316 FR 鋼の高温疲労寿命特性*

小林 一夫^{*1}, 山口 弘二^{*2}, 加藤 誠一^{*2}, 西島 敏^{*1}
藤岡 照高^{*3}, 中澤 崇徳^{*4}, 古藤 広之^{*5}, 伊達 新吾^{*6}

High Temperature Fatigue Properties of the 316 FR Steel

Kazuo KOBAYASHI, Koji YAMAGUCHI, Seiichi KATO, Satoshi NISHIJIMA,
Terutaka FUJIOKA, Takanori NAKAZAWA, Hiroyuki KOTO and Shingo DATE

Type 316 FR stainless steel has been developed as a candidate material for fast breeder reactor of next century. For the structural integrity design of high temperature components including reactor vessel, long-term data and analysis method are investigated for the new 316 FR steel especially to evaluate its time-dependent low-cycle fatigue behavior. The present paper reports dependencies of fatigue life on the strain rate from 10^{-2} to 10^{-5} s^{-1} , and on the temperature dependencies from 500°C to 600°C . Data are analyzed by a parametric method formerly proposed by the authors. It is shown that the method has a good predictability of the fatigue life up to very low strain rate of 10^{-6} s^{-1} .

Key Words: Fatigue at Elevated Temperature, Low Cycle Fatigue, Fractography, Strain Rate Effect, Very Low Strain Rate, 316 FR Steel

1. 目 的

316FR鋼は、高速炉実証炉などの高温機器用に開発された新構造材料である^{1), 2)}。この材料を実機に適用していくためには、新材料として各種材料強度基準を明確にしていかなければならない^{3), 4)}。そのなかで高温低サイクル疲労寿命特性は、高温機器が起動停止などによる温度変化の繰返しを受ける場合、その機器の稼働寿命を支配する重要な材料特性である⁵⁾。

原子力高温機器の設計では、非対称波形などを用いたクリープ疲労寿命特性⁶⁾に加え、繰返しひずみ速度が 10^{-3} s^{-1} の基準的な対称三角波の疲労寿命曲線が広い温度範囲において必要であり⁷⁾、また、 10^{-6} s^{-1} , 10^{-8} s^{-1} の超低ひずみ速度の疲労寿命曲線も考慮しておく必要がある⁸⁾。

本研究では、316FR鋼について対称三角波の疲労寿命の温度、ひずみ速度依存性を系統的に把握するため、温度、ひずみ速度、およびひずみ範囲などの実験条件を広範囲に設定してデータを採取した。また、これらの寿命データを解析評価し、かつ超低ひずみ速度の寿命について外挿予測とその実験的検証を行うために、著者らが以前に提案したパラメータ法⁹⁾を用いた。超低ひずみ速度の検証実験としては 10^{-6} s^{-1} のひずみ速度試験を行った。また、長時間試験による酸化皮膜の剥離を試み、疲労破面の観察結果などについても言及した。

2. 供試材と実験条件

316FR鋼の化学成分は表 1 に示す。316FR鋼は、通常の

SUS316鋼をベースにしている。炭素を0.008%まで低く抑えて炭化物の粒界析出をなくし、代わりに窒素を0.073%まで添加して固溶強化をはかったものである¹⁾。そのため、粒界炭化物の析出に起因するクリープ破断延性の低下が抑えられ、長時間のクリープ破断、クリープ疲労及び高温疲労寿命特性の向上などが期待されている^{1), 2)}。

素材は50mm厚の圧延鋼板で、溶体化熱処理は 1050°C 、60minである。金属組織写真は図 1 に示すように、結晶粒径約 $50 \mu\text{m}$ のオーステナイト単相である。表 2 は、室温および 550°C における引張特性を示す。

Table 1 Chemical composition (wt.%)

C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo	Al	N
0.008	0.58	0.84	0.026	0.002	11.21	16.91	2.21	0.007	0.073

Fig. 1 Microscopic structure of material used

Table 2 Mechanical properties

Temperature	0.2% proof stress (MPa)	Tensile strength (MPa)	Elongation (%)
R.T.	271	573	62
550°C	128	406	44

* 原稿受付 1997 年 5 月 26 日.

^{*1} 正員, 金属材料技術研究所 (〒305-0047 つくば市千現 1-2-1).^{*2} 金属材料技術研究所.^{*3} 正員, 日本原子力発電(株) (〒100-0004 東京都千代田区大手町 1-2-1).^{*4} 新日本製鉄(株) (〒293-0011 富津市新富 20-1).^{*5} 正員, 三菱重工業(株) (〒676-0008 高砂市荒井町新浜 2-1-1).^{*6} 三菱重工業(株).

疲労試験は、ひずみ制御で行い、疲労寿命の温度、ひずみ速度依存性を検討するため、ひずみ波形は対称三角波とした。試験温度は、500、550、600℃の3温度、ひずみ速度は 10^{-2} 、 5×10^{-3} 、 10^{-3} 、 10^{-4} 、 10^{-5} s^{-1} である。また、検証実験として、550℃において超低ひずみ速度として 10^{-6} s^{-1} の寿命試験を行った。

疲労試験片は平滑中実丸棒で、直径が6から10mmのものを、試験機によって使い分けた。疲労試験機は、ひずみ速度が 10^{-4} s^{-1} 以上は通常の各種油圧サーボ疲労試験機、 10^{-5} s^{-1} 以下のひずみ速度は、サーボモータ駆動のカムレバー型長時間疲労試験機¹⁰⁾を用いた。

破面上の酸化皮膜はオーステナイトステンレス鋼でも長時間試験では厚くなり、破面観察に支障をきたす場合がある。本研究では陰極酸洗法¹¹⁾を応用した。この方法は、酸液中で破面を陰極にし、陰極に発生する水素ガスが酸化皮膜を機械的に剥離する。電解条件は、5%リン酸水溶液中で、電流密度 0.07 A/cm^2 、時間は2時間である。

3. 解析方法

パラメータ法は、疲労寿命の温度、ひずみ速度依存性を統一的に評価するため、クリーブ破断に対するラーソンミラーのパラメータ¹²⁾を修正して、下のような新しいパラメータを導入したものである⁹⁾。

$$P = T(\log N_{25} - A \log \dot{\epsilon} + C) \quad \text{--- (1)}$$

ここで、 T は絶対温度、 $\dot{\epsilon}$ は対称三角波形のひずみ速度、 N_{25} は疲労寿命、 A 、 C はパラメータ定数である。

さらに、このパラメータと全ひずみ範囲 $\Delta \epsilon_t$ の関係を、

$$P = A_0 + A_1 \log(\Delta \epsilon_t - \Delta \epsilon_0) \quad \text{--- (2)}$$

で数式表示した。これは、いわゆるS-N曲線を見かけの疲労限 $\Delta \epsilon_0$ の存在を仮定したストローマイヤー、あるいはランガーの式¹³⁾を使ったことを意味する。

式(1)、(2)のパラメータ定数を決定するには、式(1)と式(2)を等しいと置き、 $\log N_{25}$ を目的変数として、

$$\log N_{25} = \left(\frac{A_1}{T} \right) \log(\Delta \epsilon_t - \Delta \epsilon_0) + A \log \dot{\epsilon} + \left(\frac{A_0}{T} \right) - B \quad \text{--- (3)}$$

と整理して、 $\Delta \epsilon_0$ の値を順次設定しながら最小自乗法で決定できるが、詳細は文献^{9), 14)}を参照されたい。

4. 結果と考察

4.1 パラメータ法による解析結果

図2はひずみ速度が 10^{-6} s^{-1} 以外の全データについてパラメータ法で解析した際のマスター曲線であり、表3はそのパラメータ定数である。実験データは各温度ともひずみ速度が

10^{-5} s^{-1} までを用いた。図2のように、横軸に式(1)のパラメータを用いてデータ整理すると、全温度、全ひずみ速度のデータが1本の曲線上に分布する。

図3、4、5はそれぞれ500、550および600℃における疲労寿命のひずみ速度依存性を式(3)にパラメータ定数を代入して曲線表示したものである。白抜きプロットは実験データそのものである。図4には、ひずみ速度が 10^{-6} s^{-1} の外挿予測曲線を破線で、また検証実験データを黒印でプロットしている。

これらの図から、316FR鋼の疲労寿命の温度、ひずみ速度依存性は、パラメータ解析法で比較的旨く評価出来るといえるだろう。また、超低ひずみ速度の 10^{-6} s^{-1} の寿命予測とその実験データによる検証も、1点が実験中であるため、2点のデータしかないが、ほぼ満足できると言えるだろう。

Fig. 2 Master curve for 316FR steel by parameter analysis

Table 3 Constants in equations (2) and (3)

A	B	A_0	A_1	$\Delta \epsilon_0$
0.155	-1.843	-1505	-1400	0.0040

Fig. 3 Strain rate dependence of fatigue life at 500°C

Fig. 4 Strain rate dependence of fatigue life at 550°C

Fig. 5 Strain rate dependence of fatigue life at 600°C

4・2 繰返し応力-ひずみ特性

繰返し変形特性は、材料の初期状態に応じて、加工硬化、あるいは軟化ののち、通常定常状態に飽和する。今回の316FR鋼は、溶体化熱処理を施しているため、繰返し加工硬化する。高温では析出時効硬化も重畳するため、図6のように繰返し加工硬化は顕著に起こる。低ひずみ範囲の実験では、加工硬化は飽和せず、破断寸前まで応力が増加している。ひずみ制御による超高サイクル域までの疲労実験はこれまで例が少なく、このような現象は特に注目されてこなかった。しかし、2、3のオーステナイトステンレス鋼の高温疲労で報告されており^{15), 16)}、この鋼種の共通の現象と考えられる。室温のSUS304鋼の試験においても、破断寸前まで応力が増加する挙動が現れている¹⁷⁾。その際、同一の低ひずみ範囲の試験において、 10^5 サイクル前後で破断したものは、応力の増加があまり起こらないうちに、破断している。一方、疲労寿命が 10^7 サイクル以上となり破断しなかったものは、応力は増加しつづけ、加工硬化が飽和しない¹⁷⁾。塑性ひずみ範囲は0.0015程度まで減少している。

316FR鋼の繰返し応力-ひずみ曲線を図7に示す。図のように、550°Cではひずみ速度効果が存在し、ひずみ速度が遅い程応力は大きくなる。このようなひずみ速度効果は、500°Cではより大きく存在し、600°Cではひずみ速度効果は無くなる。

Fig. 6 Change in stress with increasing strain cycling

Fig. 7 Cyclic stress-strain curves

いずれの温度においても、低ひずみ範囲では応力が増加しつづけ、塑性ひずみは小さくなり、見かけの疲労限が現れると考えられる。

4・3 他の材料との比較

式(3)と表3のパラメータ定数を用いて、 $\log N_{25}$ に対する $1/T$ プロット、あるいは $\log N_{25}$ に対する $\log \dot{\epsilon}$ プロット、いわゆるアレニウスプロットすることができる。その結果が図8と図9である。これらの図には、各種オーステナイトステンレス鋼(SUS304, 316及びNCF800鋼それぞれ2ヒートづつ)の結果¹⁴⁾も比較するためにプロットした。316FR鋼の結果は、両図とも $\Delta \epsilon_t = 1\%$ の場合6ヒートの幅のほぼ真ん中に位置し、 $\Delta \epsilon_t = 0.6\%$ の場合では、長寿命側に位置していた。従って、今回の316FR鋼の対称三角波の高温疲労寿命特性は、通常のオーステナイトステンレス鋼に比べ、同等以上であると言える。また、ひずみ速度が 10^{-6} s^{-1} まで特に異常な寿命低下は無いと結論することが出来る。

4・4 疲労破壊形態

疲労破面の観察は、試験温度550°Cにおけるひずみ速度に対する破壊形態の変化について述べる。ひずみ速度が 10^{-2} から 10^{-4} s^{-1} までは、ひずみ範囲の大小に関わらず、ほぼ粒内破壊していた。図10に示すような明瞭なストライエーション模様が、ほぼ破面全体で容易に観察された。

Fig. 8 Arrhenius plots of fatigue life for austenitic stainless steels

(a): $\Delta \varepsilon_t = 1\%$ (b): $\Delta \varepsilon_t = 0.6\%$

一方、ひずみ速度が 10^{-5} s^{-1} でひずみ範囲が0.6%の場合、試験期間が約半年となり、破面は厚い酸化皮膜に覆われてSEM観察が困難となる。そのため、陰極酸洗いで処理したものを観察した結果は、図 11(a)のように明瞭なストライエーション模様が認められ、粒内破壊であることがわかった。図 11(b)には、処理前の破面写真を示す。厚い酸化皮膜は非電導性のため、SEM内ではハレーションを起こしやすく白っぽく見え、かつ下地の(a)のような疲労模様の覆い隠していた。

また、ひずみ速度が 10^{-5} s^{-1} で、ひずみ範囲が1.2%の場合も、

Fig. 10 Typical striation fracture mode tested at $\Delta \varepsilon_t = 0.98\%$, $\dot{\varepsilon} = 5 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ Fig. 9 N_{25} vs. $\dot{\varepsilon}$ plots for austenitic stainless steels(a): $\Delta \varepsilon_t = 1\%$ (b): $\Delta \varepsilon_t = 0.6\%$

図 12(a)のようにき裂の起点近傍ではストライエーション模様が観察された。しかし、一部粒界破壊模様が混在した領域が図 12(b)のように認められた。破面全体は、図 12(c)の断面き裂写真のように比較的粒内破壊的であった。

ひずみ速度が 10^{-6} s^{-1} で、ひずみ範囲が1%の場合、図 13(a)のようにき裂の起点近傍は、ストライエーション模様と粒界破壊模様が混在した領域があり、 10^{-5} s^{-1} の場合と同様である。ひずみ範囲が1.2%では、図 13(b)のようにわずかにストライエーション模様も認められるが、破面全体では、図 13(c)の断面き裂写真でも確認できるように、 10^{-5} s^{-1} の場合よりもより粒界破壊的な傾向となる。

Fig. 11 Fracture surface of fatigue tested at $\Delta \varepsilon_t = 0.6\%$, $\dot{\varepsilon} = 10^{-5} \text{ s}^{-1}$

Fig. 12 Fracture surfaces and cross-section tested at strain rate 10^{-5} s^{-1} , $\Delta \epsilon_1 = 1.2 \%$

Fig. 13 Fracture surfaces and cross-section tested at strain rate 10^{-6} s^{-1} , (a): $\Delta \epsilon_1 = 1.0 \%$, (b) and (c): $\Delta \epsilon_1 = 1.2 \%$

5. まとめ

新構造用高温材料として開発された316FR鋼の対称三角波の疲労寿命の温度、ひずみ速度依存性を500℃から600℃の間で検討した結果、以下のような結論が得られた。

- 1) 疲労寿命の温度、ひずみ速度依存性は、著者らが以前に提案したパラメータ法で評価することができるとともに、ひずみ速度が 10^{-6} s^{-1} までの超低ひずみ速度域までの寿命予測の実験的検証が出来た。
- 2) ひずみ範囲の小さい高サイクル域の繰返し加工硬化は非常に顕著となり、繰返し応力-ひずみ特性からこのようなひずみ範囲ではほぼ弾性域での繰返し負荷となることから、見かけの疲労限の存在を示唆していた。
- 3) 他のオーステナイトステンレス鋼のパラメータ解析結果と比較すると、今回の316FR鋼の対称三角波の高温疲労寿命特性は、同等以上であると言えた。
- 4) 疲労破面は、ひずみ速度が 10^{-2} s^{-1} から 10^{-4} s^{-1} までは粒内破壊の様相を呈し、明瞭なストライエーションが存在した。ひずみ速度が 10^{-5} s^{-1} 、 10^{-6} s^{-1} になると、粒内破壊と粒界破壊の混合となっていた。

参考文献

- 1) 中澤崇徳、安保秀雄、谷野 満、小松 肇、田下正宣、西田 隆：鉄と鋼、75(1989)、1346
- 2) 中澤崇徳：機械学会平成7年度材料力学部門講演論文集、盛岡、Vol. B、(1995)、337.
- 3) 大野勝巳、堂崎浩二、藤岡照高、裕川正之、田口耕世、古藤広之：機械学会第73期総会講演論文集(II)、習志野(1996)、127.
- 4) 和田雄作：動燃技報、No. 80、(1991)、21.
- 5) R.P.Skelton: High Temperature Fatigue Properties and Prediction, Edited by R.P.Skelton, Elsevier Applied Science, 1987.
- 6) 大野勝巳、堂崎浩二、藤岡照高、田口耕世、古藤広之、裕川正之：械学会第73期総会講演論文集(II)、習志野、(1996)、129.
- 7) ASME Boiler and Pressure Vesel Code, Section III, Case N-47-23, ASME, 1986.
- 8) 永田 敬、和田雄作、今津 彰、二瓶 勲、岡林邦男、土家毎雄、榊原安英：動燃技報、No. 65、(1988)、39.
- 9) 山口弘二、小林一夫、井島 清、西島 敏：鉄と鋼、79(1993)、1284.
- 10) 山口弘二、西島 敏、井島 清、金澤健二：鉄と鋼、72(1986)、1952.
- 11) 友野理平：腐食・防食用語辞典、オーム社、1975.
- 12) 横井 信、門馬義雄：鉄と鋼、65(1979)、831.
- 13) B.F.Langer: Trans. ASME, J. Basic Eng., Series C, 84(1962)、389.
- 14) 小林一夫、井島 清、山口弘二、西島 敏：鉄と鋼、79(1993)、1288.
- 15) C.E.Jaske, N.D.Frey: Trans. ASME, J. Eng. Mater. Tech., 104(1982)、137.
- 16) NRIM Fatigue Data Sheets, No. 15, NRIM, 1979.
- 17) 鈴木直之、太田昭彦：溶接学会講演概要第53集、(1993)、236.