

くり返し応力下の焼もどしマルテンサイト組織の破壊挙動と 非金属介在物の役割に関する研究*

70621

荒木 透**・佐川 竜平***・石 滋宜****

The Effect of Non-metallic Inclusions on the Fatigue Characteristic of Martensitic Steel

Toru ARAKI, Ryuhei SAGAWA, and Tzu-Ye SHIH

Synopsis:

Fatigue tests have been carried out with vacuum degassed (DH-treated) and not-DH-treated martensitic steels by repeated bending with tension side amplitude.

It was found that fatigue microcracks nucleated on the edge of specimen in the DH-treated steel, but from non-metallic inclusion in the not-DH-treated steel. It was also found that microcracks nucleated from inclusions were of 3 types; initiated by the fracture of inclusions themselves, by the separation at the inner boundary of duplicated inclusions, and also by the separation at the interface with matrix. From the observation of surfaces and microfractographs, a fatigue crack propagation mechanism is suggested as follows. The inclusions are considered to nucleate sub-cracks that grow into shear mode fracture, at high plastic zone in front of the main crack tip. As the main crack approaches, they join and link by cleavage or quasi-cleavage fracture with the main crack. This process is repeated to make the crack propagate.

An attempt has been made to represent the rate of crack propagation by the following relationship:

$$dl/dN = B l$$

where l is length of the main crack and B is considered as a function of stress and material.

It was evident that the vacuum degassed clean material was excellent compared with the ordinary material in view of fatigue crack nucleation and propagation.

(Received Apr. 1, 1970)

1. 緒 言

非金属介在物が金属材料の疲労性質に悪い影響をおよぼすということはよく知られており、それに関する研究^{1)~6)}もかなりあるが、実際の各種の鋼母相状態において疲れによるき裂の発生と伝ばの挙動と介在物の直接関係がどうであるかについてはかならずしも明確にされて、はいない。一般には疲れ強さは敏感に非金属介在物の影響をうけるということに意見が一致しており、とくに硬質高強度の鋼材については敏感性が著しいことが指摘されている⁷⁾。たとえば引張強さ 130~150 kg/mm² 以上の超強力鋼 (ultra-high strength steel) や高圧縮くり返し応力をうける軸受鋼などの例があげられる。

これらの鋼材に介在物が悪い影響をおよぼすということは、介在物が内部的に応力集中を生じてマイクロき裂の発生起点となりやすいと考えられていることから想像される。実際には鋼材表面の応力最大部に近い部位において介在物が疲労によるマイクロき裂の発生源となることが多く確認されている^{8),9)}が、内部にも同様に応力集中によるマイクロき裂が発生しているか否かについてはまだ

明らかでない点が多い。

一方、介在物は鋼の疲労的性質にはあまり影響をおよぼさないという報告も数多くみられる^{9)~12)}。これらの報告は主として 100 kg/mm² 以下の強度レベルの鋼についての研究結果によるものが主体である。

本研究では高品質炭素鋼 S38C 高速車軸材の高周波焼入れ部試料について疲れによるき裂の発生と伝ばの挙動と、これに対する鋼中非金属介在物の影響を究明することを目的とした。

清浄度のよい取鍋真空脱酸処理鋼 (以下 DH 処理材と略す) と通常の大気中脱酸鋼の 2 種類の車軸材を選び、くり返し応力下のマルテンサイト組織および焼もどしマルテンサイト組織の疲れ破壊挙動をしらべ、非金属介在物の役割について光学顕微鏡、レプリカおよび透過電子顕微鏡などによつて観察した結果にもとづいて考察

* 昭和 44 年 10 月本会講演大会にて発表

昭和 45 年 4 月 1 日受付

** 東京大学工学部 工博

*** 東京大学工学部

**** 東京大学工学部大学院

をおこなった。

2. 実験方法および試料

2.1 供試材

S 38C 炭素鋼の DH 処理材ならびに大気中脱酸材を 6 巻コイルを用いて高周波焼入れ処理した実物車軸より切りだした板状疲れ試験片を用い、また 210° および 250°C にて、2 hr 焼もどし処理を施した。試験片の化学組成を Table 1 に、試験片のピッカース・カタサと介在物の清浄度を Table 2 に示す。試験片の大部分は焼入によつて硬化されており、表面焼入の内側(試験片の compression side) の一部分には非硬化部も存在していたので括弧内の数値で示した。DH 材採取試料には非硬化部が多く含まれていたため表面に低硬度を示す部分もあった。DH 材の介在物の清浄度は 0.154 で、20

数 μ 以上の大きさの介在物はほとんど含まれていない。一方大気中脱酸材の清浄度は 0.25 で、20 数 μ 以上の比較的大きな介在物が多く含まれている。Photo. 1 に示されているのはこの供試材に含む比較的大型の介在物である。

2.2 実験方法

2.2.1 疲れ試験

1) 試験片の形状寸法は Fig. 1 に示されている。曲げ応力による引張応力側、すなわち車軸の表面側(以下 tension side と称する)を全面研磨し、鏡面に仕上げる。

2) シェンク形板曲げ疲れ試験機を用いて繰り返し曲げ応力を加える。試験片の tension side には Fig. 2 に示されているようにつねに tension-to-tension の片振り繰り返し引張応力が与えられる。すなわち振幅ゼロのときには tension side にはつねに 11 kg/mm² の引張応力

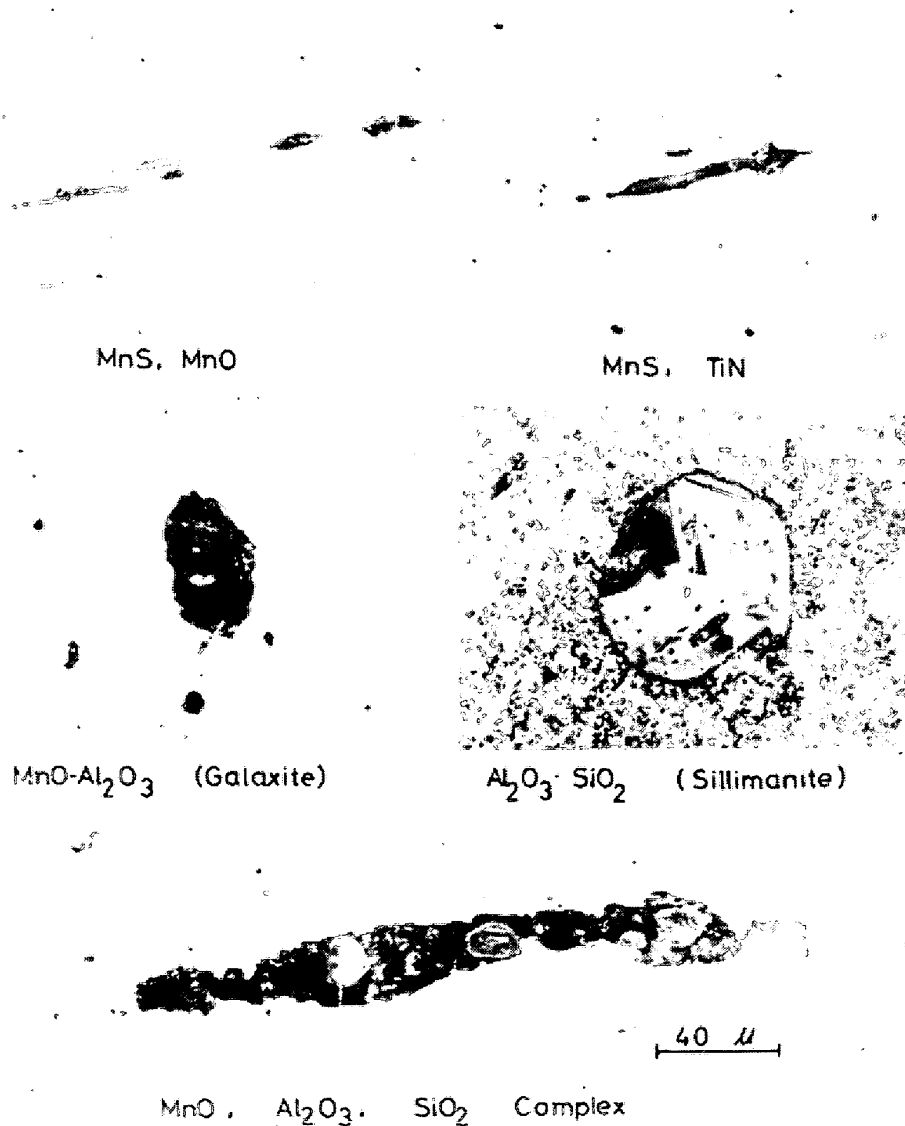


Photo. 1. Typical large inclusions in specimens.

Table 1. Chemical composition of specimens (%).

Specimen	C	Si	Mn	P	S	Cu	Cr
A(DH-Treated)	0.38	0.25	0.69	0.008	0.015	0.04	0.04
B(Not DH-Treated)	0.39	0.26	0.66	0.020	0.021	0.10	0.14

Table 2. Hardness and cleanliness of specimens.

Specimen	A (DH-treated)		B (Not DH-treated)	
	Tension side	Compression side	Tension side	Compression side
As quenched (Hv)	502	(280)	588	(440)
210°C tempered (Hv)	472	(276)	476	(420)
250°C tempered (Hv)	403	(270)	487	(412)
Cleanliness (JIS)	$d_{60} \times 450 = 0.154$		$d_{60} \times 400 = 0.25$	

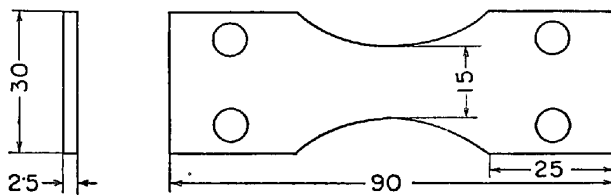


Fig. 1. Fatigue specimen.

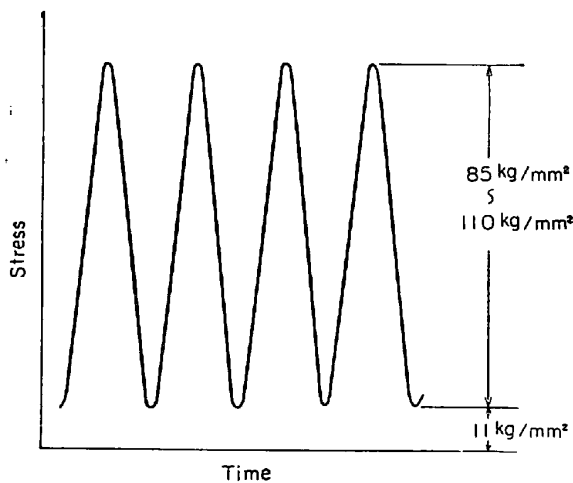


Fig. 2. Model of applied stress.

がかかっており、最大振幅応力は 110~85 kg/mm² の間におこなわれた。したがって試験片の下面(以下 compression side と称する)にはつねに圧縮応力をうけている。

2.2.2 Tension side の顕微鏡観察

疲労試験中に tension side の表面をつねに拡大鏡で注意深く観察する。微細き裂を発見すれば、試験を一時中断して顕微鏡で詳しく観察し、100 倍率でき裂の長さを測定する。このようにして試験片の破断までくり返し実

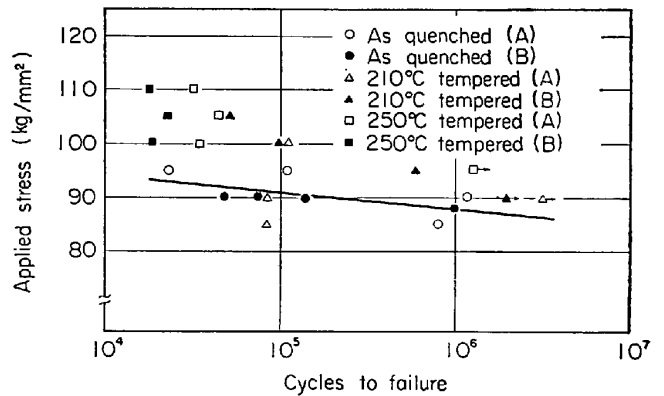


Fig. 3. Fatigue life vs applied stress.

験を続ける。

2.2.3 Microfractography の観察

破断面を抽出レプリカ法 (carbon extraction replica) により電子顕微鏡観察をおこなう。

2.2.4 金属薄膜の直接観察

試験片は破断後、厚み方向に tension side と compression side に等分に 2 分割切断する。破断面に近い tension side および compression side の表面の反対側より 0.1 mm まで機械研磨し、さらに光学および電子顕微鏡による直接観察を行なった。

3. 実験結果

3.1 疲れ試験結果および顕微鏡観察

疲れ試験結果を Table 3 に示す。破断に至る繰り返しの回数と応力レベルをみると、Fig. 3 に示されているようにならりのばらつきがあるが、焼入れのままの試験材に比べて 210°C 焼もどしの大気中脱酸材および 250°C のいずれの焼もどし材は一般にかなりすぐれた結果

Table 3. Results of fatigue test.

	Specimen		Stress (kg/mm ²)	No of cycles to failure	Crack nucleate	Remark
AS quenched	A	DHQ 1	85	8.0×10^5	edge	
		DHQ 2	90	1.2×10^6	//	
		DHQ 3	95	1.1×10^5	unknown	
	B	Q 1	95	2.4×10^4	//	
		Q 2	90	7.6×10^4	inclusion	
		Q 3	85	1.2×10^7	//	
		//	88	1.0×10^6	//	
		//	90	4.8×10^4	//	
		//	90	1.4×10^5	//	
		Q 10	90	1.4×10^5	//	
210°C Tempered	A	DHT 4	90	8.3×10^4	edge	{ many cracks, one of them nucleated from inclusion 3 cracks { 3 cracks initiated from edge and some cracks formed at large inclusions 2 cracks many cracks formed at inclusions*
		DHT 5	80	1.1×10^7	unknown	
		//	90	3.2×10^6	//	
		//	100	1.1×10^5	//	
	DHT 6	85	8.4×10^4	edge		
	B	T 4	95	6×10^5	unknown	
T 5		90	2×10^6	inclusion		
T 6		100	1.0×10^5	//		
250°C Tempered	A	DHT 7	100	3.5×10^4	edge	{ 3 cracks { 3 cracks initiated from edge and some cracks formed at large inclusions 2 cracks many cracks formed at inclusions*
		DHT 8	95	1.3×10^6	//	
		//	105	4.6×10^4	//	
		DHT 9	110	3.2×10^4	//	
	B	T 7	100	1.9×10^4	inclusion	
		T 8	105	2.3×10^4	//	
		T 9	110	1.8×10^4	//	

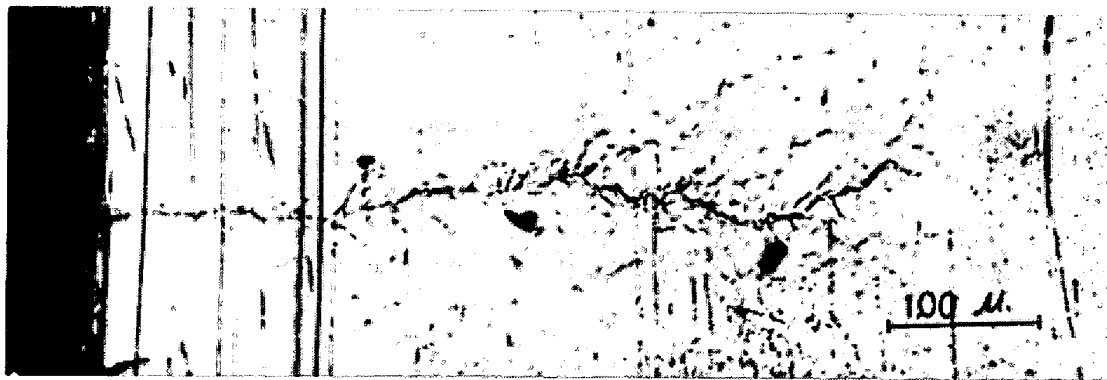


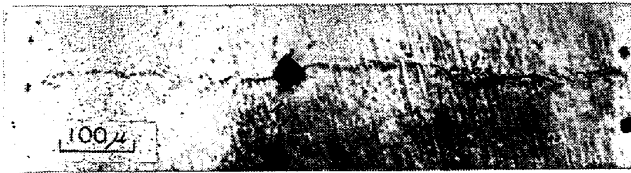
Photo. 2. Fatigue crack nucleated from the edge of DH treatment specimen after 2.02×10^4 cycles; $\sigma = 100 \text{ kg/mm}^2$.

を示した。210°C 焼もどしの DH 処理材はばらつきが大きいが 100 kg/mm^2 レベルの結果からみると焼入れのままの試験片に比べてすぐれていることがわかる。しかし 2.1 節に述べた焼入れ不完全部分などの因子を考慮して総合すると 210°C 焼もどしたのもも焼入れのままの試験材よりすぐれているように思われる。疲れの進行によって A の DH 処理材の試験片のき裂発生は全部幅端から生じた。その例を Photo. 2 に示す。一方、DH 処理しない B の大気中脱酸材のき裂は Photo. 3 に示さ

れているように全部介在物から生じていることが明らかに認められた。大気中脱酸材の主き裂 (main crack) の核形成源となる介在物の大きさはすべて 20 数 μ 以上、しかも表面あるいは表面直下数 η に存在する介在物より生じたものである。表面に現われている大きな介在物より発生するマイクロき裂にはつぎのようなものがある。すなわち Photo. 4 に示されているように介在物と母相 (matrix) の界面の剝離によるき裂の形成、Photo. 5 に示されているような介在物の内部欠陥 (一部が脱けたも



(A) After 8.3×10^3 cycles



(B) After 1.02×10^4 cycles



(C) The profile of inclusion

Photo. 3. Fatigue crack nucleated from the large non-metallic inclusion on non-DH treatment specimen; $\sigma = 105 \text{ kg/mm}^2$.

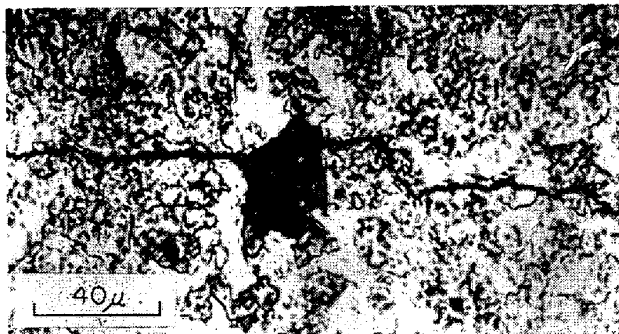


Photo. 4. Fatigue crack nucleation by the separation of the matrix from an inclusion.

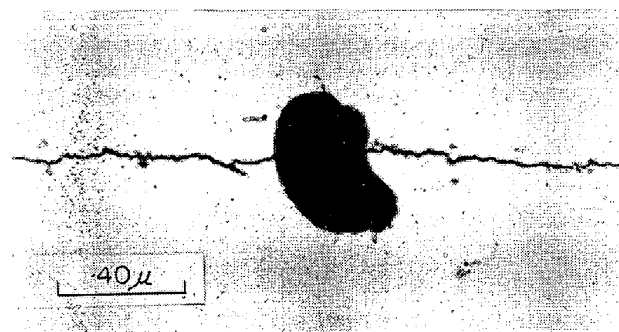


Photo. 5. Fatigue crack nucleation from the inner fracture of non-metallic inclusion.

のなど) 部から生ずるものあるいは Photo. 6 に示されているような二相介在物の相互界面剝離によるマイクロき裂の形成の形成が確かめられた。表面直下にある介在物

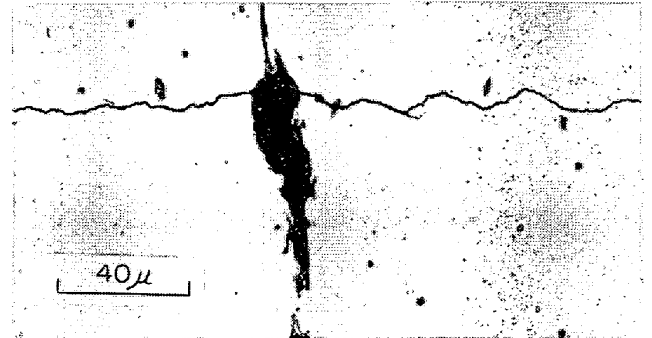


Photo. 6. Fatigue crack nucleation by the separation from the interface of duplicated inclusion.

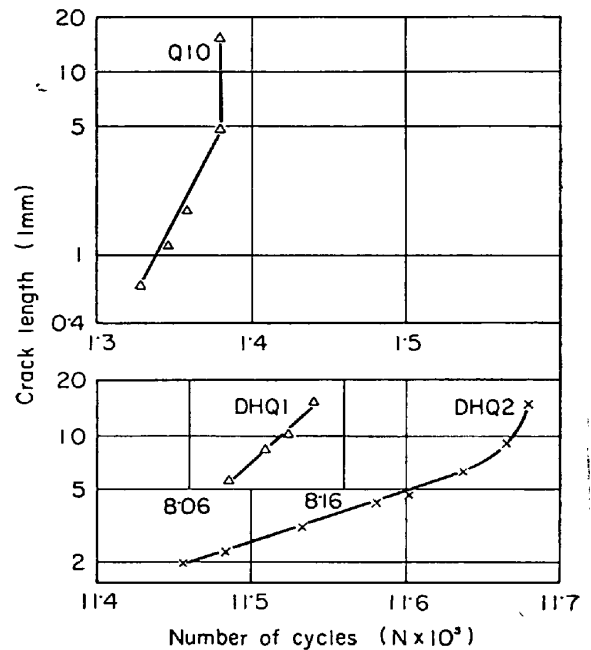


Fig. 4. Fatigue crack propagation, diagram, as quenched specimen.

はくり返し応力によつて介在物がだんだん表面へつき出ることになることが観察された。

き裂伝ばについては Fig. 4, 5 および 6 に示されているように、ある段階においてはくり返し数 (N) はき裂の長さ (l) の対数とほぼ直線関係を示す。このことからつぎの式で表わすことができる。

$$dl/dN = Bl \quad (1)$$

B は応力および材質の状態による定数であると考えられる。

3.2 Microfractography の観察

破断面の電顕観察によると、3 レベルの熱処理条件、き裂伝ば速度および材質によるミクロ的破断面における大きな差は認められず、破断面全体として微小介在物を核とする ductile dimples が多く存在している。その ductile dimple に接続する部分には Photo. 7 および 8

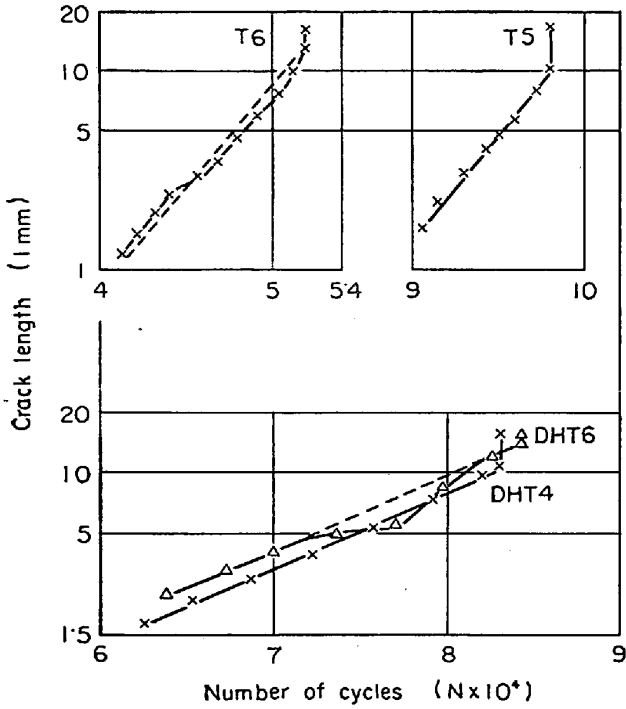


Fig. 5. Fatigue crack propagation, diagram, 210°C 2 hr tempered specimen.

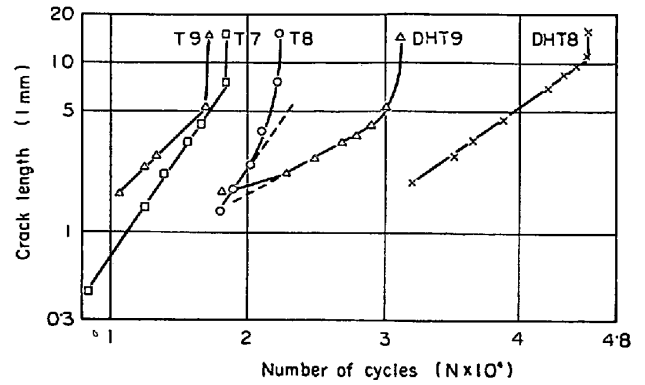


Fig. 6. Fatigue crack propagation, diagram, 250°C 2 hr tempered specimen.

に示されているような擬へき開破断あるいはへき開破断が多く見られる。また部分的には Photo. 9 に示されているような ductile striation と Photo. 10 に示されている cleavage striation が見られる。ある断面においては striation に似たいわゆる tire pattern も認められた。

3.3 金属薄膜による電顕直接観察

金属薄膜の電顕直接観察によれば、DH 処理材の一部



Photo. 7. Ductile dimples and quasi-cleavage fracture on the fatigue fracture surface of Q-1 specimen.



Photo. 8. Ductile dimples nucleated on the grain boundary on the fatigue fracture surface of Q-10 specimen at higher crack propagation rate area.

には不完全焼入れの中間段階変態組織がみられた。とくに compression side 初析フェライトと微細パーライト組織が現われている。Photo. 11 に示されているように、このような領域は疲れのあと damage によつてセル構造になつているのがみられた。

大気中脱酸材の tension side にはこのような中間段階変態組織はあまり現われていなかった。Photo. 12 に示されているようなマルテンサイトもき裂にともない塑性ひずみをうけているように考えられる。一方 compression side は DH 処理材の tension side 組織によく類似した組織 (Photo. 13) を示した。

4. 考 察

以上の結果から、まずき裂の核生成について考察すると：

A の DH 処理材の疲れき裂の核生成がかならず試験片の幅の端部から生じたことは、つぎの理由によると考えられる。すなわち、清浄度が高く比較的大型の介在物がなく、試料表面 (tension side) に組織的欠陥による十

分な応力集中源となるものがない。したがつて、応力集中がもつとも大きい端部からき裂を生じたものと考えられる。

一方、B の大気中脱酸材では表面に大きな介在物が存在し、表面のくり返し引張応力によつて脆性介在物と母相 (matrix) が剝離し空隙が生じてき裂が生成するか、あるいは二相介在物の界面 (Photo. 6) のはく離または介在物自身の内部欠陥 (部分脱落など) によつて応力集中をうけ母相中にき裂を生成することが認められる。疲労初期段階では試験片の厚みの内部の介在物による疲労き裂の核生成は考えられないが、主き裂 (main crack) 先端の塑性領域においては介在物 (微細な介在物も含めて) が微小き裂の発生源となることが microfractography の観察結果から推定された。

試験片表面 (tension side) のミクロ的観察によると、き裂の先端に応力集中により降状応力以上の応力のかかる小さな塑性領域が生じ、Photo. 14 に示されているように、その領域から密なすべり帯が発生し、また介在物からもミクロき裂が多数形成されて主き裂が近づくとそ



Photo. 9. Ductile striation on the fatigue fracture surface of DHQ-3 as a quenched specimen.

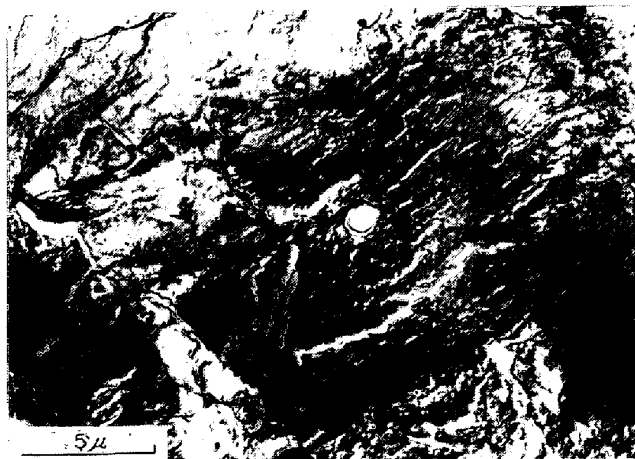


Photo. 10. Cleavage striation on the fatigue fracture surface of T-7 specimen.

れと会合 (joining) して伝ばが促進される. Photo. 15 に示されているのはその一例である. microfractography の観察によれば, 試験片の内部においても同じような伝ば機構が働いていることが推定できる. すなわち Photo. 7 に示されているように (B) 部のへき開 (cleavage or quasi-cleavage) に先だつて (A) 部にまずせん断的破断域 (ductile dimple) が形成され, (B) 部より

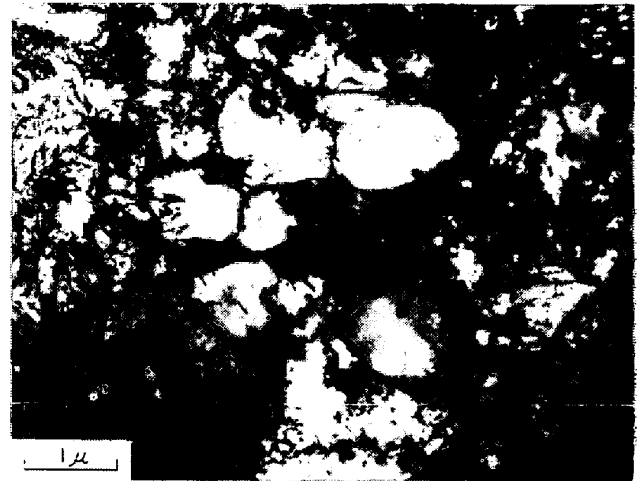


Photo. 11. Cell structure on the compression side of DHT-5 specimen.

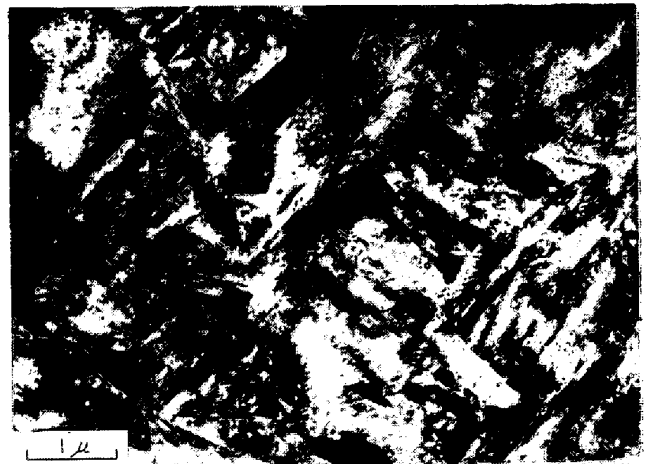


Photo. 12. Martensitic structure fatigued to 2.4×10^4 cycles.

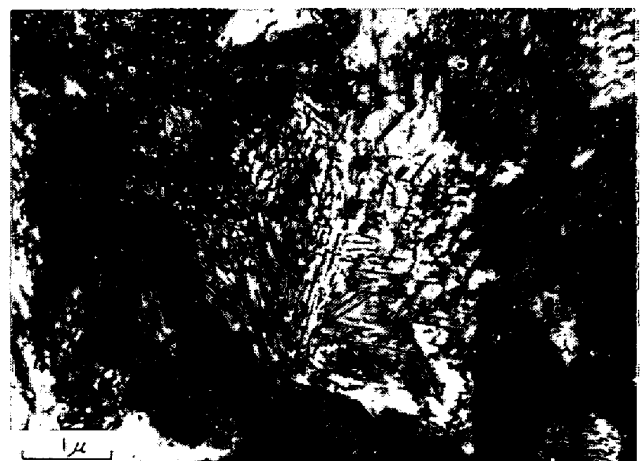


Photo. 13. Fine pearlite structure fatigued to 1.9×10^4 cycles.

主き裂が近づくと急に (擬) へき開破断によつてき裂を伝ばし主き裂につながる. このような過程がくり返し応力によつてくり返し展開されつつき裂が伝ばしていくも

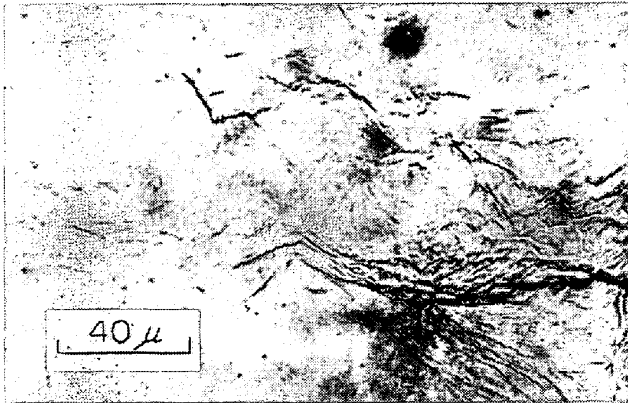
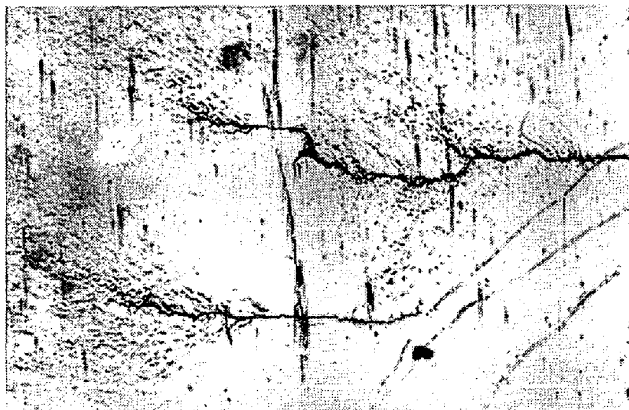


Photo. 14. Plastic zone at fatigue crack tip.



(A) After 3.04×10^4 cycles



(B) After 3.08×10^4 cycles

Photo. 15. Process of crack propagation.

のと考えられる。介在物を起点とする dimple pattern の生成については、本実験で大きな dimple pattern の頂点にある介在物は約 0.5μ であり、それ以上の介在物は dimple を生成しないで脆性破断面 (Photo. 10) に現われるものが多いように見うけられる。したがって dimple の大きさはその頂点にある微小介在物 (0.5μ 以下のもの) の大きさと関係があると思われる。この関係には Fig. 7 に示されている KRAFFT¹³⁾ の dimple 生成モデルを用いるとよく説明することができる。すなわち微小介在物から円盤状のき裂 (disk or Penny-shaped

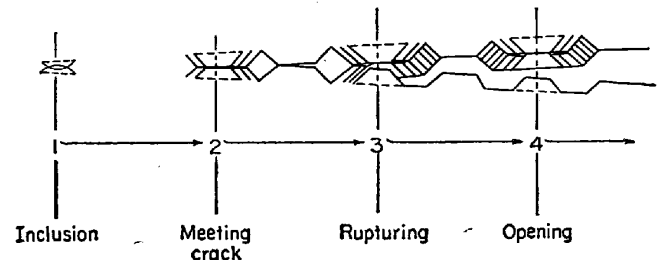


Fig. 7. A model for the interception of an inclusion-started void by the crack front resulting in dimple formation (after KRAFFT).

cracks) が形成され、主き裂 (main crack) の先端部の高応力塑性領域において放射状に成長し、主き裂がさらに近づいてそれらと連結して dimple を形成しその大きさも定まる。したがって介在物が大きいほど、disk-shaped crack が早く生じ結果的に dimple が大きくなることになる。

疲労初期の低い伝ば速度域の破断面と破断直前の高い伝ば速度域の破断面が類似していることは、この疲労き裂の伝ば機構が同一なものであることを暗示する。すなわち伝ば速度の違いはき裂が長くなるほどその先端の応力集中が大きくなり、したがって高応力により塑性領域が拡大してより多くのマイクロき裂を生じて伝ばを促進するものと考えられる。

また介在物の存在量が多いとマイクロき裂が多く生じて伝ばを促進することも容易に理解される。マクロ的な観点ではき裂の伝ば方向は引張応力軸とほぼ垂直になっているが、ミクロ的観察ではある角度[]](かならずしも最大せん断応力方向ではない)を持つ shear mode 方向に交差してジグザグのき裂伝ばがみられる。これは FROSYTH¹⁴⁾ のアルミニウム合金 (Al-7.5% Z-2.5% Mg) の疲労試験片表面に観察した cleavage striation とよく似たものであつた。

このようにき裂がつねに shear mode に交差伝ばすることによつて microfractography の striation pattern が観察されるものと考えられる。

Fig. 4, 5 および 6 から大気中脱酸材のき裂伝ば速度は DH 処理材に比べて高いことが明らかであるが、これは前に述べた介在物の影響が主体であると考えられる。焼入れ状態での疲労寿命のばらつきは大きい、焼もどしによつてそのばらつきは縮小されている。

これはたぶん高周波焼入れによるミクロ的不均一性によるもので、焼もどし過程によつて緩和改善されたと考えられる。Fig. 5 の DHT 6 曲線はある段階において直線 (点線) からずれ、その後また直線にもどっているが、このことはつぎのように説明される。すなわちあ

る段階において、2, 3 の副き裂 (subcrack) が生じて主き裂先端の応力集中が多少緩和されて伝ば速度を低下する。その後主き裂が長くなるにつれてその先端の応力が増大し、主き裂がもとの直線 (点線) にもどる。このように主き裂の伝ば速度に影響を与える同一端に生じた副き裂であることが認められたが、別の端に生じた副き裂は主き裂に影響しないようにみうけられた。

主き裂の伝ば速度は (1) 式のような簡単な関係に表わしうる。これは FROST and DUGDALE¹⁵⁾ および LIU¹⁶⁾ の式と同一のものであるが、PARIS¹⁷⁾ に指摘されているように単一試験データによつて疲労き裂の伝ば速度式の正確性を立証することには問題があり、多くの試験片による広汎なデータによる評価が必要である。したがつて (1) 式で表わされる疲労き裂の伝ば速度はすべての疲労き裂の伝ばに適用される確信はない。とくにそのパラメータ B の定量的評価についてはさらに多くの実験値より求めて、物理的意味を知る必要がある。

本実験において、Fig. 2 および 4 に示されている 210° および 350°C 焼もどしの同じ材質のものは異なつた応力レベルにもかかわらず、その直線勾配がほぼ等しいのは興味深い。これは要するに組織的本質 (intrinsic structural characteristics) がき裂の伝ば速度のパラメータ B に大きく寄与していることを示唆すると思われる。

5. 総 括

1) 高強度の車軸用高周波焼入れ鋼材の履歴として、真空脱ガス (DH) 処理材は大気脱酸材に比較してすぐれた疲れ破壊に耐える特性を有していることを、くり返し曲げ疲労試験により確認した。

2) 破断に至る繰返し回数と応力レベルより判断して、210° および 250°C 2 hr 程度の焼もどしは、焼入れのままの材質に比較して疲れき裂の発生伝ばに対する耐力を向上するものと思われる。

3) くり返し引張応力による疲れき裂の発生と伝ばの挙動を微視的に観察し、非金属介在物の役割りについての多くの知見を得てその機構的解釈を行なつた。この考察により、介在物の少ない材質は微小なき裂の生成と成長の面からきわめて有利であることを確認した。

4) 本実験の条件におけるき裂の伝ば機構はつぎのように考えられる。すなわち、主き裂の先端に高応力塑性領域においてまずせん断的破断域 (ductile dimple) が形成され、主き裂が近づくと急に (擬) へき開破断によつてき裂を伝ばし、主き裂につながる。このような過程がくり返し応力によつてくり返し展開され、き裂が伝ばしていく。

5) き裂の伝ば速度 dl/dN はある段階においてつぎの式で表わすことができる:

$$dl/dN = B I$$

B は応力および材質の状態 (組織、清浄度など) に依存する定数であると考えられる。

文 献

- 1) A. SWAN, H. SUTTON, and W. D. DOUGLAS: Engineering, 27 (1931), p. 314
- 2) F. STONES: Iron Age, 12 (1931), p. 1234
- 3) STULEN: ASTM S.T.P. No 121 (1952), p. 23
- 4) H. N. CUMMINGS, F. B. STULEN, W. C. SCHULTE: Trans. Amer. Soc. Metals, 49 (1957) p. 482
- 5) J. T. RANSOM: Trans. Amer. Soc. Metals, 46 (1954), p. 1254
- 6) P. H. FRITH: J. Iron Steel Inst., 180 (1955), p. 26
- 7) M. ATKINSON: J. Iron Steel Inst., 195 (1960), p. 64
- 8) 角田, 内山, 荒木: 鉄と鋼, 52 (1966), p. 651; 53 (1967), p. 873; 54 (1968) S 73
- 9) E. INESON, J. CLAYTON-CAVE and R. J. TAYLOR: J. Iron Steel Inst., 190 (1958), p. 277
- 10) 上野, 三橋, 中野: 鉄と鋼, 41 (1955), p. 1102
- 11) 井上, 辻本: 鉄と鋼, 45 (1959), p. 322
- 12) 横堀, 前川, 是川: 材料, 12 (1963), p. 434
- 13) J. M. KRAFFT: Applied Materials Research, April, (1964), p. 88
- 14) P. J. E. FORSYTH: Acta Met., 11 (1963), p. 703
- 15) N. E. FROST, D. S. DUGDALE: Journal of the Mechanics and Physics of Solids, 6 (1958), p. 92
- 16) H. W. LIU: Trans. ASME, Series D, 83 (1961), p. 23
- 17) P. PARIS, F. ERDOGAN: Trans. ASME, Series D, 85 (1963), p. 528