

令和元年6月13日現在

機関番号：12701

研究種目：基盤研究(C) (一般)

研究期間：2016～2018

課題番号：16K06769

研究課題名(和文) 転位の集団運動とひずみ不整合に着目した内部疲労き裂形成の解明

研究課題名(英文) Examination on subsurface fatigue crack generation from the viewpoints of dislocation collective motion and strain incompatibility

研究代表者

梅澤 修 (UMEZAWA, Osamu)

横浜国立大学・大学院工学研究院・教授

研究者番号：20343171

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 3,600,000円

研究成果の概要(和文)：チタン合金、オーステナイト鋼、Si鋼等をモデル材料に用い、高強度合金の内部疲労き裂破壊をもたらす母相組織を反映した微視割れの要因が不均一変形と結晶界面におけるひずみ不整合にあることを明らかにした。すなわち、合金系および試験温度により選択されるひずみ不整合箇所は異なるものの、高サイクル疲労により試験片内部の結晶界面近傍に生じるひずみ不整合にともなう局部的塑性変形がポイド等を形成し、その先端から微小き裂の成長によって結晶組織を反映したファセットが生じて内部疲労き裂発生に至るモデルを確立した。

研究成果の学術的意義や社会的意義

高サイクル疲労における擬へき開破壊や粒界破壊などの結晶組織を反映した微視割れは、転位堆積による応力集中が直接的に脆性的な微小き裂形成を与えるモデルが提示されてきたが、長年にわたり実験的検証が得られていない状況にあった。本研究成果は、局部的塑性変形集中が微視割れの原因を与えることを実験的に明らかにし、従来の考えから大きな進展をもたらそうとするものである。延性金属の曲げ疲労における粒界き裂形成や、転動疲労などのより複雑な変形条件下におけるき裂形成についても視野に入れており、疲労き裂発生機構についての統一的・学術的理解を導き、長寿命へ向けた材質制御、結晶塑性モデル計算などへの反映が期待できる。

研究成果の概要(英文)：Subsurface microcrack generation in high-cycle fatigue of  $\alpha$ -titanium alloy, austenitic steel and silicon steel was clarified from the viewpoints of heterogeneous deformation and strain incompatibility developed at boundaries. Then a new model of microcrack generation was proposed. Although the boundaries developed strain incompatibility depended on the test materials and test temperature, the localized plastic deformation accompanied with strain incompatibility in the vicinity of boundaries forms a void and microstructural cracking at the leading edge of void. Its microcrack growth on a specific plane reveals a crystallographic facet, and it provides the subsurface crack fatigue failure.

研究分野：構造・機能材料

キーワード：高強度合金 疲労 粒界 すべり変形 き裂 応力集中

## 様式 C - 19、F - 19 - 1、Z - 19、CK - 19 (共通)

### 1. 研究開始当初の背景

開発の進む高強度鋼や強加工を用いた超微細粒組織材料では、内部疲労き裂発生を呈して高サイクル疲労強度が低下し、高強度化に見合った高サイクル疲労強度の上昇が得られないことが顕在化している。また、介在物などの不均一組織や水素脆化などの環境因子は、内部き裂破壊現象を加速したり現出させたりするものの、き裂形成の本質的議論には、不均一変形（転位構造）と金属組織との相互作用の検討が不可避であり、変形モードおよび結晶組織の不均一性を前提としたき裂発生モデルの考慮が欠かせない。応力集中を開放するために隣接粒に脆性的なくさび形き裂の形成を考える旧来からの転位モデルでは、比較的大きな塑性変形を局部的に伴う場合などにおいて合理的な説明を与えることができない。この「不均一性」の果たす役割が変形や破壊を律速する過程に直接つながることへの認識も高まっており、格子欠陥の局所集団励起運動である「プラストン」といった新しい概念が提唱されている。

結晶方位や可動転位分散状態により結晶粒単位の塑性ひずみ量は異なり、結晶粒界におけるミスフィット塑性ひずみは弾性的に適合されるので、結晶粒単位の内部応力（粒応力）が生じる。特に、極小ひずみ量を繰返し付与する高サイクル疲労では、優先変形モードへの限定と疲労軟化を伴う変形構造の準安定化によって、き裂形成に粒応力の果たす役割が大きい。マクロな降伏応力以下での繰返し変形により形成した飽和転位下部組織を有する結晶粒と主に弾性応答した隣接結晶粒との界面に、電子線後方散乱回折（EBSD）法による半定量な可視化分析を適用し、塑性変形結晶界面に「ひずみ不整合（＝残留応力場）」を認めた。そこで、不均一変形がもたらす粒応力の形成について、1) 完全拘束モデルを発展させたモデル解析と中性子散乱回折実験による粒応力の検出から微視割れ面を開く応力場が形成する可能性を示し、ひずみ不整合に基づいた疲労き裂発生予測モデルを提案した。オーステナイト鋼（FCC）における粒界面割れの場合についても、すべり面が異なる $\{111\}<110>$ すべりの組み合わせにより他の $\{111\}$ 面（すべりは生じない）に垂直な応力場が残留することを導き、粒界面割れの要因を示した。一方、不均一変形が顕著な（積層欠陥エネルギーが低い）Ti合金（HCP）及びオーステナイト鋼を用い、2) 隣接結晶方位をランダム化して有効結晶粒径を微細化し、疲労強度を改善、3) 可動転位を均一分散して優先すべり系の結晶方位依存性を低め、局部的ひずみ不整合の最大値を低下して内部疲労き裂発生を抑制、からなる実験的検証を行った。その結果、微小塑性変形のマクロな均一化によりひずみ不整合を低めることは、界面への応力集中を低減して高サイクル疲労強度改善に有効であるが、内部疲労き裂発生の回避は不十分であった。また、優先変形モードと微視割れ面は一般的に一致せず、ひずみ不整合部と微視割れを形成する局所変形集中部の区別、微視き裂の形成機構は、個別のモデル提案にとどまっている。さらに、4) EBSD測定と中性子回折実験による鋼の階層的不均一変形挙動の解析を進めてきた。これら1)から4)の研究成果を発展させて、ひずみ不整合に起因する内部疲労き裂発生モデルの確立と、新たな長寿命化への材質制御指針の開発が必要である。

### 2. 研究の目的

本研究は、高強度合金における疲労変形組織の形成と疲労き裂発生に関わる現象を見直し、飽和転位下部組織の形成後、どのような局所変形集中が生じて微小き裂（粒界割れや擬へき開割れ）を形成するのか、転位の局所集団励起運動の視点から新しい学理を構築する。すなわち、局所的な結晶界面に生じる「ひずみ不整合」とそれに起因する局所変形、内部疲労き裂発生に至る実験的検証と、ひずみ不整合から微小き裂成長に至るモデルの確立を得ることが目的である。

そこで、不均一変形が顕著なTi合金（HCP）やオーステナイト鋼（FCC）、Si鋼およびマルテンサイト鋼（BCC）をモデル材に用い、(1)隣接粒間における飽和転位下部組織の違いによるひずみ不整合の場合分け、(2)ひずみ不整合による局所変形集中とき裂形成、(3)疲労き裂発生点を構成するファセットの結晶方位とその形成過程について実験的検証を行う。続いて、ひずみ不整合、局所変形によるポイド形成（微視割れ）、同一結晶粒内での微視き裂成長、隣接結晶粒への微視き裂成長・微視き裂の合体、主き裂選択という一連の素過程を結びつけて高強度合金の疲労き裂発生機構のモデル化を行う。そして、組織中の最弱部を選択し、局所原子集団励起運動に基づいて形成するひずみ不整合を緩和する耐疲労組織設計指針を創出する。

### 3. 研究の方法

(1)疲労損傷の変化と飽和転位下部組織との対応、(2)微視割れと対応する変形組織と変形モード、(3)想定される微視割れ面に生じるせん断応力場成分の緩和と微小き裂成長に及ぼす結晶配向の影響、を明らかにするべく実験と計算の両面から検討を進める。HCP（ $\{10\cdot10\}<11\cdot20>$ 転位列、 $(0001)$ 割れ、 $\{10\cdot10\}$ すべり面分離、 $\{11\cdot21\}$ 双晶面分離）FCC（ $\{111\}<110>$ 転位列、粒界割れ/ $\{111\}$ 割れ）BCC（すべり帯、粒界面、擬へき開面）の各場合において、ひずみ不整合にともなう微視割れから、同一結晶粒内での微視き裂成長、隣接する結晶粒への微視き裂成長あるいは微視き裂の合体という一連の過程を検証する。

(1) 隣接粒間における飽和転位下部組織の違いによるひずみ不整合の場合分け

透過電子顕微鏡（TEM）を用いた顕微解析、EBSD法による結晶方位回転および弾性場解析により、飽和転位下部組織とひずみ不整合との対応を明確に整理する。それぞれの場合において、隣接結晶粒との拘束から変形勾配が生じた結晶粒、あるいは転位列が堆積した軟質粒と弾性応

答する硬質粒との界面に、ひずみ不整合が形成すると考える。

#### (2) ひずみ不整合による局所変形集中とき裂形成

繰返し軟化組織（飽和転位下部組織）を支配するすべり変形モードと局所変形を支配する変形モードは必ずしも同一ではない。微視割れと直接関係する局所変形集中と変形モード、微視割れ面を開口する応力場について考察する。内部き裂の場合には経時観察ができないため、破断試験片内に検出された副次き裂を対象に EBSD を用いて結晶方位回転および弾性場解析による検証を行い、微小き裂周りの変形組織と局所変形の検出を試みる。

#### (3) 疲労き裂発生点を構成するファセットの結晶方位とその形成過程

内部疲労き裂発生を呈した場合、き裂発生点を構成するファセットの結晶方位解析に EBSD を直接的に適用して同定する。典型的な粒内割れを呈する Ti 合金では、開口応力最大の{0001}を応力軸にほぼ平行に配置する繊維集合組織制御を施したモデル材を作製し、高サイクル疲労破壊のき裂発生について検証する。ファセット面は、{0001}の他、{10-10}や{11-21}双晶面の報告もあり、集合組織制御を施す前の同一材料と比較する。

#### (4) 転位の集団運動の理解に基づいたひずみ不整合を緩和する耐疲労組織設計

繰り返しの微小塑性変形下で、硬質粒と主すべり系のみにより塑性応答する軟質粒とが材料内部に形成し、それらの境界部に内部応力場が蓄積することから、局所的な応力振幅あるいはひずみ振幅を最小化するように生じると予想している。類似の事象は、延性金属の曲げ疲労における粒界き裂形成や転動疲労などにおいても指摘されており、高強度合金の疲労で導入される軟質粒と硬質粒による内部応力場の形成と飽和転位下部組織形成後の局所変形とは不可分な関係にある。以上を踏まえて、疲労き裂発生機構についての統一的・学術的理解を導く。

### 4. 研究成果

チタン合金、オーステナイト鋼、Si 鋼およびマルテンサイト鋼をモデル材料に用い、高強度合金の内部疲労き裂破壊をもたらす母相組織を反映した微視割れの要因が不均一変形と結晶界面におけるひずみ不整合にあることを明らかにした。すなわち、合金系および試験温度により選択されるひずみ不整合箇所は異なるものの、高サイクル疲労により試験片内部の結晶界面近傍に生じるひずみ不整合にともなう局所的塑性変形がポイド等を形成し、その先端から微小き裂の成長によって結晶組織を反映したファセットが生じて内部疲労き裂発生に至るモデルを確立した。そして、局所的塑性変形が疲労き裂の核を与える表面き裂の場合との共通的考えと違いを明確化した。すなわち、(1)疲労損傷の変化と飽和転位下部組織との対応、(2)局所変形によるポイド形成（微視割れ）と対応する変形組織と変形モード、(3)微小き裂成長に及ぼす結晶配向の影響、(4)転位の集団運動の理解に基づいたひずみ不整合を緩和する耐疲労組織設計について検討し、一連の素過程を結びつけた高強度合金の疲労き裂形成モデルを提示した。具体的には、

- (1) 隣接結晶粒との拘束から変形勾配が生じた結晶粒、あるいは転位列が堆積した軟質粒と弾性応答する硬質粒との界面に生じたひずみ不整合の形成を確認した。転位列が堆積した軟質粒と弾性応答する硬質粒との界面に生じたひずみ不整合を明確化した。転位セルや転位列などの飽和転位下部組織の形態とそれら変形組織形成の結晶方位依存性により、ひずみ不整合領域の様相は異なることが裏付けられた。
- (2) 試験片表面からき裂発生する条件（マルテンサイト鋼）において、レプリカ法を用いてき裂を検出し、その形成過程をデジタル画像相関（DIC）法による解析を確認した。一方、内部き裂を生じる Ti 合金では、破断試験片内に検出された副次き裂を対象に EBSD を用いて結晶方位回転および弾性場解析による検証に成功した。ひずみ不整合部である軟質 相に変形集中が生じて形成したと考えられるポイドは、3 軸応力場集中場を隣接 相に生じ（図 1） 相の(0001)微視割れと、その後の微小き裂成長と合体につながる。また、同様な変形集中とポイド形成は、Ti 合金の{11-21}<11-26>変形双晶において母相との界面にも生じた。母相における柱面すべりのシュミット因子が非常に低い一方、双晶における同シュミット因子は比較的高い。双晶内での局所塑性変形が母相 双晶界面に応力集中とポイド形成を引き起こす。微視割れは脆性的ではなく、局所変形によるポイド形成を介しており、延性的である。繰返し応力によりポイドが成長・合体して母相 双晶界面に微小き裂が生じると考えられる。
- (3) Ti 合金において開口応力最大の(0001)を応力軸にほぼ平行に配置する繊維集合組織制御を施したモデル材を作製し、高サイクル疲労破壊のき裂発生について検証した。(0001)を応力軸にほぼ平行に配置する繊維集合組織制御を施したモデル材におけるき裂形成について解析し、77 K の疲労き裂発生点には{10-10}割れ（すべり面分離）を同定するなど（図 2） 粒界割れあるいは粒内（擬へき開）割れの様相を呈する際に、すべり面分離、すべり帯形成、ポイド等を微視割れの要因として考慮すべきであることを示し、微視割れが局所的塑性変形をとめない成長してファセットを形成するとの考えに、断片的ではあるが実験的検証を得られた。応力条件によって定まる臨界き裂サイズを与えるために微視割れが成長および合体するき裂形成モデルとのつながりも立証できた。
- (4) 疲労寿命に占める疲労き裂形成段階の割合を計算手法により推測すると、高サイクル疲労領域では疲労寿命の約 90%で支配的となることを確認した。そして、不均一組織を前提にき裂発生抵抗を高める方法として可動転位を分散した混粒組織（再結晶組織 + 変形組織）

を与え、平均結晶粒径の小型化とマクロな塑性変形の均一化の効果により高サイクル疲労強度の向上を得た。局所的ひずみ不整合の最大値の低下（微視割れ面の開口応力場の低減）が主因と考えられる。

以上より、疲労き裂発生機構について統一的・学術的理解と、転位の集団運動の理解に基づいたひずみ不整合を緩和する耐疲労組織設計と長寿命材質制御指針の開発の高度化に道をつけた。並行して、転位セル組織を形成する純金属型の疲労、大きなせん断ひずみが導入される転動疲労についても比較検討を行い、飽和転位下部組織とポイド形成の視点から微小き裂形成との対応を統一的に議論できる実験結果を得ることができた。

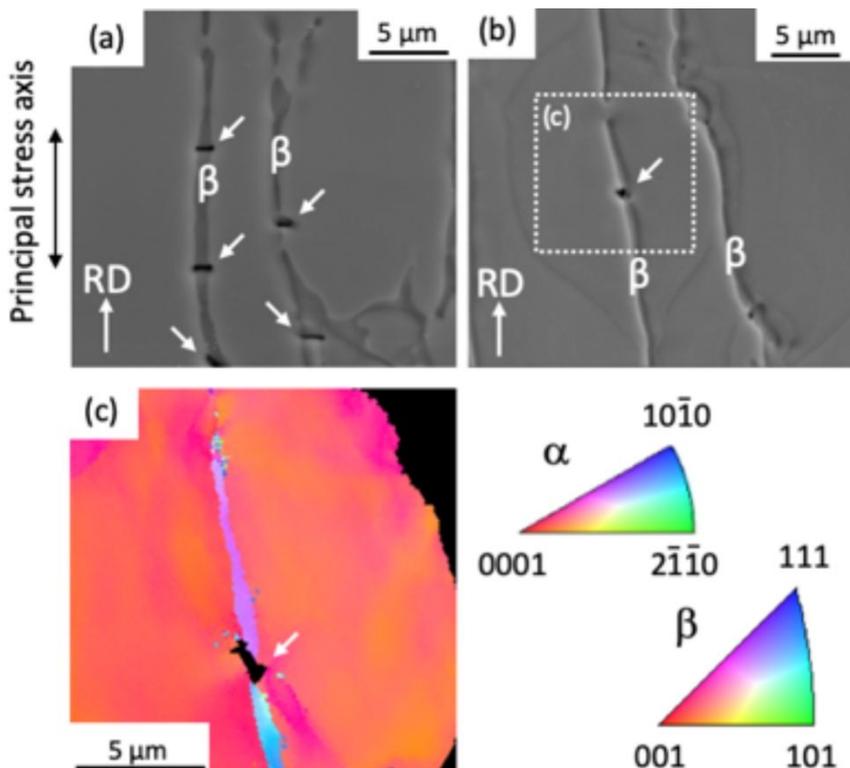


図1 Ti合金モデル材の低温疲労による相中ポイド形成

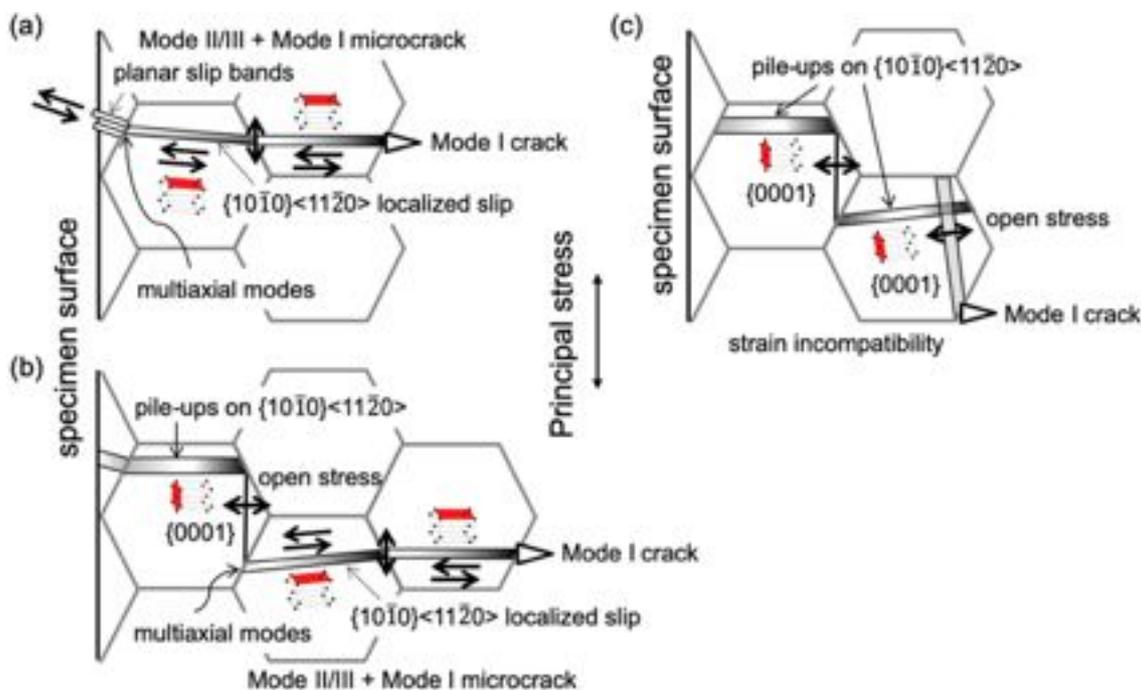


図2 繊維集合組織制御を施したTi合金モデル材における微小き裂形成と成長

## 5 . 主な発表論文等

### 〔雑誌論文〕(計 8 件)

- Osamu Umezawa, Weibo Li, A Subsurface fatigue crack generation model in near alpha titanium at low temperature, Materials Science Forum, 査読有, 941 (2018), 1336-1341, DOI: 10.4028/www.scientific.net/MSF.941.1336
- 池谷隼人, 梅澤修, 福富洋志, 微細組織から見たアルミニウム線材の繰返し曲げ変形と破壊挙動, 軽金属, 査読有, 68 (2018) 243-249, DOI: 10.2464/jilm.68.243
- Osamu Umezawa, Takayuki Yuasa, Weibo Li, Fractographical analyses of crack initiation site in high-cycle fatigue for Ti-Fe-O alloy at low temperature, ISIJ International, 査読有, 58 (2018), 1332-1340, DOI: 10.2355/isijinternational.ISIJINT-2017-673
- Weibo Li, Osamu Umezawa, Norimitsu Koga, Analysis of subsurface fatigue crack generation in Ti-Fe-O alloy at low temperature, ISIJ International, 査読有, 58 (2018), 359-363, DOI: 10.2355/isijinternational.ISIJINT-2017-514
- Junichi Sanekata, Norimitsu Koga, Osamu Umezawa, Effects of slip ratio on damage and microcracks in carburized SCM420 steel under rolling contact fatigue, Key Engineering Materials, 査読有, 741 (2017), 94-98, DOI: 10.4028/www.scientific.net/KEM.741.94
- Weibo Li, Osamu Umezawa, A review of subsurface crack initiation models in high-cycle fatigue for titanium alloys, 査読有, Key Engineering Materials, 741 (2017), 76-81, DOI: 10.4028/www.scientific.net/KEM.741.76
- Osamu Umezawa, Jyunichi Kanda, Takao Yamazaki, Effect of Si content on fatigue fracture behavior of hot-rolled high-silicon steels, 査読有, IOP Conference Series: Journal of Physics: Conf. Series, Vol. 843 (1), 012046, (2017), DOI: 10.1088/1742-6596/843/1/012046
- O. Umezawa, M. Hamada, T. Tatsumi, Evaluation of fatigue crack growth in  $\alpha$ -titanium alloys, Procedia Materials Science, 査読有, 12 (2016), 48-53, DOI: 10.1016/j.mspro.2016.03.009

### 〔学会発表〕(計 11 件)

- 桜井克, 古賀紀光, 梅澤修, Doan Thi Huyen, 後藤聡太, 横田毅, 小野義彦, 微視組織の異なる熱延高張力鋼板の高サイクル疲労におけるひずみ蓄積挙動, 日本鉄鋼協会第 177 回春季講演大会, CAMP-ISIJ, 32 (2019), 348
- 中村あゆみ, 小野嘉則, 古賀紀光, 梅澤修, Ti-5Al-2.5Sn ELI 合金の極低温疲労におけるき裂発生要因の検討, 日本鉄鋼協会第 176 回秋季講演大会, CAMP-ISIJ, 31 (2018), 908
- Osamu Umezawa, Weibo Li, A subsurface fatigue crack generation model in near alpha titanium at low temperature, TERMEC ' 2018, (2018)
- Norimitsu Koga, Akihiro Kaseya, Yuta Sakamaki, Osamu Umezawa, Hiroshi Nakata, Shunsuke Toyoda, Influence of strain distribution on crack initiation and growth behavior in high strength steels under low-cycle fatigue, TERMEC ' 2018, (2018)
- 中村あゆみ, 小野嘉則, 古賀紀光, 梅澤修, Ti-5Al-2.5Sn ELI 合金の疲労き裂発生に及ぼす変形双晶の影響, 日本鉄鋼協会第 174 回秋季講演大会, CAMP-ISIJ, 30 (2017), PS-78
- Osamu Umezawa, Jyunichi Kanda, Takao Yamazaki, Effect of Si content on fatigue fracture behavior of hot-rolled high-silicon steels, FFW2017, (2017)
- Weibo Li, Osamu Umezawa, A Review of subsurface crack initiation models in high-cycle fatigue for titanium alloys, The 8th International Symposium on Advanced Functional Materials between Yokohama National University and Changwon National University, (2017)
- J. Sanekata, N. Koga, O. Umezawa, Effects of slip ratio on damage and microcracks in carburized SCM420 steel under rolling contact fatigue, The Seventh International Workshop New Methods of Damage and Failure Analysis of Structural Parts, (2016)
- Weibo Li, Osamu Umezawa, Micro-crack generation in cyclically deformed Ti-Fe-O alloy at low temperature, The Seventh International Workshop New Methods of Damage and Failure Analysis of Structural Parts, (2016)
- H. Ikeya, H. Akiyama, O. Umezawa, H. Fukutomi, Effect of microstructure and texture on the behavior of cyclic bending and fracture of aluminium, The Seventh International Workshop New Methods of Damage and Failure Analysis of Structural Parts, (2016)
- Doan Thi Huyen, 古賀紀光, 梅澤修, 3%Si 鋼薄板の疲労き裂形成に及ぼす粒径の影響, 日本鉄鋼協会第 172 回秋季講演大会, CAMP-ISIJ, 29 (2016), 807

### 〔図書〕(計 0 件)

### 〔産業財産権〕

出願状況 (計 0 件)

取得状況（計 0 件）

6 . 研究組織

(2)研究協力者

連携研究者氏名：古賀 紀光

ローマ字氏名：(KOGA, norimitsu)

科研費による研究は、研究者の自覚と責任において実施するものです。そのため、研究の実施や研究成果の公表等については、国の要請等に基づくものではなく、その研究成果に関する見解や責任は、研究者個人に帰属されます。