高温疲労き裂伝ば特性に及ぼす荷重波形の影響*

竹内悦男^{*1}, 松岡三郎^{*1}, 西島 敏^{*1}Effect of Loading Waveform on Fatigue Crack
Growth Properties at Elevated Temperature

Etsuo TAKEUCHI, Saburo MATSUOKA and Satoshi NISHIJIMA

The fatigue crack growth properties for a low-alloy steel, Cr-Mo-V, and two stainless steels, types 403 and 304, were investigated at 550°C in air under two sawtooth loading waveforms of slow-fast and fast-slow, and three trapezoidal waveforms of tension hold, compression hold and tension-compression hold. The effect of the waveform was obvious for Cr-Mo-V and 304 steels in the crack growth, while the crack growth rate was almost independent of waveform for 403 steel. A mixed mode transgranular and intergranular fracture was observed for 304 steel, while the transgranular fracture was predominant for 403 steel. The oxide layer formed on the polished surface in a furnace was thicker on Cr-Mo-V steel than on 403 and 304 steels. From these results, it was found that the controlling factor for the waveform effects on the elevated temperature fatigue crack growth properties could be attributed to the oxidation for Cr-Mo-V steel and the creep damage for 304 steel; these two damaging phenomena, however, had little effect on 403 steel in this experiment.

Key Words: Fatigue at Elevated Temperature, Crack Propagation, Stress Intensity Factor, Sawtooth and Trapezoidal Waveform, Oxidation, Creep Damage, Secondary Cracking

1. 緒 言

高温機器の信頼性確保の観点から、高温疲労き裂伝ば特性は重要である。前報^{(1)~(5)}までに低合金鋼 1Cr-1Mo-0.25V とステンレス鋼 SUS 403 と SUS 304 の高温疲労き裂伝ば特性を、550°C までの高温大気中、0.0005 から 50 Hz の正弦波形のもとで調べ、高温酸化、クリープ損傷、ヤング率と降伏応力の低下を考慮して検討してきた。しかし、正弦波や三角波のような対称波形に比べ、引張保持台形波やきょ歯状波などの非対称波ではクリープ損傷の影響が異なることが知られており^{(6)~(12)}、またき裂先端にすべりで生じる新生面の酸化過程も異なるので、高温疲労き裂伝ばの波形効果を調べることは有意義である。

本研究では、きょ歯状波と台形波のもとで Cr-Mo-V, SUS 403, SUS 304 鋼の 550°C 大気中の疲労き裂伝ば特性を調べる。並行して、破面解析と酸化層厚さ測定を行い、高温疲労き裂伝ばの波形効果を高温酸化とクリープ損傷の観点から検討する。

2. 試験方法

供試材はタービンロータ鋼 1Cr-1Mo-0.25V (ASTM A 407-8)、マルテンサイト系ステンレス鋼 SUS 403、オーステナイト系ステンレス鋼 SUS 304 の 3 鋼種である。これらの化学成分と機械的性質は前報⁽²⁾⁽⁴⁾に示した。

試験片は幅 $W=50$ mm、厚さ $B=8$ mm のコンパクトテンション (CT) タイプで、Cr-Mo-V 鋼では直径 1190 mm の実機タービンロータ最外周部分、SUS 403 鋼と SUS 304 鋼では厚さ 10 mm の圧延板からそれぞれ採取した。き裂伝ば試験は 550°C の高温大気中で、荷重比 $R=P_{\min}/P_{\max}$ を 0.5、応力拡大係数幅 $\Delta K \approx 15 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ とし、次式の小規模降伏を満たして行った。

$$(4/\pi)(K_{\max}/\sigma_y)^2 \leq W - a \cdots \cdots (1)$$

ここで σ_y は降伏応力、 W は板幅、 a はき裂長さである。き裂長さの測定はポテンシャル法を用いた。荷重やポテンシャル電圧のデータ集録並びに試験の制御はパーソナルコンピュータシステムによった⁽¹³⁾。

図 1 に使用した荷重波形を示す。対称三角波、きょ歯状波の低速-高速と高速-低速、台形波の引張り-圧縮保持、引張保持、圧縮保持の合計 6 種類を採用した。

* 平成元年 10 月 14 日 第 67 期全国大会講演会において講演。原稿受付 平成元年 11 月 20 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)。

実際には、試験は $R=0.5$ で行っているので圧縮荷重は存在しないが、ここでは、従来から低サイクル疲労で採用されている呼び方にならって引張り-圧縮保持などを用いた。また、図1には波形各部の時間を記入しているが、0.2 sと0.9 sを基準としている。そこで、この場合は0.2/0.9 sグループと名付け、このほかに0.2/9 sと2/9 sグループも採用した。

試験終了後、破面観察と試験片縦断面における2次割れの観察を走査形電子顕微鏡(SEM)を用いて行っ

た。破面観察に際しては、10 %硫酸とインヒビタ（ネオレスチン）を含む75°Cの水溶液中で約4分間破面を超音波洗浄し、酸化物を除去した⁽¹⁴⁾。

高温き裂伝ばに及ぼす酸化の影響を検討する目的で、バフ研磨した試料を高温炉中に一定時間さらし、その表面上に成長した酸化層厚さをオージェ分光分析(AES)とSEMで測定した。AESではアルゴンスパッタを併用し、SEMでは試験片を縦割りにして酸化層厚さを求めた。詳細は文献(1)、(4)に示す。

3. 試験結果

3.1 き裂伝ば速度 da/dN

3.1.1 対称三角波と正弦波の da/dN 図2に1サイクル中の時間が0.4 s(2.5 Hz)、4 s(0.25 Hz)、18 s(0.056 Hz)の対称三角波で得られたき裂伝ば速度 da/dN の繰返し速度依存性(黒抜き印)を正弦波の結果(白抜き印)と比較して示す。3鋼種とも対称三角波の結果は正弦波の結果とよく一致した。図中の曲線は三角波と正弦波の両方の結果を含めた2次回帰曲線であり、以後のきょ歯状波と台形波の結果の解析においては参照データとして用いる。

3.1.2 きょ歯状波と台形波の da/dN 図3にきょ歯状波と台形波で得られた da/dN を示す。図中にはこれら各波形の1サイクル中の時間と等しい時間を有する対称三角波の da/dN を破線で示した。また、きょ歯状波と台形波で最短の立上り時間または立下り時間(図1の例では0.2 s)で構成される対称三角波の da/dN を一点鎖線で示した。以後、前者の破線に対応する場合を低速三角波、後者の一点鎖線に対応する場合を高速三角波と呼ぶ。

図1 0.2/0.9 sグループにおける波形と各部分の時間

図2 対称三角波と正弦波の da/dN - f 関係

図3 きょ歯状波と台形波で得られたき裂伝ば速度 da/dN [なお、実線は実験結果、破線は各波形の1サイクル中の時間と等しい時間を有する対称三角波(低速三角波)のもとでの da/dN 、一点鎖線は最短の立上り時間または立下り時間で構成される対称三角波(高速三角波)のもとでの da/dN]

図3(a)のCr-Mo-V鋼における da/dN の波形依存性は0.2/0.9s, 0.2/9s, 2/9sのどのグループも同じ傾向となった。すなわち、きょ歯状波では da/dN は低速-高速のほうが大きくなり、台形波では引張り-圧縮, 引張り, 圧縮保持の順で小さくなった。また, 対称三角波の結果と比較すると、きょ歯状波と台形波の結果はすべて破線の低速三角波の結果よりは小さくなり、一点鎖線の高速三角波の結果よりは大きくなった。

図3(b)のSUS 403鋼の場合には低速と高速三角波の da/dN の差は小さく、この間にきょ歯状波と台形波の結果はほぼ入った。結果として、SUS 403鋼の波形依存性は極めて小さくなった。

図3(c)のSUS 304鋼の場合にはCr-Mo-V鋼と同様な波形依存性が得られた。しかし、きょ歯状波の高速-低速、台形波の圧縮保持の場合は高速三角の結果とほぼ一致し、この点がCr-Mo-V鋼の場合と異なった。

3・2 破面観察 図4にSUS 403とSUS 304鋼のSEM観察例を引張り-圧縮保持波の場合を代表し

Air, 550°C, $\Delta K=13\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$

(a) SUS403

(b) SUS304

図4 微視的破面様相(引張り-圧縮保持, 2/9s)

て示す。SUS 403鋼の場合、荷重波形や繰返し時間によらずすべて図(a)に示すような粒内破壊となった。一方、SUS 304鋼の場合には立上り時間が0.2sの高速-低速のきょ歯状波と圧縮保持台形波では粒内破壊となったが、それ以外では図(b)のような粒内破壊と粒界破壊が混合した破面となった。Cr-Mo-V鋼では酸化層が厚く、さび取り処理を施すと、デインプルのような凹凸しか観察されず、疲労特有の破面は認められなかった。しかし、550°Cより低温で、高速の正弦波の場合には粒内割れ破面が観察された⁽³⁾。

図5にはSUS 304鋼で得られた粒界破壊の破面率 f_i を1サイクル中の時間に対して示す。図中の記号は図3に定義し、また前報⁽⁵⁾の正弦波の結果も示した。各波形ともに試験時間が長くなると、 f_i は増加する傾向となったが、高速-低速(◆)と圧縮保持(▲)の波形では小さくなった。

上述のような破面の特徴のほかに、SUS 403とCr-Mo-V鋼では2次割れが多数観察された。そこで、この2次割れの様相を試験片縦断面において観察した。その際、破面にニッケルメッキを施すことにより酸化層を保護した。また、全体の2次割れの傾向を知るために、前報の正弦波のもとで得た破面も含めて観察した。

図6は縦断面上の2次割れのSEM観察例である。図7(a)には2次割れの数と1サイクル中の時間の関係、図7(b)には試験温度との関係を示す。これらの結果からわかるように、2次割れはSUS 403鋼よりもCr-Mo-V鋼で、また同じ鋼では試験温度が高く、1サイクル中の時間が長くなるほど少なくなった。すなわち、酸化層が厚くなるほど2次割れの数はいくつか少なくなった。

図5 粒界破面率と1サイクル中の時間の関係

Air, 550°C, $\Delta K \approx 15 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$

(a) Tension-compression hold, 2/9s

(b) Tension-compression hold, 0.2/0.9s

(c) Sinusoidal, 50Hz
SUS403

(d) Tension-compression hold, 2/9s

(e) Tension-compression hold, 0.2/0.9s

(f) Sinusoidal, 50Hz
Cr-Mo-V

図6 縦断面上の2次割れのSEM観察例

3.3 酸化層厚さ 上述のように、高温大気中では酸化層の成長は避けることができない。図8には550°Cの高温炉中に一定時間保持したときパフ研磨面上に形成される酸化層厚さの変化を示す。酸化層は保持時間とともに厚くなり、長時間側で飽和する傾向となり、ステンレス鋼 SUS 403 と SUS 304 に比べ、低合金鋼 Cr-Mo-V において酸化層は厚くなった。また、図8には示していないが、550°Cより低い温度では酸化層は薄くなった。

一般に、高温酸化層厚さ x は次式で表される。

$$x^2 = Cte^{-Q/KT} \dots\dots\dots (2)$$

ここで、 C は定数、 t は時間、 Q は活性化エネルギー、 K はガス定数、 T は絶対温度である。図9は式(2)に基づいて酸化層厚さを再整理した結果である。ここで、 $Q=20\,000 \text{ kcal/mol}$ としたが、この値は Liaw⁽¹⁵⁾,

(a) 2次割れ数と1サイクル中の時間の関係

(b) 2次割れ数と試験温度の関係

図7 2次割れ数の時間および温度依存性

Himmel⁽¹⁶⁾らによって報告されている最小値に近い。
また、550°C 以下の温度の場合には式(2)を用いて
550°C の場合に相当する時間 $t^* = t(e^{-Q/KT}) / (e^{-Q/823K})$ に換算した。得られた結果は試験温度に関
係なくほぼ傾き 1/2 の直線で表すことができた。次章
の考察ではこの結果から疲労試験中の酸化層厚さを求
めることにした。

図 8 バフ研磨面上に形成される酸化層厚さと時間の関係

図 9 試験温度をパラメータとして再整理した
酸化層厚さと時間の関係

4. 考 察

高温疲労き裂伝ばにおいては高温酸化、クリープ損
傷および降伏応力とヤング率の低下の影響を考慮する
必要がある。前報までの異なる繰返し速度を有する正
弦波形下の試験においては、図 11(a) のき裂鈍化モデ
ル [4, 17] を基に、これらの影響を次のように説明し
た。

(1) 高温酸化：負荷時に形成される新生面の酸化
が強いほど、除荷時の逆滑りと再溶着が阻止され、
 da/dN は加速する。

(2) クリープ損傷：クリープ損傷は粒界に蓄積さ
れるため、粒界破壊が生じ、 da/dN の加速が生じる。

(3) ヤング率と降伏応力の低下：き裂先端開口量
が大きくなり、 da/dN は加速する。

以下では、この考えを基本にして高温疲労き裂伝ば
の波形効果を説明する。ただし、試験が 550°C のみで
行われているので、(3) のヤング率と降伏応力の低下
の影響については言及しない。また、高温酸化の影響
に関してはき裂伝ばモデルを修正する。

4.1 クリープ損傷 前章の実験結果によると、
低合金鋼 Cr-Mo-V に比べ、ステンレス鋼 SUS 403
と SUS 304 では高温酸化層厚さは薄く、両者ではほ
ぼ等しくなった(図 8)。しかし、破面様相は SUS 403 鋼
では粒内割れであったが、SUS 304 鋼では粒界割れが
存在していた(図 4)。これに対応して、SUS 403 鋼で
は、 da/dN は波形によらずほぼ等しくなったが、
SUS 304 鋼では明らかな波形効果を示した(図 3)。こ
れらの結果は SUS 403 鋼では高温酸化とクリープ損
傷の影響が極めて小さいのに対して、SUS 304 鋼では

図 10 da/dN と粒界破面率の関係

高温酸化の影響は小さいが、クリープ損傷の影響は大きいことを示している。事実、SUS 304 鋼ではクリープ損傷が生じにくい高速-低速きょ歯状波と圧縮保持台形波では da/dN は点線の高速三角波の結果とほぼ一致したが、クリープ損傷が顕在化する低速-高速きょ歯状波と引張保持台形波では da/dN の加速が生じていた。このような SUS 304 鋼と同様な結果は多数報告されている^{(6)~(12)}。

前報⁽⁵⁾においては繰返し荷重下で蓄積されるクリープ損傷量は粒界割れの破面率 f_i に対応すると考えた。図 10 には SUS 304 鋼の 550°C で各々の波形のもとで得た da/dN と f_i の関係を、前報の正弦波の場合も含めて示してある。波形に依らず、 da/dN と f_i の間には良い相関があることがわかる。

図中の実線は次式(前報⁽⁵⁾)の線形加算を用いてクリープ・疲労相互作用下のき裂伝ば速度 $(da/dN)_{c-F}$ を予測した結果である。

$$1/(da/dN)_{c-F} = f_i/(da/dN)_c + (1-f_i)/(da/dN)_F \quad \dots\dots\dots (3)$$

ここで、 $(da/dN)_c$ はクリープ損傷に対応するき裂伝ば速度、 $(da/dN)_F$ は疲労損傷に対応するき裂伝ば速度である。計算に際し、 $(da/dN)_F = (8 \times 10^{-8} \text{ m/cycle})$ は高温酸化の影響を考慮して図 2 で SUS 403 鋼の 0.005 Hz の結果を採用した。一方、 $(da/dN)_c$ は $(da/dN)_F$ の 100 倍であるとした⁽⁵⁾。図 10 中の実線は実験結果の傾向をほぼ表している。したがって、クリープ損傷の影響は波形によらず式(3)で評価できるこ

とになる。

4・2 高温酸化 図 8 の結果によると、ステンレス鋼 SUS 403 と SUS 304 に比べ、低合金鋼 Cr-Mo-V では厚い高温酸化層が形成された。したがって、図 3(a) の Cr-Mo-V 鋼の da/dN の波形効果は高温酸化の影響によると考えられる。実際、SUS 304 鋼においてクリープ損傷が顕著でなかった圧縮保持台形波においても Cr-Mo-V 鋼の da/dN は点線の高速三角波の場合よりは加速した。

前報⁽⁴⁾⁽⁵⁾の正弦波の場合には、図 11(a) のき裂鈍化モデルを基礎に、負荷時に生じた新生面の酸化が強くなるほど、除荷時の逆滑りと再溶着が阻止されるため、 da/dN は加速すると考え、高温酸化の影響を説明した。しかし、このモデルに従うと、圧縮保持台形波の保持部分は無視でき、高速三角波と等価であると考えられるので、圧縮保持台形波において da/dN が加速する現象は説明できない。そこで、図 11(b) に示すように高温酸化の度合に対応してき裂先端の開口様相が変化すると考えた。

図 11(b) は高温酸化の最も著しい場合の模型図である。図 11(a) のき裂鈍化モデルでは負荷時にき裂後面およびき裂開口部においてすべり変形が一樣に起こるので、き裂先端は鈍化する。しかし、負荷時にき裂側面に厚い酸化層が形成され、かつ荷重負荷速度が小さく、新生面上にも酸化層が発達できる状態を考えると、図 11(b) に示すようにすべり変形はき裂先端の一点に集中し、き裂は前方に延びることになる。したがって、徐荷時には逆すべりが起こらなくなり、き裂面の酸化のために再溶着もできないので、き裂伝ば速度は最も大きくなると考えられる。このき裂先端開口様式の変化は低速-高速きょ歯状波、三角波(または正弦波)の順で大きく起こり、特に圧縮保持台形波においても圧縮保持にき裂側面の酸化層が成長することを考

図 11 き裂先端形状に及ぼす酸化層の影響の模式図

図 12 2次割れ数と酸化層厚さの関係

えると、図3においてCr-Mo-V鋼の圧縮保持台形波の da/dN が高速三角波のそれよりも加速することをも説明できる。

上述の推測を説明する直接的な方法は本研究では見出せなかった。しかし、図11(a)と(b)を比較すると、酸化層の薄い場合に対応する図(a)のき裂鈍化モデルのほうがき裂の分岐すなわち二次き裂を形成しやすくなる。そこで、図9の結果を基に各波形の1サイクル中の酸化層厚さを推定し、これと図7(a)と(b)の二次き裂密度との関係を求め、図12に示す。確かに両者の間にはよい相関があり、酸化層厚さの増加につれてき裂先端開口状態は図11(a)から(b)のように変化することが推測できる。

5. 結 言

Cr-Mo-V, SUS 403, SUS 304 鋼を用い、550°C下の疲労き裂伝ばを高速-低速と低速-高速のきょ歯状波並びに引張り、圧縮と両側保持の台形波のもとで調べ、高温酸化とクリープ損傷の影響を破面観察と酸化層厚さの測定結果から検討した。得られた結果は次のようにまとめられる。

(1) SUS 403 鋼は波形効果を示さなかった。すなわち、きょ歯状波と台形波並びにこれらの波形の1サイクル中の時間と等しい時間を有する対称三角波(低速三角波)と最短の立上り時間または立下り時間で構成される対称三角波(高速三角波)のもとでのき裂伝ば速度 da/dN は互いに一致した。また、高温炉中でパフ研磨面上に成長した酸化層厚さは薄く、さらに破面様相は粒内破壊であった。これらの結果から、SUS 403 鋼では高温酸化とクリープ損傷の影響が小さいため、 da/dN の波形効果は小さくなったといえる。

(2) SUS 304 鋼では、明確な波形効果が存在した。高速三角波の結果をもとに比較すると、きょ歯状波のうち低速-高速波では da/dN の加速が認められたが、高速-低速波では加速が起こらなかった。台形波では引張保持と引張り-圧縮保持の場合に da/dN の加速は認められたが、圧縮保持時間効果は認められなかつ

た。酸化層厚さはSUS 403 鋼と一致し、破面様相は粒内と粒界破壊の混合モードであった。したがって、SUS 304 鋼では、高温酸化の影響は小さく、クリープ損傷のために da/dN の加速が生じたと結論した。このクリープ損傷の影響は粒界割れの破面率 f_i との関係で定量的に予測できた。

(3) Cr-Mo-V 鋼では、高速三角波の結果と比較するときょ歯状波と、台形波のすべてにおいて da/dN の加速が生じた。酸化層厚さはステンレス鋼SUS 403とSUS 304より厚くなり、また保持時間が長く、高温ほど厚くなった。破面様相は粒内破壊であった。これらの結果から、Cr-Mo-V 鋼ではクリープ損傷の影響は小さいが、高温酸化のため da/dN の加速が生じたと結論した。高温酸化の影響は、酸化層厚さの増加につれてき裂先端形状が鈍化形からせん鋭化形に変化することを考慮すると説明できた。このようなき裂先端形状の変化は、2次割れの酸化層厚さ依存性から推測できた。

文 献

- (1) Matsuoka, S., Takeuchi, E. and Nishijima, S., *Metall. Trans.*, A, **20** (1984), 741.
- (2) Takeuchi, E., Matsuoka, S. and Nishijima, S., *JSME Int. J.*, **30**-259 (1987), 22.
- (3) 竹内・松岡・西島, 機論, **53**-487, A (1987), 459.
- (4) 竹内・松岡・西島, 機論, **53**-495, A (1987), 2223.
- (5) 竹内・松岡・西島, 機論, **55**-512, A (1989), 718.
- (6) 平・大谷・米倉・長田・北村, 機論, **46**-408, A (1980), 861.
- (7) 大谷・山田・柏木・松原, 機論, **48**-435, A (1982), 1378.
- (8) 大路・久保・山河・久利, 機論, **50**-454, A (1984), 1218.
- (9) 小寺沢・西川・森, 材料, **37**-420 (1988), 108.
- (10) 桑原・新田・北村, 材料, **33**-365 (1987), 100.
- (11) James, L. A., *ASTM STP*, 513 (1972), 218.
- (12) Shahinian, P., *J. Press. Vess. Technol.* (1976), 166.
- (13) Matsuoka, S., Takeuchi, E., Kosuge, M., Shimodaira, M., Ohta, A. and Nishijima, S., *J. Test. Eval.*, (1986), 312.
- (14) 西田, 機械機器破損の原因と対策, (1986), 9, 日刊工業新聞社.
- (15) Liaw, P. K., *Acta. Met.*, **33**-8 (1985), 1489.
- (16) Himmel, R. F. and Birchenall, C. E., *J. Met.*, **5** (1953), 827.
- (17) Laird, C., *ASTM Spec. Tech. Publ.*, 856 (1985), 3.