



HOKKAIDO UNIVERSITY

Title	放射光CTを用いたチタン合金の超高サイクル疲労に関する実験的研究
Author(s)	吉中, 奎貴
Degree Grantor	北海道大学
Degree Name	博士(工学)
Dissertation Number	甲第13204号
Issue Date	2018-03-22
DOI	https://doi.org/10.14943/doctoral.k13204
Doc URL	https://hdl.handle.net/2115/73134
Type	doctoral thesis
File Information	Fumiyoshi_Yoshinaka.pdf



学 位 論 文

放射光 CT を用いたチタン合金の
超高サイクル疲労に関する実験的研究

Experimental study of very high cycle fatigue in
titanium alloy using synchrotron radiation CT



北 海 道 大 学

吉 中 奎 貴

要 旨

機械・構造物の破損原因の大半は疲労であり、機械技術者にとって疲労破壊への対策は安全性確保の根幹をなす課題である。一方、近年では機器の高速化や使用期間の長期化に伴い、負荷繰返し数が 10^7 回を超える超高サイクル域における疲労特性（超高サイクル疲労）の重要性が認識されるようになった。これまでに、超高サイクル疲労では材料内部を起点として疲労き裂が発生・進展し破壊（内部破壊）を生じることが報告されている。そのため、機械構造物の長期信頼性を確保するためには、この内部破壊のメカニズムを解明することが求められる。

現在までに、内部破壊過程の詳細は明らかにされていない。これは主に X 線 CT のような一般の非破壊観察手法の分解能では内部き裂の観察には不十分であり、破壊過程の観察が極めて困難であることによる。一方、近年では大型放射光施設 SPring-8 に代表される第三世代の放射光施設の登場に伴い、極めて高輝度の放射光が得られるようになった。このような高輝度放射光により、放射光 CT と呼ばれる高分解能非破壊観察法が金属材料に対し適用可能となりつつある。

本研究の目的は、放射光 CT をチタン合金 Ti-6Al-4V の超高サイクル疲労に適用し、内部破壊過程を直接観察により明らかにすることである。そのために、SPring-8 において疲労試験と放射光 CT を繰返し行うことにより内部き裂の発生・進展過程を観察した。また、試料内部の微小な結晶粒（平均粒径 $10\ \mu\text{m}$ ）の可視化を試みた。

本論文は 7 章からなり、各章の内容は以下のように要約される。

第 1 章では、超高サイクル疲労に関する研究状況を整理するとともに、その発生機構の詳細を明らかにする上での課題として疲労破壊過程の直接観察が不可欠であることを指摘し、本研究の目的を示した。

第 2 章では、実験条件を示すとともに、本研究で用いた観察系に関する説明を記した。

第 3 章では、内部疲労き裂の発生・進展観察結果として、観察像および内部き裂の発生寿命・進展速度の計測結果を示した。具体的な実験結果は以下の通りである：内部き裂は観察視野内において多数発生したが、表面き裂は 1 つしか発生しなかった。また、内部き裂の発生寿命はき裂ごとに大きく異なっていた。き裂ごとにばらつきが認められたものの、内部き裂の進展速度は $10^{-10}\ \text{m/cycle}$ 以下であり、極めて低速で進展した。なお、き裂発生寿命は短い、発生後ほぼ進展しなかったき裂がある一方、き裂発生寿命は長いものの、発生後急速に進展したき裂があるなど、き裂発生寿命とその後の進展挙動に直接的な関係は見られなかった。

第 4 章では、第 3 章において取得した内部き裂の発生寿命および進展速度に対する考察を加えた。初めに、本供試材では材料内部の α 相におけるファセットと呼ばれる平坦面の形成を契機として疲労き裂が発生・進展することから、起点ファセット寸法を発生が確認されたすべての内部き裂について計測し、これと発生寿命・進展速度の間の関係を調べた。その結果、起点ファセット寸法と発生寿命・進展速度の間に有意な関係は認められなかった。この結果と、他の研究者らによる報告に基づき、発生寿命・進展速度のばらつきは起点ファセットとその周囲の結晶粒がなすクラスタとしての結晶学的特性の違いを主要因として生じると考察した。以上の結果から、低応力において内部破壊が主要な破壊モードとなる理由を危険体積の小ささに起因する表面き裂の発生しにくさと、内部き裂の進展速度の小ささから説明した。次に、内部き裂が低速で進展した理由についてき裂周囲環境に着目して検討を行った。ここで、内部き裂は大気から遮断された一種の真空環境中を進展すると指摘されている。そこで、種々の真空圧力 ($10^{-6}\ \text{Pa}$, $10^{-4}\ \text{Pa}$, $10^{-2}\ \text{Pa}$, $10^0\ \text{Pa}$, 大気圧) における表面微小き裂進展試験を実施し、その結果を内部き裂と比較した。その結果、内部き裂の結果は $10^{-6}\ \text{Pa}$ や $10^{-4}\ \text{Pa}$ の特に真空圧力の低い環境における結果とよく一致した。このことから、内部き裂周囲に存在する気体量は極めて限定的であり、その影響により低速で進展すると考えられる。

第 5 章では、内部破壊過程と組織の同時・非破壊観察の実現に向けた Ti-6Al-4V 内部の結晶粒の可視化に取り組んだ。そのために試験片寸法、観察系、イメージング条件の再検討を行った。さらに、一般の X 線吸収を利用したイメージング手法に対し、位相シフトを利用することで高感度な撮像が可能である手法（位相コントラスト法）の適用を試みた。実験の結果、試験片寸法を $0.5\ \text{mm}$ 程度以下まで小型化するとともに、位相コントラスト法を用いることで試験片内部の結晶粒を明瞭に観察することに成功した。また、予め内部き裂を発生させた砂時計型疲労試験片に対し観察を実施することにより、内部き裂と結晶粒を同時に観察した。また、放射光 CT による超高サイクル疲労研究を鉄鋼材料にも適用可能とするために、高強度鋼 SNCM439 内部の非金属介在物の非破壊観察を実施した結果を示した。

第 6 章では、今後の展望として、内部破壊過程をより詳細に明らかにする上での検討課題を示し、各種の放射光実験技術（3D-XRD や結像法）を用いてこれらを解決するための方針について述べた。また、結像法については実際に Ti-6Al-4V に対してトライアル測定を行った結果を示した。

第 7 章では、本研究の総括として、得られた成果とその意義を記した。

目次

第 1 章 緒言	1
1.1 超高サイクル疲労	2
1.2 超高サイクル疲労に関する研究状況	4
1.3 ($\alpha+\beta$) チタン合金 Ti-6Al-4V の疲労特性に関する研究状況	5
1.4 放射光マイクロ CT イメージング	8
1.5 研究目的	10
<1 章の参考文献>	
 第 2 章 供試材および試験方法	 15
2.1 本章の概要	16
2.2 供試材：($\alpha+\beta$) チタン合金 Ti-6Al-4V	17
2.3 砂時計型疲労試験片	18
2.4 疲労試験条件	19
2.4.1 S-N 特性	19
2.4.2 高応答小型サーボ疲労試験機および疲労試験条件	20
2.5 内部き裂発生・進展観察に関するイメージング条件	23
2.5.1 中尺ビームライン BL20XU	23
2.5.2 内部き裂発生・進展観察に関するイメージング条件	25
2.6 2 章のまとめ	29
<2 章の参考文献>	
 第 3 章 内部き裂発生・進展観察結果	 31
3.1 本章の概要	32
3.2 内部き裂発生に関する観察結果	33

3.3 内部き裂進展に関する観察結果	36
3.4 3章のまとめ	43
<3章の参考文献>	

第4章 内部き裂発生寿命・進展速度に関する検討 47

4.1 本章の概要	48
4.2 起点ファセット寸法とき裂発生寿命・進展速度の関係	49
4.2.1 き裂発生寿命に関する検討	49
4.2.2 き裂進展速度に関する検討	51
4.2.3 起点ファセットの形成に関する検討	52
4.3 内部き裂進展過程に及ぼすき裂周囲環境の影響	56
4.3.1 内部き裂周囲環境	56
4.3.2 真空中表面き裂進展試験	57
4.3.3 き裂進展速度に及ぼす真空圧力の影響	60
4.3.4 内部き裂進展過程に及ぼすき裂周囲環境の影響	62
4.4 4章のまとめ	64
<4章の参考文献>	

第5章 材料内部微視構造の高分解能・高感度撮像 69

5.1 本章の概要	70
5.2 試験方法	72
5.2.1 針状試験片	72
5.2.2 高分解能イメージング	73
5.3 吸収コントラスト法による観察結果	74
5.4 位相コントラスト法による高感度イメージング	75
5.4.1 位相コントラスト法	75
5.4.2 位相コントラスト法による観察結果	77

5.4.3 位相像の定量性評価	79
5.5 内部き裂と微視組織の同時・非破壊観察	82
5.6 鉄鋼材料に対する放射光 CT の適用	84
5.7 5 章のまとめ	91
<5 章の参考文献>	

第 6 章 展望	95
—内部破壊過程解明に向けた放射光実験技術の適用可能性—	
<6 章の参考文献>	

第 7 章 総括	103
----------	-----

付録	107
----	-----

第 1 章 緒 言

1.1 超高サイクル疲労

機械・構造物の破壊事故は疲労がその原因の大半を占め、疲労破壊の防止は安全性・信頼性の根幹を担う重要な課題である。

疲労破壊とは引張強度よりも小さい応力であっても、それが繰返し作用することにより微視組織寸法程度のき裂が発生・進展し破壊を生じる現象である。金属材料の疲労特性を最も簡便に表す方法として、繰返し応力（Stress: S ）と破断までの繰返し数（Number of cycles to failure: N_f ）の関係を示す S - N 曲線が種々の材料に対して取得されており、疲労設計の基礎データとして用いられている。図 1-1 は S - N 線図の概念図を示す。図中の黒線は鉄鋼材料の S - N 曲線を表している。破断繰返し数が少ない領域では、繰返し応力の低下に伴い破断繰返し数が増加する傾向を示すが、ある応力において S - N 曲線には水平部が現れる。水平部に対応する応力は疲労限度と呼ばれ、これ以下の応力であれば何度付与されたとしても半永久的に破壊を生じない応力値として、疲労設計における基準応力として広く用いられている。一方、赤線は非鉄金属材料の S - N 曲線を表しており、同図の通り、非鉄金属材料では一般に明瞭な疲労限度（水平部）が現れず、負荷応力の低下に伴い破断繰返し数が増加し続ける傾向を示す。このような場合には、 10^7 回における疲労強度（ 10^7 回時間強度）が基準応力として設計に用いられることが多い。

以上のように、従来までの疲労設計指針では 10^7 回程度までの疲労試験を実施し、これにより求められた疲労限度あるいは 10^7 回時間強度を基準応力として用いてきた。その背景には、疲労試験が膨大な時間を要し、種々の材料および使用条件について超長寿命域までの疲労破壊特性を取得することが現実的ではないという技術的・実制的な制約があった。

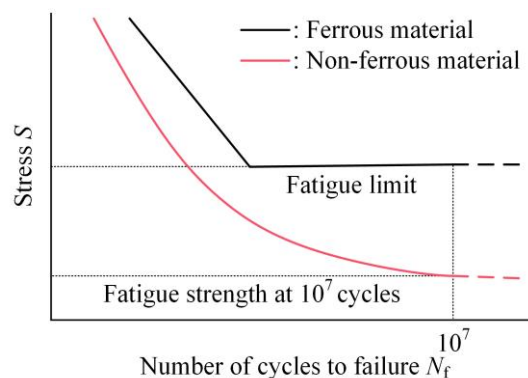


Fig. 1-1 Schematic of conventional S - N diagram.

一方、近年では機器の高速化や使用期間の長期化を契機として、従来までは積極的に取得されて来なかった超長寿命域における疲労特性に実用上の重要性が認識されるようになった。これに伴い、超音波疲労試験に代表される加速試験技術の開発などが進み、現在では繰返し数が 10^7 回を超える超高サイクル域における疲労特性に関するデータが急速に蓄積されつつある[1-1-1-4]。このような疲労破壊現象は超高サイクル疲労（VHCF: Very High Cycle Fatigue）や超長寿命疲労と呼ばれ、特に繰返し数が 10^9 回に達するような場合にはギガサイクル疲労（GCF: Giga Cycle Fatigue）という呼称がなされることもある。本論文中での呼称は超高サイクル疲労と統一する。

図 1-2 は、軸受鋼 SUJ2 の S-N 線図である[1-5]。同図では、 10^5 回程度で疲労限度が現れたのち、長寿命域で再度疲労強度が低下している。また、高応力・短寿命域では材料表面を起点とした破壊（表面破壊）が生じるのに対し、低応力・長寿命域では材料内部を起点とした破壊（内部破壊）が生じている。このような S-N 特性は二重 S-N 曲線と呼ばれ、同一の材料に対し表面破壊と内部破壊のそれぞれに対応する S-N 曲線が存在することによると説明されている[1-2]。

また、図 1-3 は鋳造アルミニウムの S-N 線図である[1-6]。図 1-2 と同様に、超高サイクル域において内部破壊の発生により疲労強度が低下している。この例に限らず、内部破壊の発生はチタン合金やマグネシウム合金といった非鉄金属材料についても共通して報告されている[1-7, 1-8]。

図 1-2 および 1-3 に示されるように、金属材料の超長寿命域における疲労特性は本質的には内部破壊特性により決まる。また、内部破壊は従来の疲労試験により求められてきた表面破壊に対する疲労限度や 10^7 回時間強度よりも低い応力であっても生じる。このことは、従来までの表面破壊の破壊特性に基づく疲労設計指針が危険側の評価になることを示しており、機械構造物の信頼性を確保するためには、内部破壊のメカニズムを解明することが求められる。

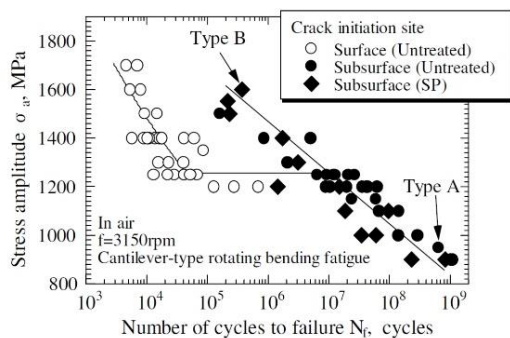


Fig. 1-2 S-N diagram of steel [1-5].

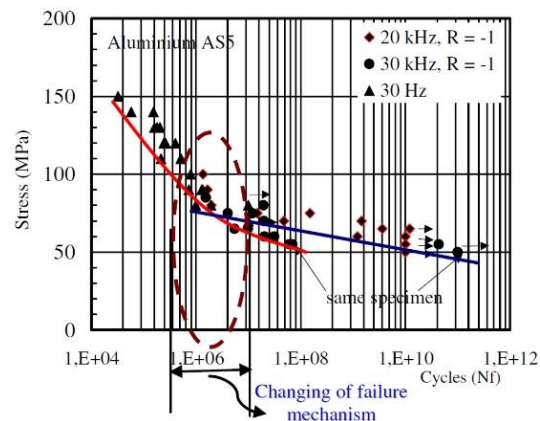


Fig. 1-3 S-N diagram of aluminum [1-6].

1.2 超高サイクル疲労に関する研究状況

超高サイクル疲労に関する研究はおよそ四半世紀ほど前から精力的に行われるようになったが、現在までのところ、特に高強度鋼を対象としたものが多い。一般に、高強度鋼は材料中に含まれる非金属介在物を起点として疲労破壊を生じる。図 1-4 は Yamashita と Murakami によって取得された、超高サイクル疲労により破壊を生じた高強度鋼の破壊起点部の SEM (Scanning Electron Microscope) 観察像である[1-9]。図中下方が破壊起点となった非金属介在物であるが、介在物近傍には微細な凹凸からなる破面形態が観察される。同種の破面形態は多くの研究者により報告されており、研究者によって様々な呼び方がなされている。Murakami らはこの領域が金属顕微鏡では暗く観察されることから ODA (Optically Dark Area) と呼んでいるが、他にも FGA (Fine Granular Area), GBF (Granular Bright Facet), RSA (Rough Surface Area) 等の呼称もある[1-2]。以下では FGA と呼ぶ。FGA に類似した微細な破面様相はチタン合金といった非鉄金属の超高サイクル疲労においても報告されている[1-10]。

FGA は超高サイクル疲労に特有に観察されることから、超高サイクル疲労のメカニズムに密接に関わるとしてその形成機構（あるいは FGA 領域における内部き裂進展機構）について詳細な検討が行われてきた。しかし、現状ではいくつかのモデルが提案されている状況であり統一的な見解は得られていない。

この様に、内部破壊機構の詳細がこれまでに明らかにされてこなかった主要因は、破壊過程の観察の困難さにある。そのため、超高サイクル疲労に関する既存の研究の大半では $S-N$ 特性の取得や破壊後の破面解析といった事後的な検討にとどまってきた。しかし、例えば、「なぜ低応力・長寿命域では内部破壊が生じるのか」といった超高サイクル疲労の根本を明らかにするためには、疲労破壊過程すなわち内部き裂の発生・進展過程を実測することが不可欠である。

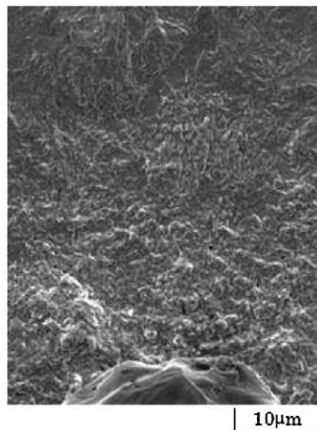


Fig. 1-4 SEM image of fracture surface of high strength steel [1-9].

1.3 ($\alpha+\beta$) チタン合金 Ti-6Al-4V の疲労特性に関する研究状況

チタン合金は優れた比強度、耐熱性、耐腐食性を有し、軽量・高強度の構造用材料として極めて重要な位置づけにある。特に ($\alpha+\beta$) チタン合金 Ti-6Al-4V は熱処理によって微視組織を多様に変化させることで用途に応じて機械的性質を制御することが可能であり、航空宇宙分野をはじめ様々な分野に使用実績を有する最も汎用なチタン合金である。

Ti-6Al-4V の疲労特性についてはこれまでに多くの研究がなされている。例えば、Lütjering は材料製造工程が微視組織や機械的性質、疲労特性に与える影響を精査した[1-11]。Ritchie らの研究グループは Ti-6Al-4V の航空機用タービンブレード用途での高サイクル疲労 (HCF: High Cycle Fatigue) を背景として種々の疲労試験を実施し、同材料における S-N 特性や進展下限界近傍におけるき裂進展特性を明らかにした[1-12, 1-13]。また、同グループの Nalla らは熱処理条件を変化させることで得たバイモーダルおよびラメラ組織を有する Ti-6Al-4V について疲労試験を実施し、高サイクル疲労特性に及ぼす微視組織の影響について報告した[1-14]。

一方、Neal らによる研究[1-15]以来、本材料についても超高サイクル疲労の発生が広く報告されるようになった[1-16-1-18]。特に近年では超音波疲労試験機を用いた研究も多く行われている。ここで、チタン合金の場合、熱伝導率が比較的小さいことから超音波疲労試験を実施する場合には内部発熱が疲労特性に影響を及ぼす可能性がある。これに対し、例えば Furuya らは、Ti-6Al-4V に対し周波数 20 kHz の超音波疲労試験および周波数 120 Hz の電磁共鳴型疲労試験を実施し、試験周波数による疲労寿命への影響を調べた[1-19]。その結果、内部破壊特性には周波数の影響が現れないことを示し、超音波疲労試験機が Ti-6Al-4V の超高サイクル疲労試験に対し適用可能であることを確かめた。

高サイクル疲労および超高サイクル疲労に共通して、Ti-6Al-4V をはじめとするチタン合金では介在物や空孔といった欠陥が存在しない領域、すなわち組織自体から疲労き裂が発生し破壊に至ることが一般に知られている。Chai は、このような疲労破壊形式を“non-defect crack origins”と呼び、高強度鋼などに見られる介在物を起点とした疲労破壊と区別している[1-20]。

図 1-5 は Jha らにより取得された表面破壊を生じた Ti-6Al-4V の疲労破面の SEM 観察像である[1-21]。同図 (a) の破線に囲まれた領域が破壊起点部であり、(b) はその拡大図である。同図 (b) において F1 と示される形態のように、Ti-6Al-4V では破壊起点部に α 相において形成されるファセットと呼ばれる結晶学的な平坦面が観察される。同様の観察結果は多くの研究者により報告されており[1-22, 1-23]、同材料では一般に α 相において疲労き裂が発生し、破壊を生じる

と考えられる．また，EBSD（Electron Back-Scattering Diffraction）を用いてチタン合金におけるファセットの結晶学的解析を行った研究では，破壊起点ファセットは底面すべりを生じやすい α 相において優先的に形成されることが報告されている[1-24]．

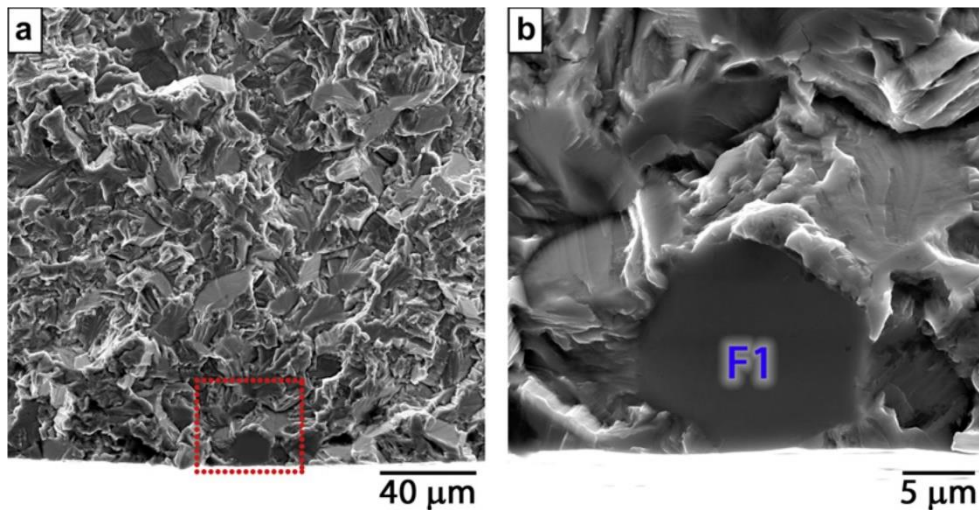


Fig. 1-5 SEM image of fracture surface of Ti-6Al-4V [1-21].

ファセットの形成機構については諸説あるものの，現在では α 相内のすべりによる説明が一般的である．例えば Pilchak らは，Ti-6Al-4V に対して所定の繰返し数ごとに過大荷重を与える疲労試験を実施することでファセットの形成過程を調べた[1-22]．その結果，単一のファセット面内に過大荷重によるビーチマークを観察し，ファセット形成は多くの繰返し数にわたるすべり変形により生じることを示した．さらに，この結果を踏まえて，Ti-6Al-4V の破面上に見られる“ファセット”に対する呼称として，脆性破壊においてみられるファセットとの形態上の類似性を根拠とするへき開ファセット（cleavage facet）や擬へき開ファセット（quasi-cleavage facet）を用いることは不適切であるとした．

これまでに超高サイクル疲労におけるファセット形成に関する研究も報告されており，例えば Furuya らは応力比が 0 以上の応力条件において Ti-6Al-4V に対し超音波疲労試験を実施するとともに，破断後の試験片の破面及び破面直下を詳細に観察することにより同材料の超高サイクル疲労特性を調べた[1-19]．その結果，破壊起点部には多数のファセットが形成されていたことを示した．また，Liu らは応力比を負から正の間で変化させて疲労試験を行い，応力比が大きくなるほど破壊起点部に観察されるファセットの個数が増えることを示した[1-25]．

以上のように，近年では Ti-6Al-4V の超高サイクル疲労特性について多数の研

究がなされている．一方で，1.2 で述べた通りこれらの研究は破壊を生じた後の破面解析等による事後的な検討に基づくものであり，「内部き裂がいつ発生し，どのように進展するのか」といった破壊過程の本質については全く明らかになっていない．

1.4 放射光マイクロ CT イメージング

これまでに内部破壊過程の観察が不可能とされてきた理由は主に空間分解能の問題による。すなわち、微視組織的スケールで進行する内部破壊過程を観察するためには少なくとも μm オーダーの分解能が求められるのに対し、一般に金属材料内部の非破壊撮像技術として用いられる X 線 CT や超音波 CT の空間分解能は典型的には 1 mm 程度であり、内部破壊過程の観察には適用できなかった。

一方、近年ではいわゆる第三世代の放射光施設の登場に伴い、極めて高輝度の放射光が利用可能となった[1-26, 1-27]。代表的な第三世代光源としては EU 諸国の ESRF (European Synchrotron Radiation Facility)、米国の APS (Advanced Photon Source)、日本の SPring-8 (Super Photon-ring 8GeV) がある。このような高輝度放射光を用いた高分解能 CT 技術として放射光マイクロ CT がある[1-28]。本手法名のマイクロは μm オーダーの空間分解能を示し、実際的には 10 μm 以下の空間分解能を指す。

線源として高輝度放射光を用いるメリットは、目標エネルギーまで単色化しても撮像に十分な線量が得られることにある。このような高輝度かつ平行性の高い単色 X 線を用いることで、高分解能化が可能であるほか、ビームハードニングの発生を防ぐことができ、極めて優れた観察像を得ることができる。また、通常の X 線 CT に比べて測定時間も格段に短縮でき、物理現象の進行を時系列に沿って測定する上で有利な特性である。

材料強度評価における放射光マイクロ CT の利点として、TEM (Transmission Electron Microscope) 観察のような特別な試料作製を要せずに、ある程度の体積を有する金属材料について、非破壊で内部構造を三次元で測定可能であることがあげられる。そのため、CT 測定試料をそのまま各種の材料試験に供することが可能であり、損傷・破壊過程を 3D+時間の 4D で測定することができる。

最近の研究では本手法を金属材料における疲労破壊に対して適用した例が増えつつある[1-29–1-33]。例えば Toda らは SPring-8 を用いた実験により S15C に発生させたコーナキ裂を非破壊で検出し、その開口挙動を観察した[1-34]。Marrow らは、ESRF においてマグネシウム合金を対象とした実験を実施し、試験片表面に加工したノッチから進展するき裂について、き裂前縁の各点における局所的なき裂進展速度を取得した[1-35]。Chapman らは、真空中において昇温疲労試験が実施可能かつ、ビームライン上に設置が可能な疲労試験機を開発し、near- α チタン合金 IMI834 について高温大気、真空中における疲労き裂の発生・進展挙動を調べた[1-36]。また、Withers と Preuss によりマイクロ CT を用いた各種の金属材料における疲労損傷過程を調べた研究に関する Review も行われている[1-37]。

以上のように放射光マイクロ CT は金属材料における疲労破壊過程の 3D/4D 観察が可能な実験技術としての応用が進みつつある．現在までに本手法を超高サイクル疲労における内部破壊過程に適用した例はないものの，技術的には，金属材料内部の疲労き裂を非破壊で検出するとともに，破壊過程を経時的に観察することが十分に可能であると考えられる．

なお，以降では放射光マイクロ CT を放射光 CT と記述する．

1.5 研究目的

本研究は、確固とした研究手段が存在しない超高サイクル疲労について、放射光 CT の適用により、筆者が知る限り世界で初めて内部破壊過程の直接観察を行うものである。これにより、これまでに調べられていなかった破壊過程（内部き裂の発生・進展）を実測する。

ここまでに述べた通り、超高サイクル疲労はその重要性が指摘されているにもかかわらず、「材料内部で生じる破壊過程の観察ができない」ことが研究上の大きな妨げとなって、現象の詳細が全く明らかにされておらず、例えば、低応力・長寿命域では内部破壊が主要な破壊モードとなる理由についてもわかっていない。また、き裂発生寿命や発生直後の進展速度は疲労寿命推定において用いられる重要なデータであるものの、内部き裂についてこれらを測定した例は今までになく、産業的にも重大な問題である。つまり、超高サイクル疲労については、有効な研究手段そのものが未だ整備されていないのが現状であり、内部破壊過程を観察する手法の確立は、これらの問題を解決するための一つのブレークスルーとなる。

そこで本研究では Ti-6Al-4V について、超高サイクル疲労における内部破壊過程を明らかにすることを目的として、大型放射光施設 SPring-8 において疲労試験と放射光 CT を繰返し行い、内部き裂の発生寿命と進展速度を直接計測した。さらに、内部破壊過程に及ぼす微視組織の影響を実験的に明らかにすることの重要性を背景とし、放射光 CT による Ti-6Al-4V の結晶粒の可視化に向けた検討を行った。

本論文の構成は以下の通りである。

第 1 章では、超高サイクル疲労の概要を研究状況とともに示した。また、本研究で対象とする Ti-6Al-4V の疲労特性に関する研究状況について述べた。さらに、本研究の主軸となる放射光 CT について、本手法を金属材料の疲労破壊の観察に適用した例とともに説明した。以上を背景とし、本研究の目的を示した。

第 2 章では、供試材として用いた Ti-6Al-4V の作製方法や諸性質について記した。また、第 3 章で示す内部き裂発生・進展観察に用いた試験片の概要を示した。同実験では、疲労試験と放射光 CT を繰返すことで内部破壊過程を観察したが、疲労試験条件とイメージング条件について、これらに用いた実験系の概要とともに説明した。なお、前述した内部き裂検出のためのイメージング条件の最適化に関する検討内容についても併せて示した。

第 3 章では、内部き裂発生・進展観察の結果について記した。はじめに、内部き裂発生に関する結果として、き裂発生寿命と発生箇所を、発生直後の内部き裂観察像の一例とともに示した。次に、内部き裂進展に関する結果として、発生寿

命が短い内部き裂と、比較的長い内部き裂とを対象として、各繰返し数における観察像とともに、き裂長さ及びき裂進展速度の計測結果を示した。

第4章では、第3章で得られた内部き裂発生・進展に関する結果について検討（考察）を行った。本研究で用いる Ti-6Al-4V ではファセット形成によるき裂発生を生じることに着目し、起点ファセットの寸法がき裂発生寿命と発生直後の進展速度とどのような関係があるかを調べた。さらに、ファセット形成がどのような速度で進行するかを概算した。また、内部き裂進展過程について、内部き裂は大気から遮断された一種の真空環境中を進展するという考えに基づき、真空環境の観点から内部き裂進展過程を考察した。そのために、種々の真空圧力において表面き裂進展試験を実施し、得られた表面き裂進展速度を内部き裂のものと比較した。

第5章では、内部破壊過程について材料組織の影響を明らかにする必要があるという考えのもと、放射光 CT による Ti-6Al-4V 内部の結晶粒の可視化を目的とした検討を行った。そのために、観察系や試験片寸法、撮像条件を再検討するとともに、高感度な画像形成が可能である位相コントラスト法の適用を試みることで、高分解能・高感度な撮像を行えるようにした。また、予め内部き裂を発生させた試験片を用いて内部き裂と結晶粒を同時・非破壊で観察した。さらに、放射光 CT を各種の金属材料における超高サイクル疲労に適用することを見据え、高強度鋼 SNCM439 について計測を実施し、試料内部の非金属介在物を観察した。

第6章では、超高サイクル疲労における内部破壊過程の解明に向けた今後の展望として、内部破壊過程および内部き裂の計測に関する放射光 CT の適用可能性を示した。

第7章では、本研究により得られた結果をまとめることで研究総括を行った。

なお、Appendix では、筆者らがこれまでに SPring-8 を利用して行った研究課題とその概要を示した。また、内部破壊過程に真空環境が関与することを示すことを目的として行った、高強度鋼 SNCM439 の疲労破面に与える真空環境の影響を調べた研究についても示した。

〈1 章の参考文献〉

- [1-1] Marines I, Bin X, Bathias C. An understanding of very high cycle fatigue of metals. *Int J Fatigue* 2003;25:1101–7.
- [1-2] Shiozawa K, Morii Y, Nishino S, Liu L. Subsurface crack initiation and propagation mechanism in high-strength steel in a very high cycle fatigue regime. *Int J Fatigue* 2006;28:1521–32.
- [1-3] Sakai T. Review and prospects for current studies on very high cycle fatigue of metallic materials for machine structural use. *J Solid Mech Mater Eng* 2009;3:425–39.
- [1-4] Stanzl-Tschegg S. Very high cycle fatigue measuring techniques. *Int J Fatigue* 2014;60:2–17.
- [1-5] Shiozawa K, Lu L, Ishihara S. S–N curve characteristics and subsurface crack initiation behaviour in ultra-long life fatigue of a high carbon-chromium bearing steel. *Fatigue Fract Eng Mater Struct* 2001;24:781–90.
- [1-6] Bayraktar E, Gracias IM, Bathias C. Failure mechanics of automotive metallic alloys in very high cycle fatigue range. *Int J Fatigue* 2006;28:1590–602.
- [1-7] Liu X, Sun C, Hong Y. Effects of stress ratio on high-cycle and very-high-cycle fatigue behavior of a Ti-6Al-4V alloy. *Mater Sci Eng A* 2015;622:228–235.
- [1-8] Adams JF, Alison JE, Jones JW. The effects of heat treatment on very high cycle fatigue behavior in hot-rolled WE43 magnesium. *Int J Fatigue* 2016;93:372–86.
- [1-9] Yamashita Y, Murakami Y. Small crack growth model from low to very high cycle fatigue regime for internal fatigue failure of high strength steel. *Int J Fatigue* 2016;93:406–14.
- [1-10] Oguma H, Nakamura T. Fatigue crack propagation properties of Ti-6Al-4V in vacuum environments. *Int J Fatigue* 2013;50:89–93.
- [1-11] Lütjering G. Influence of processing on microstructure and mechanical properties of (α + β) titanium alloys. *Mater Sci Eng A* 1998;243:32–45.
- [1-12] Ritchie RO, Davidson DL, Boyce BL, Campbell JP, Roder O. High-cycle fatigue of Ti-6Al-4V. *Fatigue Fract Eng Mater* 1999;22:621–32.
- [1-13] Ritchie RO, Boyce BL, Campbell JP, Rober O, Thompson AW, Milligan WW. Thresholds for high-cycle fatigue in a turbine engine Ti-6Al-4V alloy. *Int J Fatigue* 1999;23:653–62.
- [1-14] Nalla RK, Boyce BL, Campbell JP, Peters JO, Ritchie RO. Influence of microstructure on high-cycle fatigue of Ti-6Al-4V: Bimodal vs. lamellar structures. *Metall Mater Trans A* 2002;33:899–918.

- [1-15] Neal DF, Blenkinsop PA. Internal fatigue origins in $\alpha+\beta$ titanium alloys. *Acta Mater* 1976;24:59–63.
- [1-16] Atrens A, Hoffelner W, Duerig TW, Allison JE. Subsurface crack initiation in high cycle fatigue in Ti–6Al–4V and in a typical stainless steel. *Scr Mater* 1983;17:601–6.
- [1-17] Zuo JH, Wang ZG, Han EH. Effect of microstructure on ultra-high cycle fatigue behavior of Ti–6Al–4V. *Mater Sci Eng A* 2008;473:147–52.
- [1-18] Heinz S, Balle F, Wagner G, Eifler D. Analysis of fatigue properties and failure mechanisms of Ti6Al4V in the very high cycle fatigue regime using ultrasonic technology and 3D laser scanning vibrometry. *Ultrasonics* 2013;53:1433–40.
- [1-19] Furuya Y, Takeuchi E. Gigacycle fatigue properties of Ti–6Al–4V alloy under tensile mean stress. *Mater Sci Eng A* 2014;598:135–40.
- [1-20] Chai G. The formation of subsurface non-defect fatigue crack origins. *Int J Fatigue* 2006;28:1533–9.
- [1-21] Jha SK, Szczepanski CJ, Golden PJ, Porter III WJ, John R. Characterization of fatigue crack-initiation facets in relation to lifetime variability in Ti–6Al–4V. *Int J Fatigue* 2012;42:248–57.
- [1-22] Pilchak AL, Bhattacharjee A, Rosenberger AH, Williams JC. Low ΔK faceted crack growth in titanium alloys. *Int J Fatigue* 2009;31:989–94.
- [1-23] Bantounas I, Dye D, Lindley TC. The role of microtexture on the faceted fracture morphology in Ti–6Al–4V subjected to high-cycle fatigue. *Acta Mater* 2010;58:3908–18.
- [1-24] Jha SK, Szczepanski CJ, John R, Larsen JM. Deformation heterogeneities and their role in life-limiting fatigue failures in a two-phase titanium alloy. *Acta Mater* 2015;82:378–95.
- [1-25] Liu X, Sun C, Hong Y. Faceted crack initiation characteristics for high-cycle and very-high-cycle fatigue of a titanium alloy under different stress ratios. *Int J Fatigue* 2016;92:434–41.
- [1-26] Freund AK. Third-generation synchrotron radiation X-ray optics. *Structure* 1996;4:121–5.
- [1-27] Bilderback DH, Elleaume P, Weckert E. Review of third and next generation synchrotron light sources. *J Phys B At Mol Opt Phys* 2005;38:S773.
- [1-28] Suzuki Y, Yagi N, Uesugi K. X-ray refraction-enhanced imaging and a method for phase retrieval for a simple object. *J Synchrotron Radiat* 2002;9:160–5.
- [1-29] Ferrié E, Buffière JY, Ludwig W. 3D characterisation of the nucleation of a short fatigue crack at a pore in a cast Al alloy using high resolution synchrotron

- microtomography. *Int J Fatigue* 2005;27:1215–20.
- [1-30] Zhang H, Toda H, Qu PC, Sakaguchi Y, Kobayashi M, Uesugi K, Suzuki Y. Three-dimensional fatigue crack growth behavior in an aluminum alloy investigated with in situ high-resolution synchrotron X-ray microtomography. *Acta Mater* 2009;57:3287–3300.
- [1-31] Babout L, Jopek Ł, Preuss M. 3D characterization of trans- and inter-lamellar fatigue crack in ($\alpha+\beta$) Ti alloy. *Mater Charact* 2014;98:130–9.
- [1-32] Dezecot S, Buffière JY, Koster A, Maurel V, Szmytka F, Charkaluk E, Dahdah N, Bartali AE, Limodin N, Witz JF. In situ 3D characterization of high temperature fatigue damage mechanisms in a cast aluminum alloy using synchrotron X-ray tomography. *Scripta Mater* 2016;113:254–8.
- [1-33] Wu SC, Xiao TQ, Withers PJ. The imaging of failure in structural materials by synchrotron radiation X-ray microtomography. *Eng Fract Mech* 2017;182:127–56.
- [1-34] Toda H, Tomizato F, Zeismann F, Motoyashiki-Besel Y, Uesugi K, Takeuchi A, Suzuki Y, Kobayashi M, Brueckner-Foit A. High-resolution observation of steel using X-ray tomography technique. *ISIJ international* 2012; 52:516–21.
- [1-35] Marrow TJ, Mostafavi M, Hashimoto T, Thompson GE. A quantitative three-dimensional in situ study of a short fatigue crack in a magnesium alloy. *Int J Fatigue* 2014;66:183–93.
- [1-36] Chapman TP, Kareh KM, Knop M, Connolley T, Lee PD, Azeem MA, et al. Characterisation of short fatigue cracks in titanium alloy IMI 834 using X-ray microtomography. *Acta Mater* 2015;99:49–62.
- [1-37] Withers PJ, Preuss M. Fatigue and damage in structural materials studied by X-ray tomography. *Annu Rev Mater Res* 2012;42:81–103.

第 2 章

供試材および試験方法

2.1 本章の概要

本章では，供試材として用いた ($\alpha+\beta$) チタン合金 Ti-6Al-4V の諸性質について記したのちに，第 3 章 内部き裂発生・進展観察に用いた試験片の概要を記す．また，同実験における疲労試験条件およびイメージング条件について，これらに用いた実験系の概要を交えて説明する．

なお，本章にて示す供試材 Ti-6Al-4V およびイメージングに用いたビームライン SPring-8 BL20XU については第 5 章 材料内部微視構造の高分解能・高感度撮像においても同様のものを用いている．

2.2 供試材：(α + β) チタン合金 Ti-6Al-4V

供試材として HCP (Hexagonal Closed Packed) 構造の α 相と BCC (Body Centered Cubic) 構造の β 相の二相からなる (α + β) チタン合金 Ti-6Al-4V を用いた。化学組成を表 2-1 に示す。分解鍛造→焼なまし→旋回鍛造の工程により製造された $\phi 20 \times 1000$ mm の丸棒に以下の熱処理（溶体化処理後に過時効）を施した：1203 K に 3.6 ks 保持後空冷→978 K に 7.2 ks 保持後空冷。熱処理後の材料組織の SEM 観察像を図 2-1 に示す。同図は上記丸棒の軸方向と垂直な断面の観察像である。熱処理後の組織は初析等軸 α 相と二次析出針状 α 相を含む時効 β 相からなる二相構造であり、平均粒径はいずれの相も 10 μm である。なお、粒径測定結果については 5.4.3 においても詳しく示す。熱処理後の機械的性質を表 2-2 に示す。引張強さは 943 MPa、伸びは 17 % であり、過時効処理により高靱性を有する材料に仕上がっている。

Table 2-1 Chemical composition of Ti-6Al-4V (mass%).

Al	V	O	N	C	Fe	H	Ti
6.12	4.27	0.16	0.002	0.02	0.15	0.0029	Bal.

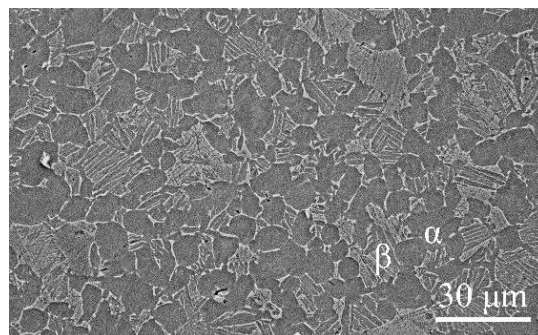


Fig. 2-1 (α + β) dual-phase microstructure of Ti-6Al-4V.

Table 2-2 Mechanical properties of Ti-6Al-4V.

Tensile strength	0.2% proof stress	Elongation	Reduction of area	Vickers hardness
943 MPa	860 MPa	17%	40%	316

2.3 砂時計型疲労試験片

CT 撮像では X 線が試験片を透過した後に十分な線量を保っている必要があるから、試験片（観察部）寸法は可能な限り小さいほうが望ましい。一方、疲労試験を実施する都合上、試験片端部には所定のつかみ部を要する。これらの要件を同時に満たす試験片を、寸法公差を満たしつつ一度に製造することは困難であったため、本研究では試験部とつかみ部を個別に切削し、組上げる方式の試験片を設計した。

試験片形状を図 2-2 に示す。図中①が前述の Ti-6Al-4V 丸棒から切出した試験部であり、中央には平行部を有する。平行部には # 120 から # 1500 のエメリー紙により $100\ \mu\text{m}$ 程度の研磨を施し、切削加工による加工硬化層を除去した。研磨後の平行部寸法は $\phi 1.8 \times 3\ \text{mm}$ である。②がつかみ部であり、③のボルトによって①の試験部と締結される。なお、②および③の材料には、疲労試験時にこれらの部品から破壊を生じることを防ぐために、Ti-6Al-4V よりも高い疲労強度を有するクロムモリブデン鋼を用いた。

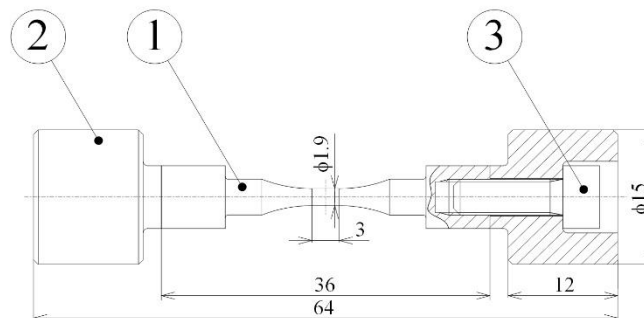


Fig. 2-2 Shape and dimensions of the fatigue specimen with the gripping device.

2.4 疲労試験条件

2.4.1 S-N 特性

本供試材の $S-N$ 特性を取得するために軸荷重疲労試験（以下では基礎疲労試験と呼ぶ）を実施した．試験には本研究室で開発した電気油圧サーボ式軸荷重疲労試験機を用いた．試験機外観を図 2-3 に示す．本機では，目標荷重に応じた信号をサーボバルブに入力する．サーボバルブは入力信号に応じた流量の油をアクチュエータに流すことでピストンを駆動し，試験片に目標荷重が付与される．

基礎疲労試験の条件を表 2-3 にまとめて示す．荷重方式は正弦波制御の単軸荷重とした．応力比は $R = 0.1$ ，繰返し周波数は 170 Hz あるいは 250 Hz とし，試験環境は室温大気中とした．なお，本供試材では試験周波数による疲労特性への影響は見られなかったため，試験結果の試験周波数による区別をしていない．

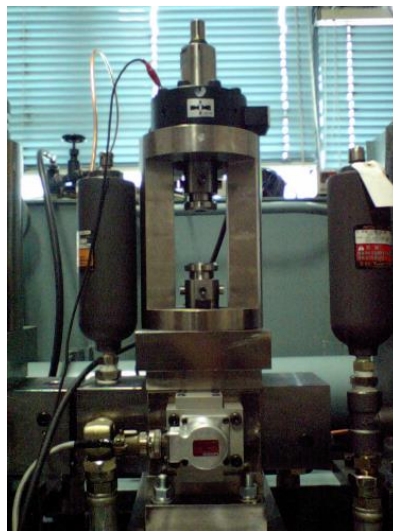


Fig. 2-3 Fatigue testing machine.

Table 2-3 Fatigue test conditions.

Load type	Stress ratio R	Test frequency f	Test atmosphere
Uni-axial load	0.1	170, 250 Hz	Laboratory air

図 2-4 に試験結果の $S-N$ 線図を示す．縦軸が最大応力 $\sigma_{\max}$ ，横軸が破断繰返し数 N_f を示す．図中の丸（○），三角（▲），ひし形（◇）はそれぞれ表面破壊，内部破壊，表面内部複合型破壊の結果を示す．ここで表面内部複合型破壊とは，材料表面および内部でそれぞれ独立して生じたき裂が進展，合体し破壊に至る過程を示す[2-1]．また，図中の矢印はその繰返し数までに破断を生じず試験を打

切った結果を示す．同図より， $\sigma_{\max} = 800 \text{ MPa}$ 以上， $N_f = 10^6$ 程度までの高応力・短寿命域では表面破壊が発生した．一方， $\sigma_{\max} = 750 \text{ MPa}$ 以下， $N_f = 10^7$ 以上の低応力・長寿命域では内部破壊が主要な破壊形態であった． $\sigma_{\max} = 650 \text{ MPa}$ では表面内部複合型破壊が見られた．表面内部複合型破壊は内部破壊に比べ疲労寿命が短かった．

S-N 線図から，SPring-8 でのき裂発生・進展試験に用いる応力条件を，比較的短寿命かつ確実に内部破壊を生じる条件として， $\sigma_{\max} = 650 \text{ MPa}$ ($R = 0.1$) と決定した．本条件ではおおよそ $2\text{--}3 \times 10^7$ 回程度で内部破壊を生じる．ここで，表面内部複合型破壊に関しては，過去に本研究と同様の供試材を用いて行った疲労試験においても幅広い応力域で発生しており， 550 MPa の低応力においても見られた．そこで，表面内部複合型破壊が発生する可能性を完全に排することは困難であると判断した．

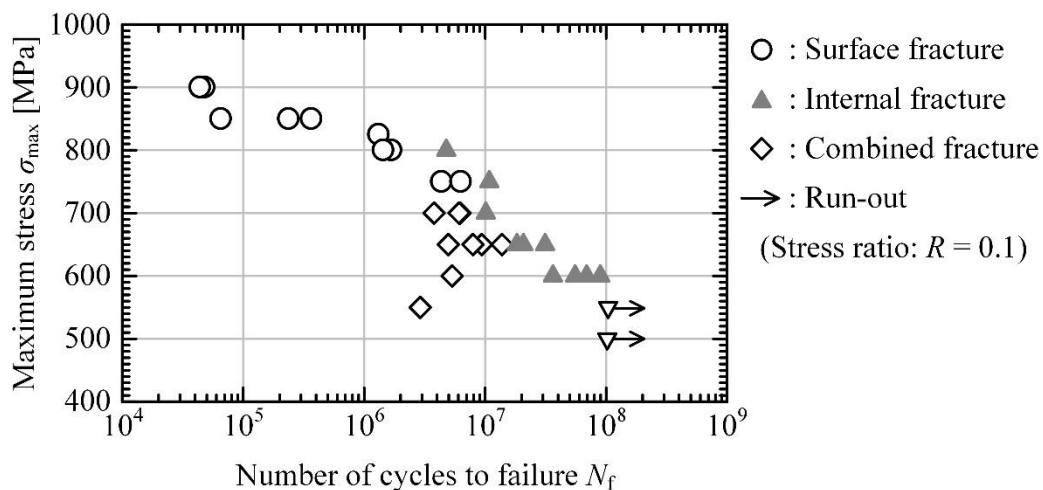


Fig. 2-4 S-N diagram of Ti-6Al-4V ($R = 0.1$) .

2.4.2 高応答小型サーボ疲労試験機および疲労試験条件

SPring-8 における実験では，はじめに試験片内部を放射光 CT により撮像した．その後，SPring-8 に持ち込んだ疲労試験機によりオンサイトで疲労試験を実施し，所定の繰返し数だけ負荷を与えた後に再度撮像を行うプロセスを繰返すことによって内部き裂の発生・進展過程を観察した．

ここで，SPring-8 における実験では，課題申請に対し 1 シフト 8 時間区切りでビームラインの利用可能時間が割り当てられる．本研究の場合，超高サイクル疲労の性質上，この利用可能時間内に可能な限り多数の疲労試験と放射光 CT を実施する必要があった．一方，図 2-3 に示した疲労試験機は，超高サイクル疲労域

のデータ取得に対応し、油圧式のものとしては高速での試験が可能な設計ではあるものの、本研究で用いるような小型試験片への運用を想定したものでなく、同試験片に対しては最大でも 250 Hz 程度の周波数における疲労試験の実施が性能的な限界であった。

そこで、筆者らの研究グループでは、新たに図 2-5 に示す高応答小型サーボ疲労試験機を開発した[2-2]。本機の駆動方法は 2.4.1 に示したものとほとんど同様であるが、SPring-8 における内部き裂発生・進展観察を行うことを念頭に設計されており以下の特徴を有する：

- (1) 放射光が透過できるような小型の試験片に対して小さな荷重を安定して付与することができる。
- (2) 限られたビームライン占有時間内において効率的にき裂進展試験データが取得可能であるような高応答性を持つ。
- (3) SPring-8 への運搬が容易なように、試験機本体の寸法が小さく十分な可搬性を持つ。

(1)および(2)の特徴を得るために本機の設計では下記のように工夫した。本研究の場合、試験片が小型化されたことにより、付与される荷重は小さくなる。そこで本機では外部パイロット式サーボバルブを導入することで、このような低荷重であっても高いパイロット制御圧力を得られるようにし、高応答かつ信頼性の高い動作を可能とした。また、試験片保持部では平行度が各基準面に対し 1/100 となるように加工を行うことで、試験片に曲げ荷重がかからないようにした。以上の設計により、本試験機の最大周波数は 400–500 Hz 程度であり、サーボ疲労試験機としては極めて高速で試験が可能である。また、本試験機における荷重安定性を評価するために、小型試験片に対し、2.4.1 で決定した荷重条件（最大試験荷重 1.65 kN、応力比 $R = 0.1$ ）において、試験周波数を 400 Hz として実際に繰返し荷重を付与した。この際の応答波形を図 2-6 に示す。図中の実線が応答波形を示し、一点鎖線は最大試験荷重と最小試験荷重の目標値（1.65 kN および 0.165 kN）である。同図より、波形は目標波形である正弦波に近い形状を有しており、実負荷荷重は目標荷重の 1.1%以内に収まった[2-2]。このことから、本試験機は小型試験片に対し、目標荷重を高速かつ安定して負荷できることが確認された。

また、(3)の特徴は SPring-8 へ本機を搬入する都合によるものであるが、本機の寸法は幅 280 mm × 高さ 380 mm × 奥行 200 mm 程度であり、求められる可搬性を備えている。

以上の試験機を用いて、SPring-8 における実験では表 2-4 に示した条件のもと

疲労試験を実施した。荷重方式は正弦波制御の単軸荷重であり、応力比は $R = 0.1$ 、繰返し周波数は $f = 400 \text{ Hz}$ とした。試験環境は室温大気中とした。また、2.4.1 に示した通り、繰返し負荷の最大応力を $\sigma_{\max} = 650 \text{ MPa}$ とした。

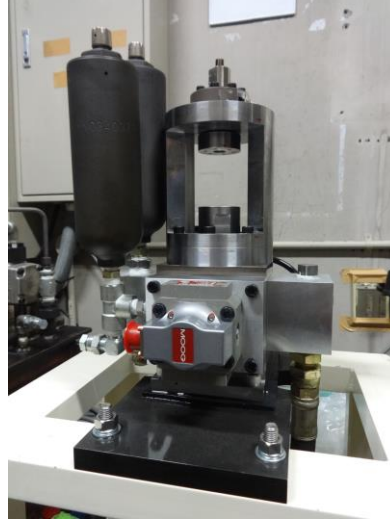


Fig. 2-5 Fatigue testing machine.

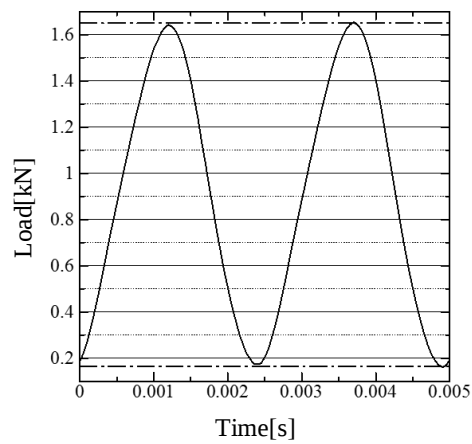


Fig. 2-6 Performance evaluation of the fatigue testing machine shown in Fig. 2-5.

Table 2-4 Fatigue test conditions.

Load type	Stress ratio R	Test frequency f	Maximum stress $\sigma_{\max}$	Test atmosphere
Uni-axial load	0.1	400 Hz	650 MPa	Laboratory air

2.5 内部き裂発生・進展観察に関するイメージング条件

2.5.1 中尺ビームライン BL20XU

本研究は SPring-8 の中尺ビームライン BL20XU の第二実験ハッチにおいて行った[2-3]。本節では本ビームラインの概要について述べる。

BL20XU は種々のイメージング技術を想定し設計されたビームラインであり、アンジュレータを光源とする中尺ビームラインとしては SPring-8 で唯一のものである。アンジュレータを光源とすることで SPring-8 のビームラインの中でも特に高輝度の放射光が得られ、高分解能の測定が可能である。

観察系の概略図を図 2-7 に示す。第二実験ハッチは光源から 245 m の場所に位置する。観察系は (a) 光源, (b) 光学系, (c) 検出器および (d) 観察試料からなる。

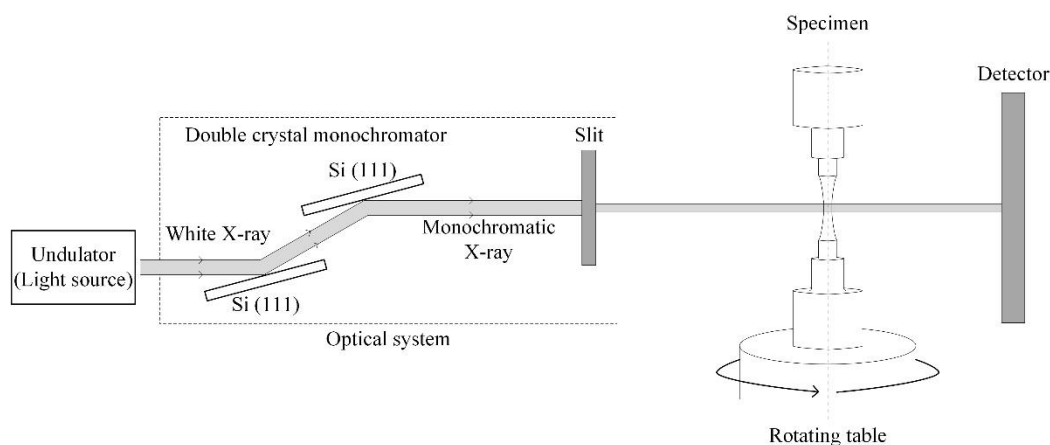


Fig. 2-7 Schematic of imaging system at BL20XU.

(a) 光源

光源は周期長 26 mm (173 周期) のハイブリット型真空封止アンジュレータである。最小ギャップは 7 mm で最大 K 値 (偏向定数: アンジュレータを特徴づける量であり, 磁場振幅を表す無次元パラメータ) は 2.1 である。最大磁場強度は 0.82 T であり, 高エネルギー強度に優れた設計である。

アンジュレータは蓄積リングの直線部分に挿入設置される。アンジュレータは磁石を磁性を交換して直線的に並べた構造を有し, アンジュレータに入射した電子は磁界周期に応じ蛇行する。この蛇行のたびに放射光が発生し, これらがコヒーレントに足し合わされることで高輝度の放射光が得られる。なお, 本ビー

ムラインで用いるハイブリット型では、永久磁石と磁極を用いることにより、より強い磁場強度を得ることが可能である。

(b) 光学系

本計測で用いたセットアップでは、光学系としては二結晶分光器のみを備える。二結晶分光器は第一結晶と第二結晶の二つの結晶により構成される。アンジュレータにより発生した白色放射光は第一結晶に導かれ、所望の波長の準単色放射光が取り出される。X 線波長は第一結晶の Bragg 角度を変化させることで調整されるから、第一結晶に反射された放射光の経路は一樣ではない。そこで、第一結晶からの反射ビームを第二結晶によって再び反射することで、第一結晶への入射ビームと第二結晶からの出射ビームを常に平行に保つ。本ビームラインで用いる二結晶分光器では、第一結晶として Si 111 か Si 511 のいずれかを選択する。第二結晶は Si 111 である。

本研究では Si 111-Si 111 の構成でイメージングを行った。分光器の可動範囲により可能な Bragg angle が 3–27°に制限され、Si 111-Si 111 の構成で利用可能なエネルギーは 7.62–37.7 keV である。

(c) 検出器

検出器には可視光変換型 X 線画像検出器を用いた。可視光変換型とは、シンチレータにより X 線を可視光に変換したのち、この光を撮像素子により検出することでデジタル画像信号を得るものを指す。本研究では撮像素子として CCD カメラを用いた。なお、検出器は可動式の台に設置され、試料-検出器間距離は任意の値に設定可能である。試料-検出器間距離は 2.5.2 で述べる屈折コントラスト法や、5.4.1 において述べる位相回復法の適用にも関わるパラメータである。

(d) 試料

一般に疲労き裂は無負荷状態ではほとんど閉じていることから、そのままでは検出が困難であると思われる。そこで、撮像中にき裂を開口させるために、ビームラインの試料台に設置可能である小型の引張载荷冶具を新たに開発し、試験片に引張荷重を付与しながら撮像を行えるようにした[2-4]。

図 2-8 は本機をビームライン内に設置した際の様子を示す。引張载荷冶具はロードセル、アクリルシリンダ (PMMA)、アジャスタからなる。実験者はロードセルの読取值によりアジャスタを操作し、試験片に与える引張荷重を設定する。

また、フレームには高い透過率を有するアクリルを用いており、X線の伝播が阻害されないようにした。

図 2-8 に示される通り、試料台は X-Y ステージと回転ステージからなる。試験片（引張载荷治具）は放射光の伝播方向と試験片軸方向が垂直になるように設置した。図中のデジタルマイクロスコープは X-Y ステージによる試験片位置の調整に用いた。

撮影は試験片（回転ステージ）を所定の角度だけ回転させたのちに静止させ、X線の照射を行う操作を繰り返すことにより行った（Step-and-shoot 法）。これにより試料内部を全方位から X 線が透過し、三次元情報（三次元像）を得る。

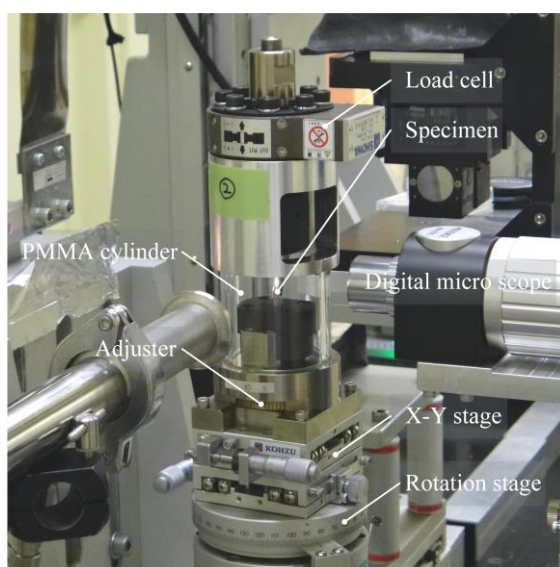


Fig. 2-8 Imaging set-up at BL20XU second hutch.

2.5.2 内部き裂発生・進展観察に関するイメージング条件

第 1 章に示した通り、筆者らはこれまでに複数回にわたり SPring-8 を用いた実験を行ってきたが、2013 年度に行った最初の実験（課題番号：2013A1218, Appendix 1 参照）では、Ti-6Al-4V 内部に発生させた疲労き裂を明瞭に観察するためにイメージング条件の最適化を行った[2-4]。最適化にあたっては明瞭な観察像を得ることに加え、SPring-8 の利用可能時間（ビームタイム）内に可能な限り多数回の観察を行うために、1 度当たりの撮像に必要な時間を短くすることも目標とした。

最適化したイメージング条件を表 2-5 にまとめて示す。

X 線のエネルギーについては図 2-7 に示した観察系で得られる最大値である 37.7 keV とした。

回転ステージは 1 投影ごとに 0.1° ずつ $0-180^\circ$ の範囲で回転させた。1 投影当たりの露光時間は 0.5 s とした。投影数は 1800 であり、1 度の撮像は 15 min 程度と短時間で完了する。

CCD カメラには浜松ホトニクス社製 C4880-41S を 2×2 ビニングモードで用いた。取得画像のピクセル数は幅 2048 pixels $\times$ 高さ 1751 pixels であり、最終ピクセルサイズは $1.45 \mu\text{m}/\text{pixel}$ である。観察視野は幅 3 mm $\times$ 高さ 2.5 mm であり、試験片平行部全体の 83% にあたる平行部中央 $\phi 1.8 \times 2.5 \text{ mm}$ を観察した。

また、内部き裂のような微小な対象を検出するために X 線の屈折を利用する方法（屈折コントラスト法）がある[2-5]。屈折コントラスト法はいわゆる Propagation based phase contrast imaging (PBI) の一種であるが、本手法では密度境界で生じる微小な偏向角の X 線を、試料-検出器間距離を適切な大きさにする（距離を大きくする）ことによって検出し、エッジ強調像を得る。このエッジ強調効果を得ることで、微小な内部き裂を容易に検出することが期待できる。一方、試料-検出器間距離を大きくとりすぎた場合、著しいエッジ強調により本来のき裂形状が損なわれる。そのため、内部き裂を検出するために必要最低限のエッジ強調効果を得るための試料-検出器間距離を決定する必要がある。

そこで、予め内部き裂を発生させた試験片に対し、異なる試料-検出器間距離で放射光 CT を実施することで、内部き裂観察像に与える試料-検出器間距離の影響を調査した。内部き裂を発生させるための疲労試験には図 2-3 に示した疲労試験機を用いた。負荷条件は $\sigma_{\max} = 650 \text{ MPa}$, $R = 0.1$, $f = 170 \text{ Hz}$ とし、 $N = 1.325 \times 10^7$ の繰返し負荷を付与した。イメージング条件については、上記の通り X 線エネルギーを 37.7 keV, 露光時間 0.5 s, 投影数 1800 とした。なお、撮影は 1300 N の引張負荷を与えつつ行った。

図 2-9 (a) – (d) に試料-検出器間距離をそれぞれ 154 mm, 300 mm, 600 mm, 1000 mm とした場合の内部き裂の観察像を示す。同図は荷重軸方向と平行な断面（縦断面）を示し、図中中央の暗い線が内部き裂を表す。これらの観察像を比較すると、試料-検出器間距離が増えるに従い、内部き裂とその周囲が判別しやすい像が得られている。一方、最も本来のき裂形状に近い像を表していると考えられる (a) と比べ、(d) では明らかに形状が異なっている。そこで、内部き裂が十分容易に検出でき、かつ本来の形状が極度に損なわれないようなエッジ強調効果が得られる試料-検出器間距離として、(b) に示した 300 mm を採用した。

また、2.5.1 (d) に示した通り、内部き裂を開口させる目的で撮影は引張負荷を与えつつ行った。そこで、明瞭な内部き裂観察像を得るための引張負荷の大きさを決定するために、図 2-9 に示した内部き裂について、引張負荷を変化させて観察を行った。図 2-10 (a) – (c) に引張負荷をそれぞれ 0 N, 800 N, 1300 N とした場合の内部き裂観察を示す。これらを比較すると、引張負荷の増加（あるい

はき裂の開口)とともに, 内部き裂が判別しやすい像が得られた. 特に, (c) 1300 N では明瞭な観察像が得られている. この結果から, 撮影時に与える引張負荷を 1300 N と決定した.

再構成には重畳積分逆投影法[2-6]を用い, また, 再構成像の解析には汎用画像解析ソフト **Image J** を用いた[2-7]. 再構成像の解析の概念図を図 2-11 に示す. 試験片軸方向と垂直な向きに放射光を照射して投影データを取得した場合, 再構成により (a) のように軸方向と垂直な断面 (横断面) が高さ方向のピクセル数に応じた枚数分得られる. また, (b) のように, これらの断面を高さ方向に仮想的に積重ねることで, 測定範囲を体積として表現できる. さらに, (c) のように, この体積を軸方向と平行に再切断すれば, 軸方向に平行な断面 (縦断面) を取得できる. なお, この切断は任意の方向に沿って行うことができるが, き裂は基本的には荷重軸と垂直な方向に進展することから, 本研究ではき裂形状の観察には (c) のようにして得た縦断面を用いた.

Table 2-5 Imaging conditions for internal crack initiation and growth tests.

X-ray energy	Step angle	Exposure time	Projection number	Sample-detector distance	Pixel size	Tensile loading
37.7 keV	0.1°	0.5 s	1800	300 mm	1.45 μm	1300 N

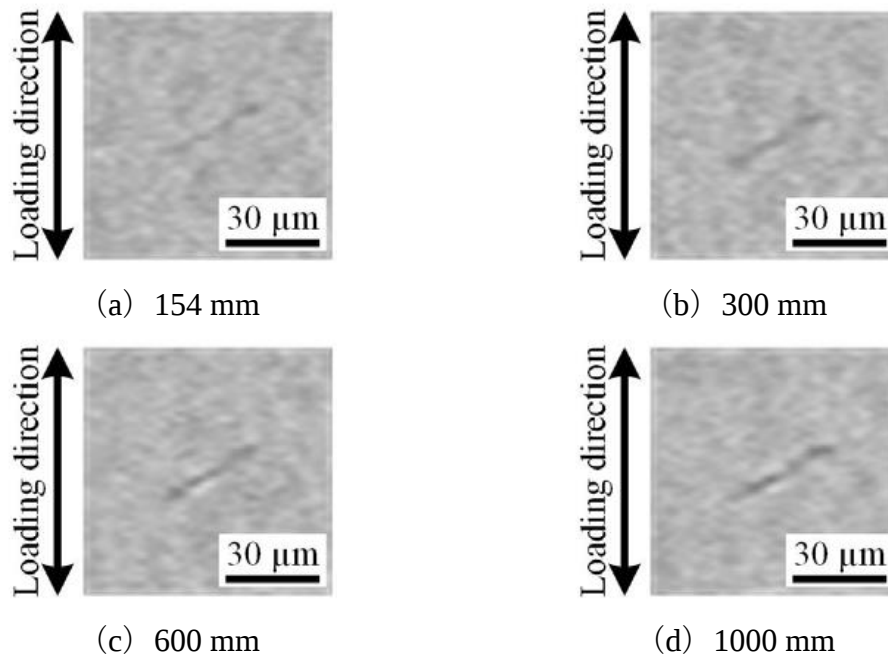


Fig. 2-9 Observation images of the internal crack with different sample-diameter distances.

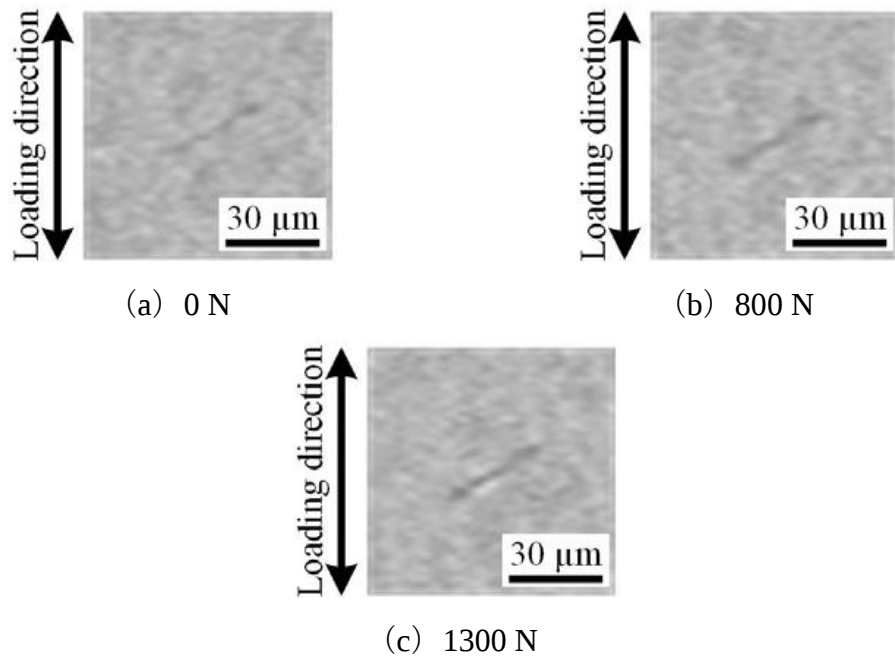


Fig. 2-10 Observation images of the internal crack with different tensile loadings.

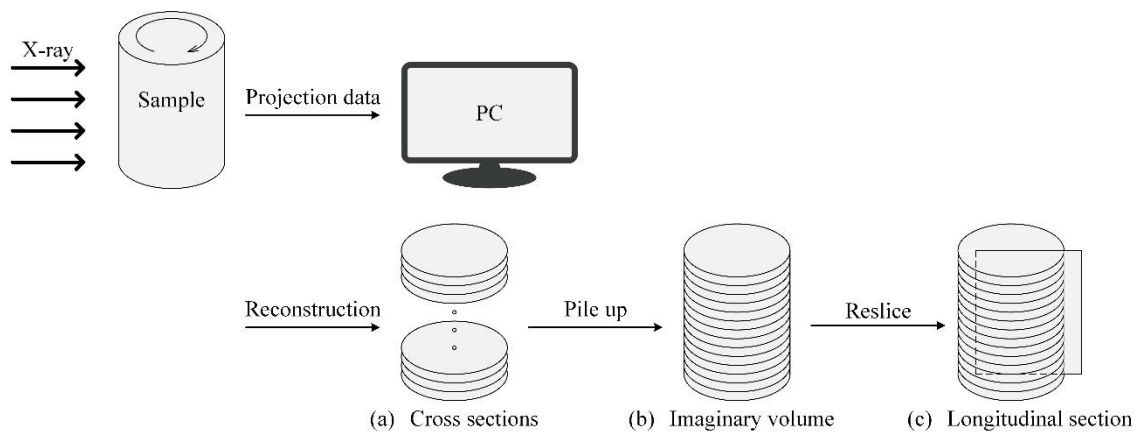


Fig. 2-11 Schematic of 3D-CT analysis.

2.6 2 章のまとめ

本章では供試材として用いた ($\alpha+\beta$) チタン合金 Ti-6Al-4V の諸性質と、第 3 章で示す「内部き裂発生・進展観察」に用いた試験片の概要を示した。また、同実験における疲労試験条件およびイメージング条件について説明した。本章で検討した主な内容を以下に示す。

1. 本研究で用いる観察系の構成で得られる最大の X 線エネルギー 37.7 keV に おいて内部き裂の検出に最低限必要な X 線透過量が得られるような試験片として、観察部直径が 1.8 mm と小型な試験片を設計した。
2. 上記の小型試験片に対し、SPRING-8 の占有時間内に多数回、安定して繰返し負荷を与えられるような試験機を新たに開発した。本機を用いることで、試験周波数 400 Hz のもと疲労試験を実施することができる。
3. 放射光 CT の最中に内部き裂を開口させるために、ビームライン内の試料台に設置することが可能な小型の引張载荷冶具を新たに開発した。
4. 内部き裂を検出するためのイメージング条件を最適化した。内部き裂を容易に検出するための工夫として、屈折 X 線を利用してエッジ強調効果を得る屈折コントラスト法の適用と、上記 3 の小型引張载荷冶具による引張負荷の付与を行ったが、これらに関わるパラメータである試料-検出器間距離と引張負荷のそれぞれが内部き裂観察像に与える影響を検討した。

〈2 章の参考文献〉

- [2-1] Oguma H, Nakamura T. The effect of microstructure on very high cycle fatigue properties in Ti-6Al-4V. *Scr Mater* 2010;63:32-4.
- [2-2] 初山広明. 放射光 μ CT 用小型試験片に対応した高応答油圧サーボ疲労試験機の開発. 2013 年度北海道大学機械知能工学科卒業論文.
- [2-3] Uesugi K, Takeuchi A, Suzuki Y. High-definition high-throughput microtomography at SPring-8. *J Phys Conf Ser* 2009:186.
- [2-4] Nakamura T, Yoshinaka F, Nakayama S, Oguma H, Shiozawa D, Nakai Y, et al. Detection of small internal fatigue cracks in Ti-6Al-4V by using synchrotron radiation μ CT imaging. *Mech Eng Lett* 2016;2:16-00233.
- [2-5] Sera T, Uesugi K, Yagi N. Refraction-enhanced tomography of mouse and rabbit lungs. *Med Phys* 2005;32:2787-92.
- [2-6] Uesugi K, Hoshino M, Takeuchi A, Suzuki Y, Yagi N, Nakano T. Development of fast (sub-minute) micro-tomography. In: Siu KKW, editor. *Proceedings of the 6th international AIP conference on medical applications of synchrotron radiation*, vol. 1226. Melbourne: AIP Publishing; 2010. p. 47-50.
- [2-7] Schneider CA, Rasband WS, Eliceiri KW. NIH Image to ImageJ: 25 years of image analysis. *Nat Methods* 2012;9:671-5.

第 3 章

内部き裂発生・進展観察結果

3.1 本章の概要

本章では，はじめに内部き裂発生に関する観察結果として，検査体積内に多数発生した疲労き裂の発生寿命，発生箇所の分布をき裂観察像の一例とともに示す．次に，内部き裂進展に関する観察結果として，早期に発生したき裂と比較的遅れて発生したき裂について，各繰返し数におけるき裂観察像を示すとともに，き裂長さの計測結果とき裂進展速度の計測結果を示す．

3.2 内部き裂発生に関する観察結果

放射光 CT は繰返し数 $N = 0, 5.0 \times 10^5, 2.0 \times 10^6, 3.0 \times 10^6, 4.0 \times 10^6, 4.5 \times 10^6, 5.0 \times 10^6, 6.0 \times 10^6, 8.0 \times 10^6, 1.0 \times 10^7, 1.2 \times 10^7, 1.4 \times 10^7, 1.6 \times 10^7, 1.8 \times 10^7$ において行った。なお、 $N = 1.8 \times 10^7$ の観察の時点でビームライン占有時間に達し、これまでに試験片は破断に至らなかった。

ここで、1.3 で述べた通り、高強度鋼などに見られる介在物周りの応力集中によりき裂が発生・進展する疲労破壊形態に対し、本供試材のようなチタン合金では結晶粒内におけるすべりを契機としてき裂が生じる[3-1]。そのため、疲労き裂の発生過程と進展過程を明瞭に区別することは困難であるが、本研究ではファセットの形成過程までをき裂発生過程、それ以降をき裂進展過程と定義して議論する。また、本研究ではき裂発生が確認された際の繰返し数をき裂発生寿命と呼ぶ。

図 3-1 に負荷繰返し数 N とそれまでに発生が確認されたき裂の個数の関係を示す。同図の通り、本研究では $N = 5.0 \times 10^6$ において初めて内部き裂が検出され、この時、3 つの内部き裂の発生が確認された。図 3-2 (a) – (c) にこれらの内部き裂の観察像を示す。同図ではこれらのき裂を C-1, C-2, C-3 と呼んでいるが、き裂の名称については後述する規則に従った。同図は荷重軸方向と平行な仮想断面（縦断面）を示しており、図中中央付近の暗い線状の像が内部き裂である。C-1–3 を比較すると、同じ観察回において発生が確認されたにもかかわらず、き裂寸法はそれぞれ異なっていた。

図 3-1 に示すように、後続の繰返し負荷を与えることで新たなき裂が多数発生し、観察を打切った $N = 1.8 \times 10^7$ までに合計 28 個のき裂が発生した。

以上のように、超高サイクル疲労を生じるような低応力であっても、試験片内では多数の疲労き裂が発生し、さらに、き裂の発生寿命は大きなばらつきを有することが明らかとなった。

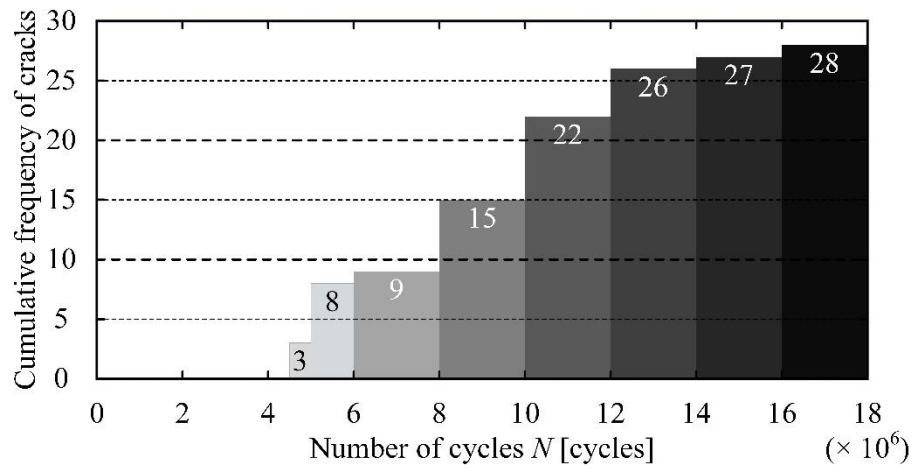


Fig. 3-1 Relationship between the number of cycles and the number of cracks.

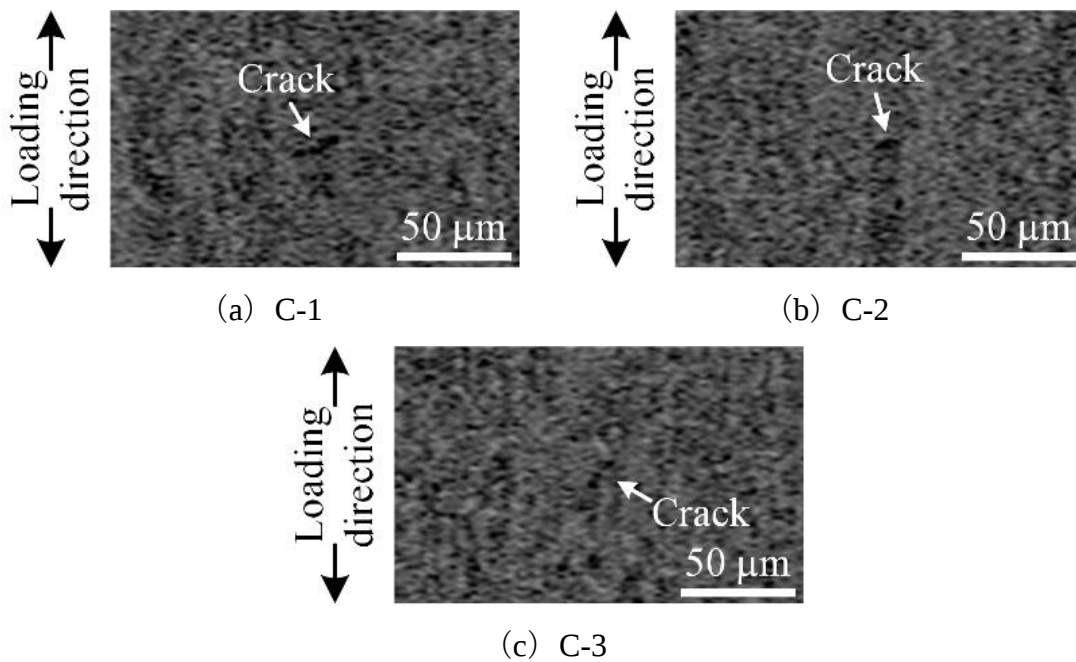


Fig. 3-2 Longitudinal sections of the cracks at $N = 5.0 \times 10^6$.

図 3-3 に検査体積内におけるき裂発生箇所の空間分布を示す．同図 (a) および (b) はそれぞれき裂発生箇所の荷重軸方向及び荷重軸垂直方向への投影図を示す．プロットの濃淡は図 3-1 に対応し，濃色はき裂発生寿命が大きいものを示す．また，プロット内の数字はき裂の発生順を表し，発生寿命が同一のき裂が複数存在する場合には， $N = 1.8 \times 10^7$ におけるき裂長さが大きい順に付した．本研究では，き裂をこれらの数字を用いて，C-1, C-2, C-3 のように呼ぶ．なお，図 3-2 においてもこの名称法が用いられている．本観察ではほとんどのき裂が材料

内部を起点として発生したが、C-12 についてのみ材料表面を起点として発生した。図 3-3 ではこのき裂に*を付して示した。

図 3-3 の通り、き裂は観察範囲全域で発生しており、特定の箇所に集中する傾向は見られなかった。また、例えば、C-16 と C-17 はいずれも $N = 1.2 \times 10^7$ で互いに近い位置において発生したのに対し、同様に比較的近い位置に発生した、C-4 と C-25、あるいは C-9 と C-23 では発生寿命が大きく異なるなど、き裂発生寿命と発生箇所間に有意な関係は見出されなかった。なお、材料表面から発生したき裂である C-12 の発生寿命は $N = 1.0 \times 10^7$ であり、他の内部き裂との発生寿命の差はなかった。

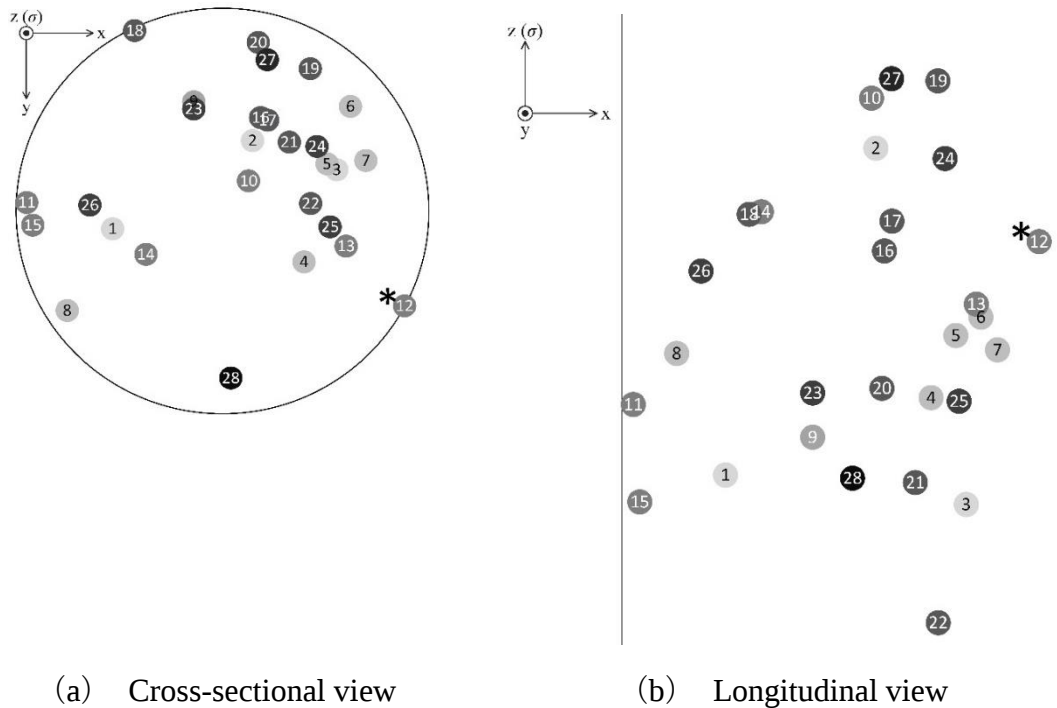


Fig. 3-3 Spatial distribution of the cracks.

ここで、図 3-3 の通り、観察範囲内では多数の内部き裂の発生が確認されたのに対し、表面き裂については1つしか発生していなかった。このことから、低応力・長寿命域（超高サイクル域）において内部破壊が主要な破壊モードとなる理由としては、低応力では表面き裂の発生がほとんど生じなくなるためであると考えられる。言い換えれば、本材料に関する低・高サイクル疲労における表面破壊から超高サイクル域における内部破壊への破壊モードの遷移については、発生したき裂の停留（き裂が進展しなくなる現象）によるものではない可能性がある。この点については 4.2 においても議論する。

3.3 内部き裂進展に関する観察結果

本節では内部き裂進展の観察結果について述べる．ここでは，き裂発生寿命と進展挙動の関係に着目して，発生寿命が短いき裂と，比較的長いき裂を対象としてそれらの観察を行った結果を示す．

はじめに，最も早期に発生したき裂として， $N = 5.0 \times 10^6$ に発生が確認された C-1, C-2, C-3 の観察結果を示す．図 3-4-3-6 は各繰返し数における C-1-3 の縦断面内における観察像である．なお，(a) $N = 5.0 \times 10^6$ における観察像は図 3-2 に示されるものと同一のものである．これら 3 つのき裂の内，C-1 では顕著な進展が見られた．これに対し，C-2 および C-3 は発生後 $N = 1.6 \times 10^7$ 程度までの範囲ではほとんど進展が見られなかった．以上のように，早期に発生したにもかかわらず，発生後あまり進展しないき裂も見られた．

次に，比較的き裂発生寿命が長かったき裂として， $N = 1.2 \times 10^7$ で発生が確認された C-16 と， $N = 1.6 \times 10^7$ で発生が確認された C-27 の観察結果を示す．図 3-7, 3-8 は各繰返し数における C-16 と C-27 の観察像である．同図の通り，いずれのき裂も発生が遅かったにもかかわらず顕著な進展が見られた．特に C-16 は最後に観察を行った $N = 1.8 \times 10^7$ におけるき裂長さが，発生が確認されたすべてのき裂の中で最大となった．

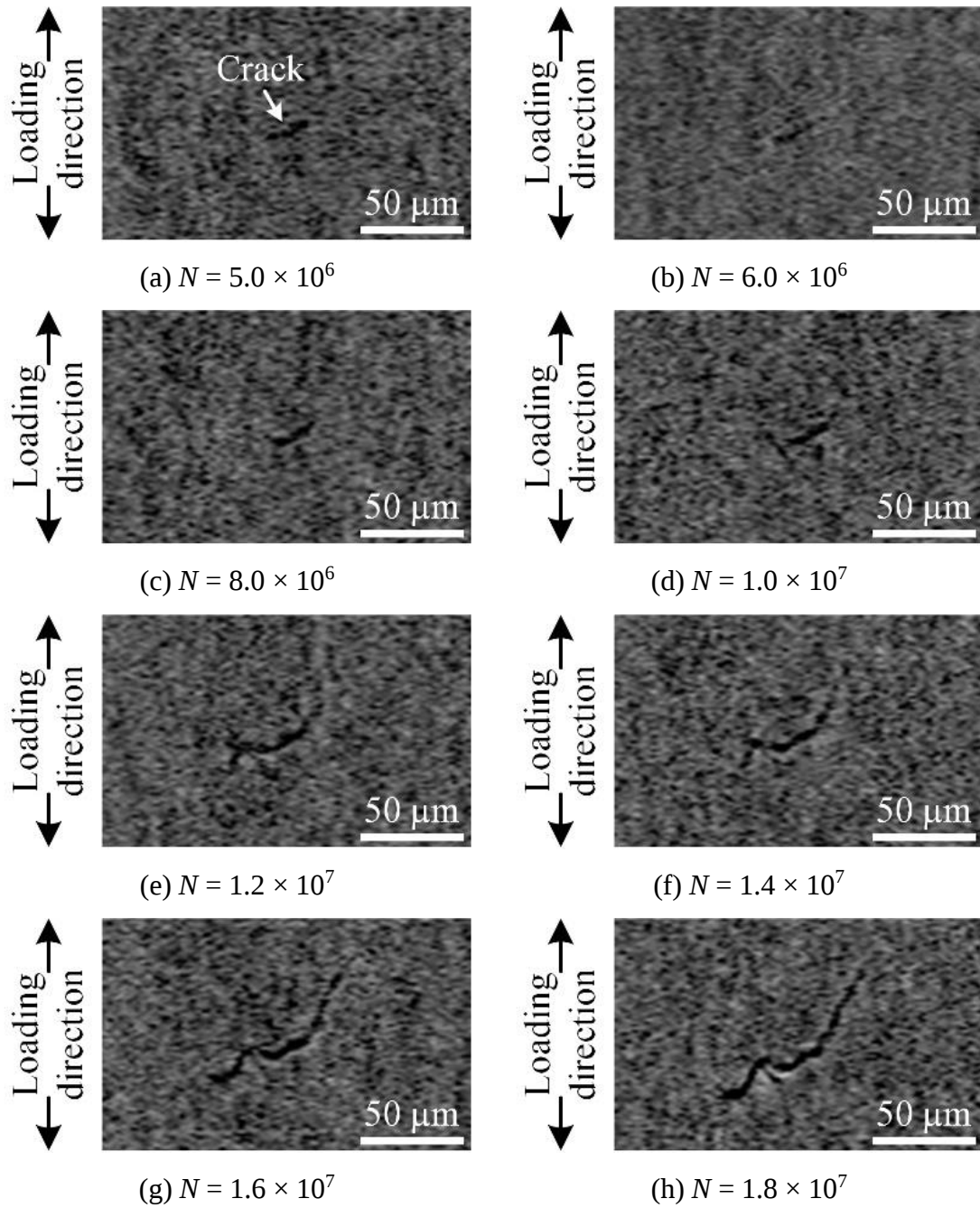


Fig. 3-4 Internal crack propagation processes of C-1.

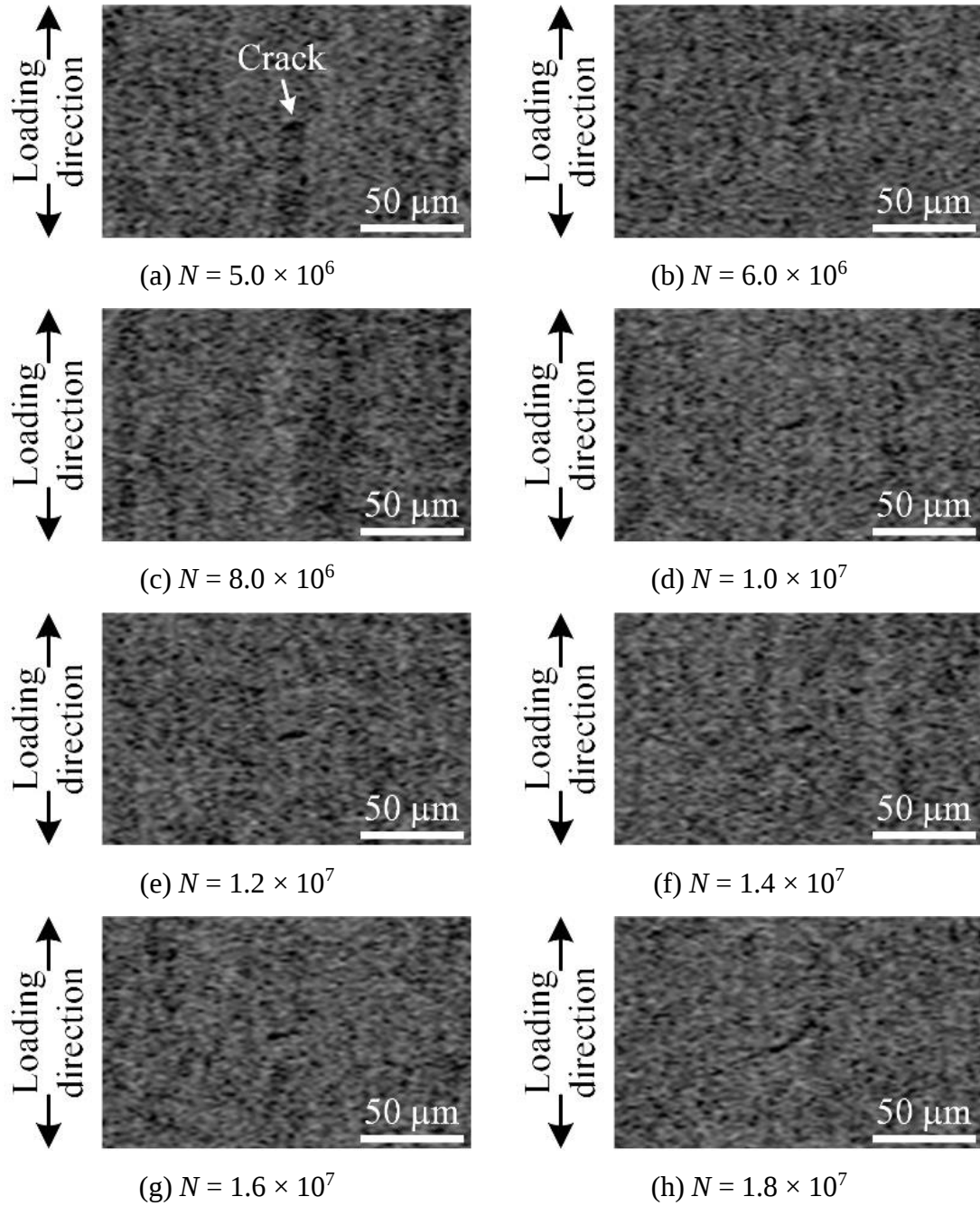


Fig. 3-5 Internal crack propagation processes of C-2.

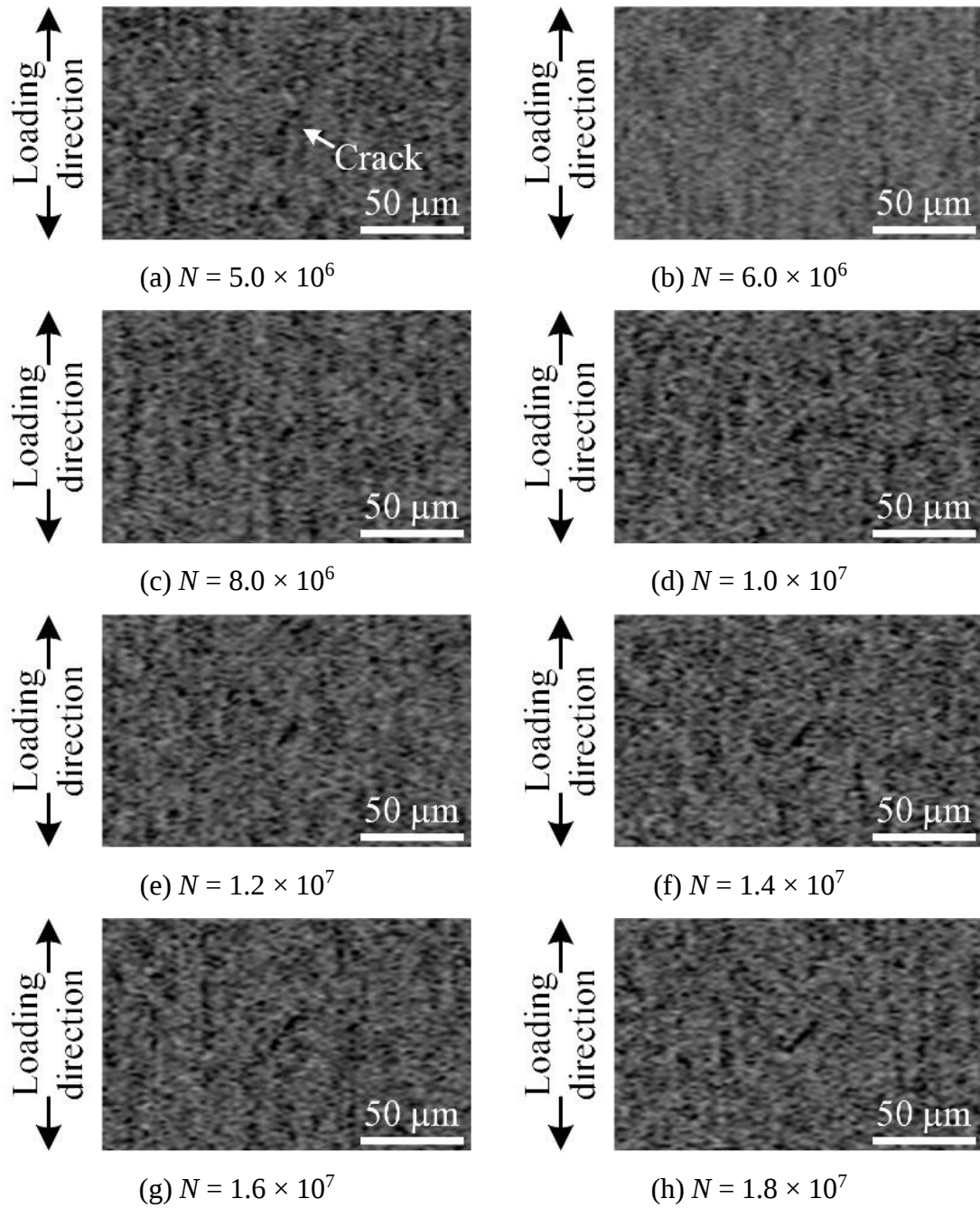


Fig. 3-6 Internal crack propagation processes of C-3.

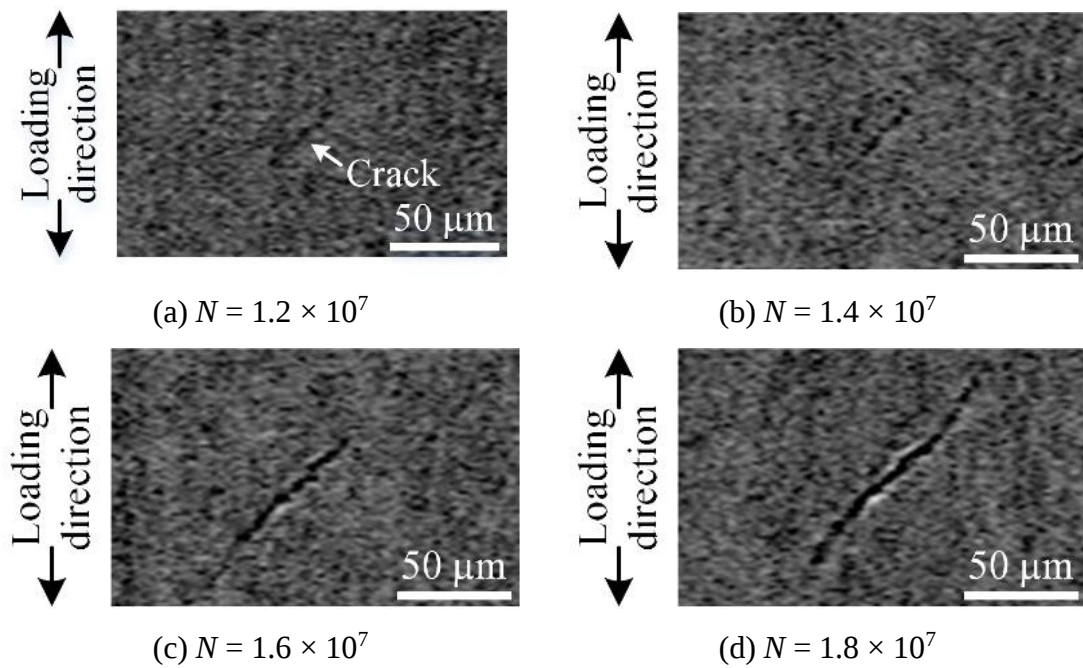


Fig. 3-7 Internal crack propagation processes of C-16.

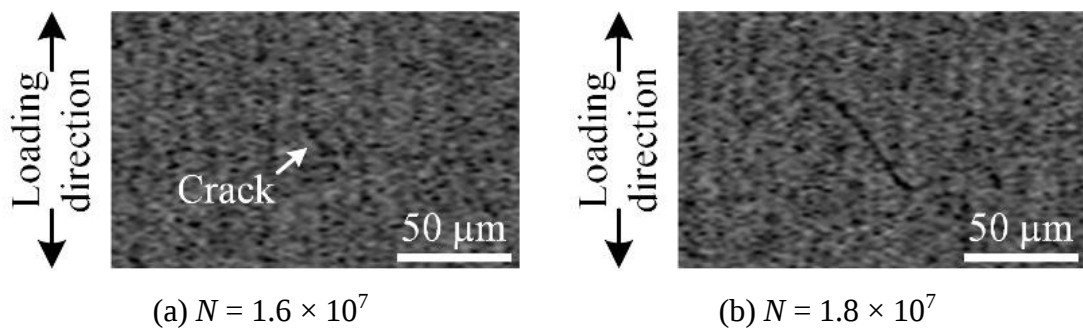


Fig. 3-8 Internal crack propagation processes of C-27.

以上のようなき裂進展挙動の違いを詳しく議論するために、各撮影回におけるき裂長さ $2a$ を測定した。本研究ではき裂長さ $2a$ を荷重軸と垂直な面に対する投影長さとして定義し、荷重軸と平行な仮想断面（縦断面）上で測定した。ここで、き裂は必ずしも一様に進展せず、き裂形状は三次元的な形状を有する。そのため、縦断面の取得箇所によってき裂長さの計測値は変化し得るが、本研究では観察を打切った $N = 1.8 \times 10^7$ におけるき裂長さ $2a$ が最大となる位置を縦断面の取得箇所とした。

図 3-9 に図 3-4-3-8 に示した 5 つのき裂についてき裂長さ $2a$ と繰返し数 N の関係をまとめて示す。図中の▲, ▲, △, ▼, ▽はそれぞれ C-1, C-2, C-3, C-16, C-27 の結果を示す。同図に示される通り、早期に発生したにもかかわらずその後ほとんど進展しないき裂がある一方、比較的き裂発生までに多くの繰返

し数を要しつつも、発生後急速に進展したき裂も見られた．このことはき裂発生寿命と、その後の進展挙動とは必ずしも直接的には関係がないことを示している．

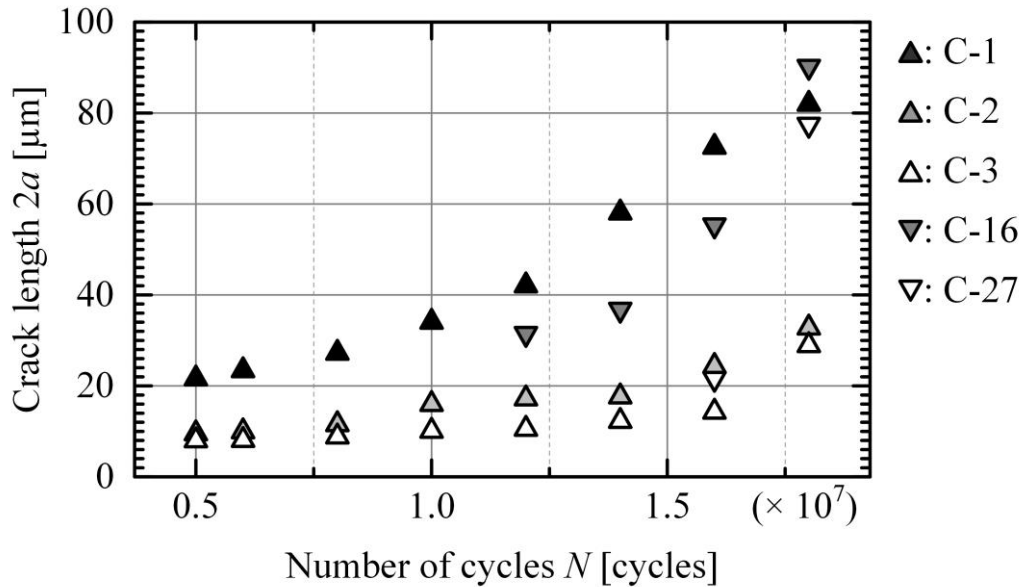


Fig. 3-9 Relationship between crack length $2a$ and number of cycles N .

図 3-9 の結果よりき裂進展速度 da/dN を算出し、応力拡大係数範囲 ΔK による整理を行った． da/dN は各測定点間におけるき裂進展量 Δa （き裂長さ $2a$ の増加量の半分）を繰返し数増分 ΔN により除すことで計算し、 ΔN の間における平均き裂進展速度として求めた． ΔK の計算には Murakami による式 3-1 を用いた[3-2]．

$$\Delta K = 0.50 \Delta \sigma \sqrt{\pi \sqrt{area}} \quad (3-1)$$

$\Delta \sigma$ は負荷サイクル中の最大応力 $\sigma_{\max}$ と最小応力 $\sigma_{\min}$ の差を表し、 $area$ はき裂面の荷重軸方向に対する投影面積である． $area$ は、き裂が存在する横断面すべて（き裂は荷重軸方向に沿って複数のスライスにまたがって存在する）を荷重軸方向に投影することにより、き裂面の横断面投影像を作成し、同図上で Image J により計測した．

図 3-10 に図 3-4-3-8 に示した内部き裂に関する da/dN - ΔK 関係を示す．同図では、各プロットに対応する ΔK の値として各測定点間の平均値を用いている．図中のシンボルは図 3-9 と同様のものを用いており、 $\blacktriangle$ 、 $\triangle$ 、 ∇ はそれぞれ

れ C-1, C-2, C-3, C-16, C-27 の結果を示す。

なお、本研究では $N = 1.8 \times 10^7$ までに $2a = 100 \mu\text{m}$ 以下までの結果しか得られなかった。そこで、同図に筆者らが過去の研究により取得した $160 \mu\text{m}$ 以上の内部き裂の結果 ($\square$, $\diamond$) を併せて示す[3-3]。なお、この観察における疲労試験条件・イメージング条件は第 2 章に示したものと同様である。このき裂は材料内部で発生・進展した後 (図 3-10 の $\square$)、試験片表面に到達後に表面き裂として進展し (同 $\diamond$) 破断を生じた ($N_f = 1.96 \times 10^7$)。

図 3-10 に示される通り、内部き裂の進展速度は ΔK に依らず 10^{-10} m/cycle 以下と極めて小さかった。ここで、疲労き裂はき裂先端前方の原子結合を分離しつつ進展するため、き裂進展量の最小単位は原子間距離程度 ($\sim 10^{-10} \text{ m/cycle}$) となる。そのため、内部き裂の (平均) 進展速度が 10^{-10} m/cycle 以下になったことはき裂が停止を伴い不連続に進展したことを示している。

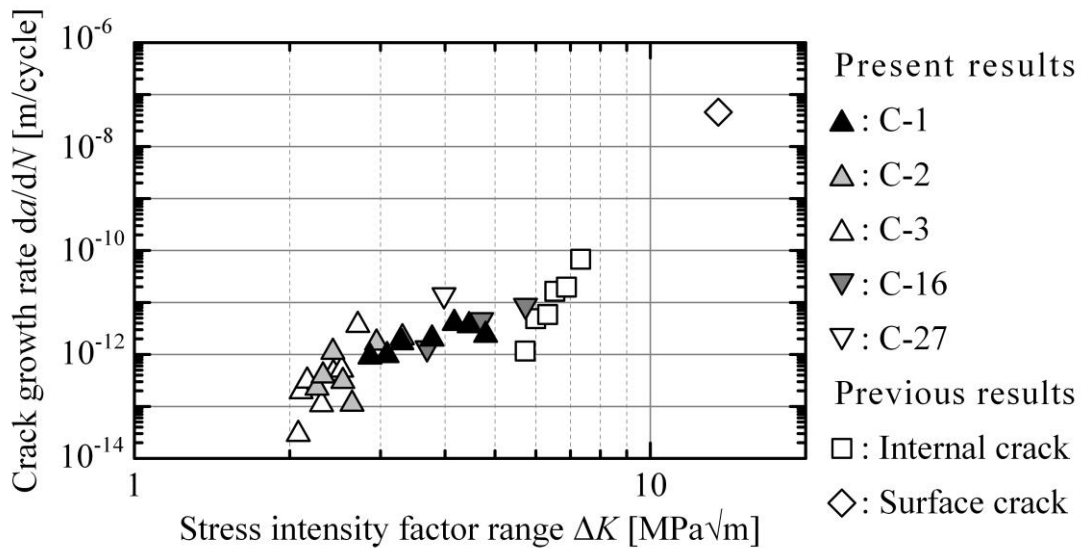


Fig. 3-10 Relationship between crack growth rate da/dN and stress intensity factor range ΔK .

3.4 3章のまとめ

本章では放射光 CT により Ti-6Al-4V の内部破壊過程の非破壊イメージングを行った結果について示した。観察結果から内部き裂発生寿命と進展速度を取得した。得られた結果を以下に示す。

1. 繰返し数が $N = 5.0 \times 10^6$ において初めて内部き裂の発生が確認され、この時 3 つのき裂が検出された。最後に観察を行った $N = 1.8 \times 10^7$ までの間に合計 28 個のき裂が発生した。このように、超高サイクル疲労を生じるような低応力条件下においても、試験片内には多数の疲労き裂が発生することが明らかとなった。
2. 観察範囲内では多数の内部き裂の発生が確認されたのに対し、表面き裂については 1 つしか発生していなかった。このことから、低応力・長寿命域（超高サイクル域）において内部破壊が主要な破壊モードとなる理由としては、低応力では表面き裂の発生がほとんど生じなくなるためであると考えられる。
3. き裂発生寿命はき裂ごとにそれぞれ異なっており、大きなばらつきを有していた。一方、き裂発生寿命と発生箇所との間には有意な関係は認められなかった。
4. 早期に発生したものの、発生後ほとんど進展しないき裂がある一方、比較的発生寿命は長いものの、発生後急速に進展したき裂があるなど、き裂発生寿命とその後の進展挙動に直接の関係は見られなかった。
5. 内部き裂の進展速度は ΔK 全域で 10^{-10} m/cycle 以下であり、極めて低速で進展した。

本章に示した超高サイクル疲労における内部破壊過程の直接観察は、放射光 CT の適用により可能となったものである。これにより、疲労寿命予測の観点から極めて重要なデータであるにもかかわらず今まで取得されてこなかった内部き裂の発生寿命や、き裂発生直後の結晶粒寸法程度の微小な内部き裂についてその進展速度を取得した。

なお、本研究においては単一の応力条件においてのみ実験を行ったが、異なる応力条件について図 3-1 のようなき裂発生寿命分布を取得すること、すなわちき裂発生寿命が最大応力や応力比とどのような関係があるのかを調べることは今後の重要な検討課題である。これにより、種々の応力条件についてき裂発生寿命の変化傾向が得られれば、実験を行うことなく超高サイクル疲労に関して内部き裂発生寿命の推定が可能となる。一般にき裂発生寿命のばらつきは最終的な

疲労寿命に大きく寄与すると考えられており、上述の取組みを発展させることで、産業分野への波及効果が期待される。

〈3 章の参考文献〉

- [3-1] Chai G. The formation of subsurface non-defect fatigue crack origins. *Int J Fatigue* 2006;28:1533–9.
- [3-2] Murakami Y, Kodama S, Konuma S. Quantitative evaluation of effects of nonmetallic inclusions on fatigue strength of high strength steels. I: basic fatigue mechanism and evaluation of correlation between the fatigue fracture stress and the size and location of non-metallic inclusions. *Int J Fatigue* 1989;11:291–8.
- [3-3] Yoshinaka F, Nakamura T, Nakayama S, Shiozawa D, Nakai Y, Uesugi K. Non-destructive observation of internal fatigue crack growth in Ti-6Al-4V by using synchrotron radiation μ CT imaging. *Int J Fatigue* 2016;93:397–405.

第4章

内部き裂発生寿命・ 進展速度に関する検討

4.1 本章の概要

本章では、第3章で示した内部き裂発生・進展観察に対し検討を加える。

本研究で用いる Ti-6Al-4V では、 α 相においてファセットと呼ばれる結晶学的な平坦面の形成を契機として疲労き裂が発生・進展する。そこで本章では、このファセットに着目した検討を行った。はじめに、起点ファセットの寸法と、第3章において取得したき裂発生寿命および発生直後の進展速度との関係を調べた。次に、ファセットの形成過程そのものについて検討を行う目的で、ファセット形成がどのような速度で進行する現象であるかを概算した。

また、内部き裂が極めて低速で進展したという観察結果に対して、内部き裂周囲環境の影響に着目した検討を行った。ここでは、内部き裂が大気から遮断された一種の真空環境中を進展するという考えに基づき、内部き裂進展過程を真空環境の影響から明らかにすることを目指した。そのために、種々の真空圧力において表面き裂進展試験を実施し、それらの結果を内部き裂の結果と比較した。

4.2 起点ファセット寸法とき裂発生寿命・進展速度の関係

4.2.1 き裂発生寿命に関する検討

3.2 で述べた通り，内部き裂の発生寿命は大きなばらつきを有していたが，疲労寿命のばらつきを評価する上で，内部き裂の発生寿命のばらつきについて検討を加えることは重要である。

ここで，一般の疲労寿命推定では，対象に含まれる欠陥寸法やき裂寸法の最大値を危険側として想定することが多い．一方，1.3 で述べた通り，本供試材では α 相におけるファセット形成を契機としてき裂が発生・進展する．そこで，ここでは起点となるファセット（起点ファセット）の寸法と発生寿命との間の関係を調査した．そのために，発生が確認された際のき裂長さを初期き裂長さ $2a_{ini}$ と定義し，すべてのき裂についてこれを計測した．ここで，本観察では初めてき裂発生が確認された $N = 5.0 \times 10^6$ 以降では，イメージングを 1.0×10^6 あるいは 2×10^6 cycles 毎に行っており，き裂発生が確認された時点の観察像は，正確には発生直後（ファセット形成完了直後）の像を表してはいない．一方，3.3 で示した通り，内部き裂の進展速度は極めて小さく，ファセット形成完了後，次のイメージングが行われるまでの間のき裂進展量はわずかであると考えられる．そこで，ここでは初期き裂長さ $2a_{ini}$ が起点ファセット寸法とほぼ等しいと考え，これとき裂発生寿命の間にどのような関係があるかを検討した．

図 4-1 に初期き裂長さ $2a_{ini}$ とき裂発生寿命 N_i の関係を示す．図中の桃色の丸印（●）が計測結果を示し，同色の一点鎖線は $2a_{ini}$ の平均値を示す．同図の通り， $2a_{ini}$ にはばらつきが見られ，平均粒径 $10 \mu\text{m}$ よりも小さいき裂が存在する一方， $30 \mu\text{m}$ 以上のき裂も見られた． $2a_{ini}$ の平均値は $16.4 \mu\text{m}$ であり，平均粒径よりも大きかった．

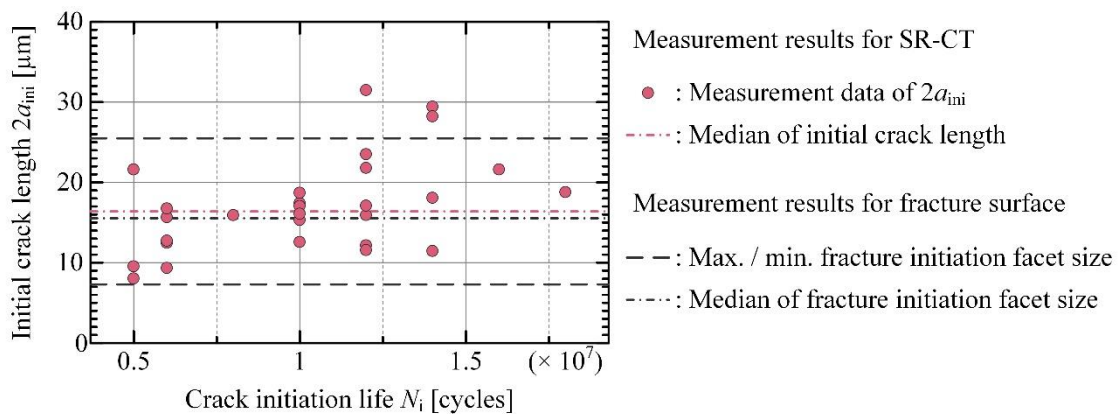


Fig. 4-1 Relationship between initial crack length $2a_{ini}$ and crack initiation life N_i .

図 4-1 より、 $2a_{ini}$ と発生寿命の間には有意な関係は認められなかった。このことから、起点ファセットの大きさはき裂発生寿命のばらつきとは直接的には関係ないと考えられる。チタン合金における起点ファセットについて方位解析を行った研究では、ファセットは底面すべりに対する Schmid 因子が大きい α 相において形成されることが報告されている[4-1]。そのため、き裂発生寿命のばらつきに関しては α 相の寸法よりも結晶学的な影響が大きいことが推察される。また、Pilchak らは、表面き裂について実際にファセットを形成する α 相と、それと隣接する結晶粒との間の結晶粒界を介する転位運動によるファセット形成モデルを提案している[4-2]。このことも踏まえれば、き裂発生寿命のばらつきについては、実際にファセットを形成する α 相およびそれに隣接する結晶粒までを含めたクラスタとしての結晶学的特性が関与すると考えられる。

以上のように、内部き裂の発生寿命とファセット寸法の間には有意な関係は見出されなかった。しかし、試験片内に多数発生するき裂のうち、どれが主き裂となるのかについては、ファセット寸法が決定因子となっている可能性がある。ここで、本研究では単一試験片中に多数の内部き裂の発生が確認されたが、本研究の範囲ではビームライン使用可能時間の都合上、試験片が破断するまでの観察を行うことができず、どのき裂が主き裂となるのかは明らかではない。一方、Oguma は過去に本研究と同じ供試材を対象として行った研究において、多数の試験片に対し疲労試験を実施し、それらの疲労破面を取得している[4-3]。そこで、これらの破面を対象に破壊起点となったファセットの寸法（主き裂の起点ファセット寸法：以下では、CT 像より計測した起点ファセット寸法（ $\approx 2a_{ini}$ ）と区別して破壊起点ファセット寸法と呼ぶ）を計測した。計測は 27 の破面に対し行った。

図 4-1 における黒色の破線は破面観察により得られた破壊起点ファセット寸法の最大値および最小値を示し、同色の一点鎖線は平均値を示す。この計測により得られた破壊起点ファセット寸法は 7.3–25.5 μm の範囲でばらつきが見られ、平均値は 15.6 μm と、 $2a_{ini}$ の平均値と同程度であり、平均粒径よりも大きかった。このように、破壊起点ファセット寸法の計測結果には、CT イメージングにより得られた $2a_{ini}$ の計測結果と同様の傾向（寸法値には大きなばらつきが見られ、平均値は平均粒径よりも大きい）が見られた。このことから、主き裂とそれ以外のき裂の間でファセット寸法に有意な差はないと考えられる。つまり、上記の結果からは、「実際の材料内で多数発生する内部き裂のうち、どのき裂が主き裂になるか」は、ファセット寸法のみでは判断できないと考えられる。

以上のように、起点ファセット寸法と発生寿命との関係を調べたところ、発生寿命はファセット寸法とは独立して決まるものであることを示す結果が得られた。この結果に基づけば、一般に行われるような起点寸法の最大値をもとにした

疲労寿命推定は本材料の超高サイクル疲労に対しては必ずしも合理的ではないと考えられ、また、内部き裂の発生を抑制するという観点においても、結晶粒径の制御は有効な手段ではない可能性がある。上述した通り、結晶粒あるいは複数の結晶粒からなるクラスタの結晶学的特性が内部き裂発生寿命の決定因子として考えられるが、この点については今後の重要な検討課題である。

4.2.2 き裂進展速度に関する検討

本項ではき裂進展速度と起点ファセット寸法の関係について述べる。図 3-10 に示した通り、き裂ごとに発生直後の進展速度は 10^{-14} – 10^{-11} m/cycle の範囲で大きく異なっていた。さらに、前述した通り初期き裂長さ $2a_{ini}$ もき裂ごとに異なっていた。そこで、最後に観察を行った $N = 1.8 \times 10^7$ において発生が確認された C-28 を除いたすべてのき裂について、ファセット形成直後の進展速度として、式 4-1 のように、き裂発生が確認された計測回 x (き裂長さ $2a_x = 2a_{ini}$) から、その次の計測回 $x+1$ (き裂長さ $2a_{x+1}$) までの間のき裂進展量 $a_{x+1} - a_{ini}$ を繰返し数増分 $N_{x+1} - N_x$ により除すことで発生直後のき裂進展速度を初期き裂進展速度 $da/dN|_{ini}$ と定義し、これを計測した。この場合、 N_x はき裂発生寿命 N_i である。さらに、 $da/dN|_{ini}$ と $2a_{ini}$ の関係を調べることで、 $da/dN|_{ini}$ がき裂ごとに異なる理由を検討した。

$$\left. \frac{da}{dN} \right|_{ini} = \frac{a_{x+1} - a_{ini}}{N_{x+1} - N_x} \quad (4-1)$$

図 4-2 に初期き裂進展速度 $da/dN|_{ini}$ を初期き裂長さ $2a_{ini}$ に対し整理した結果を示す。 $da/dN|_{ini}$ にはき裂ごとに大きなばらつきが見られたが、初期き裂長さとの間に有意な関係は見られなかった。き裂の駆動力である ΔK はき裂長さに依存することを踏まえると、この結果は、き裂発生直後の進展挙動のばらつきが初期き裂長さが異なることによる ΔK の違いに起因するものではないことを示唆している。ここで、Jha らは $(\alpha+\beta)$ チタン合金について、疲労寿命のばらつきが起点ファセットとその周囲の組織の不均一性のために生じるというモデルを提案している[4-4]。また、チタン合金については、macrozone と呼ばれる、広範囲にわたり隣接する結晶粒同士が同程度の結晶方位を有することで、荷重に対し粗大な単一結晶粒として振舞う領域が存在し得ることが報告されている[4-5]。例えば、すべりを生じやすい方位を有する macrozone が存在していた場合には、この領域においてき裂は容易に進展し、疲労寿命が著しく低下することが指摘されている。以上の報告を踏まえると、本研究において見られたき裂発生直後の進

展挙動のばらつきについても、起点ファセットを含むクラスタとしての結晶学的特徴がき裂ごとにそれぞれ異なっていたために生じたと考えられる。

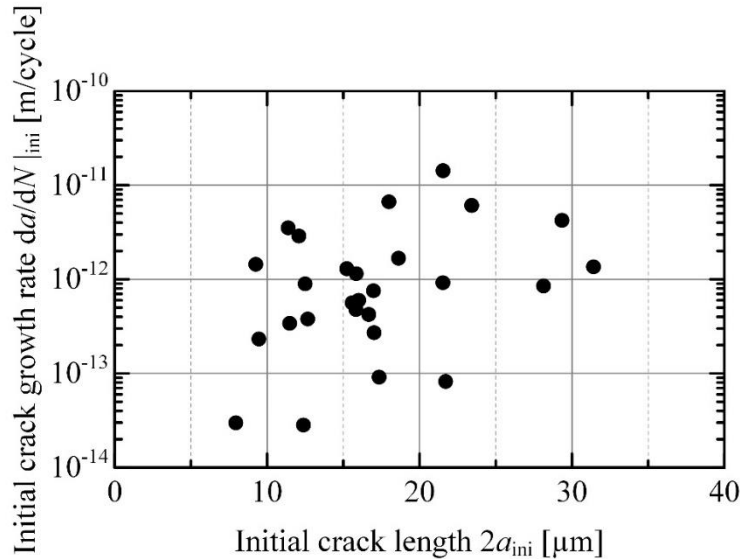


Fig. 4-2 Relationship between the initial crack growth rate $da/dN|_{ini}$ and the initial crack length $2a_{ini}$.

4.2.3 起点ファセットの形成に関する検討

本項では、き裂発生起点であるファセットの形成過程に関して検討する。1.3で述べた通り、表面き裂を対象とした研究では、チタン合金におけるファセットの形成には多数回の繰返し負荷によるすべり変形が関与することが報告されている[4-6]。この場合、ファセット形成過程は本質的にはき裂長さ 0 から開始される一種のき裂進展過程と捉えることができる。そこで、内部破壊（内部き裂）におけるファセット形成過程を調べることを目的として、ファセット形成過程におけるき裂進展速度をファセット形成速度 $da/dN|_f$ と呼び、これを見積もった。前述した通り、本研究では各測定区間には所定の繰返し数増分があるため、き裂発生が確認された際の繰返し数は厳密にはファセット形成が完了した繰返し数とは異なり、実際のファセット形成がいつ始まり、いつ終わったのかは明らかではない。そのため、ここではファセット形成はき裂発生が確認された測定回の直前の測定回における負荷繰返し数より開始し、発生が確認された負荷繰返し数に完了したものと仮定した。この仮定に基づき、ファセット形成速度 $da/dN|_f$ を、式 4-2 の通り、初期き裂長さ $2a_{ini}$ の半分の値をき裂発生が確認された測定回 x とその直前の測定回 $x-1$ における繰返し数の差 $N_x - N_{x-1}$ により除すことで算出した。

$$\left. \frac{da}{dN} \right|_f = \frac{a_{ini}}{N_x - N_{x-1}} \quad (4-2)$$

図 4-3 に、ファセット形成速度をき裂発生寿命に対し整理した結果を示す。同図より、ファセット形成速度は概ね 10^{-12} – 10^{-11} m/cycle 程度であった。ここで、実際のファセット形成は、発生が確認された測定回とその直前の測定回との繰返し数より始まったと考えられる。また、 $N_x - N_{x-1}$ が 5.0×10^6 cycles と小さい 4.5 – 5.0×10^6 cycles の間にも、C-1 のように初期き裂長さ（ $\approx$ ファセット寸法）が $20 \mu\text{m}$ 程度と比較的大きいき裂の発生が確認された。このことは、本研究で設定したいずれの ΔN についても、その間にファセット形成が速やかに完了していた可能性を示している。そのため、ファセット形成は $da/dN|_f$ の計算における仮定よりも短期間で生じていたと考えられ、形成速度はさらに大きい可能性がある。

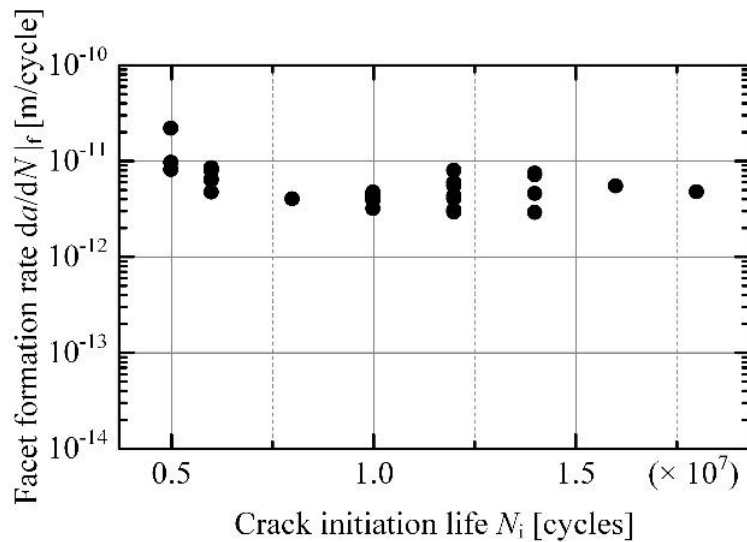


Fig. 4-3 Relationship between facet formation rate $da/dN|_f$ and crack initiation life N_i .

それぞれのき裂についてファセット形成過程をその後の進展過程と比較するために、横軸に図 3-3 で用いたき裂番号をとり、それぞれについてファセット形成速度 $da/dN|_f$ および初期き裂進展速度 $da/dN|_{ini}$ をプロットしたものを図 4-4 に示す。同図よりファセット形成速度（●）と初期き裂進展速度（○）とを比較すると、ファセット形成速度のばらつきは初期き裂進展速度に比べて小さかった。また、ほとんどのき裂についてファセット形成速度は初期き裂進展速度より大きかった。先述した通り、ファセット形成は特に底面すべりを生じやすい結晶粒

において生じることが指摘されている．これに基づく，ファセット形成が生じる α 相内では必然的にき裂進展抵抗が小さいために，急速にファセット形成が進んだと考えられる．一方，C-17, C-19, C-25, C-26, C-27 については，初期き裂進展速度がファセット形成速度と同程度かわずかに大きかった．これらのき裂に関しては，ファセットを形成する α 相とそれに隣接する結晶粒のき裂進展抵抗が同程度であったと考えられる．

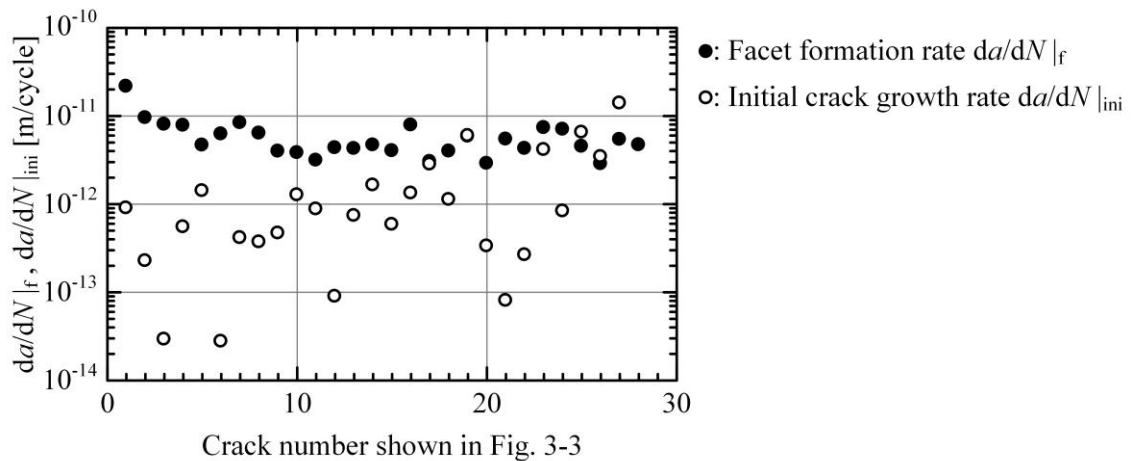


Fig. 4-4 Comparison between facet formation rate $da/dN|_f$ and initial crack growth rate $da/dN|_{ini}$.

以上のように，本節ではファセットに着目して第 3 章で得られたき裂発生寿命と進展速度について検討を加えた．一方，図 3-3 の通り，観察範囲内では多数の内部き裂の発生が確認されたのに対し，表面き裂については 1 つしか発生していなかった．3.2 では，この観察結果に基づき，低応力・長寿命域（超高サイクル域）において内部破壊が主要な破壊モードとなる理由として，低応力では表面き裂の発生がほとんど生じなくなるためであると指摘した．今後，本供試材についても実際に計測を行う必要はあるものの，本節において述べた通り，ファセット形成は結晶学的にすべりを生じやすい α 相とその周囲の結晶粒からなるクラスタにおいて生じたと考えられる．つまり，このようなクラスタの結晶学的特徴に基づく何らかのファセット形成条件（ファセットを形成できるようなすべり変形が生じる条件）があることが予測される．ここで，内部き裂と表面き裂を比べると，試験片内部では試験片表層部と比べて格段に危険体積（あるいは結晶粒の個数）が大きいから，このようなファセット形成条件を満たすクラスタが危険体積内に存在する確率は，内部き裂の方が大きくなる．また，この形成条件についてはすべり運動の駆動力である負荷応力に依存するものと考えられ，高応力ではファセットを形成することのできるクラスタであっても，低応力ではそ

の箇所でファセットが形成されない場合が考えられる。

これらの考えに基づけば、超高サイクル疲労を生じるような低応力ではファセット形成条件を満たすクラスタの存在確率が小さくなり、その結果、元々危険体積の小さい表面き裂はほとんど生じない（＝内部破壊が主要な破壊モードとなる）という説明ができる。つまり、低応力では表面き裂が発生しないことで表面破壊が生じず、内部き裂は発生するものの、進展速度が極めて小さいために超長寿命域において破壊が生じると考えられる。

さらに、発生したき裂が主き裂になり得るかという観点では、クラスタのき裂進展抵抗が小さく、進展が急速に進むようなき裂が主き裂となると考えられるから、そのようなクラスタの存在確率は単にファセットを形成し得るクラスタと比べて更に小さいことが予想される。

なお、高応力において表面き裂が主要な破壊モードとなる理由については、このような応力条件下では少数であっても表面き裂が発生し、同時に内部き裂が発生していたとしても、表面き裂の方がはるかに進展速度が大きいために、結果として表面破壊が生じると説明できる。

4.3 内部き裂進展過程に及ぼすき裂周囲環境の影響

4.3.1 内部き裂周囲環境

図 3-10 に示した通り，内部き裂は極めて低速で進展した．ここでは，内部き裂が極低速で進展する理由について内部き裂周囲環境の影響に着目して検討を行う．

ここで，内部き裂は大気から遮断され酸化や気体の吸着を伴わない一種の真空環境を進展することが指摘されている．この仮定の妥当性を検討するために，筆者らは本論文で行った実験とは独立して，高強度鋼 SNCM439 に対し大気および 2×10^{-6} – 1×10^{-5} Pa の真空における軸荷重疲労試験を実施し，得られた大気中表面破壊，真空中表面破壊，内部破壊の破面について破面観察を実施した[4-7]．さらに，破面形態を定量的に評価するために破面の表面粗さ（算術平均粗さ R_a ）を計測し，応力拡大係数 ΔK に対する R_a の変化傾向を取得した．その結果，大気中表面破壊と比べたときに，真空中表面破壊と内部破壊の疲労破面の破面粗さは小さく，これら 2 つの R_a - ΔK 関係はよく一致することを示した．なお，本研究の詳細については Appendix 2 に示す．

上述した高強度鋼に関する検討が示すように，内部破壊過程には真空環境が関与していると考えられるから，内部き裂進展過程を明らかにする上で，き裂進展に与える真空環境の影響を調べることは有効である．

一方，金属材料における（表面）き裂進展試験の大半は，数 mm 程度の切欠きを加工した板状の試験片を用いて行われる．言い換えれば，通常のき裂進展試験は mm オーダーの長いき裂を対象として行われる．ここで， ΔK はき裂長さとは負荷応力に対し正の依存性を有するから，このような長いき裂に対して ΔK が小さい領域における da/dN を取得するためには，負荷荷重を小さくする必要がある．そのため，上述した一般のき裂進展試験は，き裂進展に伴い負荷荷重を漸減させる試験方法（ ΔK 漸減試験）により行われることが多い．しかし，実際の疲労破壊は結晶粒寸法程度（代表的には数十 μm 程度）のき裂が発生し，き裂長さの増加とともに ΔK が増加する過程である．そのため，破壊過程を真に明らかにするためには結晶粒程度の寸法の微小なき裂について ΔK 漸増試験を実施することが重要である．特に，き裂進展に与える試験環境の影響は，一般に微小き裂領域において顕著であることが知られていることから，内部き裂進展過程を精査するためには（表面）微小き裂進展に与える真空環境の影響を明らかにすることが求められる．

そこで本研究では，真空環境中における表面微小き裂進展試験を実施することで微小き裂進展過程に与える真空環境の影響を明らかにするとともに，内部

き裂進展過程を真空環境の観点から考察した．一方，内部き裂周囲の圧力（真空圧力）を実測することは不可能であるから，正確な内部き裂周囲環境を直接知ることにはできない．そこで本研究では 10^{-6} – 10^0 Pa の範囲（後述する既報の結果も含む）の種々の真空圧力において試験を実施し，真空圧力がき裂進展挙動に与える影響を調べた．

4.3.2 真空中表面き裂進展試験

供試材は 2.1 に示したものと同様である．試験片形状を図 4-5 に示す．本実験では中央に平行部を有する砂時計型試験片を用いた．平行部には # 120 から # 1500 のエメリー紙により研磨を施し，切削加工による加工硬化層を除去した．さらに，砥粒径 $1\ \mu\text{m}$ のダイヤモンド研磨剤を用いてバフ仕上げを施すことで，試験片表面の微小な傷を除去した．研磨処理後の平行部寸法は $\phi 4 \times 6\ \text{mm}$ である．また，き裂発生箇所を限定し観察を容易にすることを目的として，平行部中央にき裂発生源として微小欠陥をレーザ加工した．なお，加工部周辺への熱影響を防ぐことを目的として，加工にはピコ秒レーザを用いた．微小欠陥の形状は図 4-5 の通り，長さ $20\ \mu\text{m} \times$ 幅 $10\ \mu\text{m} \times$ 深さ $10\ \mu\text{m}$ を狙い値として加工した．これは，本供試材の結晶粒程度の寸法である．

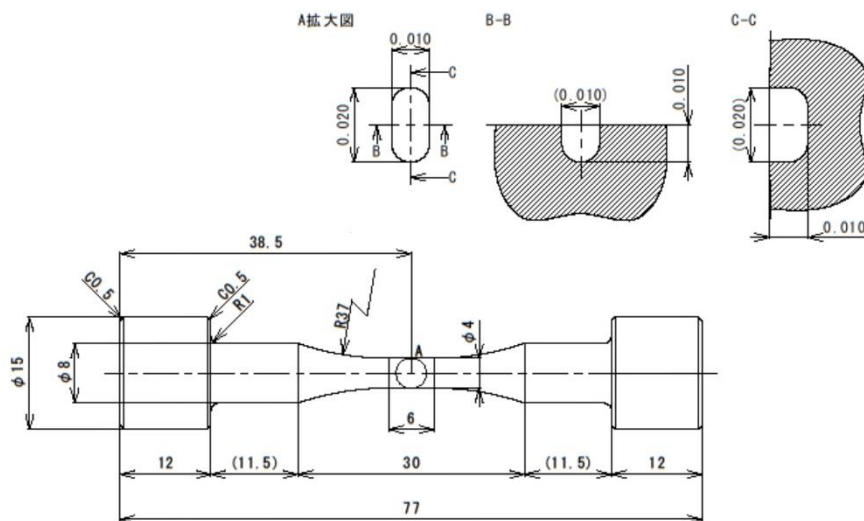
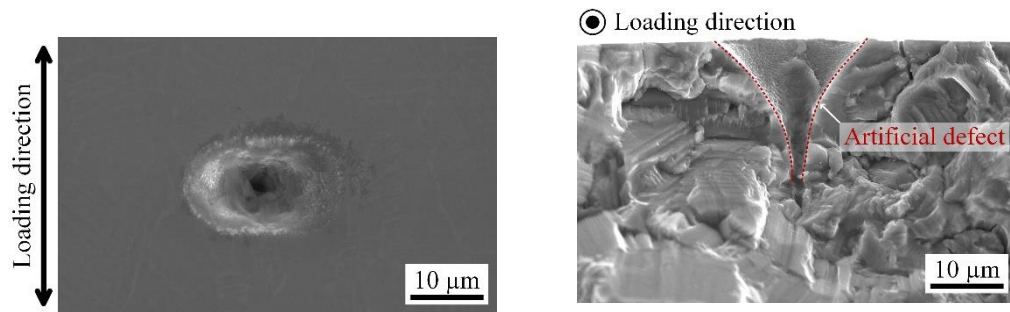


Fig. 4-5 Shape and dimension of specimen and small defect.

ここで，ピコ秒レーザ加工の特性として加工穴の長さ×幅を一定に保ちつつ深さを得ることは困難である．実際の欠陥形状の例として，図 4-6 (a) および (b) に試験前に撮影された試験片表面における微小欠陥の SEM 像と，微小欠陥を起点として破断を生じた疲労破面上における微小欠陥の SEM 像を示す．同図 (a)

の通り、試験片表面における欠陥形状は図 4-5 に示される狙い値通りの加工ができていた。一方、深さ方向については、底面が平面ではなく、中央部分が試験片内側方向に深く入り込んだ状態であることが観察される。このような形態は疲労破面上でも観察されており、同図 (b) の通り、疲労破面上における欠陥形状は深さ方向（試験片内側方向）に進むに従い幅が減少する扇形形状となっていた。



(a) Shape on the specimen surface: view from the direction perpendicular to the specimen axis. (b) Shape on the fracture surface: view from the direction parallel to the specimen axis.

Fig. 4-6 SEM images of actual shape of small defect.

本研究では、試験片が破断に至るまでの間、所定の繰返し数ごとに疲労試験を中断し、試験片表面の撮像を行うことにより表面き裂の進展挙動を観察した。

疲労試験は本研究室で独自に開発した超高真空疲労試験機を用いて行った[4-8]。試験機外観を図 4-7 に示す。本試験機は油圧で駆動される (Hydraulic oil unit)。真空チャンバ (Vacuum chamber) には試料観察ポートを備えており、ここを通して試験片表面の観察が可能である。真空チャンバの排気系は粗引き排気用のドライスクロールポンプ (Dry scroll pump) と高真空排気用のターボ分子ポンプ (Turbo molecular pump) からなり、最高到達圧力は 4.6×10^{-7} Pa である。また、真空チャンバにはバリアブルリークバルブ (Variable leak valve) が取付けられており、これを用いることでチャンバ内を所望の真空圧力に保持できる。

疲労試験条件を表 4-1 に示す。荷重方式は正弦波制御の単軸荷重であり、応力比は $R = 0.1$ 、繰返し周波数は $f = 60$ Hz とした。また、繰返し負荷の最大応力を $\sigma_{\max} = 800$ MPa とした。試験は大気環境および真空圧力が 10^{-4} Pa, 10^{-2} Pa, 10^0 Pa の真空環境において行った。

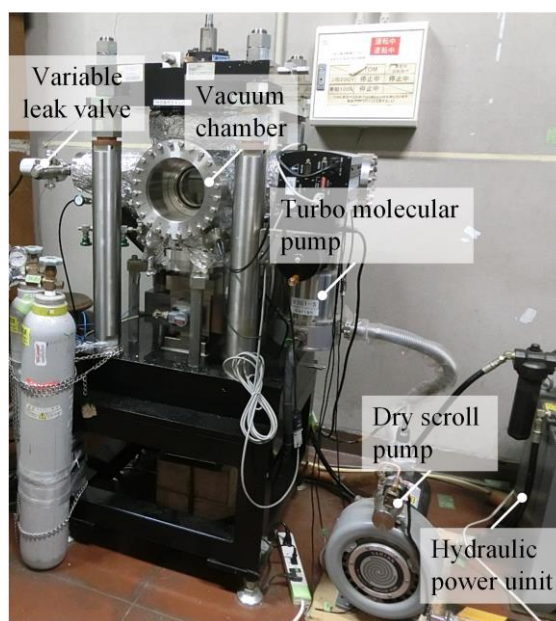


Fig. 4-7 Ultrahigh vacuum uniaxial testing machine.

Table 4-1 Fatigue test conditions.

Stress ratio	Maximum stress	Frequency	Test atmosphere (Vacuum pressure)
0.1	800 MPa	60 Hz	Air Vacuum (10^{-4} , 10^{-2} , 10^0 Pa)

き裂の観察にはデジタルマイクロスコープ (KEYENCE VHX-2000) を用いた。観察系のピクセルサイズは $0.4 \mu\text{m}$ である。ここで、き裂を開口させることを目的として疲労試験の最大荷重の 80% 程度の引張負荷を与えつつ撮像を行った。実際の表面き裂の観察像の一例を図 4-8 に示す、同図では、微小欠陥の両端から発生・進展する表面き裂が明瞭に観察されている。また、本実験では表面き裂長さ $2a$ をき裂両端間距離の荷重軸方向投影長さとして計測した。

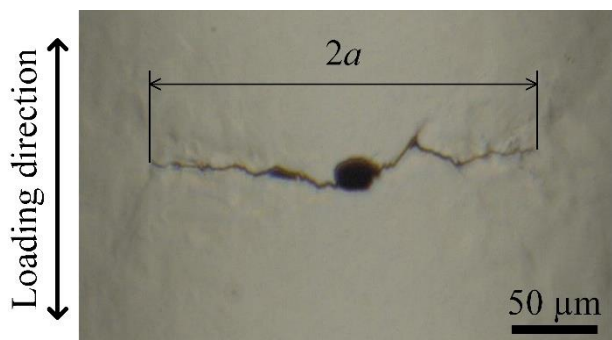


Fig. 4-8 Observation image of surface crack originating from the small defect.

4.3.3 き裂進展速度に及ぼす真空圧力の影響

試験の結果，大気および 10^{-2} Pa と 10^0 Pa において行った試験では，試験片は微小欠陥から発生・進展したき裂が主き裂となって破断を生じた．一方， 10^{-4} Pa では二本の試験片に対し試験を実施し，いずれにおいても微小欠陥からき裂が発生・進展したものの，それ以外の箇所から自然発生した表面き裂が主き裂となって破断を生じた．それぞれの試験片における最終的なき裂長さは $152\ \mu\text{m}$ および $163\ \mu\text{m}$ であった．

各繰返し数におけるき裂長さ $2a$ からき裂進展速度 da/dN を算出し， ΔK による整理を行った．ここで， ΔK は西谷らによる式 4-3 により算出した[4-9]．

$$\Delta K = F_I \Delta \sigma \sqrt{a} \quad (4-3)$$

式中の F_I は図 4-9 に示すき裂模式図における表面き裂長さ $2a$ とき裂深さ b による表面き裂面のアスペクト比 b/a と，き裂深さ b の試験片半径 r に対する比 b/r により決まる係数である．ここでは，き裂が半円状に進展する ($b/a = 1$) と考えた．表 4-2 に， $b/a = 1$ における F_I と a/r の関係を示す．各き裂長さにおける F_I は表 4-2 の値を線形補間することによって計算した．なお，図 4-9 では，微小欠陥は寸法が小さいために省略して示している．

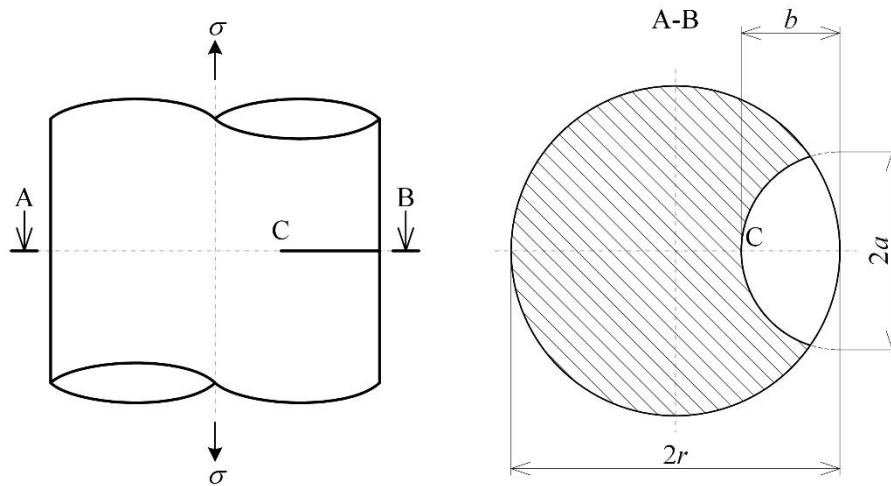


Fig. 4-9 Schematic of crack shape.

Table 4-2 Values of coefficient F_I at $b/a = 1$.

a/r	0	0.125	0.250	0.375	0.500
F_I	0.660	0.665	0.683	0.714	0.758

図 4-10 に表面き裂進展速度 da/dN と応力拡大係数範囲 ΔK の関係を示す。同図において、○は大気中の結果を示し、■, ■はそれぞれ 10^{-2} Pa, 10^0 Pa の結果を、■, ◆は 10^{-4} Pa の結果を表す。また、同図では過去に本研究と同様の供試材に対して 10^{-6} Pa の超高真空中 (□) において表面き裂進展試験を行った結果を併せて示した[4-10]。この試験の負荷条件は応力比 $R=0.1$ および最大応力 $\sigma_{\max}=700$ MPa である。また、き裂発生源として試験片表面に直径 $\phi 30\ \mu\text{m} \times$ 深さ $30\ \mu\text{m}$ の円柱状の微小欠陥をエキシマレーザにより加工した。

図 4-10 に示される通り、試験環境によらず ΔK の増加に伴い da/dN が増加する傾向が見られた。一方、 ΔK が小さい領域では da/dN の計測結果が ΔK の増加に伴い不規則に変化した。

同図より、 10^{-2} Pa の結果 (■) および 10^0 Pa の結果 (■) は、大気中の結果とほとんど同様であった。一方、 10^{-4} Pa (■, ◆) および 10^{-6} Pa (□) におけるき裂進展速度は大気中よりも小さく、特に ΔK が小さい範囲 ($< 10\ \text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ 程度) でその傾向が顕著だった。

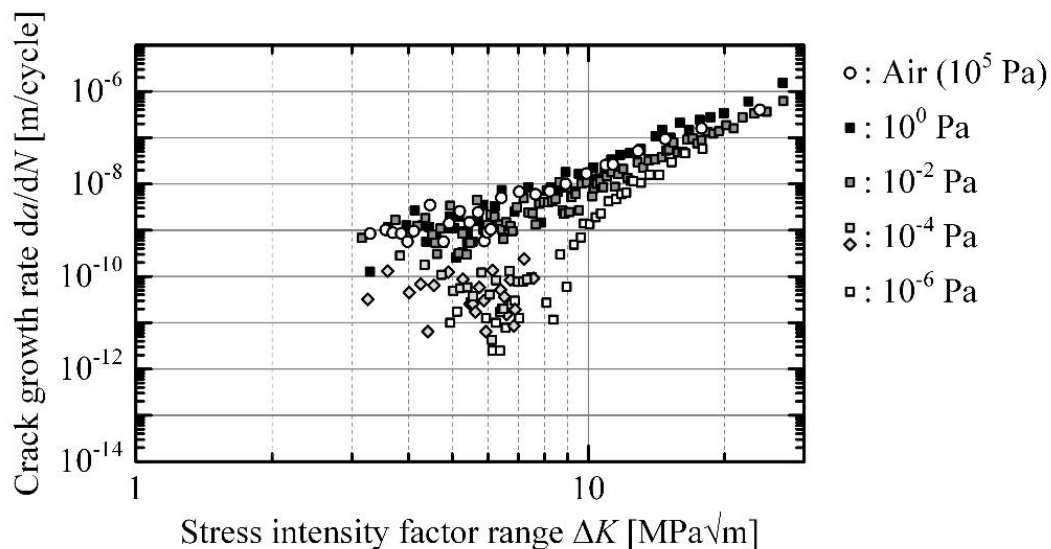


Fig. 4-10 Effects of vacuum pressures on the crack growth rate da/dN .

真空中においてき裂進展速度が低下することは他の研究者らによっても広く報告されている[4-11, 4-12]。真空中におけるき裂進展速度の低下機構については、例えば真空中ではき裂新生面上で気体分子吸着層の形成が抑制されることにより説明がなされている。すなわち、大気中では吸着層の形成により表面エネルギーが低下することで容易にき裂が進展するのに対し、真空中ではこの影響が低減されるために相対的にき裂進展が抑制される[4-13]。また、吸着気体は転位運動の抵抗として働くことから、真空中では大気中に比べき裂先端で塑性変形が

生じやすくなる．この場合，真空中では塑性誘起き裂閉口の影響が増加することでき裂進展速度が低下すると考えられる[4-14]．同様に，真空中ではすべりの可逆性が増加し，逆すべりが活発に生じることが報告されている[4-15]．逆すべりの割合が増える場合，1 サイクルあたりの正味のき裂進展量が小さくなるために，所定の繰返し増分 ΔN の間の平均値として求められるき裂進展速度は低下する．

一方，気体分子運動論により自由表面上に単分子層が形成されるまでに要する時間（単分子層形成時間）を概算することができる[4-16]．本研究で対象としたチタン合金の場合，吸着気体を酸素分子と仮定すれば，単分子層形成時間は大気中（酸素分圧 2×10^4 Pa 程度）では 10^{-8} s オーダーとなり，き裂面形成後直ちに気体吸着が生じる．本研究では真空中試験において環境中の気体分圧を計測してはいないものの，仮に残留ガスがすべて酸素であるとして計算すれば， 10^{-4} Pa および 10^{-2} Pa における単分子層形成時間はそれぞれ 10^0 s および 10^{-2} s オーダー程度となる．本研究では疲労試験を 60 Hz で行ったため， 10^{-4} Pa ではそのサイクルで形成されたき裂面上では次のサイクルまでに単分子層形成が完了しないと考えられる．また，小熊らはチタン合金について，Langmuir の等温吸着式によりき裂新生面の気体分子の被覆率を検討し，酸素分子を吸着分子と仮定した場合，被覆率は酸素分圧が 10^5 – 10^{-1} Pa の範囲ではほぼ 100%となるが，それ以下の圧力では急激に低下し， 10^{-6} Pa ではほぼ 0%になることを報告している[4-17]．

以上を踏まえれば，本研究において 10^{-2} Pa および 10^0 Pa におけるき裂進展速度が大気中のものとほとんど同程度であったのに対し， 10^{-6} Pa や 10^{-4} Pa では著しい進展速度の低下が見られた結果は，き裂新生面上における気体分子の吸着の有無あるいは多寡により説明できる．つまり， 10^{-2} Pa や 10^0 Pa では大気中と同程度の気体吸着が生じるのに対し， 10^{-6} Pa や 10^{-4} Pa のようなより低圧の環境では気体分子の吸着がほとんど生じず，上述したすべりの可逆性の増加などの効果が促進されたと考えられる．

4.3.4 内部き裂進展過程に及ぼすき裂周囲環境の影響

内部き裂進展過程をき裂周囲の真空環境の観点から検討するために，図 4-11 に，図 4-10 に示した種々の真空圧力における表面き裂の進展速度と，図 3-10 に示した内部き裂の進展速度の計測結果を併せて示す．なお，内部き裂の結果については図が煩雑になることを防ぐために，すべてのき裂の結果を同じプロット（▲）により表している．

図 4-11 において，内部き裂の進展速度は大気圧や 10^{-2} Pa， 10^0 Pa の結果よりも明らかに小さく， 10^{-6} Pa や 10^{-4} Pa の結果と同程度であった．この結果は，内

部き裂周囲の真空圧力が低く、内部き裂の進展過程では、き裂面へのガス吸着による影響がほとんど生じないことを示唆している。

以上のように、少なくとも本研究で対象としたチタン合金 Ti-6Al-4V における内部き裂進展挙動については、極低圧環境がき裂進展に及ぼす影響により説明できることが示された。製造過程で材料内に取り込まれるガス成分の量と種類の違い等により、材料種ごとに内部き裂周囲の真空環境の質は異なる可能性こそあるものの、本研究の結果は超高サイクル疲労に対し統一的な理解を得る上で真空環境の影響が極めて重要な因子であることを示している。

また、本研究の結果は内部き裂進展に関する $da/dN-\Delta K$ 関係が真空中の表面き裂進展試験から推定できることを示している。SPring-8 における実験は内部破壊過程の詳細を明らかにするという意味で有効な手段であるものの、利用機会を得ることは必ずしも容易ではなく、産業的に超高サイクル疲労特性の評価に常用することは困難である。一方、真空中き裂進展試験は実験室レベルの設備で実施が可能であり、実用的な超高サイクル疲労評価手法となり得る。

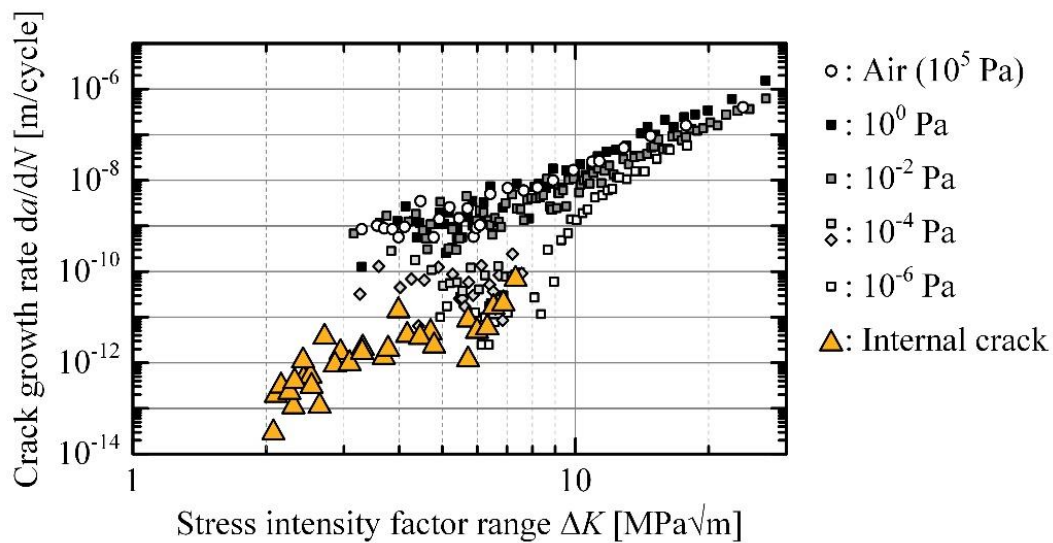


Fig. 4-11 Effect of environment inside the internal crack growth.

4.4 4 章のまとめ

本章では第 3 章で示した内部き裂の発生寿命および発生直後の進展速度についてそれぞれのき裂の起点ファセットに着目した検討を行った。また、内部き裂は大気から遮断された一種の真空環境を進展するという考えのもと、内部き裂進展過程を真空環境の観点から考察した。得られた結果を以下に示す。

1. 初めてき裂発生が確認された際のき裂長さを初期き裂長さ $2a_{ini}$ と定義しこれを測定した。その結果、 $2a_{ini}$ の値はき裂ごとに異なっていた。
2. 内部き裂進展速度は極めて小さいことから、 $2a_{ini}$ はそのき裂の発生起点となったファセットの寸法とほぼ等しいと考え、起点ファセット寸法と発生寿命の関係を調べた。その結果、内部き裂発生寿命は起点ファセット寸法とは独立に決まる値であることが示された。つまり、起点寸法のみでは内部破壊挙動を合理的に評価できない。
3. 発生が確認された直後の進展速度を初期き裂進展速度 $da/dN|_{ini}$ と定義し、これを計測した。その結果、 $da/dN|_{ini}$ にはき裂ごとに大きなばらつきが見られたものの、起点ファセット寸法とおよびそこから算出される ΔK の間に有意な関係は見出されなかった。このことは、発生直後の微小な内部き裂の進展過程においては、力学的な条件よりも結晶学的条件が支配的であることを示唆している。
4. ファセット形成過程をき裂長さ 0 から開始される一種のき裂進展過程と捉え、ファセット形成過程におけるき裂進展速度をファセット形成速度 $da/dN|_f$ と呼び、これを見積もった。その結果、ほとんどのき裂においてファセット形成は形成直後の進展 ($da/dN|_{ini}$) に比べると速やかに進行したことが示された。これは、起点ファセット形成は底面すべりが生じやすい α 相内でのみ生じるのに対し、起点ファセット周囲の結晶粒については、組織の不均一性により必ずしもき裂進展抵抗が小さくないためであると考えられる。
5. 観察範囲内で多数の内部き裂が発生したのに対し、表面き裂はほとんど生じなかったという観察結果に基づき、低応力において内部破壊が主要な破壊モードとなる理由を以下の通りに推察した。表面き裂が生じる危険体積（結晶粒の個数）は内部き裂と比べ格段に小さい。そのため、低応力においてもファセットを形成し、その後顕著な進展を生じるような微視組織的条件が満たされるクラスターが危険体積内に含まれる確率は、表面き裂では内部き裂に比べて小さくなる。結果として表面破壊は生じず、一方で、内部き裂は極低速で進展するために超長寿命域で内部破壊が生じる。

6. 試験片表面に微小欠陥を加工した試験片を用いて、 10^{-6} – 10^5 Pa（大気圧）の範囲の真空圧力において表面き裂進展試験を実施した。その結果、 10^{-2} Pa および 10^0 Pa における進展速度は大気中と同程度であったのに対し、 10^{-6} Pa および 10^{-4} Pa では大気中に比べ進展速度が明らかに低下した。
7. 内部き裂の進展速度は 10^{-6} Pa や 10^{-4} Pa における表面き裂の進展速度と同程度であった。このことから、内部き裂周囲に存在する気体量が極めて限定的であり、その結果、内部き裂は低速で進展すると考えられる。
8. 上記の結果は Ti-6Al-4V における内部き裂進展過程が極低圧環境における表面き裂進展過程により模擬できることを示している。

本章では、上記の検討結果と併せて、今後の重要な検討課題として結晶学的な検討が求められることを指摘した。また、本章では種々の真空圧力における表面き裂進展試験を実施することにより、内部き裂進展過程をき裂周囲の真空環境の影響の観点から説明することができた。この結果は「真空中疲労試験」が超高サイクル疲労特性の評価手法として有効な手段となり得ることを示している。

〈4 章の参考文献〉

- [4-1] Bridier F, Villechaise P, Mendez J. Slip and fatigue crack formation processes in an α/β titanium alloy in relation to crystallographic texture on different scales. *Acta Mater* 2008;56:3951–62.
- [4-2] Pilchak AL, Williams REA, Williams JC. Crystallography of fatigue crack initiation and growth in fully lamellar Ti-6Al-4V. *Metall Mater Trans A* 2010;41:106–24.
- [4-3] Oguma H. Very high cycle fatigue properties of Ti-6Al-4V alloy. Ph. D. Thesis at the Hokkaido University.
- [4-4] Jha SK, Szczepanski CJ, John R, Larsen JM. Deformation heterogeneities and their role in life-limiting fatigue failures in a two-phase titanium alloy. *Acta Mater* 2015;82:378–95.
- [4-5] Zhang K, Yang KV, Huang A, Wu X, Davies CHJ. Fatigue crack initiation in as forged Ti-6Al-4V bars with macrozones present. *Int J Fatigue* 2015;80:288–97.
- [4-6] Pilchak AL, Bhattacharjee A, Rosenberger AH, Williams JC. Low ΔK faceted crack growth in titanium alloys. *Int J Fatigue* 2009;31:989–94.
- [4-7] Yoshinaka F, Nakamura T. Effect of vacuum environment on fatigue fracture surfaces of high strength steel. *Mech Eng Lett* 2016;2:15-00730.
- [4-8] Oguma H, Nakamura T. Fatigue crack propagation properties of Ti-6Al-4V in vacuum environments. *Int J Fatigue* 2013;50:89–93.
- [4-9] 西谷弘信, 陳玳珩. 半だ円状の表面き裂を持つ丸棒の引張りにおける応力拡大係数. *日本機械学会論文集 A 編* 1984;50:1077–82.
- [4-10] Yoshinaka F, Nakamura T, Takaku K. Effects of vacuum environment on small fatigue crack propagation in Ti-6Al-4V. *Int J Fatigue* 2016;29–38.
- [4-11] Irving PE, Beevers CJ. The effect of air and vacuum environments on fatigue crack growth rates in Ti-6Al-4V. *Metall Trans* 1974;5:391–8.
- [4-12] Hénaff G, Odemer G, Tonneau-Morel A. Environmentally-assisted fatigue crack growth mechanisms in advanced materials for aerospace applications. *Int J Fatigue* 2007;29:1927–40.
- [4-13] Duquette DJ, Gell M. The effect of environment on the mechanism of Stage I fatigue fracture. *Metall Mater Trans B* 1971;2:1325–31.
- [4-14] Sugano M, Kanno S, Satake T. Fatigue behavior of titanium in vacuum. *Acta Metall* 1989;37:1811–20.
- [4-15] Shyam A, Milligan WW. A model for slip irreversibility, and its effect on the fatigue crack propagation threshold in a nickel-base superalloy. *Acta Mater*

2005;53:835–44.

[4-16] Jousten K. Handbook of vacuum technology. Weinheim:John Wiley & Sons. 2016.

[4-17] 小熊博幸, 中村孝, 脇田実奈. Ti-6Al-4V 合金の超高真空環境における疲労き裂進展特性. 日本機械学会論文集 A 編 2010;76:66–8.

第 5 章

材料内部微視構造の 高分解能・高感度撮像

5.1 本章の概要

前節まででは、放射光 CT による内部疲労破壊過程の観察を行った。これにより、内部き裂の発生寿命および進展速度を取得した。また、第 4 章に行った検討では、これらのデータに見られたばらつきが主に微視組織的・結晶学的な因子に起因するものである可能性を指摘した。そのため、微視組織の観点から内部破壊過程を調べることは今後の重要な検討課題である。

一方、金属材料の疲労破壊過程に与える組織の影響については、例えば、結晶粒界付近では疲労き裂の進展速度は著しく低下あるいは完全に停止することが表面き裂に関する観察により報告されている[5-1]。この例のように、内部破壊過程に関してもき裂発生・進展挙動に及ぼす材料組織の影響を調べる上で、結晶粒界や、多相組織であれば相の種類といった局所的な微視組織の特徴が破壊過程とどのような関係にあるかを調べられるようになれば、その意義は大きい。しかし、図 3-2 などに示されるように、現段階までに本研究で用いるような平均粒径 $10\text{ }\mu\text{m}$ 程度の結晶粒は可視化されておらず、内部き裂発生・進展と結晶粒との関係は明らかになっていない。

金属材料内部の結晶粒の三次元可視化を行った研究としては、これまでに、DCT (Diffraction Contrast Tomography : 回折コントラストトモグラフィ) により金属試料内部の結晶粒を測定した報告がある[5-2, 5-3]。しかし、DCT を本研究で対象とするような微小な結晶粒 ($\approx 10\text{ }\mu\text{m}$) を有する試料に適用することは困難である。一方、放射光 CT により試料内部の結晶粒を観察した実験も行われている[5-2, 5-4]。そこで本研究では、内部破壊過程と材料組織の同時・非破壊観察の実現に向けて、放射光 CT による Ti-6Al-4V 内部の結晶粒の可視化に取り組んだ。なお、本目的の実現のためには高速で疲労試験が実施可能な形状の試験片について結晶粒の可視化を行う必要がある。そこで、観察系や試験片寸法、撮像条件を再検討することで、検査部体積を最大限保持しつつ、イメージングの高分解能化を行った。

ここで、吸収差の小さい Ti-6Al-4V の α 相および β 相を一般の X 線吸収の差を利用する方法 (吸収コントラスト法) により可視化することは困難であることが予想される。一方、近年では吸収に代わり位相シフトを利用する高感度な撮像法 (位相コントラスト法) が利用可能となりつつある[5-5-5-7]。そこで本研究では位相コントラスト法を適用することにより明瞭な組織観察像の取得を試みた。また、予め内部き裂を発生させた疲労試験片に対し観察を実施し、内部き裂と結晶粒の同時・非破壊観察を試みた。

さらに、上記の Ti-6Al-4V に対する検討において用いた高分解能撮像が可能な観察系により高強度鋼 SNCM439 内部を測定し、本研究で行った放射光 CT によ

る超高サイクル疲労における内部破壊の直接観察を鉄鋼材料に適用可能であるかを検討した.

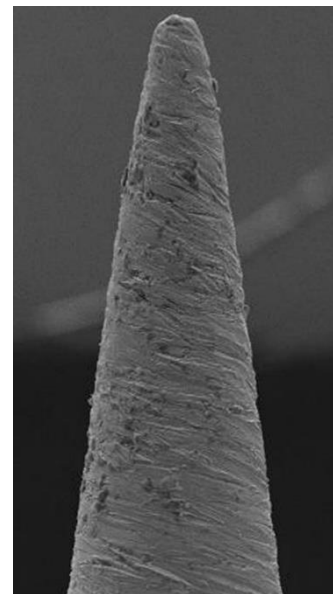
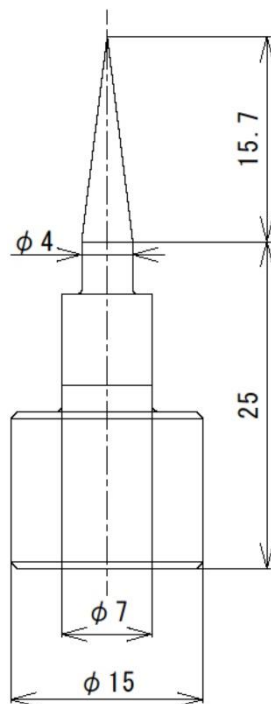
以下では, 5.2 から 5.5 において Ti-6Al-4V の結果とともに本検討で用いた観察系やイメージング手法について示し, 5.6 において高強度鋼 SNCM439 のトライアル測定結果を示す.

5.2 試験方法

5.2.1 針状試験片

供試材は 2.1 に示したものと同様である．2.1 に示した通り，本材料は初析等軸 α 相と二次析出針状 α 相を含む時効 β 相からなる二相構造を有する．ここで， α 相と β 相の密度差は 0.50 g/cm^3 程度であり（ β 相の方が密度が高い），これらの吸収特性はほとんど変わらない．一般に X 線エネルギーが低いほど吸収が生じやすいから，このような微小な密度差を検出するためには，試験片寸法を小型化し，低い X 線エネルギーであっても十分な透過量が得られるようにすればよい．一方で，試験片寸法を極端に小さくすると試験片の製作や疲労試験の実施が困難になる．そこで本研究では，試験片寸法が観察像に与える影響を調べることで，結晶粒を可視化するために最低限どの程度試験片寸法を小型化すればよいのかを検討した．

上記の検討を行うために，本研究では図 5-1 (a) のように直径が長さ方向に沿って連続的に変化する針状試験片を切削加工した．図 5-1 (b) は試験片先端の SEM 観察像を示す．同図より測定を行ったところ先端半径は $30 \mu\text{m}$ であった．



200 μm

(a) Specimen shape and dimension.

(b) SEM image of specimen tip.

Fig. 5-1 Needle-shape specimen.

5.2.2 高分解能イメージング

本観察は内部き裂の発生・進展観察にも用いた BL20XU・第二実験ハッチにおいて行った。イメージング条件を表 5-1 に示す。本研究では X 線のエネルギーを 30.0 keV とし、観察部直径が小さくなったことにあわせて内部き裂発生・進展観察に用いていたものよりも低く設定した。露光時間は 0.3 s である。投影数については内部き裂発生・進展観察と同様に 1800 とした。また、試験片-検出器間距離は 43 mm とした。これは、5.2.1 に示した試験片形状の場合における、試験片と検出器を最も接近させた値である。CCD カメラ（浜松ホトニクス C4880-41S）はビニングせずに用いた。なお、内部き裂発生・進展観察に比べて、より高分解能を得るために CCD カメラのレンズを高倍率のものに変更しており、最終ピクセルサイズは 0.23 $\mu\text{m}/\text{pixel}$ である。これは、内部き裂発生・進展観察に用いていた 1.45 μm の 1/6 以下の大きさである。取得画像のピクセル数は 2048 pixels $\times$ 2048 pixels であり、観察視野は 0.47 mm $\times$ 0.47 mm である。5.2.1 に示した針状試験片について、試験片先端から直径が視野内に丁度収まる箇所（直径 0.45 mm 程度）までの範囲を、撮影中心を試験片軸方向に沿って移動させて 3 度の撮影を行うことにより観察した。

Table 5-1 Imaging conditions for microstructure.

X-ray energy	Step angle	Exposure time	Projection number	Sample-detector distance	Pixel size
30.0 keV	0.1°	0.3 s	1800	43 mm	0.23 μm

5.3 吸収コントラスト法による観察結果

試験片寸法の違いによる観察像への影響を調べるために、図 5-2 (a) – (c) に試験片直径が 0.20 mm, 0.30 mm, 0.45 mm における試験片軸に垂直な仮想断面（横断面）内の観察像を示す．図中の暗い相が α 相，明るい相が β 相を示す．また，同心円状模様はアーチファクト（ノイズ）である．図 5-2 では，観察部寸法の違いによらず二相を判別可能な像が得られた．しかし，二相間のコントラスト差は小さく，S/N 比も小さいために像は不明瞭であった．また，2.1 で示した通り，本供試材の β 相は析出針状 α 相を含む層状組織を有するのに対し，CT 像ではそのような形態は解像できておらず，単一相として観察された．

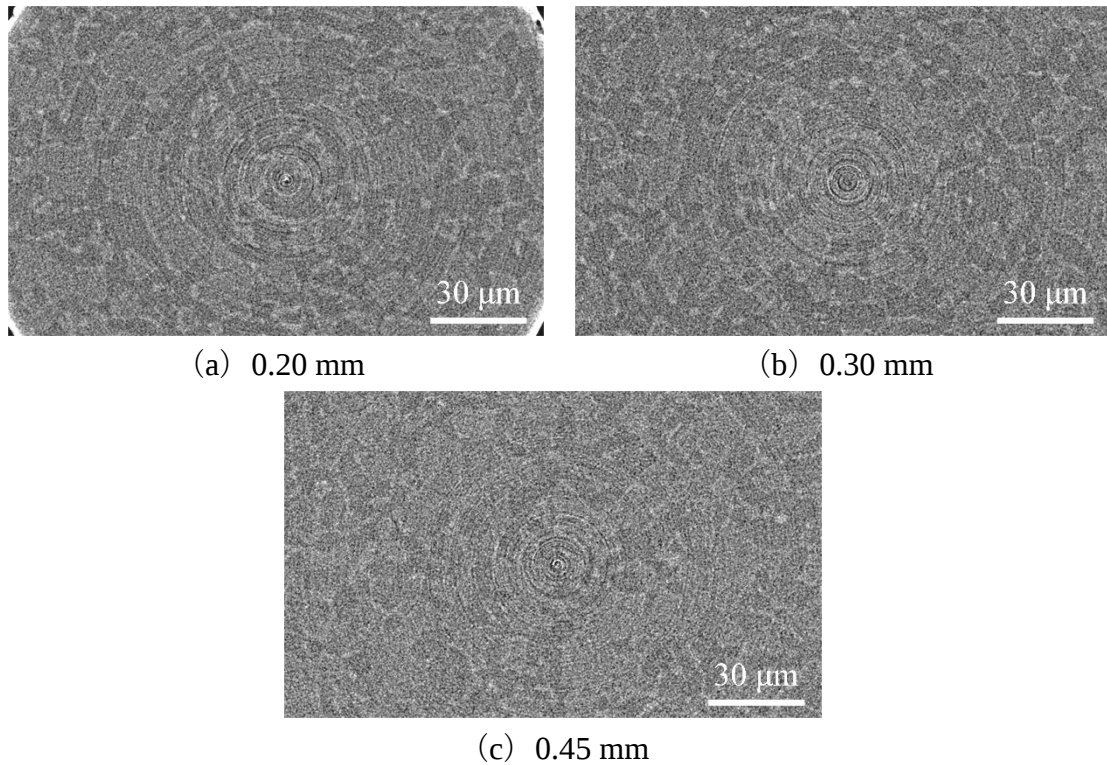


Fig. 5-2 Adsorption contrast images.

5.4 位相コントラスト法による高感度イメージング

5.4.1 位相コントラスト法

図 5-2 の通り，一般の X 線吸収による方法（吸収コントラスト法）では，微視組織の明瞭な観察像を得ることが困難であった．これは，チタン合金の α 相と β 相の間での X 線吸収量の差が小さいためである．一方，X 線と物質の相互作用のうち位相シフトは吸収に比べて相互作用断面積が大きく，位相情報をもとにした画像計測を行うことで高感度なイメージングが可能である[5-6]．このような位相シフトを利用した X 線撮像法は位相コントラスト法と呼ばれる．

上述した通り，位相コントラスト法では位相情報をもとに像を得るが，実際に検出値として得られるのは X 線強度であるから，何らかの方法で位相情報を抽出する必要がある．位相情報の抽出方式にはいくつかの種類があるが，Analyzer-Based Imaging (ABI) と Propagation-Based Imaging (PBI) などが代表的である[5-7]．ABI は結晶板等を用いることにより特定の X 線のみを検出する方法である．例えば，アナライザ結晶を試料と検出器の間に設置することで，試料を透過した X 線のうち Bragg の条件を満たすもののみを検出し，画像を生成する方法がある．一方，PBI は経路上の物質によりわずかに曲げられた X 線を，試料と検出器の間の距離を離すことにより検出する方法であり，特別な装置を必要としない．

本研究では通常の CT のセットアップで利用可能であり，高速撮像も可能である点から PBI によるイメージングを実施した．以下では PBI の概略について述べる．PBI では式 5-1 により与えられる強度輸送方程式（Transport-of-intensity equation: TIE）[5-8, 5-9]を用いた位相回復処理によって実験的に取得した強度情報から位相情報を抽出する．

$$\frac{2\pi}{\lambda} \frac{\partial}{\partial z} I(\mathbf{r}_{\perp}, z) = -\nabla_{\perp} \cdot \{I(\mathbf{r}_{\perp}, z) \nabla_{\perp} \phi(\mathbf{r}_{\perp}, z)\} \quad (5-1)$$

ここで I は透過 X 線の強度分布， ϕ は位相分布を表す． λ は X 線の波長を示し， z は X 線の進行方向， $\mathbf{r}_{\perp}$ は z の位置における観測面を示すベクトルである． $\nabla_{\perp}$ はこの面内でのベクトル微分演算子である．

TIE の解法としては Paganin らによるフーリエ変換を用いた方法がその代表例である[5-11]．Paganin らは，試料を単一相からなると仮定することで，試料の厚みの分布 T を以下の式で得た．

$$T(\mathbf{r}_\perp) = -\frac{1}{\mu} \ln \left[\mathcal{F}^{-1} \left\{ \mu \frac{\mathcal{F}\{I(\mathbf{r}_\perp, z=R)\}/I_0}{R\delta|\mathbf{k}_\perp|^2 + \mu} \right\} \right] \quad (5-2)$$

μ は減弱係数, I_0 は入射 X 線強度, R は観察対象から検出器までの距離, $\mathbf{k}_\perp$ はフーリエ空間の二次元座標である. また, δ は複素屈折率 n を式 5-3 のように表示したときの実部の係数である.

$$n = (1 - \delta) + i\beta \quad (5-3)$$

ここで, 試料透過直後の位置 ($z=0$) における位相分布 $\phi(\mathbf{r}_\perp, z=0)$ は, 試料が十分に薄い場合には式 5-4 のように書ける.

$$\phi(\mathbf{r}_\perp, z=0) = -\frac{2\pi}{\lambda} \delta T(\mathbf{r}_\perp) \quad (5-4)$$

式 5-4 に式 5-2 を代入し整理すると位相分布 ϕ と強度分布 I の関係は式 5-5 により表現できる.

$$\phi(\mathbf{r}_\perp, z=0) = \frac{1}{2} \ln \left[\mathcal{F}^{-1} \left\{ \frac{1}{\frac{\beta}{\delta} + \frac{\lambda R}{4\pi} |\mathbf{k}_\perp|^2} \mathcal{F} \left(\frac{I}{I_0} \right) \right\} \right] \quad (5-5)$$

β は複素屈折率の虚数部分であり, 減弱係数 μ との間に以下の関係がある.

$$\beta = \frac{\mu\lambda}{4\pi} \quad (5-6)$$

式 5-5 を用いた演算を行うことにより, 屈折率および吸収係数が既知であれば強度分布から位相分布を得ることができる.

本研究では Paganin らによる方法により結晶粒の位相像の取得を試みた. ここで, 式 5-5 では δ は真空を基準とした値であるが, 本研究では試料内の異なる二相間のコントラスト差を得るために, これら二相の間の屈折率の差として $\Delta\delta$ を用いた. また, 実際の材料では δ (あるいは δ/β) は不均一性のために定数とならないことから, 良好な観察像を得るために $\Delta\delta$ を変化させて演算を行うことで位相回復処理の最適化を行った[5-10].

5.4.2 位相コントラスト法による観察結果

図 5-3 (a) – (e) に、 $\Delta\delta$ を 1.0×10^{-8} , 2.5×10^{-8} , 5.0×10^{-8} , 7.5×10^{-8} , 1.0×10^{-7} として取得した試験片直径 0.45 mm の位置における試験片軸に垂直な断面の位相像を示す．なお、これらの像は図 5-2 (c) と同一箇所より取得されたものである．これらを比較すると、 $\Delta\delta = 5.0 \times 10^{-8}$ のときに最もノイズが少なく、二相間のコントラスト差が明瞭な像が得られていた．

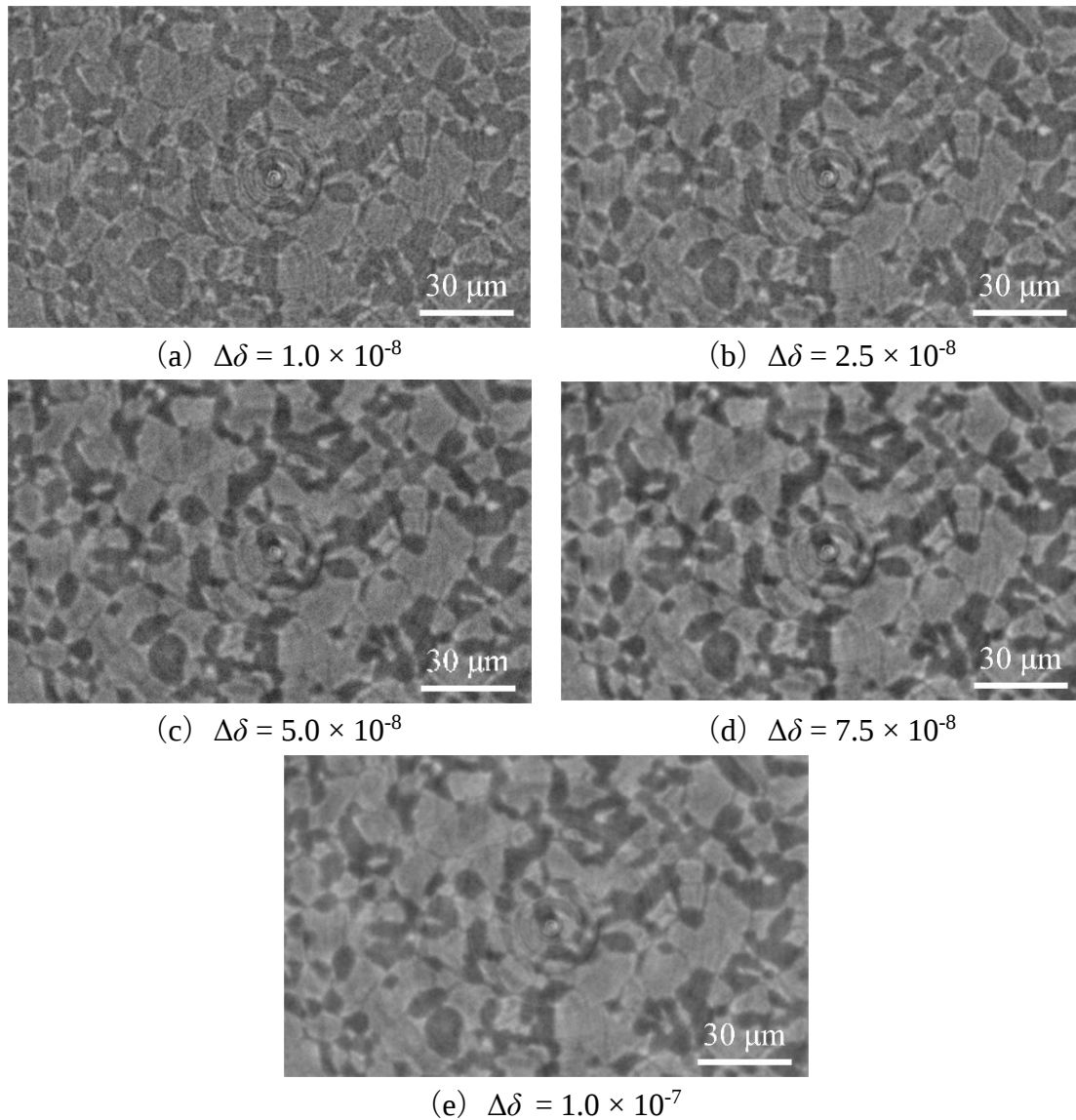


Fig. 5-3 Phase-retrieval images at different $\Delta\delta$ values.

以上の結果から、 $\Delta\delta = 5 \times 10^{-8}$ とすることで結晶粒を明瞭に判別可能な像が得られることが明らかとなった．そこで、本条件のもと得られた試験片直径 0.20

mm, 0.30 mm, 0.45 mm における位相像を図 5-4 (a) – (c) に示す. なお, これらの像は図 5-3 と同一箇所から取得したものであり, 図 5-3 (c) と図 5-4 (c) は同一画像である. 同図に示される位相像を図 5-2 の吸収像と比較すると, 位相像では高いコントラストが得られており, 円状アーチファクトも低減された. また, 部分的にではあるが, β 相内の二次析出針状 α 相も解像されている. なお, 位相像においても 0.20–0.45 mm の範囲では試験片寸法による観察像への影響は見られなかった.

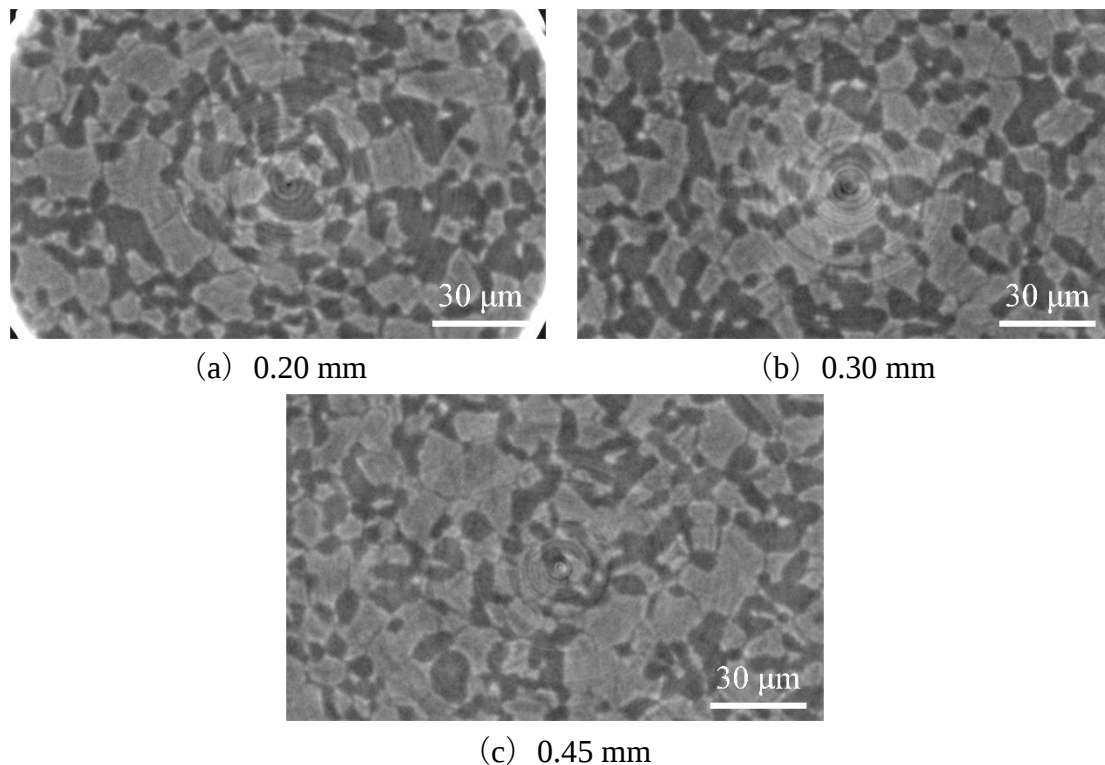


Fig. 5-4 Phase-retrieval images ($\Delta\delta = 5.0 \times 10^{-8}$).

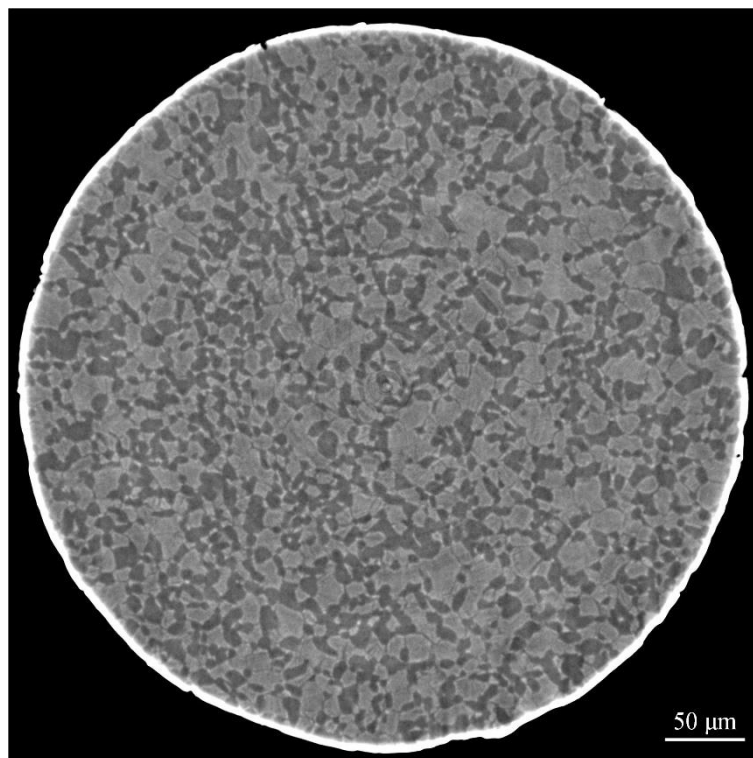
以上の通り, 位相コントラスト法を用いることにより α 相と β 相を明瞭に識別することができた. 一方, 今回比較を行った試験片直径 0.45 mm までの範囲では試験片寸法による観察像への影響は見られなかった. 本観察系の視野がおおむね $0.5 \text{ mm} \times 0.5 \text{ mm}$ であることと, 疲労試験を実施する上で試験片直径は可能な限り大きいほうが望ましいことを考慮して, 内部破壊過程と結晶粒の同時観察に用いる試験片の直径は 0.5 mm 程度が妥当であると決定した.

5.4.3 位相像の定量性評価

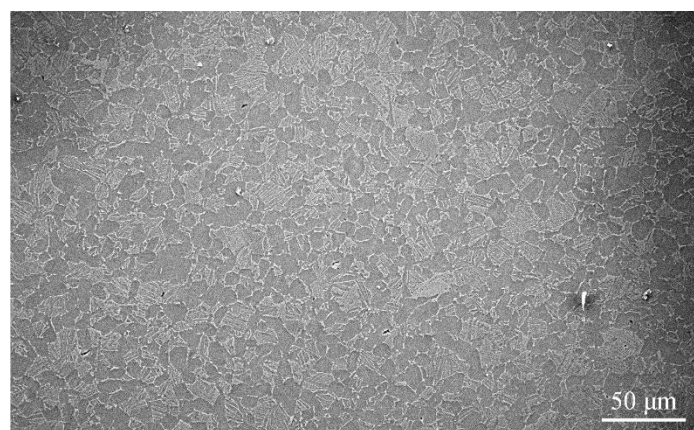
前項で取得した位相像について、結晶粒の観察像が量的に正しいことを確かめるために、位相像上で結晶粒径を測定し、SEM 像上での計測結果との比較を行った。測定に用いた位相像および SEM 像をそれぞれ図 5-5 (a) と (b) に示す。位相像については図 5-4 (c) に示した試験片直径 0.45 mm の位置から取得した試験片軸方向に垂直な仮想断面に対して計測を行った。SEM 像については、本研究で用いた供試材により別途作成した組織観察用試料より取得したものである。本試料の観察面は圧延方向と垂直な方向に切断した面であり、図 5-5 (a) と同じ方向の面である。なお、顕鏡面にはクロール液による腐食を施し、 α 相を選択腐食した。

図 5-6 に位相像および SEM 像における α 相の粒径測定結果を示す。横軸は粒径、左縦軸はその粒径の α 相のカウント数を示す。図中の黒の棒グラフおよび白の棒グラフが位相像および SEM 像におけるカウント数を示す。また、右縦軸は粒径の累積確率を示し、赤丸 (●) が位相像、白丸 (○) が SEM 像の結果を示す。なお、サンプル数 (計測対象とした α 相の個数) は、それぞれ 200 個ずつとした。同図の通り、位相像および SEM 像より取得した粒径分布はよく一致した。平均値についても、位相像では $10.4\ \mu\text{m}$ (標準偏差 $3.4\ \mu\text{m}$) であるのに対し、SEM 像では $10.5\ \mu\text{m}$ (標準偏差 $3.0\ \mu\text{m}$) とよく一致した。

以上のように、本研究で取得した結晶粒の観察像 (位相像) の妥当性が定量的に確かめられた。



(a) Phase-retrieval image



(b) SEM image

Fig. 5-5 Observation images of the microstructure in Ti-6Al-4V.

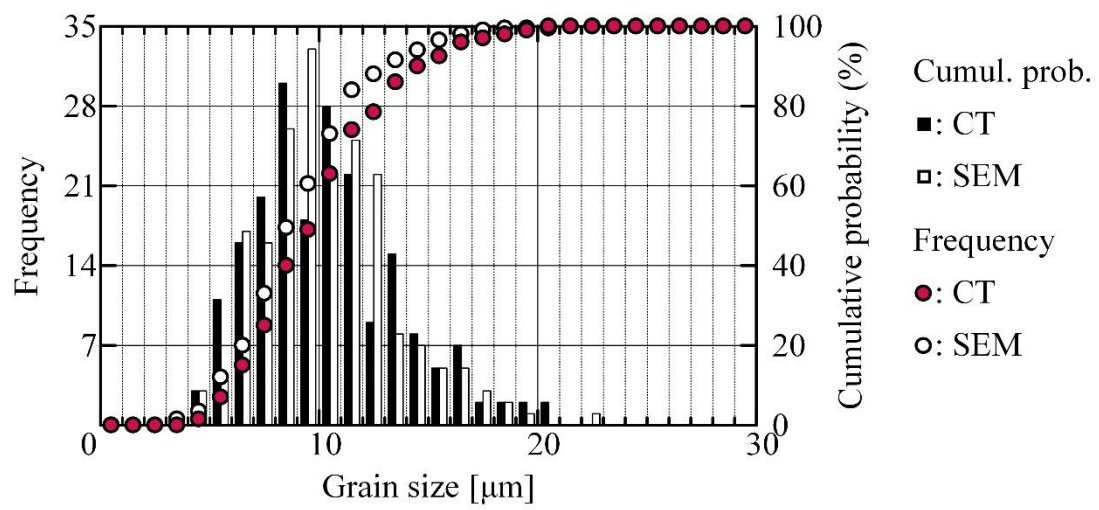


Fig. 5-6 Measurement results of α phase size.

5.5 内部き裂と微視組織の同時・非破壊観察

5.4 の結果に基づき、予め内部き裂を発生させた砂時計型疲労試験片に対し観察を実施し、内部き裂と結晶粒の同時観察を試みた。

実験の手順は以下の通りである。はじめに試験片直径 1.0 mm の試験片を作製し、この試験片に対して 2.4×10^7 cycles の繰返し負荷を与えることで内部き裂を発生させた（最大応力 650 MPa、応力比 0.1、周波数 400 Hz）。次に、2.4.2 に示される内部き裂の発生・進展観察において用いていた、本研究で用いたものよりも低分解能ではあるものの広視野（3 mm × 2.5 mm）が得られる観察系を用いることで試験片内部を観察し、内部き裂の発生箇所を同定した。図 5-7 は試験片軸に垂直な断面（横断面）を軸方向に投影した像である。同図の通り、横断面内において、内部き裂が中央付近に発生していることが確認された。そこで、前節までに決定した試験片寸法に合わせて、本試験片に対しエメリー研磨を施し、平行部直径を 0.45 mm とした。

研磨後の試験片について 5.2.2 に示した高分解能の観察系により観察を実施した。イメージング条件を表 5-2 に示す。針状試験片を用いて行った観察と比べ、より優れた像を得るために、ステップ角度を 0.05° とすることで、投影数を 3600 とした。また、試験片-検出器間距離は 26 mm とした。

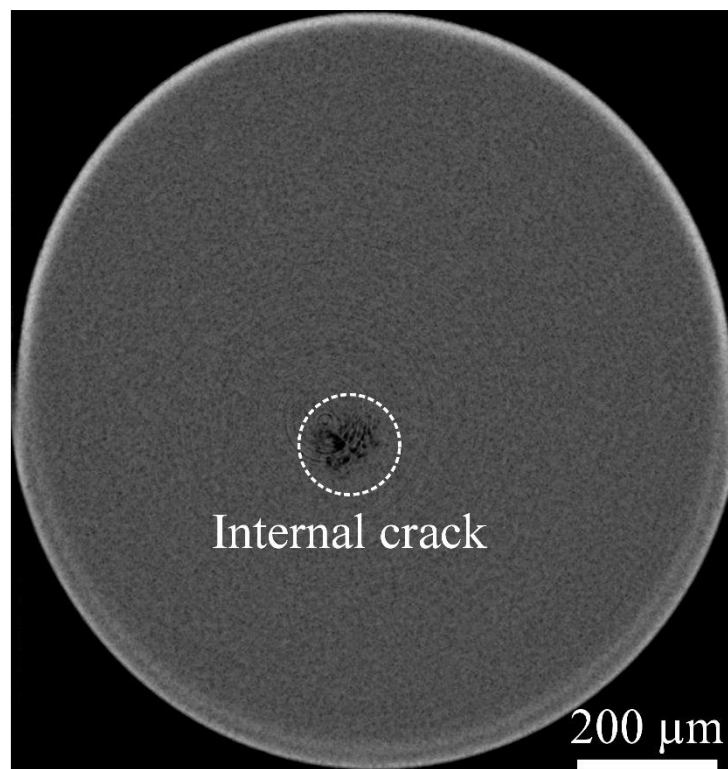


Fig. 5-7 Position identification of the internal crack

Table 5-2 Imaging conditions for the internal crack and microstructure.

X-ray energy	Step angle	Exposure time	Projection number	Sample-detector distance	Pixel size
30.0 keV	0.05°	0.3 s	3600	26 mm	0.23 μm

図 5-8 はき裂発生箇所における試験片内部の位相像である。同図は荷重軸方向と平行な断面を示しており、き裂経路と結晶粒の位置関係が明瞭に観察された。例えば矢印で示した箇所では、き裂が α/β 粒界において屈曲を生じた様子が確認された。また、投影数を増やしたことにより、 β 相内の二次析出針状 α 相がより明瞭に観察されている。以上のように、本研究により微細な結晶粒を有する商用の Ti-6Al-4V について、その内部の疲労き裂と結晶粒を非破壊で観察することが可能となった。

今後、本研究により決定された試験片形状・観察条件のもと、放射光 CT と疲労試験を交互に繰返し行うことによって、例えば「内部き裂（あるいはファセット）が結晶粒のどこから、いつ発生するのか」や「結晶粒界付近において内部き裂進展速度がどのように変化するのか」あるいは「 α 相と β 相の各相におけるき裂進展挙動の違い」など、内部疲労き裂の発生・進展過程を材料組織の観点から非破壊的に明らかにすることが期待できる。これらが明らかになれば、材料組織を適切に決定することで、超高サイクル疲労の防止を図ることができる可能性がある。

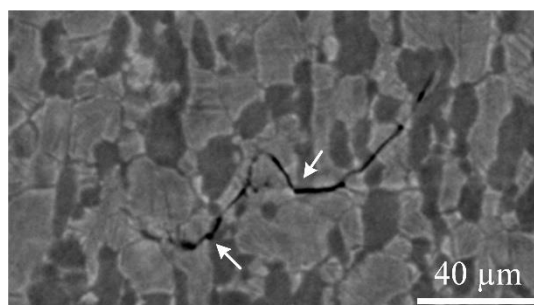


Fig. 5-8 Simultaneous observation of the internal crack and microstructure.

5.6 鉄鋼材料に対する放射光 CT の適用

本研究はチタン合金 Ti-6Al-4V の超高サイクル疲労を対象としたものである。前述した通り，本材料はチタン合金の中でも最も使用実績が多く，その超高サイクル疲労特性を明らかにすることは学術的・産業的に重要である。一方で，本研究で行った放射光 CT による内部破壊過程の直接観察が鉄鋼材料における超高サイクル疲労に対しても適用可能となれば，その意義は大きい。そこで，高強度鋼 SNCM439 に対して放射光 CT による試料内部のトライアル測定を行った。

測定に用いた SNCM439 の化学成分および機械的性質を表 5-3 および表 5-4 に示す。また，材料組織の SEM 観察像を図 5-9 に示す。本材料は旧 γ 粒径 $8.9\ \mu\text{m}$ のマルテンサイト組織からなる。本材料の超高サイクル疲労特性については既報[5-11–5-13]において報告しているが，1.2 でも述べた通り，本材料についても他の鉄鋼材料と同様に材料内部の非金属介在物が起点となって疲労破壊を生じる。例えば，筆者らが過去に行った実験では，疲労破面観察および EDS (Electron Dispersive X-ray Spectrometry) 分析により，破壊起点として Al_2O_3 系介在物，TiN 系介在物，MnS 系介在物が確認された[5-13, Appendix 2]。そこで，本研究では，潜在的な疲労き裂発生起点として試料内部に存在する非金属介在物を放射光 CT により非破壊で検出することを目的として測定を行った。

Table 5-3 Chemical composition of SNCM439 (mass%).

C	Si	Mn	P	S	Cu	Ni	Cr	Mo	Fe
0.40	0.22	0.78	0.022	0.013	0.18	1.78	0.83	0.20	Bal.

Table 5-4 Mechanical properties of SNCM439.

Tensile strength	0.2% proof stress	Elongation	Reduction of area	Vickers hardness
2106 MPa	1368 MPa	11%	46%	640

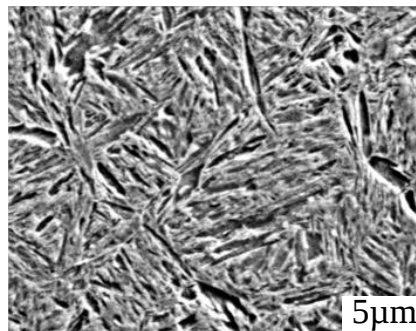


Fig. 5-9 Martensitic microstructure of SNCM439.

試験片形状は 5.2.1 に示した針状試験片（図 5-1）と同様の形状とした．イメージング条件を表 5-5 に示す．また，本測定は試験片直径が 0.36–0.46 mm の範囲について行った．

Table 5-5 Imaging conditions for microstructure.

X-ray energy	Step angle	Exposure time	Projection number	Sample-detector distance	Pixel size
37.7 keV	0.1°	0.5 s	1800	43 mm	0.23 μm

得られた観察像（位相像）を図 5-10 に示す．同図は試験片軸に垂直な仮想断面（横断面）であり，ここでは視野高さ方向中央付近の試験片直径 0.415 mm の位置において取得した観察像を示している．なお，位相回復処理におけるパラメータは $\Delta\delta = 5.0 \times 10^{-8}$ とした．同図の通り，本観察では図 5-9 のようなマルテンサイト組織は観察できなかったものの，黒い点のように観察される像が多数存在していた．これらは非金属介在物の観察像であると考えられる．

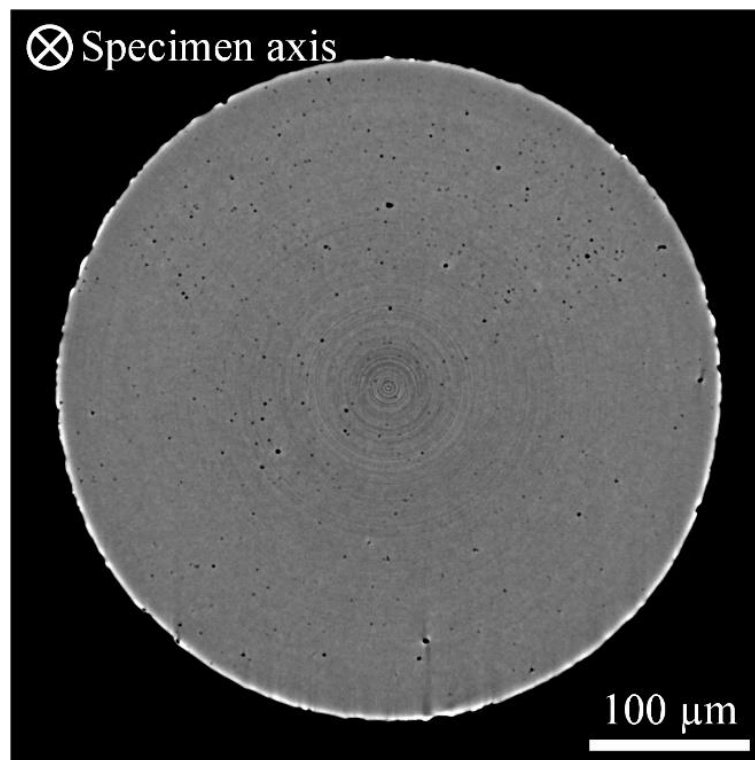


Fig. 5-10 Cross-section of SNCM439 (specimen diameter = 0.415 mm).

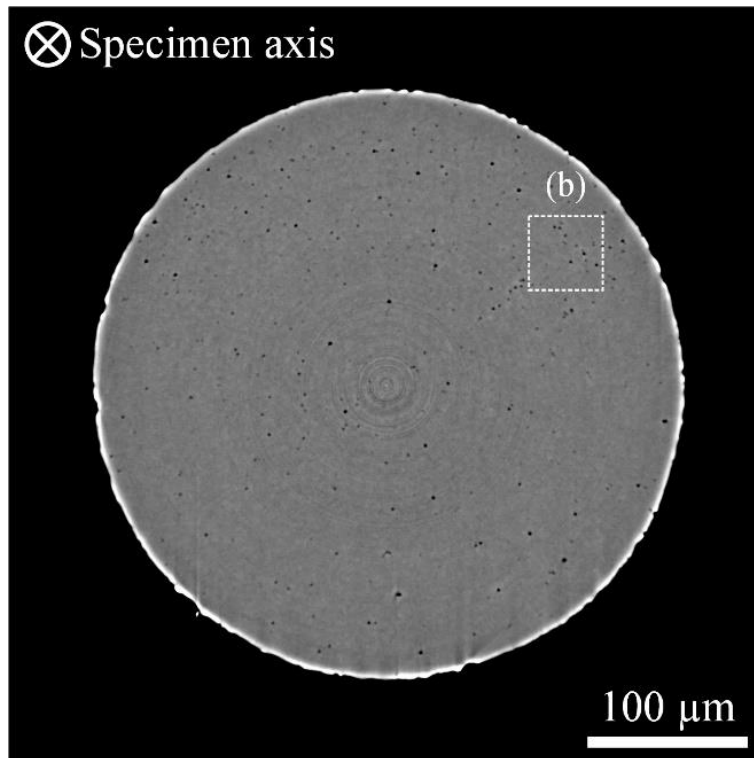
得られた三次元観察データより、大別して以下の 2 種類の形状の非金属介在物が確認された：i)試験片軸方向（圧延方向）に延伸した形状および ii)球状（あるいは扁球状）。

上記 i)延伸形状を有する非金属介在物は ii)球状の介在物に比べると、試験片内で頻繁に観察された。図 5-11 に延伸形状を有する非金属介在物の観察像を示す。同図 (a) は試験片直径 0.368 mm の位置における横断面を示しており、(b) は (a) 内の点線部 (200 pixels × 200 pixels, 1 pixel = 0.23 μm) の拡大像を示す。

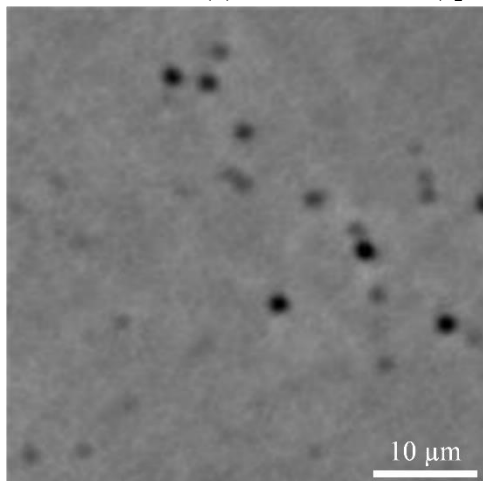
(b) 内では非金属介在物が集中して存在する様子が観察される。(c) は、(b) に示される横断面を中心とした試験片軸方向 ±100 pixels の範囲内 (すなわち 200 pixels × 200 pixels × 200 pixels の立方体内) における介在物の三次元像を示す。各座標軸の単位はピクセル (1 pixel = 0.23 μm) であり、1 目盛は 50 pixels (= 11.5 μm) を示す。同図中ではノイズが含まれるものの、試験片軸方向に延伸した非金属介在物の三次元形状が観察されている。なお、紙面に示す都合上 (c) 中では非金属介在物の一部が示されており、実際の寸法（軸方向長さ）は更に大きかった。例えば、図 5-12 は観察範囲内に存在した延伸形状を有する介在物のうち、最も大きなものの三次元像である。図中の 1 目盛は 50 pixels (= 11.5 μm) を示し、少なくとも視野の高さ方向程度 (≈ 500 μm) の長さを有していた。以上のような形状的特徴から判断すれば、これらの介在物は MnS 系介在物などの JIS が規定するところの A 系介在物であると考えられる。

図 5-11 と同様に、図 5-13 に球状の非金属介在物の観察像を示す。同図 (a) は試験片直径 0.370 mm の位置から取得した横断面であり、(b) は (a) 内の点線部 (100 pixels × 100 pixels) の拡大図である。(b) 内で暗い円形に観察される部分が介在物を示す。(c) は、(b) に示される横断面を中心とした試験片軸方向 ±50 pixels の範囲内での介在物の三次元形状を示す。同図に示される形状から判断すると、この介在物は Al₂O₃ 系介在物のような JIS における B 系介在物か、TiN 系介在物のような C 系介在物のいずれかであると思われるが、同観察像から断定することはできなかった。なお、図 5-14 (a) のように近距離に二つの球状介在物が存在している場合や、同 (b) のように延伸形状の介在物と一体となって存在している場合も確認された。

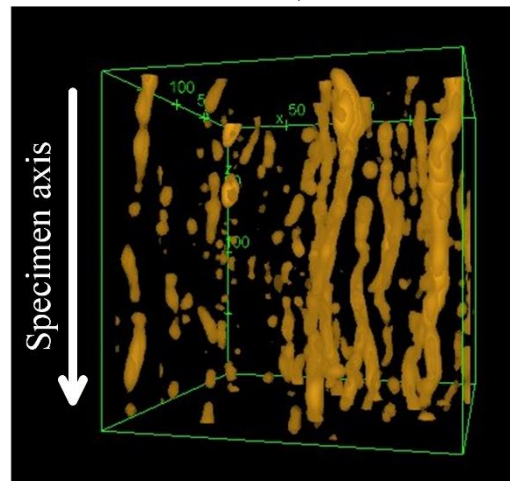
以上のように、放射光 CT により SNCM439 内部の非金属介在物を明瞭に観察することが可能であった。非金属介在物と比べると、密度が 0 である内部き裂は CT 撮像による検出が容易であるから、今後、同材料についても Ti-6Al-4V に行ったような実験を行うことで、内部き裂の発生・進展過程を直接観察により調べることが可能である。



(a) Cross-section (specimen diameter = 0.368 mm)



(b) Magnified view



(c) 3D-reconstructed image

Fig. 5-11 Reconstructed images of the elongated-shape inclusions.

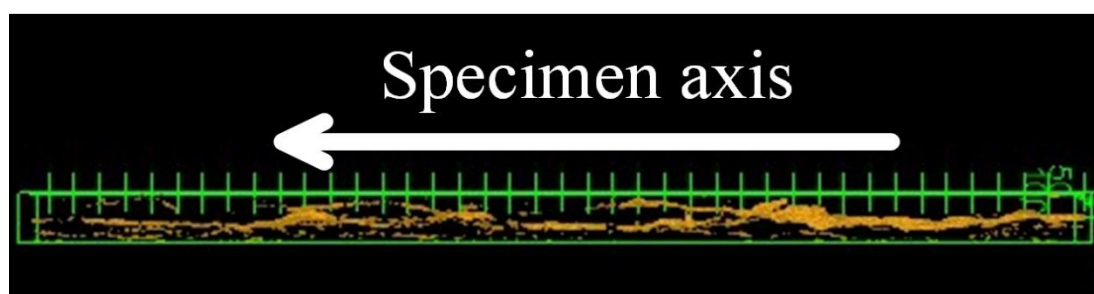
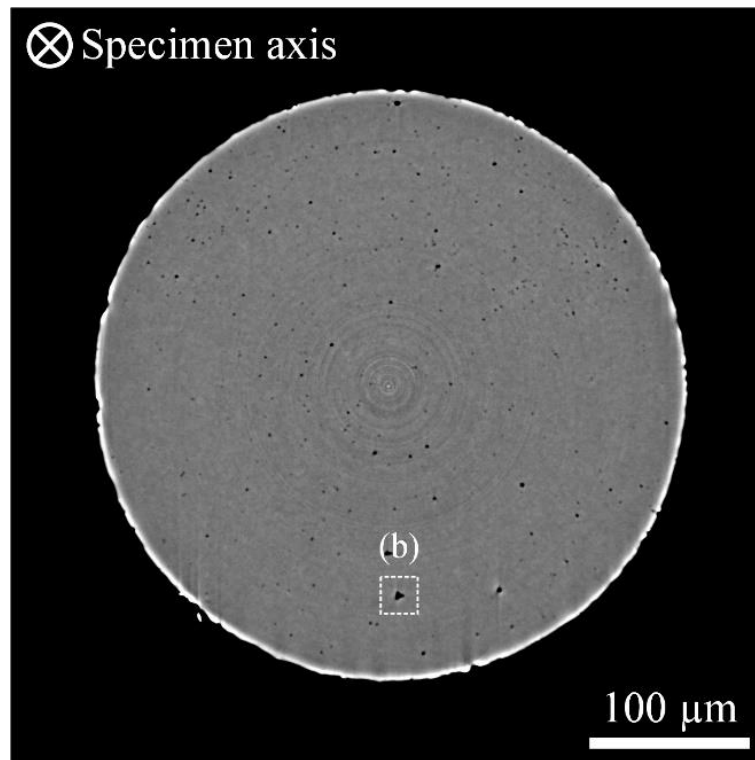
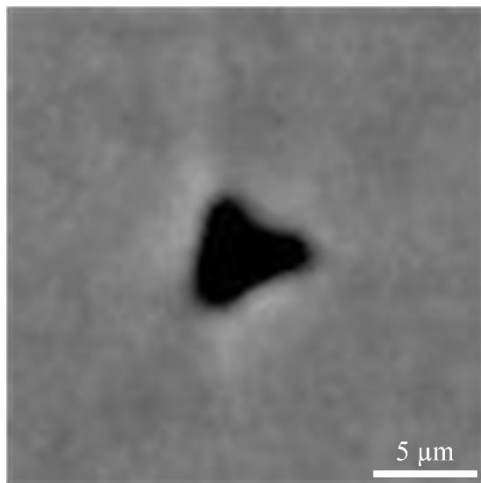


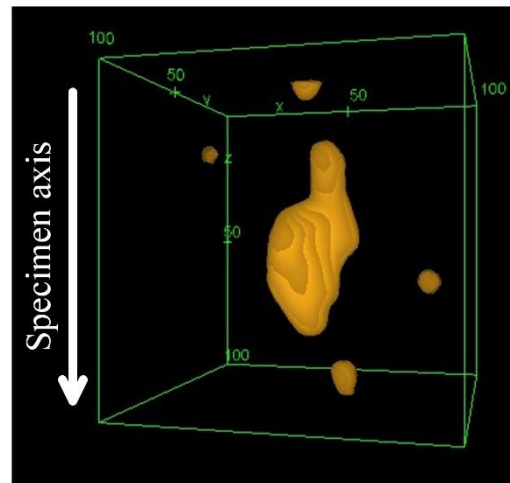
Fig. 5-12 The elongated-shape inclusion with the maximum size in the observation range.



(a) Cross-section (specimen diameter = 0.368 mm)

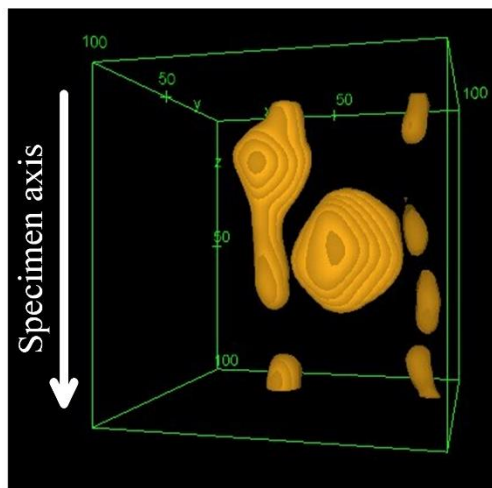


(b) Magnified view

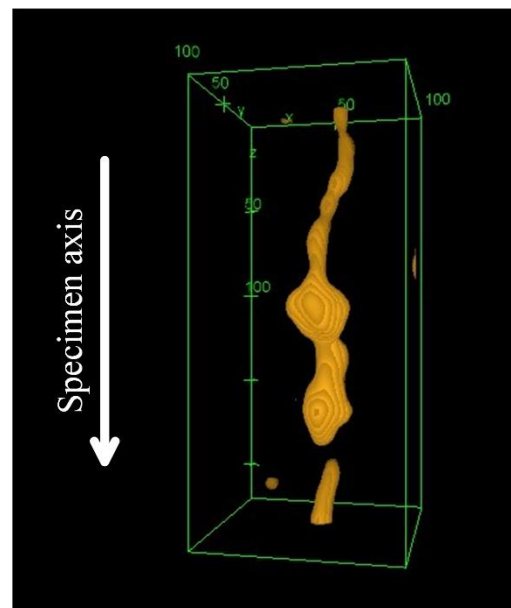


(c) 3D-reconstructed image

Fig. 5-13 Reconstructed images of the spherical-shape inclusion.



(a) Spherical-shape inclusions in the short distance



(b) Spherical-shape inclusion integrated with elongated-shape inclusion

Fig. 5-14 3D-reconstructed images of the spherical-shape inclusions.

5.7 5章のまとめ

本章では内部破壊過程と材料組織の同時・非破壊観察の実現に向けて Ti-6Al-4V 内部の結晶粒の可視化を試みた。吸収差の小さい α 相と β 相の二相間に明瞭なコントラストを得るために、位相コントラスト法を適用した。また、試験片寸法が観察像に与える影響を調べることで、結晶粒を可視化するために最低限どの程度試験片寸法を小型化すればよいのかを検討した。

さらに、高強度鋼 SNCM439 に対しても試料内部の高分解能撮像を試みることで、本研究で行った放射光 CT を中心とする超高サイクル疲労研究手法が鉄鋼材料についても適用可能であるかを検討した。得られた結果を以下に示す。なお、1-5 が Ti-6Al-4V に関する結果で、6 が SNCM439 の結果である。

1. 観察部直径が 0.20–0.45 mm の範囲で吸収コントラストによる観察像を比較したところ、直径の違いによらず α 相と β 相の二相が識別可能な像が得られた。一方、二相間のコントラスト差は小さかった。
2. Paganin らによる位相コントラスト法（位相回復法）におけるパラメータである $\Delta\delta$ を適宜変化させて計算処理を行うことでこの値を最適化した。その結果、 $\Delta\delta = 5.0 \times 10^{-8}$ とすることで最も明瞭な位相像が得られた。
3. 2において最適化された条件のもとで取得した位相像について、観察部直径が 0.20–0.45 mm の範囲では観察部寸法による像への影響は見られなかった。
4. 3の結果と、本観察系の視野がおおむね 0.5 mm $\times$ 0.5 mm であることを考慮すれば、内部破壊過程と結晶粒の同時観察に用いる試験片の直径は 0.5 mm 程度とすることが妥当である。
5. 予め内部き裂を発生させた試験片に対し位相コントラスト法によるイメージングを実施することで、内部き裂と結晶粒を同時・非破壊で観察した。
6. SNCM439 に対し放射光 CT を適用した結果、試料内部に多数存在する非金属介在物を可視化することに成功した。非金属介在物と比べると、密度が 0 である内部き裂は放射光 CT による検出が容易であると考えられるため、本研究で行った放射光 CT による内部破壊過程の直接観察は鉄鋼材料に対しても十分に適用可能であることが確かめられた。

〈5 章の参考文献〉

- [5-1] Marx M, Schaef W, Vfhoff H. Interaction of short cracks with the local microstructure. *Proc Eng* 2010;2:163–71.
- [5-2] Ludwig W, Reischig P, King A, Herbig M, Lauridsen EM, Johnson G, Marrow TJ, Buffière JY. Three-dimensional grain mapping by x-ray diffraction contrast tomography and the use of Friedel pairs in diffraction data analysis. *Rev Sci Instrum* 2009;80:033905.
- [5-3] Shiozawa D, Nakai Y, Miura R, Masada N, Matsuda S, Nakao R. 4D evaluation of grain shape and fatigue damage of individual grains in polycrystalline alloys by diffraction contrast tomography using ultrabright synchrotron radiation. *Int J Fatigue* 2016;82:247–255.
- [5-4] Toda H, Takijiri A, Azuma M, Yabu S, Hayashi K, Seo D, Kobayashi M, Hirayama K, Takeushi A, Uesugi K. Damage micromechanisms in dual-phase steel investigated with combined phase- and absorption-contrast tomography. *Acta Mater* 2017;126:401–12.
- [5-5] Wilkins SW, Gureyev TE, Gao D, Pogany A, Stevenson AW. Phase-contrast imaging using polychromatic hard X-rays. *Nature* 1996;384:335–8.
- [5-6] Momose A, Fukuda J. Phase-contrast radiographs of nonstained rat cerebellar specimen. *Med Phys* 1995;22:375–9.
- [5-7] Diemoz PC, Bravin A, Coan P. Theoretical comparison of three X-ray phase-contrast imaging technique: propagation-based imaging, analyzer-based imaging and grating interferometry. *Opt Express* 2012;20:2789–805.
- [5-8] Waller L, Tian L, Barbastathis G. Transport of intensity phase-amplitude imaging with higher order intensity derivatives. *Opt Express* 2010;18:12552–61.
- [5-9] Paganin D, Mayo SC, Gureyev TE, Miller PR, Wilkins SW. Simultaneous phase and amplitude extraction from a single defocused image of a homogeneous object. *J Microsc* 2002;206:33–40.
- [5-10] Liu H, Zhang C, Fan X, Duan Y, Xiao T, Du G, Fu Y, Liu H, Wen H. Robust phase-retrieval-based X-ray tomography for morphological assessment of early hepatic echinococcosis infection in rats. *Plos one* 2017;12:e0183396.
- [5-11] Oguma H, Nakamura T. Effect of tempering temperature on very high cycle fatigue properties of high strength steel. In: *Proceedings of the 12th International Conference on Fracture (ICF12)*. Ottawa, CD-ROM; 2009.
- [5-12] Nakamura T, Oguma H, Shinohara Y. The effect of vacuum-like environment inside sub-surface fatigue crack on the formation of ODA fracture surface in high

strength steel. Proc Eng 2010;2:2121–9.

- [5-13] Yoshinaka F, Nakamura T. Effect of vacuum environment on fatigue fracture surfaces of high strength steel. Mech Eng Lett 2016;2:15-00730.

第 6 章 展 望

—内部破壊過程解明
に向けた放射光実験
技術の適用可能性—

本章では、ここまでの結果・検討に基づき、これらにより示された内部破壊過程の詳細を明らかにする上での検討課題を指摘するとともに、発展的な放射光実験技術を用いてそれらを解決する方針について述べる。

(a) 結晶学的検討

第 4 章で繰返し指摘した通り、本研究により取得した裂発生寿命や発生直後の進展速度におけるばらつきは主にファセットを形成する α 相とその周囲の結晶粒からなるクラスタに関する結晶学的な因子が主要因である可能性がある。そのため、方位解析等の微細構造解析は重要な検討課題である。ここで、超高サイクル疲労について破壊後の疲労破面に対し EBSD を用いた方位解析を行った研究[6-1]はあるものの、このような検討では、発生寿命や、特定の結晶粒内（あるいは結晶粒界）における進展速度に対し、結晶方位がどのような影響を持つかを明らかにすることはできない。一方、近年開発された 3D-XRD (X-Ray Diffraction) と呼ばれる手法を用いれば、三次元・非破壊で結晶粒の方位解析を行うことが可能である[6-2]。なお、本手法については本研究で用いたビームライン BL20XU においても利用するための準備が整いつつある。一方、その適用においては計算負荷の大きさがネックであり、測定対象となる結晶粒を極端に多くすることは困難である。そのため、本手法を適用するには熱処理条件の最適化などにより結晶粒径を調整するなどの対策が必要である。今後、本手法を用いることで、内部き裂発生や進展を抑制するための結晶学的条件が示されれば、材料創製の観点から超高サイクル疲労の防止策を提案することにもつながる。

(b) 内部き裂先端の高分解能撮像

第 5 章は結晶粒の可視化を目的として観察系の高分解能化に関する検討を行った。一方で、内部き裂進展の詳細を明らかにする上でも撮像の高分解能化は意義深い。例えば、発生直後の内部き裂について、き裂先端の開閉口挙動を実測することで、実際の負荷と内部き裂の変形挙動がどのような関係にあるかを明らかにすることができる。ここで、疲労き裂は負荷サイクル中の負荷過程において開口し、除荷過程においては引張負荷の減少に伴い徐々に閉口する。き裂進展はこのようなき裂開閉口を駆動力として進む現象であるが、内部き裂については、実際の負荷の大きとき裂先端の開口量の関係は明らかではない。また、き裂は除荷過程において引張負荷が完全に 0 になるよりも早期に閉口する（き裂閉口現象）ことが知られている。このき裂閉口現象は、発生したき裂が進展せずに停留するための条件とも密接に関係しており[6-3]、内部破壊に対する疲労限度（あ

るいは時間強度)を決定する重要な現象である。そのため、内部き裂の開閉口挙動が明らかにされれば、内部き裂の真の駆動力や進展・停留条件を定量的に求められ、超高サイクル疲労寿命や時間強度を力学的に評価する手法が構築できる。

また、真空中における表面き裂についてき裂先端の開閉口挙動を調べた研究では、真空中ではき裂先端前方においてひずみが均質化することにより、開口時のき裂先端が著しく鈍化するという報告がある[6-4]。内部き裂についても開口時のき裂先端形状を測定し、これを真空中の表面き裂と比較することで、内部破壊過程への真空環境の寄与についてより本質的な裏付けを得ることが期待できる。

第 5 章では、結晶粒の可視化に十分な分解能が得られており、同様の観察を行うことで、上記の検討は可能と思われる。しかし、より精細な検討を行う上ためには、空間分解能は可能な限り高いほうが望ましい。一方で、現在開発が進む放射光画像計測技術に、X 線結像顕微 CT (結像法) と呼ばれる手法がある[6-5]。本手法では、従来の CT (投影法) に比べて格段に高い分解能 (nm オーダー) が得られる。本手法を内部き裂の観察に適用することができれば、上述したような内部き裂開閉口を測定する際に、わずかな開口量・先端形状の差を判別できる可能性がある。

そこで、結像法が内部き裂の計測に適用可能かどうかを検討するために、Ti-6Al-4V について実際に結像法による観察を試験的に実施した。以下では、このトライアル測定の概要と結果について簡単に報告する。

本測定は SPring-8 のビームライン BL20XU・第一実験ハッチにおいて行った。用いた観察系の概略図を図 6-1 に示す。本手法は、FZP (Fresnel Zone Plate) により透過 X 線像を拡大することにより極めて高い分解能を得るものである。また、Zernike 型の位相板を用いることで位相コントラストを得ている。なお、本研究で用いた観察系については、PC による遠隔操作により結像法と通常の CT (投影法) を容易に切替えることができる。

観察に用いた試験片の形状と寸法を図 6-2 に示す。なお、2.3 に示した試験片と同様に、本試験片も 3 つの部品 (①試験部, ②つかみ部, ③ボルト) からなる。試験片形状は砂時計型とし、①試験部については第 5 章の検討をもとに、最小径部の直径を 0.45 mm とした。本観察ではこの試験片に対し疲労試験 (最大応力 800 MPa, 応力比 0.1) を実施することで試験片を破断させ、破断後の試験片について、はじめにき裂発生箇所を投影法により同定し、同箇所を結像法で観察した。結像法に関するイメージング条件を表 6-1 に示す。X 線エネルギーについては、本観察を行った時点では 20 keV のみが選択可能であり、これを用いた。取得画像のピクセル数は 2048 pixels × 2048 pixels であり、最終ピクセルサイズは 30.6 nm である。つまり、観察視野は 60 μm × 60 μm 程度である。第 5 章における検討で用いていた観察系のピクセルサイズは 0.23 μm であり、視野は 0.47 mm

×0.47 mm であったが、これと比べると、結像法では極めて小さなピクセルサイズ (1/7 以下) を用いる代わりに、視野は厳しく制限される。露光時間は 1 s, 投影数は 3600 であり、1 度の撮像は 1 時間程度で完了する。

得られた観察像を図 6-3 に示す。同図では、結晶粒と内部き裂が極めて明瞭に観察されており、二次析出針状 α 相を含む時効 β 相からなる α/β コロニー (縞状に観察される部分) についても明瞭に解像されている。

今後、引張負荷を系統的に変化させて内部き裂先端を結像法により観察することで、内部き裂の進展・停留条件を明らかにできる。この実験的検討は、確固とした評価手法・防止策が存在しない超高サイクル疲労の問題への対策について有効な指針を提供し得る。

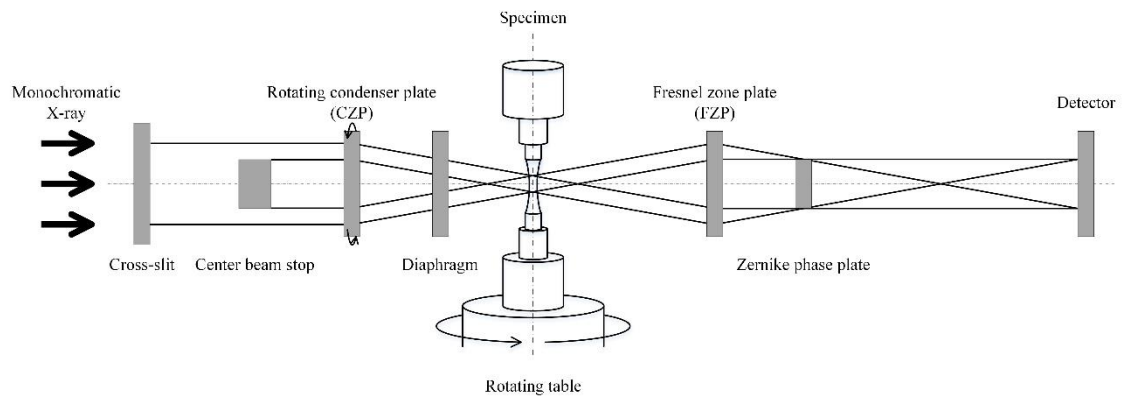


Fig. 6-1 Schematic of imaging system.

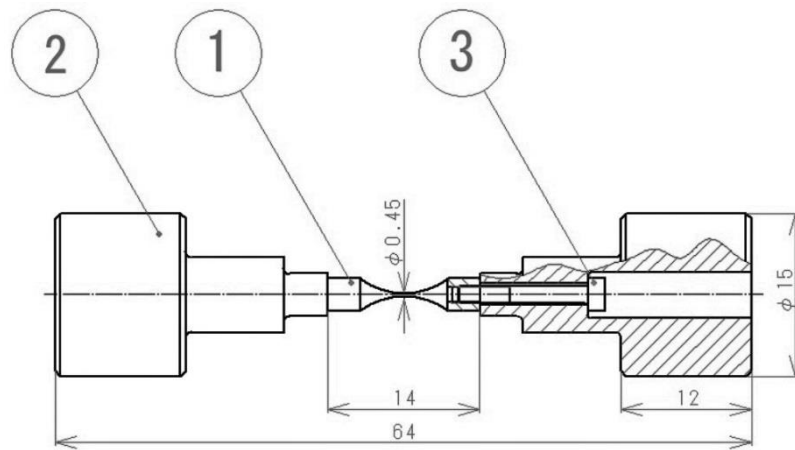


Fig. 6-2 Specimen shape and dimension.

Table 6-1 Imaging conditions.

X-ray energy	Step angle	Exposure time	Projection number	Sample-detector distance	Pixel size
20.0 keV	0.05	1 s	3600	165 m	0.0306 μm

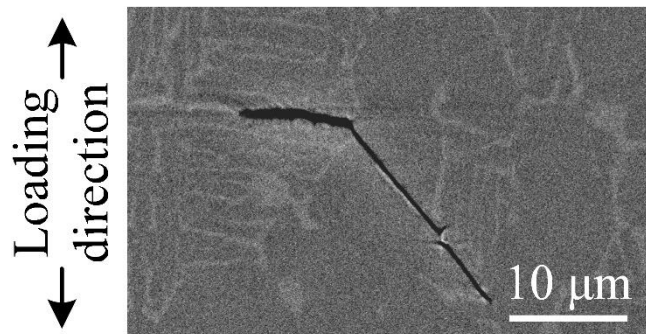


Fig. 6-3 Observation image of Ti-6Al-4V.

(c) 放射光 CT の適用による超高サイクル疲労評価実験について

本研究では超高サイクル疲労の一番の問題であった破壊過程の観察ができないう点に対し、放射光 CT の適用によりこれを解決した。ここでは、この研究手法を行う上で留意すべき点を示すことで、本手法の適用可能性について述べる。本研究で行った観察実験は次の 3 つに分類できる。

1. 第 3 章で示した広視野の投影法による内部き裂発生・進展観察
2. 第 5 章で示した高分解能の投影法による結晶粒の可視化
3. 本章で示した結像法による超高分解能撮像

ここで、分解能と視野は一般にトレードオフの関係にあり、観察対象によって観察系・手法を適切に設定する必要がある。例えば本研究で用いた Ti-6Al-4V の場合、上記 1 は比較的大きな検査体積についての情報を得ることができ、一度の撮像で多数のき裂を検出することが見込めるから、例えば内部き裂発生寿命や進展速度の取得においては有効な観察方法である。また、上記 2 の高分解能化により結晶粒を可視化すれば、内部き裂が組織のどこから発生し、どこを進展するのかといった情報や、内部き裂に対する結晶粒界の進展抑制効果を計測することも可能となる。また、上述した通り、投影法と結像法の切り替えを行うことで、例えば上記 2 によって内部き裂の発生箇所を同定し、3 によって内部き裂先端のみを精査するような実験も可能である。

一方で、SPring-8 は利用機会が限られるために、ビームタイム内に確実に内部破壊過程を観察できるようにする必要がある。その成否は、SPring-8 での実験前の“段取り”によるところが大きい。そのため、試験片・機器の開発や、疲労試験条件の適切な設定が重要であることを改めて示す。

放射光 CT による試験片内部の測定を行う場合には、検査部の寸法を十分な X 線透過量が得られるように小型化する必要がある。例えば本研究による検討の結果では、Ti-6Al-4V について上記 2 や 3 を実施するためには試験片直径は 0.5 mm 以下と極めて小さくする必要性が示されている。このような小型の試験片を安定して精度良く製造し、また、高速で疲労試験を行うためには、この実験に最適化した試験片製造方法や工作機械、試験機の開発が不可欠である。例えば、図 6-2 に示した試験片の作成に当たっては、高精度に研削を行えるような小型旋盤を専用に開発している。

ここで、試験片を小型化することによる寸法効果が表れることも予見されるため、試験片寸法が超高サイクル疲労特性に及ぼす影響を明らかにすることも今後の重要な検討課題である。

〈6 章の参考文献〉

- [6-1] Jha SK, Szczepanski CJ, Golden PJ, Porter III WJ, John R. Characterization of fatigue crack-initiation facets in relation to lifetime variability in Ti-6Al-4V. *Int J Fatigue* 2012;42:248–57.
- [6-2] Poulsen HF. Three-dimensional X-ray diffraction microscopy. Berlin: Springer 2004.
- [6-3] Vasudeven AK, Sadananda K, Louat N. A review of crack closure, fatigue crack threshold and related phenomena. *Mater Sci Eng A* 1994;188:1–22.
- [6-4] McEvily AJ, Gonzalez Velazquez JL. Fatigue crack tip deformation processes as influenced by the environment. *Metall Trans A* 1992;23:2211–21.
- [6-5] Takeuchi A, Uesugi K, Suzuki Y. Zernike phase-contrast x-ray microscope with pseudo-Kohler illumination generated by sectored (polygon) condenser plate. *J Phys Conf Ser* 2009;186:012020.

第 7 章

総 括

本研究では ($\alpha+\beta$) チタン合金 Ti-6Al-4V の超高サイクル疲労における内部破壊過程を明らかにすることを目的として、放射光 CT を中心とした実験を実施した。以下では各章の要点と得られた主な結果をまとめて示す。

第 1 章 緒言では、超高サイクル疲労の概要と研究状況を示すとともに、これまで内部破壊過程の詳細が明らかにされてこなかった理由として、破壊過程の直接観察が極めて困難である点を指摘した。このような現状を解決し得る実験技術として放射光 CT を取り上げ、本手法を用いた内部き裂発生・進展観察により内部破壊過程を解明することを研究目的として設定した。

第 2 章 供試材および試験方法では、供試材として用いた ($\alpha+\beta$) チタン合金 Ti-6Al-4V の諸性質について記したのちに、第 3 章 内部き裂発生・進展観察に用いた試験片、疲労試験条件、イメージング条件について示した。ここで、SPRING-8 の利用機会は必ずしも容易に得られず、これらの実験条件の最適化は実験の成否にかかわる重要な検討事項である。そこで本章では、内部き裂発生・進展観察に最適な試験片形状として、観察部直径が 1.8 mm の小型試験片を設計した。さらに、この試験片に対して高速かつ安定して疲労試験が実施可能な疲労試験機を新たに開発した。また、内部き裂を開口させつつ観察が行えるように、ビームライン内の試料台に設置可能な小型引張載荷冶具を開発した。これらにより、内部き裂発生・進展観察が可能な実験環境を整備することができた。

第 3 章 内部き裂発生・進展観察では、筆者の知る限り世界で初めて内部破壊過程を直接観察した。観察結果から、内部き裂の発生寿命と発生直後の進展速度を取得した。得られた主な結果は以下の通りである：内部き裂は観察視野内において多数発生したが、表面き裂は 1 つしか発生しなかった。また、内部き裂の発生寿命はき裂ごとに大きく異なっていた。内部き裂進展に関しては、き裂ごとにばらつきが認められたものの、進展速度は 10^{-10} m/cycle 以下であり、極めて低速で進展した。なお、き裂発生寿命は短い、発生後ほぼ進展しなかったき裂がある一方、き裂発生寿命は長いものの、発生後急速に進展したき裂があるなど、き裂発生寿命とその後の進展挙動に直接的な関係は見られなかった。

第 4 章 内部き裂発生寿命・進展速度に関する検討では、第 3 章で得られた結果に対して検討を行った。はじめに、Ti-6Al-4V では α 相におけるファセット形成を契機としてき裂が発生・進展することに直目し、起点ファセット寸法と内部き裂発生寿命、および発生直後の進展速度との関係を調べた。その結果、起点ファセット寸法と発生寿命・進展速度の間に有意な関係は認められなかった。この

結果は、起点寸法のみでは内部破壊挙動を合理的に評価できないことを示している。また、ファセット形成過程自体について、どのような速度で進展する現象であるかを概算したところ、ファセット形成は形成直後の進展に比べると速やかに進行していた。これらの結果と他の研究者らの報告も踏まえると、内部き裂発生および発生直後の進展過程においては、起点ファセットとその周囲の結晶粒がなすクラスタとしての結晶学的特性が重要であると考えられる。

次に、内部き裂が低速で進展した理由についてき裂周囲環境に着目して検討を行った。ここで、内部き裂は大気から遮断された一種の真空環境を進展すると指摘されている。そこで、種々の真空圧力 (10^{-6} Pa, 10^{-4} Pa, 10^{-2} Pa, 10^0 Pa, 大気圧) における表面微小き裂進展試験を実施し、その結果を内部き裂と比較した。その結果、 10^{-2} Pa および 10^0 Pa における進展速度は大気中とほとんど同程度であったのに対し、 10^{-6} Pa および 10^{-4} Pa では大気中に比べ明らかに進展速度が低下した。また、内部き裂の結果は 10^{-6} Pa や 10^{-4} Pa といった特に真空圧力の低い環境における結果とよく一致した。このことから、内部き裂周囲に存在する気体量は極めて限定的であり、その影響により低速で進展すると考えられる。

第5章 材料内部微視構造の高分解能・高感度撮像では、微視組織の観点から内部破壊過程を調べることを目的とする内部破壊過程と材料組織の同時・非破壊観察の実現に向けて、放射光 CT による Ti-6Al-4V 内部の結晶粒の可視化に取り組んだ。実験の結果、試験片寸法を 0.5 mm 程度以下まで小型化するとともに、位相コントラスト法 (Paganing らによる位相回復法) を用いることで試験片内部の結晶粒を明瞭に観察することに成功した。また、予め内部き裂を発生させた砂時計型疲労試験片に対し観察を実施することにより、内部き裂と結晶粒を同時に観察した。

さらに、高強度鋼 SNCM439 にも観察を実施し、本研究で行った放射光 CT を中心とする超高サイクル疲労研究手法が鉄鋼材料についても適用可能であることを検討した。その結果、試料内部に多数存在する非金属介在物を可視化することに成功した。このことから、本研究で行った放射光 CT による内部破壊過程の直接観察は鉄鋼材料に対しても十分に適用可能であることが確かめられた。

第6章 展望—内部破壊過程解明に向けた放射光実験技術の適用可能性—では、第5章までの結果を踏まえ、今後、内部破壊過程の詳細を解明する上での検討課題を指摘し、放射光実験技術によりこれらを解決する方針について述べた。

内部破壊過程における微視組織の影響を明らかにする上で、結晶学的解析は重要な検討事項である。3D-XRD は三次元・非破壊で金属材料内部の結晶粒の方位解析が可能であり、これを用いることで内部き裂発生や進展を抑制するため

の結晶学的条件が示されれば、材料創製の観点から超高サイクル疲労の防止策を提案することにもつながる。

また、内部き裂先端の開閉口挙動は、内部き裂の進展・停留条件にもかかわる重要な現象である。一方、これを測定するためには極めて高い空間分解能が求められる。X線結像顕微CT（結像法）は従来のCTに比べて格段に高い分解能が得られる手法であり、本手法を用いれば内部き裂先端の微小な開口量や変形を判別できる可能性がある。これまでに、結像法が内部き裂の計測に適用可能かどうかを検討するために、Ti-6Al-4Vについて結像法による観察を試験的に実施した。その結果、結晶粒と内部き裂が極めて明瞭に観察することに成功した。今後、引張負荷を系統的に変化させて内部き裂先端を結像法により観察し、内部き裂の進展・停留条件を明らかにすることで、超高サイクル疲労を力学的に評価する手法を提供し得る。

以上が本研究により得られた結果であるが、本研究の最大の成果はこれまで観察が不可能とされてきた超高サイクル疲労における内部破壊過程を観察可能とした点に集約される。上記の結果は、従来までの破壊後を対象とした事後的検討では取得することが極めて困難であり、内部破壊過程そのものを調べることで初めて明らかとなったものである。

破壊過程の直接的調査は、観察事実に立脚した確度の高い超高サイクル疲労評価手法の提案につながり、確固とした防止策のない超高サイクル疲労について合理的な解決を可能とする実験手法として不可欠なものである。

付 録

Appendix 1 SPring-8 実験課題

SPring-8 の利用にあたっては，年度上期（A 期）と下期（B 期）のそれぞれで募集される課題申請と審査により，1 シフトを 8 時間としてビームタイムが配分される．これまでに，筆者らは大型放射光施設 SPring-8 を用いた実験を 2013 年度から 7 つの実験課題について行ってきたが，ここでは各実験課題の概要を示す．また，実験課題の概要について，表 A-1 にまとめて示す．なお，使用ビームラインはすべて BL20XU である．

(a) 2013A1218 「高強度チタン合金の内部起点型疲労破壊における微小き裂発生・進展過程の解明（実験責任者：中村孝）」

本実験は，一連の実験のうち最初に実施したものであり，繰返し負荷を与えた Ti-6Al-4V 試験片を用いることで，内部き裂の検出とイメージング条件の最適化を行った．また，本実験では，内部き裂を開口させつつ観察を行えるように，ビームライン内の試料台に設置可能な小型引張載荷治具を開発した．実験の結果，試験片内部に発生した 30 μm 程度のき裂の検出に成功した．さらに，このき裂を対象として種々の条件のもと観察を実施し，イメージング条件を最適化した．以降の実験（2013B1470，2014A1020，2014A1459）では，2013A1218 で決定したイメージング条件を用いて観察を実施した．

参考文献：Nakamura T, Yoshinaka F, Nakayama S, Oguma H, Shiozawa D, Nakai Y, et al. Detection of small internal fatigue cracks in Ti-6Al-4V by using synchrotron radiation μCT imaging. Mech Eng Lett 2016;2:16–00233.

(b) 2013B1470 「高強度チタン合金における内部起点型疲労き裂の検出と伝播解析（実験責任者：中村孝）」

本実験では，内部き裂の進展過程の非破壊観察に初めて取り組んだ．観察には，内部き裂を発生させる目的で SPring-8 の実験に先駆け疲労寿命の 80%程度の繰返し負荷を与えた試験片を用いた．また，本実験のために，ビームタイム内に可能な限り多数の疲労試験を実施できるような高応答疲労試験機を開発し，SPring-8 に持ち込んだ．最初に行った観察により，予め加えた疲労負荷によって 160 μm 程度の内部き裂が発生していることが確認された．そこで，疲労試験と放射光 CT を繰返し行い，この内部き裂の進展過程を観察した．

参考文献：Yoshinaka F, Nakamura T, Nakayama S, Shiozawa D, Nakai Y, Uesugi K. Non-destructive observation of internal fatigue crack growth in Ti-6Al-4V by using

synchrotron radiation μ CT imaging. Int J Fatigue 2016;93:397–405.

(c) 2014A1020「高強度チタン合金における内部起点型微小疲労き裂の発生・伝播機構の解明（実験責任者：中村孝）」および 2014A1459「高強度チタン合金の超高サイクル疲労における内部破壊起点の空間分布の時間的变化（実験責任者：中村孝）」

これらの実験は別々の実験課題であるが、ビームタイムを連続させて実施したため、まとめて示している。本論文の第 3 章および第 4 章に示した結果は、2014A 期に行ったこれらの実験により得たものである。(b) で実施した実験では、ビームタイム内に内部き裂進展を確実に観察するために、繰返し負荷を与えた状態（内部き裂を発生させた状態）から実験を開始した。一方、2014A1020 と 2014A1459 では、内部き裂の発生や発生直後の進展を観察するために、繰返し負荷を受けていない状態から観察を行った。

参考文献：吉中奎貴，中村孝，高久和明，上杉健太郎. Ti-6Al-4V における内部微小疲労き裂進展速度の非破壊計測. 材料 2017;66:928–34.

吉中奎貴，中村孝，高久和明，塩澤大輝，中井善一，上杉健太郎. 放射光 μ CT イメージングによる Ti-6Al-4V の超高サイクル疲労における内部破壊初期過程の観察. 日本機械学会論文集 2017;83:17-00104.

(d) 2016B1701「Ti-6Al-4V における結晶粒寸法程度の内部微小疲労き裂の発生・進展・停留過程に与える材料組織の影響（実験責任者：吉中奎貴）」

本実験は筆者が実験責任者の大学院生提案型課題として実施した。なお、本論文の第 5 章に示した結果は、この実験により得たものである。上記 (a) – (c) は内部き裂の観察のみを対象としたものであるのに対し、本実験では内部破壊過程に与える微視組織の影響を調べることを目的として、Ti-6Al-4V 内部の結晶粒の可視化を行った。結晶粒の可視化のためには高分解能化が不可欠であったため、試験片寸法と観察系を含めたイメージング条件の再検討を行った。また、SNCM439 に対する放射光 CT の適用可能性を検討するために、試料内部の非金属介在物の可視化を目的とした実験も併せて行った。

(e) 2017B1421「Ti-6Al-4V 合金の超高サイクル疲労における内部微小き裂開閉口挙動の非破壊計測（実験責任者：中村孝）」および 2017B1680「商用チタン合金におけるファセット形成過程の解明に向けた微視組織および内部微小き裂の高分解能非破壊観察（実験責任者：吉中奎貴）」

これらの実験は別々の実験課題であるが、ビームタイムを連続させて実施したため、まとめて示している。なお、本論文の第 6 章に示した結像法に関する結果はこれらで実施したものである。2017B 期に行ったこれらの実験は、内部き裂先端の変形挙動や微視組織の影響といった、撮像の高分解能化を要する課題に向けたものである。そのために、結像法についてイメージング条件の最適化を行った。また、本実験のために、試験片直径が 0.5 mm 以下の超小型試験片を作成する必要があったため、この加工に用いる小型旋盤を新たに開発した。さらに、このような超小型試験片に対し精密に引張負荷を与えながら観察を行うために、新型の引張载荷治具を開発した。

本実験では、種々の組織を有するチタン合金について検討を行うために、 $(\alpha+\beta)$ チタン合金 Ti-6Al-4V に加えて、 β チタン合金 Ti-22V-4Al についても観察を実施した。Ti-6Al-4V については第 6 章に示した通り、内部き裂と結晶粒を極めて明瞭に観察することに成功した。特に、 β 相内の二次析出針状 α 相についても可視化することができた。また、本実験で用いた Ti-22V-4Al は、 β マトリクス内に、1 μm 以下の微細な α 相が多数析出した組織を有するものである。この材料について、試験片直径 0.4 mm 程度の疲労試験片を作成し、疲労試験を実施することで疲労破壊を生じさせた。疲労破壊後の試験片に対し結像法による撮影を行ったところ、微細な α 相を含む微視組織と内部き裂を明瞭に観察することに成功した。また、Ti-22V-4Al については投影法による微視組織の可視化は不可能であったものの、内部き裂については十分観察することが可能であった。

Table A-1 Outline of the experiments at SPring-8.

No.	Title	Object
2013A1218	“The clarification of the initiation and propagation processes of small cracks in subsurface fatigue fractures of high strength titanium alloys”	Internal crack in Ti-6Al-4V
2013B1470	“The detection and growth analyses of subsurface short fatigue cracks in high strength titanium alloy”	Internal crack growth ($2a > 160 \mu\text{m}$) in Ti-6Al-4V
2014A1020	“The clarification of initiation and propagation processes of subsurface short fatigue cracks in high strength titanium alloy”	Internal crack initiation / internal small crack growth in Ti-6Al-4V
2014A1459	“Temporal change in spatial distribution of sub-surface fracture origins in very high cycle fatigue of high strength Ti alloy”	Internal crack initiation / internal small crack growth in Ti-6Al-4V
2016B1701	“Effects of microstructure on the grain-size internal small fatigue crack initiation / propagation / arrest in very high cycle fatigue in Ti-6Al-4V”	Internal crack / microstructure in Ti-6Al-4V
2017B1421	“Non-destructive measurement of the opening-closing behaviour of the internal small crack in the very high cycle fatigue of Ti-6Al-4V alloy”	Internal small crack / microstructure in Ti-6Al-4V / in Ti-22V-4Al (using X-ray microscope)
2017B1680	“High-resolution non-destructive observation of the microstructure and the internal small fatigue crack toward clarification of the facet formation process in commercial titanium alloys”	Internal small crack / microstructure in Ti-6Al-4V / in Ti-22V-4Al (using X-ray microscope)

Appendix 2 高強度鋼の疲労破面に与える真空環境の影響

Appendix 2.1 研究概要

ここでは、4.3.1 で述べた高強度鋼 SNCM439 に関して真空中疲労試験を実施し、疲労破面特性に与える真空環境の影響を調べた研究について示す。

参考文献：Yoshinaka F, Nakamura T. Effect of vacuum environment on fatigue fracture surfaces of high strength steel. Mech Eng Lett 2016;2:15-00730.

本実験では、超高サイクル疲労における内部破壊過程について、内部き裂周囲環境は大気から遮断された一種の真空環境であるという考えに基づき、高強度鋼 SNCM439 を対象に真空環境中で疲労試験を実施し、3D-SEM により、得られた疲労破面を定量的に調べた。本実験の目的は、疲労特性・疲労破面に与える真空環境の影響を明らかにするとともに、疲労破面解析結果に基づき、内部き裂進展過程に真空環境が関与していることを定量的に示すことである。

Appendix 2.2 実験方法

実験方法について述べる。供試材には高強度鋼 SNCM439 を用いた。この SNCM439 は 5.6 節で用いたものと同様のものであり、化学組成、機械的性質、熱処理後のマルテンサイト組織はいずれも表 5-3、表 5-4、図 5-9 に示された通りである（これらについて以下に再掲する）。

Table 5-3 Chemical composition of SNCM439 (mass%).

C	Si	Mn	P	S	Cu	Ni	Cr	Mo	Fe
0.40	0.22	0.78	0.022	0.013	0.18	1.78	0.83	0.20	Bal.

Table 5-4 Mechanical properties of SNCM439.

Tensile strength	0.2% proof stress	Elongation	Reduction of area	Vickers hardness
2106 MPa	1368 MPa	11%	46%	640

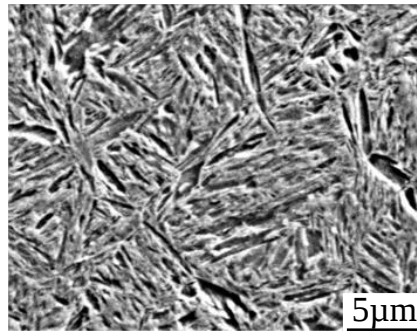


Fig. 5-9 Martensitic microstructure of SNCM439.

試験片形状は直径 4.0 mm の平行部を有する砂時計型とし，平行部には加工硬化層を除去する目的で# 120 から# 2000 のエメリー紙で研磨を施したのち，バフ研磨により鏡面仕上げを施した．

本実験では真空環境が $S-N$ 特性に与える影響を調べるために，大気中と真空中のそれぞれにおいて $S-N$ 線図を取得した．疲労試験には図 4-7 に示した超高真空疲労試験機を用いた．荷重方式は正弦波制御の軸荷重とし，応力比は $R = -1$ とした．また，試験周波数は 30 Hz あるいは 60 Hz とした．なお，本供試材では（少なくとも 30–60 Hz の間では）周波数の違いは疲労特性に影響を与えない．試験環境は大気および真空とし，真空中試験での真空圧力は $2 \times 10^{-6} - 1 \times 10^{-5}$ Pa 程度である．

疲労破面解析には 3D-SEM（KEYENCE, VE-9800）を用いた．本機では，同一視野で試料を 5° だけ変化させて 2 度の測定を行うことにより，立体画像を構築する（ステレオ法）．本実験では，疲労破面の立体画像から表面粗さ（破面粗さ）を計測し，疲労破面に与える環境の影響の評価を行った．

Appendix 2.3 疲労試験結果

大気及び真空中における $S-N$ 線図を図 A-1 に示す．縦軸は応力振幅 σ_a ，横軸は破断繰返し数 N_f をそれぞれ示す．図中の丸印は大気中の結果を示し，中実のもの（●）が表面破壊，中空のもの（○）が内部破壊を生じた結果をそれぞれ示す．同様に，図中の三角印は真空中の結果を示し，中実のもの（▲）が表面破壊，中空のもの（△）が内部破壊を生じた結果をそれぞれ示す．また，図中の直線は最小二乗法により算出した試験結果に対する最適直線である．実線と一点鎖線はそれぞれ大気中と真空中の表面破壊を生じた結果に対するものである．一方，内部破壊には試験環境の影響が現れないことから，内部破壊に対する最適直線（破線）については試験環境を問わず内部破壊を生じたすべての結果に対し算出した．ここで，大気中の結果では，表面破壊から内部破壊へと破壊形態が遷移

すると疲労寿命が大幅に増加した．そのため，表面破壊に対する疲労限度を，表面破壊を生じた応力振幅の最小値（= 1050 MPa）と，それ以下の応力で内部破壊を生じた応力の最大値（= 1025 MPa）の平均値として求めた（= 1038 MPa）．図中の実線の平行部がこれに対応する．なお，真空中では表面破壊と内部破壊が $N_f = 1.0 \times 10^5$ あたりで連続的に遷移したため，S-N 線図に平行部は現れていない．

図 A-1 より，試験環境を問わず，高応力・短寿命域では表面破壊を生じた．一方，同一の応力で比較すると，真空中では大気中よりも長寿命化する傾向が見られた．また，この傾向は応力が小さいほど顕著に見られ，例えば $\sigma_a = 1400$ MPa では両環境中における疲労寿命は同程度であったのに対し， $\sigma_a = 1200$ MPa では真空中における疲労寿命は大気中の 2 倍程度となった．一方，内部破壊では試験環境の違いによる疲労寿命への影響は確認されなかった．この傾向は一般に報告されるものと一致している．前述した通り，真空中では負荷応力の低下に伴い，表面破壊と内部破壊は連続的に遷移したが，これは真空環境の影響で表面破壊に対する疲労寿命が改善されたのに対し，内部破壊に対する疲労寿命には試験環境の影響が現れないためであると説明できる．

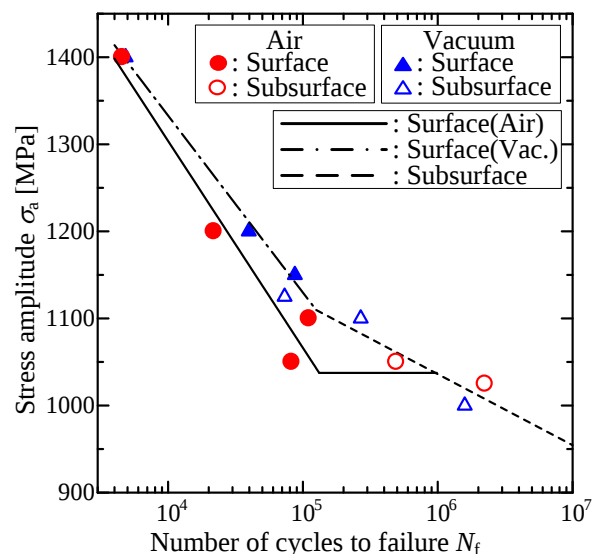


Fig. A-1 S-N diagram of SNCM439 (at $R = -1$).

Appendix 2.4 破面観察結果

大気中の表面破壊，真空中の表面破壊，内部破壊を生じた疲労破面を対象に 3D-SEM を用いた破面観察を行った．疲労破面の SEM 観察像を図 A-2 に示す．なお，これらの疲労破面を取得した際の応力振幅と疲労寿命は，(a) 大気中表面破壊，(b) 真空中表面破壊，(c) 内部破壊の順にそれぞれ ($\sigma_a = 1200$ MPa, $N_f = 2.18$

$\times 10^4$), ($\sigma_a = 1150 \text{ MPa}$, $N_f = 8.71 \times 10^4$), ($\sigma_a = 1125 \text{ MPa}$, $N_f = 7.31 \times 10^4$)であり, これらの疲労破面は概ね疲労寿命が同程度となるように選んだ.

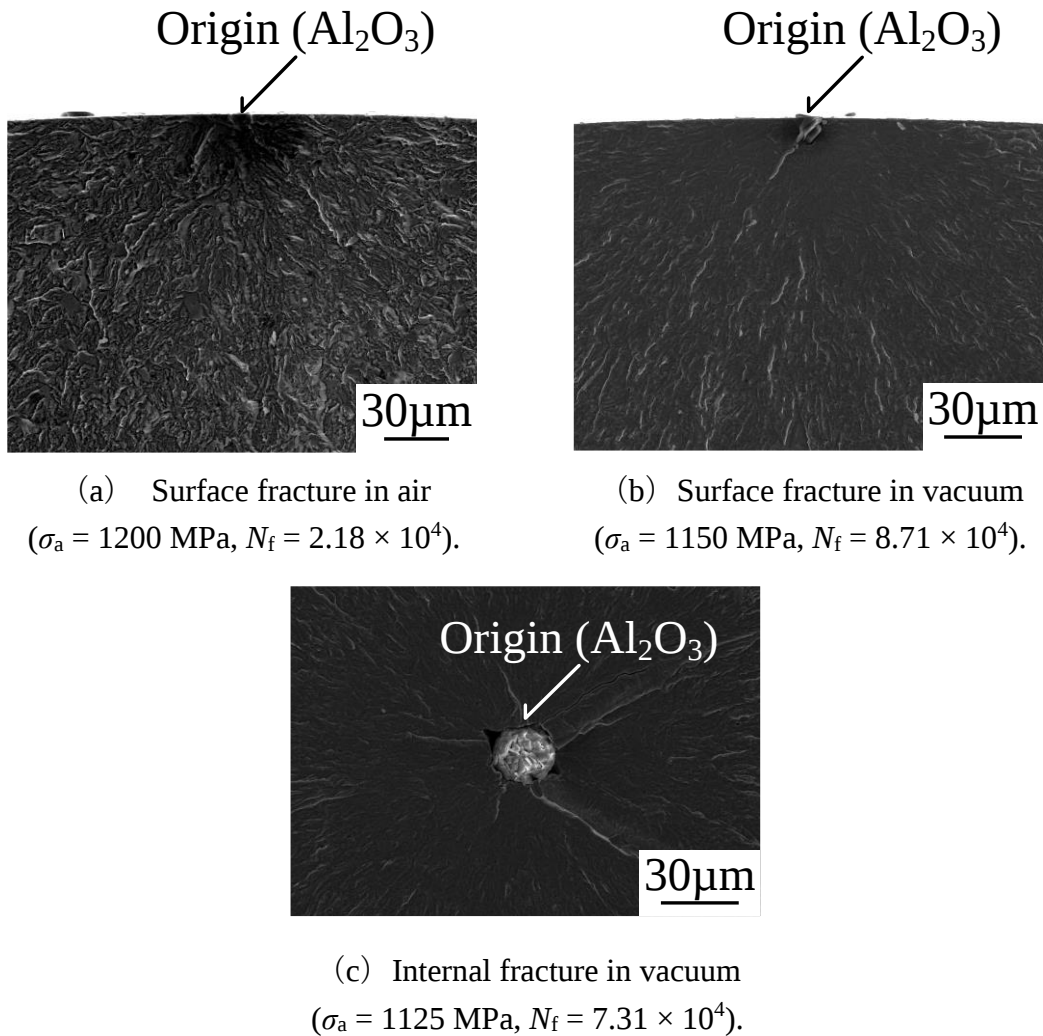
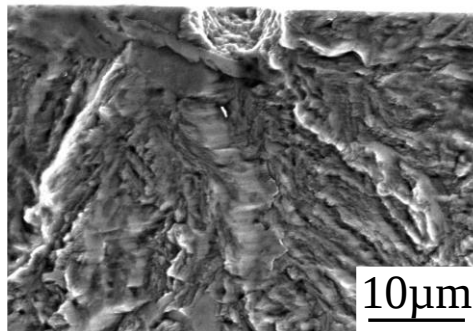


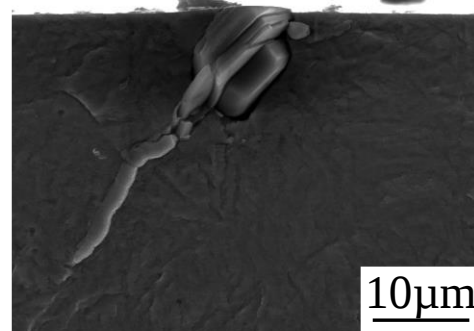
Fig. A-2 Fracture surfaces.

図 A-2 において, 矢印は破壊起点位置を示している. 各疲労破面に関する破壊起点部の拡大図を図 A-3 に示す. 同図を比べると, (b) 真空中表面破壊と (c) 内部破壊では破面上に非金属介在物が残留していたのに対し, (a) 大気中表面破壊では非金属介在物が脱落したことによるものと思われる半円孔が見られた. 破壊起点となった非金属介在物の種類を同定するために EDS (Energy Dispersive X-ray Spectroscopy) による元素分析を行った. その結果, (a) を含めて破壊起点は Al_2O_3 系介在物であることが示された. なお, 図 A-2 および-3 に示した疲労破面以外にも同様の分析を実施したところ, 破壊起点として Al_2O_3 系介在物のほ

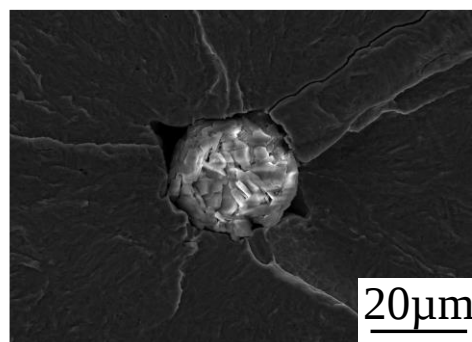
かに、TiN 系介在物と MnS 系介在物が見つかったが、破壊起点の種類の違いによる疲労寿命への影響は見られなかった。



(a) Surface fracture in air
($\sigma_a = 1200 \text{ MPa}$, $N_f = 2.18 \times 10^4$).



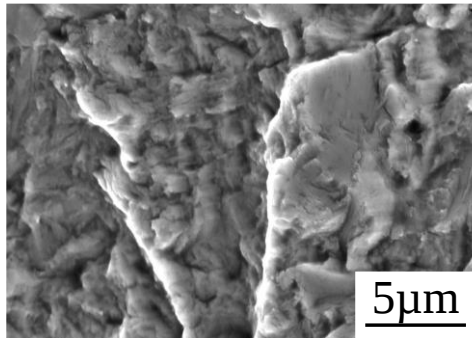
(b) Surface fracture in vacuum
($\sigma_a = 1150 \text{ MPa}$, $N_f = 8.71 \times 10^4$).



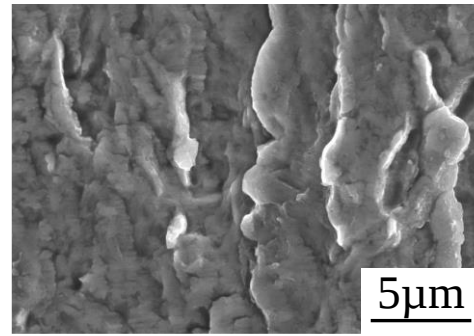
(c) Internal fracture in vacuum
($\sigma_a = 1125 \text{ MPa}$, $N_f = 7.31 \times 10^4$).

Fig. A-3 Magnified views of the fracture origin site.

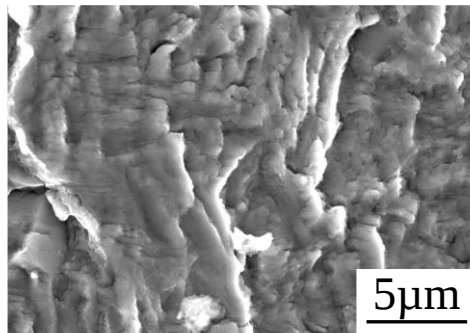
き裂進展の各段階について破面様相に与える試験環境・破壊様式が与える影響を調べた。初めに、図 A-3 に示される破壊起点近傍（き裂長さが短い領域あるいは ΔK が小さい領域）における疲労破面様相を比較すると、大気中表面破壊では凹凸の大きい荒い様相が見られたのに対し、真空中表面破壊と内部破壊では平坦な様相が見られた。次に、比較的長いき裂（あるいは ΔK が比較的大きい領域）の進展領域における破面様相を比較するために、 $\Delta K = 20 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ となる位置における疲労破面の観察像を図 A-4 に示す。なお、 ΔK の算出式については後述する。同図より、き裂長さが比較的長い領域では試験環境・破壊様式による破面様相への影響は見られず、いずれも凹凸の大きい荒い様相が見られた。



(a) Surface fracture in air
($\sigma_a = 1200 \text{ MPa}$, $N_f = 2.18 \times 10^4$).



(b) Surface fracture in vacuum
($\sigma_a = 1150 \text{ MPa}$, $N_f = 8.71 \times 10^4$).



(c) Internal fracture in vacuum
($\sigma_a = 1125 \text{ MPa}$, $N_f = 7.31 \times 10^4$).

Fig. A-4 Magnified views of the fracture surface regime at $\Delta K = 20 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$.

以上のように、き裂発生直後の破面領域で比較すると、大気中表面破壊では凹凸が激しく荒れた破面様相を示す一方、真空中表面破壊と内部破壊ではいずれも共通して平坦な破面様相を示すことが明らかとなった。また、き裂発生直後の進展領域においては試験環境による疲労破面の影響が顕著に見られる一方、き裂長さが大きい領域ではそのような影響が見られなくなった。

これらの観察結果をより定量的に表現するために、図 A-2 に示した 3 つの破面を対象として、破面粗さを算術平均粗さ R_a を用いて計測した。き裂進展領域の違いによる破面様相の変化傾向を調べるために計測は広範囲にわたり行い、それぞれのき裂進展領域に対応する ΔK を算出するとともに、 R_a を ΔK により整理した（測定範囲は概ね $\Delta K = 5\text{--}30 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ 程度）。ここで、 R_a については測定視野内においてき裂進展方向に沿う 7 つの直線を互いに等間隔になるように設定し、これらの直線上の破面プロファイルについて個々の R_a を算出し、その平均値を各 ΔK における平均値とした。また、 ΔK の算出については、表面き裂については西谷らによる式 A-1 を、内部き裂については Sneddon による式 A-2 を用

いた。なお、式 A-1 は式 4-3 と同様の式である。式中の a はき裂長さを表し、この場合、破壊起点から測定対象とした視野中心までの距離に対応する。

$$\Delta K = F_I \Delta \sigma \sqrt{a} \quad (\text{A-1})$$

$$\Delta K = 2 \Delta \sigma \sqrt{\frac{a}{\pi}} \quad (\text{A-2})$$

参考文献（式 A-1）：西谷弘信，陳玳珩．半だ円状の表面き裂を持つ丸棒の引張りにおける応力拡大係数．日本機械学会論文集 A 編 1984;50:1077–82.

（式 A-2）：Sneddon IN. The distribution of stress in the neighbourhood of a crack in an elastic solid. Proc R Soc Lond A 1946;187:229–260.

各疲労破面における R_a と ΔK の関係を図 A-5 に示す。図中のシンボルは図 A-1 に対応しており、それぞれ大気中表面破壊（●），真空中表面破壊（▲），（真空中）内部破壊（△）を示す。また、図中の直線についても図 A-1 に対応しており、実線，一点鎖線，破線はそれぞれ大気中表面破壊，真空中表面破壊，内部破壊に対する最適直線である。同図に示される破面粗さの測定結果は上述した疲労破面観察結果をよく反映しており， ΔK が小さい領域で比べると大気中表面破壊の R_a は，真空中表面破壊と内部破壊のものに対して大きかった。また， ΔK が大きくなるにつれて，大気中表面破壊とそれ以外の間の R_a の差は小さくなった。

一方，真空中表面破壊と内部破壊を比べると，特に ΔK が小さい領域において R_a の値が極めてよく一致した。これらの結果は，真空中表面破壊と内部破壊ではき裂進展挙動が類似していたことを示唆している。以上のように，本実験では，破面粗さをパラメータとした評価を行うことにより超高サイクル疲労における内部破壊過程に真空環境が関与していることを定量的に示した。

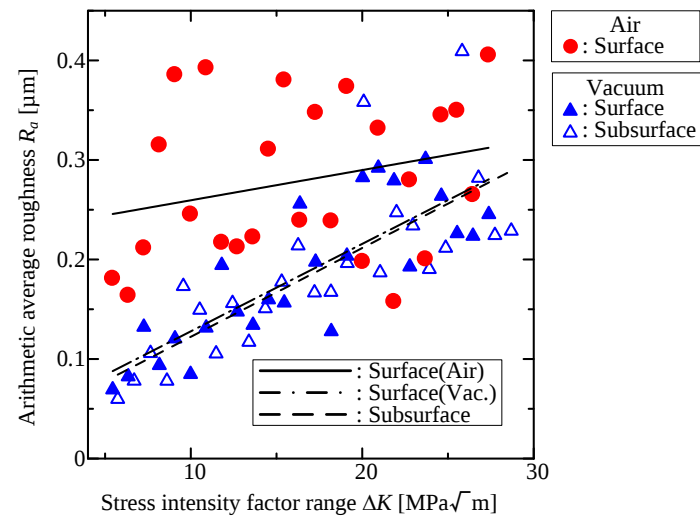


Fig. A-5 Effects of environment around fatigue crack on fracture surface roughness.

謝 辞

本研究を進めるにあたりご指導いただいた，指導教員の北海道大学大学院 工学研究院 機械宇宙工学部門 中村孝教授に感謝する．また，北海道大学大学院 工学研究院 人間機械システムデザイン部門 佐々木克彦教授，北海道大学大学院 工学研究院 量子理工学部門 大沼正人教授，北海道大学大学院 工学研究院 機械宇宙工学部門 高橋航圭准教授には副査として貴重なご助言をいただいた．感謝申し上げる．

公益財団法人高輝度光科学研究センター 上杉健太郎博士，竹内晃久博士，上相真之博士には，SPring-8 での実験に際して多大な支援をいただいた．皆様のご助力がなければ本研究の完成は不可能であった．

有限会社 山本エンジニアリング 戸ノ崎宣幸氏ならびに技術者の方々には，本研究で用いた疲労試験機等の開発・製造にあたり大変親身にサポート頂いた．これらの装置の開発は実験遂行に不可欠であり，深く感謝している．

国立研究開発法人物質・材料研究機構 小熊博幸博士には，筆者が学部生の時からご指導をいただき，本研究についても計画段階からご助言をいただいた．

北海道大学大学院 工学研究院 量子理工学部門 佐藤博隆助教には，X 線イメージングに関する知識をご教示いただいた．

北海道大学大学院 工学研究院 機械宇宙工学部門 藤村奈央助教をはじめとする材料機能工学研究室一同には，SPring-8 での実験への参加をはじめとして，様々な支援をいただいた．

本研究は高輝度光科学研究センターの大型放射光施設 SPring-8 を用いて行われた（BL20XU，課題番号 2014A1020，2014A1459，2016B1701，2017B1421，2017B1680）．また本研究の一部は特別研究員奨励費（課題番号 16J01058）の補助を受けて行われた．記して謝意を表する．