

科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 28 年 6 月 15 日現在

機関番号：17401

研究種目：挑戦的萌芽研究

研究期間：2014～2015

課題番号：26630354

研究課題名(和文) 白色干渉法による破壊過程のマイクロ/ナノスケールその場観察法の開発

研究課題名(英文) Development of In-situ Observation Method of Fracture Process on Micro/Nano Meter Scale Using White Light Interferometry Technique

研究代表者

高島 和希 (TAKASHIMA, Kazuki)

熊本大学・自然科学研究科・教授

研究者番号：60163193

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 3,000,000円

研究成果の概要(和文)：本研究では、白色干渉計測技術を用いることで、金属材料におけるき裂伝播過程をナノメートルレベルで直接計測する手法の開発を行うとともに、その手法を用いて、これまでき裂の伝播機構が明らかにされていないラスマルテンサイト組織鋼の疲労き裂伝播挙動の観察を行った。焼き入れにより全面マルテンサイト組織とした低碳素鋼から、微小CT試験片を作製し、疲労試験を行うことで、き裂先端部を白色干渉計で観察した。疲労き裂の伝播経路はマルテンサイトラスの方位に依存して変化し、き裂がラス界面と垂直のときにき裂伝播抵抗が最大となった。得られた結果は、疲労き裂伝播抵抗に優れるマルテンサイト鋼の開発に大きく寄与するものである。

研究成果の概要(英文)：A new method which enables the in-situ observation of crack propagation during fracture on micro/nano meter scale was developed using white light interferometry technique and the crack propagation behavior during fatigue of lath martensite structure in low carbon steel was analyzed. The material used was fully martensite structured low carbon steel. Micro-sized CT specimens were cut from the material, and fatigue tests were conducted using the micro mechanical testing machine, which we have developed. The crack path during fatigue depends on the lath orientation, and the fatigue crack growth resistance was highest when the crack grew perpendicular to the habit plane of lath. This result is useful for developing martensite steel with high crack growth resistance.

研究分野：材料評価

キーワード：構造・機能材料 マイクロ材料試験 機械的性質 鉄鋼材料 マルテンサイト 破壊 き裂伝播

1. 研究開始当初の背景

金属材料におけるき裂伝播の素過程は、き裂先端部における局所的かつ微小な塑性変形及び変形部における面分離に基づいている。したがって、き裂伝播機構を明らかにし、き裂伝播抵抗に優れた材料を開発するためには、き裂先端の微小領域における変形挙動を直接その場で観察し、その結果に基づいたき裂伝播メカニズムの考察が必要とされる。

ところで、研究代表者らは、これまで微小材料試験法の開発を進めてきた。この方法はMEMS用薄膜の機械的性質評価のために開発したものであるが、試験片サイズが材料を構成する微視組織サイズと同程度であることから、構成組織要素レベルでの機械的性質の評価を行うことが可能となる。しかし、これまでは引張試験による機械的性質評価のみで、き裂伝播の観察は行っていない。また、この試験機に白色干渉計を装備することで、機械的性質の評価だけでなく、すべり線の発達を含む微視変形挙動の計測に成功している。

これらの成果は、独創性に優れた成果として、国内外からも注目を集めている。したがって、この手法を用いることで、材料構成組織要素の微小領域から試験片を切り出し、切欠導入後に破壊試験を行うことで、目的とする組織要素のき裂先端における三次元的な局所変形挙動をその場で観察することが可能となる。

2. 研究の目的

本研究では、白色干渉計を用いたき裂先端の局所変形挙動のその場観察が可能な装置の開発を行うとともに、複雑な階層的構成組織を有しているマルテンサイト組織鋼から切り出した微小CT試験片に対して疲労き裂の発生・伝播に伴うき裂先端の局所変形挙動の測定を行い、計測手法としての確立を目指す。

複雑な階層組織を有する金属材料のき裂伝播メカニズムの解明は、き裂先端における局所的な変形挙動を直接計測する手段がなかったために、その解明が遅れている。本研究により複雑な階層的組織形態を有する金属材料のき裂伝播メカニズムの理論構築に大きく寄与することができる。

3. 研究の方法

平成26年度には現有の白色干渉計を用いることで、き裂先端の局所変形挙動のその場観察が可能な装置の開発を行った。微小材料試験機ならびに白色干渉計は現有設備を使用し、疲労・破壊試験を行うために、切欠を導入した片持ち梁微小試験片に対して単調及び繰返し負荷が行えるように装置の改良を行った。さらに、動的(その場)観察を行うために、画像計測系の改良を行った。計測装置の性能及び計測データの妥当性は、これまで研究代表者らが引張計測を試みてきた

金テープから切り出した微小CT試験片を用いて検討した。

平成27年度には、階層的な組織を有するラスマルテンサイト組織鋼から微小CT試験片切り出し、疲労試験を行うとともに、き裂の発生・伝播挙動のその場観察を行い、計測手法としての確立を目指した。

4. 研究成果

(1) き裂先端の局所変形挙動が観察可能な装置の開発

本研究では、材料表面の変位をナノメートルレベルで計測可能な白色干渉技術を用いることで、世界で初めて金属材料のき裂伝播に伴うき裂先端の局所的な微小変形挙動を大気中でその場観察できる装置の開発を行った。微小材料試験機ならびに白色干渉計は現有設備を利用し、微小CT試験片に対して、破壊試験、疲労試験ができるように装置の改良を行った。改良した装置の外観写真を図1に示す。

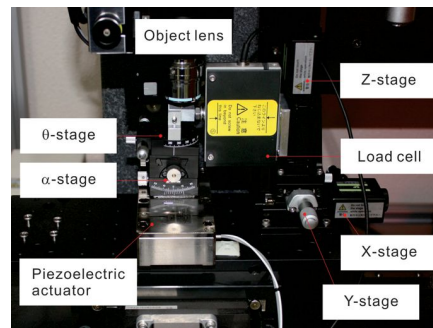


図1 開発した試験機の外観写真

開発した試験装置の性能と計測データの妥当性を検証するために、これまで研究代表者らが計測を試みてきた厚さ10μmの金テープから、微小CT試験片を切り出し、引張負荷を与え、白色干渉計を用いることで、切欠先端の局所的な変形挙動の観察を行った。負荷の増加に伴い、切欠先端の応力集中部には図2に示すように、すべり線が観察され、負荷とともにその領域が拡大した。また、すべり線が観察される塑性変形領域の形状は、破壊力学に基づいて推定される形状と等しかった。

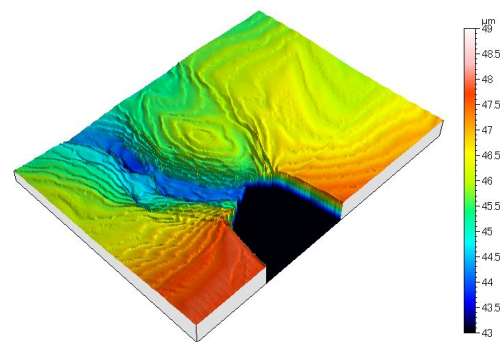


図2 き裂先端における局所変形プロファイル計測の例

さらに、すべり線のトレース解析を行った結果、金のすべり面である(111)であることが確認された。加えて、き裂の発生、伝播過程もその場観察することができた。以上のように、本計測装置を用いることで、き裂伝播に伴うき裂先端の局所的な微小変形挙動を、大気中でその場観察できることが確認された。

(2) ラスマルテンサイト組織における疲労き裂伝播挙動

鋼のマルテンサイト組織は、鋼の重要な強化メカニズムであるにもかかわらず、組織形態が複雑なことに加え、精度の高い計測法がないことから、局所的な破壊・疲労のメカニズムについて不明な点が多く残されており、その解明が強く望まれている。一方、上記(1)で開発した計測手法を用いることで、これまで未解明であった複雑な階層的組織を有する金属材料の破壊に伴うき裂伝播挙動をマイクロ/ナノスケールで明らかにすることができる。そこで、低炭素鋼のラスマルテンサイト組織から、微小CT試験片を切り出し、疲労試験を行うことで、ラスマルテンサイトの疲労き裂伝播機構について検討した。

供試材には、焼き入れにより全面マルテンサイト組織としたFe-0.24 mass% C鋼を用いた。この供試材より、集束イオンビーム加工機及びレーザー加工機を用いて、幅1.2 mm、厚さ約50 μmの微小CT試験片を作製した。図3に作製した試験片の走査型電子顕微鏡写真を示す。

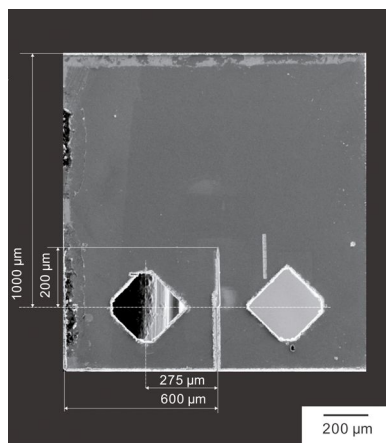


図3 微小CT試験片の走査電顕写真

試験片の作製にあたって、EBSD解析により切欠き部の結晶粒の方位を同定し、切欠き先端におけるパケットの晶癖面が切欠き面に対して平行、約45°及び90°の角度をもつように3種類の試験片を切り出した。ここでは、それぞれP、I及びN方位試験片と称する。疲労試験は、室温、大気中にて、応力比0.1、繰返し速度1Hzで行った

疲労き裂伝播抵抗は、図4に示すように、N方位試験片で最も高く、P方位試験片で最も低くなった。P方位試験片では、き裂は晶癖面と平行に伝播していた。また、破面観察

を行った結果、き裂はき裂先端部における交互のせん断(alternating shear)によって伝播していた。I方位試験片のき裂先端部では、晶癖面に平行なすべりが優先的に活動しており、そのため、き裂はmode I方向から偏向して伝播した。N方位試験片では晶癖面内すべりが活動し、それに伴うき裂分岐がみられ、これによりき裂伝播抵抗が最も高くなったものと考えられる。これらの結果をまとめると、図5のようになる。

上記のように、ラスマルテンサイト組織の疲労き裂伝播抵抗は、ラスマルテンサイトに大きく依存しており、この結果は、疲労き裂伝播抵抗に優れたマルテンサイト鋼の開発に大きく寄与するものである。

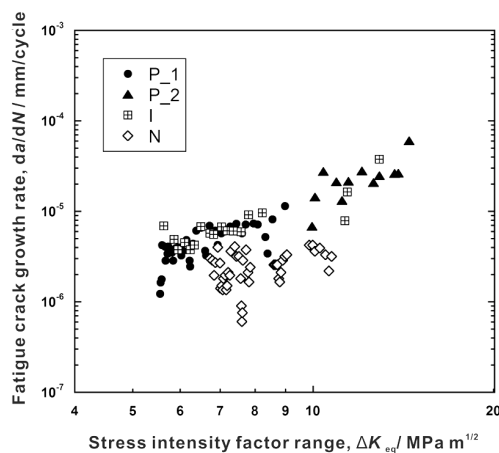


図4 疲労き裂伝播抵抗曲線

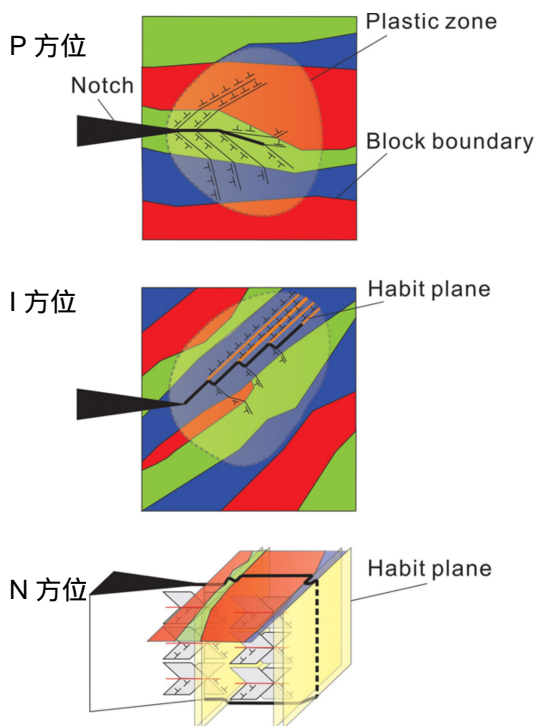


図5 各試験片方位におけるき裂伝播機構の模式図

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 3件)

高島和希, 峯 洋二, 大津雅亮: マイクロスケールにおける材料特性評価, 塑性と加工, 56 (2015) pp.840-844. 査読有
DOI: 10.9773/sosei.56.840

伊東孝史, 峯 洋二, 大津雅亮, 高島和希: 走査型白色干渉計を用いた引張負荷下における微小構造体のひずみ分布測定, 日本金属学会誌, 80 (2016) pp.22-26.
査読有
DOI: 10.2320/jinstmet.JB201510

峯 洋二, 高島和希: マイクロ引張試験による金属組織構成要素の力学特性評価, 検査技術, 21 (2016) pp.1-5. 査読無
http://www.nikko-pb.co.jp/products/detail.php?product_id=3736

[学会発表](計 10件)

K. Kwak, H. Takashima, Y. Mine, K. Takashima, Mechanical Characterization of Hierarchical Microstructure in Lath Martensite Structure Using Microtension Testing, Int. Conf. on Martensitic Transformation 2014, 2014.7.6-11, Bilbao (Spain)

古賀 薫, 中道翔生, 峯 洋二, 高島和希, 堀田善治: 双晶変形を有するオーステナイト系ステンレス単結晶のマイクロ引張試験, 日本金属学会 2014 年秋期講演大会, 2014.9.24-26, 名古屋大学東山キャンパス (愛知県・名古屋市)

峯洋二, 高島和希: 鉄鋼材料を構成する微視組織要素のマイクロ引張挙動, 日本鉄鋼協会第 168 回秋期講演大会, 2014.9.24-26, 名古屋大学 (愛知県・名古屋市)

Y. Mine, S. Nakamichi, K. Koga, K. Takashima, Z. Horita: Microtension Behavior of Single Crystals with Mechanical Twins in Stable Austenitic Stainless Steel, 2014 MRS Fall Meeting, 2014.11.30-12.5, Boston (U.S.A.)

川島賢士, 峯洋二, 高島和希: マルテンサイト系ステンレス鋼の変形挙動に及ぼす含有オーステナイトの影響, 日本鉄鋼協会第 169 回春期講演大会, 2015.18-20, 東京大学 (東京都・目黒区)

S. Ogata, Y. Mine, K. Takashima: Microtension Behavior of Dual-Phase Steel

Subjected to Pre-Straining, 12th International Conference on the Mechanical Behavior of Materials, Karlsruhe Institute of Technology, 2015.5.10-14, Karlsruhe (Germany)

岸大地, 峯 洋二, 高島和希: Fe-Co 合金の塑性変形と粒界破壊強度の評価, 日本金属学会 2015 年秋期講演大会, 2015.9-16-18, 九州大学伊都キャンパス (福岡県・福岡市)

緒方新也, 峯 洋二, 高島和希: Dual Phase 鋼の引張挙動に及ぼす不均一変形組織の影響, 日本金属学会 2015 年秋期講演大会, 2015.9-16-18, 九州大学伊都キャンパス (福岡県・福岡市)

D. Kishi, Y. Mine, K. Takashima: Characterization of Crystal Plasticity and Intergranular Cracking in B2-Type FeCo Alloy Using Microtension Testing, 2015.11.30-12.4, 2015 MRS Fall Meeting, Hynes Convention Center, Boston (U.S.A.)

松村卓哉, 峯 洋二, 高島和希: 炭素鋼ラスマルテンサイトにおけるき裂進展素過程の観察, 日本鉄鋼協会第 117 回春期講演大会, 2016.3.23-25, 東京理科大学葛飾キャンパス (東京都・葛飾区)

[その他]

ホームページ等

<http://www.msre.kumamoto-u.ac.jp/~sentan/>

6. 研究組織

(1) 研究代表者

高島 和希 (TAKASHIMA, Kazuki)
熊本大学・大学院自然科学研究科・教授
研究者番号: 60163193

(2) 研究分担者

峯 洋二 (MINE, Yoji)
熊本大学・大学院自然科学研究科・准教授
研究者番号: 90372755