レーザ干渉法を用いた SUS304 鋼における下限界 近傍での高温疲労き裂伝ば挙動の検討*

(第1報, き裂開閉口挙動)

大 路 清 嗣^{*1}, 久 保 司 郎^{*2}, 中 井 善 一^{*3}
田 村 栄 一^{*4}, 塩 谷 昇 史^{*5}, Tanoh Ange Privat KACOU^{*6}

Near-Threshold Fatigue Crack Growth Behavior of SUS304 Steel at High Temperatures Using Interferometric Strain/Displacement Gage

(1st Report, Crack Closure Behavior)

Kiyotsugu OHJI, Shiro KUBO, Yoshikazu NAKAI,
Eiichi TAMURA, Shoji SHIOTANI and Tanoh Ange Privat KACOU

Fatigue crack growth tests using center-cracked specimens [M(T) specimens] of SUS304 steel were conducted to examine the behavior of fatigue crack growth in the near-threshold regime at 450, 550, 650, and 700°C. Using the interferometric strain/displacement gage (I. S. D. G.), the crack closure behavior, which was thought to be significant due to oxide film accumulated on crack surfaces, was examined. It was shown that the crack closure level was measured with good accuracy even at high temperatures by I. S. D. G. modified using a platinum plate and a filter. It was found from the behavior observed at 650°C that crack closure did not occur at $R=0.5$, and that changes in the behavior of crack growth rate, da/dN , corresponded to those in the behavior of crack opening ratio, U , at each test temperature.

Key Words: Fatigue, Crack Propagation, Crack Closure, High Temperature, Fatigue Threshold, SUS304, M(T) Specimen, Interferometric Strain/Displacement Gage

1. 緒 言

火力発電プラントなどの高温機器・構造物の大形化・高性能化が進み, また省資源・低コストが重要視される中, 使用される部材をとりまく環境は過酷さを増している。このため, 高温下での材料の挙動に対する関心も高まり, その挙動把握の研究が進められている。

高温条件下での疲労き裂伝ば挙動に関しても, 多くの研究がこれまでになされている^{(1)~(20)}。その結果によれば, 高温における疲労き裂伝ば挙動は, 繰返し数依存形と時間依存形に分かれ, 前者には, 室温の場合と同様に下限界が存在する。また, 高温条件下においては, き裂面に酸化物堆積が生じやすく, それが原因となり生じるいわゆる酸化物誘起き裂閉口^{(21)~(23)}が顕著になると考えられる。塑性誘起き裂閉口⁽²⁴⁾と合わせて, き裂閉口現象はき裂伝ば速度が極めて小さく

なる下限界近傍において非常に重要となる。したがって, 高温条件下での下限界近傍の疲労き裂伝ば挙動の把握において, き裂開閉口測定による開閉口挙動の把握が重要となる。

室温でのき裂開閉口測定は, そのほとんどが試験片に直接的にセンサを接触させることにより, き裂開閉口の情報を得ている。この種の手法を高温に適用することはセンサの耐熱性の面で困難である。そこで, 高温への適用が可能なき裂開閉口測定手法として, 試験片に直接センサを接触させることなく, 試験片に打たれたビッカース圧痕からのレーザ反射光からき裂開閉口変位を得るレーザ干渉法⁽²⁵⁾⁽²⁶⁾が注目されている。高温疲労き裂伝ば挙動の検討に対する同手法の適用に関する研究も散見される⁽²⁰⁾。この手法を用いることにより, 高温条件下においてもき裂開閉口測定が可能になると考えられ, 高温条件下での下限界近傍の疲労き裂伝ばの開閉口挙動および疲労き裂伝ば挙動の温度依存性などが明確になると期待される。

本研究では, オーステナイト系ステンレス鋼 SUS 304 を用いて, 450~700°Cの温度域において, き裂閉口現象を含む疲労き裂伝ば試験を行った。き裂長さの測定には交流電位差法を, またき裂開閉口測定には, 前述のレーザ干渉法を用いた。そして, 得られた

* 1993年3月15日 関西支部第68期定時総会講演会において講演, 原稿受付 1996年8月12日。

^{*1} 正員, 龍谷大学理工学部 (〒520-21 大津市瀬田大江町横谷1-5)。

^{*2} 正員, 大阪大学工学部 (〒565 吹田市山田丘2-1)。

^{*3} 正員, 神戸大学工学部 (〒657 神戸市灘区六甲台町1-1)。

^{*4} 正員, 大阪大学大学院。

^{*5} 日本鋼管(株) (〒721 福山市鋼管町1)。

^{*6} 正員, 元: 大阪大学大学院。

結果から、レーザ干渉法の高温におけるき裂開閉口挙動測定問題への適用性および下限界近傍におけるき裂開閉口挙動について検討を行う。

2. 供試材および試験片

供試材としてはオーステナイト系ステンレス鋼 SUS 304 を用いた。素材は 1100°C で溶体化処理した直径 20 mm の丸棒材である。供試材の化学成分および常温での機械的性質をそれぞれ表 1 および表 2 に示す。

また試験片としては、中央き裂試験片 [M(T) 試験片] を用いた。試験片の形状および寸法を図 1 に示す。試験片の中央には放電加工により長さ 3 mm、幅約 0.2 mm のスリットが入られており、試験前にスリットの両側に約 1 mm の疲労き裂を室温において導入し、予き裂とした。

3. 実験方法

3.1 実験装置およびき裂長さの測定 試験片への荷重負荷装置としては、コンピュータ制御方式の電気油圧サーボ疲労試験機(島津製作所製、サーボパルサ EHF-ED 10 T-20 L)を用いた。また、試験片の加熱装置としては、トランジスタ・インバータ方式の高周波誘導加熱装置(島田理化工業製、HHE-502 H-34 A)を用いた。

本研究ではき裂長さの測定法として交流電位差法を用いた。測定システムの概略を図 2 に示す。

3.2 疲労き裂伝ば試験 450, 550, 650°C および 700°C の高温条件下において疲労き裂伝ば試験を行っ

た。実験条件として、応力比を $R = -0.1$ および 0.5、荷重波形を正弦波、荷重周波数を $f = 30$ Hz に設定した。疲労き裂伝ば試験の手法としては、 ΔK 漸減試験法および ΔP 一定試験法を用いた。試験手順としては、まず、き裂伝ばが下限界挙動を示すまで ΔK 漸減試験を行い、その後 ΔK 値を ΔK 漸減試験終了時より少し増加させ、 ΔP 一定試験を行った。また、 ΔK 漸減試験では、き裂長さが 0.05 mm 増加するごとに ΔK 値を漸減させた。このときの ΔK 漸減率は ASTM 規格 E 647-91 の制約に従い $C = -0.08 \text{ mm}^{-1}$ とした。

4. レーザ干渉変位計

4.1 レーザ干渉法の原理 レーザ干渉変位計の概略を図 3 に示す。図 3 に示すように、ビッカース圧痕を、試験片表面のき裂をさむ位置に、距離 d だけ離して打ち、そこに波長 λ のレーザ光線を当てると、ビッカース圧痕からの反射光により上下方向に干渉じまが現れる。この場合、干渉じまの強度が極大となる位置は次式のように表される。

Fig. 2 System for measurement of A.C. electric potential

Table 1 Chemical composition of the SUS304 steel investigated [wt.%]

C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Fe
0.04	0.60	1.69	0.036	0.001	8.29	18.34	Bal.

Table 2 Mechanical properties at room temperature of the SUS304 steel investigated

Tensile Strength (MPa)	Elongation (%)	Reduction in Area (%)	Hardness (HB)
618	50.2	62.0	164

Fig. 1 Geometry of M(T) specimen

Fig. 3 Principle of the laser-based I. S. D. G.

$$d \cdot \sin \alpha = \lambda \cdot n, \quad n=0, \pm 1, \pm 2 \dots \quad (1)$$

式中の α は入射光と反射光のなす角度であり、干渉じまの強度が極小となる位置は次式のように表される。

$$d \cdot \sin \alpha = \lambda \cdot (1/2 + n), \quad n=0, \pm 1, \pm 2 \dots \quad (2)$$

ここで、図4に示すように圧痕から観測点までの距離を L 、観測点におけるピーク位置の間隔を w とした場合、隣接する二つのピーク値を表す角度の間には次式のような関係がある。

$$d(\sin \alpha_{n+1} - \sin \alpha_n) = \lambda \quad (3)$$

この式より、次式が成り立つ。

$$\frac{\lambda}{d} = \sin \alpha_{n+1} - \sin \alpha_n \approx \cos \alpha \cdot (\alpha_{n+1} - \alpha_n) \quad (4)$$

また、間隔 w に関しては、

$$w = L(\alpha_{n+1} - \alpha_n) \quad (5)$$

が成立する。式(4)と式(5)から次式が得られる。

$$w = \frac{L \cdot \lambda}{d \cdot \cos \alpha} \quad (6)$$

Fig. 4 Relationship between gage length and a distance between adjacent two fringes

Fig. 5 Directions of the movement of the interference fringe patterns

あるひとつの強度のピークに注目した場合、 d が Δd だけ変化したとき、式(1)より α の変化量 $\Delta \alpha$ は次のように与えられる。

$$\sin \alpha \cdot \Delta d + d \cdot \cos \alpha \cdot \Delta \alpha = 0 \quad (7)$$

この $\Delta \alpha$ を用いて、ピーク位置の移動量 Δx は次式のように与えられる。

$$\Delta x = L \cdot \Delta \alpha \quad (8)$$

式(7)、式(6)および式(8)より次式が得られる。

$$\Delta d = -\frac{\Delta x}{w} \cdot \frac{\lambda}{\sin \alpha} \quad (9)$$

この式より、ピーク位置の間隔 w および移動量 Δx から圧痕間の変位量 Δd を求めることができる。

干渉じまの移動は圧痕間の相対変位のみではなく試験片全体の剛体移動によっても生じる。図5(a)のように、圧痕間の相対変位のみにより生じる干渉じまの移動量の絶対値 Δx は上側と下側で等しく、向きが反対である。これに対し図5(b)のように、試験片全体の剛体移動による干渉じまの移動量の絶対値 Δx_g は上側と下側で等しく、向きが同じである。上側と下側の干渉じまの全移動量は、図5(a)で表される相対変位による移動量と図5(b)で表される剛体変位による移動量の和として図5(c)のように表される。したがって、上下の干渉じまの移動量を平均化することにより、試験片全体の剛体運動に起因する干渉じまの移動を打ち消し、圧痕間の相対変位のみによる移動量 Δx を求めることができる。

4.2 測定方法 図6に、本研究で用いたレーザ干渉変位計システムを示す。He-Ne ガスレーザ発振器、光路交換ミラー、センサをそれぞれ図6のように配置した。なお、レーザの波長は $\lambda = 632.8 \text{ nm}$ 、入射光と反射光のなす角は $\alpha = 42.1^\circ$ である。センサにはPCD リニアイメージセンサを用いた。このセンサは

Fig. 6 Schematic diagram of the laser-based I. S. D. G. system

受光部にアパーチャサイズ 0.025×2.5 [mm] のフォトダイオードを 512 個並べたもので、受光部の大きさは 12.8×2.5 [mm] である。

本研究では、レーザ干渉法を高温条件下で使用する。この場合、試験片表面に生じる酸化膜がレーザ反射光に悪影響を及ぼす。また、加熱され赤熱した試験片より放射される光をセンサが受光し、その結果 650°C 以上の温度下において精度のよい測定が不可能となる場合もある。そこで本研究では、図 7 に示すようにスリットの片側に Pt 板を貼付した後に予き裂をいれ、その Pt 板上にビッカース圧痕を打った。 700°C 程度でも酸化膜が生じない Pt 板を試験片に貼付することにより、ビッカース圧痕表面に生じる酸化膜のレーザ反射光に及ぼす影響を取り除くことが可能となった。また、本研究ではフィルタをセンサ受光部に導入した。使用したフィルタの仕様を表 3 に示す。表中の λ_0 はフィルタを透過する光の中心波長を、 $T_{\max}$ は最大透過率を、また $\Delta\lambda_{1/2}$ は半値幅を表している。このフィルタを用いることにより、レーザ光線のための受光が可能となった。

得られた輝度信号を AD 変換することにより図 8 のような波形が得られた。図 8 からわかるように、輝度の高い明部のピークと輝度の低い暗部のピークがあり、ピーク近傍のデータは、明部によるものより暗部によるもののほうが滑らかであるため、暗部によるピーク位置を検索することにした。ピーク位置は、Savitzky と Golay⁽²⁷⁾ による重み関数を用いてデータの平滑化演算を行い、二次多項式適合することにより求めた。なお、本実験ではセンサに 5~6 個のピークをもつ干渉じまが測定される。この場合 $\Delta x/w$ の分解

能は約 $1/100$ となり、式 (9) より Δd の分解能は約 $0.009 \mu\text{m}$ となる。

本実験では、き裂開閉口測定のため、1 サイクルで 100 個の荷重値に対する変位を干渉じまより測定した。各荷重値に対する干渉じまを測定するときは、荷重を一定に保持する必要がある。このため、荷重周波数を疲労き裂伝ば試験時の 30 Hz に保ったまま測定を行うことはできなかった。本装置を用いて、1 サイクルで 100 点の測定を行う場合、1 サイクルに必要な時間は約 6 秒となり、これは 0.17 Hz の荷重周波数に相当する。

5. 各種力学量の算定

5.1 き裂長さの算定 本研究では、き裂長さの測定方法として交流電位差法を用いた。き裂をはさむ 2 点間の電位差 V からき裂長さ a を求める式としては、M(T) 試験片の直流電流における式を用いた。 V と a との関係は次式で表される⁽²⁸⁾。

$$\frac{V}{V_0} = \frac{\cosh^{-1} \left\{ \frac{\cosh(\pi S/2W)}{\cos(\pi a/2W)} \right\}}{\cosh^{-1} \left\{ \frac{\cosh(\pi S/2W)}{\cos(\pi a_0/2W)} \right\}} \dots\dots\dots (10)$$

なお、式中の a はき裂半長、 W は板半幅、 S は電位測定プローブ間隔の半長であり、添字の 0 は各測定値の初期値を表す。

5.2 き裂伝ば速度の算定 き裂伝ば速度 da/dN は、ASTM 規格 E 647-91 を参考にして、以下のように算定した。すなわち、き裂の成長量 0.05 mm ごとに測定データを平均化したき裂長さ a を計算し、繰返し数 N との関係を求める。そして求めた各点に関してその前後 m 点を含めた $(2m+1)$ 点を、最小二乗法により二次式で近似し、そのこう配をき裂伝ば速度とした。本実験では $m=3$ とし 7 点の平均化されたデータを近似に用いた。

5.3 応力拡大係数幅の算定 本実験で用いた M(T) 試験片に対する応力拡大係数幅 ΔK は次式のように

Table 3 Specifications of the filter

Filter	λ_0 (nm)	$T_{\max}$ (%)	$\Delta\lambda_{1/2}$ (nm)
Upper	631.9	41.0	7.5
Lower	631.0	41.2	7.6

Fig. 7 Positions of a pair of indentations

Fig. 8 Interference fringe pattern

に求められる⁽²⁹⁾。

$$\Delta K = (\sigma_{\max} - \sigma_{\min}) \cdot \sqrt{\pi a} \cdot f\left(\frac{a}{W}\right) \dots\dots\dots (11)$$

ここで、 $\sigma_{\max}$ および $\sigma_{\min}$ はそれぞれ最大負荷応力および最小負荷応力である。また、 $f(a/W)$ は修正係数であり次式のように与えられる。

$$f\left(\frac{a}{W}\right) = \left\{ 1 - 0.025 \left(\frac{a}{W} \right)^2 + 0.06 \left(\frac{a}{W} \right)^4 \right\} \cdot \sqrt{\sec \left(\frac{\pi}{2} \cdot \frac{a}{W} \right)} \dots\dots\dots (12)$$

5・4 き裂開口比の算定 き裂開口比 U は、前述のレーザ干渉法を用い、除荷弾性コンプライアンス法により求めた。荷重はロードセルの出力から、変位はレーザ干渉変位計から求め、き裂開口比を求めるのに必要な荷重-変位曲線を作成した。き裂開口荷重に相当する曲線の折れ曲り点をこの荷重-変位曲線より決定し、開口点より上の荷重変化幅と荷重の全変化幅との比からき裂開口比を求めた。

Fig. 9 Load-displacement and load-modified displacement curves (650°C, $R = -0.1$, $\Delta K = 5.47$ [MPa·m^{1/2}])

Fig. 10 Load-displacement curve (650°C, $R = 0.5$, $\Delta K = 3.28$ [MPa·m^{1/2}])

6. 実験結果および考察

6・1 荷重-変位曲線 実験中に測定したレーザ干渉法による結果の一例として、応力比 $R = -0.1$, 650°Cのときの荷重-変位曲線を図9に実線で示す。荷重の定数倍したものを変位から差し引くことにより、き裂開口時の変位曲線が荷重軸と平行になるように修正変位を求めた。図中における破線は、荷重と修正変位との関係を示す曲線である。図9に示す荷重-変位曲線において、ヒステリシスループの開きがほとんど見られないことから、繰返し荷重中における塑性による影響は無視できることが確認できる。

また、 $R = 0.5$, 650°Cの場合の下限界近傍の荷重条件下における荷重-変位曲線を図10に示す。図10から、荷重-変位曲線はほぼ直線状で折れ曲り点が見られないことがわかる。このことより、 $R = 0.5$ の場合には下限界近傍においてもき裂閉口現象は生じていないことがわかる。

6・2 き裂開口比の挙動 $R = -0.1$ における実験では疲労き裂伝ば試験と並行して、レーザ干渉法によるき裂開口測定を行った。き裂伝ば速度 da/dN と

(a) ΔK -decreasing test

(b) ΔP -constant test

Fig. 11 Behavior of da/dN (450°C, $R = -0.1$)

繰返し数 N の関係, き裂開口比 U と N の関係の例を, 450°C に関してはそれぞれ図 11 および図 12 に, 700°C に関しては図 13 および図 14 に示す. 図 11~14 において, (a) は ΔK 漸減試験の結果, (b) は ΔP 一定試験の結果である.

まず, 700°C の結果である図 13 および図 14 を用いて U と da/dN の挙動の検討を行う.

はじめに, 図 13(a) および図 14(a) に示した ΔK 漸減試験の結果に関して検討を行う. 図 13(a) からわかるように, da/dN の値は, はじめは N の増加とともに一定の割合で減少し, N が 0.7×10^5 を越えたあたりから傾きを緩やかにして減少していることがわかる. また, 図 14(a) からわかるように, U の値は N の増加とともにはじめは減少し, N が 0.7×10^5 を越え

Fig. 12 Crack closure behavior (450°C , $R = -0.1$)

Fig. 13 Behavior of da/dN (700°C , $R = -0.1$)

Fig. 14 Crack closure behavior (700°C , $R = -0.1$)

たあたりから傾きを緩やかに減少していることがわかる。これと同様の da/dN と U の間の相関関係は、450°Cの結果である図 11(a)および図 12(a)にも認められる。 da/dN が低い下限界近傍の領域においては、700°Cの結果では U が N の増加とともに緩やかに減少しているのに対して、450°Cの結果では N の増加に対し U はほぼ一定の値をとっていることがわかる。

また、図には示していないが、下限界近傍の領域における U の挙動を 550°Cで調べた結果においては、 U の値は N の増加に対し一定の値をとり、650°Cの結果においては N が増加するにつれ U が減少した。以上のように、下限界近傍の領域での N の増加に対する U の減少が、試験温度内においても特に高温域に見られることから、 U が減少する挙動には酸化物誘起き裂閉口が関与しているものと考えられる。

次に、図 13(b)および図 14(b)に示した ΔP 一定試験の結果に関して検討を行う。図 13(b)より、700°Cにおける da/dN の値は、はじめは N が増加するにつれ一定の割合で増加し、 N が 4.3×10^5 を越えたあたりから急増していることがわかる。また、図 14(b)より、 U の値は N が増加してもはじめは一定の値を取り、 N が 4.3×10^5 を越えたあたりから急増し、 N が 4.6×10^5 を越えたあたりにおいて $U=1$ となることがわかる。このような da/dN の N に対する挙動と U の N に対する挙動の相関関係は、450°Cの結果である図 11(b)と図 12(b)においても、また図には示していないが 550°C、650°Cの結果においても見られている。

以上に示したことより、 ΔK 漸減試験と ΔP 一定試験のいずれにおいても、 da/dN の N に対する挙動の変化点と、 U と N に対する挙動の変化点に対応していることがわかる。

7. 結 言

本研究では、オーステナイト系ステンレス鋼 SUS 304 を用いて、450~700°Cの温度域において疲労き裂伝ば試験を行い、き裂開閉口測定法としてレーザ干渉法を用い、高温条件下における同手法の適用性、および高温下限界近傍におけるき裂開閉口挙動に関して検討を行った。その結果、以下の結論が得られた。

(1) レーザ干渉法は、Pt 板およびフィルタを導入することにより、高温条件下におけるき裂開閉口測定法として適用可能であることがわかった。

(2) $R=-0.1$ のもとではき裂閉口現象が認められたが、 $R=0.5$ の場合にはき裂閉口現象が生じてい

ないことがわかった。

(3) ΔK 漸減試験と ΔP 一定試験のいずれにおいても、 da/dN の N に対する挙動の変化点と、 U の N に対する挙動の変化点とが対応していることが確認された。

文 献

- (1) James, L. A., *ASTM STP*, 513(1972), 218-229.
- (2) Haigh, J. R., Skelton, R. P. and Richards, C. E., *Mat. Sci. Eng.*, **26**(1976), 167-174.
- (3) Ellison, E. G. and Harper, M. P., *J. Strain Anal.*, **13**-1 (1978), 35-51.
- (4) Smith, D. J. and Ellison, E. G., *Int. J. Pres. Ves. Pip.*, **50** (1992), 231-241.
- (5) 大谷隆一・山田勝彦・柏木隆文・松原弘明, 機論, **48**-435, A(1982), 1378-1390.
- (6) 岡崎正和・白岩不二男・服部一郎・小泉堯, 材料, **32**-357 (1983), 645-650.
- (7) Sadananda, K., *Nucl. Eng. Des.*, **83**(1984), 303-323.
- (8) 加藤容三・長谷川典彦・松島雅宏・中島寿資, 機論, **52**-476, A(1986), 903-907.
- (9) 大路清嗣・久保司郎・山河昇・久利俊文, 機論, **50**-454, A (1984), 1218-1227.
- (10) 大路清嗣・久保司郎・久利俊文・西崎健二, 機論, **51**-469, A(1985), 2146-2153.
- (11) 大路清嗣・久保司郎・衣笠秀典・呉藤哲幸, 材料, **37**-419 (1988), 951-956.
- (12) 小倉敬二・三好良夫・西川出, 機論, **52**-473, A(1986), 89-98.
- (13) 竹内悦男・松岡三郎・西島敏, 機論, **52**-481, A(1986), 2155-2161.
- (14) Nikbin, K. M. and Webster, G. A., *ASTM STP*, 942 (1988), 281-292.
- (15) Webster, G. A., *Int. J. Pres. Ves. Pip.*, **50**(1992), 133-145.
- (16) Smith, H. H., Kullen, P. S. and Michel, D. J., *Met. Trans.*, **A**, **19**(1988), 881-885.
- (17) 小林英男・朴卿東, 圧力技術, **30**-1(1992), 14-23.
- (18) Makhlof, K. and Jones, J. W., *Int. J. Fat.*, **14**-2(1992), 97-104.
- (19) Ghonem, H., Nicholas, T. and Pineau, A., *Fat. Fract. Eng. Mat. Struct.*, **16**-6(1993), 577-590.
- (20) 小倉敬二・西川出・木村康樹, 機論, **56**-523, A(1990), 526-531.
- (21) Stewart, A. T., *Eng. Fract. Mech.*, **13**(1980), 463-478.
- (22) Ritchie, R. O., Suresh, S. and Moss, C. M., *J. Eng. Mat. Tech.*, **102**(1980), 293-299.
- (23) Suresh, S., Parks, D. M. and Ritchie, R. O., *Fatigue Thresholds*, (1982), 391-408.
- (24) Elber, W., *ASTM STP*, 486(1971), 230-242.
- (25) Sharpe, W. N. Jr., *Optical Engineering*, **21**-3(1982), 483-488.
- (26) Sharpe, W. N. Jr. and Su, X., *Eng. Fract. Mech.*, **30**-3 (1988), 275-294.
- (27) Savitzky, A. and Golay, M. J. E., *Analytical Chemistry*, **36**(1964), 1627-1639.
- (28) Johnson, H. H., *Mat. Res. Standards*, **5**(1965), 442-445.
- (29) Tada, H., *Eng. Fract. Mech.*, **3**(1971), 345-347.