

令和 5 年 6 月 4 日現在

機関番号：17102

研究種目：基盤研究(C)（一般）

研究期間：2018～2022

課題番号：18K04779

研究課題名（和文）焼結金属における3D気孔配置のトポロジー解析—疲労破壊挙動の解明

研究課題名（英文）Topological analysis of 3D pore distribution in sintered metals-Elucidation of a fatigue failure process of porous materials.

研究代表者

尾崎 由紀子 (Ozaki, Yukiko)

九州大学・工学研究院・教授

研究者番号：20637946

交付決定額（研究期間全体）：（直接経費） 3,300,000円

研究成果の概要（和文）：本研究は、焼結金属内部の気孔が疲労破壊に及ぼす役割の解明を目的とした。まず、焼結体内部の残存気孔配置をX線CTを用いて可視化し、画像解析と位相幾何学を用いて、全ての気孔配置に関する形態パラメータを数値化した。同時に、CT像をもとに、疲労試験下での材料内応力分布を推定し、最大気孔の縁が最大応力集中点となり、き裂発生源となり得ることを突き止めた。また、気孔形態パラメータを用いて破壊力学解析を行い、最大気孔の断面積増大とともに、疲労強度が減少する関係を見出し、焼結金属についても、溶解金属を原料とした金属材料と同様の疲労破壊モデルで疲労破壊機構を説明できることを明らかにした。

研究成果の学術的意義や社会的意義

機械部品は、使用環境下で繰返し応力が負荷され、疲労強度の向上は全ての素材における永遠の課題であり、内部欠陥との関係において解析が進んできた。粉末を原料とする焼結金属では、粉末粒子間隙由来の多数の気孔が残存するため、疲労破壊に関わる欠陥の特定が困難であった。そこで、残存気孔配置を放射光の高輝度X線を用いたイメージングにより可視化し、さらに位相幾何学（パーシステント・ホモロジー）の厳密解として、その気孔群の3D配置を定量化することによって、破壊機構を定量的に解析した。この手法は、積層造形等で創造される粉末原料の素材開発において有用な手法となることが期待される。

研究成果の概要（英文）：The purpose of this study was to elucidate the role of pores inside the sintered metal in fatigue fracture. First, the residual pore configuration inside the sintered body was visualized using X-ray CT, and the morphological parameters for all pore configurations were quantified using image analysis and topology. At the same time, based on the CT images, the stress distribution in the material under fatigue testing was estimated, and it was found that the edges of the largest pores were the maximum stress concentration points and possible crack initiation sources. Fracture mechanics analysis using the pore morphology parameters showed that the fatigue strength decreases with increasing cross-sectional area of the largest pore, and that the fatigue fracture mechanism of sintered metals can be explained by the same fatigue fracture model as that of metals made from dissolved metals.

研究分野：材料工学

キーワード：焼結金属 疲労破壊機構 3次元気孔配置 位相幾何解析 パーシステント・ホモロジー

様 式 C-19、F-19-1、Z-19 (共通)

1. 研究開始当初の背景

金型中で圧縮した金属粉末を、加熱によって固化させた焼結金属材料は、歯車等の複雑形状の機械部品として広く利用されている。原料粉末の粒子間隙に由来する残存気孔は、繰返し応力を受ける使用環境では微視欠陥として作用し、破壊（疲労破壊）に至る材料の寿命低下の要因とされてきた。疲労破壊における残存気孔の役割については多くの研究例があったが、破断面の形態観察、あるいは試料切断面における気孔径の統計解析など、気孔形状や配置（気孔形態）の2次元（2D）観察による解析が中心であった。一方で、実用上の部品には3次元（3D）的に応力が分布する。したがって、真の疲労破壊現象の理解には、3D的な気孔形態の評価は不可避である。

材料内部の欠陥の解析手法として、近年、X線の透過像を画像処理することによって材料内部の3D構造を可視化できるX線トモグラフィ（CT）が着目されている。すでに、焼結金属材料の延性破壊時に発生する比較的明瞭なき裂を対象に適用が検討されてきた（例えば Chawla et al., 2009¹）。しかしながら、微細な欠陥から逐次伝播する疲労き裂については、膨大な気孔の中から、き裂に関わる3D気孔配置を抽出して解析することは困難であり、焼結金属の真の疲労破壊機構は未解明のままであった。

2. 研究の目的

本研究では、焼結金属の真の疲労破壊機構を明らかにし、焼結金属の疲労強度向上に貢献するため、以下の2点を目的とした。

- ① 気孔群の3D配置の数値化技法を確立
- ② 疲労き裂の発生に関わる気孔配置の特定

3. 研究の方法

研究開始当初（2018年度）、以下の研究計画にて研究を開始した。しかしながら、2019年度末の新型コロナウイルス感染拡大に伴い、学外での疲労試験およびX線CT実験を中断せざるを得ず、また再開の見通しが得られなかったため実験計画を再考し、疲労試験を実施せず、最小限のX線CT実験によって目的を計画を達成するため、以下の研究内容によって実施した。

【当初計画変更のポイントと実施した研究の方法（2019年度末変更）】

コロナ禍により“疲労試験およびX線CT観測を断念”したことから、研究分担者らが同じMIM材についてすでに論文公開済みのTi-6Al-4V合金粉の射出成形（MIM）・焼結材およびその熱間等方圧縮（HIP）材の疲労強度のデータ³⁾を利用することとした。本先行研究にて測定済みの試験片のX線CT撮像画像を取得し、得られた画像をもとにFEMにより気孔周辺の応力分布を解析し、破壊力学的観点から疲労き裂発生における気孔パラメータ、配置の影響を考察することとした。以下に変更後の研究の方法を示す。

表1 Ti6Al4V焼結材の特性

| | 気孔率 (%) | 平均結晶粒径 d_{av} (μm) | 0.2% 耐力 (MPa) | 引張強度 (MPa) | 疲労強度 (MPa) | | 疲労強度比 R_f *2 | 疲労き裂発生部 |
|-----|---------|-----------------------------------|---------------|------------|--------------|---------------------|----------------|-----------------|
| | | | | | 実測値 σ | 気孔閉塞時 σ_0 *1 | | |
| 試料A | 2.6 | 149 | 749 | 840 | 291 | 348 | 0.837 | 劈開面 気孔 なし |
| 試料B | 0.1 | 162 | 935 | 1030 | 331 | 342 | 0.967 | |
| 試料C | 3.7 | 25 | 769 | 833 | 373 | 478 | 0.780 | 劈開面 気孔 あり |
| 試料D | 4.3 | 47 | 845 | 891 | 376 | 429 | 0.877 | |

*1) 気孔閉塞材の疲労強度予想値 σ_0 : 平均粒径 d_{av} の関数としたHIP材の実験回帰式から推定:

σ_0 [MPa] = $855.4(1/\sqrt{d_{av}})^{0.36}$

*2) 疲労限度比: $R_f = \sigma / \sigma_0$

① 疲労強度評価済み焼結体の選定、および結晶粒径の影響を排除した疲労強度パラメータの導入

先行研究³⁾において、すでに疲労強度を評価済みのTi-6Al-4V合金粉末MIM・焼結体およびMIM・焼結・HIP材の中から、結晶粒径、気孔率、機械的強度の異なる4水準の焼結体を本研究の試料として選択した。選択した試料の気孔率、平均結晶粒径、および機械的特性を表1に示す。先行研究では、MIM・焼結・HIP材を、気孔閉塞（気孔率ゼロ）材とみなし、疲労強度を平均結晶粒径の関数となる実験式を得た。そこで、本研究では、選択した4水準の試料の平均粒径をこの式に代入し、気孔閉塞時における推定疲労強度 σ_0 を推定し、実験で得られた疲労強度の比（疲労強度比） R_f を気孔率の影響のみが反映された疲労強度パラメータとして導入した。各試料について算出した σ_0 および R_f の値も表1に併記した。

② 焼結体内部の気孔配置のイメージング、および気孔位置とサイズ、隣接気孔間距離の数値化

大型放射光施設SPring-8の高輝度単色X線を用いたCTイメージングによって、無負荷状態で上記4水準の焼結体中の気孔分布の3D観測を行い、画像解析ソフトウェア（Thermo Fisher Scientific Ltd., Avizo Pro）を用いてこれを可視化した。すべての気孔について、気孔重心座標と気孔体積に等しい球の直径 D_i （体積相当球径）等の気孔形態パラメータを求めた。さらに、気孔の気孔重心位置と体積相当球径をもとにPH（コード：HomCloud ver 2.7²⁾）を適用し、気孔表面から隣接気孔の中間地点までの距離（有効隣接気孔間距離） ξ_i を算出した。 ξ_i は、気孔間相互作用の検討に使用した。

③ FEMによる弾性応力分布シミュレーションによる最大応力集中気孔の推定

気孔分布の3D像（②）をもとに、上記4水準の疲労強度相当の300 MPaの引張応力を付加した際の弾性応力分布を推定し、最大応力が集中する気孔を特定した。

④ 最大応力集中気孔を疲労き裂起点とした破壊力学的検証

上記③で特定した最大応力集中気孔を“疲労き裂が発生する切欠き”とみなし、最大応力集中気孔に関する気孔形態パラメータ（体積相当球径 D_i 、有効隣接気孔間距離 ξ_i ）と疲労強度比 R_f の関係を定量的に解析し、気孔形態が疲労強度に及ぼす影響を定量的に検証し、疲労き裂発生機構を考察した。

4. 研究成果

(1) Ti-6Al-4V合金粉末MIM・焼結体内部の3D気孔配置の可視化

Fig. 1は、表1に示す4水準のTi-6Al-4V合金粉末MIM・焼結体内部の気孔のX線CT像を示す。隣接気孔の異なる着色は、それぞれ独立気孔であることを表す。金属材料はX線透過率が低いので、放射光の高輝度X線を利用したことによって、内部構造の可視化できた。気孔率だけでなく、気孔形状、気孔サイズ分布もそれぞれ異なることが確認された。

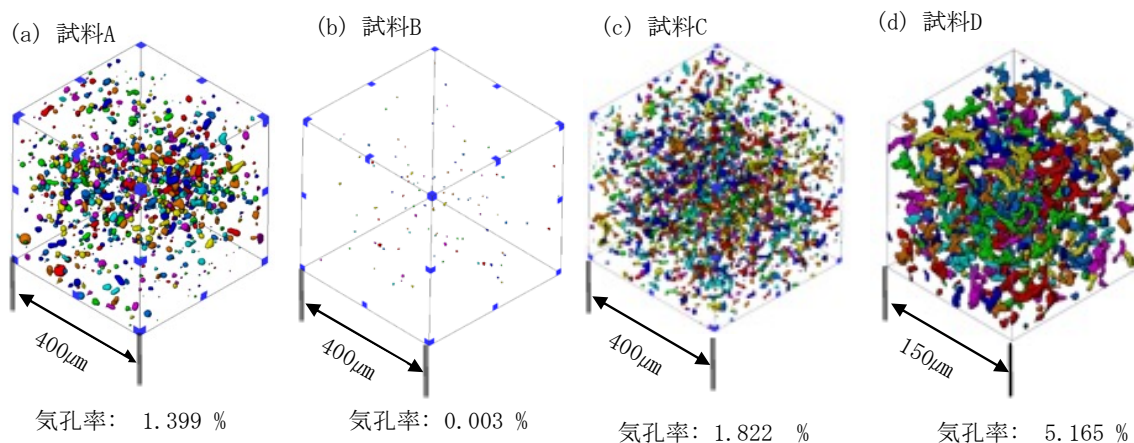


Fig. 1 Ti6AlV4合金MIM 焼結材中の気孔の3D CT像.

(2) 引張応力下での応力分布および最大応力集中気孔の特定

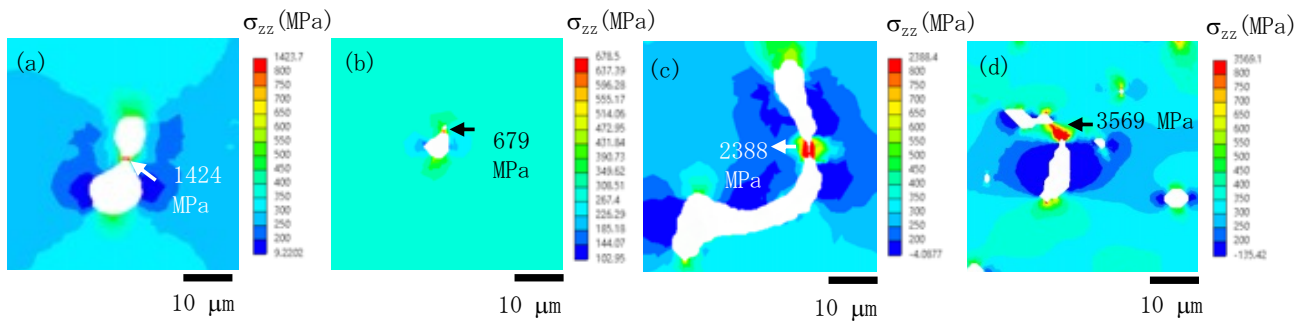
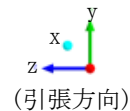


Fig. 2 FEMより推定される引張応力方向の応力成分 σ_{zz} が最大となる領域の応力分布：
(a) 試料A、(b) 試料B、(c) 試料C、(d) 試料D.



Figs. 2(a)–2(d)に、弾性応力域の引張応力300 MPaにおける試料内部での引張応力方向の応力成分 σ_{zz} の最大値を含む領域の応力分布を示す。いずれの試料も、気孔のエッジ部が最大応力集中点（赤い箇所）であり、それぞれ、試料A 1424 MPa、試料B 679 MPa、試料C 2388 MPa、試料D 3569 MPa であり、試料B以外はいずれも表1に示した降伏応力を遥かに超える値となった。したがって、降伏応力未満の引張応力下においても、気孔の縁では局所的に降伏応力を超え、塑性変形が進行し得ることが示唆された。さらに、いずれの試料においても、Figs. 2(a)–2(d)に示した気孔は、体積最大であり、**最大気孔の縁が最大の応力集中点となることが確認された**。すなわち、焼結体において、**最大気孔がき裂発生に関わる“切欠き”**とみなすことができる。

(3) 最大応力集中気孔（切欠き）サイズと疲労強度比の関係

金属材料の疲労破壊においては、切欠き先端に応力が集中し、き裂が発生・進展すると考える。疲労き裂進展は、切欠きの断面積(area)と素材の硬さが影響するとしたMurakami-Endoモデル (1996) ⁴⁾で説明される場合が多い。Murakami-Endoモデルによれば、切欠き先端での応力集中度を表す指標である応力拡大係数 K_I は、切欠き断面積の平方根 \sqrt{area} と次式の関係で表される。

$$K_I = 0.5 \sigma_{\infty} \sqrt{\pi \sqrt{area}} \quad (1)$$

ここで σ_{∞} は外部引張応力を示す。本研究では、最大気孔断面積を切欠き断面積、 σ_{∞} をFEMでの負荷応力300 MPaとして最大気孔での応力拡大係数 K_{I-max} を求めた。Fig. 3は、求めた K_{I-max} とそれぞれの試料の疲労強度比 R_f との関係を示す。顕著な負の相関が確認され、 \sqrt{area} が増大するほど R_f が減少することがわかる。この関係には気孔率は含まれないことから、**焼結金属においても、気孔率によらず、その他の溶解素材から製造された金属材料と同様に、最大気孔が切欠きとして機能し、その大きさが疲労強度の減少度を決定づけることが示唆された**。

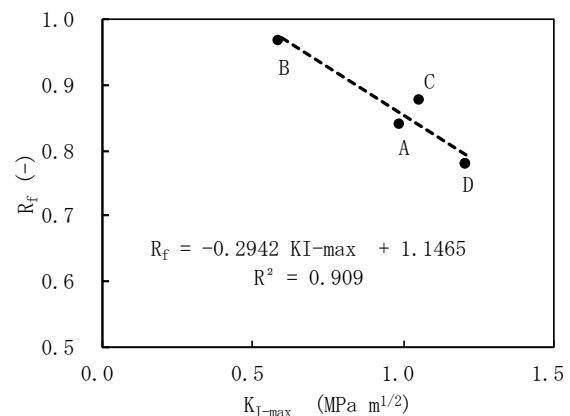


Fig. 3 疲労強度比 R_f と最大応力が集中する気孔周縁での応力拡大係数 K_{I-max} の関係。

(4) 最大応力集中気孔（切欠き）と隣接気孔間距離がき裂進展に及ぼす影響

弾性力学では、引張応力による破壊について、引張方向の切欠き先端の局所応力が、次式のように先端から遠方に向けて減衰する。 x は、切欠き先端からの距離を示す。

$$\sigma_{zz} = \frac{K_{I-max}}{\sqrt{2\pi x}}, \quad (2)$$

そこで、(2)式に K_{I-max} を代入することによって、引張応力300 MPaを負荷した状態における、最大気孔先端からの応力の減衰を試算した。その結果、引張応力を超える応力集中領域の大きさが推定され、応力集中領域 L として求めた。一方、最大気孔に隣接する気孔の距離の指標となる“有効隣接気孔間距離 ξ_i ”とともに表2に示す。最大気孔、その隣接気孔の配置によって定義される、 L および ξ_i の関係をFig. 4に示す。両者を比較すると、試料AおよびBでは $L \gg \xi_i$ 、一方、試料CおよびDでは $L \approx \xi_i$ である。Fig. 5に前者の例として、試料Aの、後者の例として試料Dの疲労き裂起点付近のSEMを示す。いずれのき裂の起点にも、試料表面に開口した気孔が確認され、結晶粒が開裂した劈開面が存在する。しかし、試料D (Fig. 5(b)) の劈開面上には複数の気孔の存在が確認され、隣接気孔双方への応力集中が結晶粒の開裂に関わるものとみなせる。すなわち、 $L \approx \xi_i$ の条件では、最大気孔とその隣接気孔の応力集中領域の相乗効果により、結晶粒劈開によりき裂が進展する可能性があるもことが示唆された。

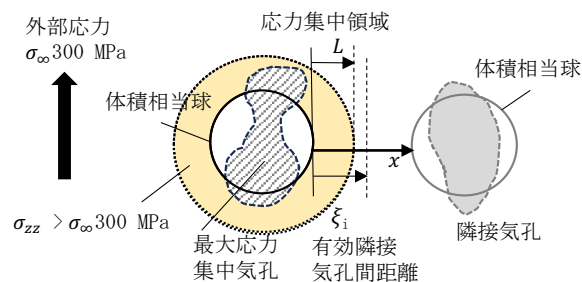


Fig. 4 外部応力 σ_{∞} 300 MPa 負荷時の最大応力集中気孔表面から隣接気孔に向けた距離 x 、応力集中領域、および有効隣接気孔間距離 ξ_i の定義。

表2 最大気孔 (体積相当球) からの応力集中領域および有効隣接間距離

| | 試料 A | 試料 B | 試料 C | 試料 D |
|--------------------------------|------|------|------|------|
| 応力集中領域 $L(\mu\text{m})$ | 2.0 | 0.8 | 3.0 | 2.0 |
| 有効隣接気孔間距離 $\xi_i(\mu\text{m})$ | 9.7 | 37.2 | 6.6 | 3.0 |

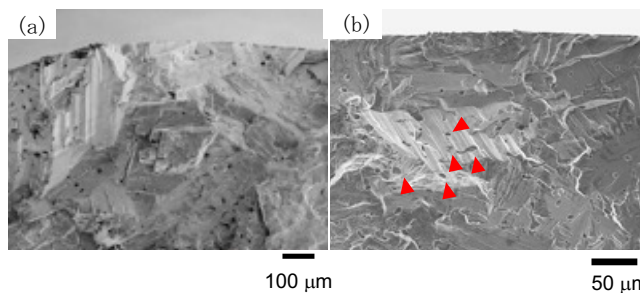


Fig. 5 回転曲げ疲労試験におけるき裂発生部のSEM像。
 (a) 試料A (破断時 6.1×10^6 cycles、294 MPa) : 応力集中領域 $L \gg \xi_i$.
 (b) 試料D (破断時 5.7×10^6 cycles、386 MPa) : 応力集中領域 $L \approx \xi_i$.

<引用文献>

- ① N. Chawla, J. J. Williams, X. Deng, C. McClimon, L. Hunter and S. H. Lau, Intl. J. Powder Metall., vol. 45, 2009, 19-27.
- ② I. Obayashi, SIAM J Appl Algebra Geometry, vol. 2, 2018, 508-34.
- ③ K. Kudo, K. Shinagawa, H. Miura, Advances in Powder Metallurgy & Particulate Materials-2018, Metal Powder Industries Federation, p. 243-52.
- ④ Y. Murakami, M. Endo, Intl J Fatigue. Vol. 16, 1994, 163-182.

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計2件（うち査読付論文 2件 / うち国際共著 0件 / うちオープンアクセス 0件）

| | |
|---|----------------------------|
| 1. 著者名 I. Ando, K. Kudo, K. Hirayama, Y. Shigeta, K. Shinagawa, A. Takeuchi, M. Uesugi, Y. Ozaki | 4. 巻 171 |
| 2. 論文標題 Quantitative estimation of contribution of pore size and the distance between nearest neighbour pores on high cycle fatigue (HCF) crack initiation in Ti-6Al-4V MIM-sintered materials | 5. 発行年 2023年 |
| 3. 雑誌名 International Journal of Fatigue | 6. 最初と最後の頁 107557 (12頁) |
| 掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1016/j.ijfatigue.2023.107557. | 査読の有無 有 |
| オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難 | 国際共著 - |

〔学会発表〕 計6件（うち招待講演 0件 / うち国際学会 1件）

| |
|---|
| 1. 発表者名 安東 孝進, 工藤 健太郎, 平山 恭介, 重田 雄二, 品川 一成, 尾崎 由紀子 |
| 2. 発表標題 X線CTによって可視化されたTi6Al4V-MIM材の残留気孔の数値化 |
| 3. 学会等名 日本鉄鋼協会第182回講演大会 |
| 4. 発表年 2021年 |

| |
|--|
| 1. 発表者名 安東 孝進, 重田 雄二, 尾崎 由紀子 |
| 2. 発表標題 多孔質材料中の気孔配置に対するパーシステント・ホモロジー解析-モデル配置による検証 |
| 3. 学会等名 日本鉄鋼協会第182回講演大会 |
| 4. 発表年 2021年 |

〔図書〕 計0件

〔産業財産権〕

〔その他〕

-

6. 研究組織

| | 氏名 (ローマ字氏名) (研究者番号) | 所属研究機関・部局・職 (機関番号) | 備考 |
|-------|---|--------------------------------------|----|
| 研究分担者 | 品川 一成 (Shinagawa Kazunari) (30215983) | 九州大学・工学研究院・教授 (17102) | |
| 研究分担者 | 平山 恭介 (Hirayama Kyosuke) (70717743) | 京都大学・工学研究科・助教 (14301) | |

| | 氏名 (ローマ字氏名) (研究者番号) | 所属研究機関・部局・職 (機関番号) | 備考 |
|-------|--|-----------------------|----|
| 研究協力者 | 戸田 裕之 (Toda Hiroyuki) (70293751) | | |
| 研究協力者 | 辻 健 (Tsuji Takeshi) (60455491) | | |

7. 科研費を使用して開催した国際研究集会

〔国際研究集会〕 計0件

8. 本研究に関連して実施した国際共同研究の実施状況

| 共同研究相手国 | 相手方研究機関 |
|---------|---------|
| | |