

修士論文

表面仕上げが金属の低サイクル疲労寿命に
与える影響の確率的取り扱い

p.1~p.78 完

平成 25 年 2 月 7 日提出

指導教員 酒井 信介 教授

16185 桐谷 聡一

目次

1. 序論	9
1.1. 研究の背景	10
1.2. 疲労寿命に及ぼす表面仕上げの影響と不確定性	11
1.2.1. 低サイクル疲労寿命に及ぼす表面仕上げの影響	11
1.2.2. 表面仕上げの不確定性	11
1.2.3. 昨年度の先行研究	12
1.3. 研究の目的	14
1.4. 本論文の構成	15
2. EBSD 法について	17
2.1. 緒言	18
2.2. EBSD 法の概説	18
2.3. 観察試料の準備	24
2.4. 観察条件	26
2.5. EBSD 用いた表層のダメージの定量化	27
3. 表層のダメージが異なる試験片の加工法	28
3.1. 緒言	29
3.2. 供試材および試験片	29
3.3. 加工条件の決定方法	30
3.4. 本研究で用いた試験片加工条件	33
4. 低サイクル疲労試験	34
4.1. 緒言	35
4.2. 試験条件	35
4.3. 静的強度	35
4.4. 試験結果	37
4.5. 昨年度の結果との比較	38
5. EBSD 法による組織観察と表面損傷の定量化	40
5.1. 緒言	41
5.2. バルク組織観察	41
5.3. 表層組織の IPF MAP と KAM MAP	42
5.4. 試験片表層の高 LMP 領域	45
5.5. 低サイクル疲労寿命と高 LMP 領域厚さに関する考察	47
6. 寿命評価モデルの提案と適用	48
6.1. 緒言	49
6.2. き裂進展速度の測定	49
6.3. モデル説明	51

6.4. 高 KAM 領域厚さの最大値の分布	52
6.5. モデル適用	54
7. 結論	56
7.1. 結論	57
7.2. 今後の展望	58
8. 参考文献	59
[1] 機械構造物の設計・維持への荷重・耐力係数法の適用に関する研究分科会, “信頼性設計基本ガイドライン”, 日本機械学会, pp. 1.2, 2010.	60
9. 謝辞	65
10. 付章	67
10.1. OIM データ処理	68
Minimum Boundary Misorientation	69
Grain Tolerance Angle	69
Misorientation Angle	69
Grain Dilation	70
Neighbor CI Correlation	70
Average Orientation per Grain	70
10.2. ステンレス鋼の EBSD 観察	71
10.3. 炭素鋼の EBSD 観察	74
10.3.1. 観察の目的	74
10.3.2. 供試材および試験片	75
10.3.3. EBSD 観察結果	76
10.3.4. 炭素鋼の EBSD 観察についての結論	78

图目录

 図目次

Fig. 1-1 Schematic illustration of ASD and PSA	10
Fig. 1-2 ϵ -N curve.....	12
Fig. 1-3 Depth of high LMP area from the surface of the specimens.....	13
Fig. 1-4 KAM & equivalent strain map (%)	14
Fig. 2-1 The observed Kikuchi pattern of Inconel 718.....	18
Fig. 2-2 Schematic illustration of LMPs which are same value in each grain.....	20
Fig. 2-3 Schematic illustration of LMPs that each elements has different value in each grain.....	21
Fig. 2-4 Examples of LMPs in surface of R1 specimens	22
Fig. 2-5 Two types of EBSD samples cut off by means of electric discharging machining. Arrowed lines indicate observation directions.....	24
Fig. 2-6 (a) CitoPress-1, (b) TegraForce-5, and TegraPol-21 by which the samples were embedded, ground, and polished.....	25
Fig. 3-1 The shape of the specimen	29
Fig. 3-2 KAM maps of Inconel718 specimens	31
Fig. 3-3 Depth of high KAM area	32
Fig. 4-1 Static strength of EP specimen.....	36
Fig. 4-2 Static strength of R1 specimen	36
Fig. 4-3 Static strength of R2 specimen	36
Fig. 4-4 Results of low cycle fatigue tests (only reliable data)	37
Fig. 4-5 Results of low cycle fatigue tests (this year and last year).....	38
Fig. 4-6 Machining condition of last year's specimens.....	39
Fig. 5-1 Inverse pole figure (IPF) map of bulk matrix	41
Fig. 5-2 Local misorientation parameters of the bulk structure.....	42
Fig. 5-3 IPF map of EP(top), R1(middle), and R2 (bottom)	43
Fig. 5-4 High-KAM area + IQ map of EP(top), Ra1(middle), and R2(bottom)	44
Fig. 5-5 Depths of deformed area from surfaces.....	45
Fig. 5-6 GOS MAP of Ra0.8 specimen	46
Fig. 6-1 The fracture surface.....	50
Fig. 6-2 KAM MAP divided into 20 areas (R2 specimen)	52
Fig. 6-3 CDF of Gumbel distribution.....	53
Fig. 6-4 PDF of Gumbel distribution.....	53
Fig. 6-5 ϵ -N curve predicted by crack growth rate 1	54
Fig. 6-6 ϵ -N curve predicted by crack growth rate 2	55
Fig. 10-1 Seven detected peaks in Hough space.....	68

FIGURE CONTENTS

Fig. 10-2 KAM maps of SUS316L specimens	72
Fig. 10-3 Depth of high KAM area of SUS316L	73
Fig. 10-4 Stress-strain curve of S35C normal and miniature specimens	74
Fig. 10-5 Shape and dimension of standard specimen.....	75
Fig. 10-6 Shape and dimension of miniature specimen.....	75
Fig. 10-7 KAM MAP of standard specimens, 6-04(top), 6-08(middle), 6-12(bottom)	76
Fig. 10-8 KAM MAP of miniature specimens, 1-04(top), 1-08(middle), 1-12(bottom)	77
Fig. 10-9 LMPs' depth of S35C standard and miniature specimens.....	77
Fig. 10-10 Schematic images of standard specimens and miniature's	78

表目次

 表目次

Table 2-1 Characteristics of LMP	19
Table 2-2 Embedding condition for EBSD samples.....	24
Table 2-3 Grinding and polishing condition.....	26
Table 2-4 SEM-EBSD observation conditions	26
Table 3-1 Chemical composition [mass%]	29
Table 3-2 Tensile properties	29
Table 3-3 Machining condition of specimens for preliminary observation.....	30
Table 3-4 SEM-EBSD observation conditions	30
Table 3-5 The machining conditions of the specimens.....	33
Table 4-1 The number of the specimens used in the LCF test	35
Table 4-2 Machining condition of this year's specimens.....	38
Table 6-1 The number of cycles in the crack growth rate test	49
Table 6-2 Values of the parameters	54
Table 6-3 Values of the parameters	55
Table 10-1 Machining condition of specimens for preliminary observation.....	71
Table 10-2 SEM-EBSD observation conditions	71
Table 10-3 Chemical composition (mass%) and average grain size (mm) of JIS S35C steel	75
Table 10-4 Condition of surface finish.....	76

1. 序論

1.1. 研究の背景

供用期間終了後の機器に検査を実施した際、設計時に想定したき裂が発生していないことが報告された。これは機器の寿命に対する安全裕度が過大であることを意味しており、このような過剰品質は製品の国際的競争力の観点からも問題となっている。

従来、構造物の設計には、各種製品分野の規格で定められた決定論的安全係数を強度側にかけることで安全を確保する許容応力設計法(Allowable Stress Design Method; ASD)が用いられている。決定論的安全係数には、材料強度のばらつきや荷重の見積りの不確かさを考慮されているが、その根拠は明確化されていない場合が多く、ほとんどは経験的または包括的な要素が含まれている。ASD による設計は容易ではあるが、損傷モードの対応が不明瞭である点や裕度の定量評価が困難である点といった短所もある。

ASD に対して、荷重や材料強度の統計量(平均や標準偏差など)から、安全裕度の定量的評価を行う手法として、確率的な安全評価(Probabilistic Safety Analysis; PSA)がある。荷重・耐力係数設計法(Load and Resistance Factor Design; LRFD)法は、PSA 手法の一種で、所定の破損確率の確保するための部分安全係数を設定する手法であり、比較的簡便で合理的な信頼性設計法である[1]。Fig. 1 に ASD [2]および PSA [8]の模式図を示す。

Harvey によると、Fig. 1-1 Schematic illustration of ASD and PSA 中に示した ASME 規格において、寿命側に対するマージンとしては、「データのばらつき, 2.0」, 「寸法効果, 2.5」, および「表面仕上げ, 環境, その他, 4.0」を考慮している[3]。

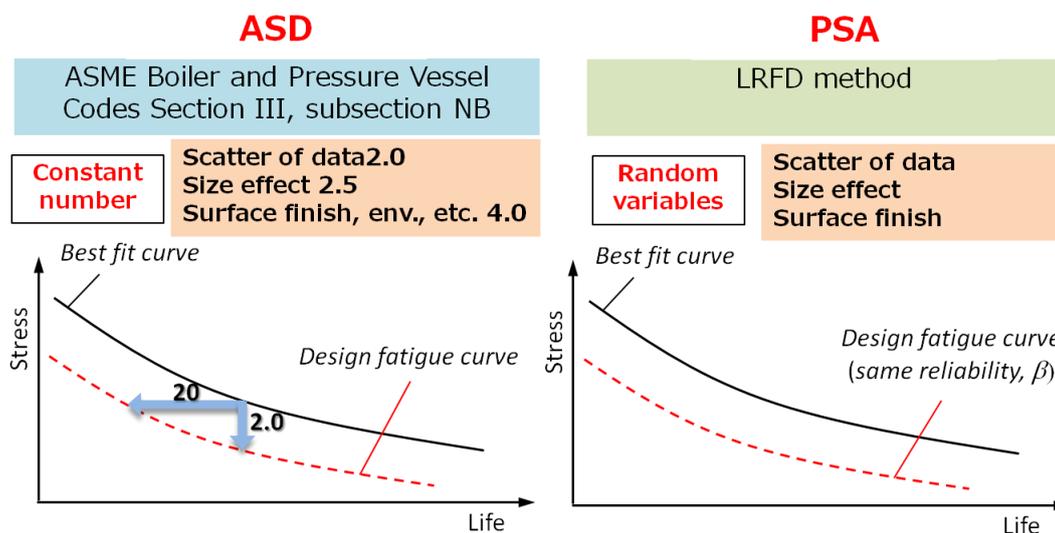


Fig. 1-1 Schematic illustration of ASD and PSA

1.2. 疲労寿命に及ぼす表面仕上げの影響と不確定性

1.2.1. 低サイクル疲労寿命に及ぼす表面仕上げの影響

各種金属材料の低サイクル疲労に関する研究はすでに多数報告されている。Murakamiら[10]-[12]は、低サイクル疲労の寿命予測式である Manson-Coffin 則が、実質的にはき裂進展式であると指摘している。同時に、疲労き裂の進展先にある疲労損傷は疲労き裂の進展にほとんど影響しないと報告している。

菊川ら[13]は低炭素鋼を用いた低サイクル疲労試験中を実施し、表面層を電解研磨により除去することで、疲労寿命が回復することを報告した。また、寿命回復の程度はひずみ振幅が大きいほど小さくなることも指摘している。

西谷ら[14]は繰返しひずみの負荷と表面層の除去を交互に繰返し、ひずみ繰返し負荷に伴う組織観察を実施した。そこで、試料表層の除去により疲労寿命が延びること、そしてその疲労寿命の伸びに限界値があることを明らかにした上で、低サイクル疲労によって、材料内部にも疲労損傷が蓄積されることを指摘している。

蓮沼ら[15]-[18]は、炭素鋼・ステンレス鋼は試料表層の除去により低サイクル疲労寿命が回復することを示した。しかし、低合金鋼の場合、試料表層の除去を行っても、低サイクル疲労寿命はほとんど回復しないことも示した。

これらの先行研究から、以下の3つのことが分かる。

- ① 表面仕上げは低サイクル疲労寿命に大きな影響を与える
- ② 材料に蓄積された疲労損傷も低サイクル疲労寿命に影響を与える
- ③ 鋼種によって、表面仕上げと低サイクル疲労寿命の関係性は異なる

1.2.2. 表面仕上げの不確定性

たとえ試験片レベルであっても、疲労寿命はばらつきが大きいことが知られている。疲労寿命の不確実性には、材料特性など対象物が本来持っているばらつきである「偶然的不確実さ(Aleatory Uncertainty)」と知識や認識の不足による不確実さである「認識論的不確実さ(Epistemic Uncertainty)」があり、これらは明確に区別する必要がある。偶然的不確実さはそのばらつきを減じることができないが、認識論的不確実さは評価に用いるデータ不足やモデルの詳細度などによって生じるため、データの増加やモデルの適正化によりばらつきを減じることが期待できる。PSA 評価を行う際には、認識論的不確かさを可能な限り排除し、偶然的な不確かさを把握することが肝要となる。

一般に、疲労寿命に影響を及ぼす因子として挙げられるものは、熱処理や寸法効果、表面仕上げ、初期欠陥(微小き裂、非金属介在物)などである[5]-[7]。Takanashiらは、表面粗

さ・寸法効果による寿命低下係数を確率変数として扱い、LRFD 法によって炭素鋼・低合金鋼の最適疲労曲線に対する等信頼性の設計疲労曲線を設計した[8][9]. その中で、表面粗さによる寿命低下係数の平均値には、ASME 規格値の応力割増係数の最大値を採用しており、寸法効果に関しても文献値[6]から、最大の応力割増係数を採用している。

この安全側の仮定は、実機において、表面粗さや寸法効果が疲労寿命に及ぼす影響の不明瞭さによるものである。この仮定によって、寸法効果・表面粗さが本来持っている寿命低下の影響量を過剰に危険側に見積もり、必要以上に安全側の疲労設計曲線を設定してしまう懸念がある。したがって、より合理的な設計を行うためには、疲労寿命低下因子が持つ物理的意味を理解し、定量的に評価することが必要となる。

1.2.3. 昨年度の先行研究

昨年度の当研究室卒業生の松本[19]により行われた先行研究では、3種類の表面仕上げ（Ra0.8材、Ra6.3材、Ra12.5材）を施した試験片を用意し、それぞれに対して低サイクル疲労試験と電子後方散乱回折法（Electron BackScatter Diffraction Method 以下、“EBSD法”）による表層の組織観察を行った。その結果、低サイクル疲労寿命とEBSD法によって算出される局所的方位差（Local Misorientation Parameter, 以下“LMP”）について以下の知見が得られた。

(1) 低サイクル疲労寿命に関する知見

以下に、昨年度の先行研究で得られた低サイクル疲労試験結果を掲載する。

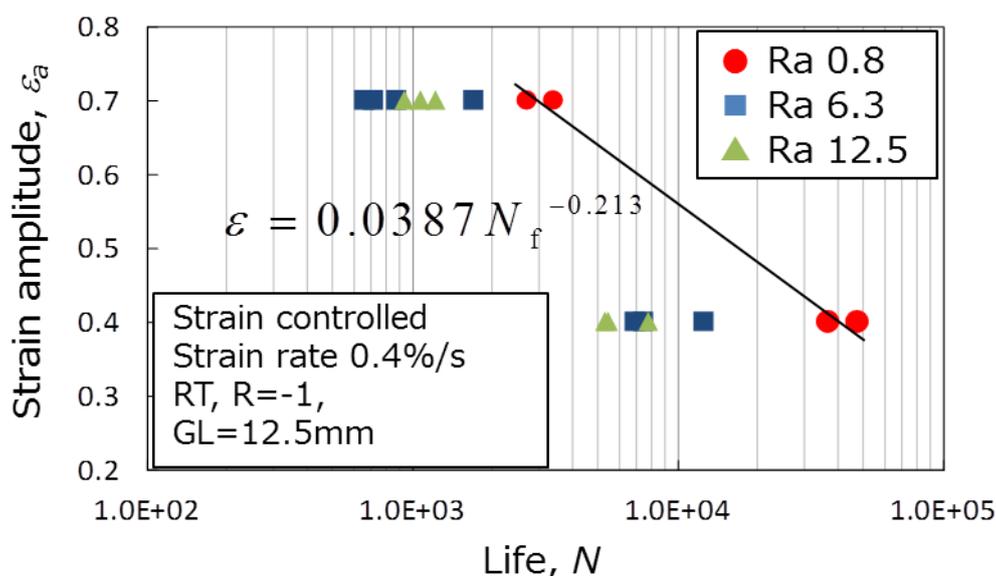


Fig. 1-2 ϵ - N curve.

Fig. 1-2 より以下のような知見が得られた。

- ① 粗さ材と平滑材の傾向は明瞭にわかれている
- ② 同じひずみ振幅の場合、粗さ材同士には大差はない
- ③ ひずみ振幅が 0.4% の場合、粗さ材の寿命は平滑材に比べ、1/5～1/6 になっている
- ④ ひずみ振幅が 0.7% の場合、粗さ材の寿命は平滑材に比べ、1/3 程度になっている

特に、③と④に着目すると、表面仕上げが疲労寿命に与える影響は、ひずみ振幅に依存していると分かり、現行の決定論的安全係数は不条理であると言える。(Fig1-1 から分かるように、表面仕上げに対する安全係数は 4 となっている)

(2) LMP に関する知見

以下の Fig1-3 は、表面仕上げによって導入されたと考えられる高 LMP 領域が表層からどれほど進展しているかを示したものである。ここで採用されている LMP は、KAM (Kernel Average Misorientation), GROD (Grain Reference Orientation Deviation), GAM (Grain Average Misorientation), GOS (Grain Orientation Spread) である。各 LMP の詳細な説明は第 2 章に記載する。

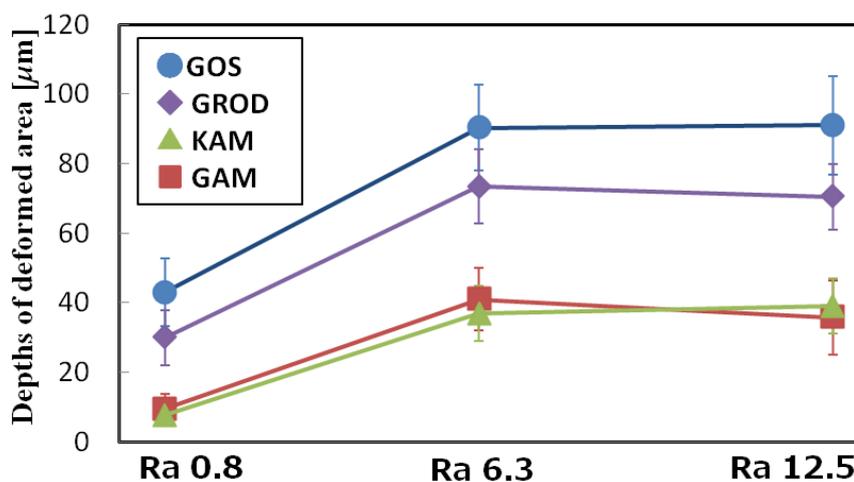


Fig. 1-3 Depth of high LMP area from the surface of the specimens

Fig. 1-3 より、以下のような知見が得られた。

- ⑤ 粗さ材 (Ra6.3 材, Ra12.5 材) と平滑材 (Ra0.8 材) の高 LMP 領域厚さは明確に異なる
- ⑥ 粗さ材同士の高 LMP 領域厚さには大差がない

①と⑤, ②と⑥を組み合わせて考えることにより、高 LMP 領域厚さというパラメータが表面仕上げの影響を表しているのではないかと推察される。

ただ、以下のような問題点が存在する。

(3) 先行研究の問題点

以下に示す図は、Ra6.3 材と Ra12.5 材の相当塑性ひずみ場と、LMP の一つであり微小欠陥に対応していると言われている KAM の高領域図を重ねあわせて表示したものである。

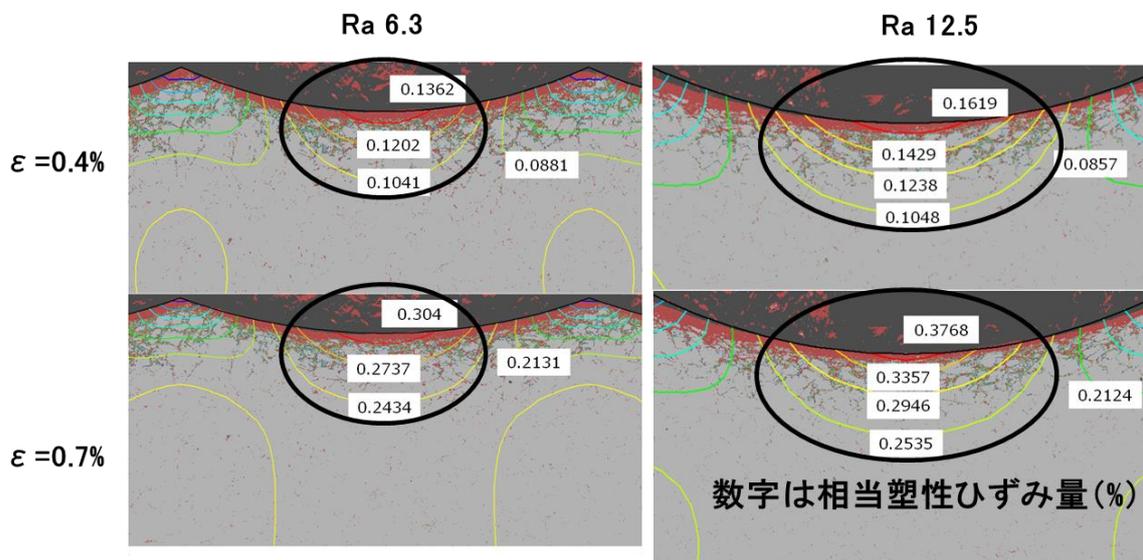


Fig. 1-4 KAM & equivalent strain map (%)

Fig. 1-4 から考えると、表層の微小欠陥（高 KAM 領域に相当）と表面近傍に形成される高ひずみ場の相互作用により、低サイクル疲労寿命が平滑材に比べて低下したと言える。言い換えると、先行研究では、表面形状と表層のダメージという 2 つの因子を同時に操作したため、それぞれの因子が LCF 寿命に与える影響を分離して考えることができず、それが問題点となってしまった。本研究では、試料の加工条件を工夫し、表面形状と表層のダメージという因子を分離することを目指した。

1.3. 研究の目的

本研究の目的は、ジェットエンジン構成部材を対象にして、現状で過大に安全側となっている設計寿命を合理化するために、現状決定論的に決められている安全係数を、確率的な取り扱いをすることによって、バラツキを含めた上で求めることである。疲労寿命に影響を与える種々の因子が存在する中で、本研究では先行研究の流れをくみ、特に表面仕上げが低サイクル疲労寿命に与える影響を確率論的に評価することを試みた。

本研究では、以下に示す 4 つのステップによって表面仕上げが疲労寿命に及ぼす影響をバラツキも含めて定量的に表すことを目指す。

-
- (1) 昨年度の研究結果の問題点であった表面形状と表層のダメージの相互作用を分離するために、表面形状は同一なフラット（応力集中が生じないような形状）なもので、表層のダメージのみが異なる試験片を数種類用意する。
 - (2) 表面仕上げが低サイクル疲労寿命に与える影響を調べるために、前項（1）で用意した試験片に対して、低サイクル疲労試験を行う。
 - (3) 表面仕上げがどのように試料表層にダメージを与えているかを調べるために、電子後方散乱回折法（Electron BackScatter Diffraction Method 以下、EBSD）を用いて、試料表層を観察し、表面仕上げにより与えられた表層のダメージの定量化を行う。
 - (4) き裂進展速度を計測し、前項（3）の表面仕上げが表層に与えたダメージと組み合わせることにより、表面仕上げが低サイクル疲労寿命に与える影響を確率的に取り扱う。

1.4. 本論文の構成

本論文の構成を記す。

第1章 序論

研究背景・先行研究の解説および研究目的の設定を行った。

第2章 EBSD 法について

本研究で行われた EBSD 法について概説を行う。また、本研究において行われた EBSD 法を用いた表面損傷の定量化について説明する。

第3章 表層のダメージが異なる試験片の加工法

本研究で用いた試験片の加工条件の導出過程について説明する。この章で採用された加工法を用いることで、表面形状は同じであるが、表層のダメージ量が異なる試験片を作成することができる。

第4章 低サイクル疲労試験

低サイクル疲労試験の結果と、それに対する考察を記載する。

第5章 EBSD法による組織観察と表面損傷の定量化

EBSD法を用いて観察された試験片の表層組織と、またそのEBSD像を用いて行われる表面損傷の定量化について述べる。

第6章 寿命統計モデルの提案と適用

本研究で提案する寿命統計モデルと、その適用について説明を加える。

第7章 結論

本研究の結論と今後の展望について記す。

2. EBSD 法について

2.1. 緒言

本章では本研究で用いた EBSD 法について概説を行う。

また、表面加工により導入された表層のダメージ量を、EBSD 法を用いて定量化する方法について説明を加える。

2.2. EBSD 法の概説

電子線後方散乱回折(Electron Backscatter Diffraction: EBSD)法とは、走査型電子顕微鏡 (Scanning Electron Microscopy: SEM) 試料室内において、約 70°傾斜した試料に電子線を照射した際に、電子線後方散乱回折により発生する電子回折パターン(Kikuchi パターン)をもとに指数付けを行い、試料表面付近の結晶方位測定を行う手法である[43]-[61].

Fig. 2-1 The observed Kikuchi pattern of Inconel 718 に高感度 CCD カメラに取り込まれた Inconel 718 の Kikuchi パターンの 1 例を示す。

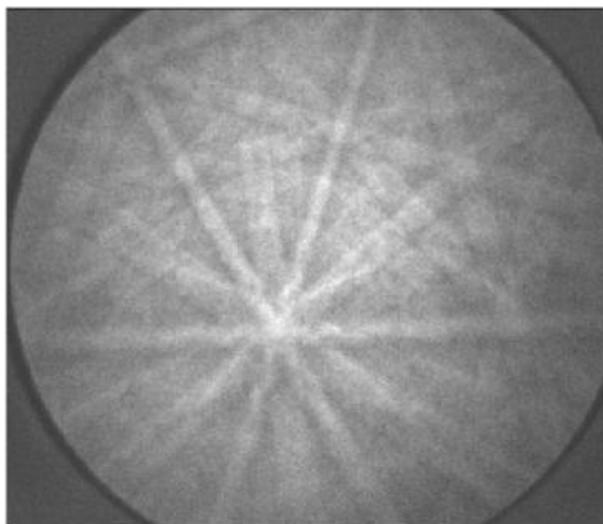


Fig. 2-1 The observed Kikuchi pattern of Inconel 718

EBSD 法での指数付けに用いる Kikuchi パターンは方位変化に非常に敏感で、EBSD 法では誤差 1°以内の高精度の方位同定が可能である[49][63]. また、50 nm という高い空間分解能を有している点や透過型電子顕微鏡 (Transmission Electron Microscopy: TEM) と比べ、広い領域を観察できることや操作が比較的簡便なことも EBSD 法の長所に挙げられる[64].

EBSD 観察による残留応力や塑性ひずみ測定を試みは、(1) Kikuchi パターンの強度の測定、もしくは、(2) 結晶の局所方位差(Local Misorientation) の測定のいずれかで実施されており、どちらも多数報告されている[61].

Kikuchi パターンの強度を用いた残留応力・ひずみの推定には IQ 値が用いられる. IQ 値は EBSD パターンの Hough 空間におけるピークを積算したものであり、その大きさにより Kikuchi パターンの強度、つまり結晶性の良し悪しを推定し、そこから歪み量を推定できる. しかし、IQ 値は試料表面の状態（研磨傷・酸化被膜など）やソフトウェアで制御する観察条件（ゲイン、露出時間、パターンの画像処理等）、また結晶方位によってもバイアスがかかるため、IQ 値による歪み量の定量的評価は困難であるとされている.

一方、切削加工や引張・疲労、ピーニング等により導入された転位により生じる局所方位差を測定する際には、局所方位差パラメータ(Local Misorientation Parameter; LMP)を使用する. 先行研究において、広く使用されている LMPs には、以下の 4 種類が挙げられる[62].

- Kernel Average Misorientation(KAM)
- Grain Average Misorientation(GAM)
- Grain Orientation Spread(GOS),
- Grain Reference Orientation Deviation(GROD)

各 LMP の定義および特徴を、Table 2-1, Fig. 2-2 から Fig. 2-4 Examples of LMPs in surface of R1 specimens, および(2.1)から(2.4)に示す.

Table 2-1 Characteristics of LMP

	Definition	Value (degree)
KAM	Boundary-based misorientation	Varied in a grain
GAM	Boundary-based misorientation	Same in a grain
GOS	Element-based misorientation	Same in a grain
GROD	Element-based misorientation	Varied in a grain

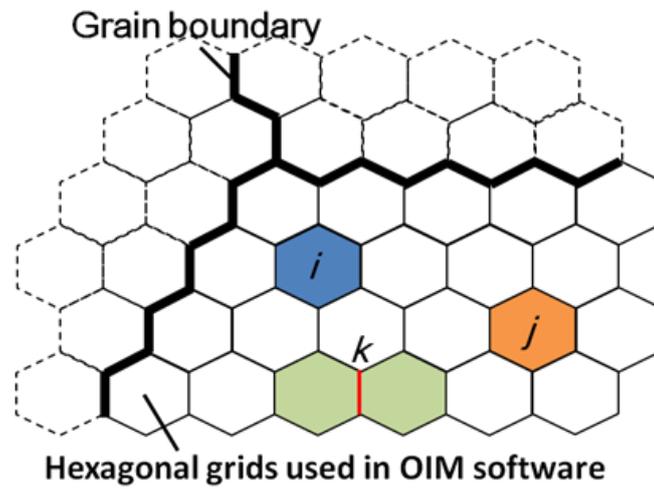


Fig. 2-2 Schematic illustration of LMPs which are same value in each grain

$$\text{GAM} = \frac{\sum_{k=1}^{n_B} \alpha_k}{n_B} \quad (2.1)$$

$\left\{ \begin{array}{l} \alpha_k : \text{misorientation neighbouring elements} \\ n_B : \text{number of boundaries in a grain} \end{array} \right.$

$$\text{GOS} = \frac{\sum_{i,j=1}^{n_E} \alpha_{ij(i \neq j)}}{n_E(n_E - 1)} \quad (2.2)$$

$\left\{ \begin{array}{l} \alpha_{ij} : \text{misorientation between } i\text{th and } j\text{th elements} \\ n_E : \text{number of elements in a grain} \end{array} \right.$

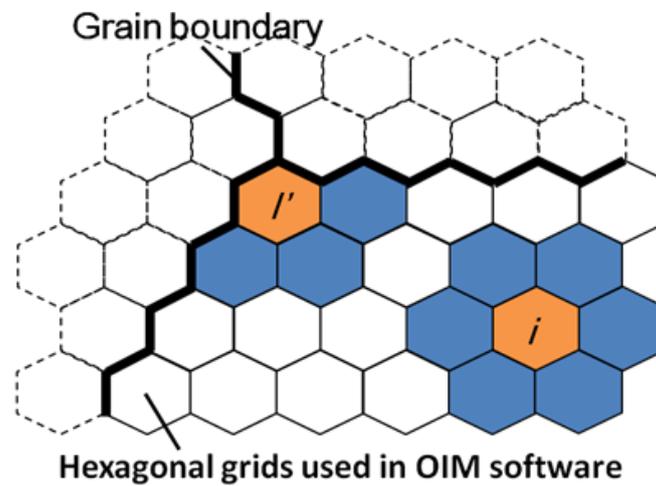


Fig. 2-3 Schematic illustration of LMPs that each elements has different value in each grain

$$\text{KAM} = \frac{\sum_{i=1}^{n_B} \alpha_i}{n_B} \quad (2.3)$$

$$\begin{cases} \alpha_k : \text{misorientation neighbouring elements} \\ n_B : \text{number of elements in a grain} \end{cases}$$

$$\text{GROD} = \alpha_{i,ave} \quad (2.4)$$

$\alpha_{i,ave}$: misorientation between i th element and the element with average misorientation in a grain

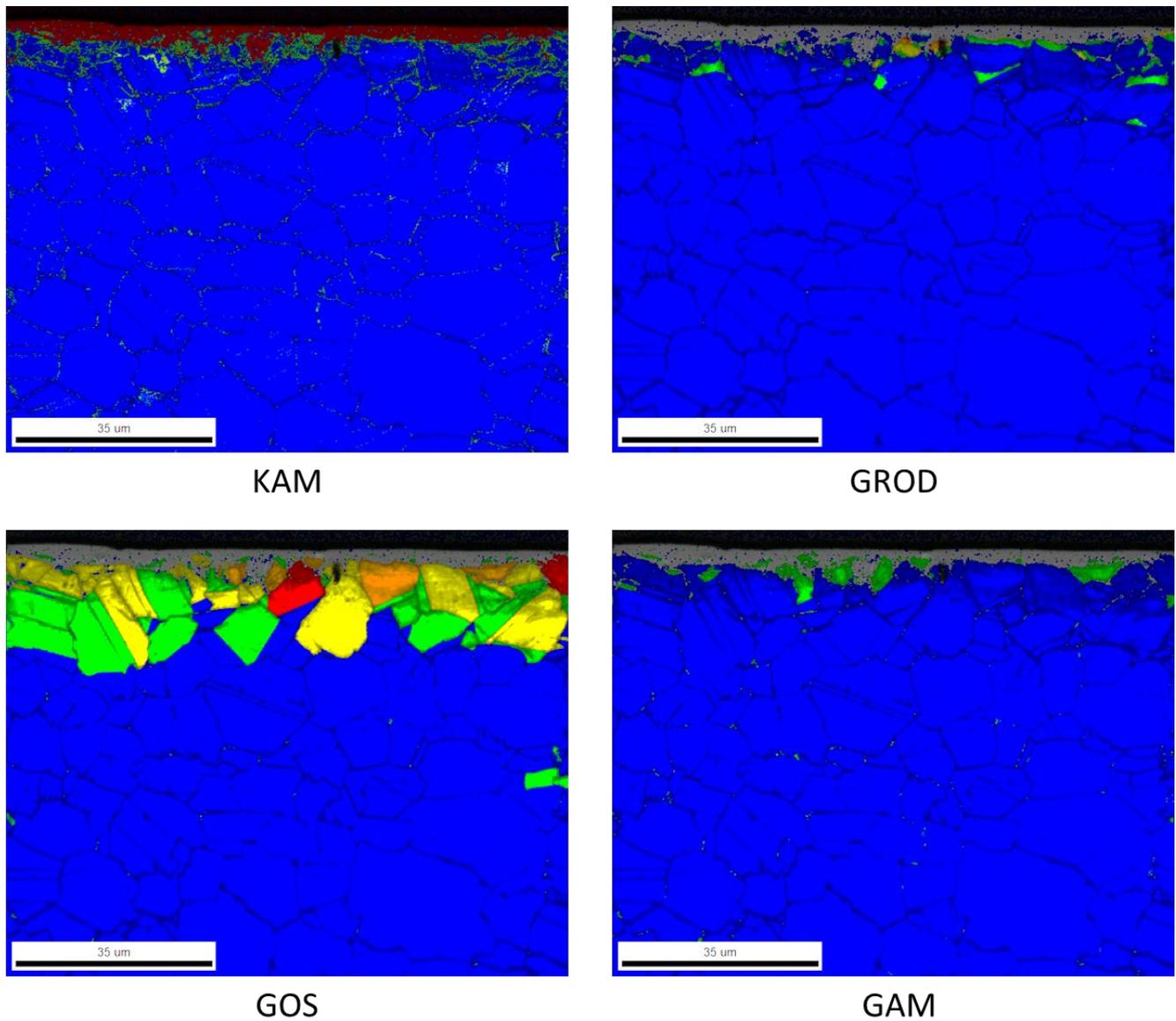


Fig. 2-4 Examples of LMPs in surface of R1 specimens
The textures shaded in red color have higher LMPs, and blue have lower LMPs.

これらの定義から、KAM や GROD は個々の測定点における方位差を強く反映したパラメータであることがわかる。一方で、GOS や GAM はある結晶粒全体の方位差、変形量を反映している。ただし、GROD に関しては、個々の測定点と結晶粒における平均方位との方位差を計算しているため、個々の測定点のみでなく、結晶粒全体の変形量も反映した値になっている。

Child らはショットピーニングを施した Ni 合金の試料表面に対して、GOS により定義した塑性変形領域の深さの測定を実施し、ピーニング強度、高 GOS 領域の深さ、および白色光干渉法で測定した表面粗さに正の相関があることを示した[66]。高須賀らは極低炭素鋼を用い、材料組織の影響を強く受ける疲労き裂発生と初期の進展挙動に注目し、負荷繰返しに伴う結晶組織の変化を IQ, KAM, GROD のパラメータにより調査した[67]。GROD がき裂発生まで増加し、以後飽和することを指摘し、疲労き裂発生過程における損傷評価に GROD が有効なことを示した。同時に、従来から言われていた IQ 値による損傷の定量的評価の困難さや KAM のステップサイズ依存性を改めて指摘している。

釜谷らは局所方位差(M_L)、拡張局所方位差、局所方位差平均(M_{ave})や Modified Crystal Orientation (MCD) といった LMPs を使用している。局所方位差は KAM に対応した LMPs で、対数正規分布で近似されることが示されている。局所方位差平均は局所方位差の対数平均である。MCD は下式で定義される。

$$MCD = \exp \left[\frac{\sum_{k=1}^{n_g} \left\{ \sum_{i=1}^{n_k} \ln \{ \beta(m_k, p_i) \} \right\}}{\sum_{i=1}^{n_g} n_k} \right] \quad (2.5)$$

$$\left\{ \begin{array}{l} m_k : \text{average orientation in the } k\text{th grain} \\ n_k : \text{number of elements in } k\text{th grain} \\ n_g : \text{number of grains} \\ p_i : \text{orientation in the } i\text{th element} \end{array} \right.$$

この定義から、MCD が GROD に対応するパラメータであることが分かる。釜谷らは、他にも平滑化フィルター(Smoothing Filter)による定量的評価の強化(測定条件依存性の除去)など局所方位差の標準的な計測手法についても提案をしている[44][45]。本研究では、LMPs については、商用ソフトウェアで使われている名称を使用する。

2.3. 観察試料の準備

Fig. 2-5 に EBSD 観察用試料の模式図を示す。EBSD 観察用試料は、切削により試験片試験部を切り出し、熱硬化性樹脂（Struers 製、カーボン系充填剤含有導電性フェノール樹脂 Poly Fast）に埋め込んだ。試料埋め込みには熱間埋込装置 CitoPress-1（Struers 製 Fig. 2-6(a)）、シリンダ直径 $\phi 25$ を用いた。Table 2-2 に試料の埋め込み条件を示す。

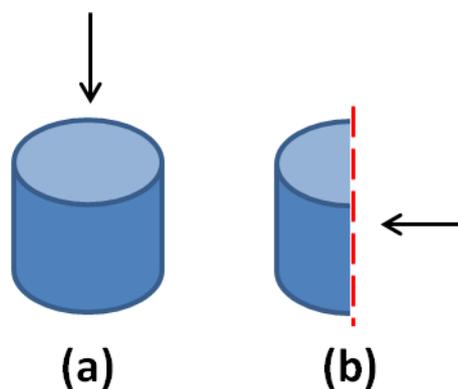


Fig. 2-5 Two types of EBSD samples cut off by means of electric discharging machining.
Arrowed lines indicate observation directions

Table 2-2 Embedding condition for EBSD samples

Heating temperature	180 °C
Heating time	3 min
Pressure	250 Bar
Cooling mode	High
Cooling time	2 min

電子銃から放出された電子が、回折電子は試料表面のわずか 20~30 nm の極近傍層から出てくるため、Kikuchi パターンは表面の傷や変形、コンタミ層、酸化膜などに多大な影響を受ける。したがって、解析に有用な EBSD データを得るには慎重かつ適切な手法により観察試料を準備する必要がある[47]。

本研究では、TegraForce-5 および TegraPol-21(Struers 製 Fig. 2-6(b))によって、樹脂埋めした試料に対し、研磨 (Grinding) および琢磨(Polishing)を施した。

Table 2-3 に詳細な研磨・琢磨手順を示す。なお、酸化物琢磨(OP 琢磨)後は、試料に対して流水と中性洗剤を吹きかけることにより、試料表面に付着したコロイダルシリカを除去した。また、アルコール洗浄を行い、更に表面を綺麗に仕上げた。

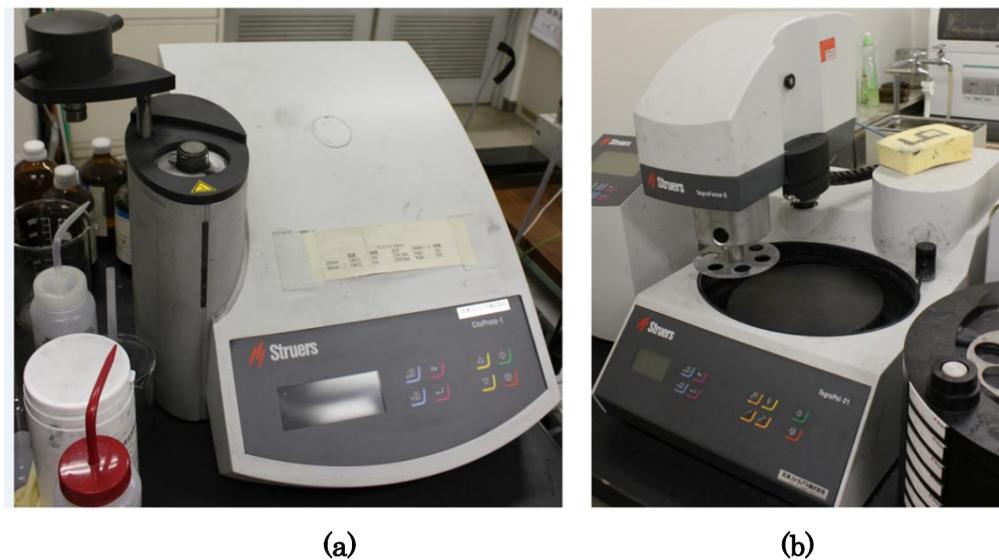


Fig. 2-6 (a) CitoPress-1, (b) TegraForce-5, and TegraPol-21 by which the samples were embedded, ground, and polished

Table 2-3 Grinding and polishing condition

面出し研磨 Plane Grinding: PG	Si-C 研磨紙(#320) 潤滑剤: 水
精研磨 Fine Grinding: FG	MD Largo 砥粒なし, 粒径15-3mm ダイヤモンド懸濁液: DP-Suspension, 9mm 潤滑剤: DP-Lubricant, Green
ダイヤモンド琢磨 Diamond Polishing: DP	MD Dac ダイヤモンド懸濁液: DP-Suspension, 3mm 潤滑剤: DP-Lubricant, Green
	MD Nap ダイヤモンド懸濁液: DP-Suspension, 1mm 潤滑剤: DP-Lubricant, Green
酸化物琢磨 Oxide Polishing: OP	MD Chem コロイダルシリカ(OP-U, 0.04 μm)

2.4. 観察条件

結晶方位測定は電界放射型電子銃を装備した SEM (エリオニクス製 ERA-8900FE: 三次元粗さ解析装置) に設置された EBSD 装置 (TSL 社製 EBSD system) により行った. 測定データの収集には TSL 社の OIM Data Collection ver. 5.31(OIM DC)を使用し, データ解析には同社の OIM Data Analysis ver. 6.1 を用いた. Table 2-4 に EBSD 観察時の SEM および OIM DC の設定を示す.

Table 2-4 SEM-EBSD observation conditions

SEM amplitude	x800
Accelerating voltage	20kV
Spot size	7 nm
WD(OIM DC)	18~20 mm
Binning	4 x 4 (312 x 234 pixels)
Exposure	0.01 s
Grid shape	Hexagonal
Observation area (μm^2)	80 x 100 in each file
Spot size (μm)	0.1
Collection time	3.9 h
Material	Nickel

今回の解析に用いた要素は六角形要素である。四角形要素に対する六角形要素の利点は以下の二点である。まず、粒界は 2 要素間の方位差により定義されるが、四角形要素の場合、縦横方向と斜め方向で距離が異なるため、正確な粒界の定義ができない点が欠点として挙げられる。また、要素間が点で接する箇所が出るため、粒界の定義が困難である点も四角形要素を用いる際の短所として挙げられている[50]。

2.5. EBSD 用いた表層のダメージの定量化

各試験片の表層には切削によって転位が導入されて微小な変形をしており、LMP が高くなっていることが推測できる。そこで、各試料の高 LMP 領域厚さを測定し、切削加工による材料への影響が試料表層からどの程度深くまで達しているかを確認する。

高 LMP 領域の定義は、恣意性を低減するために LMP の標準的統計量である、バルクにおける各 LMP の平均値および標準偏差を用いた。実際には、Child ら[66]の方法を参考に、バルクにおける LMP の平均値+2×標準偏差以上の領域を変形領域とした。

3. 表層のダメージが異なる試験片の加工法

3.1. 緒言

この章では、本研究で用いた試験片の加工条件を決定するために行われた予備実験について説明する。この予備実験によって明らかになった加工条件を用いることで、表面形状は同じであるが、表層のダメージ量が異なる試験片を作成することができる。この予備実験における試験片加工は株式会社神戸工業試験場の協力の下行われた。

3.2. 供試材および試験片

本研究で用いた供試材は、ジェットエンジン材料のNi基超合金 Inconel 718 (Alloy718) である。Inconel 718 は 1228K で 1 時間溶体化処理を施し、その後 991 K で 8 時間、894K で 8 時間保持の二段時効処理を施している。Table 3-1 と Table 3-2 にミルシートに記載された化学成分および引張特性を示す。また、Fig. 3-1 に試験片形状および寸法を示す。

Table 3-1 Chemical composition [mass%]

C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Al	Mo	Ti	Co	B	Nb+Ta	Fe
0.03	0.10	0.06	0.007	0.0005	18.32	52.47	0.53	2.90	0.98	0.25	0.004	5.26	bal.

Table 3-2 Tensile properties

0.2 % proof strength, $\sigma_{0.2}$ (MPa)	Tensile strength, σ_{UTS} (MPa)	Elongation, δ (%)	Reduction of area, ϕ (%)
1117	1393	29.4	52.0

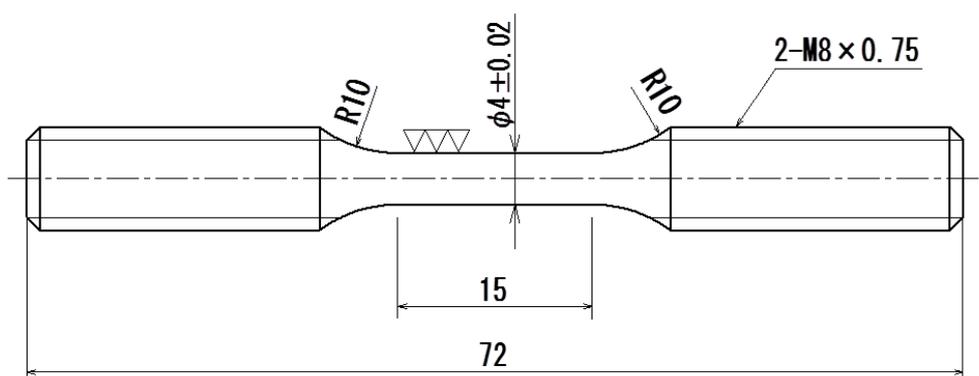


Fig. 3-1 The shape of the specimen

3.3. 加工条件の決定方法

この説では、本研究にて用いられた試験片の加工条件を決定するために行われた予備実験について、説明を行う。

試験片の平行部に Table 3-3 に示すような加工を行い、EBSD 観察を行った。この加工条件は、切込み量が切削エネルギーに影響を与える因子であり、表層のダメージ量に関連があるのではないかと予測し決定した。Table 3-4 にこの予備観察の条件を示す。

Table 3-3 Machining condition of specimens for preliminary observation

No.	Rev. (rpm)	Feed (mm/rev)	Cut depth	Tip	Cutting fluids	Dimension
I-1	500	0.05	Φ0.5	PR1125 honing tip (R0.4)	Used	Φ4
I-2	500	0.05	Φ1.0	PR1125 honing tip (R0.4)	Used	Φ4
I-3	500	0.05	Φ0.5	PR1125 honing tip (R0.8)	Used	Φ4
I-4	500	0.05	Φ1.0	PR1125 honing tip (R0.8)	Used	Φ4
I-5	500	0.05	Φ1.0	PR1125 honing tip (R0.8)	Not Used	Φ4

Table 3-4 SEM-EBSD observation conditions

SEM amplitude	X400
Accelerating voltage	20kV
Spot size	7 nm
WD(OIM DC)	18~20 mm
Binning	8 x 8
Exposure	0.01 s
Grid shape	Hexagonal
Observation area (μm ²)	200 x 200 in each file
Spot size (μm)	0.4
Collection time	1.2 h
Material	Nickel

Fig. 3-2 に、この予備観察によって得られた KAM マップを示す。

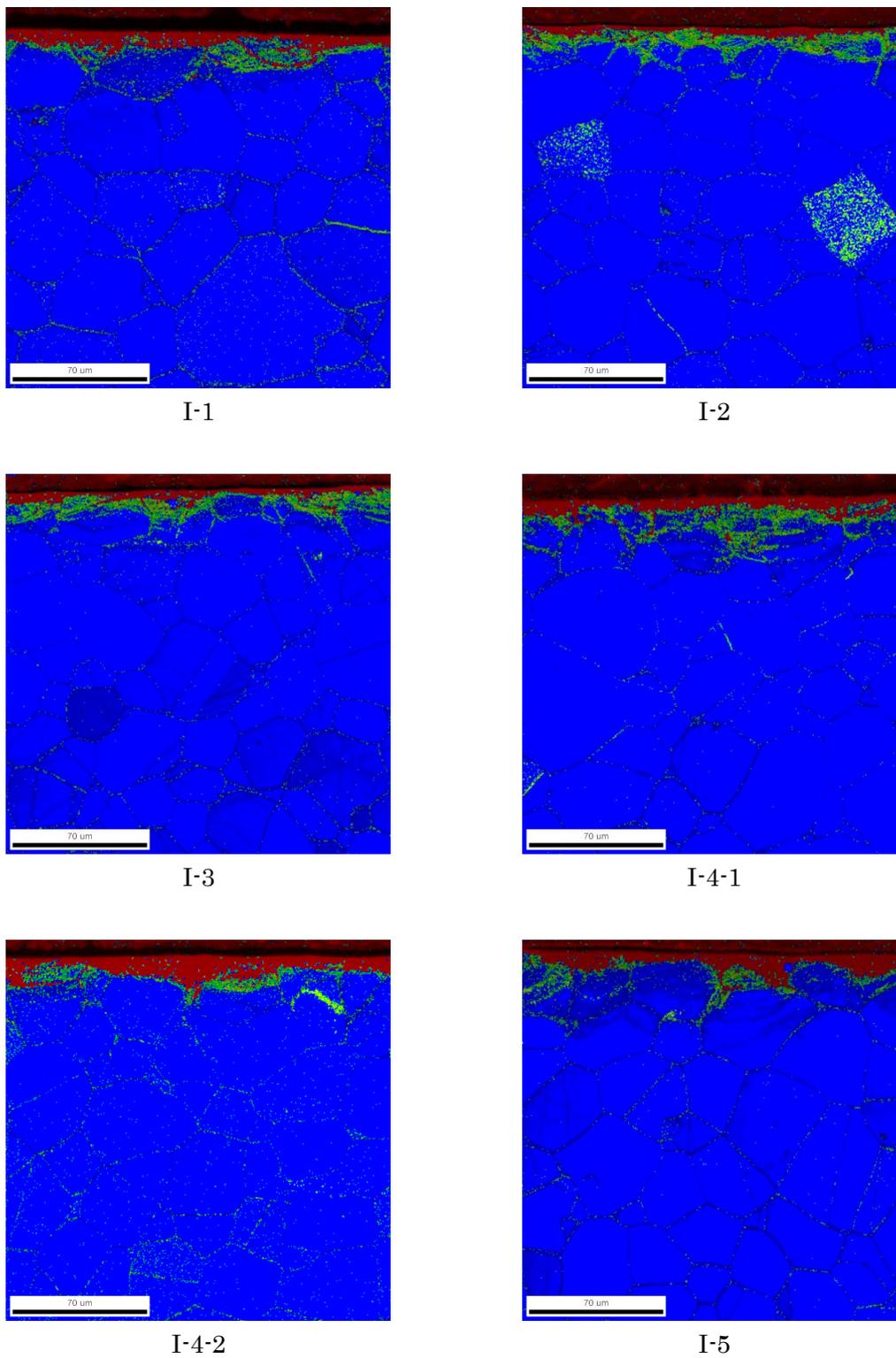


Fig. 3-2 KAM maps of Inconel718 specimens

Fig. 3-3 に、高 KAM 領域の深さ（以下、KAM 深さ）を示す。I-4 については、KAM 深さが大きいことを検証するために、2つの場所で観察を行った。

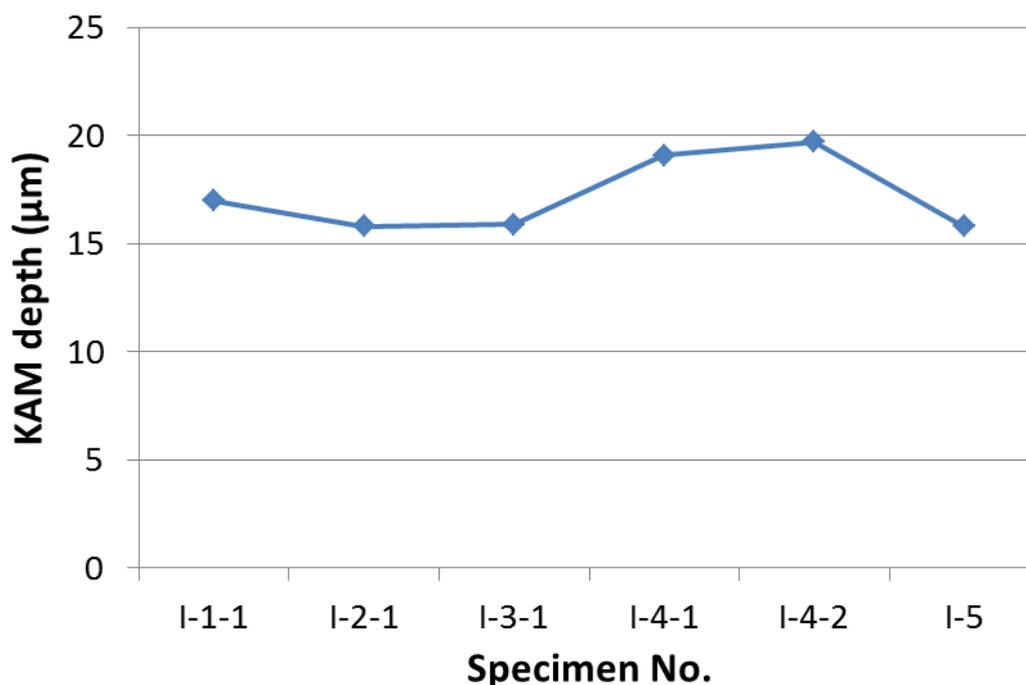


Fig. 3-3 Depth of high KAM area

Fig. 3-3 から読み取れることとしては、

- I-1～I-3 はあまり KAM 深さが変わらない。
- I-4 において、KAM 深さが一番大きく、一番深くダメージが進展していると言える。
- I-3 と I-4 の比較より、R0.8 のチップの場合は、切込み量によって KAM 深さが変化すると考え、I-3 と I-4 の加工条件を採用する。
- 切削油を使用しておらず、最も加工条件が厳しいであろう I-5 の KAM 深さは大きくなかった。この原因としては、切削油を使用しないことにより発生した熱が表層の結晶粒の再結晶化を促したことなどが考えられる。

があげられる。R0.8 のチップを使用した際には、切込み量が KAM 深さに影響を与えるパラメータと考え、実際に本研究では I-3 から切込み量を $\Phi 0.3$ へと減らした R1 材と I-4 から切込み量を $\Phi 1.2$ へと増やした R2 材を使用して、観察を行った。

また、本研究に対して最適な鋼種を選定する段階で、ステンレス鋼についても本節と同様な試験片加工と EBSD 観察を行ったので、その結果を付章に示す。

3.4. 本研究で用いた試験片加工条件

前節で説明した予備実験の結果を踏まえ、本研究における試験片の加工条件は Table 3-5 のようになる。予備実験における I-3 材から切込み量を 0.3mm に減らしたものを R1 材、I-4 材から切込み量を 1.2mm に増やしたものを R2 材と呼称する。この R1 材と R2 材に加えて、電解研磨材（EP 材）も合わせて合計 3 種類の試験片に対して、低サイクル疲労試験と EBSD 観察を行った。

Table 3-5 The machining conditions of the specimens

No.	Rev. (rpm)	Feed (mm/rev)	Cut depth(mm)	Tip	Cutting fluids
R1	500	0.05	Φ0.3	PR1125 honing tip (R0.8)	Used
R2	500	0.05	Φ1.2	PR1125 honing tip (R0.8)	Used
EP	Electrolytic Polishing				

4. 低サイクル疲労試験

4.1. 緒言

この章では、EP 材、R1 材、R2 材に対して行われた低サイクル疲労試験の結果とその考察について記載する。

4.2. 試験条件

本研究では、表面仕上げの影響のみに焦点を当てるため、室温大気中にて低サイクル疲労試験を実施した。EP 材、R1 材、R2 材の試験片に対して、低サイクル疲労試験を実施した。

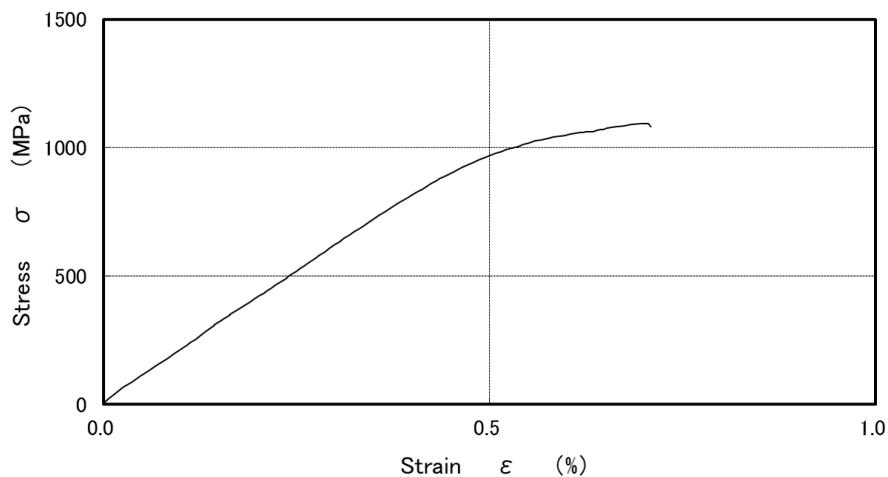
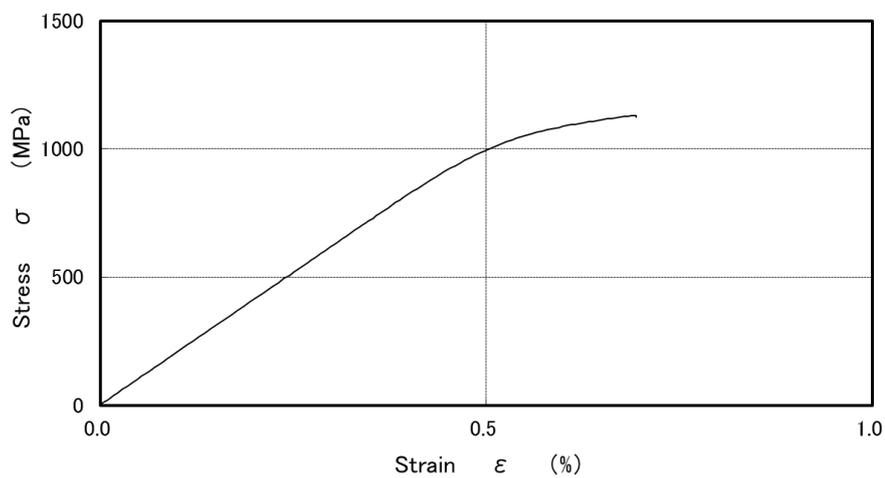
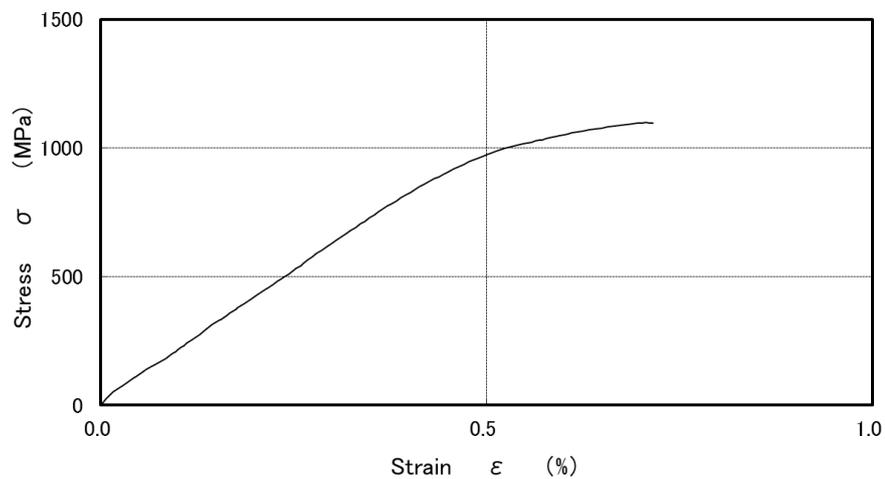
低サイクル疲労試験は、協力企業の株式会社神戸工業試験場にて、行われた。試験方法は JIS Z2279 に則ったものとした。ひずみ振幅一定、室温大気中で実施した。ひずみ速度 0.4%/s、波形は三角波、ひずみ比 $R = -1$ の完全両振りで行った。ひずみ範囲 ($\Delta\varepsilon$) は 0.8% と 1.4% の 2 種類で行った。各ひずみ範囲における試験片本数は Table 4-1 に示すとおりである。

Table 4-1 The number of the specimens used in the LCF test

Sample No.	$\Delta\varepsilon=0.8\%$	$\Delta\varepsilon=1.4\%$
EP	2	2
R1	3	3
R2	3	3

4.3. 静的強度

Fig. 4-1, Fig. 4-2, Fig. 4-3 に EP 材、R1 材、R2 材の静的強度を示す。この静的強度は疲労試験における 1 サイクル目のヒステリシスループから作成したものである。Fig. 4-1, Fig. 4-2, Fig. 4-3 を参照して分かるように、EP 材、R1 材、R2 材の静的強度には違いがないといえる。

**Fig. 4-1 Static strength of EP specimen****Fig. 4-2 Static strength of R1 specimen****Fig. 4-3 Static strength of R2 specimen**

4.4. 試験結果

Fig. 4-4 に今年度行われた低サイクル疲労試験結果を示す。

EP 材は全ての試験片において、ひずみを計測するために試験片に取り付けられた変位計のクリップ付近からき裂が発生していた。これは表面が平滑過ぎるがために、クリップの影響を強く受けたためだと考えられる。また、本研究で用いた試験片は比較的長い平行部を有しており、試験片両端の締め付けトルクなどの影響を強く受ける。

したがって、き裂が試験片中心部から外れた部分から発生したものが多数あった。こうしたデータは参考値として使用するべきであるため、ここでは中心部近傍からき裂が発生した試験片についてのみ結果を掲載する。EP 材は、前述のとおり試験片中心部からき裂が発生したものはなかったため、Fig. 4-4 には EP 材のデータは掲載されていない。き裂が試験片中心部から発生していない試験片の疲労寿命データについては符章に記載する。

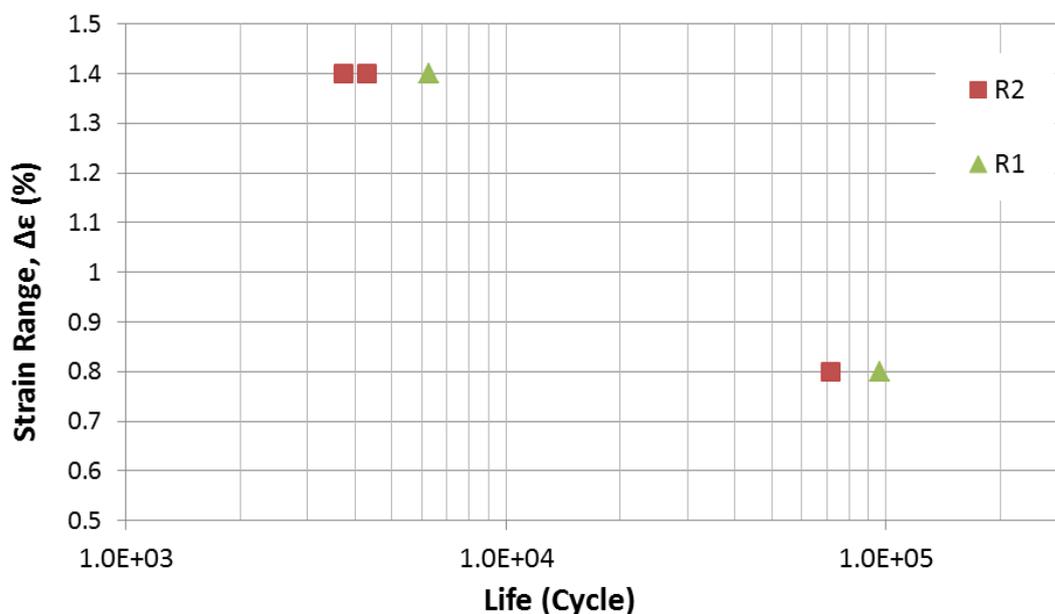


Fig. 4-4 Results of low cycle fatigue tests (only reliable data)

Fig. 4-4 に示した試験片中心部からき裂が発生したデータのみを比較すると、R1 材と R2 材の寿命における差が明瞭にわかる。

4.5. 昨年度の結果との比較

今年度行われた低サイクル疲労試験の結果と、昨年度行われた低サイクル疲労試験の結果を合わせて Fig. 4-5 に示す。

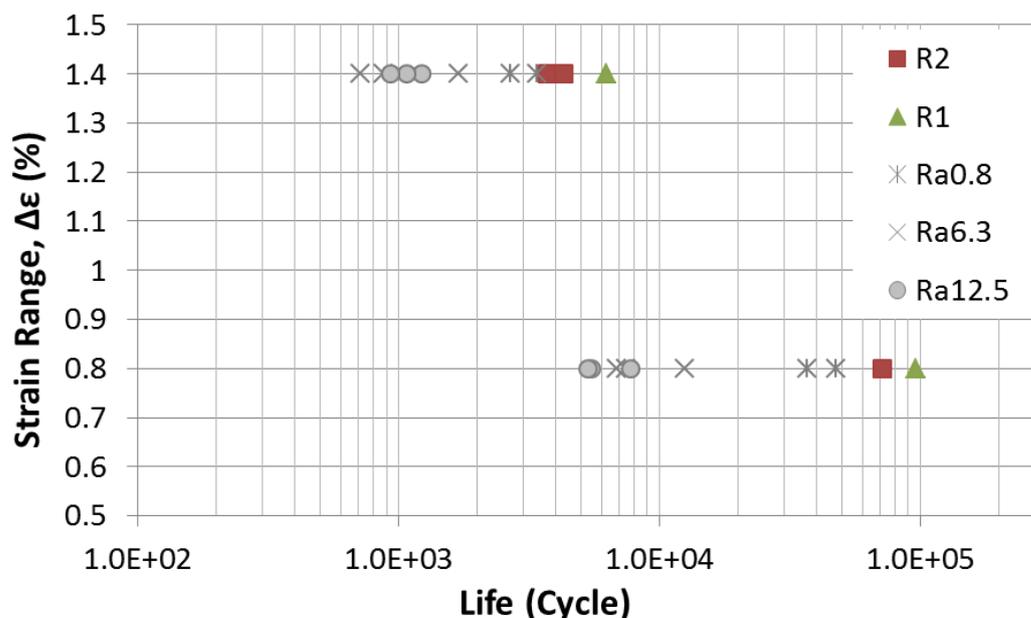


Fig. 4-5 Results of low cycle fatigue tests (this year and last year)

表面仕上げがほぼ同等であると考えられ Ra0.8 材と Ra1 材 (R2 材) の疲労寿命が異なっている原因としては、寸法効果が考えられる。今年度の試験片の加工方法と、昨年度の試験片の加工方法を Table 4-2, Fig. 4-6 に示す。

Table 4-2 Machining condition of this year's specimens

No.	Rev. (rpm)	Feed (mm/rev)	Cut depth	Tip	Cutting fluids	Dimension
R1	500	0.05	0.3	PR1125 honing tip (R0.8)	Used	$\Phi 4$
R2	500	0.05	1.2	PR1125 honing tip (R0.8)	Used	$\Phi 4$
EP	Electrolytic Polishing					

4 LOW CYCLE FATIGUE TEST

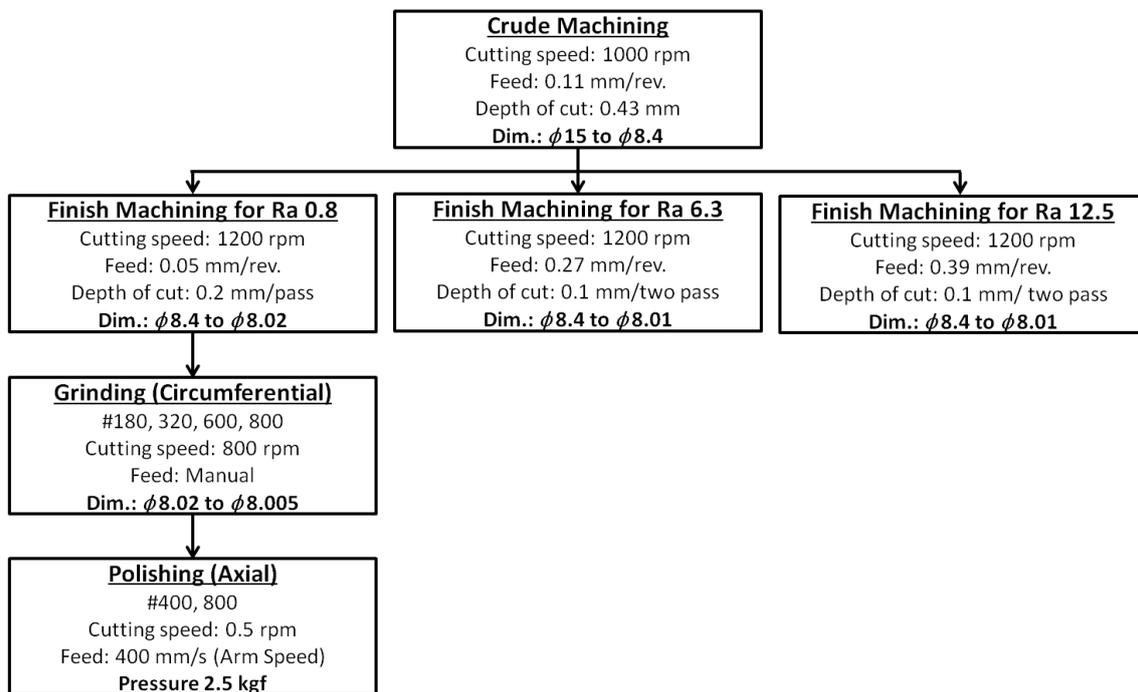


Fig. 4-6 Machining condition of last year's specimens

5. EBSD 法による組織観察と表面損傷の定量化

5.1. 緒言

この章では、本年度作成された試験片に対して行われた EBSD 観察について述べる。また、その EBSD 観察から得られたデータを基に、表層の損傷を定量化した結果（高 LMP の領域厚さ）について述べる。

5.2. バルク組織観察

まず、表層から十分離れたバルク組織の EBSD 観察を行った。観察領域は、 $50\times 50\mu\text{m}$ であり、それ以外の観察条件は Table 2-4 と同様である。Fig. 5-1 に、バルク組織の逆極点図 (Inverse Pole Figure; IPF) を示す。この観察領域において測定した平均結晶粒径は $8.74\pm 2.47\mu\text{m}$ であった[62]。Fig. 5-2 にこの領域において測定した各 LMP の平均値および標準偏差を示す。

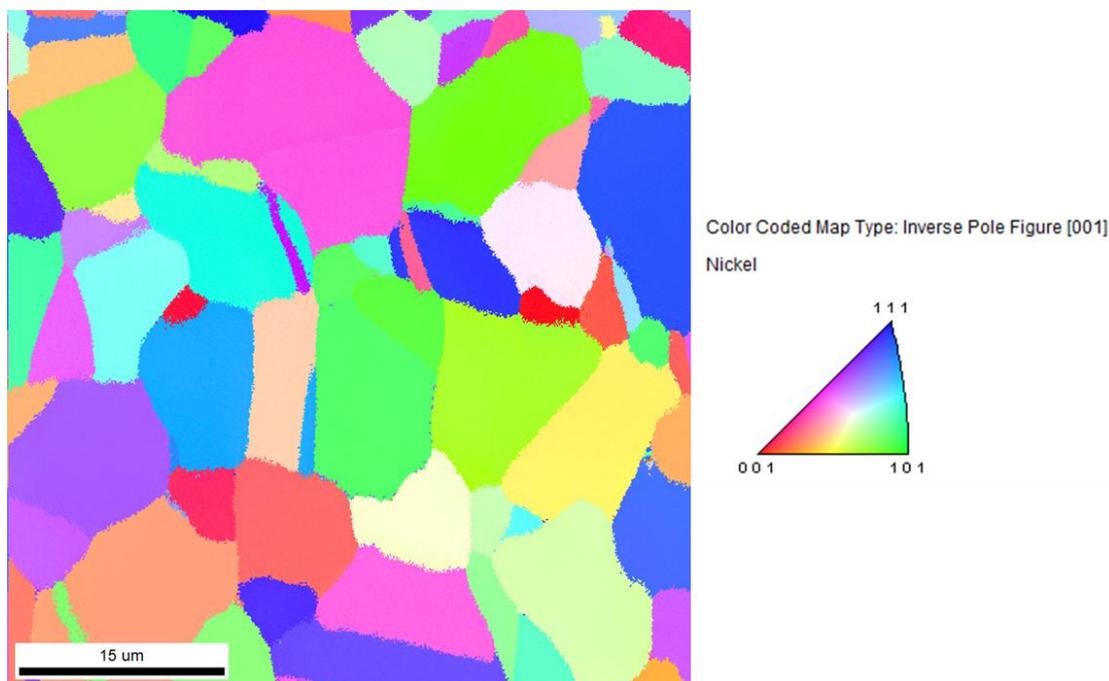


Fig. 5-1 Inverse pole figure (IPF) map of bulk matrix

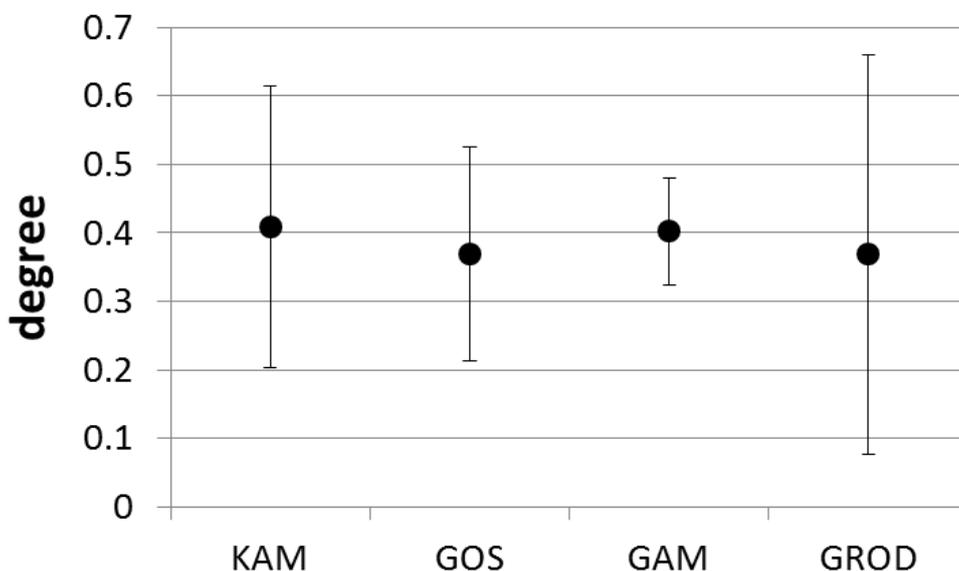


Fig. 5-2 Local misorientation parameters of the bulk structure

5.3. 表層組織の IPF MAP と KAM MAP

Fig. 5-3 に各試験片表層における逆極点図 (IPF MAP) を示す. いずれも Table 2-4 に示した条件で EBSD 観察されたもので, 表層付近の粗さに関して, これ以後論じる LMP 値や細粒部厚さは Fig. 5-3 に示したデータから計算したものである.

R1 材, R2 材に関しては, 表面極近傍において, ランダムに指数付けがなされる細粒部が存在している. 細粒部は脆性的な性質を示すため, 寿命低下因子となりうるは一般的に知られている[39].

また, Fig. 5-4 High-KAM area + IQ map of EP(top), Ra1(middle), and R2(bottom)Fig. 5-4 に EP 材, R1 材, R2 材の KAM MAP を示す. KAM は微小な欠陥を表すのに適しているとされている. Fig. 5-4 を見ると, 加工条件が厳しくなるにつれて, 高 KAM 領域が進展していることが分かる. また, R1 材, R2 材ともに高 KAM 領域が第二結晶粒界付近で止まっていることが分かる. このことから, 結晶粒界がダメージ進展に対する障壁になっていると考えられる.

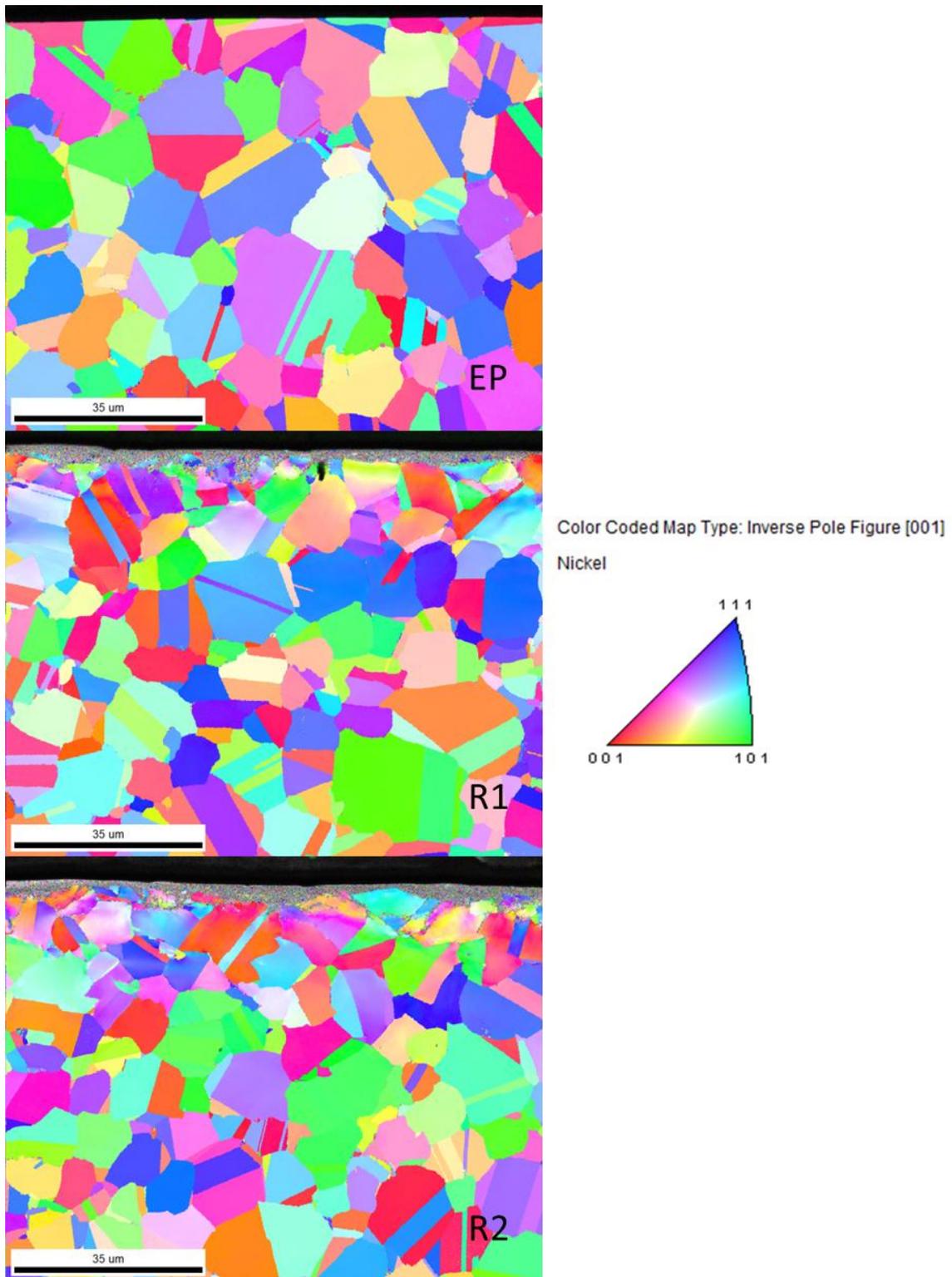


Fig. 5-3 IPF map of EP(top), R1(middle), and R2 (bottom)

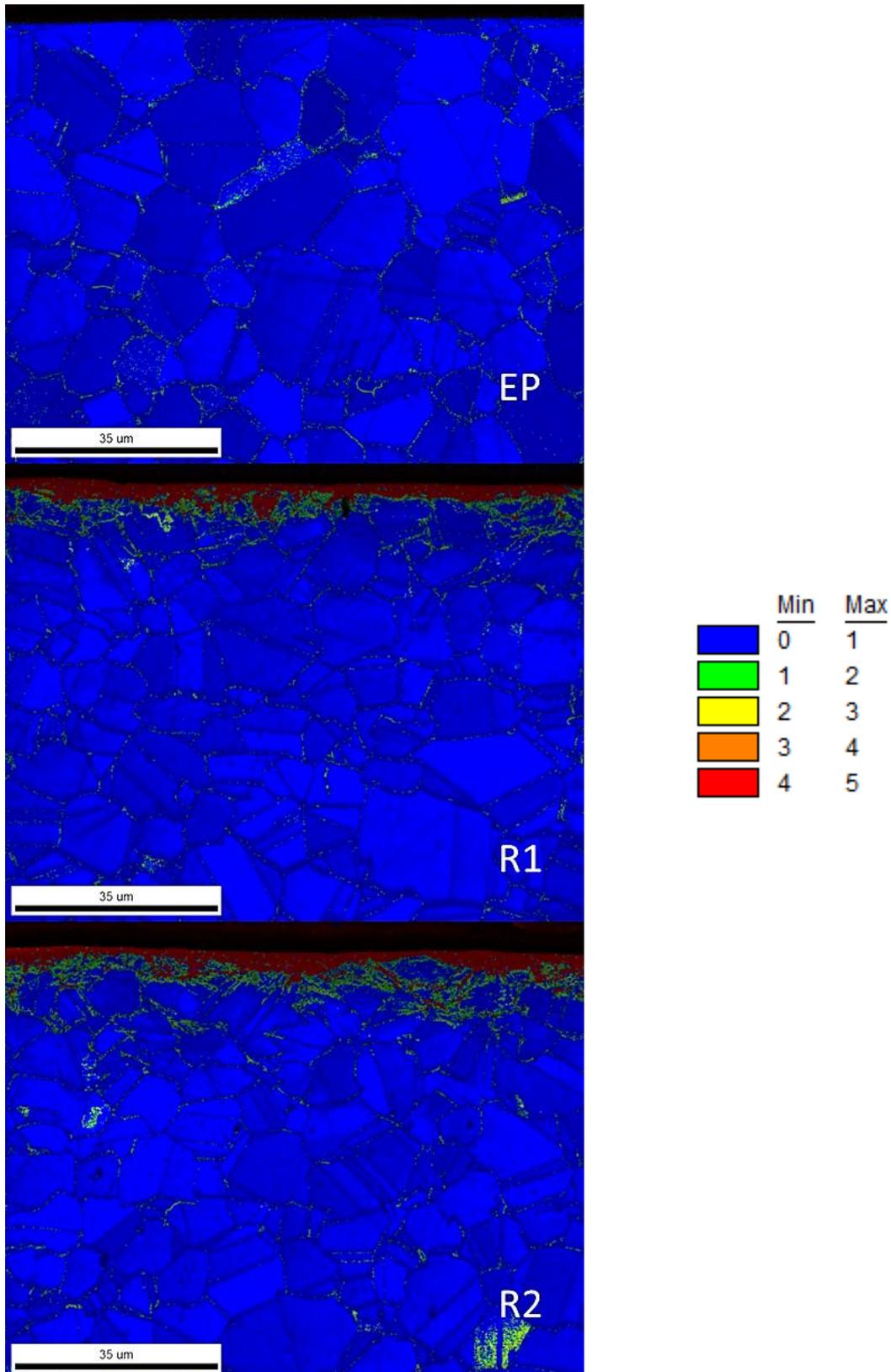


Fig. 5-4 High-KAM area + IQ map of EP(top), Ra1(middle), and R2(bottom)

5.4. 試験片表層の高 LMP 領域

各試験片の表層には切削によって転位が導入されて微小な変形をしており，LMP が高くなっていることが推測できる．そこで，各試料の高 LMP 領域の深さ（以下，LMP 深さ）を測定し，切削加工による材料への影響が試料表層からどの程度深くまで達しているかを確認する．

高 LMP 領域の定義は，恣意性を低減するために LMP の標準的統計量である，バルクにおける各 LMP の平均値および標準偏差を用いた．実際には，Child ら[66]の方法を参考に，バルクにおける LMP の平均値+2×標準偏差以上の領域を変形領域とした．Fig. 5-5 に各試験片の LMP 深さを示す．また，Table 4-2 に今年度の試験片 EP 材，R1 材，R2 材の加工条件を，Fig. 4-6 に昨年度の試験片 Ra0.8 材，Ra6.3 材，Ra12.5 材の加工方法を示す．今年度の加工条件と昨年度の加工条件は，同一でないものもあり単純に比較することはできないが，電解研磨，研磨，旋削のみの順番で加工条件が厳しくなると考え，Fig. 5-5 にはその順番に応じて，左から右に試料番号を並べて記載している．

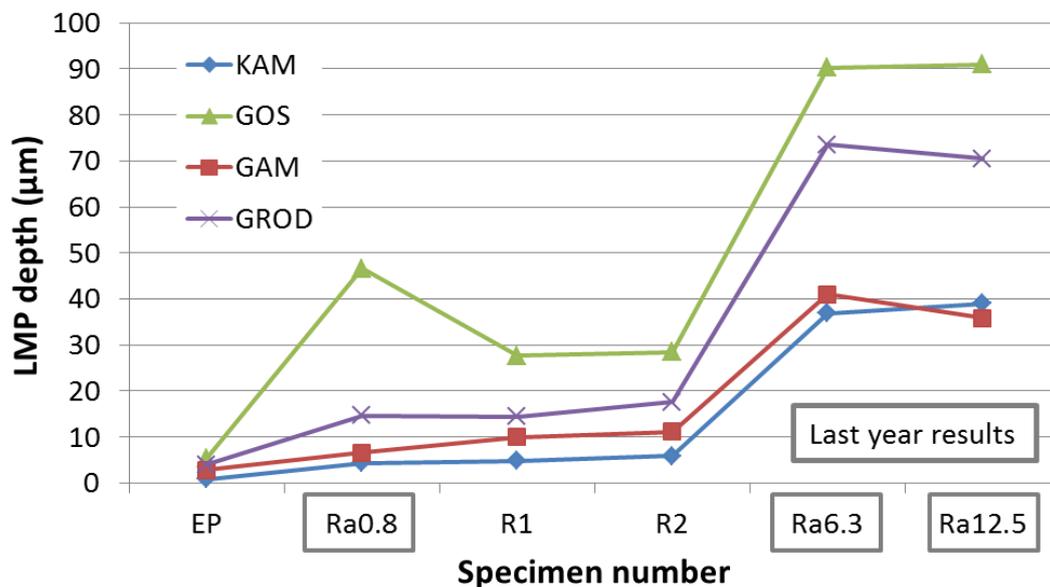


Fig. 5-5 Depths of deformed area from surfaces

Fig. 5-5 より, KAM, GAM, GROD については加工条件が厳しくなるに連れて, 高 LMP の領域厚さが大きくなるのがわかる. これにより, 表面仕上げの影響を高 LMP 領域厚さにより, 定量的に示すことができるといえる.

Ra0.8 材の高 GOS 領域厚さが大きくなっている原因としては, 以下のような理由による. GOS は「Grain Orientation Spread」という名前が示す通り, 1 つの結晶粒内で均一化されたパラメータとなっている (計算式は式(2.2)参照のこと). Fig. 5-4 の表層近傍の KAM MAP では, 表面から第二近傍までの結晶粒の KAM パラメータが高くなっていることが分かる. GOS においても, 同様に表面から第二近傍までの結晶粒において GOS パラメータが高くなっている. したがって, GOS 領域厚さは表面近傍の結晶粒径の分布によって決まってしまう. 言い換えると, Ra0.8 材の高 GOS 領域厚さが大きいのは, 表面近傍に大きな結晶粒がたまたま多く分布していたためであるといえる.

Fig. 5-6 に Ra0.8 材の GOS MAP を示す. 表層付近に大きな結晶粒が分布しており, その結晶粒の GOS パラメータが高くなっていることが分かる.

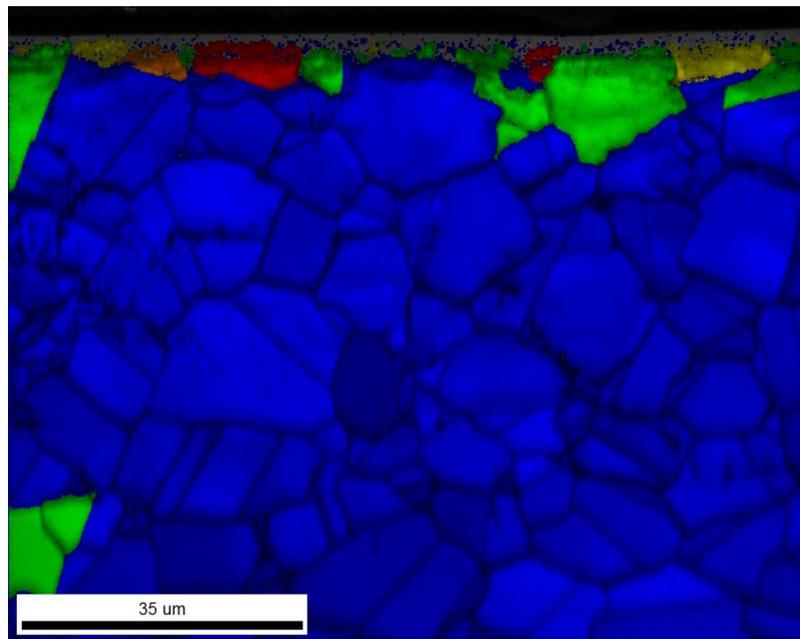


Fig. 5-6 GOS MAP of Ra0.8 specimen

5.5. 低サイクル疲労寿命と高 LMP 領域厚さに関する考察

Kamaya は, SUS316 を用いた先行研究[46]において, 結晶粒内における疲労き裂の発生源として, (1) 介在物起点の切欠き, (2) すべり段, (3) 粒内の割れ, (4) 三重点および(5) 結晶粒界を挙げている. そして, (1)~(3)のメカニズムを, 応力・ひずみ集中によるき裂発生の加速と位置付け, (4)と(5)のメカニズムを, 損傷を受けた結晶粒界からき裂が発生するものと位置付けている. 低サイクル疲労に関しては後者の要因が支配的になるとしている. また, き裂発生箇所と LMP との相関について, 応力・ひずみ集中を伴うすべり段から発生するき裂は, 明瞭なすべり段のみでなく, 高 KAM 領域がある領域に限定されていると報告している. また, 三重点におけるき裂発生点も, 他領域に比べて KAM が高いことを指摘している.

すなわち, 低サイクル疲労においては, 高 KAM 領域とき裂発生点には大きな相関関係があるといえる. また, 本研究における表面仕上げと, 高 KAM 領域厚さの関係を比べると, 表面仕上げの影響を高 KAM 領域厚さで定量的に示すことができる.

したがって, 高 KAM 領域厚さを使って, 表面仕上げの疲労寿命に対する影響を定量的に取り扱う事ができると言える. 第 6 章にてき裂進展挙動と高 KAM 領域厚さの分布を使って, 寿命評価を確率的に行うモデルの提案と, 今年度の試験結果に対する適用を行う.

6. 寿命評価モデルの提案と適用

6.1. 緒言

この章では、表層に蓄積された損傷を考慮して、疲労寿命を評価するモデルを提案する。また、今年度の結果をそのモデルに適用する。

6.2. き裂進展速度の測定

ここでは、次節で提案する寿命評価モデルに必要となる、き裂進展速度の測定方法について説明する。

まず、低サイクル疲労試験の中断材を作成し、き裂深さを観察する。この試験では、室温大気中にて試験片表面から発生・成長する疲労き裂を観察する。使用した試験片は EP 材（電解研磨材）である。疲労試験の条件は、4.2 節に示したものと同様である。ひずみ範囲 ($\Delta\varepsilon$) は、1.4%にて行った。Table 6-1 に示すようなサイクル数の低サイクル疲労試験の中断材を用意した。

本研究では、酸化着色法により各中断材のき裂深さを求めた。酸化着色法は以下の様な手順となる。

- ① 低サイクル疲労試験を規定サイクル数行い、中断材を作成する
- ② アセトン溶液中にて超音波洗浄を行う
- ③ 電気炉にて 600°C の温度で、1 時間程度の加熱後に冷却
- ④ 室温にて破断させる
- ⑤ Fig. 6-1 のような状態になるので、a と b の寸法を測定する。

Table 6-1 The number of cycles in the crack growth rate test

$N(\text{Cycle})$	Number
400	1
1200	1
2000	1
2800	1
3600	1

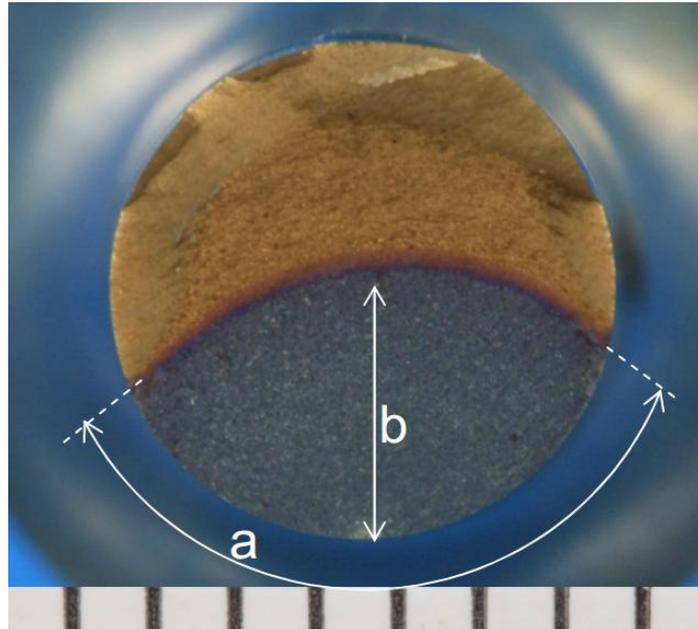


Fig. 6-1 The fracture surface

求められたき裂深さの変化から、き裂進展速度 da/dN を導出し、ひずみ拡大係数 ΔK_ε との関係を求めた。ひずみ拡大係数は次式で示される。

$$\Delta K_\varepsilon = f \Delta \varepsilon \sqrt{\pi a} \quad (6.1)$$

a はき裂長さである。 f は応力拡大係数で用いられる形状係数を示し、文献[51]の値を近似した値を用いた。その近似式を式(6.2)に示す。

$$f = 0.8379 \left(\frac{a}{R}\right)^3 - 0.6486 \left(\frac{a}{R}\right)^2 + 0.4128 \left(\frac{a}{R}\right) + 0.6103 \quad (6.2)$$

ひずみ拡大係数を低サイクル疲労におけるき裂成長駆動力を代表する指標として使うことの物理的意味は文献[58]などにおいて検討されている。

き裂進展速度 da/dN とひずみ拡大係数 ΔK_ε の関係性をプロットし、最小二乗近似することによって、き裂進展速度を求めた。すなわち、次式における D 、 m を求めた。

$$\frac{da}{dN} = D(\Delta K_\varepsilon)^m \quad (6.3)$$

6.3. モデル説明

疲労寿命は、式(6.4)に示すように、Crack Initiation に必要なサイクル数 N_i と Crack Propagation に必要なサイクル数 N_p の和となる[53].

$$N_f = N_i + N_p \quad (6.4)$$

一般に、低サイクル疲労試験では、初き裂が疲労の初期段階で発生するため、疲労寿命 N_f の中で、 N_i が占める割合は小さく、 N_p が支配的であると言われる。逆に、高サイクル疲労では、初き裂が発生するまでに相当なサイクル数が必要であることが知られており、高サイクル疲労寿命を取り扱う際には、 N_i に対しても目を向けることが必要となってくる場合がある。

本研究では、低サイクル疲労試験を取り扱っているので、 $N_f = N_p$ とする。 N_f はき裂進展速度 da/dN を用いて以下のように書ける。ただし、式(6.5)における a_i と a_f はそれぞれ初期き裂深さと限界き裂深さを表す。き裂深さが限界き裂深さ a_f に到達すると、試験が疲労寿命 N_f に達すると定義する。

$$N_f = \int_{a_i}^{a_f} \left(\frac{da}{dN} \right)^{-1} da \quad (6.5)$$

ひずみ拡大係数 ΔK_ε (6.1), き裂進展速度 da/dN (6.3)を、式(6.5)に代入して積分を行うと、式(6.6)を得る。

$$N_f(\Delta\varepsilon)^m = \frac{1}{Df^m\pi^{\frac{m}{2}}} \left(\frac{2}{2-m} \right) \left(c_f^{1-\frac{m}{2}} - c_i^{1-\frac{m}{2}} \right) \quad (6.6)$$

式(6.6)の中の初期き裂深さ c_i を確率変数として、取り扱うことによって、表面仕上げの不確定性を取り扱う。 c_i の分布は EBSD 観察によって得られた LMPs の値によって規定される。

6.4. 高 KAM 領域厚さの最大値の分布

本研究で用いる寿命評価式は(6.6)に示すとおりであるが、表面仕上げの影響を確率的に取り扱うには、 c_i の分布を知ることが不可欠となる。本研究では、LMP の一つである KAM が微小欠陥に対応していると言われていたことを考慮し、 c_i に高 KAM 領域厚さの分布を用いることにする。

高 KAM 領域厚さの最大値が最大のき裂深さと対応していると考え、高 KAM 領域厚さの最大値の極値分布を、Gumbel 分布を用いて近似した。この Gumbel 分布を c_i の分布とする。

まず、KAM MAP における x 方向を 20 分割 ($5\mu\text{m}$ 幅) し (Fig. 6-2)、それぞれの領域での高 KAM 領域厚さの最大値を求める。 $5\mu\text{m}$ であれば概ね結晶粒の半分が含まれる領域となるため、分布を代表していると考えられる。

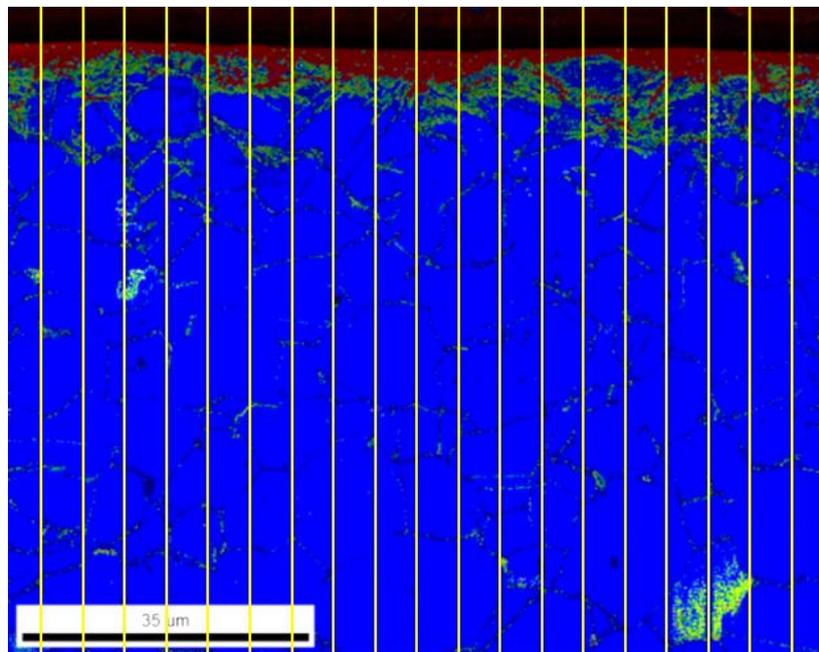


Fig. 6-2 KAM MAP divided into 20 areas (R2 specimen)

Gumbel 分布の累積密度関数と、確率密度関数を式(6.7)と(6.8)に示す。

$$F(x) = \exp\left[-\exp\left(-\frac{x-\alpha}{\beta}\right)\right] \quad (6.7)$$

$$f(x) = \frac{1}{\beta} \exp\left(-\frac{x-\alpha}{\beta}\right) \exp\left[-\exp\left(-\frac{x-\alpha}{\beta}\right)\right] \quad (6.8)$$

Gumbel 分布の母数 α 、 β の推定は、確立紙を用いて行った。

Fig. 6-3 とに, R1 材と R2 材における高 KAM 領域厚さの Gumbel 分布の累積密度関数と確率密度関数を示す.

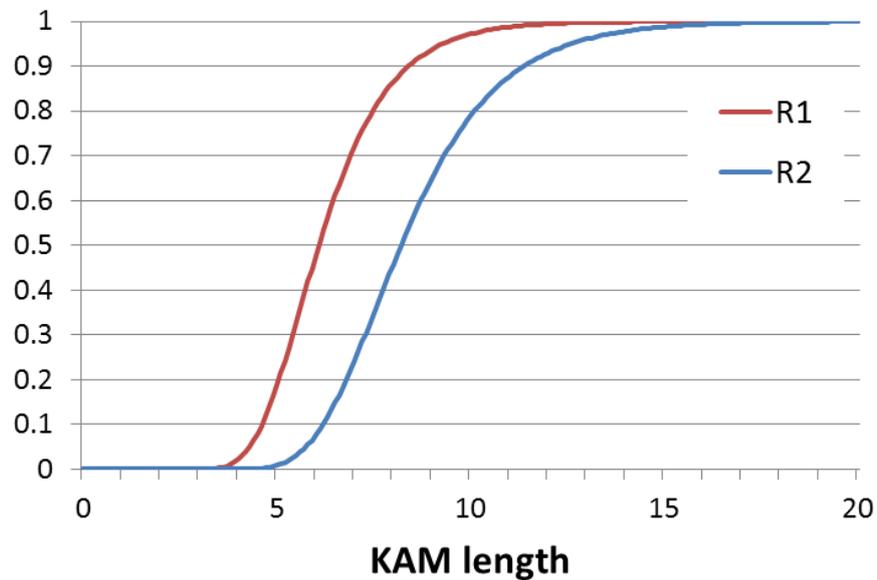


Fig. 6-3 CDF of Gumbel distribution

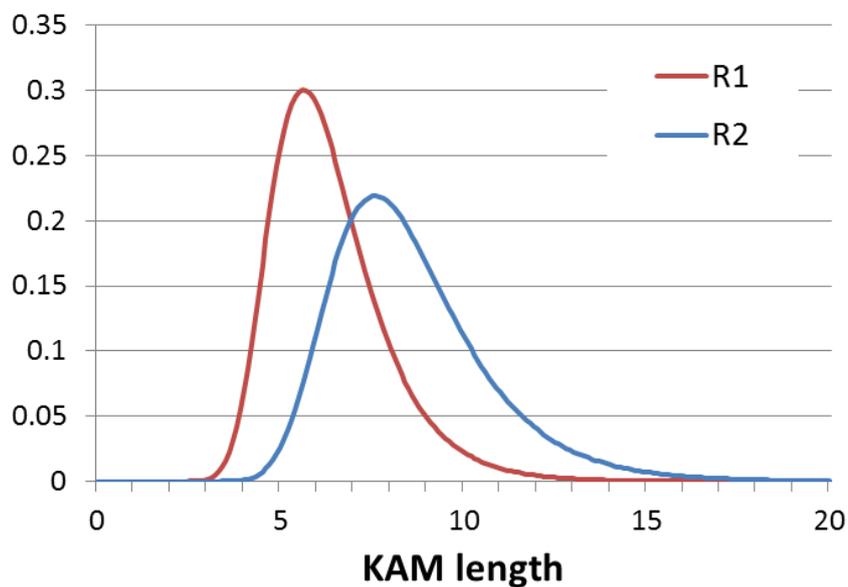


Fig. 6-4 PDF of Gumbel distribution

Fig. 6-3 と Fig. 6-4 より, 最大値の分布である Gumbel 分布においても, R2 材の方が R1 材よりも KAM 深さが深い傾向にあることが分かる.

6.5. モデル適用

R1 材と R2 材の低サイクル疲労試験結果に前述のモデルを適用したものを Fig. 6-5 に示す. 式(6.6)における D と m の値は, R1 材の寿命に対してフィッティングを行って求めた. c_i の分布は高 KAM 領域厚さの Gumbel 分布($\alpha = 7.6, \beta = 1.7$) (μm)とした. Table 6-2 に全てのパラメータの値を示す.

R2 材の疲労寿命は式(6.6)を使って予想された疲労寿命の 30%から 70%の間に含まれ, 妥当であると言える.

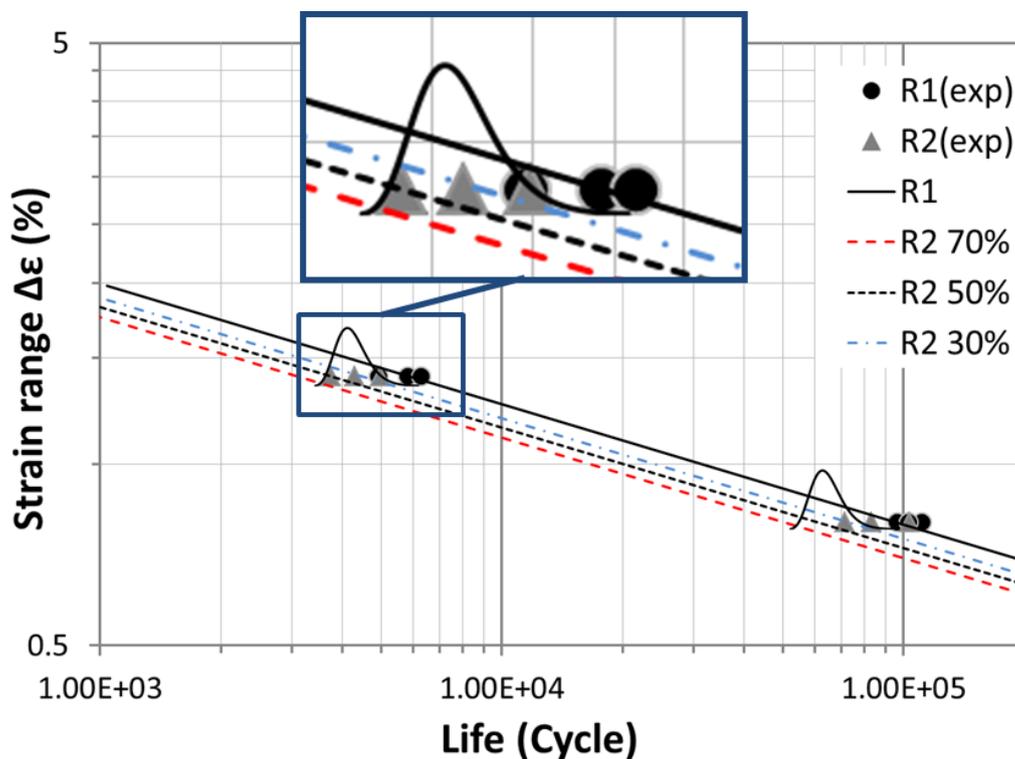


Fig. 6-5 ϵ -N curve predicted by crack growth rate 1

Table 6-2 Values of the parameters

D	$4.0E+12$
m	5
f	0.725
c_f	1000 (μm)
c_i of R1 specimen	$6.1(\mu m)$
c_i of R2 specimen	Gumbel($\alpha = 7.6, \beta = 1.7$) (μm)

また、R1 材と昨年度の Ra6.3 材、Ra12.5 材に対してもモデルを適用した。その結果を Fig. 6-6 に示す。パラメータは Table 6-3 に示す通りである。

Fig. 6-6 を見ると、提案したモデルは、多少安全側の評価になるが、昨年度の LCF 試験結果と整合性を持っている

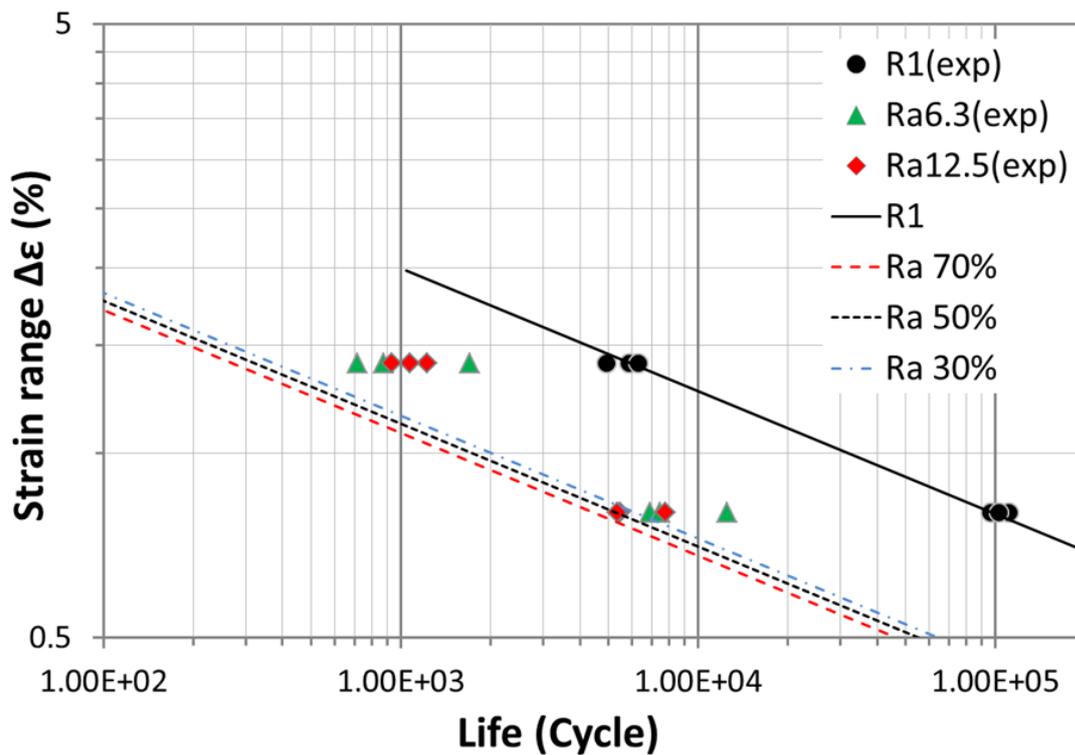


Fig. 6-6 ϵ -N curve predicted by crack growth rate 2

Table 6-3 Values of the parameters

D	$4.0E+12$
m	5
f	0.725
c_f	1000 (μm)
c_i of R1 specimen	6.1(μm)
c_i of R2 specimen	Gumbel($\alpha = 40.0, \beta = 5.8$) (μm)

7. 結論

7.1. 結論

表面仕上げの影響を定量的に取り扱う寿命評価方法を提案し、インコネル 718 に手法の適用を行い、その有効性を確認した。具体的には、

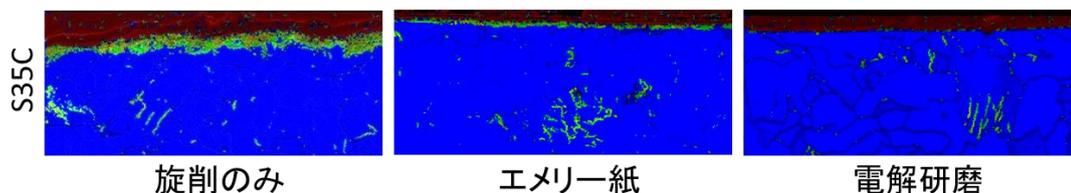
- KAM 深さに応じて、疲労寿命が異なることを確認した。これにより、表面仕上げが疲労寿命に与える影響を EBSD により定量的に把握できることを示した
- KAM 深さとき裂進展速度を組み合わせることにより、LCF 寿命を表面仕上げの影響を考慮して求められることを示した
- 本研究で用いた手法を拡張することによって、表面仕上げが疲労寿命に与える影響を、設計時に定量的に取り扱うことができる

以上が本研究の結論である。

7.2. 今後の展望

以下が今後の展望である.

- 本研究のモデルを他材料へも適用し、モデルの有効性を確認することが望まれる



- 表面仕上げの影響を定量化するために本研究では LMP の一つの KAM を使用した. その妥当性を検討するために、シミュレーションを用いた材料のマイクロメカニクスと EBSD 像の関連性を調べることを望まれる
- EBSD による試料表層の組織観察に関しては、中断材の観察や In situ の観察を行い、低サイクル疲労き裂の発生源および発生メカニズムを解明することが望まれる

8. 参考文献

-
- [1] 機械構造物の設計・維持への荷重・耐力係数法の適用に関する研究分科会, “信頼性設計基本ガイドライン”, 日本機械学会, pp. 1.2, 2010.
- [2] “Criteria of the ASME Boiler and Pressure Vessel Code for Design by Analysis in Sections III and VIII, Division 2”, American Society of Mechanical Engineering, New York, 1969.
- [3] Harvey, J. E., “Pressure Component Construction”, Van Nostrand Reinhold Company, New York, 1980.
- [4] 社団法人 日本材料学会編, “産業界における信頼性工学の応用”, 養賢堂, pp. 56-75, 2008.
- [5] 日本材料学会編, “疲労設計便覧”, 養賢堂, 1995
- [6] 日本機械学会, “金属材料 疲労強度の設計資料 I” (改訂第2版), 1982
- [7] 日本機械学会, “金属材料 疲労強度の設計資料 II” (改訂第2版), 1984
- [8] M. Takanashi, M. Higuchi, J. Maeda, S. Sakai, “Fatigue Design Margin Evaluation for Carbon and Low Alloy Steels by Reliability-Based Load and Resistance Factor Method”, *Proceedings of the ASME 2011 PVP Conference*, 2011.
- [9] 樋口洵, 高梨正裕, 永田義昭, 高田俊明, 炭素鋼, “低合金鋼の設計疲労曲線の裕度に関する検討”, M and M 2010 材料力学カンファレンス, 2010.
- [10] Y. Murakami and K. J. Miller, “What is Fatigue Damage?”, *International Journal of Fatigue*, vol. 27, pp. 991-1005, 2005.
- [11] 村上敬宜, 原田昭治, 谷石彦文, 福島良博, 遠藤達雄, “微小き裂の伝ば則, 低サイクル疲労法則およびマイナー則成立の相互関係について”, 日本機械学会論文集 A, vol. 49, no. 447, pp. 1411-1419.
- [12] 村上敬宜, 真壁朝敏, 西谷信弘, “70/30 黄銅における低サイクル疲労法則と微小き裂伝播の関係”, 日本機械学会論文集 A, vol. 50, no. 459, pp. 1411-1419.
- [13] 菊川真, 大路清嗣, 大久保尚義, 横井玉雄, 森川隆, “低繰返し数領域における疲れ損傷とその回復”, 日本機械学会論文集, vol. 38, no. 305, pp.8-15, 1972.
- [14] 西谷弘信, 森田尚文, “炭素鋼の低サイクル疲れにおける疲労被害”, 日本機械学会論文集, vol. 39, no. 322, pp. 1711-1219, 1973.
- [15] 蓮沼将太, 宮田陽平, 坂上賢一, 小川武史, “低合金鋼 SFVQ1A の低サイクル疲労における微小き裂進展に及ぼす予ひずみ履歴の影響”, 材料, Vol.60, No.3(2011), pp.210-216.
- [16] 蓮沼将太, 宮田陽平, 小川武史, 坂上賢一, “オーステナイト系ステンレス鋼 SUS316NG の低サイクル疲労強度に及ぼす予ひずみの影響”, 日本機械学会論文集 A 編, Vol.77, No.777(2011), pp.843-851.
- [17] 蓮沼将太, 宮田陽平, 仁田祐輝, 小川武史, “鉄鋼材料の表面および内部における低サイクル疲労損傷”, 日本機械学会論文集 A 編, Vol.78, No.786(2012), pp.161-170.

-
- [18] 蓮沼将太, “鉄鋼材料の低サイクル疲労損傷評価および微小き裂進展挙動”, 青山学院大学大学院理工学研究科理工学専攻機械創造コース修士論文 (2011)
- [19] 松本俊作, “表面仕上げの不確定性を考慮した低サイクル疲労に対する信頼性設計手法の開発”, 東京大学大学院工学系研究科機械工学専攻修士論文 (2012)
- [20] 小野嘉則, 由利哲美, 住吉英志, 竹内悦男, 松岡三郎, 緒形俊夫, “INCONEL 718 超合金鍛造材の極低温疲労特性”, 日本機械学会論文集 A, vol. 70, no. 696, pp. 1131-1138, 2004.
- [21] 桑原和夫, 新田明人, 北村隆行, “鍛造 Ni 基超合金 IN718 の高温低サイクル疲労強度”, 材料, vol. 32, no. 357, pp. 657-661, 1983.
- [22] K. Kawagoishi, Q. Chen, and H. Nishitani, “Fatigue Strength of Inconel 718 at elevated Temperatures”, *Fatigue and Fracture of Engineering Materials and Structure*, vol. 23, pp. 209-216.
- [23] D. Gustafsson, J. J. Moverare, S. Johansson, K. Simonsson, M. Hornqvist, T. Mansson, and S. Sjostrom, “Influence of high temperature holds time on the fatigue crack propagation in Inconel 718”, *International Journal of Fatigue*, vol. 33, pp. 1461-1469, 2011.
- [24] M. R. Bache, W. J. Evans, and M. C. Hardy, “The effect of environment and loading waveform on fatigue crack growth in Inconel 718”, *International Journal of Fatigue*, vol. 21, pp. S69-S77, 1999.
- [25] 例えば NIMS, SPACE USE MATERIALS STRENGTH DATA SHEET, “DATA SHEET ON FATIGUE CRACK GROWTH PROPERTIES OF CAST ALLOY 718”, no, 18, 2011.
- [26] 東京大学教養学部統計学教室編, “基礎統計学 I 統計学入門”, 東京大学出版会, pp. 128-129, 1991.
- [27] A United States Defense Standard, MIL-HDBK 5J, “Metallic Materials and Elements for Aerospace Vehicle Structure”, Chapter 9, 2003.
- [28] 市川昌弘, “信頼性工学”, 裳華房, pp. 68-70, 1990.
- [29] J. J. Xiong, R. A. Shenoi, “Fatigue and Fracture Reliability Engineering”, *Springer*, pp. 56-60, 2011.
- [30] A. Gelman, J. B. Carlin, H. S. Stern, and D. B. Rubin, “Bayesian Data Analysis second edition”, *Chapman and Hall / CRC*, pp. 117-156, 2003.
- [31] 岡島智史, “小標本データを元にした疲労破損率評価におけるベイズ推定の利用”, 修士論文, 2005.
- [32] 岡島智史, “ベイズ推定手法に基づく機器破損簡易評価手法に関する研究”, 博士論文, 2008.
- [33] D. An., Joo-Ho C., Nam H. Kim, and S. Pattabhiraman, “Fatigue Life Prediction

-
- Based on Bayesian Approach to Incorporate Field Data into Probability Model”, *Structural Engineering and Mechanics*, vol. 37, no. 4, pp. 427-442, 2011.
- [34] 渡辺洋, “ベイズ統計学入門”, 福村出版, pp. 88-94, 1999.
- [35] 日本機械学会編, “機械工学便覧 (基礎編・応用編)”, 丸善, 1987.
- [36] 須藤一, “残留応力とゆがみ”, 内田老鶴圃, pp. 98-114, 1988.
- [37] 村上敬宜, “応力集中の考え方”, 養賢堂, 2005.
- [38] S. Suresh, 岸本喜久雄監訳, “材料の疲労破壊”, 培風館, pp. 256-258, 2005.
- [39] 小林英男, “破壊力学”, 共立出版, 1993.
- [40] 中村宏, 堀川武, 恒成利康, 岡崎章三, “機械の疲労寿命設計”, 養賢堂, 1983.
- [41] Valerie Randle, “Applications of electron backscatter diffraction to materials science: status in 2009”, *Journal of Material Science*, vol. 44, pp.4211-4218, 2009.
- [42] 川久保政洋, 釜谷昌幸, “地震荷重により生じる塑性ひずみの EBSD および硬さ試験による測定”, 日本原子力学会和文論文誌, vol. 9, no. 2, pp. 166-173, 2010.
- [43] 釜谷昌幸, “電子後方散乱回折(EBSD)による結晶方位分布の測定”, 2007.
- [44] 釜谷昌幸, “電子後方散乱回折(EBSD)による構造材料の損傷評価 (測定手順標準化のための測定品質の定量評価)”, *Journal of the Institute of Nuclear Safety System*, vo. 18, 181-197, 2011.
- [45] M. Kamaya, “Plastic Strain Measurement by EBSD (effect of a smoothing filter for quantitative assessment)”, *Proceedings of ATEM' 11*, 2011.
- [46] M. Kamaya, “Influence of Bulk Damage on Crack Initiation in Low-Cycle Fatigue of 316 Stainless Steels”, *Fatigue and Fracture of Engineering Materials and Structure*, vol. 33, pp. 94-104, 2009.
- [47] ISO, “Microbeam Analysis –Guidelines for Orientation Measurement Using Electron Backscatter Diffraction”, 2009.
- [48] ISO, “Microbeam Analysis -Electron Backscatter Diffraction- Measurement of Average Grain Size“, 2011.
- [49] 辻伸泰, “種々の結晶方位解析法と SEM/EBSD 法の原理”, 2008
- [50] 鈴木清一, “EBSD 読本 (B2.02)”, TSL ソリューションズ
- [51] Committee on Fracture Mechanics, The Society of Material Science, Japan, Stress Intensity Factors Handbook Volume 2, Pergamon Press (1987), pp.659-662.
- [52] Pergamon Press (1987), pp.659-662.
- [53] KWAI S. CHAN, MICHAEL P. ENRIGHT, “Probabilistic Micromechanical Modeling of Fatigue-Life Variability in an $\alpha+\beta$ Ti Alloy”, METALLURGICAL AND MATERIALS TRANSACTIONS A, VOLUME 36A, OCTOBER, pp.2621-2631, 2005
- [54] Michael P. Enright, Kwai S. Chan, “Extension of a Microstructure-Based Fatigue Crack Growth Model for Predicting Fatigue Life Variability”, *Journal of ASTM*

-
- International, September 2004, Vol. 1, No. 8
- [55] KWAI S. CHAN, “A Microstructure-Based Fatigue-Crack-Initiation Model”, METALLURGICAL AND MATERIALS TRANSACTIONS A, VOLUME 34A, pp.43-58, JANUARY 2003
- [56] KWAI S. CHAN, “Variability of Large-Crack Fatigue-Crack-Growth Thresholds in Structural Alloys”, METALLURGICAL AND MATERIALS TRANSACTIONS A, VOLUME 35A, pp.3721-3735, DECEMBER 2004
- [57] KWAI S. CHAN, MICHAEL P. ENRIGHT, “A Probabilistic Micromechanical Code for Predicting Fatigue Life Variability: Model Development and Application”, Journal of Engineering for Gas Turbines and Power, Vol. 128 OCTOBER 2006, pp.889-895, Vol. 128
- [58] 釜谷 昌幸, 川久保 政洋, “き裂成長予測による低サイクル疲労の損傷評価 (成長予測モデルの構築とその適用例)”, 日本機械学会論文集 A, vol. 78, no.795, pp. 1518-1533, 2012.
- [59] Masayuki Kamaya, Masahiro Kawakubo, “Strain-based modeling of fatigue crack growth – An experimental approach for stainless steel”, International Journal of Fatigue, vol. 44, pp.131–140, 2012
- [60] O. Engler, V. Randle: Introduction to Texture Analysis: Macrostructure, Microstructure, and Orientation Mapping, 2nd edition, 2009
- [61] A. J. Schwartz, M. Kumar, and D. P. Field: Electron Backscatter Diffraction in Material Science, 2000
- [62] OIM Analysis ver. 6.0 Manual, TexSEM Laboratories Inc., 2009.
- [63] A. J. Wilkinson, “A New Method for Determining Small Misorientations from Electron Backscatter Diffraction patterns”, *Scripta Materialia*, vol. 44, no.10, pp. 2379-2385, 2001.
- [64] 鈴木清一, 足立吉隆, “材料組織評価における EBSD 解析の進展”, TSL ソリューションズ, まてりあ, vol.47, no. 2, pp.72-78, 2008
- [65] 木村英彦, 王昀, 秋庭義明, 田中啓介, “EBSD 法および X 線解析法によるステンレス鋼の塑性変形におけるミスオリエンテーションの解析”, 日本機械学会論文集 A, vol. 71, no.712, pp. 118-124, 2005.
- [66] D.J. Child, G.D. West, and R.C. Thomson: Assessment of surface hardening effects from shot peening on a Ni-based alloy using electron backscatter diffraction technique, *Acta Materialia* no. 59, 2825-4834, 2011
- [67] 高須賀幹, 脇田昌幸, 中山英介, 宮原光雄, 西尾卓也, “EBSD 法による極低炭素鋼の疲労き裂発生仮定における結晶方位変化の評価”, 日本機械学会論文集 A, vol. 76, no. 766, pp. 66-72, 2010.

-
- [68] 片岡哲志, “Cr-Mo-V 鋼のクリープ損傷過程におけるボイドの 3 次元形態および空間分布の変化”, 修士論文, 2010.
- [69] T. Bayes, An essay towards solving a problem in the doctrine of chances *Phil. Trans. Roy. Soc.* 53, 370-418, 1763.
- [70] M. Klesnil and P. Lukas, 荒木透, 堀部進 共訳: 金属疲労の力学と組織学, 養賢堂, 1984
- [71] 日本材料学会, 材料強度学, 1986
- [72] Q. Chen, K. Kawagoishi, and H. Nishitani, “Evaluation of Fatigue Crack Growth Rate and Life Prediction of Inconel 718 at room elevated Temperatures”, *Materials Science and Engineering A*, vol. 277, pp. 250-257, 2000.
- [73] P. Vonlanthen, EBSD-based investigation of upper mantle xenoliths snowball garnets and advanced ceramics, *GeoFocus*, vol.18, 2007.
- [74] S. I. Wright and M. M. Nowell, “EBSD Image Quality Mapping”, *Microscopy and Microanalysis*, vol. 12, pp.72-84, 2006.

9. 謝辭

本研究は、著者が強度・信頼性工学研究室在籍中に酒井信介教授・泉聡志准教授のご指導のもと行ったものです。研究会や勉強会で貴重なご意見をいただきましたことに感謝の意を表します。自己責任・自己決定という点で、非常に自由に研究をさせていただいた点に、重ねて感謝申し上げます。

原祥太郎講師には、学生生活、研究活動において温かいご助言をくださいました。田中展助教には研究者の何たるかを見せていただきました。浅川武様にも貴重なご助言をいただきました。小山恵子さんには度重なる旅費の申請で大変お世話になりました。皆様ありがとうございました。

株式会社 IHI の高梨正祐様にはお忙しい中、試験片準備から疲労試験におけるアドバイス、研究に関するご助言まで、何から何までお世話になりました。この研究は高梨様のご協力なしに進めることはできませんでした。ありがとうございました。

労働安全衛生総合研究所の山際謙太様には貴重な実験機器を使用させていただきだけでなく、研究内容について議論させていただくなど、大変お世話になりました。国内外の四方山話が聞けてとても楽しかったです。

株式会社神戸工業試験場の佐久英司様、中塚博秀様、寺元博明様、最勝寺俊明様には試験片加工、LCF 試験において、大変お世話になりました。神戸工業試験場の皆様のご協力なしにこの研究を行うことはできませんでした。ありがとうございました。

同研究室の先輩、同期、後輩の皆様には、研究室生活を送る上で大変お世話になりました。

普段の学生生活を円滑に進めることができたのは、日本学生支援機構の奨学金による経済的支援のおかげです。ありがとうございました。最後に、著者の自由な学生生活を支えてくださった、両親と妹に感謝申し上げます。

本研究を進めるにあたり、多くの方々にお世話になりました。ここに重ねて厚く謝意を表し、謝辞とさせていただきます。

10. 付章

10.1. OIM データ処理

本研究で用いた EBSD に関する代表的なパラメータおよび本研究で行ったデータ処理の説明を掲載する。なお、ここに示した語句は、特に言及しない限り、文献[50]や[62], [73], [74]を参考にしたものであり、厳密な解説はそれらの文献やそこで引用されている論文・教科書を参照していただきたい。

基本用語：

イメージクオリティ (Image quality, *IQ*)

IQ 値は、CCD カメラにより観察されたバンドを Hough 変換した後、Hough 空間上におけるピーク値の強度を平均化したものである。Kikuchi パターン発生領域の結晶性が良いほどバンドが鮮明になるため、*IQ* 値は定性的に結晶性の良好さ、つまり残留ひずみを定性的に評価する指標にもなる。しかし、コンタミネーションや酸化被膜、試料表面の研磨傷なども *IQ* 値低下要因となるため、残留ひずみの絶対的評価には向かない。

本研究では、逆極点図や局所方位差マップと重ねて表示させるほか、金属・樹脂間の境界を認識する際にも *IQ* 値を利用した。

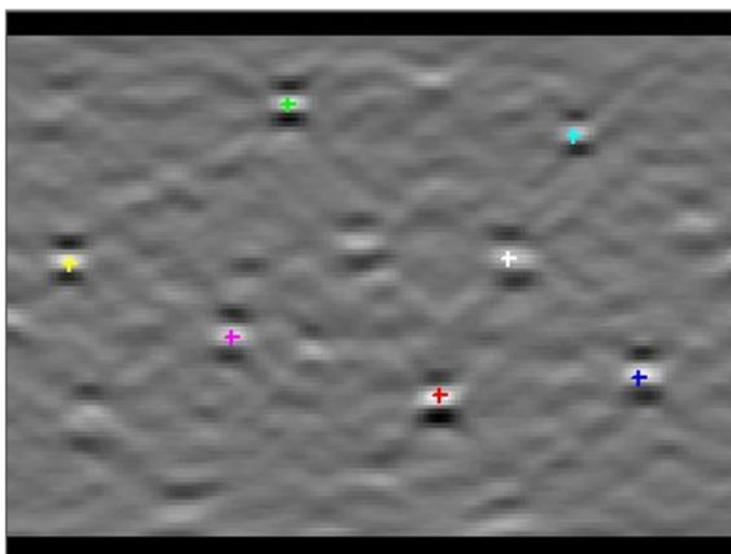


Fig. 10-1 Seven detected peaks in Hough space

フィット (Fit, *Fit*)

Voting 法により算出された方位から、それぞれのバンドがどの位置に現れるか計算し、実際に検出されたバンド位置とのズレ角を算出し平均化したパラメータが Fit 値であり、当然 Fit 値が小さいほど方位の同定が良いことを意味する。OIM で定義しているこの Fit 値に関しては 1.0~1.5 程度なら許容可能であるとされている。

信頼性指標 (Confidence index, *CI*)

CI 値は鮮明なパターンが得られているときにはあまり問題にならないパラメータで、加工組織の観察時など、鮮明なパターンが得られないときに重要になる。

FCC 金属であれば、0.2~0.3 ほどの CI 値で 90%以上の正解率がある。立方晶の場合、方位データを評価する限りは、0.2~0.3 程度あれば問題ないとされている。

データ処理 (結晶粒界の認識) :

Minimum Boundary Misorientation

ピクセル間の方位差がこの角度以上ある場合には、そのピクセル間に境界があると内部的に認識しておくもの。本研究では 2°とした。

Grain Tolerance Angle

結晶粒を認識するための基準。ピクセル間の方位差がこの角度以下の場合に、同じ結晶粒に属すると判断される。本研究では 5°とした。

Misorientation Angle

結晶粒界を表示するための基準。ピクセル間の方位差がこの角度以上の場合に、これらのピクセル間に粒界があるとして表示する。これは、表示上の問題のみで、結晶粒径を計算したりする結晶粒の認識などには関与していない。

データ処理(Clean up) :

OIM データ測定時において、試料表面の傷や試料研磨が不完全など様々な理由によりうまく測定できなかったピクセルの方位データを、その周囲の正常な測定がなされたピクセルのデータで補完する方法である

Grain Dilation

結晶粒と認識されなかったピクセルの方位データを、周辺の結晶粒と認識されたピクセルの方位に置き換える方法。周囲の最大 CI 値ピクセル方位に置き換える。最もよく使用される処理である。

Neighbor CI Correlation

ユーザ指定 CI 値以下のピクセルの結晶方位と CI 値を、隣接するピクセルのうち最も高い CI 値のピクセルデータに置き換える方法。

Average Orientation per Grain

結晶粒内のすべての方位データを、結晶粒内で平均化した方位データで置き換える方法。

10.2. ステンレス鋼の EBSD 観察

本研究で対象とする鋼種を決定する際に、ステンレス製 (SUS316L) に対しても、第 3 章で説明した観察と同様の EBSD 観察を行ったので、その結果をここに記す。

Table 10-1 にステンレス鋼の EBSD 観察の観察条件を示す。付章 B のインコネルの EBSD 観察の場合と、回転数、送りの値が変わっているが、それ以外の条件は同様である。Table 10-2 に EBSD の観察条件を示す。

Table 10-1 Machining condition of specimens for preliminary observation

No.	Rev. (rpm)	Feed (mm/rev)	Cut depth	Tip	Cutting fluids	Dimension
S-1	1000	0.1	Φ0.5	PR1125 honing tip (R0.4)	Used	Φ4
S-2	1000	0.1	Φ1.0	PR1125 honing tip (R0.4)	Used	Φ4
S-3	1000	0.1	Φ0.5	PR1125 honing tip (R0.8)	Used	Φ4
S-4	1000	0.1	Φ1.0	PR1125 honing tip (R0.8)	Used	Φ4
S-5	1000	0.1	Φ1.0	PR1125 honing tip (R0.8)	Not Used	Φ4

Table 10-2 SEM-EBSD observation conditions

SEM amplitude	X400
Accelerating voltage	20kV
Spot size	7 nm
WD(OIM DC)	18~20 mm
Binning	8 x 8
Exposure	0.01 s
Grid shape	Hexagonal
Observation area (μm ²)	200 x 200 in each file
Spot size (μm)	0.4
Collection time	1.2 h
Material	Austenite

Fig. 10-2 に、この予備観察によって得られた KAM マップを示す。

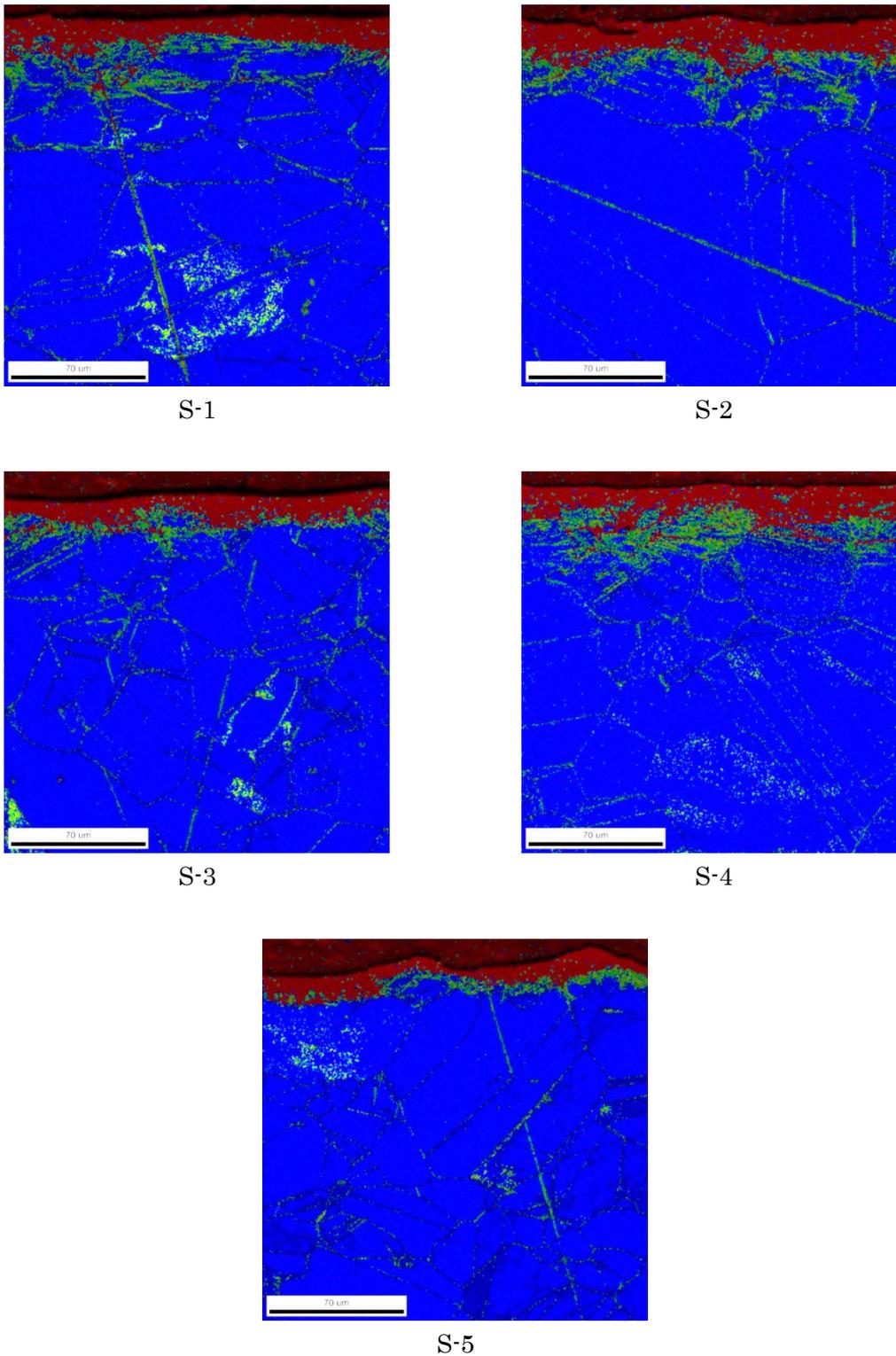


Fig. 10-2 KAM maps of SUS316L specimens

Fig. 10-2 から読み取れるように、ステンレス鋼の場合は、インコネルの場合と比較して、表面形状が山なりに大きく変化している。特に、切削油を使用せずに加工された S-5 の試料はその傾向が顕著である。

次に、Fig. 10-3 に観察したステンレス鋼の KAM 深さを示す。

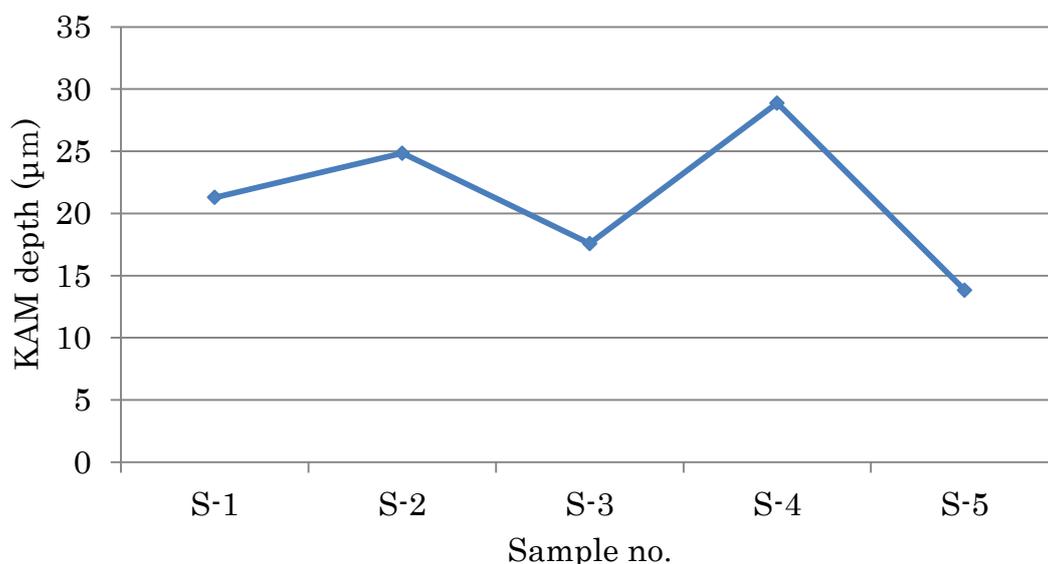


Fig. 10-3 Depth of high KAM area of SUS316L

Fig. 10-3 から読み取れることとしては、

- S-1 と S-2, S-3 と S-4 をそれぞれ比較すると、インコネルの場合と同様に切込み量によって KAM 深さが変化する傾向が見られる。
- また、最も加工条件が厳しいであろう S-5 の KAM 深さは 5 つの試料の中で一番小さかった。これもインコネル (I-5) の場合と同様の傾向である。この原因としては、切削油を使用しないことにより発生した熱が表層の結晶粒の再結晶化を促したことが考えられる。

しかしながら、Fig. 10-2 から分かるように、表面形状が波状に大きく変形しており、本研究の目的である「表面形状と表層のダメージの相互作用を分離」には適していない。したがって、本研究ではインコネルを使用した。

10.3. 炭素鋼の EBSD 観察

炭素鋼 S35C についても EBSD 観察を行ったので、その結果をここに記す。

10.3.1. 観察の目的

近年、実際に運用中のガスタービンや配管などから試料を採集できるという理由から、微小試験片のニーズが高まってきている。しかしながら、Fig. 10-4 に示すように、試験片径を $\Phi 1$ 程度まで小さくすると、通常試験片と比べ静的強度が低下することが知られている。また、その低下度合は、表面仕上げに大きく影響を受ける。

現在微小試験片を作成する際には、試験片径を $\Phi 1.5$ 程度にする。試験片径を $\Phi 1.5$ 程度にすれば、静的強度は標準試験片と同様になり、また表面仕上げの影響を受けず、問題がないとされるが、やはり $\Phi 1$ の微小試験片へのニーズは強く、 $\Phi 1$ の試験片においてなぜ静的強度が低下するか、またなぜ静的強度は表面仕上げの影響を強く受けるかを解明することが求められている。

本節 0 では EBSD 観察により、微小試験片と標準試験片の表層を観察し、試験片径と表面仕上げが静的強度に対して与える影響について考察する。

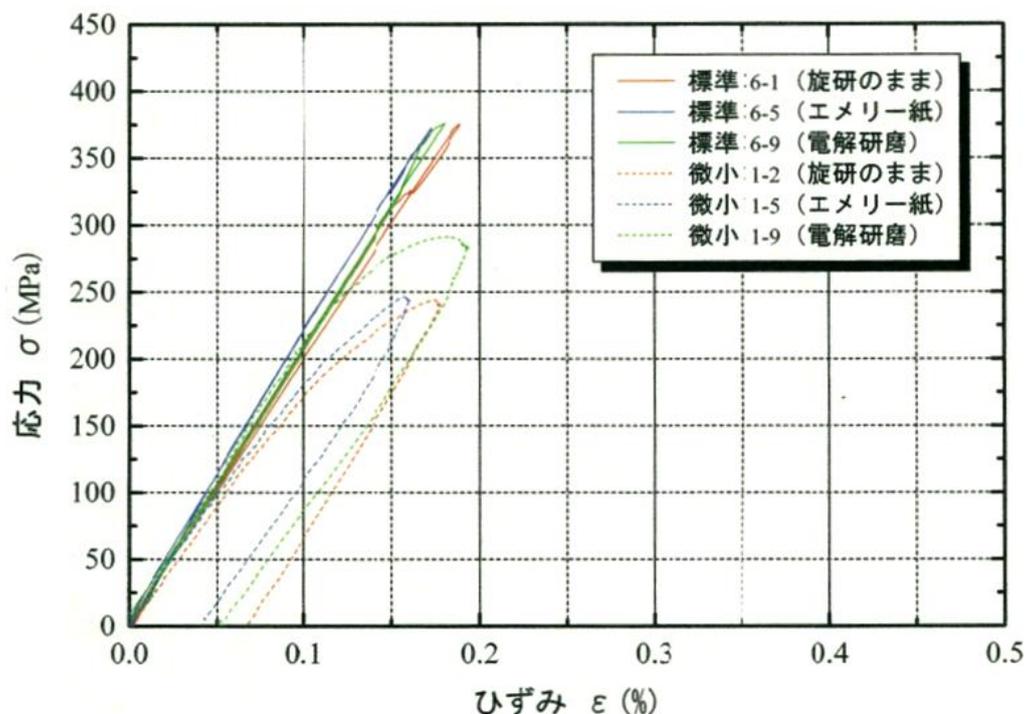


Fig. 10-4 Stress-strain curve of S35C normal and miniature specimens

10.3.2. 供試材および試験片

Table 10-3 に供試材の化学組成を示す。また、Fig. 10-5、Fig. 10-6 に標準試験片と微小試験片の形状と寸法を示す。この標準試験片と微小試験片それぞれに対して、3種類の表面仕上げを施した試験片を用意した。3種類の表面仕上げとは、旋削まま、旋削+エメリー紙(#800)で研磨、旋削後エメリー紙(#800)で+電解研磨である。試料番号と試験片形状・表面仕上げの関係を Table 10-4 に示す。

Table 10-3 Chemical composition (mass%) and average grain size (mm) of JIS S35C steel

C	Si	Mn	P	S	Cu	Ni	Cr
0.36	0.20	0.66	0.018	0.015	0.02	0.03	0.13

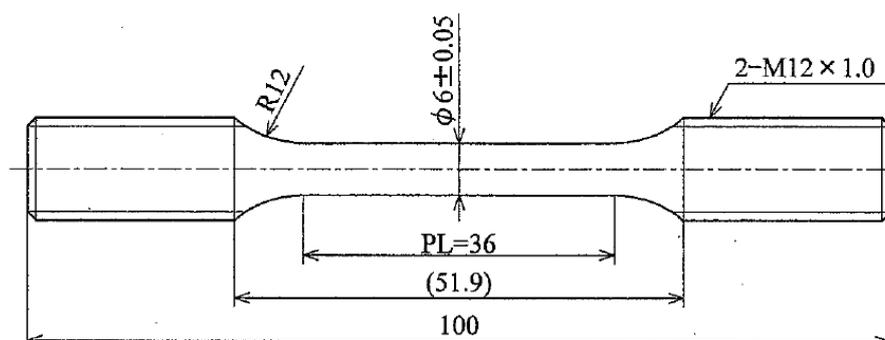


Fig. 10-5 Shape and dimension of standard specimen

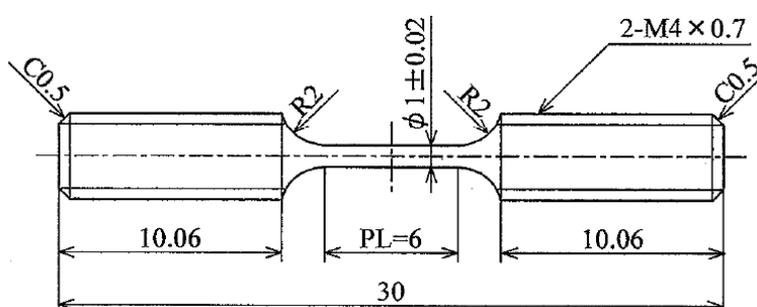


Fig. 10-6 Shape and dimension of miniature specimen

Table 10-4 Condition of surface finish

Sample no.	Size	Surface finish
1-04	Standard ($\Phi 6$)	Only turning
1-08	Standard ($\Phi 6$)	Turning + Emery paper(#800)
1-12	Standard ($\Phi 6$)	Turning + Emery paper(#800) + Electrolytic polishing
6-04	Miniature ($\Phi 1$)	Only turning
6-08	Miniature ($\Phi 1$)	Turning + Emery paper(#800)
6-12	Miniature ($\Phi 1$)	Turning + Emery paper(#800) + Electrolytic polishing

10.3.3. EBSD 観察結果

Fig. 10-7 に標準試験片の KAM MAP, Fig. 10-8 に微小試験片の KAM MAP を示す.

Fig. 10-7, Fig. 10-8 の KAM MAP から表面仕上げが細くなるほど, 高 KAM 領域が浅くなっていることが定性的に分かる.

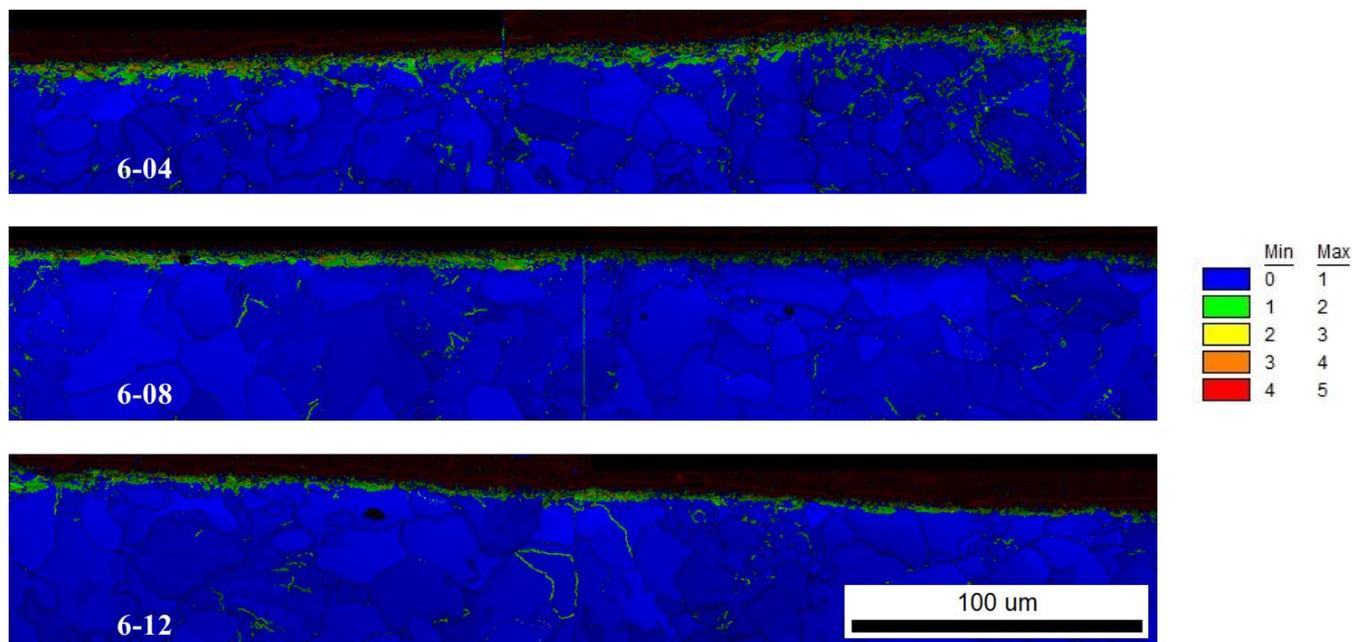


Fig. 10-7 KAM MAP of standard specimens, 6-04(top), 6-08(middle), 6-12(bottom)

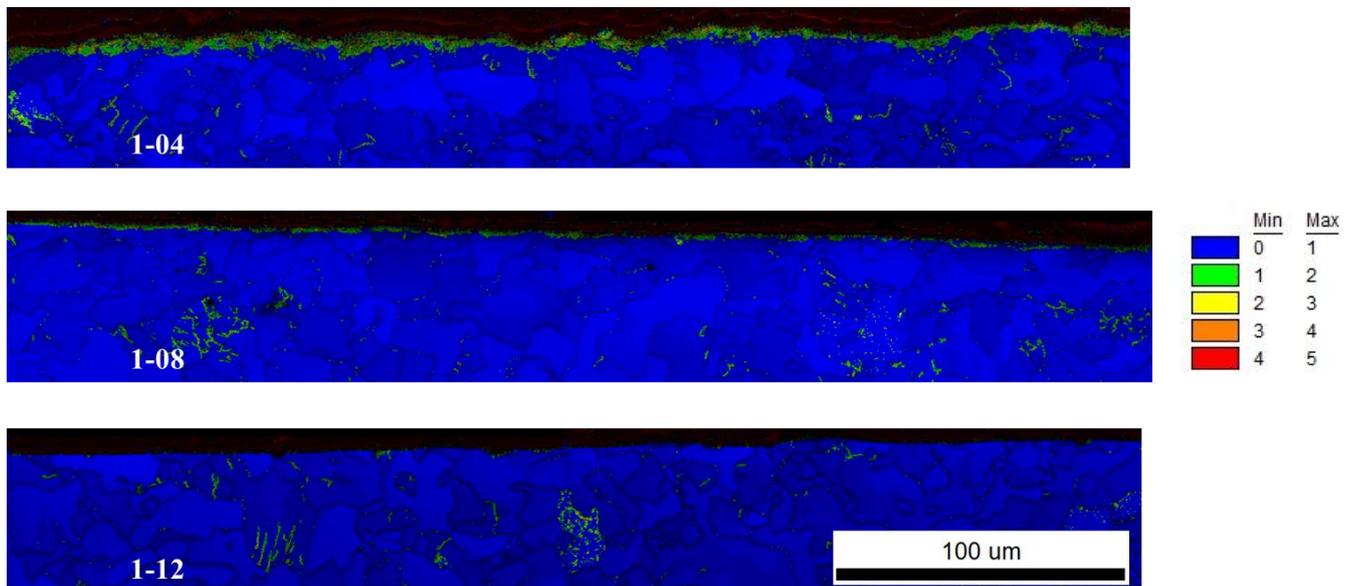


Fig. 10-8 KAM MAP of miniature specimens, 1-04(top), 1-08(middle), 1-12(bottom)

次に, Fig. 10-9 に標準試験片と微小試験片の LMP 深さを示す.

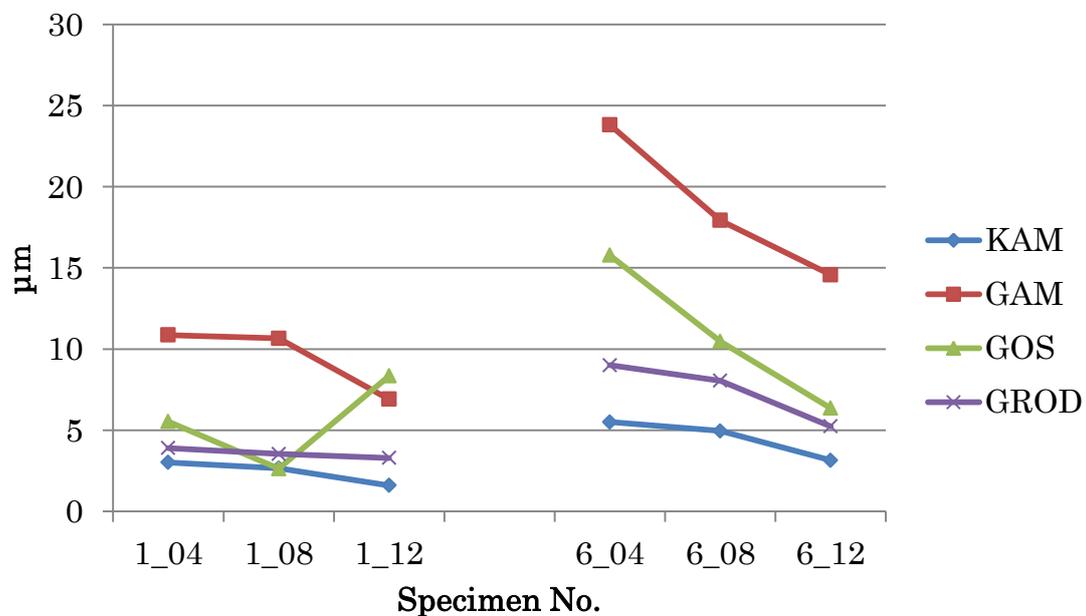


Fig. 10-9 LMPs' depth of S35C standard and miniature specimens

Fig. 10-9 から分かることは,

- LMP 深さは、標準試験片と微小試験片ではあまり変わらない。
- 高 LMP 領域は塑性域に対応しているため、加工によって導入された塑性域の割合は標準試験片より微小試験片の大きいといえる。(Fig. 10-10)
- 微小試験片の塑性域の割合が大きいことが、応力ひずみ関係が変化したことの原因でないか。

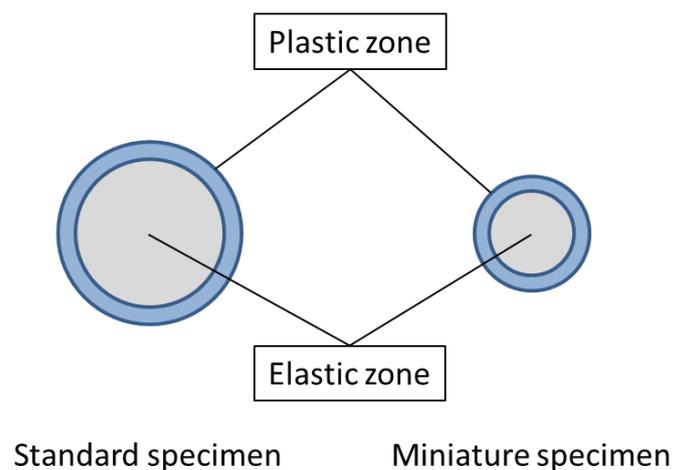


Fig. 10-10 Schematic images of standard specimens and miniature's

10.3.4. 炭素鋼の EBSD 観察についての結論

炭素鋼において、標準試験片と微小試験片で静的強度が異なる理由として、微小試験片は標準試験片に比べて、塑性域の領域が多いことが考えられる。今後の展開として、有限要素法などでモデル化と解析を行い、応力ひずみ曲線を模擬することなどが考えられる。

以上

**表面仕上げが金属の低サイクル疲労寿命に
与える影響の確率的取り扱い**

p.1~p.78 完

指導教員 酒井 信介 教授

16185 桐谷 聡一