SUS 304 ステンレス鋼の応力腐食き裂伝ばを 支配する破壊力学パラメータ†

志 茂 大 治 郎* 小 寺 沢 良 一**

Applicability of Fracture Mechanics Parameters to Stress Corrosion Cracking of SUS 304 Stainless Steel

by

Daijiro SHIMO

(Faculty of Engineering Science, Osaka University, Toyonaka)

and Ryoichi KOTERAZAWA

(Institute of Engineering Mechanics, University of Tsukuba, Ibaraki)

Applicability of fracture mechanics parameters to stress corrosion crack propagation of SUS 304 stainless steel in boiling $MgCl_2$ solution was investigated in consideration of the specimen size effect and the characteristic environmental effect arising from coating of side surface of the specimen.

The stress corrosion crack propagation rate was nearly proportional to the J integral in the medium to high stress region where fracture surface morphology showed the fan-shaped type in the medium stress region and the mixed intergranular-transgranular type in the high stress region. Therefore, it can be understood that the J integral is a dominant fracture mechanics parameter to stress corrosion crack propagation in the medium to high stress region. It may be expected that the elastic fracture mechanics parameters G and K become dominant parameters to stress corrosion crack propagation in the low stress region where fracture surface morphology showed the brittle-faceted type.

Characteristic nonpropagating stress corrosion crack, caused by incomplete penetration of the corrosive solution into the crack tip, was observed on the coated specimen in the low stress region. There was little effect of the coating on the stress corrosion cracking in the medium stress region.

(Received Oct. 12, 1982)

キー・ワード：応力腐食，破壊力学パラメータ， J 積分，停留き裂，フラクトグラフィ

1 緒 言

オーステナイト系ステンレス鋼の応力腐食割れは、種々の環境下で頻発しており、今日工業的に重要な問題となっている。304ステンレス鋼の $MgCl_2$ 水溶液中での応力腐食割れの場合は主応力に対する感受性が大であるなど破壊力学的取扱いが容易な伝ば特性を示すものとされている¹⁾。

304 ステンレス鋼の応力腐食き裂は、その破面が比較的ぜい性的であるにもかかわらず、き裂先端において塑性変形およびクリープ変形を生じている²⁾。これらの塑性およびクリープ変形が小さい小規模降伏条件下では応力拡大係数 K などによる線形破壊力学的検討が可能と思われるが、大規模降伏条件下では J 積分 J あるいは修正 J 積分 $\bar{J}$ などの非線形破壊力学パラメータ

により検討されなければならない。これらの検討の実験的手法の一つとしてき裂伝ば速度に及ぼす試験片寸法効果の検討がある⁶⁾。143℃程度の温度領域での応力腐食き裂伝ばの場合は、高温でのクリープき裂伝ばの場合のような顕著なクリープ変形を生じておらずき裂が停止すると比較的短時間にクリープ変形も停止するような初期クリープ的性質のものであり、一般にこのようなクリープ変形は時間に依存しない塑性変形として取り扱うことが可能と思われる。しかし比較的少量のクリープでもき裂先端の保護膜（不動態膜）の破壊などの機構で応力腐食き裂伝ばに有効に作用しているかもしれない、き裂伝ばへのき裂先端のクリープひずみ速度の有効性を検討する意味において $\bar{J}$ による検討も試みた。

環境き裂伝ばの破壊力学的検討を行う際には、一方でき裂先端に与える環境効果に注意する必要がある。特に低応力域でのき裂は開口変位 (COD) が小さく、

† 原稿受理 昭和57年10月12日

* 正 会 員 大阪大学基礎工学部 豊中市待兼山町

** 正 会 員 筑波大学構造工学系 茨城県新治郡桜村

環境液の十分な浸入を伴わないことによる環境効果の低下を生じることが考えられる。

本報告では、寸法の異なった試験片を用いて、上述したような環境効果に注意しながら SUS 304 ステンレス鋼の $MgCl_2$ 水溶液中 (143℃) での応力腐食き裂伝ばの破壊力学的検討を行った。

2 実験方法および破壊力学パラメータ

試験材料は市販の SUS 304 ステンレス鋼 (板厚 2.1 mm) で、環境は 42% $MgCl_2$ 沸騰水溶液 (143℃) である。試験片は Fig. 1 に示すような両端ピン支持中央切欠き試験片を使用し、レバー式定荷重型試験機により引張荷重を負荷した。試料側表面の被覆は透明な粘り状のシリコンゴムを使用した。き裂長さの測定は 10 倍の望遠顕微鏡により行った。人工き裂は金鋸と刃先の鋭い (刃先 $R=0.1$ 程度) ヤスリを用いて形成した。

Fig. 1. Test specimens.

応力拡大係数 K 値の計算は、中央切欠き試験片の集中力による引張りの場合の式(1)により行った。

$$K_1 = P / \sqrt{2b} \left\{ 1 + \left[0.297 + 0.115 \left(1 - \operatorname{sech} \frac{\pi \eta}{2} \right) \sin \pi \xi \right] \left(1 - \cos \frac{\pi \xi}{2} \right) \right\} \left[1 + \alpha \frac{(\pi \eta / 2) \tanh (\pi \eta / 2)}{\cosh ^2 (\pi \eta / 2) / \cos ^2 (\pi \xi / 2) - 1} \right] \left[\frac{\sqrt{\tanh (\pi \xi / 2)}}{\sqrt{1 - \cos ^2 (\pi \xi / 2) / \cosh ^2 (\pi \eta / 2)}} \right] \quad (1)$$

ここで

$$\xi = l/b, \quad \eta = h/b, \quad \alpha = (1+r)/2 \quad (\text{平面応力})$$

Fig. 2. Graphical estimation of J .

J 積分 J の計算は、室温で人工き裂を入れることにより、Fig. 2 および式(2)に示すようなポテンシャルエネルギー解放率として図式的に概算した。

$$J = \frac{dU}{2Bdl} \quad (2)$$

ここで、 U はポテンシャルエネルギーを示す。本実験の場合、 U は一定荷重下で人工き裂を入れることにより比較的容易に精度よく得られる弾塑性変位 ($\delta_e + \delta_p$) を基準にして、コンプライアンスの非線形成分 (Fig. 2 中の U_{pl}) だけを引張試験により見積り、式(3)のように概算した。

$$U = U_{ap} - U_{pl} = \frac{P(\delta_e + \delta_p)}{2} - U_{pl} \quad (3)$$

なお、き裂先端の塑性域寸法が残り断面幅 (Fig. 1 中 $b-l$) に比較してある程度以下の小規模降伏条件下の場合には非線形成分 (Fig. 2 中 U_{pl}) は小さくなり、このような場合には J は弾性ひずみエネルギー解放率 G に近い値を示すようになる。また、 G はエネルギー的に応力拡大係数 K で示すことができ、 J 、 G 、 K の関係は次式のようにである。

$$J \approx G = \frac{K^2}{E} \quad (\text{平面応力}) \quad (4)$$

修正 J 積分 $\dot{J}$ は、深いき裂の場合の $\dot{J}$ の簡便式(5)により概算した。

$$\dot{J} = \frac{n-1}{n+1} \sigma_{\text{net}} \cdot \dot{\delta} \approx \sigma_{\text{net}} \cdot \dot{\delta} \quad (5)$$

ここで n は、定常クリープ条件下での $\dot{\epsilon}/\epsilon_0 = (\sigma/\sigma_c)^n$ におけるクリープ指数で、本実験の場合は十分大きいと推測され、 $n-1/n+1$ は 1 とした。クリープ変位 δ_c は、応力腐食き裂伝ば過程で生じた全変位 δ_{total} から人工き裂で生ずる弾塑性変位 ($\delta_e + \delta_p$) を差し引くことにより見積った。そして $\dot{\delta}$ は応力腐食時間 t とこの変位 δ_c の関係の図式微分により概算した。なおこのようにして見積ったクリープ量は、実際のものより若干大きめになっているものと推定される。

3 実験結果と検討

3.1 K 値と dl/dt の関係および試料表面の被覆の影響

Fig. 3 に K 値とき裂伝ば速度 dl/dt の関係を示す。全般的に試験片寸法が小さくなる程同じ K 値に対して伝ば速度が大きくなる寸法効果を生じている。大試験片で初期正味応力が小さく切欠き部を残し全面被覆したもの (●○, $2b=100$, GC) においては停留き裂を生じている。全面被覆しても初期正味応力が比較的大きいもの (●, $2b=100$, GC) は停留き裂を生じていない。初期正味応力が小さくても被覆しないもの (○, $2b=100$, NC) は停留き裂を生じていない。き裂の開口量 (COD) がある程度以上の中応力域においては、被覆したものとししないもの (●と○, ●と○の

Fig. 3. Relation between dl/dt and K values.

中応力域)のき裂伝ば速度の差はほとんどない。これらの結果より停留現象は、開口量が小さく長い形状のき裂の場合に、環境液の切欠き底からき裂先端に十分な侵入ができないことに原因したものと考えられる。このことは、厚板大型試験片で応力腐食き裂伝ばの検討を行う際環境液の侵入径路が長くなり、低応力域でき裂先端に与える環境効果に注意する必要があることを示唆している。なお、本実験の場合の停留き裂の長さは2~5 mm程度である。

高応力域で σ_{net} が大きくなる領域では、例えば小試験片の被覆しないもの(○印 $2b=16$, ○印 $2b=30$, NC)の結果にみられるように、き裂伝ば速度が被覆したもの(●印 $2b=16$, ●印 $2b=30$, GC)に比べて大きくなる。この場合き裂前方に表面き裂を生じている。薄板材における破壊力学的検討を行う際には試験片表面を被覆する必要がある。このような理由で、SCと記した試験片は σ_{net} が20 kg/mm²程度以上の後半部分を被覆した。

3.2 室温でのJ積分Jと dl/dt の関係

Fig. 4に代表的な小試験片と大試験片のそれぞれき裂長さ l に対する変位 δ を示す。細い実線は弾性計算

Fig. 4. Elastic, plastic and creep displacement of typical small and large specimens.

*1 $\delta_e = \frac{4\sigma l}{E} V_2(l/b)$, $E=1.97 \times 10^4 \text{ kg/mm}^2$, 文献10).

によって得られた弾性変位 δ_e を示し、太い実線は人工き裂によって生じた弾塑性変位 $\delta_e + \delta_p$ を、点線は応力腐食き裂伝ば中に生じた全変位 δ_{total} を示す。この全変位から弾塑性変位を差し引いたものはクリープ変位 δ_c として理解される。なお、人工き裂による弾塑性変位の初期値は、便宜的に、人工き裂を入れるための最初のドリル刃の半径と等しいき裂長さにおいて計算される弾性変位とした。小試験片のき裂長さ $l=2$ mm附近と大試験片の $l=26$ mm附近での K 値は同じ程度(約34 kg/mm^{3/2})であるが、小試験片の δ_e に対する δ_p および δ_c が大試験片のこれらに比較して著しく大きい寸法効果が現れている。

Fig. 5, 6はこれらの大小試験片の荷重-変位曲線を示す。これらの P - δ 曲線の非線形成分は、破断直前附近で急激に大きくなっている。

Fig. 5. Load displacement relationship for a small specimen.

Fig. 6. Load displacement relationship for a large specimen.

Fig. 7にこれら大小試験片のそれぞれポテンシャルエネルギーを示す(Fig. 2参照)。細い実線は、一定荷重下の人工き裂で得られた弾塑性変位を基準とし、コンプライアンスを直線で近似した場合の近似値 U_{ap} で

Fig. 7. Estimated potential energy of typical small and large specimens.

ある。太い実線はこの近似値 U_{ap} から Fig. 5, 6 に示した非線形成分 U_{pl} を差し引いて概算したポテンシャルエネルギー U である。この曲線のこう配 dU/dl から J 値が求まる。

このように図式的に見積った J 値と応力腐食き裂伝ば速度 dl/dt の関係を Fig. 8 に示す。ここで大試験片 (○印) の低応力域においては, J 値が $E=1.97 \times 10^4 \text{ kg/mm}^2$ として計算される弾性ひずみエネルギー解放率 G , ($=K^2/E$) の値に接近する小規模降伏状況下となっているため, $dl/dt=3 \times 10^{-3} \text{ mm/min}$ 以下の領域では G 値で示した。全般的にき裂伝ば速度 dl/dt は, これらの J , G に対し, 寸法効果なく, ほぼ比例関係で整理されている。また, J 値での整理結果は全般的に, 上述した低応力域での G 値での整理結果の点に収束する傾向がみられる。

Fig. 8. Relation between dl/dt and J values.

一定荷重負荷の試験片に人工き裂を入れることによって得られる弾塑性変位だけから式(6)のような J 値の第一近似的な値 J_{ap} が求まる。

$$J_{ap} = \frac{dU_{ap}}{2Bdl} = \frac{Pd(\delta_e + \delta_p)}{4Bdl} \quad (6)$$

ここで, U_{ap} は P - δ 曲線を直線で近似したところの第一近似的ポテンシャルエネルギーを示す。Fig. 9 はこのような J_{ap} での整理を試みたものである。Fig. 8 と

Fig. 9. Relation between dl/dt and approximate J values.

9 の比較において, 高応力域で近似値 J_{ap} が J に比較して 2 倍程度大きくなっているが, 中応力域から低応力域では両者の差は比較的小さくこのような簡単な J 評価でも, 寸法効果の検討は可能である。

3・3 応力腐食き裂伝ばに生じた変位 (δ_{sc}) を基準とした J 積分の近似値 J_{sc} と dl/dt の関係

応力腐食き裂伝ば中にはある程度のクリープをき裂先端で生じているが, これを塑性変形に含めた全変位 $\delta_{sc} = (\delta_e + \delta_p + \delta_c)$ を基準として 前節で述べたように近似値を次式で計算し,

$$J_{sc} = \frac{Pd(\delta_e + \delta_p + \delta_c)}{4Bdl} \quad (7)$$

この J_{sc} と dl/dt の関係を Fig. 10 に示す。前節での結果と同様に寸法効果なくき裂伝ば速度が整理されている。

Fig. 10. Relation between dl/dt and approximate J values estimated from the total displacement.

3・4 修正 J 積分 $\tilde{J}$ と dl/dt の関係

応力腐食き裂伝ば中に生じた変位 $\delta_{sc} = (\delta_e + \delta_p + \delta_c)$ から人工き裂で生じた弾塑性変位 ($\delta_e + \delta_p$) を差し引いたものをクリープ変位 δ_c として (Fig. 4 参照), 応力腐食き裂伝ばに要した時間 t の δ_c - t 線図のこう配から $\dot{\delta}_c$ を求め式(4)により $\tilde{J}$ を概算した。Fig. 11 に dl/dt と $\tilde{J}$ の関係を示す。 J で整理されたとはほぼ同様に寸法効果は小さくなっている。しかし, $dl/dt = A\tilde{J}^m$ 表示の指数 m は J の場合の 0.85 程度とはほぼ比例関係に

Fig. 11. Relation between dl/dt and J values.

近いのに比較し0.23程度とかなり小さくなっている。

本報告で求めた J は、定常クリープ条件下でないことあるいは弾塑性変位が室温で見積ったなどの点で、精密に評価されていない問題があり、これらの点に関しさらに詳細な検討を要する。しかし本条件下のクリープは比較的小規模であり、このようなクリープはき裂先端の弾塑性ひずみエネルギーすなわち J に支配されているものと推定され、したがって J が応力腐食き裂伝ばの支配的力学因子となっているものと解釈される。

クリープひずみがより顕著な高温域での応力腐食き裂に関しては今後の検討を必要とする。

3・5 破面観察結果

Fig. 8 に示すように、破面は応力域（き裂伝ば速度域）によってそれぞれ異なった様相を呈している。Fig. 12 は低応力域におけるもので、川状模様などが形成されているぜい性的なファセット状の粒内破面である。一般にこのような領域では、き裂のミクロな伝ば方向はマクロな伝ば方向との関係があまりなく比較的任意の方向に分布している。Fig. 13 は中応力域におけるもので、扇状模様型の様相を呈している。この領域では、き裂のミクロな伝ば方向はマクロな伝ば方向に近く、そのほとんどがマクロな伝ば方向に対し約 ± 30 度程度以内に分布している。Fig. 14 は高応力域におけるもので、粒界と粒内破面が混合していて、この領域での粒内破面は中応力域と同じ扇状模様型であり、そのミクロな伝ば方向は比較的任意である。

Fig. 12. Brittle faceted patterns in the low stress region.

Fig. 13. Fan-shaped patterns in the medium stress region.

Fig. 14. Mixed intergranular and transgranular fracture in the high stress region.

扇状模様型の破面が観察される中応力附近からクリープ変位が検出されるようになり、この特徴的な扇状模様はき裂先端のクリープに関係しているのかも知れない。 J 積分がき裂伝ばに有効な領域での破面は、扇状模様型 (Fig. 13) と粒界粒内混合型 (Fig. 14) を示している。

破面がぜい性的なファセット状の様相 (Fig. 12) を示すような低応力域では、弾性破壊力学パラメータ G あるいは K がき裂伝ば速度の整理に有効となりうることが期待される。

4 結 論

SUS 304 ステンレス鋼について、沸騰 $MgCl_2$ 中で、応力腐食き裂伝ば試験を行い、試料側面の被覆による環境効果と試験片寸法効果を考慮しながらき裂伝ばの破壊力学的検討と走査電子顕微鏡による破面観察を行った結果、次のような結論を得た。

(1) 応力腐食き裂伝ば速度は、破面が扇状模様型を示す中応力域から粒界粒内混合型を示す高応力域においては、 J 積分とほぼ比例関係を示す。それゆえ、 J 積分はこのような応力域で応力腐食き裂伝ば速度を支配しているものと理解される。破面がぜい性的なファセット状型を示す低応力域では弾性破壊力学パラメータ G あるいは K がき裂伝ばを支配するようになることが期待される。

(2) 低応力域における側面被覆した試験片において

は、腐食液のき裂先端への侵入が不十分であることに原因する応力腐食き裂特有の停留き裂を生ずる。中応力域では試験片側面被覆の影響はほとんどない。高応力域で側面被覆を施さない場合は、主き裂前方に表面き裂を生ずる。

参 考 文 献

- 1) 向井喜彦, 村田雅人, 溶接学会誌, **48**, 910 (1979).
- 2) 小寺沢良一, 志茂大治郎, 材料, **27**, 1158 (1978).
- 3) J. R. Rice, Trans. ASME, J. Appl. Mech., **35**, 379 (1968).
- 4) J. D. Landes and J. A. Begley, ASTM STP 590, 128 (1976).
- 5) 大路清嗣, 小倉敬二, 久保司郎, 日本機械学会論文集, **44**, 1831 (1978).
- 6) 小寺沢良一, 森 時彦, 材料, **26**, 948 (1977).
- 7) H. Tada, P. Paris and G. Jrwin, The Stress Analysis of Crack Handbook Del Research Corporation, p. 2, 24 (1973).
- 8) R. J. Bucci, P. C. Paris, J. D. Landes and J. R. Rice, ASTM STP 514, 40 (1972).
- 9) 大路清嗣, 小倉敬二, 片田康行, 竹本昌史, 中島英夫, 材料, **27**, 1089 (1978).
- 10) H. Tada, P. Paris and G. Irwin, "The Stress Analysis of Crack Handbook, Del Research Corporation", p. 2, 4 (1973).
- 11) 小寺沢良一, 志茂大治郎, 材料, **29**, 831 (1980).