高温疲労に対する酸化の影響

金 澤 健 二*

*金属材料技術研究所

Influence of Oxidation on High Temperature Fatigue

Kenji KANAZAWA*

*National Research Institute for Metals

Key Words: high temperature fatigue, low-cycle fatigue, high-cycle fatigue, crack initiation, crack propagation, transgranular crack, intergranular crack, vacuum, atmosphere

1. はじめに

原子力エネルギープラント、発電、化学プラントおよび動力機器などの高温用機械、構造物においては、一度事故を起すと人命にかかわる大惨事を招くことにもなり、社会に及ぼす影響は極めて大きい。したがってそれらの安全性の評価や設計、製造、保守には、使用される材料の高温における強度特性を十分に把握しておくことが必要である。その一つとして、繰返し応力あるいは繰返しひずみによる疲労特性が注目されており、高温機器設計の指針にも取り入れられている¹⁾。実際の高温用機械、構造物は種々の気体あるいは液体の環境下で使用されるので、環境の効果を含めた高温疲労特性の把握が重要視されている。しかしこれまでになされている特殊環境下の高温疲労試験はごく限られたものであり、大気中の試験結果が基礎となることが多い。その大気中の試験結果も環境効果として酸化の効果を含んだものになっている。

高温疲労における酸化の効果は環境効果の基礎とも言うべきものであるが、現在のところ十分に明らかにされているとは言えない。ここでは主に大気中、真空中の高温疲労に関連して発表されている文献より実験事実を概括し、とりまとめてみることを試みた。

2. 高温疲労

図1は縦軸に繰返し応力あるいはひずみを取り、横軸にそれに対応する破壊までの繰返し数(疲労寿命)を取って表わす、いわゆる $S-N$ 曲線の模式図である。高温用機械、構造物で問題となる高温疲労の性格はこの $S-N$ 曲線で大きく二つに分けることができる。一つは繰返し

応力による破壊までの繰返し数の大きい ($10^4 \sim 10^8$ サイクル以上) 高サイクル疲労で、疲労破壊が起るか起らないかの限界である疲労限近傍の現象も含まれている。もう一つは低サイクル疲労で、破壊までの繰返し数は $10^4 \sim 10^5$ サイクル以下で小さい。これは装置の起動、停止あるいは出力変動時に生ずる熱ひずみの拘束によって起る熱疲労²⁾や、応力集中部の高ひずみ領域の疲労に対応するもので、塑性ひずみを含む繰返しひずみによる場合が多い。低サイクル疲労は、疲労破壊が起るか起らないかではなく、何回の起動、停止に耐え得るかといった有限寿命の問題を対象としている。

一般に疲労破壊はある時点において瞬時に起る現象ではなく、繰返し応力あるいはひずみに伴い微細なき裂が発生し、それらが次第に成長して大きくなる過程を経て、最終的な破壊に至るものである³⁾。これらのことは高温疲労においても同じである。そこで高温疲労における酸化の効果を考える場合、単に疲労寿命を対象とするだけでなく、き裂の発生、伝ば過程における酸化の効果を確認する必要がある。

また、大気中での高温疲労の特徴は時間因子に大きく

図1 $S-N$ 曲線の模式図

* 〒153 東京都目黒区中目黒 2-3-12 (2-3-12, Nakameguro, Meguro-ku, Tokyo 153, Japan)

依存する現象であると言える。たとえば高温低サイクル疲労寿命は、繰返しひずみの周波数に大きく依存する^{4)~7)}。この時間因子に依存する現象の原因としては、本主題である酸化の効果⁸⁾、高温下で与えられる繰返しひずみに対する変形挙動の相違の効果⁹⁾および疲労-クリープ相互作用の効果¹⁰⁾などが考えられる。このうちいずれがより支配的な原因になるかは、温度条件や負荷形式によって変るものである⁹⁾。したがって酸化の効果を考える場合、疲労現象に影響を及ぼす他の因子との区別を明確にしておくことも必要である。

はじめに、高温における高サイクル疲労と低サイクル疲労に及ぼす酸化の効果に関連した研究で得られている結果について述べる。

3. 高サイクル疲労

高温における疲労寿命は繰返し応力の周波数に依存するが、広い範囲の周波数に対して調べられた結果の一例を図2に示す¹¹⁾¹²⁾。Ni 基合金 Udimet 700* の 760°C における応力振幅 292 N/mm²、平均応力 326 N/mm² に対する疲労寿命を周波数に対してプロットしている。疲労寿命がピークになる周波数があり、それ以下では周波数の減少とともに疲労寿命は低下し、き裂は表面の粒界から発生するようになる。またそれ以上の周波数でも、周波数の増加とともに寿命は低下するが、この領域ではき裂は内部の粒界あるいは双晶境界から発生する。

図2 760°CにおけるUdimet 700の疲労寿命に及ぼす周波数の効果¹¹⁾¹²⁾

どの程度の真空中での試験であれば酸化の効果が無視でき、大気中での結果との比較から酸化効果を把握することができるかは興味ある問題である。繰返し曲げによる疲労寿命、き裂伝ば速度に及ぼす酸素分圧の影響を調べたものにSmithらの研究¹³⁾がある。疲労寿命の酸素分圧依存性には図3に示すように $10^2 \sim 10^{-1}$ Pa の範囲に遷移領域があり、同一ひずみ振幅に対する疲労寿命は酸

図3 500°および800°Cにおける316ステンレス鋼の疲労寿命に及ぼす酸素分圧の影響¹³⁾

図4 500°Cにおける316ステンレス鋼のき裂伝ば速度に及ぼす酸素分圧の影響¹³⁾

素分圧の減少とともに急激に増加するが、その前後では変化しない。同一き裂深さでの伝ば速度に対しても同様な遷移領域がある(図4)。なおき裂の深い方が、遷移領域での伝ば速度の変化は小さくなり、遷移領域に入る圧力は大きくなる。

また、真空中と大気中とでの高サイクル疲労寿命の差

* 耐熱合金の化学組成については 田中良平: 防食技術, 25, 233 (1976) を参照されたい。

図 5 真空および大気中での 816°C における S816, Inconel 550 の疲労特性¹⁴⁾

図 6 真空および大気中での Mar-M 200 単結晶の疲労特性¹²⁾¹⁶⁾¹⁷⁾

については、高応力レベルにおいては真空中の寿命は大気中よりも大きくなるが、低応力レベルではその差は小さくなり逆転する傾向にある¹⁴⁾¹⁶⁾。図 5 は S816, Inconel 550 の 816°C における結果である¹⁴⁾。なお Mar-M 200 に対する結果 (図 6)¹²⁾¹⁶⁾¹⁷⁾ では、試験温度によって真空中の方が疲労寿命が大きくなる場合もあれば小さくなる場合もある。

高サイクル疲労におけるき裂伝ば速度は応力拡大係数によって表示することができるが¹⁸⁾、高温においても同様の扱いがなされることがある。図 7 は 304 ステンレス鋼の結果¹⁹⁾で、応力比 R (=最小応力/最大応力) を考

図 7 大気、真空、ナトリウム中での 304 ステンレス鋼のき裂伝ば特性¹⁹⁾

慮に入れた有効応力拡大係数に対するき裂伝ば速度は、大気中においては高温下の方が大きい。真空あるいはナトリウム雰囲気中での高温き裂伝ば速度は、同じ温度下の大気中での伝ば速度より小さく、大気中の室温における結果とほぼ同じになる。同様の結果は 316, 321 ステンレス鋼に対する大気中と不活性雰囲気中との試験によっても得られており²⁰⁾、アルゴン、窒素中での 649°C におけるき裂伝ば速度は同温度での大気中のデータに比べて小さくなり、大気中室温のデータとほぼ同じになる。

き裂伝ば速度も周波数に依存する。Haigh ら²¹⁾²²⁾は 1 Cr-Mo-V 鋼に対し 550°C で広い範囲の周波数のもとで、大気中と 2.7×10^{-2} Pa の真空中でき裂伝ば速度を調べている。その結果を図 8 に示す。大気中では周波数の低下とともに疲労き裂伝ばの下限界応力拡大係数(範囲) ΔK_{th} は大きくなるが、 ΔK の大きい領域では周波数の低下とともに伝ば速度は大きくなる。真空中での伝ば速度は周波数に依存せず、かつ James ら¹⁹⁾の結果と同様室

図 8 大気および真空中での 1 Cr-Mo-V 鋼のき裂伝ば特性²¹⁾²²⁾

温の結果と一致している。

4. 低サイクル疲労

2 節で述べたように高温低サイクル疲労は温度変動下の熱疲労に対応して重要視されたものであるが、疲労試験としては一定温度下のひずみ制御試験による場合が多い。ひずみ波形としては図 9 に示すような三角波（連続波）、最大引張あるいは最大圧縮ひずみ時に保持時間を有する台形波、あるいは両側に保持時間を有する台形波などが用いられる。各々の波形における典型的な応力-ひずみ履歴曲線の模式図を併せて示す。全ひずみ幅 ($\Delta \epsilon_t$)、塑性ひずみ幅 ($\Delta \epsilon_p$)、応力幅 ($\Delta \sigma$) の意味は図に示すものとする。なお、ひずみ制御による低サイクル疲労ではひずみの繰返しに伴い材料は硬化、あるいは軟化し $\Delta \epsilon_p$, $\Delta \sigma$ は変化することがあるが、そのような場合は破断繰返し数の約 1/2 における履歴曲線での値を用いることが多い。

図 9 ひずみ波形と応力-ひずみ履歴曲線の模式図

4.1 疲労寿命

大気中での三角波による低サイクル疲労特性の一例として、SUS 316 ステンレス鋼に対する塑性ひずみ幅と疲労寿命の関係を図 10²³⁾ に示す。同一塑性ひずみ幅に対する破断繰返し数の温度依存性をひずみ速度をパラメータにして図 11 に示す。同系統の鋼種に対する Berling ら⁷⁾ のデータと同様に高温下では破断繰返し数はひずみ速度に依存し、ひずみ速度が小さくなると破断繰返し数は小さくなる。なお試験温度の上昇に伴い破断繰返し数は単調に減少するのではなく、より高温になると増加する場合もある。一方真空中での疲労寿命は試験温度やひずみ速度（周波数）の条件に対して鈍感であるとの結果が示されている。図 12 は Coffin によって得られた

図 10 316 ステンレス鋼の高温低サイクル疲労における塑性ひずみ幅と破断繰返し数の関係²³⁾

図 11 316 ステンレス鋼の低サイクル疲労寿命の温度、ひずみ速度依存性²³⁾

図 12 真空および大気中での 593°C における A286 の低サイクル疲労特性²⁴⁾

A 286 に対する結果である²⁴⁾。大気中の 593°C の試験では疲労寿命は周波数に大きく依存しているが、 2.7×10^{-8} Pa といった真空中では 20°C と 593°C の結果は同じであり、また周波数のごく小さい場合を除き、周波数に対しても変化が小さい。なお図中の直線は後述する式

(5) によって回帰したものである。同様に 304 ステンレス鋼でも高温、真空中での破断繰返し数は室温、大気中でのそれと大差ないといったデータも出されている²⁴⁾。

高温低サイクル疲労の破断繰返し数は図 9 に示すような台形波などのひずみ波形およびそのひずみ保持時間に大きく依存する。図 13 はそれを端的に表す 304 ステンレス鋼に対する実験結果²⁶⁾である。最大圧縮ひずみ時あるいは両側に保持時間を有する台形波では、保持時間が 30 分でも、三角波に比べ破断繰返し数の低下はほとんどないが、最大引張ひずみ時に保持時間を有する台形波では、保持時間が長くなるのに伴い破断繰返し数は低下し、ある程度以上の保持時間になると低下現象に飽和する傾向がみられる。

図 14 は 0.5 Mo 鋼に対する曲げ試験による最大ひずみ時の保持時間効果を大気中と 1.3×10^{-8} Pa の真空中で調べた結果である²⁶⁾。それによると、保持時間なしの連続波の試験では、室温でも真空中における破断繰返し数は大気中のそれに比べ約 2 倍に大きくなり、500°C では真空中の結果は大幅に増加し、室温における大気中、真空中の結果の中間に位置する。また 30 分の保持時間を有する台形波試験でも、真空中における破断繰返し数

図 15 真空および大気中での 750°C における 304 ステンレス鋼の低サイクル疲労寿命に及ぼす引張ひずみ保持時間の影響²⁷⁾²⁸⁾

図 13 650°C における 304 ステンレス鋼の低サイクル疲労寿命に及ぼすひずみ保持時間の影響²⁶⁾

図 14 真空および大気中での室温、500°C における 0.5 Mo 鋼の低サイクル疲労寿命²⁶⁾

の方が大気中に比べて大きくなるが、その比は連続波の場合の値よりも小さい。また、304 ステンレス鋼に対する引張圧縮試験による最大引張ひずみ時の保持時間効果を大気中と $1.3 \times 10^{-8} \sim 1.3 \times 10^{-4}$ Pa の真空中で調べた結果が図 15 である²⁷⁾²⁸⁾。図 14 の結果と同様に、真空中と大気中との破断繰返し数の差は三角波試験で大きく、最大引張ひずみ時の保持時間が長くなるほどその差は小さくなる。

4.2 き裂の発生および伝ば形態

図 10 に示した 316 ステンレス鋼の大気中での三角波による疲労試験に関連して、破面および試験を中断した試験片の表面観察で次のような特徴が見られる²⁹⁾³⁰⁾。450°C 以下および 600°C 以上ではひずみ速度が $6.7 \times 10^{-8} \text{ s}^{-1}$ の場合、表面の双晶境界線に沿って形成されたき裂が観察され、また 600°C 以上でひずみ速度が小さくなると結晶粒界より発生したき裂が観察されるようになる (図 16)²⁹⁾。前者の温度、ひずみ速度条件で破断した試験片の破面には疲労破壊特有の条こん (Striation) がみられる (図 17 (a))。600°C でひずみ速度が小さいと明瞭な粒界ファセットが観察されるが (図 17 (b))、700°C でひずみ速度が小さい場合の粒界破面は 600°C におけるほど明瞭でない³⁰⁾。

図 12 に示した A286 に対する疲労試験では²⁴⁾、593°C 大気中においては疲労き裂の核はすべり帯や双晶境界に発生するが、周波数が小さくなるとき裂の核となるそのような場所に局所的な酸化物の形成がみられる。その後

図 16 316 ステンレス鋼の大気中における高温低サイクル疲労による表面き裂発生状況²⁰⁾
 a) 450°C, ひずみ繰返し数 $n=200$, $\Delta\epsilon_t=2 \times 10^{-2}$ mm/mm, ひずみ速度 6.7×10^{-4} s $^{-1}$
 b) 700°C, $n=80$, $\Delta\epsilon_t=2 \times 10^{-2}$ mm/mm, ひずみ速度 6.7×10^{-4} s $^{-1}$

図 17 316 ステンレス鋼の大気中における高温低サイクル疲労破面の走査電顕写真³⁰⁾
 a) 450°C, $\Delta\epsilon_t=10^{-2}$ mm/mm, ひずみ速度 6.7×10^{-4} s $^{-1}$
 b) 600°C, $\Delta\epsilon_t=10^{-2}$ mm/mm, ひずみ速度 6.7×10^{-5} s $^{-1}$ ←き裂伝ば方向

のき裂伝ばは、低周波数下では主に粒界に沿い、き裂は酸化物でおおわれるようになる。一方 593°C, 真空中では、室温と同様疲労き裂はすべり帯や双晶境界に発生し、粒内を伝ばする。またニッケル基鋳造耐熱合金 Udimet 500 の大気中、815°C における低サイクル疲労では³¹⁾, 粒界に沿ってくさび状の酸化物が形成され、それに沿ってき裂が形成されることが観察されている。

図 14 の 0.5 Mo 鋼に関連したき裂観察では次のよう

な結果が得られている²⁰⁾。室温ではき裂は粒内き裂で、介在物から発生するものもある。500°C で連続波の試験では、大気中、真空中とも粒内き裂が観察される。大気中の台形波試験では、保持時間中引張りを受ける側で粒界、粒内混合のき裂になり、圧縮を受ける側では先端が丸まった、幅の広い短い粒内き裂になる。真空中では、保持時間中引張りを受ける側で粒界き裂、圧縮を受ける側で粒内き裂になる。

304, 316 ステンレス鋼などの大気中両側保持台形波、圧縮保持台形波試験で得られる破面は、条こんを伴う粒内破壊が支配的であるが、引張保持台形波試験による破面は粒界破壊が支配的になる^{32) 33)}。しかし、三角波の場合に見られる粒界破面は比較的平坦なものであったが、この場合は小さなディンプルを有する粒界面になっている³⁾。また断面では粒界に沿ってポイドが観察されることもあり³³⁾, これは三角波の場合には見られなかった特徴である。真空中引張保持台形波試験では、試験片内部に発生した粒界分離による微小き裂が互いに連結し、表面に向って拡大するとの観察結果が得られている²⁷⁾。

4.3 き裂伝ば速度

低サイクル疲労領域におけるき裂伝ば速度を表示するのに適当な力学的パラメータは、今のところまだ確立していないが

$$da/dN = A(\Delta\epsilon_p)^{\alpha} a^{\beta} \quad (1)$$

が成り立つと言われている^{34) 35)}。ここで da/dN は 1 サイクル当りのき裂伝ば速度、 a はき裂長さ、 A, α, β は温度、ひずみ速度、ひずみ波形に依存する定数である。

図 18 は Solomon らの A 286 に対する結果で^{36) 37)}, 空気中と 1.3×10^{-6} Pa の真空中でのき裂伝ば速度の周波数依存性を示している。これは $\Delta\epsilon_p=2 \times 10^{-3}$ mm/mm のもので、また式 (1) の β は 1 であったことから縦軸に $d \ln a/dN$ をとっている。実験の範囲ではいずれも空気中の方が伝ば速度は大きくなっている。真空中、空気中とも、周波数の小さい領域では両対数で表示された

図 18 真空および大気中での 593°C における A286 のき裂伝ば速度の周波数依存性^{36) 37)}

図 19 真空中および大気中での 550°C における 0.5 Cr-Mo-V 鋼のき裂伝ば速度³⁸⁾

$d \ln a / dN$ と周波数 ν との関係は傾き -1 の直線となり、き裂伝ば速度は 1 サイクル当りの時間に比例的に依存することを示している。なお、破壊の様式はいずれも粒界破壊である。また周波数が大きくなると真空中では、き裂伝ば速度は周波数に依存せず、一定の領域が現われる。そこでの破壊様式は粒内破壊である。一方大気中で得られた結果の範囲では、き裂伝ば速度は傾きが $-1/2$ に近い周波数依存性を示している。破壊様式は周波数が大きくなるのに伴い混合破壊から粒内破壊に変化する。

図 19 は 0.5 Cr-Mo-V 鋼, 550°C における連続波形による低サイクル疲労き裂伝ば速度を示したものである³⁸⁾。塑性ひずみ幅の小さい ($\Delta \varepsilon_p = 2 \times 10^{-4}$ mm/mm) 場合と、き裂の長い場合を除いて、同一塑性ひずみ幅、同一き裂長さに対する伝ば速度は大気中よりも真空中の方が小さくなる。また図には示していないが、30 分保持の試験では、真空中、大気中とも連続波試験に比べき裂伝ば速度は大きくなる。

5. 高温疲労における酸化の効果

真空中、大気中における疲労寿命の大小関係は、材料、温度、負荷応力レベルによって異なり、一概に真空中における疲労寿命の方が大きくなるとは言えない。き裂の伝ば速度は一般に大気中より真空中の方が小さくなるが、き裂深さあるいはき裂先端の力学的条件の大小によってその差は異なる。

真空中、大気中における疲労特性の相違は試料表面、き裂面およびき裂先端における酸素の吸着、酸化物の形成などによって説明づけることが試みられている。

一般的な吸着モデルでは、新しい表面の形成速度とガスが新しい表面に充分集まる速度とが等しくなるまで、ガス圧の増加に伴いき裂伝ば速度は加速される。図 4 に示すき裂伝ば速度の酸素分圧による変化は吸着のモデルによって定量的にも説明づけられている¹³⁾。同図においてき裂が長くなると遷移する領域が高圧力側に移るが、これは伝ば速度の大きいき裂先端ではより頻繁なガスの衝突が必要となるからである。

吸着によりき裂伝ば速度が変わることを説明する具体的な機構はいくつか提案されており、新たに形成されるき裂面にガスが吸着することにより表面エネルギーが低下することの効果考えたもの¹²⁾¹⁶⁾、き裂先端でのすべりの可逆性の程度の変化を考えたもの³⁹⁾、き裂先端での酸化の進入を考えたもの²⁴⁾³¹⁾、吸着によりき裂表面の圧縮過程における再溶着が阻止される効果を考えたもの⁴⁰⁾などがある。

Duquette, Gell ら¹²⁾¹⁶⁾は、図 6 の 20°C の結果を、ガス吸着による表面エネルギーの低下によって説明している。塑性変形を伴う劈開破壊の開始条件を与える式に Griffith-Orowan の式

$$\sigma_f = C \sqrt{\frac{E(\gamma_s + \gamma_p)}{(1-\nu^2)\pi a}} \quad (2)$$

がある。ここで σ_f は平面ひずみ状態での破壊応力、 C は荷重軸とき裂の方向の関係に依存する定数、 E は縦弾性係数、 γ_s は表面エネルギー、 γ_p は新しいき裂面を形成させるに伴う塑性変形のためのエネルギー、 ν はポアソン比、 a はき裂長さである。ガスの吸着による表面エネルギーの低下 $-\gamma_{ads}$ を考えると

$$\sigma_f = C \sqrt{\frac{E(\gamma_s - \gamma_{ads} + \gamma_p)}{(1-\nu^2)\pi a}} \quad (3)$$

となる。図 6 の結果を与える供試材、Mar-M 200 の初期の疲労き裂の進展は局所的な劈開破壊が繰返し起っていることから、疲労き裂の進展速度の解釈に対して、Griffith-Orowan の式が拡張して適用されている。すなわち、 $-\gamma_{ads}$ が入ることにより破壊応力は低下するので、大気中の方がき裂の進展速度は大きくなり、寿命は低下する。なお、低応力になるほど大気中と真空中との差が大きいのは、 γ_p が小さくなり γ_{ads} の有無が重要な意味を持つようになるからで、 γ_p が $\gamma_s - \gamma_{ads}$ に比べて大きくなる高応力下では大気中、真空中とでき裂の伝ば速度、寿命に差がなくなると考えている。

粒界に沿った酸化の進行は粒界き裂の発生および粒界き裂の伝ば速度を支配することが指摘されている³¹⁾。大気中でのき裂伝ば速度が、酸化の影響を受ける領域よりもはるかに大きいものであれば、大気中でのき裂伝ば速度の酸化による影響は小さいものである。一方、酸化の影響を受ける領域とき裂伝ば速度とが同程度であれば大

気中のき裂伝ば速度は酸化の影響を顕著に受ける。

粒界破壊に限らず粒内破壊の場合も、き裂が長くなり、力学的なパラメータ、例えば応力拡大係数範囲が大きくなるとき裂伝ば速度が大きくなる条件下では、大気中と真空中の伝ば速度の差は小さくなり、酸化の効果が相対的に低下する傾向がある²¹⁾。図4、図8および図19にその傾向が認められる。

Meyn は大気中では条こんが形成されても、真空中で伝ばする疲労き裂は条こんを形成しないことを最初に見出した⁴¹⁾。このような大気中と真空中の相違を Pelloux はき裂先端のすべりの可逆性の有無で説明している⁸⁹⁾。図20(a)は引張過程のき裂開口がき裂先端での交互すべりによって起ることを示している。図20(b)は真空中のき裂進展のモデルで、き裂先端に酸化膜が形成されなければ開口したき裂はある程度可逆的にもどされる。一方大気中では酸化膜によって可逆的なすべりは阻止され、き裂先端はつぶされて図20(c)のようになり条こんが形成される。

大気中の方が真空中よりも寿命が大きくなる場合もある。図6の927°Cの結果はその例であるが、断面のき裂観察から、大気中ではき裂面が酸化物でおおわれるために、圧縮過程でき裂先端が鋭くならず、伝ば速度を遅くするからだと言われている¹⁷⁾。図21にそのモデルを示すが、a, b, c は真空中で圧縮、引張、圧縮過程でき裂先端は鋭くなり、鈍化し、さらに再鋭化する繰返しになるが、d, e, f の大気中では酸化物のためにき裂先端は鋭くならない。図8において大気中のき裂伝ばの下限界応力拡大係数範囲 (ΔK_{th}) が周波数の低下とともに大きく

図21 き裂先端の開閉挙動¹⁷⁾

真空中: a (圧縮)→b (引張)→c (圧縮)
大気中: d (圧縮)→e (引張)→f (圧縮)

なるのは、周波数が低下し、時間が長くなるのに伴いき裂面が形成された酸化物でふさがれ、き裂先端で十分なき裂の開閉が行われなくなるためと考えられている²¹⁾²²⁾。

厚い酸化膜が表面に形成されると疲労き裂の発生が阻止され、疲労寿命が大きくなるとの考えは図5の結果の説明に適している。すなわち低応力、高寿命域では試験時間が長くなることにより厚い酸化膜が形成され、かつ応力が小さいために酸化膜を破壊してまですべりが起らず、き裂が発生し難くなるために大気中の方が寿命が長くなるというのである¹⁴⁾¹⁵⁾。なお、同図における高応力、低寿命域ではき裂先端における酸素の吸着により、大気中で伝ば速度が加速されるために真空中よりも寿命は低下すると考えられている。

6. 高温低サイクル疲労における時間因子依存現象

大気中の高温低サイクル疲労寿命は図10に示したようにひずみ速度に依存する。このような時間因子に依存する現象は必ずしもすべて酸化の効果によるものとは限らない。どのような条件の場合に酸化の効果が重要になるかまとめてみる。

ひずみ速度はひずみ繰返しの周波数 ν とも関連があるが、同一ひずみレベルに対して、周波数と破断時間 t との間には

$$\nu^K t = \text{const} \quad (4)$$

の関係が成り立つことが Eckel⁴⁾ や Coles ら⁵⁾ によって指摘されている。Coffin⁴²⁾ は、 $t = N_f / \nu$ であるので (4) 式を N_f で表した $\nu^{K-1} N_f$ を周波数修正破断繰返し数 (Frequency Modified Fatigue Life) として、塑性ひずみ幅 ($\Delta \varepsilon_p$) と $\nu^{K-1} N_f$ との関係を両対数でプロットすれば、各温度で周波数によらず一つの直線

$$\Delta \varepsilon_p (\nu^{K-1} N_f)^\alpha = C \quad (5)$$

で表示できるとしている。ここで K は温度に依存する定数で、 $K=1$ の場合は破断繰返し数は周波数によらず

図20 大気、真空中のき裂先端のすべり挙動⁸⁹⁾

図 22 316 ステンレス鋼の低サイクル疲労における塑性ひずみ幅と周波数で修正された破断繰返し数の関係²⁸⁾

繰返し数で決まり、 $K=0$ の場合は破断までの時間によって決まることを示している。図 10 の結果を同様にまとめたのが図 22 である²⁸⁾。 K の値は 700°C の方が 600°C よりも大きく、図 11 にも示されているように 700°C の方が周波数効果が小さいことを表している。

大気中では周波数の低下とともに破壊様式が粒内から粒界破壊になる温度域がある。一方図 12 に示したように真空中では疲労寿命の周波数依存性は小さくなり、破壊様式も周波数によって変らず粒内破壊が支配的となっている。このようなことから Coffin は大気中での疲労寿命の周波数依存性は酸化によってもたらされるものと考え、また引張りひずみ保持台形波による寿命の低下も三角波における周波数依存性と同一のものとして扱った⁸⁾。すなわち、1 サイクル当りの時間が長くなると粒界が優先的に酸化され、粒界破壊が起り、寿命は低下するとの考えを強調したもので、4.2 で述べた Udimet 500 の大気中の結果³¹⁾はこの考え方を支持している。また 760°C で Udimet 700 の疲労試験を行うと単一の粒界き裂が形成されるのに対し、 982°C であらかじめ酸化させ、その後疲労試験を行うと多くの粒界き裂が表面に形成されるという結果がある⁴⁰⁾。これも粒界に沿って進行した酸化が粒界き裂の発生を容易にすることを示している。

しかし、図 13 に示すように両側ひずみ保持台形波の場合、1 サイクル当りの時間が長く、周波数が低下しても寿命の低下は少なく、破壊様式も粒内破壊が支配的である。この事実は、酸化効果だけが大気中での周波数の低下に伴う粒界き裂の形式の必要、十分条件ではないことを示している。316 鋼などで、 600°C 、低ひずみ速度三角波でみられる粒界破壊は、高応力、低温度域でのクリープ破壊におけるくさび型の粒界破壊に類似しており、三角波の低サイクル疲労における粒界き裂の形成には粒界すべり変形が大きな役割をはたすものと思われる。しかしまた、ごく低いひずみ速度の場合を除き、粒界すべりだけでは粒界き裂が形成されないのは図 12 の

データからも明らかである。すなわち、低ひずみ速度であれば大気中と同様に真空中でも粒界すべりは起り得るが、真空中では低ひずみ速度でも粒内破壊となり寿命の低下はない。これらのことを考え合せると、大気中の低周波数下の連続波形の低サイクル疲労においては、粒界すべりが起ること、そのような粒界が酸化されることが、粒界き裂形成に必要なことと言える。このような粒界すべりをクリープ効果の一種と考えると、クリープ効果と酸化効果があって寿命の低下、破壊様式の変化が生じたものと言える。

極低速度であれば真空中でも粒界き裂になり、寿命が低下することは Solomon らの図 18 の結果から推測される。また 18-8 ステンレス鋼では台形波試験のうち、引張側保持の場合に著しい寿命の低下が起り、粒界破壊になる。その破面がディンプルでおおわれているのは、粒界に沿って空孔の拡散によりボイドが形成されるからと考えられる。この場合粒界にそった内部き裂も観察される³⁸⁾。また図 15 に示すように真空中と大気中とでの寿命の差は小さい。したがってこのような条件下で形成される粒界き裂には必ずしも酸化の効果は必要ではなく、クリープ効果が寿命の低下を支配するものと考えられる。

図 11 および 22 において、クリープ効果が少ないと思われる 450°C においても著しいひずみ速度依存性が認められるが、これは繰返し変形下でのひずみ時効により低ひずみ速度下では材料は硬化し、き裂伝ば速度が速くなることによるものと、またより高温である 700°C における方が 600°C よりもひずみ速度依存性がわずかなになるのは、ひずみ速度が小さく、1 サイクル当りの時間が長くなると回復が起り、軟化することによるものと考えられている³⁹⁾。

したがって高温低サイクル疲労では、ひずみ波形、周波数、保持時間などの条件は変形挙動の相違——ひずみ時効による硬化、粒内すべり、粒界すべり、空孔の拡散、回復による軟化——をもたらしものであり、酸化などの環境因子との相互作用のもとで破壊様式、き裂伝ば速度、寿命などが決められるものと言える。変形挙動、環境因子のいずれがより支配的になるかは、材料、温度、ひずみ波形、環境等の条件によって異なるものである。

高サイクル疲労においても、図 2 に示すように疲労寿命は周波数に依存するが、変形挙動の相違によって説明づけられている¹¹⁾¹²⁾。同図においてある周波数以下では周波数の低下に伴い寿命は減少するが、これはクリープ成分が増加すること、酸化のための時間が長くなるからと考えられている。また、ある周波数以上では周波数が増加すると寿命は低下する。これは周波数が大きくな

るほど、平面的なすべりがわずかなすべり帯に集中することによるものと考えられている。

7. む す び

以上、実験結果の羅列に終わったが、高温疲労に対する酸化の影響といっても、材料、温度、負荷形式などの諸条件によって変化するものである。したがってその解釈にしても一見、相矛盾するような場合がある。例えば、図 20, 21 のき裂の進展に対する酸化の影響にしても、図 20 では酸化によりき裂先端での可逆的なすべりが阻止され、き裂伝ば速度は大きくなるが、図 21 では酸化物がき裂の鈍化、再鋭化を阻止するために伝ば速度を小さくする。

高温疲労に対する酸化の影響を扱った報告は必ずしも多くはない。今後より多くの実験結果の積み重ねにより、酸化の影響の機構を整理し、その適用範囲を明確にして行くことが必要である。そしてさらには実環境下での材料の高温疲労特性を明らかにし、それらの結果を設計に反映させて行くことが、高温機器のより安全な設計のために必要となる。(1979年8月20日受理)

文 献

- 1) 栄 幸雄, 砂本大造, 西田 隆: 防食技術, **27**, 425 (1978).
- 2) 平 修二編: 熱応力と熱疲労, 日刊工業新聞社 (1974).
- 3) 石橋 正: 金属の疲労と破壊の防止, 養賢堂, 182 (1971).
- 4) J. F. Eckel: *Proc. ASTM*, **51**, 745 (1951).
- 5) A. Coles, G. J. Hill, R. A. T. Dawson & S. J. Watson: *Thermal and High-Strain Fatigue*, Metals and Met. Trust, London, 270 (1967).
- 6) 岩永省吾, 金澤健二, 国尾 武, 岩元兼敏, 上田輝之: 日本機械学会論文集, **34**, 1362 (1968).
- 7) J. T. Berling & T. Slot: *ASTM STP* 459, 3 (1969).
- 8) L. F. Coffin: *ASTM STP* 520, 5 (1973).
- 9) 山口弘二, 金澤健二, 吉田 進: 鉄と鋼, **64**, 1199 (1978).
- 10) S. S. Manson & G. Halford: *Thermal and High-Strain Fatigue*, Metals and Met. Trust, London, 154 (1967).
- 11) F. E. Organ & M. Gell: *Met. Trans.*, **2**, 943 (1971).
- 12) M. Gell & D. J. Duquette: *Proc. Conf. Corrosion Fatigue NACE-2*, 366 (1972).
- 13) H. H. Smith, P. Shahinian & M. R. Acter: *Trans. Met. Soc. AIME*, **245**, 947 (1969).
- 14) A. J. Nachtigall, S. J. Klima, J. C. Freche & C. A. Hoffman: *NASA TN D-2898* (1965).
- 15) G. J. Danek, H. H. Smith & M. R. Achter: *Proc. ASTM*, **61**, 775 (1961).
- 16) D. J. Duquette & M. Gell: *Met. Trans.*, **2**, 1325 (1971).
- 17) D. J. Duquette & M. Gell: *Met. Trans.*, **3**, 1899 (1972).
- 18) P. C. Paris & F. G. Erdogan: *Trans. ASME, Series D*, **85**, 528 (1963).
- 19) L. A. James & R. L. Knecht: *Met. Trans.*, **6A**, 109 (1975).
- 20) M. W. Mahoney & N. E. Paton: *Nucl. Tech.*, **23**, 290 (1974).
- 21) J. R. Haigh: *Eng. Fract. Mech.*, **7**, 271 (1975).
- 22) J. R. Haigh, R. P. Skelton & C. E. Richards: *Mater. Sci. Eng.*, **26**, 167 (1976).
- 23) K. Kanazawa & S. Yoshida: *Proc. Int. Conf. Mech. Behaviour Mat.*, Kyoto, **2**, 283 (1972).
- 24) L. F. Coffin: *Met. Trans.*, **3**, 1777 (1972).
- 25) J. T. Berling & J. B. Conway: *Proc. 1st Int. Conf. Pressure Vessel Technology*, Delft, **II**, 1233 (1969).
- 26) D. J. White: *Proc. Inst. Mech. Eng.*, **184**, 223 (1969-70).
- 27) 鵜戸口英善, 朝田泰英, 三橋俊作, 山中一由: 日本機械学会講演論文集, 770-11 130 (1977).
- 28) 鵜戸口英善, 朝田泰英, 三橋俊作, 山中一由: 日本機械学会講演論文集, 760-9, 51 (1976).
- 29) 山口弘二, 金澤健二, 吉田 進: 材料, **24**, 234 (1975).
- 30) 金澤健二, 吉田 進: 材料, **21**, 219 (1972).
- 31) C. J. McMahon & L. F. Coffin: *Met. Trans.*, **1**, 3443 (1970).
- 32) C. Y. Cheng & D. R. Diercks: *Met. Trans.*, **4**, 615 (1973).
- 33) 金澤健二, 山口弘二, 永井博文: 鉄と鋼, **65**, 923 (1979).
- 34) R. C. Boettner, C. Laird & A. J. McEvily: *Trans. Met. Soc. AIME*, **233**, 379 (1965).
- 35) B. Tomkins: *Phil. Mag.*, **18**, 1633 (1968).
- 36) H. D. Solomon: *Met. Trans.*, **4**, 341 (1973).
- 37) H. D. Solomon & L. F. Coffin: *ASTM STP* 520, 112 (1973).
- 38) R. P. Skelton: *Mater. Sci. Eng.*, **32**, 211 (1978).
- 39) R. M. N. Pelloux: *Trans. ASM*, **62**, 281 (1969).
- 40) N. Thompson, N. Wadsworth & N. Louat: *Phil. Mag.*, **1**, 113 (1956).
- 41) D. A. Meyn: *Trans. ASM*, **61**, 42 (1968).
- 42) L. F. Coffin: *Proc. 2nd. Int. Conf. Fracture*, Brighton, 643 (1969).
- 43) G. F. Paskiet, D. H. Boone & C. P. Sullivan: *J. Inst. Metals*, **100**, 58 (1972).