

令和 5 年 6 月 26 日現在

機関番号：82108

研究種目：基盤研究(B)（一般）

研究期間：2019～2022

課題番号：19H02034

研究課題名（和文）内部起点型疲労破面に見られる粒状領域形成に関する『繰返し接触モデル』の実験的立証

研究課題名（英文）Substantiative research on the repeating contact model for the formation mechanism of granular region in subsurface fracture

研究代表者

小熊 博幸（OGUMA, Hiroyuki）

国立研究開発法人物質・材料研究機構・構造材料研究拠点・主幹研究員

研究者番号：80515122

交付決定額（研究期間全体）：（直接経費） 13,700,000円

研究成果の概要（和文）：チタン合金の超高サイクル疲労における内部起点型破壊の起点周囲の破面上には粒状の様相を呈した特異な領域が形成される（以下、粒状領域）。「疲労き裂が曝される環境」と「力学的条件」に着目し、粒状領域の形成過程ならびに形成を支配する因子の詳細を実験的に明らかにすることを目的とした。球面試験片を用いたモデル実験を行い、詳細な観察ならびに分析の結果、真空中での表面接触と分離の繰返しが凹凸の形成を引き起こし、組織の微細化と凝着が支配的な現象であることが明らかになった。これらの現象が表面起点き裂と内部起点き裂の進展特性の違いに影響していることが示唆された。そして、新たな内部疲労き裂進展モデルを提唱した。

研究成果の学術的意義や社会的意義

超高サイクル疲労における内部疲労き裂の進展機構について、材料の種類に依存しないモデルを示したことにより、高強度金属材料に関して統一的な疲労強度・寿命の評価と予測手法を確立できることが示唆される。そして、破壊機構の詳細が明らかになることにより、超高サイクル域における高強度化や長寿命化ならびにバラツキを小さくするための材料設計や構造設計の指針を出すことが可能になると思われる。本研究の成果が、高強度金属材料を適用する機械構造物の高信頼性化へと繋がることが期待される。

研究成果の概要（英文）：In the very high cycle fatigue of titanium alloys, a peculiar region with a granular aspect forms on the fracture surface of the subsurface fracture. The formation mechanism of this granular region was investigated, focusing on the environment to which the fatigue crack is exposed and the mechanical conditions. Model experiments using spherical specimens, along with detailed observations and analysis, revealed that repeated surface contact and separation in a vacuum caused the formation of asperities. Moreover, it was found that microstructural refinement and adhesion were the dominant phenomena. Based on the experimental results, a new model for the formation mechanism of the granular region is proposed. This model can explain the characteristics of the granular region and the properties of a subsurface fracture, which occurs at lower stress levels and has a longer life compared to a surface fracture.

研究分野：材料強度学

キーワード：超高サイクル疲労 内部起点型破壊 真空環境 組織微細化 凝着 粒状領域 高強度金属材料

1. 研究開始当初の背景

社会における環境保護への認識の高まりから、軽量化や省エネルギー化が強く求められ、高強度材料や軽量材料の機械構造物への適用が急速に広まっている。また、機器の高速化や長寿命化への要求は益々厳しくなりつつあり、構造部材の長期に渡る信頼性や安全性の確保がより一層求められる状況にある。このような中で、高強度金属材料の「超高サイクル疲労」は解決すべき重要課題として認識されている。超高サイクル疲労の特徴として、一般的な材料の表面を起点とした破壊(表面起点型破壊)よりも低い応力、長い寿命(超高サイクル域、繰返し数: $10^7=1,000$ 万回以上)で材料の内部を起点とした破壊(内部起点型破壊)が生じることが挙げられる。これは高強度金属材料の真の疲労強度が静的強度から予測される強度よりも低くなることを示すものである。

これまでに超高サイクル疲労の発生機構の解明に向けて主に鉄鋼材料を対象に様々な観点で研究が行われてきた。しかし、破壊が材料内部から生じるため、さらに極めて小さなき裂の段階で急速破壊へ遷移するために破壊過程を捉えることは極めて困難であり、発生機構の詳細に関して不明な点が残されている。そのような状況で、内部起点型破壊において疲労寿命の9割以上に対応する起点周囲の領域に形成される特殊な粒状の破面が注目されてきた。図1に破面の例を示す。図中点線で囲んだ領域で示すように、破壊起点周囲には凹凸の大きさが $1\mu\text{m}$ 以下の微細な粒状模様が認められる。このような破面は表面起点型破壊の破面上には存在しないことから、超高サイクル疲労の発生機構解明の鍵を握るものと見なされてきた。この特異な破面の形成機構としては、介在物に捕らわれた水素と応力の相互作用が関与することにより生じる説、介在物周縁組織が繰返し負荷過程で微細化することにより形成されるとの説、介在物周囲の炭化物が長期間の繰返し負荷で離散的にはく離することによって生じるとする説などが提案されているが、現時点で統一した見解は得られていない。そして、「なぜ内部起点型破壊は表面起点型破壊よりも低い応力、長い寿命で生じるのか」という学術的かつ本質的な問題が解決されていないのが現状である。また、疲労特性の予測は疲労試験やき裂進展試験などの実験結果を基にして経験的に得られた実験式によるものが主であり、「なぜその値になるのか」について現象論的かつ理論的に十分な説明はできていない。

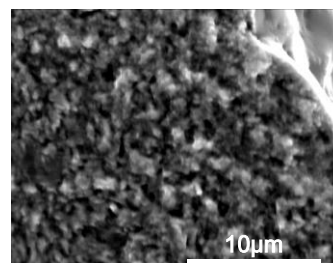
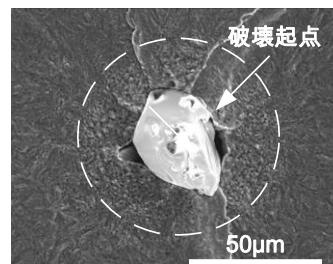


図1 高強度鋼の内部起点型破壊破面(SNCM439)

2. 研究の目的

チタン合金の超高サイクル疲労においても内部起点型破壊が確認される。内部起点型破壊の起点周囲の破面上には粒状の様相を呈した特異な領域が形成される(以下、粒状領域)。「疲労き裂が曝される環境」と「力学的条件」に着目し、内部起点型破壊に特有である粒状の破面(粒状領域)の形成過程ならびに形成を支配する因子の詳細を実験的に明らかにする。

これまでの研究では、特殊な粒状の破面は疲労き裂の「進展経路」として捉えられていた。それに対して本研究では、き裂形成後の「表面状態の変化」として捉え、それを生じさせる現象が疲労き裂進展特性を支配していると考えられる。さらに、疲労き裂が曝される環境に着目する点が本研究の特色となる。

本研究で得られる成果は材料の真の疲労限度である内部起点型破壊の疲労限度を理論的に予測するための一助となる。そして、超高サイクル疲労のような実験に極めて時間の要する現象について検討するのに有力な手法となるマテリアルズインフォマティクスなどの計算科学による材料特性予測のさらなる発展に強度予測の点から寄与できる可能性がある。また、本研究は「何故そのような破面が形成され、強度特性とどのような相関があるのかを実験的かつ定量的に明らかにする」ことを目指し、疲労破壊の本質に迫る。

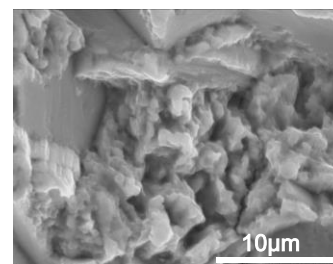


図2 粒状領域(Ti-6Al-4V)

3. 研究の方法

供試材としてチタン合金(Ti-6Al-4V合金)を用いた。端部が球面の試験片を作製し、大気中

ならびに真空中でそれらを繰返し接触させる試験を行った (図 3)。試験中に上下試験片の間の電気抵抗を精密に測定することにより接触面の状態の変化を捉えることを試みた。そして、接触面の SEM (Scanning Electron Microscope) による観察、ならびに接触面直下の断面の組織について EBSD (Electron Back Scatter Diffraction) による分析を実施した。さらに組織の状態の詳細を明らかにするために TEM (Transmission Electron Microscope) による観察と分析を行った。また、接触面直下の組織の状態ならびに力学特性について明らかにするためにナノインデンテーションによる押し込み試験を実施した。さらに大型放射光施設 SPring-8 において放射光 X 線 nano-CT (SR nano-CT) を利用して非破壊で接触面直下の組織を観察し、内部起点疲労き裂の進展過程の観察手法に関する検討を行った。

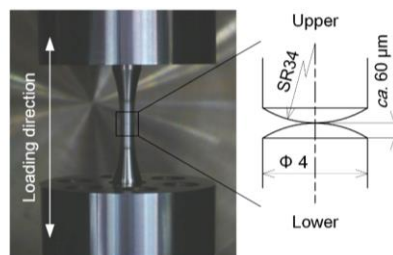


図 3 繰返し接触試験

4. 研究成果

供試材の化学成分は、Al: 6.12、V: 4.27、O: 0.16、N: 0.002、C: 0.02、Fe: 0.15、H: 0.0029、Ti: Bal. [mass%]である。分解鍛造→焼なまし→GFM鍛造の工程で製造された棒材(φ20×1000mm)に1203K、3.6ks(1h)保持後空冷、978K、7.2ks(2hrs)保持後空冷の熱処理を施した。組織はα+βの2相であり、平均粒径はいずれも10μmである。また、熱処理後の機械的性質は、引張強さ: 943 MPa、0.2%耐力: 860 MPa、伸び: 17%、ビッカース硬さ: 316 Hvである。

上記の棒材から端部が球面の試験片を作製した。表面はバフ研磨により仕上げた。大気中あるいは真空中でそれらを接触させ、繰返し圧縮負荷を加える試験を行った。試験片の直径は4mmである。試験には油圧サーボ式疲労試験装置を用いた。真空時の圧力は 10^{-6} Pa以下であった。荷重条件は $F = -3.46\text{kN} \sim -0.35\text{kN}$ (圧縮-圧縮)、周波数は $f = 100\text{Hz}$ 、繰返し数は 10^8 回とした。

(1) SEM観察ならびにEBSD分析結果

得られた試験片端部の全景を図4に示す。試験環境を問わず試験片の中心部に環状の模様が観察された。負荷の大きさが最大の時に外側の円、最小の時に内側の円の範囲が接触していた。すなわち、環状の部分は接触と分離を繰り返していたところに対応する。一方、電気抵抗測定の結果から 10^7 回程度の繰返し数から抵抗値の急低下が見られ、表面状態の変化が生じたと推定される。真空中で得られた環状部分の拡大写真を図5に示す。接触と分離を繰り返していた箇所には微細な粒状の様相が観察された。このような様相は大気中で得られた面には観察されなかった。微細な粒状の様相は図2に示した内部起点型破壊の粒状領域と極めて類似していた。また、相対する面同士で凹凸の形状が対応していることが確認された。このことから接触と分離を繰り返していた箇所において凝着が生じていたと考えられる。

断面写真を図6に示す。谷部ではその直下の組織が微細化をしていた。また、山部においても細かい組織が見られた。さらに山部と谷部の両方に空孔が観察された(図中矢印)。空孔は繰返し負荷時に形成され、凝着による凹凸の形成が段階的に進んだ形跡と思われる。

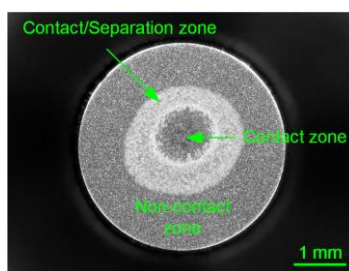


図 4 試験片表面全景(真空)

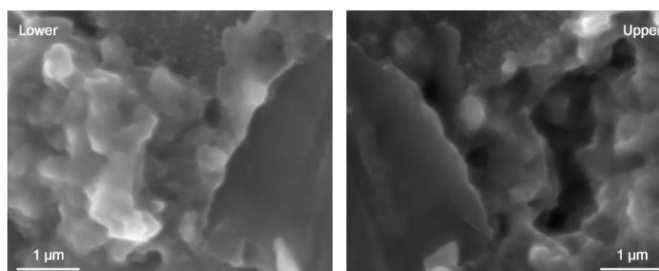


図 5 接触/分離部の拡大(真空)

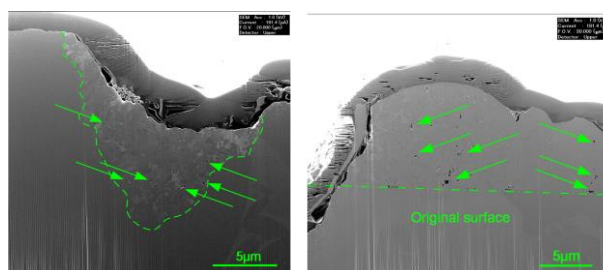


図 6 接触/分離部の断面(真空)

EBSD の分析結果を図 7 に示す。山部において細かい組織が見られた。また、谷部でもその直下の組織においても微細化が生じていた。

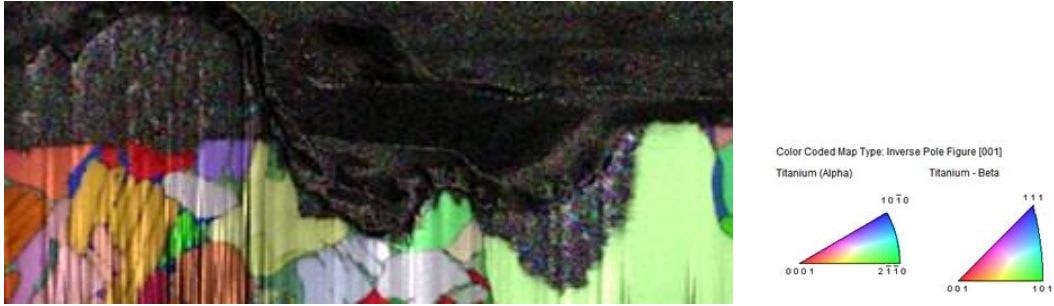


図 7 EBSD 分析結果 (IPF+IQ map)

(2) TEM 観察結果

微細組織の TEM 像と電子回折パターンを図 8 に示す。界面境界では、酸化物層は確認されなかった。この結果から真空中での繰り返し負荷により酸化膜が破壊され、金属と金属が直接接触することで凝着が生じたと思われる。凹部では、微細化された組織の直下の結晶粒内に転位が確認された。このことから、繰り返し荷重により微細化が進行していることが示唆される。

電子回折パターンにおいてリング内には凸部と凹部の両方で反射が見られ、スポットも観察された。また、スポットは円周方向にやや伸びていた。しかし、凸部ではリングがぼやけ、スポットの数も凹部に比べて少なかった。多結晶に起因する不連続な回折リングは選択した領域内に直径 1 μm 以下の複数の結晶粒があることを示唆している。これらの結果から凸部と凹部の微細構造は完全な非晶質ではなく、結晶質であり、かつ回転が生じていたことが明らかになった。さらに、凹部よりも凸部の方が結晶粒は歪み、原子の配列がずれていると思われる。また、フィッティング解析の結果、微細化した組織は主に α 粒に由来することが明らかになった。

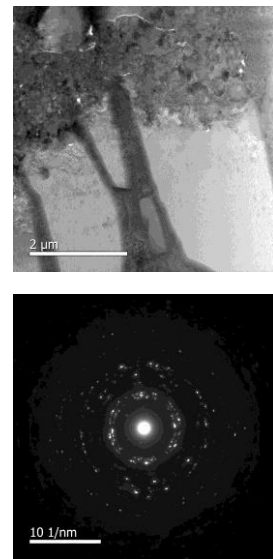
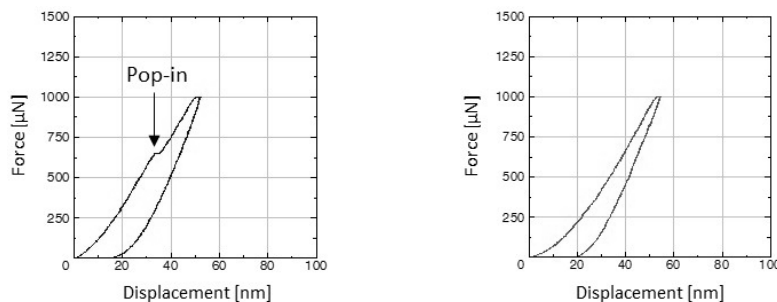


図 8 TEM 像と電子回折パターン

(3) 押し込み試験結果

微細組織が観察された場所の断面において押し込み試験を実施した。押し込み力と変位(押し込み量)の関係を図 9 に示す。基地組織内における負荷曲線上には塑性変形の開始挙動に対応する pop-in が明瞭に現れている (図中矢印)。これに対して粒状部分内において pop-in は見られない。以上から、凸部の組織は形成過程において基地組織とは異なる状態になっていることが確認された。



(a) 基地組織

(b) 凸部(微細組織部)

図 9 押し込み試験結果

球面試験片を用いた真空中繰返し圧縮試験で表面に形成された凹凸の形状や大きさは、内部起点型破壊の粒状領域のものと極めて類似していた。真空中での表面接触と分離の繰返しが凹凸の形成を引き起こし、組織の微細化と凝着が支配的な現象であることが明らかになった。さらに、内部起点型破壊においても同じ機構で粒状領域の形成が起こることが予想される。実験結果に基づき、図 10 に示す粒状領域の新たな形成機構を提案した。

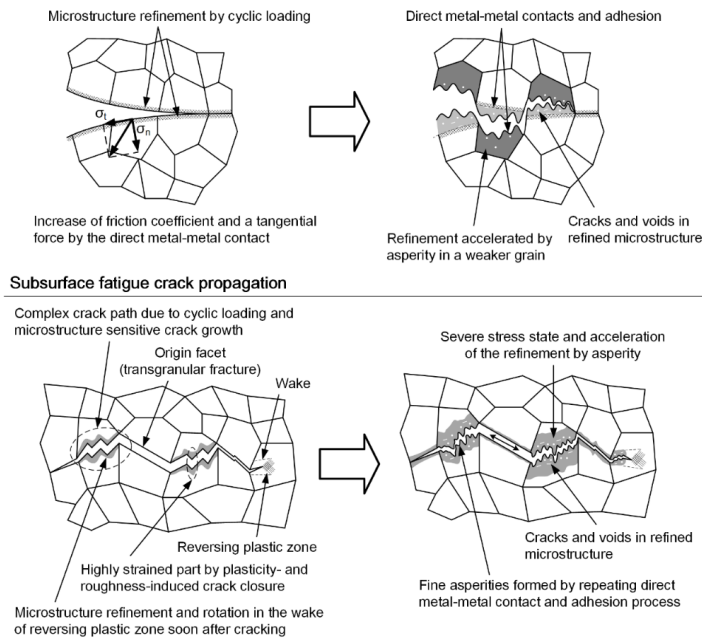


図 10 粒状領域形成機構モデル

(4) 大型放射光施設 SPring-8 における観察

上記モデルの妥当性を実証するためには、微細組織形成や内部疲労き裂の発生・進展の過程を観察することが不可欠である。放射光 X 線 CT (SR-CT) は金属材料の内部を高解像度で観察することができる技術である。これまでの研究では、SR-CT を用いてチタン合金の疲労き裂を観察した。繰返し接触による組織構造変化や空洞・き裂形成の観察への SR-CT の適用性を検討するため、図 4 に示した試験片から試料を切出し大型放射光施設において観察を実施した。フレネルゾーンプレートを対物レンズとして使用するナノ CT と呼ばれる高分解能観察技術を適用した。位相コントラスト CT 画像を図 11 (a) に示す。表面から離れたところに α および β 相が明瞭に観察された。吸収コントラスト CT 画像を図 11 (b) に示す。位相コントラスト CT 画像ほど組織は明瞭に観察されないが、アーチファクトなく界面が確認できる。図 11 (b) の破線で示した凸部、凹部をそれぞれ図 11 (c)、(d) に示す。コントラストは基地組織と異なるが、個々の微細組織を観察することはできない。一方、これらの凹凸部には空洞やき裂が検出された。これらの結果から、繰返し接触による組織変化は、コントラストの違いや空洞ならびにき裂の形成として検出できることが明らかになった。このような小さな試験片を用いた疲労試験にはまだ技術的な課題が残されているが、SR-CT を用いることにより組織変化を伴う内部疲労き裂進展機構に対する上記モデルの妥当性を実験的に実証できるようになることが期待される。

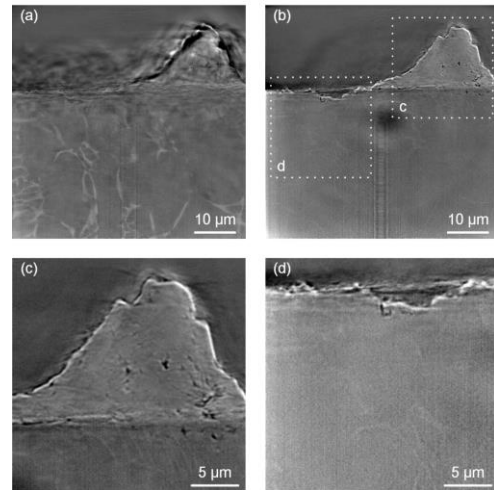


図 11 SR-CT 観察像

(5) まとめ

超高サイクル疲労において重要な内部起点型破壊で観察される「粒状領域」の形成機構を明らかにすることを目的として、球面試験片を用いたモデル実験を行った。そして、真空中での表面接触と分離の繰返しが凹凸の形成を引き起こし、組織の微細化と凝着が支配的な現象であることが明らかになった。さらに、微細組織は $1\mu\text{m}$ 以下の大きさの細かな結晶粒により構成されていることが確認された。しかし、微細化ならびに凝着の条件が未だに不明である。電気抵抗測定により繰返し数が 10^7 回程度から表面状態が変化していることが推定されたが、観察により組織状態変化と凝着過程を経時的に捉えるが必要である。凝着現象はき裂周囲の応力場の状態に影響を与える可能性がある。き裂面の凝着を考慮した力学モデルにより疲労き裂先端の応力状態を解析的に求め、SR-CT と画像相関法を用いて実験的にき裂先端の応力状態について検証する。そして、内部疲労き裂進展特性と粒状領域形成との相関について定量的に評価する。

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計5件（うち査読付論文 4件/うち国際共著 0件/うちオープンアクセス 1件）

1. 著者名 Xue Gaoge, Nakamura Takashi, Fujimura Nao, Takahashi Kosuke, Oguma Hiroyuki, Takeuchi Akihisa, Uesugi Masayuki, Uesugi Kentaro	4. 巻 263
2. 論文標題 Initiation and propagation of small fatigue crack in beta titanium alloy observed through synchrotron radiation multiscale computed tomography	5. 発行年 2022年
3. 雑誌名 Engineering Fracture Mechanics	6. 最初と最後の頁 108308 ~ 108308
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1016/j.engfracmech.2022.108308	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 -
1. 著者名 Yoshinaka Fumiyoshi, Nakamura Takashi, Oguma Hiroyuki, Fujimura Nao, Takeuchi Akihisa, Uesugi Masayuki, Uesugi Kentaro	4. 巻 46
2. 論文標題 Characterization of internal fatigue crack initiation in Ti 6Al 4V alloy via synchrotron radiation X ray computed tomography	5. 発行年 2023年
3. 雑誌名 Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures	6. 最初と最後の頁 2338 ~ 2347
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1111/ffe.13957	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 -
1. 著者名 Xue Gaoge, Nakamura Takashi, Fujimura Nao, Takahashi Kosuke, Oguma Hiroyuki, Takeuchi Akihisa, Uesugi Masayuki, Uesugi Kentaro	4. 巻 170
2. 論文標題 Full-life growth behavior of a naturally initiated internal fatigue crack in beta titanium alloy via in situ synchrotron radiation multiscale tomography	5. 発行年 2023年
3. 雑誌名 International Journal of Fatigue	6. 最初と最後の頁 107571 ~ 107571
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1016/j.ijfatigue.2023.107571	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 -
1. 著者名 Xue Gaoge, Nakamura Takashi, Fujimura Nao, Takahashi Kosuke, Oguma Hiroyuki	4. 巻 11
2. 論文標題 Initiation and Propagation Processes of Internal Fatigue Cracks in Titanium Alloy Based on Fractographic Analysis	5. 発行年 2021年
3. 雑誌名 Applied Sciences	6. 最初と最後の頁 131 ~ 131
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.3390/app11010131	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 Oguma Hiroyuki	4. 巻 21
2. 論文標題 Formation mechanism of the distinctive granular fracture surface in subsurface fracture of Ti6Al4V alloy	5. 発行年 2022年
3. 雑誌名 Materialia	6. 最初と最後の頁 101312 ~ 101312
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1016/j.mtla.2021.101312	査読の有無 無
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7件 (うち招待講演 0件 / うち国際学会 4件)

1. 発表者名 Gao XUE, Nao FUJIMURA, Takashi NAKAMURA, Kosuke TAKAHASHI, Hiroyuki OGUMA, Akihisa TAKEUCHI, Masayuki UESUGI, and Kentaro UESUGI
2. 発表標題 Initiation and early growth behaviors of an internal fatigue crack in beta titanium alloy via synchrotron radiation multiscale computed tomography
3. 学会等名 日本材料学会 第35回疲労シンポジウム
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 Hiroyuki OGUMA, Takashi NAKAMURA
2. 発表標題 Effects of vacuum environment on the formation of distinctive fracture surface in subsurface fracture of Ti6Al4V alloy
3. 学会等名 Eighth International Conference on Very High Cycle Fatigue (VHCF8) (国際学会)
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 Gao XUE, Takashi NAKAMURA, Nao FUJIMURA, Hiroyuki OGUMA, Akihisa TAKEUCHI, Masayuki UESUGI, Kentaro UESUGI
2. 発表標題 Initiation and propagation process of small fatigue crack in beta titanium alloy via multiscale synchrotron radiation computed tomography
3. 学会等名 Eighth International Conference on Very High Cycle Fatigue (VHCF8) (国際学会)
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 Fumiyoshi Yoshinaka, Takashi NAKAMURA, Hiroyuki OGUMA, Nao FUJIMURA, Akihisa TAKEUCHI, Masayuki UESUGI, Kentaro UESUGI
2. 発表標題 Nondestructive observation of internal fatigue crack initiation in Ti-6Al-4V via synchrotron radiation X-ray CT
3. 学会等名 Eighth International Conference on Very High Cycle Fatigue (VHCF8) (国際学会)
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 Gaoge Xue, Takashi Nakamura, Nao Fujimura, Kosuke Takahashi and Hiroyuki Oguma
2. 発表標題 A fractographic study of the initiation and propagation progress of internal fatigue cracks in Ti-22V-4Al with different alpha-phase precipitation
3. 学会等名 FATIGUE 2021 (国際学会)
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 小熊 博幸
2. 発表標題 チタン合金の内部起点型疲労破壊における特異な破面領域形成に及ぼす影響因子
3. 学会等名 日本材料学会 第68 期通常総会・学術講演会
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 小熊 博幸
2. 発表標題 Ti6Al4V合金の内部起点型疲労破壊における特異な破面領域の形成機構と組織との相関
3. 学会等名 日本機械学会 M&M2019 材料力学カンファレンス
4. 発表年 2019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	吉中 奎貴 (YOSHINAKA Fumiyoshi) (00825341)	国立研究開発法人物質・材料研究機構・構造材料研究拠点・主任研究員 (82108)	

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