高温低サイクル疲労におけるき裂の生成と 進展に及ぼす酸化の影響*

西野 創一郎^{*1}, 山田 邦博^{*2}

Influence of Oxidation on Low-Cycle Fatigue Crack Initiation and Propagation at High Temperature

Soichiro NISHINO and Kunihiro YAMADA

The initiation and propagation behavior of small cracks of SUS 316 stainless steels under low-cycle fatigue loading at 700°C have been studied with a special emphasis on the role of oxidation both in the surface and subsurface. Intergranular cracking in air is due to preferential oxidation attack on the grain boundaries, while in vacuum the most frequent mode of cracking is transgranular. Also, coalescence of cracks in the surface plays an important role in the early stage of crack propagation both in air and vacuum, i. e., irrespective of the oxidation attack. Consequently, the difference between fatigue life in air and that in vacuum could not be associated with the preferential intergranular cracking in the surface but with the relatively high rate of crack propagation in the depth direction in air compared with that in vacuum.

Key Words: Fatigue at Elevated Temperature, Crack propagation Rate, Surface Crack Coalescence, Grain Boundary Oxidation, Fractography

1. 緒 言

高温低サイクル疲労における疲労き裂進展挙動の研究は数多く報告されており⁽¹⁾, 特に人工切欠部から生成した比較的長いき裂についてはその進展則がさまざまな破壊力学的パラメータ(例えば ΔJ など)によって評価されている⁽²⁾. 一方, 実際の疲労過程においては, まず基底組織内に微小き裂が生成, 進展し, その後巨視き裂へと成長していくことから, 微小き裂の生成, 進展挙動を把握することは巨視き裂の場合同様, 寿命の評価上重要な意味を持つものと考えられる.

このような微小き裂の生成, 初期段階の進展挙動は, クリープ⁽³⁾, 析出⁽⁴⁾, 雰囲気(高温酸化)^{(5)~(9)}, 結晶粒径⁽¹⁰⁾⁽¹¹⁾などさまざまな因子の影響を巨視き裂の場合以上に受けるものと思われる. その中でも雰囲気(高温酸化)の影響は平滑材に特徴的に現れる微小き裂の生成, 進展挙動において最も基本的な問題と思われる. この点に関しては, Coffin⁽⁵⁾⁽⁶⁾をはじめとする広範な研究が行われているが, 酸化雰囲気内における疲労損

傷を微小き裂の生成, 進展挙動に結び付けて論じた研究は多くはない. そこで, 本研究では高温材料として一般的な SUS 316 鋼平滑材を用いて, 大気中および真空中における疲労試験を行い, それらの結果を比較することから高温酸化が微小き裂の生成, 進展挙動にどのような影響を及ぼしているか検討することとした.

2. 供試材および実験方法

供試材は, オーステナイト系ステンレス鋼 SUS 316 であり, 同材に 1100°C, 1 時間保持後急冷の溶体化処理を施した. その後, 1300°C, 3 時間保持後急冷することにより, 平均結晶粒径 130 μm を有する組織を準備した. 表 1 に化学成分, 表 2 に室温における機械的性質をそれぞれ示す. これを図 1 に示す形状, 寸法に機械加工後, R 部にエメリー研磨およびバフ研磨を施し鏡面仕上げとした. この試験片を用いて高周波誘導加熱装置を持つ MTS 社製電気油圧式サーボ形疲労試験機において, 直径方向のひずみを制御し, 疲労試験を行った. 実験条件を表 3 に示す.

3. 実験結果および考察

3.1 表面き裂の生成および連結を伴う進展挙動

* 平成 3 年 11 月 1 日 材料力学講演会において講演, 原稿受付 平成 4 年 6 月 8 日.

^{*1} 学生員, 慶應義塾大学大学院(〒146 横浜市港北区 3-14-1).

^{*2} 正員, 慶應義塾大学理工学部.

図2に大気中と真空中における疲労試験結果を示す。高塑性ひずみ幅側と低塑性ひずみ幅側で傾向は異なるが、 $\Delta\epsilon_p=0.01\sim0.05$ のいずれの塑性ひずみ幅においても大気中の疲労寿命は真空中よりも明らかに低下している。かかる寿命差をもたらす要因として、まず第一に酸化雰囲気の影響の大小による疲労き裂生成、進展過程の相違が考えられることから、両雰囲気中とも一定の条件 $\Delta\epsilon_p=0.02$ にて表面き裂の観察を行い、その進展挙動について比較、検討した。

表面き裂進展の観察は、大気中・真空中ともに疲労寿命の10% ($N/N_f=0.1$) ごとに疲労試験を中断し、試験片表面のレプリカを採取することによって行った。 $\Delta\epsilon_p=0.02$ における大気中の疲労寿命は $N_f=193$ 回、真空中の疲労寿命は $N_f=661$ 回であるから、それらの10%相当の繰返し数に基づき大気中では $N=20$ 回、真空中では $N=65$ 回ごとに疲労試験を中断し、最小径部の主き裂まわり $1\times 2\text{ mm}^2$ の観察領域内におけるすべてのき裂についてレプリカを採取し、その進展挙動をさかのぼって調べた。

図2 疲労試験結果

表1 化学成分

(Wt.%)								
	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo
SUS316	0.05	0.26	1.37	0.034	0.026	10.08	16.19	2.02

表2 室温における機械的性質

	0.2% proof stress (MPa)	U.T.S (MPa)	Reduction in area (%)	Micro-vickers hardness (Hv) (100g 50Points)
SUS 316	269	570	72	128

表3 実験条件

Temperature	700 °C
Strain waveform	Fully reversed symmetrical triangular
Strain rate	1.0×10^{-3} (1/s)
Environment	in air in vacuum ($<1.0 \times 10^{-4}$ torr)

図1 試験片寸法

(a) 表面粒界き裂の生成、進展(大気中)

(b) 表面粒内き裂の生成、進展(真空中)

図3 表面き裂の様相の相違 (700°C, $\Delta\epsilon_p=0.02$)

まず、図3に示すようにそれぞれの雰囲気中における表面き裂生成箇所に相違が認められた。すなわち表面き裂は大気中では結晶粒界、真空中では結晶粒内に生成していることが観察された。大気中における粒界き裂は、従来より報告されているように⁽⁵⁾、結晶粒界が選択的に高温酸化されたため生じたものと思われる。大気中において認められた粒界き裂群は、図3(a)に示したように互いに近接し生成していることが多く、その進展の際には単一き裂が単独で進展するよりは、互いに連結しつつ進展するものと思われる。そこでこのような大気中での粒界酸化き裂の進展の様相を調べたものが表4である。表中の数字はき裂長さを、斜めの線はき裂の連結挙動を表している。同表は破断寿命の90% ($N=180$ 回)で約3000 μm に達した1本の主き裂が多数の粒界酸化き裂の連結、合体によって形成される過程を示している。

このような連結、合体による加速的き裂の進展が、表面粒界酸化き裂を伴う大気中の高温低サイクル疲労特有の現象であり、真空中ではそのようなき裂進展が生じないとするならば、それらは、大気中での著しい寿命低下現象をよく説明し得るものと言えよう。そこで、真空中のき裂進展における連結、合体の有無を確かめた結果が表5である。

表5は真空中での表面主き裂の進展挙動を示すものであり、大気中の粒界き裂に対して粒内き裂という違いはあるが、先の推測とは異なり、大気中と全く同様の連結主体の進展挙動の存在を示している。

このようなき裂の連結、合体の頻度は表面に発生したき裂の数や寸法の大小によって決まると考えられるから、それぞれ大気中と真空中においてき裂生成の様相を調べてそれらの比較を行うこととした。図4は両雰囲気中において主き裂まわり1×2 mm²の観察領域

表4 大気中における表面主き裂の連結を伴う進展挙動 (700°C, $\Delta\epsilon_p=0.02$)

表5 真空中における表面主き裂の連結を伴う進展挙動 (700°C, $\Delta\epsilon_p=0.02$)

内に、寿命の10%ごとに新たに発生した20 μm 以上のき裂の数を示したものである。同図は大気中、真空中ともに寿命の20%でほとんどのき裂が発生し終わること、き裂発生数もほぼ等しいことを示している。しかしながら、 $N/N_f=20\%$ は同一であっても、本試験片の場合、実際の破断繰返し数 N_f は、大気中で $N_f=193$ 回、真空中で $N_f=661$ 回であり、それぞれの雰囲気中で新たなき裂生成がおおむね終了する限界繰返し数は大気中で $N=40$ 回、真空中で $N=130$ 回となり、その間には、 $N=90$ 回の差異が存在することになる。

これらの結果から考えると、き裂の連結進展挙動は高温酸化による粒界酸化き裂進展過程にのみ特有なものではなく、酸化の有無によらず生ずる一般的き裂生成、進展形態であるものと結論される。

図5は表面き裂の進展様相の相違を示している。両雰囲気中とも、多数のき裂が連結を伴いながら進展していくことから、ここでのき裂長さは表4、5における $N/N_f=0.1$ ごとにすべてのき裂長さの平均値をもって代表させ、 $N/N_f=0.7$ までプロットした結果を示したものである。したがって、同図は表面のき裂の平均的進展過程を示したものであり、大気中のほうが真空中よりも明らかに進展が速いことを示している。前述のように、大気中、真空中ともに表面き裂の合体、連結の頻度は同等と見なせるから、このような表面き裂進展傾向の相違は、単独状態におけるそれぞれのき裂の進展速度の相違によってもたらされるものであり、大気中での高温酸化が個々の表面微小き裂進展速度を加速させているものと言えよう。一方、試験片を実際に破断に至らしめるのは内部方向のき裂進展であ

るから、高温酸化が内部方向の進展挙動へ及ぼす影響を知ることこそ重要であろう。しかしながら、内部方向へのき裂進展はその観察が極めて困難であることから、疲労破面観察結果に基づき両雰囲気中における比較を行い、それらをもとに検討を加えることとした。

3.2 内部方向へのき裂進展挙動 図6に両雰囲気中における疲労破面拡大写真を示す。大気中、真空中ともに表面から約130 μm (ほぼ1結晶粒程度の深さ)で、大気中では粒界破壊、真空中では粒内すべりからストライエーションの形成を伴う進展形態へと遷移していることがわかる。このようなき裂の進展形態の遷移は、疲労き裂進展過程における第1段階(stage I)から第2段階(stage II)への遷移⁽¹²⁾に対応すると考え、上述の表面から深さ方向に約130 μm までを領域I、それ以後を領域IIと呼ぶことにする。図7に内部方向へのき裂進展の説明図を示す。大気中では領域Iまでは粒界を進展し、領域II以降はストライエーションを形成しながら進展していく。一方、真空中では領域IまではStage I形の粒内すべりによって進展し、領域II以降では大気中と同様ストライエーション

図5 表面主き裂の進展状況

図4 表面き裂発生の様相

図6 疲労破面(700°C, $\Delta\epsilon_p=0.02$)

を伴うき裂進展である。すなわち、高温酸化による粒界、粒内という破壊形態の相違は表面近傍に限られることがわかった。

領域IIにおいては両雰囲気中ともにストライエーションを形成するので、ストライエーション間隔を計測することによって領域IIにおける内部方向へのき裂進展速度を求めることができる。まず、ストライエーションが負荷1回で1本形成されるか否かは、次のような実験を行って調べた。き裂が領域IIに進展した段階で、まず表3の実験条件のもとで通常どりの高温低サイクル疲労試験を行い、10回負荷した後、疲労試験を中断し、次にひずみ制御から応力制御に切換えて、低応力の高温高サイクル疲労試験を行い、100～500回の負荷を加えた。このような、切換えを破断に至るまで何回か繰返した後、破面観察を行ったところ、図8に示すように高サイクルと低サイクルの疲労破面が交互に現れ、10回負荷した低サイクル疲労破面部分においては、ストライエーションは10本形成されていることを確認した。すなわち、ストライエーションは負荷1回につき1本形成されることがわかった。

図9にストライエーション間隔から得られた領域IIにおける内部方向へのき裂進展速度を示す。同図は大

図7 内部方向のき裂進展の説明図

図8 ストライエーション一対一の対応
(700°C, $\Delta\epsilon_p=0.02$, 大気中)

気中のき裂進展速度のほうが真空中よりも大きいことを示している。大気中、真空中ともにストライエーションを伴う同様なき裂進展形態ではあるが、高温酸化の介在によってき裂進展速度は大気中のほうが大きくなっているものと思われる。

一方、領域Iでは両雰囲気中ともにストライエーションは形成されないので内部方向へのき裂進展速度を調べることは困難である。そこで領域Iにおけるき裂進展速度は、き裂のアスペクト比を利用して、表面き裂の進展から内部方向のそれを推測した。図10は、 $\Delta\epsilon_p=0.02$ 、大気中において高温低サイクル疲労試験を行い、疲労寿命の20%で疲労試験を中断した後に、応力制御、低応力の室温高サイクル疲労試験に切換えて破断させた試験片の破面写真である。同図より、高温低サイクル疲労負荷時における微小き裂の形状はほぼ半円状であり、アスペクト比は約0.5であることがわかった。したがって、内部方向に130 μm (領域I)進展したき裂は表面においては260 μm の長さまで進展しているとみなせるから、これを利用して表面き裂の進展から領域Iでの内部方向へのき裂進展速度を推測

図9 内部方向へのき裂進展速度

図10 微小き裂のアスペクト比
(700°C, $\Delta\epsilon_p=0.02$, 大気中)

図 11 内部方向のき裂連結の様相
(700°C, $\Delta\epsilon_p=0.02$, 大気中)

した。図 5 において表面主き裂が長さ 260 μm 以上に進展するために要した繰返し数を比較してみると、大気中では $N=80$ 回、真空中では $N=350$ 回であるから、領域 I での内部方向のき裂進展速度も領域 II と同様に高温酸化によって加速が生じたものと思われる。

すなわち、両雰囲気中とも内部方向のき裂は進展形態の相違から第 1 段階と第 2 段階に分かれるが、いずれの段階でもき裂進展速度は大気中のほうが大きいことがわかった。

3.3 表面き裂と内部方向のき裂進展の様相 前述のように高温酸化の影響は大気中における疲労寿命低下の基本的な要因となるものと思われるが、表面、内部のいずれのき裂進展が実際に疲労寿命に大きな影響を及ぼすかは明らかではない。そこで、表面および内部のき裂進展過程について破面観察より検討することとした。

図 11 は $\Delta\epsilon_p=0.02$ 、大気中において破断直前に疲労試験を中断し、応力制御、低応力の室温高サイクル疲労試験に切換えて破断させた後の破面写真であり、き裂が連結した直後の形状を示している。このき裂形状は表面に長く深さ方向に浅い扁平状態であり、内部方向のき裂深さは前述のアスペクト比 0.5 のき裂長さより小さい。また、表 4 や表 5 に示した大気中および真空中の主き裂進展を見ると、表面き裂は連結後にその進展を一時的に停止していることが認められる。

このような結果から考えると、図 12 に模式的に示す表面と内部方向のき裂進展過程の様相は次のようにまとめることができよう。すなわち、(1)大気中、真空中ともに多数のき裂が発生する。(2)これらのき裂が連結合体し、表面き裂長さが急増する。同時に、表面き裂は進展を一時的に停止するが方向へはアスペクト比が 0.5 になるまで進展が続く。(3)アスペクト比が 0.5 である半円状き裂になったら、表面き裂が再び進展を開始する。このようにして、き裂は(1)～(3)の進展過程を繰返ししながら表面および内部へと進展を継続していく。き裂が連結を繰返ししながら成長していく上述の過程(2)、(3)において、連続的に進展してい

図 12 表面および内部方向のき裂進展の模式図

るのは内部方向のき裂であり、表面き裂は連結のみによって不連続な進展をしていることがわかる。したがって、疲労寿命をより直接的に支配しているのは内部方向へのき裂進展過程であり、高温酸化による内部方向のき裂進展速度の増大こそ疲労寿命低下の主たる要因といえよう。

4. 結 論

SUS 316 鋼を用いて大気中と真空中において高温低サイクル疲労試験を行い、微小き裂の生成、進展挙動を観察し、高温酸化の影響について検討した。得られた結果を以下に要約する。

(1) 大気中における疲労寿命低下の要因は、主に高温酸化によって内部方向のき裂進展速度が加速されることによる。

(2) 平滑材における表面き裂の連結は高温酸化の有無にかかわらず、高温低サイクル疲労き裂進展過程において重要な役割を果たす。

本研究の遂行にあたり熱心に実験に協力いただいた当時本塾生・清田豊君に深く感謝する。

文 献

- (1) 総合材料強度学講座 7, 環境・高温強度学, (1984), 319.
- (2) 大谷・ほか 2 名, 鉄と鋼, 72-2 (1986), 711.
- (3) 大谷・ほか 2 名, 機論, 52-480 (1986), 1824.
- (4) 飯塚・ほか 3 名, 機論, 51-471 (1985), 2569.
- (5) McMAHON, C. J. and COFFIN Jr, L. F., *Metall. Trans.*, 1 (1970), 3443.

(6) COFFIN Jr, L. F., <i>Metall. Trans.</i> , 3 (1972), 1777.	(10) Yamaguchi, K. and Kanazawa, K. <i>Metall. Trans.</i> , 11 A (1980), 1691.
(7) 山中・ほか3名, 機論, 46-412 (1980), 1329.	(11) 吉葉・ほか2名, 機論, 50-456 (1984), 1443.
(8) 宇佐見・ほか2名, 材料, 33-369 (1984), 685.	(12) FORSYTH, P. J. E., <i>Acta. Met.</i> , 11 (1963), 703.
(9) 時政・ほか1名, 材料, 35-390 (1986), 267.	
-