各種実用鋼の高温高サイクル疲労における酸化効果[†]

金 澤 健 二* 佐 藤 守 夫** 木 村 恵**

Effect of Oxidation on High-Temperature, High-Cycle Fatigue Behaviour of Engineering Steels

by

Kenji KANAZAWA*, Morio SATO** and Megumi KIMURA**

Various roles of oxide in high-temperature, high-cycle fatigue lives of engineering steels in air were classified and discussed to find out the dominant role for each steel and test temperature. The materials examined were 9 kinds of steels such as carbon steels, low alloy steels and austenitic and martensitic stainless steels.

As for the effect of oxidation on high-cycle fatigue, the following three roles of oxide were pointed out: (1) Oxide at the specimen surface prevents crack formation from the surface, and the fish-eye fracture occurs. (2) The propagation process at the early stage of cracks is delayed by the oxide formed on the crack surface and thus the fatigue life is prolonged. (3) Notches acting as crack initiation sites are formed by penetrating oxide from the surface.

At temperatures of 300~400°C for carbon and low alloy steels and 700~800°C for austenitic stainless steels, fish-eye fracture occurred in the high-cycle region above about 10^7 cycles. The oxidation effect (1) is dominant in these conditions. At 600°C for low alloy steels, the fatigue strength decreased drastically in the high-cycle region and a shell-like-pattern was formed at the crack initiation site of fracture surface. The oxidation effect (3) plays an important role in such a condition.

Key words: High-cycle fatigue, High-temperature, Oxidation effect, Fish-eye, Notch, Crack closure

1 緒 言

各種実用鋼の高温高サイクル疲労では、き裂の発生過程と、発生したき裂の初期伝ば過程が疲労寿命の大半を占め、高温大気中における酸化の挙動はこれらの過程に対して大きな影響を与える。著者らは、炭素鋼や低合金鋼の高温高サイクル疲労における酸化の効果を検討し、酸化の効果として

(1) き裂発生過程を抑制し、その結果 fish-eye 破壊を起こさせる、

(2) 初期のき裂伝ば過程を抑制し、疲労寿命を長くさせる、

などの点を指摘してきた¹⁾。しかし、形成される酸化物の特性は鋼種や試験温度によっても異なり、疲労過程に及ぼす効果も異なるものがあるものと思われる。鋼種や試験温度によって、どのような意味での酸化効果が支配的になるのかを明らかにしておくことは、今後酸化効果の定量的な議論を進める上でも、また高温における疲労特性を予測するためにも重要なことである。

金材技研では国産実用材料の疲労データシート作成計画の一貫として、高温高サイクル疲労データの蓄積

を図り、データシートとして公表してきた²⁾。本報告は、すでに得られている種々の鋼種の高温高サイクル疲労結果について、高温下で起こる fish-eye 破壊などを中心に、酸化効果の観点から再検討し、それぞれの材種、試験温度における酸化効果の特徴を区分けしようとするものである。

2 検討の対象とした材料、試験条件範囲

検討の対象とした材料は、金材技研疲労データシートにおいてすでに公表した高温高サイクル疲労データの供試材で、焼入れ、焼戻しマルテンサイト組織の炭素鋼・低合金鋼 (S45C, SCM435)、ベイナイト組織の低合金鋼 (A470-8, SCM4V4)、マルテンサイトステンレス鋼 (SUS403, SUH616)、オーステナイトステンレス鋼 (SUS304, SUS316) および耐熱鋼 (NCF800H) の 9 鋼種である。これらの供試材料の疲労強度の温度依存性と切欠き効果^{3), 4)}および疲労き裂伝ば挙動⁵⁾については、すでに報告されており、化学成分、熱処理条件などは文献 4) に詳細に記載されている。

疲労試験は、直径 8 mm の平行部を有する平滑材に対し、100 N・m の回転曲げ疲労試験機により、回転

† 原稿受理 平成元年 2 月 4 日 Received Feb. 4, 1989

* 正 会 員 金属材料技術研究所 東京都目黒区中目黒, National Research Institute for Metals, Nakameguro, Meguro-ku, Tokyo

** 金属材料技術研究所 東京都目黒区中目黒, National Research Institute for Metals, Nakameguro, Meguro-ku, Tokyo

周波数は 125 Hz, 試験温度は材料の使用条件を考慮して室温から 800°C の範囲で行われたものである。試験片の加熱は 2 kW の傍熱形の電気抵抗加熱炉によっている。

3 結果および考察

3・1 σ_a/σ_B-N_f 曲線

種々の鋼の常温における疲労強度は引張強度と良い相関があり, 特に強度の高い材料は別として, 一般に引張強度の高い材料ほど, 疲労強度も高いことはよく知られている⁶⁾。したがって引張強度で無次元化した応力振幅で疲労強度を見ることは, 疲労強度に及ぼす引張強度の温度依存性の効果を取除き, その他の効果を際立たせる上で有効である。

応力振幅 σ_a を各試験温度における引張強度 σ_B で無次元化して表した σ_a/σ_B-N_f 曲線を同系統の材料に対して 1 例ずつ Fig. 1 に示す。曲線はプロビット法に基づいて求めた平均値を滑らかに結んだものである。

S-N 曲線の形は材種や試験温度によって異なるが, 大きく 3 つのタイプに分けることができた⁴⁾。すなわち, 耐久限が明瞭なもの (A タイプ), 繰返し数 $10^6 \sim 10^7$ で耐久限があるように見えるが, 10^7 サイクル以上の繰返し数で破壊することがあり, ステップを有する S-N 曲線になるもの (B タイプ), 応力振幅の低下に伴い破断繰返し数が次第に大きくなり, 耐久限が認められないもの (C タイプ) である。なお C タイプについては, B タイプのステップの領域が狭くなったような, 変曲点のある曲線になることもある。試験温度が高くなるのに伴い, A $\rightarrow$ B $\rightarrow$ C タイプ, あるい

は A $\rightarrow$ C タイプに移行するのが一般的であった。各材料, 各試験温度における S-N 曲線の形についてはすでに報告しているが⁴⁾, 後述する Table I にその結果を合わせて示しておく。なお, 当然のことであるが σ_a/σ_B-N_f 曲線の形そのものは S-N 曲線と同じである。

σ_a/σ_B-N_f 曲線の温度依存性は個々の材料によって異なるが, 同系統の材種の範囲では以下のような類似的依存性を示している。

- ・焼入れ, 焼戻しマルテンサイト組織の炭素鋼・低合金鋼 (S45C, SCM435): 200°C の σ_a/σ_B-N_f 曲線が最も低 σ_a/σ_B 側にあり, 温度が高くなるのに伴い同一寿命に対する σ_a/σ_B は高くなる。特に $10^5 \sim 10^7$ の寿命域でその傾向は著しい。

- ・ベイナイト組織の低合金鋼 (A470-8, SCM4): 温度が高くなるほど, 同一寿命に対する σ_a/σ_B は高い値になるが, 室温における結果は上述の焼戻しマルテンサイト組織などの結果よりも高 σ_a/σ_B 側にあるので, 温度による差は必ずしも大きくない。なお, 600°C の結果は, 10^7 サイクル以上で急激に低下し, 最も低い値になる。

- ・マルテンサイトステンレス鋼 (SUS403, SUH616): 室温から 500°C の温度域では, 温度による差は小さい。しかし, 600°C の結果はおおよそ 10^7 サイクル付近で他の温度の結果と交差し, 低寿命域では高 σ_a/σ_B 側に, 10^8 サイクル近くでは低 σ_a/σ_B 側になる。

- ・オーステナイトステンレス鋼, 耐熱鋼 (SUS304, SUS316, NCF800H): 400~600°C では温度による

Fig. 1. σ_a/σ_B-N_f curves.

差はあまり認められないが、700, 800°C では高 σ_a/σ_B 側に位置するようになる。

疲労強度に及ぼす引張強度の温度依存性の効果を取除くため応力振幅を引張強度で無次元化した σ_a/σ_B - N_f 曲線においても温度依存性が認められた。その原因としては、大気中試験における酸化の効果が考えられ、すでに指摘してきたように、き裂発生や初期の伝ば過程に及ぼす酸化の効果によって σ_a/σ_B - N_f 曲線は変化し得るものと思われる。しかし試験中の材質変化の効果なども考えられる。すなわち、引張試験は比較的短時間の試験であるのに対し、疲労試験は長時間を要し、特に高温下では試験中の材質変化に伴い強度変化の起こる可能性がある。

3・2 破面観察結果

試験温度、応力レベルによっては、破壊した試験片の破面に fish-eye が形成される。Fig. 1 中の黒印は破面に fish-eye が認められたものである。室温では fish-eye は認められず、高温下では、ステップを有する σ_a/σ_B - N_f 曲線の場合はその段よりも、また変曲点を有する曲線の場合は変曲点よりも、それぞれ低応力側、すなわち高サイクル領域で fish-eye 破壊が起こっていた。fish-eye 破壊をした試験片の破面の巨視的な様相の特徴は、最終破断部も含め、比較的平坦な領域が広いことであった。

Fig. 2 は fish-eye の例である。この fish-eye はほぼ円形で、その起点部には介在物が認められたが、起点部が介在物でなく粒界面のような場合もあった。¹⁾

なお、マルテンサイトステンレス鋼ではいずれの温度域でも fish-eye は形成されなかった。また、SCMV4 鋼および A470-8 鋼の 600°C において、 10^7 から 10^8 サイクルにかけて σ_a/σ_B - N_f 曲線が急激に低下する領域でも、fish-eye は認められなかった。しかしそこでは Fig. 3 (a) に示すように、表面に起点があり、円周方向ではなく、内部方向に広がっている領域

SCMV4, 300°C, 330 N/mm², 5.85×10^7 cycles

Fig. 2. Example of fish-eye fracture.

(a) SCMV4, 600°C, 220 N/mm², 3.58×10^7 cycles.

(b) SCMV4, 600°C, 190 N/mm², 7.34×10^7 cycles.

Fig. 3. Examples of shell fracture.

が認められた。その領域はまさに貝の殻のような形をしており、以下 shell と呼ぶことにする。なお、shell は Fig. 3 (b) に示すように、同一試験片の破面において複数観察される場合もあった。Fig. 1 において、shell の認められた試験片のプロットには*印を付けた。

一般に高温下で破壊した試験片の破面では、き裂発生個所を含む表面近傍のある領域は、酸化のされ方が他の領域と異なり、色の変化や光沢の度合などで区別することができる。特に炭素鋼や低合金鋼では、500, 600°C のような高温になると表面近傍の破面に、凸レンズの断面のような形状をした平坦で、光沢を帯びた領域が形成されているのが認められた。このような領域は fish-eye あるいは shell 破壊を起こす、起こさないにかかわらず認められた。Fig. 3 (a) もその 1 例である。

3・3 高温高サイクル疲労における酸化の効果と σ_a/σ_B - N_f 曲線

ここでは、すでに指摘してきた高温高サイクル疲労における酸化効果なども含め、酸化効果により σ_a/σ_B - N_f 曲線がどのように変わり得るのかについて考えてみる。その結果を模式的に示したのが Fig. 4 である。一

Fig. 4. Effect of oxidation on high-temperature, high-cycle fatigue lives.

点鎖線は酸化の効果が無い場合の曲線を表し、実線はそれぞれの酸化効果がある場合の σ_a/σ_B-N_f 曲線の特徴を示している。

なお、3・1節で述べたように σ_a/σ_B-N_f 曲線の温度依存性をすべて酸化の効果によるものとすることはできない。実際の σ_a/σ_B-N_f 曲線の温度依存性のうち、酸化効果の寄与がどの程度であるかの定量的な議論は今後の課題とし、ここでは定性的な説明にとどめることにする。

(1) 表面におけるき裂発生を抑制し、fish-eye 破壊を起こさせる効果¹⁾

このような効果がある場合の σ_a/σ_B-N_f 曲線の典型的な形が Fig. 4 (a) である。

一般に切欠きや欠陥を含まない材料の表面における疲労き裂の発生には、表面に突き出るすべり変形の繰返しが必要で、すべりが集中したところがき裂発生の起点となる⁷⁾。応力が高いと酸化皮膜が形成されていても表面に突き出るすべり変形は容易に起こり、き裂は発生する (Fig. 5 (a))。そのような状態のもとの σ_a/σ_B-N_f 曲線の位置は、酸化の効果の無い場合と変わらない。しかし、応力が低くなり、また高温環境にお

Fig. 5. Effect of oxide on fatigue crack initiation at specimen surface.

いて表面に形成される酸化皮膜が、表面に突き出るすべり変形に対して十分な抵抗になるのであれば、転位の動きは酸化物とマトリックスの界面で阻止され、表面に突き出るすべり変形は起こらなくなる (Fig. 5 (b))。このような状況のもとでは表面におけるき裂の発生は抑制されることになり、酸化の効果が無い場合の σ_a/σ_B-N_f 曲線関係よりも長寿命側になる。しかし、たとえ酸化皮膜により表面き裂の発生が阻止されても、表面にき裂を発生させるのに十分な応力条件のもとでは、介在物など内部の欠陥からき裂が発生する可能性はある。このようなき裂が表面に出るまで成長し、最終的な破壊に至るならば、 σ_a/σ_B-N_f 曲線としてはステップを有する形になり、ステップより高サイクル域で破壊する試験片には fish-eye が形成される。

(2) 初期のき裂伝ば過程を抑制し、疲労寿命を長くさせる効果

き裂面に形成される酸化物には、き裂閉口を起こしやすくし、き裂伝ば速度を低下させたり、 ΔK_{th} を見かけ上高くする効果がある⁸⁾。すべり帯に沿って発生したき裂は、応力軸に垂直な面に沿って成長、伝ばする。その際、き裂面に酸化物が形成されるならばき裂閉口が起こりやすくなり、伝ば速度は低下することになる。速度が低下すると、伝ばに要する時間もかかり、酸化物はより形成されることになる。初期の疲労き裂がある程度の深さまで遅い速度で伝ばした領域と、その後急速に伝ばして破壊にいたる過程の領域との境が、凸レンズの断面の形状をして残されたものと思われる。このように初期のき裂伝ば過程が抑制されるならば、疲労寿命は長くなる。このような酸化の効果によって、 σ_a/σ_B-N_f 曲線としては Fig. 4 (b) のように長寿命側に移行した形になる。

(3) き裂発生の起点を形成させる効果

金属表面の様な酸化皮膜は、すでに述べた酸化の効果 (1) により、高サイクル疲労におけるき裂発生を抑制するが、温度が高く、長時間になり金属表面の様な酸化でなく、局部的に内部に酸化が進行するよう

SCMV4, 600°C, 175N/mm², 1.01×10⁶ cycles

Fig. 6. Example of notch formed by oxide.

な場合には、切欠きの効果として疲労き裂の発生に対して影響を与えるものと思われる。Fig. 6 は SCMV4 鋼の 600°C、 10^8 サイクル付近で破壊した試験片の断面である。局部的に酸化が内部に向けて進んでいることがわかる。このような意味での酸化の効果は、Fig. 4(c) に示すように疲労限に相当する σ_a/σ_b より低い値においても疲労破壊をもたらすことになる。

なお、このような状況のもとでのき裂発生と、それに続く伝ばによって形成される破面の様相が、Fig. 3 に示す shell と対応している。このような形態は、き裂の起点は表面にあり、酸化効果(2)により、伝ば速度は遅くなるものの円周方向よりも内部方向に優先して伝ばが進み結果生じたものと考えられる。表面円周方向への伝ばが遅れるのは、酸化効果(1)により、表面に突出する変形が阻止されることも一因と思われる。なお、Fig. 3(b) に示す shell の例の中には、表面の部分が円周方向にかなり長く形成されているものもあるが、これは内部方向への酸化により形成された切欠きが円周方向に長く存在したことによるものと思われる。

3・4 各酸化効果の支配的な温度領域

前節において3通りの意味での高温疲労における酸化効果を述べた。各効果をそれぞれ(1)、(2)、(3)で表すこととし、材料や試験温度が変わることにより、どのような意味での酸化効果が支配的になるかについて

まとめたのが Table I である。各欄の上段に記されている A, B, C の記号は3・1節で述べた S-N 曲線のタイプである。また、I, II の数字は、疲労強度の形状係数 K_t 依存性に関する特徴を示したもので、 $K_t=3$ までの切欠き材の疲労において、 K_t-K_f (K_f は切欠き係数) 関係に分岐点が認められない条件を I で、停留き裂が生じやすく、分岐点が認められる条件を II で表している。

炭素鋼、低合金鋼では 200, 300°C で(1)の効果が、400, 500°C で(1)と(2)の効果、600°C で(1)、(2)、(3)の効果が現れるようになる。マルテンサイトステンレス鋼では、500°C まで特に顕著な酸化効果は認められず、600°C で(2)の効果が現れる。なお、600°C の高サイクル域では σ_a/σ_b-N_f 曲線は急激に低下するが、そこでは SCMV4 鋼で見られたような shell は認められなかった。この σ_a/σ_b-N_f 曲線の低下は酸化効果(3)によるものではなく、試験温度 600°C が焼戻し温度の 640, 630°C に近いため、試験時間の経過と共に焼戻しが進み、軟化したことによるものと考えられる。オーステナイトステンレス鋼、耐熱鋼では 700°C 以上で(1)、(2)の効果が現れている。いずれのステンレス鋼においても、酸化の効果は低合金鋼の場合と比べかなり高温側で現れることがわかる。

酸化効果(1)のみが支配的な場合には、S-N 曲線は B タイプになるが、酸化効果(2)が加わると C タイプ

Table I. Effect of oxidation on fatigue life.

Material \ Temp. (°C)	RT	200	300	400	500	600	700	800
S45C	A I	A I	B I	B II	C II	※	※	※
	—	—	1	1, 2	1, 2			
SCM435	A I	B I	B I	C II	C II	※	※	※
	—	1	1	1, 2	1, 2			
A470-8	A I	※	※	C II	C II	C II	※	※
	—			1, 2	1, 2	1, 2, 3		
SCMV4	A I	※	B I	C II	C II	C II	※	※
	—		1	1	1, 2	1, 2, 3		
SUS403-B	A I	※	A I	A I	C I	C II	※	※
	—		—	—	—	2		
SUH616-B	A I	※	A I	C I	C I	C II	※	※
	—		—	—	—	2		
SUS304-HP	A —	※	※	A —	A —	A II	C II	※
	—			—	—	—	1, 2	
SUS316-HP	A I	※	※	A I	A I	A II	C II	※
	—			—	—	—	1, 2	
NCF800H-B	A I	※	※	※	A I	A I	B II	B II
	—				—	—	2	1, 2

※: Not tested.

の S-N 曲線になりやすい。これは Fig. 4(a) と Fig. 4(b) が合成された S-N 曲線とすると考えやすい。高応力のもとでは表面き裂が発生するが、効果(2)により伝ば過程が抑えられて寿命は長くなり、また低応力のもとでは効果(1)によりき裂発生過程が抑えられても、fish-eye によるき裂が発生し、破壊に至り全体として右下がりの C タイプの曲線になる。また、fish-eye によりき裂ができて、その伝ば過程は効果(2)により抑えられることもあり、曲線としては必ずしも滑らかになるとは限らず、変曲点のある曲線にもなり得るものと思われる。

効果(3)が起こる環境下では、効果(1)と(2)も意味を持つので、比較的高い応力のもとで、内部方向への酸化により形成された切欠きからき裂が容易に発生したとしても効果(2)により伝ば速度が遅くなり、疲労寿命としては特に短くなることはない。Fig. 4(c)には効果(1)による寿命よりも低寿命側に示したが、同等の寿命であれば fish-eye 破壊と shell 破壊が混在する場合もあり得ることになる。しかし、今のところそのような破面は観察されていない。効果(3)については、疲労限に対応する σ_a/σ_B よりも低い応力で破壊することがある点に、注意を払わなければならない。

4 結 言

高温大気中における高サイクル疲労寿命に及ぼす酸化の効果の役割を分類し、鋼種、試験温度によってどのような意味における酸化効果が支配的になるかを調べ、以下の結果を得た。検討の対象とした材料は、炭素鋼、低合金鋼、マルテンサイトおよびオーステナイトステンレス鋼など9鋼種である。

(1) 酸化の効果としては、

- 1) き裂発生過程を抑制し、その結果 fish-eye 破壊を起こさせる、
- 2) 初期のき裂伝ば過程を抑制し、疲労寿命を長

くさせる、

3) き裂発生起点を形成させる、

効果のあることが明らかになり、材種、試験温度によってどの意味での酸化効果が支配的になるかを区分けすることができた。

(2) 炭素鋼、低合金鋼では 300~400°C、オーステナイトステンレス鋼では 700~800°C において 10^7 サイクル域で破壊した試験片の破面には fish-eye が観察され、酸化効果(1)が支配的になっていた。

(3) 低合金鋼の 600°C においては、高サイクル域で疲労強度が急激に低下し、破面には貝の殻状のコン跡が認められた。これらの原因としては酸化効果(3)が考えられた。なお、マルテンサイトステンレス鋼においても、600°C の高サイクル域では疲労強度は急激に低下したが、その原因は酸化の効果よりも、試験温度が焼戻し温度に近い、試験中の焼戻し軟化によるものと考えられた。

(昭和63年12月16日 第26回高温強度シンポジウムにて講演)

参 考 文 献

- 1) 金澤健二, 木村 恵, 佐藤守夫, 西島 敏, 材料, **37**, 1423 (1988).
- 2) 例えば金属材料技術研究所, “金材技研疲れデータシート”, No. 14 (1979).
- 3) 金澤健二, 山口弘二, 佐藤守夫, 鈴木直之, 金尾正雄, 材料, **30**, 454 (1981).
- 4) 金澤健二, 山口弘二, 佐藤守夫, 西島 敏, 材料, **37**, 245 (1988).
- 5) 金澤健二, 山口弘二, 鈴木直之, 佐藤守夫, 金尾正雄, 材料, **32**, 640 (1983).
- 6) 西島 敏, 金材技研疲れデータシート資料, No. 1 (1981) 金材技研.
- 7) W. A. Wood, Phil. Mag., **3**, 692 (1958).
- 8) J. R. Haigh, Eng. Fract. Mech., **7**, 271 (1975).