オーステナイト系ステンレス鋼 347H の高温クリープ疲労特性 に及ぼす結晶粒径の影響とその表示式について†

時 政 勝 行*

Effect of Grain Size on the Strainrange Partitioning Life Relation of 347H Austenitic Stainless Steel at 750°C

by

Katsuyuki TOKIMASA*

The effect of grain size on the strainrange partitioning life relation, that is, $\Delta\epsilon_{ij}$ - N_{ij} relation, was quantitatively determined for 347H stainless steel at 750°C by conducting creep-fatigue tests on five kinds of test materials with different grain size at 750°C both in air and in an imperfect vacuum. It was assumed that the ductility normalized strainrange partitioning (DN-SRP) life relation in a perfect vacuum was exactly the same as that reported in the author's previous paper and was not influenced by grain size explicitly.

As the results, it was found that the grain size dependence of tensile and creep ductilities, D_p and D_c , can be given by the equations, $D_p = 0.160 + 0.140d^{-1/2}$ and $D_c = 0.540 + 0.140d^{-1/2}$ (d : grain size in mm), and the $\Delta\epsilon_{ij}$ - N_{ij} relation in air can be expressed by D_p , D_c and d as follows:

$$\Delta\epsilon_{pp} = (0.640 - 0.0438d^{-1/2})D_pN_{pp}^{-0.6}$$

$$\Delta\epsilon_{pc} = 1.26D_p^{0.787}N_{pc}^{-0.787}$$

$$\Delta\epsilon_{cp} = 0.261D_c^{0.722}N_{cp}^{-0.722}$$

$$\Delta\epsilon_{cc} = 1.31D_c^{0.943}N_{cc}^{-0.943}$$

Key words: High temperature strength, Creep, Fatigue, Creep-fatigue interaction,
Grain size

1 緒 言

高温クリープ疲労特性に及ぼす結晶粒度の影響は材料設計を総合的な観点から行なうために解明すべき重要な課題の一つであり、また実機厚肉部材で認められる肉厚方向の大きな結晶粒度差や同一材料でのチャージ間の結晶粒度のばらつきの存在を考えると、高温機器の信頼性評価上からもその定量化が要求される問題であると言える。

高温材料の高温低サイクル疲労寿命の結晶粒度依存性についての研究は、オーステナイト系ステンレス鋼に関する Yamaguchi and Kanazawa²⁾ や Rao らの報告³⁾や、多目的高温ガス炉材料に関する藤岡や服部らの報告⁴⁾があるが、必ずしも定量的な知見が得られていないのが現状である。この理由は、高温低サイクル疲労寿命に及ぼすクリープの影響、大気雰囲気の影響および結晶粒度の影響が複雑にからみあっているためと考えられる。したがって、まず大気雰囲気の影響を分離した状態で高温クリープ疲労特性の結晶粒度依存性の

定量化をはかることが問題解決の早道であると判断される。筆者らは前に完全真空中の高温クリープ疲労特性を不完全真空中および大気中の試験結果より求める手法について報告したが⁶⁾、このような手法を用いれば、大気雰囲気の影響を分離した状態での結晶粒度依存性の評価が可能であると考えられる。さらに、筆者らが求めた完全真空中の DN-SRP Life Relations (Ductility Normalized Strainrange Partitioning Life Relations⁷⁾)を用いれば完全真空中の高温クリープ疲労特性に關係する ductility の結晶粒度依存性を求めることが出来る。一方、大気中の高温クリープ疲労特性の DN-SRP Life Relations としては Halford, Saltsman and Hirschberg の提案した式⁸⁾があり、結晶粒度依存性に関する大気中クリープ疲労データと ductility データを知れば、Halford らの式を修正した形で、結晶粒度依存性を加味した新しい DN-SRP Life Relations を求め得る可能性がある。

本報は、このような観点より、結晶粒径の異なる 5

† 本報を「疲労とクリープの重畳効果に関する研究(第8報)」(Investigation on Fatigue-Creep Interaction, VIII)とする。

原稿受理 昭和63年11月21日 Received Nov. 21, 1988

* 正 会 員 住友金属工業(株)研究開発本部 尼崎市西長洲本通, Iron & Steel Research Laboratories, Research & Development Division, Sumitomo Metal Industries, Ltd., Nishinagasu-hondohri, Amagasaki

種類の 347 鋼について大気中および不完全真空中のクリープ疲労試験を実施し、高温クリープ疲労特性の結晶粒度依存性の定量化について検討した結果をまとめたものである。

2 試験および試験結果の解析方法

本研究に用いた 347H 鋼供試材の化学成分、製造履歴および結晶粒径を Table I に示す。No. 1, No. 3 の供試材は SUS347H, TP347H にそれぞれ相当して

いる。高温クリープ破断強度は TP347H の方が SUS347H に比較して高い。通常、最終溶体化処理温度が高い程粗粒となり高温クリープ強度も高くなるが、No. 2 の供試材は途中熟処理温度を従来よりも高温にして SUS347H 相当の細粒組織と TP347H 相当の高温クリープ強度を有する細粒 TP347H と称されるものである。No. 4 は TP347H の場合よりも最終溶体化処理温度を高めて粗粒化をはかったものであり、No.

Table I. Chemical compositions, heat treatment condition and grain size of the materials tested.

No.	Chemical compositions, wt %								Heat treatment condition after hot-rolling into 22 mm thick plate	Grain size μm
	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Nb		
1	0.09	0.53	1.56	0.004	0.004	12.12	17.59	0.87	1150°C×30min → 30% CW → 1160°C×10min WQ	20
2	0.09	0.53	1.56	0.004	0.004	12.12	17.59	0.87	1300°C×30min → 30% CW → 1220°C×10min WQ	28
3	0.09	0.52	1.60	0.016	0.004	12.44	18.25	0.92	1150°C×30min → 30% CW → 1220°C×10min WQ	40
4	0.09	0.52	1.60	0.016	0.004	12.44	18.25	0.92	1150°C×30min → 30% CW → 1220°C×10min WQ → 1280°C×10min WQ	70
5	0.09	0.52	1.60	0.016	0.004	12.44	18.25	0.92	1150°C×30min → 30% CW → 1220°C×10min WQ → 1280°C×10min WQ → 1220°C×10min WQ	80

Fig. 1. Photomicrographs of the materials tested.

Table II. Mechanical properties of the materials tested at 750°C.

Test material	Tensile properties				Creep rupture properties				
	0.2% proof stress MPa	Tensile strength MPa	Elongation %	Reduction of area %	Applied stress MPa	Minimum creep rate %/1000 hr	Time to rupture hr	Elongation %	Reduction of area %
No. 1	120	270	50.0	59.9	137	44.0	56.8	45.3	76.2
					98	9.7	225.4	63.7	78.1
					69	1.2	835.5	63.0	78.5
No. 2	130	300	43.0	51.0	127	130	82.2	44.0	57.8
					108	34.3	273.3	40.7	45.4
					98	2.5	333.0	—	—
No. 3	115	313	40.0	48.7	127	3.4	141.7	50.3	67.1
					98	0.6	384.3	48.3	62.8
					—	—	—	—	—
No. 4	118	326	36.5	48.2	(Not measured)				
No. 5	128	303	37.6	57.7

Fig. 2. Environmental effect in SRP life relation.

5 は No. 4 をさらに処理して No. 2 および No. 3 と最終熱処理温度を同一にしたものである。各供試材のミクロ組織を Fig. 1 に示す。

試験片は直径 10 mm 平行部 30 mm (G.L.=25 mm) の中実丸棒試験片であり、圧延方向より採取した。試験温度はクリープ変形が著しくなる温度として 750°C を選び、大気中および真空中 (5×10^{-6} mmHg 以下) で PP, PC, CP および CC 試験を実施した。試験温度 750°C における機械的性質を Table II に示す。各試験に用いた最大ひずみ速度は 8×10^{-1} 1/sec, 最小ひずみ速度は 10^{-4} 1/sec とし、試験結果より $\Delta\epsilon_{ij}$ - N_{ij} 特性を定める手法は既報⁽¹⁰⁾のとおりとした。

また、すでに報告したように、本研究で採用した真空雰囲気 (5×10^{-6} mmHg 以下) は完全真空中の $\Delta\epsilon_{ij}$ - N_{ij} 特性を求めるためには十分でなく、そこで求められた $\Delta\epsilon_{ij}$ - N_{ij} 特性には雰囲気の影響が包含されていると考えられる。そこで、各供試材ごとに、Fig. 2 に示すような雰囲気効果モデルを用いて、完全真空中

の $\Delta\epsilon_{ij}$ - N_{ij} 特性を次式の形で求めた。

$$\Delta\epsilon_{ij} = C_{ij} N_{ij}^{-0.5} \quad (i, j = p, c) \quad (1)$$

このようにして得られた大気中および完全真空中の $\Delta\epsilon_{ij}$ - N_{ij} 特性をもとにして、次のような手順によって、 $\Delta\epsilon_{ij}$ - N_{ij} 特性に及ぼす結晶粒径の影響を表示する実験式を求めた。

(1) 定数 C_{ij} の結晶粒依存性の定式化

(2) 完全真空中の DN-SRP Life Relations

$$\Delta\epsilon_{ij} = \alpha_{ij} D_i N_{ij}^{-0.5} \quad (i, j = p, c) \quad (2)$$

中の定数 α_{ij} は結晶粒径に依存しないものと仮定し、 D_i の結晶粒径依存性を次式で求める。

$$D_i = \frac{1}{\alpha_{ij}} C_{ij} \quad (i, j = p, c) \quad (3)$$

(3) 引張試験およびクリープ破断試験より求めた D_i と式(3)で求めた D_i を比較し、上記手順(2)で設定した仮定の妥当性を検討する。

(4) 大気中の DN-SRP Life Relations を、Halford⁽¹¹⁾らの提案した式を参考にして、次式のように仮定し、大気中の実験データおよび式(3)を用いて、定数 k_{ij} の結晶粒径依存性を定式化する。すなわち、 D_i に及ぼす大気雰囲気の影響は無視できると考えて、定数 k_{ij} に酸化の影響と結晶粒径の影響を含ませた形で定式化する。

$$\left. \begin{aligned} \Delta\epsilon_{pp} &= k_{pp} D_p N_{pp}^{-0.6} \\ \Delta\epsilon_{pc} &= k_{pc} D_p^{0.6} N_{pc}^{-0.6} \\ \Delta\epsilon_{cp} &= k_{cp} D_c^{0.6} N_{cp}^{-0.6} \\ \Delta\epsilon_{cc} &= k_{cc} D_c^{0.6} N_{cc}^{-0.6} \end{aligned} \right\} \quad (4)$$

Fig. 3. Experimental data on $\Delta\epsilon_{ij}$ versus N_{ij} relationship in air.

Fig. 4. Experimental data on $\Delta\epsilon_{ij}$ versus N_{ij} relationship in a vacuum of pressure lower than 2×10^{-6} mm Hg.

3 結 果

3・1 $\Delta\epsilon_{ij} - N_{ij}$ 特性

Fig. 3 に大気中で得られた各供試材の $\Delta\epsilon_{ij} - N_{ij}$ 特性を, Fig. 4 に真空中 ($< 5 \times 10^{-6}$ mmHg) で得られた $\Delta\epsilon_{pp} - N_{pp}$ 特性と $\Delta\epsilon_{cp} - N_{cp}$ 特性を示す. Fig. 5 は, $\Delta\epsilon_{ij} = 1\%$ および 0.3% の場合の疲労寿命 N_{ij} と結晶粒径の関係を示したものであり, これから, 寿命 N_{ij} は ij によらずいずれも結晶粒径が大となるに従って短くなる傾向にあることが明らかである.

3・2 C_{ij} の結晶粒径依存性

Fig. 6 は, Fig. 2 に示したような雰囲気効果モデルに基づいて完全真空中の $\Delta\epsilon_{pp} - N_{pp}$ 特性および $\Delta\epsilon_{cp} - N_{cp}$ 特性を求め, 大気中および真空中特性データと比較して示したものである. ここで, Fig. 6 中の実線 (完全真空中の特性) は, 不完全真空中の特性の傾きの絶対値が 0.5 より大きい場合には, Fig. 2 の点 O を不完全真空中の特性と大気中の特性の交点として定め,

点 O を通る傾き -0.5 の直線として求めた. また, 不完全真空中の特性の傾きの絶対値が 0.5 より小さい場合には, 不完全真空中の特性データとよく合致する傾き -0.5 の直線を求め, これを完全真空中の特性とした.

Fig. 7 は完全真空中の定数 C_{pp} および C_{cp} を Fig. 6 より求め, それぞれの結晶粒径依存性を図示したものである. C_{pp} および C_{cp} の結晶粒径依存性は次式で表示できる.

$$\left. \begin{aligned} C_{pp} &= 0.080 + 0.070d^{-1/2} \\ C_{cp} &= 0.060 + 0.008d^{-1/2} \end{aligned} \right\} (d: \text{mm}) \quad (5)$$

Fig. 5. Experimental results on the effect of grain size on the fatigue life at 750°C of 347 stainless steel.

Fig. 6. The $\Delta\epsilon_{pp} - N_{pp}$ and $\Delta\epsilon_{cp} - N_{cp}$ relations in a perfect vacuum determined by taking account of the environmental effect shown in Fig. 2 based on the experimental data.

Fig. 7. Effect of grain size on c_{pp} and c_{cp} .

ところで、既報のごとく、式(2)中の α_{ij} は $\alpha_{pp}=0.5$, $\alpha_{pc}=0.145$, $\alpha_{cp}=0.111$ および $\alpha_{cc}=0.5$ であるから、式(3)より、

$$\left. \begin{aligned} D_p &= 0.160 + 0.140d^{-1/2} \\ D_c &= 0.540 + 0.0720d^{-1/2} \end{aligned} \right\} \quad (6)$$

$$\left. \begin{aligned} C_{pc} &= 0.0230 + 0.0200d^{-1/2} \\ C_{cc} &= 0.270 + 0.0360d^{-1/2} \end{aligned} \right\} \quad (7)$$

が得られる。

3・3 定数 k_{ij} の結晶粒径依存性

式(4)に式(6)を代入し、大気中の $(\Delta\epsilon_{ij}, N_{ij})$ データに対応する k_{ij} データを定め、 k_{ij} の結晶粒径依存性を調べた。その結果、Fig. 8 および Fig. 9 に示すよ

うに、 $d=70 \mu\text{m}$ のデータを除いて考えると、 k_{ij} と d あるいは $\Delta\epsilon_{ij}$ の間にはほぼ一定の関係があると考えることができる。すなわち、若干のばらつきを無視すれば、次式

$$\left. \begin{aligned} k_{pp} &= 0.640 - 0.0438d^{-1/2} \\ k_{pc} &= 1.19\Delta\epsilon_{pc}^{0.238} \\ k_{cp} &= 0.328\Delta\epsilon_{cp}^{0.169} \\ k_{cc} &= 1.19\Delta\epsilon_{cc}^{0.364} \end{aligned} \right\} \quad (8)$$

が成立すると言える。

3・4 大気中の $\Delta\epsilon_{ij}$ - N_{ij} 特性の結晶粒径依存性表示式

式(4)、(6)および(8)より、347H 鋼の 750°C 大気中の $\Delta\epsilon_{ij}$ - N_{ij} 特性の結晶粒径依存性表示式は、

$$\left. \begin{aligned} \Delta\epsilon_{pp} &= (0.640 - 0.0438d^{-1/2})D_pN_{pp}^{-0.6} \\ \Delta\epsilon_{pc} &= 1.26D_p^{0.787}N_{pc}^{-0.787} \\ \Delta\epsilon_{cp} &= 0.261D_c^{0.722}N_{cp}^{-0.722} \\ \Delta\epsilon_{cc} &= 1.31D_c^{0.943}N_{cc}^{-0.943} \\ D_p &= 0.160 + 0.140d^{-1/2} \\ D_c &= 0.540 + 0.0720d^{-1/2} \end{aligned} \right\} \quad (9)$$

となる。

Fig. 10 は本研究で実施して求めた $(\Delta\epsilon_{ij}, N_{ij})$ データの N_{ij} を式(9)で推定し、実験データと比較したものである。式(9)は $d=70 \mu\text{m}$ のデータを除くと、ほぼ

Fig. 8. Effect of $\Delta\epsilon_{ij}$ on k_{ij} .

 Fig. 9. Effect of grain size on k_{PP} .

factor of 1.5 の寿命推定精度があると言える。

4 考 察

4・1 式(3)で求めた D_i 値(式(6))と引張試験およびクリープ破断試験で求めた D_i 値の対応について

Table III は、各供試材について、式(6)で求めた D_i 値と Table II の破断絞りの値から求めた D_i 値を比較し、式(9)を参考にしてその寿命推定精度への影響を調べたものである。Table III より、式(6)の D_c 値を採用するか、Table II より求めた D_i 値を採用するかによる寿命値の差は、factor of 2 の範囲に収まっており、とくに問題のないことがわかる。したがって、第2節の手順(2)で設定した仮定「 α_{ij} は結晶粒径に依存しない定数」は今回の実験範囲内ではほぼ妥当であると言える。

4・2 $d=70\mu\text{m}$ のデータの特異性について

Fig. 10(b) から明らかなように、 $d=70\mu\text{m}$ の N_{ij} データは式(9)で推定される値よりも小さく、その程度は factor of 1.5 の範囲から大きくはみ出しており、factor of 3 の範囲に収まる程度である。この原因としては、供試材の最終熱処理温度が他の供試材のそれに比べて高いことが考えられる。溶体化処理温度が高いと、溶体化処理後の固溶炭素量が大きくなり、Fig. 11 に示すような粒界析出物とくに Cr 炭化物の試験中の析出量も大となると推定される。このような Cr 炭化物の析出時には、その周囲に Cr 欠乏層が形成されるのが通常であり、したがって、Cr 炭化物の析出が多いほど、粒界の耐酸化性が損なわれると考えることが出来る。

 Fig. 10. Comparison between $(N_{ij})_{obs}$ and $(N_{ij})_{cal}$, where $(N_{ij})_{obs}$ is the observed fatigue life in IJ test and $(N_{ij})_{cal}$ the fatigue life calculated from eq. (9)

4・3 式(7)の成立性について

Fig. 12 は、式(7)の定数 C_{pc} の粒径依存性の成立性を評価するため、真空中で 2, 3 の PC 試験を行ない、式(7)から得られる $\Delta\epsilon_{pc}-N_{pc}$ 関係と試験より得られる $(\Delta\epsilon_{pc}, N_{pc})$ データを比較したものである。実験データが少なく断定的なことは言えないが、式(7)の定数 C_{pc} を用いるとかなり寿命 N_{pc} を小さく見積もる事になることがわかる。式(7)は、 $\alpha_{pc}=0.145$ を D_p 値に乗じて求められたものであることを考えると、Fig. 12 に認められるような結果は α_{pc} 値の決定誤差および D_p 値の決定誤差に起因するものであり、とくに α_{pc} については今後更なる実験データの蓄積により修正が必要であることを示唆していると言える。事実、 α_{pc} には factor of 2 程度の不確かさがあり、これを考

 Table III. Comparison of D_i values determined from eq. (6) with those calculated by $D_i = -\ln(1-\phi_i)$ using ϕ_i measured in tensile and creep rupture tests.

Test material	No. 1		No. 2		No. 3		No. 4	No. 5
	D_p	D_c	D_p	D_c	D_p	D_c	D_p	D_p
D_i from eq. (6)	1.15	1.05	1.00	0.97	0.86	0.90	0.69	0.65
$D_i = -\ln(1-\phi_i)$	0.91	1.44—1.54	0.71	0.61—0.86	0.67	0.99—1.11	0.66	0.86

Fig. 11. Cr-carbides precipitated during the tests.

Fig. 12. Comparison of the $\Delta\epsilon_{pc}$ - N_{pc} relation in a perfect vacuum with the experimental data.

慮すると、Fig. 12 に示す推定値と実験値の差は許容範囲内であると言える。

定数 C_{cc} の成立性を実証するデータは本研究では得られていないが、 $\alpha_{cc}=0.5$ には決定誤差が含まれないことを考えると、 C_{cc} は式(7)の形でそのまま使用できると考えられる。

5 結 言

結晶粒径の異なる 5 種類の 347 鋼について 750°C 大気中および不完全真空中のクリープ疲労試験を実施し、高温クリープ疲労特性の結晶粒度依存性の定量化を検討した結果、以下の事が明らかとなった。

(1) 750°C 大気中および完全真空中の $\Delta\epsilon_{ij}$ - N_{ij} 特性の結晶粒度依存性に関する実験式として次式を得た。

$$\text{大気中: } \Delta\epsilon_{pp} = (0.640 - 0.0438d^{-1/2})D_p N_{pp}^{-0.6}$$

$$\Delta\epsilon_{pc} = 1.26 D_p^{0.787} N_{pc}^{-0.787}$$

$$\Delta\epsilon_{cp} = 0.261 D_c^{0.722} N_{cp}^{-0.722}$$

$$\Delta\epsilon_{cc} = 1.31 D_c^{0.943} N_{cc}^{-0.943}$$

$$D_p = 0.160 + 0.140 d^{-1/2}$$

$$D_c = 0.540 + 0.0720 d^{-1/2}$$

(d : 結晶粒径 mm)

$$\text{真空中: } \Delta\epsilon_{pp} = 0.5 D_p N_{pp}^{-0.5}, \Delta\epsilon_{pc} = 0.145 D_p N_{pc}^{-0.5}$$

$$\Delta\epsilon_{cp} = 0.111 D_c N_{cc}^{-0.5}, \Delta\epsilon_{cc} = 0.5 D_c N_{cc}^{-0.5}$$

(2) 上記実験式では、最終熱処理温度 1220°C 以下の 4 種類の供試材 ($d=20, 28, 40$ および $80 \mu\text{m}$) の PP, PC, CP, および CC 試験データを factor of 1.5 の精度で予測し得る。

(3) しかし、最終熱処理温度が 1280°C と高い供試材に対しては、その予測精度は factor of 3 程度であり、ミクロ組織(析出物生成に伴う Cr 欠乏層の存在)の影響を考慮する必要がある。

参 考 文 献

- 1) J. F. DeLong, *et al.*, ASME-MPC, Vol. 25, 192 (1984).
- 2) K. Yamaguchi and K. Kanazawa, *Met. Trans.* 11A, 1691 (1980).
- 3) K. B. S. Rao *et al.*, *Proc. Int. Conf. Creep*, April 14-18, Tokyo, 77 (1986).
- 4) 藤岡順三, 村瀬宏一, 松田昭三, 喜多 清, 学振123委研報告, 19, 165 (1978).
- 5) 服部 博, 北川正樹, 大友 暁, 鉄と鋼, 68, 121 (1982).
- 6) 時政勝行, 新田 勲, 材料, 35, 267 (1986).
- 7) 時政勝行, 新田 勲, 材料, 35, 274 (1986).
- 8) G. R. Halford, J. F. Saltzman and M. H. Hirschberg, NASA TM-73737 (1977).
- 9) 吉川州彦, 富士川尚男, 寺西洋志, 湯沢 浩, 久保田稔, 火力原子力発電, 36, 1325 (1985).
- 10) 平川賢爾, 時政勝行, 住友金属, 30, 287 (1978).
- 11) G. R. Halford, J. F. Saltzman and M. H. Hirschberg, NASA TM-73737 (1977).