SUS 304 鋼平滑材の疲労と高温酸化の相互作用下における微小き裂の発生と進展†

宇佐美三郎* 福田嘉男** 志田茂*

Micro-Crack Initiation and Propagation in 304 Stainless Steel Plain Specimen under Fatigue-Oxidation Interaction at Elevated Temperature

by

Saburo USAMI, Yoshio FUKUDA and Shigeru SHIDA
(Mechanical Engineering Research Laboratory, Hitachi, Ltd., Hitachi)

Strain controlled time-dependent fatigue tests were carried out on plain specimens of 304 stainless steel at 550°C in air and the initiation and propagation behavior of main cracks were observed. The strain wave shapes were widely varied, including one day hold at tensile peak strain.

The slow strain rate and long hold time in tensile strain enhanced both crack initiation and propagation, while those in compressive strain did not affect them, because the time-dependent fatigue in the test condition was dominated not by creep damage but by environmental oxidation. A good correlation existed between the period of tensile straining in one cycle τ_t and the fatigue-oxidation interaction characteristics under various strain wave shapes. The number of cycles to initiate 0.05 mm long crack $N_{c0.05}$, the number of cycles to failure N_f and the fatigue crack growth rate were proportional to the power of τ_t when τ_t was longer than about 100 sec.

The value of $N_{c0.05}$ was frequently less than 10% of N_f and the crack propagation behavior governed the failure cycles. Although the fatigue crack growth rate da/dN was large when the crack was smaller than a grain diameter, 0.05 mm, it was proportional to the effective crack length a_e for large crack sizes at each test condition. The normalized fatigue crack growth rate $k[(da/dN)/a_e]$ can be obtained from N_f of a plain specimen through the relation expressed as $k=10/N_f$.

(Received Feb. 19, 1983)

キー・ワード：微小き裂，クリープ疲労，ひずみ波形効果，き裂発生，き裂進展速度

1 緒 言

高温で稼動する機器においては、熱負荷の繰返しによってクリープと疲労が共に進行する状態に置かれることが多いため、その干渉効果について多数の実験がなされ、各種の評価手法も提案されている。これらはいずれも直径が 10 mm 程度の平滑試験片における破壊寿命を対象とし、機器の寿命評価は局所のひずみ幅と対比させて行っている。そのため、この方法では、構造不連続部などのひずみこう配の大きい部分に対して過度に安全側を与え、また損傷の進行度を定量的に予測するには不十分である。

一方、塑性疲労やクリープの過程を詳細に観察した結果によれば、平滑材においても、微小なき裂は早期

に生じ、その進展速度が寿命をほぼ支配している。クリープ疲労においても同様なことが考えられることから、微小き裂の挙動に基づいた機器の寿命評価が期待され、その機構についての連続体損傷力学も発展しつつある。しかし、実際のき裂の挙動については、試験片破面のストライエーション計測等、若干の実験結果が存在するものの、未検討な部分が多い。

著者らは前報において SUS 304 鋼平滑材の高温塑性疲労試験を行い、試験片表面を連続的に観察して、種々の温度とひずみ幅におけるき裂発生繰返し数や微小き裂の進展速度を求めた。本研究では、さらに、1日1サイクルの極低速域を含む時間依存疲労試験を 550°C 大気中で行い、微小き裂の挙動に及ぼす負荷速度、保持時間、ひずみ波形およびひずみ幅の影響を明らかにすることとした。

2 実験の方法

† 原稿受理 昭和58年2月19日

* 正会員 (株)日立製作所機械研究所 土浦市神立町

** (株)日立製作所機械研究所 日立市幸町

Table I. Chemical composition of test material.

(%)

Material	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo	Cu	N
SUS 304	0.06	0.50	0.80	0.032	0.010	8.82	18.35	0.19	0.14	0.019

Table II. Mechanical properties of test material.

Material	Temp. (°C)	$\sigma_{0.2}$ (MPa)	σ_B (MPa)	σ_T (MPa)	Elonga- tion (%)	R. A. (%)
SUS 304	R. T.	222	667	1916	72.9	77.6
	550	126	330	948	46.4	78.6

供試材はオーステナイト系ステンレス鋼 SUS 304 熱間圧延鋼板の溶体化処理材で、板厚は 40 mm, 平均結晶粒径は約 0.05 mm である。供試材の化学成分を Table I に、板厚中央部での機械的性質を Table II に示す。550℃における繰返し応力下の 0.01% 耐力は 155 MPa である。

試験片は Fig. 1 に示す円柱試験片と平板試験片で、いずれも長手方向を圧延方向に一致させて採取した。

Fig. 1. Details of test specimens.

円柱試験片には 200 kN サーボ油圧試験機と高周波誘導加熱装置を用いて、長さ 25 mm の部分の軸方向変位を制御し、各種波形のひずみを繰返した。平板試験片には電気炉中で 50 kN サーボ油圧試験機により曲げ変位を与え、容量型ひずみゲージを用いてゲージ長さ 2 mm の部分のひずみを制御した。試験雰囲気はいずれも 550℃大気中、全ひずみ幅 $\Delta\epsilon_t$ は 1% と 0.5% の 2 段階であり、標準のひずみ速度は $10^{-3}/\text{sec}$ とした。平板試験片は上限ひずみ保持の台形波試験に用い、保持時間は $\Delta\epsilon_t$ が 1% の場合は 24 hr (86400 sec), $\Delta\epsilon_t$ が 0.5% の場合は 2 hr (7200 sec) と 24 hr である。全寿命の 1/20~1/5 間隔で、上限ひずみから弾性除荷した部分において試験機を停止して冷却し、アセチルセルロース・フィルムを用いて試験片表面のレプ

リカを採取し、破壊に至らしめた主き裂の発生箇所を過去にさかのぼって顕微鏡で拡大観察することにより、微小き裂の計測を行った。Fig. 2 (a) には本供試材の塑性疲労における全ひずみ幅と 0.05 mm のミクロき裂発生繰返し数 $N_{e0.05}$ 、0.3 mm の目視き裂発生繰返し数 $N_{e0.3}$ および破壊繰返し数 N_f の関係、Fig. 2 (b) には全ひずみ幅と微小き裂の無次元進展速度 $k[(da/dN)/a_e]$ の関係を示す。

(a) Number of cycles to crack initiation and that to failure.

(b) Growth rate of small crack.

Fig. 2. Plastic fatigue properties of plain specimen.¹⁵⁾

3 実験結果および考察

3.1 微小き裂の発生・進展挙動に及ぼすひずみ波形の影響

本実験の温度は 550℃とクリープが顕著ではない領域であるため、保持時間を 24 h と長くしても非弾性ひずみは塑性疲労に比して 13% 程度しか増えず、ひずみ波形によって応力-ひずみのヒステリシス曲線に変化は少なく粒内破壊が支配的であったが、き裂周囲の酸化状況やき裂の挙動には大きな変化がみられた。

Fig. 3. Cracks on specimen surface for different creep-fatigue conditions ($\Delta\epsilon_t=1\%$).

ひずみ波形が異なる場合のき裂の拡大写真を全ひずみ幅が1%, き裂長さが約0.2mmの場合についてFig. 3に示す。繰返し負荷のひずみ速度が大きい場合にはき裂は細くて鋭く、繰返し速度を小さくすると、引張側、圧縮側のいずれの時間を長くしても、き裂の周囲は酸化層で覆われ、唇状を呈している。引張側の時間を長くした場合と圧縮側の時間を長くした場合では同程度の寸法のき裂における酸化の状態は類似しているが、前者の方がき裂進展速度が大でありその寸法に至るまでの時間は後者より短い。すなわち、引張側負荷期間を長くすると、き裂面の酸化とき裂進展が助長されている。

なお、き裂面に生成する酸化物は低応力の弾性域においてはき裂の閉口を促進して強度を向上させるが、非弾性疲労の場合はき裂面が容易に変形するため酸化物のくさび作用は少なく¹⁶⁾、酸化によるき裂先端部の材質劣化やき裂先端部の酸化膜の破壊の方が支配的となつて強度を低下させると考えられる。

Fig. 4には、き裂進展曲線をき裂長さの対数と繰返し数の関係で示す。いずれの場合も、微小なき裂は寿命の初期に発生し、き裂の進展速度が寿命を支配している。き裂が微小な場合の形状を計測した結果、半円形に近いものが多かった。高サイクル疲労において1結晶粒程度までのき裂発生過程を観察した結果によると、炭素鋼のように表面に浅くて長いすべり線が生じてしだいに深さのみを増す場合と、Al合金のように

点状に発生したき裂が半円状に徐々に大きさを増す場合とがあるが、本実験においては後者のように点状に発生して連続的に進展している。また、Fig. 4に示す繰返し数とき裂長さの対数の関係において、き裂長さが0.05~0.1mm(1~2結晶粒径)以下ではいずれも曲線の傾斜(後出式(1)の k に対応)が大であるが、これは結晶粒内での組織支配型き裂進展過程とその後の連続体力学的き裂進展過程とで機構が異なるためと考えられる。同様な挙動¹⁸⁾は平滑材のクリープにおける微小き裂についても観察されている。

図において、き裂長さ $2a$ が0.05~0.1mm以上では $\log(2a)$ と繰返し数 N の間に直線関係が存在するから、き裂進展速度 da/dN は次式のように表すことができる。

$$\frac{da}{dN} = k a_e \quad (1)$$

$$a_e = 0.51a$$

ここに、 k は定数で、無次元疲労き裂進展速度と称することとする。 a_e は半円表面き裂を等価な貫通き裂に置換えて得られる有効き裂長さで、応力拡大係数 K の解析結果¹⁹⁾から、 $a_e = (K/\sigma)^2/\pi$ の関係を用いて、き裂全縁平均の値として $a_e = 0.51a$ と得られる。き裂が0.2mm程度以上では隣接き裂との合体も生じるが、半円き裂の三次元合体のため進展曲線に及ぼす影響は一時的であることが多い。そこで、 k の値は、合体前後の挙動を無視して、き裂長さが大略0.1~1mmの

いては、き裂発生繰返し数として主き裂の寸法 $2a$ が材料の平均結晶粒径 0.05 mm における繰返し数 $N_{e0.05}$ 、

(a) Number of cycles to crack initiation $N_{e0.05}$ and that to failure N_f .

(b) Ratio of crack initiation life to failure life $N_{e0.05}/N_f$.

(c) Normalized fatigue crack growth rate k .

Fig. 6. Arrangements of creep-fatigue properties with tensile straining period in a cycle τ_t (symbols are same as in Fig. 5).

破壊繰返し数として上限荷重が25%低下した点の繰返し数 N_f を用いることとする。

Fig. 6 (a)~(c)には、本実験結果について、1サイクル当りの引張荷重期間 τ_t と(a)き裂発生繰返し数 $N_{e0.05}$ および破壊繰返し数 N_f 、(b)き裂発生寿命比 $N_{e0.05}/N_f$ および(c)微小き裂の無次元疲労き裂進展速度 k との関係をそれぞれ示す。図に用いた記号は Fig. 4 と同じで、大きい記号は $\Delta\epsilon_t$ が0.5%、小さい記号は $\Delta\epsilon_t$ が1%の結果を示す。Fig. 6における整理は良好で、いずれの値も円滑に結ばれていることから、き裂の発生と進展の両者に対して、各種ひずみ波形の影響は引張側荷重期間 τ_t でほぼ代表されるようである。

1サイクル当りの引張荷重期間 τ_t が100 sec 以下ではいずれの値も変化は少ないが、それ以上ではき裂発生繰返し数 $N_{e0.05}$ 、破壊繰返し数 N_f およびき裂発生寿命比 $N_{e0.05}/N_f$ は単調に低下し、無次元き裂進展速度 k は単調に上昇している。破壊繰返し数評価におけるひずみ範囲分割法では τ_t が長くなると N_f の低下は飽和するとしているが、これはクリープ損傷を対象としたもので、本実験のような酸化が支配的な領域では成立たないと考えられる。図において、 τ_t の大きな領域では、 $N_{e0.05}$ 、 N_f 、 k は両対数表示でいずれも直線的に変化し、 τ_t が 10^2 sec 程度以下において大略次の関係で表される。

$$N_{e0.05}, N_f, k = c_i \tau_t^{n_i} \quad (2)$$

ここに、 c_i は定数、べき数 n_i は Fig. 6 (a), (c) の直線部における傾斜で、Table III に値を示す。べき数 n の値が0であれば純塑性疲労、 $N_{e0.05}$ 、 N_f に対して-1、 k に対して1であれば純時間依存性の疲労(高温腐食疲労)である。べき数 n の値は N_f に対するよりも $N_{e0.05}$ に対する方が1.4~1.5倍大きく、 N_f と k では絶対値がほぼ等しい。すなわち、引張荷重期間 τ_t はき裂発生繰返し数 $N_{e0.05}$ に対してより強く影響し、破壊はき裂進展が集積した結果生じるものであることから、破壊繰返し数 N_f と無次元き裂進展速度 k に対して同程度の影響を与えている。

Table III. Values of exponent n_i in Eq. (2).

	$N_{e0.05}$	N_f	k
$\Delta\epsilon_t = 0.5\%$	-0.84	-0.59	0.55
$\Delta\epsilon_t = 1\%$	-0.37	-0.25	0.24

$\Delta\epsilon_t$ が0.5%と $\Delta\epsilon_t$ が1%におけるべき数 n の値を比較すると、 $N_{e0.05}$ 、 N_f 、 k いずれの場合も、前者は後者の約2.3倍であり、ひずみ幅 $\Delta\epsilon_t$ の小さい方が引張荷重期間の影響をより顕著に受けている。その結果、引張荷重期間が長くなると、き裂発生繰返し数 $N_{e0.05}$ 、破壊繰返し数 N_f いずれも、 $\Delta\epsilon_t$ が0.5%の場合と

$\Delta\epsilon_i$ が 1% の場合とで差が小さくなっている。 τ_i がさらに長くなると、 n の値が近くなるなどして、両曲線は交差することなく近接すると考えられる。

なお、拡散律速で形成される酸化被膜の厚さ δ は時間 τ と $\delta \propto \tau^{0.5}$ の関係にあることを Wagner は示している。 $\Delta\epsilon_i$ が 1% における無次元き裂進展速度 k の値は本実験範囲内で $\tau_i^{0.24}$ に比例しているが、塑性変形の寄与がより少なく酸化の影響が大きいと考えられる $\Delta\epsilon_i$ が 0.5% における k の値は $\tau_i^{0.55}$ に比例して Wagner の式のべき数に類似している。このことは、特に $\Delta\epsilon_i = 0.5\%$ において、繰返し 1 回ごとの酸化膜破壊がき裂進展に寄与していることを示唆しているようで興味深い。

3.3 平滑材の破壊繰返し数 N_f と無次元き裂進展速度 k の関係

本実験における破壊繰返し数 N_f とき裂発生寿命比 $N_{e0.05}/N_f$ の関係を Fig. 7 に示す。図には室温から 650℃ における塑性疲労の結果を併せて示すが、これらはこの関係で表すと温度による差は少なく、 N_f が小さいと $N_{e0.05}/N_f$ も小さい。本実験で引張荷重速度がそれほど小さい場合や圧縮保持の場合の結果は塑性疲労の結果と大差ないが、他の引張荷重期間の長い場合にはき裂発生寿命比 $N_{e0.05}/N_f$ の値が 0.1 程度以下とさらに小さくなり、その結果、き裂進展寿命比 $(=1 - N_{e0.05}/N_f)$ が 1 に近くなる。すなわち、クリープ疲労における寿命はき裂進展寿命にほぼ等しい。

Fig. 7. Relationship between failure cycles N_f and crack initiation life ratio $N_{e0.05}/N_f$.

そこで、き裂発生繰返し数を無視して、式(1)から破壊繰返し数 N_f を求めると次式が得られる。

$$N_f = \frac{1}{0.51k} \ln\left(\frac{a_f}{a_0}\right) \quad (3)$$

ここに、 $2a_0$ は初期き裂寸法、 $2a_f$ は破壊時き裂寸法である。本非弾性疲労においては、試験時の上限応力が安定時に比して 25% 低下した点をもって破壊とみなしたが、そのときのき裂の面積は試験片断面積の約 25% で、試験片周長で計測したき裂長さ $2a$ は約 10 mm であった。そこで、 $2a_0$ にこの材料の平均結晶粒徑

0.05 mm、 $2a_f$ に 10 mm を代入すると、式(3)から次式が得られる。

$$k = \frac{10.4}{N_f} \quad (4)$$

この無次元き裂進展速度 k の値は他の形状の微小き裂の進展評価に用いることができる。例えば、微小欠陥を有する部材では、欠陥をだ円き裂に近似し、だ円の形状補正係数 Q を用いて、式(3)における係数 $1/0.51$ の代りに内部欠陥で Q 、表面欠陥で $Q/(1.12)^2$ を代入することにより、疲労寿命を推定することができる¹⁶⁾。

Fig. 8 には、前報¹⁵⁾の塑性疲労と本実験のクリープ疲労の結果を、平滑材の破壊繰返し数 N_f と無次元き裂進展速度 k の関係で示す。図において次の関係がよく成立ち、これは式(4)によく一致している。

Fig. 8. Relationship between failure cycles of plain specimen N_f and normalized fatigue crack growth rate k .

$$k = \frac{10}{N_f} \quad (5)$$

すなわち、式(4)を導くにあたっての仮定は式(1)の関係と $2a_0$ 、 $2a_f$ の値のみであり、 a_f と a_0 の比はこの場合 200 と大きいため、 a_0 、 a_f の値が若干変化しても $\ln(a_f/a_0)$ の値に変化は少ないから、主き裂の進展によって破壊に至り式(1)の関係が存在する場合には式(4)のような関係は一般に成立つであろう。したがって、各種の温度、ひずみ波形、材料等の条件について平滑材の破壊繰返し数 N_f の値が従来から多数求められているから、式(4)を用いることによってそれら条件下における微小き裂の進展速度が予測できると考えられる。

4 結 言

時間依存性疲労における微視損傷過程を明らかにする目的で、SUS 304 鋼平滑材について、1 日 1 サイクルの極低速域を含む各種ひずみ波形のひずみ制御非弾性疲労試験を 550℃ 大気中において行い、主き裂の発生・進展挙動を計測した。その結果、以下の点が明

らかとなった。

(1) 本試験条件下では非弾性ひずみの変化は小さいが、引張荷重のひずみ速度を小さくしたり引張保持時間を長くすると、平均結晶粒径 0.05 mm のき裂が表面に発生する繰返し数 $N_{e0.05}$ 、破壊繰返し数 N_f およびき裂発生寿命比 $N_{e0.05}/N_f$ は小さく、き裂進展速度は大となり、圧縮側のひずみ速度を小さくしたり圧縮保持時間を長くしてもこれらの変化は少なく、き裂周囲の酸化状況はき裂の発生・進展状況と同様な傾向を示した。

(2) き裂の発生と進展の両者に対するひずみ波形の影響は、1 サイクル当りの引張荷重期間 τ_t ではば代表され、 τ_t が約 100 sec 以上ではき裂発生繰返し数、破壊繰返し数およびき裂進展速度は τ_t のべき乗に比例する。この τ_t の影響は破壊繰返し数とき裂進展速度に対して同程度で、き裂発生繰返し数に対してはより大きく、ひずみ幅が小さい場合の方が影響が大きい。

(3) き裂発生繰返し数 $N_{e0.05}$ は破壊繰返し数 N_f の10%程度以下であることが多く、表面き裂の進展速度が疲労寿命をほぼ支配しており、1~2 結晶粒径 (0.05~0.1 mm) 以下ではき裂進展速度の変化が大であるが、それ以上では疲労き裂進展速度 da/dN はき裂長さにはば比例する。この比例定数である無次元疲労き裂進展速度 $k[(da/dN)/a_0]$ 、 a_0 : き裂の形状を補正した有効き裂長さ) は平滑試験片の破壊繰返し数 N_f と、いずれの条件下においても、ほぼ $k=10/N_f$ なる関係を有する。この関係はき裂発生繰返し数を無視してき裂進展寿命について算出した関係式に近い。

(昭和57年7月20日 第20回高温強度シンポジウムにて講演)

参 考 文 献

- 1) L. F. Coffin, Jr., Metallurgical Trans., **2**, 3105 (1971).
- 2) W. J. Ostergren, J. of Testing and Evaluation, **4**, 327 (1976).
- 3) S. S. Manson, "Fatigue at Elevated Temperatures", ASTM STP 520, 744 (1973).
- 4) R. D. Campbell, Trans. ASME, J. of Eng. for Industry, **93**, 887 (1971).
- 5) R. C. Boettner, C. Laird and A. J. McEvily, Jr., Trans. of the Metallurgical Soc. of AIME, **233**, 379 (1965).
- 6) R. A. T. Dawson, W. J. Elder, G. J. Hill and A. T. Price, "Thermal and High-Strain Fatigue", p. 239 (1967) Inst. of Metals and Instn. of Metallurgists.
- 7) 飯田國廣, 日本造船学会論文集, **128**, 331 (1970).
- 8) 大谷隆一, 奥野道雄, 清水良亮, 材料, **31**, 505 (1982).
- 9) S. Majumdar and P. S. Maiya, Trans. ASME, J. of Eng. Materials and Tech., **102**, 159 (1980).
- 10) T. Bui-Quoc, "Material Behavior of Elevated Temperature and Components Analysis", ASME PVP-60, 211 (1982).
- 11) H. D. Solomon and L. F. Coffin, Jr., "Fatigue at Elevated Temperatures", ASTM STP 520, 112 (1973).
- 12) W. L. Greenstreet, Nuclear Eng. and Design, **50**, 411 (1978).
- 13) 山口弘二, 金澤健二, 鉄と鋼, **64**, 2187 (1978).
- 14) 桑原和夫, 新田明人, 北村隆行, 材料, **30**, 1129 (1981).
- 15) 宇佐美三郎, 福田嘉男, 志田 茂, 日本機械学会講演論文集, No. 810-7, 219 (1981).
- 16) S. Usami, Y. Fukuda and S. Shida, "Fundamental and Practical Approaches to the Reliability of Welded Structures", Proc. 4th Intl. Symp. of Japan Welding Soc., 333 (1982).
- 17) 高尾健一, 西谷弘信, 日本機械学会論文集, **46**, 123 (1980).
- 18) 大谷隆一, 中山 忍, 材料, **32**, 635 (1983).
- 19) R. J. Hartranft and G. C. Sih, "Method of Analysis and Solutions to Crack Problems", p. 179 (1973) Noordhoff.
- 20) 大谷隆一, 第20回高温強度シンポジウム前刷集, p. 81 (1982).
- 21) 朝田泰英, 第27回材料強度と破壊国内総合シンポジウム論文集, p. 63 (1982).
- 22) 桜井茂雄, 宮田 寛, 宇佐美三郎, 日本機械学会講演論文集, No. 830-1, 142 (1983).
- 23) A. Coles, G. H. Hill, R. A. T. Dawson and S. J. Watson, "Thermal and High-Strain Fatigue", p. 270 (1967) Inst. of Metals and Instn. of Metallurgists.
- 24) J. B. Conway, J. T. Berling and R. H. Stentz, "Thermal Stresses and Thermal Fatigue", p. 89 (1971) Butterworths.
- 25) C. Wagner, Zeitschrift für Physikalische Chemie (B), **21**, 25 (1933).