

(a) 図 2-5(a)

(b) 図 2-5(b)

(c) 図 2-5(c)

図 2-6 SEM 像による破壊起点部の拡大図

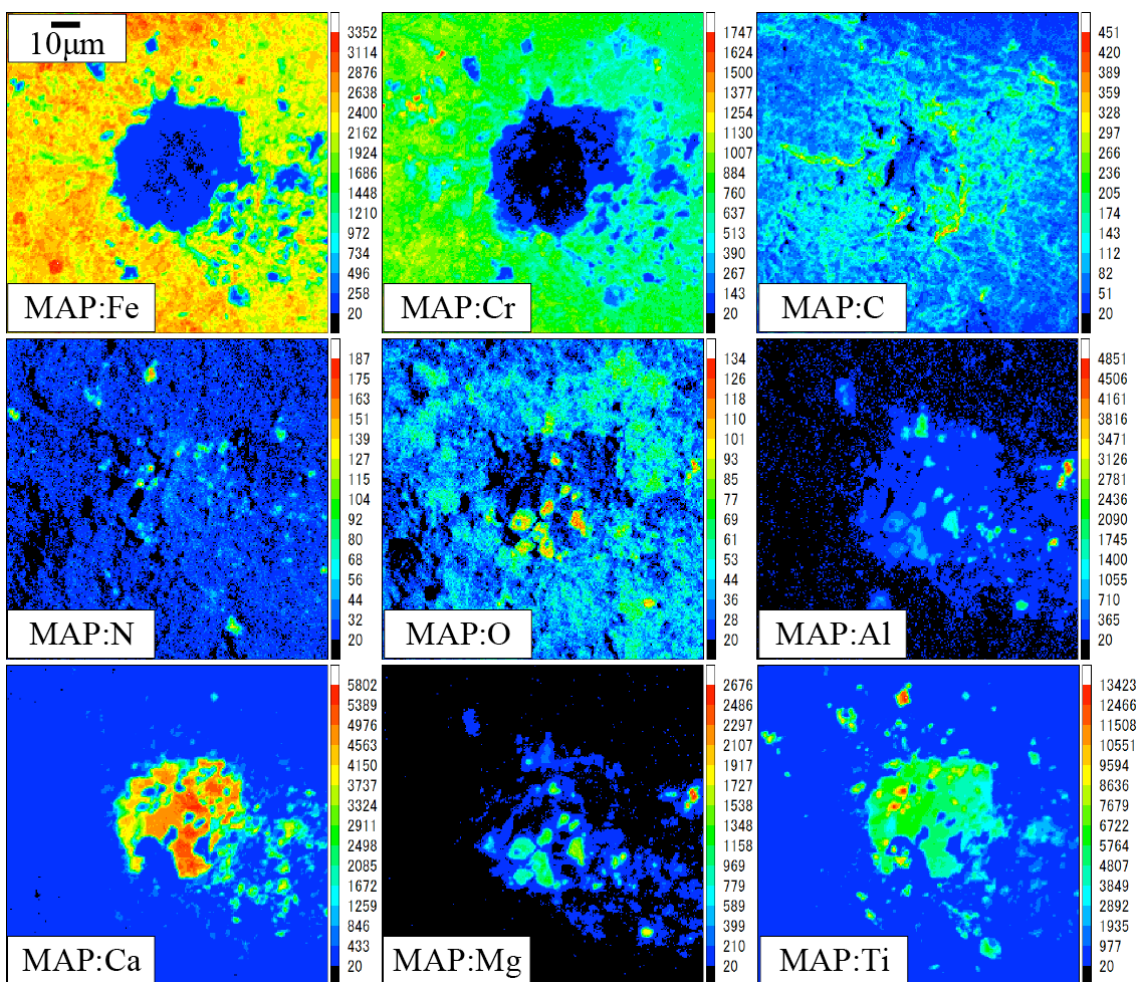


図 2-7 破壊の起点に存在する非金属介在物が集合した領域のマッピング像  
(例：図 2-6(c))

表 2-3 EPMA 分析条件 (微小領域：観察倍率×2000 以上)

スキャンモード	ビームスキャン
加速電圧	15 kV
ビーム径	1 $\mu\text{m}$
ビーム電流値	100 nA
サンプリングタイム	50 ms
ステップサイズ	0.2, 0.4 $\mu\text{m}$
データポイント	256×256 dots
エリアサイズ	51.20×51.20, 102.4×102.4 $\mu\text{m}$

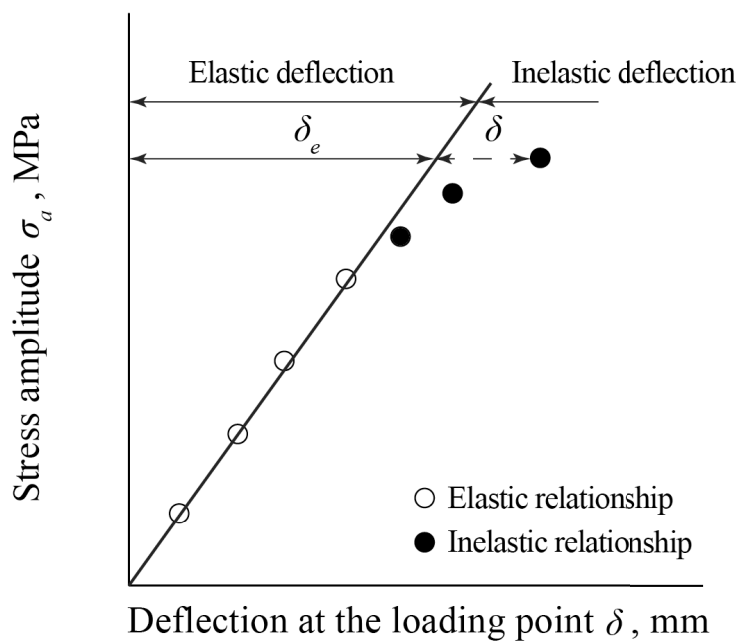


図 2-8 試験応力振幅と荷重点におけるたわみの関係

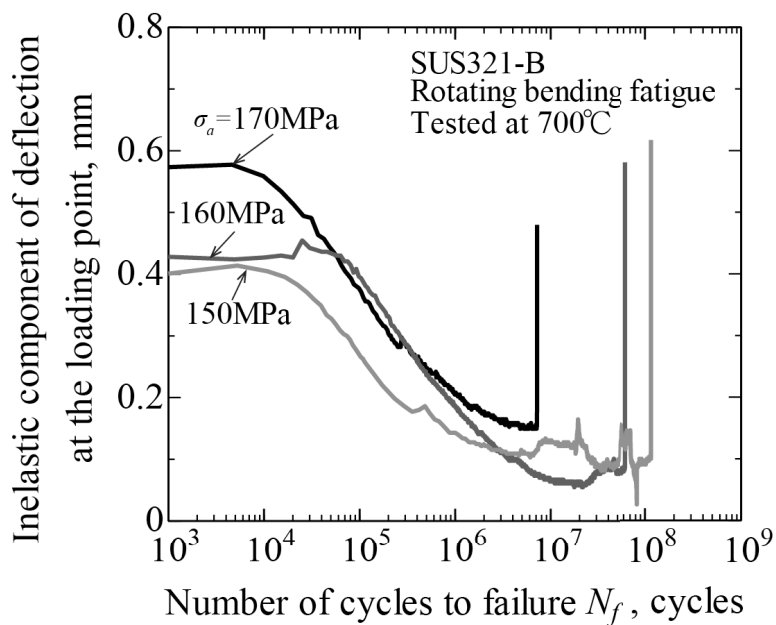


図 2-9 荷重点における非弾性的たわみ成分の変化

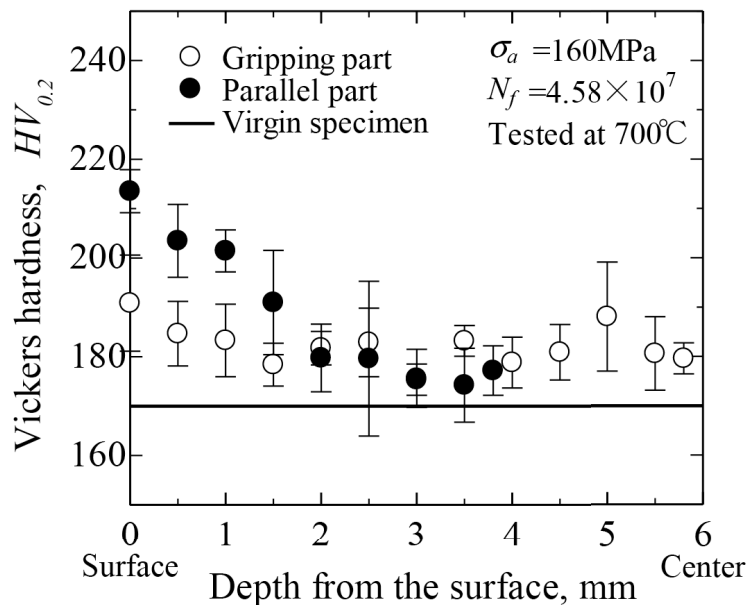


図 2-10 疲労試験片の表面から中心方向のビッカース硬さ分布

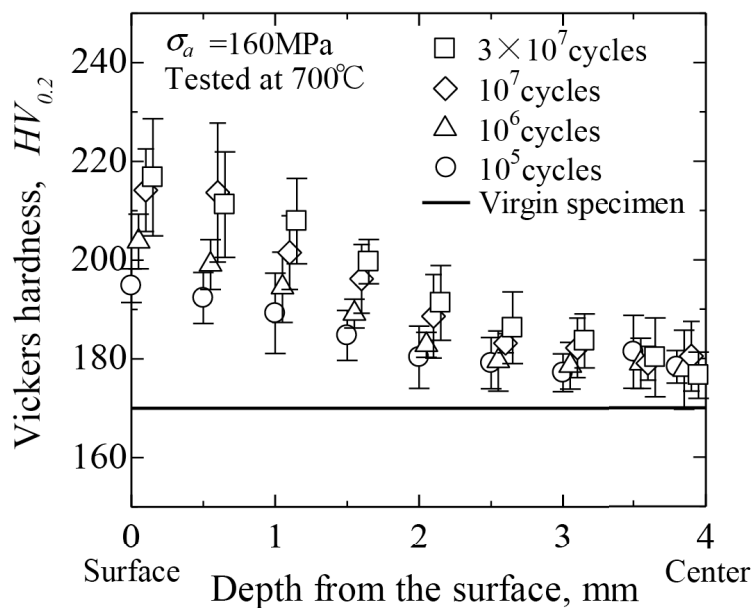


図 2-11 疲労試験を中断した試験片の平行部におけるビッカース硬さ分布

## 第 3 章

---

オーステナイトステンレス鋼 SUS321-B の 700°Cにおける疲労破壊形態に及ぼす酸化効果

## 第3章 オーステナイトステンレス鋼 SUS321-B の 700°Cにおける疲労破壊 形態に及ぼす酸化効果

### 3. 1 緒 言

第2章にて、オーステナイトステンレス鋼 SUS321-B に対して 700°Cにおける回転曲げ疲労試験を行い、破壊形態を調べ、次の結果を得た。2段の S-N 曲線となった高応力・低寿命域ではき裂発生の起点が試験片表面に位置する表面破壊となり、低応力・高寿命域ではき裂発生の起点が試験片内部に位置する内部破壊となった。内部破壊の場合、起点が表面直下にある、小さなフィッシュアイを伴う表面直下型の内部破壊と、起点が表面から深い位置にある、大きなフィッシュアイを伴う内部破壊の2通りが存在した。前者の場合、光学顕微鏡観察によると、破面にはフィッシュアイを中心として半円状の領域が認められた。

しかし、両者の内部破壊の形態の相違をもたらす因子や小さなフィッシュアイを伴う表面直下型の内部破壊の場合に認められた半円状領域は何を意味するのかなど、不明な点が残されていた。また、なぜ高寿命域では、表面にも存在するはずの非金属介在物が集合した領域からき裂が発生して起こる表面破壊が観察されないのかは、残された課題であった。

なお、高温疲労においてはき裂面が酸化されることにより、疲労き裂の進展挙動が影響されることが指摘されている。<sup>1)~4)</sup> オーステナイトステンレス鋼の700°Cにおける高寿命域でのフィッシュアイを伴う破壊においても、き裂面が酸化されることの影響を受けることが予想される。しかし、そのような観点からの観察や考察はなされていない。

そこで本章では、これらの点を明らかにするべく、第2章にて得られた疲労破

面に対して、フィッシュアイを含む広い領域について EPMA を用いて組成像及びマッピング像により詳細な観察及び分析を行う。

### 3. 2 観察対象試験片

観察の対象とした試験片は、第2章にて疲労試験によって得られた図 2-4 で示した●印プロットのうち、高寿命域にて内部破壊を起こした試験片の破面とした。具体的には図 2-5 に破面例として示した小さなフィッシュアイを伴う表面直下型の内部破壊及び大きなフィッシュアイを伴う内部破壊である。

### 3. 3 観察・分析方法

観察の対象とした破面については、フィッシュアイを中心とした広い領域に対して EPMA の反射電子線による組成像 (Compositional image) 及び特性 X 線による面分析 (Mapping analysis) を用いて、破面上に存在する各種元素の濃度分布を測定し表面組成分析を行った。なお、破面の表面形状観察においては第2章と同様である。

反射電子線により得られる組成像は、分析対象地点の極表面に存在する元素の平均原子番号が大きい (重い元素) 場合は明るいコントラスト像に、小さい (軽い元素) 場合は暗いコントラスト像となって現れ、組成分布とその物質形状の情報を得ることができる。<sup>5), 6)</sup> 通常、反射電子像は、組成成分と凹凸成分が含まれており、分析対象地点の凹凸により信号強弱が発生するため、正確な組成分布が得られない場合がある。本研究で用いた EPMA では、組成成分と凹凸成分を分離することで組成像のみを取り出すことが可能で、観察対象地点における微小領域のみならず広域領域までの観察・分析を得意とする分析機器である。<sup>6), 7)</sup> 本研究のように、極めて広い領域 (観察倍率×200～×2000 未満) を観察・分析するにあたっては、観察対象地点の組成像とマッピング像を合わせ総合的に判断しながら

ら慎重に判断した。<sup>8)~10)</sup> なお, 分析に際しては表 3-1 で示したビーム条件のもと, 観測地点から発生する特性X線の信号をもれなく検出するためステージスキャンとし, フィッシュアイを含む広い領域が観察視野内に最小限に納まるよう測定エリアサイズを適時設定し慎重に分析を行った.

### 3. 4 結果及び考察

#### 3. 4. 1 フィッシュアイを伴う破壊形態とその形成過程

第2章にて, 光学顕微鏡写真と SEM 像を基にした破壊形態の代表的な様相については示してきたが, ここでは組成像と面分析の新たな結果と合わせ, 破壊形態及びその形成過程について述べる. 以下, 観察された破壊形態の例を図 3-1~図3-3に, 破壊の起点部を中心にそれぞれの光学顕微鏡写真(OM), SEM像(SEM), 組成像(COM), 及び面分析の結果として酸素のマッピング像(MAP: Oxygen)を示す.

##### 3. 4. 1. 1 小さなフィッシュアイを伴う表面直下型の内部破壊

フィッシュアイの起点が表面から 50~150 $\mu\text{m}$  と浅い位置にあり, 第2章において小さなフィッシュアイを伴う表面直下型の内部破壊とされた破壊形態であるが, 組成像及びマッピング像の結果として得られたフィッシュアイ及びフィッシュアイ周囲の様相によって, 2通りのタイプの破壊形態に別けることができた.

###### (1) 小さなフィッシュアイを伴う内部破壊

一つ目のタイプの例としては, 図 2-5(b)で示したもので, 組成像, マッピング



像と合わせて図 3-1 に示す。光学顕微鏡写真ではフィッシュアイとその周りに半円状領域が認められる。組成像ではフィッシュアイとその周囲の半円状領域、さらにそれ以外の領域でコントラストの差が明瞭に示されていた。

組成像においてコントラストの差が生じる要因を明らかにするために、同じ場所にて、試験片の構成元素、非金属介在物の構成元素について面分析を行った。その結果、組成像における明暗のコントラストの相違は、酸素のマッピング像と対応していることがわかった。すなわち、ここでの組成像が示す明暗のコントラストは、破面の酸化度合いの相違を意味することになる。したがって、フィッシュアイの周りの半円状領域は、フィッシュアイ破面よりも酸化度合いの強い領域であることがわかった。

このような小さなフィッシュアイを伴う表面直下型の内部破壊の形成過程としては、観察及び分析結果から次のように考えられる。すなわち、表面直下に存在する非金属介在物が集合した領域を起点として発生したき裂は、同心円的な進展過程を経て試験片表面のごく近くまで到達する。フィッシュアイ先端と試験片表面の間のリガメント部はフィッシュアイ先端のモード I あるいはモード II の変形様式によって破壊し、フィッシュアイは表面き裂となる。しかし起点が浅く、表面に到達した段階でも小さなフィッシュアイなので、表面き裂になったからといって、急速なき裂進展過程に入るのではなく、試験片の表面円周方向及び中心方向に、表面き裂としていわゆる第 II 段階のき裂進展過程<sup>1)</sup>を要することになる。

これらの過程において形成されたき裂面は、700°Cの大気環境下に曝され酸化されることになる。疲労き裂面が酸化されることは、酸化物誘起き裂閉口現象によってき裂の進展速度が遅くなる要因にもなる。<sup>1)</sup> また、形成後のき裂面が叩き合うことによって生じるフレッティング摩耗粉の酸化によっても、酸化物誘起き裂閉口現象がもたらされると言われている。<sup>2)~4), 12)~14)</sup> したがって、フィッシュアイの周囲に形成された酸化度合いの強い半円状領域は、表面き裂となったフィッ

シュアイが同心円的に進展する初期の過程で形成されたき裂面で、酸化物誘起き裂閉口現象をもたらした領域と考えられる。なお、半円状領域内よりもフィッシュアイ面内のほうが酸化度合いが低いのは、真空中で遅い進展速度で形成されたフィッシュアイ破面のほうが粗くなく、<sup>15), 16)</sup> フレッシング摩耗粉が少ないことによるものと考えられる。

以降、このような破壊形態を便宜的に Type S と呼ぶことにする。その特徴はフィッシュアイの起点が表面から浅い位置にあり、その結果としてフィッシュアイの寸法が小さいことと、その周囲の破面に酸化度合いの強い半円状領域が形成されることである。

## (2) 酸化物で覆われた小さなフィッシュアイに誘起された破壊

もう一つのタイプの破壊形態の例を図 3-2 に示す。なお、この破壊形態を示す試験片の疲労寿命領域は、先に述べた Type S の場合に比べ高寿命側になる傾向が認められた。

図 3-2(a)に示す破面の組成像及び酸素のマッピング像においては、隣接して 2 つの酸化度合いの強い半円状の領域が存在し、図中矢印で示す試験片表面に位置するそれぞれの半円状領域の中心部の間にフィッシュアイが形成されていた。このフィッシュアイ面内の破面の酸化度合いは、その周りの破面の半円状領域の酸化の度合いよりもさらに強くなっていた。

図 3-2(b)に示す破面の組成像及び酸素のマッピング像においては、酸化度合いの強い半円状領域は 1 つで、図中矢印で示す試験片表面に位置する半円状領域の中心部に隣接して著しく酸化されたフィッシュアイが形成されていた。

図 3-1 と図 3-2 に示される表面直下に形成されたフィッシュアイを比較すると、フィッシュアイの起点位置の試験片表面からの深さ及びその結果としてのフィッシュアイの大きさにおいては両者に大きな相違はない。相違点としては図 3-2 に

示されるフィッシュアイ面内は著しく酸化されていることである。そして、図 3-1 では半円状領域のほうがフィッシュアイ面内よりも酸化の程度は強くなっているが、逆に図 3-2 ではフィッシュアイ面内のほうが半円状領域よりも酸化の程度は強くなっていることである。このような相違が生じた要因としては、図 3-2 に示される表面直下に形成されたフィッシュアイにおいては、フィッシュアイの先端が試験片表面に到達しても、すぐには表面き裂となって進展することのできない状況下にあったものと考えられる。

図 3-2(a)に示す破面の組成像及び酸素のマッピング像においては、図中矢印で示す試験片表面に位置する半円状領域の中心部近くに、フィッシュアイの試験片表面側の先端に突起状の酸化された部分があり、その先端のみが表面に到達している様相が認められた。この突起状の酸化された部分の形成機構としては、フィッシュアイ先端と試験片表面の間のリガメント部の破壊が図 3-1 の場合とは異なり結晶粒界などの局所的な割れによってもたらされたものと考えられる。

フィッシュアイはリガメントの一部が破壊することにより高温大気環境下に曝されるので酸化され、酸化が進むと酸化物誘起き裂閉口によってき裂進展は抑えられる状況に入る。したがってリガメントの一部が破壊した時点において、表面き裂としてのき裂進展速度が大きくなかったので、フィッシュアイ先端がある幅をもって試験片表面に到達する前に、フィッシュアイ面内は酸化物で覆われ、き裂としては進展しない閉塞状態のき裂になったものと考えられる。

また、図 3-2(b)に示される酸化されたフィッシュアイを見ると、図 3-1 に示すフィッシュアイと同様に、フィッシュアイ先端がある幅をもって試験片表面に到達している様相を示していた。しかしこの場合も、フィッシュアイ先端が表面に到達した時点において、表面き裂としての進展速度が速くなかったので、表面き裂として十分に進展する前にフィッシュアイ面内は酸化物で覆われ、き裂として進展することのできない閉塞状態のき裂になったものと考えられる。

閉塞状態のき裂のままでは疲労破壊は起こらないことになる。しかし、このような酸化物で詰まった閉塞状態にあるフィッシュアイは、き裂ではなく円盤状のくさびを打ち込まれた状態と等価な効果をもつことになる。その周囲は無負荷時においても引張応力状態になるので、フィッシュアイが試験片表面に到達した位置の近傍に新たにき裂が発生し、破壊に至るものと考えられる。このようにして発生したき裂の初期の進展過程において形成される破面には、酸化度合いの強い半円状領域が形成されることになる。

なお、図 3-2 に矢印で示した試験片表面に位置する半円状領域の中心部には、いずれの場合においても、EPMA による面分析によっても非金属介在物が集合した領域は認められなかった。

このような破壊形態は、高応力・低寿命域で形成される表面破壊あるいは Type S の小さなフィッシュアイを伴う表面直下型の内部破壊とは異なり、酸化物で覆われた小さなフィッシュアイに誘起された破壊とでもいうべきもので、以降、Type O の破壊形態と呼ぶことにする。

なお、Type O の破壊形態をもたらす疲労寿命領域が Type S の場合に比べ高寿命側になるのは、表面直下に形成されたフィッシュアイが試験片表面に到達し、表面き裂になってからの過程において、両者に明らかな相違があることによるものと考えられる。すなわち、Type S の場合、フィッシュアイが試験片表面に到達後、酸化物誘起き裂閉口現象の影響を受けながらも表面き裂としての進展過程を経て最終破壊に至ることとなる。一方、Type O の場合は、フィッシュアイが試験片表面に到達した時点で、フィッシュアイが酸化物で閉塞状態となりき裂としては進展しなくなる状況下となるが、閉塞状態のき裂に誘起され試験片表面近傍に新たなき裂が発生し最終破壊に至るという過程を経るため、より高寿命側にシフトしたものと考えられる。

Type S の小さなフィッシュアイを伴う表面直下型の内部破壊になるのか、Type

O の酸化物で覆われた小さなフィッシュアイに誘起された破壊になるのかを支配する因子については、第3.4.3項において考察する。

なお、Type S (図 3-1)、Type O (図 3-2) で示された酸化された半円状領域は、図 2-5 で示した表面破壊を起こした破壊形態にも認められた。

### 3.4.1.2 大きなフィッシュアイを伴う内部破壊

第2章にて大きなフィッシュアイを伴う内部破壊とされた破壊形態である。フィッシュアイの起点が表面から 200~600 $\mu\text{m}$  と深い位置にあるもので、図 2-5(c) で示したものを例として図 3-3 に示す。フィッシュアイの周囲には、Type S の破壊形態とは違い、酸化度合いの強い半円状領域は形成されていなかった。

このようなフィッシュアイはフィッシュアイ先端と試験片表面の間のリガメント部が破壊した段階で大きな表面き裂になるので、その後のき裂進展速度は速く、その過程においては、フィッシュアイの周囲に酸化物誘起き裂閉口現象をもたらす酸化度合いの強い半円状領域は形成されなかったものと考えられる。以降、このような破壊形態を Type L と呼ぶことにする。その特徴はフィッシュアイの寸法が大きいことと、その周囲の破面に酸化度合いの強い領域が形成されないことである。

### 3.4.2 フィッシュアイを伴う破面への酸化効果の評価

破壊の起点部を中心にフィッシュアイを伴う破面の酸化度合いの相違については、組成像のコントラストと酸素のマッピング像から、おもに定性的な評価をしてきた。

第3.3節でも述べたが、図 3-1~図 3-3 に示した酸素のマッピング像には、2次元化されたマッピング像に対応した X 線強度が示されている。酸素のマッピン

グ像は、ビーム照射によって酸素元素から放出された X 線の計数率すなわち X 線強度の違いを一視野範囲内にて画像化されている。X 線強度と元素濃度とは比例関係にあることから、これら酸素のマッピング像から酸化度合いについては定量的に評価できる。<sup>5),6)</sup>

ここでは、破壊形態別に破面の酸化度合いの相違について評価を行った。評価にあたり EPMA の分析ソフトウェア（島津エス・ディー製，Report Assistant EX）を用いた。

図 3-1～図 3-3 で示した酸素のマッピング像のフィッシュアイ面内と酸化された半円状領域内のそれぞれにおいて、矩形で縦横 20 $\mu$ m の測定エリアを取りそのエリア内の X 線強度の平均を取った。このエリアを 1 ポイントとし、フィッシュアイ面内及び半円状領域内でそれぞれ 4 ポイント計測し、その平均値を求めた。その結果を、縦軸に破壊形態、横軸に酸素の X 線強度として図 3-4 に示す。図中の●印プロットはフィッシュアイ面内を、○印プロットは酸化された半円状領域内を、縦線はそれぞれの平均値を示す。

各領域の平均値に着目すると、フィッシュアイ面内の酸化度合いは、Type L (35 counts) < Type S (47 counts) < Type O (68 counts) となっており、閉塞状態となったフィッシュアイ面内が著しく酸化されていることがわかる。一方、酸化された半円状領域内の酸化度合いは Type S (54 counts) と Type O (51 counts) となっており、ほぼ同程度の値を示している。すなわち Type S は半円状領域内のほうがフィッシュアイ面内よりも、Type O はフィッシュアイ面内のほうが半円状領域内よりも酸化されていることが定量的にも示された。

### 3. 4. 3 破壊形態の相違の支配因子

オーステナイトステンレス鋼の 700°Cにおける高寿命域での破壊形態を 3 通りに分類することができた。しかし、破面全体の巨視的な様相としてはいずれの破

壊形態において、第 II 段階の疲労き裂進展過程が認められ、その過程で形成された破面は比較的滑らかで、それ以降において形成された凹凸の激しい破面とは区別することができた。図 3-5 に破面の巨視的な様相の例を示す。そして同図に示すように、第 II 段階のき裂進展過程で形成されたき裂の先端位置の表面からの深さ  $a_{II}$  を定義する。

深さ  $a_{II}$  と試験応力  $\sigma_a$  の関係を図 3-6 に×印プロットで示す。なお、ここでは、高応力・低寿命域で表面破壊を起こした試験片の結果も示されている。両対数表示で直線回帰式を求めると、図中の実線のように勾配は -2 に近く、近似的に次式が得られた。

$$\sigma_a (\pi a_{II})^{0.5} = 15.8 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}} \dots\dots\dots (3-1)$$

丸棒試験片における表面き裂の曲げによる応力拡大係数範囲  $\Delta K$  は、 $\Delta\sigma$  を表面における応力範囲、 $a$  をき裂の表面からの長さ、 $F$  を補正係数として次式 (3-2) で表される。<sup>17), 18)</sup>

$$\Delta K = \Delta\sigma \sqrt{\pi a} \cdot F \dots\dots\dots (3-2)$$

したがって式 (3-1) の結果は、破壊形態の相違によらず、き裂先端の応力拡大係数がある一定の値に達すると第 II 段階の疲労き裂進展過程を終え、より急速な疲労き裂進展過程に入ることを示している。なお、表面からの深さ  $a_{II}$  におけるき裂進展速度をストライエーションの間隔から求めると、いずれの場合も 0.6～0.8 $\mu\text{m}/\text{cycle}$  となっていた。

試験片内部で形成されたフィッシュアイが試験片表面に到達し、その後表面き裂として進展する過程を支配する因子としては、表面き裂となったフィッシュア

イの試験片中心方向先端における応力拡大係数が考えられる。

フィッシュアイを伴う破壊形態において、観察されたフィッシュアイの試験片中心方向先端位置の表面からの深さを  $a_f$  とし、Type S, Type O, Type L の破壊形態におけるフィッシュアイに対して、それぞれ添字 S, O, L を付けることにする。フィッシュアイの先端位置の表面からの深さと試験応力の関係を図 3-6 に示す。

また図 3-6 には、Type S と Type O の破壊形態において認められた酸化度合いの強い半円状領域の先端位置の表面からの深さを  $a_o$  とし、試験応力  $\sigma_a$  と  $a_o$  の関係を□印プロットで合わせて示す。直線回帰の結果を図中に 2 点鎖線で示す。なおここにも表面破壊を起こした試験片で観察された、き裂発生点周りの破面に形成された酸化度合いの強い半円状領域の結果が示されている。

初めにこの 2 点鎖線で示される酸化度合いの強い半円状領域の先端位置の試験応力依存性について考えてみる。き裂先端が表面から深さ  $a$  にあった時点において、き裂深さ  $a$  から破壊に至るまでに要する応力繰返し数（時間）は試験応力によって決まる。それが一定の時間以上の場合には、それまでに形成されていた深さ  $a$  までのき裂面は酸化物で覆われ、酸化物誘起き裂閉口現象をもたらすことになる。

ここでフィッシュアイが表面き裂となってあるき裂深さ  $a_1$  から  $a_2$  に進展するのに要する時間、すなわち応力繰返し数を考える。表面き裂の形状を半円形と仮定し、き裂進展速度は、材料定数  $C$ ,  $m$  を用いて式 (3-3) のパリズ則<sup>19)</sup> に従うものと仮定する。

$$\frac{da}{dN} = C(\Delta K)^m \dots\dots\dots (3-3)$$



あるき裂深さ  $a_1$  から  $a_2$  に進展するのに要する応力繰返し数  $N$  は、式 (3-2) 及び式 (3-3) より次式にて求めることができる。

$$N = \int_{a_1}^{a_2} \frac{da}{C(\Delta\sigma\sqrt{\pi a} \cdot F)^m}$$

$$\therefore N = \frac{1}{C(\Delta\sigma\sqrt{\pi} \cdot F)^m \left(\frac{m}{2} - 1\right)} \left( \frac{1}{a_1^{m/2-1}} - \frac{1}{a_2^{m/2-1}} \right) \dots\dots\dots (3-4)$$

具体的な例として、あるき裂深さ  $a_1$  を種々に変化させ、 $a_2$  を第 II 段階の疲労き裂進展過程を終える深さとし、それまでに要する応力繰返し数を求めた。ここでは  $a_2$  を 2mm と仮定した。<sup>17), 18)</sup> また材料定数  $C$  と  $m$  は、James ら<sup>20)</sup> によるオーステナイトステンレス鋼の高温下のき裂進展速度の報告を参考にし、仮の値として  $m=4.8$ 、 $C=6.3 \times 10^{-15}$  とした。その結果を、試験応力をパラメータとして図 3-7 に示す。

一定の時間として仮に繰返し数として  $3 \times 10^6$  サイクル ( $3 \times 10^4$  s) をとると、き裂面に残される酸化された領域の深さは、試験応力が小さいほど深くなる傾向を示した。この関係を図 3-8 に示す。この傾向は、図 3-6 に示す酸化度合いの強い半円状領域の先端深さの応力依存性に近いものであった。

なお、図 3-6 において、Type L のフィッシュアイを伴う内部破壊の  $a_{fL}$  の●印プロットは、いずれも 2 点鎖線の  $\sigma_a$  と  $a_0$  の関係式の上側にプロットされている。このことは先に述べたように、フィッシュアイが表面に到達した時点で既に大きな表面き裂となるのでき裂進展速度は速く、第 II 段階のき裂進展過程に入っても、酸化物誘起き裂閉口現象をもたらす領域を形成することなく進展し、フィッシュアイの周囲には酸化度合いの強い半円状領域が形成されなかったことを示している。

Type O の酸化物で覆われた小さなフィッシュアイに誘起された破壊の  $a_{fO}$  の▲印プロットと Type S の小さなフィッシュアイを伴う内部破壊の  $a_{fS}$  の◆印プロットは、当然のことながら 2 点鎖線の  $\sigma_a$  と  $a_0$  の関係式の下側にプロットされている。また前者は後者より若干下側に位置している。データ点は少ないが、2 点鎖線を下側へ平行移動してみると、Type S を示すプロット群と Type O を示すプロット群を別グループとして別けることができた。そのときの境界線を図中の 1 点鎖線で示す。

この結果は、形成された小さなフィッシュアイが試験片表面に到達した後、表面き裂となって進展するか、閉塞状態のフィッシュアイになるかを支配する因子として、フィッシュアイ先端が表面に到達した時点におけるフィッシュアイの大きさと試験応力が係わっていることを示唆している。両者がかかわる因子としては応力拡大係数が考えられたが、2 点鎖線の傾きは図中に示す応力拡大係数に支配される  $\sigma_a$  と  $a_{II}$  の関係を示す直線の傾き  $-2$  よりも急な勾配になっている。ここでもき裂面が高温大気に曝されることによる表面き裂の酸化挙動の影響が関与するものと考えられる。

Type O の破壊形態においては、フィッシュアイの起点が表面直下であり、試験片表面に到達した時点のフィッシュアイは小さく、表面き裂になった時点におけるき裂先端の応力拡大係数は低い値になる。き裂の進展速度も遅く、その結果フィッシュアイ先端に単位長さのき裂が進展するのに要する時間は長くなるので、その間にフィッシュアイ面が酸化される。それに伴うき裂閉口現象が現れると、き裂の進展はさらに遅れ、き裂が先に進展する前にき裂面は酸化物で覆われ、閉塞状態のフィッシュアイになるものと考えられる。

一方 Type S の破壊形態においては、フィッシュアイの起点は表面直下にあるが、試験片表面に到達した時点のフィッシュアイは Type O の場合に比べやや大きく、表面き裂になった時点におけるき裂先端の応力拡大係数も多少大きくなる。

その結果き裂の進展速度も速くなり、フィッシュアイ先端に単位長さのき裂が進展するのに要する時間は短くなる。その間にフィッシュアイ面内が酸化される程度は Type O の場合に比べ低くなるので、フィッシュアイ面内が閉塞状態になる前にき裂は進展し、破壊に至るものと考えられる。

したがって、表面直下を起点とした小さなフィッシュアイを形成する場合においては、Type S の破壊形態になるのか、Type O の破壊形態になるのかを支配する因子として、フィッシュアイが表面き裂になった時点におけるき裂先端において、き裂が単位長さ進展するのに要する時間を挙げることができる。その時間はき裂先端の応力拡大係数に依存するものである。

フィッシュアイが試験片表面に到達し、表面き裂になった直後に、一定の深さき裂が進展するのに要する応力繰返し数について考えてみる。先の考察と同様に表面き裂の形状を半円形と仮定し、一定の深さを 0.01mm とした。初期のき裂深さ  $a_1$  から  $a_2$  ( $=a_1+1\times 10^{-5}$  m) になるまでの応力繰返し数を、試験応力をパラメータとして図 3-8 に合わせて示す。

一定の時間としてここでは応力繰返し数  $3\times 10^5$  サイクル ( $3\times 10^3$  s) を取り、これ以上掛かるとそれまでに形成されていたき裂面は酸化され、閉塞状態のき裂になると考えると、初期き裂深さ  $a_1$  は試験応力が小さいほど深くなる傾向を示した。この関係を図 3-8 に合わせて示す。直線の勾配は図 3-6 に示す 1 点鎖線の勾配より小さく、-2 に近くなった。今後、酸化物誘起き裂閉口現象の時間的な変化に伴うき裂進展速度への影響を考慮に入れた解析が必要である。

第 2 章において、オーステナイトステンレス鋼 SUS321-B の 700°Cにおける高寿命域においては、試験片表面にも存在する非金属介在物が集合した領域から表面き裂が発生しても、き裂進展を抑制する何らかの機構があることが示唆された。何らかの機構としては、試験片表面に形成される酸化皮膜自体に、試験片表面からのき裂の発生を抑える効果があるとも考えられていたが、<sup>21)</sup> 本章で得られた知

見に基づくと、試験片表面に存在する介在物などを起点としてき裂が発生したとしても、第 II 段階のき裂進展過程の初期において、き裂面が酸化物で覆われ、閉塞状態のき裂になることによって、表面破壊が起こらなくなると考えることもできるようになった。

本結果では Type O のように閉塞状態のき裂に誘起されて表面にき裂が発生し、疲労破壊が起こっており、試験片表面に到達した後、閉塞状態のままにあるフィッシュアイは認められなかった。しかし、低合金鋼の 400°Cにける高寿命域における疲労破面においては、フィッシュアイが試験片表面に到達した後、酸化物で閉塞状態となり、き裂として進展しなくなったフィッシュアイの存在を確認している。詳細は第 5 章にて述べる。

このような現象は高温高サイクル疲労における高寿命域で疲労破壊が起こるか起こらないか、疲労破壊や疲労強度の意味を理解するうえで重要な問題である。

### 3. 5 結 言

第 2 章にて、オーステナイトステンレス鋼 SUS321-B に対して 700°Cでの疲労試験の結果、低応力・高寿命域での破壊形態としては、小さなフィッシュアイを伴う表面直下型の内部破壊と起点が深く大きなフィッシュアイを伴う内部破壊の 2 通りが認められた。しかし、両者の破壊形態の相違をもたらす因子や小さなフィッシュアイを伴う内部破壊に認められた半円状領域の意味などについて不明な点が残されていた。そこで、本章ではこれらの点を明らかにするため、第 2 章で得られた破面に対して、破面に及ぼす酸化効果といった観点から EPMA を用いて詳細な観察・分析を行い、以下の結果を得た。

- (1) 高寿命域での破壊形態の多くは、起点が浅く小さなフィッシュアイを伴う内部破壊で、フィッシュアイ先端が試験片表面に到達後、表面き裂となって進展し破壊する場合と、フィッシュアイ面内が酸化物で覆われ閉塞状態のき裂

になる場合があった。

- (2) 閉塞状態になったフィッシュアイを伴う試験片については、フィッシュアイが試験片表面に到達した位置の近傍に新たなき裂が発生・進展し、破壊を起こした。
- (3) いずれの場合も、フィッシュアイの周囲の破面には、酸化度合いの強い半円状領域が形成されており、フィッシュアイ面内と半円状領域のそれぞれの酸化度合いにより破壊形態を分類できることを明らかにした。
- (4) 破壊の起点が試験片表面から深い位置にあり大きなフィッシュアイが形成される状況下では、フィッシュアイが試験片表面に到達後、表面き裂となって進展して内部破壊になった。この場合、フィッシュアイの周囲の破面には、酸化度合いの強い半円状領域は形成されなかった。
- (5) これらの破壊形態の相違は、フィッシュアイの大きさ、すなわち起点の位置と試験応力に依存し、フィッシュアイが表面に到達し表面き裂になった時点のフィッシュアイ先端の応力拡大係数と、既に形成されたき裂面での酸化の進行の兼ね合いによってもたらされるものであることが明らかになった。
- (6) 高寿命域で表面にある非金属介在物が集合した領域を起点とした表面破壊が認められないのは、表面を起点としたき裂が発生してもき裂進展過程において酸化物で閉塞状態となり進展しなくなる機構が働くものと考えられた。

## 参考文献

- 1) S.Suresh, G.F.Zamiski and R.O.Ritchie, "Oxide-induced crack closure : An explanation for near-threshold corrosion fatigue crack growth behavior", Metallurgical Transactions A, Vol.12A, pp.1435-1443 (1981).
- 2) 小林英男, 辻裕一, 朴卿東, 中沢一, "中・高温大気中における SFV3 鋼の疲労き裂進展特性とき裂開閉口", 日本機械学会論文集 A 編, Vol.50, No.453,

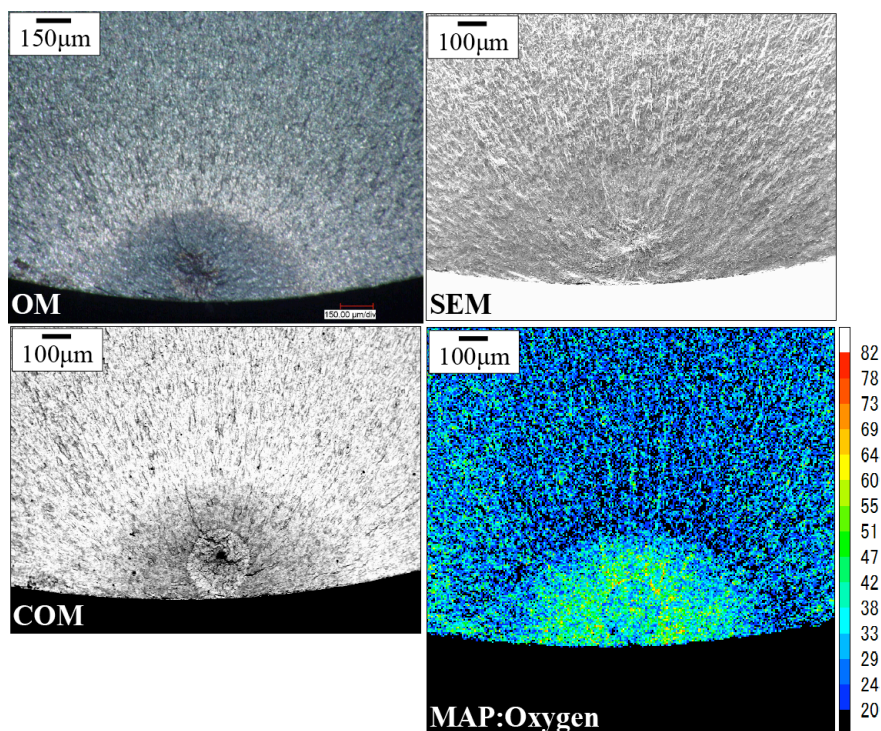
pp.1003-1010 (1984).

- 3) 浅見克敏, 寺沢正男, “第2段階の疲労き裂伝ば挙動と酸化物誘起き裂閉口”, 材料, Vol.33, No.372, pp.1173-1178 (1984).
- 4) 竹内悦男, 松岡三郎, 西島敏, “疲労き裂伝ば特性と皮膜厚さの関係”, 日本機械学会論文集 A 編, Vol.60, No.570, pp.344-351 (1994).
- 5) 加藤昭実, 戸谷恒夫, 土谷康夫, “電子プローブ・マイクロアナライザー”, pp.187-198 (1998) 丸善出版.
- 6) 副島啓義, “電子線マイクロアナリシス”, pp.81-173 (1987) 日刊工業新聞.
- 7) 若林忠男, “X線マイクロアナリシス (EPMA)”, 材料と環境, Vol.41, No.11, pp.764-773 (1992).
- 8) 黒崎和夫, 佐藤公隆, “局所分析: 各種材料への応用”, (1984) 講談社.
- 9) 副島啓義, “電子プローブ微小分析法”, 表面科学, Vol.10, No.10, pp.710-717 (1989).
- 10) 高橋秀之, “EPMA/SEM における試料損傷について”, 表面科学, Vol.25, No.4, pp.224-231 (2004).
- 11) P. J. E. Forsyth, “Fatigue damage and crack growth in aluminium alloys”, Acta Metallurgica, Vol.11, pp.703-715 (1963).
- 12) 小林英男, “疲労き裂進展特性とき裂閉口”, 日本機械学会論文集 A 編, Vol.49, No.443, pp.771-778 (1983).
- 13) 小倉敬二, 三好良夫, 西川出, “中高温域における疲労き裂進展ならびに下限界挙動”, 日本機械学会論文集 A 編, Vol.52, No.473, pp.89-98 (1986).
- 14) 西川出, 後藤剛, 三好良夫, 小倉敬二, “中高温下疲労き裂進展下限界に及ぼすき裂開閉口の役割”, 日本機械学会論文集 A 編, Vol.53, No.490, pp.993-999 (1987).
- 15) 村上敬宜, 植田徹, 野本哲志, 村上保夫, “ $10^7$ 回を超える超長寿命疲労破壊の原因と疲労破面のフラクトグラフィー解析”, 日本機械学会論文集 A 編, Vol.66, No.642, pp.311-319 (2000).

- 16) 酒井達雄, 武田光弘, 田中伸明, 金光学, 小熊規泰, 塩澤和章, “高炭素クロム軸受鋼の超広寿命域における回転曲げ疲労特性と破面形態”, 日本機械学会論文集 A 編, Vol.67, No.663, pp.1805-1812 (2001).
- 17) 村上敬宜, 鶴秀登, “半だ円状表面き裂を有する丸棒の曲げにおける応力拡大係数の簡便評価式”, 日本機械学会論文集 A 編, Vol.53, No.495, pp.2062-2065 (1987).
- 18) Y. Murakami, “Stress Intensity Factors Handbook, II”, pp.657-658 (1986) The Society of Materials Science, Japan.
- 19) P.C. Paris and F. Erdogan, “A critical analysis of crack propagation laws”, Transactions of the American Society of Mechanical Engineers, Journal of Basic Engineering, D85, pp.528-534 (1963).
- 20) Lee A. James and Earl B. Schwenk, Jr, “Fatigue-crack propagation behavior of Type 304 stainless steel at elevated temperatures”, Metallurgical Transactions, A, Vol.2, Issue.2, pp.491-496 (1971).
- 21) 金澤健二, 西島敏, “低合金鋼の高温における超高サイクル域の疲労破壊”, 材料, Vol.46, No.12, pp.1396-1401 (1997).

表 3-1 EPMA 分析条件 (広域領域：観察倍率×2000 未満)

スキャンモード	ステージスキャン
加速電圧	15 kV
ビーム径	1 μm
ビーム電流値	100 nA
サンプリングタイム	50 ms
ステップサイズ	6.0, 4.0, 3.0, 2.0, 1.5, 1.2 μm
データポイント	256×256 dots
エリアサイズ	1536×1536, 1024×1024, 768×768, 512×512, 384×384, 307×307 μm



700°C,  $\sigma_a=160\text{MPa}$ ,  $N_f=2.91 \times 10^7$  cycles.

図 3-1 小さなフィッシュアイを伴う表面直下型の内部破壊