

科学研究費助成事業（学術研究助成基金助成金）研究成果報告書

平成25年5月20日現在

機関番号：10101

研究種目：若手研究（B）

研究期間：2011～2012

課題番号：23760081

研究課題名（和文） 真空環境における特異な破面領域形成に関する統一的理解

研究課題名（英文） Unified understanding of the formation of unique fracture surface region in vacuum environment

研究代表者

小熊 博幸 (HIROYUKI OGUMA)

北海道大学・大学院工学研究院・准教授

研究者番号：80515122

研究成果の概要（和文）：超高サイクル疲労における特有の現象である粒状領域の形成過程ならびに形成機構を明らかにすることを目的とした。材料内部のき裂周囲の環境が真空環境に類似しているという考えの基に、真空中で微小欠陥を付与した試験片を用いて疲労破面を意図的に接触させる実験を行った。そして、微小欠陥からの疲労き裂の連続的な観察と試験後の破面解析を行い、内部破壊における粒状領域形成を材料に関わらず統一的に説明可能な機構を示した。

研究成果の概要（英文）：To clarify the formation mechanism and the process of forming the granular region, which is a unique phenomenon in the very high cycle fatigue, fatigue tests using specimens with an artificial defect were conducted in vacuum. The fatigue tests were based on the idea that the environment around sub-surface fatigue crack is vacuum-like environment. During the tests, fracture surfaces were intentionally contacted. Fracture surface observations revealed that repeating contacts of the fracture surfaces and vacuum environment are necessary for the formation of the granular region. A new mechanism for the formation of the granular region was proposed.

交付決定額

（金額単位：円）

	直接経費	間接経費	合計
交付決定額	3,500,000	1,050,000	4,550,000

研究分野：機械材料・材料力学

科研費の分科・細目：疲労

キーワード：疲労、内部破壊、疲労き裂進展、破面形成機構

1. 研究開始当初の背景

高強度金属材料において「超高サイクル疲労」が問題となっている。超高サイクル疲労において破壊は通常の方法表面を起点とした破壊（表面破壊）よりも低い応力、長い寿命において材料内部を起点として生じる（内部破壊）。これまでに超高サイクル疲労の特性や発生機構の解明に向けて様々な観点で活発に研究が行われてきた。しかし、破壊が材料内部から生じることや、極めて小さなき裂の段階で急速破壊へ遷移するため、発生過程を捉えることは困難であり、発生機構の詳細に関して不明な点が残されている。

近年、超高サイクル疲労の機構解明へ向けて内部起点周囲に形成される特殊な粒状の破面が注目されている。例えば、高強度鋼の破面において、起点周囲には凹凸の大きさが約 $1\mu\text{m}$ 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機構解明の鍵を握るものとみなされている。この特異な破面の形成機構として、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、介在物周囲の炭化物が長期間の繰返し負荷で離散的に剥離することで生じる説、介在物周縁組織が繰返し負荷過

程で微細化することで形成される説などが提案されているが、統一した見解は得られていない。著者はチタン合金 (Ti-6Al-4V、 $\alpha+\beta$ 型) を対象として超高サイクル疲労の機構解明を試みてきた。その中で、疲労き裂が曝される環境の影響に着目し、内部き裂周囲の環境が大气から遮断された真空環境に類似しているという考えの基に、大气中と超高真空中で軸荷重疲労試験ならびに疲労き裂進展試験を実施した。そして、(1) 超高真空中では大气中に比べて表面破壊の寿命が延びること、(2) 超高真空中では疲労き裂進展速度が低下すること、(3) 内部破壊の破面と超高真空中で得られた破面に粒状の領域 (粒状領域) が観察されること、(4) 粒状領域の形成はき裂新生面の繰返し接触によるものであり、圧縮負荷によって促進されること、などを示した。

上記 (1) と (2) は内部破壊が表面破壊よりも長寿命域で生じることに対応し、(3) は内部破壊における破面形成機構と真空中での破面形成機構は類似していることを示唆している。また、(4) は繰返し圧縮負荷により組織の微細化が生じる可能性を示している。さらに、上記 (1) ~ (4) と同様の傾向が高強度鋼においても確認されている。したがって、真空環境における粒状領域の形成機構を解明することにより、材料に依存しない統一的な超高サイクル疲労の発生機構の提案が期待される。

2. 研究の目的

過去に得られている結果より「内部破壊における粒状領域は、真空環境に類似した材料内部環境において破面同士の繰返し接触によって生じる」という新たな形成機構を提案し、これを実証する。上記の通り、粒状領域の形成には真空環境と繰返し圧縮負荷が重要な役割を果たしていると考えられる。本研究では供試材としてチタン合金 (Ti-6Al-4V) を用いて、試験片表面に内部破壊の起点を模擬した微小欠陥を付与し、そこから進展する疲労き裂に着目する。そして、真空環境における特異な破面である粒状領域の形成過程ならびに機構を明らかにすることを目指す。さらに、得られた結果を基に内部破壊における粒状領域形成を材料に関わらず統一的に説明可能な機構を示す。

3. 研究の方法

大きな裂を対象として真空中での疲労き裂進展特性を調べた研究や、電子顕微鏡中で疲労試験を行い、破壊過程を追跡した例はある。しかし、内部き裂周囲の環境を模擬するという観点で真空環境を利用した研究は少なく、真空中での繰返し圧縮負荷によるき裂面の状態変化についての報告は見られない。その

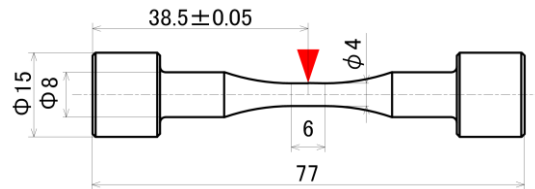


図1 試験片形状

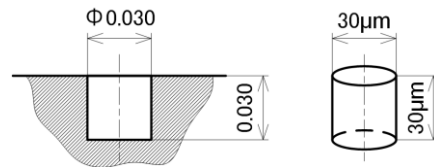


図2 人工微小欠陥形状

ような中で本研究の特色は、真空中で内部き裂を想定した微小欠陥からの極めて小さい疲労き裂を対象とし、粒状領域の形成過程を実験的かつ連続的に捉える点にある。

供試材としてチタン合金 (Ti-6Al-4V 合金) を用いた。これらを選択した理由として、両者が内部破壊を生じる典型的な材料であること、所属研究室においてこれまでに内部破壊の寿命データや破面データが豊富に蓄積されていること、などが挙げられる。供試材から微小欠陥加工を施した試験片を作製し、真空中で疲労試験を実施することにより粒状領域の形成機構の解明を試みた。詳細を以下に述べる。

(1) 供試材 供試材として Ti-6Al-4V 合金を用いた。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素材 (棒材: $\Phi 20 \times 1000$ mm) に 1203K、3.6ks 保持後空冷、978K、7.2ks 保持後空冷の熱処理を施した。組織は $\alpha+\beta$ の 2 相であり、平均粒径はいずれも $10 \mu\text{m}$ である。また、熱処理後の機械的性質は、引張強さ: 943MPa、0.2%耐力: 860MPa、伸び: 17%、ビッカース硬さ: 316Hv である。

(2) 試験片 試験片形状を図 1 に示す。試験片は平行部寸法 $\Phi 4 \times 6$ mm の砂時計型平滑丸棒試験片とした。切削加工の後、試験片表面の硬化層を除去するために平行部ならびにそこに続く R 部を #120 ~ #2000 のエメリー紙で研磨した後、砥粒径が $1 \mu\text{m}$ のダイヤモンド研磨剤を用いてバフ研磨を施した。

(3) 人工微小欠陥 破壊起点の模擬ならびにき裂発生箇所の限定のため、試験片平行部中央の表面に微小欠陥を加工した。Ti-6Al-4V 合金において疲労き裂は α 粒から進展することが確認されている。また、その大きさは $5 \sim 25 \mu\text{m}$ であったことから、微小欠陥の形状は直径が $30 \mu\text{m}$ 、深さが $30 \mu\text{m}$ の円筒形とした (図 2)。加工には精密加工に適



図3 超高真空疲労試験装置

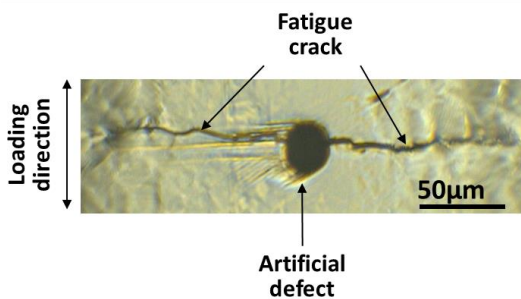


図4 人工微小欠陥からの疲労き裂

表1 試験条件

	Environment	σ_{max} [MPa]	σ_{min} [MPa]	Freq. [Hz]
①	Vacuum	800	240	40
②		-27.5	-275	120
③		100	-100	120
④	Air	100	-100	120

し、加工物に及ぼす熱影響が極めて小さいエキシマレーザを用いた。微小欠陥を加工後、周囲に形成されたバリを研磨により除去した。

(4) 実験条件 試験には本研究室で開発された超高真空疲労試験装置を用いた。試験装置の外観を図3に示す。負荷形式は正弦波軸荷重とした。試験環境は大気中ならびに真空中とした。真空中の試験における圧力は $2.0 \times 10^{-6} \sim 7.0 \times 10^{-6}$ Pa であった。試験条件を表1に示す。そして、以下の実験A~Dを行った。実験A：条件①（真空中、引張-引張）の下で試験片を破断する。

実験B：条件①の下で微小欠陥から疲労き裂を発生させ、き裂長さが $300 \mu\text{m}$ 程度まで進

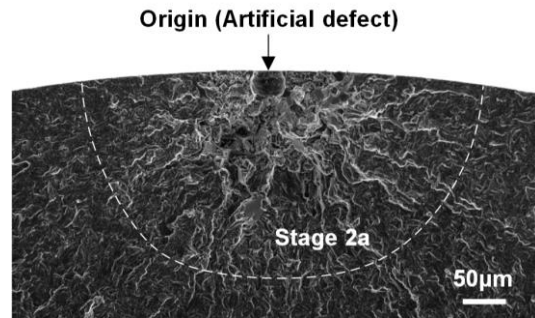


図5 破壊起点周囲の破面写真(実験A)

展させる(図4)。そして、条件②（真空中、圧縮-圧縮）の下で破面を 10^7 回繰返し接触させる。その後、条件①の下で試験片を破断する。

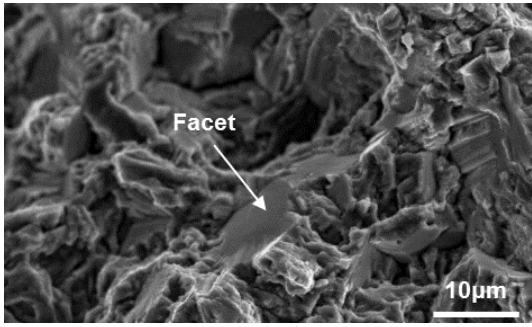
実験C：条件①の下で微小欠陥から疲労き裂を発生させ、き裂長さが $300 \mu\text{m}$ 程度まで進展させる。そして、条件②（真空中、引張-圧縮）の下で破面を 10^7 回繰返し接触させる。その後、条件①の下で試験片を破断する。

実験D：条件①の下で微小欠陥から疲労き裂を発生させ、き裂長さが $300 \mu\text{m}$ 程度まで進展させる。そして、条件②（大気中、引張-圧縮）の下で破面を 10^7 回繰返し接触させる。その後、条件①の下で試験片を破断する。

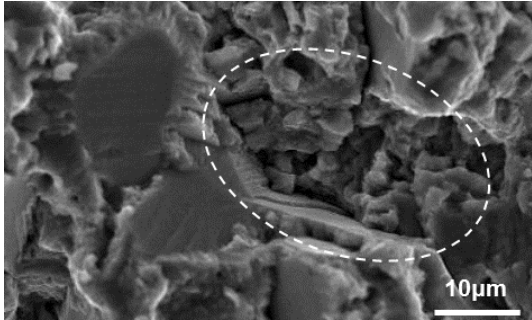
各実験で得られた破面をそれぞれ破面A~Dと呼び、走査型電子顕微鏡を用いて詳細に観察した。

4. 研究成果

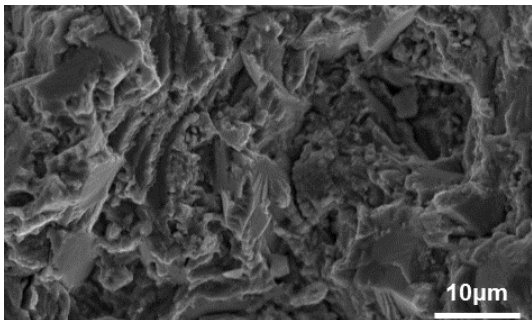
(1) 破面観察結果 破面Aの起点周囲を図5に示す。人工微小欠陥の周囲の破面は比較的粗く、結晶学的な様相を呈していた。破面B~Dにおいても同様の様相が観察された。人工微小欠陥近傍の破面の拡大写真を図6(a)~(d)に示す。破面Aにおいては図中矢印で指し示すような平坦面(ファセット)が多数認められた。また、疲労き裂導入後に圧縮-圧縮の負荷を加えた破面Bでは破面Aの場合と同様にファセットが多く見られた。さらに、図中の点線で囲まれた領域のように組織よりも細かい大きさが $2 \sim 3 \mu\text{m}$ 程度で丸みを帯びた凹凸(粒状領域)が観察された。き裂導入後に引張-圧縮の負荷を加えた破面Cにおいても破面Bで見られたような粒状領域が観察された。しかし、その大きさは小さく $1 \sim 2 \mu\text{m}$ 程度であった。さらに、粒状領域は広範囲に見られ、平坦面であったところが粒状領域になったと思われる箇所も存在した。したがって、圧縮負荷に加えて引張負荷が加わる場合、すなわち破面が接触してから離れることを繰返す場合に粒状領域の形成が促進されることが示された。一方、大気中で得られた破面Dにおいては角張った凹凸が見られ(図中点線で囲んだ範囲)、破面BやCで見



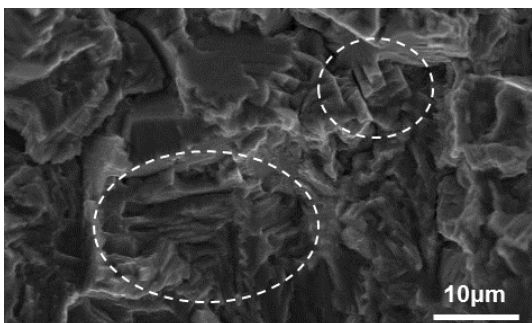
(a) 実験 A
(真空, $\sigma_{\max} = 800\text{MPa}$, $\sigma_{\min} = 240\text{MPa}$)



(b) 実験 B
(真空, $\sigma_{\max} = -27.5\text{MPa}$, $\sigma_{\min} = -275\text{MPa}$)



(c) 実験 C
(真空, $\sigma_{\max} = 100\text{MPa}$, $\sigma_{\min} = -100\text{MPa}$)



(d) 実験 D
(大気, $\sigma_{\max} = 100\text{MPa}$, $\sigma_{\min} = -100\text{MPa}$)

図 6 破壊起点周囲の破面の拡大写真

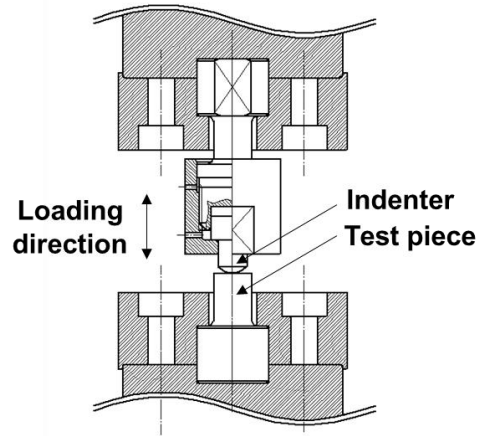
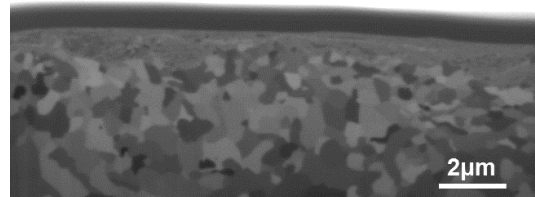


図 7 繰返し圧縮負荷試験装置概観



(a) 無負荷



(b) 5×10^7 回繰返し負荷
(荷重: $-40\text{kgf}/0\text{kgf}$ ($392\text{N}/0\text{N}$))

図 8 S25C における繰返し圧縮負荷の付与による表層組織の微細化

られた粒状領域は観察されなかった。以上から、粒状領域の形成には真空環境が影響していることが明らかになった。

(2) 粒状領域形成機構 本研究室において金属材料表面に圧縮負荷を長期間にわたり繰返し付与する実験が行われている。図 7 に実験装置の概略図を示す。供試材として S25C を用いて、 -40kgf (-392N) の圧縮負荷を 5×10^7 回表面に加えた。負荷後の表面直下の組織を走査イオン顕微鏡で観察した結果を図 8 に示す。無負荷の場合は大きさが $10 \mu\text{m}$ 程度のフェライト相ならびにパーライト相が観察された (図 8(a))。これに対して 5×10^7 回圧縮負荷を加えた場所では表面直下の組織は微細化し、その大きさは $1 \mu\text{m}$ 程度以下となった (図 8(b))。以上から、繰返し圧縮負荷

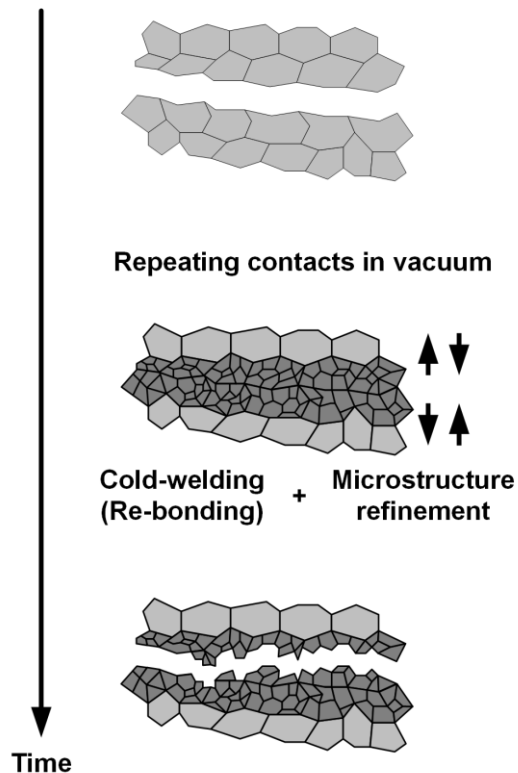


図9 粒状領域形成機構

を加えることにより、負荷部の表面直下に微細組織が形成されることが示された。本実験においても、破面同士が繰返し接触することにより、同様の現象が起きていたと考えられる。さらに、真空中においては破面同士が接触する際に凝着が生じ、微細化された組織内において分離が生じた結果、粒状領域が形成されたと考えられる。また、圧縮-圧縮の条件（破面 B）においても粒状領域が見られたことから、破面直下に微細組織が形成された場合、一回の凝着と分離で粒状領域が形成される可能性がある。

以上の結果をもとに図9に示す粒状領域の形成機構を提案する。大気中においては破面形成後に表面で酸化被膜の形成や気体分子の吸着が生じる。しかし、真空環境においては破面上に酸化や吸着が生じていない部分が存在すると考えられる。その部分で再結合が生じ、さらに繰り返し圧縮負荷により微細化した組織の内部で分離が生じる可能性がある。その結果、粒状領域が形成されると考えられる。

(3) まとめ 粒状領域の形成機構解明の一環として、き裂面を意図的に接触させる実験を行った。その結果、真空環境において破面に圧縮負荷が加わることにより、粒状領域は形成されることが明らかになった。

(4) 今後の展望

本研究において、内部破壊に特有の破面領域の形成を支配する因子を明らかにし、その

形成機構を提案した。形成機構は内部疲労き裂の進展過程をある種の材料に特有の問題としてではなく、「大気の欠如した環境での疲労き裂進展過程」として統一的に捉えられることを示唆するものである。

今後は破面形態や破面直下の組織の状態を定量的に評価することにより、内部破壊における現象の解明へ繋げる。そして、材料の超高サイクル域における強度を評価するための手法の確立ならびに新材料開発の指針を示すことへと展開する。

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕（計1件）

- (1) H. Oguma, T. Nakamura, “Fatigue crack propagation properties of Ti-6Al-4V in vacuum environments”, International Journal of Fatigue, Volume 50, May 2013, Pages 89-93. (査読有)

〔学会発表〕（計2件）

- (1) 高久和明、中村 孝、小熊博幸、中山慎也、チタン合金の真空環境下で見られる特異な破面領域の形成機構、日本機械学会北海道学生会第42回学生員卒業研究発表講演会、2013年3月9日、旭川市ときわホール（北海道）
- (2) 小熊博幸、中村 孝、高久和明、チタン合金の真空環境下で見られる特異な破面領域の形成因子、日本材料学会第62期学術講演会、2013年5月18日、東京工業大学大岡山キャンパス（東京）

6. 研究組織

(1) 研究代表者

小熊 博幸 (HIROYUKI OGUMA)

北海道大学・大学院工学研究院・准教授

研究者番号：80515122

(2) 研究分担者

なし

(3) 連携研究者

なし