クリープ疲労複合荷重を受けた SUS 316 鋼のクリープ 疲労相互作用とクリープ破壊様式との関連†

八 木 晃 一* 田 中 千 秋* 久 保 清**

Correlation between Creep-Fatigue Interaction and Creep Fracture Mode for SUS 316 Stainless Steel Subjected to Combined Creep-Fatigue Loading

by

Koichi YAGI, Chiaki TANAKA and Kiyoshi KUBO

(National Research Institute for Metals, Tokyo)

The creep fracture mode for SUS 316 stainless steel under constant creep loading was examined. The intergranular fracture due to the growth of wedge-type intergranular cracks was observed in the case of high stress at temperature below 550°C. The intergranular fracture due to the growth of cavity-type intergranular cracks which were associated with intergranular carbide and σ phase precipitation was observed in the case of low stress at temperatures above 650°C. Between these two conditions, the transgranular fracture was observed.

The combined creep-fatigue loading tests were carried out under three loading conditions at 550°C, 650°C and 750°C, which gave the intergranular fracture caused by wedge-type intergranular cracks, the transgranular fracture and the intergranular fracture caused by cavity-type intergranular cracks under constant creep loading, respectively. Under these conditions the fatigue specimens were fractured by the transgranular growth of surface cracks.

The data obtained from the combined creep-fatigue loading tests were evaluated using the linear life fraction damage rule. The rupture life under combined creep-fatigue loading at 550°C was affected strongly by creep damage, ϕ_c , and fatigue damage, ϕ_f , and the relation of ϕ_c and ϕ_f was $\phi_c + \phi_f \ll 1$. The specimens at 650°C were ruptured by an accumulation of either ϕ_c or ϕ_f . The rupture life at 750°C was affected by ϕ_c and ϕ_f , and the relation of ϕ_c and ϕ_f was $\phi_c + \phi_f \approx 1$.

(Received Jan. 20, 1984)

キー・ワード：クリープ疲労複合荷重試験，SUS 316 鋼，クリープ疲労相互作用，クリープ破壊様式

1 緒 言

高温機器用構造材料の寿命評価法の開発に際し長時間¹⁾クリープ疲労挙動の検討は重要な課題の一つである。長時間クリープ疲労挙動はクリープ破壊特性と関係があることが指摘されている。著者らはクリープと疲労とを交互に繰返すクリープ疲労複合荷重試験方法を用いて、オーステナイトステンレス鋼についてクリープ疲労複合荷重下の破断寿命に及ぼすクリープ損傷および疲労損傷の影響を明らかにし、その評価技術を確立するために系統的な研究を進めている^{3)~5)}。既報の SUS 304 鋼の 700℃ の結果および SUS 316 鋼の 650℃ の

結果から、クリープ疲労複合荷重試験で求められるクリープ疲労相互作用は、クリープ疲労複合荷重試験におけるクリープ試験条件で定荷重クリープ試験を行った場合のクリープ破壊様式と強い関連性のあることが示唆された。

本報告は、クリープ疲労相互作用とクリープ破壊様式との関係を明らかにするために、SUS 316 鋼について、基本となるクリープ性質および疲労性質を調べ、クリープ破壊様式を明らかにして、それぞれ異なるクリープ破壊様式を示す条件下でクリープ疲労複合荷重試験を行い、破断寿命に及ぼすクリープ損傷および疲労損傷の影響を検討するとともに、破断した試験片について金属組織観察や破面観察を行い、クリープ破壊様式との関係について考察したものである。

† 原稿受理 昭和59年1月20日

* 正 会 員 金属材料技術研究所 東京都目黒区中目黒

** 金属材料技術研究所 東京都目黒区中目黒

Table I. Chemical composition of SUS 316 stainless steel (wt%).

C	Si	Mn	P	S	Cu	Cr	Ni	Mo	Ti	Nb+Ta	B	Al	N
0.05	0.70	1.10	0.034	0.003	0.31	17.05	12.60	2.24	0.03	0.001	0.003	≤0.003	0.017

2 試験方法

2.1 供試材および試験片

供試材は SUS 316 鋼の鋼板 (板厚; 24 mm) で, 化学成分を Table I に示す. 固溶化熱処理条件は 1100°C/0.5 hr→水冷であり, ASTM 結晶粒度番号は約 6 である. 常温, 550, 650 および 750°C の引張性質を Table II に示す.

クリープ疲労複合荷重試験で用いた試験片の直径は 6 mm, 標点距離は 13.2 mm で, 一部 12 mm のものも用いた. 試験片は試験片軸が鋼板の圧延方向と一致するように採取した. 試験片表面は 600 番の紙やすりで軸方向に研磨し, その後バフ研磨して仕上げた.

2.2 試験方法および試験条件

クリープ疲労複合荷重試験方法を Fig. 1 に示す. クリープ疲労複合荷重試験は, クリープ試験部分のクリープ応力 (σ_c) とクリープ時間 (t_c), および疲労試験部分の全ひずみ幅 ($\Delta\epsilon$) と繰返し数 (N) の 4 試験因子をもっている. 試験温度, クリープ疲労複合荷重試験条件は後述のクリープ破壊様式を検討した結果から決めた. 試験温度は 550, 650 および 750°C である.

Table II. Tensile properties of SUS 316 stainless steel at room temperature, 550, 650 and 750°C.

Temperature (°C)	0.2% proof stress (kgf/mm ²)	Tensile strength (kgf/mm ²)	Elongation (%)	Reduction of area (%)
RT	27	62	58	78
550	17	50	39	60
650	17	38	54	69
750	15	27	65	76

Fig. 1. Loading schedule of stress and strain, and hysteresis loops for combined creep-fatigue loading tests.

クリープ疲労複合荷重試験の条件は, $t_c=10$ hr および $\Delta\epsilon=1\%$ とし, 550°C の場合に $\sigma_c=36$ kgf/mm², $N=2\sim30$ cycles, 650°C の場合に $\sigma_c=17.5$ kgf/mm², $N=2\sim40$ cycles, 750°C の場合に $\sigma_c=7.5$ kgf/mm², $N=3\sim50$ cycles で, N の値を変えた種々の組合せで試験を行った. クリープ疲労複合荷重試験の疲労試験部分の荷重波形は三角波で, ひずみ速度は 6%/min である.

クリープ疲労複合荷重試験結果に対して損傷を評価する場合に必要な基礎データを得るために定荷重クリープ試験とひずみ制御疲労試験を行った. 定荷重クリープ試験は直径が 10 mm, 標点距離が 50 mm の試験片を用いて行った. ひずみ制御疲労試験はクリープ疲労複合荷重試験の疲労試験部分と同じ条件で行った.

3 試験結果および考察

3.1 クリープ試験結果

定荷重クリープ試験結果を Fig. 2 に示す. この図に示す破断時間および絞りは後述の線形寿命損傷則によりクリープ損傷量を求めるときに使用した. 破断後の試験片について破面および組織を観察した. Fig. 3 および Fig. 4 に観察例を示す. 550°C, 36 kgf/mm² の場合はくさび型粒界き裂の成長によると思われる粒

Fig. 2. Relations of stress versus time to rupture, and of elongation and reduction of area versus time to rupture obtained from constant loading creep tests.

界破面がみられ (Fig. 3), 750℃, 7.5 kgf/mm² の場合は粒界に析出した炭化物およびσ相とマトリックスとの界面に形成されたキャビティの成長によると思われる粒界破面がみられた (Fig. 4). このような方法で 500~800℃ の温度範囲でクリープ試験した試験片について破壊様式を調べた. クリープ条件 (温度および応

力) と破壊様式との関係を Fig. 5 に示す. 本試験の範囲内では, 550℃ 以下の温度で高応力の場合はくさび型粒界き裂による粒界破壊 (W), 650℃ 以上の温度で低応力の場合はキャビティ型粒界き裂による粒界破壊 (C) で, これらの間の条件では粒内破壊であった.

Fig. 3. Scanning electron microfractographs of specimen ruptured in creep test at 550°C and 36 kgf/mm², (a) fracture surface and (b) microstructure.

Fig. 4. Scanning electron microfractographs of specimen ruptured in creep test at 750°C and 7.5 kgf/mm², (a) fracture surface and (b) microstructure.

Fig. 5. Creep fracture modes in constant loading creep tests for SUS 316 stainless steel, and creep stresses in combined creep-fatigue loading tests.

550℃ 以下の温度ではくさび型粒界き裂の成長によると思われる明りょうな粒界破面がみられたが, この粒界破壊はクリープ変形機構と関連があると考えて, 次のような試験を試みた. すなわち, 550℃, 36 kgf/mm² の条件で 360 hr (最小クリープ速度域) までクリープ試験し, 荷重をかけたまま室温まで冷却した中断試験片を室温で, 3.6%/min のひずみ速度で引張試験した. この結果, 引張試験の応力・ひずみ曲線には, 固溶化熱処理材ではみられない降伏現象がみられた. このことは, 550℃ のクリープ変形にそして破壊にひずみ時効現象による転位の固着が関係していることを暗示している. 550℃ 以下でのくさび型粒界き裂による粒界破壊はこの粒内強化と関連していると思われる.

クリープ疲労複合荷重試験は, クリープ破壊様式とクリープ疲労相互作用の関連を調べるために, Fig. 5 に示したクリープ破壊様式を生ずるクリープ条件の中から, クリープ破断時間が 10³hr 程度で, 代表的なクリープ破壊様式を示す条件としてくさび型粒界き裂により粒界破壊を起す 550℃, 36 kgf/mm², 粒内破壊を起す 650℃, 17.5 kgf/mm², およびキャビティ型粒界き裂により粒界破壊を起す 750℃, 7.5 kgf/mm² の 3 条件を選んで行うことにした.

3・2 疲労試験結果

ひずみ制御疲労試験の結果を Fig. 6 に示す. 試験したすべての疲労試験片の破面にはストライエーションがみられ, 疲労試験片は表面き裂が粒内を成長する

Fig. 6. Relation of total strain range versus number of cycles to failure obtained from strain controlled fatigue tests.

Fig. 7. Change of stress range with increasing strain cycling in strain controlled fatigue tests.

ことにより破断したことを示していた。疲労試験では温度の違いによるクリープ破壊様式の違いのような破壊挙動の変化はみられなかったが、Fig. 7 に示すように試験温度によって応力振幅の変化に違いがみられた。550℃ の場合には著しい応力振幅の増加がみられた。この増加は動的ひずみ時効によると説明されている。このように本供試材の SUS 316 鋼はクリープ試験においてもまた疲労試験においても 550℃ でひずみ時効により粒内が強化されることがわかった。

3.3 クリープ疲労複合荷重試験結果

550℃ の複合荷重試験波形の 1 サイクル (Fig. 1 に示すクリープと疲労の組合せ) ごとに生ずるクリープ試験部分のクリープひずみ (ϵ_c) と疲労試験部分の最大応力振幅 ($\Delta\sigma_{max}$) を Fig. 8 に示す。 ϵ_c は徐々に増加した後、破断直前で増加の程度が大きくなっている。他方、 $\Delta\sigma_{max}$ は、2~3 サイクルまで少し減少した後、ほぼ一定値となるが、破断直前には大きく減少する。

Fig. 8. Relations of creep strain versus combined cycles in creep loading, and of maximum stress range versus combined cycles in fatigue loading for combined creep-fatigue loading tests.

破断直前に ϵ_c が急速に増加する N_{CF} と $\Delta\sigma_{max}$ が減少する N_{CF} とはほぼ対応している。これらの傾向は 650℃ および 750℃ でも同様である。いずれの試験温度でも $\Delta\sigma_{max}$ は少数の場合を除いて始め減少後に一定値になったが、これらの一定値は疲労試験で得られたそれぞれの温度での応力振幅の最大値とほぼ等しかった。このことから、550℃ のクリープ疲労複合荷重下の挙動においてもひずみ時効による粒内強化が関与していると考えられる。

3.4 クリープ疲労複合荷重試験結果の線形寿命損傷則による評価

クリープ疲労複合荷重試験において破断までに蓄積されるクリープ損傷量 (ϕ_c) および疲労損傷量 (ϕ_f) を線形寿命損傷則を用いて計算した。

$$\phi_c = \frac{N_e t_e}{t_R} \quad (1)$$

$$\phi_f = N_e \left(\frac{N-1}{N_f} + \frac{1}{N_{ff}} \right) \quad (2)$$

ここで、 N_e は破断までの複合荷重波形の繰返し数、 t_R は σ_c の応力で定荷重クリープ試験した場合の破断時間、 N_f は $\Delta\epsilon_c$ の全ひずみ幅でひずみ制御疲労試験した場合の破断繰返し数、 N_{ff} は疲労試験部分での最終サイクル (第 N サイクル) のひずみ幅 (Fig. 1 の $\Delta\epsilon_{t,N}$) に対応する破断繰返し数である。それぞれのクリープ疲労複合荷重試験条件に対応する t_R および N_f 、 N_{ff} はそれぞれ Fig. 2 および 6 から求めた。

Fig. 9. Relation of life fraction creep damage, ϕ_c , versus fatigue damage, ϕ_f , for SUS 316 stainless steel under combined creep-fatigue loading at 550, 650 and 750°C.

550, 650 および 750°C のクリープ疲労複合荷重試験結果について式(1)および(2)を使って求めた ϕ_c と ϕ_f との関係を Fig. 9 に示す。 ϕ_c と ϕ_f の関係は試験温度によって明らかに層別されている。 550°C におけるクリープ疲労複合荷重下の破断寿命はクリープ損傷と疲労損傷の強い影響を受けており、 $\phi_c + \phi_f < 1$ となっている。 650°C における破断寿命はクリープ損傷か疲労損傷のどちらか一方の蓄積のみにより決まっている。 750°C の破断寿命はクリープ損傷と疲労損傷の両損傷の影響を受けており、 $\phi_c + \phi_f \approx 1$ となっている。 この 750°C の評価結果は既報の SUS 304 鋼について 700°C で行った場合の結果と同じ傾向である。 この SUS 304 鋼・700°C のクリープ疲労複合荷重試験はキャビティ型粒界き裂の成長により粒界破壊するクリープ条件で行われた。 また、 SUS 316 鋼・650°C の粒内破壊するクリープ条件の範囲内で種々の σ_c についてクリープ疲労複合荷重試験をした結果、本結果と同様に破断寿命はクリープ損傷か疲労損傷のどちらか一方の蓄積により決まっていた。 いままでに得られている評価結果はクリープ疲労複合荷重下のクリープ疲労相互作用のあらわれ方がクリープ疲労複合荷重試験のクリープ条件でのクリープ破壊様式と密接な関連のあることを示唆している。

クリープ損傷量をひずみの消耗率から評価する考え方がある。⁴⁾

$$\phi_{cs} = \frac{N_c \epsilon_c}{\epsilon_f} \quad (3)$$

ここで、 ϵ_f は定荷重クリープ試験での真の破断ひずみ [$\epsilon_f = \ln\{100/(100 - \delta_c)\}$], δ_c ; 破断絞り] である。 Fig. 2 の結果からも想像されるように 650°C の試験条件 (17.5 kgf/mm²) 付近で ϵ_f は最大となっていた。 各温度のクリープ損傷 (ϕ_{cs}) と疲労損傷 (ϕ_f) との

Fig. 10. Relation of ductility exhaustion creep damage, ϕ_{cs} , versus fatigue damage, ϕ_f , for SUS 316 stainless steel under combined creep-fatigue loading at 550, 650 and 750°C.

関係を Fig. 10 に示す。 Fig. 9 に示した ϕ_c を時間比で評価した場合の ϕ_c - ϕ_f 関係と基本的には変わらず、 ϕ_{cs} - ϕ_f 関係も試験温度により違った傾向を示した。すでに、同一のクリープ破壊様式を示す条件内では ϕ_{cs} - ϕ_f 関係の方が ϕ_c - ϕ_f 関係で整理した場合よりもばらつきが小さくなり、クリープ損傷をひずみの消耗率で評価するとかかなり良く整理できることを報告している。⁵⁾ すなわち、クリープ破壊様式が異なった条件間でのクリープ疲労複合荷重試験結果を ϕ_{cs} - ϕ_f 関係で整理することはできないが、同一のクリープ破壊様式を示す条件下では ϕ_{cs} - ϕ_f 関係でより良く整理できる可能性があることを示している。

3.5 破壊様式

クリープ疲労複合荷重試験をして破断した試験片について破面および金属組織を観察した。クリープ疲労複合荷重試験をした場合に得られた破面と組織の 1 例 (650°C) を Fig. 11 に示す。 550°C ではクリープ試験の場合 (Fig. 3) と同じような破面と組織であった。 650°C の場合にはくさび型粒界き裂がみられた。 750°C の場合にはクリープ試験の場合 (Fig. 4) と同じようにキャビティ型粒界き裂がみられた。各温度、各試験片で得られた破面と粒界き裂の形態を整理、分類して Fig. 12 に示す。 550°C での破断試験片にはくさび型粒界き裂がみられ、それらのき裂が互いに連結し合って粒界破壊したと考えられる様相を示していた。 650°C での破断試験片でも ϕ_c が ϕ_f よりも優勢な条件の場合にはくさび型粒界き裂がみられ、それらのくさび型粒界き裂の成長と連結によって粒界破壊したと考えられる様相であった (Fig. 11)。他方、 650°C で ϕ_f の蓄積によって破断寿命が決まった条件の場合には破面にストライエーションがみられ、試験片表面からの疲労粒内き裂の成長によって破壊したと考えられる様相で

Fig. 11. Scanning electron microfractographs of specimen ruptured in combined creep-fatigue loading test at 650°C, $\phi_c=1.31$ and $\phi_f=0.64$, (a) fracture surface and (b) microstructure.

Fig. 12. Fracture and cracking modes in combined creep-fatigue loading tests for SUS 316 stainless steel.

あった。750℃での破断試験片には粒界に析出した炭化物や σ 相とマトリックスとの界面にキャビティ型粒界き裂がみられ、それらのき裂の成長と連結によって粒界破壊したと考えられる様相を示していた。

3・6 クリープ疲労相互作用とクリープ破壊様式との関係

550℃での定荷重クリープ試験によるクリープ破壊様式はくさび型粒界き裂の成長による粒界破壊であり、クリープ疲労複合荷重試験による破壊様式もくさび型粒界き裂の成長による粒界破壊で、両破壊様式は一致

していた。この550℃におけるくさび型粒界き裂による粒界破壊にはひずみ時効による粒内強化が関与していると考えられる。

750℃での定荷重クリープ試験によるクリープ破壊様式はキャビティ型粒界き裂の成長による粒界破壊であり、クリープ疲労複合荷重試験による破壊様式も粒界に析出した炭化物や σ 相とマトリックスとの界面に形成されたキャビティ型粒界き裂の成長による粒界破壊で、両破壊様式は似ていた。550℃および750℃におけるクリープ疲労複合荷重下の破断寿命に対する ϕ_c と ϕ_f との関係はそれぞれ $\phi_c + \phi_f \ll 1$ および $\phi_c + \phi_f \approx 1$ であって、破断寿命に対してそれぞれに両損傷のかかわり合いが認められるが、それぞれ違った損傷機構および損傷間の相互作用が働いていると、破壊様式の検討結果から思われる。

650℃での定荷重クリープ試験によるクリープ破壊様式は粒内破壊であったが、クリープ疲労複合荷重試験による破壊様式は ϕ_c の優勢な条件の場合にくさび型粒界き裂の成長による粒界破壊であって、両者の破壊様式は異なっていた。クリープ疲労複合荷重試験においてクリープ試験部分のみが繰返されるサイクリッククリープ試験と定荷重クリープ試験との破壊様式を調べてみると、 $\sigma_c=17.5 \text{ kgf/mm}^2$ のクリープ条件の場合に定荷重クリープ試験では粒内破壊であるが、サイクリッククリープ試験ではくさび型粒界き裂による粒界破壊であった。本研究におけるサイクリッククリープ試験ではクリープ試験サイクルごとにクリープひずみが圧縮されて、ひずみは0にもどされる (Fig. 1)。このような試験方法の違いによって ϕ_c が優勢な条件下でのクリープ疲労複合荷重試験の破壊様式と定荷重クリープ試験の破壊様式とは違ったものと考えられる。

4 結 言

SUS 316 鋼についてクリープ破壊様式を調べ、それぞれ異なるクリープ破壊様式を示す条件でクリープ疲労複合荷重試験を行い、破断寿命に及ぼすクリープ損傷および疲労損傷の影響を検討するとともに、金属組織や破面を観察してクリープ疲労複合荷重下の破断寿命とクリープ破壊様式との関連について検討した。その結果を要約すると次のとおりである。

(1) SUS 316 鋼には3種類のクリープ破壊様式のあることがわかった。本試験範囲内でのクリープ破壊様式は、550℃以下の温度で高応力の場合はくさび型粒界き裂の成長による粒界破壊、650℃以上の温度で低応力の場合は粒界に析出した炭化物や σ 相とマトリックスとの界面に形成されたキャビティ型粒界き裂の成長による粒界破壊で、その間の条件では粒内破壊であった。550℃以下の温度でのくさび型粒界き裂による粒界破壊にはひずみ時効による粒内強化が関与して

いると思われた。

(2) 550, 650, 750℃の疲労破壊は表面き裂の粒内成長によるものであって、試験温度による破壊様式の違いはみられなかった。

(3) くさび型粒界き裂により粒界破壊するクリープ条件(550℃)、粒内破壊するクリープ条件(650℃)およびキャビティ型粒界き裂により粒界破壊する条件(750℃)でクリープ疲労複合荷重試験を行った。その結果、550℃の破断寿命はクリープ損傷(ϕ_c)と疲労損傷(ϕ_f)の影響を強く受けており、破断までに蓄積される両損傷量の関係は $\phi_c + \phi_f \ll 1$ であった。650℃の破断寿命は ϕ_c か ϕ_f のどちらか一方の蓄積のみにより決まっていた。750℃の破断寿命は ϕ_c と ϕ_f の影響を受けており、両者の関係は $\phi_c + \phi_f \div 1$ であった。

(4) 550℃および750℃のクリープ疲労複合荷重試験における破壊様式は定荷重クリープ試験の破壊様式と似ていた。650℃のクリープ疲労複合荷重試験の破壊様式は、 ϕ_c が優勢な条件の場合は、くさび型粒界き

裂による粒界破壊で定荷重クリープ試験の場合の粒内破壊と違っていたが、これはクリープ疲労複合荷重試験のクリープ試験部分がクリープひずみを圧縮するサイクリッククリープ試験となっているためであると考えられた。

(昭和58年12月6日 第21回高温強度シンポジウムにて講演)

参 考 文 献

- 1) B. Tomkins, Trans. ASME, Journal of Pressure Vessel Technology, **105**, 269 (1983).
- 2) T. Endo and T. Sakon, Mitsubishi Technical Bulletin, **157**, 1 (1983).
- 3) 八木晃一, 久保 清, 田中千秋, 材料, **28**, 400 (1979).
- 4) 八木晃一, 久保 清, 田中千秋, 材料, **29**, 928 (1980).
- 5) 八木晃一, 田中千秋, 久保 清, 材料掲載予定.
- 6) J. T. Barnby, J. Iron Steel Inst., **204**, 23 (1966).
- 7) D. G. Morris and D. R. Harries, Met. Sci., **12**, 525 (1978).
- 8) 山口弘二, 金澤健二, 日本金属学会誌, **40**, 316 (1976).