

令和元年6月7日現在

機関番号：94507

研究種目：若手研究(B)

研究期間：2017～2018

課題番号：17K14558

研究課題名（和文）高圧水素環境下で使用が期待される析出強化材のせん断疲労破壊メカニズムの解明

研究課題名（英文）Mechanism of shear-mode fatigue fracture on precipitation hardened alloys used for high pressure hydrogen environment

研究代表者

岡崎 三郎 (Okazaki, Saburo)

株式会社神戸工業試験場（生産本部技術開発部）・技術企画室・研究員

研究者番号：70780831

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）：本研究では、高圧水素環境下で使用が期待される3種の析出強化型合金を対象に、大気中における両振りの疲労寿命試験を実施した。疲労破壊のメカニズムにおける析出強化の影響を明らかにするため、各供試材の溶体化処理材についても同様の疲労寿命試験を行った。また、Fe基超合金SUH660およびNi基超合金Alloy718については、高圧水素ガス曝露により水素を吸蔵させた疲労試験片を用いて疲労寿命試験を実施し、疲労限度に及ぼす水素の影響を明らかにした。

研究成果の学術的意義や社会的意義

水素社会の実現に向けて高圧水素環境下で使用できる高強度の析出強化材に対する関心が高まっているが、析出強化材特有の疲労破壊や水素の影響が問題視されている。析出強化材の疲労破壊起点は非金属介在物等の欠陥ではなく、すべり面に沿って形成されるファセットである。また、材料中に侵入した水素が疲労特性の低下をもたらすことも考えられる。本研究では、析出強化材特有の疲労破壊メカニズムや疲労強度特性に及ぼす水素の影響を議論するために極めて重要な実験データの取得に成功した。

研究成果の概要（英文）：In this study, fully-reversed fatigue tests in air at room temperature were carried out using three types of precipitation hardened alloy, which are expected materials used for high pressure hydrogen gas environment. To clarify the role of precipitation on the mechanism of fatigue fracture morphology, fatigue tests using as solution heat treated materials were also conducted. In addition, the effect of internal hydrogen on fatigue limit was revealed by using hydrogen charged specimens.

研究分野：材料力学

キーワード：析出強化 疲労限度 水素脆化 ファセット 高圧水素ガス

様式 C-19、F-19-1、Z-19、CK-19（共通）

1. 研究開始当初の背景

金属材料の強化機構の一つである析出強化は、母相中に転位の障害物である微細な析出物を分散させることにより、塑性変形を担う転位運動を抑制する現象を利用したものである。構造物の小型化・軽量化を図るため、既に多くの金属材料に対して適用されている。近年、急ピッチで建設が進められている水素ステーション用の材料についても、同様の理由で析出強化材に対する関心が高い。その一例として、鉄基超合金 SUH660 が挙げられる。田島ら（文献1）は、SUH660 の溶体化処理材および析出強化材の引張強度特性に及ぼす水素の影響を調査し、析出強化材では水素の影響による絞りの低下がより顕著であることを報告している。また、析出強化材の破面には、多数のファセットが観察されている。さらに、田島らは、破面形状の3次元解析から、ファセットが荷重軸と45°をなす(111)面に形成されることに言及している。これらの知見は、析出強化材に侵入した水素がせん断破壊を助長することを示唆している。

一方、析出強化された金属材料の疲労強度のデータを整理すると興味深い共通点に気づく。鉄基超合金 SUH660、アルミニウム合金 7075-T6、Ni 基超合金 Alloy718、銅ニッケルシリコン合金 Cu-Ni-Si、銅ベリリウム合金 Alloy25 の S-N 線図の縦軸である応力振幅値 σ_a を各材料の引張強さ σ_B で正規化すると、いずれの析出強化材も、繰返し数 $N = 10^7$ で決まる疲労限度 σ_w が引張強さ σ_B の 25% 程度となっている。一般的な金属疲労に関する知見では、疲労限度 σ_w は引張強さ σ_B の 50% 程度であることが示されているが、析出強化材の疲労限度評価には注意が必要であるといえる。また、疲労の破壊起点はすべり面に形成されるファセットであると報告されている。

一般に、高強度の焼戻しマルテンサイト鋼の破壊起点は非金属介在物をはじめとする欠陥であることが知られており、疲労き裂は荷重軸に垂直な方向に発生・進展する。疲労限度を決める停留き裂の寸法は介在物の寸法に依存するので、鋼中の清浄度を高める技術革新が行われてきた。一方、析出強化材の場合、介在物等の欠陥ではなく、結晶粒サイズのファセットが破壊の起点となる。

先行研究より、時効処理を施した析出強化系高強度材料と時効処理を施さない高強度鋼の破壊メカニズムは明らかに異なっており、構造物の設計において同一の基準を適用できないことが危惧される。また、同じ FCC 構造を有する析出強化材であっても、銅やアルミニウム合金では水素の影響に伴う強度特性の変化がほとんどないのに対し、鉄基合金とニッケル基合金では水素の侵入に伴い顕著な延性低下が確認されている。このような現象の学術的根拠は未だ解明されていない。

2. 研究の目的

近年、高圧水素環境下で使用できる高強度材として FCC 系析出強化型合金に注目が集まっているが、析出強化材特有の疲労破壊形態や水素の影響については不明な点が多く残されている。本研究の目的は、3 種の FCC 系析出強化型合金（鉄基超合金 SUH660、Ni 基超合金 Alloy718、銅ベリリウム合金 Alloy25）における疲労破壊メカニズムの解明および疲労限度に及ぼす水素の影響を明らかにすることである。

3. 研究の方法

供試材は、鉄基超合金 SUH660、Ni 基超合金 Alloy718 および銅ベリリウム合金 Alloy25 の 3 種の FCC 系析出強化型合金である。本研究では、疲労特性における析出物の役割を定量的に評価するため、各種合金の溶体化処理材（ST 材）と析出時効材（PH 材）の両方を用いて、室温大気中における両振りの引張圧縮疲労試験を実施した。また、疲労限度と引張強さの関係を明らかにするため、室温大気中における引張試験も実施した。

図1に疲労試験片の形状および寸法を示す。機械加工後、エメリー紙およびバフにより試験片表面を鏡面に仕上げた。

疲労限度に及ぼす水素の影響を明らかにするため、鉄基超合金 SUH660 および Ni 基超合金 Alloy718 については、疲労試験前に試験片を高圧水素ガスに曝露した。水素ガス曝露の条件は、温度 543 K、圧力 100 MPa、保持時間 200~250 時間である。鉄基超合金 SUH660 および Ni 基超合金 Alloy718 における水素の拡散係数および固溶度を考慮すると、本条件の水素ガス曝露によって水素は試験部の中心まで到達し飽和していると推定された。

疲労試験後、破面を電子顕微鏡 SEM により観察した。

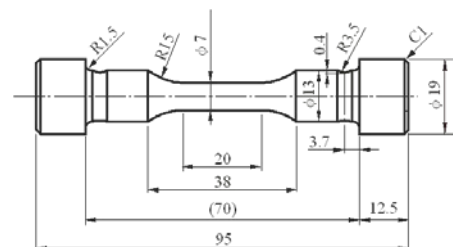


Fig.1 Shape and dimensions of fatigue test specimen (mm).

4. 研究成果

4.1 鉄基超合金 SUH660

図2に鉄基超合金 SUH660 の S-N 線図を示す。低寿命域においては、析出時効材の方が高い疲労強度を有しているが、長寿命域に近づくにつれて溶体化処理材と析出時効材の強度差は小さくなる傾向を示した。また、溶体化処理材と析出時効材の両材において、水素による疲労寿

命および疲労限度の低下はなく、むしろ、水素チャージ材の疲労寿命が未チャージよりも長くなる傾向が認められた。図3は縦軸の応力振幅値 σ_a を引張強さ σ_B で正規化した修正 S-N 線図である。溶体化処理材の疲労限度比 σ_a/σ_B は約 0.4 であり、汎用のオーステナイト系ステンレス鋼と同様であった。一方、析出時効材の疲労限度比 σ_a/σ_B は約 0.25 となった。本研究で得られた結果は鉄基超合金 SUH660 の引張強度は析出強化機構により顕著に向上するが、疲労限度は引張強度に比例して向上しないことを示している。また、析出時効材の疲労限度は、引張強度と相関のある硬さをもとに評価できないことも示唆される。

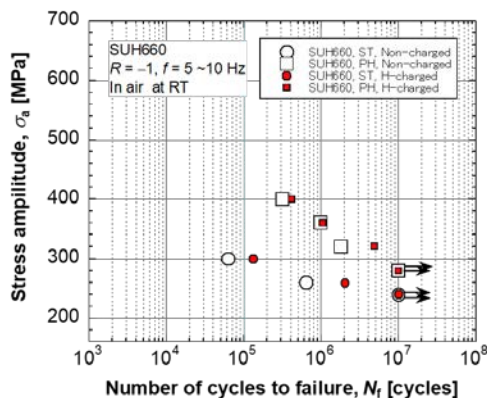


Fig.2 S-N diagram of SUH660.

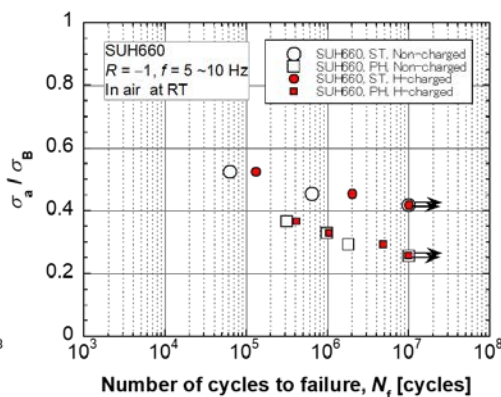


Fig.3 Modified S-N diagram of SUH660.

図4に水素チャージを施した析出時効材の疲労破面を示す。疲労破壊の起点は内部であり、起点近傍には多数のファセットが観察された。同様のファセット破面は、析出時効材の未チャージにおいても確認されたが、ファセットの形成面積は明らかに水素の影響で増大した。過去の先行研究より、材料内部に侵入した水素は転位運動のプラナー化を促進することが指摘されており、今回の観察結果はそれらの知見と一致している。しかしながら、ファセット破面は、溶体化処理材では水素チャージの有無によらず観察されないため、時効処理の過程で生成された析出物がファセットの形成機構に対して必要不可欠な役割を果たしているといえる。

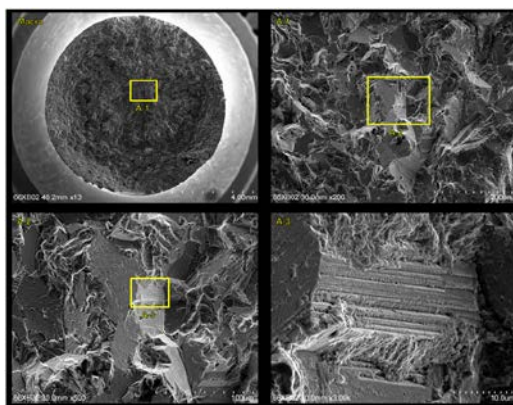


Fig.4 Fracture surface of hydrogen-charged specimen of SUH660.

4.2 Ni 基超合金 Alloy718

図5にNi基超合金 Alloy718のS-N線図を示す。図5中の一部のデータについては、文献2より引用した。鉄基超合金 SUH660 の場合とは異なり、Ni 基超合金 Alloy718 の析出時効材は、水素の影響による疲労寿命および疲労限度の低下が認められる。一方、Ni 基超合金 Alloy718

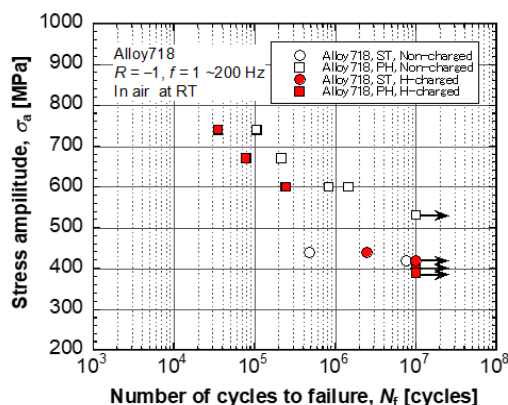


Fig.5 S-N diagram of Alloy718.

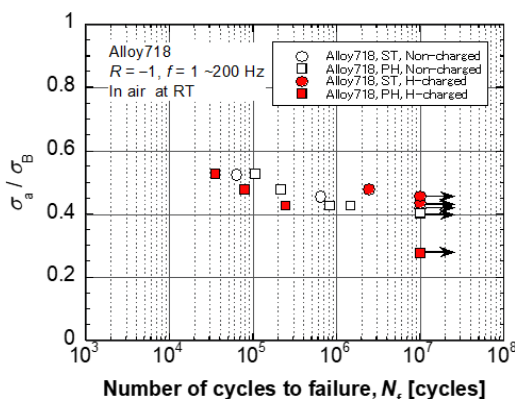


Fig.6 Modified S-N diagram of Alloy718.

の溶体化処理材では、水素の影響による疲労寿命および疲労限度の低下はなく、むしろ、水素チャージ材の疲労寿命が未チャージよりも長くなる傾向を示した。図6は応力振幅値 σ_a を引張強さ σ_B で正規化した修正S-N線図である。溶体化処理材と析出時効材の未チャージ材において、疲労限度比 σ_a/σ_B は約0.4であり、汎用のオーステナイト系ステンレス鋼と同程度であった。今回取得したデータにおいて、高圧水素ガス曝露を施した析出時効材のみが明らかに低い疲労限度比を示している。文献(2)においても詳細な報告がなされているが、高圧水素ガス曝露を施した析出時効材では、鉄基超合金SUH660と同様のファセット破面が観察されたことから、Ni基超合金Alloy718の破壊形態における析出物の役割や水素の影響は類似していることが示唆される。2種類の供試材の疲労限度における水素の影響には大きな差異があるが、その要因のひとつとして強度レベルの違いが考えられる。

4.3 銅ベリリウム合金 Alloy25

図7に銅ベリリウム合金 Alloy25 の S-N 線図を示す。なお、図7中の一部のデータについては、文献3より引用した。析出時効処理による引張強さの増加率に着目すると、本研究で対象とした3種の供試材において、銅ベリリウム合金 Alloy25 は最も高い増加率を誇る。しかし、図7のS-N線図から明らかかなように、析出時効処理により疲労限度は向上しないことが明らかとなった。図8は縦軸の応力振幅値 σ_a を引張強さ σ_B で正規化した修正S-N線図である。溶体化処理材の疲労限度比 σ_a/σ_B は約0.5であり、一般的な鉄鋼材料と同程度といえる。一方、析出時効材の疲労限度比 σ_a/σ_B は0.2を下回る低い値となった。前述でも指摘したが、本研究で得られた研究結果は、引張強度や硬さから疲労限度を予測するといった従来の評価手法がFCC系析出強化型合金に対して適用できないことを裏付けるものである。

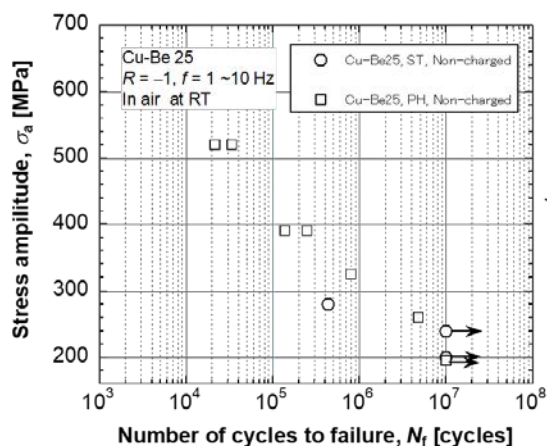


Fig.7 S-N diagram of Alloy25.

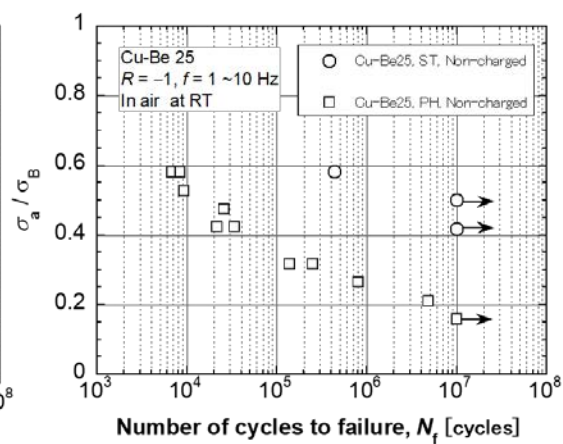


Fig.8 Modified S-N diagram of Alloy25.

〈引用文献〉

1. 田島直貴, 他 5 名, 鉄基超合金 SUH660 の引張特性に及ぼす内部水素の影響, 日本機械学会論文集 (A 編), 78 巻 792 号 (2012-8).
2. 坂田優太, 岡崎三郎, 他 8 名, Ni 基超合金 Alloy 718 の疲労寿命特性に及ぼす内部水素の影響, 日本材料学会九州支部 第 4 回学術講演会講演論文集 [平成 29 年 11 月 25 日].
3. Ogawa Yuhei, Yamabe Junichiro, Matsunaga Hisao, Matsuoka Saburo, Material performance of age-hardened beryllium copper alloy, CDA-C17200, in a high-pressure, gaseous hydrogen environment, INTERNATIONAL JOURNAL OF HYDROGEN ENERGY 42(26) 16887-16900.

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕 (計 0 件)

〔学会発表〕 (計 0 件)

〔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

(1) 研究代表者

研究代表者氏名：岡崎 三郎

ローマ字氏名：Okazaki Saburo

所属研究機関名：株式会社神戸工業試験場

部局名：技術開発部 技術企画室

職名：研究員

研究者番号（8桁）：70780831

※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。