

鉄炭素混合粉末を用いた大型構造物における 局所高強度化技術の実用化 研究報告書

令和 2 年 11 月 24 日 久留米工業高等専門学校 材料システム工学科 佐々木大輔

第 1 章 緒 言

1-1 研究背景

近年，高度経済成長期に建設された橋梁をはじめとする大型構造物の老朽化が社会的問題となっている．橋梁等の大型構造物は耐用年数が約 50 年であり，2033 年にはその 50 % 以上が建設後 50 年以上経ち，耐用年数を経過するとされている．そこで補修作業が必要となっているが，大型構造物の補修作業は部品が大型であり，補修期間は長期化し，多くの人材や莫大な費用が必要とされる．

既存のき裂補修方法は主にストップホール法，溶接補修法，当て板法の 3 つがある．ストップホール法は，き裂先端にストップホール穴を開け，き裂先端の応力を低下させる⁽¹⁾．溶接補修法は，き裂ごと溶接し母材を接合し補修を行う⁽²⁾．当て板補修法は，き裂近傍の母材に板をボルトで固定し補修を行う⁽³⁾．これら 3 つの補修法はこのような簡単かつ短時間で可能な施工をすることでき裂進展の遅延，抑制をすることが出来る．

一方でこれらの補修法にも欠点が存在する．ストップホール法は，ストップホール穴の大きさによっては疲労寿命延命効果が低下する⁽¹⁾．溶接補修法は，母材が溶接の際の熱の影響を受け，溶接割れが生じることや，残留変形が生じる⁽²⁾．当て板補修法は，板を取り付ける際に開けるドリル穴が新たなき裂発生源となる⁽³⁾．

そこで，短期間かつ人手，費用を抑える，既存の補修法の欠点を解決する新たな簡易的き裂補修法の開発が必要となっている．

これまで申請者らのグループらは，金属微粒子とプラズマ焼結を用いたき裂補修の研究を行ってきた．これまでの研究によって，模擬き裂部に鉄微粒子を充填しパルス通電焼結することによって，疲労寿命を延命できることがわかっている．一方で，鉄鋼の種類にその延命効果が依存することも確認している．森園らの研究より，炭素マイクロ微粒子と鉄微粒子の混合粉に低炭素鋼の板を浸漬させ，窒素ガス環境下 1000 °C で熱処理することで，試料表面に厚さ 400 μm の微細結晶粒層が生成すること⁽⁴⁾が分かっている．

そこで，本研究では模擬き裂部に充填する粉末を鉄微粒子と炭素微粒子の混合粉を用いて，補修を行い，鉄炭素混合粉末を用いた大型構造物における局所高強度化技術の実用化を行った．

1-2 パルス通電加圧焼結法の原理及び概要

パルス通電加圧焼結法は粉末原材料を出発原料とする粉末冶金法の新たな焼結法として開発された。試料粉末を焼結用の型に充填し、圧力を加えながらパルス状の直流電流を印加することで焼結体を作製する。焼結のメカニズムは、通電初期において粉末粒子間に発生する放電プラズマによる高エネルギー密度場とジュール熱及び加圧によるクリープが拡散を増速し、その結果として焼結される粉末の低温緻密化が進行すると解釈されている。放電プラズマの発生に関しては、粉末の電気伝導度や粉体の性質などに大きく影響を受けるために、対象とする材料や焼結過程における条件によってはその効果は変化する。従って、これまでにパルス通電による放電プラズマの発生とその焼結に対する効果を明らかにするための研究が数多く行われている⁽⁵⁾。

パルス通電加圧焼結装置は一軸加圧機構を有する焼結機、水冷真空チャンバー、雰囲気制御系、真空排気系、パルス電源、位置・変化率温度計測制御系、圧力制御系などから構成されている。焼結は、加工する試料粉末を充填したダイ・パンチ型セットを用意し、これをチャンバー内の焼結ステージ上にセット後、パンチ電極で挟み、加圧下でパルス通電して行われる。パルス通電焼結装置の概略図を Fig.1 に示す。

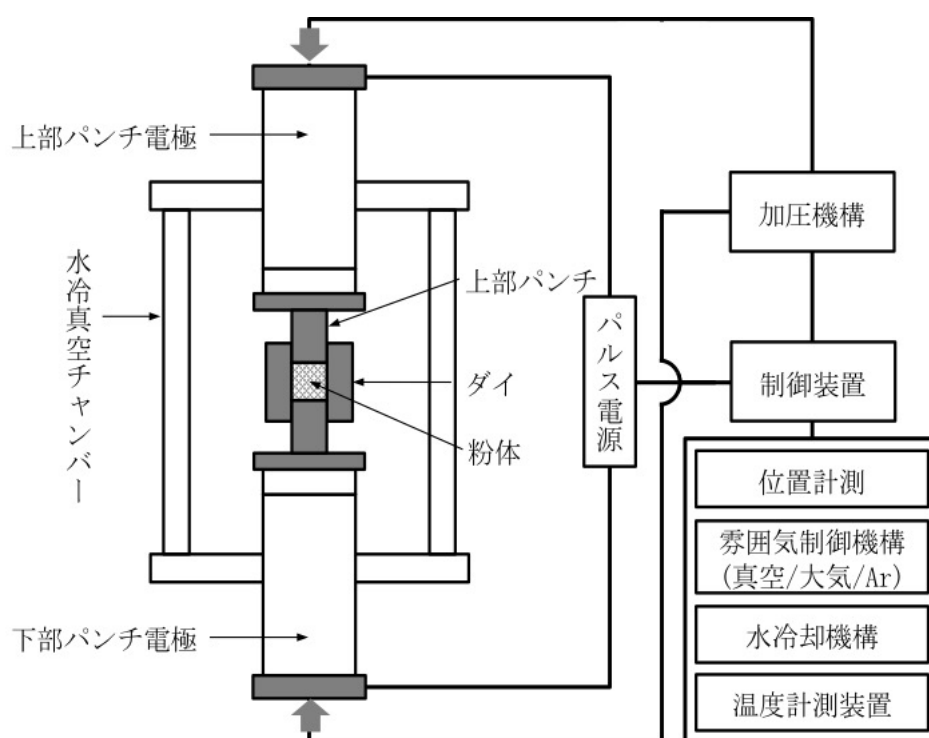


Fig.1 パルス通電焼結装置の概略図

第 2 章 実験方法

2-1 供試材

Table.1 に本研究で使用した SS400、圧延材の化学成分を示す。補修に用いた鉄微粒子は直径が 3.9 から 5.2 μm であった。また、Table.2 に鉄微粒子の化学成分を示す。補修に用いた炭素微粒子はナカライテスク株式会社製の純度 99.0 %のものを用いた。試験片形状は Fig.2 に示す。試験片は高さ 67.2 mm、幅 70 mm、厚さ 14 mm であり、ワイヤー放電により 12 mm の模擬き裂を導入している CT 試験片 (Compact Tension Specimen) である。試験片は疲労試験に 3 つ、引張り試験に 2 つの計 5 つ用意した。疲労試験に用いた試験片は、模擬き裂部に鉄炭素混合粉を充填しパルス通電焼結を行った CT 試験片 (以下、補修材)、模擬き裂部に鉄炭素混合粉を充填せずにパルス通電焼結のみを行った CT 試験片 (以下、熱処理材)、模擬き裂部に鉄炭素混合粉を充填せず、パルス通電焼結も行っていない CT 試験片 (以下、未処理試験片) の 3 つである。また、引張り試験片に用いた試験片は補修材と熱処理材の 2 つである。

Table.1 Chemical Composition of the steel (mass%)

C	Si	Mn	P	S
0.12	0.22	0.59	0.012	0.023

Table.2 Chemical composition of iron particle (wt%)

Fe	O	C	N
Min97.8	0.15-0.40	0.75-0.90	0.65-0.90

2-2 実験方法

本研究では、試験片の模擬き裂部に粉末を充填することで補修を行う。その際使用する粉末の作成方法を以下に示す。鉄微粒子は体積 1 mL あたり重さが 3.57 g であり、炭素微粒子は体積 1 mL あたり重さは 0.37 g である。この重さの値を用いて、体積比が鉄微粒子：炭素微粒子=7：3 となるように 2 つの微粒子を重量で測り取った。2 つの微粒子の混合には乳鉢、乳棒を用いて 30 分行った。混合して出来た粉末 (以下、鉄炭素混合粉) を補修に用いた。

PECS 装置は、「住友石炭鉱業製 小型放電プラズマ焼結装置 DR.SINTER LABTM (ドクターシンターラボ) 型式：SPS-510A」を用いた。パルス通電焼結は真空中 (20 Pa 以下)

において行われた．パルス電流は模擬き裂に対して法線方向に流れる．また，パルス電流はおよそ 900 A 流れている．パルスパターンは 12 : 2 である．加圧力は試験機の最低荷重である 3922 N としている．開始温度は室温であり，温度上昇速度は 0.5 °C/sec とした．目標の温度であるき裂先端が 570°C に到達後，その温度で 5 分保持した．

まず Fig.2 に示してある CT 試験片の右側 $\phi 14$ mm の穴の右上（試験片の角から縦 6 mm，横 6 mm）の位置に深さ 6 mm，直径 3 mm の温度測定用の熱電対を挿す穴をボール盤（KIRA IRON WORKs Co. KND-8）を用いて開けた．開けた穴に直径 3 mm，長さが 6 mm から 7 mm にカットしたインコネル管を挿し，中に熱電対を挿入し温度計測を行った．

補修材のみ，鉄炭素混合粉を CT 試験片の模擬き裂部分に約 0.2 g 充填し補修した．次に試験片の側面をカーボンフェルトで覆い，昇温した．昇温保持後，試験片を取り出し，試験片表面を #1500 の研磨紙を用いて研磨した．その場観察疲労試験は 500 cycle 毎に試験片表面の疲労き裂の進展状況を写真撮影した．試験片表面のエッチングにはナイトール 3% 溶液を使用した．

疲労試験後，破断した試験片に対してビッカース硬さ試験機を用いて硬さ測定を行った．硬さ測定は，荷重を 5 kg とし，模擬き裂近傍部と模擬き裂から離れた母材部を行った．また，鉄炭素混合粉を充填した試験片に関しては，母材に加え焼結後の鉄炭素混合粉の硬さを荷重 1 kg で測定した．

第 3 章 実験結果及び考察

3-1 パルス通電焼結結果

Fig.3 に補修材のパルス通電焼結時の昇温状況を示す．補修材は温度が 518 °C に上昇させ，518 °C で 5 分保持した．先行研究において，Fig.2 に示してある CT 試験片の右側 $\phi 14$ mm の穴の右上（試験片の角から縦 6 mm，横 6 mm）の位置の温度と模擬き裂先端の温度は模擬き裂先端のほうが約 50 °C 高いことが確認されている．

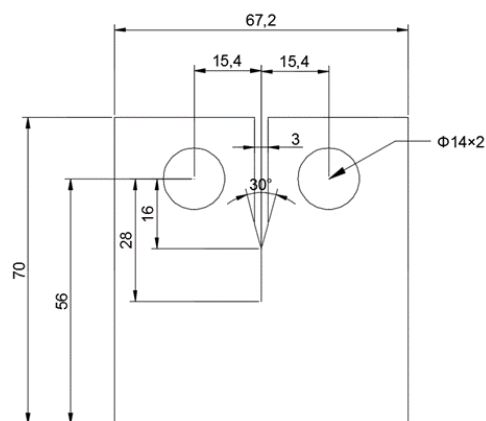


Fig.2 試験片形状.

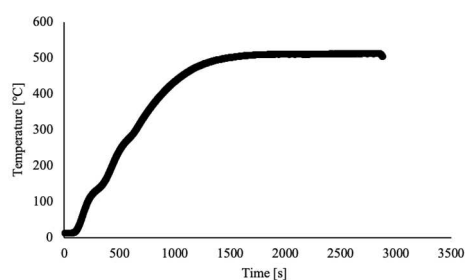


Fig.3 パルス通電焼結時の時間と温度.

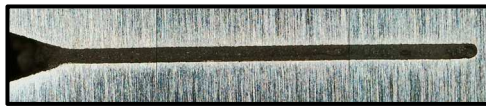


Fig.4 焼結後の模擬き裂部

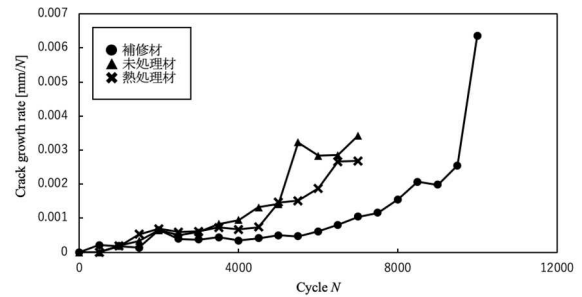


Fig.5 繰り返し応力と疲労き裂進展速度

Fig.4 に補修材の模擬き裂部の補修状況を示す。Fig.4 より模擬き裂面内に鉄炭素混合粉の焼結体による裂架橋構造が存在することが示された。

3-3 疲労試験結果

Fig.5 にそれぞれの試験片のき裂進展速度を示す。未処理試験片は 7,445 cycle, 熱処理試験片は 7,160 cycle, 補修試験片は 10,029 cycle で破断した。補修材は未処理材, 熱処理材と比較して約 40 %, 疲労寿命が向上した。

補修試験片の疲労試験では繰り返し応力回数 1 回目で模擬き裂部と焼結物は剥がれたため、疲労き裂の寿命に対して界面の結合力よりも焼結体によるくさび効果および炭素偏析などの元素、析出物による効果が大きな影響を与えていると考える。

光学顕微鏡を用いた補修材の組織観察写真を Fig.6 に模擬き裂近傍部を、Fig.7 に模擬き裂から離れた母材部を示す。また、Fig.7 の組織写真の下側の黒色領域は模擬き裂部である。二つの組織写真の黒い組織はパーライト、白い組織はフェライトを示している。模擬き裂部近傍のパーライト量と母材部のパーライト量には有意差はない。また、模擬き裂部近傍と母材部の結晶粒の大きさに有意差はなかった。

3 つ試験片の模擬き裂近傍のビッカース硬さ測定結果を Table.3 に示す。補修材の硬さが

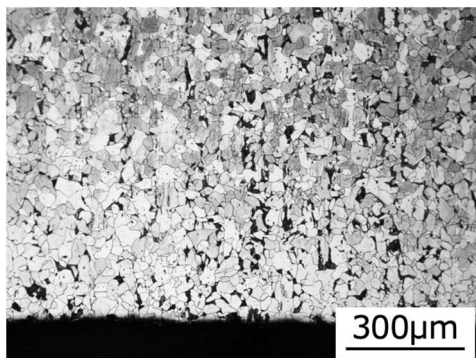


Fig.6 模擬き裂近傍の組織写真結果.

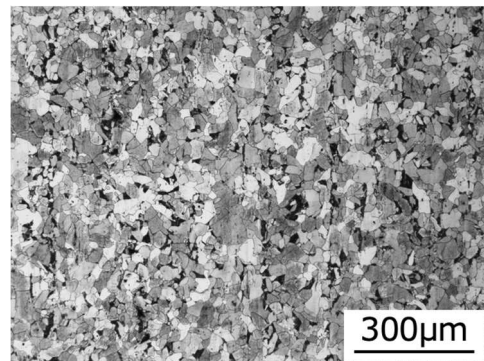


Fig.7 母材部の組織観察写真.

最も高くなっていることから、き裂面近傍における硬度化には成功したと考える。き裂部から離れた母材部のビッカース硬さ測定結果を Table.4 に示す。母材部のマクロ的な硬さに補修および熱処理の影響はなかった。また、鉄炭素混合粉の焼結物のビッカース硬さ測定を荷重 1 kg で行ったが、焼結物は崩れ、正確な値を計測することができなかった。焼結物の硬さと靱性は高いことが推定される。

走査型電子顕微鏡を用いて模擬き裂先端からの疲労破壊した破面を 1 mm 間隔で観察した。Fig.6 に補修材の模擬き裂先端の破断面を、Fig.7 に補修材の模擬き裂先端から 1 mm 離れた位置の破断面を示す。Fig.6, 7 に示すように、破面にはストライエーションが観察された。ストライエーションは未補修材、熱処理材においても、観察された。疲労破面の脆性破面率（ストライエーションが観察されない破面率）を解析した結果、補修材が 32.3 %、未処理材が 50.8 %、熱処理材が 46.6 %であった。これらの結果は補修によって脆性破面率が減少したことを示す。

Table.3 き裂近傍のビッカース硬さ

模擬き裂先端からの距離[mm]	硬さ[HV]			
	-1	0	1	2
補修材	143	143	145	143
未処理材	131	144	146	149
熱処理材	125	139	146	149

Table.4 母材部のビッカース硬さ

	硬さ[HV]
補修材	133
未処理材	132
熱処理材	132

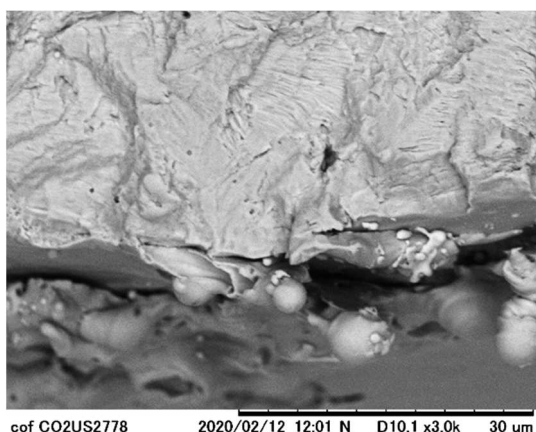


Fig.6 補修材の模擬き裂先端の破断面

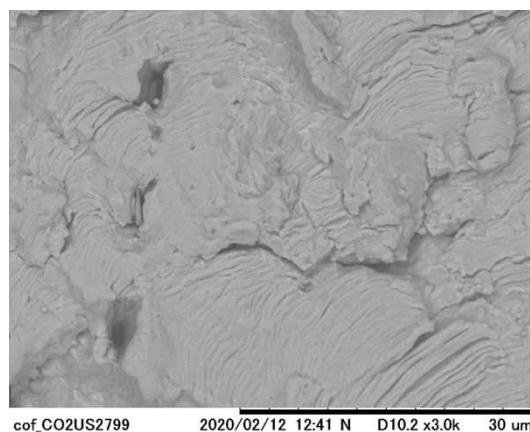


Fig.7 補修材の模擬き裂先端から 1 mm 離れた位置の破断面

3-7 引張試験結果

補修材の張試験を行う前後の模擬き裂部の開口状況を，Fig.10 に示す．また，Fig.10 において (b) は引張り試験前の荷重負荷時の模擬き裂部の様子である．引張り試験では荷重を 12.0 kN としている．

Fig.10 より補修材の模擬き裂の開口量は 13.38 %であった．また，熱処理材の模擬き裂部の開口量は 20.00 %であった．補修材は熱処理材に比べて開口量が 6.62 %も減少することが確認された．この結果は，模擬き裂部に存在する補修材の塑性変形によってき裂先端の塑性変形量が減少することを示唆する．

3-8 元素分析結果

補修材内部の元素分析結果を Fig.11 に示す．元素分析結果より，脆化を促進する P 偏析，MnS の存在は確認されなかった．一方で，粒界における C 偏析が確認された．

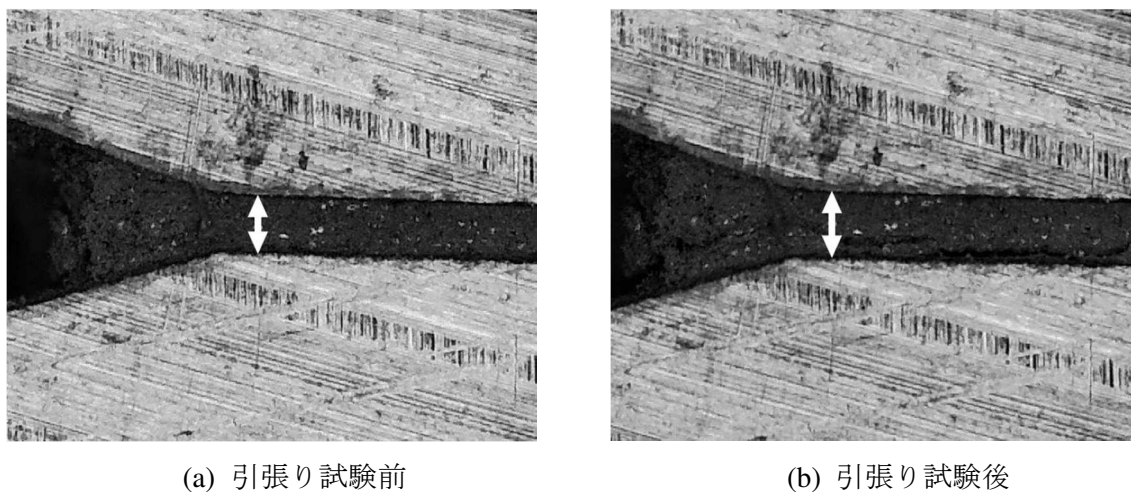


Fig.10 補修材の引張り試験前後の模擬き裂部

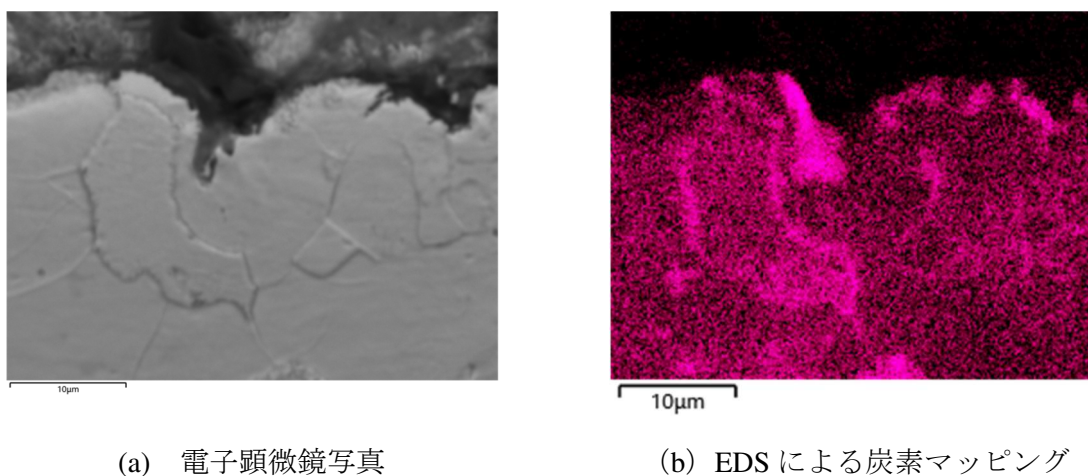


Fig.11 き裂先端から 1mm の点における試験片表面の元素マッピング

3-8 局所高強度化技術がき裂進展特性に及ぼす影響の考察

き裂先端の局所高強度化が疲労寿命に及ぼす影響の考察を行う．まず破断繰返し数に着目する．未処理材，熱処理材と補修材の破断繰返し数を比較すると，補修材の疲労寿命は約 40 %延命していることが確認された．以下では熱による影響，き裂発生過程，進展過程，最終破断過程に分けて議論する．

まず熱の影響を議論する．未処理試験片と熱処理試験片の破断繰返し数を比較すると，熱処理試験片が疲労寿命を減少している．これは，パルス通電焼結を行うことによって試験片のき裂先端温度が 570℃まで上昇するため，機械加工時のひずみの除去，結晶粒粗大化が生じたと考えられる．組織観察によって結晶粒に変化が無いこと，硬さが低下することが確認されたことから，補修時の熱によるひずみの除去により，疲労き裂先端の塑性変形を容易にさせ，疲労寿命が低下したことが示された．

次に補修による効果に着目する．まずき裂発生過程に関して議論する．き裂進展速度と繰返し数のグラフより，き裂発生過程に対して補修は大きな影響を与えないことが示された．CT 試験片の引張試験結果より試験後の補修材は熱処理材と比較して模擬き裂部の開口量が 6.62 %小さくなったことが確認された．この結果は，模擬き裂部に存在する補修材の塑性変形によってき裂先端の塑性変形量が減少することを示唆する．すなわち，応力レベルによっては，疲労き裂発生を抑制することが示唆された．

次に，最終破断過程に関して議論する．最終破断過程が始まるとされる，き裂長さに大きな変化がなかった．そのため，疲労寿命延命効果は破壊靱性に影響を受ける最終破断過程が抑制されたことによるものではないことが示された．

最後に，き裂進展過程に着目すると，き裂進展速度が 4000 cycle においても，2 分の 1 程度に減速されていることが示される．つまり，本研究における疲労寿命の延命は，き裂進展の抑制により引き起こされたことが示された．

マクロの破面解析から，き裂進展過程における脆性破面率に関しては，補修材が 32.3 %，未処理材が 50.8 %，熱処理材が 46.6 %であった．ストライエーション幅に関しては，補修材が 0.521 μm ，未処理材が 0.400 μm ，熱処理材が 0.343 μm であった．この結果から，き裂先端の脆性的なき裂進展（例えば，粒界き裂進展）が抑制されることで，き裂進展速度が低下したことが示された．これらき裂進展に与える影響は，き裂面内に作成された焼結物，き裂先端の材料組織，元素に依存する．

き裂面内に作成された焼結物は脆性的ではあったが，き裂面内に存在するためくさび効果は期待できる．硬さ測定結果よりき裂面ごく近傍ではマクロな硬さに有意差が確認できた．き裂近傍部の母材の組織とき裂から離れた場所の母材の組織を比較すると，パーライト分率に有意差は確認できなかった．元素分析によりき裂近傍の粒界における炭素偏析が確認され

た．以上から，パーライト分率ではなく，元素偏析もしくは析出物などにより，局所高強度化技術が影響を与え，き裂進展を抑制し，延命したと考えられる．本研究によって，き裂先端の局所高度化技術の構築に成功したと考える．

今後は，焼結体強度を向上させる，き裂/焼結体界面強度を向上させることで，更なる延命効果の向上に向けて研究を行う．

第4章 結言

本研究では，模擬き裂を有する試験片に対して，通電処理と鉄微粒とオイルのペースト，鉄微粒単体を用いた修復処理を行い，その疲労特性の変化を明らかにした．得られた知見を以下に示す．

1. 模擬き裂面内に鉄炭素混合粉の焼結体によるき裂架橋構造が確認された．
2. 未処理材は，7,445 cycle で破断した．熱処理材は 7,160 cycle で破断した．補修材は 10,029 cycle で破断した．補修材は未処理材，熱処理材と比較して約 40%，疲労寿命が向上した．
3. 繰り返し数とき裂進展速度のグラフより，き裂発生よりむしろき裂進展に有意な差が確認された．
4. 模擬き裂近傍のビッカース硬さ測定より，補修材の硬さが最も高くなっていることが確認された．これよりき裂面近傍における局所高強度化には成功したと考える．
5. マクロな組織観察より，炭素微粒子による浸炭によるパーライト析出，熱処理による結晶粒粗大化は確認されなかった．
6. マクロの破面解析から，き裂進展過程における脆性破面率において，補修材が 32.3%，未処理材が 50.8%，熱処理材が 46.6%であることが確認された．
7. ミクロな破面解析から，ストライエーション幅に関して，補修材が 0.521 μm ，未処理材が 0.400 μm ，熱処理材が 0.343 μm であることが確認された．
8. 元素分析結果より，脆化を促進する P 偏析，MnS の存在は確認されなかった．一方で，粒界における C 偏析が確認された．

以上から，パーライト分率ではなく，元素偏析もしくは析出物などにより，局所高強度化技術が影響を与え，き裂進展を抑制し，延命したと考えられる．本研究によって，き裂先端の局所高度化技術の構築に成功したと考える．

参考文献

- (1) 大住圭太，森猛，阪間大介，“鋼床版垂直スティフナ溶接部の疲労き裂に対するストップホール法の効果”，鋼構造論文集，第 23 巻，第 91 号，（2016 年 9 月）
- (2) 橋本国太郎，穴太聖哉，杉浦邦征，山口隆司，三ツ木幸子，鈴木威，田畑晶子，“機械式接合を用いた疲労き裂の簡易応急補修法の検証”，鋼構造論文集，第 22 巻，第 85 号，（2015 年 3 月）

- (3) 金裕哲, 廣畑幹人, 清水越百, 青木康素, 塚本成明昭, “U リブ鋼床版の補修溶接と疲労特性”, 溶接学会全国大会講演概要, 第 94 集, (2014-4)
- (4) Morizono, ISIJ International, (2019)
- (5) 巻野勇喜雄, “粉末成形の基礎と素材製造プロセス 5. 粉末成形と新しい電磁支援焼結プロセス”, 材料, vol.58, no.3, (2009), pp.262-269
- (6) 高橋一比古, 田中義久, “耐疲労スマートペーストをボルト穴に適用した場合の疲労き裂進展の自動抑制および目視検出”, 溶接学会論文集, 第 33 巻, 第 3 号, p211-223(2015).
- (7) 高橋一比古, 牛島通雄, 高橋千織, 植松進, 古谷典子, “アルミナペースト塗布による疲労き裂進展の自動抑制および目視検出”, 溶接学会論文集, 第 22 巻, 第 4 号, p531-541, (2004).
- (8) 河本恭平, 山田岳史, 大塚雄市, “疲労き裂進展抑制による鋼構造物の延命化技術”, R&B 神戸製鋼技報, Vol.65, No.1, p11-15(Apr.2015).
- (9) D. Sasaki, “Joining Interface Condition and Joining Strength of Pulsed Current Sintering for Prolonging Fatigue Life”, 12th International Symposium on Advanced Science and Technology in Experimental Mechanics.
- (10) 佐々木大輔, 川上雄士, “鋼材と鉄微粒子のパルス通電接合体の引張破壊挙動”, 日本材料学会第 67 期通常総会・学術講演会論文集.
- (11) P.J.E.Forsyth, J.Inst.Met, 82, (1953), 449
- (12) 中沢一, 本間寛臣, “金属の疲労強度”, 養賢堂, (1982), 10
- (13) P.J.E.Forsyth, Acta Met, 11, (1963), 703
- (14) 日本材料学会編, “疲労設計便覧”, 養賢堂, (1995), 12

謝辞

本研究は, 公益財団法人大畑財団の 2019 年度研究助成(研究代表: 佐々木大輔)を受けて実施したものです. 関係各位に厚く御礼申し上げます.