

科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 28 年 6 月 29 日現在

機関番号：17102

研究種目：基盤研究(A) (一般)

研究期間：2013～2015

課題番号：25249099

研究課題名(和文) 長周期地震動に対応できる次世代制震ダンパーとしての鉄系形状記憶合金の疲労特性

研究課題名(英文) Designing Ferrous Shape-Memory Alloys with Improved Fatigue Lives toward New Anti-Seismic Metallic Damper for Tower Buildings

研究代表者

津崎 兼彰 (Tsuzaki, Kaneaki)

九州大学・工学(系)研究科(研究院)・教授

研究者番号：40179990

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 34,900,000円

研究成果の概要(和文)：長周期長時間地震動対策のための制震ダンパー鋼材として、鉄系形状記憶合金におけるミクロ変形の可逆性によって疲労特性が向上することに着眼し、その疲労特性向上の機構解明と系統的な材料データの構築を行った。その結果、疲労き裂先端近傍での変形誘起FCC-HCPマルテンサイト変態が起こる条件のFe-30Mn-4Si-2Al合金で低サイクル疲労特性が最も優れることが明らかとなった。また、本合金の優れた疲労特性(長寿命)は、き裂進展寿命に起因していることを明らかにした。その上で、き裂進展速度に及ぼすマルテンサイト変態の寄与について考察し、最適なマルテンサイト量があることを示した。

研究成果の概要(英文)：In order to determine the optimal alloy composition, we investigate the low-cycle fatigue properties of seven Fe-30Mn-(6-x)Si-xAl alloys with x=0 to 6. The alloys are prepared by induction melting. Cylindrical fatigue specimens with a diameter of 8 mm are machined from the annealed alloys after hot forging and rolling. The specimens are subjected to axial-strain-controlled low-cycle fatigue tests in air at a constant total strain range of 2.0%. The volume fractions of the constituent phases are determined using X-ray diffraction analyses, and the deformation microstructures are observed using scanning electron microscopy, electron backscatter diffraction (SEM-EBSD) and transmission electron microscopy (TEM). We have found that the Fe-30Mn-4Si-2Al alloy with FCC-HCP martensitic transformation shows the best fatigue life of more than 8,000 cycles. It is interesting to note that the alloy has an intermediate value of SFE (stacking fault energy) among the present seven alloys.

研究分野：機械材料学

キーワード：高Mnオーステナイト鋼 疲労変形 低サイクル疲労 疲労き裂進展 マルテンサイト変態 鉄鋼材料
耐震性 震災復興

1. 研究開始当初の背景

長周期地震動とは、地盤の揺れと建物の固有周期が合致して共振し大きく揺れる現象である。近年建築関係で検討され始めた問題であり、東日本大震災でその重大性が再確認された。例えば大阪府の咲洲庁舎（震源から770km）では、震度3であったが最上階の55階では想定の倍の2.8mの変形で約10分間揺れ続けた（図1）。今後予想される東南海地震では、最上階で6mの揺れが予想される。このように今後の大地震に備えて高層ビルの補強対策が重要課題となっている。



図1 長周期地震動の影響を伝える当時の新聞記事

国土交通省は東日本大震災を契機として安全基準を高く、2012年夏から新築高層ビルには10分間という長時間の大揺れにも耐える強度を義務付けている（従来は2分で検討）。長周期地震動では制震ダンパーが大振幅の繰り返し変形を受け疲労する。このときの歪振幅はダンパー部材の弾性変形限度を超えるものである。すなわち、ここで問題となる金属疲労は、繰り返し変形毎にマクロな塑性変形が起こる「低サイクル疲労」である^[1]。従って、材料科学の視点から長周期地震動対策という社会的要請に応えようとすると、制震ダンパー鋼材の低サイクル疲労特性の向上が喫緊の研究課題となる。

研究分担者の澤口は、Fe-Mn基形状記憶合金で低サイクル疲労特性が向上することに注目した。この合金系での形状記憶現象は、外力負荷時に応力誘起 FCC HCP マルテンサイト変態によって外形変化が起こり、その後の加熱時の HCP FCC 逆変態でのせん断変形が可逆的に起こり形状が元にもどるといったメカニズムによる。これは有名な形状記憶合金ニチノール (NiTi) とは異なるメカニズムであり、1982年に佐藤らによって初めて見いだされた^[2]。澤口らは、この Fe-Mn 基合金の引張圧縮変形時の表面起伏を原子間力顕微鏡 (AFM) で詳細に観察して、応力反転時に FCC HCP FCC 変態が可逆的に起こる

ことを見出した^[3] (図2)。これは、応力が正負に反転する変形すなわち疲労において材料内部のせん断変形が可逆的に起こることを意味しており、疲労特性の向上に寄与すると考えた^[3,4]。通常の鋼材ダンパーでは、材料内部のせん断変形は転位すべりで起こり不可逆的現象であるのに対して、Fe-Mn 基合金での変形は可逆的であり材料中の累積損傷が低減されると着意したわけである。この技術シーズは次世代制震ダンパーとして注目され、大型鋼材の溶解製造やダンパーへの部材化に必要な溶接などの周辺技術も含めて、実用化に向けた取り組みが進行中であ

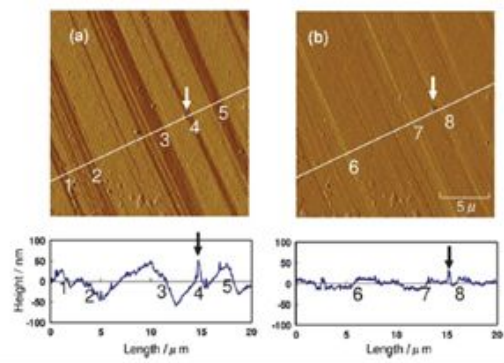


図2 応力反転による表面起伏の形状回復を示す原子間力顕微鏡像^[3]: (a) 引張、(b) 圧縮

る。

新しい技術は特殊と見られがちである。特に人命にかかわる技術では、技術の信頼性を保証する学術的な裏付けと系統的な材料データの構築が必要である。ここに基礎研究の重要性がある。本提案では、形状記憶効果を利用した新しいタイプの次世代制震ダンパーを出口に設定している(図3)。このため、その信頼性保証のために変形様式(塑性ひずみ発生・伝播挙動)と疲労特性(疲労亀裂の発生と伝播挙動)の関係についての詳細な検討が求められる。

【文献】[1] S.コサンダ,(訳監修:横堀武夫), 金属疲労の解析と応用,(1981),現代工学社。
[2] A. Sato, E. Chishima, K. Soma, T. Mori, Acta Mater. 30(1982)1177. [3] T. Sawaguchi et al, Scripta Mater, 54(2006) 1885. [4] T. Sawaguchi et al, Scripta Mater, 59(2008) 826.



図3 研究の出口に設定している制震ダンパーの一例

2. 研究の目的

大地震に備えて高層ビルの補強対策が重要課題となっている。長周期地震動対策では制震ダンパー鋼材の金属疲労が課題である。申請者らは、鉄系形状記憶合金におけるミクロ変形の可逆性によって疲労特性が向上することに着眼した。世代制震ダンパーの実現のためには信頼性保証のために疲労特性向上の機構解明と系統的な材料データの構築が不可欠である。

本研究では、次世代制震ダンパーとして期待されている鉄系形状記憶合金の優れた疲労特性の発現メカニズムの解明と材料データ構築を目的とする。このために変形様式（塑性ひずみ発生の素過程）と疲労特性（疲労亀裂の発生と伝播挙動）の関係についての詳細な検討を行う。

3. 研究の方法

化学成分の調整によって、変形様式が FCC HCP マルテンサイト変態から FCC 双晶変形さらには拡張転位すべりへと漸次変化する 7 種類の Fe-30Mn-6(Si,Al)合金を作製する（図 4、表 1）。これらに制震ダンパーに要求される性能（表 2）を考慮した条件での低サイクル疲労試験を実施する。またレプリカ法によって疲労亀裂の発生と伝播を観察する。平成 26 年度以降では、初年度の結果からメカニズム解明に必要な特徴ある合金として、3~4 種類を対象合金を絞り込む。疲労変形途中の変形組織の形成過程を X 線、

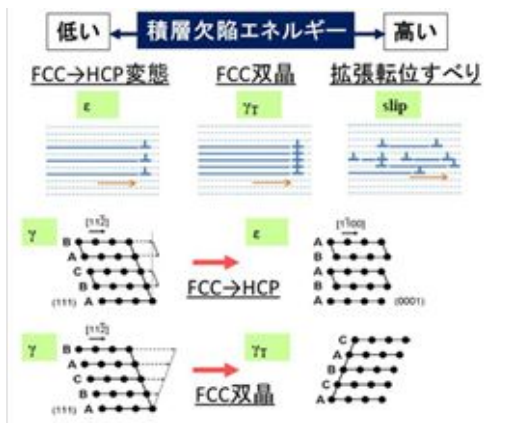


図 4 Fe-高 Mn 系 FCC 合金で現れる 3 つの変形様式

表 1 7 種類のモデル合金の化学組成 (mass%)と予想される主変形様式

モデル合金	主たる変形様式
Fe-30Mn-6Si-0Al (SMA)	FCC→HCP変態
Fe-30Mn-5Si-1Al	FCC双晶変形
Fe-30Mn-4Si-2Al	
Fe-30Mn-3Si-3Al (TWIP)	
Fe-30Mn-2Si-4Al	拡張転位すべり
Fe-30Mn-1Si-5Al	
Fe-30Mn-0Si-6Al	

SEM、TEM などで詳細に観察する。連携研究者を含めて、変形様式（塑性ひずみ発生の素過程）と疲労特性（疲労亀裂の発生と伝播挙動）の関係を考察し、鉄系形状記憶合金製の制震ダンパーの優れた疲労特性のメカニズム解明を達成する。

表 2 制震ダンパーに要求される理想性能

ダンパーの設計検討項目	要求される性能
建物の変形量	階高に対し大地震時1/100以内
エネルギー吸収法	弾塑性変形による地震エネルギー吸収
ダンパーの最大振幅	±0.5%から±3.0%
変形速度(ひずみ速度)	10 ⁻² /sから10 ⁻¹ /s
被災後の点検・交換	なし(大震災後も性能劣化なし)
想定地震発生頻度	耐用年数(100年間)に大地震1回、中規模地震2~3回

4. 研究成果

4 - 1 . Fe-30Mn-(6-x)Si-xAl TRIP/TWIP 合金の低サイクル疲労特性に及ぼす合金組成の影響:

低サイクル疲労挙動と変形組織の変化を調査した。Al 量が 2%以下の場合、疲労変形によって変形誘起 FCC→HCP マルテンサイト変態が起こる。Al 量が 2%より多い場合、EBSD 観察では変形双晶が観察されなかった。疲労寿命には引張試験の耐力と加工硬化率とに関係があった。耐力が高く、加工硬化率が低く、HCP マルテンサイト量が少ない Fe-30Mn-4Si-2Al 合金が優れた疲労寿命 ($N_f=8,000$ @ $\Delta\epsilon_t=2\%$) が観察された。

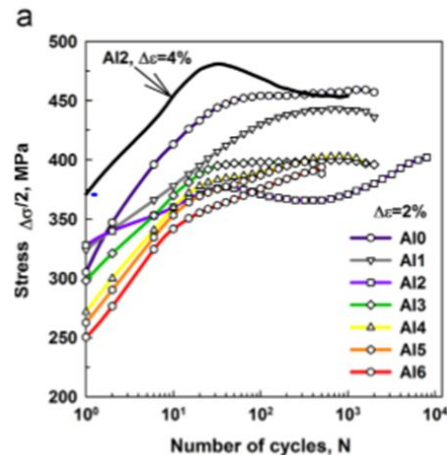


図 5 Fe-30Mn-(6-x)Si-xAl 合金の低サイクル疲労における応力振幅の繰返数に伴う変化【成果論文(1)】

4 - 2 . 低サイクル疲労寿命に優れた Fe-Mn-Si 合金の設計指針:

新規設計は交番応力下での転位運動の可逆性に基づくものである。転位運動の可逆性は、変形誘起 FCC-HCP マルテンサイト変態が起こる対象合金系では積層欠陥エネルギー=20mJ/m² であってさらに Si 量が 4%のときに最大となる。

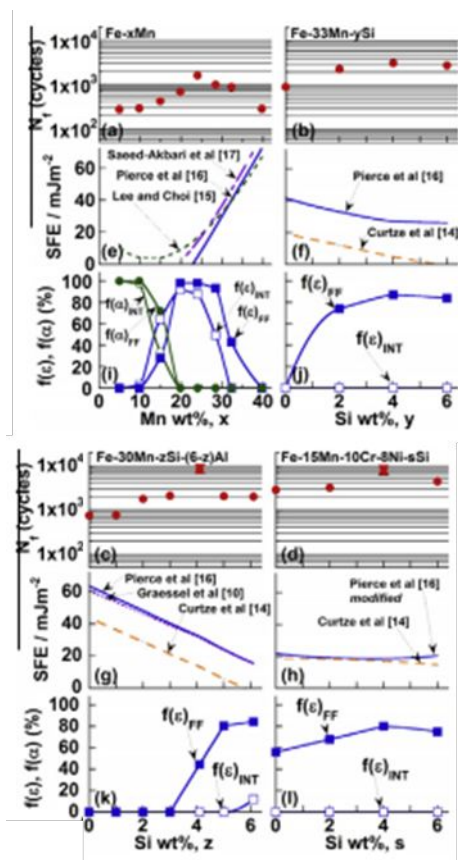


図6 Fe-Mn, Fe-33Mn-Si, Fe-30Mn-Si-Al, Fe-15Mn-10Cr-8Ni-Si 系オーステナイト合金の疲労寿命, 積層欠陥エネルギー, 変形後の相体積率. 【成果論文(2)】

このような条件を満たす合金として Fe-30Mn-4Si-2Al 合金と Fe-15Mn-10Cr-8Ni-4Si 合金では、 $N_f=8,000$ @ $\Delta\epsilon_t=2\%$ を示した。

4 - 3 . 低サイクル疲労寿命に優れた Fe-30Mn-4Si-2Al 合金のマイクロ組織形成:

低サイクル疲労試験 ($N_f=8,000$, $\Delta\epsilon_t=2\%$) の途中止め試験片を用いてマイクロ組織観察を行った。その結果、変形誘起 FCC-HCP マルテンサイト変態を起こす合金で優れた低サイクル疲労寿命を発現するマイクロ組織視点からの条件として次の2点があることを明らかにした。

- (1) すべりの集中による変形帯形成から HCP マルテンサイト変態と変形様式が変化すること。ここで変形帯部分が HCP マルテンサイト相への変化することが特徴的である。(図8)
- (2) マルテンサイト変態速度が緩やかであること。HCP マルテンサイトがき裂の容角進展経路となるため、マルテンサイト量が多すぎると進展速度の促進に働く。(図9: Fe-30Mn-5Si-1Al 合金)

その上で、このようなマイクロ組織発達を示す熱力学的指標として、積層欠陥エネルギー $=20\text{mJ/m}^2$ があることを示した。

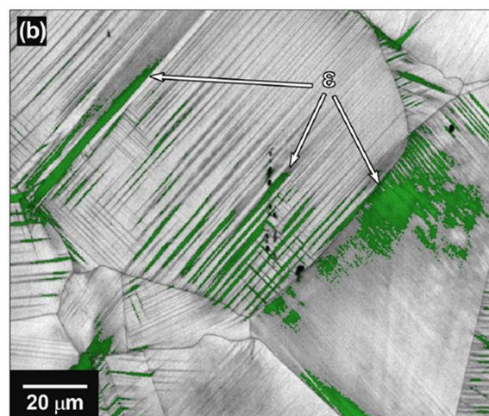


図7 Fe-30Mn-4Si-2Al 合金の低サイクル疲労におけるマイクロ組織発達。 $N_f=2,000$ @ $\Delta\epsilon_t=2\%$ 。【成果論文(5)】

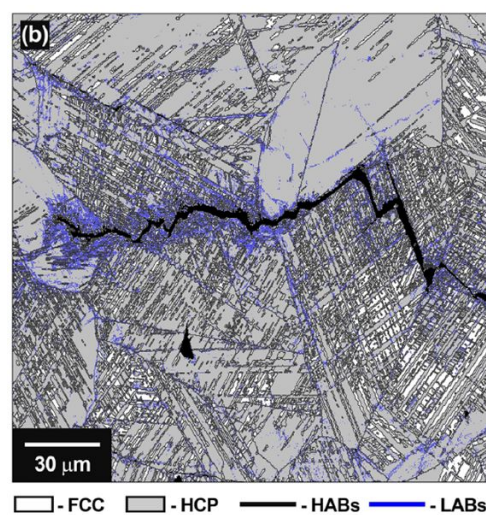


図8 Fe-30Mn-5Si-1Al 合金の低サイクル疲労におけるマイクロ組織発達とき裂進展。 $N_f=2,100$ @ $\Delta\epsilon_t=2\%$ 。【成果論文(5)】

4 - 4 . 低サイクル疲労寿命に優れた Fe-30Mn-4Si-2Al 合金の疲労き裂進展挙動のレプリカ観察:

平滑材とともに 400 μm 長さの FIB 人工き裂を導入した試験片を用いて、 $\Delta\epsilon_t=2\%$, $f=1$ Hz の低サイクル試験を行い、レプリカ法によって疲労き裂進展挙動を観察した。

その結果、400 μm 以降のき裂進展は平滑材と切欠材とで有意な差がないことが明らかになった。このことから、き裂進展前のマトリクス全体のマイクロ組織発達 (HCP マルテンサイト変態) は重要でなく、き裂進展にもなうき裂近傍でのマイクロ組織発達そのものが重要であることを示した。

さらに平滑材のき裂発生は、 $N=200$ という疲労初期から起こっており、き裂発生からき裂長さ 400 μm に至るまで ($N=7,000$) の微小き裂の進展が長寿命全体の大部分を担っていることを示した。

すなわち、FCC-HCP マルテンサイト変態をとまなう Fe-30Mn-4Si-2Al 合金の優れた低サ

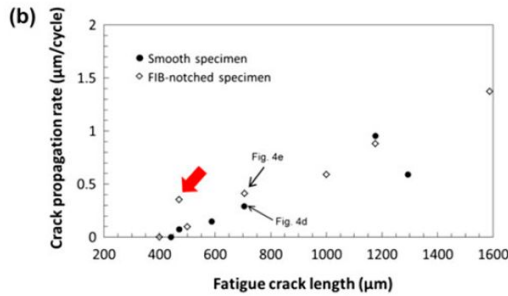
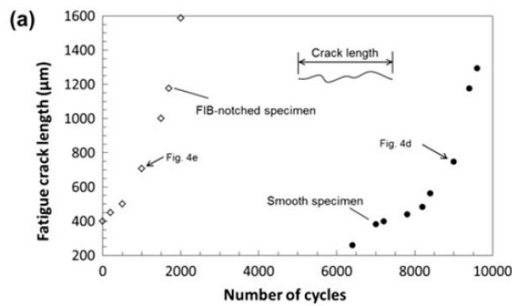


図9 Fe-30Mn-4Si-2Al合金の低サイクル疲労におけるき裂進展挙動。
 $f=1\text{Hz}$, $\Delta\varepsilon_t=2\%$ 。【成果論文(6)】

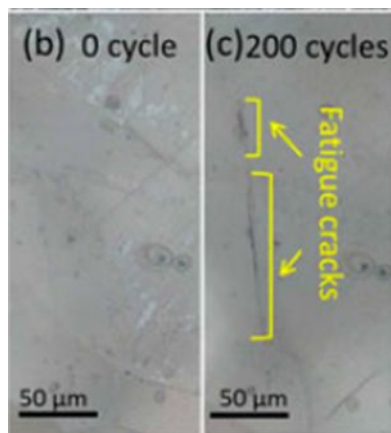


図10 Fe-30Mn-4Si-2Al合金の低サイクル疲労における $N=200$ でのき裂発生。【成果論文(6)】

イクル疲労寿命は、き裂発生ではなくき裂伝ばに起因することが明らかとなった。

4 - 5 . 低サイクル疲労寿命に優れた Fe-30Mn-4Si-2Al 合金の疲労き裂進展挙動のその場観察：

100 μm ドリル穴付き試験片で曲げ疲労を行い光学顕微鏡でき裂進展その場観察を行った。

その結果、FCC-HCP マルテンサイト変態にはき裂伝ば速度の抑制にポジティブな効果として以下の 3 つがあることを明らかにした：(1) き裂先端で近傍でのひずみ集中の抑制；(2) ズグザクなき裂進展経路によって破面粗さ誘起き裂閉口が促進；(3) 二次き裂の発生による crack toughening 効果つまり応力再分配。一方、FCC-HCP マルテンサイ

ト変態にはネガティブな効果もある：二次き裂の発生を促進し、それが主き裂と合体する場合は、き裂進展速度を増大する。

Fe-30Mn-4Si-2Al 合金では、これらポジティブな効果が最適化されているために優れた長寿命につながっている。一方で、Fe-30Mn-6Si 合金では、変形誘起マルテンサイト量が多すぎて、ネガティブ効果が上回ったと考察した。

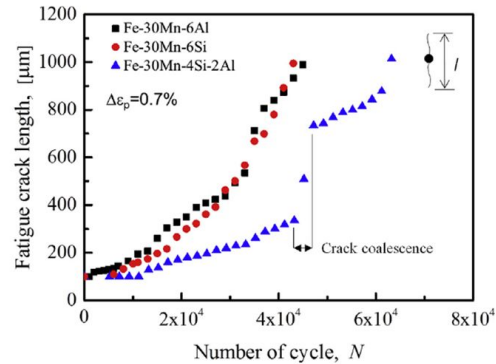


図11 Fe-30Mn-4Si-2Al合金の低サイクル疲労におけるき裂進展挙動。
 $f=6\text{Hz}$, $\Delta\varepsilon_t=0.7\%$ 。【成果論文(9)】

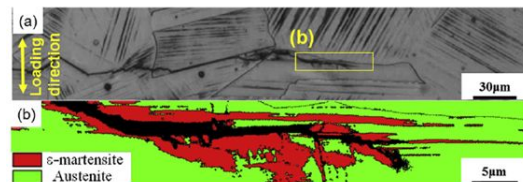


図12 Fe-30Mn-4Si-2Al合金の低サイクル疲労におけるき裂先端近傍でのマイクロ組織。 $N=6.3 \times 10^4$, $f=6\text{Hz}$, $\Delta\varepsilon_t=0.7\%$ 。【成果論文(9)】

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10件)

- (1) I. Nikulin, T. Sawaguchi, K. Tsuzaki: "Effect of alloying composition on low-cycle fatigue properties and microstructure of Fe-30Mn-(6-x)Si-xAl TRIP/TWIP alloys" *Mater. Sci. Eng. A.*, **587** (2013), pp.192-200.
- (2) T. Sawaguchi, Ilya Nikulin, K. Ogawa, K. Sekido, S. Takamori, T. Maruyama, Y. Chiba, A. Kushibe, Y. Inoue, K. Tsuzaki: "Designing Fe-Mn-Si alloys with improved low-cycle fatigue lives" *Scripta Materialia*, **99** (2015), pp.49-52.
- (3) Kensuke Yamada, Motomichi Koyama, Takahiro Kaneko, Kaneaki Tsuzaki: "Positive and negative effects of hydrogen on tensile behavior in polycrystalline Fe-30Mn-(6 -

- x)Si-xAl austenitic alloys” *Scripta Materialia*, **105** (2015), pp.54-57.
- (4) Motomichi Koyama, Takahiro Sawaguchi, Kaneaki Tsuzaki : “Deformation Twinning Behavior of Twinning-induced Plasticity Steels with Different Carbon Concentrations – Part 2: Proposal of Dynamic-strain-aging-assisted Deformation Twinning” *ISIJ International*, **55** (2015), pp.1754-1761.
- (5) Ilya Nikulin, Takahiro Sawaguchi, Kazuyuki Ogawa, Kaneaki Tsuzaki : “Microstructure Evolution Associated with a Superior Low-Cycle Fatigue Resistance of the Fe-30Mn-4Si-2Al Alloy”, *METALL. MATER. TRANS. A*, **46A**, (2015), pp. 5103-5113
- (6) Huichao Li, Motomichi Koyama, Takahiro Sawaguchi, Kaneaki Tsuzaki, Hiroshi Noguchi : “Importance of crack-propagation-induced ϵ -martensite in strain-controlled low-cycle fatigue of high-Mn austenitic steel” *Philosophical Magazine Letters*, **95** (2015), pp. 303-311.
- (7) Ilya Nikulin, Takahiro Sawaguchi, Atsumichi Kushibe, Yasuhiko Inoue, Hiroaki Otsuka, Kaneaki Tsuzaki : “Effect of strain amplitude on the low-cycle fatigue behavior of a new Fe-15Mn-10Cr-8Ni-4Si seismic damping alloy” *International Journal of Fatigue*, **88** (2016), pp. 132-141
- (8) Ilya Nikulin, Takahiro Sawaguchi, Kazuyuki Ogawa, Kaneaki Tsuzaki : “Effect of γ to ϵ martensitic transformation on low-cycle fatigue behaviour and fatigue microstructure of Fe-15Mn-10Cr-8Ni-xSi austenitic alloys”, *Acta Materialia*, **105** (2016), pp. 207-218
- (9) Y.-B. Ju, M. Koyama, T. Sawaguchi, K. Tsuzaki, K. Noguchi, “In situ microscopic observations of low-cycle fatigue-crack propagation in high-Mn austenitic alloys with deformation-induced ϵ -martensitic transformation”, *Acta Materialia*, **112** (2016), pp. 326-336.
- (10) Wataru Tasaki, T. Sawaguchi, I. Nikulin, Kaoru Sekido, K. Tsuchiya: “Effect of deformation temperature on low-cycle fatigue properties of Fe-28Mn-6Si-5Cr shape memory alloy”, *Mater. Trans.*, **57** (2016), pp. 639-646.

〔学会発表〕(計8件：内7件が招待講演)

- (1) 津崎兼彰:「ESISMとしての国土強靱化への貢献：長周期地震動対策と構造材料そしてプラスチック」, 京都大学構造材料元素戦略研究拠点シンポジウム 2014年1月11日, 京都大学, 【招待講演】
- (2) K. Tsuzaki: “Fe-Mn-Si alloy with superior low-cycle fatigue life and its application to anti-seismic damper”, ICOMAT 2014, 2014年7月6日~11日, Bilbao in Spain 【招待講演】

- (3) 澤口孝宏:「高 Mn 鋼における転位の可逆的集団運動を利用した耐疲労特性の改善」, 第4回プラスチックに基づく変形現象研究会, 2014年12月19日, 京都大学. 【招待講演】
- (4) K. Tsuzaki: “Negative and positive effects of hydrogen on tensile behavior in high-Mn austenitic steels”, 日本鉄鋼協会第170回秋季講演大会, 2015年9月15日~18日, 九州大学. 【招待講演】
- (5) 津崎兼彰:「Fe-Mn-Si 形状記憶合金の新展開：耐疲労制振ダンパー用材料の開発」, 日本金属学会秋期講演大会, 2015年9月17日, 九州大学. 【招待講演】
- (6) 津崎兼彰:「相変態が生み出す鉄鋼の多様性」, 本多記念講演会, 2015年10月2日, メトロポリタン仙台. 【招待講演】
- (7) 澤口孝宏:「Fe-Mn-Si 基合金中の反復部分転位運動による低サイクル疲労特性改善」, 日本金属学会春期大会, 2016年3月24日, 東京理科大学.
- (8) 澤口孝宏:「疲労耐久性に優れた新しい Fe-Mn-Si 系合金の開発」, 未踏科学技術協会特別講演会, 2015年7月17日, 化学会館. 【招待講演】

〔その他〕

ホームページ等

九州大学大学院工学研究院機械工学部門
材料強度学研究室

<http://www.mech.kyushu-u.ac.jp/~force/>

〔受賞〕

津崎 兼彰, 澤口孝宏 : 文部科学大臣表彰・科学技術賞・開発部門, 「疲労耐久性10倍の新合金と耐疲労制振ダンパーの開発」, 2015年4月15日

6. 研究組織

(1) 研究代表者

津崎 兼彰 (TSUZAKI Kaneaki)
九州大学・大学院工学研究院・教授
研究者番号：40179990

(2) 研究分担者

澤口 孝宏 (SAWAGUCHI Takahiro)
物質・材料研究機構・主席研究員
研究者番号：30354161

小山 元道 (KOYAMA Motomichi)
九州大学・大学院工学研究院・助教
研究者番号：20722705

松永 久生 (MATSUNAGA Hisao)
九州大学・大学院工学研究院・准教授
研究者番号：80346816

(3) 連携研究者

野口 博司 (NOGUCHI Hiroshi)
九州大学・大学院工学研究院・教授
研究者番号：80164680

東田 賢二 (HIGASHIDA Kenji)
九州大学・大学院工学研究院・教授
研究者番号：70156561