316 ステンレス鋼の長時間クリープき裂成長挙動†

田 淵 正 明* 久 保 清** 八 木 晃 一**

Long-term Creep Crack Growth Behaviour of 316 Stainless Steel

by

Masaaki TABUCHI*, Kiyoshi KUBO** and Koichi YAGI**

The long-term creep crack growth tests of more than 10000 hours were conducted using CT specimens of 316 stainless steel at 650°C and 750°C. The crack growth rates in the long-term tests were faster than those in the short-term tests at 650°C. This difference was caused by the difference in creep fracture mode. The creep crack which gave wedge-type or cavity-type intergranular fracture showed higher growth rate than that under transgranular fracture. The difference in crack growth rate between the wedge-type intergranular and transgranular fracture modes was attributed to the effect of creep ductility. The crack growth under cavity-type fracture, which was observed at higher temperatures and longer creep tests, should be investigated by taking into account the accumulated creep damage ahead of the crack tip.

Key words : Long-term creep crack growth behaviour, 316 stainless steel, C^* parameter, Fracture ductility, Creep fracture mode

1 緒 言

高温機器部材の信頼性評価においては、クリープき裂成長挙動を理解することが重要とされている。これまでのクリープき裂成長に関する破壊力学的研究により、定常状態のクリープき裂成長速度は、 C^* パラメータと良い相関関係にあることが明らかになりつつある^{1)~5)}。しかし、今までに得られているクリープき裂成長に関するデータは、比較的短時間試験によるものが多く、 $C^* < 10^{-1} \text{ kJ/m}^2\text{h}$ の試験データは少ない。クリープき裂成長挙動評価を実機に適用するうえでは、長時間、低 C^* 値側の検討が必要と思われる。

金属材料技術研究所では、ステンレス鋼等について、高温構造材料の設計に必要な 10^5 時間を超えるクリープ試験結果⁶⁾を基に、クリープ破壊機構の変化について研究を行っている。高温・低応力側では、一般に粒界析出物とマトリクスとの界面にキャビティが生成・成長することによる粒界破壊となり、強度・延性が著しく低くなる現象がみられる⁷⁾。クリープき裂成長速度評価に関しても、クリープ破壊メカニズムの変化を考慮して検討する必要があると考えられる。周らは、304

ステンレス鋼のクリープ・疲労き裂成長速度を ΔJ_c で整理したときに、800°C で粒界損傷のできやすい場合にき裂成長速度が速くなると報告している⁸⁾。クリープ破壊機構領域図によれば、中温度域でも長時間負荷されると、クリープキャビティが形成される⁷⁾。このことから、長時間クリープき裂成長に関しては粒界キャビティの影響を無視することができないと考えられる。

そこで本研究では、316 ステンレス鋼について 650°C および 750°C で、試験時間約 10000 時間を目標とした長時間クリープき裂成長試験を行い、その試験データを中心に 316 ステンレス鋼のクリープき裂成長挙動を破壊メカニズムとの関連から検討した。

2 実験方法

2・1 供試材および試験片

供試材は 316 ステンレス鋼の板(板厚: 24 mm)で、その化学成分分析値と固溶化処理条件を Table I に示す。クリープき裂成長試験には Fig. 1 に示す CT 試験片を用いた。試験片は圧延方向に対して垂直にき裂が進展するように採取した。疲労予き裂を 2.5 mm 室温

Table I. Chemical composition (mass %) and heat treatment condition.

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

Heat treatment: 1100°C × 0.5 h → Water quench.

† 原稿受理 平成 3 年 10 月 9 日 Received Oct. 9, 1991

* 金属材料技術研究所 〒153 東京都目黒区中目黒, National Res. Inst. for Metals, Meguro-ku, Tokyo, 153

** 正 会 員 金属材料技術研究所 〒153 東京都目黒区中目黒, National Res. Inst. for Metals, Meguro-ku, Tokyo, 153

Fig. 1. Geometry and size of CT specimen.

で導入後、板厚の20%のサイドグループを機械加工により設けた。

2.2 クリープき裂成長試験方法および評価方法

クリープき裂長さは直流電気ポテンシャル法を用いて計測した。き裂開口量はコネクター間の変位を伸び計で炉外に取り出す方法で計測した。長時間試験は、650°C, 5.22 kN および 750°C, 1.88 kN で行い、各計測は数日ごとに行った。クリープき裂成長速度は C^* パラメータで評価した。 C^* の計算には以下の簡便式を用いた。

$$C^* = \frac{n}{n+1} \frac{P d\delta/dt}{B_n(W-a)} \left(\gamma - \frac{\beta}{n} \right) \quad (1)$$

$$\gamma = \frac{2(1+\alpha)(1+a/W)(1+\alpha^2) + \alpha(1-a/W)}{(1+a/W) + \alpha(1-a/W)} \quad (2)$$

$$\beta = \frac{\alpha}{\alpha + (1+a/W)/(1-a/W)} \quad (3)$$

$$\alpha = \sqrt{2a/(W-a)^2 + 2[2a/(W-a)] + 2 - [2a/(W-a) + 1]} \quad (4)$$

ここで、 n : クリープ指数、 P : 荷重、 W : 試験片板幅、 B_n : サイドグループ底の板厚、 $d\delta/dt$: 荷重線変位速度、 a : き裂長さである。

3 結果および考察

3.1 316 ステンレス鋼の長時間き裂成長挙動

Fig. 2 に 650°C, 5.22 kN で試験したときのクリープき裂長さ Δa と荷重線変位 δ の時間変化を示す。図示のようにこの試験により、試験時間約 11000 時間のクリープき裂成長データを得た。Fig. 2 の両曲線には、図中 A-B, B-C のそれぞれの領域において2段の定常域がみられ、B 点(約 2000 h)において曲線が屈曲している。これは Fig. 2 中に示した da/dt , $d\delta/dt$ の時間変化からも明らかである。316 ステンレス鋼のクリープ曲線では、2段の定常域が観察される場合があり、この屈曲点は Laves 相の析出と関連していると解釈されている。Fig. 2 の B 点付近での曲線の屈曲は、Laves 相の析出によってクリープ変形抵抗が低下したためと考えられる。

Fig. 3 は 750°C, 1.88 kN で試験したときの Δa と δ

Fig. 2. Change in creep crack length and load line displacement at 650°C, 5.22 kN.

の時間変化を示す。試験時間約 15000 時間のデータが得られた。

Fig. 2 と Fig. 3 の試験結果から得られたクリープき裂成長速度 (da/dt) と C^* パラメータとの関係を Fig. 4 に示す。本研究により、 C^* 値が 10^{-3} kJ/m²h オーダーのクリープき裂成長データを得ることができた。なお、Fig. 4 には、本研究と同じ材料について同じ試

Fig. 3. Change in creep crack length and load line displacement at 750°C, 1.88 kN.

Fig. 4. Relationship between creep crack growth rate da/dt vs. C^* parameter.

⇒ Crack propagation

Fig. 5. Morphology near creep crack growing portion of CT specimens.

験片を用いて、650°C、5.89 kN および 6.27 kN（破断時間 2080 および 1650 h）、750°C、2.26 kN および 2.97 kN（破断時間 2200 および 710 h）で比較的短時間の試験を行った結果を示すとともに、今までに 304 ステンレス鋼について種々の試験片を用いて求められたデータ¹²⁾もバンドで示す。650°C、5.22 kN の長時間データは、Fig. 2 で 2 段の定常域が現れたことと対応して、き裂成長初期の挙動が複雑になっている。

クリープき裂長さおよび荷重線変位の時間変化の定常から加速域に対応する部分のクリープき裂成長速度を比較してみると、650°C、5.22 kN の長時間データは、同じ温度の高荷重試験（6.27 kN および 5.89 kN）で得られるクリープき裂成長速度より約 2 倍速い値を示している。750°C、1.88 kN および 2.26 kN のクリープき裂成長は、650°C、6.27 kN および 5.89 kN の場合に比べて約 5 倍速いき裂成長速度を示している。

Fig. 5 に、650°C、5.89 kN および 5.22 kN、750°C、2.26 kN で試験した CT 試験片のき裂成長面近傍での破壊の様相を示す。650°C、5.89 kN で試験したものは粒内破壊であり、き裂成長面近傍には粒界クリープ損傷がほとんど観察されなかった。これに対し、5.22 kN で試験したものでは、主き裂成長面近傍に多くの粒界損傷が見られた。これらの粒界損傷は、Fig. 6 に示すように粒界析出物（ $M_{23}C_6$ および σ 相）とマトリクスとの界面に生成したキャビティが成長・合体した

Fig. 6. Microstructure near creep crack growing portion in CT specimen tested at 650°C, 5.22 kN.

ものである。750°C、2.26 kN ではさらに粒界損傷が著しくなっている。高温・長時間側では粒界析出物が粗大化し、これに伴って粒界損傷の程度が激しくなっていることから、Fig. 4 に示したような同一 C^* 値に対するクリープき裂成長速度の各試験条件による差は、この粒界損傷の程度と関連していると考えられた。そこで、低温・高荷重側での試験結果¹³⁾も含めて、クリープき裂成長速度とクリープ破壊機構との関連性について検討した。

3・2 316 ステンレス鋼のクリープき裂成長速度とクリープ破壊機構との関連性

Fig. 7 は供試材 316 ステンレス鋼について、平滑丸棒試験片を用いて得られた応力と破断時間との関係（白ぬきのプロット）を示す。図中には平滑丸棒試験片で観察されたクリープ破壊様式を分類して、その領域を示してある。本供試材は、低温・高応力側ではくさび型き裂の生成・成長による粒界破壊、高温・低応力側ではキャビティの生成・成長による粒界破壊、その間の領域では粒内破壊であった。図中の黒ぬりのプロットは CT 試験片の試験応力と破断時間との関係を示す。なお、CT 試験片の場合の試験応力としては、便宜上、試験開始時の正味断面応力 σ_g を使った。プ

Fig. 7. Relationship between stress vs. time to rupture of round bar specimen and CT specimen.

ロットの添字は, CT 試験片のき裂成長面で観察された破壊様式を示す. CT 試験片でみられた破壊様式の温度および応力依存性は, 平滑丸棒試験片の場合と同じ傾向であった.

Fig. 7 に示したクリープき裂成長試験結果から, クリープき裂成長速度と C^* パラメータとの関係を求めた. その結果を Fig. 8 に示す. $da/dt-C^*$ 関係は約 5 倍の範囲内のばらつきで整理できているが, そこには破壊様式の依存性がみられる. すなわち, くさび型き裂による粒界破壊領域に対応した荷重条件の場合の da/dt はデータのばらつきの上限に, 粒内破壊領域に対応した荷重条件の場合の da/dt は下限にある. キャビティ型の粒界破壊領域に対応した荷重条件の場合の da/dt は, 粒内破壊の場合より速く, 荷重条件によってはくさび型き裂による粒界破壊の場合と同程度の速さとなっている. このようにクリープ破壊様式によってクリープき裂成長速度に差が現れる原因の 1 つとして, 破断延性の違いが考えられる.

Fig. 9 は平滑丸棒試験片のクリープ破断絞り値と破断時間との関係を示す. 破断絞り値はクリープ破壊様式と関係があり, くさび型き裂による粒界破壊では約 20%, 粒内破壊では 70~80%, キャビティ型の粒界破壊では 50~60% である.

Fig. 8. Relationship between creep crack growth rate da/dt vs. C^* parameter.

Fig. 9. Relationship between reduction of area vs. time to rupture of round bar specimen.

Fig. 10. Relationship between da/dt at $C^*=1$ kJ/m²h vs. reduction of area of round bar specimen corresponding to the same time to rupture as the CT specimen.

大規模クリープ状態でのクリープき裂成長速度と C^* パラメータとの関係は次式のように表される.

$$\frac{da}{dt} = BC^{*\beta} \quad (5)$$

Fig. 10 は, Fig. 8 に示した $da/dt-C^*$ 関係から求められた $C^*=1$ kJ/m²h に対応するクリープき裂成長速度 (式 (5) の B の値に対応する) と, 各 $da/dt-C^*$ 関係を得るために行ったクリープき裂成長試験と同じ温度で等しい時間で破断した平滑丸棒試験片の破断絞り値との関係を示す. なお, Fig. 7 に示すように, 650°C・短時間側では平滑丸棒試験片の場合の破壊は粒内であったが, クリープき裂成長試験の場合にはくさび型き裂による粒界破壊であった. このため, Fig. 10 の表示に際しては, この場合の結果は破断絞り値を 20% として図示した.

$da/dt-C^*$ 関係が破断延性値に依存することについて, Nikbin らは次式の関係を導入している.

$$\frac{da}{dt} = \frac{8.45 \times 10^{-3}}{\epsilon_f^{*14}} C^{*0.85} \quad (6)$$

ここで da/dt は mm/h, C^* は kJ/m²h の単位をもつ. ϵ_f^* はクリープ破断延性である. 式 (6) で示される関係を Fig. 10 中に破線で示す. Fig. 10 から, くさび型き裂による粒界破壊の場合 (図中 W で示す) と, 粒内破壊の場合 (図中 T で示す) とのクリープき裂成長速度の差は, 両破壊条件での破断延性値の差によって説明できると考えられる. 一方, キャビティ型の粒界破壊をする場合 (図中 C で示す) には, 高温・低荷重側ほどき裂成長速度は速くなる傾向があり, 式 (6) の予測よりも速い値となっている. このことは, 粒界損傷のより著しい高温・低荷重試験の場合にクリープき裂成長速度が速くなる理由を, 破断延性値の低下からだけでは十分説明できないことを示している.

Fig. 11. Microscopical features of creep crack tip observed in CT specimens interrupted.

Fig. 11 は、550°C、9.36 kN、750°C、2.97 kN および 800°C、1.87 kN でクリープき裂成長試験を行い、き裂成長が加速し始めたあたりで試験を中断し、き裂先端付近を試験片から切り出し、き裂先端断面を観察したものである。くさび型き裂による粒界破壊の場合には鋭い単一のき裂が進展しているのに対し、キャビティ型の粒界破壊に対応する高温・低荷重試験条件の場合には、主き裂先端で粒界損傷域が観察された。き裂先端での損傷様式の観察結果から、くさび型き裂による粒界破壊および粒内破壊に対応する荷重条件の場合には、単一のき裂が成長しており、その場合には式(6)中のクリープ破断延性値の修正によって、各破壊様式ごとのクリープき裂成長速度を説明できた。しかし、キャビティ型粒界破壊に対応する荷重条件の場合には、観察されたような、主き裂先端に粒界損傷域が形成される場合には、式(6)中のクリープ破断延性値による修正のみではクリープき裂成長速度を説明できないことがわかった。このことから、高温・長時間のクリープき裂成長速度の評価にあたっては、き裂先端に形成されるクリープ損傷域の影響も考慮に入れた取り組みが必要であると考えられる。

4 結 言

316 ステンレス鋼について CT 試験片を用いて、長時間クリープき裂成長試験を行い、クリープき裂成長挙動を破壊メカニズムとの関連から検討した。主な結果は以下のようである。

(1) 650°C および 750°C で試験時間 10000 h を越える長時間クリープき裂成長試験を行い、 C^* 値が 10^{-3}

$\text{kJ/m}^2\text{h}$ オーダーのクリープき裂成長速度データを得た。この場合の破壊モードはキャビティ型の粒界破壊であり、そのき裂成長速度は 650°C で粒内破壊した場合のものより速かった。

(2) $da/dt-C^*$ 関係は破壊様式に依存しており、くさび型き裂による粒界破壊の場合のクリープき裂成長速度が最も速く、粒内破壊の場合は最も遅かった。長時間試験結果を含むキャビティ型の粒界破壊の場合には、粒内破壊の場合よりも速く、荷重条件によってはくさび型き裂による粒界破壊の場合と同程度の速さを示した。

(3) くさび型き裂による粒界破壊と粒内破壊でのクリープき裂成長速度の差は、破断延性の違いによって説明できた。

(4) キャビティ型の粒界破壊によって主き裂が成長した場合には、き裂先端での粒界損傷が著しい条件ほどき裂成長速度は速かった。このような破壊様式の場合のき裂成長速度は、延性の低下だけでは説明できなかった。このことから、高温・長時間側のクリープき裂成長速度の評価にあたっては、き裂先端に形成される損傷域の影響も考慮に入れた取り組みが必要であると考えられた。

(平成 3 年 9 月 27 日 第 6 回破壊力学シンポジウムにて講演)

参 考 文 献

- 1) J. D. Landes and J. A. Begley, Mech. of Crack Growth, ASTM STP 590, 128 (1976).
- 2) M. P. Harper and E. G. Ellison, J. Strain Analysis, 12,

- 167 (1977).
- 3) 小寺沢良一, 森 時彦, 材料, **26**, 948 (1977).
- 4) 大路清嗣, 小倉敬二, 久保司郎, 日本機械学会論文集, **44**, 382 (1978).
- 5) R. Ohtani and S. Taira, Trans. ASME, J. Eng. Mat. Tech., **110**, 369 (1979).
- 6) 例えば, NRIM Creep Data Sheet 4B (1986).
- 7) 田中秀雄, 村田正治, 新谷紀雄, 鉄と鋼, **74**, 2009 (1988).
- 8) 周 璋生, 大谷隆一, 北村隆行, 第28回高温強度シンポジウム前刷集, p.77 (1990).
- 9) H. A. Ernst, ASTM STP 790, 1 (1983).
- 10) 大場敏夫, 八木晃一, 田中千秋, 久保 清, 材料, **36**, 117 (1987).
- 11) 坂本正雄, 八木晃一, 森下 弘, 久保 清, 門馬義雄, 田中千秋, 材料, **39**, 674 (1990).
- 12) K. Sadananda and P. Shahinian, Eng. Frac. Mech., **15**, 327 (1981).
- 13) M. Tabuchi, K. Yagi and T. Ohba, ISIJ International, **30**, 847 (1990).
- 14) K. M. Nikbin, D. J. Smith and G. A. Webster, Trans. ASME, J. Eng. Mat. Tech., **110**, 369 (1979).

書 評

“レアメタル”

——機能材料の金属元素——

長谷川 良 祐 (著)

(1992年, 産業図書(株)発行, B 6 判, 194ページ, 1751円)

レアメタルとは天然賦存量がもともと少ない金属の総称であり, 周期表での元素の分類からみるとそのほとんどが遷移元素と半導体・半金属元素であり, 合金や化合物の状態になると磁氣的, 電気的あるいは熱・化学的に特異な性質を発現する。レアメタルの用途は機能材料の構成元素と構造材料の添加元素とに大別できる。後者は前者に比して需要量が圧倒的に多く, 産業の基盤である鉄鋼材料の高性能化には不可欠である。ビスマスを除くと我が国のレアメタル資源は乏しいが, 消費の点では, 産業構造の転換に伴い, 我が国は経済とともに世界の1割国家である。我が国の次世代経済基盤は新素材, マイクロエレクトロニクス, バイオケミストリーを柱とする先端技術といわれており, レアメタルとその応用が今後ますます重要になると考えられる。

本書は上述の観点に立って構成されたレアメタルに関する解説書であり, 8章までに基礎から応用までがまとめられている。第1章から第3章まではレアメタルに関する一般的な事柄であって, 元素と周期表, レアース(希土類元素), 元素の金属性と金属結合, レアメタルの内容, レアメタルの資源および製錬技術などが解説されている。

第4章から第6章まではレアメタルの電子物性が係わる応用であって, 半導体の定義, 実用半導体の性質, 半導体素子とデバイス, 半導体におけるレアメタル単体あるいは化合物などの役割が解説されている。

第5章は超電導レアメタルであって, 超電導の発見, 超電導の物理的特徴, 超電導材料の三大特性, レアメタルの役割, 超電導の応用などが解説されている。

第6章は磁性元素であって, 磁性材料の特性と分類, 永久磁性材料, 磁気記憶・記録材料, 磁気応用材料, 磁気冷凍材料などが解説されている。

第7章はその他の応用であって, 耐熱性に関するレアメタルの効果, 触媒機能としてのC₁化学との係わり, 環境浄化触媒, ニューセラミックス, ニューガラスなどが解説されている。

終章はレアメタルの高純度化のニーズ, 技法, 純度評価と化学計測法などが解説されている。全体としてレアメタルとその応用に関して豊富な資料とともによくまとめられており, レアメタルに関する専門的知識を総括するのに適当な一書である。

(奈良工業高等専門学校 有間 淳一)