

## 科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 26 年 6 月 17 日現在

機関番号：13201

研究種目：基盤研究(C)

研究期間：2011～2013

課題番号：23560089

研究課題名(和文)き裂進展がおよぼす工具鋼のマイクロテスラ領域の磁場変化

研究課題名(英文)Effect of crack growth on changes in microtesla magnetic field of tool steel

研究代表者

木田 勝之(Kida, Katsuyuki)

富山大学・大学院理工学研究部(工学)・教授

研究者番号：00271031

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 4,000,000円、(間接経費) 1,200,000円

研究成果の概要(和文)：機械要素の損傷は、き裂が成長することで生じる。このき裂進展を理解するため、本課題では、3次元センサーを有する走査型ホールプローブ顕微鏡を開発し、き裂が進展している最中の周辺磁場の変化を常温大気中で観察した。特に、き裂進展の影響を調べるという目的のため、き裂進展時に測定した磁場の測定結果について応力拡大係数で整理した。また、き裂先端では小さな領域が塑性変形するため、ビッカース圧子を用いてき裂先端と同等サイズの塑性変形を発生させた領域についても磁場測定を行った。以上の結果から、磁場はき裂先端の塑性変形領域の影響で変化し、その変化は応力拡大係数、すなわちき裂進展と強い相関関係があることがわかった。

研究成果の概要(英文)：Damage of machine components occurs when cracks form and grow to a size large enough to cause fracture. In order to understand the crack propagation phenomena, non-destructive evaluation methods that can be correlated to measurements around the fatigue crack tips are necessary. In the present work, a scanning Hall probe microscope (SHPM) equipped with a three-dimensional sensor was developed and magnetic fields around fatigue cracks at room temperature were observed in air. The area around the crack tip was magnetized and the changes in the area were observed. The changes in magnetic fields in soft and hard specimens with the same intensity factors were compared. Furthermore, Vickers indentations in as-received tool steel plates were induced and the relation between magnetic fields and the plastic deformation sizes was observed. A strong correlation between the changes in the magnet fields and plastic deformation are as found.

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 非破壊検査 塑性変形 破壊 き裂 磁場 プローブ顕微鏡

## 1. 研究開始当初の背景

### (1) 我々の生活を支えるライフライン

日本の産業の基盤である大型プラントや構造物などの社会インフラは、社会活動に大きな影響を与え、万一事故が起こると、これらの規模の大きさに比例して、その被害は甚大なものとなる。特に、高度経済成長期に製造されたインフラの老朽化が社会問題化しており、その対策が急務となっている。

一方、社会インフラを安全に長期間稼働させるために、疲労や劣化、それらの程度と位置を診断する技術、特に非破壊検査技術が目覚ましい発展を遂げてきた。しかし、従来の技術は、欠陥の検出技術であったため、発見されたき裂が進展し、いつ破壊を起こすのか、その可能性もあるかどうかまではわからなかった。

### (2) 世界で一台の3次元磁場顕微鏡

NEDO エネルギーイノベーションプログラム・ナノテク・部材イノベーションプログラム「鉄鋼材料の革新的高強度・高機能化基盤研究開発プロジェクト」では、本研究代表者が中心となり、新しいシステムで材料の損傷を評価するために、世界に一台しかない3次元磁場顕微鏡を開発した。平面精度で10倍(比超音波探傷)・1万倍(比X線)・1/100倍(比超音波探傷)・1/2400倍(比X線)の短時間でのき裂測定を達成し、マイクロテスラ領域の磁場の可視化に成功した。また磁場分布と疲労履歴に相関性があることを世界で初めて発見した。き裂を観察するだけで、その疲労状態と余寿命がわかるという成果が高く評価されている。

## 2. 研究の目的

上述した背景の中でも、特に構造材料の損傷モニタリング技術について、次世代磁場顕微鏡を用いた焼入れした工具鋼の予き裂を定量評価することを目的とした。ここでは、硬さHv700以上の条件で損傷が磁場に及ぼす影響を観察し、損傷の評価技術を確立する。

### (1) 0.5mmの精度でのき裂検出

申請者は、世界最小のホール素子(10 $\mu$ m $\times$ 10 $\mu$ m)による観察技術により高強度鋼のき裂の停留現象を観察し、これまでは不可能だった、き裂が危険かどうか、つまり、進展途中のものか、停留したものかを区別できる技術を、世界で初めて開発した。これを硬さが高い工具鋼に適用する。磁化するため、20mTの磁石を用いて、磁束密度変化を測定することを目標とする。

### (2) き裂を常温大気中で可視化する技術

これまでは荷重負荷状態から計算で求めていたが、申請者は世界で初めて除荷した状態で材料の危険性を可視化することに成功している。高速で、磁場情報を得るため、12mm $\times$ 6mm領域を1時間で測定可能な磁場解析のアルゴリズムを開発する。条件は常温大気中である。

## 3. 研究の方法

基礎的なき裂の評価を可能とする技術を確立するため、(1)高硬さ材料のき裂観察技術確立と(2)き裂の疲労履歴評価技術確立により、疲労の定量評価に関する成果をまとめ、従来は不可能だった疲労状態を知ることができる(3)疲労評価法の一般化を行う。

これにより、高強度鋼の状態を常温大気中で検査し、その疲労状態を把握できる技術を開発する。この技術開発により、マイクロテスラ領域の磁場を用いて、疲労部・応力集中部での疲労の程度を定量化する手法を確立する。これまでにたくさんのホール素子が開発されており、耐熱性能や寿命は上がっているものの、市販化で入手できるものは極めて限られている。また、常温大気中での使用が報告されているため、評価技術確立に最も近いと考えられる、GaAs フィルム・ホール素子に着目して研究した。

### (1) 高硬さ材料のき裂観察技術確立

#### 高強度鋼層の磁場分布

20mTの磁石を用いて、磁性体に対して、磁束密度変化測定する。き裂周辺の組織構造の観察とX線観察塑性変形挙動、硬さ変化の観察結果とともに磁場変化挙動の関係をj得る。

#### 高強度鋼の分極特性

CALPHAD シミュレーションソフトにより熱処理と塑性変形が構造に与える影響を解析する。その結果と、構造観察結果をもとにして、消磁・脱磁した試験片に対し、磁場分布計測を行う。

#### 磁化特性とき裂観察

き裂の進展試験を行い、き裂進展前後の基材のダメージをこれまでのデータと比較する。これによりき裂進展と磁場の関係を測定する。応力拡大係数との関係を実証する。

き裂による変化は、地磁気(東京で40~45mT)と比べても小さいが、マイクロテスラ領域の磁場変化を利用することでき裂進展評価が可能である。そこで、構造や残留応力が変化する部材の様子をX線回折によりとらえ、磁場の変化の様子と比較する。また、き裂先端と同程度の塑性変形と磁場の関係をj得る。

### (2) き裂の疲労履歴評価技術確立

#### 磁場顕微鏡による可視化

磁場顕微鏡は平面観察のみならず、センサーの3次元移動が可能である。現在開発しているシステムに走査アルゴリズムを付け加え、き裂に追従させる。

#### き裂進展の評価

(1) 得られた組織がき裂と磁場に与える影響を磁場分布から評価する。これにより、負荷された応力履歴を磁場測定で把握する。

#### き裂の定量評価

また、小さいき裂における磁場変化を測定

することにより、き裂が進展するかしないかを、下限界近傍で観察する。すでに常温で観察可能な磁場顕微鏡の開発には取り組んでおり、原理的な基礎課題は克服している。この原理を用いて損傷に対するマイクロテスラ領域の磁場変化挙動を測定し、構造材である高硬度鋼のき裂の進展観察を行う。

以上をもとにき裂進展の磁場特性を観察する。鋼の組織構造、すなわち、マルテンサイト組織の変化観察を行い、磁場の結果と比較することにより研究を進める。

### (3) 疲労評価法の一般化

き裂進展評価に求められている性能は常温で行われること、およびその特性である。そのため、引張り荷重化での磁場を測定し、ひずみと磁場の関係を得る。

疲労の程度を評価可能な技術開発を行うため、き裂進展試験を行う。疲労過程で磁場測定を行い、磁場の变化から、疲労の程度を評価できるシステムを作る。

## 4. 研究成果

### (1) 高硬さ材料のき裂観察技術確立

#### 高強度鋼層の磁場分布

対象となる試験片に対して、コイルによる消磁を行った後、磁石を用いて、試験片の測定位置のみに着磁を行った。この着磁領域に対して、磁束密度変化を測定した。この結果、 $1\text{mm} \times 1\text{mm}$  の面積をもつ磁石による着磁の場合、 $4\text{mm} \times 4\text{mm}$  の領域に S 極と N 極が発生することが分かった。また、測定時の試験片と磁場センターの距離は  $350\ \mu\text{m}$  にまで接近させた状態で、磁極の 3 軸成分を分離して測定することに成功した。全成分から計算された磁場の強度は約  $200\ \mu\text{T}$  であった。さらに、1 垂直成分のみに絞り込んだ場合は、 $200\ \mu\text{m}$  からの磁極の強度の減少曲線を測定することができた。このように、マイクロテスラレベルの小さな磁場でも磁極や着磁位置から離れるに従って変化する磁場の様子を正確に測定できることを示した。

#### 高強度鋼の分極特性

CALPHAD シミュレーションソフト JMATpro により熱処理が構造に与える影響を解析した。その結果と、微細構造を比較し、分極の形成は、硬さに大きく影響することを実証することができた。ここでは、工具鋼に熱処理を行い、850 の焼入れ・180 での焼戻しを行った試験片と受入れ材を比較した。さらに、硬い組織を持つ場合、柔らかい組織の場合のそれぞれで、安定なき裂の観察条件・磁場の観察条件を求めることができた。

#### 磁化特性とき裂観察

スリットに沿った磁化方法を用いることにより、試験片中央部のみを一様に磁化させることに成功した。 $1\text{mm} \times 1\text{mm}$  断面積の磁石により、およそ幅  $2\text{mm}$  の領域を試験片の中央部で磁化し、この磁場部を含む幅  $6.0\text{mm} \times 12.0\text{mm}$  の領域を測定した。

き裂の進展試験を行い、き裂進展前後の基材のダメージをこれまでの磁場・CALPHAD データと比較した。き裂進展と磁場の関係、特に、応力拡大係数との関係を測定した結果、磁場強度の減少量は応力拡大係数の増加と線形関係にあることがわかった。

また、き裂先端では小さな塑性変形が生じている。この領域を模擬するため、小さなビッカ-圧子を用いて人工的な塑性変形をおこし、磁場の变化を可視化した。その結果を図 1 に示す。

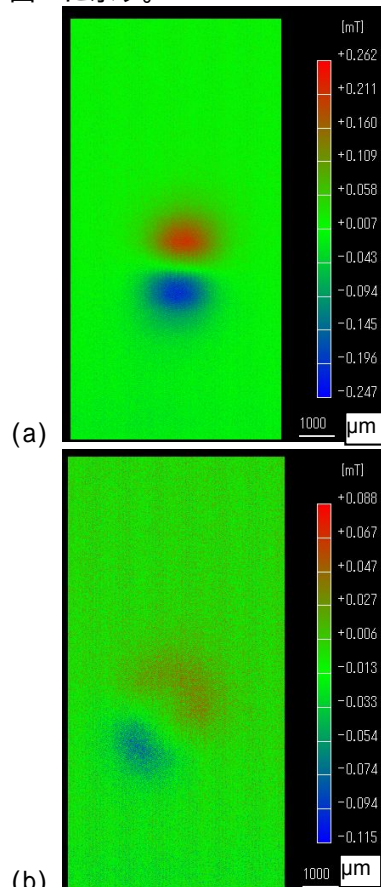


図 1 試験片に垂直な磁場成分の塑性変形による変化 (a)は試験前、(b)は塑性変形後 (圧子の対角長さ  $530\ \mu\text{m}$ )

### (2) き裂の疲労履歴評価技術確立

#### 磁場顕微鏡による可視化

き裂周辺の電子線観察 (組織構造の観察) と X 線観察塑性変形挙動、硬さ変化の観察結果を行った。Hv200 の鋼と Hv400 の鋼を用いて、応力負荷前後の磁場の变化を測定した。その結果、磁場のすべての成分は減少すること、同じ応力でも硬い材料の方が、減少の割合は小さいことが分かった。また、き裂進展時の磁場変化についてのデータを測定し、応力拡大係数との比較を行ったところ、強い相関性を得ることができた。

このように、磁場顕微鏡は平面観察のみならず、3 次元のセンサー移動が可能であること、顕微鏡に走査アルゴリズムを付け加えることにより、き裂進展に追従して、測定位置を変更できるようにした。これにより、き裂

進展時の3次元磁場の変化を測定可能となった。

図2に示すように、磁場顕微鏡は、X、Y、Zの独立したステージを有する。また、3次元センサーをもつプローブを用いて観察を行うため、任意位置での磁場の3次元観察が可能である。試験片は小サイズなため、磁場顕微鏡ステージに載せたままの状態、任意の荷重負荷条件で応力集中部のその場観察が可能である。磁場部を含む幅6.0mm×12.0mmの領域の測定時間は約50分である。

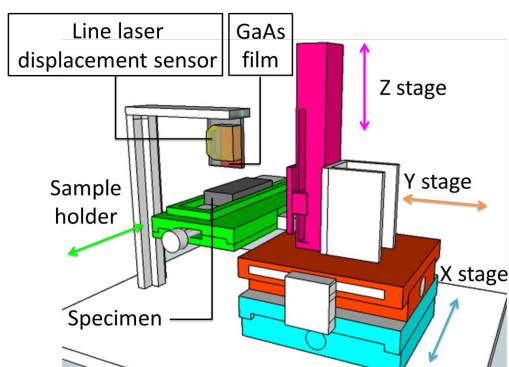


図2 磁場顕微鏡の構造

#### き裂進展の評価

磁場測定条件を最適化するために、消磁・着磁した試験片に対し、磁場分布計測を行った。(1)で得られた組織がき裂と磁場に与える影響を磁場分布から評価することにより、負荷された応力履歴を磁場測定で把握する技術開発に取り組んだ。磁化特性は脱磁用の小型装置を導入し、消磁と着磁による磁場の変化を測定した。

#### き裂の定量評価

き裂による変化は、地磁気と比べても小さいが、実験により、マイクロテスラ領域の磁場変化を利用することでき裂進展評価が可能であることを実証した。また、小さいき裂における磁場変化を測定することにより、き裂が進展するかしないかを、下限界近傍で観察するため、開口時のき裂先端磁場のその場観察システムを構築し、基礎実験に成功した。

特に、HV800以上の高硬さ、つまりマルテンサイト組織を有する工具鋼において、応力負荷履歴と磁場変化の関係を得た。

観察領域には、磁化されていない部分が含まれており、応力集中が磁場に及ぼす影響を比較観察することができる。つまり、スリット先端での応力集中部とそこから十分に離れた位置における磁場の値を比較して、応力集中の局所的な影響の測定を行った。これにより、磁場は応力負荷により、線形に減少することが明らかとなった。

#### (3) 疲労評価法の一般化

本課題の目標である、外部電場の印加のない条件で、残留磁場のみを用いて応力とその変化領域を3次元情報で可視化すること、についてまとめた。具体的には、400MPa～

1200MPaの応力負荷により、高硬さHv800から低硬さHv180の材料それぞれにおいて、応力集中部のみでの磁場変化を分離して可視化することができた。一様領域での一様な荷重条件のみを対象としてきた従来のヴィラリ効果を用いた手法と比較し、本課題で得られた結果は、マクロにたくさんの結晶構造(マルテンサイト)を持つ高硬度な工具鋼において、き裂評価に十分な精度で、本磁場顕微鏡が、小さな応力集中部の磁場変化を抽出できることを示したものである。

また、一様な応力場で磁場の変化についてもひずみと線形な関係を得ることができた。その例を図3に示す。

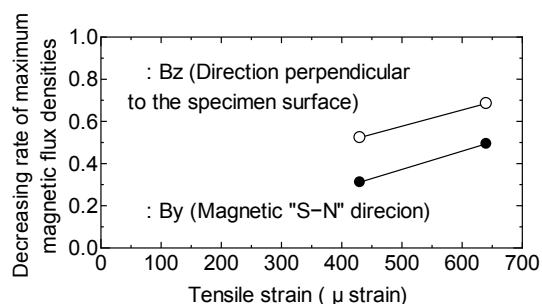


図3 ひずみと磁場変化の相関性

(Bzは、試験片に対して垂直方向の成分であり、ByはS-N磁極の向きに平行な方向の成分である。)

#### 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5件)

Katsuyuki Kida, Megumi Uryu, Takashi Honda, Edson Costa Santos, and Kenichi Saruwatari, Three-Dimensional Observation of Magnetic Fields in Alloy Tool Steel under Spherical Hertzian Contact, Materials Research Innovations, Vol. 18, Issue Supplement1, 2014, pp. 71-75. 査読有 DOI:10.1179/1432891713Z.000000000358.

Katsuyuki Kida, Megumi Uryu, Takashi Honda, Teruaki Shimoji, Edson Santos and Kenichi Saruwatari, Changes in Magnetic Fields in Tool Steel (SKS93, JIS) under Single Tensile Load, Applied Mechanics and Materials, Vol. 307, 2013 pp.144-148. 査読有 DOI:10.4028/www.scientific.net/AMM.307.144.

Katsuyuki Kida and Takashi Honda, Observation of Three Dimensional Magnetic Fields of Tool Steel (JIS-SKS93) around Vicker's indentations, Applied Mechanics and Materials, Vol. 372, 2013, pp.265-269. 査読有

DOI:10.4028/www.scientific.net/AMM.372.265.

Katsuyuki Kida, Megumi Uryu, Takashi Honda, Edson Costa Santos and Kenichi Saruwatari, Effect of Off-center Magnetization Location on Changes in Magnetic Fields under Single Spherical Hertzian Contact, Advanced Materials Research, Vol. 566, pp 103-108, 2012. 査読有

DOI:10.4028/www.scientific.net/AMR.566.103.

Megumi Uryu, Katsuyuki Kida, Takashi Honda, Edson Santos and Kenichi Saruwatari, Observation of Magnetic Fields in Medium Carbon Low Alloy Steel JIS S45C under Point Contact Loading, Advanced Materials Research, Vol. 566, 2012, pp 15-21. 査読有  
DOI:10.4028/www.scientific.net/AMR.566.15.

[学会発表](計 6 件)

Katsuyuki Kida, Keynote Lecture: Fatigue life evaluation of structural materials and scanning Hall probe microscopy, The 3rd International Conference on Advanced Materials and Engineering Materials (ICAMEM2013), (Dec.14-15th 2013), Singapore.

Katsuyuki Kida, Takashi Honda and Koshiro Mizobe, IAAM Medal Lecture: Changes in three-dimensional magnetic fields of tool steel (JIS-SKS93) around plastic deformation area due to Vicker's indentations, Advanced Materials World Congress (AMWC 2013), (September 16-19, 2013), Çeşme, Turkey.

Katsuyuki Kida, Keynote Lecture: Fracture observation and SHPM (Scanning Hall Probe Microscopy), The 2nd International Conference on Advance Materials Design and Mechanics (ICAMDM2013), (May 17-18, 2013), Kuala Lumpur, Malaysia.

Katsuyuki Kida, Keynote Lecture: Scanning Hall probe microscopy for failure analysis, The 2nd International Conference on Advanced Materials and Engineering Materials 2012 (ICAMEM 2012, Shanghai), (December, 29-30, 2012), Shanghai, China.

Katsuyuki Kida, Megumi Uryu, Takashi Honda, Edson Costa Santos and Kenichi Saruwatari, Changes in Three Dimensional Magnetic Fields under Single Spherical Hertzian Contact,

Proc. New Methods of Damage And Failure Analysis of Structural Parts (ISBN 978-80-248-2802-2), pp. 395-403. (September 10 - 14, 2012), Ostrava, Czech Republic.

Katsuyuki Kida, Keynote Lecture: Magnetic microscopy for fracture mechanics, The 2011 International Conference on Advanced Materials and Engineering Materials (ICAMEM 2011), (November 22-24, 2011), Shenyang, China.

[図書](計 0 件)

[産業財産権]

出願状況(計 0 件)

取得状況(計 0 件)

[その他]

ホームページ等

<http://www.researcherid.com/rid/G-2315-2011>

6. 研究組織

(1) 研究代表者

木田 勝之 (KIDA, Katsuyuki)

富山大学・大学院理工学研究部(工学)・教授

研究者番号: 00271031