高純度鉄のひずみ時効と疲労挙動に関する研究*

中 川 隆 夫** 猪 飼 靖**
宮 本 弘 明*** 今 井 武***

A Study on the Strain Ageing and the Fatigue Behaviours of Pure Iron

by

Takao NAKAGAWA, Yasushi IKAI, Hiroaki MIYAMOTO and Takeshi IMAI

(Faculty of Engineering, Kobe University, Kobe)

The fatigue phenomenon of mild steel is characterized by the existence of fatigue limit and coxing effect. Although many researches have been made from the viewpoint of strain ageing brought about by interstitial solute atoms of carbon and nitrogen, the effect of strain ageing on fatigue limit has not been fully understood.

The objective of this work is to clarify the effect of strain ageing on the fatigue phenomenon. The experiments were undertaken from the viewpoint that fatigue is a competitive process of two mechanisms of damage and strengthening of the material. Two techniques were applied for this purpose. One was the measurement of the change in solute contents of C and N atoms by internal friction, and the other the reversion of Cottrell atmosphere.

The experimental results are summarized as follows;

It was recognized that there occurred strain ageing in the fatigue process. By removing the strain ageing effect, the specimen fractured even under the stress lower than the fatigue limit. Fatigue limit by suppressing the dislocation multiplication in the fatigue process became higher than the original value. It was also observed that, as the time rate of strain ageing increased at higher temperatures, the knee of S-N curve shifted to the smaller number of cycles.

(Received Feb. 8, 1978)

キー・ワード：疲労限，ひずみ時効，復元，内部摩擦

1 緒 言

鉄鋼材料の疲労過程においては，明りょうな疲労限の存在や過小応力効果などの他の金属にはみられない特徴的な現象がみられる。これらの現象は，炭素や窒素などの侵入型固溶原子が転位線上に集積するひずみ時効^{1)~3)}によって引き起される，との考えのもとに古くから研究がなされてきた。一方これに対して，疲労限の存在は，微視的疲労き裂先端の曲率半径増大に基づく強化作用に起因する⁴⁾とする考えや，結晶粒界の強度による⁵⁾とする考えなども提示されており，いまだ確定的な説明はなされていない。

著者らは先に低炭素鋼 CH10A および CH10R を用い，疲労途上において生ずるひずみ時効を定量的に測定することによって，疲労現象とは，転位の往復運動

による損傷と加工硬化およびひずみ時効による強化の三者の競合過程であると示唆した⁶⁾。

本実験においては，ひずみ時効が鋼の疲労強度に及ぼす影響を明らかにするため，コットレルふん囲気⁷⁾がある温度および時間の条件のもとに完全に消去するとされる高純度鉄を用いて，次の四つの手法によって研究を進めた。

(1) いったん形成されたコットレルふん囲気を，材料内において回復などの他の変化をもたらしことなく消去させる処理（復元処理）方法を確立し，これを疲労途上の材料に適用して，この時のかたさ変化を測定し疲労過程において生じる加工硬化とひずみ時効による強化を分離する。

(2) 疲労途上における固溶原子量の変化を測定し，転位の単位原子面あたりに析出した固溶原子数の変化を求め，ひずみ時効の進行状況を調べる。

(3) 疲労途上において繰返し復元処理を施すことに

* 原稿受理 昭和53年2月8日

** 正 会 員 神戸大学工学部 神戸市灘区六甲台町

*** 神戸大学大学院 神戸市灘区六甲台町

より、材料内部にひずみ時効が生じるたびにこれを取去った場合の疲労挙動を調べる。

(4) ひずみ時効の進行速度の異なる、各種の温度ふん囲気中（0℃、室温、60℃、100℃）において疲労試験を行う。

2 試料および実験方法

使用した材料は炭素含有量 0.002 % の高純度鉄である。材料の組成を Table I に示す。高純度鉄の 1 mm 厚の板材を Fig. 1 に示す形状に機械加工したのち、熱処理を施し試験片とした。試験片は、平行部長さ 30 mm、幅 8 mm、厚さ 1 mm の板状平滑材である。熱処理は、真空中 700℃ 1 時間保持後 300℃ まで炉冷、300℃ 10 時間保持後室温まで炉冷、の手順によった。熱処理後の試験片の機械的性質を Table II に示す。また結晶粒径は 17 μm であった。

Table I. Chemical composition of the material (%).

C	Si	Mn	P	S	Al
0.002	0.002	<0.005	0.005	0.007	0.003
Cu	Ni	Cr	Mo	O	N
0.012	0.021	0.018	0.004	0.022	0.0013

Fig. 1. Shape and dimensions of the specimen.

Table II. Mechanical properties of the material.

Yield strength (kg/mm ²)	Tensile strength (kg/mm ²)	Elongation (%)	Reduction of area (%)	Hardness H _{IT}
15.0	24.3	51.0	85.0	71.0

疲労試験には万能疲労試験機（島津 UF-500）を用い、1 000 c. p. m. の繰返し速度で片振引張負荷を与えた。

復元処理の温度および時間は、ピッカースかたさの変化、および Granato-Lücke の理論による転位密度の測定により求めた。すなわち加工後にひずみ時効の生じた材料について各種温度条件による復元処理を施し、かたさが加工直後の値にまでもどるような条件を選び、かつこの条件の処理によって新たなひずみ時効や析出時効の起こらないこと、また転位密度の変化の起こらないことを確認して、最適復元条件を求めた。

ある繰返し数だけ疲労させた試料に復元処理を施し復元前後のかたさを測定し、この差をその繰返し数に

おけるひずみ時効による硬化量とした。

C および N 原子の固溶量は、横振動方式による内部摩擦の測定を行い、Snoek の式から求めた。すなわち、自由振動の対数減衰率を Q^{-1} とすれば、スネークピークにおける Q^{-1} の値とピーク温度 T_{peak} から侵入型原子の固溶量 $I.S.$ は次式により求まる。

$$I.S. (wt\%) = 0.0043 \times Q^{-1} \times T_{peak} \quad (1)$$

ある繰返し数だけ疲労させた試料について内部摩擦測定を行い、疲労途上における侵入型固溶原子 C および N の固溶量変化を求めた。

3 実験結果および考察

3.1 S-N 曲線

試料の S-N 曲線を Fig. 2 に示す。これより疲労限度力は 21 kg/mm² である。ただし負荷応力はすべて最大応力で記述することとする。

Fig. 2. S-N curve of the material.

3.2 復元処理条件

6 % の引張加工を加えた後、100℃ に 45 分間保持し、ひずみ時効を生ぜしめた材料について、400~500℃ の各種温度に保った時のかたさの時間的変化を測定し復元曲線を求めた。また同様に、加工後の材料をこれらの各種温度に保った場合の、復元温度における時効曲線を求めた。これらの結果を Fig. 3 および 4 に示す。Fig. 3 および 4 から、復元条件を 550℃ 60 sec とすれば、ひずみ時効によるかたさ上昇は加工直後の値までもどっており、かつ復元処理による新たな時効も生じておらず、適当であると判断される。次に各種

Fig. 3. Reversion curves.
W : as worked
A : aged

Fig. 4. Ageing curves.
W: as worked

Fig. 5. Decrease in hardness by reversion.
W: as worked

Fig. 6. Granato-Lücke plot of heat treated specimen.

の加工度の材料につき常温，60℃，100℃の各温度における時効過程において，復元処理を施した場合，かたさはいずれも加工直後の値までもどり，この復元処理が有効であることが確認された。Fig.5 に30%加工材についての時効復元曲線を示す。

なお，この復元処理によって材料に回復が起っていないことを確かめるため，内部摩擦の測定により転位密度の変化を調べた。Granato-Lücke によれば内部摩擦 Q^{-1} ，ひずみ振幅 ε および転位密度 A との間に次のような関係がなりたつとされる。

$$\ln(Q^{-1} \cdot \varepsilon) = c_1 A + c_2 \cdot 1/\varepsilon \quad (2)$$

(c_1, c_2 : 定数)

したがって Fig.6 に示す Granato-Lücke プロットの縦軸との交点が転位密度に相当する。加工後の時効および復元により，転位密度はほとんど変化せず，この復元処理が完全なものであることが明らかとなった。

3.3 疲労途上のひずみ時効量

材料内部には疲労現象の進行に伴って加工硬化とひ

ずみ時効が生じており，疲労途上においてかたさの上昇がみられる。この材料に復元処理を施すと，ひずみ時効による強化が消失されてかたさの低下が起る。Fig.7 に各応力におけるかたさの上昇および復元処理によるかたさの変化を示す。また疲労途上における試料の変形挙動をみるため，試験片の長さの変化を測定した。この結果を Fig.8 に示す。これらの図から，疲労限度力においては塑性変形停止後も試料のかたさは着実に上昇しており，各繰返し数において復元処理を施した場合，試料のかたさが変形停止時の 6×10^4 サイクルにおける値まで低下していることから，塑性変形停止後の材料にはひずみ時効による強化のみが起っていることが明らかである。

Fig. 7. Decrease in hardness by reversion in fatigue process.

Fig. 8. Change in length in fatigue process.

Fig. 9. Comparison of ageing effect between two types of strain ageing.

つぎに疲労途上に起るひずみ時効（動ひずみ時効）速度と普通のひずみ時効（静ひずみ時効）速度を比較した。疲労限度力のもとに塑性変形の終了する 6×10^4 サイクルの繰返し数だけ疲労させた試料を，室温中に放置しその後の静ひずみ時効によるかたさの時間的変

化を測定した。この結果を Fig. 9 に示す。これから変形が終了したのちの動ひずみ時効速度は常温における静ひずみ時効速度に等しいことがわかる。

3・4 CおよびN原子の固溶量測定

疲労途上におけるひずみ時効の進行状況を、より微視的にとらえるため、疲労途上におけるCおよびN原子の固溶量変化を測定し、さらに転位の単位原子面あたりに析出する固溶原子数の変化を求めた。

CおよびN原子の固溶量変化を内部摩擦法により測定し、この結果を Fig. 10 に示す。疲労途上においてCおよびN原子の固溶量は着実に減少している。これは固溶原子が母相から転位のまわりに析出していくことを示しており、疲労の初期からひずみ時効が起り転位を固着しはじめていることがわかる。この変化はすべての応力のもとで観察される。

Fig. 10. Decrease of solute atom contents in fatigue process.

一方、試料は Fig. 8 にみるとおり、疲労の初期から変形を始めており、材料内部では転位の増殖とひずみ時効による転位の固着とが同時に起っている。そこで試料の変形量から転位密度を求め、先に求めたCおよびN原子の固溶量から、転位の単位面あたりに析出した固溶原子数を計算により求めた。この結果を Fig. 11 に示す。ひずみ時効による強化作用が有効に働いている場合、転位の固着速度が転位の増殖速度を上まわり、転位の単位面あたりに析出する原子数は増加することになる。Fig. 11 によれば、過大応力のもとでは析出原子数は疲労初期から減少し続け破断に至っており、終始転位増殖速度が固着速度より大きいものと判

Fig. 11. Change of cottrell atmosphere density in fatigue process.

断される。疲労限応力のもとでは析出原子数は疲労初期には大きな変化をみせず、ある繰返し数から増加し始める。すなわちこの応力のもとでは、疲労初期の転位増殖速度が比較的小さいため、やがて固着速度が増殖速度を上まわるようになり、この結果ある繰返し数において材料はそれ以上変形しなくなるものであると考えられる。

3・5 予ひずみを与えた材料の疲労

前節の結果から、ひずみ時効による転位固着速度と転位の増殖速度についてさらに研究を進めた。材料にあらかじめ転位増殖速度を抑制させるような処理を施したのち、これを疲労させると、疲労限より高い応力のもとにおいても転位の固着速度が増殖速度を上まわることになり、この結果として疲労限の上昇がみられるはずである。

一般に金属にひずみを与えると転位密度および内部応力が増大し、このことが変形応力の上昇となってあらわれる。この内部応力の増大はひずみ速度が大きいほど著しい。したがって疲労途上におけるひずみ速度より大きなひずみ速度で引張加工を施すことによって予ひずみを与えた材料を疲労させると、内部応力が高くなっているため、同じ負荷応力に対して転位増殖速度は処女材のそれに比べて小さくなる。

試料に疲労試験におけるよりも大きなひずみ速度 (0.071/min) によって、6 および 8.5 % の予ひずみを与えたものについて疲労試験を行った。この結果を Fig. 12 および 13 に示す。予ひずみを与えた材料の塑

Fig. 12. Change in length in fatigue process of prestrained specimen.

Fig. 13. Results of the fatigue tests of the prestrained specimen.

性変形速度は処女材に比べ小さくなり、またこの結果予ひずみを与えることにより疲労限界が上昇することが確認された。

3・6 疲労途上における復元処理の繰返し

疲労途上において材料に繰返し復元処理を施すことにより、ひずみ時効が生ずるたびにこれを消去することができる。この方法によって、ひずみ時効による強化作用の影響を取り除いた場合の疲労挙動が明らかになる。すなわち疲労途上において試料の塑性変形が停止するたびに復元処理を施し、さらに疲労させる。この操作を破断に至るまで繰返す。このようにして求めた結果を Fig. 14 に○印で示す。この図における非破壊データは、負荷応力が材料の降伏応力より小さく、最初から全く塑性変形を起さなかったものである。この結果、材料にひずみ時効が生じるたびにこれを消去させて疲労させると、過小応力のもとにおいても破断が起った。このことから材料の疲労限界の存在は、疲労途上において起るひずみ時効によるものであると考えられる。

Fig. 14. S-N curve of repeatedly reverted specimens.

3・7 疲労試験に対するふん囲気温度の影響

疲労途上に起るひずみ時効の進行速度は温度によっても支配される。そこで 0℃および 60℃, 100℃の各温度ふん囲気中において疲労試験を行い、S-N 曲線を求めて室温における疲労試験の結果と比較した。これを Fig. 15 に示す。これから S-N 曲線の knee 点は高い温度ふん囲気中におけるものほど、より小さい繰返し数域にあらわれている。これは疲労途上に起るひずみ時効の速度が高い温度ふん囲気中におけるほど大きく、ひずみ時効により転位が固着され塑性変形が進まなくなる現象がよりすみやかに起るからである。なお 100℃における疲労試験の結果繰返し数 10^5 サイクル以上の領域でも破壊が起っている。これは Fig. 16 に示すように、常温や 60℃における時効に比べ 100℃における人工時効ではかたき上昇の最大の値が小さいことに起因するものと思われる。

以上一連の実験結果をもとにした考察により、疲労途上の材料には転位の増殖とくに転位の往復運動によ

Fig. 15. Results of the fatigue tests in various ambient temperatures.

Fig. 16. Ageing curves of 6% strained material. W: as worked.

る損傷と、加工硬化およびひずみ時効による強化の二つが起っていることが明らかである。また疲労限界の存在などの現象はこれらの要素の競合の結果生じるものであり、疲労限界とは転位増殖と加工硬化およびひずみ時効の競合が均衡しうような、最大の応力であるといえることができる。

4 結 言

ひずみ時効が鋼の疲労強度に及ぼす影響を明らかにすることを目的として研究を進めた結果、次の結論を得た。

- (1) 高純度鉄のひずみ時効復元条件は 550℃ 60 sec であった。
- (2) 疲労途上においてひずみ時効が起っていることが確認された。
- (3) 疲労途上におけるひずみ時効の速度と静的なひずみ時効の速度はほぼ等しいものであった。
- (4) 材料に予ひずみを与えることにより、疲労限界は上昇した。
- (5) 疲労途上におけるひずみ時効による強化の影響を除いてやると、疲労限界以下の応力のもとにおいても材料は破壊した。
- (6) 異った温度条件のもとに疲労試験を行った結果、高い温度ふん囲気中におけるものほど、S-N 曲線の knee 点は小さい繰返し数域にあらわれた。

終わりに本研究の試験材料である高純度鉄を提供された、神戸製鋼所中央研究所のご好意に感謝します。

(昭和52年11月22日 日本材料学会第11回疲労シンポジウム「疲労における最近の諸問題」にて講演)

参 考 文 献

- 1) Sinclair, G.M., Proc. ASTM, **52**, 743 (1952).
- 2) Lipsitt, H.A., and G.T. Horne, Proc. ASTM, **57**, 587 (1957).
- 3) Lipsitt, H.A., and D.Y.Wang, Trans. AIME, **221**, 918 (1968).
- 4) 大久保肇, 池内一郎, 北岡征一郎, 日本機械学会論文集, **34**, 1349 (1968).
- 5) Yoshikawa, A., et T. Sugeno, Trans. AIME, **233**, 1314 (1965).
- 6) 中川隆夫, 猪飼 靖, 前田隆雄, 材料, **25**, 842 (1976).
- 7) 山口秀夫, 市村 稔, JSME E., **36**, 539 (1972).
- 8) Granato, A., and K. Lüicke, J. Appl. Phys., **27**, 789 (1956).
- 9) Snoek, J., Physica, **6**, 591 (1939); **8**, 711 (1941).