経年模擬ステンレス鋼の機械的特性評価*

(第1報, 経年模擬二相ステンレス鋼の疲労特性および靱性評価)

榎本 邦夫^{*1}, 坂田 信二^{*1}, 大高 正廣^{*1}
林 真琴^{*1}, 斎藤 英世^{*2}

Evaluation of Mechanical Properties of Stainless Steel after Simulated Service Conditions (1st Report, Evaluating Fatigue Properties and Fracture Toughness of Duplex Stainless Steel after Simulated Service Conditions)

Kunio ENOMOTO, Shinji SAKATA, Masahiro OTAKA,
Makoto HAYASHI and Hideyo SAITO

The effects of long-term aging on mechanical properties of CF 3 M duplex stainless steel and D 308 L weld metal were investigated to predict the remaining life of in-service cast components under operating conditions. This paper reports on a tensile test, a fatigue test, fatigue crack growth test, a Charpy impact test, and a J_{IC} toughness test conducted on these materials aged for up to 10 000 hours at temperatures from 623 K to 743 K. The effects of aging conditions on mechanical strength of duplex stainless steel and D 308 L weld metal can be evaluated by considering the aging phenomenon to be a thermally activated process described by an Arrhenius relation.

Key Words: Tensile Property, Fatigue Strength, Fatigue Crack Propagation, Impact Toughness, Fracture Toughness, Thermal Aging, Duplex Stainless Steels

1. 緒 言

経年プラントの長期間にわたる健全性と信頼性を確保し, 長寿命化を図るためには, プラント機器材料の余寿命評価が重要な課題となる。このために, (1)機器の長期使用下での材料の機械的特性変化の把握, (2)そのメカニズム解明, および(3)その早期検出に関する技術開発が望まれている。特に, プラントの構造材料については, その強度特性の経年変化の解明が必要である。

二相ステンレス鋼は, オーステナイト(γ)相とフェライト(α)相から成り, 高強度で, かつ, 耐食性, 耐応力腐食割れ性および溶接性に優れている。そのため, 石油・化学プラント等のポンプや弁のケーシングをはじめ配管に使用されている⁽¹⁾。しかし, フェライト相を含むために, 製作時や溶接時の熱処理過程で, シグマ相析出やフェライト相の二相分離を生じ, 材料の硬さと強度は高くなるが, 靱性低下を招くことがある^{(2)~(4)}。特に, 475°C脆性と呼ばれるフェライト相の

二相分離(Cr-rich α' 相と Fe-rich α 相)による脆化は, 475°C(748 K)以下の低温度でも長時間保持されると起り得る。このため, 経年機器の健全性を確保して運転を継続するためには, この脆化現象が考慮すべき重要課題となっている。

これまで, 熱時効とシャルピー衝撃特性を中心とした靱性の検討が種々なされている。また, 脆化機構に関しても, フェライト相の二相分離に加えて析出物に関する検討がなされ, 微視的な分析によって重要な知見が得られつつある^{(3)~(5)}。しかし, 余寿命評価上, 不可欠な強度特性については十分とはいえない。

そこで本報では, 経年機器の余寿命評価手法の開発を目的として, 機器の長期使用を模擬して熱時効した二相ステンレス鋼について, 疲労寿命を評価する上で必要となる機械強度特性を検討した。

2. 経年模擬材の製作

2.1 供試材 供試材として, 2種類のCF 3 M遠心力铸造管, およびD 308 L溶接棒で被覆アーク溶接した配管を用いた。表1に供試材の化学成分とフェライト量(磁気誘導法で計測)を示す。

2.2 経年模擬熱処理方法 供試材の経年模擬熱時効処理方法および試験片採取方法を図1に示す。

* 平成元年9月29日 日立地方講演会において講演, 原稿受付 平成5年3月5日。

^{*1} 正員, (株)日立製作所機械研究所(〒317 日立市幸町3-1-1)。

^{*2} (株)日立製作所日立工場(〒317 日立市幸町3-1-1)。

表 1 供試材の化学成分およびフェライト量

	Chemical Compositions (wt%)									Ferrite (%)
	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo	Co	
CF3M-A	0.01	1.25	0.63	0.010	0.006	9.54	20.3	2.14	0.03	25
CF3M-B	0.02	1.39	0.59	0.018	0.006	9.67	20.7	2.30	0.04	32
D308L*	0.04	0.41	1.53	0.024	0.015	9.23	20.4	0.05	0.09	11

* Shielded Metal Arc Weld

(a) CF3M材の定変位四点曲げ熱時効(恒温槽中)

(b) 被覆アーク溶接管熱時効(直巻ヒータ加熱)

図 1 経年模擬熱処理方法および試験片採取方法

CF3M 鋼の場合、供試管の軸方向から採取した角棒に、ボルト締めによって、実機負荷を模擬した定変位の 4 点曲げ荷重(ひずみ=0.4%)を加えて、恒温槽中で熱時効を施した。

D308L 溶接金属の場合、残留応力および溶接変形を残したままの突き合わせ溶接管の外表面にヒータを取付けて熱時効を施した。

熱時効は、温度を 598 K から 748 K、保持時間を 200 h から 10 000 h の組合せ条件で実施した。

温度と時間の異なる熱時効条件を比較するために、一定の温度(673 K)で熱時効した場合の熱時効時間に置き換えた等価熱時効時間⁽⁴⁾を用いて実験結果を整理した。

等価熱時効時間としては、脆化の熱活性化過程が、Arrhenius の式に依存し、次式⁽⁴⁾に従うとして求めた。

$$t_{eq} = t \cdot \exp\left\{\frac{U}{R}\left(\frac{1}{673} - \frac{1}{T}\right)\right\} \quad \cdots \cdots (1)$$

ここで、 t_{eq} : 673 K 熱時効に基準化した等価熱時効時間(h)、 t と T : 実際に施した熱時効時間(h)と温度(K)、 U : 活性化エネルギー(kJ/mole)、 R : ガス定

数である。活性化エネルギーは、二相ステンレス鋼の化学成分を基にした次式⁽⁴⁾から求めた。

$$U(\text{kJ/mole}) = -182.6 + 19.9\text{Si} + 11.08\text{Cr} + 14.4\text{Mo} \quad \cdots \cdots (2)$$

ここで、Si, Cr, Mo は、化学成分(重量%)である。各供試材の U は、CF3M-A で 98 kJ/mole、CF3M-B で 107 kJ/mole、D308L: 52 kJ/mole となる。なお、式(2)は、オーステナイト相とフェライト相から成る二相ステンレス鋼に関する提案式である。D308L 溶接金属もオーステナイト相とフェライト相(約 11%)の二相から成り、一種の鑄造組織であることから、式(2)を適用した。

これらの U から、673 K での熱時効温度に換算した等価熱時効時間を用いて供試材の経年模擬熱処理時間を表すと、500 時間から 20 000 時間となる。

3. 実験方法

3.1 供試試験片 図 1 に示す経年模擬材から、引張試験片(直径 4 mm)、疲労試験片(直径 8 mm)、疲労き裂進展 CT 試験片(板厚 6.5 mm)、V 切欠き付シャルピー衝撃試験片、および弾塑性破壊靱性 CT 試験片(板厚 6.5 mm)を採取した。

CF3M 鋼試験片は、負荷ひずみの影響をみるために、四点曲げ熱時効材の中立軸からの位置を変えて採取した。D308L 溶接金属の引張試験片および衝撃試験片は、溶接管の内表面に近接させて、破壊靱性試験片は、溶接部板厚が CT 試験片の幅となるようにして採取した。

3.2 試験方法 引張試験は室温(約 296 K)にて行った。シャルピー衝撃試験は、遷移特性をみるために 77 K から 573 K の試験温度範囲で行った。疲労試験は、完全両振り軸方向ひずみ制御で、室温大気中にて行った。疲労き裂進展試験は、低 ΔK 側では K 値制御 ΔK 漸減、中および高 ΔK 側では荷重制御 ΔK 漸増により、応力比 $R=0.1$ で、室温にて行った。弾塑性破壊靱性試験は室温で、複数試験片法により行った。

4. 実験結果および検討

4.1 引張試験 等価熱時効時間で整理した引張試験結果を図 2 に示す。

図 2 引張試験結果

図 3 CF3M-B 材の両振ひずみ制御疲労試験結果(室温)

CF3M-A 鋼の場合、748 K $\times$ 2500 h 熱時効によって引張強さ σ_B は約 150 MPa 上昇し、伸び δ と絞り ϕ は約 35% 低下したが、降伏応力 $\sigma_{0.2}$ はほとんど変わらなかった。この時効材の α 相と γ 相の硬さを測ったところ、 α 相の硬さは約 475 Hv と得られ(未時効材 α 相：約 190 Hv)、著しく硬化していた。しかし、 γ 相の硬さは、約 200 Hv であり、未時効材とほとんど変わらなかった。引張強さの増大、伸びおよび絞りの減少は、 α 相の硬化のためと考えられる。降伏応力は、 γ 相の硬さに支配され、変化しなかったと考えられる。

また、同図より、熱時効中のひずみ負荷が異なっても機械的性質に差がないことが分かる。これから、 $\pm 0.3\%$ 程度のひずみ負荷は、熱時効材の機械的性質に

影響を及ぼさないとと言える。

次に、D308L 溶接金属の場合は、降伏応力、引張強さ、および絞り共にほとんど変化していない。これは、フェライト量が少ないために、時効硬化が生じにくいことによると考えられる。

4.2 疲労試験 CF3M-B の 723 K $\times$ 5280 h 熱時効材との未時効材の低サイクル疲労試験結果を図 3 に示す。

熱時効材の疲労強度は、未時効材と比較して強度低下がみられず、むしろ、未時効材より高強度・長寿命側となっている。本熱時効材は、時効硬化により引張強さが未時効材に比して約 150 MPa 程高くなっており、これに対応して疲労強度も上昇したと考えられる。荻山ら⁽⁶⁾も各種熱時効材の疲労強度を調べ、未時効材と同等程度以上の強度を得ている。これらのことから、熱時効は二相ステンレス鋼の疲労強度特性に悪影響を及ぼさないとみてよからう。

4.3 疲労き裂進展試験 748 K および 723 K で熱時効した CF3M 鋼の疲労き裂進展試験結果を未時効材と比較して、図 4 に示す。

図 4 (a) より、熱時効試験中のひずみ負荷が異なっても、疲労き裂進展特性に顕著な差はなく、ひずみ負荷の影響はないことが分かる。そのため、図 4 (b)、(c) ではひずみ負荷の区別をせずに示した。

まず、図 4 (b)、(c) より、低 ΔK 領域においては、熱時効材のき裂進展速度は未時効材に比べて著しく低

図4 CF3Mの疲労き裂進展特性試験結果

(a) 未時効材

(b) 748K×2500h 熱時効材

図5 CF3M-B材の疲労破面

速になり、き裂進展限界も高くなっている。図5に示すこの領域での破面写真から分かるように、熱時効材の破面の凹凸は、未時効材よりも粗い様相を呈している。図6に示すように、熱時効材では、 γ 相と α 相を貫通するき裂の他に、 α 相に突き当たったき裂がここで屈曲して進展方向を変え、 γ - α 境界に沿って進展するき裂、あるいは、ここで分岐するき裂がかなり見られた。このため、時効材には粗さ誘起き裂閉口が観察された。一方、未時効材のき裂は直線的でき裂閉口もみられなかった。これらのことから、熱時効による低

(a) 主き裂から分岐したき裂

(b) 主き裂

$\Delta K=12\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ $da/dN=1.2\times 10^{-9}\text{m/cycle}$
 T_{α} : α -Transgranular I_{α} : Intergranular
 T_{γ} : γ -Transgranular B: Branching
 α : Ferrite Phase γ : Austenitic Phase

図6 熱時効材の低 ΔK の疲労き裂(CF3M-B)
(723K×2950h, 板厚/2断面をしょう酸エッチ)

ΔK でのき裂進展抑制は、き裂の屈曲および分岐による K 値低下と、き裂閉口による ΔK 低下によって起こったと考えられる。

図7 CF3M材の疲労き裂進展速度式の定数 C , n

$da/dN = 1.1 \times 10^{-6} \text{ m/cycle}$

(a) 748 K x 2500 h 時効

$da/dN = 5.0 \times 10^{-7} \text{ m/cycle}$

(b) 未時効

C: Cleavage S: Striation 10 μm
D: Dimple $\Delta K = 47 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$

図8 熱時効材と未時効材の高 ΔK 疲労破面
(CF3M-B, 疲労破面をしょう酸エッチ)

次に、疲労き裂の安定進展領域についてみると、ここでは、熱時効材、未時効材共に、 $da/dN = C\Delta K^n$ が成立っている。そこで、定数 C 、べき数 n を求め、等価熱時効時間との関係で熱時効材と未時効材を比較して図7に示す。これより、熱時効時間が最も短い $t_{eq} = 1900 \text{ h}$ でも熱時効材の C 値と n 値は、未熱時効材とは大きく変化し、熱時効の影響が明りょうに認められる。しかし、実験の時効範囲では、時間の延長に伴う C 値、 n 値の変化は少なく、 C 値が緩やかな低下傾向を示すだけで、 n 値はほとんど一定である。き裂進展特性変化は熱時効のかなり初期に始まって飽和し、その後の変化は緩やかになることを示している。

高 ΔK 領域においては図4に示すように、熱時効材のき裂進展速度は、未時効材より高速となり、かなり加速効果が認められる。この領域での破面 SEM 写真を図8に示す。熱時効材の場合、 γ 相内のき裂は、延性的なストライエーションとディンプルとを形成しながら進展している。しかし、 α 相内では、へき開破面を形成しながら急速に進展している。一方、未時効材では、 γ 相、 α 相の区別なしに、ストライエーションを形成しながら進展している。このことから、高 ΔK 領域に

(a) CF3M-A 材

(b) D308L-溶接金属

図9 シャルピー衝撃試験結果

おけるき裂進展加速は、 α 相の時効脆化のために、局部的にへき開破壊で進展することによって生じたものと考えられる。

4.4 衝撃試験 シャルピー衝撃試験で求めた遷移特性曲線を図9に、273 Kにおける吸収エネルギー E と 673 K 等価時効時間の関係を図10に示す。

CF 3 M 鋳鋼の場合、熱時効によってかなり顕著に

図10 吸収エネルギーと熱時効時間の関係

(a) 破断面

(b) 破断面近傍二次割れ

G:Glide Plane Decoherence C:Cleavage
S_p: α/γ -Separation D:Dimple

図11 CF 3 M-A 材の 173 K 衝撃試験破断面 (748 K×200 h 熱時効, しゅう酸エッチ)

吸収エネルギーが低下する。しかし、ひずみ負荷による脆化加速が懸念されたが、ひずみ負荷は熱時効脆化に影響しないことが分かった。

D 308 L 溶接金属の場合、樹枝状晶を引き裂くように切欠きを加工したために、未時効材そのものの靱性は低い。しかし、フェライトが少ないために熱時効による低下は、CF 3 M に比して少ない。

図11示す 273 K 衝撃試験破面と破面近傍の二次割れのしゅう酸エッチ破面写真から、脆性破壊は、 α 相のへき開破壊と α/γ 相境界の分離破壊によって生じていることが分かる。また、 α 相内部に多数のエッチピットが生じ、 α 相内部の局所的な耐食性が不均一になっていることを示している。このことは、 α 相の相分離および G 相(Ni, Si リッチ相)や炭化物の分散析

図12 CF 3 M-A 材の破壊靱性試験結果

図13 D 308 L 溶接金属の破壊靱性試験結果

図 14 破壊靱性値と 673 K 等価熱時効時間の関係

出によって、 α 相が脆化し^{(3)~(5)(7)}、さらに、腐食に対する感受性が高まるとの指摘⁽⁷⁾を支持するものと言える。

これに対して、 γ 相の破壊は、すべり面分離とディンプルを伴って、延性的に破壊している。4・1節で述べたように γ 相は硬化していないことから、 γ 相は脆化しないものと考えられる。

4・5 弾塑性破壊靱性試験 室温における弾塑性破壊靱性試験結果を図 12 から図 14 に示す。CF 3 M 鋳鋼の未時効材の靱性値が invalid となったが、その他はすべて J_{IC} と判定された。

CF 3 M 鋳鋼の場合、熱時効によって破壊靱性値はかなり低くなる。例えば、温度 748 K、2 500 h の時効材の靱性値は未時効材のほぼ 1/10 となる。また、ひずみを負荷した状態で熱時効しても、データに有意差はみられず、ひずみ負荷による脆化加速はないとみてよい。

図 10、図 14 から、シャルピー吸収エネルギーおよび破壊靱性は、どちらも等価熱時効時間の -0.5 乗にほぼ比例しており、両者のよい相関性を示唆している。

D 308 L 溶接金属の場合、CF 3 M に比べて、未時効材の靱性値は低い。しかし、熱時効による低下はわずかで、長時間時効後には、CF 3 M の靱性値とは大差なくなる。また、未時効材に関しては Mills 等の結果⁽⁸⁾と大差ない靱性値であった。

5. 評価

余寿命予測の観点から、CF 3 M 鋳鋼について疲労強度特性、疲労き裂進展特性、および破壊靱性を評価する。

疲労強度は、図 3 に示したように経年模擬熱処理によってやや上昇した。したがって、未時効材の疲労特

性曲線を用いることによって、保守的な評価が可能である。

疲労き裂進展速度は、経年模擬熱処理によって、低 ΔK 領域で抑制され、高 ΔK 領域で加速された。中間領域のき裂進展速度については、時効条件を考慮した評価式が、図 7 から次式のように得られる。

$$da/dN = (3.8 \times 10^{-14}) t_{eq}^{-0.27} \Delta K^{5.15} \dots\dots\dots (3)$$

$$1\,000\text{ h} \leq t_{eq} \leq 20\,000\text{ h}$$

破壊靱性値評価式は、上と同じく等価熱時効時間を用いて、図 14 から次式のように得られる。

$$J_{IC} = (1.33 \times 10^4) t_{eq}^{-0.53} \dots\dots\dots (4)$$

$$200\text{ h} \leq t_{eq} \leq 20\,000\text{ h}$$

6. 結 言

二相ステンレス鋳鋼 CF 3 M および D 308 L 溶接金属の強度特性に及ぼす熱時効の影響を調べた。得られた結果を以下に示す。

(1) 熱時効によって、CF 3 M 鋳鋼の引張強さは上昇し、伸び、絞りとは低下し、疲労強度は若干向上する。き裂進展速度は、低 ΔK 域では抑制され、高 ΔK 域では加速され、進展機構も変化する。シャルピー切欠き靱性および弾塑性破壊靱性値は低下する。

(2) CF 3 M 熱時効材の上記強度特性に及ぼす時効中におけるひずみ負荷の影響は認められない。

(3) 熱時効によって D 308 L 溶接金属の降伏応力、引張強さおよび絞りはほとんど変化しない。シャルピー切欠き靱性および弾塑性破壊靱性値は共に若干低下する。

(4) 熱時効材の強度特性に及ぼす時効条件の影響は、Arrhenius の式に基づく等価熱時効時間でよく表せる。

文 献

- (1) Joly, A., Stainless Steel Castings, ASTM STP, 756 (1982), 48.
- (2) 前原・ほか 3 名, 鉄と鋼, 3(1981), 147.
- (3) Trautwein, A. and Gysel, W., Stainless Steel Castings, ASTM STP, 756(1982), 165.
- (4) Chopra, O. K. and Chung, H. M., Nuclear Engineering and Design 89(1985), 305, Elsevier Science Publishers.
- (5) Chopra, O. K. and Chung, H. M., NUREG/CP-M, Vol. 3(1989), 519.
- (6) 荻山・ほか 2 名, 材料, 36-401(1987), 35.
- (7) 吉村・ほか 2 名, 機論, 57-542, A(1991), 265.
- (8) William, J. M., Fracture Mechanics, ASTM STP, 969 (1989), 330.