

科学研究費助成事業（科学研究費補助金）研究成果報告書

平成 25 年 8 月 27 日現在

機関番号：32660
 研究種目：基盤研究（C）
 研究期間：2010～2012
 課題番号：22560090
 研究課題名（和文）Zr 基バルクアモルファス合金の疲労破壊における発光現象機構の解明
 研究課題名（英文）Study on the Mechanism of Spark Emissions Observed in Fatigue of Zr-based Bulk Amorphous Alloy in Air
 研究代表者 中曾根 祐司
 (NAKASONE YUJI)
 東京理科大学 工学部第一部機械工学科 教授
 研究者番号：10266918

研究成果の概要（和文）：

研究代表者は、Zr 基バルクアモルファス合金の疲労特性及び強変形部における結晶化等、このアモルファス合金に特有な破壊現象を解明してきた。本研究では、その過程で発見した同合金の破壊時の発光現象機構の解明を目的として、同合金のせん断試験および疲労試験を行い、デジタル画像相関(DIC)法による破断時のひずみ分布の測定、発光現象起点の同定を行った。その結果、せん断破壊の起点のせん断ひずみは3.5%に達し、最大ひずみが生じた箇所から発光現象が開始、せん断破壊の進行とともに破面のシエアリップ部の摩擦により順次発光が生じたものと推察された。

研究成果の概要（英文）：

The present study investigates the mechanism of spark emissions from crack peripheries observed during the fatigue fracture process of a bulk amorphous alloy $Zr_{55}Al_{10}Ni_5Cu_{30}$. Shear tests of the alloy were performed by using the double-edge-cracked plate specimens at room temperature in air. The loading rate of the shear tests was 15kN/s. The digital image correlation (DIC) method was used to measure deformation around the crack tips in the shear test specimens. The shear tests showed that specimens were fractured along highly strained areas and spark emissions were observed along such fracture paths. The results also revealed that spark emissions may have been induced by friction between mating fracture surfaces, especially shear lip regions.

交付決定額

(金額単位：円)

	直接経費	間接経費	合計
22年度	1,500,000	450,000	1,950,000
23年度	1,200,000	360,000	1,560,000
24年度	700,000	210,000	910,000
年度			
年度			
総計	3,400,000	1,020,000	

研究分野：工学

科研費の分科・細目：機械工学 機械材料・材料力学

キーワード：疲労・アモルファス

1. 研究開始当初の背景

アモルファス合金は結晶構造を持たず、原

子配列がランダムな構造をしているため、結晶金属に比べて高強度、高耐食性を発揮する。従来のアモルファス合金は液体状態から 106

～108K/secの極めて速い冷却速度で冷却する必要があったため、箔帯や粉末状の製品しか製造できなかった。しかし、最近、Mg基、Zr基、Fe基、Pb基、Ti基等、多くの合金系において非常に安定な過冷却状態を保つことが発見され、0.1～数百K/sec以下の徐冷でアモルファス合金を製造できるようになってきた。このような合金は金属ガラスとも呼ばれ、ランダムな原子配列に起因する、優れた機械的・化学的性質を利用した工業的応用研究が活発に進められている。しかしながら、その機械的特性、特に疲労特性は十分に明らかにされていないのが現状である。

2. 研究の目的

本研究では、Zr基バルクアモルファス合金の(1)疲労の基本特性および疲労き裂進展機構を調べるとともに、疲労き裂近傍や破面等の(2)強変形部における結晶化の機構および(3)き裂面からの発光機構等、このバルクアモルファス合金に特有でこれまでに報告のない新しい破壊挙動および破壊機構を解明することを目的とする。

3. 研究の方法

3.1 供試材および試験片

供試材としては、金属鋳造法および高圧射出成形法で作製したYKK社製Zr基バルクアモルファス合金Zr₅₅Al₁₀Cu₅Ni₃₀2(数字はat%を表す)を用いた。疲労き裂進展特性測定用試験片の形状を図1に示す。

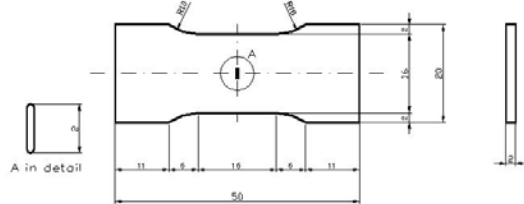


図1 試験片形状 (単位: mm).

3.2 疲労き裂進展試験

室温(297K)・大気中において、繰返し荷重速度5Hz、応力比 $R=\sigma_{\min}/\sigma_{\max}=0.05, 0.15, 0.3$ の3段階に変化させて荷重制御の下で行った。試験中、適当な繰返し数間隔で試験機を停止させ、プラスチック・レプリカ法によりき裂進展挙動の観察および、き裂長の変化の計測を行い、き裂近傍にひずみゲージを貼り、き裂開口現象を測定した。得られた $da/dN-\Delta K$ 線図を図2に示す。また、応力比 $R=0.05$ で疲労試験を行った試験片では、破断直前の様子をPhotron社製の高速カメラを用いて撮影を行った。

3.3 X線回折測定

理学電機のRINT-2500V(ターゲット材:Cu-K α 線)を用い、X線を照射するスポット径

を30 μm 、100 μm の2段階に変化させて測定を行い、疲労き裂進展によりアモルファス相が強変形を受けて結晶化されているかどうかを調べた。測定箇所は、疲労き裂進展試験によって得られた破面である。

3.4 SEM/EBSD法測定

Zr基バルクアモルファス合金の疲労破面については、上記のX線回折(XRD)測定で破面の状態を定性分析した後に研磨処理を行い、走査型電子顕微鏡に取り付けた結晶方位解析装置(SEM/EBSD)を用いて微視組織構造の変化を観察した。

4. 研究成果

4.1 疲労き裂進展特性

図2に、異なる R 値に対する $da/dN-\Delta K$ 線図を示す。 ΔK の値は、試験片長手方向に垂直な方向に投影したき裂投影長 $2a$ によって求めた。

図3には、 $R=0.3$ 、 $\Delta\sigma=91\text{ MPa}$ の場合の、荷重繰返し数 N に対する $2a$ の変化を示す。

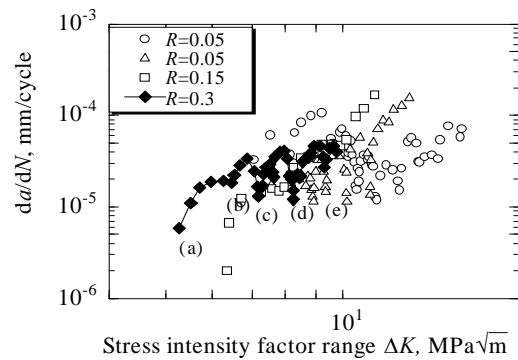


図2 バルクアモルファス合金Zr₅₅Al₁₀Cu₅Ni₃₀の $da/dN-\Delta K$ 線図に及ぼす応力比 R の影響。

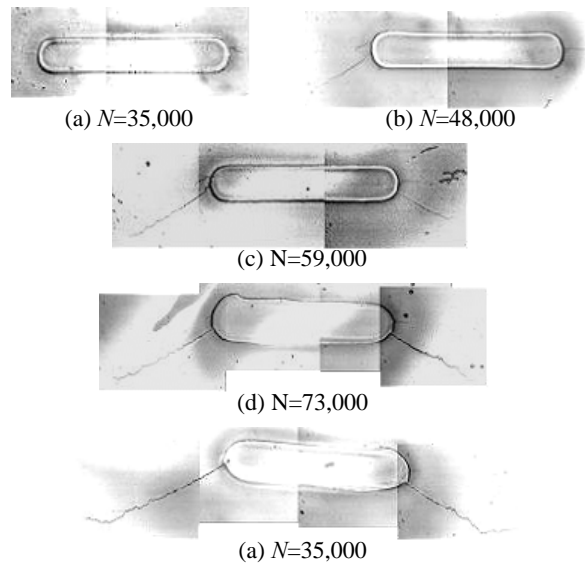


図3 プラスチック・レプリカ法によって観察したバルクアモルファス合金中の疲労き裂進展挙動。

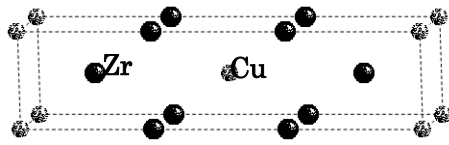
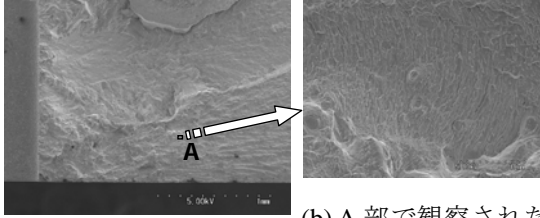


図4 Zr₂Cuの結晶構造の模式図.



(a) 破面の低倍率 SEM 像.

(b) A 部で観察されたストライエーション状模様.

図5 バルクアモルファスの疲労破面の SEM 写真.

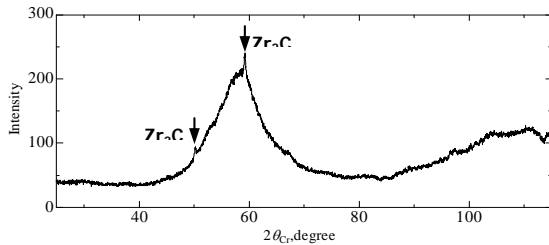


図6 疲労破面上でストライエーション上模様が観察された部分の X 線回折プロファイル.

図3のき裂の進展速度を図2中に太線で示し、図2中の(a)~(e)点は、図3(a)~(e)に示した各時点でのき裂の進展挙動と対応している。本供試材における疲労き裂は、通常の巨視的に等方均質な金属材料とは異なる特異な進展挙動を示した。すなわち、中央切欠からき裂が発生した直後には、左右の切欠底から1本のき裂として荷重荷方向に垂直な方向に進展したが(図3(a))、その後、左の切欠底より離れた箇所に荷重方向に約45°傾斜したき裂が発生した(図3(b))。次に、右の切欠底から別の新しいき裂が進展を開始した(図3(c))。荷重繰返しが更に増すと、き裂は、暫くの間小規模な停留や分岐を繰返した後、停留し、 da/dN を急激に低下させた(図3(d))。その後、両側のき裂は荷重方向にほぼ垂直に進展し、破断に至った(図3(e))。しかし、破断後のSEM観察では、試験片表面上で別のき裂に見えたこれらのき裂は、3次元的に複雑な破面を形成する1本のき裂であることが判明した。

金属ガラスにおける疲労き裂進展は、ランダムに配向した原子の結合力が弱い部分をぬって進むため、上記のように、時には経路を変え、時には分岐し、また、時には停留するという、複雑な様相を呈する。図2の da/dN - ΔK 線図は、このことをよく反映しており、破壊力学でよく知られた3領域特性を示さず、 da/dN 値が頻繁に上下動を繰返す複雑な挙動

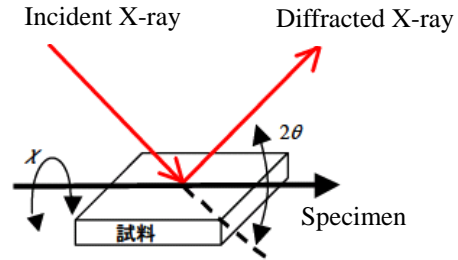


図7 X線回折装置における立体角 2θ および χ の定義.

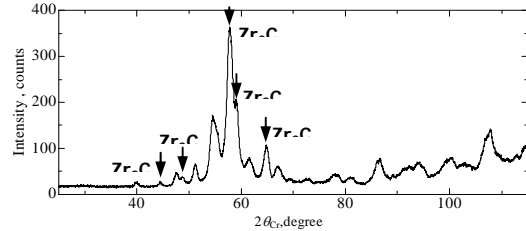


図8 製造工程で故意に結晶化させた素材の X 線回折プロファイル.

を呈している。しかし、大局的には、 da/dN - ΔK 関係のプロット点は、今回試験したR値の範囲内では、R比の依存性は大きくなく、ほぼ同じ位置でばらついている。なお、き裂開口現象は応力比 $R=0.05\sim 0.15$ の場合に観察され、それよりも大きなRでは観察されなかった。

4.3 X線回折解析

本合金が結晶化して生成されると考えられるZr₂Cuの構造としてはこれまでに何例か報告されているが、本研究では、現時点で最も確からしい、図4に示されるような体心正方晶(結晶定数: $a'=b'=3.3\text{\AA}$ 、 $c'=13.8\text{\AA}$)を採用し、この構造への適合性をX線回折法によって検討した。図5は破面上でのストライエーション状模様が観察された領域のSEM画像を示す。図6にこの領域のX線回折プロファイルを示す。図5の領域Aにおいて図6に示すように、 $2\theta=43^\circ$ 、 56° および 60° 付近にZr₂Cuと考えられる回折ピークが得られた。従って、A点近傍の組織は、アモルファス相とZr₂Cu結晶相の混相と考えられる。一般に、多結晶体では結晶がある程度ランダムな方位に配向しているが、図6に示すように、本合金では、破面上で観察されるZr₂Cuの回折ピークはある特定の角度 χ に対して検出された(図7参照)。

図8に、製造時に故意に結晶化させた素材部分のX線回折プロファイルを示す。この図と変形を受けて結晶化した場合の図6を比べると、ストライエーション状模様領域の回折ピークは、アモルファス組織を示唆するハローパターンに重畳しているのに対して、製造時に結晶化させた素材部のプロファイルには、ハローパターンは見られず、回折ピークだけが現われていることが分かる。以上のことから、破面上の回折ピークは製造時に試験

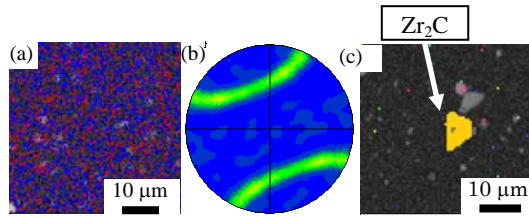


図9 アモルファス合金の測定結果。(a) 結晶化材の結晶粒分布図(青: Zr_2Al_3 赤: Zr_2Cu)、(b)結晶化材の Zr_2Al_3 {212} 極点図、(c) 疲労材の結晶方位分布図。

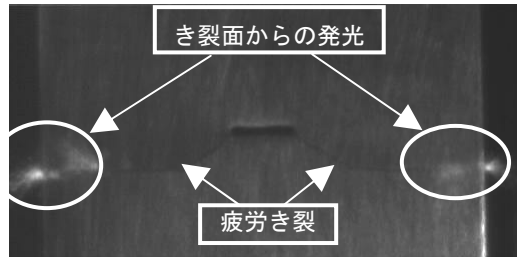


図 10 アモルファス中の疲労き裂から破断直前に観察された発光現象(高速度カメラによる撮影; 12,500 コマ/秒)。

片内部領域の結晶化によるものではなく、き裂進展に伴う強変形によって生じた結晶化によるものと考えられる。これは、荷重繰返しにより原子集団の協同的なすべりによって原子配列に規則性が生まれ、ストライエーション状模様が形成されるとともに、アモルファス相の Zr_2Cu へのある方位に偏った部分的な結晶化が起こったことを示唆するものと考えられる。

また、XRD 測定後、Zr 基バルクアモルファス合金の疲労破面における微視組織構造の変化を調べるために EBSD 法を用いて結晶化材および疲労材の測定を行った。測定結果の 1 例を図 9 に示す。図 9(a) は結晶化材の結晶粒分布図であり、青点は Zr_2Al_3 、赤点は Zr_2Cu の結晶粒を示している。図 9(a)より、結晶化材では Zr_2Al_3 と Zr_2Cu の混相で、それらの相がランダムに位置されていることが分かる。また、結晶化材における Zr_2Al_3 の 52° 付近におけるピークの回折面である {212} の極点図を図 9(b) に示す。極点図より、射出成型による加工の影響を受けた変形集合組織が形成されていることがわかる。一方、疲労材の結晶方位測定結果である図 9(c)より、疲労破面上においては、単結晶のように特定の方位に偏った Zr_2Cu の結晶が形成されていることが分かる。これらの結果より、破面では、き裂進展をともなう疲労過程による変形で、局所的に単結晶状の Zr_2Cu への結晶化という特異な現象が起こっていることが推測される。

4.4 進展き裂からの火花の発生

図 10 に、急速進展後試験片の破断を招いたき裂近傍の高速度カメラ写真(12,500 コマ/

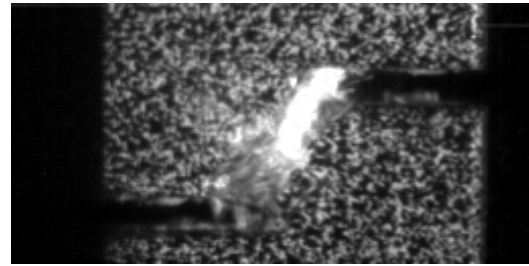


図 11 Zr 基バルクアモルファス合金のせん断試験における破断直後(1/30,000 秒後)の高速度写真。

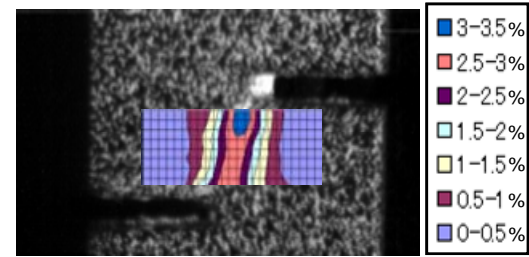


図 12 Zr 基バルクアモルファス合金のせん断試験における破断直後(1/30,000 秒後)の相当ひずみ分布図(DIC 法)。

秒)を示す($R=0.05$)。図に示すように破断時にき裂から発生する火花が観察された。破断直前の火花の観察は再現性良く観察されたが、き裂に沿って多数箇所の発生が観察される場合や、図 10 のように、少数箇所の発生しか観察されない場合もあった。また、火花の発生量についても多量の場合や少量しかない場合など様々で、火花の発生形態は一様ではなく、大きなばらつきが見られた。

図 11 には、Zr 基バルクアモルファス合金のせん断試験における破断直後(1/30,000 秒後)の高速度写真を示す。図 10 の場合と同様にき裂面から火花場発生しているのが分かる。図 12 は、図 11 の破断直前の写真に対して DIC 法によって相当ひずみ分布を計算した結果の 1 例である。図 12 と図 11 より、ひずみ量の大きな部分よりき裂が進展し、そのひずみ量の大きい部分から発光現象が生じているということが明らかとなった。

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 12 件)

①中曾根祐司, 安楽諒太

SUS304 鋼中の溶接欠陥の電磁気学的非破壊評価に関する研究
日本 AEM 学会誌, 査読有, 20 巻, 4 号, 2012 年, 659-664

②Yuji Nakasone

FEM Analyses of Creep in a Welded

Modified 9Cr Steel Considering Its Near-Weld Microstructures
ICCM2012CD-ROM 論文集, 査読有,
CD-ROM, 2012年

- ③ 中曽根祐司、岡見篤史
9Cr-1Mo 鋼溶接部の微視組織を考慮した 3次元異方性クリープ解析
日本機械学会第 25 回計算力学講演会 CD-ROM 論文集, 査読無, CD-ROM 論文集, 12 巻, 4 号, 2012 年, 651-652
- ④ 中曽根祐司、岡見篤史、中西紫緒
9Cr-1Mo 鋼溶接部の微視組織を考慮した 2次元異方性クリープ解析
日本機械学会第 25 回計算力学講演会 CD-ROM 論文集, 査読無, CD-ROM 論文集, 12 巻, 4 号, 2012 年, 650-651
- ⑤ 中曽根祐司、岡見篤史
9Cr-1Mo 鋼溶接部の微視組織の内部拘束を考慮した異方性クリープ解析
日本保全学会第 9 回学術講演会要旨集, 査読無, 2012 年, 152-156
- ⑥ 中曽根祐司
結晶粘弾性モデルに基づく高クロム鋼溶接部のクリープ解析
第 17 回計算工学講演会 CD-ROM 論文集, 査読無, 17 巻, 2012 年
- ⑦ 中曽根祐司、上野弘樹
多結晶粘弾性クリープ変形解析
日本機械学会第 24 回計算力学講演会 CD-ROM 論文集, 査読無, 日本機械学会 1999 年度年次大会講演論文集, 11 巻, 3 号, 2011 年, 214-215
- ⑧ 新谷明一、中曽根祐司、林捷、新谷明喜
X 線 CT スキャン画像より直接構築した 3次元有歯顎モデルに埋入したインプラント周囲骨に生じる応力解析
日本歯科理工学会誌, 30 巻, 6 号, 393-399, 2011 年
- ⑨ 中曽根祐司、鈴木拓雄
改良 9Cr 鋼の溶接部の微視組織を考慮した FEM クリープ解析
日本機械学会第 23 回計算力学講演会 CD-ROM 論文集, 10 巻 12 号, 156-157, 2010 年
- ⑩ Yuji Nakasone, Kazuyoshi Sato,
Yukio Takahashi
Current Fusion Standards and Other

Related Activities in Japan
Proceedings of PVP2010, 1-4, 2010

- ⑪ 中曽根祐司、鈴木拓雄
改良 9Cr 鋼溶接部の微視組織を考慮した異方性クリープ解析
日本保全学会第 7 回学術講演会要旨集, 227-230, 2010 年
- ⑫ 黒田聡一、新谷明一、中曽根祐司、新谷明喜
グラスファイバー補強ハイブリッド型レジン of の曲げ強さに及ぼす繰返し衝撃荷重と浸漬温度の影響
日本歯科理工学会誌, 29 号, 4 巻, 2010, 37-346
- [学会発表] (計 18 件)
- ① 中曽根祐司、安樂諒太
SUS304 鋼中の溶接欠陥の電磁気学的非破壊評価に関する研究
日本 AEM 学会誌, 査読有, 20 巻, 4 号, 2012 年, 659-664
- ② Yuji Nakasone
FEM Analyses of Creep in a Welded Modified 9Cr Steel Considering Its Near-Weld Microstructures
ICCM2012CD-ROM 論文集, 査読有, CD-ROM, 2012 年
- ③ 中曽根祐司、岡見篤史
9Cr-1Mo 鋼溶接部の微視組織を考慮した 3次元異方性クリープ解析
日本機械学会第 25 回計算力学講演会 CD-ROM 論文集, 査読無, CD-ROM 論文集, 12 巻, 4 号, 2012 年, 651-652
- ④ 中曽根祐司、岡見篤史、中西紫緒
9Cr-1Mo 鋼溶接部の微視組織を考慮した 2次元異方性クリープ解析
日本機械学会第 25 回計算力学講演会 CD-ROM 論文集, 査読無, CD-ROM 論文集, 12 巻, 4 号, 2012 年, 650-651
- ⑤ 中曽根祐司、岡見篤史
9Cr-1Mo 鋼溶接部の微視組織の内部拘束を考慮した異方性クリープ解析
日本保全学会第 9 回学術講演会要旨集, 査読無, 2012 年, 152-156
- ⑥ 中曽根祐司
結晶粘弾性モデルに基づく高クロム鋼溶接部のクリープ解析
第 17 回計算工学講演会 CD-ROM 論文集, 査読無, 17 巻, 2012 年

- ⑦中曾根祐司、上野弘樹
多結晶粘弾性クリープ変形解析
日本機械学会第 24 回計算力学講演会
CD-ROM 論文集, 査読無, 日本機械学会 1999
年度年次大
会講演論文集, 11 巻, 3 号, 2011 年, 214-215
- ⑧新谷明一、中曾根祐司、林捷、新谷明喜
X線 CT スキャン画像より直接構築した 3 次
元有歯顎モデルに埋入したインプラント
周囲骨に 生じる応力解析
日本歯科理工学会誌, 30 巻, 6 号, 393-399,
2011 年
- ⑨中曾根祐司、鈴木拓雄
改良 9Cr 鋼の溶接部の微視組織を考慮した
FEM クリープ解析
日本機械学会第 23 回計算力学講演会
CD-ROM 論文集, 10 巻 12 号, 156-157, 2010
年
- ⑩Yuji Nakasone, Kazuyoshi Sato,
Yukio Takahashi
Current Fusion Standards and Other
Related Activities in Japan
Proceedings of PVP2010, 1-4, 2010
- ⑪中曾根祐司、鈴木拓雄
改良 9Cr 鋼溶接部の微視組織を考慮した異
方性クリープ解析
日本保全学会第 7 回学術講演会要旨集,
227-230, 2010 年
- ⑫中曾根祐司
先進型高速炉実用化に向けた保全技術開
発: クリープ損傷シミュレーション・予測
技術の開発
日本原子力学会 2011 年秋の大会, 北九州国
際会議場他, 2011 年, 9 月 21 日
- ⑬中曾根祐司
強度予測のための計算モデリングと産学
マッチング
日本計算工学会第 16 回計算工学講演会, 東
京大学柏キャンパス, 2011 年 5 月 27 日
- ⑭中曾根祐司、安楽諒太
溶接材中欠陥の電磁気学的非破壊評価に
関する研究
日本 AEM 学会第 19 回 MAGDA コンファレン
ス, 北海道大学, 2010 年 11 月 23 日
- ⑮中曾根祐司、鈴木拓雄
改良 9Cr 鋼の溶接部の微視組織を考慮した
FEM クリープ解析
日本機械学会第 23 回計算力学講演会, 北見

工業大学, 2010 年 9 月 23 日

- ⑯中曾根祐司、鈴木拓雄
改良 9Cr 鋼溶接部の微視組織を考慮した異
方性クリープ解析
日本保全学会第 7 回学術講演会, 中部電力
浜岡原子力館, 2010 年 7 月 13 日

- ⑰Yuji Nakasone
Finite Element Polycrystal Plasticity
Analysis of Bimodal Structures
Considering the Three-stage Hardening
Behavior of Constituent Single Crystals
Symposium in Memory of Professor Toshio
Mura,
Northwestern University Evanston
Illinois USA
24, May, 2012-25, May, 2010

- ⑱Yuji Nakasone
Current Fusion Standards Efforts in
Japan
ASME Fusion Code and Standards
Meeting, Sheraton Atlanta Hotel
Atlanta, Georgia, USA 1, Feb, 2010

[その他]
ホームページ等
[http://www.rs.kagu.tus.ac.jp/~nakaslab/
index.html](http://www.rs.kagu.tus.ac.jp/~nakaslab/index.html)

6. 研究組織
(1) 研究代表者
中曾根祐司 (NAKASONE YUJI)
東京理科大学・工学部第一部・教授
研究者番号: 10266918
- (2) 研究分担者
なし
- (3) 連携研究者
なし