研究論文

極低温構造材料の高サイクル疲労特性

長井 寿, 由利 哲美, 梅澤 修
緒形 俊夫, 石川 圭介

金属材料技術研究所筑波支所 つくば市千現 1-2-1

(1991年1月21日受理)

High Cycle Fatigue Properties of Cryogenic Structural Alloys

Kotobu NAGAI, Tetsumi YURI, Osamu UMEZAWA,
Toshio OGATA and Keisuke ISHIKAWA

Tsukuba Laboratories, National Research Institute for Metals, 1-2-1 Sengen, Tsukuba 305

(Received January 21, 1991)

Synopsis:

High cycle fatigue tests at cryogenic temperatures were performed for titanium alloys and austenitic steels. The S-N curves shifted to higher stress or longer life side with a decrease in test temperature with some exceptions in forged Ti-6Al-4V alloys. There was little change in fatigue strength between 77 K and 4 K for the forged Ti-6Al-4V alloys. Fatigue strength at 10^6 cycles increased in proportion to a gain in strength by temperature decrease. However, a ratio of the fatigue strength to tensile or yield strength depended on material and its processing. From the viewpoint of combination of yield strength and fatigue strength, austenitic steels had a higher fatigue strength than titanium alloys at a given yield strength. Among the titanium alloys, the rolled ones exceeded the forged ones.

1. 緒 言

繰返し荷重, 変形を受ける稼働条件での構造部材の使用には疲労安全性評価が不可欠である。極低温における疲労データは, 歪み振幅制御, 荷重振幅制御の破断繰返し数評価試験, およびき裂伝播試験のいずれにおいても広範なデータの蓄積は未達成である。

極低温高サイクル疲労データについては, 薄板材(厚さ0.1インチ程度)に一定のデータがある¹⁾。これは, 液酸液水ロケット用燃料タンクの容器材などを対象とした材料選択, 構造設計からの要求に基づいて行われたものであり, 比較的広範囲な構造材料についての評価がなされている。しかし, 近年超電導技術のエネルギー, 輸送手段分野への応用において, 厚板材(厚さ1/4インチ以上)の極低温疲労データの取得, 蓄積が求められるようになった^{2~4)}。

極低温における評価の容易さの点からはなるべく小

型の試験片を用いた方が望ましい。しかし薄板材の結果から厚板材の疲労性質を予測することは避けた方がよい。それは以下の理由による。

(1) 薄板材と厚板材では一般に製造履歴, 特に鍛造・圧延工程履歴に大きな違いがある。製造工程における加工度の違いは, 同じ化学組成の材料であっても, 微視組織, 介在物分布などに大きな差をもたらすことが想定される。組織因子の違いは高サイクル疲労に有意な影響を及ぼす。

(2) 試験片形状の違い自体による影響が明確になっていないばかりか, 極低温においては試験片の冷却効率が重要な問題となりうる。すなわち試験片の発熱と冷却において薄板材と厚板材とは異なった挙動を示すことが考えられる。発熱体積に対して冷媒と接触する試験片表面積の割合が両者では大きく異なるため, 一般には厚板材の方が冷却効率が悪く, 発熱しやすいと考えられる。これが温度に敏感な塑性変形挙動に大き

な影響を及ぼすことを考慮する必要がある。

(3) 最近の材料製造技術の長足の進歩を考慮すれば、従来の薄板材のデータは古く、規格材料においても最近の材料を用いて再度評価した方が望ましい。

以上から、極低温では特に厚板材の高サイクル疲労特性を独自に求めることが重要であると考えられる。正確な評価法に基づく十分なデータの蓄積とそれを基礎にした検討によって、疲労をはじめとした極低温機械的性質の支配因子を明らかにすることができれば、それを基礎により簡便な機械的性質評価法を探索することも可能になる。

著者らはこのような立場で極低温での機械的性質評価法の確立を前提に、極低温用構造材料の候補材料について種々の機械的性質の評価、データ蓄積を行ってきた。

高サイクル疲労において疲労限は引張強さと深い関係があるとされている⁹⁾。金属材料の強度は一般には温度低下と共に上昇し、延性、靱性等が低下する。このことが上記の経験則にどのような影響を及ぼすかを再度確かめてみる必要がある。また疲労限（それ以下の繰返し応力では疲労破壊のない上限値）自体もその存在が認められるかどうかは興味のあるところである。ここではまずチタン合金、オーステナイト鋼の極低温高サイクル疲労特性を求めた。さらに他の機械的性質と関連について検討し、極低温高サイクル疲労特性と材質因子の関係の考察を試みた。

2. 実験方法

本研究においてまず対象とした材料は、チタン合金である。チタン合金はその優れた比強度から、超低温容器材、超電導発電機部材⁴⁾などの候補材料として検

討された。しかし、歴史の新しい合金で極低温データはほとんど整備されていない⁹⁾。評価した合金は、Ti-5 Al-2.5 Sn ELI 合金鍛造材、Ti-6 Al-4 V (Normal, ELI, SuPer ELI の3種)合金のそれぞれ鍛造材、圧延材の計7試料である。これらは鍛造、圧延加工後 millannealing を施してある。Normal, ELI, SuPer ELI は不純物濃度を示すもので、米国 AMS 規格⁷⁾に準拠している。ELI は Extra-Low-Interstitials (極低侵入型元素量)の略であり、規格では特に酸素、鉄についての規定が厳しい。SuPer ELI (さらに SPELI と略称する)は酸素、鉄を極力減じた開発合金である。Ti-6 Al-4 V 合金における鍛造材、圧延材の区別は鍛造・圧延による加工度に大きな差があることを考慮したものである。断面減少比の逆数で加工度で比較すると、後者は前者の8倍も加工度が高い。両者は同じ熱処理過程を経ているが、加工度の違いを反映して圧延材はより微細で等軸度の高い組織となっている。

オーステナイト鋼についてはまず標準的な極低温用ステンレス鋼となっている SUS 316 LN 鋼をとりあげた。熱間圧延後溶体化処理を施したものを受け入れま材として、20%冷間圧延材、20%冷間圧延+700℃、200h 時効処理材の3種類の試料を作製した。これらの特殊な処理は施工段階での冷間加工や Nb₃Sn 超電導線補強材としての使用を想定したものである。わが国で開発された高マンガン鋼からは、32 Mn-7 Cr 鋼⁸⁾、25 Mn-5 Cr 鋼（熱延まま材、溶体化処理材の2種）⁹⁾をとりあえず評価した。さらに強度の温度依存性が小さいという特長を持ち、非磁性化合金設計された γ' 時効硬化型 Fe-Ni-Mn-Cr-Ti 合金 (FeNiMnCrTi 合金と略す)¹⁰⁾もとりあげた。オーステナイト鋼は計7試料で、チタン合金と合わせて14種の試料に

Table 1 Chemical compositions of the materials tested in the present study (mass %).

Ti Alloys		Fe	O	N	C	H	Al	Sn	V	Ti
Ti-5 Al-2.5 Sn ELI		0.19	0.057	0.0024	0.012	0.0058	5.15	2.66	—	bal.
Ti-6 Al-4 V	Normal	0.199	0.135	0.0071	0.011	0.0053	6.34	—	4.23	bal.
	ELI	0.200	0.104	0.0035	0.011	0.0032	6.23	—	4.25	bal.
	SPELI	0.028	0.054	0.0019	0.024	0.0055	5.97	—	4.12	bal.
Austenitic Steels		P	S	N	C	Mn	Cr	Ni	Others	
SUS 16 LN		0.026	0.001	0.180	0.022	0.65	17.76	10.81	Mo:2.56	
32 Mn-7 Cr		0.012	0.006	0.133	0.14	31.58	7.04	0.23	—	
25 Mn-5 Cr		0.009	0.001	0.040	0.22	25.60	4.67	0.97	—	
FeNiMnCrTi		0.002	0.003	—	0.006	7.66	14.66	26.48	Ti:2.14, Mo:1.54	

Fig. 2 S-N curves at all the test temperatures for Ti-6 Al-4 V Normal alloy; Top: forged and Bottom: rolled.

Fig. 3 S-N curves at all the test temperatures for as-received (unrolled) SUS 316 LN steel.

示す。77 K, 4 Kにおける S-N 線図も多くは同様の形状を示した。

しかし, Ti 合金鍛造材 (Ti-5 Al-2.5 Sn ELI 合金および Ti-6 Al-4 V 各合金の鍛造材) で典型的に見られるように, 低温側になると試験範囲内の繰返し数では低応力側での飽和傾向を示さない直線的な S-N 線図を呈するものが現れてくる。同様の傾向は 32 Mn-7 Cr 鋼, FeNiMnCrTi 合金でも観察された。

これは見かけ上は疲労限が現れないこととなる。

Fig. 4 S-N curves at all the test temperatures for 32 Mn-7 Cr steel.

Fig. 5 S-N curves at 4 K for titanium alloys.

Atrens ら¹²⁾は Ti-6 Al-4 V 合金について室温において 10^{10} 回までの S-N 線図 ($R=0$) を求めている。それによると $10^6 \sim 10^7$ 回の範囲で本研究と同様に S-N 線図は低応力側で飽和する (応力は約 700 MPa) 傾向を示すが, さらに繰返し数を増すとより低応力でも破断するようになり直線的な形状にもどり, 約 5×10^8 回以降で再度低応力側で飽和する (応力は約 350 MPa)

Fig. 6 S-N curves at 4 K for austenitic steels.

ようになる。彼らはこの遷移は破壊機構の変化を伴っており、その際環境因子の影響がないことも明らかにしている。この結果は、 10^7 回程度で真の「疲労限」を評価することの危険性を指摘しているばかりでなく、異なった破壊機構が働けば一般的に S-N 線図の形状が変化することを示唆している。Fig. 2 に再度注目してみると、Ti-6 Al-4 V Normal 合金鍛造材では、長寿命側ではすべての温度の曲線が接近する傾向が見られる。この合金でこの傾向がさらに続くとなると「疲労限」に温度依存性がないことになる。

このように「疲労限」を直接論ずるためには現状では十分なデータがない。また極低温において $10^9 \sim 10^{10}$ 回までの範囲の S-N 線図を求めることは、実験的に無理なうえに実用上も必ずしも必要とはいえない。したがって本論文では「疲労限」について直接論ずることは避け、前述したように 10^6 回疲労強度で高サイクル疲労特性を議論することとする。

3.2 温度依存性

Fig. 2~Fig. 4 からわかるように一般的には温度低下に伴い S-N 曲線は高応力側、長寿命側にシフトする。ただし例外的に Ti-6 Al-4 V 合金各種鍛造材においては、4 K の S-N 曲線には 77 K からの高応力側、長寿命側へのシフトはほとんど見られなかった。

本研究で用いた合金各種では、引張、破壊靱性試験における破壊の主様式は延性的で、伸び、絞り、破壊靱性値は低温で若干低下するのに対して強度は上昇す

Fig. 7 Relationship between 10^6 cycles fatigue strength and tensile strength for all temperature data.

る。Ti-6 Al-4 V 合金の鍛造材と圧延材の引張特性を比較すると、鍛造材は圧延材よりも強度が低い上に延性もある。Normal 材の伸びの値を比較すると前者が 2.2%，後者が 0.1% で、この面からいえばむしろ圧延材のほうが「脆性的」である。したがって、鍛造材において 4 K での高応力側、長寿命側へのシフトが見られない現象は材料の脆化と無関係であると考えられる。

試験温度の低下は強度の上昇を伴うので、強度との相対変化を検討する必要がある。Fig. 7 は 10^6 回疲労強度と引張強さの関係を温度をパラメーターにして示したものである。これからわかるように 10^6 回疲労強度/引張強さ比（図中では例示された直線の傾きに対応する）が、ほぼ 0.5~0.7 の間におさまっている。この比の温度変化を試料ごとで整理してみるとほぼ一定か、低温で上昇気味となる。すなわち、試料ごとに比は異なるが、試験温度低下に伴う 10^6 回疲労強度の上昇は引張強さの上昇にはほぼ対応している。後述するように同様のことが降伏強さとの関係でもいえる。すなわち、低温での疲労強度の上昇は材料強度の低温での上昇を反映していると結論される。

3.3 合金間の比較

Fig. 8 に全温度データを用いて他の機械的性質と 10^6 回疲労強度の関係をまとめて示す。ここではデータをチタン合金とオーステナイト鋼に区別して示してある。

これによると 10^6 回疲労強度は引張強さ、降伏強さとは前述のように正の相関関係にあり、伸び、絞りについては負の相関関係にある。破壊靱性値とは全く相関が認められない。チタン合金はオーステナイト鋼に比して強度は高く、延性、靱性は低い。そのために、

Fig. 8 Fatigue strength and other mechanical property: (a) elongation, (b) reduction of area, (c) yield strength, (d) tensile strength, and (e) fracture toughness. All temperature data are classified according to alloy type; open: austenitic steel and solid: titanium alloy.

伸び、破壊靱性値では両者が図中で個別のグループを作って分布するが、絞り、引張強さでは両合金は分布は重なり合っている。降伏強さとの関係図では以上二者とは異なった分布状態が認められる。すなわち両合金の降伏強さの分布域が重なっているにもかかわらず、 10^6 回疲労強度との関係図では両合金はそれぞれ独自の分布グループを形成している。

合金選択、比較の基準として、降伏強さも重要な因子である。その意味で Fig. 8 における降伏強さ- 10^6 回疲労強度関係図は重要な点を示している。それは、同じ降伏強さに対してオーステナイト鋼のほうがチタン合金よりも高い 10^6 回疲労強度を与えるということである。引張強さとの相対比を論じた際に試料によってその比の値が違うことを述べたが、降伏強さとの関係図では高サイクル疲労強度の材質依存性がより明確になっていると考えられる。

そこで降伏強さ- 10^6 回疲労強度関係に着目して、より詳細に材質依存性を調べたのが Fig. 9 である。

チタン合金のデータを鍛造材と圧延材に分類するとチタン合金のデータはさらに明確に二分されることがわかる。すなわち、オーステナイト鋼においてはいくつかの例外を除きデータは傾き=1の直線のまわりに分布しており、チタン合金圧延材では傾き=0.75、鍛造材では傾き=0.5の直線のまわりに分布している。換

Fig. 9 Relationship between fatigue strength and yield strength for all temperature data. Rolled titanium alloys and forged ones are separately grouped in this arrangement.

Fig. 10 Fatigue strength and yield strength for 4 K data.

言すれば同じ降伏強さレベルでは 10^6 回疲労強度の大小関係はオーステナイト鋼>チタン合金圧延材>チタン合金鍛造材となっている。

Fig. 10 は Fig. 9 のうちの 4 K のデータのみを示したものである。これからオーステナイト鋼において傾き=1の直線から大きく離れたものが 20% 冷間圧延 SUS 316 LN 鋼であることがわかる。すなわち、冷間圧延によって強化してもそれが 10^6 回疲労強度の向上にほとんど有効でないことを示している。ところでオーステナイト鋼のデータから見かけ上飽和傾向にあると見ることもできるが、例えば冷間圧延によって破壊機構に変化が生じたために疲労強度が低下した可能性を検討してみる必要がある¹³⁾。

チタン合金の圧延材、鍛造材の 10^6 回疲労強度の差は同じ降伏強さレベルで約 500 MPa にも及ぶ。これはきわめて重大な示唆を与えている。これらは製造プロセスの違いによって同じ化学組成のものから微視組織の異なった試料を得ての結果であるから、チタン合金の疲労強度がきわめて大きな材質依存性を有し、その材質依存のメカニズムを明らかにできれば疲労強度をさらに高めうる可能性があることを教えている。これは、圧延材、鍛造材の各グループを詳細に見た時に降伏強さの高いものが必ずしもそれに見合った高い 10^6 回疲労強度を与えていないということからも同じ推論を導き出すことができる。

これらの材質依存特に組織依存性については別報¹⁴⁾で詳しく検討しているが、破断領域が降伏強さもしくはそれ以下でバルクには塑性変形量のきわめて小さい領域での現象であることに留意すべきことを Fig. 9 や Fig. 10 が示しているといえる。

4. 結 言

(1) 極低温における高サイクル疲労試験が可能になり、代表的な極低温用構造材料について各温度での S-N 線図を得た。

(2) 温度の低下によって一般には引張強さ、降伏強さの上昇に対応する疲労強度の上昇が得られる。しかし、試料によっては低温での疲労破壊機構変化による S-N 線図の形状変化が見られ、試験範囲内では疲労限を論じることはできなかった。

(3) また強度に対してどの程度の大きさの疲労強度が得られるかは材質に大きく依存する。その結果、評価材料の中では、同じ降伏強さに対して 10^6 回疲労強度がオーステナイト鋼>チタン合金圧延材>チタン合金鍛造材の順であることがわかった。

最後に本論文中のチタン合金に関する研究のほとんどが(株)神戸製鋼所との共同研究によったことを記し、同社の皆様に謝意を示したい。また、極低温試験機の運転に関しては金材技研筑波支所の関係各位に多大なる協力をいただいた。

参 考 文 献

- 1) F.R. Schwartzberg, et al.: *Cryogenic Materials Data Book*, AFML-TDR-64-286 (1970)
- 2) K. Yoshida, H. Nakajima, K. Koizumi, M. Shimada, Y. Sanada, Y. Takahashi, E. Tada, H. Tsuji and S. Shimamoto: *Austenitic Steels at Low Temperatures*, Plenum Press, New York (1983) 29
- 3) Next European Torus, Specifications of jacket material: private communication
- 4) 平野一美: 非磁性鋼における最近の進歩, 日本鉄鋼協会, 東京 (1990) 85
- 5) 横堀武夫: 材料強度学, 技報堂, 東京 (1955) 151
- 6) 長井 寿, 由利哲美, 石川圭介, 梅澤 修: 低温工学 22 (1987) 347
- 7) ASM Metals Reference Book, American Society of Metals (1983) 385
- 8) R. Miura, K. Ohnishi, H. Nakajima, Y. Takahashi and K. Yoshida: *Austenitic Steels at Low Temperatures*, Plenum Press, New York (1983) 287
- 9) 吉村 博文, 山田 直臣, 本間 弘之: 鉄と鋼 66 (1980) S1086
- 10) 平賀啓二郎, 長井 寿, 由利哲美, 石川圭介, 竹下哲郎, 中澤崇徳, 安保秀雄: 材料とプロセス 1 (1988) 1416

- 11) 緒形俊夫, 石川圭介, 長井 寿, 由利哲美, 梅澤 修: 低温工学 26 (1991) 190
- 12) A. Atrens, W. Höffelner, T.W. Duerig and J.E. Allison: Scr. Metall. 17 (1983) 601
- 13) 由利哲美, 長井 寿, 石川圭介: 材料とプロセス 1 (1988) 1417
- 14) 梅澤 修, 長井 寿, 由利哲美, 緒形俊夫, 石川圭介: 低温工学 26 (1991) 263