



疲労に関する重要知識 講演資料集

「従来比10倍の低サイクル疲労寿命を有するFe-Mn-Si系新合金の開発と実用化」

物質・材料研究機構 元素戦略材料センター 構造材料ユニット
澤口 孝宏

この資料は、(一社)日本溶接協会 原子力研究委員会 FQA2小委員会 における講演資料を掲載したものです。この資料を引用するにあたっては、下記を明記してください。

(一社)日本溶接協会原子力研究委員会FQA2小委員会ナレッジプラットフォーム公開資料(2017年):「従来比10倍の低サイクル疲労寿命を有するFe-Mn-Si系新合金の開発と実用化」物質・材料研究機構 元素戦略材料センター 構造材料ユニット 澤口 孝宏

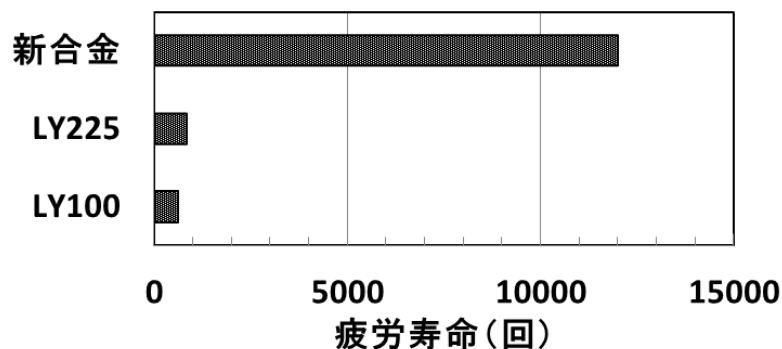
従来比10倍の低サイクル疲労寿命を有するFe-Mn-Si系新合金の開発と実用化

物質・材料研究機構
元素戦略材料センター
構造材料ユニット

澤口 孝宏



Fe-Mn-Si (FMS) 合金制振ダンパー



Fe-15Mn-10Cr-8Ni-4Si合金
 Fe-Mn-Si系形状記憶合金が開発のベース

FMS合金

従来比約10倍の疲労寿命！



**新型耐疲労制振ダンパー
 (JPタワー名古屋)**

構成

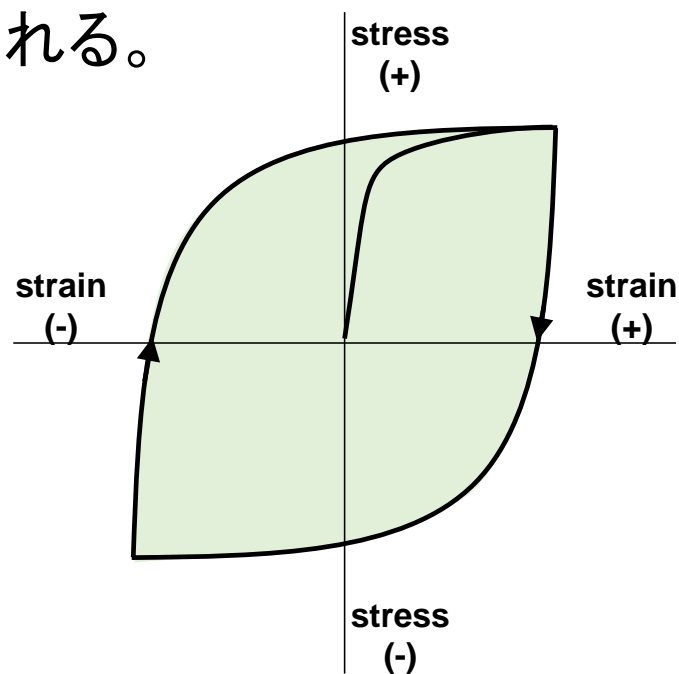
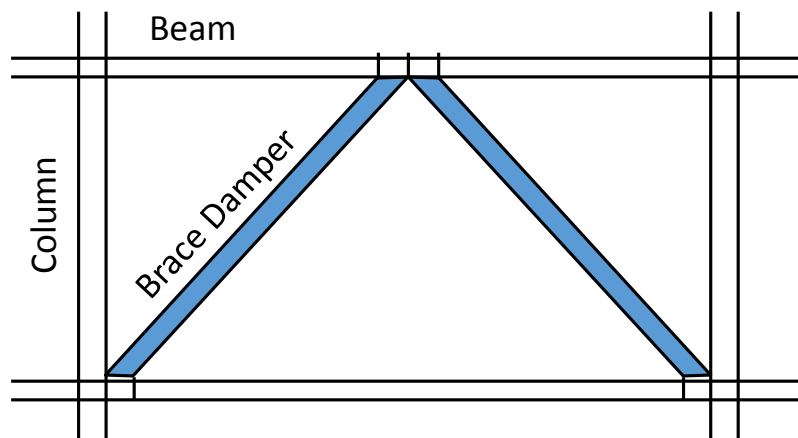
- 塑性履歴型鋼材ダンパーと超弾性合金
- Fe-Mn-Si系合金の制振ダンパーへの適用
- 可逆的 $\gamma \leftrightarrow \epsilon$ マルテンサイト変態
- 様々な高Mn鋼の耐疲労特性と組織
- 耐疲労合金設計指針(Mn、Siの役割)
- 共同研究プロジェクトと実用化

構成

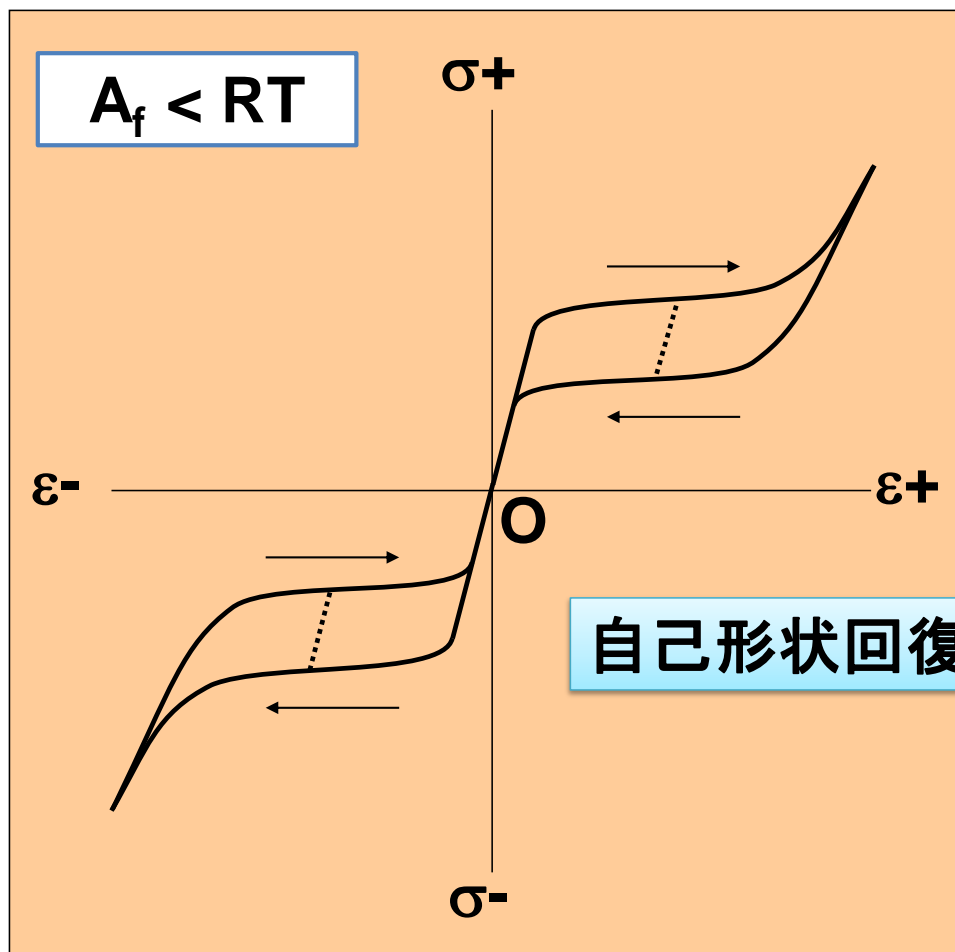
- 塑性履歴型鋼材ダンパーと超弾性合金
- Fe-Mn-Si系合金の制振ダンパーへの適用
- 可逆的 $\gamma \leftrightarrow \epsilon$ マルテンサイト変態
- 様々な高Mn鋼の耐疲労特性と組織
- 耐疲労合金設計指針(Mn、Siの役割)
- 共同研究プロジェクトと実用化

制振ダンパー

- 鋼材ダンパー
- 低降伏強さ(100 ~ 225 MPa)の低炭素鋼を使用
- 塑性変形によるエネルギー吸収
- コスト性、メンテナンス性に優れる。



形状記憶合金の超弾性と制振



Ni-Ti 合金など

自己形状回復

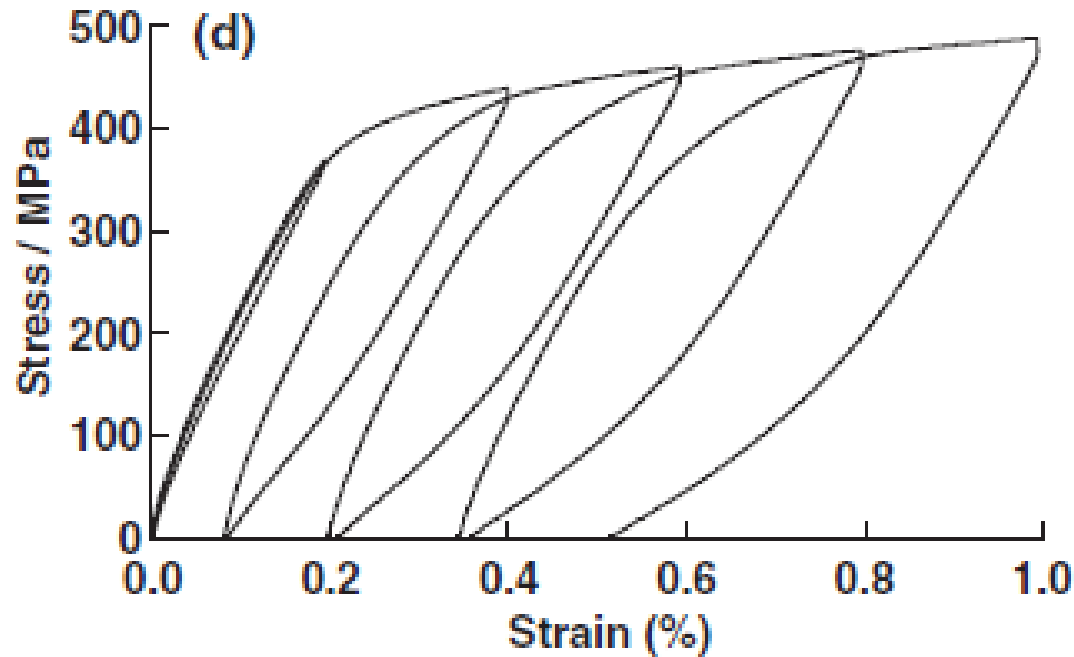
構成

- 塑性履歴型鋼材ダンパーと超弾性合金
- Fe-Mn-Si系合金の制振ダンパーへの適用
- 可逆的 $\gamma \leftrightarrow \epsilon$ マルテンサイト変態
- 様々な高Mn鋼の耐疲労特性と組織
- 耐疲労合金設計指針(Mn、Siの役割)
- 共同研究プロジェクトと実用化

Fe-Mn-Si形状記憶合金

- 1982年単結晶で形状記憶効果発見
A. Sato, E. Chishima, K. Soma and T. Mori, Acta Metal. 30 (1982) 1177-1183.
- 多結晶最適成分探索
M. Murakami, Tetsu to Hagane-Journal of the Iron and Steel Institute of Japan. 72 (1986) 1574-1574.
- ステンレスタイプ成分開発
H. Otsuka, H. Yamada, T. Maruyama, H. Tanahashi, S. Matsuda and M. Murakami, Isij International. 30 (1990) 674-679.
- Fe-Mn-Si合金継目板など開発(淡路マテリア株式会社)
 - 短時間で締結作業完了
 - 高所・狭隘部での作業が可能

FMS合金の変態擬弾性



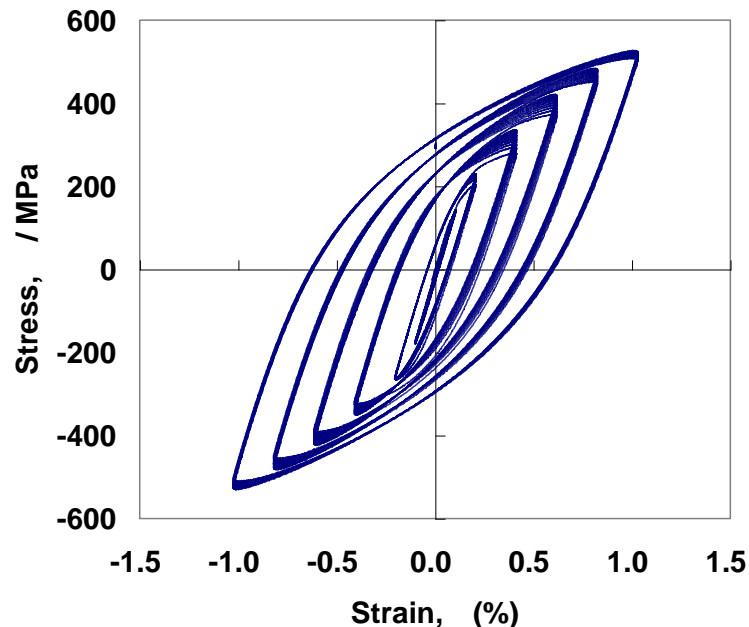
Fe-28Mn-6Si-5Cr-0.5NbC (mass-%)形状記憶合金(400K)

S. Kajiwara, D. Liu, T. Kikuchi and N. Shinya, *Scripta Mater.* 44 (2001) 2809.

FMS形状記憶合金による制振

Fe-28Mn-6Si-5Cr-0.5NbC (mass-%)形状記憶合金による実験

S. Kajiwara, D. Liu, T. Kikuchi and N. Shinya, Scripta Mater. 44 (2001) 2809.



FMS 形状記憶合金は超弾性を示さない。

しかし優れた相変態が関与する特有の組織変化が現れた...

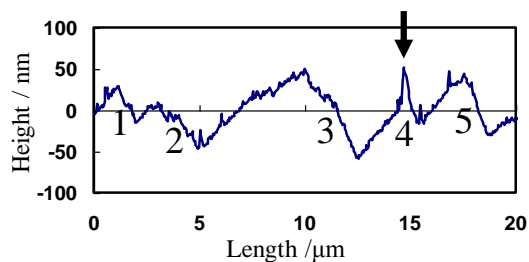
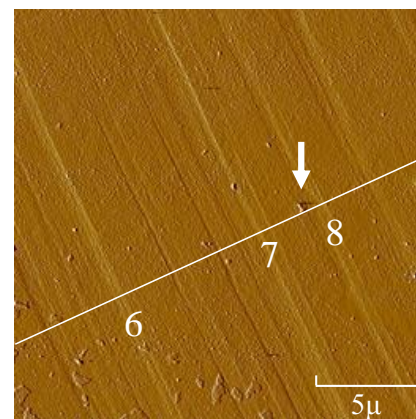
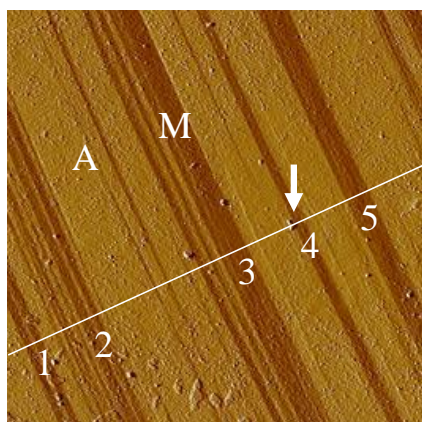
T. Sawaguchi, P. Sahu, T. Kikuchi, K. Ogawa, S. Kajiwara, A. Kushibe, M. Higashino and T. Ogawa, Scripta Materialia. 54 (2006) 1885-1890.

構成

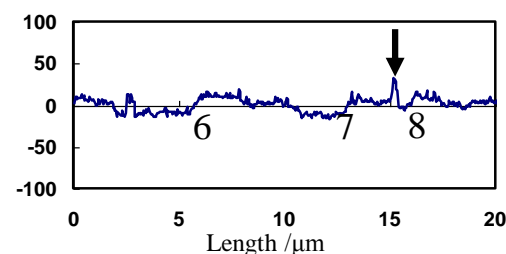
- 塑性履歴型鋼材ダンパーと超弾性合金
- Fe-Mn-Si系合金の制振ダンパーへの適用
- **可逆的 $\gamma \leftrightarrow \epsilon$ マルテンサイト変態**
- 様々な高Mn鋼の耐疲労特性と組織
- 耐疲労合金設計指針(Mn、Siの役割)
- 共同研究プロジェクトと実用化

Origin of enhanced fatigue properties

Reversible microstructure evolution



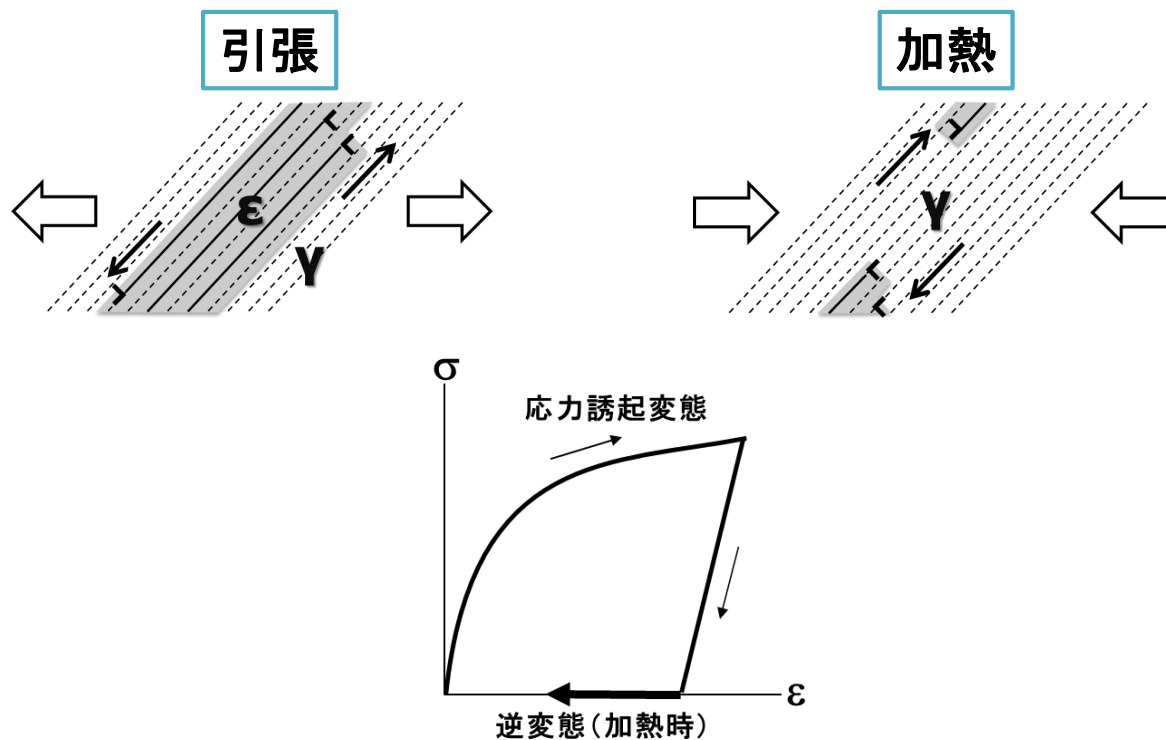
After tension to +2.7%



After subsequent compression to -0.3%

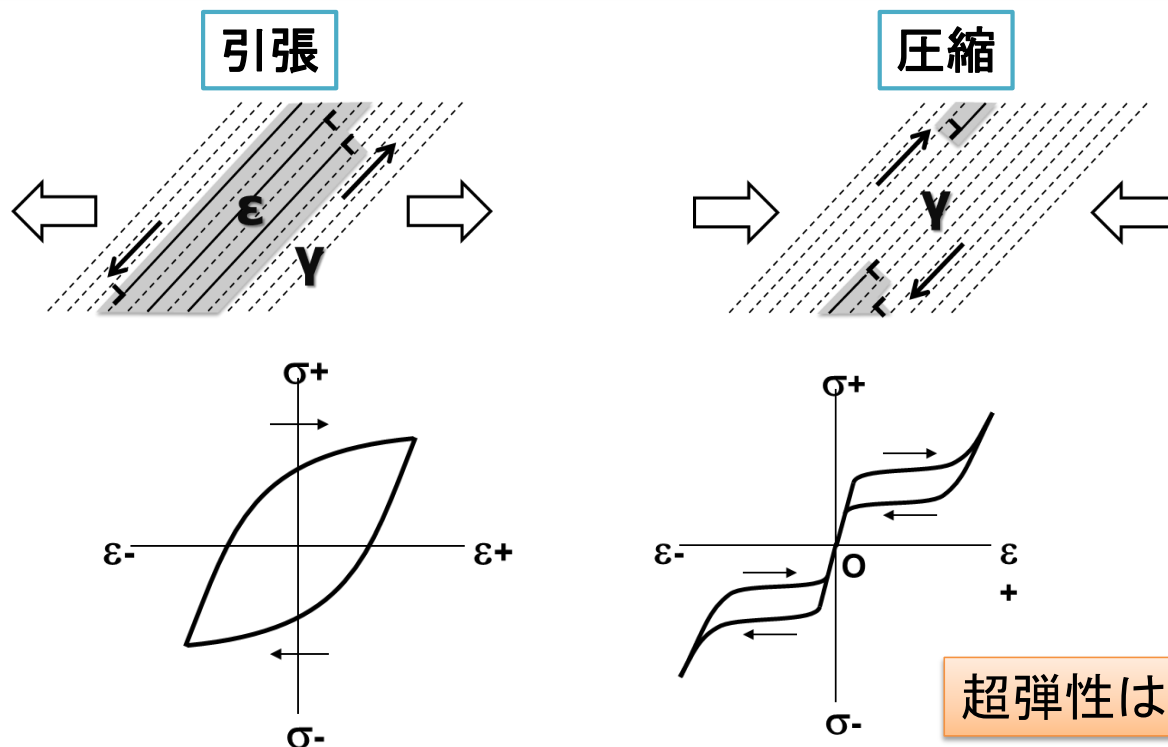
Fe-28Mn-6Si-5Cr-0.5NbC (mass-%) T. Sawaguchi et al. Scripta Mat, 2006

変形メカニズム(形状記憶効果)



加熱により元の γ オーステナイト結晶に戻ろうとする力が形状回復の駆動力になる。

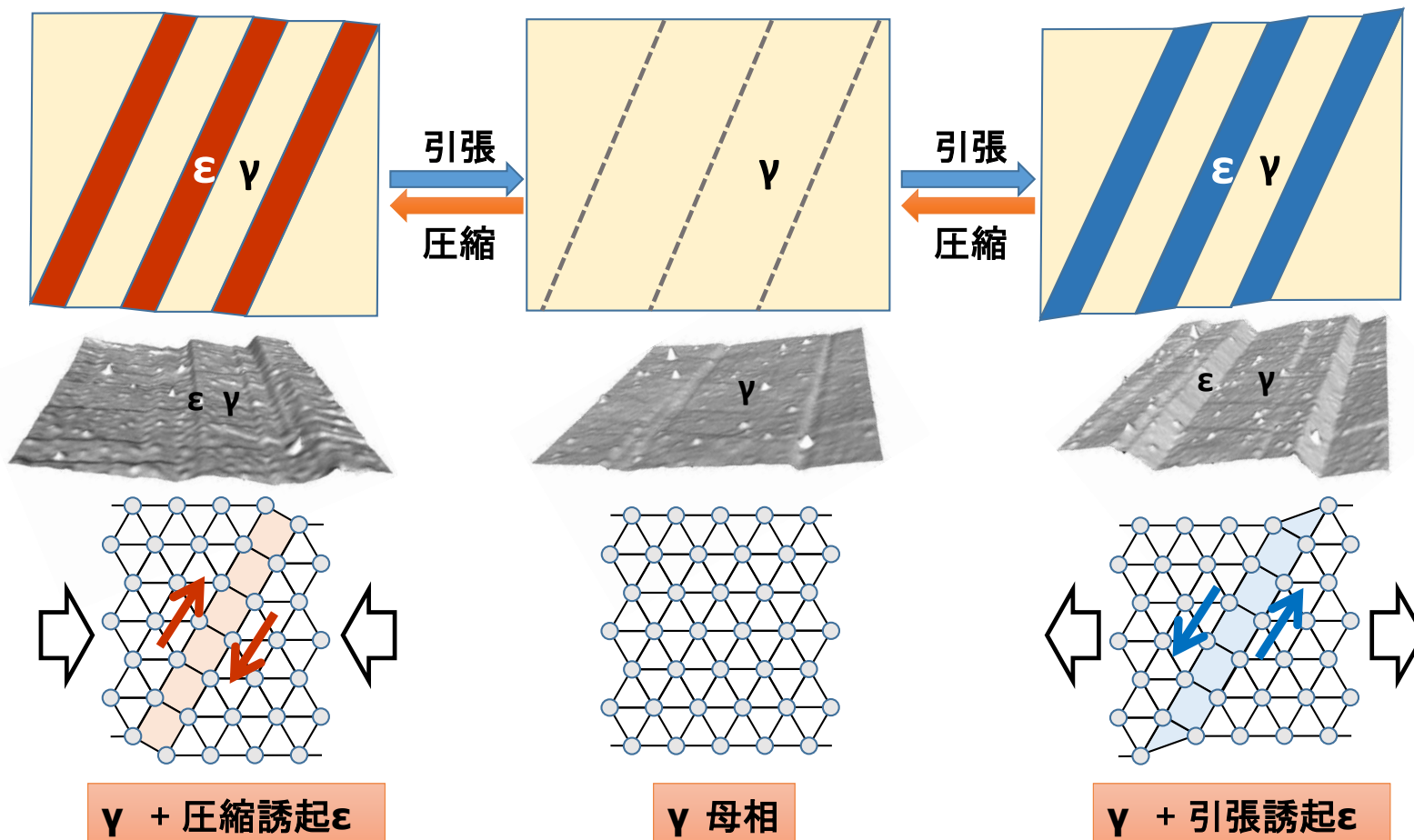
変形メカニズム(制振)



外力により受動的に相変態
 転位が同一結晶面を反復運動するので疲労損傷の蓄積が小さい。
 超弾性よりも1サイクルのエネルギー吸収が大きい。

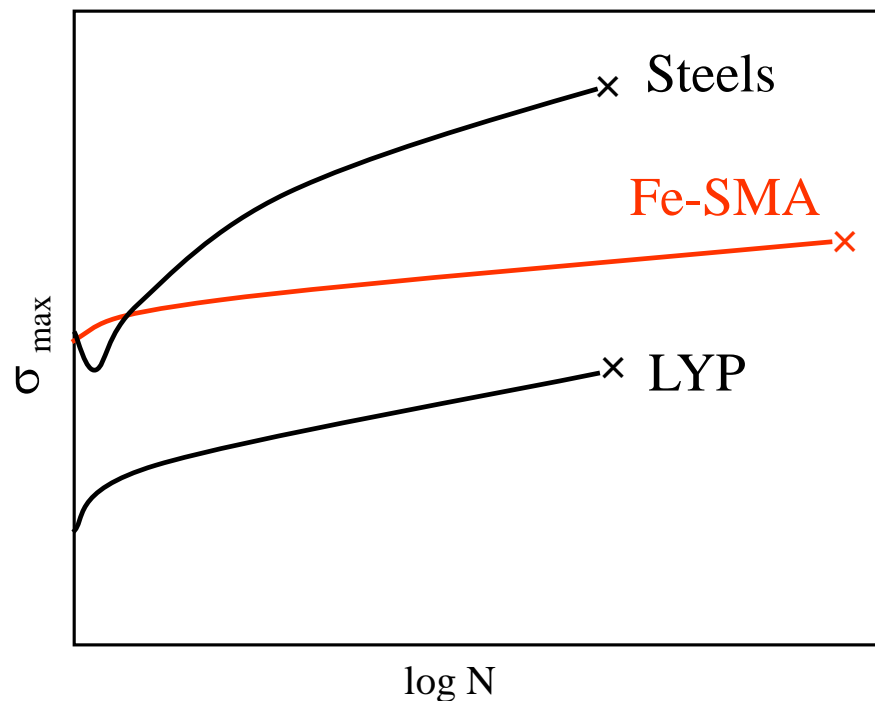
14

可逆的な引張圧縮変形による疲労軽減



開発目標

形状記憶効果でも超弾性でもない、新しい相変態—変形メカニズムを利用した、耐疲労制振合金の開発



要求特性

1. 長疲労寿命
2. 低繰り返し硬化
3. 低応力振幅

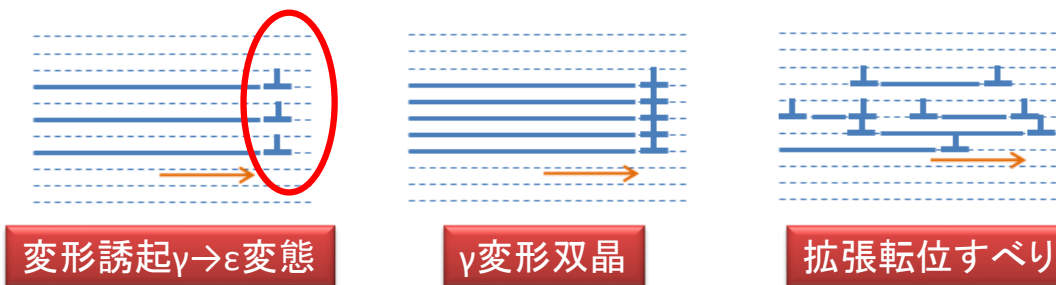
構成

- 塑性履歴型鋼材ダンパーと超弾性合金
- Fe-Mn-Si系合金の制振ダンパーへの適用
- 可逆的 $\gamma \leftrightarrow \epsilon$ マルテンサイト変態
- **様々な高Mn鋼の耐疲労特性と組織**
- 耐疲労合金設計指針(Mn、Siの役割)
- 共同研究プロジェクトと実用化

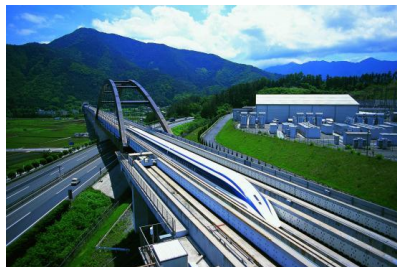
高Mnオーステナイト鋼の特性と塑性変形メカニズム

- 耐摩耗
- 低温靱性
- 非磁性
- TRIP効果
- TWIP効果
- 形状記憶効果

Shockley部分転位

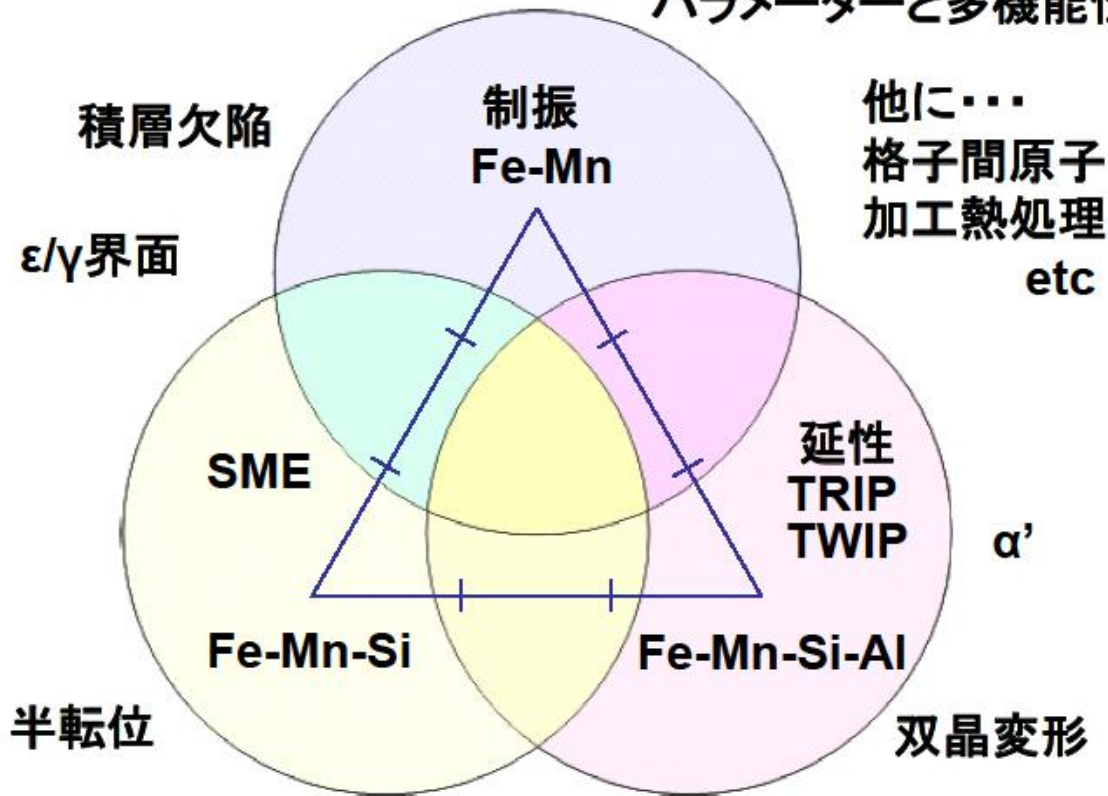


$$\Gamma = 2\rho_A (\Delta G_{chem}^{\gamma \rightarrow \epsilon} + E_{str}) + 2\sigma_{(n=2)}$$



制振合金設計指針

高Mn鋼の多彩な組織
 パラメーターと多機能性

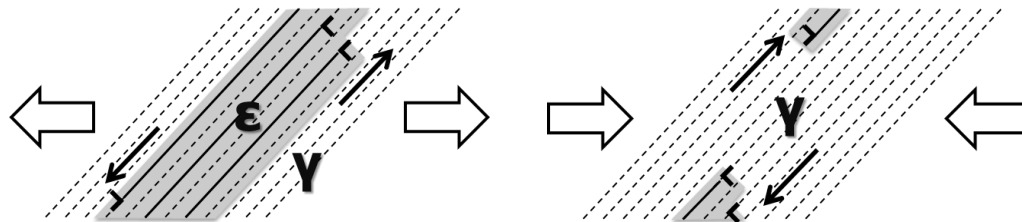


概念の拡張

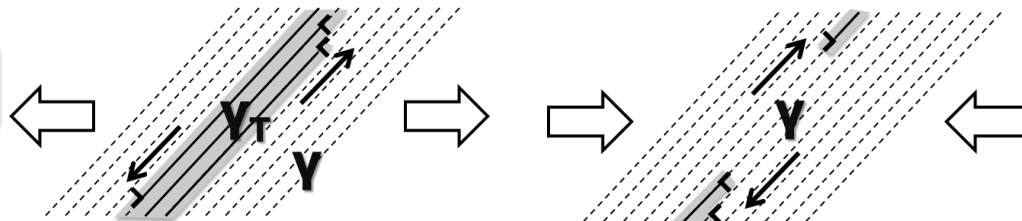
引張

圧縮

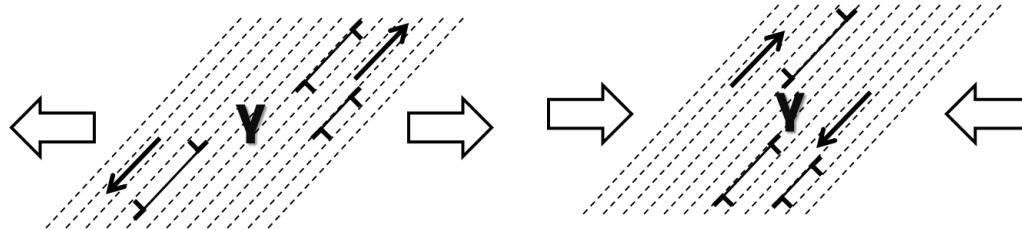
$\gamma \rightarrow \epsilon$ 変態



γ 双晶変形



拡張転位
すべり



SFE上昇

可逆的な転位運動による疲労損傷の抑制

Alloys studied

Al-0 Fe-30Mn-6Si (Shape memory alloy)

H. Otsuka et al., ISIJ International 30 (1990) 674-679.

Al-1 Fe-30Mn-5Si-1Al Koyama et al., 2006 Fall Meeting of JIM.

Al-2 Fe-30Mn-4Si-2Al

O. Grassel, G. Frommeyer, Mater. Sci. Technol. 14 (1998) 1213-1217.

Al-3 Fe-30Mn-3Si-3Al (TWIP steel)

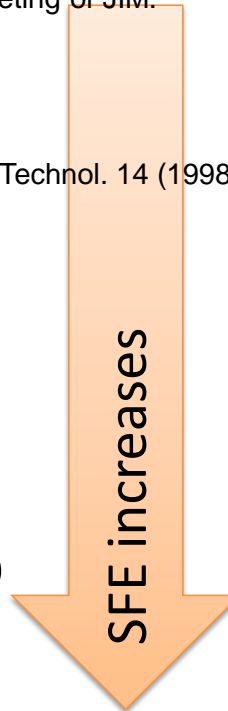
Ibid.

Al-4 Fe-30Mn-2Si-4Al

Al-5 Fe-30Mn-1Si-5Al

Al-6 Fe-30Mn-6Al

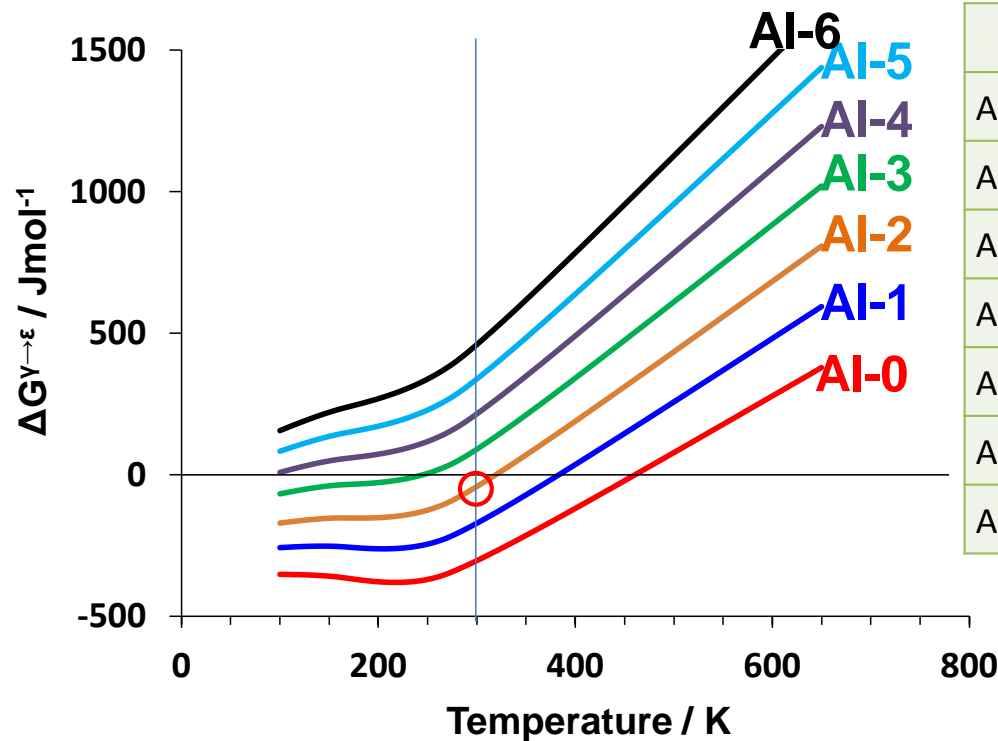
(unit: mass-%)



Fe-Mn-Si-Al合金の形状記憶特性と延性



Calculated Gibbs free energy difference



	Grassel et al.	Curtze et al.	Dumay et al.
Al-0	15.45	11.3	7.77
Al-1	23.62	18.96	12.53
Al-2	31.52	26.53	17.21
Al-3	39.16	33.99	21.81
Al-4	46.54	41.37	26.33
Al-5	53.68	48.65	30.77
Al-6	60.58	55.83	35.13

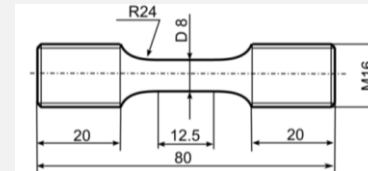
Unit : mJ/m^2

Al-2 alloy has the ΔG value slightly below zero at room temperature, indicating a delicate thermodynamic stability balance between the phases

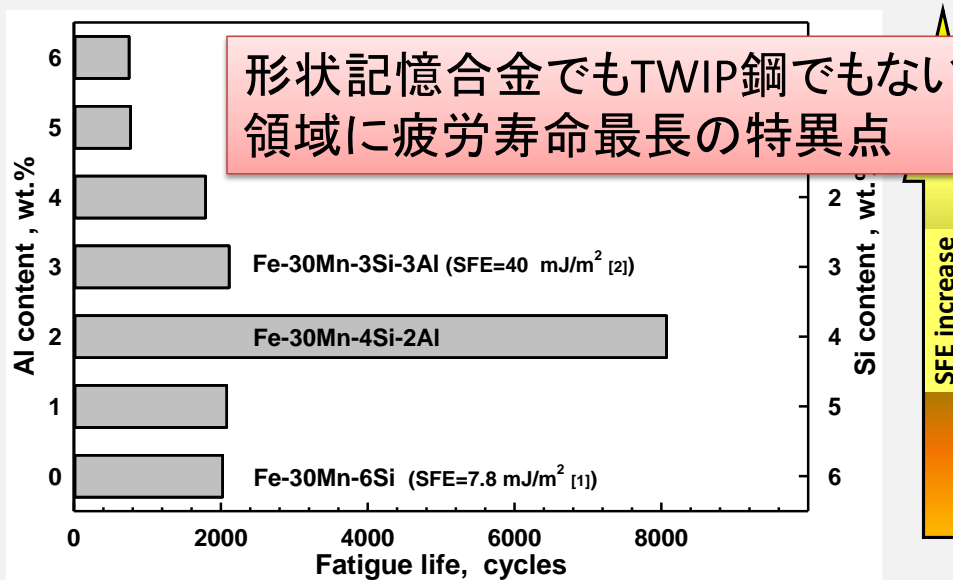
Low-cycle fatigue properties

Low-cycle fatigue conditions:

Symmetric tension compression $R = -1$
 Constant total strain, $\Delta\varepsilon$: 2%
 Load frequency: 0.1 Hz



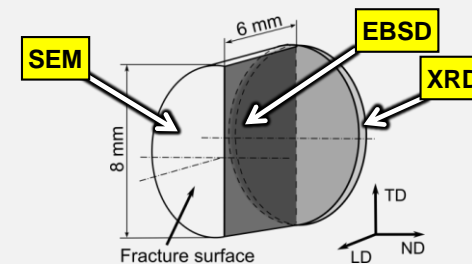
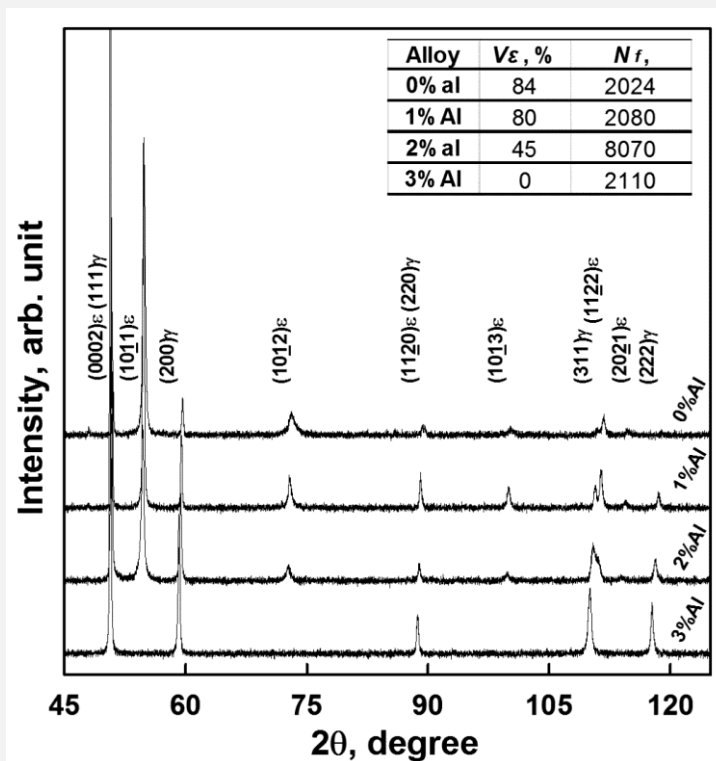
Effect of the chemical composition on the low-cycle fatigue life of the alloys deformed at $\Delta\varepsilon=2\%$



形状記憶合金でもTWIP鋼でもない中間の新成分領域に疲労寿命最長の特異点

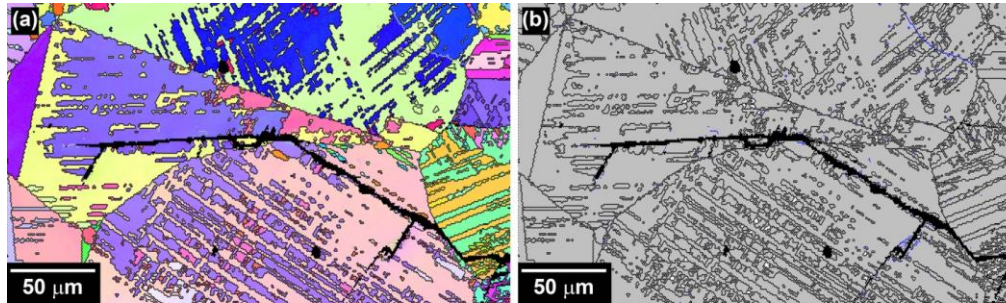
Martensitic transformation behavior

XRD patterns of Al0, Al1, Al2 and Al3 alloys subjected to LCF tests at $\epsilon=2\%$

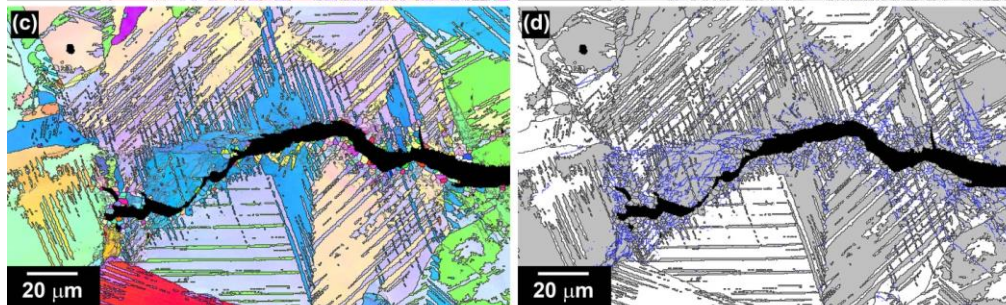


Microstructures after fatigue fracture

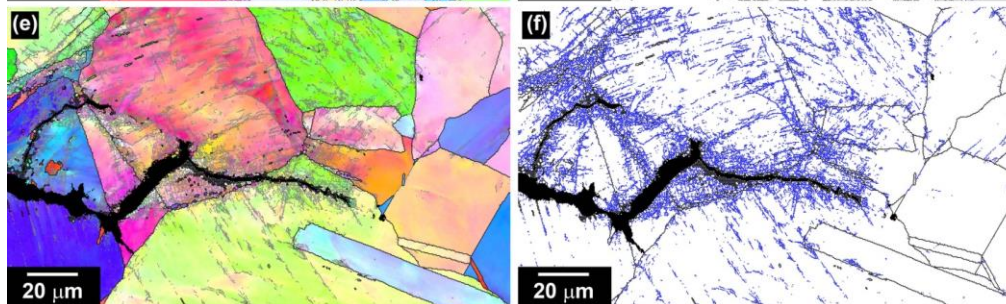
Al-0

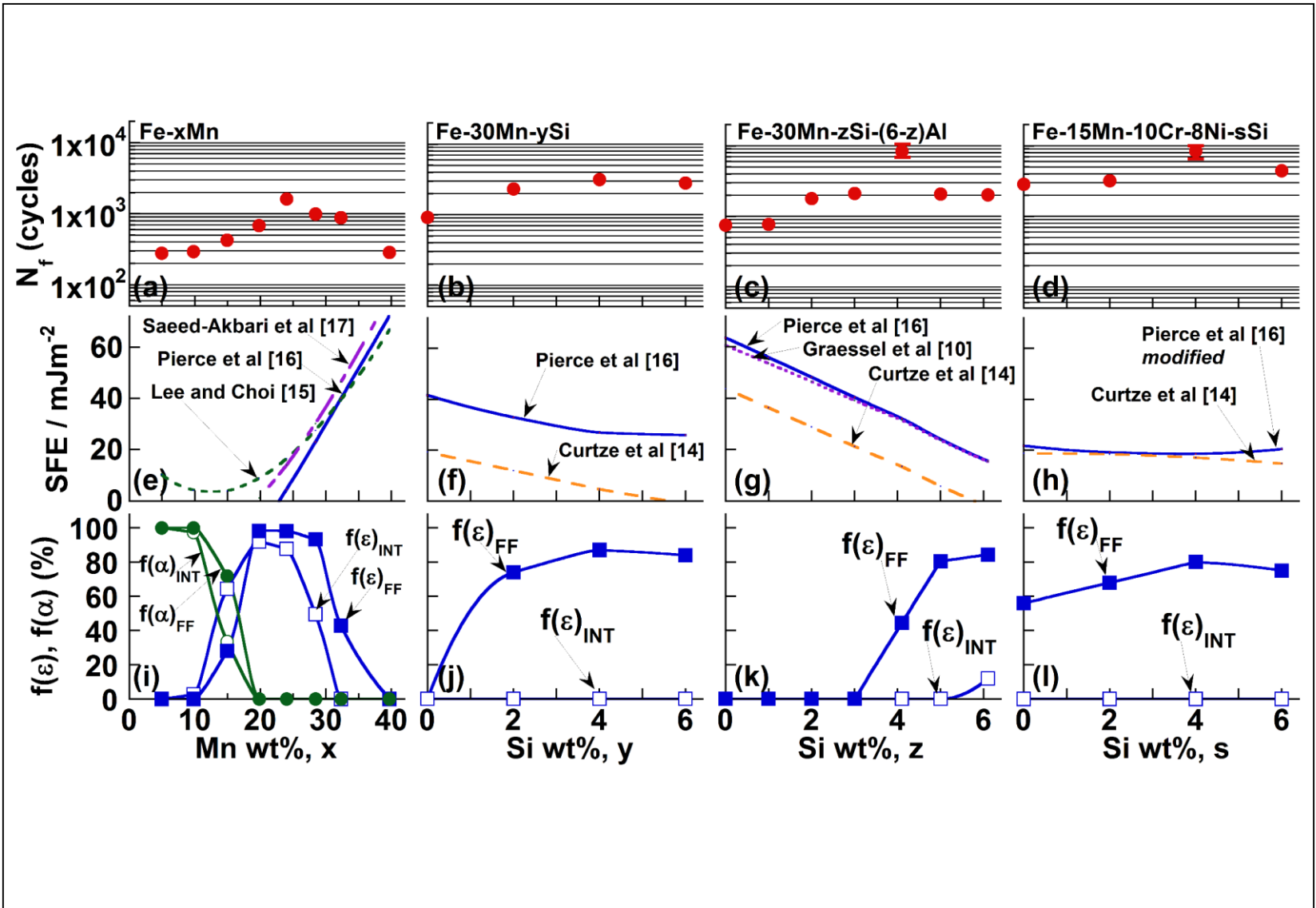


Al-2



Al-3



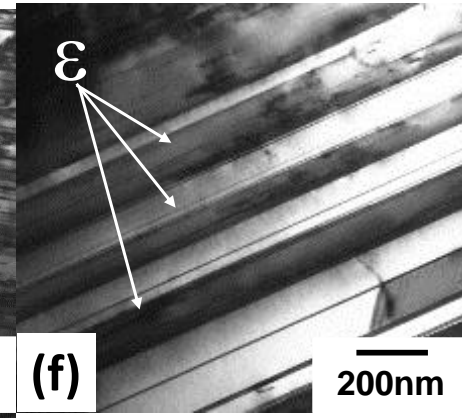
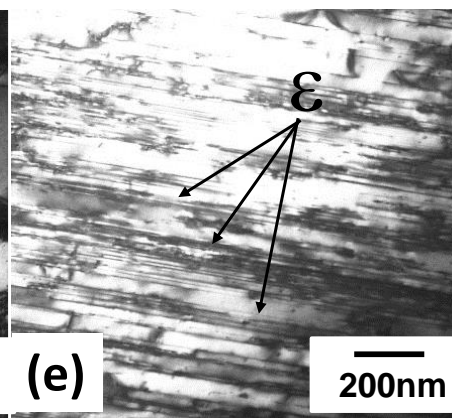
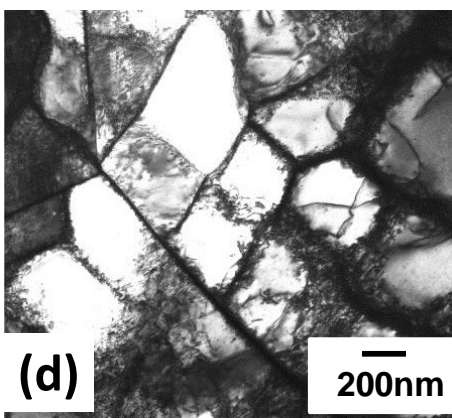
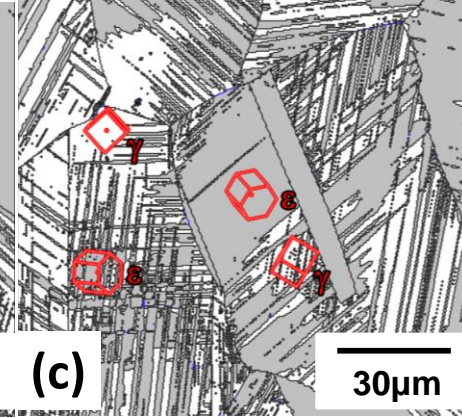
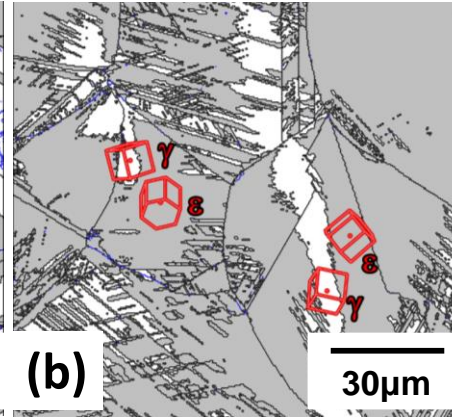
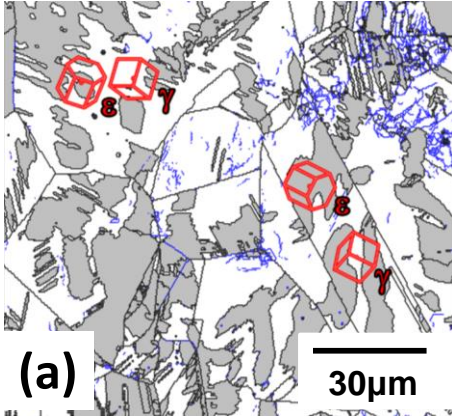


- FCC
 - HCP
 - HABs
 - LABs

Fe-15Mn-10Cr-8Ni

Fe-15Mn-10Cr-8Ni-4Si

Fe-15Mn-10Cr-8Ni-6Si



構成

- 塑性履歴型鋼材ダンパーと超弾性合金
- Fe-Mn-Si系合金の制振ダンパーへの適用
- 可逆的 $\gamma \leftrightarrow \epsilon$ マルテンサイト変態
- 様々な高Mn鋼の耐疲労特性と組織
- **耐疲労合金設計指針 (Mn、Siの役割)**
- 共同研究プロジェクトと実用化

FMS合金の耐疲労特性改善指針(仮説)

1. 最適積層欠陥エネルギー: $20 \sim 30 \text{ mJ/m}^2$

$$T_0 \approx RT, \text{ または } \Delta G^{\gamma \rightarrow \varepsilon}(RT) = 0$$

2. 変形誘起 $\gamma \rightarrow \alpha'$ マルテンサイト変態の抑制

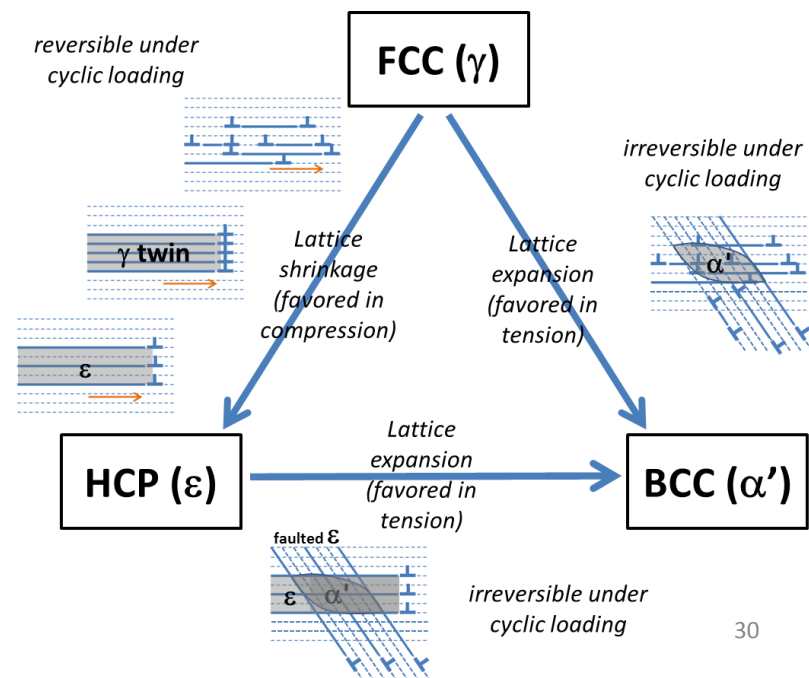
$$\Delta G^{\gamma \rightarrow \alpha'}(RT) \gg 0$$

3. Siの最適添加量: $\sim 4 \text{ wt}\%$

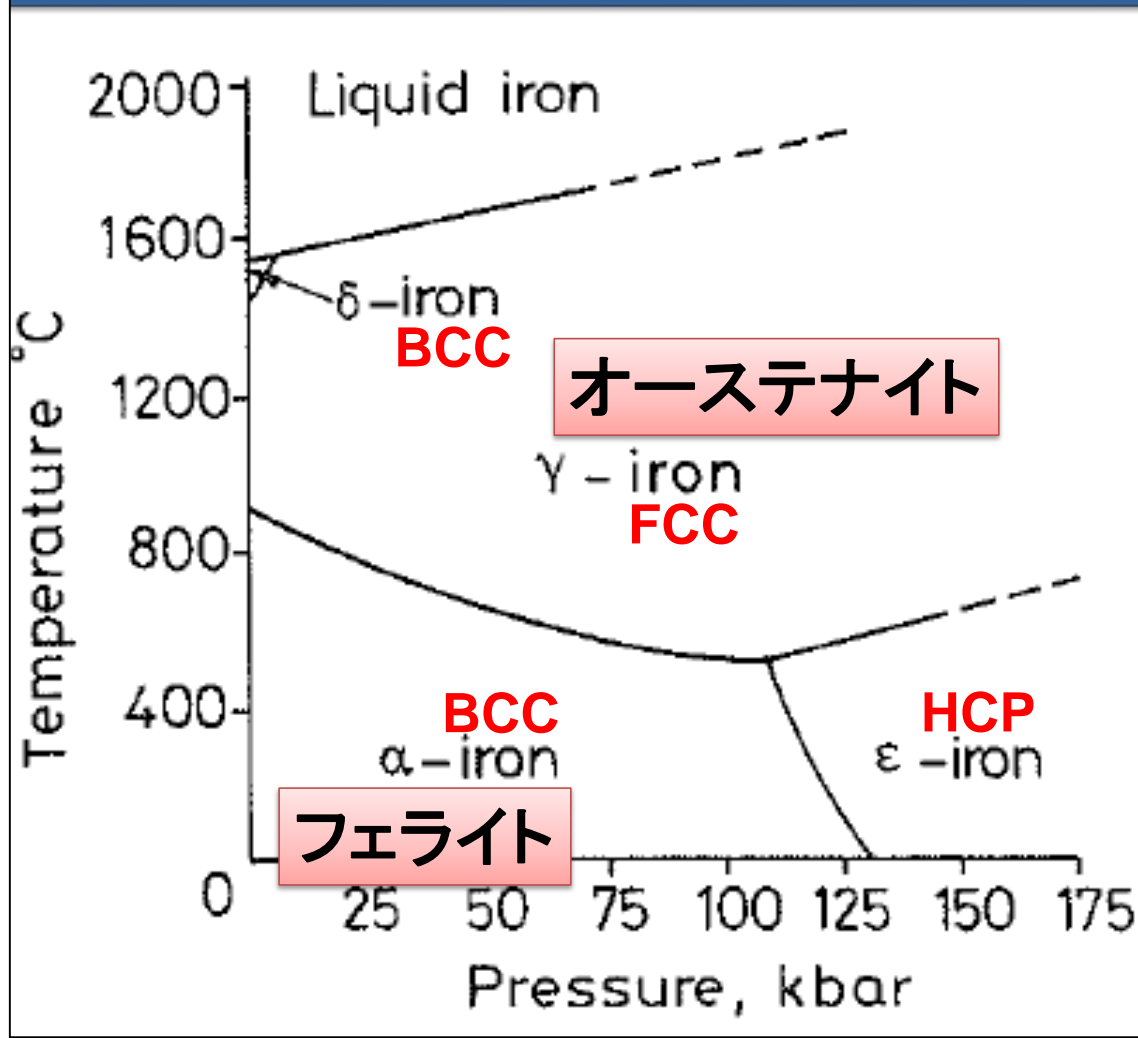
FMS合金

Mn: 熱力学因子

Si: 強度・組織因子



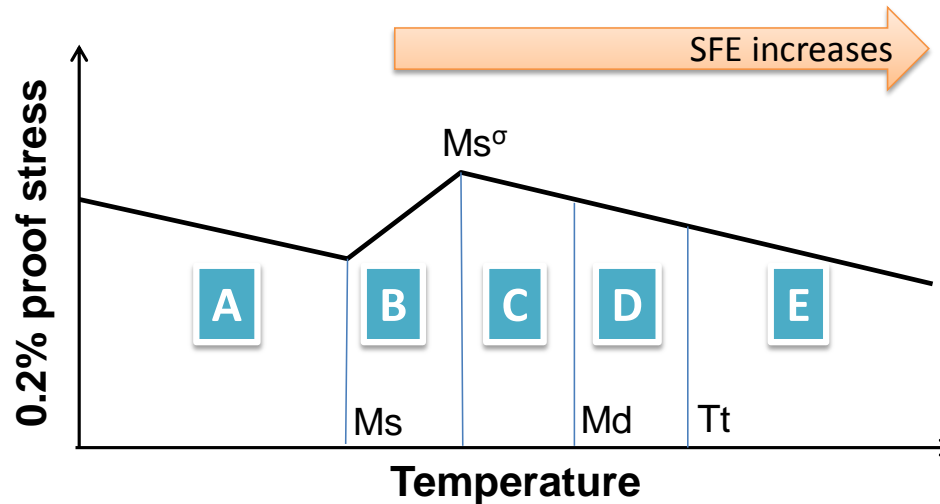
Mnと ϵ (イプシロン)マルテンサイト



ギリシア文字
 α 、 β 、 γ 、 δ 、 ϵ ・・・
 アルファベット
 a、b、c、d、e・・・

ϵ 相 = 鉄で第5番
 目に見つかった
 結晶相

Prediction of deformation mode under cyclic loading



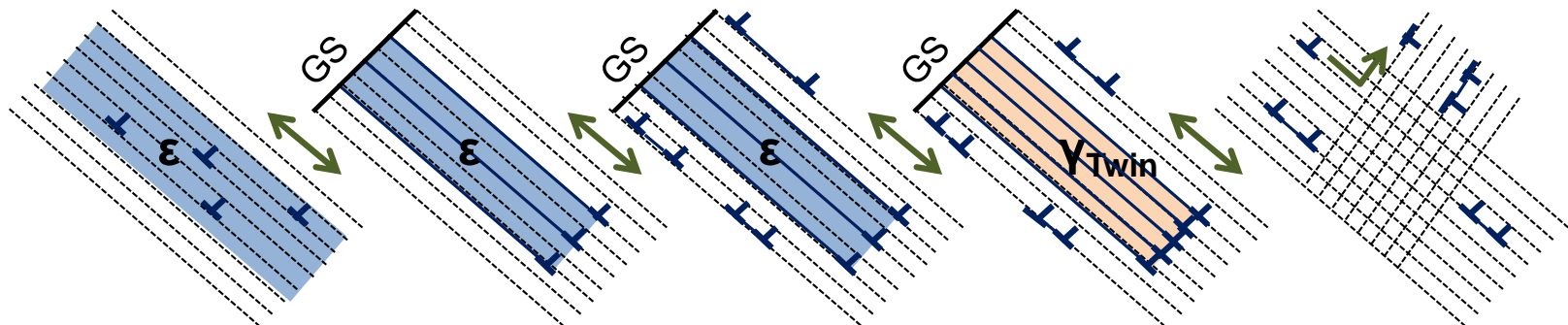
A : ϵ -slip + further $\gamma \rightarrow \epsilon$

B : $\gamma \rightarrow \epsilon$ (stress-assisted)

C : γ -slip(ext.) + $\gamma \rightarrow \epsilon$ (strain-induced)

D : γ -slip(ext.) + γ -twinning

E : γ -slip(ext.) + γ -slip(pft.)



Siの役割：形状記憶特性の場合

- 積層欠陥エネルギーの低下 [1]
- ネール点の低下 [2]
- 固溶強化 [3]
- 格子定数への影響 [4]
 - c/a軸比→理想比1.633
 - 相変態時の格子体積変化低下
- 短範囲規則化 [5, 6]

$\gamma \rightarrow \epsilon$ 変態の促進

逆変態の可逆性向上

5～6wt%Si添加で形状回復ひずみ最大

[1] B. H. Jiang, X. A. Qi, S. X. Yang, W. M. Zhou, T. Y. Hsu, *Acta Mater.* 46 (1998) 501.

[2] A. Sato, Y. Yamaji, T. Mori, *Acta Metall.* 34 (1986) 287.

[3] K. Tsuzaki, M. Ikegami, Y. Tomota, Y. Kurokawa, W. Nakagawara, T. Maki, *Mater. Trans. JIM* 33 (1992) 263.

[4] N. Stanford, D. P. Dunne, *Acta Mater.* 58 (2010) 6752.

[5] M. Sade, K. Halter, E. Hornbogen, *Z. Metallk.* 79 (1988) 487.

[6] V. V. Bliznuk, V. G. Gavriljuk, G. P. Kopitsa, S. V. Grigoriev, V. V. Runov, *Acta Mater.* 33 52 (2004) 4791.

Siの役割：耐疲労特性の場合

- 積層欠陥エネルギーの低下 [1]
- ネール点の低下 [2]
- 交差すべりの抑制
- 格子定数への影響 [4]
 - c/a軸比→理想比1.633
 - 相変態時の格子体積変化低下
- 短範囲規則化

γ/ϵ 相安定バランス調整

転位運動の可逆性向上

4wt%Si添加で低サイクル疲労寿命最長

[1] B. H. Jiang, X. A. Qi, S. X. Yang, W. M. Zhou, T. Y. Hsu, *Acta Mater.* 46 (1998) 501.

[2] A. Sato, Y. Yamaji, T. Mori, *Acta Metall.* 34 (1986) 287.

[3] K. Tsuzaki, M. Ikegami, Y. Tomota, Y. Kurokawa, W. Nakagawara, T. Maki, *Mater. Trans. JIM* 33 (1992) 263.

[4] N. Stanford, D. P. Dunne, *Acta Mater.* 58 (2010) 6752.

[5] M. Sade, K. Halter, E. Hornbogen, *Z. Metallk.* 79 (1988) 487.

[6] V. V. Bliznuk, V. G. Gavriljuk, G. P. Kopitsa, S. V. Grigoriev, V. V. Runov, *Acta Mater.* 52 (2004) 4791. 34

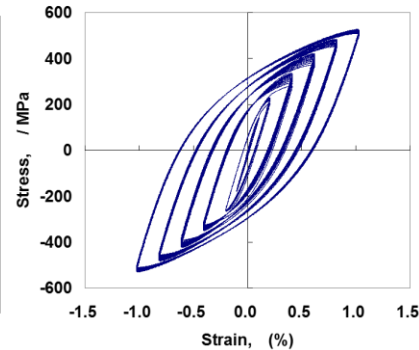
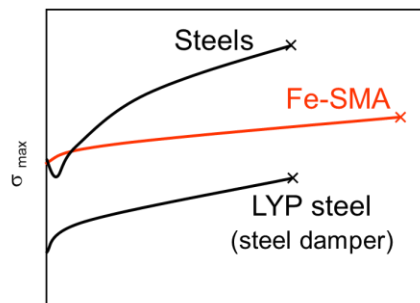
構成

- 塑性履歴型鋼材ダンパーと超弾性合金
- Fe-Mn-Si系合金の制振ダンパーへの適用
- 可逆的 $\gamma \leftrightarrow \epsilon$ マルテンサイト変態
- 様々な高Mn鋼の耐疲労特性と組織
- 耐疲労合金設計指針(Mn、Siの役割)
- 共同研究プロジェクトと実用化

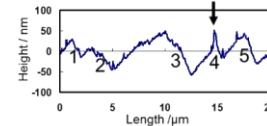
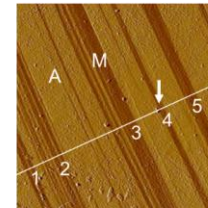
開発の歩み(震災以前)

2003年 竹中工務店殿—NIMSの共同研究開始
 新機構に基づいたFe-Mn-Si系制振合金の提案

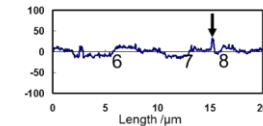
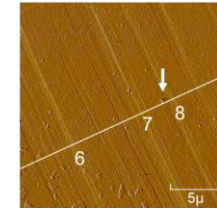
Fe-28Mn-6Si-5Cr-0.5NbC, NIMS合金



$\varepsilon_T = +2.7\%$



$\varepsilon_C = -0.3\%$



2008年 淡路マテリア殿共同研究に参画
 Fe-Mn-Si系合金に関する製造ノウハウ(1980年代～)

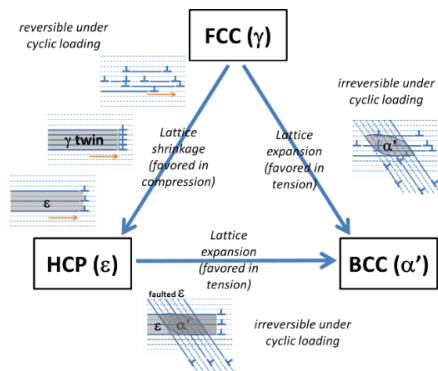


残された課題
 高い応力レベル
 溶解コスト高
 難加工性

...

開発の歩み(震災後)－NIMS社会インフラ再生プロジェクト

基礎研究



NIMS

製造技術



淡路マテリア

日本高周波鋼業

応用技術

竹中工務店

- | | |
|----------|---------------------------|
| 2012年4月 | 社会インフラ再生プロジェクト始動 |
| 2012年7月 | 新成分を開発し、優れた耐疲労特性を実験的に確認 |
| 2012年9月 | 新成分で10トン級電気炉溶解に初めて成功 |
| 2012年12月 | 名駅ビルへの施工に向けた新合金ダンパー製造計画開始 |
| 2013年11月 | 国土交通大臣材料認定取得 |
| 2014年3月 | 名駅ビルに新型ダンパー施工 |

展望と課題

- 低サイクル疲労寿命改善の新しい成分・組織設計指針は、歴史的に積み上げられたオーステナイト鋼に関する膨大な知見と組み合わせることができる。したがって、コスト、強度、延性、靱性、耐食性等、用途に応じた特性のベストミックスが設計可能。非磁性であり、電磁環境への適用も可能。
- 広くFCC金属の長疲労寿命化に適用できる可能性もある。
- 低サイクル疲労特性に及ぼす元素機能は、最新の熱力学計算、第一原理計算(ϵ 軸比重要)等による高精度な予測も今後期待できる。
- 可逆的変態・双晶変形、Siの役割、転位の相互作用、疲労き裂進展の抑制などのメカニズムに関するさらなる実験的・理論的研究が必要。



謝辞

<関連プロジェクト>

1. NIMS第三期中期計画プロジェクト「社会インフラの復旧、再生に向けた構造材料技術の開発」(2012～2015年度、プロジェクトリーダー：津崎兼彰九州大学教授兼NIMS特命研究員)
2. 独立行政法人新エネルギー・産業技術総合開発機構平成18年度産業技術研究助成事業(06A25005d)
3. 科学研究費補助金基盤(B) No.20360318
4. 科学研究費補助金基盤(A) No.25249099

<共同研究相手先>

株式会社竹中工務店(2003年～)

淡路マテリア株式会社(2007年～)

試料作製・分析は、NIMS材料創製ステーション、NIMS分析ステーションにて行われました。疲労試験データは日鉄住金テクノロジー、神戸工業試験場の委託試験結果を用いています。

ご協力を賜ったすべての方々に感謝いたします。