SUS304 ステンレス鋼における下限界近傍 真空中高温疲労き裂進展挙動の周波数依存性*

辻 昌 宏^{*1}, 今 西 康 太^{*2}
佐々木 達 也^{*3}, 久 保 司 郎^{*4}

Loading Frequency Dependence of Near-Threshold Fatigue Crack Growth Behavior in SUS304 Stainless Steel at Elevated Temperatures in a Vacuum

Masahiro TSUJI^{*5}, Kota IMANISHI,
Tatsuya SASAKI and Shiro KUBO

^{*5} Department of Mechanical Engineering, Osaka University,
2-1 Yamadaoka, Suita-shi, Osaka, 565-0871 Japan

The loading frequency dependence of fatigue crack growth in the near-threshold region in SUS304 stainless steel was investigated using constant K_{max} and ΔK decreasing test method at 350°C, 550°C and 650°C in a vacuum below 2.7×10^{-4} Pa. Loading frequency was changed from 30 Hz to 3 Hz and vice versa, and crack growth rates at $f=30$ Hz and 3 Hz were compared. It was found that crack growth behavior in the region below the conventional threshold value was dependent on the loading frequency. Furthermore crack growth rates per unit hour at $f=30$ Hz and 3 Hz were compared in order to examine the effect of oxides on the crack surfaces on crack growth behavior. It was suggested that the amount of crack growth was rather time-dependent than cycle-dependent in the region below the conventional threshold in a vacuum.

Key Words: Fatigue at Elevated Temperature, Crack Propagation, Fracture Mechanics, Fatigue Threshold, Vacuum Condition, Loading Frequency Dependence, SUS304 Stainless Steel

1. 緒 言

高温条件下の下限界近傍における繰返し数依存型疲労き裂進展挙動には、変動荷重下における下限界の消失^①や、下限界状態から荷重を上昇させた場合に、再びき裂が進展する現象^{②③}など、いまだ説明されていない問題が残されたままとなっている。また、高温条件下の下限界近傍における繰返し数依存型疲労き裂進展挙動に対して、ひずみ時効、ひずみ回復、拡散、酸化などの高温特有の多くの因子が、複雑に影響を及ぼしているものと考えられる。このような下限界のメカニズムを解明するためには、試験温度、試験雰囲気、荷重形態などの影響について系統的に検討する必要がある。

オーステナイト系ステンレス鋼における高温疲労き裂進展挙動に関しては、これまでに多くの知見が得

られている^{④⑤}。しかしながら、大気中における高温疲労き裂進展挙動と真空中のそれとの比較は重要な知見を与えると推測されるが、両試験雰囲気下の比較はあまり行われていない^⑥。

そこで、本研究ではいまだ説明が困難な高温条件下における繰返し数依存型疲労き裂進展の下限界挙動に関して、試験雰囲気、試験温度、荷重形態などの影響を系統的に調べるため、高温真空中における実験的検討を行う。供試材としては、高温用材料として用いられるオーステナイト系ステンレス鋼 SUS304 を用いる。試験環境を真空中度 2.7×10^{-4} Pa 以上の真空中に保ち、試験温度を 350°C、550°C および 650°C に設定する。以上の条件のもとで、 K_{max} 一定 ΔK 漸減試験法に従って疲労き裂進展実験を行い、通常の下限界値以下の ΔK 領域 (ΔK_{th})^{⑦⑧} において荷重周波数を変化させ、得られた異なる荷重周波数条件下での実験結果をたがいに比較することにより、き裂進展挙動の周波数依存性を調べる。

2. 供試材および試験片

供試材としてはオーステナイト系ステンレス鋼

* 原稿受付 2006 年 10 月 13 日。

^{*1} 正員、大阪大学大学院工学研究科 (〒565-0871 吹田市山田丘 2-1)。

^{*2} 正員、(株) コマツ (〒321-4346 真岡市松山町 26)。

^{*3} 奈良先端技術科学大学院大学物質創成科学研究科 (〒630-0101 生駒市高山町 8916-5)。

^{*4} 正員、フェロー、大阪大学大学院工学研究科。

E-mail: mtsuji@mech.eng.osaka-u.ac.jp

SUS304を用いた。素材は1100℃で溶体化処理した直径20mmの丸棒材である。供試材の化学成分および室温での機械的性質をそれぞれ表1および表2に示す。試験片としては、片側き裂試験片（SEC試験片）を用いた。試験片の形状および寸法を図1に示す。試験片の片側に放電加工により長さ約1.5mm、幅約0.3mmのスリットを導入し、さらに試験前にこのスリットの先端に約1mmの疲労き裂を常温において導入し予き裂とした。その際、疲労予き裂先端の K_{max} がその後に行う本実験の K_{max} の初期値以下になるように留意した。

3. 実験方法および各種力学量の算出

3.1 実験装置および疲労き裂進展試験法 試験片への疲労負荷装置としては、コンピュータ制御方式の電気油圧サーボ疲労試験機（島津製作所：サーボバルサ EHF-EB10T-20L 形）を用いた。また、試験片への加熱装置および真空装置としては、高温真空炉（サーモニック：特別仕様）および外付けの電離真空計（東亜真空：IT-L20PM）を用いた。これにより、実験中の真空度は常に 2.7×10^{-4} Pa以上に保たれていることを確認した。温度の制御には、デジタルプログラム調節計（CHINO：KP1000）を用いた。実験中の温度変動の範囲は設定温度の $\pm 1.0^\circ\text{C}$ 以内であった。疲労負荷手法としては K_{max} 一定 ΔK 漸減試験法¹⁰⁾を採用した。本手法を用いることにより、疲労き裂進展挙動に対するき裂閉口の影響を取り除くことができる。このため ΔK 漸減率はASTM規格E647-94¹¹⁾に制限されない。そこで、 ΔK 漸減率を $C = -0.2\text{mm}^{-1}$ とした。試験温度は、 350°C 、 550°C および 650°C とした。また、荷重周波数は $f = 30\text{Hz}$ および 3Hz 、荷重波形は正弦波とした。

3.2 き裂長さおよびき裂進展速度の算出 本実験では、試験片に供給する電流値に変動が生じた場合

Fig. 1 Geometry of single-edge-cracked specimen used

においても、その影響を排除するため SEC 試験片に対するデュアルプローブ交流電位差法¹⁰⁾を適用した。この方法では、き裂口付近の試験片表面上の切欠きをはさむ位置に、白金製プローブを二組スポット溶接により取り付け、それらの電位差を測定した。各組のプローブにより測定された電位差とき裂長さの関係には、Johnson の式¹²⁾を用いた。すなわち、き裂を挟む2点間の電位差 E とき裂長さ a との関係は、次式で表される。

$$\frac{E_2}{E_1} = \frac{\cosh^{-1}\{\cosh(\pi S_2 / 2W) / \cos(\pi a / 2W)\}}{\cosh^{-1}\{\cosh(\pi S_1 / 2W) / \cos(\pi a / 2W)\}} \dots (1)$$

ここで、式中の W は板全幅、 S_1 および S_2 は電位測定プローブ間隔の半長であり、 E_1 および E_2 はそれぞれ間隔 S_1 および S_2 のプローブに対して得られる電位差を表す。

き裂進展速度 da/dN は、ASTM 規格 E647-91¹¹⁾を参考にして以下のように算出した。すなわち、上述の方法でき裂長さ a を計算し、増分 Δa ごとのき裂長さ a と、繰返し数 N および時間 t との関数における任意のデータ点をA点とすると、A点とその前後 i 点ずつを含めた $j = 2i + 1$ 点を最小二乗法により二次式で近似し、近似曲線のA点での勾配をき裂進展速度とした。なお、本研究では、原則として $\Delta a = 0.05\text{mm}$ および $j = 7$ とした。

3.3 応力拡大係数幅の算出 SEC試験片に対する応力拡大係数幅 ΔK を求める式^{13)~15)}を以下に示す。

$$\Delta K = (\sigma_{max} - \sigma_{min}) \cdot \sqrt{\pi} \cdot F_p(a/W) \cdot F_G(a/W) \dots (2)$$

ここで、 $F_p(a/W)$ は片側き裂のある帯板での一様引張りに対する修正係数^{13)~15)}である。また、本研究では試験片の両端を固定してその回転を拘束した。そのため、回転拘束条件に対する修正係数 $F_G(a/W)$ ¹⁶⁾により、応力拡大係数を補正した。

Table 1 Chemical composition of SUS304 stainless steel tested [wt. %]

C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Fe
0.04	0.60	1.69	0.036	0.001	8.29	18.34	Bal.

Table 2 Mechanical properties of SUS304 stainless steel at room temperature

Tensile Strength (MPa)	Elongation (%)	Reduction in Area (%)	Hardness (HB)
618	50.2	62.0	164

4. 実験方法および結果

4.1 実験手順 高温真空環境下において、下限界近傍で疲労き裂進展実験を行い、通常の下限界値以下の ΔK 領域において荷重周波数を30Hzから3Hzへ、さらに3Hzから30Hzへと変化させる実験を行った。試験法としては、 $K_{\max}$ 一定 ΔK 漸減試験法を採用した。実験手順としては、一本の試験片を用いた実験中に、通常の下限界値まで ΔK 漸減試験を行う手順、および通常の下限界値以下の ΔK 領域におけるき裂進展挙動の周波数依存性を調べる手順がある。これ以降、一本の試験片を用いた実験中に行われる一つの手順を、Proc.(Process)と呼ぶこととし、各手順の区別を行う。

実施した実験の条件を、350℃、550℃および650℃に関して、それぞれ表3、表4および表5に示す。一例を挙げれば、表3のように、 $K_{\max}=10\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ として $K_{\max}$ 一定 ΔK 漸減試験によりき裂進展実験を行い、下限界挙動を示すまでき裂を進展させる手順、これをProc.1とする。このときの下限界値を $(\Delta K_{\text{th}})_{\text{c}}^{3/4}$ と表す。その後、Proc.2として、Proc.1で得られた下限界状態から、 $K_{\max}$ 値を14 $\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ に上昇させて $K_{\max}$ 一定 ΔK 漸減試験を再開し、下限界挙動を示すまでき裂を進展させる。なお、再開時の初期 ΔK 値はProc.1の最終値と同一とする。最後にProc.3として、Proc.2で得られた下限界状態から、 $K_{\max}$ 値を16 $\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ に上昇させて $K_{\max}$ 一定 ΔK 漸減試験を再開し、下

界挙動を示すまでき裂を進展させる。なお、同様に再開時の初期 ΔK 値はProc.2の最終値と同一とする。また、Proc.2およびProc.3を行う際には、き裂進展挙動の周波数依存性を調べるため、手順開始当初は荷重周波数を $f=30\text{Hz}$ とし、その後 $f=3\text{Hz}$ と減少させ、その後再び $f=30\text{Hz}$ と増加させて実験を続ける。以下では、この周波数条件を $f=30-3-30\text{Hz}$ と表す。なお、周波数を変化させて後、再度変化させるまでには、各周波数条件下におけるき裂進展挙動を把握するために、少なくともおおよそ5時間程度以上の十分な時間をおくこととした。尚、本研究の場合、き裂伝ば速度が $10^{-11} \sim 10^{-13}\text{m/cycle}$ 程度に $\Delta K-da/dN$ 曲線が落ち込む領域を下限界とした。

4.2 実験結果

(1) 真空中 350℃における実験 (Ex 1) の結果

真空中 350℃における実験から得られた、応力拡大係数範囲 ΔK とき裂進展速度 da/dN との関係を図2に示す。Proc.1(図2の○印： $K_{\max}=10\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$)では、初期 $\Delta K=6.5\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ とし、 $K_{\max}$ 一定 ΔK 漸減試験を行った。その結果、 $\Delta K=4\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ で下限界挙動が認められた。その後、得られた下限界状態から $K_{\max}$ 値を上昇させて行ったProc.2(図2の□印： $K_{\max}=14\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$)およびProc.3(図2の◇印： $K_{\max}=16\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$)においても、下限界状態からき裂が再進展し、その後、再び下限界挙動が認められた。Proc.2

Table 3 Loading conditions of fatigue crack growth test conducted at 350℃ in a vacuum

Test No.	Process	$K_{\max}$ ($\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$)	ΔK ($\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$)	Frequency (Hz)	Figure Number	Symbol
Ex. 1	Proc. 1	10.0	6.5→4.1	30	Fig. 2	○
	Proc. 2	14.0	4.1→3.6	30-3-30		□→■→■
	Proc. 3	16.0	3.6→3.25	30-3-30		◇→◆→◆

Table 4 Loading conditions of fatigue crack growth test conducted at 550℃ in a vacuum

Test No.	Process	$K_{\max}$ ($\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$)	ΔK ($\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$)	Frequency (Hz)	Figure Number	Symbol
Ex. 2	Proc. 1	10.0	6.4→4.2	30	Fig. 3	○
	Proc. 2	14.0	4.2→3.8	30-3-30		□→■→■
	Proc. 3	16.0	3.8→3.55	30-3-30		◇→◆→◆

Table 5 Loading conditions of fatigue crack growth test conducted at 650℃ in a vacuum

Test No.	Process	$K_{\max}$ ($\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$)	ΔK ($\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$)	Frequency (Hz)	Figure Number	Symbol
Ex. 3	Proc. 1	10.0	6.0→4.14	30	Fig. 4	○
	Proc. 2	14.0	4.14→3.22	30-3-30		□→■→■
	Proc. 3	16.0	3.22→1.95	30-3-30		◇→◆→◆

Fig. 2 Crack growth rate of Ex. 1 conducted under $K_{\max}$ constant ΔK decreasing condition at 350°C in a vacuum

Fig. 3 Crack growth rate of Ex. 2 conducted under $K_{\max}$ constant ΔK decreasing condition at 550°C in a vacuum

および Proc. 3 で得られた下限界値はそれぞれ $\Delta K = 3.6 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ および $3.25 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ であった。

(2) 真空中 550°C における実験 (Ex 2) の結果

真空中 550°C における実験から得られた、 ΔK と da/dN の関係を図 3 に示す。Proc. 1 (図 3 の○印: $K_{\max} = 10 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$) では、初期設定として、 $\Delta K = 6.4 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ とし、 $K_{\max}$ 一定 ΔK 漸減試験を行った。その結果、 $\Delta K = 4.2 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ 付近で下限界挙動が認められた。その後、得られた下限界状態から $K_{\max}$ 値を上昇させて行った Proc. 2 (図 3 の□印: $K_{\max} = 14 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$) および Proc. 3 (図 3 の◇印: $K_{\max} = 16 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$) においても、下限界状態からき裂が再進展し、その後、再び下限界挙動が認められた。Proc. 2 および Proc. 3 で得られた下限界値は、それぞれ $\Delta K = 3.8 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ および $3.55 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ であった。

(3) 真空中 650°C における実験 (Ex 3) の結果

真空中 650°C における実験から得られた、 ΔK と da/dN の関係を図 4 に示す。Proc. 1 (図 4 の○印: $K_{\max} = 10 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$) では、初期設定として、 $\Delta K = 6.0 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ とし、 $K_{\max}$ 一定 ΔK 漸減試験を行った。その結果、 $\Delta K = 4.14 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ 付近で下限界挙動が認められた。その後、得られた下限界状態から $K_{\max}$ 値を上昇させて行った Proc. 2 (図 4 の□印: $K_{\max} = 14 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$) および Proc. 3 (図 4 の◇印: $K_{\max} = 16 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$) においても、下限界状態からき裂が再進展し、その後、再び下限界挙動が認められた。Proc. 2 および Proc. 3 で得られた下限界値はそれぞれ $\Delta K = 3.22 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ および $1.95 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ であった。

4.3 き裂進展挙動の周波数依存性に関する実験結果

Proc. 2 および Proc. 3 では、 $f = 30 \sim 3 \sim 30 \text{ Hz}$

Fig. 4 Crack growth rate of Ex. 3 conducted under $K_{\max}$ constant ΔK decreasing condition at 650°C in a vacuum

と、荷重周波数を変化させる実験を行った。真空中各温度の $(\Delta K_{\text{th}})_{\text{c}}^{34)}$ における Proc. 2 および Proc. 3 の結果を以下に述べる。

(1) 真空中 350°C における実験 (Ex 1) の周波数依存性に関する結果

真空中 350°C における Proc. 2 および Proc. 3 の結果を、それぞれ図 5 および図 6 に示す。図 5 中に示すように、 $K_{\max} = 14 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ の条件下における Proc. 2 の結果では、荷重周波数を $f = 30 \text{ Hz}$ (□印) から $f = 3 \text{ Hz}$ (■印) に低下させた直後はき裂進展速度 da/dN が 60 倍程度増加したがその後すぐに da/dN は低下し、周波数変更前の 10 倍程度の大きさになった。また、荷重周波数を $f = 3 \text{ Hz}$ (■印) から $f = 30 \text{ Hz}$ (■印)

に再び上昇させた場合には、 da/dN はほぼ連続的に変化した。また、図 6 中に示すように、 $K_{\max}=16 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ の条件下における Proc. 3 の結果では、荷重周波数を $f=30 \text{ Hz}$ (□印) から $f=3 \text{ Hz}$ (■印) に低下させた場合に da/dN が約 10 倍に増加し、また、荷重周波数を $f=3 \text{ Hz}$ (■印) から $f=30 \text{ Hz}$ (■印) に再び上昇させた場合には da/dN が減少していることがわかる。

(2) 真空中 550℃ における実験 (Ex. 2) の周波数依存性に関する結果

真空中 550℃ における実験の Proc. 2 および Proc. 3 の結果をそれぞれ図 7 および図 8 に示す。図 7 中に示すように、 $K_{\max}=14 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ の条件下における Proc. 2 の結果では、荷重周波数を $f=30 \text{ Hz}$ (□印) から $f=3 \text{ Hz}$ (■印) に低下させた場合に da/dN が約 10 倍に増加し、また、荷重周波数を $f=3 \text{ Hz}$ (■印) から $f=30 \text{ Hz}$ (■印) に再び上昇させた場合には da/dN

が減少していることがわかる。また、図 8 中に示すように、 $K_{\max}=16 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ の条件下における Proc. 3 の結果では、荷重周波数を $f=30 \text{ Hz}$ (□印) から $f=3 \text{ Hz}$ (■印) に低下させた場合には da/dN が約 10 倍に増加し、また、荷重周波数を $f=3 \text{ Hz}$ (■印) から $f=30 \text{ Hz}$ (■印) に再び上昇させた場合には、 da/dN が減少していることがわかる。

(3) 真空中 650℃ における実験 (Ex. 3) の周波数依存性に関する結果

真空中 650℃ における実験の Proc. 2 および Proc. 3 の結果を、それぞれ図 9 および図 10 に示す。図 9 中に示すように、 $K_{\max}=14 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ の条件下における Proc. 2 の結果では、荷重周波数を $f=30 \text{ Hz}$ (□印) から $f=3 \text{ Hz}$ (■印) に低下させた場合に da/dN が約 10 倍に増加し、また、荷重周波数を $f=3 \text{ Hz}$ (■印) から $f=30 \text{ Hz}$ (■印) に再び上昇させた場合には da/dN

Fig. 5 Relationship between N and da/dN of Proc. 2 ($K_{\max}=14 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$) at 350℃ in a vacuum (Ex. 1)

Fig. 7 Relationship between N and da/dN of Proc. 2 ($K_{\max}=14 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$) at 550℃ in a vacuum (Ex. 2)

Fig. 6 Relationship between N and da/dN of Proc. 3 ($K_{\max}=16 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$) at 350℃ in a vacuum (Ex. 1)

Fig. 8 Relationship between N and da/dN of Proc. 3 ($K_{\max}=16 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$) at 550℃ in a vacuum (Ex. 2)

が減少していることがわかる。また、図 10 中に示すように、 $K_{\max} = 16 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ の条件下における Proc. 3 の結果では、荷重周波数を $f = 30 \text{ Hz}$ (□印) から $f = 3 \text{ Hz}$ (■印) に低下させた場合には da/dN が約 10 倍に増加し、また、荷重周波数を $f = 3 \text{ Hz}$ (■印) から $f = 30 \text{ Hz}$ (■印) に再び上昇させた場合には da/dN が減少していることがわかる。

以上のように、すべての温度域で $f = 3 \text{ Hz}$ の場合の da/dN が 30 Hz の時のそれより大きくなり、その増加量は試験温度および荷重条件によらずほぼ 10 倍程度であった。過去に大気中 550°C において同様の手順で行われた実験⁹でもき裂進展速度の増加は認められたが、その増加量は本研究の真空中の結果に比較して小さいことが多く、ほとんど増加が認められない場合も存在した。これらのことから、高温真空中の通常の下限界値以下の ΔK 領域における疲労き裂進展挙動には

周波数依存性が存在する可能性が考えられ、その依存性は、真空中 350°C 、 550°C および 650°C において同程度であり、大気中 550°C におけるものよりも大きいと考えられる。

4.4 単位時間当たりのき裂長さの増分 da/dt による整理

実験環境がき裂進展挙動の周波数依存性に及ぼす影響をより詳細に調べるため、破面の実験環境にさらされる単位時間当たりのき裂進展挙動について調べた。

(i) 真空中 350°C の実験 (Ex. 1) の da/dt による整理

真空中 350°C の実験の Proc. 2 における結果を、図 11 に示す。図 11 より、周波数を 30 Hz から 3 Hz に変更させた直後は、単位時間当たりのき裂進展速度 da/dt は 10 倍程度増加し、 3 Hz から 30 Hz に戻した場合には、ばらつきが大きい da/dt はほぼ連続的に変化している。

Fig. 9 Relationship between N and da/dN of Proc. 2 ($K_{\max} = 14 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$) at 650°C in a vacuum (Ex. 3)

Fig. 11 Relationship between t and da/dt at 350°C in a vacuum (Ex. 2)

Fig. 10 Relationship between N and da/dN of Proc. 3 ($K_{\max} = 16 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$) at 650°C in a vacuum (Ex. 3)

Fig. 12 Relationship between t and da/dt at 550°C in a vacuum (Ex. 2)

Fig. 13 Relationship between t and da/dt at 650°C in a vacuum (Ex. 3)

(2) 真空中 550°Cの実験 (Ex 2) の da/dt による整理

真空中 550°Cの実験の Proc. 2 における結果を、図 12 に示す。図 12 より、周波数 3Hz における da/dt は、30Hz におけるものよりもやや低いと考えられるが、 da/dt はほぼ連続的に変化している。

(3) 真空中 650°Cの実験 (Ex 3) の da/dt による整理

真空中 650°Cの実験の Proc. 2 における結果を図 13 に示す。図 13 より、周波数を 30Hz から 3Hz に変更させた場合および 3Hz から 30Hz に戻した場合、両者とも da/dt はほぼ連続的に変化していることがわかる。

以上のように、単位時間当たりのき裂長さの増分量は、荷重周波数を変化させた際に多少の変動は認められるものの、異なる荷重周波数間において、ほぼ同程度の値を示す場合が多かった。このことから、き裂進展量は、繰返し数依存性よりむしろ時間依存性を示しているものと考えられる。

5. 考 察

過去に大気中 550°Cで行われた実験⁹と同様、今回行った真空中 350°C、550°Cおよび 650°Cの実験においても、通常の下限界値以下の ΔK 領域においてき裂進展挙動に周波数依存性が認められたが、その依存性は大気中 550°Cのものよりも大きかった。

高温真空中と高温大気中とはクリープ挙動が異なることが知られている⁹。荷重周波数を低下させた際にクリープ破壊の影響によって、き裂進展速度が増加したと考え、雰囲気の違いによるクリープ挙動の差異が大気中および真空中における周波数依存性の違いとして表れた可能性が考えられる。しかし、本研究において 350°Cの比較的低温においても 550°Cおよび 650°Cと同程度の依存性が認められたこと、また各

温度における破面は主に粒内型破面であったことからクリープ破壊の影響は小さいものと考えられる。

また、真空中と大気中との違いとして、き裂先端の酸化膜の影響が考えられる。き裂進展速度に及ぼす酸化膜の影響としては、き裂先端の新生面に発生する酸化膜が逆すべりを妨げ、き裂の進展を促すという考察が他の研究¹⁰⁻¹²で認められる。この考察に従うと、1 サイクル中にき裂先端に生成される酸化膜が増えるほど、すなわち 1 サイクルに費やされる時間が長いほどき裂が加速されることになる。本研究で行った高温真空中における実験でも、破面に微量の酸化膜が認められ、単位時間におけるき裂の進展量が、異なる周波数間においても同程度であったという結果はこの考えと一致する。

しかしながら、高温真空中に比べ大気中 550°Cにおける周波数を低下させた際のき裂進展速度の増分量は小さなものであった。大気中 550°Cにおいては高温真空中に比べ、酸化膜の生成がより活発であると考えられる。そのため、「時間に対する酸化膜の生成量の飽和」、あるいは「酸化膜の増加がき裂進展に与える影響の飽和」のどちらかが発生している可能性が考えられる。「酸化膜の増加がき裂の進展に与える影響の飽和」とは、新生面に生成した酸化膜の量が逆すべりを起こさない程度まで多くなった状態であると考えられる。したがって、高温真空中においては 1 サイクルに費やされる時間にほぼ比例して新生面における酸化膜の量が増加し、増加した酸化膜の分だけき裂進展が促される一方、大気中 550°Cにおいては 1 サイクルに費やされる時間に対する酸化膜の量が、き裂の逆すべりに及ぼす影響は比例的ではなく、飽和状態に近くなっていると考えられる。

また、真空環境下ではき裂先端において再溶着現象が発生している可能性が考えられる。他の研究者による SUS304 鋼を用いた真空中高温条件下における研究においても、再溶着現象が起こっている可能性が示唆されている¹⁰。仮に再溶着現象が発生していた場合、周波数が低下すると 1 サイクル中にき裂先端に生成する酸化膜が増加するため、再溶着現象の発生が抑制されることにより、き裂進展が促進されたと考えられることもできる。

6. 結 言

オーステナイト系ステンレス鋼 SUS304 を用いて、真空中 2.7×10^{-4} Pa 以上の真空環境下において、試験温度を 350°C、550°Cおよび 650°Cに設定し、 K_{max} 一定 ΔK 漸減試験法による疲労き裂進展試験を行った。

実験中、通常の ΔK 漸減下で得られる下限界値 (ΔK_{th})^{③④}以下の ΔK 領域において、荷重周波数を 30 Hz から 3 Hz に、さらに 30 Hz と変化させ、き裂進展挙動の荷重周波数依存性に関して考察を行った。得られた結果を以下に示す。

(1) 荷重周波数を $f=30\text{Hz}$ から 3 Hz に減少させた場合に、真空中の実験全温度域においてき裂進展速度 da/dN が増加する現象が認められた。さらにその後、荷重周波数を $f=3\text{Hz}$ から再び 30 Hz に戻した場合に、 da/dN が減少する現象が認められた。このことから、通常の下限界値以下の ΔK 領域におけるき裂進展挙動に対して、周波数依存性が存在することがわかった。

(2) 荷重周波数変更前後のき裂進展挙動を、単位時間のき裂進展量 da/dt で整理した結果、真空高温中のき裂の進展は、繰返し数依存性よりむしろ時間依存性を示した。

謝 辞

研究を遂行するにあたり、学術振興会科学研究費補助金基盤研究 (C) の援助を得た。ここに記して謝意を表す。

文 献

- (1) Ohji, K. et al., Fatigue Crack Growth and Its Threshold in the Creep Regime, *Zairyou (Journal of the Society of Materials Science, Japan)*, Vol.37, No.419 (1988), pp.951-956
- (2) Ohji, K. et al., Near-Threshold Fatigue Crack Growth Behavior at High Temperatures, *Proceedings of the Fifth International Conference on Creep of Materials, Creep: Characterization, Damage and Life Assessments*, (1992-5), pp.379-388.
- (3) Tamura, E., *Osaka University Doctoral Thesis* (1998).
- (4) Tamura, E. et al., Behavior of Fatigue Crack Growth Threshold of SUS304 Steel in Low ΔK Region at an Elevated Temperature by the Increase of K_{max} , *Nihon Kikai Gakkai Ronbunshu, A (Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers, Series A)*, Vol.64, No.619 (1998), pp.564-572.
- (5) Tamura, E. et al., Discussion on Crack Resistance Based on Loading Frequency Dependence of Near-Threshold Fatigue Crack Growth in SUS304 Steel at Elevated Temperature, *Nihon Kikai Gakkai Ronbunshu, A (Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers, Series A)*, Vol.65, No.635 (1999), pp.1539-1545.
- (6) Ogawa, T. et al., High Cycle Fatigue Properties of SUS304 Stainless Steel under Load-Increasing Conditions, *Nihon Kikai Gakkai Ronbunshu, A (Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers, Series A)*, Vol.65, No.636 (1999), pp.1684-1689.
- (7) Ding, J. et al., Effect of Strain Aging and Overstress on Fatigue Property of SUS304, *Nihon Kikai Gakkai Ronbunshu, A (Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers, Series A)*, Vol.66, No.647 (2000), pp.1331-1336.
- (8) Tsuji, M. et al., Near-Threshold Fatigue Crack Growth Behavior at High Temperature in a Vacuum in SUS304, *Zairyou (Journal of the Society of Materials Science, Japan)*, Vol.53, No.8 (2004), pp.883-888.
- (9) Tamura, E. et al., Loading Frequency Dependence of Threshold Behavior of Fatigue Crack Growth in SUS304 Steel at Elevated Temperature, *Nihon Kikai Gakkai Ronbunshu, A (Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers, Series A)*, Vol.65, No.630 (1999), pp.320-328.
- (10) McKeighan, P. C. and Smith, D. J., Determining the Potential Drop Calibration of a Fatigue Crack Growth Specimen Subject to Limited Experimental Observations, *Journal of Testing and Evaluation*, Vol.22, No.4 (1994), pp.291-301.
- (11) The American Society for Testing and Materials, *ASTM Standards E647-94*, (1994), p.569.
- (12) Johnson, H. H., Calibrating the Electric Potential Method for Studying Slow Crack Growth, *Materials Research & Standards*, Vol.5 (1965), pp.442-445.
- (13) Tada, H. et al., *The Stress Analysis of Cracks Handbook*, (1973), 2.11, Del Research Corp..
- (14) Tada, H. et al., *The Stress Analysis of Cracks Handbook*, (1973), 2.14, Del Research Corp..
- (15) Okamura, H., *Senkei Hakai-Rikigaku Nyumon (in Japanese)*, (1976), p.118, Baifukan Co., Ltd.
- (16) Shahinian, P., Effect of Environment on Creep-Rupture Properties of Some Commercial Alloys, *Transactions of the American Society for Metals*, Vol.49 (1957), pp.862-882.
- (17) Takeuchi, E. et al., Fatigue Crack Growth Properties and Relationship of Oxide Thickness for 1 Cr-1 Mo-0.25 V and 13 Cr Steels at Elevated Temperatures, *Nihon Kikai Gakkai Ronbunshu, A (Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers, Series A)*, Vol.53, No.496 (1987), pp.2223-2231.
- (18) Matsuoka, S. et al., *Annual Report of National Research Institute for Metal 12*, (1991), p.267, National Research Institute for Metal.
- (19) Takeuchi, E. et al., Relationship Between Fatigue Crack Propagation Properties and Film Thickness, *Nihon Kikai Gakkai Ronbunshu, A (Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers, Series A)*, Vol.60, No.570 (1994), pp.344-351.
- (20) Koterazawa, R. et al., Creep-Fatigue Crack Growth of Metallic Materials in Air and Vacuum at Elevated Temperatures, *Zairyou (Journal of the Society of Materials Science, Japan)*, Vol.42, No.474 (1993), 297-303.