

熱間工具鋼の高温低サイクル疲労挙動におよぼす 雰囲気の影響

辻井 信博*・阿部 源隆*・深浦 健三*²・砂田 久吉*²

Effect of Testing Atmosphere on Low Cycle Fatigue
of Hot Work Tool Steel at Elevated Temperature

Nobuhiro TSUJII, Genryu ABE, Kenzo FUKAURA and Hisakichi SUNADA

Synopsis : Effects of atmosphere and strain amplitude on low cycle fatigue behavior of SKD6 hot work tool steel were investigated. The fatigue life in vacuum was twice as long as that in air. It became clear from the results obtained from the experiment conducted in vacuum that slip bands on the specimen surface were formed during fatigue and grew up with increasing number of cycles. The initial fatigue cracks were generated at the intersections of slip bands and were vertical to loading direction. The fatigue cracks mainly initiated at internal inclusions when tested in vacuum, whereas superficial cracks were observed on the same fracture surface when applied higher strain amplitude. In contrast, nucleation sites of fatigue crack when tested in air were specimen surface irrespective of the magnitude of strain amplitude. The improvement of low cycle fatigue properties in vacuum was mainly due to the decreasing of growth rate of superficial and internal cracks to the critical crack length.

Key words : hot work tool steel ; elevated temperature ; low cycle fatigue ; atmosphere effect ; slip band ; fatigue life ; crack.

1. 緒言

熱間工具鋼は、熱間プレス加工用金型材として広く使用されている。これら金型の型表面には、鍛造中の過酷な応力と熱の重畳効果により熱疲労に起因したヒートチェックングが発生する。このヒートチェックングは、金型の摩耗や深い割れの起点となる¹⁾ことから、寿命に対して非常に重要な因子である。

著者ら²⁾は、以前熱間工具鋼SKD6のひずみ制御高温低サイクル疲労試験を873K、大気中で行った。その結果、ある繰返し後に酸化皮膜を起点とする疲労き裂が発生し、試験片内部に向かって伝播すること、また疲労過程に転位密度の低下と炭化物の凝集粗大化に起因した疲労軟化が生じることなどを明らかにした。

高温低サイクル疲労強度に対する雰囲気の影響は、これまで種々の金属材料で検討されている。A286³⁾、AISI304⁴⁾及び1/2Mo鋼⁵⁾など多くの場合、一般に酸化により疲労寿命は低下することが知られている。しかし、金型材料として重要な熱間工具鋼の高温低サイクル疲労強度に対する雰囲気の影響に関する報告は現状では見あたらない。これらのことから、疲労き裂の発生機構をさらに明らかにするためには、き裂発生に対する表面酸化と下部組織変化の影響および両者の関連性を知ることが重要と考えられる。そこで、

本研究では、熱間工具鋼SKD6について大気中および真空中で高温低サイクル疲労試験を行い、疲労き裂の発生・伝播挙動におよぼす酸化およびひずみ振幅の影響を検討した。

2. 実験方法

2・1 供試材および試験片

供試材は、熱間工具鋼である市販のJIS-SKD6で、直径28mmの圧延丸棒である。その化学成分値をTable 1に示す。オーステナイト化温度1303Kで1.8ks保持後、空冷により焼

Table 1. Chemical composition of steel used for the experiment (mass%).

C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo	V
0.37	1.0	0.4	0.010	0.002	0.10	5.0	1.2	0.5

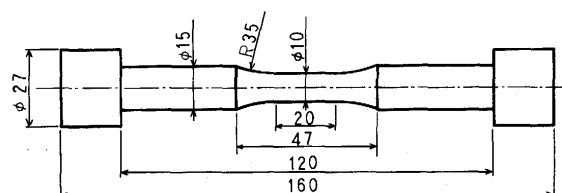


Fig. 1. Shape and dimensions of low cycle fatigue test specimen.

平成6年10月31日受付 平成7年3月3日受理 (Received on Oct. 31, 1994; Accepted on Mar. 3, 1995)

* 山陽特殊製鋼(株)技術研究所 (Technological Research Laboratory, Sanyo Special Steel Co., Ltd., 3007 Nakashima Shikama-ku Himeji 672)

* 2 姫路工業大学工学部 (Faculty of Engineering, Himeji Institute of Technology)

入れを行い、焼戻しは、硬さが48HRCになるように873Kで3.6ks保持後空冷処理を3回繰り返した。焼入焼戻し後、Fig. 1に示す形状と寸法の高周波低サイクル疲労試験片を機械加工により作製した。その後、表面の加工変質層を除去するためにエメリー紙で粗研磨した後、 $3\mu\text{m}$ 径のダイヤモンドペーストにて鏡面研磨を施した。

2・2 疲労試験および組織、破面観察

本試験では、試験温度を873K、ひずみ速度を $0.1\% \text{s}^{-1}$ 一定とし、ひずみ制御下での軸方向圧縮引張り低サイクル疲労試験を行った。負荷波形は、両振り三角波形であり、全ひずみ量 $\Delta\epsilon_t$ は、0.5と1.0%の2水準とした。疲労試験は大気中と $5 \times 10^{-3} \text{Pa}$ 以下の高真空中で行った。用いた試験機は、高周波誘導加熱コイル装置を付属する油圧サーボ式疲労試験機であり、セラミックス製押当て式伸び計にて、試験片軸方向の変位を測定しひずみ量を求めた。なお試験片の標点間距離は、15mmである。また、標点間内の温度分布は、試験温度873Kに対し $\pm 5 \text{K}$ 以内であった。疲労寿命 N_f は、引張側のピーク応力値が試験中に最大値の25%に低下した時点の繰返し数と定義した。また、疲労過程中的試験片表面状態および下部組織変化を観察する目的で、所定の繰返し数で試験を中止し試験片を採取した。組織観察には、加速電圧200kVの透過型電子顕微鏡を用い、薄膜試料は双ジェット法による酢酸-過塩素酸溶液中での電解研磨により作製した。疲労き裂の発生機構を検討する目的で、疲労試験後の試験片表面および破面を走査型電子顕微鏡にて観察した。

3. 結果と考察

3・1 高温疲労強度と組織変化

試験温度873KにおけるSKD6の高温低サイクル疲労寿命 N_f におよぼす雰囲気の影響をFig. 2に示す。真空中の疲労寿命は、 $\Delta\epsilon_t$ が0.5%、1.0%いずれの場合も大気中に比べ2倍以上に延命した。

Fig. 3に、大気中および真空中疲労試験中での $\Delta\epsilon_t=0.5\%$ 、1.0%の場合の応力振幅の変化を示す。既報²⁾で示した

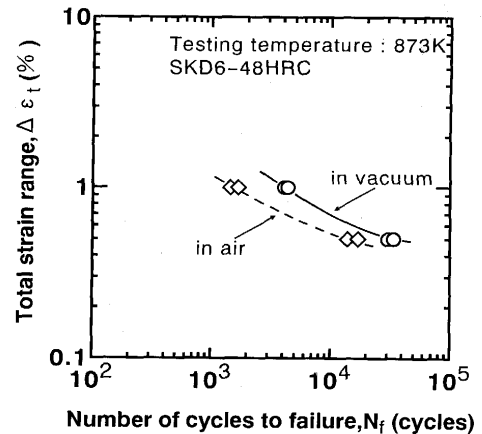


Fig. 2. Effect of atmosphere on low cycle fatigue life of SKD6 at 873K.

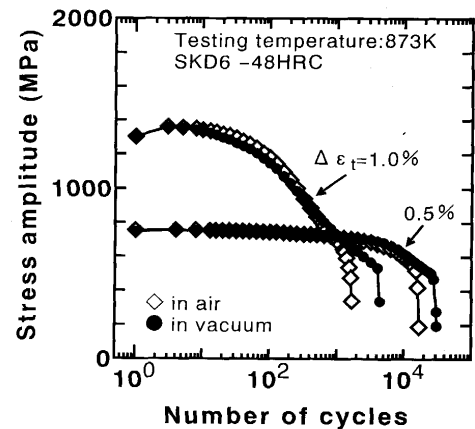


Fig. 3. Changes of stress amplitude during fatigue test in air and in vacuum.

ように、繰返し数に対する応力振幅の変化は、次の3段階に分けられる。すなわち、応力振幅が、試験初期数回の繰返しで増加する加工硬化域、その後繰返し数の増加とともに応力振幅が漸減する疲労軟化域、そして最後の疲労寿命 N_f 直前においてそれが急激に低下するき裂高速伝播域である。このような繰返しひずみによる応力低下現象は、熱間工具鋼に特有の現象ではなく、高速度工具鋼⁹⁾の高温低サイクル疲労でも報告されている。しかし、その組織学的検討

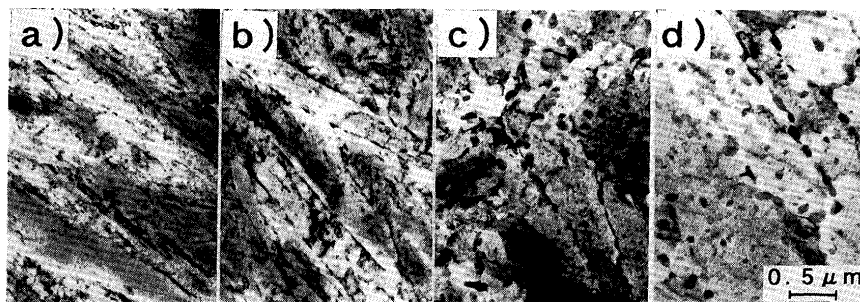


Fig. 4. TEM photographs showing the microstructural evolution of SKD6 with increasing number of cycles. $\Delta\epsilon_t=1.0\%$, 873K, in vacuum. (a) As-quenched and tempered. (b) $N=1 \times 10^2$ (c) $N=1 \times 10^3$ (d) $N=3 \times 10^3$

は十分とは言えない。Fig. 3から明らかなように、上述の応力振幅の変化は、大気中および真空中の場合で同じ傾向を示すが、真空中の場合、最後のき裂高速伝播域が高繰返し数側に遅延している点は特徴的である。

Fig. 4は、 $\Delta\epsilon_t=1.0\%$ 、873K、真空中にて繰返し数 1×10^2 、 1×10^3 および 3×10^3 回で疲労試験を中断した試験片について内部組織変化を観察したTEM像である。疲労試験前の組織(a)は、転位密度の極めて高いラスマルテンサイト組織であり、析出炭化物は微細である。 1×10^3 回(b)では組織変化はほとんど認められないが、 1×10^3 回(c)、さらに 3×10^3 回(d)と疲労が進行すると明らかに転位密度が低下し、亜結晶粒構造を呈するようになるとともに析出炭化物は粗大化していることがわかる。

3.2 すべり帯形成とき裂発生

Fig. 5は、真空中、 $\Delta\epsilon_t=1.0\%$ における各繰返し数後の試験片表面状態を示す。 1×10^2 回(a)では、試験片表面には巨視的には何の変化も認められないが、 1×10^3 回(b)になると応力負荷方向に対し約 45° の方向に成長した粗大なすべり帯が観察される。この表面を数 μm 程度研磨によって除去しても、同様なすべり帯模様が観察された(d)ことから、これらすべり帯は、固執すべり帯に相当するものと考えられる。Fig. 6(a)に示すように 1×10^3 回において、すべり帯が交わった部分には、応力負荷方向に対して直角に疲労初期き裂と考えられる微小き裂(矢印)が観察された。すなわち、すべり帯が互いに交わる箇所には、応力集中の程度が高まり疲労き裂の発生と成長の核になったと考えられる。この微小き裂は、疲労き裂伝播第1段階に相当すると考えられる。Fig. 5(c)に示すように、さらに繰返し数が増加した 3×10^3 回では、すべり帯の起伏が激しさを増すとともにその発生密度も高まっており、観察される微

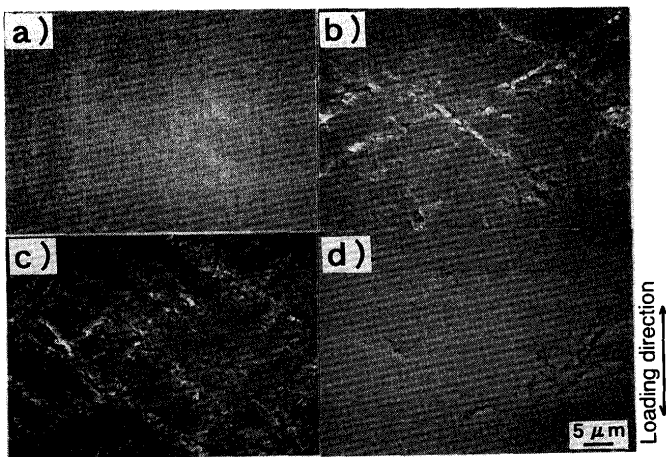


Fig. 5. Changes in the surface topography of SKD6 with increasing number of cycles at $\Delta\epsilon_t=1.0\%$ and 873K in vacuum.

(a) $N=1 \times 10^2$ (b) $N=1 \times 10^3$ (c) $N=3 \times 10^3$ (d) Polished surface after fatigue, $N=1 \times 10^3$

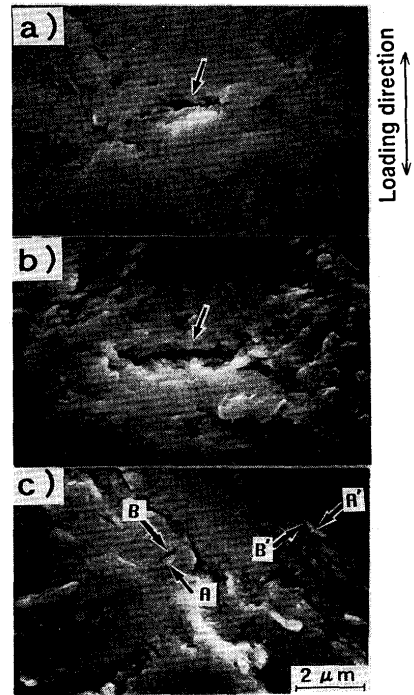


Fig. 6. Microcracks, extrusions and intrusions observed on fatigued surface of SKD6. $\Delta\epsilon_t=1.0\%$, 873K, in vacuum.

(a) Microcrack, $N=1 \times 10^3$
(b) Microcrack, $N=3 \times 10^3$
(c) Extrusions (A, A') and intrusions (B, B'), $N=3 \times 10^3$

微小き裂(Fig. 6(b))は、 1×10^3 回よりも成長するとともにその数も増加していた。また、Fig. 6(c)は、 3×10^3 回でのすべり帯部を拡大したSEM像であり、舌状の突出し(図中矢印A, A')とそれに隣接する入込み(矢印B, B')が観察される。一般に、疲労現象では、まずすべり帯が形成され、これらが成長することにより突出しや入込みが形成され、その応力集中部に疲労き裂が発生すると言われていた。本実験でも、 3×10^3 回で突出しと入込みがより明瞭に観察されたものの、 1×10^3 回においても固執すべり帯が観察されたことから、応力集中源となる突出しや入込みが、疲労き裂発生に先立ち形成されていたと考えられる。疲労き裂の発生は、 1×10^3 回前後であり疲労寿命のおよそ20%の繰返し数に相当する。その時期は、マトリックスが亜結晶粒構造となり始め疲労軟化がかなり進行した時期であることが、Fig. 4から明らかである。従って、本鋼の疲労き裂は、マトリックスの疲労軟化→すべり帯の形成・成長→突出しおよび入込みの形成→応力集中による疲労き裂の核形成という過程で発生・成長すると考えられる。

3.3 疲労寿命におよぼす酸化の影響

Fig. 6(a)から真空中、 $\Delta\epsilon_t=1.0\%$ の場合、疲労き裂へと成長する微小き裂の発生は、 1×10^3 回前後である可能性が示唆される。一方、大気中試験で 5×10^2 回で試験を中止した試験片には、微小き裂が発生していないことから考えると、微小き裂の発生は大気中、真空中とも $5 \times 10^2 \sim 1 \times$

10^3 回の間と推察される。また、 $\Delta\epsilon_t=1.0\%$ の場合、疲労寿命後の試験片表面には、大気中、真空中に拘わらず主き裂近傍に円周方向 $100\mu\text{m}$ 程度のき裂が多数観察された。これらのき裂は、Fig. 7 (a) および (b) に示すように、大気中では 1×10^3 回、真空中では 3×10^3 回後の試験片に数本観察されており、両雰囲気において応力振幅が急激に低下する時期とそれぞれほぼ一致している。このことから疲労末期における応力振幅の急激な低下は、これらの内のあるき裂が優先的に高速伝播したことによるものと考えられる。言い換えれば、主き裂近傍に観察された上記き裂の長さが高速伝播を起こす臨界き裂長さに相当すると考えられる。高速伝播中の繰返し数は、Fig. 3 から明らかなように両雰囲気ともほぼ同じで非常に短い。したがって、大気中と真空中との疲労寿命差は初期微小き裂が高速き裂伝播を起こす臨界き裂長さに達するまでのき裂成長速度の差が主として反映されたと考えられる。

Fig. 8 は大気中および真空中それぞれ $\Delta\epsilon_t=0.5\%$ および 1.0% で寿命となった試験片の代表的な破面形態を示すSEM像である。図中、疲労破壊の起点が表面の場合にはS、内部介在物である場合にはIで表記している。ひずみ振幅の影響は後述するが、(a)、(b)で示す大気中では、ひずみ振幅に関係なく、疲労破壊の起点は全て表面である。これに対し、真空中では、 $\Delta\epsilon_t=1.0\%$ では、表面起点となっている破面部分が存在するものの、内部介在物起点とする破面

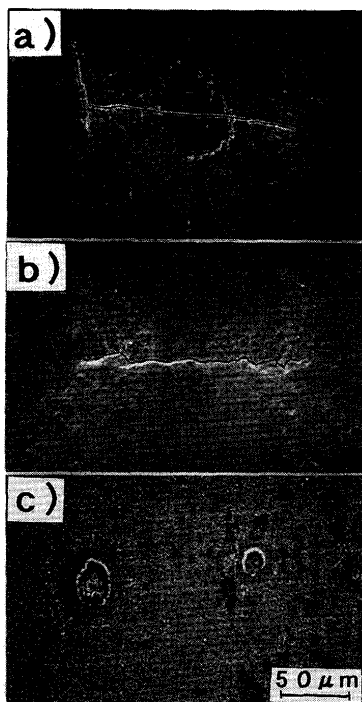


Fig. 7. Fatigue cracks and local oxidation on the surface of SKD6 specimen.
 (a) Fatigued at 873K in air.
 $\Delta\epsilon_t=1.0\%$, $N=1 \times 10^3$ (5.6h)
 (b) Fatigued at 873K in vacuum.
 $\Delta\epsilon_t=1.0\%$, $N=3 \times 10^3$ (16.8h)
 (c) Aged statically at 873K in air for 56h.

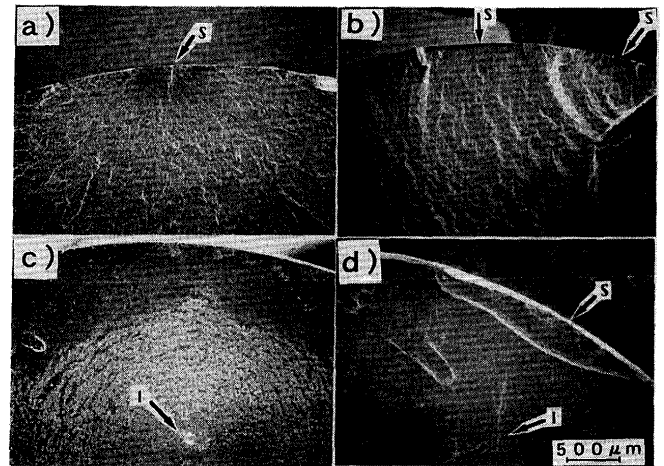


Fig. 8. Fracture surfaces of specimens tested at 873K in air and in vacuum. The initiation sites of superficial and internal fatigue cracks are indicated by the arrows of S and I, respectively.

- (a) in air, $\Delta\epsilon_t=0.5\%$, $N=1.7 \times 10^4$
 (b) in air, $\Delta\epsilon_t=1.0\%$, $N=1.7 \times 10^3$
 (c) in vacuum, $\Delta\epsilon_t=0.5\%$, $N=3.0 \times 10^4$
 (d) in vacuum, $\Delta\epsilon_t=1.0\%$, $N=4.1 \times 10^3$

が支配的である。

大気中の場合、破壊が表面起点となる理由として以下の機構が考えられる。Fig. 7 (a) に示したように大気中の場合、例外なく厚い楕円状の酸化膜がき裂中央に優先的に生成していた。このような局部的に厚い酸化膜は、Fig. 7 (c) に示すように同温度で56hと、より長時間加熱した無負荷酸化試験片にも観察されたが、その成長速度は疲労試験片の方が明らかに速く、表層下部に生成したすべり変形が強く影響していると考えられる。高温疲労における酸化膜とき裂発生との関係については、2.25Cr-1Mo鋼⁷⁾やSKD61⁹⁾における圧縮ひずみ保持下での高温疲労き裂は、まず表面の酸化皮膜が発生し、その皮膜破壊後にマトリックス中へと伝播することが指摘されている。しかし本実験結果は、大気中での疲労き裂の生成機構として、すべり変形が酸化膜の生成を促進させるとともに、応力集中部に発生した微小き裂の新生面も優先的に酸化されることにより局部的に厚い酸化膜が形成され、そこを起点に疲労き裂が表層円周方向と半径方向に成長することを示唆している。

次に、両雰囲気間でのき裂成長速度の差は、酸化の影響と破壊形態の相違が関連していると考えられる。大気中の場合、半径方向に深く成長したき裂の内面にも酸化は進行している。この場合、き裂の先端は内部酸化物の存在により圧縮時においても、この法則で引張応力が作用している可能性もあり、表面での切欠き効果との重畳効果により半径方向へのき裂成長速度もさらに増大したことが考えられる。また、Fig. 9 に示すように、 $\Delta\epsilon_t=0.5\%$ 、大気中試験片の破面の一部には酸化層で覆われたストライエーションが観察されたのに対し、真空中試験片の破面には、き裂伝

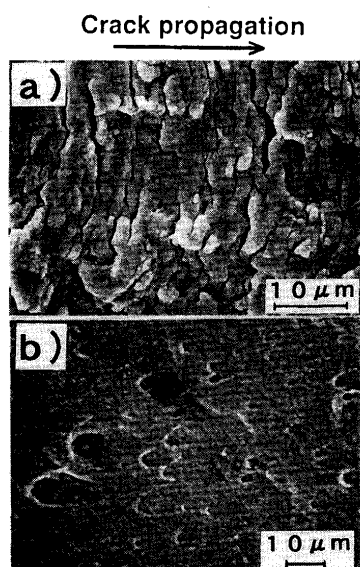


Fig. 9. Characteristic fracture surfaces of specimens tested at 873K in air and in vacuum.

- (a) Striations, in air,
 $\Delta\epsilon_t=0.5\%$, $N=1.7\times 10^4$
 (b) Tear dimples, in vacuum.
 $\Delta\epsilon_t=0.5\%$, $N=3.0\times 10^4$

播方向に伸ばされたディンプルが観察された。同様の伸長ディンプル破面は、松原ら¹⁰⁾により改良9Cr-1Mo鋼の高温低サイクル疲労でも報告されている。これら特徴的な破面形態は、ひずみ振幅が大きい $\Delta\epsilon_t=1.0\%$ においても同様に観察された。従って、真空中の場合には、表面の微小き裂

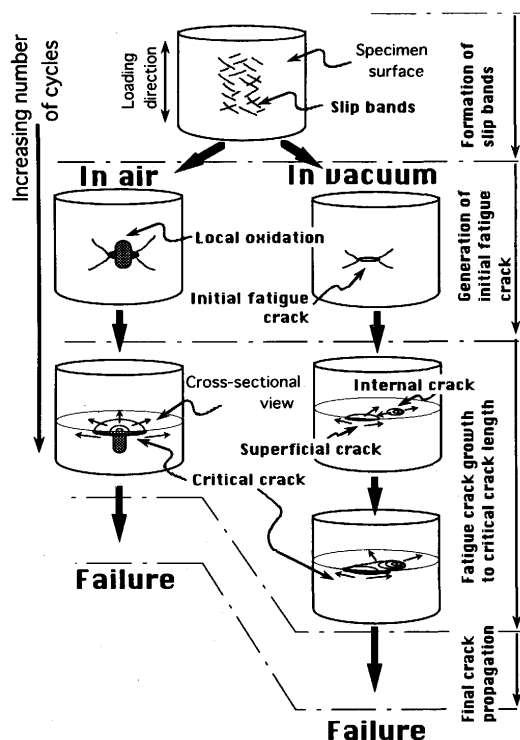


Fig. 10. Schematic illustration of the fatigue crack generation and growth process at $\Delta\epsilon_t=1.0\%$ and 873K in air and in vacuum.

生成が抑制されたうえに、破壊形態が表面起点型から内部介在物起点型になることにより、破面の再結合が起り、き裂伝播速度が抑制されたことが寿命を向上させた一因と言える。

以上の実験結果から、SKD6の高温低サイクル疲労き裂の発生、成長および伝播機構に及ぼす大気および真空雰囲気中の差異を模式的に整理したのがFig.10である。大気中では、繰返し応力による転位密度の低減と炭化物の粗大化とともに試料表面にすべり帯および入込みと突出しが形成される。その後、負荷応力方向に垂直な微小き裂がすべり帯が交わった応力集中部に発生する(疲労き裂伝播第1段階)。この微小き裂の新生面は、活性化されており局部的な酸化膜の生成が促進され、臨界き裂長さに至るまでの成長期間(第2段階)が短くなる。一方、真空中では、同様な機構で試料表面にわずかな微小き裂が発生するもののその成長は遅く、内部の介在物を起点とする疲労き裂伝播が支配的となることにより、臨界き裂長さまでの成長期間が長くなる。この疲労き裂伝播第2段階での伝播速度の差が、両雰囲気中での寿命差として現れたと考えられる。

3.4 ひずみ振幅の影響

本実験では $\Delta\epsilon_t=1.0\%$ の場合、上述したように主き裂近傍には他に数本のき裂が観察された。一方、ひずみ振幅が小さい $\Delta\epsilon_t=0.5\%$ の場合では真空および大気中の試験片とも主き裂以外の表面き裂は一切観察されなかった。これらの結果は、Fig.8に示した破面観察結果とも一致する。ひずみ振幅が大きい $\Delta\epsilon_t=1.0\%$ の場合、表面のすべり帯が十分に発達することにより、疲労き裂が表面起点となり易く(ただし、真空中の場合は内部起点のき裂も同時に発生している)、Fig.8の破面観察からわかるように、起点の異なる数本のき裂が疲労中に連結することにより疲労破壊が進行する。

一方、 $\Delta\epsilon_t=0.5\%$ の場合に主き裂しか観察されなかったのは、負荷ひずみ量が小さく表面のすべり帯の成長が十分でなかったため応力集中箇所が限定された結果と考えられる。Fujita¹¹⁾は、大気中では、すべりにより形成された新生面の酸化により、可逆的なすべりが阻止され、真空中に比べ疲労き裂が形成され易くなるモデルを提案している。本実験では、Fig.8(a)に示したように低ひずみ振幅においても大気中では表面起点となっており、上記機構が働いた可能性がある。逆に真空中では、表面き裂の発生が抑制されることにより、応力が内部の介在物近傍に集中し、内部き裂の発生を助長したのと考えられる。

4. 結論

熱間工具鋼SKD6について大気中および真空中で高温低サイクル疲労試験を行い疲労き裂の発生・伝播挙動に及ぼす大気中酸化およびひずみ振幅の影響を検討し以下の結論を

得た。

(1) 真空中の疲労寿命は、大気中に比べ2倍以上増加した。また真空中の場合、急激に応力振幅が低下し始める最終段階が大気中よりも高繰返し数側に延命化した。

(2) 真空中試験において、約 1×10^3 回にてすべり帯が形成され、これを起点に疲労き裂の元となる微小き裂が発生することが明らかとなった。

(3) 大気中の場合、厚い酸化スケールがき裂中央に優先的に生成しており、疲労き裂の成長は、微小き裂の新生面の優先酸化により加速された。

(4) 疲労き裂は大気中で表面起点であるのに対し、真空中では、高ひずみ振幅では表面起点も存在するものの、内部介在物起点が支配的であった。真空下での疲労寿命向上は、表面起点および内部起点き裂の臨界き裂長さに至るまでの成長速度が遅くなったことによる。

(5) ひずみ振幅が大きい $\Delta\epsilon_t=1.0\%$ の場合、疲労破壊は、表面起点のいくつかのき裂が疲労中に連結することにより

進むのに対し、 $\Delta\epsilon_t=0.5\%$ の場合は、応力集中箇所が大気中では表面、真空中では内部介在物に限定された。

文 献

- 1) R. Ebara and K. Kubota: Steel Forgings ASTM STP, 903 (1986), p.583
- 2) 辻井信博, 阿部源隆, 深浦健三, 砂田久吉: 鉄と鋼, 80 (1994), p.664
- 3) L. F. Coffin, Jr.: Fatigue at High Temperature, ASTM STP, 520 (1973), p.5
- 4) L. F. Coffin, Jr.: Metallurgical Transactions, 3 (1972), p.1777
- 5) D. J. White: Inst. Mech. Eng. Appl. Mech. Group, 184 (1969-70), p.223
- 6) A. Kocańda and S. Kocańda: Proc. 2nd Int. Conf. Low Cycle Fatigue, München, (1987), p.125 [Elsevier Appl. Sci. Pub. Ltd.]
- 7) H. Teranishi and A. J. Mcevely: Metallurgical Transactions, 10A (1979), p.1806
- 8) 野中 勇, 北川正樹, 大友 暁, 和田雄作: 鉄と鋼, 73 (1987), p.2267
- 9) 山崎善夫, 横幕俊典: 熱処理, 30 (1990), p.213
- 10) 松原雅明, 新田明人: 材料, 42 (1993), p.1306
- 11) F. E. Fujita: Fracture of solids, 20 (1963), p.657