316 ステンレス鋼平滑材の高温クリープ における表面粒界微小き裂の成長*

大 谷 隆 一** 奥 野 道 雄*** 清 水 良 亮****

Microcrack Growth in Grain Boundaries at the Surface of Smooth Specimen of 316 Stainless Steel in High Temperature Creep

by

Ryuichi OHTANI

(Faculty of Engineering, Kyoto University, Kyoto)

Michio OKUNO

(Nikkou Research Institute, Furukawa Electric Industries, Ltd., Nikkou)

and Ryosuke SHIMIZU

(Chiyoda Chemical Engineering & Construction Co. Ltd., Yokohama)

In the past, we have conducted the tests on the macroscopic through-crack propagation of ductile steels in creep, and found out the nonlinear fracture mechanical behavior. The investigation of fracture mechanics of microcrack growth is important to clarify the characteristics of creep fracture as well as to indicate a guide for the evaluation of cracks or flaws in high temperature structures.

In this study, a continuous observation of intergranular microcrack growth at the surface of coarse grained smooth specimens of 316 stainless steel was made during creep tests at 650 and 800°C in vacuum. The initiation of surface cracks was detected at the early stage of steady state creep. Surface cracks increased in number, and some of them grew intermittently to the length of a few grain boundaries, while the crack opening displacements increased rather momentarily. The aspect ratio scattered from 0.6 to 1.5 for shallow cracks of one or two grain boundary length. It was found that the growth rate of every cracks at the surface had a roughly linear relation to the creep J-integral estimated on the basis of the steady creep rate and modified by crack shape correction factors, and that the relation corresponded with that of macroscopic through-crack propagation rate of the CCP specimens. A better correlation was obtained between the surface crack length and the cumulative creep J-integral estimated by the crack opening displacement.

(Received Oct. 7, 1981)

キー・ワード：表面き裂成長，微小粒界き裂，クリープ，316 ステンレス鋼，J 積分

1 はじめに

1970年代に入ってから金属材料のクリープき裂伝ばに関する力学的研究がさかんに行われるようになり、とりわけわが国を中心に実施されている巨視き裂（貫通き裂¹⁾および非貫通き裂²⁾）の伝ば試験によって、クリープ J 積分（修正 J 積分）がかなり有力な破壊力学量であることが明らかになってきた。しかし、クリープについては微小き裂の成長に関する実験がほとんど行われておらず³⁾、巨視き裂伝ばに関する力学的法則が微

小き裂の成長に対してもなり立つかどうかは不明である。この点を検討することは、クリープ破壊の本質を解明するためのステップとして重要であるばかりでなく、高温用機器、構造物のクリープ強度評価における欠陥あるいはき裂の取扱いに対して有力な指針を与える。この目的に沿った一つの研究として、本研究では、316 ステンレス鋼平滑材のクリープにおいて、数結晶粒界程度の大きさにまで成長する多数の表面微小粒界き裂を連続的に観察し、その数、密度、表面長さ、内部方向への形状、開口変位の時間的变化を測定し、個々のき裂の成長に関する力学的法則を検討した。

2 実験方法

供試材は 316 ステンレス鋼 (0.07 C, 16.92 Cr,

* 原稿受理 昭和56年10月7日

** 正 会 員 京都大学工学部 京都市左京区吉田本町

*** 古河電気工業(株)日光研究所 日光市清滝

**** 千代田化工建設(株) 横浜市鶴見区鶴見中央

12.29 Ni, 2.50 Mo) 丸棒である。幅 16 mm, 厚さ 10 mm, 平行部長さ 38 mm の矩形断面試験片に作成した後, 1250℃, 5 h 真空焼なまし (炉冷) して結晶粒径を約 800 μm に粗大化した。これはき裂の連続観察を容易にするためである。

クリープ試験は, 温度 650 および 800℃, 10^{-3} ~ 10^{-2} Pa の真空中にて行い, 試験中真空加熱炉の窓を通して試験片表面を 20~60 倍の測微顕微鏡によって観察するとともに, 随時写真撮影した。また試験後, 破断試験片の破面観察ならびに表面順次研磨 (約 50 μm ずつ) によって, 表面微小き裂の内部方向への形状を調べた。

3 実験結果とその検討

3.1 き裂成長の様相

Fig. 1 は, 温度 650℃, 公称応力 147.1 MPa にてクリープさせた試験片の表面粒界き裂を示している。破断寿命 (282 h) の約 1 割経過時にすでに数か所の粒界にき裂が発生し, その後多数の粒界にて同様なき裂が発生するとともに成長している。これらき裂は, Fig. 2 (a) に示すように粒界三重点を起点として, (c) および (d) に示すように表面から内部方向へと成長する典型的な w 型 (くさび型) 粒界き裂である。また, Fig. 2 (b) に示すように, 粒界に沿って π 型ボイドの生成が先行しているき裂も認められた。なお, 破断試験片の破面およびたて割り断面の観察によれば, 試験片内部にはき裂あるいはボイドが認められなかった。

Fig. 1. Growth of microcracks in grain boundaries at the surface of 316 stainless steel subjected to the stress of 147.1 MPa at 650°C. Rupture time: 282 h.

Fig. 2. Shape of the intergranular surface cracks in creep at 800°C.

Fig. 3 は, 800℃, 49.04 MPa におけるクリープ曲線と表面き裂の数および長さの経時変化を示している。平均的なき裂密度によれば, 破断寿命 (396 h) の約 4 割にあたる初期はき裂発生時期, 続く 5 割の期間は発生と成長が並行する時期, 残りの 1 割程度が合体によって破断に至る急速成長時期と区分することができるようである。最後の急速成長時期をのぞく大部分は定常クリープ領域にあたる。

Fig. 3. Change in strain and crack density with time.

一方, 個々のき裂に注目すると, Fig. 4 (a) および (b) に示すように, それぞれ発生時期に相違があるものの発生後直ちに成長過程に入っている。き裂によって成長挙動が異なり, 1 結晶粒界で停留してしまうものもあれば, 一時停止とその後の急速成長を繰返しながら段階的に 2, 3 粒界長さに成長するものもある。この停

Fig. 4. Crack growth curves.

留あるいは一時停止はき裂が粒界端まで成長したときに起るようであるが、1結晶粒界上でも必ずしも連続的あるいは単調増加的に成長するとは限らず、階段的あるいは間欠的に成長する場合がある。定常クリープ領域ではすべての表面き裂がこのような数結晶粒界以下の短いき裂の成長過程であって、それぞれ独立に成長しているようである。第3期（加速）クリープ領域に入ってそのうちの1本ないしは数本のき裂が隣接き裂と表面で合体し、急速不安定成長に移って破断に至っている。合体するき裂は多数分布するき裂のうちの最長き裂とは限らない。

3・2 内部方向へのき裂形状

Fig. 2 (e)および(f)は試験片表面近傍の破面写真であって、1ないし2粒界ファセットの表面き裂が認められる。粒界破面は粒界ボイドの痕跡と思われる小さなディンプルでおおわれている。それ以外の延性的な繊維状破面は最終破断によって形成された粒内破面である。

破面の外周囲は大部分が表面で合体した粒界破面であって、Fig. 2 (e), (f)のような半円形に近い合体前の表面粒界き裂は破面上では数が限られている。したがって、破断試験片の表面を約50μmずつ順次研磨して内部方向へのき裂前縁の形状を求めた。その形状は複雑な曲線あるいは多角形をしているものが多いが、それらを半だ円とみなしてアスペクト比 $\lambda = a/c$ を測定した。Fig. 5はアスペクト比 λ と表面におけるき裂

Fig. 5. Aspect ratio of the grain boundary surface cracks.

長さ $2c$ の関係を示している。特に $2c$ が1mm以下の場合には λ の値が0.6~1.5の範囲にばらついている。これは表面1ないし2結晶粒界の大きさの初期成長過程の微小き裂に特有の微視構造によるものと考えられるが、試験片表面に位置する結晶粒が種々の形状をしているための幾何学的不均一性にもよる。より大きなき裂に成長するところのようなばらつきは次第に消失し、半だ円に近い裂形状となって λ が0.6近傍の値に収束する傾向がある。

3・3 き裂開口変位

試験片表面におけるき裂開口変位の最大値をとり、その時間的変化を示したものがFig. 6 (a)および(b)である。Fig. 4のき裂成長曲線と対比させると、開口変

Fig. 6. Curves showing the increase in crack opening displacement at the surface.

1* 巨視表面き裂については、304 ステンレス鋼ではほぼ半円形を示すが、焼入れした低延性の 2 1/4 Cr-1 Mo 鋼では表面の成長がおくられて内部方向に円形にトネリングするという報告がある²⁾。

位の大きなき裂ほど長さも大きいのが一般的傾向であるが、必ずしもそうとは限らないき裂もある。これは内部方向への進展の相違（アスペクト比のちがいが）によると思われるが、試験途中でこの点を確認することはできず、また破断後の試験片についてもこの対応は調べていない。Fig. 4 と Fig. 6 を詳細に比べると、クリープ中表面において一時停止あるいは停留するき裂においても開口変位はほぼ連続的に増加していることがわかる。

以上示したように、個々のき裂の間には発生時期および成長速度の相違、階段的成長、形状のばらつきが認められるものの、それぞれ同様な力学的法則性が存在するように思われるので、次のような非線形破壊力学的検討を試みる。

表面微小き裂に対して、クリープ J 積分 $\dot{J}$ 、クリープ速度 $\dot{\epsilon}$ 、き裂開口変位速度 $\dot{V}$ の間に次の関係が成立するとする。

$$\dot{J} = F^2 f_1 \sigma_n \dot{\epsilon} c \quad (1)$$

$$\dot{V} = F^2 f_2 \dot{\epsilon} c \quad (2)$$

$$\dot{J} = (f_1/f_2) \sigma_n \dot{V} \quad (3)$$

ここで、 σ_n は公称応力、 f_1 , f_2 は微小き裂に関するクリープ指数 α の関数であって、次式を用いる。

$$f_1 = 3.85 \sqrt{\alpha} (1 - 1/\alpha) + \pi/\alpha \quad (4)$$

$$f_2 = 3.85 \sqrt{\alpha} (1 - 1/\alpha) + 4/\alpha \quad (5)$$

F は半円表面き裂に関する弾性応力拡大係数 K_I の修正係数であって、次式で与えられる。

$$F = (M_k/\Phi) \sqrt{\lambda} \quad (6)$$

M_k : 境界修正係数

Φ : 第 2 種完全円積分

本試験材料においては

$$650^\circ\text{C}: \alpha = 7.4, f_1 = 9.48, f_2 = 9.60$$

$$800^\circ\text{C}: \alpha = 5.2, f_1 = 7.69, f_2 = 7.86$$

また、き裂長さ a , c が試験片厚さや幅に対して充分小さいので、 $M_k = 1.12$ とすると、 $\lambda = 0.6$ に対して $F^2 = 0.460$, $\lambda = 1.0$ に対して $F^2 = 0.506$, $\lambda = 1.5$ に対して $F^2 = 1.07$ となる。

Fig. 7 は、 800°C の場合について $\dot{V}$ と $\dot{\epsilon} c$ の関係を示したものである。 $\dot{V}$ は Fig. 6 (b) の折れ線の各こう配から求めた。かなりのばらつきが認められるが、図中に示した $\lambda = 1.0$ あるいは 0.6 に関する (2) 式の直線の周辺に位置している。

3・4 き裂成長速度

(1) 式によってクリープ J 積分 $\dot{J}$ の値を求め、Fig. 4 の折れ線のこう配から求めた表面き裂成長速度 dc/dt

Fig. 7. Relationship between crack opening displacement rate and creep rate multiplied by crack length.

Fig. 8. Surface crack growth rate vs. creep J-integral. The creep J-integral was estimated by Eq. (1).

との関係を示したのが Fig. 8 である。ただし、 $2c \leq 1$ mm のき裂については $\lambda = 1.0$ とし、 $2c > 1$ mm については $\lambda = 0.6$ とし、それぞれに対する修正係数を用いた。同一 $\dot{J}$ 値に対して成長速度は 1 桁以上のばらつきがあるが、CCP 試験片の巨視貫通き裂の伝ば速度 $dl/dt = 2.0 \times 10^{-2} \dot{J}$ (7)

がその平均値を示している。なお、 650°C と 800°C とで $dc/dt - \dot{J}$ 関係に有意差がない。

Fig. 8 の $dc/dt - \dot{J}$ 関係を示すデータのばらつきは、微小き裂の本質に起因しているばかりでなく、クリープ J 積分 $\dot{J}$ およびき裂成長速度 dc/dt の求め方にも原因がある。 $\dot{J}$ の値を評価するのに (1) 式によるのではなく、(3) 式による方が $dc/dt - \dot{J}$ 関係のばらつきが小さくなる。これは、試験片全体のクリープ速度 $\dot{\epsilon}$ を用いるより開口変位速度 $\dot{V}$ によって $\dot{J}$ を評価する方が個々のき裂に関する正確な力学的情報を表しているためと考えられる。つぎに、き裂が一時停止や加速によって

*2 Φ の計算には表面き裂形状修正係数 Q を用い、
 $\Phi^2 = Q = 1 + 1.47 \lambda^{1.65} \quad (\lambda \leq 1)$
 $\Phi^2 = Q = 1 + 1.47 (1/\lambda)^{1.65} \quad (\lambda > 1)$
 の関係式によって求めた。

段階的成長をするにもかかわらず、Fig. 4 の折れ線の各こう配をとって dc/dt を求めていることに問題がある。これら両値の求め方に関するばらつきを少なくするために、(3)式の両辺を積分して

$$J_e = (f_1/f_2)\sigma_n V \quad (8)$$

によってクリープ J 積分の時間積分値 J_e を求め、き裂長さ c との関係をとると、Fig. 9 (a), (b) のようになる。データの分散はかなり小さくなり、個々のき裂が右上りの変化をすることがわかる。しかし、右上り 45° の直線とはならない (c と J_e とが比例しない) き裂も多く認められる。これは、Fig. 6 に示したように、 $\dot{V}$ がき裂伝播中に一定でないのに(8)式によって時間積分値 J_e を求めたことに一原因があると考えられる。したがってき裂を観察する時間間隔をよりこまかくとり、き裂の段階的成長をできる限り正確に測定して、各ステップごとに c と V の増分をとって Δc と $4J_e$ の対応をみれば、かなり分散の小さな比例関係が成立するものと思われる。

なお、Fig. 9 の微小表面き裂に関する c - J_e 関係は

(a) 650°C

(b) 800°C

Fig. 9. Surface crack length vs. cumulative creep J-integral. The cumulative creep J-integral was estimated by integrating creep J-integral.

同図中に併示した巨視貫通き裂伝ば則を表す直線にかなり近い。しかし、微小き裂の方が少し上方に位置する（高伝ば速度となる）傾向があるように思われる。

4 おわりに

結晶粒を粗大化した 316 ステンレス鋼の平滑材を用いて、温度 650 および 800°C の真空中でクリープ試験を行い、表面微小粒界き裂の成長を連続観察し、次の結果を得た。

(1) 負荷時間が破断寿命の約 1 割にあたる定常クリープ領域の初期において表面き裂の発生が認められ、その後第 3 期クリープ領域に入るまで数を増すとともに、個々のき裂は独自に 1 ないしは数結晶粒の大きさに成長する。

(2) これら W 型表面き裂は一時停止を伴う段階的成長をするが、表面におけるき裂開口変位はほぼ連続的に増加する。

(3) 内部方向へのき裂前縁の形状は、表面き裂長さが 1 ないし 2 結晶粒界の長さの初期成長過程では、表面に位置する結晶粒の形に相違があるために半円あるいは半だ円とはならず、アスペクト比をとっても 0.6 から 1.5 の範囲にばらついている。

(4) 表面き裂の形状に関する修正をほどこした微小き裂のクリープ J 積分 $\dot{J}$ と表面き裂成長速度 dc/dt との対応を調べると、個々のき裂の間には極端な相違はないが、各き裂においてかなりのばらつきが認められた。しかし、 dc/dt - $\dot{J}$ 関係の平均値は巨視貫通き裂の伝ば則 (dl/dt - $\dot{J}$ 関係) とほぼ一致する。

(5) き裂長さ c と $\dot{J}$ の時間積分値 (累積値) J_e との対応をみると、実験点のばらつきの程度はかなり小さくなり、両者間にはほぼ比例関係が認められる。

(昭和 56 年 10 月 2 日 第 1 回破壊力学シンポジウムにて講演)

参考文献

- たとえば、小寺沢良一、森 時彦、材料、**26**, 948 (1977); 大路清嗣、小倉敬二、久保司郎、片田康行、勝原利明、岩永憲幸、日本機械学会論文集 (A 編), **45**-394, 550 (1979); Taira, S., R. Ohtani, and T. Kitamura, Trans. ASME, Ser. H, **101**-2, 154 (1979).
- 森 時彦、吉川健二、小寺沢良一、日本材料学会第 29 期学術講演会前刷, 245 (1980); 吉川健二、小寺沢良一、藤田和孝、日本機械学会講演論文集, No. 814-2, 101 (1981).
- 清水良亮、奥野道雄、大谷隆一、平 修二、日本機械学会講演論文集, No. 780-13, 323 (1978).
- Shih, C. F., and J. W. Hutchinson, Trans. ASME, Ser. H, **98**-4, 239 (1976).
- たとえば、ASTM STP513 (1972); STP687 (1979).
- 大飼隆夫、大路清嗣、井本雄三、小倉敬二、日本機械学会講演論文集, No. 814-2, 98 (1981).