SEM/AFM 破面観察による超長寿命疲労機構の考察†

村 上 敬 宜* 野 本 哲 志** 植 田 徹**
村 上 保 夫*** 大 堀 学***

Analysis of the Mechanism of Superlong Fatigue Failure by Optical Microscope and SEM/AFM Observations

by

Yukitaka MURAKAMI*, Tetsushi NOMOTO**, Toru UEDA**,
Yasuo MURAKAMI*** and Manabu OHORI***

Since in superlong fatigue failure with $N_f \geq 10^8$, the average fatigue crack growth rate is much less than lattice spacing ($\sim 0.1\text{\AA}$ or 0.01nm or $10^{-11\sim-12}\text{m/cycle}$), we cannot assume that crack growth occurs cycle by cycle in the early stage of fatigue process.

In this paper, possible mechanisms for extremely high cycle fatigue are discussed. A special attention was paid to a newly found particular fatigue fracture morphology in the vicinity of fracture origin (nonmetallic inclusions) of a heat treated alloy steel, SCM435. The particular morphology looks a dark area inside fish-eye mark by optical microscopic observation. Specimens with short fatigue life of $N = \sim 10^5$ do not have such dark area in fish-eye mark. SEM and AFM observations revealed that the dark area has a rough surface quite different from usual fatigue fracture surface in martensite lath structure. The predictions of fatigue limit by the $\sqrt{\text{area}}$ parameter model are $\sim 10\%$ unconservative for fatigue limit defined for $N = 10^7$. Thus, the fatigue failure for $N \geq 10^8$ is presumed to be caused by a mechanism which induces breaking or releasing of fatigue crack closure phenomenon in small cracks. The breaking or releasing crack closure mechanism is presumed to be caused by environmental effects such as hydrogen embrittlement coupled with extremely high cycle fatigue. Some indirect evidences to support this hypothesis are shown.

Key words: Superlong fatigue failure, Nonmetallic inclusions, Fish-eye, Hydrogen embrittlement, The $\sqrt{\text{area}}$ parameter model, SEM, AFM

1 緒 言

低強度鋼では S-N 曲線は明確な折れ曲がりを示すので、それによって疲労限度を明確に定義することができる。これに対して高強度鋼の S-N 線図ではばらつきが大きく、明確な線をひくことが困難である。近年高強度鋼を繰返し数 $N = 10^8$ 程度まで疲労試験すると 2 段の折れ曲がり現象が現われるとする報告がなされ、注目されている。^{1)~4)} これは高強度鋼の S-N 線図において $N \leq 10^6 \sim 10^7$ の高サイクル領域で一旦水平部が現われた後、超長寿命領域において再び下方に折れ曲がる現象である。一般にこの現象は高応力域で表面起点、低応力域で内部起点という破壊起点の違いが原因であるとされているが、高応力短寿命域でも内部の介在物から破壊が起きることを示すデータも数多く報告されている。^{1), 5)} したがって、2 段折れ曲がり現象を単なる破壊起点の位置の違いから説明するのは困難である。一方、高強度鋼は欠陥や、水素などの環境因子に敏感であると言われている。また、超長寿命領域まで疲労試験を行うと、試験片は長期間大気等の環境中にさらされることになる。したがって高強度鋼の超長寿命領域における疲労機構を解明するために

は、応力の作用のもとでの環境因子の影響を考慮に入れる必要があると考えられる。

そこで本研究では、SCM435 浸炭窒化・焼入れ焼もどし材を用いて $N = 10^8$ を超える超長寿命領域まで引張圧縮疲労試験を行い、特に破断起点となった介在物近傍に注目して金属顕微鏡、走査型電子顕微鏡 (SEM) および原子間力顕微鏡 (AFM) による疲労破面の観察を行った。また、その観察結果に $\sqrt{\text{area}}$ パラメータモデル^{5), 6)} 等による検討を加え、超長寿命領域における疲労に及ぼす水素などの環境因子の影響について考察した。

2 供試材および実験方法

供試材は、クロムモリブデン鋼 SCM435 の浸炭窒化・焼入れ焼もどし材である。Table I に供試材の化学成分を示す。表面処理方法は、浸炭窒化後、850℃焼入れ、170℃焼もどし処理である。Fig. 1 に試験片形状を示す。試験部の表面硬化層を残すために電解研磨等は行わなかった。Fig. 2 に試験部断面のビッカース硬さ HV の分布例を示す。表面硬化層が残っているために、表面が内部に比べて硬いことが分かる。また、X 線応力測定の結果試験片表面には、約 500MPa 程度の圧縮残留応力が存在

† 原稿受理 平成 10 年 12 月 21 日 Received Dec. 21, 1998

* 正 会 員 九州大学工学部機械工学科 〒812-8581 福岡市東区箱崎, Dept. of Mec. Sci. & Eng., Kyushu Univ., Higashi-ku, Fukuoka, 812-8581

** 九州大学大学院 〒812-8581 福岡市東区箱崎, Graduate Student, Kyushu Univ., Higashi-ku, Fukuoka, 812-8581

*** 日本精工(株)基盤技術研究所 〒251-8501 藤沢市鶴沼神明, NSK Ltd., Kugenuma Shinmei, Fujisawa, 251-8501

Table I. Chemical composition.

(wt%) (ppm)								
C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo	Cu
0.36	0.19	0.77	0.014	0.006	0.08	1.00	0.15	0.13
O ₂								
8

Fig. 1. Tension compression fatigue specimen, mm.

Fig. 2. Hardness Distribution across the specimen section.

していた。

試験方法は、応力比 $R = -1$ 、繰返し速度 $30 \sim 80\text{Hz}$ の引張圧縮疲労試験で、繰返し数 N は $N = 5.0 \times 10^8$ までとした。引張圧縮疲労試験では試験部に曲げがかかると正しい値よりも低めの疲労限度が得られる。そこで試験片の取り付けにあたっては、つかみ部付近の円周を4等分する位置にひずみゲージを貼り、試験片ごとに曲げがかからないように注意深くチェックした。

3 実験結果および考察

3.1 破断起点の分布とその原因

Fig. 3 に破断起点になった介在物の寸法と位置の分布を示す。破断起点は、表面からの深さ $1700\mu\text{m}$ 以上の内部に集中している。これは、Fig. 2 に示した硬さの分布と、表面付近の圧縮残留応力の影響によるものである。破断面には典型的なフィッシュ・アイが観察され、その中心部には介在物が存在していた。介在物は、球形で Al, Ca を含むことから考えて $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot (\text{CaO})_x$ タイプの複合酸化物であると考えられる。

このように破断起点が短寿命領域から超長寿命領域までの全ての試験片で内部の同系統の介在物であったので破壊起点の種類や位置の違いに関係なく、破断寿命の違いによって破面の様子がどのように異なるかを詳しく検討することができた。

3.2 S-N 線図および修正 S-N 線図

Fig. 4 に S-N 線図を示す。Fig. 4 に示すようにこのような通常の S-N 線図では、データのばらつきが非常に大きい。この原因としては、Fig. 3 に示すように試験部に含まれる最大の介在物の寸法に大きなばらつきがあること、試験部の硬さが一様ではないこと、残留応力の影響等が考えられる。

介在物の大きさのばらつきを評価する手法としては極

Fig. 3. Size and radial distribution of the inclusions at fracture origin.

Fig. 4. S-N data for SCM435.

Fig. 5. Statistical distribution of inclusions at fracture origin for SCM435.

値統計法が知られている⁵⁾。Fig. 5 に試験片の破断起点の介在物の極値統計を示す。Fig. 5 の分布の直線性は良く、ほぼ極値分布に従っている。ここでは基準体積 V_0 としては試験片の危険部（試験片中央の平行部の内部の軟らかい部分）の体積をとっている。Fig. 5 の分布から極値統計によってこの材料のもっと大きな体積中あるいは、もっと多数の試験片中に存在する最大の介在物の寸法 $\sqrt{\text{area}_{\text{max}}}$ を予測することができる。また、その予測結果と $\sqrt{\text{area}}$ パラメータモデル^{5), 6)} を組み合わせることでこの材料から作られた部品やロットの疲労限度の下限値を予測することができる。

介在物の寸法の影響を評価するために $\sqrt{\text{area}}$ パラメー

タモデルを用いて各試験片の疲労限度 σ_w を推定した。 $\sqrt{\text{area}}$ パラメータモデルによれば内部の微小欠陥・介在物から破壊が起こる場合の疲労限度は、次の式によって表される。^{5), 6)}

$$\sigma_w = 1.56(HV + 120)/(\sqrt{\text{area}})^{1/6} [(1 - R)/2]^\alpha \quad (1)$$

ここで各量の定義および単位は次に示すとおりである。

- σ_w : 推定疲労限度, MPa
 HV : ビッカース硬さ, kgf/mm²
 $\sqrt{\text{area}}$: 微小欠陥・介在物の投影面積の平方根, μm
 R : 応力比, $\sigma_{\min}/\sigma_{\max}$
 $\alpha = 0.226 + HV \times 10^{-4}$

破断起点は全て内部であったので、Fig. 2 の内部の HV の最低値 561 (kgf/mm²) を破断起点の HV と仮定して式 (1) を適用した。内部の残留応力については、引張残留応力が分布していると考えられるが、経験的に表面から 1700 μm 以上では、それほど大きくはないと考え、考慮しなかった。したがって $R = -1$ とした。引張残留応力を考慮すれば、式 (1) による疲労限度の推定値は、若干小さくなると考えられる。

Fig. 6 に各試験片の推定疲労限度 σ_w に対する負荷応力振幅 σ の比 σ/σ_w を縦軸にとって描いた修正 S-N 線図①を示す。Fig. 6 のように $\sigma/\sigma_w = 1.0$ 程度の試験片は、 $N \geq 10^7$ の超長寿命領域で破断している。 $\sigma/\sigma_w = 0.898$ の試験片は $N = 10^8$ で非破断であった（図中→をつけたもの）。この試験片はこの後応力をかえて再実験したところ $\sigma/\sigma_w = 0.994$ で $N_f = 1.84 \times 10^7$ で破断した。これから $\sqrt{\text{area}}$ が測定できたので $N = 10^8$ で非破断の試験片についても σ/σ_w が計算できた。また、 $\sigma/\sigma_w = 0.927$ の試験片が $N_f = 1.11 \times 10^8$ で、 $\sigma/\sigma_w = 0.835$ の試験片が $N_f = 2.17 \times 10^8$ で破断するなど $N \geq 10^8$ の超長寿命領域でも疲労破壊が起きている。また、図中のプロット点は $N \geq 10^8$ の超長寿命領域でも右下がりの傾向を示している。これらの結果は、 $\sqrt{\text{area}}$ パラメータモデルによる疲労限度の推定が、 $N = 10^8$ 程度の繰返しで 10% 程度危険側になっており、 $N \geq 10^8$ の超長寿命領域でも明確な疲労限度が現われていないことを示している。

Fig. 6. A type 1 modified S-N data for SCM435.

σ = Stress amplitude.

σ_w = Fatigue limit calculated by the $\sqrt{\text{area}}$ parameter model.

3・3 破断面の観察結果および考察

今回の実験で破断した試験片の破断面に観察されたフィッシュ・アイの大きさは、1 ~ 4mm 程度であった。 $N_f \geq 10^8$ とすると、平均き裂進展速度は (0.1 ~ 0.4) Å/cycle 以下になり、格子間隔 (数 Å) よりも小さい。さらに疲労の初期のき裂進展速度は、平均き裂進展速度よりもはるかに小さいと考えられるから、疲労過程の初期には、き裂が 1 サイクルごとに進展したとは考え難いことになる。すなわち、超長寿命疲労の初期段階では、き裂はある繰返し数ごとに不連続に進展したのと考えねばならない。

そこで破断起点となった介在物の周辺を注意深く観察すると、短寿命で破断したものと長寿命で破断したものとは、介在物近傍の様子が大きく異なっていることがわかった。Fig. 7 に破断起点となった介在物およびその近傍の金属顕微鏡写真を示す。Fig. 7 (a) ~ (d) の 4 枚の写真を比較すると、(b), (c), (d) では、介在物の周辺に黒く見える部分が存在するのに対して (a) にはそのような部分は見当たらない。この違いは、(a) が $N_f = 5.40 \times 10^5$ と短寿命、(b), (c), (d) が、 $N_f \geq 10^7$ と長寿命であったことによるものと考えられる。今回の実験結果では、 $N_f = 10^6$ 程度を境界として黒くみえる部分が存在するものと存在しないものとに分れていた。

Fig. 8 は黒くみえる部分と寿命の長短の関係を調べたものである。Fig. 8 は「介在物の寸法」に対する「介在物 + 黒くみえる部分」の寸法の比と破断繰返し数の関係を示している。介在物の寸法に対して相対的に大きな黒くみえる部分を持つ試験片ほど、長い寿命を有している傾向があることがわかる。このことから黒くみえる部分

Fig. 7. Dark area beside the inclusion at fracture origin (SCM435).

Fig. 8. Relationship between the size of the dark area and cycles to failure.

$\sqrt{area}$ = Inclusion size.

$\sqrt{area}'$ = Inclusion size + the size of the dark area.

● : Specimens annealed at 300°C .

Fig. 9. AFM observation of fracture surface (SCM435).

$\sigma = 560$ (MPa), $N_f = 2.17 \times 10^8$

はき裂がきわめてゆっくりと進展して形成された部分と考えられる。したがって、この黒い部分の形成が $N \geq 10^7$ の疲労破壊に大きく関わっていると考えられる。

Fig. 9 (a) に金属顕微鏡観察で黒くみえる部分の AFM 写真を示す。Fig. 9 (b) はその外側の顕微鏡写真で白くみえる部分の AFM 写真である。Fig. 9 (b) では平坦で高低差の小さいしわ状の破面が観察されているのに対して、Fig. 9 (a) では凹凸が大きく粗い破面となっている。

Fig. 10 は破断起点となった介在物、黒い部分およびその外側の白い部分の SEM 写真である。白い部分では、典型的なマルテンサイト組織の疲労破面が観察されてい

Fig. 10. SEM observation of fracture surface (SCM435).

$\sigma = 560$ (MPa), $N_f = 2.17 \times 10^8$

Fig. 11. A type 2 modified S-N data for SCM435.

σ = Stress amplitude.

σ_w' = Fatigue limit calculated by the $\sqrt{area}$ parameter model taking the dark area into consideration.

るが、黒い部分では、通常の疲労破面と比較して一見ぜい性の粗い破面となっている。このことから黒い部分とその外側の白い部分では、明らかに破壊機構が異なっていると考えられる。黒い部分は通常の疲労機構とは異なる疲労機構によってき裂が進展してできたものであると考えられる。すなわち、このような異なる破面は、まず特殊な疲労機構によってき裂がある限界寸法まで進展した後、通常の疲労機構によるき裂の進展が開始されて形成され则认为られる。

そこで元の介在物と黒い部分をあわせた部分の寸法 $\sqrt{area}'$ (Fig. 8) を有効な欠陥寸法とみなして $\sqrt{area}$ パラメータモデルを適用し、黒い部分も欠陥であるとみなした場合の推定疲労限度 σ_w' を計算した。Fig. 11 にこの新しい推定疲労限度 σ_w' に対する負荷応力振幅 σ の比 σ/σ_w' を縦軸にとった修正 S-N 線図②を示す。Fig. 11 のプロット点が全て $\sigma/\sigma_w' \geq 1$ になっていることから、上述の仮説が妥当なものと考えられる。

このような超長寿命疲労における黒い部分の形成が、SCM435 に特有のものなのかそうではないのかを検討するために、著者ら⁷⁾ が以前に疲労試験を行った S45C 焼入れ焼もどし材の引張圧縮疲労試験片の破断面を観察した。Fig. 12 に S45C の破断起点とその周辺の金属顕微鏡写真を示す。Fig. 12 から S45C の場合にも SCM435 の

Fig. 12. Dark area beside the inclusion at fracture origin (S45C).

場合と同様に長寿命で破断した試験片の破断起点の介在物周辺には黒く見える部分が存在し、短寿命で破断した試験片の破断起点の周辺にはそのような部分は見当たらないことがわかる。したがって超長寿命疲労に伴う黒く見える部分の形成は、SCM435に限らず高強度鋼に共通の現象であることが予想される。

3・4 金属顕微鏡で黒く見える部分の疲労機構

以上のように高強度鋼の超長寿命領域における疲労破壊には金属顕微鏡で黒く見える部分の形成が深く関わっていると考えられるが、この部分がぜい性的な破面と考えられることと不連続に非常にゆっくりとき裂が進展した部分であると考えられることから、本研究では黒く見える部分は、水素ぜい化等による遅れ破壊に類似の現象⁸⁾が関与して形成されたのではないかと考えた。H₂を直接検出したわけではないが、水素ぜい化の可能性を示唆するいくつかの傍証はある。例えば金属材料中の非金属介在物の周辺には、水素がトラップされていることが知られている。⁹⁾また熱処理を施した高強度鋼には残留応力が存在するが、青木ら¹⁰⁾は水素チャージした高強度ばね鋼が引張残留応力下で遅れ破壊を起こすことを報告している。非金属介在物の熱膨張係数は、母材の鋼とは異なるので介在物周辺には局所的に引張残留応力が作用する。このように非金属介在物の周辺には、初期から水素がトラップされている条件があることに加えて、 $N \geq 10^8$ のような長寿命の疲労試験を行えば、大気中でも試験片中の非金属介在物の周辺に水素が集積する可能性は十分に

ある。
著者ら¹¹⁾が以前に疲労試験した電子線溶解した超清浄軸受鋼では、含まれている介在物が非常に

Fig. 13. Fracture surface of the electron beam remelted super clean bearing steel.

小さいためにほとんどの試験片が介在物ではなく基底組織のマルテンサイト ($HV \sim 770$) よりも軟らかいベイナイト ($HV \sim 560$) から破壊した。Fig. 13 に電子線溶解した超清浄軸受鋼の破面の SEM 写真を示す。ベイナイトを起点として破断した試験片 (Fig. 13 (a), (b)) のベイナイト周辺には、粗い部分 (金属顕微鏡で黒く見える部分) がないことがわかる。一方、少数ではあるがこの超清浄軸受鋼でも介在物が疲労破壊起点となった例 (Fig. 13 (c), (d)) があった。それらの場合は介在物周辺に粗い破面が生じているのがわかる。このことは、黒く見える部分が介在物起点による破壊に特有の形態である可能性を示唆している。また、ベイナイトには介在物ほど水素を集積させる性質がないので、Fig. 13 は黒く見える部分の形成に水素が関与していることの間接的な証拠である。

以上のことから黒く見える部分は、介在物周辺に集積した水素の影響と繰返し応力との連成による遅れ破壊に類似の機構でき裂が進展した結果生じたものと考えられる。

3・5 水素の関与に関する検証

Fig. 14 に超長寿命領域における疲労破壊の模式図を示す。図に示したように介在物近傍に集積した水素の影響と繰返し応力の相互作用によって黒く見える部分 (表面の粗い部分) が形成されるとすれば、介在物周辺の水

素の量を減らすことで黒くみえる部分の形成を抑制できると考えられる。高井ら^{12), 13)}は、570K程度の温度に加熱すれば、Ca系介在物にトラップされた水素が放出されることを報告している。Fig. 15に高井らが介在物周辺から放出される水素を2次イオン像分析によって可視化して撮影した写真を示す。図中の矢印で示した部分が析出物あるいは介在物から水素が放出されている部分であるそこで本研究で用いたSCM435の試験片2本に300°C (573K), 1hの真空焼なましを施した後疲労試験を行い、破断起点を観察した。

Fig. 8の●で示したデータがこの真空焼なましした試験片の結果である。この2本の試験片は、同程度の繰返し数で破断した他の試験片に比べて介在物の大きさに対する黒くみえる部分の大きさが小さい傾向にあることが分かる。このことは、真空焼なましによって水素が放出されたために黒くみえる部分の形成が抑制されたことを示唆している。このように黒くみえる部分の形成には水素が重要な役割を担っているものと考えられる。

4 結 言

これまで超長寿命域での疲労破壊は真空中であることに起因する疲労現象との観点による説明が多くなされてきた^{14), 15)}しかし、 $N_f = 10^8$ 以上の超長寿命域ではき裂が1サイクルごとに進展するとは考えられないことを考

慮すると、真空中の疲労ということでは説明できない。また、多くの場合S-N線図に一旦水平部が現われることは、疲労限度を示すき裂進展のthreshold現象は現われていると見るべきである。本研究では、環境因子を考慮しなければこのような超長寿命領域における疲労破壊現象の説明は困難と考え、介在物にトラップされた水素の影響に注目し、この観点を支持するいくつかの証拠を示した。以下に具体的結論を述べる。

(1) 低応力で超長寿命疲労破壊した試験片の破断起点の介在物周辺には、金属顕微鏡で黒くみえる粗い部分が観察された。短寿命で破断した場合には、このような黒い部分は観察されず、破断繰返し数が大きい試験片ほど介在物の寸法に対して相対的に大きな黒い部分が観察された。

(2) この黒い部分はその外側の典型的なマルテンサイト組織の疲労破面とは全く異なる粗い破面になっており、通常の疲労とは異なる機構で不連続に非常にゆっくりとき裂が進展したのと考えられる。

(3) 非金属介在物の周辺には水素が集積しやすいことや、黒い部分のき裂の進展が非常に遅く不連続であることから、黒い部分の破壊機構は、水素ぜい化と繰返し応力の連成によって引き起こされた遅れ破壊に類似の機構であると考えられる。

参 考 文 献

- 1) 江村秀樹, 浅見克敏, 日本機械学会論文集, A-55, 45 (1989).
- 2) 黒島義人, 清水真佐男, 川寄一博, 日本機械学会論文集, A-59, 1001 (1993).
- 3) 阿部孝行, 金澤健二, 材料, 45, 9 (1996).
- 4) 中村 孝, 金子 真, 野口 徹, 神保勝久, 日本機械学会論文集, A-64, 1820 (1998).
- 5) 村上敬宜, “金属疲労: 微小欠陥と介在物の影響” (1993) 養賢堂.
- 6) Y. Murakami and M. Endo, “EGF Pub. 1”, Eds. K. J. Miller and E. R. de los Rios, p.275 (1986) Mech. Engng. Pub..
- 7) 村上敬宜, 高田昌幸, 鳥山寿之, 材料, 46, 1149 (1997).
- 8) 松山晋作, “遅れ破壊” (1989) 日刊工業新聞社.
- 9) 下田秀夫, “鉄鋼製品破損事故の調査・解析法と原因の究明” (1996) 産業化学システムズ.
- 10) 青木利憲, 脇田将見, 小曾根敏夫, ばね論文集, 43, 42 (1998).
- 11) 鳥山寿之, 村上敬宜, 山下晃生, 坪田一一, 古村恭三郎, 鉄と鋼, 81 (1995).
- 12) 高井健一, 本間芳和, 井筒香, 南雲道彦, 日本金属学会誌, 60, 1155 (1996).
- 13) 高井健一, (社)日本鉄鋼協会材料の組織と特性部会高強度鋼の遅れ破壊研究会, 41, “遅れ破壊解明の新展開” (1997).
- 14) 金澤健二, 西島 敏, 材料, 46, 1396 (1997).
- 15) 黒島義人, 池田 隆, 原田三徳, 原田昭治, 日本機械学会論文集, A-64, 2536 (1998).

Fig. 14. A mechanism schematic for superlong fatigue failure associated with hydrogen embrittlement coupled with a cyclic stress.

Fig. 15. Secondary ion images of $2D^-$ and $31P^-$ after heating at 473K and 573K by TDS, and optical microstructure of PC bar (K. Takai¹²⁾).