超音波疲労によるマルテンサイト系ステンレス鋼の
ギガサイクル疲労強度評価*

(異なる介在物寸法レベルの材料に関する検討)

宮本 宣幸^{*1}, 浅井 洋光^{*1}, 宮川 進^{*1}
秋庭 義明^{*2}, 田中 啓介^{*2}Gigacycle Fatigue Properties Evaluation for Martensitic Stainless Steels
by Using Ultrasonic Fatigue Tests

(Study for Materials with Different Level of Inclusion Size)

Nobuyuki MIYAMOTO^{*3}, Hiromitsu ASAI, Susumu MIYAKAWA,
Yoshiaki AKINIWA and Keisuke TANAKA^{*3} Department of Materials Engineering R & D, DENSO CORPORATION,
1-1 Showa-cho, Kariya-shi, Aichi, 448-8661 Japan

Gigacycle fatigue properties of two martensitic stainless steels with different level of inclusion size were investigated by using ultrasonic fatigue tests at room temperature. As a result of the tests, the S-N curves for the both materials were straight on the downside. All of the fatigue fracture started from defects at the internal or at the surface. And almost fracture surfaces had facet regions around the defects. There were not facet regions under 2×10^5 cycles for SUS-A with larger level of inclusion and under 5×10^5 cycles for SUS-B with smaller level of inclusion. There were some specimens of SUS-B which didn't break in the regime from 10^9 to 10^{10} cycles, and which had smaller facet regions than those of the broken specimens. This gives a suggestion that the fatigue limit for internal fatigue fracture exists. For SUS-A and SUS-B, the $\sqrt{area}$ parameter model with $\sqrt{area_{fac}}$ can explain whether a specimen breaks.

Key Words: Fatigue, Gigacycle Fatigue, Ultrasonic Fatigue Test, Martensitic Stainless Steel, Inclusion, Fish-eye, The $\sqrt{area}$ Parameter Model

1. 緒 言

近年、自動車部品に対する使用環境の苛酷化および長寿命要求がよりいっそう強まっており、これに対して、より高強度な材料の製品適用が検討されている。近年の研究によるとこのような高強度材では 10^7 回を超えるギガサイクル域で内部介在物を起点とした疲労破壊(フィッシュアイ破壊)が顕著となることが明らかにされており^{(1)~(5)}、逆にこのことは内部介在物などの欠陥寸法を小さくすることが疲労強度向上につながることを示唆しているといえる。

ギガサイクル域における内部破壊発生メカニズム解明に関する研究は多く行われているが、実部材のギガサイクル疲労強度保証の観点からは、上述のメカニズム解明と合わせ各種材料のギガサイクル疲労強度特性の把握あるいは予測手法が必要であると考えられる。さらに内部起点に対する疲労限の存在が明らかとなれ

ば、この値を用いた無限寿命の強度保証も可能となる。

村上ら⁽⁶⁾は、疲労破壊起点介在物周囲に見られる ODA (Optically Dark Area) に着目、内部破壊発生と水素脆化との関連を指摘するとともに ODA 領域を含めて欠陥寸法と考えることにより $\sqrt{area}$ パラメータモデルをギガサイクル域へ適用できるとしている。また、阿部ら⁽⁷⁾は弁ばね鋼線材 SWOSC-V のギガサイクル疲労試験を実施し、 $N_f = 10^9 \sim 10^{10}$ 回にかけて疲労限が出現したと報告している。

一方、ギガサイクル域の疲労強度評価では試験が長期化することが懸念されるが、これに対しては超音波による共振を利用した超音波疲労試験方法が有効である^{(7)~(9)}。内部摩擦による発熱などの問題もあるが試験片の冷却⁽⁷⁾や断続運転⁽⁸⁾⁽⁹⁾により発熱が抑えられるとの報告がある。

本研究では超音波疲労試験機を用いて介在物寸法レベルを 2 水準としたマルテンサイト系ステンレス鋼のギガサイクル疲労強度評価を行った。いくつかの試験片で $10^9 \sim 10^{10}$ 回の疲労試験を実施するとともに、疲

* 原稿受付 2003 年 8 月 20 日。

^{*1} 正員、(株)デンソー (☎ 448-8661 刈谷市昭和町 1-1)。^{*2} 正員、名古屋大学大学院工学研究科 (☎ 464-8603 名古屋市千種区不老町)。

E-mail: nobuyuki_miyamoto@denso.co.jp

疲労破壊起点周りに見られるファセット状破面の繰返し数に対する増加量に着目し、内部破壊に対する疲労限に関し検討した。また、介在物寸法レベルを変化させた供試材に関し上述の $\sqrt{area}$ パラメータモデルを適用し、疲労試験結果との整合性について検討した。

2. 供試材および実験方法

2・1 供試材および試験片形状 供試材は同じ化学成分を有するマルテンサイト系ステンレス鋼であり、溶解時における脱ガス処理を変化させることにより介在物寸法レベルを2水準とした(以下SUS-A; 介在物寸法レベル大, SUS-B; 介在物寸法レベル小と呼ぶ)。熱処理後の組織写真および機械的性質を図1および表1にそれぞれ示す。また、図2に両材に関する介在物寸法 $\sqrt{area}_{inc}$ の分布調査結果を極値確率紙上に示す。 $\sqrt{area}_{inc}$ の測定は研磨した供試材横断面を光学顕微鏡を用いて実施し、その大きさは100倍

Table 1 Mechanical properties

	σ_B (MPa)	$\sigma_{0.2}$ (MPa)	HV
SUS-A	1970	1660	678
SUS-B	1920	1710	661

Fig. 1 Microstructure of test specimens

Fig. 2 Cumulative frequency distribution of $\sqrt{area}_{inc}$ of inclusions in specimens

視野中に存在する最大介在物の面積の平方根とした。観察は両材とも50視野実施した。また、介在物の種類は主に酸化物系およびTiN系である。図3に試験片形状を示す。また、試験部 $\phi 3$ の横断面における表面から中心位置までの硬さ分布を図4に示す。硬さの測定はマイクロビッカース試験機を用い試験荷重2.94 N, 15 s保持の条件にて実施した。ビッカース硬さ測定値11点の平均値はSUS-A材がHV 678, SUS-B材がHV 661であり、両材とも試験部全断面にわたりほぼ一定の硬さであった。

2・2 実験方法 疲労試験には(株)島津製作所製超音波疲労試験機USF-2000を用いた。この試験機では共振を利用することにより試験片に繰返し荷与を与えることができ、繰返し速度20 kHz, 応力比 $R = -1$ の引張圧縮疲労試験が実施可能である。しかし、超音波疲労試験ではその繰返し速度の速さに起因する内部発熱の問題がある。本実験では、試験片半径方向両側より約10°Cの冷風を吹付け、試験片への荷重を断続的に停止させる方法を用いることとし、110 msの荷重時間に対し停止時間を応力レベルに応じ110~440 msとした。これにより試験片表面の温度を室温程度とすることが可能となっている。なお、試験片にき裂が入ると共振周波数が変動する。この変動幅

Fig. 3 Shape of specimen

Fig. 4 Distribution of vickers hardness for specimens

が0.1 kHz となったときを試験片の破断とみなした。

3. 実験結果および考察

3.1 疲労試験結果 図5にSUS-AおよびSUS-B材の疲労試験結果を示す。両材のS-N線図とも、今回実施した応力範囲において右下がりの線図となっており二段折れ曲り⁽¹⁾⁽²⁾は認められなかった。また、SUS-B材のビッカース硬さがSUS-A材より2.6%小さいにもかかわらず、今回試験した全寿命範囲において介在物レベルの比較的小さいSUS-B材の線図がSUS-A材より高 σ_a 側に位置しており、介在物寸法が疲労強度に影響を及ぼしているものと考えられる。

さらにSUS-B材では 10^{10} 回の繰返しに対しても破断しない試験片が認められ、今後、詳細の検討が必要であるが、内部起点に対する疲労限の存在が示唆される。

3.2 破面観察 図6, 7に走査形電子顕微鏡によるSUS-AおよびSUS-B材の破面写真を代表例でそれぞれ示す。各図の上段は低倍率写真、下段は起点欠陥部付近の高倍率写真である。疲労破壊はすべて材料内部または表面に近接する欠陥を起点としていた。図6に示したSUS-A材の破壊起点は図1の光学顕微鏡観察では認められなかった欠陥形態であり、詳細な調査が必要である。SUS-B材に関しても二つのサンプルで破壊起点に同様な形態が認められたが、その他の大部分は酸化物系およびTiN系介在物であった。また、図6, 7の各(b)-2の写真にて介在物周りに白っぽく見えるファセット状破面が、他のほとんどの破面にも認められた。これについては後述する。

3.3 破壊起点に関する検討 破壊起点に関する検討を行うため、先の疲労試験にて未破断であった試

験片に対しても高応力で疲労破壊させ破壊起点を観察した。その際、試験応力を後述するファセット状破面が観察されなかったレベル($\sigma_a=1\,000\sim1\,050$ MPa, $N_f=3.7\times10^4\sim2.3\times10^5$ 回で破壊)とすることにより、破断後観察されるファセット状破面は未破断応力での疲労試験において形成されたものと考えることができる。

図8, 9に破壊起点の欠陥寸法と繰返し数の関係を示す。図において白抜き記号は疲労試験にて未破断であった試験片から得たデータを示している。破壊起点の欠陥寸法は、(1)介在物面積の平方根 $\sqrt{area}_{inc}$ と(2)介在物とファセット状破面を含む領域の平方根 $\sqrt{area}_{fac}$ とし、各図中には両者の差 $\Delta\sqrt{area}$ も合わせて示した。図中の線は疲労試験にて未破断であった試験片以外のデータを用いて引いた中心線である。

図8によると、SUS-A材の $\sqrt{area}_{inc}$ は15~35 μm 程度であり、 $\sqrt{area}_{fac}$ は繰返し数に対し右下がりの傾向がありばらつきが大きい。また、 $\Delta\sqrt{area}$ のプロット(記号▲)からわかるように、繰返し数の増加にと

Fig. 6 Photographs of fracture surface for SUS-A

Fig. 5 S-N diagram

Fig. 7 Photographs of fractures surface for SUS-B

もないファセット状破面の領域は増加する傾向にあり、 $N_f=2 \times 10^5$ 回以下の寿命ではファセット状破面は認められなかった。また、未破断の試験片から得られたデータ(記号 Δ)に着目すると、 10^9 回オーダの繰返し数にもかかわらずファセット状破面の面積増加量(形成領域)が少なくなっている。

図9によると、SUS-B材の $\sqrt{area}_{Inc}$ は9~17 μm 程度であり、 $\sqrt{area}_{Fac}$ はSUS-A材とは異なり右上がりの傾向が認められ、繰返し数に対し良い相関が得られている。また、 $\Delta\sqrt{area}$ のプロット(記号 Δ)からわかるように、繰返し数の増加に伴いファセット状破面の領域は増加する傾向にあり、 $N_f=5 \times 10^5$ 回以下の寿命ではファセット状破面は認められなかった。さらに未破断の試験片から得られたデータ(記号 Δ)に着目すると、 10^9 もしくは 10^{10} 回の繰返し数にもかかわらずファセット状破面の面積増加量(形成領域)が少ないことがわかる。また 10^9 回未破断試験片の1本にはファセット状破面が認められなかった。このことは、あ

る応力以下で疲労破壊起点の欠陥寸法が介在物寸法以上に大きくならなかったことを意味しており、介在物寸法が小さい場合には疲労限が存在しうることを示唆しているものとする。

今回の試験した SUS-A 材に関しファセット状破面が観察されなかった未破断試験片はなかったが、ファセット状破面の増加量に SUS-B 材と同様の傾向が認められることにより、SUS-A 材に関しても疲労限が存在する可能性があると考え、これについては今後実験的に確認を実施する。

3.4 応力拡大係数範囲に関する検討 上述の破壊起点寸法の観察結果から村上ら⁽¹⁰⁾ による次式を用いて応力拡大係数範囲を算出した。

$$\Delta K = \begin{cases} 0.5\sigma_a\sqrt{\pi\sqrt{area}} & (\text{内部}) \\ 0.65\sigma_a\sqrt{\pi\sqrt{area}} & (\text{表面近接}) \end{cases} \quad \dots\dots(1)$$

式(1)中の $\sqrt{area}$ に $\sqrt{area}_{Inc}$ の値を代入した場合の ΔK を ΔK_{Inc} 、 $\sqrt{area}_{Fac}$ の値を代入した場合を ΔK_{Fac} と表示する。図10、11に両材の ΔK と繰返し

Fig. 8 Relationship between size of defect and cycles to failure for SUS-A

Fig. 10 Relationship between ΔK_{Inc} and cycles to failure

Fig. 9 Relationship between size of defect and cycles to failure for SUS-B

Fig. 11 Relationship between ΔK_{Fac} and cycles to failure

数の関係をそれぞれ示す。

$\sqrt{area}_{Inc}$ で計算した図 10 によると、SUS-A 材のほうが SUS-B 材より全寿命範囲にわたりやや高 ΔK_{Inc} 側に位置しているがその差はわずかである。また、両材の ΔK_{Inc} とともに繰返し数に対して単調に減少する傾向が認められる。次に、 $\sqrt{area}_{Fac}$ で計算した図 11 中の記号●、▲に着目すると、図 10 と同様 SUS-A 材のほうが SUS-B よりやや高 ΔK_{Fac} 側に位置しており、SUS-A 材で $\Delta K_{Fac}=3.5\sim 4.9 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ 、SUS-B 材で $\Delta K_{Fac}=3.1\sim 3.7 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ となっている。また、図 11 中の記号○、△、すなわち疲労試験にて未破断であった試験片のデータはすべて $\Delta K_{Fac}<3.0 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ である。塩澤ら⁽³⁾は JIS SUJ 2 鋼($HV=750$)に関し回転曲げ疲労試験を実施し、 ΔK_{Inc} に関し図 10 と同様な単調減少の傾向があることを報告するとともに、 ΔK_{Fac} が繰返し数に依らず一定値となり表面き裂進展の下限界値 ΔK_{th} とほぼ一致すると述べている。図 11 によると SUS-B 材の ΔK_{Fac} は繰返し数に依らずほぼ一定値となっているが、SUS-A 材では繰返し数に対し単調減少の傾向が認められる。両材の組織、硬さに大差がないにもかかわらず、両材の ΔK_{Fac} が一致していない。この理由として SUS-A 材の破壊起点の形態が SUS-B 材と異なる上ばらつきが大きいことが考えられるが、詳細は今後の検討課題である。

3・5 $\sqrt{area}$ パラメータモデルの適用に関する検討
 上述の結果を用い、村上⁽¹¹⁾によって提唱され、次式で表される $\sqrt{area}$ パラメータモデルの適用を試みた。

$$\sigma_w = 1.56(HV + 120)/(\sqrt{area})^{1/6} \quad (\text{内部}) \quad \dots\dots\dots (2)$$

Fig. 12 Relationship between $\sigma_a/\sigma_{w,Inc}$ and cycles to failure

$$\sigma_w = 1.41(HV + 120)/(\sqrt{area})^{1/6} \quad (\text{表面近接}) \quad \dots\dots\dots (3)$$

上式の $\sqrt{area}$ に $\sqrt{area}_{Inc}$ の値を代入した場合の σ_w を $\sigma_{w,Inc}$ 、 $\sqrt{area}_{Fac}$ の値を代入した場合を $\sigma_{w,Fac}$ と表示する。図 5 で示した疲労試験結果の縦軸をこれらの値で無次元化し再整理した結果を図 12 および図 13 に示す。 $\sqrt{area}_{Inc}$ の値を用いて整理した図 12 に示すように、異なる介在物寸法レベルの SUS-A、SUS-B 両材の疲労試験結果が狭いバンドで表現できており、両材の疲労強度の差異が破壊起点介在物寸法に起因していることがわかる。また、両材の破断データをもとに引いた中心線は $N_f=10^8$ 回にて $\sigma_a/\sigma_{w,Inc}=1.0$ と交差しており $\sigma_a/\sigma_{w,Inc}<1.0$ においても破断した試験片が認められるとともに、 $N_f=10^9$ 回付近では破断した試験片と未破断の試験片の $\sigma_a/\sigma_{w,Inc}$ 値が逆転している。

一方、 $\sqrt{area}_{Fac}$ の値を用いて整理した図 13 では、SUS-B 材の線図がやや高 $\sigma_a/\sigma_{w,Fac}$ 側に位置するが両者の結果は狭いバンドで表されている。また、破断データをもとに引いた中心線はおよそ $N_f=10^8$ 回にて $\sigma_a/\sigma_{w,Fac}=1.0$ と交差しており $\sigma_a/\sigma_{w,Fac}<1.0$ においても破断した試験片は認められない。村上ら⁽⁶⁾は、SCM 435 浸炭窒化焼入れ焼戻し材および真空焼入れ材に関し引張圧縮疲労試験を実施し、破断した試験片がすべて $\sigma_a/\sigma_{w,Fac} > 1.0$ となると報告している。ただし、村上らの結果は $N_f=10^8$ 回付近にて $\sigma_a/\sigma_{w,Fac}=1.0$ と交差しており、疲労線図の傾きも図 13 とは異なっている。しかし、図 13 の結果からも明らかなように本研究の供試材に関して $\sqrt{area}=\sqrt{area}_{Fac}$ とすることにより試験片の破断/未破断の現象を説明することができる。

3・6 最大介在物予測手法に関する検討 上述し

Fig. 13 Relationship between $\sigma_a/\sigma_{w,Fac}$ and cycles to failure

Fig. 14 Comparison for $\sqrt{areainc}$ of inclusions on cross section and on fracture surface

たように $\sqrt{area} = \sqrt{areafac}$ とした $\sqrt{area}$ パラメータモデルを用いることにより実部材のギガサイクル疲労強度の推定が可能となると考えられる。そのためには、(1)実部材の危険体積を考慮した最大欠陥寸法の予測、および(2)ファセット状破面の挙動把握が不可欠である。ここでいう危険体積とは、高応力にさらされ破壊起点となりうる領域の体積をいい、部材中最大応力の90%以上の応力となる領域としている⁽¹¹⁾。

後者の課題に対しては今後の研究に負うところが大きい。前者の課題に対しては図1でも示した極値統計手法が有効であり⁽¹¹⁾、古谷ら⁽¹²⁾は超音波疲労試験による介在物検査手法を提案している。図14に超音波疲労試験を実施した SUS-B 材の試験片破面から得た疲労破壊起点の介在物寸法を極値確率紙上に示す。図中には図1で示した SUS-B 材の光学顕微鏡観察から得た結果も合わせて示した。超音波疲労試験の破面からはより大きな $\sqrt{areainc}$ が検出できているのがわかる。これは検査基準体積、すなわち、(1視野の面積)×(介在物寸法の平均値)が小さい(SUS-B 材の場合 0.017 mm^3) 断面観察による手法に比べ、超音波疲労を用いた手法の検査基準体積は、上述の危険体積に相当し 36.7 mm^3 とはるかに大きいためである。光学顕微鏡観察から得られた結果から今回試験した超音波疲労試験片 18 本分(総危険体積 660.6 mm^3) の最大介在物寸法を推定すると $19.7 \mu\text{m}$ (基準化変数 $y=10.6$) となり、超音波疲労試験片破面の破壊起点に認められた介在物の最大値 $17.0 \mu\text{m}$ とほぼ一致する。つまり、介在物検査手法として超音波疲労試験を用いることの有効性が確認された。さらには、実際に疲労試験を実施することで、SUS-A 材に見られた現象、すなわち

光学顕微鏡観察では観察できなかった欠陥を確実に検出できるものと考えられる。対象とする材料が介在物などの欠陥起点で疲労破壊することが前提となるが、大きな危険体積を有する実部材や、あるいは、より清浄度の高い材料に対する高精度な最大欠陥寸法の予測を考えた場合には、検査基準体積の大きい超音波疲労試験を用いることが有効である。

4. 結 言

溶解時の脱ガス処理を変化させることにより介在物寸法レベルを変化させたマルテンサイト系ステンレス鋼を用い、超音波疲労試験を実施した。また、それらの疲労破面を観察し、得られた破壊起点寸法に対し応力拡大係数範囲および $\sqrt{area}$ パラメータモデルを適用することにより以下の知見を得た。

- (1) 破壊はすべて内部または表面に近接する欠陥を起点とする疲労破壊であり、その疲労線図は右下がりであり、二段折れ曲りは認められなかった。
- (2) 介在物レベルの小さい SUS-B 材に関し実施した $\sigma_a=700 \text{ MPa}$ の疲労試験では繰返し数 10^{10} 回に対しても試験片は破断せず、疲労線図が水平に折れ曲がる結果となった。詳細は今後の検討が必要であるが、内部起点に対する疲労限の存在が示唆された。
- (3) 走査形電子顕微鏡により破面観察を実施した結果、ほとんどの試験片で破壊起点欠陥の周りにファセット状破面が認められたが、SUS-A 材では $N_f < 2 \times 10^5$ 回で、SUS-B 材では $N_f < 5 \times 10^5$ 回でファセット状破面は認められなかった。
- (4) SUS-B 材に関し 10^9 回未破断試験片の 1 本にはファセット状破面が認められず、また両材とも未破断試験片のファセット状破面増加量が破断試験片のそれより少ないことより、介在物寸法が小さい場合には疲労限が存在していることを示唆しているものと考えられる。ただし、さらなる実験的確認が必要である。
- (5) 介在物寸法およびファセット領域を合わせた $\sqrt{areafac}$ の値を用い計算した応力拡大係数範囲は、SUS-A 材で $\Delta K_{Fac}=3.5 \sim 4.9 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ 、SUS-B 材で $\Delta K_{Fac}=3.1 \sim 3.7 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ とほぼ一定値となった。
- (6) $\sqrt{area}$ パラメータモデルを適用することにより、本研究で用いた SUS-A、SUS-B 材の疲労線図が狭いバンドで表現することができ、さらに $\sqrt{area} = \sqrt{areafac}$ とすることにより破断/未破断の現象を説明することが可能である。

文 献

- (1) 黒島義人・池田隆・原田三徳・原田昭治, 機論, **64**-626, A (1998), 2536-2541.
- (2) 中島正貴・酒井達雄・清水利弘, 機論, **65**-640, A (1999), 2504-2510.
- (3) 魯連涛・塩澤和章, 機論, **67**-662, A (2001), 1630-1638.
- (4) 魯連涛・塩澤和章・森井祐一, 機論, **69**-679, A (2003), 662-670.
- (5) Tanaka, K. and Akiniwa, Y., *Fatigue Fract. Eng. Mater. Struct.*, **25** (2002), 775-784.
- (6) 村上敬宜・小西寛・高井健一, 材料学会第 49 回学術講演会講演論文集, (2000-5), 397-398.
- (7) 阿部孝行・竹内悦男・大村孝仁・松岡三郎, 機械学会材料力学部門講演会講演論文集, 99 (1999-10), 589-590.
- (8) 石井仁・山中一史・東郷敬一郎, 機械学会材料力学部門講演会講演論文集, 99 (1999-10), 591-592.
- (9) 石井仁, 材料学会第 48 回学術講演会講演論文集, (1999-5), 11-15.
- (10) 村上敬宜・児玉昭太郎・小沼静代, 機論, **54**-500, A (1988), 688-695.
- (11) 村上敬宜, 金属疲労: 微小欠陥と介在物の影響, (1993), 241, 養賢堂.
- (12) 古谷佳之・松岡三郎・阿部孝行, 鉄と鋼, **88** (2002), 57-64.