窒素添加オーステナイト系ステンレス鋼における
疲労き裂進展特性の向上*蛭川 寿^{*1}, 松岡三郎^{*1}, 竹内悦男^{*1}
大村孝仁^{*2}, 山口弘二^{*2}, 津崎兼彰^{*2}High Resistance of Fatigue Crack Growth
for Austenitic Stainless Steels Containing NitrogenHisashi HIRUKAWA, Saburo MATSUOKA, Etsuo TAKEUCHI,
Takahito OMURA, Koji YAMAGUCHI and Kaneaki TSUZAKI

Fatigue crack growth properties for SUS 316 stainless steels containing nitrogen in the mass. percent from 0.001 to 0.66 were investigated in air at room temperature. The near-threshold fatigue crack growth properties for SUS 316 steel containing 0.001, 0.02 and 0.07 mass. % N were coincident each other. On the other hand, SUS 316 steels containing 0.24, 0.25, 0.40 and 0.66 mass. % N showed the remarkable decrease in fatigue crack growth rate and 50% increase in fatigue threshold. This behavior was related to the slip deformation at the fatigue crack tip. The slip deformation was localized for low nitrogen steels, while it was uniformed for high nitrogen steels.

Key Words: Crack Propagation, Fatigue, Fractography, SUS 316 Austenitic Steel, Nitrogen Addition

1. 緒 言

疲労特性は機械や構造物の信頼性確保にとって重要である。しかし、疲労に強い材料を開発することは困難である。鉄鋼材料の場合、疲労限は引張強度と良い比例関係にある⁽¹⁾⁽²⁾。引張強度の代わりに、繰返し降伏応力やビッカース硬さを用いても、同様な比例関係が存在する⁽¹⁾⁽²⁾。このことは、疲労限は強度特性で決まり、微視組織を制御しても疲労特性は向上しないことを意味している。疲労下限界 ΔK_{th} の場合には、もっと極端である^{(3)~(5)}。応力比 $R=0.1$ の場合には、オーステナイト鋼、フェライト鋼、マルテンサイト鋼の内、フェライト鋼で引張強度が 500 MPa 付近において、 ΔK_{th} は $13 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ となり、最大値を示す。しかし、これは力学的因子であるき裂閉口に起因する。 $R=0.8$ では、き裂閉口が起らず、疲労下限界の有効成分 $\Delta K_{eff,th}$ すなわち鋼自身の疲労下限界が求まる。この場合、オーステナイト鋼、フェライト鋼、マルテンサイト鋼を含め、引張強度が 200 から 2 000

MPa の間において、 $\Delta K_{eff,th} \approx 2.5 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ とほぼ一定である。

一方、著者らは、ステンレス鋼や高合金鋼に 1 mass.% 以下の Y_2O_3 粒子や Pb 粒子を分散させたり、0.17 mass.% の Zr を添加することにより、300 から 550°C の高温大気中において、 $\Delta K_{eff,th}$ が約 50% 上昇することを明らかにした^{(6)~(8)}。微細な分散粒子や微量な添加元素が疲労先端の酸化値を強化したり、修復するため、き裂先端からの転位射出が押さえられ、 $\Delta K_{eff,th}$ の向上が生じたと考えた。このような結果を含め、著者らは疲労強度が向上する材料を探索する研究を続けている。

本研究では、オーステナイト系ステンレス鋼 SUS 316 に 0.24 mass.% 以上の窒素を添加すると、室温大気中の疲労き裂進展特性が約 50% 向上することを示す。窒素添加オーステナイト系ステンレス鋼は、固溶状態にもかかわらず、繰返し軟化したり、低サイクル疲労寿命が向上することで注目されている⁽⁹⁾⁽¹⁰⁾。

2. 実験方法

2.1 供試材 表 1 に供試材の化学成分を示す。熱処理は $1\,080^\circ\text{C} \times 0.5$ 時間の固溶体化処理である。供試材は二つの系列を用意した。一つの系列は、オー

* 原稿受付 1998 年 6 月 11 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

E-mail: hirukawa@nrim.go.jp

ステナイトステンレス鋼 SUS 316 を母材(表 1 では 0.02 N-Si)とし, N を 0.07, 0.25, 0.40 および 0.66 mass.% 添加した材料である。母材には 0.017 mass.% の N が含まれており, さらにそれぞれの材料には 0.42 から 0.86 mass.% の Si が含まれている。以下では, これらの材料を 0.02 N-Si, 0.07 N-Si, 0.25 N-Si, 0.40 N-Si および 0.66 N-Si 材と表す。0.02 N-Si 材では C が 0.05% であるが, それ以外では約 0.008% と低い。また, 0.25% 以上の N を添加させた材料では, N を増やすため, Ni が低め, Cr が多めとなっている。もう一つの系列は, 他の成分は同じであるが, Si のみを 0.01% 以下にした材料である。以下では, それぞれ 0.001 N と 0.24 N 材と表す。この二つの材料は AP-FIM(アトムプローブ, フィール

Table 1 Chemical composition [mass.%]

(a) SUS 316 (high Si)

Material	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo	Cu	N
0.02N-Si	0.050	0.70	1.10	0.034	0.003	12.60	17.05	2.24	0.31	0.017
0.07N-Si	0.008	0.58	0.84	0.026	0.002	11.13	16.89	2.25	0.26	0.070
0.25N-Si	0.006	0.48	0.74	0.017	0.001	10.84	20.18	2.00	-	0.250
0.40N-Si	0.008	0.42	1.67	0.015	0.001	5.20	22.72	2.82	-	0.400
0.66N-Si	0.009	0.86	0.99	-	<0.001	10.95	20.08	-	-	0.660

(b) SUS 316 (low Si)

Material	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo	Cu	N
0.001N	0.003	<0.01	<0.01	0.002	0.002	14.00	17.00	2.14	-	0.001
0.24N	0.002	<0.01	<0.01	0.003	0.002	10.09	19.08	2.15	-	0.239

Table 2 Mechanical properties

Material	0.2% proof stress (MPa)	Tensile strength (MPa)	Elongation (%)
0.02N-Si	257	606	57
0.07N-Si	271	573	60

Fig. 1 Vickers hardness against amount of nitrogen

ドイオン顕微鏡)により N 原子の存在位置を解析するために製造した。AP-FIM 解析結果は後日報告する。

表 2 に 0.02 N-Si と 0.07 N-Si 材の機械的性質を示す。両者の機械的性質はほとんど同じである。それら以外の材料については, 製造量が少なかったため, 引張試験を行うことができず, ビッカース硬さ試験のみを行った。図 1 にビッカース硬さ HV (10 kgf) と窒素量の関係を示す。高 Si ステンレス鋼では, 0.02 N-Si 材から 0.40 N-Si 材の間において, 窒素量の増加とともに硬さも大きくなったが, 0.66 N-Si 材では飽和した。低 Si ステンレス鋼では, 0.001 N 材で硬さは低くなったが, 0.24 N 材の結果は高 Si ステンレス鋼の結果と一致した。

2・2 疲労き裂伝ば試験 試験片は図 2 の CT 試験片(板厚 8~10 mm, 幅 50 mm)を用いた。試験環境は常温(~25°C)大気中とした。疲労き裂伝ば試験は, 容量 20 kN の油圧サーボ試験機を用い, 周波数 $f=50$ Hz で行った。応力比 $R(=P_{\min}/P_{\max})$ が 0.1 で, 振幅一定の荷重繰返し波形のもとで, 切欠底から 2 mm の予き裂を導入した後に, 図 3 に示す 2 種類の ΔK 減少試験に移行した。ここで, $P_{\min}$ と $P_{\max}$ は繰返し荷重の最小値と最大値であり, ΔK は応力拡大係数範囲で

Fig. 2 CT specimen. Dimensions in mm

(a) R -constant (b) $P_{\max}$ -constantFig. 3 ΔK decreasing methods

ある。図3(a)は通常の R 一定 ΔK 減少法である。図3(b)の $P_{\max}$ 一定 ΔK 減少法では、試験開始時にき裂閉口が生じてないと、き裂の伝ばに伴い、 $P_{\min}$ が上昇し、結果として R が上昇するため、疲労下限界までき裂閉口を避けた試験が可能となる⁽³⁾⁽⁴⁾。試験開始時にき裂閉口が生じていない状態は、異なる応力比のき裂伝ば速度 da/dN が一致することにより確かめた(図5参照)。 ΔK 減少率 $d(\Delta K)/da$ は $-2 \text{ GPa} \cdot \text{m}^{-1/2}$ を採用した。

2・3 微視組織観察と破面観察 すべての供試材の微視組織を、過塩素酸水溶液中で電解研磨した後、10%シュウ酸溶液中で電解エッチングを行い、光学顕微鏡により観察をした。

(a) 0.07 N-Si

(b) 0.25 N-Si

(c) 0.66 N-Si

Fig. 4 Microstructures

また、疲労き裂進展試験後に、破面を走査形電子顕微鏡により観察した。

3. 実験結果

3・1 微視組織 図4に0.07 N-Si, 0.25 N-Si, 0.66 N-Si 材の微視組織を示す。0.07 N-Si と0.25 N-Si 材は焼なまし双晶を含むオーステナイト粒から成り、通常のオーステナイトステンレス鋼の微視組織と同様であった。0.66 N-Si 材でも焼なまし双晶が観察されたが、粒界に窒化物が析出していた。0.02 N-Si, 0.001 N, 0.24 N 材の組織は図4(a)または(b), 0.40 N-Si 材の組織は図4(c)と似ていた。

3・2 疲労き裂進展特性

(a) 試験法の影響

図5に、疲労き裂伝ば速度 da/dN と応力拡大係数範囲 ΔK の関係の代表例として、0.25 N-Si 材の結果を示す。 $\Delta K=10 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ の試験開始時付近では、 $R=0.7$ の R 一定試験と $P_{\max}$ 一定試験で得られる da/dN は一致した。この付近では、 $P_{\max}$ 一定試験の R は0.4であることから、少なくともそれ以上においては、き裂閉口は生じていないことになる。これに対し、 $R=0.1$ の場合には、き裂閉口が生じ、 da/dN は1けた近く遅くなった。一方、疲労下限値 ΔK_{th} は R が0.1から0.91まで増大するにつれて低下し、 $\Delta K=10 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ 付近に比べ、き裂閉口の影響を強く受けた。 $R=0.91$ は $P_{\max}$ 一定試験で ΔK_{th} に達したときの応力比である。

図6に、すべての材料における疲労下限値の応力比依存性を調べるため、 $\log \Delta K_{\text{th}}$ と $\log(1-R)$ の関係を示す。 $P_{\max}$ 一定試験では、き裂の進展につれて R が上昇するので、疲労下限値が得られたときの R を

Fig. 5 Fatigue crack growth properties for 0.25 N-Si steel

Fig. 6 R dependence of ΔK_{th} (a) $R=0.1$ (b) P_{max} -constantFig. 7 Fatigue crack growth properties obtained at $R=0.1$ and in P_{max} -constant ΔK -decreasing tests

採用した。図6の関係では、き裂閉口の生じる低応力比側では右上がりの直線となり、き裂閉口が生じなくなる高応力比側では水平となる⁽³⁾⁽⁴⁾。これに従うと、 $R>0.77$ の領域にある P_{max} 一定試験結果はすべて水平部に存在し、き裂閉口を伴わない疲労下限界値が得られていることになる。

(b) 窒素量の影響

図7と図8に、すべての材料につき、 $R=0.1$ の R 一定試験と P_{max} 一定試験で得られた da/dN - ΔK 曲線並びに ΔK_{th} と窒素添加量の関係を示す。窒素量が0.24%以上になると、応力比やSiの有無に関係なく、 ΔK_{th} を含めて疲労き裂進展特性は約50%向上した。当然、 $R=0.1$ ではき裂閉口が生じており、 P_{max} 一定試験では生じていないことから、窒素添加はき裂閉口には影響を及ぼさず、疲労き裂進展特性の向上のみに寄与していることになる。すなわち、 $R=0.1$ ではき裂閉口量は一定であり、窒素量に依存しない。

3.3 破面様相 図9と図10に、 P_{max} 一定試験で得られた ΔK_{th} 近傍と $\Delta K=10 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ 付近の疲労破面様相を、0.07 N-Siと0.25 N-Si材について示す。両材料の間では下限界を含めた低 ΔK 域の疲労き裂進展特性が約50%異なる。低 ΔK 領域においては、無特徴な組織依存形破面が主に観察されることが知られている[図10(a)参照]⁽¹¹⁾。また、結晶粒界やすべり変形に対応したと思われる結晶学的破面も形成される[図9(b)参照]⁽¹¹⁾。このような低 ΔK 側の破面様相を基にすると、0.07 N-Siと0.25 N-Si材の疲労破面は著しく異なることはないが、詳細に見ると、0.25 N-Si材のほうが結晶学的となった。

Fig. 8 Fatigue threshold against amount of nitrogen

(a) 0.07 N-Si

(b) 0.25 N-Si

Fig. 9 Fatigue fracture surfaces near threshold

(a) 0.07 N-Si

(b) 0.25 N-Si

Fig. 10 Fatigue fracture surfaces near $\Delta K = 10 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$

4. 考 察

窒素を0.25%以上添加すると、オーステナイト系ステンレス鋼 SUS 316 の疲労き裂進展特性は約50%向上した。ここでは、このような特異な疲労き裂進展特性を今までに種々の鋼で得られている結果と比較する。さらに、窒素添加による疲労き裂進展特性が向上するメカニズムについて考察する。

4.1 従来の疲労き裂進展特性との比較 緒言でも述べたように、き裂閉口を伴わない疲労下限界の有効成分 $\Delta K_{\text{eff,th}}$ は鋼種に依存せず、ほぼ $2.5 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ になることが知られている^{(3)~(5)}。図11は $\Delta K_{\text{eff,th}}$ とビッカース硬さ H_v の関係である。引張強度 σ_B [MPa] とビッカース硬さ H_v の間には、次の実験式が存在する⁽¹⁾。

$$\sigma_B = 3.053 H_v + 22.0 \dots \dots \dots (1)$$

Fig. 11 Effective values of threshold against Vickers hardness. The same numbers are attached to star symbols and steels

Fig. 12 Schematic illustration of slip deformation at the fatigue crack tip in air and vacuum

この式に従って換算した引張強度を図 11 の上側に示した。同じ図中の従来の鋼の内, SUS 304 と SUS 403 はオーステナイト系とマルテンサイト系ステンレス鋼, SB 42 と SM 50 B はフェライト/パーライト組織鋼, 残りは焼戻しマルテンサイト組織鋼である⁽³⁾⁽⁴⁾。これらの鋼では, $\Delta K_{\text{eff,th}} \approx 2.5 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ となっている。同様な関係は引張強度が 2 000 MPa 近くまで成立している⁽⁵⁾。

一方, 窒素添加オーステナイト系ステンレス鋼では, $N \leq 0.07\%$, $Hv < 160$ の範囲においては $\Delta K_{\text{eff,th}} \approx 2.5 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ となったが, $N \geq 0.24\%$, $Hv > 180$ の範囲においては $\Delta K_{\text{eff,th}} \approx 3.5 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ となり, 約 50% 向上した。図 7 によると, このような向上は, 疲労下限界のみならず, すべての応力拡大係数範囲で生じており, かつ応力比にも依らない。したがって, 窒素添加による疲労き裂進展特性の向上は今までに見られなかった特異な挙動と言うことができる。

4・2 疲労き裂進展特性向上メカニズム 大気中に比べ, 真空中では疲労き裂進展速度が遅くなることが知られている。この現象を説明するメカニズムとして, MacEvily らは, オーステナイト系ステンレス鋼 SUS 304 を用いた実験結果を基に, 図 12 のようなモデルを提案している⁽¹²⁾。大気中ではき裂面に酸化膜が形成される。酸化膜は転位が材料表面に抜け出るときの障害となるので, すべり変形はき裂先端に集中し, き裂は大きく開口しない。一方, 真空中では酸化膜が形成されないため, すべり変形はき裂側面でも起こり, き裂は開口する。その結果, き裂進展に関与するき裂長さ増分 Δa は真空中のほうが小さくなり, き裂進展速度は遅くなる。

柴田らは, オーステナイト系ステンレス鋼 SUS 304 と SUS 310 に約 0.17 mass.% の窒素を添加し, 低サイクル疲労を行っている⁽⁹⁾。試験表面を走査形電子顕微鏡で観察した結果によると, 窒素無添加材に比べ, 窒素添加材のほうがすべり帯の数が多くなっている。この結果を図 12 の MacEvily らのモデルに適用すると, 大気中においても, 窒素を添加すると, き裂先端ですべり変形が一樣に起こるため, き裂が開口し, ちょうど真空中のき裂先端様相 [図 12(b)] と同じようになると考えられる。このため, 窒素添加により疲労き裂進展速度は遅くなる。さらに, 柴田らによる低サイクル疲労寿命は窒素添加材で長くなっており⁽⁹⁾, 本実験で疲労進展速度が遅くなることと同じ傾向である。

また, 柴田らは, 内部組織を透過電子顕微鏡で観察することにより, 窒素無添加材はセルを形成するのに

対し, 窒素添加材の転位組織は平面状になることを見出し, この転位組織の相違が試験表面のすべり帯に反映していることを明らかにしている⁽⁹⁾。本実験結果との関連では, このような転位組織やすべり帯の特徴を反映し, 図 9 と図 10 において, 0.25 N-Si 材の疲労破面が結晶学的になったと考えられる。

以上で述べたように, 窒素添加による疲労き裂進展特性の向上はき裂先端のすべり変形を考察すると説明できる。

5. 結 論

0.01 から 0.66 mass.% の窒素を含むオーステナイト系ステンレス鋼 SUS 316 を用い, 室温大気中の疲労き裂進展特性を調べ, 次の結論を得た。

(1) 窒素添加量が 0.25 mass.% 以上になると, 下限値を含めた疲労き裂進展特性は約 50% 向上した。

(2) 窒素添加により, 疲労破面は結晶学的になった。

(3) 窒素添加による疲労き裂進展特性の向上はき裂先端のすべり変形と関連することが推測できた。すなわち, 窒素無添加材では, すべり変形がき裂先端に集中し, き裂が開口しないのに対し, 窒素添加材では, き裂先端ですべり変形が一樣に起こり, き裂が開口する。このため, 窒素添加材において, き裂進展に寄与するき裂長さ増分が短くなり, き裂進展速度が低下する。

文 献

- (1) 西島敏・石井明・金沢健二・松岡三郎・増田千利, 金材技研疲労データシート資料, No. 5 (1989)。
- (2) 松岡三郎・長島伸夫・西島敏, 金材技研疲労データシート資料, No. 17 (1997)。
- (3) Matsuoka, S., Takeuchi, E., Nishijima, S. and McEvily, A. J., *Met. Trans., A*, **20** (1989), 741-749。
- (4) Matsuoka, S., Masuda, H. and Shimodaira, M., *Met. Trans., A*, **21** (1990), 2189-2199。
- (5) 田中啓介・中井善一・秋庭義明, 鉄と鋼, **79-8** (1993), 908-919。
- (6) 竹内悦男・松岡三郎・宮原健介・蛭川寿・池田雄二, 機論, **60-575**, A (1994), 1487-1492。
- (7) 竹内悦男・松岡三郎・宮原健介・蛭川寿・長島伸夫, 機論, **61-581**, A (1995), 39-44。
- (8) 竹内悦男・蛭川寿・松岡三郎, 機論, **65-632**, A (1999), 840-845。
- (9) 柴田浩司・名村夏樹・岸本康夫・藤田利夫, 鉄と鋼, **69** (1983), 2076-2083。
- (10) Degallaix, S., Foct, J. and Hendry, A., *Met. Sci.*, **2** (1986), 946-950。
- (11) 例えば, 西谷弘信編, 総合材料強度学 6 疲労強度学, (1985), 174-189, オーム社。
- (12) McEvily, A. J. and Gonzalez Velazquez, J. L., *Met. Trans., A*, **23** (1992), 2211-2221。