クリープ疲労き裂伝ばにおける微視組織的微小き裂から 力学的巨視き裂への遷移挙動†

多 田 直 哉* 飯 尾 真 司*
北 村 隆 行** 大 谷 隆 一***

Transition Behavior of Creep Fatigue Crack Propagation from Microstructurally Small Crack to Mechanically Large Crack

by

Naoya TADA*, Shinji IIO*, Takayuki KITAMURA**
and Ryuichi OHTANI***

In order to clarify the crack propagation behavior in the transition state from microstructurally small cracks to mechanically large cracks under creep-fatigue conditions, crack propagation tests were carried out using three kinds of specimens of a Type 304 stainless steel; (1) smooth specimens, (2) smooth specimens with small pre-cracks (about 100 μm) introduced by fatigue at room temperature, and (3) through notched specimens. It was found that the scatter in the propagation rate due to microstructural inhomogeneity was emphasized for small cracks of shorter than 100 μm in half length being equal to two grain diameters. Most of small cracks arrested and the maximum value of their propagation rates showed little dependence on the crack length. On the other hand, this scatter converged upon the mechanically large crack propagation rate when the half crack length on the specimen surface reached about 500 μm . Numerical simulation was carried out based on a model of random fracture resistance of grain boundaries which had been used only for the simulation of small cracks. The model was also applicable to the transition state from microstructurally small cracks to mechanically large cracks.

Key words: Microstructurally small crack, Mechanically large crack, Creep fatigue, 304 stainless steel, Numerical simulation

1 緒 言

著者らは今までに、数種類の耐熱合金の高温クリープ疲労に関して、切欠き試験片による巨視き裂（半長約 1 mm 以上）の伝ば試験¹⁾⁻³⁾および平滑試験片による微小き裂（半長約 100 μm 以下、2 ~ 3 結晶粒径以下）⁴⁾⁻⁹⁾の発生・伝ば試験を実施してきた。その結果、前者のき裂伝ばは破壊力学によって説明でき、伝ば速度はクリープ J 積分範囲 ΔJ_c と一価関係を示すこと、一方、後者の微小き裂は、き裂近傍の微視組織の影響を受けて同一負荷、同一き裂長さにおいてもき裂ごとに異なる伝ば速度を示し、さらに、同一き裂についても高速伝ばと低速伝ばを繰り返すなど特有の不規則な挙動を示すことが明らかとなった。ところが、高温における微小き裂の観測は容易でないために、微小き裂が巨視き裂に成長するまでの過程を統一的かつ体系的に論じられた例はない。

本研究では、クリープ疲労条件下において顕著な不規則性を示す「微視組織的微小き裂」から破壊力学パラメーターが適用可能となる「力学的巨視き裂」までの伝ば挙動の推移を理解することを目的として、①平滑試験片表面に発生する微小き裂（半長 20 μm 程度）の伝ば挙動、②表面疲労予き裂（半長 100 μm 程度）からのき裂伝ば挙動、③ 1 mm 以上の切欠きからのき裂伝ば挙動を詳細に観察した。さらに、著者らは今まで微小き裂の不規則な発生・伝ば挙動に関して粒界破壊抵抗分布モデルを用いて数値シミュレーション¹⁰⁾⁻¹²⁾を実施してきたが、微小き裂から巨視き裂への遷移に対しても本モデルが有効であるかどうかを検討した。

2 試 験 方 法

供試材は、Table I に化学成分を示すオーステナイト系ステンレス鋼 SUS304 の溶体化処理丸棒材であり、平均結晶粒径は約 50 μm である。クリープ疲労

† 原稿受理 平成 3 年 10 月 21 日 Received Oct. 21, 1991

* 学生会員 京都大学大学院 〒606-01 京都市左京区吉田本町, Graduate Student, Kyoto Univ., Sakyo-ku, Kyoto, 606-01

** 正 会 員 京都大学工学部機械工学教室 〒606-01 京都市左京区吉田本町, Dept. of Mech. Eng., Kyoto Univ., Sakyo-ku, Kyoto, 606-01

*** 正 会 員 京都大学工学部物理工学教室 〒606-01 京都市左京区吉田本町, Dept. of Eng. Sci., Kyoto Univ., Sakyo-ku, Kyoto, 606-01

Table I. Chemical composition of a Type 304 stainless steel.

C	Si	Mn	P	S	Cu	Ni	Cr	Mo	Fe
0.06	0.31	1.07	0.31	0.018	0.44	8.68	18.37	0.25	Bal.

条件下において結晶粒界に沿う微小き裂から巨視き裂に至るまでの伝ば挙動を観察するために、以下の3種類の試験およびき裂観察を行った。

試験(1) 中実丸棒試験片 (Fig. 1(a)) の表面に発生した半長 20~100 μm のき裂の伝ば挙動の観察。^{5), 8)}

試験(2) クリープ疲労試験前に室温疲労にて中実丸棒試験片 (Fig. 1(b)) 表面に半長約 100 μm の予き裂を導入し、その予き裂からの伝ば挙動の観察。

試験(3) 中空薄肉円筒型試験片 (Fig. 1(c)) の平行部中央に導入した全長約 1.85 mm の切欠きからの貫通き裂伝ば挙動の観察。²⁾

以後、これら表面および貫通き裂の長さは、応力軸に垂直な方向に投影した長さの半分 (半長) でもって代表する。

後述の試験条件による試験(1)では、試験片表面に非常に多くの粒界き裂が発生するため、き裂が長くなるとともにき裂合体が頻繁になる。したがって、長さ約 100 μm 以上では、合体の効果を除去した単独のき裂伝ばに関する挙動を観察することが極めて困難であ

Fig. 1. Test specimens.

Fig. 2. Strain and stress waveforms. (a) strain controlled c-p type, (b) strain controlled c-c type, (c) stress controlled c-p type, and (d) stress controlled c-c type.

る。そこで、長さ約 100 μm ~1 mm の範囲のき裂伝ばの観察は、試験(2)の予き裂試験片によって行った。試験(3)は、さらに大きなき裂の伝ば挙動を調べるために従来より行ってきた試験である。

クリープ疲労試験は、電気炉を具備した電気・機械式サーボ疲労試験機、または高周波誘導加熱装置を具備した電気・油圧式サーボ疲労試験機を用いて、温度 923K (650°C)、大気中にて実施した。用いたひずみ・応力波形と負荷条件をそれぞれ Fig. 2 と Table II に整理して示す。試験(1)および(2)では平行部の標点間距離約 10 mm の変位を、試験(3)ではき裂中央直上下の変位を測定して、荷重と変位のヒステリシス・ループを試験中随時記録した。また、試験(1)および(2)では、寿命の約 1/10 の繰返し数ごとに試験を中断して、試験片表面のき裂長さを光学顕微鏡を用いて測定した。試験(3)では測微顕微鏡によって試験中随時き裂長さを測定した。

3 試験結果とその考察

3・1 微小き裂伝ば速度のばらつきと巨視き裂伝ばへの収束

Fig. 3 は、試験(1)の平滑試験片表面に発生したクリープ疲労寿命中期における微小き裂の様相を示す写真である。非常に多くのき裂が発生しており、大気中で試験を実施したため、き裂周辺には酸化層が見られる。なお、この段階での長さ 20 μm 以上のき裂の密度は、約 36 個/ mm^2 に達している。Fig. 4 には、試験

Table II. Test conditions.

(a) Test (1) for microstructurally small crack of 20 to 100 μm in length.

Strain waveform	Total strain range $\Delta\epsilon_t$ (%)	Tensile strain rate $\dot{\epsilon}_{ten}$ (%/s)	Compressive strain rate $\dot{\epsilon}_{com}$ (%/s)	Symbol in figures
c-p type	1.5	1×10^{-4}	2×10^{-2}	$\triangle$
c-c type	1.0	2×10^{-3}	2×10^{-3}	$\square$

(b) Test (2) for transient crack of 100 μm to 1 mm.

Strain waveform	Total strain range $\Delta\epsilon_t$ (%)	Tensile strain rate $\dot{\epsilon}_{ten}$ (%/s)	Compressive strain rate $\dot{\epsilon}_{com}$ (%/s)	Symbol in figures
c-p type	1.5	1×10^{-4}	2×10^{-2}	$\triangle$
c-p type	1.0	1×10^{-4}	2×10^{-2}	$\circ$
c-c type	1.0	2×10^{-3}	2×10^{-3}	$\square$

(c) Test (3) for mechanically large crack of larger than 1 mm.

Stress waveform	Maximum stress σ_{max} (MPa)	Minimum stress σ_{min} (MPa)	Tension time τ_{ten} (s)	Compression time τ_{com} (s)	Symbol in figures
c-p type	166.7	-191.2 ~ -210.9	480	2.5	$\triangle$
c-p type	147.1	-176.5 ~ -296.1	480	2.5	$\blacktriangle$
c-c type	166.7	-166.7	300	300	$\square$
c-c type	147.1	-147.1	480	480	$\blacksquare$
c-c type	147.1	-147.1	180	180	$\blacksquare$

Fig. 3. Small surface cracks in test (1); c-p type, $\Delta\epsilon_t = 1.5\%$, $N = 70$.

(2)における疲労予き裂とそれから伝ばしたクリープ疲労微小き裂の一例を示す。Fig. 4に示すクリープ疲労き裂もFig. 3に示したき裂と同様に粒界を伝ばしている。これは、室温疲労にて導入した粒内予き裂がクリープ疲労によって粒界き裂に移行したためである。

Fig. 5に、試験(1)と(2)より得られた表面のき裂伝ば速度とき裂長さの関係を示す。図(a), (b), (c)はそれぞれ、c-p typeで全ひずみ範囲が1.5%, c-p typeで全ひずみ範囲が1.0%, c-c typeで全ひずみ範囲が1.0%に関する結果である。図中の破線は、後述するき裂伝ばの破壊力学則に基づいて推定した巨視き裂伝ば速度の外挿線である。3条件に共通の特徴として、き裂が小さい領域では、き裂伝ば速度は大きくばらついており、頻繁な停留が認められる。また、この領域

(a) Pre-fatigue crack.

(b) Creep fatigue crack propagating from the pre-fatigue crack.

Fig. 4. A surface crack propagated from a pre-fatigue crack in test (2); c-p type, $\Delta\epsilon_t = 1.5\%$.

では、き裂伝ば速度の上限は、試験条件（ひずみ波形およびひずみ範囲）に依存しているものの、それぞれの条件においてはほぼ一定である。一方、き裂が大きくなると停留き裂はなくなり、き裂伝ば速度のばらつきも小さくなる。さらに、巨視き裂伝ば則と同様なき裂伝ば速度のき裂長さ依存性が現れ始める。

Fig. 6にすべての試験より得られたき裂伝ば速度 dl/dN とクリープ J 積分範囲 ΔJ_c の関係を示す。ただし、試験(3)の巨視き裂に関する ΔJ_c の値は、

$$\Delta J_c = \frac{n-1}{n+1} \cdot \sigma_{net} \cdot \Delta V_c \quad (1)$$

n : クリープ指数

σ_{net} : 正味断面公称応力

ΔV_c : 引張半サイクル中のき裂中央開口変位幅のうちのクリープ成分

により評価し^{1),13)}、試験(1)および(2)の微小表面き裂における ΔJ_c は、

$$\Delta J_c = M_J \cdot f(n) \cdot \sigma \cdot \Delta \epsilon_c \cdot c \quad (2)$$

M_J : き裂形状と境界条件に関する修正係数

$f(n)$: クリープ指数 n のみの関数

$$f(n) = 3.85\sqrt{n}(1-1/n) + \pi/n$$

σ : 公称応力

$\Delta \epsilon_c$: クリープひずみ範囲

c : 表面き裂半長

により評価した^{14),15)}。なお、上式中の $\Delta \epsilon_c$ は、ひずみ範囲分割法を参考にして繰返し硬化後の定常応力状態時に急速引張変形を導入し、全ひずみ範囲からその弾性成分 $\Delta \epsilon_e$ と塑性成分 $\Delta \epsilon_p$ を差し引くことにより求めた。また、 n 値としては大気中における静クリープ試験より得られたクリープ指数値7.1を採用した。クリープ疲労に対しては繰返し変形に関する n 値と $f(n)$ 値を用いるべきであるが、 $(n-1)/(n+1)$ および $f(n)$

(a) c-p type, $\Delta\epsilon_f=1.5\%$. (b) c-p type, $\Delta\epsilon_f=1.0\%$. (c) c-c type, $\Delta\epsilon_f=1.0\%$.Fig. 5. Relationship between crack propagation rate, dc/dN , and crack length, c . Fig. 6. Relationship between crack propagation rate, dc/dN , and creep J -integral range, ΔJ_c , for all of the data in Test (1), (2), and (3).

Fig. 7. Schematic representation of Fig. 6.

値の n 値に対する依存性は小さいため、本研究ではクリープ疲労に対しても同じ 7.1 を用いた。同図中に示した巨視き裂の伝ば速度に関しては、比較的ばらつきが小さく、クリープ J 積分範囲との間に

$$dc/dN [\text{mm/cycle}] = 3 \times 10^{-3} \cdot \Delta J_c \quad (3)$$

で表される一価関係が得られる。したがって、巨視き裂伝ばに関しては、上記のクリープ J 積分範囲 ΔJ_c が伝ば速度の支配パラメーターとして有効である。Fig. 6 中の破線は、式 (2) を式 (3) に代入して得られた関係である。

一方、微小き裂に関しては、同じ ΔJ_c 値に対して伝ば速度がばらつき、c-p type のひずみ範囲が大きい場合 (Δ 印) の試験結果は図中ほぼ中央に位置し、ひずみ範囲が小さい場合 ($\circ$ 印)、c-c type の結果

Fig. 8. Relationship between dc/dN and ΔJ_c for large cracks of larger than $500 \mu\text{m}$ in half length.

(□印)は順にその左下方に位置する。これを模式的に示すと Fig. 7 のようになる。すなわち、微小き裂においては、き裂伝ば速度 dc/dN はクリープ J 積分範囲 ΔJ_c と一価関係を示さないため破壊力学的な伝ば速度の評価は有効ではない。しかし、Fig. 8 に示すようにき裂長さが $500 \mu\text{m}$ より大きいもののみをプロットすると、ややばつぎがあるものの巨視き裂と同様にき裂伝ば速度はクリープ J 積分範囲で整理できる。長さ $500 \mu\text{m}$ 以上のき裂に対しては破壊力学が適用可能であるので、寸法が小さいき裂(「物理的微小き裂」: physically small crack)であっても力学的には巨視き裂(「力学的巨視き裂」: mechanically large crack)の範ちゅうに入る。

一方、Fig. 9 に c-p type, 全ひずみ範囲 1.5% の条件下でのき裂伝ば速度分布のき裂長さによる変化を示す。(a)~(e)は、各き裂長さにおける伝ば速度の相対頻度を示しており、左側の Arrested cracks は停留き裂の割合である。また、図中に示す巨視き裂伝ば則の範囲は、それぞれのき裂長さの範囲における伝ば速度の推定値を示している。この図から、き裂長さが短い $20 \sim 100 \mu\text{m}$ の領域では半分以上のき裂が停留しており、伝ば速度の最大値は $5 \times 10^{-3} \sim 1 \times 10^{-2}$ (mm/cycle) ではば一定である。また、この領域では、き裂伝ば速度は低速から高速までほぼ一様に分布している。しかし、き裂長さが増大するにつれて停留き裂の割合が減少するとともに伝ば速度分布に山(収束値)が現れてくる。き裂長さが約 $200 \mu\text{m}$ 以上になると停留き裂は無くなり、伝ば速度が巨視き裂伝ば則に収束していく傾向が見られる。したがって、本条件の場合、き裂長さが約 $100 \mu\text{m}$ 以下の領域にあるき裂は、その伝ばが微視組織の強い影響下にあるため「微視組織的微小き裂」と呼ぶことができる。長さが約 $100 \sim 500$

Fig. 9. Distribution of crack propagation rate for c-p type of $\Delta \epsilon_t = 1.5\%$. The bars on the left-hand side of the ordinate show the proportion of arrested cracks.

μm のき裂は「微視組織の微小き裂」から「力学的巨視き裂」への遷移状態にあるき裂であると考えられる。この遷移状態とは、き裂が長くなるとともに微視組織による局所的不規則性が相対的に小さくなり、均質体中のき裂と同様の扱いができるようになるまでの移行期である。

3・2 数値シミュレーションによる検討

著者らは、「微視組織の微小き裂」の不規則な発生・伝ば挙動を粒界破壊抵抗分布モデルに基づく数値シミュレーションにより簡単に模擬する方法を提案した^{10),11)}。本節では、そのモデルを微小き裂から巨視き裂にかけての遷移領域にあるき裂の成長についても適用し、そのモデルの有効性を検討した。以下にモデルとシミュレーションの概要を示す。詳細については文献 10) に記述してある。

(a) $K_0=0.43$ for c-p type of $\Delta\epsilon_t=1.5\%$. (c) $K_0=0.07$ for c-c type of $\Delta\epsilon_t=1.0\%$. (b) $K_0=0.22$ for c-p type of $\Delta\epsilon_t=1.0\%$.Fig. 10. Relationship between crack propagation rate, dc/dN , and crack length, c , in the numerical simulation.

で与える。

(5) 各粒界の破壊抵抗値 R は、各繰返し数ごとに D ずつ減少し、き裂に隣接する粒界の残存破壊抵抗値が零になったとき、き裂が1結晶粒界分伝ばする。

なお、上述のシミュレーションは、各条件について10回、すなわち、10本のき裂について行った。

き裂伝ば速度に関するシミュレーション結果を Fig. 10 に示す。なお、本図の (a), (b), (c) は、それぞれ Fig. 5 の (a), (b), (c) に対応する。Fig. 5 と Fig. 10 の

(1) 結晶粒界を応力軸に垂直な直線上に配列する。本供試材の結晶粒界は、測定結果に基づき、平均 $25\mu\text{m}$ 、標準偏差 $20\mu\text{m}$ の正規分布で与える。

(2) 各結晶粒界に $0 \sim 1$ の一様乱数で代表される破壊抵抗値 R を与える。

(3) き裂伝ばのみをシミュレートするため、あらかじめ約1粒界長さに相当する半長 $10\mu\text{m}$ の初期き裂を導入する。

(4) 単位繰返し数ごとにき裂に隣接する粒界に破壊駆動力 D を与える。一般には D がどのような関数形で表されるかは不明であるが、巨視き裂の伝ば駆動力を表す式 (2) の ΔJ_c と力学的に等価であると仮定し、

$$D(c) = K_0 \cdot c \quad (4)$$

Fig. 11. Relationship between crack propagation rate, dc/dN , and creep J -integral range, ΔJ_c , in the numerical simulation.

全体的な様相は良く一致している。シミュレーション結果において、ばらつきき裂伝ば速度がき裂長さの増大とともに巨視き裂伝ば則(図中破線)に収束していくのは式(4)より当然であるが、微小き裂領域や遷移領域における伝ば速度のばらつき範囲もかなり良く模擬されている。また、上図に示した3条件に対するシミュレーション結果をクリープ J 積分範囲を用いて1つの図上に示すとFig. 11になる。シミュレーション結果においても、き裂伝ば速度はFig. 7に模式的に示したようにばらついており、試験結果(Fig. 7)と同様な傾向が得られる。

4 結 言

304 ステンレス鋼(平均結晶粒径約 $50\text{ }\mu\text{m}$)の高温クリープ疲労粒界き裂について、平滑試験片に発生する $100\text{ }\mu\text{m}$ 以下の微小き裂、平滑試験片にあらかじめ導入した半長約 $100\text{ }\mu\text{m}$ の予き裂からのクリープ疲労き裂、および切欠き試験片における 1 mm 以上の巨視貫通き裂の伝ば挙動を観察し、「微視組織的微小き裂」から「力学的巨視き裂」への遷移について検討した。その結果、ばらつき微小き裂の伝ば速度は、き裂長さの増大とともに巨視き裂伝ば則に収束していき、本試験条件における「微視組織的微小き裂」は半長が約 $100\text{ }\mu\text{m}$ 以下、「力学的巨視き裂」は半長が約 $500\text{ }\mu\text{m}$ 以上のき裂であった。さらに、著者らが以前から実施してきた粒界破壊抵抗分布モデルに基づく数値シミュレーションを本試験条件のような「微視組織的微小き裂」から「力学的巨視き裂」への遷移領域条件のき裂に対して適用し、本モデルが遷移領域においても微小き裂領域と同様に有効であることを明らかにした。

本研究は、文部省科学技術研究費補助金昭和62年度一般研究(B)(課題番号61460089)および平成3年度試験研究B(1)(課題番号03555015)によって実施した。

(平成3年5月24日 日本材料学会第40期学術講演会にて講演)

参 考 文 献

- 1) 平 修二, 大谷隆一, 北村隆行, 山田勝彦, 材料, **28**, 414 (1979).
- 2) 大谷隆一, 山田勝彦, 柏木隆文, 松原弘明, 日本機械学会論文集, A-48, 1378 (1982).
- 3) R. Ohtani and T. Kitamura, "High Temperature Creep-Fatigue", Current Japanese Materials Research-Vol. 3, p. 65 (1988) Elsevier, London
- 4) 大谷隆一, 木南俊哉, 坂本浩之, 日本機械学会論文集, A-52, 1824 (1986).
- 5) 多田直哉, 京都大学修士論文(1989).
- 6) 大谷隆一, 多田直哉, 橋本 務, 材料, **38**, 1067 (1989).
- 7) 北村隆行, 多田直哉, 阿部宗昭, 弓田正人, 大谷隆一, 日本機械学会論文集, A-56, 575 (1990).
- 8) 大谷隆一, 北村隆行, 阿部宗昭, 栗山義英, 三木秀樹, 材料, **39**, 529 (1990).
- 9) R. Ohtani and T. Kitamura, Proc. 4th Int. Conf. on Creep and Fracture of Engineering Materials and Structures, p. 791 (1990) The Institute of Metals, London
- 10) 大谷隆一, 北村隆行, 村山英明, 多田直哉, 日本機械学会論文集, A-54, 1312 (1988).
- 11) 多田直哉, 北村隆行, 大谷隆一, 日本機械学会論文集, A-56, 708 (1990).
- 12) R. Ohtani, T. Kitamura and N. Tada, "Fatigue 90", Proc. 4th Int. Conf. on Fatigue, Vol. IV, p. 2143 (1990) Materials and Component Engineering Pub., Birmingham
- 13) 大路清嗣, 小倉敬二, 久保司郎, 日本機械学会論文集, **44**, 1831 (1978).
- 14) C. F. Shih and J. W. Hutchinson, Trans. ASME, Ser. H, **98**, 239 (1976).
- 15) 大谷隆一, 奥野道雄, 清水良亮, 材料, **31**, 505 (1982).
- 16) G. R. Halford, M. H. Hirschberg and S. S. Manson, ASTM STP 520, 658 (1973).