

**科学研究費助成事業 研究成果報告書**

平成 27 年 6 月 13 日現在

機関番号：14301  
研究種目：若手研究(B)  
研究期間：2013～2014  
課題番号：25870358  
研究課題名(和文) 空孔が疲労寿命に影響を及ぼすメカニズムの解明

研究課題名(英文) Effects of vacancies on fatigue behavior

## 研究代表者

杉田 一樹 (SUGITA, KAZUKI)

京都大学・工学(系)研究科(研究院)・助教

研究者番号：30517470

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 3,400,000円

研究成果の概要(和文)：SUS316ステンレス鋼の疲労材の欠陥挙動について陽電子消滅法を用いて調査した。陽電子寿命と塑性歪振幅の関係から、陽電子寿命は疲労変形中の塑性歪振幅の変化に敏感であることが分かった。これは塑性歪振幅が疲労変形に伴って導入された格子欠陥によって影響を受けるということを示唆している。空孔クラスターの寄与を明らかにするために、疲労試験を中断し、焼鈍を施すことで、空孔クラスターがある場合とない場合の疲労挙動について検討を行った。その結果、疲労変形中に導入された空孔クラスターを含む格子欠陥によって力学特性、特に耐力の変化を通じて、疲労挙動が大きく影響を受けることが明らかになった。

研究成果の概要(英文)：The defect behavior in fatigued stainless steel AISI316 was investigated by positron annihilation spectroscopy. The comparison between the positron lifetime results and stress amplitude leads to the conclusion that positron lifetime is sensitive to the change of plastic strain amplitude during the fatigue deformation. The plastic strain amplitude during fatigue deformation is considered to be affected by defects introduced by fatigue deformation. In order to investigate the contribution of vacancy-cluster, the fatigue behavior in the presence and the absence of vacancy-clusters was examined by interrupting the fatigue test and annealing. It is shown that fatigue behavior is significantly affected by the mechanical property change, especially the proof stress, due to the introduction of defects, including vacancy-cluster, during fatigue deformation.

研究分野：数物系科学

キーワード：格子欠陥 疲労 空孔

### 1. 研究開始当初の背景

金属の疲労過程では疲労変形に伴って格子欠陥が導入されると考えられる。疲労過程では巨視的には固執すべり帯の形成が、透過電子顕微鏡等の組織観察手法により微視的には転位集合組織の形成が観察されている。応力や歪振幅等の疲労挙動は疲労過程で導入される格子欠陥の種類と密度によって大きく影響を受けると考えられる。しかし疲労過程での格子欠陥密度の変化や疲労条件による格子欠陥挙動の変化についての知見は乏しく、格子欠陥が疲労挙動に与える影響については明らかになっていない。転位集合組織の観察に代表されるように転位配列に関しては多くの報告があるものの、疲労変形の過程の転位の切り合いによって生じると考えられる、空孔については微量な空孔を検出・定量化する手法に乏しく、報告例も非常に少ない。

本研究で用いる陽電子寿命法は、空孔型欠陥（空隙を伴う転位や空孔、空孔クラスタなどの格子欠陥）を敏感に非破壊で検出し、それらの密度を定量可能な手法であり、疲労中の格子欠陥挙動を調査するのに適した手法である。

我々は予備実験として高張力鋼材の焼鈍条件と低サイクル疲労寿命の関係について陽電子寿命法を用いた調査を行った。0.7-1.5% 予歪加工を施した場合、疲労寿命は予歪量の増加とともに大きく減少する傾向が見られ、1%程度の塑性ひずみを導入したことにより、半分まで低下した。その後、低温焼鈍を施すことにより疲労寿命は予歪付与前と同じ水準まで回復することが明らかになった。陽電子寿命測定の結果、陽電子寿命値と疲労寿命の間には良い相関が存在し、陽電子寿命が低い水準ほど低サイクル疲労寿命が増加する傾向が見られた。この結果から格子欠陥が疲労寿命に大きな影響を与えていることは明らかであり、また陽電子寿命法で格子欠陥挙動を高精度で捉えることができていることを示唆している。

次に1%予歪材を各温度で10分焼鈍した試料について、疲労試験と陽電子寿命測定を行った。その結果、低温短時間焼鈍によって疲労寿命が完全に回復する現象を発見した。陽電子寿命測定の結果、低温焼鈍の過程では転位の回復は見られず、空孔クラスタの回復が起こっていることが明らかになった。TEMを用いた転位組織の観察の結果、予歪材では転位セルの形成が早期に起こっていることが分かった。これらの結果から、空孔クラスタの存在が疲労組織の発達や疲労寿命に影響を与えていることが示唆された。

### 2. 研究の目的

本研究では陽電子消滅法を用いて疲労過程で導入される格子欠陥を評価し、疲労破断回数や塑性歪振幅等の疲労特性と格子欠陥がどのように関係しているかを明らかにする

ことを目的とした。研究対象の材料としては原子力エネルギー分野を初めとして広く用いられており、疲労研究が盛んに行われている SUS316 を対象にした。

### 3. 研究の方法

厚さ5mmのSUS316板材から放電加工により平行部長さ30mm、幅5mm、厚さ5mmの疲労試験片を切り出した後、1050で1h焼鈍後に急冷することでSUS316の溶体化処理を施した疲労試験片を得た。溶体化処理後の試料の結晶粒径はおよそ200 $\mu\text{m}$ であった。次に160MPaから230MPaの範囲で応力振幅一定両振りの条件で試料を水冷しながら疲労試験を行い、疲労破断材、疲労中断材を作製した。得られた疲労材を耐水研磨紙で表面研磨し、塩化アンモニウム溶液で電解研磨を行った後に、陽電子消滅実験（陽電子寿命測定、陽電子消滅ガンマ線ドップラー幅広がり測定）による格子欠陥評価が行われた。また一部の水準の疲労試験材については透過電子顕微鏡を用いた転位下部組織の観察を行った。

次に、疲労過程で導入される格子欠陥が力学特性に与える影響を明らかにするために、疲労中断後の引張試験を行った。さらに空孔クラスタの寄与を明らかにするために低温焼鈍により空孔クラスタを回復させた後に引張試験を行い、力学特性への寄与を調査した。最後に、空孔クラスタが疲労挙動に与える影響を明らかにするために疲労中断後に低温焼鈍を施し、空孔クラスタを回復させた後に、疲労試験を再開する実験を実施した。

### 4. 研究成果

#### (1) 疲労破断材の格子欠陥評価

各応力振幅一定の条件で作製した疲労破断材について陽電子寿命測定した結果を図1に示す。160MPa 応力振幅一定の条件では疲労破断材が得られなかったため、240万サイクル疲労中断材の評価を行ったが、中断材の陽電子寿命は溶体化材の陽電子寿命105psと誤差の範囲内で一致した。他の水準では応力振幅が高いほど疲労破断材の平均陽電子

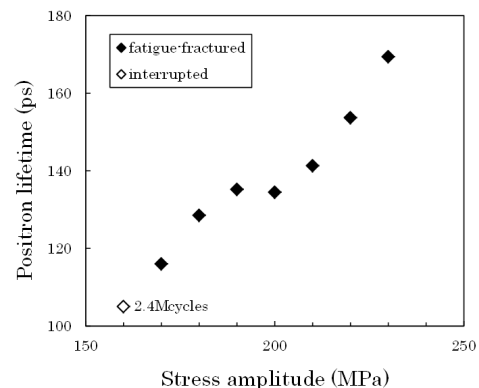


図1 応力振幅と疲労破断材の平均陽電子寿命の関係

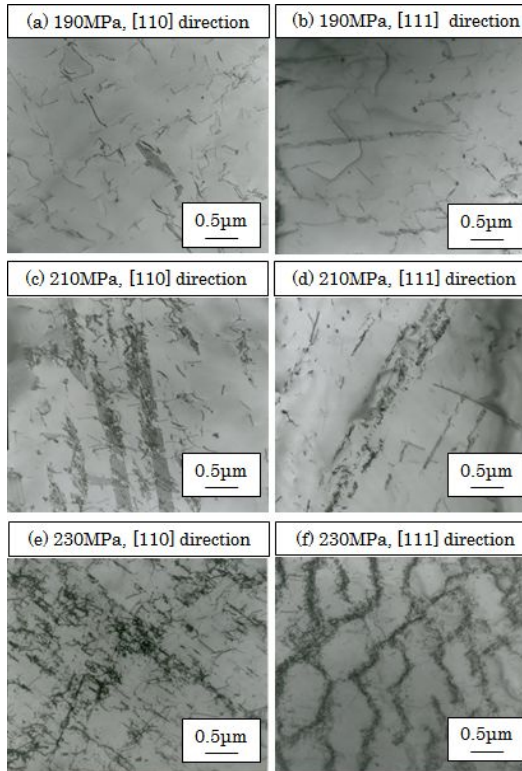


図2 190MPa、210MPa、230MPa 応力振幅一定条件で作製した疲労破断材の透過電子顕微鏡観察結果

寿命値が高くなる傾向が見られた。陽電子寿命スペクトルの多成分解析の結果から格子欠陥の種類と密度を評価した結果、疲労破断材には転位とともに空孔クラスタが導入されていることが示唆された。格子欠陥密度に関しては応力振幅が大きいほど転位密度が高く、空孔クラスタ密度が高い傾向が得られた。この結果は疲労中の応力振幅が高いほど疲労破断時の格子欠陥量が増加することを示唆している。また、疲労破断材で検出された空孔クラスタ成分は、250℃焼鈍を施すことによって検出されなくなることから、疲労過程における空孔クラスタの導入が実証された。透過電子顕微鏡観察の結果を図2に示す。陽電子寿命測定の結果のように応力振幅が高いほど破断材の転位密度が増加する傾向が見られる。また、応力振幅230MPaではラビンス状の転位集合組織が見られた。

#### (2) 疲労過程での格子欠陥密度変化

210MPa 応力振幅一定の条件での疲労中断材、破断材の平均陽電子寿命変化、転位密度変化を図3に示す。疲労過程で塑性歪振幅は初期に増加した後にはほぼ一定値を示し、疲労破断前に急激に増加する傾向を示す。それに対して平均陽電子寿命や転位密度も同様の傾向を示す。平均陽電子寿命や格子欠陥密度は繰り返し応力の影響よりも、塑性歪振幅の変化の影響を大きく受けることが示唆された。通常の塑性加工においても歪量の増加に

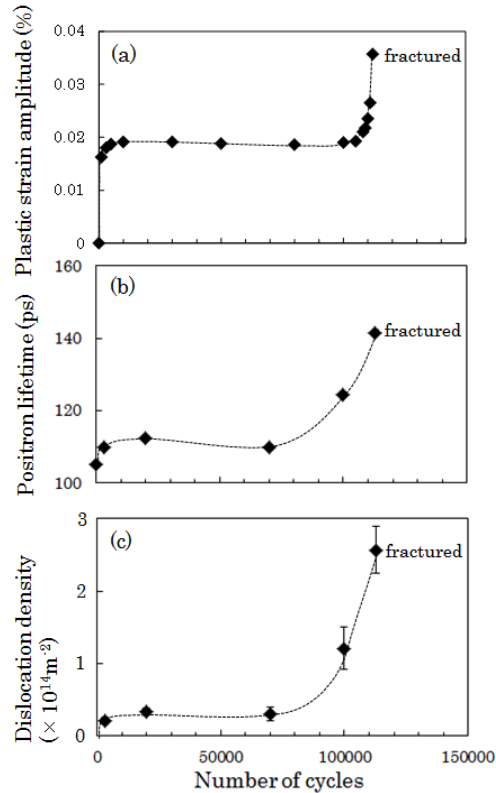


図3 210MPa 応力振幅一定条件の疲労中断材、疲労破断材の塑性歪振幅、陽電子寿命、転位密度の疲労回数依存性

伴って格子欠陥密度や平均陽電子寿命は増加する傾向を示す。よって塑性歪振幅の変化に対して格子欠陥密度が大きく影響を受けることはある意味自然なことである。

#### (3) 空孔クラスタの存在が力学特性に与える影響

空孔クラスタの存在が力学特性に与える影響を調査するために、疲労中断材の低温焼鈍材について引張試験を行った結果を図4に示す。疲労材では溶体化材と比較して耐力の

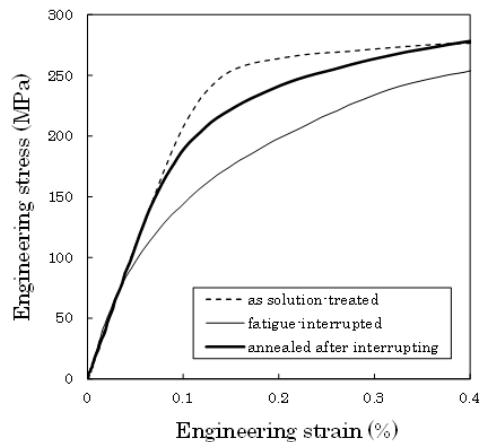


図4 230MPa 応力振幅一定条件の疲労中断材の焼鈍材、溶体化材の引張試験結果

減少が確認された。しかし一方で低温焼鈍を施すことによって耐力は増加することが明らかになった。このことから格子欠陥の増加によって耐力が減少することにより、応力振幅一定条件下で塑性歪振幅が増加していると推測され、空孔クラスタもその塑性歪振幅の増加に寄与していると考えられる。空孔の存在による降伏応力の減少は純鉄の単結晶への電子線照射実験により報告されている。

#### (4)空孔クラスタの存在が疲労特性に与える影響

前節において疲労過程での格子欠陥の導入が耐力の変化を通じて塑性歪振幅に影響を与えていることが示唆された。本節ではその仮説の実証のために疲労中断後に低温焼鈍を施し、空孔クラスタを回復させた後に、疲労試験を再開する実験を実施した。結果を図5に示す。230MPa 応力振幅一定の条件では前節での推測通り、疲労中断後の低温焼鈍によって塑性歪振幅が減少する傾向が得られた。しかしこの低下は一時的であり、徐々に中断前の水準の塑性歪振幅まで増加する傾向が見られる。これは疲労変形により空孔クラスタが再度形成されることに起因していると考えられる。一方で210MPa 応力振幅一定の条件では低温焼鈍による塑性歪振幅の低下はほとんど見られなかった。これは210MPa 応力振幅一定条件では空孔クラスタ密度が230MPaと比較してかなり低い(陽電子寿命法による検出限界以下)ためであると考えられる。これらの結果から、空孔クラスタの存在により耐力が低下することで、塑性歪振幅の増加が引き起こされることが明らかになった。

本研究により疲労過程での格子欠陥がどのように力学特性や疲労挙動に影響を与えていることが明らかになった。一方で耐力の減少を引き起こすメカニズムについては不明な点もあり、より詳細な研究が必要である。

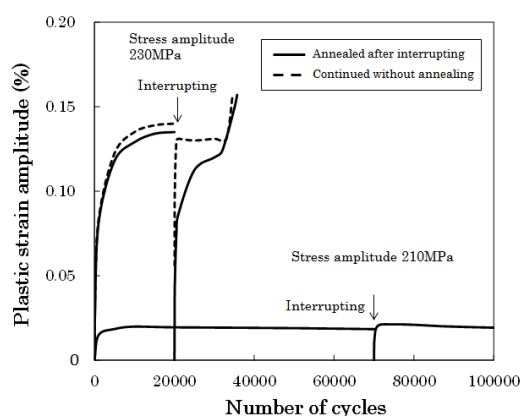


図5 疲労中断材の低温焼鈍、疲労試験中断前後の応力振幅変化

## 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)

執筆中

〔学会発表〕(計 6 件)

1) 榎野日香理、杉田一樹、白井泰治:「陽電子寿命法を用いた SUS316 の疲労過程における格子欠陥挙動の評価」、日本鉄鋼協会第 167 回春季講演大会

2) Hikari Kadono, Kazuki Sugita, Yasuharu Shirai: “Defect study on fatigued stainless steel by positron lifetime spectroscopy”, The international workshop on Positron Studies of Defects 2014 (PSD-14)

3) 榎野日香理、杉田一樹、白井泰治:「陽電子寿命法を用いたステンレス鋼の疲労過程における格子欠陥の評価」、日本金属学会 2014 年秋季講演大会

4) 榎野日香理、杉田一樹、白井泰治:「陽電子寿命法を用いた AISI316 鋼の疲労損傷過程における空孔クラスタ形成の評価」、日本鉄鋼協会第 168 回秋季講演大会

5) 杉田一樹、榎野日香理、白井泰治:「陽電子寿命法を用いた SUS316 鋼の疲労特性と格子欠陥挙動の研究」、日本鉄鋼協会第 169 回春季講演大会

6) 杉田一樹、榎野日香理、白井泰治:「陽電子寿命法を用いた SUS316 疲労材の格子欠陥評価」、日本金属学会 2015 年秋季講演大会 (予定、概要提出済)

〔図書〕(計 0 件)

〔産業財産権〕

出願状況 (計 0 件)

取得状況 (計 0 件)

〔その他〕

ホームページ等

なし

## 6. 研究組織

(1)研究代表者

杉田 一樹 (SUGITA Kazuki)

京都大学・大学院工学研究科・材料工学

研究者番号: 30517470

(2)研究分担者

なし

(3)連携研究者

なし