

令和 5 年 6 月 6 日現在

機関番号：14301

研究種目：基盤研究(C)（一般）

研究期間：2016～2022

課題番号：16K06386

研究課題名（和文）マルテンサイト相の増えない環境でも使えるステンレス鋼の疲労劣化診断システムの開発

研究課題名（英文）Development of a fatigue damage sensing system for stainless steel that can be used in an environment where the martensite phase does not increase

研究代表者

木下 勝之（Kinoshita, Katsuyuki）

京都大学・エネルギー科学研究科・准教授

研究者番号：80325240

交付決定額（研究期間全体）：（直接経費） 2,200,000円

研究成果の概要（和文）：本課題では、オーステナイト系ステンレス鋼表面に生成した表面改質層センサを用いて、マルテンサイト相の発生しにくい温度域でも使える疲労劣化センシングシステムの開発を行った。設計可能な表面改質層センサを開発するため、ショットピーニングを用いた生成方法を検討し、設計条件を明らかにした。さらに、疲労試験を行い、疲労センサとして使用可能なことを確かめた。また、加熱装置付き疲労試験機を開発し、マルテンサイト相発生量が減少する温度で試験した結果、同じ繰り返し数ならば室温付近と同程度の出力が得られることがわかった。さらに、より精密な表面改質層センサの理論モデルの構築、疲労度予測法や基本特性の評価技術を開発した。

研究成果の学術的意義や社会的意義

本研究の成果により、表面改質層センサの設計条件が明らかになるとともに、疲労センサとして利用できることも確認できたため社会の安全に貢献できる。また、本研究で開発した表面改質層センサの理論モデルやSUS304鋼の硬さ非接触評価法などは、他の磁性複合材料やショットピーニングの性能評価にも応用可能である。さらに、これまでSUS304鋼の磁気特性が繰り返し変形とともに変化することを示す研究は見られなかったが、それを応用した疲労度予測法はなかったため、それを開発した点は学術的にも社会的にも意義がある。

研究成果の概要（英文）：In this project, a fatigue damage sensing system was developed that can be used in the temperature range where martensite phase is difficult to form. In order to develop a designable sensor, the method of creating the sensor was studied and its design conditions were identified. Furthermore, a fatigue testing machine with a heater was developed, and fatigue tests were conducted at around 40 °C. As a result, the sensor output was the same as that at room temperature for the same number of cycles. A theoretical model that can more precisely describe the magnetic properties of the developed sensor was constructed, and a fatigue prediction method and evaluation technique for the sensor's basic characteristics were developed.

研究分野：連続体力学

キーワード：非破壊評価 疲労 ステンレス鋼 磁性

## 様式 C - 19、F - 19 - 1、Z - 19 (共通)

### 1. 研究開始当初の背景

SUS304 鋼に代表されるオーステナイト系ステンレス鋼は、高強度かつ耐食性に優れるためエネルギー機器や輸送機器など幅広く使用されている。さらに、通常は常磁性体であるが、塑性変形によって強磁性マルテンサイト相を生じるユニークな特性を持つため、磁気計測によって疲労などの劣化を評価する試みがされている。一方、市販の金属材料表面には製造段階での圧延処理などによって、表面改質層と呼ばれる塑性変形領域が形成されている。つまり、SUS304 鋼は、製造段階から劣化センサに使える強磁性マルテンサイト相を有している。これまで、この表面改質層を疲労センサとして用いることを提案して研究を行い、劣化センサとして使用可能であることを明らかにしてきた。ただし、SUS304 鋼内にマルテンサイト相が生成する条件は、温度に強く依存しており 50°C以上になるとほとんど発生しないことが確認されている。また、疲労試験においては、高ひずみ速度で発生する熱の影響によって、30Hz 以上の周波数ではマルテンサイト相は生じないとされている。50°C程度の温度は実用機器の使用温度範囲内であり、表面改質層センサがこの温度域でどのような挙動をするのか調べる必要がある。また、もうひとつの課題として、これまでは表面改質層として製造段階の表面仕上げで生じたものを利用してきたが、均一性に優れる利点がある一方、設計の自由度がない欠点があった。

### 2. 研究の目的

そこで、本研究の目的は、上記の課題を解決し、実用環境でも使える表面改質層センサとそれを用いた疲労劣化評価システムを開発することである。具体的な研究ごとの目的は以下の通りである。

- (1) ショットピーニングを用いた表面改質層センサの創製と評価  
表面改質層を自由に設計可能にするため、本研究ではショットピーニングを取り上げ、センサの疲労度検出機能や疲労抑制機能を最適化するセンサの設計方法を確立する。そのために、粒子径、ショット圧力とカバレッジの3条件を変えてショットピーニングを行い、表面改質層センサを生成した試験片を作成した。そして、ショット条件とセンサの磁気特性および力学特性の関係を調査し、設計指針を作成した。
- (2) SUS304 鋼磁気マイクロメカニクスモデルの改良  
これまで開発してきた SUS304 鋼磁気マイクロメカニクスモデルを改良して、より正確にマルテンサイト相の構造を表現できるモデルを導出した。さらに、モデルに必要なマルテンサイト相の1粒子単位の磁気特性を得るため、SUS304 ワイヤを用いて磁気特性を計測し、1粒子単位のマルテンサイト相の磁気特性を支配する要因を調査した。
- (3) 表面改質層センサの磁氣的構造の可視化法と力学特性の計測法の開発  
表面改質層センサの磁氣的な構造を調べるために、粉末図形法を用いてマルテンサイト相を可視化するのに適した励磁方法などを調査した。さらに、X線回折法とナノインデンテーションを用いて SUS304 鋼のマクロ硬さを非破壊的に評価する手法を開発した。
- (4) 疲労度予測技術の開発と疲労度評価機能の温度依存性の調査  
表面改質層センサの疲労度検出機能を利用した疲労パラメータ推定法を提案し、推定法の精度評価を行った。さらに、表面改質層センサの疲労度検出機能と疲労抑制機能の温度依存性を調べるために、マルテンサイト変態の起こる限界温度付近で疲労試験を行い、機能の評価を行った。

### 3. 研究の方法

#### (1) ショットピーニングを用いた表面改質層センサの創製と評価

試験片は市販の冷間圧延 SUS304 鋼材とし、製造段階で生成された表面改質層を除去するため、1020°C、0.5h の条件で溶体化処理を行った。ショットピーニング材は、ステンレスビーズとし、粒径は BPS300 (粒径 70 $\mu$ m 以下) と BPS150 (粒径 50-150 $\mu$ m) の微粒子材とした。ショットピーニングの条件としては、ショット圧力 (0.2MPa、0.4MPa) とショット時間もしくはカバレッジを用いた。図1にショットピーニングを施した試験片表面の1例を示す。表面改質層センサの硬化量を調べるために、ピッカース硬さをマイクロピッカース硬度計 (株式会社島津製作所製・HMV-2TADW) を用いて計測した。さらに、相応力およびマルテンサイト相分率は、X線残留応力測定装置 (株式会社パルステック工業製・ $\mu$ -X360s) を用いて  $\cos\alpha$  法と積分強度比法で測定した。また、電磁交流インピーダンス法を用いて、センサの透磁率特性を評価した。

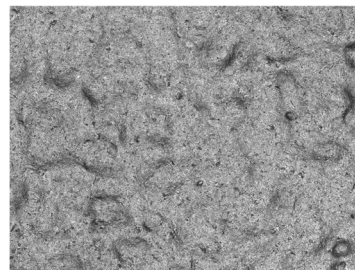


図1 ショットピーニングが施された試験片表面画像 (BPS300, P=0.4MPa, ST=40sec)

インピーダンスの計測は、矩形コイル(ボビン寸法 6mm×8mm×1mm, ワイヤ径 0.06mm, 巻き数 195turn)を用い, LCR ハイテスタ(日置電機製, 3535)にて行なった。計測周波数は, 3.5MHz, 交流電圧 0.5V, リフトオフ距離 0.02mm とした。

## (2) SUS304 鋼磁気マイクロメカニクスモデルの改良

三次元的な配向角分布を考慮できる磁気マイクロメカニクスモデルを新たに導出し, 配向角や配向角分布が SUS304 鋼の磁束密度曲線, 残留磁化, 保磁力や磁化率といった磁気特性に与える影響について調査した。マルテンサイト粒子を含む SUS304 鋼全体の磁気的挙動は, Eshelby の介在物理論を増分型に修正して記述し, マルテンサイト粒子間の相互作用は Mori-Tanaka 理論によって考慮した。配向角分布は, 前川らの提案する短繊維複合材料の三次元繊維配向分布を表す確率密度関数を用いて導入した。

断面積当たりの結晶粒数を少なくできる SUS304 ワイヤ材を用いて, マルテンサイト粒子単体の磁気特性を調査した。試料は, 直径 0.4mm と 0.8mm の市販の SUS304 鋼ワイヤを用い, 1020°C, 3h の容体化処理を施した後, 引張試験機を用いて, 異なるマルテンサイト相分率を持つ試験片を作成した。磁化曲線は, Squid 磁束計 (MPMS-5S, Quantum Design 社)を用い, 最大磁場 3T の三角磁場を与えて, 試験片長さ方向 (L 方向) と短軸方向 (T 方向) でそれぞれ計測した。

## (3) 表面改質層センサの磁氣的構造の可視化法と力学特性の計測法の開発

粉末図形法を用いて SUS304 鋼のマルテンサイト相を高分解能に可視化するため, 特に励磁条件に着目して研究を行った。試料は, 市販の SUS304 鋼を用い, 試験片の大きさは 20×20×8 mm とし, 15%, 20%, 30% の最大圧縮ひずみを与えてマルテンサイト相を生じさせた。計測面は, 機械研磨, パフ研磨の順で施した。励磁は, 円柱型ネオジウム磁石 (直径 20mm, 長さ 10mm) を向かい合うように設置し, その間に試験片を置いて行い, 磁場の強さは, 磁石間距離を変更することにより制御した。可視化は, 励磁器に試験片を設置し, 水性磁性コロイド (A-05D, シグマハイケミカル) を塗布, 乾燥して行った。

疲労抑制機能にとって最も重要なパラメータである硬さを SUS304 鋼のマルテンサイト相とオーステナイト相の X 線プロファイルの半価幅から推定する手法を提案し, その推定精度の調査を行なった。試料は, 上記の試験片に電解複合研磨施したものであり, オーステナイト相とマルテンサイト相の硬さは, ナノインデンテーション試験機 (ENT-2100, エリオニクス)を用いて, ステップ負荷 除荷試験により測定した。半価幅, 残留応力, オーステナイト分率は, X 線残留応力測定装置(株式会社パルステック工業製・ $\mu$ -X360s)を用いて測定した。

## (4) 疲労度予測技術の開発と疲労度評価機能の温度依存性

用いた試験片は, 市販の冷間圧延 SUS304 鋼板材であり, 表面改質層センサは, 2B 処理と #400 処理によって生成されたものを用いた。疲労試験は, シェンク式平面疲労曲げ試験機を用いて, 周波数 5MHz と応力比 -1 の条件で室温にて行われた。表面改質層センサの出力は, 電磁交流インピーダンス法を用いて測定し, 計測装置は(1)と同じである。インピーダンスの計測は, 任意の繰返し数を試験片に与えた後, 試験片を疲労試験機から取り外し, 電磁交流インピーダンス法計測システムに取り付けて行われた。

図 2 に示す加熱装置付き恒温曲げ疲労試験機を用いて表面改質層センサの疲労度センサ機能と疲労抑制機能の温度依存性を調査した。用いた試験片は, 市販の冷間圧延 SUS304 鋼板材であり, 表面改質層センサは, 粒径 BPS150, ショット圧力 0.2MPa, カバレッジ 500% の条件でショットピーニング処理を行い生成されたものを用いた。疲労試験は, 周波数 5MHz と応力比 -1 の条件で試験温度は 20°C と 40°C とした。表面改質層センサの出力は, 電磁交流インピーダンス法を用いて測定した。測定条件および測定方法は上記の通りである。

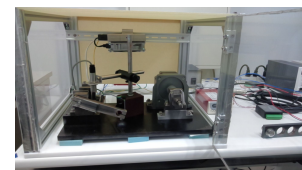


図 2 加熱装置付き恒温曲げ疲労試験機

## 4. 研究成果

### (1) ショットピーニング法を用いた表面改質層センサの創製と評価

電磁交流インピーダンス法によって計測された表面改質層センサの透磁率特性と X 線で計測されたマルテンサイト分率, 内部応力, さらにピッカース硬さの関係およびショット粒子径, ショット圧力とカバレッジなどのショットピーニング加工条件の関係を分散分析によって解析した。その結果に基づき, 得られた表面改質層センサの出力特性と疲労抑制機能を設計するための設計相関図を図 3 に示す。図の実線が影響の大きい因子関係, 点線が影響の小さい因子関係, 線でつながれていない因子が影響のない因子関係を表す。まず, 疲労センサの出力特性であ

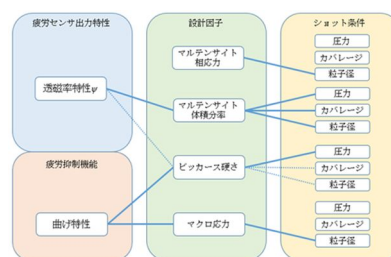


図 3 表面改質層センサの設計因子とショット条件の関係

る透磁率特性はほぼマルテンサイト分率のみで決まることがわかった．内部応力の影響が見られなかったのは，内部応力の値が 500MPa 以上と非常に大きく，磁気ひずみがほぼ飽和していることが考えられる．マルテンサイト分率を制御するショット条件は，ショット圧力，カバレッジ，ショット粒子径と全てであるが，ショット圧力はマルテンサイト相の生じる深さ，カバレッジはマルテンサイト相の面密度，ショット粒子径はマルテンサイト相の深さ分布を制御できることがわかった．

## (2) SUS304 鋼磁気マイクロメカニクスモデルの改良

図 4(a)に異なる最大ひずみを与えて体積分率などのマルテンサイト相の構造を変化させて測定した SUS304 鋼試験片の磁束密度と磁場の関係を示す．図 4(b)に計測して求めたマルテンサイト相の平均アスペクト比，配向角分布と拡張したモデルによって解析した磁束密度と磁場の関係を示す．両者は最大ひずみが大きくなるに従い最大磁束密度が非線形的に増加する点など定性的には比較的良く一致しており，本モデルの妥当性を示している．また，定量的にみても，外部磁場 20kA/m 付近での最大ひずみ 0.4 の磁束密度は約 6%の誤差で大きく異なっていない．しかしながら，磁化の要因が磁壁移動から回転磁化に移行する際の磁場の大きさは 10 倍程度異なっている．この原因は，1 粒子モデルの磁化曲線として，SUS410S パルク材の磁化曲線を用いたことが主な原因である．

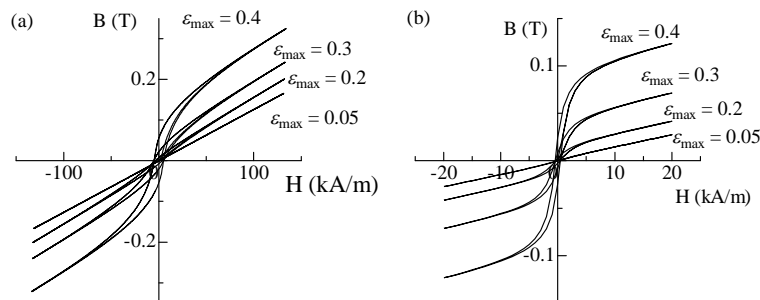


図 4 SUS304 鋼の磁束密度曲線の(a)実験結果と(b)解析結果

1 粒子単位のマルテンサイト相の磁気特性を評価するため，引張りひずみを与えた SUS304 ワイヤの長軸 (L) と短軸 (S) 方向の磁化曲線から算出された保磁力および初期磁化率とマルテンサイト相分率の関係を図 5(a), (b)にそれぞれ示す．直径 0.4mm 試験片の L 方向保磁力は，マルテンサイト分率 0.02% と 0.041%の間で増加し，その後体積分率の増加とともに減少した．同じく，L 方向の磁化率はマルテンサイト分率の増加とともに，急増したのち緩やかに増加する傾向があった．これらの傾向が現れる原因として，転位密度，粒子サイズ，形状異方性，粒子間相互作用に注目して検証した結果，変態初期においてはマルテンサイト粒子が単一磁区粒子となり，その形状異方性によって保磁力と磁化率が定まることが予想された．変態が進行し粒子サイズが大きくなると，マルテンサイト粒子を構成するパリアント集合体のサイズ効果が保磁力と磁化率の支配要因となると考えられた．

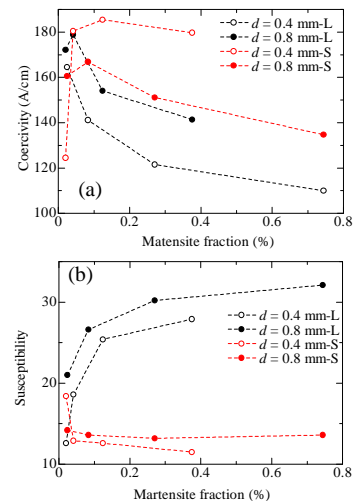


図 5 SUS304 ワイヤの(a)保磁力，(b)磁化率とマルテンサイト分率の関係

## (3) 表面改質層センサの磁氣的構造の可視化法と力学特性の計測法の開発

表面改質層センサの可視化手法の開発として，粉末図形法における励磁方向の影響について評価した結果を図 6 に示す．なお，圧縮ひずみは 30%であり，D1 は可視化面に対して垂直に励磁，D2 と D3 は可視化面において図の矢印方向に励磁している．同じマルテンサイト相であっても，励磁方向により，マルテンサイト粒子の形状が大きく異なることがわかる．これは，マルテンサイト粒子の形状は 3 次元的にはとても複雑であり，励磁方向によって磁極が生じる場所が変化するためである．D1 方向において，マルテンサイト相を縁取るように粉末が集積しているが，EBDS マップ画像によりマルテンサイト相の外周部分であることがわかっている．この結果から，マルテンサイト粒子のアスペクト比や配向角を正確に計測するためには，粒子形状に合わせた方向に励磁する必要があるため，3 方向から励磁してみなければいけないことがわかった．



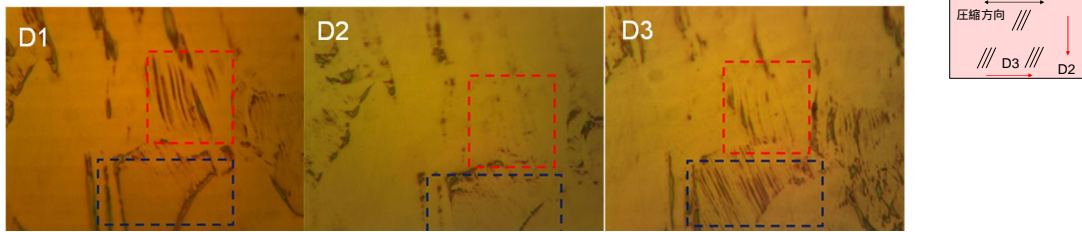


図 6 励磁方向を変えて可視化されたマルテンサイト相の顕微鏡画像

表面改質層センサの硬さを非接触で評価するため、表 1 に、ナノインデンテーションで計測されたマクロ硬さと X 線の半価幅から推測したマクロ硬さおよびそれらの誤差を示す。最大ひずみ 15%と 30%の誤差は 10%未満であるが、最大ひずみ 20%の誤差のみ 20%程度と大きい。この原因は、まだ調査中であるが、残留応力や試験片中に存在するひずみ分布が影響している可能性がある。

表 1 最大ひずみの異なる試験片で計測および推定された押し込み硬さとそれらの誤差

最大ひずみ	マクロ硬さ(GPa)		
	測定値	推定値	誤差
0.15	3.30	3.00	-0.09
0.20	4.00	3.20	-0.20
0.30	4.30	4.10	-0.05

(4) 疲労度予測技術の開発と疲労度評価機能の温度依存性

表面仕上げの異なる試験片で疲労試験を行い計測した、疲労度と表面改質層センサの出力である透磁率特性の関係を図 7 に示す。なお、(a)と(c)は 2B センサの試験片長軸方向(L)と試験片短軸方向(T)の結果であり、(b)と(d)は #400 センサの L 方向と T 方向の結果である。透磁率特性は、センサの種類、計測方向および疲労寿命に依らずほぼ疲労度に対して線形な挙動を示した。そこで、T 方向の透磁率特性 - 疲労度曲線を線形近似し、疲労度を予測できるか評価したところ、16%以下の誤差で予測可能なことがわかった。誤差の原因はセンサの初期マルテンサイト分率のばらつきであり、この影響を小さくする予測手法を開発する必要がある。さらに、図 7(a)と(b)に示すように、L 方向に関しては、2B センサで疲労度 0.4 付近、#400 センサで疲労度 0.6 付近において透磁率特性が急に減少する傾向が見られた。そこで、同じ疲労度で透磁率特性が減少することを利用して、疲労度 0.8 での繰り返し数を予測したところ、誤差 10%以内で予測可能であることがわかった。ただし、透磁率特性が減少する理由が不明なため、今後調査が必要である。また、透磁率特性は、疲労度 0 から計測できており、疲労初期段階の劣化評価も可能であることが確認された。

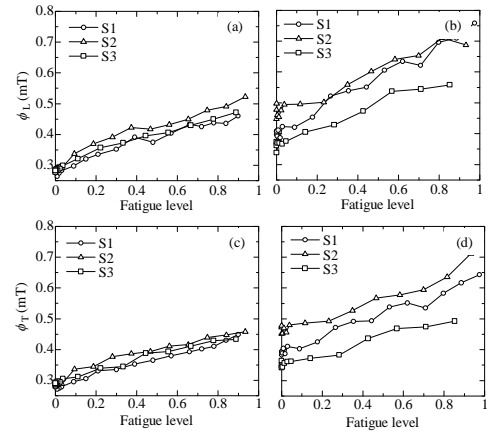


図 7 表面改質層センサの透磁率特性と疲労度の関係

試験温度を変えて計測された透磁率特性と繰り返し数の関係を図 8 に示す。表面仕上げによって作製された表面改質層センサと比較すると、繰り返し数に対して透磁率特性が非線形に増加する傾向が見られたが、ショットピーニング製表面改質層センサも疲労センサとして使用可能なことが確認された。この傾向は、計測方向および試験温度に依存せず、マルテンサイト相の発生限界温度 60 に近づいても、センサ出力にはあまり影響がないことがわかった。ただし、疲労寿命は半分以下になっており、疲労抑制機能に対しては試験温度の影響が大きくなることがわかった。これは、試験温度が高くなると、試験片の加工硬化量が低下し、同じたわみ角で試験した場合、試験温度が高くなる方がより大きく塑性変形するためと考えられる。センサの出力である透磁率特性の大きさは、ほぼマルテンサイト分率の増加が担っていると考えられるため、試験温度によってマルテンサイト相の発生率があまり低下しない理由を今後調査する必要がある。

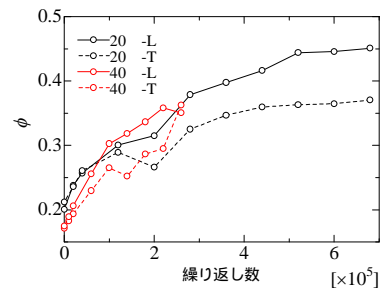


図 8 試験温度を変えて計測された透磁率特性と繰り返し数の関係

理由を今後調査する必要がある。

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計3件（うち査読付論文 3件/うち国際共著 0件/うちオープンアクセス 2件）

1. 著者名 Kinoshita K.	4. 巻 10
2. 論文標題 Evaluation of magnetic properties in ferromagnetic martensite particle using type 304 stainless steel wire	5. 発行年 2020年
3. 雑誌名 AIP Advances	6. 最初と最後の頁 015313 ~ 015313
掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） 10.1063/1.5131048	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスとしている（また、その予定である）	国際共著 -

1. 著者名 Katsuyuki Kinoshita	4. 巻 7
2. 論文標題 Refinement of the magnetic composite model of type 304 stainless steel by considering misoriented ferromagnetic martensite particles	5. 発行年 2017年
3. 雑誌名 AIP Advances	6. 最初と最後の頁 0506008-1-6
掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） 10.1063/1.4974068	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスとしている（また、その予定である）	国際共著 -

1. 著者名 Kinoshita Katsuyuki	4. 巻 6
2. 論文標題 Inherent Magnetic Sensor for Estimation of Fatigue Damage in Type 304 Stainless Steel	5. 発行年 2022年
3. 雑誌名 Journal of Nondestructive Evaluation, Diagnostics and Prognostics of Engineering Systems	6. 最初と最後の頁 011001-8
掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） 10.1115/1.4054892	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9件（うち招待講演 0件/うち国際学会 2件）

1. 発表者名 村山太郎, 木下勝之, 今谷勝次
2. 発表標題 SUS304鋼のき裂進展挙動に及ぼす表面仕上げの影響
3. 学会等名 材料学会第7回材料week若手学生研究発表会
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 Kinoshita K.
2. 発表標題 Evaluation of magnetic properties in ferromagnetic martensite particle using type 304 stainless steel wire
3. 学会等名 64th annual conference on magnetism and magnetic materials (国際学会)
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 中西亮太, 原健太郎, 木下勝之, 今谷勝次
2. 発表標題 FEM解析によるSUS304鋼の曲げ特性に対する表面改質層の影響メカニズムの解明
3. 学会等名 日本材料学会若手学生研究発表会
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 華江良輔, 木下勝之, 首藤正樹, 今谷勝次
2. 発表標題 粉末図形法を用いたSUS304鋼のマルテンサイト相可視化における最適な励磁条件の検討
3. 学会等名 日本AEM学会第27回MAGDAコンファレンス
4. 発表年 2018年

1. 発表者名 原健太郎, 木下勝之, 今谷勝次
2. 発表標題 SUS304鋼の力学的特性に与える表面改質層の影響
3. 学会等名 日本材料学会関西支部若手シンポジウム
4. 発表年 2018年

1. 発表者名 原健太郎, 木下勝之, 安部正高, 今谷勝次
2. 発表標題 SUS304 鋼の曲げ特性に与える表面仕上げの影響
3. 学会等名 日本材料学会 材料シンポジウム (若手学生研究発表会)
4. 発表年 2017年

1. 発表者名 Katsuyuki Kinoshita
2. 発表標題 Refinement of the magnetic composite model of type 304 stainless steel by considering misoriented ferromagnetic martensite particles
3. 学会等名 61st Annual conference on magnetism and magnetic materials (国際学会)
4. 発表年 2016年

1. 発表者名 富本雄介, 木下勝之
2. 発表標題 SUS304鋼のマルテンサイト組織の可視化と磁気特性の解析
3. 学会等名 第25回MAGDAコンファレンス in 桐生
4. 発表年 2016年

1. 発表者名 佐橋宏紀, 古村雄生, 木下勝之, 今谷勝次
2. 発表標題 X線回折法とナノインデンテーション法を用いたSUS304鋼の硬さ評価
3. 学会等名 材料学会第8回材料week若手学生研究発表会
4. 発表年 2022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
--	---------------------------	-----------------------	----

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
---------	---------