



特殊鋼棒線の最近の進歩-2

高強度鋼の疲労強度に及ぼす介在物と水素の影響

Effect of Nonmetallic Inclusions and Hydrogen on Fatigue Strength of High Strength Steels

村上敬宜 九州大学 理事・副学長
(独) 産業技術総合研究所
Yukitaka Murakami 水素材料先端科学研究センター センター長

1 はじめに

高強度鋼では微小欠陥や介在物が疲労強度を著しく低下させる原因になることは最近ではよく知られている。合金化や熱処理によって材料を強化する一方で、微小欠陥や切欠きなどを除くとともに介在物の寸法を小さくする努力をしなければ、材料を有効に使用することはできない。本稿では、微小欠陥や介在物がどのように疲労強度に影響を及ぼすかを概説し、微小欠陥や介在物からみた材質の品質管理法の指針を提供する。また、最近話題となってきた燃料電池システム・水素エネルギー利用の分野における水素と材料強度の関連についても新しい実験事実と問題提起を行う。

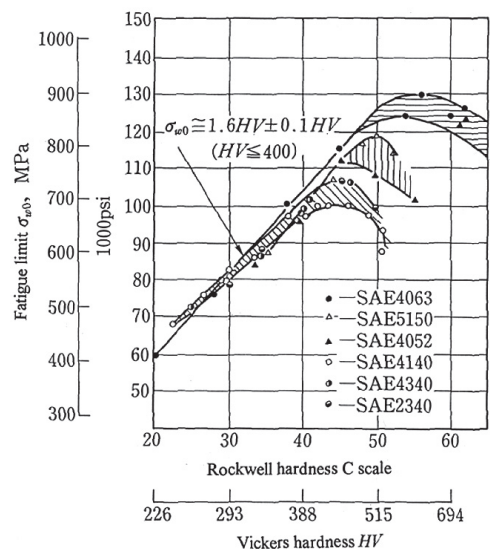
2 年代による疲労強度の変化と問題点

図1¹⁾は、ビッカース硬さ HV と疲労限度との関係を示したものである。 $HV < 400$ では疲労限度は HV に比例して上昇することがわかる。 $HV > 400$ でこの比例関係がくずれ、疲労限度が上昇しなくなるのは材料中に含まれる介在物や微小な欠陥の影響によるものである。鋳鉄の場合には通常の介在物より大きく、数も多い黒鉛が欠陥の役割を果たすので、 $HV < 400$ でも疲労限度は他の鋼の比例関係からはずれる²⁾。

図2は、1950年代からごく最近までの軸受鋼の回転曲げまたは引張圧縮疲労限度の変化を示している^{3,4)}。ばらつきはあるが、明らかに年をおって疲労限度が上昇している。この理由は、製鋼技術の進歩により軸受鋼に含まれる介在物の寸法が小さくなったからである。疲労破壊の起点が基地組織の結晶や粒界すべりによるものではなく非金属介在物であるならば、基地組織の化学成分の議論より介在物寸法を小さくすることに注意を払わねばならない。介在物の化学成分の違いの影響について根強い主張もあるが、疲労限度に決定的影響を

及ぼすのは介在物の最終段階の寸法であり化学成分ではない。したがって、最終段階での寸法が圧延などによって小さくなるように介在物の軟質化など化学成分を調整するのはもちろん有効である。

もう一度、図2を見てみよう。1993年のチャンピオンデータは HV から期待される基地組織の理想的な疲労限度(式(8)を参照)を達成しているように見える。しかし、このデータは機械加工のままの試験片の強度であることに注意しなければならない。表面層には約600MPaの圧縮残留応力が発生していることが確認されており、破壊起点も微小な欠陥または介在物であるので、この値は基地組織そのものの理想的強度ではない。その証拠に、この試験片を電解研磨して実験すると疲労強度は約300MPa低下する。まだ、基地組織の理想的強度は得られていないのである。このように、実験データの解析では合理的な理由付けがなされなければならない。

図1 ビッカース硬さと疲労強度の関係 (Garwoodら¹⁾)

先に述べたように、基地組織のほかに疲労強度を左右するのは微小欠陥や介在物の寸法であるから、試験片あるいは多量生産部品の中にどの程度の大きさの介在物があるかをとらえることが必要である。多量生産部品の中の1個が大きな介在物を起点に破壊したとき、「このような大きな介在物はめったに存在しないので、このトラブルは例外的なものである。」というような非科学的な処理は、もはや現在の自動車部品のような厳しい品質管理には通用しない。

3 多様な疲労破壊の起点と疲労限度の意味

図3～図14⁵⁾は多様な疲労破壊の起点を示したものである。基地組織からき裂が発生している例は低強度材料の図3～図5だけである。図6～図14⁵⁾は、すべて材料中の微小欠陥、基地組織中の第2相などからき裂が発生した例である。一旦発生したき裂は、応力集中の観点から繰返し応力のもとで停止することなく拡大するのが当然と思われがちである

が、事実はそうではない。

ほとんどの金属材料の疲労限度は繰返し応力によるき裂発生限界の応力ではなく、発生したき裂が伝播を停止する限界の応力である。このようなき裂を停留き裂という。現在ではこの見方を指示する十分な実験データが報告されている。図3～5、11、13～15はそのような停留き裂の例である⁴⁻⁷⁾。

1本の試験片に直径40 μ mの人工微小穴を12個導入して疲労試験をしてみると^{6,7)}、疲労限度の応力では、そのうちいくつかの穴には2つの停留き裂、いくつかには1つの停留き裂、残りはき裂なしの状態となる。疲労限度の応力より5MPa高い応力では実験したすべての試験片が破断し、5MPa低い応力ではどの穴にもき裂は発生しなかった。このように、マイクロ組織がよく制御されていれば、疲労限度という現象は負荷応力の狭い値の範囲で観察される現象である。この観点に立てば、高強度鋼の疲労強度の大きいばらつきはその硬い基地組織そのものに由来するというより、中に含まれる非金属介在物や不均質組織のばらつきによるものとみることができる。

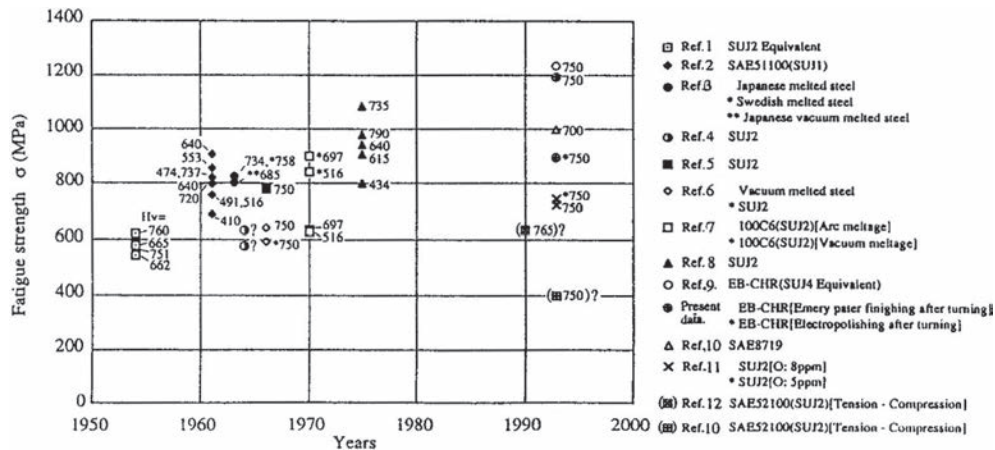


図2 軸受鋼 (SUJ2またはSAE52100) の疲労強度の向上 (1950年代から)
図中の数字はHVを示す。Ref. は文献^{3,4)}の中に引用

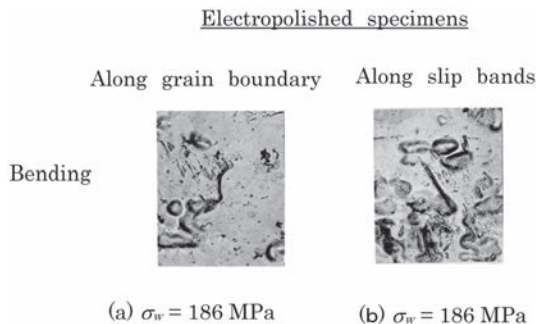


図3 S10C 焼鈍材の疲労限度で観察される停留き裂 (粒界およびすべり帯から発生)

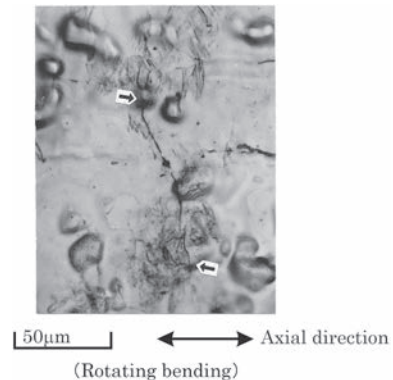
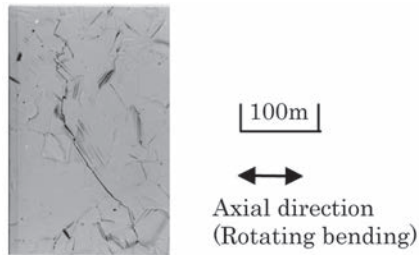


図4 S10C 焼鈍材の疲労限度で観察された最大の停留き裂 (σw0 = 181MPa) HV = 120、停留き裂長さ: λ0 = 100 μ m



$\sigma_1 = 127.5 \text{ MPa}$
 $N = 1.8 \times 10^7$

図5 70/30 黄銅のすべり帯から発生したき裂

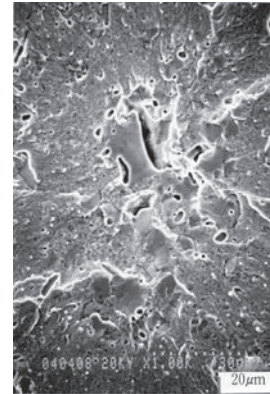
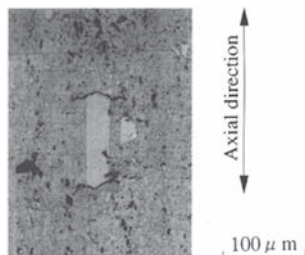
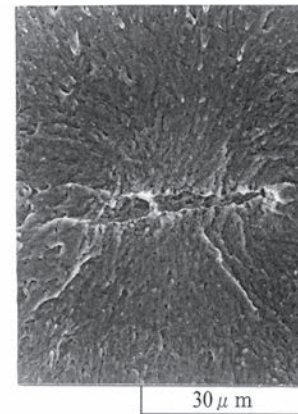


図9 工具鋼SKD-11の破壊起点となった炭化物(引張・圧縮)



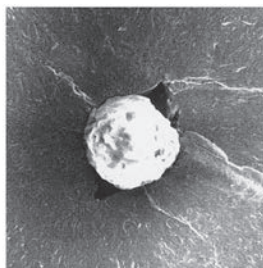
$N = 2.0 \times 10^8$

図6 Crack initiation at Si phase-Matrix interface and nonpropagation behaviour at ultra long life fatigue (Extruded: Al alloy with 11.3 % Si, $\sigma = 127.4 \text{ MPa}$, $N_f = 2 \times 10^8$, Tension-compression)
 アルミ合金のSi相と基体組織の界面に発した停留き裂
 最終的には、遅れて基体組織から発生したせん断型のき裂が試験片を破壊に導いた



Hardness $\left\{ \begin{array}{l} \text{The matrix (martensite): } HV = 770 \\ \text{The bainite : } HV = 560 \end{array} \right.$
 $\sigma = 902 \text{ MPa}$, $N_f = 8.22 \times 10^5$

図10 電子ビーム溶解で製造した軸受鋼の破壊起点となったベイナイト(回転曲げ)



Fish-eye topography and the inclusion at the centre of the fish-eye for Cr-Mo bearing steel.

Specimen: Heat-treated in a vacuum
 Hydrogen content: 0.01 ppm .
 $\sigma = 600 \text{ MPa}$
 $N_f = 1.43 \times 10^7$
 $\sqrt{\text{area}} = 55.6 \mu\text{m}$

図7 軸受鋼の疲労破壊起点となった非金属介在物

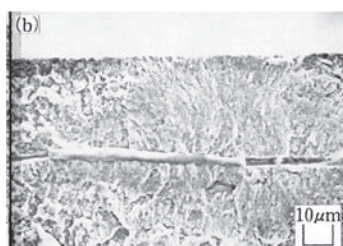
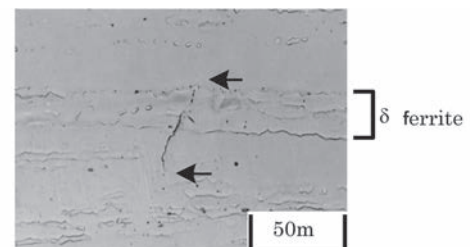


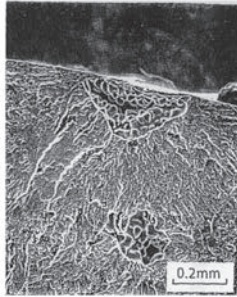
図8 SUJ2の疲労破壊起点となったMnS



Hardness $\left\{ \begin{array}{l} \text{martensite } HV = 349 \\ \delta \text{ ferrite } HV = 234 \end{array} \right.$

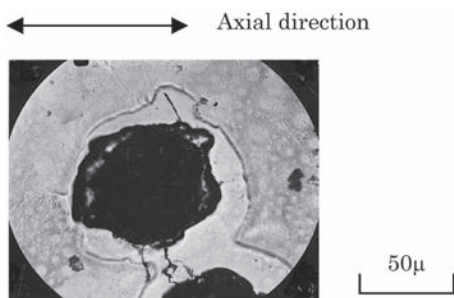
Applied stress $\sigma = 500 \text{ MPa}$, fatigue limit $\sigma_w = 510 \text{ MPa}$.

図11 マルテンサイトステンレス鋼の疲労限度で観察された停留き裂。δフェライトから発生、停留(回転曲げ)



Defect found on fracture surface

図 12 アルミ鋳造合金の欠陥
 $\sqrt{\text{area}} = 238\mu\text{m}$, $N_f = 2.6 \times 10^6$, $\sigma_a/\sigma_w = 1.01$
 σ_a : Applied stress (MPa), σ_w : Predicted fatigue limit (MPa)



$\sigma = 206\text{ MPa}$
(Rotating bending)

図 13 ノジュラー鋳鉄の黒鉛から発生した停留き裂

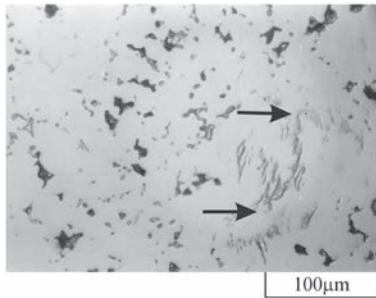


図 14 焼結合金のフェライト相に発生した停留き裂
($\rho = 7.10\text{g/cm}^3$, $\sigma = 200\text{MPa}$, $N = 1.0 \times 10^7\text{cycles}$)

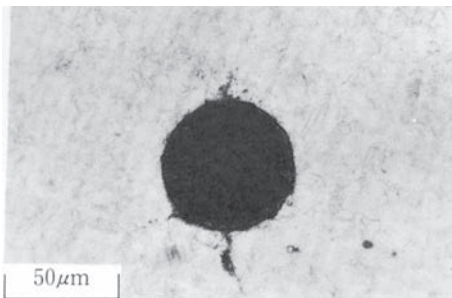


図 15 マルエージング鋼 ($HV = 740$) の疲労限度で観察された停留き裂⁵⁾
 $\sigma_w = 660\text{MPa}$, $\sigma_m = -255\text{MPa}$, 穴径 = $50\mu\text{m}$, 深さ = $70\mu\text{m}$

4 疲労限度の定量的評価のためのモデルの提案： $\sqrt{\text{area}}$ パラメータモデル

疲労限度がき裂の停留条件で決まっていることを認識することはよいモデルを作る上で決定的に重要である。すなわち、疲労限度は本質的にき裂問題といえる。そこで、停留き裂を有する欠陥をき裂と力学的に等価とみて、き裂先端の応力集中（正しくは集中の応力場）を表す応力拡大係数 K を解析し、き裂の幾何学的因子がどのように K に関わっているかを明らかにした。

その結果は文献⁸⁾に示されている。3次元なき裂ではき裂の前縁にそって K の値が変化するが、限界を決めるのはその最大値 K_{Imax} である。文献⁸⁾によれば、 K_{Imax} とき裂の面積平方根 $\sqrt{\text{area}}$ とが極めてよい相関を有する。このことから、疲労限度という限界条件を K_{Imax} の変化幅 ΔK_{th} で表せば限界条件の欠陥寸法依存性が明瞭になってくることが期待される。村上らは、そのような期待のもとに15種の材料 ($HV = 70\text{--}720$) について100個以上のデータを整理した^{4,6,9)}。これから材料によらず次の関係が得られた。

$$\Delta K_{\text{th}} \propto (\sqrt{\text{area}})^{1/3} \dots\dots\dots (1)$$

15種類の材料の微小き裂に対する ΔK_{th} の値は HV の値が高いほど高いことが明らかになっている。データ全体の傾向を統一的に把握するために、基地組織のピッカース硬さ HV に注目することの重要性は図1からも理解できる。ここで、全部のデータに最小2乗法を当てはめて ΔK_{th} を表現する次式が得られた。

$$\Delta K_{\text{th}} = 3.3 \times 10^{-3} (HV + 120) (\sqrt{\text{area}})^{1/3} \dots\dots\dots (2)$$

疲労強度の予測式を作るため、式 (2) を書き換えると次式が得られる。

$$\sigma_w = 1.43 (HV + 120) / (\sqrt{\text{area}})^{1/6} \dots\dots\dots (3)$$

ここで、単位は ΔK_{th} : $\text{MPa} \cdot \sqrt{\text{m}}$ 、 σ_w : MPa 、 HV : kgf/mm^2 、 $\sqrt{\text{area}}$: μm 。

その後の研究により式 (3) は、平均応力の影響も考慮に入れたもっと一般的な場合に拡張されている^{4,6)}。

以下では、上記の解析に基づく疲労強度評価モデルを $\sqrt{\text{area}}$ パラメータモデルと呼ぶ。

5 $\sqrt{\text{area}}$ パラメータモデルの応用

5.1 穴とき裂

まず、 $\sqrt{\text{area}}$ パラメータモデルを試す好例を示そう^{4,6)}。表1は、人工微小き裂と人工微小穴を有する2種類の試験片の疲労限度を比較したものである。人工微小き裂と人工微小穴導入後、焼鈍しにより疲労履歴と加工履歴を除いている。人工微小き裂と人工微小穴の投影面積の平方根 $\sqrt{\text{area}}$ はほぼ等しくしている。両者の疲労限度は全く等しい。この結果は多くの研究者にとって常識に反する意外なことかもしれない。なぜならば、この2種類の欠陥の初期の応力集中はあまりにも大きな差があるからである。しかし、 $\sqrt{\text{area}}$ パラメータモデルでは当然予測されたものである。図16に示すように、 10^7 回の繰返し後の2種類の欠陥の状態を観察すると両者ともにき裂があらたに発生し、それが停留している。すなわち、最終の力学的状態は両者ともに同じなのである。

その後の研究で、 $\sqrt{\text{area}}$ パラメータモデルを支持する同様な多くのデータが示されている^{4,6,7,9-21)}。

これらの結果が示唆することは極めて重要である。介在物が疲労強度に及ぼす影響に関する意見として、その形状を強調するものが根強いが、TiNや酸化物の形状による応力集中係数の違いは疲労限度を左右する決定的な因子ではないことに注意しなければならない^{4,6)}。この判断を誤れば、製鋼プロセスにおける介在物制御に関係した鋼の品質管理の方針を誤ることになる。

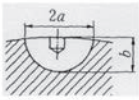
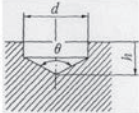
5.2 非金属介在物への応用

5.2.1 疲労破壊起点となる非金属介在物：

介在物と欠陥の力学的等価性

高強度鋼の疲労破壊面にはしばしばフィッシュ・アイとよばれる白色の円形模様が観察される。フィッシュ・アイの中心には多くの場合 Al_2O_3 、 SiO_2 、TiN、MnSなどの非金属介在物が存在する。図17はフィッシュ・アイの一例である¹⁰⁾。疲労破壊した面に非金属介在物がそのままの形あるいは割れた形で残っていることは、疲労き裂の形成がまず介在物と基地組織の界面に起こって介在物部分の応力が解放されるか介

表1 人工微小欠陥を有する試験片と微小き裂を有する試験片の疲労限度の比較 (S45C 焼鈍し材)

Crack and Hole	$\sqrt{\text{area}}$ (μm)	Fatigue limit σ_w (MPa)	Prediction (MPa)
 $2a=213 \mu\text{m}$ Aspect ratio	112	200.9	189
 $d=200 \mu\text{m}$ $h=100 \mu\text{m}$ $\theta=120^\circ$	115	200.9	188

Prediction equation : $\sigma_w=1.43(HV+120)/(\sqrt{\text{area}})^{1/6}$

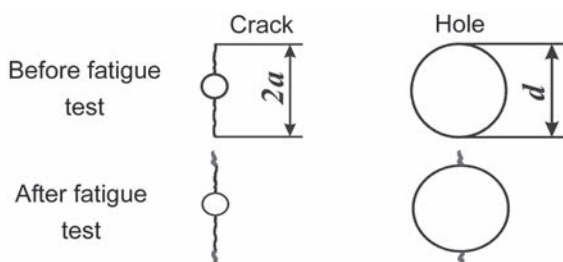
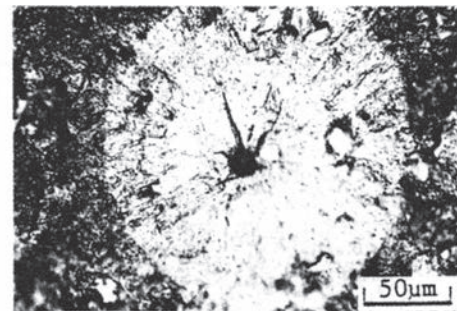


図16 初期欠陥寸法 ($\sqrt{\text{area}}$) が同じき裂と穴の場合、両者の疲労限度が等しい理由



$HV=641$, $\sigma=980\text{MPa}$, $N_f=1.69 \times 10^6$, $\sqrt{\text{area}}=17.9\mu\text{m}$
 Distance from surface = $138\mu\text{m}$
 Chemical composition : Al-Ca-Mg-O

図17 典型的なフィッシュ・アイの例
 ばね鋼 SAE954、回転曲げ疲労¹¹⁾

在物そのものが割れて、やはり介在物部分の応力が解放されることを意味している。このようなき裂発生によって**介在物は疲労限度に関する限り、穴やき裂などの他の欠陥と力学的に等価と考えることができる**。このことが $\sqrt{\text{area}}$ パラメータモデルを介在物の問題に応用できる根拠である。

文献^{4,6,12)}には、介在物から疲労破壊した軸受鋼に $\sqrt{\text{area}}$ パラメータモデルを応用して考察した例が示されている。いずれのデータも疲労破壊起点での負荷応力 (σ') が $\sqrt{\text{area}}$ パラメータモデルによって推定された疲労限度の応力 (σ'_w) を超えており ($\sigma' / \sigma'_w > 1.0$)、推定が妥当であることを示している。しかし、この推定は実験で試験片が破壊した後に計算したものであり、 $\sqrt{\text{area}}$ パラメータモデルの妥当性のチェックではあるが予測とはいえない。そこで、予測法については後述する。また、その後の研究で、 $N=10^7$ での非破壊を基準とした通常の疲労限度の定義には問題があることが明らかになった。高強度鋼は $N > 10^7$ でも介在物を起点として破壊し、疲労限度の消滅が起こることが報告されるようになったからである^{5,13)}。この現象は超長寿命疲労破壊あるいはギガサイクル疲労と呼ばれている。この現象の理解には介在物がトラップしている水素の役割に注目^{5,13,14,30)}しなければならない。この問題については後で述べる。

5.2.2 介在物の形状の影響

同じ寸法 ($\sqrt{\text{area}}$) のき裂と穴を有する試験片の実験結果 (表1) から、疲労限度には介在物の形状の影響はないことが予測される。この予想はW.E.DuckworthとE.Ineson¹⁵⁾の実験結果と一致する。彼らは、球状アルミナと片状アルミナを人工的にインゴットに入れて、それらの形状の影響を調べたが、疲労限度にはアルミナ形状の影響はなく、寸法の影響が決定的であることを示した。その後、彼らのデータは $\sqrt{\text{area}}$ パラメータモデルで統一的に整理できることも示された¹⁶⁾。

著者らはその後更に軟質介在物と硬質介在物に関する同様な検討を行ったが結論は同じであった。

5.2.3 介在物による疲労強度のばらつきの予測

破壊起点の介在物の寸法と試験片中の位置は試験片ごとに異なるので、実験で試験片が破壊するまで介在物の寸法 ($\sqrt{\text{area}}$) と位置を決めることはできない。このことは、個々の試験片の疲労強度を予測することはほとんど不可能であることを意味する。この難点を解決するために、著者らは多数の試験片の疲労強度のばらつきの上限値 σ_{wu} と下限値 σ_{wl} を予測する方法を提案した^{4,6,17)}。それは次のようなものである。

まず、上限値 σ_{wu} は次の経験式により硬さ HV の基地組織が介在物などの欠陥に影響されないで達成できる理想的な疲労限度として推定できる^{4,6)}。

$$\sigma_{wu} = 1.6HV \pm 0.1HV \dots\dots\dots (8)$$

この式は、一般に $HV < 400$ の材料にあてはまる式として経験的に使用されている。 $HV < 400$ の材料にあてはまるのは、 HV が高くないので、市販材に普通含まれる程度の介在物が存在しても影響がほとんどないからである。例えば、S10C焼鈍し材では、直径 $40\mu\text{m}$ 、深さ $40\mu\text{m}$ の人工微小穴を有する試験片は穴のない平滑試験片の疲労限度と同じであり、この程度の介在物も疲労限度に悪影響を及ぼさない⁷⁾。しかし、 $HV > 400$ 以上では、もちろん式 (8) の値はまず達成できないので、式 (8) で与えられる値は上限値と考えることができる。

次に、下限値 σ_{wl} の推定を考える。個々の試験片に含まれる介在物の寸法と位置を予測できなくても、ある一定数の試験片に含まれる最大の介在物寸法 ($\sqrt{\text{area}_{\text{max}}}$) を推定できれば、その最大介在物が最も危険な位置 (表面直下) に存在すると仮定して、疲労強度の下限値を $\sqrt{\text{area}}$ パラメータモデルで決定することができる。その式は両振 (応力比 $R = -1$) のとき、次のようになる⁶⁾。

$$\sigma_{wu} = 1.41 (HV + 120) / (\sqrt{\text{area}})^{1/6} \dots\dots\dots (9)$$

最大の介在物寸法 ($\sqrt{\text{area}_{\text{max}}}$) の推定には極値統計¹⁸⁾を利用することができる^{5,7)}。

図18は34本の工具鋼の試験片の疲労破壊面に現れた介在物の寸法を極値確率紙にプロットしたものである¹⁹⁾。34個のデータはみごとに直線に乗っており、 $\sqrt{\text{area}}$ で定義した最大介在物寸法 $\sqrt{\text{area}_{\text{max}}}$ が極値統計分布に従っていることがわかる。このデータを利用すると、たとえば100本や1000本の試験片中に含まれる最大の介在物寸法 ($\sqrt{\text{area}_{\text{max}}}$) を推定することができるのである。

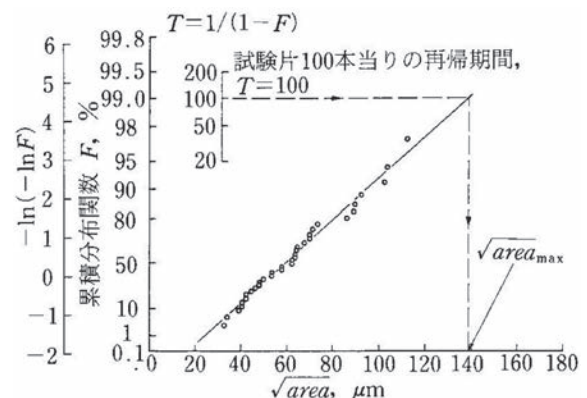


図18 工具鋼の疲労破壊面に現れた介在物寸法の極値統計による整理

図19はこの手法を示した例である。●は破壊した試験片で、○は 10^7 回の繰返しに耐えた試験片である。これによれば、100本の試験片のばらつきの下限値の推定が妥当であることがわかる。

5.3 鑄造欠陥や他の材料欠陥への応用

5.3.1 ノジュラー鑄鉄

ノジュラー鑄鉄の黒鉛は疲労強度には一種の欠陥として作用する。もちろん鑄造欠陥が黒鉛より大きければ、鑄造欠陥が黒鉛に優先して疲労強度を定価させる²⁰⁾。疲労限度予測には極値統計と $\sqrt{\text{area}}$ パラメータの応用が有効である。

5.3.2 アルミ鑄物

アルミ鑄物では鑄造欠陥が疲労強度を低下させることはよく知られている。小林と松井²¹⁾は $\sqrt{\text{area}}$ パラメータモデルをアルミ鑄物製の自動車用ロッカーアームに応用し、多量生産部品の疲労強度のばらつきの幅の定量的評価に成功している。

5.3.3 工具鋼

夏目ら²²⁾は工具鋼に含まれる炭化物が疲労強度に及ぼす影響を調べるため興味深い実験を行っている。彼らは、炭化物が破壊しないように高温で加工した材料Aと低温で加工し炭化物に割れが生じた材料Bを用意し、かつ基地組織のHVを同一にして、疲労試験を行った。 $\sqrt{\text{area}}$ パラメータモデルで結果を予測すれば、A、B両者の疲労強度には違いがないはずである。しかし、これまでの加工は低温加工による炭化物の割れを恐れて、高温で行われていた。実験結果は $\sqrt{\text{area}}$ パラメータモデルによる予想通りであった。この結果が示唆することは、低温での加工を恐れる必要はないことだけでなく、製鋼メーカーに炭化物の寸法を小さくする指示を与えるのが有効な対策であるということである。

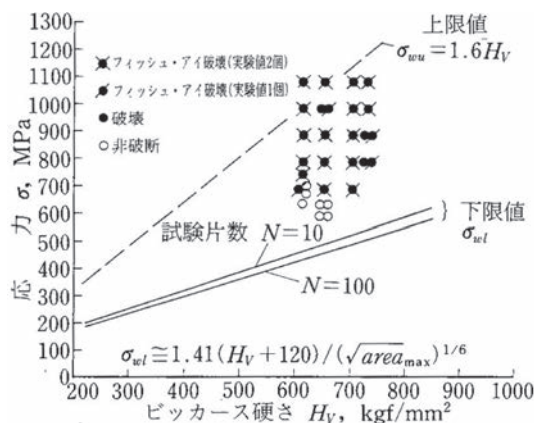


図19 工具鋼の疲労強度のばらつきと疲労強度のばらつき下限値の予測

6 疲労寿命に及ぼす欠陥の形状の影響

き裂、穴(図16)あるいは炭化物が疲労寿命曲線(S-Nカーブ)に及ぼす影響²²⁾をみると、疲労限度より高い応力では、き裂のような鋭い角を有する欠陥は穴のような丸い角を有する欠陥より疲労寿命を短くする原因となることが理解できる。しかし、それでも $\sqrt{\text{area}}$ が同一なら疲労限度は同じである。この特徴は図20のように模式的に描くことができる。図20の特徴は疲労寿命を推定するときには必ず考慮しなければならない。 $\sqrt{\text{area}}$ パラメータモデルを適用すれば少なくとも疲労限度は予測することができる。しかし、変動荷重のもとでの疲労寿命予測は極めて複雑、困難になる。その理由は次のようにまとめることができる。

- (1) き裂発生寿命は欠陥形状の影響を強く受けること。
- (2) き裂発生寿命は欠陥寸法の影響を強く受けること。
- (3) 材料中に含まれる欠陥の寸法と位置のばらつきは疲労寿命と疲労限度のばらつきをもたらすこと。
- (4) き裂の進展とともにき裂をさらに進展させる限界の応力が荷重の変動にともなって、時々刻々と変化すること。

このように、初期の欠陥の形状と寸法の単純な仮定は常に疲労寿命推定に大きな誤差をもたらす。この意味で、疲労寿命予測モデルの提案は十分注意してなされなければならない。

7 介在物、欠陥寸法の影響 極値統計分布による材料評価

介在物や欠陥の極値統計調査の元々の目的は、疲労強度のばらつきの予測であったが、極値統計分布そのものが介在物

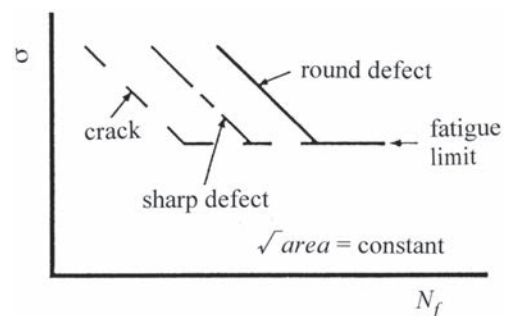


図20 初期欠陥寸法 $\sqrt{\text{area}}$ が同じ種々のS-N曲線の違い

からみた材質の品質管理に利用できることがわかってきた。介在物評価法としては、JIS点算法、旧ASTM法などがあるが、これらの方法は最近の清浄な材料の評価にはもはや役に立たない。また、従来の方法の最大の欠点は定量的予測の情報を含んでいないことである。

これに対して、極値統計を利用する方法では、最近の超清浄軸受鋼などの介在物からみた識別も容易であり、多量生産部品や大きい体積に含まれる最大の欠陥や介在物の推定が可能である。ASTMは2003年に極値統計法を取り入れた新しい介在物評価法を規定している²³⁾。

図18では、工具鋼の試験片34本に含まれる最大介在物を極値統計データとして取り出したが、この方法では極値データを得るために疲労試験を行う必要がある。精度は劣るが、これに代わる方法として、顕微鏡の一視野または試験片の一断面を基準面積として、その中の最大欠陥や介在物を極値統計データとして採用する方法が一つの実用的な方法として利用できる^{4,6)}。古谷ら²⁴⁾は超音波疲労試験機を用いて迅速に極値統計データを得る方法を提案している。また最近、藤田ら²⁵⁾は高強度鋼に水素をチャージして引張試験を行う水素脆化を逆に利用する方法で効率よく信頼性の高い極値統計データを取得する方法を提案している。

図21～図24に、極値統計法による評価例を示す。これらの図で S_0 は検査基準面積である。これによって製造年代、メーカーの違い、鍛造技術による品質の差を評価できる。

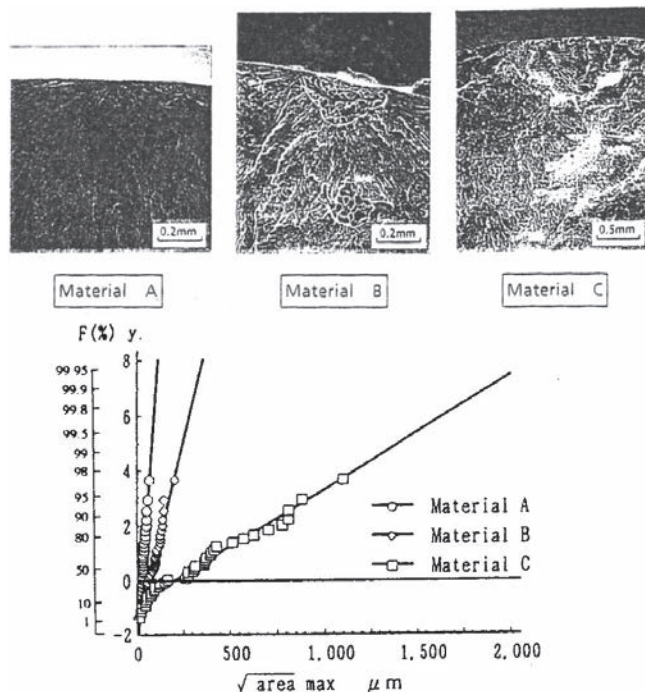


図21 アルミ鋳物の欠陥寸法比較 $S_0 = 44.16\text{mm}^2$ ²¹⁾

8 介在物を極限まで小さくすると何が起こるか？

図24は、3種類の超清浄軸受鋼の介在物寸法（投影面積の平方根 $\sqrt{\text{area}}$ ）の極値統計分布を示している。AとBの疲労限度は図2の×印で示している。Cは商業用鋼ではなく、電子ビーム溶解を2回施し、介在物寸法を現在の技術で極限にまで小さくしたものである⁸⁾。その結果、介在物寸法の極値統計分布は、A、Bよりさらに小さい。この材料の疲労限度が図2の●と●*である。1200MPa程度の疲労限度は $HV = 750$ の基地組織の理想的疲労限度のように見えるが、試験片はフィッシュ・アイ破壊をしている。この材料を電解研磨したものの疲労限度は約860MPaであり、図24の介在物寸法の極値統計分布（図24のC）と $\sqrt{\text{area}}$ パラメータモデルから推定される値より低めであった。

そこで、フィッシュ・アイの中心を詳細に観察したところ、

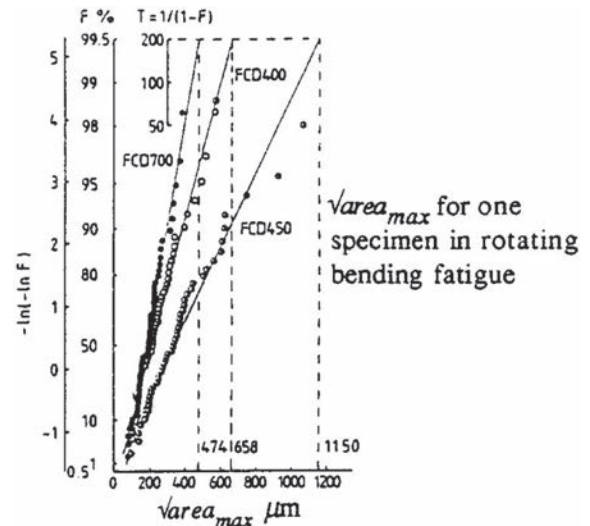


図22 3種類のノジュール鑄鉄の破断試験片に観察された最大欠陥寸法 $\sqrt{\text{area}_{\text{max}}}$ の極値統計分布²⁶⁾

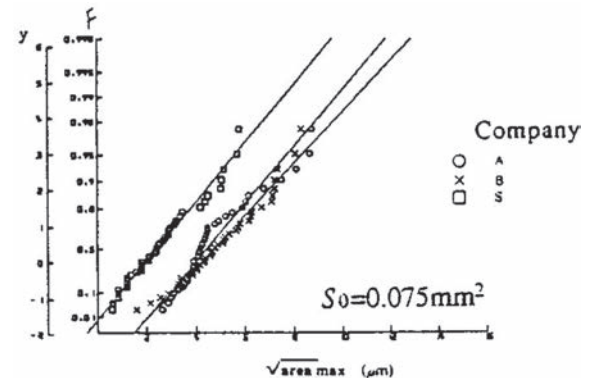


図23 自動車用コンプレッサーフラップバルブステンレス鋼の介在物の極値統計分布 $S_0 = 0.075\text{mm}^2$ ²⁷⁾

そこには介在物は存在せず、正体不明の欠陥が存在することがわかった。その写真を図25に示す。これについて、詳細に調査した結果、局部的焼入不良によるベイナイト組織 ($HV = 560$) であることがわかった。硬いマルテンサイト組 ($HV = 770$) の中で、ベイナイトの部分にすべりによるき裂が発生し、あたかも欠陥のように作用していることがわかった。このベイナイト組織の寸法の極値統計分布は図26のようになり、明らかに介在物より大きいのである。ベイナイト組織寸法 (試験片10本中最大値 $\sqrt{\text{area}}_{\text{max}} = 17.6 \mu\text{m}$) に $\sqrt{\text{area}}$ パラメータモデルを適用すると次のようになり、実験結果と符合する。

加工のまま材10本の疲労限度の下限値: $\sigma_{wl} = 1050 \text{MPa}$
 電解研磨材10本の疲労限度の下限値: $\sigma_{wl} = 778 \text{MPa}$

このように、特殊な溶解によって介在物を減らし、その寸法を小さくすれば、他方で熱処理にもそれ相応の注意を払わねば、その材料の良さを発揮できないことがわかる。著書ら

は同様な問題を SUS630 の疲労でも経験している (図11)。

9 結晶粒径の問題

図24の軸受鋼C材では、2回の電子ビーム溶解を施したため、極めて大きい結晶粒寸法 (旧オーステナイト粒) の組織になっている。その写真を図27^{5,26)}に示す。疲労強度を議論する際には結晶粒径に関する議論がよくでるが、疲労強度予測式に結晶粒径を持ち込めば、必然的に新たに2つの材料定数を持ち込まねばならなくなることに注意しなければならない。それは、降伏応力 σ_y や平滑材の疲労限度 σ_{w0} との関係を表す Hall-Petch の式

$$\sigma_y = C_1 + \frac{C_2}{d^{1/2}} \dots \dots \dots (11)$$

を考えてみればわかる。材料強度と結晶粒径 d を関係づけるには個々の材料において定数 C_1 、 C_2 を決めなければならない

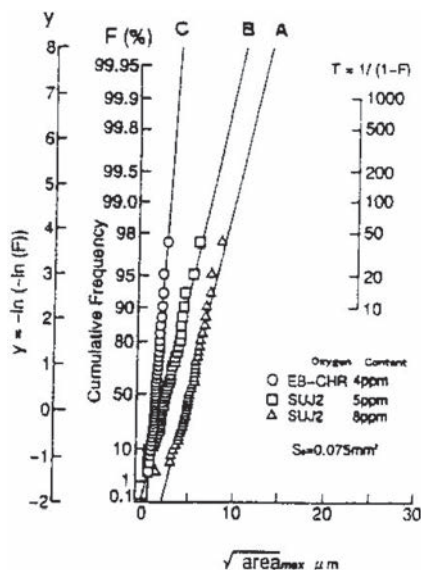


図24 3種の超清浄軸受鋼の介在物寸法の極値統計分布²⁸⁾

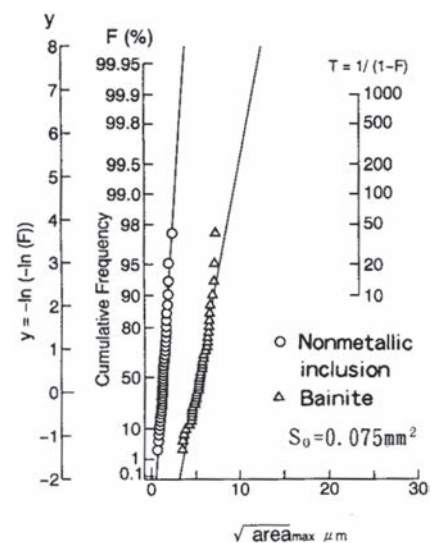
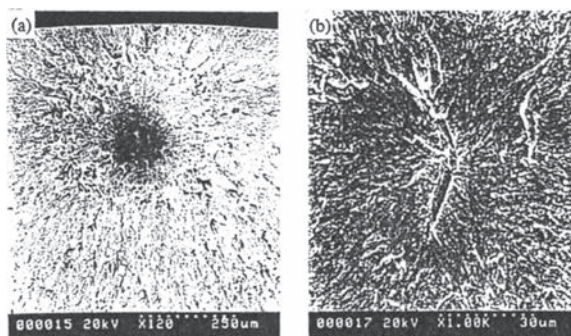


図26 電子ビーム溶解した超清浄軸受鋼の介在物と比均質組織の極値統計分布の比較²⁹⁾



(Specimen RS)
 Vickers hardness: $H_v = 779 \text{ kgf/mm}^2$,
 Nominal stress at surface: $\sigma' = 1216 \text{ MPa}$,
 Number of cycles to failure: $N_f = 3.95 \times 10^5$,
 Square root of projection area of inhomogeneity:
 $\sqrt{\text{area}} = 11.2 \mu\text{m}$,
 Distance from surface: $h = 332 \mu\text{m}$,
 Nominal stress at inhomogeneity: $\sigma' = 1129 \text{ MPa}$.

図25 電子ビーム溶解した超清浄軸受鋼のフィッシュ・アイの中心に観察された欠陥²⁹⁾

からである。 d は長さの次元であり、それ自身は強度因子ではない。もちろん、材料の化学成分が同じで、 C_1 、 C_2 が決まると d が小さい組織の方が強度は高くなり、同時に HV も高くなる。しかし、異なる化学成分を有する材料では d が同じでも強度が異なるのは当然であり、 d は異なる材料間に共通の尺度とはならない。このような理由で、図27のような $500\mu\text{m}$ 以上の粒径を有する鋼の疲労強度もやはり組織のビッカース硬さ HV のような式(11)の C_1 、 C_2 、 d を総合的に反映したごく基本的な強度パラメータと含まれる欠陥寸法に支配されていると解釈できるのである。

10 超寿命疲労に及ぼす介在物と水素の影響

最近、高強度鋼を 10^7 回以上の超長寿命域まで繰返し疲労試験を行うと 10^7 回までの繰返し疲労試験で定義される疲労限度より低い応力であっても疲労破壊が起こることが相次いで報告されている^{4,26,29,30}。従来は 10^7 回の繰返しで定義される通常の疲労限度以下の応力であれば疲労破壊は永久に起こらないことを一応の前提にして機械や構造物の設計を行ってきた。変動応力下では 10^7 回を超える繰返しでの破壊現象は過大応力、過小応力の干渉効果によるものとしてよく知られているが、一定応力振幅での 10^7 回を超える超長寿命域における疲労破壊現象(図28)はこれまでの設計指針の変更をせまるものである。そして、疲労破壊を防止するための新たな設計基準を確立する上でもこの不思議な現象の原因を解明することが極めて重要である。この問題に対して著者らはSCM435、S45C及びSUJ2を用いた疲労試験を超長寿命の領域まで行い、以下のことを明らかにした。

- (1) 高強度鋼の引張圧縮疲労破壊の起点はほとんどが非金属介在物であり、フィッシュ・アイと呼ばれる白色の円

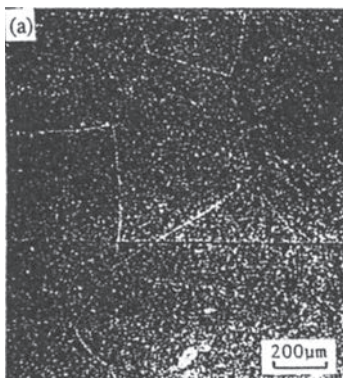
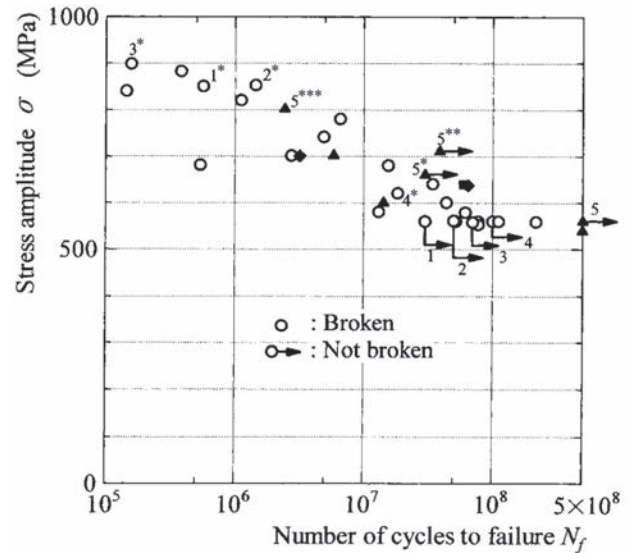


図27 電子ビーム溶解した超清浄鋼の旧オーステナイト粒^{4,29)}

形領域の中心には介在物が観察される(図29)。

- (2) 長寿命で破断した試験片の破壊起点となった非金属介在物の周辺を金属顕微鏡で観察すると図30に示すように黒く見える部分(ODA: Optically Dark Areaと命名)^{4,28)}が存在する。ODAはAFM、SEM観察では通常の疲労破面と比較して凸凹の激しい粗い様相を呈している。
- (3) ODAが $\sqrt{\text{area}}$ パラメータモデル^{4,6)}によって評価される欠陥寸法の限界値に達すると、通常の疲労破壊が始まる。
- (4) 長寿命の試験片ほど破壊起点となった介在物寸法 $\sqrt{\text{area}}$ に相対的にODA寸法が大きくなる。低寿命で破



○: Specimen QT: Quenched and tempered
◆: Specimen VA1: Annealed in a vacuum at 300°C for 1h after QT
■: Specimen VA2: Annealed in a vacuum at 300°C for 2h after QT
▲: Specimen VQ: Heat treated in a vacuum and quenched and tempered

(The mark * indicates the specimen which ran out and was tested at higher stress levels.)

図28 SCM435のS-Nデータ。破壊起点はすべて介在物(*、**、***などは非破壊の試験片を高応力で再試験したもの)³⁰⁾

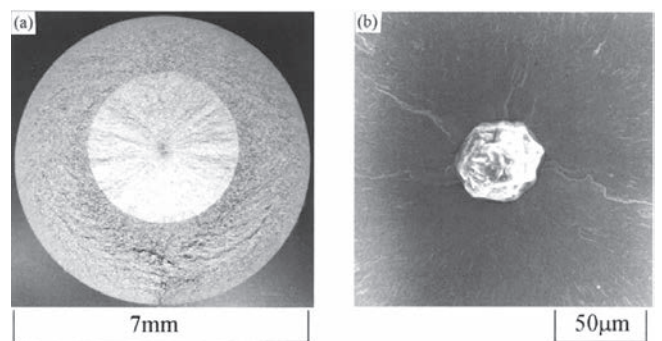


図29 SCM435のフィッシュ・アイ破面(a)と疲労破壊起点の介在物(b)
 $\sigma = 682\text{MPa}$ 、 $N_f = 5.40 \times 10^5$ 、 $\sqrt{\text{area}} = 47.8\mu\text{m}$ ^{4,30)}

断した試験片にはODAが観察されないか、存在しても寸法が小さい。

- (5) 水素含有量が少ない (0.01ppm) 試験片のODA寸法は水素含有量が多い (0.7-0.9ppm) 試験片のODA寸法より小さい。
- (6) 二次イオン質量分析法 (SIMS) を用いて分析した結果、材料中の非金属介在物には水素が集中的にトラップされている。
- (7) マルテンサイト基組織中の軟らかいベイナイトなどが疲労破壊起点になる場合にはODAは観察されない。

これまでの研究結果を総合的に分析するとODAの形成が超長寿命疲労破壊の原因となっており、ODAは非金属介在物にトラップされた水素が応力の繰返しと連成することにより生じた領域であることが推測される。しかし、介在物近傍にトラップされた水素が超長寿命疲労破壊の原因となるODAの形成に具体的にどのような関与をしているかは未だ明らかではない。

SEM、AFM、レーザー顕微鏡などを用いてそれぞれの顕微鏡の特徴を考慮に入れたODAの観察を行うと、顕微鏡の種類によって観察される像は異なる。図31のように試験片を傾

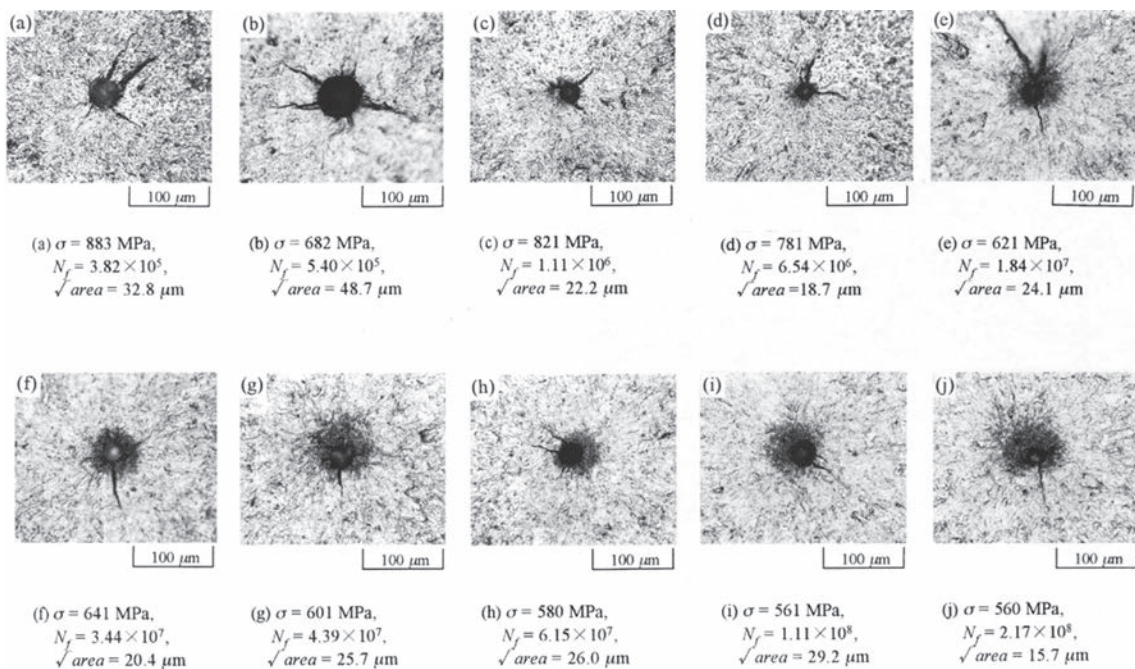
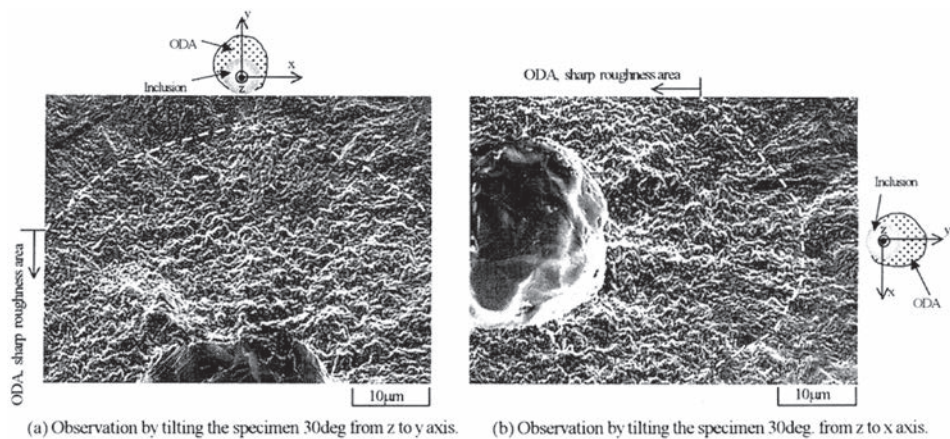


図30 SCM435の引張・圧縮疲労破壊起点近傍の様相
 $N_f=10^5 \sim 2 \times 10^8$ 。起点はすべて介在物。超寿命ほど介在物周辺の黒く見える領域 (ODA) の寸法が大きくなる^{4,30)}



$$\sigma = 560 \text{ (MPa)}, N_f = 1.11 \times 10^8, \sqrt{\text{area}} = 29.2 \text{ (}\mu\text{m)}, \sqrt{\text{area}}' (\sqrt{\text{area}} + \text{ODA}) = 55.3 \text{ (}\mu\text{m)}$$

図31 破面を傾斜させてSEMで観察したODAの様相^{4,30)}

斜させてSEMで観察するとODAの真の姿が鮮明になっている。ODA部の表面はSEMで真上から観察すると粒状に見えるが、これは鋭いとがった表面の部分の先端の2次電子像がうまくとらえられないためである。試料を傾斜させて観察すると鋭いとがった表面性状が明らかになる。

11 結言

本稿では、欠陥や介在物に注目することにより、疲労強度の定量的評価が可能になるばかりでなく、極値統計法に基づく新しい介在物評価法が材料の品質管理に応用できることを示した。

疲労強度を評価する場合には、単に疲労試験結果を図にプロットするだけでなく、疲労破壊が起こるプロセスを注意深く観察し、強度を支配している力学的因子と材料組織因子を明確にすることが重要である。これにより機械技術者と製鋼技術者の協力が可能になり、材料の品質の向上が方向づけられる。

参考文献

- 1) M.F.Garwood, H.H.Zurburg and M.A.Erickson : Correlation of Laboratory Tests and Service Performance, Interpretation of Tests and Correlation of with service, ASM (1951) , 1-77.
- 2) 金属材料技術研究所疲れデータシート, 金属材料技術研究所, No.21 (1980)
- 3) 村上敬宜 : 山陽特殊製鋼技報, 1 (1994) 1, 3.
- 4) Y.Murakami : Metal Fatigue : Effects of Small Defects and Nonmetallic Inclusions, Elsevier, (2002) , 149.
- 5) Y.Murakami : Proc. of the Third International Conference on Materials Structure & Micromechanics of Fracture-MSMF3, Brno, Czech Republic, (2001) , 69-83. (および, その引用文献参照のこと)
- 6) 村上敬宜 : 金属疲労 微小欠陥と介在物の影響, 養賢堂, (1993)
- 7) 村上敬宜, 福田四郎, 遠藤達雄 : 機械学会論文集 (第1部) , 44 (1978) 388, 4003.
- 8) Y.Murakami : Engng. Frac., 22 (1985) 1, 101.
- 9) 村上敬宜, 遠藤正浩 : 材料, 35 (1986) 395, 911.
- 10) 村上敬宜, 鳥山寿之, 子安善郎, 西田新一 : 鉄と鋼, 79 (1993) 6, 678.
- 11) 村上敬宜, 児玉昭太郎, 小沼静代 : 機械学会論文集 A 編, 54 (1988) 500, 688.
- 12) 植田徹, 村上敬宜 : 機械学会論文集 A 編, 69 (2003) 681, 908.
- 13) 村上敬宜, 長田淳治 : 機械学会論文集 A 編, 70 (2004) 696, 1093.
- 14) 村上敬宜, 長田淳治 : 材料, 54 (2005) 4, 420.
- 15) W.E.Duckworth and E.Ineson : Clean Steel, Iron Steel Inst., Sp. Rep., 77 (1963) , 87.
- 16) 村上敬宜, 川上勝巳, W.E.Duckworth : 鉄と鋼, 77 (1991) 1, 163.
- 17) 村上敬宜, 宇宿尚史 : 機械学会論文集 A 編, 55 (1989) 510, 213.
- 18) E.J.Gumbel, (河田・他2名訳) : 極値統計学, 広川書店, (1963)
- 19) 夏目喜孝, 宮川進, 上村裕二郎, 村上敬宜 : 材料, 38 (1989) 433, 1133.
- 20) 遠藤正浩 : 材料, 38 (1989) 433, 1139.
- 21) 小林幹和, 松井利治 : 機械学会論文集 A 編, 62 (1996) -594, 341.
- 22) 夏目喜孝, 村松勁, 宮本貴之 : 機械学会講演論文集, 900 (1990) 86, 323.
- 23) ASTM 介在物評価法 : ASTM Designation : E2283-08 (2003)
- 24) Y.Furuya, S.Matsuoka, T.Abe and K.Yamaguchi : Scripta Materialia, 46 (2002) , 157-162.
- 25) 藤田慎治, 松岡三郎, 村上敬宜 : 鉄と鋼, 1.95 (2009) 12, 64-73.
- 26) 杉山, 浅見, 松岡 : 機械学会講演論文集, 920 (1992) 17, 476.
- 27) 池田勇人 : 私信.
- 28) 福島良博, 村上敬宜 : 未発表データ.
- 29) 鳥山寿之, 村上敬宜, 山下晃生, 坪田一一, 古村恭三郎 : 鉄と鋼, 81 (1995) 10, 1019.
- 30) 村上敬宜, 植田徹, 野本哲志, 村上保夫 : 機械学会論文集 A 論, 66 (2000) 642, 811.

(2010年4月1日受付)