SUS 304L のフレッティング疲労き裂進展と X線フラクトグラフィ†

佐藤 建吉* 児玉 昭太郎**

Fretting-Fatigue Crack Propagation and X-Ray Fractography of SUS 304L

by

Kenkichi SATO

(Faculty of Engineering, Chiba University, Chiba)

and Shotaro KODAMA

(Faculty of Technology, Tokyo Metropolitan University, Tokyo)

It was previously found that the fretting-fatigue crack propagation rate in type SUS 304 L stainless steel increased with crack length, but at a certain length it decreased to a minimum value and then increased again for stress ratios of $R = -0.33$ and 0 . This phenomenon has been interpreted based on the contacting of the crack surfaces. Since SUS 304L is a metastable austenitic stainless steel, the martensitic transformation induced by deformation strengthens the crack tip and may reduce the crack propagation rate. In order to clarify the effect of martensitic transformation on the crack propagation under fretting-fatigue, microbeam X-ray fractography on the fractured surface was performed.

The martensitic transformation occurred both in the fretting- and in the unfretting-fatigue fractured surface. The half value breadth $\Delta(2\theta)$ of the martensitic phase $\alpha'(211)$ varied with crack length a , stress ratio R , and the presence of fretting. The relation between a and $\Delta(2\theta)$ was similar to the relation between a and the crack propagation rate da/dN . It was shown, however, that $\Delta(2\theta)$ did not correspond to da/dN owing to the effect of crack surface contact. Optical metallography showed that the martensite transformation at $a=2\text{ mm}$ for $R=-0.33$ had occurred already to the depth of several hundreds micronmeter from the crack surface. Although the crack propagation may be affected to some extent by this strengthened zone at the crack tip, the retardation of crack propagation in fretting-fatigue was attributed to the heavy contacting of the crack surface in the stage of slantwise crack propagation.

(Received Aug. 10, 1983)

キー・ワード：フレッティング疲労，加工誘起マルテンサイト変態，SUS 304L，X線フラクトグラフィ，半価幅

1 緒 言

著者らは，SUS 304L を供試材とするフレッティング疲労試験を行い，そのき裂進展が応力比 R および接触面圧により大きく影響されることをすでに報告した。とくに， $R = -0.33$ および 0 におけるフレッティング疲労き裂進展は，フレッティングなしの場合の下限界値以下のき裂長さでも 10^{-5} mm/cycle にまで加速するが，その後の進展では一時遅延する現象が示された。これは，フレッティング疲労き裂が傾斜して進展するため，き裂面（破面）が著しく接触することが主因で

あると解釈されている。しかし，これ以外に準安定オーステナイト系ステンレス鋼である SUS 304L の Md 点は約 100°C であるので，常温でも加工誘起マルテンサイト変態（ $\gamma \rightarrow \alpha'$ 変態）が生ずるため，マルテンサイト相（以下 α' 相と呼ぶ）の発現による強化の影響も考えられる。

$\gamma \rightarrow \alpha'$ 変態の疲労特性に及ぼす影響については，Ni-Cr 鋼，ステンレス鋼，TRIP 鋼などの準安定オーステナイト鋼により，コーキング効果，²⁾ 停滞き裂，³⁾ き裂進展速度，⁴⁾⁵⁾ 疲労強度，^{5)~8)} および疲労寿命などに関連づけた研究が行われている。これらによれば， $\gamma \rightarrow \alpha'$ 変態の影響は負荷条件の違いによっても大きく異なり，定荷重負荷試験ではき裂進展を抑え寿命が増加するが，

† 原稿受理 昭和58年8月10日

* 正会員 千葉大学工学部 千葉市弥生町

** 正会員 東京都立大学工学部 東京都世田谷区深沢

定はずみ荷重試験ではむしろ寿命が減少することが報告されている⁸⁾。本実験条件は定荷重荷重試験であり、上述のように α' 相の発現によるき裂進展の抑制効果が関係して、き裂進展の遅延が生じたとも考えられる。

さて、疲労き裂進展挙動に関しては、X線回折法を破面に適用し、これによって得られる情報¹¹⁾のもとついで疲労過程を解明するX線フラクトグラフィ¹²⁾と呼ばれる手法によって検討することも可能である。X線フラクトグラフィは種々の材料に適用されているが、SUS 304 の疲労き裂進展挙動に及ぼす $\gamma \rightarrow \alpha'$ 変態の影響を検討するため、この手法が平ら¹³⁾によってすでに利用されている。

そこで本報においては、フレットング疲労き裂進展にみられた遅延現象と $\gamma \rightarrow \alpha'$ 変態との関係を検討するため、破面に細束X線回折法を適用してデバイ写真を撮影し、これによりき裂長さ¹⁾と α' 相の半価幅の関係を求め、すでに得られているき裂長さ-き裂進展速度関係と比較・検討した。

2 実験方法

2.1 疲労試験条件およびX線回折条件

X線回折試料には別報のフレットング疲労試験およびフレットングなしの疲労試験による破断試験片から、Fig. 1 に示すような起点領域を含む小片を切り出して用いた。供試材の材質は SUS 304L (18.22% Cr-10.02% Ni-0.012% C) であり、負荷条件は Table I に示したとおりである。フレットングは試験片(幅 50 mm, 長さ 360 mm, 厚さ 3 mm)の板厚面に接触長さ 10 mm の平面パッド (SUS 304) を $p=80$ MPa の接触面圧で押付けることにより生じさせた。フレットングなしの場合にはパッドを用いないので $p=0$ である。これらの疲労試験では応力振幅を $\sigma_a=120$ MPa に一定とし、応力比 R (=最小応力/最大応力) を三水準に変えてき裂進展に及ぼす R の影響を調べた。なお、フレットングの場合には傾斜き裂とな

Fig. 1. Sample and irradiated areas on the fractured surface.

Table I. Loading conditions of fatigue test.

Stress amplitude, σ_a (MPa)	120
Stress ratio, R	-0.33, 0 and 0.33
Contact pressure, p (MPa)	80 (Fretting) 0 (Unfretting)
Stress wave	Sinusoidal wave
Frequency, f (Hz)	20

るが、き裂長さはフettingなしの場合と同じく試験片の長手方向に垂直な方向への投影長さとして測定した。なお、供試材の機械的性質は耐力 $\sigma_{0.2}=225$ MPa, 引張強さ $\sigma_B=570$ MPa, 伸び $\delta=57\%$, 絞り $\varphi=65\%$ であった。また、平均結晶粒径は約 $30\mu\text{m}$ であった。

2.2 X線回折条件

試料の側表面(フレットング面)から深さ $a=0.5$, 1.0, 2.0, および 5.0 mm の破面上 (Fig. 1) において細束X線回折を行った。その条件を Table II に示す。本実験では細束X線ビームを用いたが、これはフレットングの影響を受けるき裂長さは数 mm までと浅く、この領域におけるき裂進展挙動とX線回折による情報を対応づけるためである。なお、Table II に示す回折条件によれば、 γ 相、 α' 相に関してそれぞれ二つずつの回折像 ($K\alpha_1\text{-}\gamma(220)$, $K\beta_1\text{-}\gamma(311)$, $K\alpha_1\text{-}\alpha'(211)$ および $K\beta_1\text{-}\alpha'(211)$) を撮影できる^{*)}。

Table II. Conditions of microbeam X-ray diffraction technique.

Characteristic X-ray	Cr-K α_1 Cr-K β_1
Diffraction plane	γ -Fe(220), γ -Fe(311) α' -Fe(211)
Slit (μm)	$\phi 100\text{-}\phi 50$ double pin-hole
Irradiated area (μm)	about $\phi 320$
Tube voltage (kV)	45
Tube current (mA)	0.9~1.1
Distance from specimen to film (mm)	13.5
Camera	Micro-Laue camera for back-reflection
Exposure time (hr)	18
Film	Fuji #150

2.3 半価幅の測定法

次章に示すように (Fig. 3), 破面からの回折像としては γ 相のほかに α' 相の像がある。このうち、 α' 相の回折像は照射位置 $a=0.5$ mm から完全な環状であり、その半径方向の広がりもき裂長さにより顕著に変化すること、および α' 相のき裂進展への影響を調べるための、本研究では $\alpha'(211)$ 像のフィルム黒化

*) $K\alpha$ は $K\alpha_1$ 線と $K\alpha_2$ 線の回折を示し、 $K\beta_1$ は $K\beta_1$ 線による回折を示す。K β 線では $K\beta_1$ 線と $K\beta_2$ 線の波長が大きく異なるので $K\beta_1$ 線だけの回折像が撮影される。

度から半価幅を測定した。測定にはマイクロフォトメータ（マイクロデンストメータ）を用い、フィルムを約70 μm 平方の絞りで測定し、これを10倍に拡大図示した。これにより、バックグラウンドとピークに対する半価幅 $\Delta r(\text{mm})$ を求め、これを次式により角度の半価幅 $\Delta(2\theta)(\text{rad})$ に換算した。

$$\Delta(2\theta) = \Delta r \cdot \sin 2\theta \cdot |\cos 2\theta| / r$$

(θ ; Bragg 角, r ; 回折環半径)

なお、測定は一枚のフィルムにつき回折環の中心を通るほぼ直交した二方向について行い、4点の測定値の平均をとり半価幅 $\Delta(2\theta)$ とした。

3 結 果

3・1 試験後の試験片内部からの回折像

Fig. 2 は、本実験の負荷条件の中で最大応力の最も高い $R=0.33$ の場合の破面から 20 mm 程度離れた試験片内部（マトリクス領域）の長手方向に垂直な面から得られた回折像である。二つの回折像は母相（ γ

Fig. 2. Microbeam X-ray diffraction pattern for matrix region in the specimen tested under $R=0.33$.

相) の $\gamma(311)$ と $\gamma(220)$ のそれであり、 α' 相の回折像はみられない。しかし、これらの回折像は点状であるが、疲労負荷 ($N=7.6 \times 10^4$) により接線・半径方向に広がっている。なお、未試験の試験片（受

Fig. 3. Microbeam X-ray diffraction patterns for the fretting- and the unfretting-fatigue fractured surfaces.

け入れのままで熱処理を施していない)の回折像は、数個の非常に微小な γ 相のはん点であることが確認されている。したがって、これらにおいては $\gamma \rightarrow \alpha'$ 変態は生じていない。

3・2 破面からの回折像

つぎに、フレッティングあり、なしの疲労破面からの回折写真を応力比 R 、き裂長さ(X線照射位置) a により分類してFig.3に示す。これから明らかなように、破面ではFig.2には現れていないマルテンサイト相(α' 相)の回折像が現れている。すなわち、 $\gamma(311)$ 像の内側には濃い $K\alpha-\alpha'(211)$ 像が、そして $\gamma(220)$ 像の外側にはかなり薄い $K\beta_1-\alpha'(211)$ 像がみられる。このうち、内側の $\alpha'(211)$ 像は R 、 a およびフレッティングの有無により変化が著しい。また、 γ 相の回折像は R 、 a によりはん点状から環状へと変化している。そして、これとともに γ 相の回折像はしだいに薄く、逆に α' 相の回折像は非常に濃く(太く)なっており、 $\gamma \rightarrow \alpha'$ 変態が多量に生じていることを示している。

これらの回折像の変化をまとめると、つぎのようになる。

- (1) 母相の $\gamma(220)$ および $\gamma(311)$ 像は、き裂長さ

a の増加とともにはん点状から環状になる。この変化は応力比 R により異なり、 $R=-0.33$ では $a=5\text{ mm}$ においてもはん点状に近いが、 $R=0$ の $a=5\text{ mm}$ 、 $R=0.33$ の $a=2\text{ mm}$ 以上においてはほぼ環状になっている。しかし、これらの変化からフレッティングの影響を知ることは像がしだいに薄くなるために困難であった。

(2) 一方、二つの α' 相の回折像のうち内側の $K\alpha-\alpha'(211)$ 像は $a=0.5\text{ mm}$ ですでに完全に連続した円環状であり、さらに a が増加するとともに太さが増加する傾向を示している。また、 R の違いによっても変化が大きい。さらに、フレッティングでありとなしによっても差がみられるので、フレッティングの影響はこの回折環の半価幅により評価することにする。

3・3 半価幅の変化

$K\alpha-\alpha'(211)$ 像の黒化度を測定し、その半価幅 $\Delta(2\theta)$ を求めた。得られた半価幅 $\Delta(2\theta)$ をき裂長さ(X線照射位置) a により整理し、 $a-\Delta(2\theta)$ 関係としてFig.4に示す。^{*2}

*2 本図において $R=-0.33$ および0の $a=0.5\text{ mm}$ の $\diamond$ 、 $\circ$ はき裂発生のために作用したフレッティング($p=80\text{ MPa}$)の影響があると思われ、データから一応除外した。

Fig. 4. Relations between crack length a and half value breadth $\Delta(2\theta)$ of martensitic phase $\alpha'(211)$.

Fig. 5. Relations between crack length a and crack propagation rate da/dN .

フレッティングなしの場合の a - $\Delta(2\theta)$ 関係は、 a の増加につれて $\Delta(2\theta)$ は単調に増大するが、しだいに飽和する傾向となっている。この傾向は $R=0.33$ で強くみられる。しかし、フレッティングありの場合には $\Delta(2\theta)$ の変化は R により異なり、この関係は複雑である。すなわち、 $R=0.33$ においてはフレッティングなしの場合と同じく単調に増加、飽和の傾向がみられるが、 $R=-0.33$ および 0 における $\Delta(2\theta)$ は a の増加につれてはじめは増加するが、つぎに一時減少し、その後再び増大するという変曲点を伴う変化をしてフレッティングなしの値に近づいている。

これらの傾向はすでに報告したき裂長さ-き裂進展速度関係 (a - da/dN 関係) (Fig. 5) とよく対応している。すなわち、 a - da/dN 関係においてもフレッティングありの場合の $R=-0.33$ および 0 では、き裂の進展に遅延がみられた。しかし、 $\Delta(2\theta)$ の値が R および a によって大きく異なるため、 $\Delta(2\theta)$ と da/dN の大きさにはよい対応は得られなかった。とくに、 $R=-0.33$ と 0 の a の長い領域において著しい差が生じていた。このことは $R=-0.33$ の $\Delta(2\theta)$ がこれよりも平均応力 (最大応力) の高い $R=0$ の $\Delta(2\theta)$ よりも大きいことに起因する。以上の $\Delta(2\theta)$ の R 、 a による変化については次章で検討する。

4 考 察

4・1 応力比およびき裂進展による半価幅の変化について

疲労破面における $\gamma \rightarrow \alpha'$ 変態およびその変態相 (α' 相) の変形量は、①き裂先端近傍での応力集中および破壊時の分離による塑性変形、②き裂の閉口現象によるき裂面 (破面) どうしの接触によって強く影響されると思われる。前者は最大応力 (平均応力または応力比 R) が高く、き裂が長い場合に著しく、一方、後者は $R < 0$ の場合、すなわち圧縮応力負荷となる場合に著しく影響を及ぼす。破面のあらさも半価幅に影響するが、その程度はわずかであるので、半価幅 $\Delta(2\theta)$ はおもに①、②の影響により破面上に形成された α' 相の残留格子ひずみに対するパラメータであるといえる。

フレッティングなしでは垂直き裂であるが、フレッティングありの場合には Fig. 6 に示すように初期には傾斜き裂であるので、接触面圧 p および摩擦によるせん断応力 $q = \mu p$ (μ : 摩擦係数) によりき裂面はすべり接触しやすい。破面の SEM 観察によるとフレッティングなしの場合には $R=-0.33$ においてもすべり接触の痕跡は認められない (Fig. 7(a))。しかし、フレッティングありの場合においては、 $R=-0.33$ では $a=1 \sim 5$ mm にわたり明りょうなすべり接触の痕跡 (接触マーク) が存在し (Fig. 7(b))、 $R=0$ では $a=$

Fig. 6. Morphology of fretting-fatigue crack propagation and contacting crack surfaces.

(a) Unfretting

(b) Fretting

Fig. 7. SEM fractographs at $a=2$ mm on fractured surfaces under $R=-0.33$.

1~2 mm でマークが観察された。しかし、 $R=0.33$ ではフレッティングありの場合においても接触マークは観察されなかった。

これらのことから、フレッティングなしの場合の $R=0$ および 0.33 では、おもに①の影響により a の増大につれて単調に $\Delta(2\theta)$ は増加したと思われる。しかし、 $R=-0.33$ では①の影響のほか②の影響も加わるので、 $\Delta(2\theta)$ は $R=0$ よりむしろ大きくなったものと思われる。

一方、フレッティングありの場合のき裂長さの短い領域においてはフレッティングの作用 (p , $q = \mu p$ の作用) により二軸応力状態 ($\sigma_{\max} > 0$, $p < 0$) となるため、き裂先端での降伏域はフレッティングなしのそれよりも大きくなる¹⁴⁾¹⁵⁾。どの R においても $\Delta(2\theta)$ はフレッティングなしの場合よりも大きいという結果はこ

れにより説明できる. ところが, $R = -0.33$ および 0 においては, 引き続くき裂の進展とともに $\Delta(2\theta)$ がしだいに低下するが, これはフレットング疲労き裂は傾斜き裂であるため, Fig. 7 のようにき裂面のすべり接触により, 著しい変形を受けた破面凸部が摩耗除去され, さらにこれに伴う残留ひずみの解放も関与して, $\Delta(2\theta)$ が低下したものと考えられる^{*3}. これが $R = -0.33$ ではすべり接触が著しいため $a = 1 \sim 5 \text{ mm}$ において, また $R = 0$ ではこれがわずかであるので $a = 1 \sim 2 \text{ mm}$ において生じたものと考えられる. また, $R = 0.33$ では接触は生じないため, $\Delta(2\theta)$ の減少はみとめられない. さらに長いき裂領域においてはフレットングの作用も減少し, 傾斜き裂も垂直き裂に移行するため, おもに①の影響により $\Delta(2\theta)$ は増大し, しだいにフレットングなしの場合に近いものと考えられる.

4・2 マルテンサイト変態のき裂進展に及ぼす影響
緒言でも述べたが, 本材と類似の SUS 304 などのオーステナイト系ステンレス鋼の疲労き裂進展においては, $\gamma \rightarrow \alpha'$ 変態が影響し, き裂進展速度 da/dN は定荷重負荷条件においては低下するといわれている.

疲労き裂進展に及ぼす α' 相の影響はおもにき裂先端近傍における α' 相の量 ($\gamma \rightarrow \alpha'$ 変態量) に関係していると思われる. 本実験においては, Fig. 3 の回折写真からも知られるように, $\alpha'(211)$ 像は $a = 1 \text{ mm}$ においてすでに十分な太さになっており, かなりの α' 相が生成されていることを示している. このことは, 破面近傍の顕微鏡組織観察によっても確認された. Fig. 8 には, $R = -0.33$ の $a = 2 \text{ mm}$ 付近の組織写真を示すが, $R = -0.33$ においてもすでに数百 μm にわたって α' 相が観察されている.

X線回折写真および組織観察の結果から, 本実験では, 1 mm 以上でのき裂進展は α' 相によってすでにある程度強化された (本材は低Cであるので強化の程

Fig. 8. Microstructure at $a = 2 \text{ mm}$ near the fretting-fatigue fractured surface under $R = -0.33$.

*3 破面表層から逐次電解研磨して半価幅の変化を調べた実験結果¹⁶⁾によれば, 半価幅は急激に低下することが示されており, 凸部が摩耗除去されることにより $\Delta(2\theta)$ は低下すると考えられる.

度は小さい) 下におけるものであり, き裂進展に伴う新たな $\gamma \rightarrow \alpha'$ 変態による影響は少ないと考えられる.

このことは, フレットングなしの場合にも $\gamma \rightarrow \alpha'$ 変態は生じているが, $a-da/dN$ 関係にはフレットングありのような変曲点が存在しないことから推定できる. したがって, フレットングありの場合の $a-da/dN$ 関係に変曲点がみられたことは, フレットングなしには関与しない因子である傾斜き裂に起因するき裂面のすべり接触, およびフレットング作用の低下の相乗的な結果であると思われる. Minakawa らはき裂面の接触モデルを提案しているが, これがき裂進展を遅延させることが指摘されている. 本実験の場合にはき裂面の著しい接触がすべりを併せて生じるため, Minakawa らのモデルよりも顕著に da/dN の低下が引き起されたものと推定される. なお, $\gamma \rightarrow \alpha'$ 変態の関係しない Al 合金においても, SUS 304L の場合と同様の da/dN の一時的低下が測定されており, 上述の結論を支持している.

5 結 言

SUS 304L を供試材とするフレットング疲労破面およびフレットングなしの疲労破面に細束X線回折法を適用し, 加工誘起マルテンサイト変態 ($\gamma \rightarrow \alpha'$ 変態) のき裂進展に及ぼす影響について検討した. その結果をまとめるとつぎのとおりである.

- (1) 破面においては著しい $\gamma \rightarrow \alpha'$ 変態が生じていることが細束X線回折写真によって明らかにされた.
- (2) このため, 母相である γ 相はき裂長さ a の増大とともに, また応力比 R が大きいほど加工誘起マルテンサイト変態が著しく, 回折像は点状から連続状となるが, しだいに薄くなる.
- (3) 一方, 変態相である α' 相の回折像は a , R とともにその幅を増す. すなわち, 半価幅の変化が大きい.
- (4) $\alpha'(211)$ 像の半価幅 $\Delta(2\theta)$ とき裂長さ a の関係 ($a-\Delta(2\theta)$ 関係) は, き裂長さ-き裂進展速度関係 ($a-da/dN$ 関係) と傾向的に一致したが, $\Delta(2\theta)$ は a とともに飽和する傾向があり, また破面の接触により影響を受けるので $\Delta(2\theta)$ と da/dN の関係にはよい対応はみられなかった.

(5) 以上のことに関して, フレットング疲労におけるき裂進展の一時的な遅延 ($R = -0.33$, および 0 での) は, $\gamma \rightarrow \alpha'$ 変態がすでになりに生じていることからこれに起因するものではなく, き裂の形態が傾斜き裂であるためにき裂面ですべり接触が生じること, フレットング作用の低下の相乗的な結果であると考えられる.

おわりに, 本研究の遂行に際しての千葉大学工学部 藤井孟助教授, 河合栄一郎教授, 広橋光治助教授お

び長谷川朗講師のご指導, ご協力に深謝いたします。
また, X線回折実験は千葉大学工学部学生(現, (株) 鈴木自工) 古川正明君の協力を得た。同君に感謝いたします。なお, 本研究の一部は文部省科研費(昭和57年度奨励研究A)によることを記し, 感謝いたします。
(昭和58年7月21日 第20回X線材料強度に関するシンポジウムにて講演)

参 考 文 献

- 1) 佐藤建吉, 藤井 孟, 田巻英男, 材料, **33**, 1064(1984).
- 2) 小田 明, 材料, **23**, 279 (1974).
- 3) 幡中憲治, 清水茂俊, 日本機械学会論文集, **48**, 405 (1982).
- 4) A. C. Pineau and R. M. Pelloux, Met. Trans., **5**, 1103 (1974).
- 5) 堀部 進, 関 勇一, 藤田利夫, 荒木 透, 鉄と鋼, **64**, 278 (1978).
- 6) G. R. Chanani and S. D. Antolovich, Met. Trans., **5**, 217 (1974).
- 7) R. G. Luther and T. R. G. Williams, Metal Sci., 219 (1977).
- 8) G. B. Olson, R. Chait, M. Arzin and R. A. Gagne, Met. Trans. A, **11A**, 1069 (1980).
- 9) G. Baudry and A. Pineau, Mater. Sci. Eng., **28**, 229 (1977).
- 10) D. Hennessy, G. Steckel and C. Altstetter, Met. Trans. A, **7A**, 415 (1976).
- 11) 平 修二, 田中啓介, 鉄と鋼, **65**, 450 (1979).
- 12) 児玉昭太郎, 第19回X線材料強度に関する討論会, p. 62 (1982).
- 13) 平 修二, 田中啓介, 遠藤隆士, 大津山澄明, 第15回X線材料強度に関するシンポジウム, p. 25 (1978).
- 14) H. Liebowitz, J. D. Lee and J. Eftis, Engng. Frac. Mech., **10**, 315 (1978).
- 15) C. T. Chou and C. P. Kuo, Engng. Frac. Mech., **16**, 35 (1982).
- 16) 畑中伸夫, 田中啓介, 日本材料学会第32期学術講演会前刷集, p. 58 (1983).
- 17) K. Minakawa and A. J. McEvily, Script Met., **15**, 633 (1981).
- 18) 例えば, 小林英男, 村外志夫, 第27回材料強度と破壊国内シンポジウム論文集, **27**, 97 (1982).
- 19) 佐藤建吉, 藤井 孟, 児玉昭太郎, 日本材料学会第33期学術講演会前刷集, p. 184 (1984).