漸増荷重下における SUS 304 ステンレス鋼の高サイクル疲労特性*

小川 武史^{*1}, 戸 梶 恵 郎^{*2}, 金 原 大 悟^{*3}High Cycle Fatigue Properties of SUS 304 Stainless Steel
under Load-Increasing ConditionsTakeshi OGAWA^{*4}, Keiro TOKAJI and Daigo KINPARA^{*4} Aoyama Gakuin University, Dept. of Mechanical Engineering,
Chitosedai 6-16-1, Setagaya-ku Tokyo, 157-8572 Japan

High cycle fatigue properties of austenitic stainless steel SUS 304 were investigated for various conditions of cyclic stress amplitude σ_a -increasing tests under rotating bending and tension-compression loadings. Fatigue tests were also performed using specimens subjected to cyclic preloading. X-ray diffraction methods were utilized to measure the amount of martensitic transformation and residual stress. A marked effect of coxing was observed under rotating bending tests and tension-compression tests at 2 Hz. Stress-strain response revealed that the coxing effect was caused by cyclic work hardening due to cyclic loading below the fatigue limit, but cyclic work softening due to temperature increase took place during stress cycling at the final step. Martensitic transformation was detected for some rotating bending specimens but not the tension-compression specimens, which suggests that it is not the controlling behavior for the cyclic work hardening. Compressive residual stress was measured at the surface of the specimens exhibiting coxing effect, which was considered to play an important role on the coxing effect.

Key Words: Fatigue, Iron and Steel, Residual Stress, Coxing Effect, Martensitic Transformation, Rotating Bending, Tension-Compression, Austenitic Stainless Steel

1. 緒 言

オーステナイト系ステンレス鋼SUS304は優れた耐食性を持つ材料であり、構造材料として広く用いられている。SUS304の平滑材の疲労限度は0.2%耐力よりも高いことが知られており、疲労限度近傍の高サイクル疲労特性には特異な挙動が見られる。特に、疲労限度以下の応力振幅から繰返しに伴って応力振幅を漸増させると、極めて顕著なコーキング効果の認められることが古くから知られている⁽¹⁾⁽²⁾。その原因として、マルテンサイト変態⁽¹⁾およびそれを含む繰返し加工硬化⁽²⁾の関与が指摘されている。また、室温においては切欠き材であっても停留き裂の認められないことが報告されている⁽²⁾。これらの実験結果は、回転曲げ荷重下で得られたものである。

最近、軸荷重下の288°C大気中において、SUS304が顕著なコーキング効果を示すことが報告されて

いる⁽³⁾⁽⁴⁾。これらの報告では、応力振幅漸増の繰返し予荷重を与えた試験片について応力-ひずみ関係が測定されており、コーキング効果は明らかに試験片の繰返し加工硬化の結果としてもたらされたものである。しかし、破断直前に試験片は繰返し加工軟化する傾向を示し、繰返し荷重履歴に極めて敏感な性質を示している。また、ショットピーニングによって表面を硬化させ、残留応力を付与した試験片において、最も顕著なコーキング効果が認められている。この表面処理の影響は、応力勾配のある回転曲げ荷重下と軸荷重下の疲労機構に差異のあることを示唆している。さらに、SUS304は繰返し荷重下で発熱するので、上記の挙動に加えて試験片温度に注意が必要である。

本研究では、片持ち回転曲げ荷重下において、オーステナイト系ステンレス鋼SUS304の試験片について種々の条件で応力振幅漸増試験を行った。また、疲労限度以下の繰返し予荷重を与えた試験片についても疲労試験を行った。さらに、応力勾配のない引張圧縮荷重下でも疲労試験を行った。レプリカ法による表面微小き裂の発生および進展の観察、X線によるマルテンサイト変態量および残留応力の測定、ヒステリシスルー

* 原稿受付 1998年9月9日。

^{*1} 正員、青山学院大学理工学部(〒157-8572 東京都世田谷区千歳台6-16-1)。^{*2} 正員、岐阜大学工学部(〒501-1193 岐阜市柳戸1-1)。^{*3} スズキ精密工業(株)(〒431-2212 静岡県引佐郡引佐町井伊谷500)。

E-mail: t-ogawa@me.aoyama.ac.jp

ブと試験片温度の測定を行い、コーキシング効果の発生原因について詳細に検討した。

2. 材料および実験方法

供試材はロットの異なる 3 種類のオーステナイト系ステンレス鋼 SUS304 である。その化学成分を表 1 に示す。SUS304(1) および SUS304(2) は直径 20mm の丸棒に加工後、SUS304(3) は長さ 122mm、幅 22mm、厚さ 8mm に加工後、1100℃・1hr・水冷の溶体化処理を施し、それぞれ回転曲げ疲労試験片および引張圧縮疲労試験片に用いた。SUS304(1) および SUS304(3) の熱処理後の機械的性質を表 2 に示す。SUS304(2) の機械的性質は調べていないが、ビッカース硬さ HV の比較から、SUS304(1) との差異は小さいと考えられる。回転曲げ疲労試験片は最小断面部直径 5.5 mm、曲率半径 27 mm の秒時計型試験片、引張圧縮疲労試験片は幅 10 mm、厚さ 6 mm、平行部長さ 25 mm の板状試験片である。曲率部または平行部はエメリー紙により順次 2000 番まで研磨後、電解研磨を施した。

回転曲げ疲労試験は、繰返し速度 $f=20$ Hz の自作の片持ち回転曲げ疲労試験機を用いて行った。通常の応力振幅 σ_a 一定試験に加えて、 σ_a 漸増試験を行った。この場合、疲労限度以下の $\sigma_a=250$ MPa から試験を開始し、繰返し数 $N=1 \times 10^6$ または 1×10^7 回ごとに σ_a を 5% または 10% 増加させた。また、繰返し予荷重の影響を明らかにするために、条件の異なる 2 種類の繰返し予荷重試験片を用いて疲労強度を調べた。

引張圧縮疲労試験は、容量 49 kN の電気油圧式疲労試験機(島津製作所 Lab-5S)を用いて、応力比 $R=-1$ 、 $f=20$ Hz の σ_a 一定および σ_a 漸増の荷重条件で行った。 σ_a 漸増試験は $\sigma_a=180$ または 200 MPa から開始し、 $N=1 \times 10^6$ または 1×10^7 回ごとに σ_a を 5% または 10% 増加させた。また、ラチェット変形を調べるために $R=-1.2$ の σ_a 一定試験を、発熱の影響を調べるために $f=2$ Hz の σ_a 漸増試験を行った。

Table 1 Chemical compositions of the materials (mass %).

Material	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo	Fe
SUS304(1)	0.05	0.48	1.50	0.027	0.003	9.45	18.60	0.13	Bal.
SUS304(2)	0.04	0.73	1.56	0.026	0.003	9.70	18.50	0.05	Bal.
SUS304(3)	0.05	0.46	1.33	0.031	0.003	8.21	18.25	0.28	Bal.

Table 2 Mechanical properties of the materials.

Material	0.2% proof stress	Tensile strength	Elongation	Reduction of area
	$\sigma_{0.2}$ MPa	σ_B MPa	ϕ %	ψ %
SUS304(1)	217	587	78	82
SUS304(3)	250	603	63	80

コーキシング効果の発生原因を調べるために、X 線回折装置を用いてマルテンサイト変態量および残留応力の測定を行った。それぞれマックスサイエンス M03X-HF および理学電機 RINT2100 を用いた。使用した X 線は、Cr-K α (40 kV, 40 mA) である。また、放射型温度計を用いて、荷重繰返しに伴う発熱を測定した。放射率は温水で暖めた試験片 (20~100℃) を用いて決定した。引張圧縮疲労試験では、試験片表面にひずみゲージを貼付し、ヒステリシスループを調べた。

3. 実験結果

3.1 回転曲げ荷重下 回転曲げ荷重下で得られた処女材(以下、A 材)の σ_a 一定試験および σ_a 漸増試験の結果を図 1 に示す。図中の線は σ_a 漸増試験における荷重条件を示しており、 $\sigma_a=250$ MPa から、 $N=1 \times 10^6$ または 1×10^7 回ごとに σ_a を 5% または 10% 増加させ、試験片が破断に至る (×印) まで繰繰り返した。いずれの荷重条件においても顕著なコーキシング効果が認められるが、その程度は同一荷重条件に対しても一定しておらず、ばらつきを示している。

図 2 に繰返し予荷重試験片の疲労強度を A 材と比較して示す。B 材は $\sigma_a=250$ MPa の繰返し予荷重を $N=1 \times 10^7$ 回与えたものである。C 材は $\sigma_a=250, 275$ および 300 MPa の繰返し予荷重を順次それぞれ $N=1 \times 10^7$ 回与えたものである。B 材および C 材の疲労限度は A 材よりも高く、C 材では有限寿命領域の疲労強度も上昇する。このことから、図 1 に示したコーキシング効果の発生する荷重条件は、材料の S - N 曲線全体を上昇させることがわかる。

σ_a 漸増試験において、試験片表面で測定したビッカース硬さ (押し込み荷重 1.96 N) $HV0.2$ の変化を σ_a と併せて図 3 に示す。 N の増大に伴って $HV0.2$ が増大し、 $N >$

Fig.1 Fatigue strength under rotating bending σ_a -constant and σ_a -increasing tests.

3×10^7 回ではほぼ一定値を示す。実験終了後に試験片の断面において $HV0.2$ を測定したところ、表面から約 1 mm の深さまで硬化が認められた。すなわち、回転曲げ荷重下では、応力勾配によって表面層のみが繰返し荷重によって硬化し、コーキシング効果の発生原因の一因となっている。

Fig.2 Fatigue strength for cyclically preloaded specimens under rotating bending tests.

Fig.3 Variation of $HV0.2$ under rotating bending σ_a -increasing test.

Fig.4 Variation of T under rotating bending σ_a -increasing tests.

図4に σ_a 漸増試験における試験片温度 T の測定結果を σ_a と併せて示す。実験開始直後に室温よりも 10°C 程度高くなるが、破断直前まで急激な温度上昇は認められない。破断に至った σ_a では、 σ_a 漸増直後に上昇した T が徐々に低下した後、急激かつ単調な T の上昇が認められる。 σ_a 漸増試験における微小き裂進展挙動を図5に示す。また、図5の $N=6 \times 10^7$ 回において観察されたき裂のレプリカ写真を図6に示す。き裂が進展と停留を繰返した後、試験片が破断する直前に急激なき裂進展が認められる。他の σ_a 漸増試験においても図4および図5の結果と同様に、試験片が破断する直前に急激なき裂が進展し、同時に T が急激に上昇した。

3.2 引張圧縮荷重下 引張圧縮荷重下で得られた σ_a 一定試験および σ_a 漸増試験の結果を図7に示す。 σ_a 漸増試験は $\sigma_a=180$ または 200 MPaから、 $N=1 \times 10^6$ 回ごとに σ_a を5%または10%増加させ、試験片が破断に至るまで繰り返した。 $f=2\text{Hz}$ の σ_a 漸増試験では顕著なコーキシング効果が認められたが、 $f=20\text{Hz}$ で行ったその他の σ_a 漸増試験では認められなかった。

σ_a 一定試験における応力 σ -ひずみ ϵ 関係のヒステリシスループを図8に示す。(a)および(b)はそれぞれ図7

Fig.5 Small crack growth under rotating bending σ_a -increasing test.

Fig.6 A crack observed at $N=6.0 \times 10^7$ under the σ_a -increasing test shown in Fig.5.

中のNo.8およびNo.9の実験に対応している。いずれの場合にも、初期の塑性ひずみ振幅 $\Delta\epsilon_p$ は小さいが、繰返し数 N に伴って増大（繰返し軟化）していることがわか

Fig. 7 Fatigue strength under tension-compression σ_a -constant and σ_a -increasing tests.

Fig. 8 Stress-strain response under tension-compression σ_a -constant tests, (a) at $\sigma_a=220$ MPa and (b) at $\sigma_a=210$ MPa.

る。また、(a)の場合には引張方向にラチェット変形しているが、(b)の場合にはラチェット変形は認められない。実験結果は省略するが、 $R=-1.2$ 、最大応力 $\sigma_{\max}=170$ MPaから、 $N=1 \times 10^6$ 回ごとに σ_a を5%増加させる σ_a 漸増試験を行うと、圧縮方向にラチェット変形が生じ、最終的には試験片が座屈した。このように、平均応力がわずかに圧縮側($R < -1$)であれば、圧縮方向のラチェット変形が生じる。すなわち、 $R=-1$ におけるラチェット変形が引張あるいは圧縮のどちらの方向に生じるかは、各実験におけるわずかな平均応力の誤差によるものであり、不安定な挙動であることがわかる。

$\Delta\epsilon_p$ の増大は、試験片温度 T の上昇をもたらす。そこで、図7中のNo.8およびNo.10の実験における $\Delta\epsilon_p$ と T の変化を図9に示す。いずれも $\sigma_a=220$ MPaで破断した試験片であるが、No.10の試験片は $\sigma_a=200$ MPa、 $N=1 \times 10^6$ 回の繰返し予荷重が加えられている。このため、初期の $\Delta\epsilon_p$ の増大と T の上昇はNo.8の試験片よりも小さかった。しかし、最終的には $\Delta\epsilon_p$ と T の上昇を伴う引張方向のラチェット変形が生じて試験片は破断した。図9から、 $\Delta\epsilon_p$ と T の変化は良く対応しており、 T の測定結果から $\Delta\epsilon_p$ の変化を定性的に予測できる。

以上の実験から、試験片が破断に至る場合、 $\Delta\epsilon_p$ の増大と T の上昇が同時に生じた。そこで、 $f=2$ Hzで試験を行うことによって試験片の温度上昇を抑制させる実験を行った。その結果、図7に示したような顕著なコーキシング効果が認められた。図10にこの σ_a 漸増試験における T を σ_a と併せて示す。 σ_a を増加させると T は一旦上昇し、やがて繰返しに伴って低下している。この挙動は試験片の繰返し加工硬化に基づくものである。しかし、 σ_a が十分高くなると、試験片の発熱が放熱を上回り、 T が単調に増大して破断に至った。試験前後のビッカース硬さ(押し込み荷重9.8 N)HV1は、それぞれ181および266であり、顕著な繰返し加工硬化が認めら

Fig. 9 Variation of plastic strain range, ϵ_p , and temperature, T , under tension-compression σ_a -constant test.

れた。したがって、図8に示した繰返し軟化は T の上昇に起因しており、 T が単調に上昇しなければ繰返し加工硬化が生じる。

4. 考 察

4.1 マルテンサイト変態 マルテンサイト変態量を求めるためにX線回折強度 S_X (カウント数)を測定した。一例として、図1中のNo.6試験片について、実験終了後の試験片表面で測定された結果を図11に示す。なお、回折面はマルテンサイトの α (110)面およびオーステナイトの γ (111)面であり、回折角 $2\theta = 66^\circ \sim 70^\circ$ で測定した。前者は 68.5° 付近に、後者は 67° 付近に極大値を示す。マルテンサイト変態量は装置に備えられたソフトウェアを用いて求めた。

回転曲げ疲労試験片について得られたマルテンサイト変態量を表3に示す。試験片番号は図1および図2中の番号と対応している。測定は個々の試験片について2度行った。なお、処女材の場合、マルテンサイトの回折強度の上昇は認められなかった。測定結果にばらつきはあるが、繰返し予荷重を与えた試験片やコーキシング効果を示した試験片のマルテンサイト変態量は、処女材(A材)の疲労破壊試験片(No.2)と比較して、明

らかに大きい。同様な結果は小田⁽¹⁾も報告している。

引張圧縮疲労試験片についても同様の測定を行った。その結果、マルテンサイトの回折強度の上昇は、図7中の試験片No.10およびNo.12では全く認められなかった。コーキシング効果を呈したNo.11では、マルテンサイトの回折強度の上昇がわずかに認められたが、変態量は求められなかった。この結果から、マルテンサイト変態は疲労負荷条件に依存することがわかる。

4.2 残留応力 一例として、回転曲げ荷重下で疲労試験を行った図1中のNo.6試験片の残留応力の測定結果を、軸方向および円周方向の残留応力 σ_r と、表面を電解研磨によって除去した深さ d との関係として図12に示す。回折角はオーステナイトの γ (220)面であり、縦弾性係数 $E=189$ GPa, ボアソン比 $\nu=0.28$ を用いた。試験片表面近傍に圧縮残留応力が認められ、軸方向のほうが円周方向の値よりも大きい。軸方向の σ_r は、0.2%耐力と同程度の大きさに達しており、コーキシング効果の発生原因となっている。

引張圧縮疲労試験片についても試験片表面において同様の測定を行った。その結果を表4に示す。 $\sigma_a=230$

Fig.10 Variation of T under tension-compression σ_a -increasing test.

Fig.11 X-ray diffraction pattern for the specimen No.6 in Fig.1, indicating the existence of martensitic transformation.

Table 3 Amount of martensitic transformation.

Specimen No.	Test condition	Amount of martensite vol. %	
2	$\sigma_a=300$ MPa (A)	1.05	0.59
3	$\sigma_a=320$ MPa (B)	5.63	4.01
4	$\sigma_a=350$ MPa (C)	5.47	3.42
5	Coaxing (10^7 , 10%)	4.23	3.95
6	Coaxing (10^8 , 10%)	3.37	3.61

Table 4 Residual stress of tension-compression fatigue specimens.

Specimen No.	Test condition	Residual stress (Loading direction) MPa	Residual stress (Width direction) MPa
10	Coaxing(20Hz)	-51 ± 15	-91 ± 12
11	Coaxing(2Hz)	-110 ± 21	-68 ± 31
12	$\sigma_a=230$ MPa	-35 ± 17	-1 ± 13

Fig.12 Residual stress measured by X-ray for the specimen No.6 in Fig.1.

MPa一定で疲労破壊させたNo.12の試験片に比較して、疲労限度以下の σ_a の繰返し数が多いほど残留応力が大きくなる。同様な残留応力の増大は、ショットピーニング材の288°C大気中においても認められている⁽³⁾。残留応力の発生原因については、必ずしも明らかでないが、表面と内部の応力状態の相違が一因であると考えられる。

4.3 疲労荷重条件の影響 以上の実験結果から、コーキング効果の発生原因として、繰返し加工硬化と圧縮残留応力が重要であると考えられる。試験片が破断に至る直前には、試験片の発熱に起因した繰返し加工軟化が生じ、塑性ひずみ振幅が増大する。その結果、さらに発熱が促進されて試験片温度が上昇し、試験片は破断に至る。試験片が繰返し加工硬化から加工軟化に移行する条件は、図1および図7に示されているように、かなり不安定な挙動である。しかし、応力勾配によって塑性ひずみに基づく発熱が表面近傍に限定されている回転曲げ荷重下や、放熱効果の大きい引張圧縮荷重下の2 Hzの場合に顕著なコーキング効果の認められることを考慮すれば、繰返し加工硬化から加工軟化に移行する条件は、試験片の放熱能力と密接な関連を持っていることが推察される。なお、著者の一人は水環境中におけるSUS304の疲労挙動を大気中と比較検討した結果、水環境の冷却効果によって塑性変形が抑制され、疲労寿命が増大することを報告している⁽⁵⁾。

繰返し加工硬化にはマルテンサイト変態も関与していると考えられる。マルテンサイト変態は低温において顕著に生じることが知られている⁽⁶⁾。4.1節に示したとおり、試験片の温度が上昇しにくい実験条件で多くの繰返し荷重を受けた場合にマルテンサイト変態量は高くなっていた。しかし、マルテンサイト変態のほとんど認められない本研究の2 Hzの引張圧縮荷重下や林らの行った288°C大気中⁽³⁾⁽⁴⁾においても顕著なコーキング効果が認められるので、マルテンサイト変態は繰返し加工硬化を支配する要因ではないと考えられる。

いずれの疲労荷重条件においても、コーキング効果を呈した試験片の表面には圧縮残留応力が認められた。この原因は明らかでないが、図8の結果からラチェット変形の関与が予想される。また、前述した応力状態の相違に加えて、上述の発熱に伴う温度分布も

残留応力の発生に関与していると思われる。残留応力の発生機構については今後の課題であるが、コーキング効果の発生原因としては、繰返し加工硬化が最も重要であり、残留応力は副次的な役割を演じていると思われる。

5. 結 言

本研究では、オーステナイト系ステンレス鋼SUS304の試験片について種々の条件で応力振幅 σ_a 漸増試験を行った。また、疲労限度以下の繰返し予荷重を与えた試験片についても疲労試験を行った。得られた結果は以下のとおりである。

(1) 回転曲げ荷重下の σ_a 漸増試験では、顕著なコーキング効果が認められた。また、疲労限度以下の σ_a から開始する2種類の繰返し予荷重試験片は、処女材と比較してS-N曲線全体が上昇した。

(2) 引張圧縮荷重下の σ_a 漸増試験では、繰返し速度 $f=2\text{Hz}$ の場合に顕著なコーキング効果が認められたが、 $f=20\text{Hz}$ の場合には認められなかった。

(3) 顕著なコーキング効果の発生原因として、繰返し加工硬化が最も重要である。試験条件によってはマルテンサイト変態が認められるが、繰返し加工硬化を支配する要因ではない。試験片が破断に至る荷重段階では、試験片温度が単調に上昇し、繰返し加工軟化が生じる。

(4) コーキング効果の認められた試験片には、試験片表面に圧縮残留応力が発生しており、コーキング効果の発生の一因となっていた。

マルテンサイト変態量の測定に際して、岐阜県金属試験場・柘植英明主任技師の御尽力に感謝する。また、卒業研究として本研究の実験に取り組まれた当時岐阜大学学生、加藤清成君、高島勝則君および大矢英彦君に感謝する。

文 献

- (1) 小田 明, 材料, **23**-247(1974), 279-285.
- (2) 幡中憲治, 清水茂俊, 機論, **48**-428(1982), 405-413.
- (3) 林 眞琴, 榎本邦夫, 材料, **45**-11(1996), 1107-1112.
- (4) 林 眞琴, 材料, **46**-4(1997), 432-437.
- (5) 戸梶恵郎, 安藤善司, 水谷日出雄, 材料, **34**-382(1985), 816-822.
- (6) Maier, H.J., Donth, B., Bayerlein, M. and Mughrabi, H., Proc. Fatigue '93, EMAS, UK, (1993), 85-90.