における内部起点型微小き裂の可視化と超高サイクル疲労機構の解明

研究課題名(英文) Visualization of interior originating small cracks in high strength titanium alloy and the clarification of very high cycle fatigue mechanisms

研究代表者

中村 孝 (Nakamura, Takashi)

北海道大学・工学(系)研究科(研究院)・教授

研究者番号：30237408

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 35,700,000円

研究成果の概要(和文)：超高サイクル域における軸荷重疲労試験が行われ、放射光 μ CTイメージングにより材料内部に発生する微小き裂が観察された。内部き裂周囲の環境がき裂進展に及ぼす影響を明らかにするため、 da/dN と応力拡大係数範囲の関係が測定され、真空中表面き裂のそれと比較された。その結果、内部き裂は $1.0E-10m/cycle$ の極めて低速で進展するのに対し、表面に到達した後のき裂は $1.0E-7m/cycle$ 程度の高速で進展することがわかった。内部き裂の進展速度は真空中表面き裂の進展速度に一致し、内部き裂周囲の真空中に類似した環境が超高サイクル疲労における内部き裂進展過程に大きな影響を与えることが明らかとなった。

研究成果の概要(英文)：Observations of internal fatigue cracks in Ti alloy were made by using synchrotron radiation micro CT imaging in the large synchrotron radiation facility (SPring-8). Uniaxial fatigue tests were repeated on the specimen over $1.0E7$ cycles, and the growth of the internal fatigue crack was measured by micro CT imaging. To investigate the effects of the environment around internal fatigue crack on crack growth process, the relationship between da/dN and stress intensity factor range were compared with that of surface cracks in vacuum environment. As a result, internal fatigue crack propagated quite slowly at a rate below $1.0E-10m/cycle$. However, the fatigue crack advanced rapidly at a rate of around $1.0E-7m/cycle$ after reaching at the surface of specimen. Crack growth rate of internal crack agreed quite well with that of surface crack in vacuum. Therefore, vacuum-like environment around internal crack has an important role of fatigue crack process in the very high cycle regime.

研究分野：材料強度学

キーワード：疲労 合金 ギガサイクル疲労 トモグラフィ 内部起点型疲労亀裂 疲労亀裂進展 放射光 真空 チタン

1. 研究開始当初の背景

Ti 合金は比強度・耐熱性・耐食性に優れ、航空宇宙分野をはじめ広範な分野で使用されている。一方、Ti 合金の中でも代表的な Ti-6Al-4V は 10^7 回を超える超高サイクル域において材料内部を起点として疲労破壊を生じることが報告されている。しかし、材料内部に発生する疲労き裂(内部き裂)を外部から観察することは極めて困難であることから、内部き裂の発生・進展過程については不明な点が多く残されている。これらを明らかにするためには、材料内部に存在するき裂を非破壊で検出することが不可欠である。しかし、Ti-6Al-4V では材料内部で生じた $10\mu\text{m}$ 程度の α 相の割れが破壊起点となることから、内部破壊過程の直接観察にはサブミクロンオーダーの高い空間分解能が求められる。従って、一般に用いられる産業用 X 線 CT イメージングや超音波イメージングといった手法を内部き裂の観察に適用することは困難である。一方、近年では大型放射光施設 SPring-8 を用いることで極めて高輝度の放射光が得られるようになった。このような高輝度放射光を用いたトモグラフィ技術に放射光 μCT イメージングと呼ばれる手法がある。本手法は $1\mu\text{m}$ 程度の高い空間分解能を有し、材料科学分野においてもその利用が進んでいる。これまでの研究において、塩澤らは鉄鋼材料内部に存在する微小な介在物の検出に成功するなど、本手法を用いることで材料内部の微小き裂の発生・進展過程を観察できる可能性が示されるようになった。この観察手法を用いて、「疲労試験→観察」のプロセスを繰り返すことで内部き裂の進展過程を解明できる可能性がある。

2. 研究の目的

本研究では、Ti 合金における内部き裂の進展機構を明らかにすることを目的として、SPring-8 を用いた内部き裂の進展過程の放射光 μCT イメージングを試みた。本実験においては、予め材料内部に繰返し負荷を与えた試験片に対して、「疲労試験→観察」を重ねることで進展過程の観察を行った。一方、内部き裂の進展過程について、筆者らは内部き裂周囲の真空に類似した環境の影響を指摘してきた。そこで本研究により取得した内部き裂の進展速度を、真空環境における表面き裂の進展速度と比較し検討を行った。

3. 研究の方法

(1) 供試材 供試材には Ti-6Al-4V を用いた。化学成分は、Al : 6.12, V : 4.27, O : 0.16, C : 0.02, Fe : 0.15, H : 0.0029, Ti : Bal. [mass%] である。 $\phi 20$ の棒材に 1203K , 3.6ks 保持後空冷, 978K , 7.2ks 保持後空冷の熱処理を施した。熱処理後の組織は $\alpha + \beta$ 二相組織で、平均粒径はいずれも $10\mu\text{m}$ であった。熱処理後の機械的性質は引張強さ : 943MPa , 0.2% 耐力 : 860MPa , 伸び : 17% ,

ビッカース硬さ : 316Hv である。この $\phi 20$ の棒材から切削によって直径 1.9mm (平行部長さ 3mm) の砂時計型試験片を加工した。切削による硬化層を除去することを目的として、試験片平行部を #120~#1500 のエメリー紙を用いて研磨した。研磨後の平行部直径は 1.8mm である。

(2) 疲労試験 基礎疲労試験には本研究室で開発した電気油圧サーボ式軸荷重疲労試験機を用いた。試験は応力比 $R=0.1$ の正弦波軸荷重で行った。繰返し周波数は 170Hz あるいは 250Hz とし、試験環境は室温大気中とした。なお、本供試材では試験周波数による疲労特性への影響は見られなかったため、試験結果の試験周波数による区別をしていない。Fig.1 に基礎疲労試験結果を示す。縦軸は最大応力 σ_{max} , 横軸は破断までの繰返し数 N_f を表す。図中の \circ , \triangle , \diamond はそれぞれ表面破壊, 内部破壊, 表面-内部干渉型破壊の結果である。表面-内部干渉型破壊は、表面起点型疲労き裂と内部起点型疲労き裂とが独立に発生・進展した後、合体することで破壊に至る形態を表す。

本研究では SPring-8 の占有時間が 48 時間と限られていたため、き裂進展を観察するためには高い周波数で疲労試験を行う必要があった。そこで、本研究のために新たに高応答小型サーボ疲労試験機を開発した。本試験機の最大周波数は 400Hz であり、限られた時間内で「疲労試験→観察」を多数回行うことができる。

SPring-8 での実験に先立ち内部き裂が発生していると思われる程度の繰返し負荷を与えた試験片を用意し、SPring-8 での内部き裂発生・進展試験に供した。Fig.1 に示した S-N 線図より、比較的短寿命かつ確実に内部破壊を生じる応力として、繰返し負荷の最大応力を $\sigma_{\text{max}}=650\text{MPa}$ (応力比は $R=0.1$ で同様) と決定した。また、試験周波数は 400Hz とした。Fig.1 における \bullet は予め与えた負荷繰返し数を示しており $N=1.60 \times 10^7 \text{cycles}$ とした。

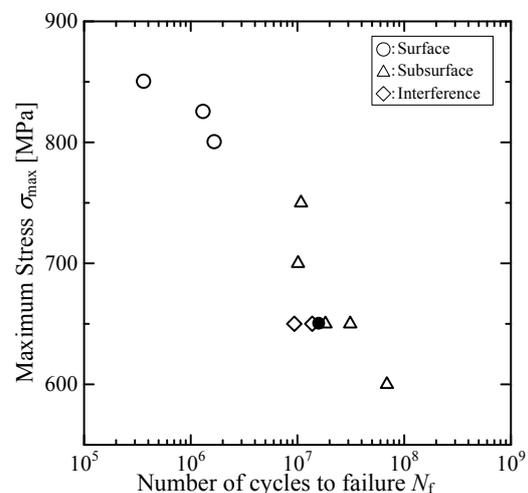


Fig.1 S-N diagram.

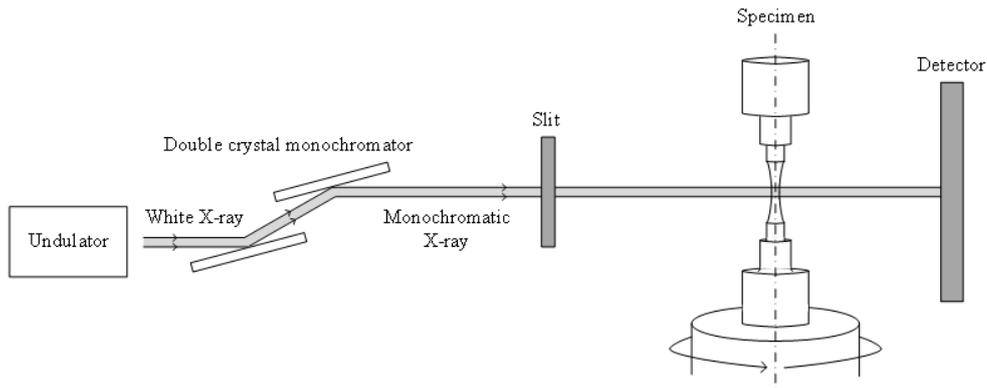


Fig.2 μCT imaging system.

その後、SPring-8において同様の試験条件の下で後続の疲労試験を行った。

(3) μCT イメージング μCT イメージングは SPring-8 の中尺ビームライン BL20XU・第二実験ハッチにおいて行った。本研究で用いた観察系の概略図を Fig. 2 に示す。観察系は光源、光学系、検出器、試験片からなる。試験片は回転式の台に設置される。本研究では Fig. 2 に示した通り、放射光の伝播方向と試験片の軸方向が垂直になるように試験片を設置した。撮影は、試験片を回転させつつ X 線を照射することにより行われ、これにより試験片内部の三次元情報を取得する。

本観察では X 線エネルギーを 37.7keV、試験片-検出器間距離を 300mm とし、試験片を 0.1 度刻みで 180 度回転させながら撮影を行った。透過像 1 枚当たりの露光時間は 0.5s とした。ここで、無負荷状態ではき裂は閉口しているために検出することが困難である。そこでき裂を開口させるために、独自に開発した小型引張載荷治具により試験片に引張荷重を付与しながら撮影を行った。付与した引張荷重は 1300N であり、これは疲労試験における最大荷重の約 80% に相当する。撮影範囲は試験片中央付近の軸方向 3mm×周方向 3mm であり、内部き裂が存在すると予想される平行部全域より情報を取得した。

本実験では、初めに予め繰返し負荷 ($N_f=1.60 \times 10^7$ cycles) を与えた試験片に対し μCT イメージングを行った。その後、所定の繰返し数だけ後続の疲労負荷を与え、再度 μCT イメージングを行うプロセスを繰返すことにより内部き裂の進展過程を非破壊で観察した。得られた μCT 像の解析には画像処理ソフトウェア Image J を用いた。

4. 研究成果

(1) 内部き裂観察結果 初回の μCT 観察において、予め与えた繰返し負荷により内部き裂が発生していることが確認された。得られた試験片内部の横断面(荷重軸方向に垂直な断面)を荷重軸方向に投影したものを Fig. 3(a) に示す。同図において、中央付近の

黒い箇所がき裂面を示し、き裂面形状は試験片表面方向にやや長い楕円状をしていた。次に「疲労試験→μCT 観察」を繰返し、内部き裂の進展過程を観察した。Fig. 3(b)~(h) に得られた横断面投影図を示す。これらの負荷繰返し数はそれぞれ $N_f=1.66 \times 10^7$, $N_f=1.76 \times 10^7$, $N_f=1.81 \times 10^7$, $N_f=1.83 \times 10^7$, $N_f=1.88 \times 10^7$, $N_f=1.93 \times 10^7$, $N_f=1.96 \times 10^7$ である。Fig. 3 より内部き裂が起点を中心に放射状に進展し、試験片表面に達する様子が観察された。

き裂形状を詳しく観察するために試験片内部の縦断面(荷重軸方向に平行な断面)を取得した。ここで縦断面の取得箇所としてき裂の荷重軸方向投影長さが最も長くなる位置を選んだ。Fig. 3 よりき裂面は試験片表面方向にやや長い形状をしていたため、縦断面は試験片中心軸を通り試験片表面に垂直となるように取得した。Fig. 4(a)~(h) に得られた縦断面をそれぞれ Fig. 3(a)~(h) に対応させて示す。図中の黒い線状の像がき裂である。同図よりき裂は数十 μm 程度の屈曲を伴いジグザグに進展したことが明らかとなった。

内部き裂が試験片表面に到達した後のき裂進展の様子を調べるため、Fig. 3(h) および Fig. 4(h) に示した μCT 観察 ($N_f=1.9575 \times 10^7 \approx 1.96 \times 10^7$) に引き続き 699 回の繰返し負荷を与えた。これにより得られた横断面の投影図を Fig. 5(a) に、縦断面図を Fig. 5(b) にそれぞれ示す。同図において、白色の一点鎖線はそれぞれ Fig. 3(h) および Fig. 4(h) に示した μCT 観察像におけるき裂先端位置を示している。Fig. 5(a) より、き裂は半楕円状に進展していたことが確認され、特に試験片表面位置において優先的に進展していた。一方で、同図(b) より試験片内部方向についても若干の進展が確認された。なお、この試験片は Fig. 5 の撮影後に行った疲労試験において 1 cycle に満たない負荷を受けた時点で直ちに破断し、疲労寿命は $N_f=1.9575699 \times 10^7$ となった。以上のことから、今回観察した試験片では試験片表面に達した後のき裂進展に費やされた疲労寿命は高々 10^2 オーダーであり、疲労寿命全体に対する影響は極めて小さかった。

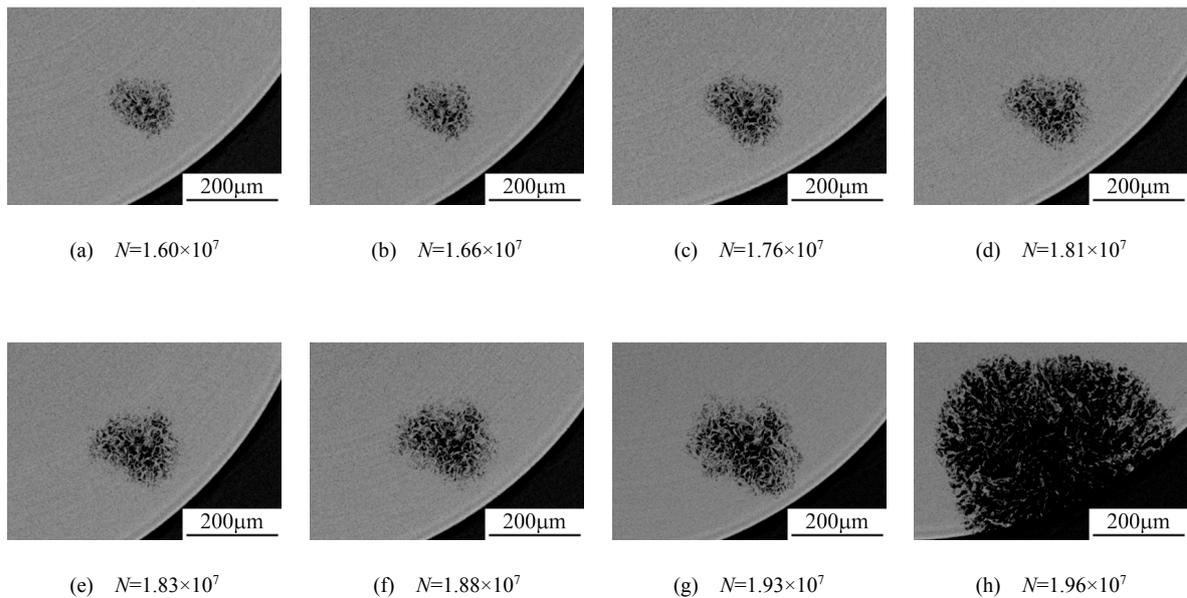


Fig.3 Crack growth processes projected on a plane perpendicular to the loading axis.

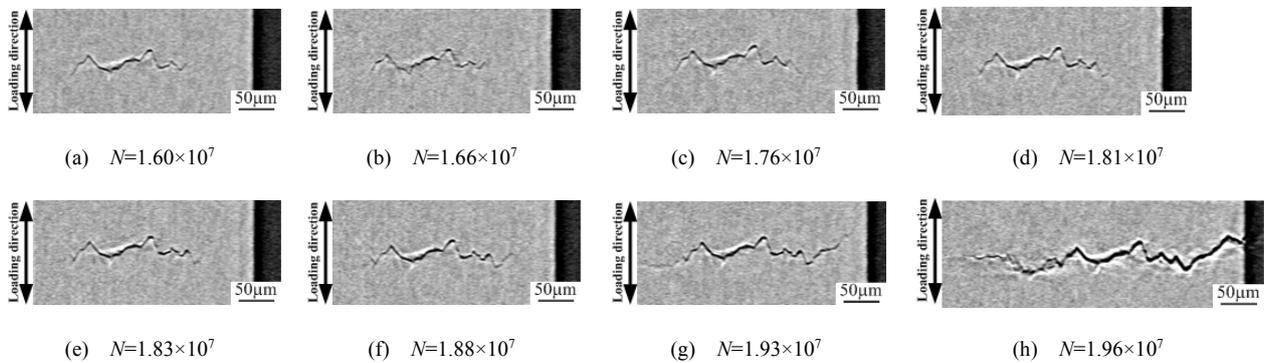


Fig.4 Longitudinal sections of the specimen at crack locations corresponding to Fig.3.

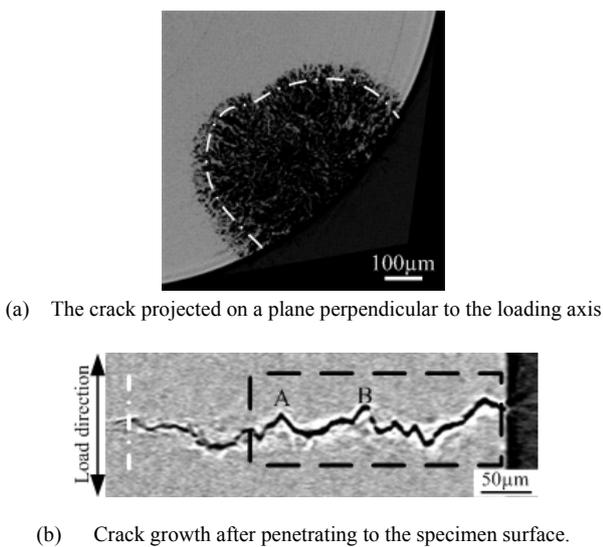


Fig.5 Crack propagation after penetrating to the specimen surface ($N=1.9575699 \times 10^7$).

3D-SEM を用いて破面を解析し、Fig. 5(b) に対応する断面の凹凸を計測したところ、両者はほとんど一致した。例えばFig. 5(b)における A-B 間の距離は $80\mu\text{m}$ と計測されたが、3D-SEM による計測でも同じ値が得られてい

る。すなわち、 μCT 像上のき裂像は実際のき裂形状を正確に示していることが明らかとなった。

(2) 内部き裂進展速度 内部き裂の進展速度を同定するために各負荷繰返し数におけるき裂長さを測定した。き裂長さは荷重軸方向投影長さが最も大きくなる位置より取得された縦断面である Fig. 4 および Fig. 5(b) において計測した。ここで Fig. 4(a)~(g) に示される内部き裂については、その荷重軸方向投影長さをき裂長さ $2a$ と定義した。一方、Fig. 4(h) および Fig. 5(b) に示されるき裂が表面に達した後のき裂長さについては、き裂が片側(試験片内部方向)にしか進展できないことから荷重軸方向投影長さを a と定義し、その2倍をき裂長さ $2a$ とした。

き裂長さ $2a$ の計測結果を Fig. 6 に示す。縦軸はき裂長さ $2a$ 、横軸は負荷繰返し数 N を示す。図中の▲が内部き裂、◆が表面到達後のき裂の結果である。同図より内部き裂は $2a=180\mu\text{m}$ 程度まで緩やかに進展し、それ以降は加速度的に進展した。さらに、内部き裂が表面に達した後は、急激に進展し破壊に至

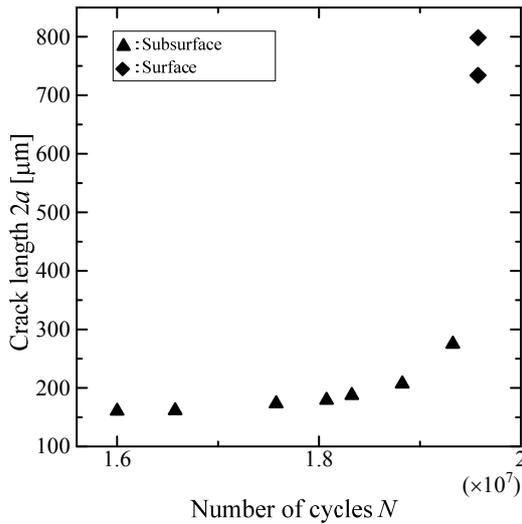


Fig. 6 Relationship between crack length and number of cycles.

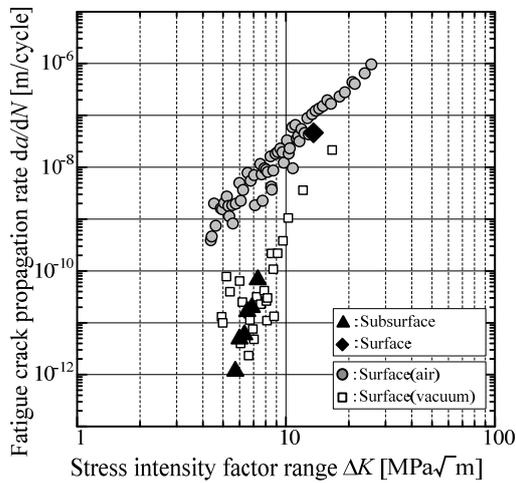


Fig. 7 Relationship between da/dN and ΔK .

ったことが確認された。

以上のようにして測定したき裂長さ $2a$ よりき裂進展速度 da/dN を同定した。ここで da/dN は 1cycle 平均のき裂進展量を示し、き裂進展量 Δa (き裂長さの増加量 $\Delta 2a$ を 2 で除したものを) を負荷繰返し数増分 ΔN で除すことにより計算した。Fig. 7 にき裂進展速度 da/dN と応力拡大係数範囲 ΔK の関係を示す。Fig. 7 において \blacktriangle が内部き裂、 \blacklozenge が表面到達後のき裂の結果を表す。なお、同図中の \bullet および \square については後述する。ここで ΔK の算出には表面き裂および内部き裂に関してそれぞれ村上による式 1、式 2 を用いた。式中で $\sqrt{\text{area}}$ は、横断面投影図におけるき裂面面積の平方根を表し、 $\Delta \sigma$ は最大応力 Δ_{\max} と最小応力 Δ_{\min} の差である。

$$\Delta K = 0.65 \Delta \sigma \sqrt{\pi \sqrt{\text{area}}} \quad (1)$$

$$\Delta K = 0.50 \Delta \sigma \sqrt{\pi \sqrt{\text{area}}} \quad (2)$$

Fig. 7 より、内部き裂の進展速度は

10^{-10}m/cycle 以下であり 1cycle 平均のき裂進展量は 1\AA を下回っていた。ここで、き裂はき裂先端の原子結合の分離により進展するため、その進展量の最小単位は原子間距離となる。このため、内部き裂は連続的に進展するのではなく、進展と停止を繰り返して不連続に進展したと考えられる。一方、き裂が表面に到達した後の進展速度は 10^{-7}m/cycle 程度であり、内部き裂の進展速度に比べて明らかに大きかった。

(3) 大気中および真空中における進展速度との比較 筆者らの研究グループではこれまでに、内部き裂は大気から遮断され、酸化や気体の吸着を伴わない真空環境に類似した環境にさらされていると考えに基づき、疲労特性に与える真空環境の影響に着目した研究を行ってきた。内部き裂の進展速度に及ぼすき裂周囲環境の影響を検討するために、Fig. 7 に本試験と同様の供試材に対して実施した大気中および真空中における表面き裂進展試験の結果を併せて示す。表面き裂進展試験は本研究室で開発した超高真空疲労試験機を用いて行われた。き裂進展の観察にはデジタルマイクロスコップ (KEYENCE 社製: VHX-2000) を用いた。このスコップの空間分解能は $0.4\mu\text{m}$ 程度であり、き裂のわずかな進展量を判別することが可能である。実験には $\phi 4 \times 6 \text{mm}$ の平行部を有する砂時計型の試験片を用いた。また、き裂進展観察を行う上でき裂発生個所を限定する必要があったため、平行部中央に $\phi 30\mu\text{m} \times 30\mu\text{m}$ の微小円孔を加工した。なお微小円孔の加工には周囲組織への熱影響を防ぐためエキシマレーザを用いた。試験方式は最大応力一定 ($\sigma_{\max} = 700 \text{MPa}$) の ΔK 漸増試験とした。真空中試験の真空圧力は $7.2 \times 10^{-7} \sim 9.8 \times 10^{-6} \text{Pa}$ の超高真空とした。

Fig. 7 の \bullet が大気中、 \square が真空中の表面き裂の結果である。真空中の表面き裂の進展速度は大気中のそれよりも小さく、特に ΔK が小さい領域でその傾向は顕著である。

大気中の表面き裂の進展速度 (\bullet) と本実験で得られた内部き裂の進展速度 (\blacktriangle) を比較すると、同じ ΔK では内部き裂進展速度は大気中の表面き裂のそれに比べて著しく低く、 $1/1000 \sim 1/100$ 程度となった。一方、真空中の表面き裂 (\square) と内部き裂 (\blacktriangle) を比べると、これらの進展速度はよく一致した。このことは、き裂進展に与える真空環境と内部き裂周囲環境の影響が等しいことを示しており、真空環境の寄与により内部き裂の進展速度は極めて小さくなったと考えられる。一方、内部き裂が表面に到達した後の結果 (\blacklozenge) については、大気中表面き裂 (\bullet) と同程度の進展速度となった。このことから、表面到達後のき裂進展速度が内部き裂に比べ著しく大きかったことは、き裂周囲環境の影響によるものであるといえる。以上のことから、今回観察した長さ約 $160\mu\text{m}$ 以上の内部き裂の進

展挙動は真空環境の影響によって説明できること、内部き裂が試験片表面に達した後のき裂進展は表面き裂と同様の進展挙動を示すことが明らかとなった。

(4) まとめ

($\alpha + \beta$)Ti-6Al-4V を対象に、放射光 μ CT イメージングを用いて、内部き裂の進展過程を観察するとともに、内部き裂の進展速度を同定し、真空中および大気中における表面き裂の進展速度と比較した。その結果、内部き裂は 10^{-10} m/cycle 以下の極めて低速で進展すること、内部き裂と真空中の表面き裂の進展速度は一致すること、内部き裂が表面に到達した後の進展速度は約 10^{-7} m/cycle となり大気中の表面き裂と同程度の速度で進展することなどが明らかとなった。

5. 主な発表論文等

[雑誌論文] (計 3 件)

(1) 吉中奎貴, 中村孝, 中山慎也, 塩澤大輝, 中井善一, 上杉健太郎, Ti-6Al-4V における内部起点型疲労き裂進展の放射光 μ CT イメージングによる観察, 日本材料学会第 32 回疲労シンポジウム講演論文集, 査読無, 2014, P223-227.

(2) 塩澤大輝, 岡田宗大, 中井善一, 放射光 μ CT イメージングを用いたアルミニウム合金の腐食疲労におけるピットの成長およびき裂発生過程の 4D 解析, 軽金属, 査読有, 64 巻, 2014, p564-569, <http://doi.org/10.2464/jilm.64.564>.

(3) Y. Nakai, D. Shiozawa, T. Murakami, and H. Nosho, Fatigue Crack Propagation Mode Transition under Cyclic Torsion Using Micro-CT Imaging with Ultra-Bright Synchrotron Radiation, Proceedings of the 4th International Conference on Crack Paths, 査読無, 2012, CD-ROM.

[学会発表] (計 8 件)

(1) Yoshinaka, T. Nakamura, D. Shiozawa, Y. Nakai, K. Uesugi, Observation of internal small fatigue cracks in Ti-6Al-4V by using synchrotron radiation microcomputed tomography imaging at SPring-8, International Conference on Advanced Technology in Experimental Mechanics 2015 (ATEM' 15), 4-8th Oct, 2015, Loisir Hotel Toyohashi, Toyohashi. Accepted.

(2) 中井善一, 塩澤大輝, 松田翔太, 中尾亮太, 浅川直也, 菊池将一, 高輝度放射光の回折コントラストイメージングによる疲労過程の転位構造変化の観察, 日本機械学会関西支部, 第 90 期定時総会講演会, 2015 年 03 月 16 日~2015 年 03 月 17 日, 京都大学, 京都.

(3) 高久和明, 中村孝, 小熊博幸, Ti-6Al-4V

合金における微小疲労亀裂進展に及ぼす真空環境の影響, 日本機械学会 M&M2014 カンファレンス, OS2105, 2014 年 07 月 19 日~2014 年 07 月 21 日, 福島大学, 福島.

(4) 政田尚也, 松田翔太, 塩澤大輝, 中井善一, 高輝度放射光を用いた回折コントラストイメージによるき裂発生過程の結晶組織観察, 日本材料学会第 16 回破壊力学シンポジウム, 2013 年 11 月 20 日~2013 年 11 月 22 日, 阿蘇ファームランド, 阿蘇.

(5) 中山慎也, 中村孝, 小熊博幸, 塩澤大輝, 中井善一, 上杉健太郎, 放射光 μ CT イメージングを用いた Ti-6Al-4V 内部に発生する微小疲労き裂の検出 OS1307, 日本機械学会 M&M2013 カンファレンス, 2013 年 10 月 11 日~2013 年 10 月 14 日, 岐阜大学, 岐阜.

(6) 松田翔太, 政田尚也, 塩澤大輝, 中井善一, 三浦亮太郎, 高輝度放射光を用いた回折コントラストトモグラフィによる疲労損傷評価に関する検討 OS1503, 日本機械学会 M&M2013 カンファレンス, 2013 年 10 月 11 日~2013 年 10 月 14 日, 岐阜大学, 岐阜.

(7) 中村孝, 超高サイクル疲労機構の解明を目指して, 日本材料学会北海道支部第 13 期総会・特別講演会, 2013 年 3 月 22 日, 北海道大学, 札幌.

(8) 納庄宏明, 塩澤大輝, 中井善一, 放射光 μ CT イメージモデルに基づいた有限要素解析によるねじり疲労き裂進展挙動の評価, 日本機械学会関西支部第 88 期定時総会講演会, 2013 年 3 月 16 日~2013 年 3 月 17 日, 大阪工業大学, 大阪.

6. 研究組織

(1) 研究代表者

中村 孝 (Nakamura Takashi)
北海道大学・工学研究院・教授
研究者番号: 30237408

(2) 研究分担者

柴山 環樹 (Shibayama Tamaki)
北海道大学・工学研究院・准教授
研究者番号: 10241564

塩澤 大輝 (Shiozawa Daiki)
神戸大学・工学研究科・准教授
研究者番号: 60379336

中井 善一 (Nakai Yoshikazu)
神戸大学・工学研究科・教授
研究者番号: 90155656

(3) 連携研究者

上杉 健太郎 (Uesugi Kentarou)
光輝度光科学研究センター・研究員
研究者番号: 80344399