

平成 30 年 6 月 11 日現在

機関番号：32689

研究種目：基盤研究(C) (一般)

研究期間：2015～2017

課題番号：15K05694

研究課題名(和文)原子拡散誘起による金属疲労き裂治癒技術の開発と治癒メカニズムの解明

研究課題名(英文)Development of fatigue crack healing technology in metallic materials by atomic diffusion and elucidation of healing mechanism

研究代表者

細井 厚志 (Hosoi, Atsushi)

早稲田大学・理工学術院・准教授

研究者番号：60424800

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 3,800,000円

研究成果の概要(和文)：一般構造用圧延鋼材SS400及び、ステンレス鋼SUS316を対象に、原子拡散誘起による疲労き裂治癒技術を確立することを目的に研究を行った。真空環境若しくは酸化還元環境下で熱処理条件を制御することにより、き裂面の酸化被膜を除去すると同時にき裂面間で固相拡散が生じ、疲労き裂の治癒を実現した。また、き裂治癒における駆動力として、疲労き裂導入時に生じる塑性誘起き裂閉口が関係していることが示唆された。

研究成果の概要(英文)：The purpose of this study was to establish a fatigue crack healing technology by atomic diffusion for SS400 rolled carbon steel and SUS 316 stainless steel. By controlling the heat treatment conditions under a vacuum or reducing environment, solid phase diffusion occurred between the crack surfaces at the same time as removing the oxide film on the crack surfaces. Consequently, the fatigue crack was healed. In addition, it was suggested that the plasticity-induced crack closure, which occurs by introduction of a fatigue crack, is related as the driving force of the crack healing.

研究分野：材料力学

キーワード：き裂治癒 疲労 金属 塑性誘起き裂閉口 固相拡散

1. 研究開始当初の背景

高度経済成長時代に集中投資した機械・構造物の高齢化が進行しており、老朽化に伴う破壊事故が懸念されている。それ故に、機械・構造物の高齢化・老朽化に伴う事故や災害等を防止すると共に長寿命化を図り、機械・構造物ストックの戦略的な維持管理に取り組む必要がある。機械・機器部材の破壊事例の原因は約80%が金属疲労であり、金属材料の疲労き裂治癒技術の確立は機械・構造物の安全性向上および長寿命化を図るために必要不可欠である。高分子材料やセラミック材料ではき裂治癒技術手法が提案されているが、金属材料の疲労き裂治癒に関する技術は未だ確立されていない現状にあった。

2. 研究の目的

本研究は、熱制御による疲労き裂治癒技術を世界に先駆けて確立することを目的とする。熱処理を施すことによってき裂表面の酸化膜を除去させると同時に、固相拡散現象を誘起させることによって疲労き裂治癒を実現する。さらに、疲労き裂治癒メカニズムを実験および解析的に明らかにし、金属材料を長寿命化させることを目的とする。

3. 研究の方法

3.1 試験片

試験片材料に一般構造物用圧延鋼材 SS400、ステンレス鋼 SUS316 を用いた。本報告では主に SS400 の試験結果を記す。試験片形状は、疲労き裂の治癒前後のき裂進展特性を評価するために ASTM E 647 に準拠し Compact Tension (CT) 試験片を採用した。図1に試験片概要図を示す。試験片は放電加工により厚さ  $t = 3 \text{ mm}$  の圧延材から切り出し、圧延方向とき裂進展方向が一致するように作製した。また開口変位計クリップゲージを装着するために切り欠き部にはナイフエッジを導入した。また加工時における残留応力の除去を目的として残留応力除去処理を施した。

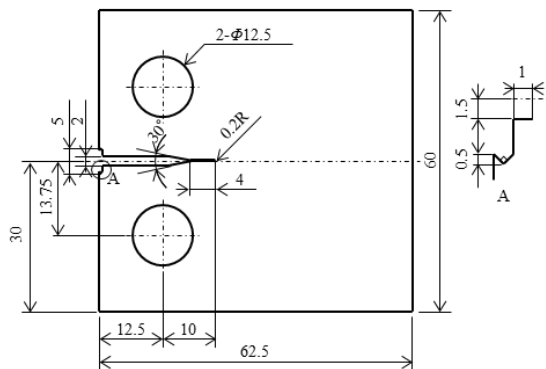


図1 試験片概要図

本試験においては2種類の残留応力除去処理を採用した。まず一つ目に真空環境下で加熱をし、真空環境下で炉冷を行うものである(以後、真空環境下残留応力除去処理)。真空度は  $5.0 \times 10^{-3} \text{ Pa}$  とした。また炉冷のため非常に遅い冷却速度である。次に二つ目に水素環境下で加熱をし、窒素環境下でガス冷却を行うものである(以後、水素環境下残留応力除去処理)。ガス冷却のため比較的早い冷却速度である。またどちらの残留応力除去処理の加熱温度、加熱時間については 1153K、2 時間とした。

3.2 疲労試験条件と治癒効果の評価

疲労き裂の導入を目的として疲労試験を行った。疲労試験には油圧サーボ式疲労試験機を用いた。試験条件は周波数  $f = 10 \text{ Hz}$ 、応力比  $R = 0.05$  とした。また、試験片に開口変位計クリップゲージを装着することにより、試験片の開口変位量を測定した。また予き裂導入時における塑性誘起き裂開口現象の評価を目的としてコンプライアンスオフセット法を用いてき裂部への圧縮力を示す開口荷重  $P_{op}$  の導出を行った。さらに、有効応力拡大係数範囲  $\Delta K_{eff}$  の算出を行った。

予き裂導入を施した試験片に対し、疲労き裂の治癒を目的として水素環境下で 1153K で 2 時間保持し、その後窒素ガス冷却を行った(以後、水素環境下治癒熱処理)。次に治癒率の定量評価を目的として治癒処理後の試験片について再度疲労試験を行い、治癒前後の疲労き裂進展特性を評価した。但し荷重条件については予き裂導入時と同じ条件で行った。図2はき裂治癒前後におけるき裂進展特性の概略図を示しており、本研究ではき裂治癒熱処理後に治癒部の進展に要したサイクル数(以後、 $N_A$ )とき裂治癒熱処理前にき裂修復部の進展に要したサイクル数(以後、 $N_B$ )の比 ( $\eta = N_A/N_B$ )、またき裂治癒熱処理により減少したき裂長さ(以後、 $a_A$ )と治癒熱処理前に導入したき裂長さ(以後、 $a_B$ )の比 ( $\lambda = a_A/a_B$ ) をとることで、き裂治癒効果の定量評価を行った。

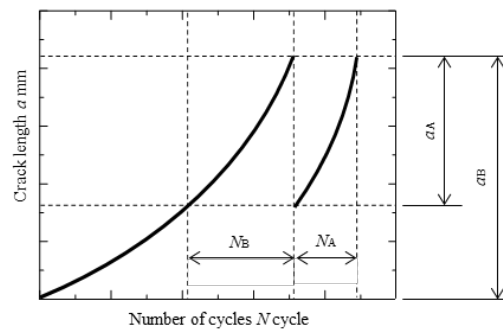


図2 き裂治癒前後の疲労き裂進展特性の概略図

#### 4. 研究成果

##### 4.1 疲労試験によるき裂治癒率評価

図3に真空環境下残留応力除去処理・水素環境下治癒熱処理を施した試験片、及び水素環境下残留応力除去処理・水素環境下治癒熱処理を施した試験片の治癒熱処理前後における疲労き裂進展特性を示す。また、それぞれの試験片に対して、コンプライアンスオフセット法によって塑性誘起き裂開口によるき裂開口荷重を評価した結果を図4に示す。

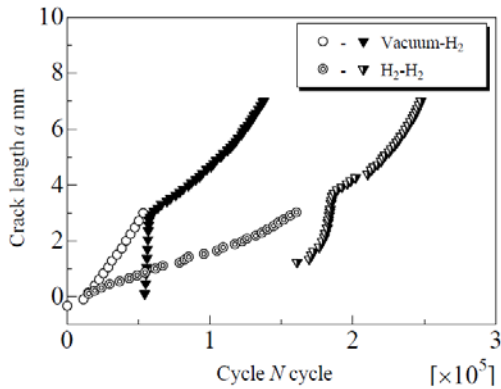
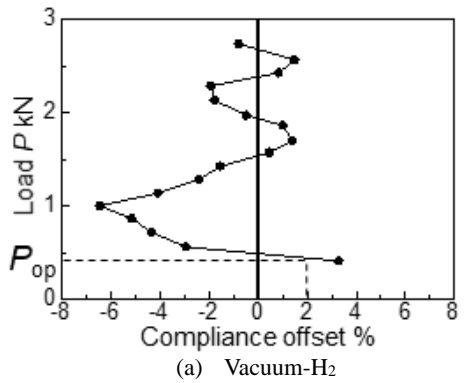
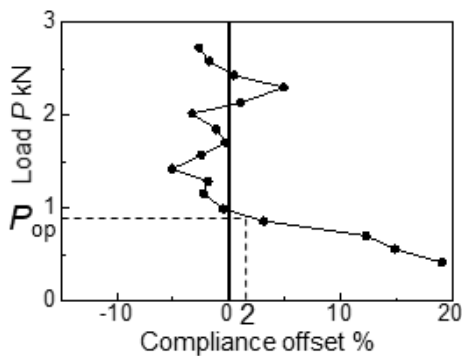


図3 疲労き裂治癒による疲労き裂進展の遅延



(a) Vacuum-H<sub>2</sub>



(b) H<sub>2</sub>-H<sub>2</sub>

図4 各条件におけるき裂開口荷重の評価

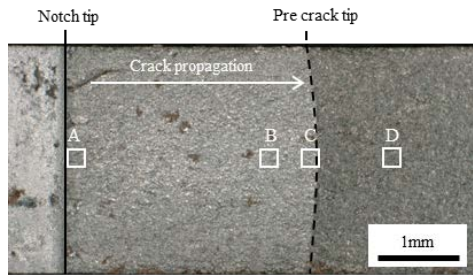
残留応力除去処理が異なる2種類の試験片に対し、同じ疲労試験条件、同じ治癒熱処理条件を適用し、それぞれの治癒率を算出した。その結果、図3に示すように水素環境下残留応力除去処理を施した試験片が真空環境下残留応力除去処理を施した試験片と比較して治癒部の接合強度を示す治癒率 $\eta$ が高いことが確認された。今回使用したそれぞれの熱処理条件の冷却速度については真空環境下における熱処理が水素環境下における熱処理と比較して遅い。このことから残留応力除去処理における冷却速度が速い程、治癒部の接合強度の向上に繋がったことが示唆された。またそれぞれの試験片の予き裂導入時における疲労き裂進展特性を比較した。その結果、水素環境下残留応力除去処理を施した試験片が真空環境下残留応力除去処理を施した試験片と比較して予き裂導入に多くのサイクル数を要しており、疲労き裂進展特性が遅く、高い靱性値を取ることが確認された。これはそれぞれの冷却速度による金属組織の違いが影響していると考えられる。

さらに、それぞれの試験片の疲労予き裂導入時における開口荷重を導出し、塑性誘起き裂開口現象の評価を行った結果、水素環境下残留応力除去処理を施した試験片は真空環境下残留応力除去処理を施した試験片と比較して疲労予き裂導入時における開口荷重が高く、塑性誘起き裂開口現象の影響をより受けていることが確認された。

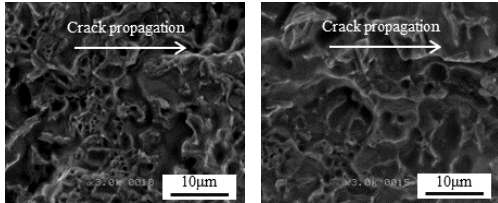
##### 4.2 き裂治癒後の破面観察

以下に真空環境下残留応力除去処理・水素環境下治癒熱処理を施した試験片、及び水素環境下残留応力除去処理・水素環境下治癒熱処理を施した試験片の治癒後のき裂破面の観察結果をそれぞれ図5、図6に示す。

2種類の試験片におけるき裂破面を観察することで治癒長さの評価を行った。その結果、真空環境下残留応力除去処理を施し水素環境下治癒熱処理を施した試験片についてはノッチ先端部から予き裂先端までの全域で様な破面性状をしており、全域において治癒を示唆するディンプルが確認された。このディンプルは固相拡散接合によってき裂が治癒したことを示唆している。また治癒長さを示す $\lambda$ が90%程であることから概ね全域において治癒部であると分かる。続いて水素環境下残留応力除去処理を施し水素環境下治癒熱処理を施した試験片についてはノッチ先端部における破面は図5(b)に示されるようにディンプルの存在は確認されなかったことから、ノッチ先端部においては治癒していない可能性が示唆された。また、治癒長さを示す $\lambda$ が60%程であることからノッチ先端部から予き裂先端部全域では治癒していないことが分かる。それぞれの試験片における治癒部の接合強度を示す $\eta$ の値は異なるが、それぞれの治癒部の観察結果からは違いは確認されなかった。

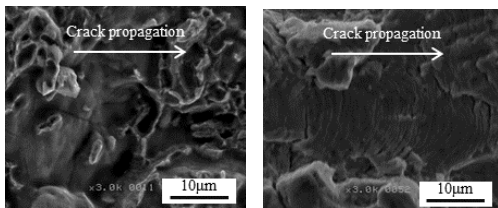


(a)



(b)

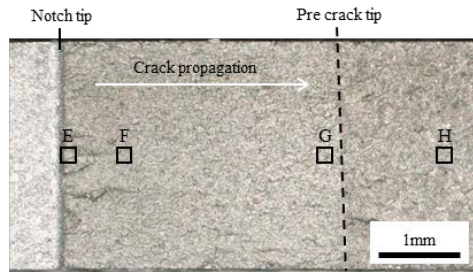
(c)



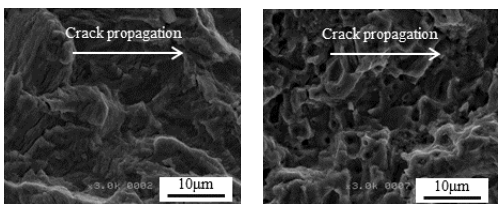
(d)

(e)

図5 疲労き裂治癒後の破面のSEM観察写真  
(a) 疲労き裂治癒全体像、(b) POINT A、(c) POINT B、(d) POINT C、(e) POINT D

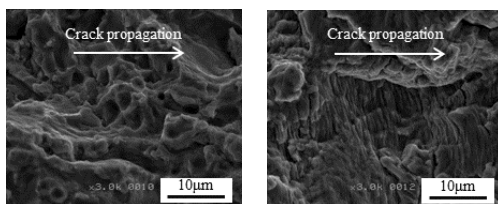


(a)



(b)

(c)



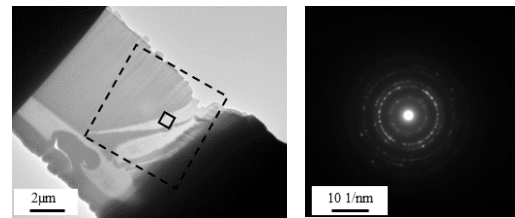
(d)

(e)

図6 疲労き裂治癒後の破面のSEM観察写真  
(a) 疲労き裂治癒全体像、(b) POINT E、(c) POINT F、(d) POINT G、(e) POINT H

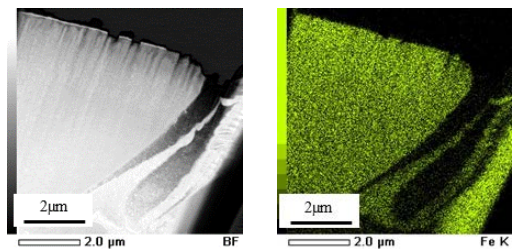
#### 4.3 き裂治癒部の TEM 観察

真空環境下残留応力除去処理・水素環境下治癒熱処理を施した試験片のき裂治癒界面における TEM 観察結果を図 7 に、水素環境下残留応力除去処理・水素環境下治癒熱処理を施した試験片を図 8 に示す。図 7(a)の色の薄い箇所がき裂治癒領域と思われる。デバイリングが観察されており、微小な多結晶体が形成されていることがわかる。これはき裂治癒界面に残留した酸化被膜若しくは冷却時に生じた窒化物と思われる。一方、図 8 にはそのような残留物は観察されなかった。この原因として、真空環境下残留応力除去処理・水素環境下治癒熱処理を施した試験片では塑性誘起き裂閉口によるき裂開口荷重が小さくき裂治癒時にこのような介在物が残留し、き裂進展におけるき裂治癒率  $\eta$  が小さくなったと考えられる。



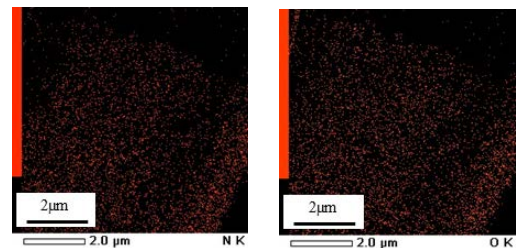
(a)

(b)



(c)

(d)



(e)

(f)

図 7 真空環境下残留応力除去処理・水素環境下治癒熱処理を施した試験片のき裂治癒界面における TEM-EDS による観察と元素マッピング:(a) TEM サンプル;(b) ディフラクションパターン;(c) HAADF 像;(d) Fe マッピング;(e) N マッピング;(f) O マッピング

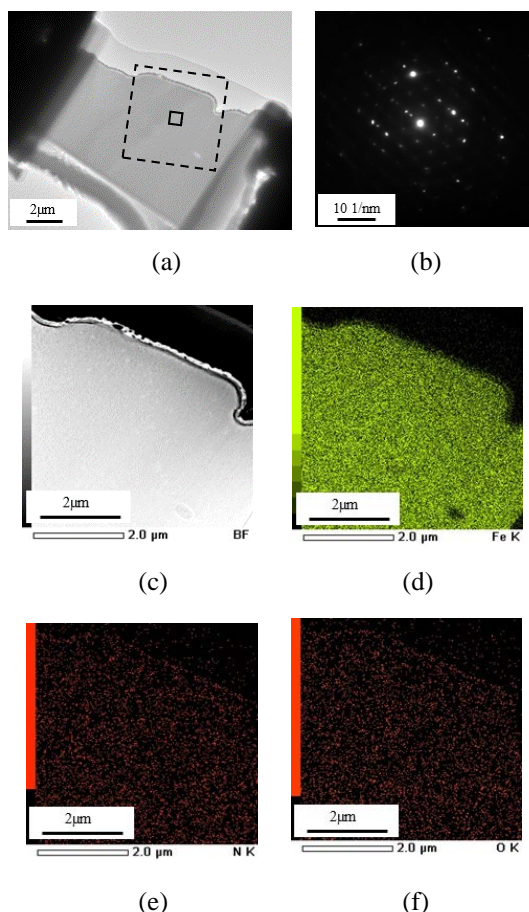


図 8 水素環境下残留応力除去処理・水素環境下治癒熱処理を施した試験片のき裂治癒界面における TEM-EDS による観察と元素マッピング:(a) TEM サンプル; (b) ディフラクションパターン; (c) HAADF 像; (d) Fe マッピング; (e) N マッピング; (f) O マッピング

#### 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)

[学会発表] (計 9 件)

- ① Eiichi Hamada, Yuto Furuya, Atsushi Hosoi, Yuji Morita and Hiroyuki Kawada, Influences of plasticity induced crack closure on fatigue crack healing of carbon steel with heat treatment, the ASME 2018 International Mechanical Engineering Congress and Exposition IMECE2018, November 9-15, 2018, Pittsburgh, Pennsylvania, USA (accepted).
- ② 細井厚志, 「金属材料の疲労き裂治癒技術の開発と評価」, 日本機械学会 2018 年度年次大会, 関西大学, 大阪, 2018 年 9 月 9 日~12 日. (依頼講演予定)

- ③ 小林陸人, 前山太郎, 藤田耕平, 細井厚志, 貴志公博, 川田宏之, 「Ni 基耐熱超合金 INCONEL718 の疲労き裂治癒技術の確立」, 日本機械学会 M&M2017 材料力学カンファレンス, Paper No. GS1004, 北海道大学, 札幌, 2017 年 10 月 7 日~9 日.
- ④ 前山太郎, 小林陸人, 藤田耕平, 細井厚志, 川田宏之, 「熱処理によるオーステナイト系ステンレス鋼の疲労き裂治癒及び治癒メカニズムの検討」, 日本機械学会 2017 年度年次大会, Paper No. J0450104, 埼玉大学, 埼玉, 2017 年 9 月 3 日~6 日.
- ⑤ 藤田耕平, 古谷勇人, 細井厚志, 川田宏之, 「熱処理によるオーステナイト系ステンレス鋼の疲労き裂治癒における冷却条件の影響」, 日本機械学会第 24 回機械材料・材料加工技術講演会 (M&P2016), Paper No. 608, 早稲田大学, 東京, 2016 年 11 月 25 日 (機械材料・材料加工部門部門表彰・優秀講演論文賞).
- ⑥ 藤田耕平, 古谷勇人, 細井厚志, 川田宏之, 「熱処理による金属材料疲労き裂治癒における冷却雰囲気の影響」, 2016 年度第 3 回 ZAIKEN フェスタ, 早稲田大学, 東京, 2016 年 11 月 10 日.
- ⑦ 古谷勇人, 岡村崇史, 武田翔馬, 細井厚志, 木村世弘, 森田祐司, 川田宏之, 「熱処理による金属材料疲労き裂の治癒及び疲労き裂進展特性の評価」, 日本機械学会 2016 年度年次大会, J0460101, 九州大学, 福岡, 2016 年 9 月 12 日.
- ⑧ 武田翔馬, 細井厚志, 浅岡幸靖, 巨陽, 川田宏之, 「金属原子拡散を利用したオーステナイト系ステンレス鋼の疲労き裂治癒」, 日本機械学会第 1 回イノベーション講演会 (iJSME2015), Paper no. 0009, 広島大学, 東広島, 2015 年 11 月 15 日.
- ⑨ 小島章裕, 細井厚志, 森田康之, 巨陽, 「透過型電子顕微鏡を用いた電流印加による転位移動の多方位観察」, 日本機械学会 2015 年度年次大会, Paper No. G0300105, 北海道大学, 北海道, 2015 年 9 月 13-16 日.

[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〕

【受賞】

- ① 日本機械学会，機械材料・材料加工部門部門表彰・優秀講演論文賞，「熱処理によるオーステナイト系ステンレス鋼の疲労き裂治癒における冷却条件の影響」  
2017年9月
- ② 文部科学省 文部科学大臣表彰若手科学者賞，「構造材料の疲労損傷評価及びき裂治癒技術の開発に関する研究」，  
2017年4月

【WEB掲載】

- ③ Top Researchers 「熱処理技術で、金属の老朽化を防ぐ」，2017年8月8日掲載  
(<http://top-researchers.com/?p=913>)
- ④ EMIRA 「老朽化によるインフラ危機を救う！金属疲労き裂の治癒技術を徹底解剖（前編）」，2018年5月8日掲載  
(<https://emira-t.jp/ace/5936/>)
- ⑤ EMIRA 「宇宙開発の要に！目指すは金属疲労き裂の自己治癒（後編）」，2018年5月9日掲載  
(<http://emira-t.jp/ace/5954/>)

【依頼講演】

- ⑥ 「金属材料の疲労き裂治癒技術の開発と評価」，日本機械学会年次大会，先端技術フォーラム，機械材料・材料加工部門企画，2018年9月11日
- ⑦ 「金属材料の疲労き裂治癒技術の開発と評価」，第1回自己治癒材料コンソーシアム総会，2016年7月27日

6. 研究組織

(1)研究代表者

細井 厚志 (HOSOI, Atsushi)

早稲田大学・理工学術院・准教授

研究者番号：60424800