1 Cr-1 Mo-0.25 V および 13 Cr 鋼の中高温
疲労き裂伝ば特性と酸化層厚さの関係*竹内悦男^{*1}, 松岡三郎^{*1}, 西島 敏^{*1}Fatigue Crack Growth Properties and Relationship
of Oxide Thickness for 1 Cr-1 Mo-0.25 V and
13 Cr Steels at Elevated Temperatures

Tetsuo TAKEUCHI, Saburo MATSUOKA, and Satoshi NISHIJIMA

Near-threshold fatigue crack properties were investigated for a low-alloy steel, Cr-Mo-V, and a stainless steel, SUS 403, at temperatures ranging from room temperature to 550°C. Fatigue tests were conducted at frequencies of 0.5, 5, 50 Hz under $P_{\max}$ -constant, ΔK decreasing conditions to prevent crack closure. The thickness and composition of oxide deposits were evaluated by Auger electron spectroscopy, scanning electron microscopy, and X-ray diffraction techniques. The conclusions can be summarized as in the following. (1) Effective values of the threshold stress intensity range increased with increasing temperature and decreasing frequency for Cr-Mo-V steel, while they were independent both of temperature and frequency for SUS 403 steel. (2) Fatigue crack growth rate was accelerated with increasing temperature and decreasing frequency for Cr-Mo-V steel. The rate is independent of frequency for SUS 403 steel, although acceleration occurred at elevated temperatures. (3) The fatigue threshold and growth properties at elevated temperatures are strongly related to the oxidation process of the bare surface at the crack tip.

Key Words: Fatigue, Metallic Material, Elevated Temperature, Near-threshold Crack Growth, Oxide Thickness, Auger Electron Spectroscopy

1. 緒 言

発電プラントなどの高温下で稼動する機械、構造物の安全性確保のためには、高温き裂伝ば特性は重要であるが、これに関する研究は極めて少ない。

著者らは先にき裂閉口を避けることの可能な $P_{\max}$ 一定 ΔK 減少法⁽¹⁾を採用し、400°Cまでの高温大気中で、SB 42 鋼, Cr-Mo-V 鋼, および SUS 304 鋼の疲労き裂伝ば特性と下限界値について調べてきた⁽²⁾⁽³⁾。その結果は次のように要約できる。

(1) き裂伝ば速度と有効応力拡大係数幅の関係は、室温の場合に比べて、試験温度が高く、試験繰返し速度が遅いほど加速側となる。

(2) き裂伝ば下限界値の有効成分 $\Delta K_{th,eff}$ は 50 Hz のもとでは材料と試験温度に依存せず、ほぼ 2.7 MPa $\cdot$ m^{1/2} となった。

高温疲労き裂伝ば特性はクリープ損傷、高温におけるヤング率の低下、高温酸化などの影響をうけるといわれている^{(4)~(8)}。上述の試験結果に対して、クリープ損傷の影響は破面観察によりほとんど存在しないこと

がわかり、またヤング率の低下を考慮してもすべての面が説明できなかった。そこで本報告では酸化の影響を中心に検討し、特に $\Delta K_{th,eff}$ が破面の酸化層厚さと極めてよい相関にあることを示す。

2. 実験方法

供試材はタービンロータ材の 1 Cr-1 Mo-0.25 V 鋼 (ASTM A 407-8) と 13 Cr ステンレス鋼 SUS 403 である。その化学成分を表 1 に示す。SUS 403 鋼はクロムを約 13 %含有しており、Cr-Mo-V 鋼に比べて耐酸化性にすぐれている。

機械的性質と熱処理条件を表 2 に示す。括弧内の数値は金属材料技術研究所クリープデータシート⁽⁹⁾⁽¹⁰⁾からの引用で、両鋼について本供試材と熱処理や化学成分の近いチャージ VaE⁽⁹⁾と RBF⁽¹⁰⁾についての値である。

試験片は幅 $W=50$ mm, 厚さ $B=8$ mm のコンパクト形である。Cr-Mo-V 鋼では実機タービンロータ

表 1 化学成分 (Wt.%)

	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo	Cu	V
Cr-Mo-V	0.29	0.30	0.74	0.006	0.003	0.39	1.12	1.16	0.03	0.25
SUS403	0.05	0.31	0.32	0.020	0.008	0.08	12.56	-	-	-

* 昭和 62 年 8 月 21 日 第 65 期全国大会講演会において講演、原稿受付 昭和 62 年 3 月 6 日。

^{*1} 正員、金属材料技術研究所 (〒153 東京都目黒区中目黒 2-3-12)。

の直径1190 mmの最外周部分から荷重荷方向がロータ軸方向に一致し、き裂進展方向が半径方向となるよう採取した。SUS 403 鋼については厚さ10 mmの板からき裂進展方向が圧延方向と垂直となるように採取した。

疲労き裂伝ば試験は繰返し速度 $f=0.5, 5, 50$ Hz の正弦波で、室温から550°Cまでの大気中で行った。下限領域特性を求めるための ΔK 減少法は2種類を用いており、一つは荷重比 $R=P_{\min}/P_{\max}$ を一定に保つ通常の ΔK 減少法であり、もう一つは $P_{\max}$ を一定に保ちながらき裂進展につれて $P_{\min}$ を上昇させる ΔK 減少法である。以後前者を R 一定試験、後者を $P_{\max}$ 一定試験と呼ぶ。 $P_{\max}$ 一定試験においてはき裂進展につれて R が増大するので、試験開始条件を $R \geq$

$0.5, \Delta K \geq 7 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ とすると、下限界値に至るまでき裂閉口を避けることができる⁽¹⁾⁻⁽³⁾。したがって得られる ΔK_{th} は $\Delta K_{\text{th,eff}}$ に等しい。 $P_{\max}$ 一定試験で、 $\Delta K_{\text{th,eff}}$ が得られるまでの日数は平均して50 Hzで4日、0.5 Hzで30日であった。

き裂長さの測定には交流ポテンシャル法を用いた。また荷重やき裂長さのデータ集録ならびに試験の制御はパーソナルコンピュータシステムを用いて行った。

試験後、下限領域の試験片破面上の酸化層の厚さをオージェ電子分光分析、X線マイクロアナライザ、走査形電子顕微鏡を並用して測定し、組成をX線回析で調査した。オージェ電子分光分析に関しては文献⁽¹⁾に詳しい。また、酸化層を除去したのち⁽²⁾⁽³⁾、走査形電子顕微鏡で破面観察を行った。

3. 試験結果

3.1 き裂伝ば特性 図1は試験温度 T を室温から550°Cまで変えて得られた50 Hzでの、 $P_{\max}$ 一定試験結果である。比較のために、室温での結果を実線で示した。 $P_{\max}$ 一定試験は $R=0.5$ で開始し、 ΔK 減少につれて R 値が増大し、最終的に $R \geq 0.85$ となっている。

図1(a)のCr-Mo-V鋼の場合、 $\Delta K_{\text{th,eff}}$ は室温から400°Cまで一致し、550°Cで少し高めとなっている。一方、それより高 ΔK 側の領域では、室温の結果と比較すると、200°Cの結果は一致するが、300°C以上では加速しており、高温ほど加速量が大きくなっている。ちなみに550°Cでは $\Delta K=7 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ のときが

	T (°C)	σ_y (MPa)	σ_B (MPa)	δ (%)	Processing and thermal history
Cr-Mo-V	RT	605 (630)	773 (810)	19 (18)	Forged
	200°C	(580)	(730)	(15)	1010°C/24h-700°C/38h AC
	300°C	(570)	(720)	(13)	650°C/5h-955°C/19h MC
	400°C	516 (540)	659 (680)	19 (14)	680°C/38h FC
	550°C	430 (451)	488 (510)	24 (22)	
SUS403	RT	460 (451)	640 (637)	29 (25)	
	200°C	(392)	(549)	(23)	975°C/0.5h OQ
	300°C	(382)	(529)	(21)	700°C/1h WC
	400°C	(382)	(500)	(18)	
	550°C	(274)	(343)	(24)	

() after NRI Creep Data Sheet.⁹⁾¹⁰⁾

(a) Cr-Mo-V 鋼

(b) SUS 403 鋼

図1 室温から550°Cまでの50 Hzにおける $P_{\max}$ 一定試験結果

最大の加速で13倍となっている。

図1(b)のSUS403鋼の場合も同様で、200°Cの結果は室温の結果と一致するが、高温になるほどき裂伝ば速度の加速が大きくなった。しかし、室温に対するき裂伝ばの加速量はCr-Mo-V鋼の場合より小さく、550°Cで $\Delta K=8 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ のときが最大であるが、7倍に留まった。また、 $\Delta K_{th,eff}$ 値は550°Cのときにも室温の値に一致し、温度依存性がなかった。

次に図2に550°Cの大気中で、試験速度を0.5, 5, 50 Hzと変えて得た P_{max} 一定試験結果を示す。

図2(a)はCr-Mo-V鋼の場合で、 $\Delta K_{th,eff}$ 値は50 Hzで $3.7 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ と室温の値より高くなり、また、 f の低下につれ増大している。それより高 ΔK 側ではき裂伝ばは室温の場合に比べて加速する傾向にあり $\Delta K \geq 9 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ の領域では低 f 側ほど加速量が大きくなっている。

図2(b)のSUS403鋼の場合も、き裂伝ばは室温に比べ高温で加速したが、繰返し速度依存性はほとんどない。また $\Delta K_{th,eff}$ 値は室温の値と同じ $2.7 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ となっている。

(a) Cr-Mo-V 鋼

(b) SUS403 鋼

図2 550°Cのもとで試験速度を0.5, 5, 50 Hzと変えた P_{max} 一定試験結果

(a) Cr-Mo-V 鋼

(b) SUS403 鋼

図3 550°Cのもとで試験速度を0.5, 5, 50 Hzと変えた R 一定試験結果

図3は図2と同じ試験条件のもとで、 $R=0.1$ の R 一定試験で得られた結果である。 $P_{\max}$ 一定試験結果と比較すると、両鋼とも $R=0.1$ のデータは高 ΔK 側にある。しかし、繰返し速度依存性については $P_{\max}$ 一定試験と同傾向である。

3・2 下限値の試験温度と繰返し速度依存性

図4に $P_{\max}$ 一定試験と R 一定試験から得られた(ΔK_{th})と $(1-R)$ の関係を両対数紙上に示す。この場合、曲線の傾斜部ではき裂閉口があるが、水平部ではき裂閉口が起きていないと考えられる。

Cr-Mo-V鋼の場合、傾斜部の直線のこう配は0.66とした。この値は $R=0.1$ において室温に対する各温度の ΔK_{th} の比を求め、これと傾斜部にあるすべての ΔK_{th} 値とを乗じたのち、直線回帰して決めた。傾斜部にある ΔK_{th} は200°Cで一度低下するが、それ以外には試験温度 T が高く、繰返し速度 f が遅いほど高くなっている。一方、水平部にある ΔK_{th} 、すなわち $\Delta K_{th,eff}$ は50 Hzでは400°Cまで、5 Hzでは300°Cまでは温度依存性がなく、 $2.7 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ である。しか

し、これらの条件以外では T が高く、 f が低いほど $\Delta K_{th,eff}$ が大きくなる。

これに対しSUS 403鋼の場合には、傾斜部にある ΔK_{th} および水平部にある $\Delta K_{th,eff}$ はともに T と f に依存していない。また、 $\Delta K_{th,eff}$ 値は $2.7 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ であり、Cr-Mo-V鋼の低温、高繰返し速度側の値と一致している。

3・3 微視的破面様相 図5に550°C、0.5 Hzの $P_{\max}$ 一定試験において得られた、SUS 403鋼の走査形電子顕微鏡による破面様相を示す。図5はき裂伝ば速度が室温に対して最も加速した $\Delta K=8 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ 近傍[図1(b)]の様相であるが、粒内破壊様相を呈し、クリープ損傷の特徴の一つである粒界割れは見られない。

一方Cr-Mo-V鋼の場合は、550°Cでは破面上の酸化層が厚いため、さび取り処理⁽²⁾⁽³⁾を行ったが、その後の破面にはディンプルのような凹凸しか見られず、疲労特有な破面は観察できなかった。しかし、400°C、0.5 Hzまでは粒界割れが見られなかったことは前報⁽³⁾で述べた。

3・4 破面上の酸化層厚さ 破面上に形成された酸化層の厚さを走査形電子顕微鏡SEMとオージェ電子分光分析AESにより測定した。特に、AESは薄い酸化層に対して有効である。酸化層厚さは $P_{\max}$ 一定試験を行い $\Delta K_{th,eff}$ に達した後すぐに試験片を液体窒素中で破壊しSEMやAESにより測定を行った。すなわち破面上にニッケルメッキを施すことによって酸化層の境界を明確に区別できるようにしてから、これを縦割りにしてSEMで観察するか、または破面を直接AESで測定した。

SEMで酸化層厚さを測定する場合には、まずX線マイクロアナライザEPMAで酸化層の確認を行った。図6はその一例で、Cr-Mo-V鋼、550°C、0.5 Hz

(a) Cr-Mo-V 鋼

(b) SUS 403 鋼

図4 ΔK_{th} と $(1-R)$ の関係

SUS403, 550°C, 0.5Hz

$\Delta K=8 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$

図5 $P_{\max}$ 一定試験で得られたSUS 403鋼の0.5 Hz、 $\Delta K=8 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ 近傍の破面様相

の場合である。

図6(a)は酸素分析結果で白い点が密集している部分が酸化層であると考えられる。図6(b)は二次電子像(SEM像)であるが、図6(a)で酸化層であると判定された部分が明りょうに区別できる。図6(c)は同じ試験片のもう一方の破面で、破壊した試験片の上下では酸化層厚さはほぼ等しくなっている。同様な結果はSUS 403 鋼の場合にも得られた。

図7はSUS 403 鋼の $P_{\max}$ 一定試験で得られた $\Delta K_{th,eff}$ 近傍の破面上の酸化層をAESにより解析した結果である。縦軸は酸素と鉄のオーグピーク高さ比、横軸の下側はスパッタ時間、上側はタンタル酸化物 Ta_2O_5 のスパッタ速度を基準として求めた破面表面からの距離である。

550°C, 0.5 Hz の場合のようにオーグピーク高さ

比はプラトーを示す。酸化層の厚さはこのプラトー値の1/2に対応する破面表面からの距離と考えられており、550°C, 0.5 Hz の場合には Ta_2O_5 を規準として $0.3 \mu m$ となる。550°C, 50 Hz のときにも横軸を拡大するとプラトーが認められる。しかし、室温のように膜厚が薄い場合には測定間隔が大きすぎてプラトーが得られなかったため、炭素ピーク高さが定常になった点をプラトーとみなした。

図8は $P_{\max}$ 一定試験すなわちき裂閉口を生じない条件下で得られた $\Delta K_{th,eff}$ 近傍(き裂先端から $20 \mu m$ 後方)の酸化層厚さを示す。

Cr-Mo-V 鋼, 550°C, 0.5 Hz の AES の結果は測定時間の都合で図8に示すより大きいことは確かであるが数値はわかっていない。SEM の結果は AES の結果より平均して3倍大きくなった。これは AES の結果が Ta_2O_5 のスパッタ減量を基準にしているためで、以

Cr-Mo-V, 550°C, 0.5Hz

(a) 酸素による分析結果

(b) 上側破面の SEM 像

(c) 下側破面の SEM 像

図6 ΔK_{th} 近傍における EPMA による酸素分析結果

図7 酸化層のオーグ電子分光分析結果

図8 $P_{\max}$ 一定試験, $\Delta K_{th,eff}$ 近傍の酸化層厚さ

下では AES の結果は 3 倍して用いる。

図 8 を見ると $\Delta K_{th,eff}$ 近傍の破面上の酸化層は試験温度が高くなると急激に厚くなるが、同じ温度では繰返し速度が 2 けた遅くなくてもあまり厚くならない傾向がわかる。また酸化層厚さは Cr-Mo-V 鋼のほうが SUS 403 鋼より明らかに大きい。

3・5 酸化層の組成分析 酸化層の組成分析を X 線回折で行った。加速電圧は 30 KV で、マスキングにより $\Delta K_{th,eff}$ 近傍の直径 5 mm の円形の部分からのみ情報を得るようにした。

Cr-Mo-V 鋼では 300°C、50 Hz の条件下で得られた破面からは Fe_3O_4 のみが検出された。400°C 以上になるとそれに加え Fe_2O_3 が検出されるようになり、 Fe_2O_3/Fe_3O_4 の比率は 550°C で最も大となった。200°C 以下では酸化層が薄く X 線回折が不可能であったが、Boggs らの結果⁽¹³⁾によれば Fe_3O_4 が形成されているものと考えられる。

一方、SUS 403 鋼では酸化層厚さが薄いため、500°C 以上のみ X 線回折が可能であり、550°C になると Fe_2O_3 が検出された。

4. 考 察

高温き裂伝ばのメカニズムの検討においてクリープ損傷、ヤング率の変化、酸化の影響を考慮することが多い^{(2)~(8)}。前報⁽²⁾⁽³⁾においては SB 42, Cr-Mo-V, SUS 304 鋼を用い、室温から 400°C、0.5 Hz から 50 Hz の条件下で疲労き裂伝ば特性を調べたが、その範囲ではクリープ損傷とヤング率変化は必ずしも重要な因子でないことを明らかにした。本研究では試験温度を 550°C まで広げ、また SUS 403 鋼を追加したが、同様にクリープ損傷とヤング率変化の観点からでは説明できない結果が得られた。クリープ損傷に関しては 550°C の SUS 403 鋼の $da/dN-\Delta K_{eff}$ 曲線が繰返し速度に依存せず [図 2 (b)], また、両鋼とも粒界割れ破面は形成されていなかった (図 5) こと、ヤング率については 550°C において両鋼とも等しく室温より約 3 割低下するが、 $da/dN-\Delta K_{eff}$ 曲線の繰返し速度依存性が両鋼で異なっていた。そこで、以下では酸化の影響について検討する。

4・1 き裂先端の逆滑りに対する酸化の効果 疲労き裂進展はストライエーションモデル⁽¹³⁾を用いると、次のように考えられる。まず引張負荷時にき裂先端に滑り変形が起こり新生面が形成される。この新生面には酸素や水の分子が吸着し、時間の経過とともに酸化反応が進む。除荷時には未反応または反応の不完全な部分で逆滑りが生じる。そして、逆滑りでできな

った残りの部分に対応する長さだけき裂が進展する。

ここで逆滑り量は新生面の酸化量に逆比例するので、き裂伝ばは試験温度が高く、また、繰返し速度が遅いほど加速するものと考えられる。この予測は図 1 と 2 に示した Cr-Mo-V 鋼と SUS 403 鋼におけるき裂伝ば速度の温度、繰返し速度依存性と一致している。

上述の考え方に従うと、き裂伝ばの加速の上限は逆滑りが起こらない程度まで新生面が酸化された時点と考えられる。そのとき、疲労き裂伝ば速度はき裂開口変位 CTOD あるいはストレッチゾーン幅 SZW と一致することになる。

小林ら⁽¹⁶⁾は種々の材料について SZW を測定し、次の関係を得ている。

$$SZW = 89(J/E) \dots\dots\dots (1)$$

ここで、 E はヤング率、 $J = (1-\nu^2)(K^2/E)$ 、 ν はポアソン比である。 $E = 2.06 \times 10^5$ MPa (室温)、 $\nu = 0.3$ として求めた式 (1) の関係を図 1 と図 2 に一点鎖線で示した。

図 1, 2 で Cr-Mo-V 鋼, SUS 403 鋼ともに温度が高くなり、繰返し速度が低下するほど $da/dN-\Delta K_{eff}$ 曲線は一点鎖線に近づいている。Haigh⁽⁷⁾が 550°C で Cr-Mo-V 鋼を用いて試験した結果では、き裂伝ばの加速は 0.01 Hz までで飽和し、式 (1) の関係に近づくが、0.001 Hz ではクリープ損傷のため新たな加速が生じるとしている。図 1, 2 ならびに Haigh の結果では連続伝ば域の曲線の傾きすなわち Paris 則の指数 m はほぼ 2 となっている。そしてこのことは高温疲労き裂伝ばが CTOD モデルに従うことを意味している。 m は室温大気中では本研究の結果も含めて約 3 となる場合が多く、CTOD モデルに従わないように見えるが、破面上に残されているストライエーションに対しては $m \approx 2$ となっている⁽¹⁵⁾。

4・2 $\Delta K_{th,eff}$ 特性 上述の考え方に従うと、き裂先端に新生面が形成されなくなると、き裂伝ばは下限界に至ると考えることができる。

図 9 は高温大気中における疲労き裂先端の酸化層の状態を模式的に示したものである。図 9 (a) の連続伝ば領域においては、き裂伝ば速度が比較的速いので、き裂先端の新生面には荷重の 1 サイクルに相当する時間内に形成された酸化層のみが存在すると考える。酸化層は転位の動きを妨害することが報告されているが⁽¹⁶⁾、上述のような短時間の酸化層では転位の動きを完全には阻止できないため、荷重繰返しごとに新生面は形成されき裂が伝ばする。一方、 ΔK が十分低く、き裂伝ば速度が十分遅ければ、1 サイクル中にき裂先端

の酸化層が十分に厚くなり、新生面ができないため、き裂伝ばは起こらなくなると考えられる。

図10に下限界き裂伝ば速度 $(da/dN)_{th}$ と酸化層厚さの関係を示す。 $(da/dN)_{th}$ は図2(a)中に示してあるように、連続伝ば域の延長線が $\Delta K_{th,eff}$ を切る点として決め、酸化層厚さは図8に示したものである。図10から明らかなように $(da/dN)_{th}$ と酸化層厚さの間には極めてよい相関がある。このことは図9のモデルで述べた考え方、すなわち $\Delta K_{th,eff}$ 特性に対し、酸化層厚さが支配的な役割りを果たすという考え方を支持している。

4.3 クロム含有量の影響 図2に示したように、550°Cの da/dN - ΔK_{eff} 曲線の繰返し速度依存性はCr-Mo-V鋼とSUS403鋼で顕著に異なっていた。SUS403鋼ではクロム含有量が高いため、き裂先端の新生面における酸化反応が繰返し速度50Hzにおいても1サイクル以内に飽和すると考えれば、 da/dN - ΔK 曲線が繰返し速度に依存しないことを理解できる。一方、Cr-Mo-V鋼ではクロム含有量が1%程度なので、反応の終了するのは長時間を要する⁽¹⁷⁾。そのため、図8に示したように酸化層はCr-Mo-V鋼のほうがSUS403鋼より厚くなったと考えられる。

ところで図4に示したように、SUS403鋼の $\Delta K_{th,eff}$ は試験温度と繰返し速度に依存しなかったが、それは da/dN の加速量に対応して下限界に至るときの限界酸化層厚さが偶然に釣合ったことによっており、クロムが多く含有されていたこととは関係ないと考えられる。Cr-Mo-V鋼においても50Hzでは400°C、5Hzでは300°Cまでの条件下で $\Delta K_{th,eff}$ は繰返し速度に依存していない。 da/dN の加速量と限界酸化層厚さの釣合いがくずれると、Cr-Mo-V鋼の高温、

低繰返し速度側で見られるように $\Delta K_{th,eff}$ は繰返し速度に依存する(図2, 4)。

5. 結 言

P_{max} 一定 ΔK 減少法を採用し、き裂閉口のない条件下で、試験温度を室温から550°C、繰返し速度を0.5から50Hzまで変えて、Cr-Mo-V鋼とSUS403鋼の疲労き裂伝ば特性を調べた。同時にオージェ電子分光分析、X線マイクロアナライザ、走査形電子顕微鏡を併用して下限界近傍の破面上の酸化層厚さを測定した。得られた結果は次のようにまとめられる。

(1) 下限界値の有効成分 $\Delta K_{th,eff}$ 値はCr-Mo-V鋼の場合には、試験温度が高く、繰返し速度が遅いほど大きくなったが、SUS403鋼の場合には試験温度と繰返し速度に依存しなかった。これらの $\Delta K_{th,eff}$ 特性はき裂先端に形成される酸化層厚さと密接に関係することが明らかとなった。

(2) き裂伝ば速度はCr-Mo-V鋼の場合には高温で低繰返し速度ほど加速した。SUS403鋼の場合には試験温度が高いほどき裂伝ばは加速したが、繰返し速度に対しては依存しなかった。これらのき裂伝ば特性はき裂先端に形成される新生面の酸化過程と関係し、加速の上限は荷重負荷時に形成されるき裂開口変位CTODまたはストレッチゾーン幅SZWに一致する可能性が考えられた。

(3) (1)と(2)で述べたCr-Mo-V鋼とSUS403鋼における高温疲労き裂伝ば特性の相違はクロム含有量の差による酸化過程の相違によると推定できた。

終わりにオージェ電子分光分析は金属材料技術研究

図9 疲労き裂先端における酸化層状態の模式図

図10 き裂伝ば速度 $(da/dN)_{th}$ と酸化層厚さの関係

所構造制御研究部の吉原一紘、藤原 純の両氏のご援助とご助言を得て行うことができたもので、ここに両氏に深く感謝したい。また、X 線回折と X 線マイクロアナライザに関しては同所物性研究部の土肥春夫、本間一廣、木村 隆の各氏にご協力をいただいたことを記して謝意を表する。

文 献

- (1) Matsuoka, S., ほか 5 名, *J. Test Eval.*, 14-6 (1986), 312.
- (2) 竹内・ほか 2 名, 機論, 52-481, A (昭 61), 2155.
- (3) 竹内・ほか 2 名, 機論, 53-487, A (昭 62), 459.
- (4) 小林・ほか 3 名, 機論, 51-463, A (昭 60), 799.
- (5) 小倉・ほか 2 名, 機論, 52-473, A (昭 61), 89.
- (6) 大路・ほか 4 名, 材料, 34-381 (昭 60), 692.

- (7) Haigh, J. R., *Mater. Sci. Eng.*, 26 (1976), 169.
- (8) Liaw, P. K., *Acta. Met.*, 33-8 (1985), 1489.
- (9) 金材技研, クリープデータシート, No. 9 A (昭 48).
- (10) 金材技研, クリープデータシート, No. 13 A (昭 55).
- (11) 吉原, 防食技術, 35 (昭 61), 524.
- (12) Matsuoka, S., ほか 3 名, *Proc. ICF, India*, 3 (1984), 1561.
- (13) Boggs, W. E., ほか 2 名, *J. Electron Chem.*, 112-6 (1965), 539.
- (14) Laird, C., *ASTM Spec. Tech. Publ.*, 415 (1967), 131.
- (15) Kobayashi, H., ほか 2 名, *ASTM Spec. Tech. Publ.*, 856 (1985), 3.
- (16) Fujita, F. E., *Fracture of Solids*, (1963), 657, Wiley and Sons.
- (17) 新居, 金属材料の高温酸化と高温腐食, (昭 57), 59, 腐食防食協会.

討 論

〔質問〕 小 林 英 男〔東京工業大学〕

興味深く拝見した。中・高温疲労き裂進展特性と高温酸化被膜厚さの関連を調べた討論者らの研究結果が(付1)⁽⁴⁾、貴研究結果ではさらに高温側(400°C, 550°C)にまで拡張されている点に関して、考察の内容を確認させていただきたい。貴研究結果では図1、図2において、温度上昇(400°C~550°C)と繰返し速度低下(550°C)に基づくRT, 50Hzの結果からSZWの結果へ向かう加速を、き裂先端の逆すべりに対する酸化の効果として説明している。その効果と、クリープが支配的でないことは、否定しない。しかし、試験温度の上昇に伴い(400°C, 550°C)、疲労き裂面の残留ひずみが応力除去焼なましによって解放され、塑性誘起き裂閉口効果が消失し、RTの疲労き裂の特性から理想き裂の特性へ変化することが、むしろ加速の主たる原因ではないか。なお、図1、図2において、 $\Delta K = \Delta K_{eff}$ は酸化物誘起き裂閉口を除外した ΔK であり、塑性誘起き裂閉口をも除外した ΔK ではない($\Delta K > \Delta K_{eff}$)ことを付記しておく。

〔回答〕 本研究では、き裂開閉口の考えに従い、異なる初期条件のもとで P_{max} 一定試験を開始し、同一 ΔK レベルにおいて異なる応力を持つ二つ以上のき裂伝ば曲線が互いに一致した場合、き裂閉口は起こっていないとした。図1と図2には最も高い応力比側の結果を示した。このようにして求めたき裂閉口を伴わない、材料固有の高温疲労下限界とき裂伝ば特性をき裂先端に形成される新生面の酸化反応に注目して解明しようとしたのが本研究の目的である。

そこで、上述のき裂閉口の基本的考えに従うかぎり、

ご質問の塑性誘起閉口を含め、どのようなき裂閉口も本実験の高応力比側では生じていないと考える。また、質問者らの実験(付1)⁽⁴⁾のようにき裂閉口が生じる条件下では新たにフレッチング酸化が起こるが、本研究ではこの影響は除いてあり、討論者の場合とは立場を異にしている。

〔質問〕 小 倉 敬 二・西 川 出
〔大阪大学基礎工学部〕

破面酸化物の詳細な測定をされ中高温下の疲労き裂進展機構に対し多くの知見を得られたことに敬意を表す。以下の二点ご教示願いたい。

(1) da/dN の大きい場合、高温でのき裂進展の機構はお説のとおりかもしれないが、 da/dN の増大にはヤング率、降伏点の低下に起因する開口変位の増大が大きく寄与しているものと考えられるがいかか。

(2) $\Delta K_{eff,th}$ が高温で上昇する機構として酸化の影響が大きいことは質問者も同意したい。ただ質問者らの実験結果の中で500°CまでのSUS304の結果を見ると、比較的酸化の影響が小さいと思われる条件下にもかかわらず $\Delta K_{eff,th}$ の温度に伴う上昇が非常に大きいこと⁽⁵⁾、また200°Cまでの耐熱Al合金の結果は温度とともに $\Delta K_{eff,th}$ は減少する(付2)などやや理解しにくい点もあり、酸化とともに今一つ重要な機構が重畳しているのではないかと考えがあればご教示願いたい。

(付1) 小林・ほか 3 名, 機論, 50-453, A (昭 59), 1003.

(付2) 西川・ほか 3 名, 機論, 53-490, A (昭 62), 993.

〔回答〕 (1) ご指摘のとおりと思う。ただし、本研究では引張側で形成される開口変位、または SZW がき裂伝ば加速の上限になり得ることを再度強調しておきたい。また、図 10 の $(da/dN)_{th}$ と酸化層厚さの関係に対してはヤング率の変化は影響を及ぼさ

ないことも指摘しておく。

(2) 現在のところ、本文中に述べた以外の考えはない。ただし、多くの実験では $\Delta K_{th,eff}$ をき裂閉口点を測定して求めていることから、き裂閉口測定に問題がある可能性は考えられる。