オーステナイト・ステンレス鋼の高温 低サイクル疲労き裂の様相*

山 口 弘 二** 金 沢 健 二** 吉 田 進**

Some Aspects of Cracks in Austenitic Stainless Steels Subjected to High Temperature, Low-Cycle Fatigue Test

by

Koji YAMAGUCHI, Kenji KANAZAWA and Susumu YOSHIDA

(National Research Institute for Metals, Tokyo)

Observation was made on cracks on the surface and on the cross-sections of austenitic stainless steel specimens (Type 304, 316 and 321) subjected to a low-cycle fatigue test at high temperatures. The specimens were cycled in axial loading under a constant total strain amplitude. The test variables were the total strain range of 0.5 to 2.5%, the strain rate of 0.4 to 40%/min., and the temperature from room temperature to 800°C. The results obtained are summarized as follows:

(1) Initiation of cracks on the surface occurred at the twin boundaries at R. T. and 450°C, and at the grain boundaries at 700°C.

(2) Surface cracks initiated at the twin boundaries where slip bands were formed parallel to them or impinging on them with angles.

(3) Surface cracks observed on the fractured specimen propagated along the grain boundaries when the temperature was higher, the strain rate was lower and the strain amplitude was larger. The relative magnitude of creep damage per cycle showed a correlation with the mode of crack propagation. That is, the larger the creep damage is, the more the mode of propagation tended to be intergranular than transgranular.

(4) Cracks observed on the cross-section of failure specimens were dependent on crystal orientations at 450°C and 600°C ($\dot{\epsilon}=40\%/min$).

(Received Oct. 31, 1974)

1 緒 言

近年高温下の過酷な条件のもとで使用される機械構造物が多くなるにつれ、その強度設計の一つの基礎となる高温疲労強度のデータの集積が望まれている。金属材料技術研究所では種々の国産構造用材料の高温疲労データシートの作成を目的として試験、研究を進めている。一連のオーステナイト系ステンレス鋼の高温低サイクル試験結果はすでに金沢ら¹⁾によって発表されているが、今回その試験片を用いて疲労き裂の発生伝ばに対する知見を得ることを目的として、疲労き裂の観察を行なった。すなわち SUS316 鋼については、表面を電解研磨した材料も用意し、試験途中の試験片表面のき裂を観察しき裂の発生場所を調べ、また疲労寿命への影響を調べた。SUS321 鋼と SUS304 鋼につい

ては、破断後の試験片表面のき裂、縦断面のき裂をそれぞれ観察しき裂の伝ば径路、形態等を調べて温度、ひずみ速度、ひずみ幅などの試験条件による違いを明らかにして疲労過程におけるクリープ損傷などとの関連を議論した。

2 実 験 方 法

実験方法はすでに発表したとおりであるが、要点だけを述べる。供試材は市販の SUS304, 316, 321 鋼でそれぞれの化学成分と熱処理は Table I に示した。試験片は Fig. 1 のように機械加工し、軸方向に1000番エメリー紙で表面仕上げをしてある。316 鋼については、さらに平行部の表面を約 120 μ 電解研磨して表面き裂の観察を容易にし、かつ疲労寿命 (N_f) への効果を調べた。疲労試験機は加熱炉を有する引圧のサーボ油圧式で試験片の平行部の全ひずみ幅 ($d\epsilon_t$) を一定に制御して試験を行なった。

* 原稿受理 昭和49年10月31日

** 正 会 員 金属材料技術研究所 東京都目黒区中目黒

Table I. Chemical composition (wt.%) and heat treatment of the materials.

Material	C	Si	Mn	P'	S	Ni	Cr	Mo	Ti	Heat treatment
Type 304	0.07	0.72	1.84	0.027	0.009	8.62	18.29			1 150°C 30 min W.Q.
Type 316	0.07	0.89	1.55	0.028	0.010	10.47	17.15	2.27		1 100°C 1 hr. W.Q.
Type 321	0.06	0.57	1.10	0.040	0.017	9.00	17.13		0.30	1 100°C 1 hr. W.Q.

Fig. 1. Profile of the specimen (mm).

ひずみ波形は三角波で平均ひずみは0である。試験条件は温度が室温から700°C（一部800°C）、全ひずみ幅が約0.5から2.5%，ひずみ速度（ $\dot{\epsilon}$ ）が0.4から40%/minまでである。表面き裂の観察は室温での電解研磨材以外はすべて表面より10 μ 程度バフ研磨して、表面の凸凹もしくは酸化膜を取りのぞいてからシュウ酸電解エッチをした。断面き裂は破断したものを長手軸方向に縦切断し、切断面上のき裂を観察した。

3 実験結果と考察

各鋼種ごと異なる実験を行なったが、疲労試験結果は3鋼種とも類似しているなのでその結果は大体オーステナイトステンレス鋼の特長を示すものと考えられる。

3.1 SUS316 鋼における表面仕上げ効果とき裂の発生について

溶体化熱処理された供試材を試験片の形状に機械加工する際表面近傍に加工層が生じる。試験片の平行部を電解研磨していき表面かたさを測定すると Fig. 2

Fig. 2. Surface hardness on Type 316 steel.

のようになる。機械加工のままの表面は内部に比べかなり硬くなっているのがわかる。また100 μ 以上研磨すればほぼ加工層が取りのぞけることがわかる。電解研磨材と機械加工材との疲労試験の結果が Fig. 3 である。ひずみ速度が4%/minの場合室温と450°Cでは電解研磨材の方が2倍程度寿命が長くなっていることがわかる。700°Cでは寿命の差はほとんどない。機

Fig. 3. Relation between the total strain range and the number of cycles to failure for as-machined and electropolished specimens.

械加工材の表面を軽く10 μ 程度バフ研磨して鏡面仕上げをしても、室温では電解研磨材ほど寿命は長くないので機械加工層の有無が疲労寿命に影響していることがわかる。さらに疲労き裂の伝ば過程は表面仕上げに無関係であろうから、室温と450°Cではき裂の発生過程の差が疲労寿命の差となると考えられる。

各温度での試験途中で中断した試験片の表面き裂の写真を Fig. 4 に示した。ここでNは中断した繰返し数を表す。試験条件は各温度ともひずみ幅が約2%，ひずみ速度が4%/minである。機械加工材に見られるすべり線は加工の時に生じたものである。電解研磨材、機械加工材いずれにおいても室温と450°Cではき裂はほとんど双晶境界より発生している。電解研磨材ではき裂の発生が遅れ、双晶境界近傍は境界に平行なすべりが集中してそこからき裂が発生している。また一つの粒内に平行な双晶境界がいくつもある場合き裂は一つおきの双晶境界より発生しており、これらのき裂の発生は結晶方位とすべり方向に依存しているものと考えられる。700°Cでは機械加工材、電解研磨材とも明らかに結晶粒界よりき裂が発生している。600°Cでは写真にはないが結晶粒界より発生したき裂¹⁾

Fig. 4. Surface cracks on Type 316 steel. $\dot{\epsilon}=4\%/min$, $\Delta\epsilon_t \approx 2\%$ (a) R.T. $N=200$ (b) R.T. $N=600$ (c) $450^\circ C$ $N=200$ (d) $450^\circ C$ $N=200$ (e) $700^\circ C$ $N=80$ (f) $700^\circ C$ $N=80$, (a)(c) (e) : as-machined, (b)(d)(f) : electropolished.

と双晶境界より発生したき裂が混在していた。そして各温度とも粒内のすべり帯より発生したき裂は光学顕微鏡では認められなかった。

双晶境界に発生するき裂をさらに詳しく調べるために、室温で疲労試験した電解研磨材の表面を走査型電顕で観察した。その結果は Fig. 5 のようにすべりが双晶境界にぶつかっている場合と、双晶境界に平行な場合の2種類がある。前者(a)はすべりが止められた先端の双晶境界で小さなき裂が生じ、後者(b)はすべりが

双晶境界に平行なためにき裂は境界上にそって長く生じている。McEvily²⁾らは双晶境界に疲労き裂が形成されるには、すべり方向が表面に対しある角度をもち、主すべり面が双晶境界に平行である場合としているが、双晶面に平行でないすべりによってもすべりが止められた先端での応力集中でき裂が形成されることがわかる。しかし両者とも双晶境界近傍は境界に平行なすべりが集中していることは共通している。このようにして発生したき裂はその後の繰返しひずみによって隣接する結晶の粒内をはげしくすべりを伴って伝ばしているのが認められた。

3.2 SUS321 鋼における表面き裂の伝ば径路とクリーブ損傷について

Fig. 6 に SUS321 鋼の破断後の表面き裂の代表的な写真を示した。粒界き裂は完全に粒界上にあるかもしくはき裂の開口が大きく太く見えるので粒内き裂との区別は容易である。表面き裂の伝ば径路は温度が $600^\circ C$ よりも $700^\circ C$ の方が、またひずみ速度は $40\%/min$ よりも $0.4\%/min$ の方がより粒界的になっている。 $600^\circ C$ でひずみ速度が $0.4\%/min$ の場合、全ひずみ幅が大きいほどき裂は粒界的になっている (Fig. 6 (a), (b))。ただし $700^\circ C$ および $600^\circ C$ でひずみ速度が $40\%/min$ の場合、き裂形態に及ぼす全ひずみ幅の影響が認められないのは全ひずみ幅の試験条件が約 $0.6 \sim 2.0\%$ の範囲に限られたためであろう。以上一般的に $600^\circ C$ 以上で温度が高いほど、またひずみ速度が遅く、ひずみ幅が大きいほどき裂は粒界を伝ばする傾向があるといえる。これは 316 鋼の破面の走査型電顕の観察結果³⁾と一致している。 $450^\circ C$ 以下ではすべての試験条件で

Fig. 5. Scanning electronmicrographs of surface cracks. Electropolished, R.T. $\dot{\epsilon}=4\%/min$ $\Delta\epsilon_t=2.05\%$ $N=600$.

Fig. 6. Surface cracks of fatigue-failed Type 321 steel. (a)600°C $\dot{\epsilon}=0.4\%/min$ $\Delta\epsilon_t=2.07\%$ (b) 600°C $\dot{\epsilon}=0.4\%/min$ $\Delta\epsilon_t=0.62\%$ (c) 600°C $\dot{\epsilon}=40\%/min$ $\Delta\epsilon_t=1.61\%$ (d) 700°C $\dot{\epsilon}=40\%/min$ $\Delta\epsilon_t=0.80\%$ (e) 700°C $\dot{\epsilon}=0.4\%/min$ $\Delta\epsilon_t=2.01\%$

Table II. Creep damage and crack propagation of Type 321 steel.

Temp. °C	$\dot{\epsilon}$ (%/min)	$\Delta\epsilon_t$ (%)	$\Delta\epsilon_p$ (%)	$\Delta\sigma$ (kg/mm ²)	N_f	t_r^* (hr)	Creep damage per one cycle	Total creep damage	Mode of cracks
600	0.4	0.62	0.26	47.3	7 349	540	2.24×10^{-5}	0.164	○
		2.07	1.59	62.5	168	65	1.00×10^{-3}	0.169	●
	40	0.75	0.44	45.6	4 995	700	2.61×10^{-7}	1.30×10^{-3}	○
		1.61	1.22	61.1	1 123	76	6.69×10^{-6}	7.51×10^{-3}	○
700	0.4	0.60	0.33	36.5	2 085	49	2.81×10^{-4}	0.585	●
		2.01	1.63	46.5	115	15	4.60×10^{-3}	0.539	●
	40	0.80	0.52	40.3	2 804	29	7.35×10^{-6}	2.06×10^{-2}	○●
		2.04	1.69	49.4	378	11	6.33×10^{-5}	2.39×10^{-2}	○●

● : Intergranular cracks, ○ : Transgranular cracks, ○● : Mixed cracks * 4)

き裂の発生の双晶境界をのぞいてき裂は粒内を伝ばしていた。

高温疲労過程ではクリープ的な挙動が起こってくるため、一般によく用いられている線形被害則に基づいて高温低サイクル疲労におけるクリープ損傷の役割について検討してみた。クリープ損傷は通常 $\sum \Delta t/t_r$ で与えられる。ここで Δt はある与えられた応力状態の時間間隔、 t_r はその応力状態でのクリープ破断時間で

ある。ここでは1サイクルの中で引張応力側のみがクリープ損傷に寄与するものとし、引張側の時間 $\Delta\epsilon_p/\dot{\epsilon}$ に応力幅 ($\Delta\sigma$) の1/2の応力が作用していると考えて $(\Delta\epsilon_p/\dot{\epsilon})/t_r$ をもって1サイクル当たりのクリープ損傷とした。600℃以上の各試験条件下のクリープ損傷量とき裂の伝ば径路を示したのが Table II である。き裂の伝ば径路と1サイクル当たりのクリープ損傷量を比較すると、き裂は1サイクル当たりのクリープ損傷

量が $10^{-3} \sim 10^{-4}$ オーダ以上で粒界となり, 10^{-6} オーダ以下で粒内, その間で混合となっている. このように高温低サイクル疲労におけるき裂の伝ば径路に対しクリープの挙動が重要な役割を果たしていることがわかる. また全クリープ損傷 $\{(\Delta\epsilon_p/\epsilon)/t_r \times N_f\}$ で考えるよりも1サイクル当たりのクリープ損傷で考えた方が, き裂の伝ば径路のちがいの相関がよいと思われる. これはき裂の伝ばは1サイクルごとに進展し, その伝ば径路も1サイクル当たりのクリープ損傷量と関連しているからではないかと思われる.

3.3 SUS304 鋼における断面き裂の観察

SUS304 鋼の破断後の断面き裂の観察はすべて全ひずみ幅が約2%のもので行なった. Fig. 7 にひずみ速

度が 40%/min の場合の各温度の断面き裂の写真を示した. 450°C, 600°C の場合 (Fig. 7 (a), (b)) 相対的に短いものが多く, き裂は表面の双晶境界から入り双晶面からだんだんはなれて粒内を伝ばするものがよく観察された. そしてこの試験条件で特徴的なことは Fig. 8 (b) に示すようにき裂は表面から約 45° の角度で入り粒界にぶつくと方向をかえたり, 双晶境界で折れ曲がったりしていることである. これに対し室温では Fig. 8 (a) のようにき裂は一般的に直線的で粒界を通り抜けているのがわかる. 以上のことはこの温度領域 (450 ~ 600°C) での変形が, 転位と溶質原子との相互作用に帰因する serration を伴い, 繰返し加工硬化が著しく大きくすべりも平面的になって⁵⁾, 特に stage I の領

Fig. 7. Cracks on cross-sections of fatigue-failed Type 304 steel. $\dot{\epsilon}=40\%/min$ $\Delta\epsilon_t \doteq 2\%$ (a) 450°C (b) 600°C (c) 700°C (d) 800°C

Fig. 8. Typical cracks on cross-sections of fatigue-failed Type 304 steel. $\dot{\epsilon}=40\%/min$ $\Delta\epsilon_t \doteq 2\%$ (a) R. T. (b) 600°C

域の疲労き裂の伝ばが強く結晶方位に依存しているためであろう。600℃でひずみ速度の遅い時および700℃以上では粒界を伝ばする長いき裂が観察された。き裂の伝ばは粒界的であるが、内部方向に行くに従い粒内的になることがしばしば観察された。

4 結 論

オーステナイトステンレス鋼 SUS304, 316, 321 鋼について高温低サイクル疲労によって発生するき裂の様相を表面および破断後の断面について観察した結果、次のような結論が得られた。

(1) 表面仕上げが機械加工のままの試験片と電解研磨材で疲労試験をすると、室温と 450℃で電解研磨材の方が約 2 倍寿命が長くなる。これは表面におけるき裂発生までのサイクル数が、電解研磨材で大きいことによる。き裂の発生は双晶境界であった。700℃ではき裂の発生は結晶粒界となり、電解研磨材と寿命の差はなかった。

(2) 双晶境界より発生するき裂には、すべりが双晶境界にぶつかったところから発生するものと、双晶境界に平行なすべりによって発生するものがあった。

(3) 破断後の表面き裂の伝ば径路は 600℃以上で温度が高く、ひずみ速度が遅く、ひずみ幅が大きいほど粒界になる傾向があり、1 サイクル当たりのクリープ損傷量と関連があった。

(4) 破断後の断面き裂の観察で 450℃と 600℃ ($\dot{\epsilon}=40\%/min$) でき裂は相対的に短く、特に stage I の領域の疲労き裂の伝ばは結晶方位に依存していた。

(昭和49年10月8日 第12回高温強度シンポジウムにて講演)

参 考 文 献

- 1) Kanazawa, K., and S. Yoshida, Prep. Int. Conf. on Creep and Fatigue in High Temperature Applications, C226 (1973).
- 2) Boettner, R. C., A. J. McEvily, and Y. C. Liu, Phil. Mag., **10**, 95 (1964).
- 3) 金沢健二, 吉田 進, 材料, **21**, 219 (1972).
- 4) BSCC High Temperature Data, The Iron and Steel Institute (1972).
- 5) 山口弘二, 金沢健二, 吉田 進, 日本金属学会講演概要, 134 (1974).