オーステナイト系ステンレス鋼 SUS 316 の

疲労挙動に及ぼす予ひずみの影響*

中 島 正 貴^{*1}, 秋 田 正 之^{*2}植 松 美 彦^{*2}, 戸 梶 恵 郎^{*2}

Effects of Prestrain on Fatigue Behaviour

in Type 316 Stainless Steel

Masaki NAKAJIMA^{*3}, Masayuki AKITA,

Yoshihiko UEMATSU and Keiro TOKAJI

^{*3} Department of Mechanical Engineering, Toyota National College of Technology,
2-1 Eisei-cho, Toyota-shi, Aichi, 471-8525 Japan

The fatigue behaviour of prestrained type 316 austenitic stainless steel has been studied. Two types of fatigue tests, conventional *S-N* tests in laboratory air and in 3%NaCl solution and stress-incremental tests, were performed. Tensile prestrains evaluated are 5%, 15%, 25% and 58%. In laboratory air, fatigue strength increased with increasing prestrain, which was attributed to both work hardening and strain-induced martensitic transformation. In 3%NaCl solution, the fatigue strengths for all specimens decreased compared with those in laboratory air and fatigue strength increased with increasing prestrain up to 15%, but above that prestrain, it decreased significantly. Corrosion pit generation and growth in transformed martensite phase were believed to be primarily responsible for the observed behaviour. Based on stress-incremental test results, the coxing effect became less pronounced with increasing prestrain, disappeared at 15% and then again appeared at the larger prestrains of 25% and 58%. The observed prestrain dependence in corrosion fatigue behaviour and coxing effect clearly indicated that different mechanisms had operated below and above the prestrain of approximately 15%. Possible mechanisms such as work hardening and strain-induced martensitic transformation were discussed.

Key Words: Fatigue, Corrosion Fatigue, Hardness, Austenitic Stainless Steel, Prestrain, Coxing Effect, Work Hardening, Strain-induced Martensitic Transformation

1. 緒 言

機械・構造物は、製造段階において塑性変形を伴う加工を受け、ひずみ取り焼なまし等の熱処理を施されない限り、部材として用いられる際にはその履歴を残しているのが普通である。したがって、そのような加工を受けた材料を使用する際には、機械的性質に及ぼす予加工の影響、すなわち予ひずみの影響について把握することが必要となる。

オーステナイト系ステンレス鋼 SUS 316 は優れた耐食性と広い温度範囲で良好な機械的性質を有することから、構造材料として広く用いられている。これまでに、SUS 316 の疲労特性に関して多数の研究結果が報告されているが、疲労挙動に及ぼす予ひずみの影響について検討した研究は少ない⁽¹⁾⁽²⁾。また、SUS 316 は顕著な加工硬化特性を有することから、予ひずみの付与によって他の材料とは異なる挙動を示すことも考えられる。さらに、SUS 316 は Ni 量を増加させることでオーステナイト相の安定度を高めた材料である

が、予ひずみの影響について検討する場合には、加工誘起マルテンサイト変態にも注目する必要がある。マルテンサイト相の存在は強度特性を変えるとともに、環境感受性を高めることが懸念されるので⁽³⁾⁽⁴⁾、腐食疲労挙動の評価も重要である。

以上の観点から、本研究では、5%、15%、25%および 58% の 4 種類の引張ひずみをあらかじめ付与した SUS 316 を用いて、大気中および 3%NaCl 水溶液中で疲労強度に及ぼす予ひずみの影響について検討するとともに、大気中において応力漸増試験を行い、コーキング効果の予ひずみ依存性についても検討した。

2. 実 験 方 法

2・1 材料および試験片 供試材はオーステナイト系ステンレス鋼 SUS 316 であり、その化学成分を表 1 に示す。納入材に 1 080℃・1 時間の溶体化処理を施した。溶体化処理後の機械的性質を表 2 に示す。その後、5%、15%、25%および 58%(引張強さ σ_B に対応)の引張ひずみを付与し、続いて図 1 に示す疲労試験片の形状寸法に機械加工した。最小断面部をエメリー紙で研磨後、さらにバフ仕上げを施し疲労試験に供した。以後、予ひずみを付与していない試験片を無予ひずみ材(Unprestrain)、予ひずみを付与した試験

* 原稿受付 2007 年 2 月 15 日。

^{*1} 正員、豊田工業高等専門学校機械工学科(☎ 471-8525 豊田市栄生町 2-1)。^{*2} 正員、岐阜大学工学部(☎ 501-1193 岐阜市柳戸 1-1)。

E-mail: nakajima@toyota-ct.ac.jp

片を、例えば 5% 予ひずみ材 (5% prestrain), 15% 予ひずみ材 (15% prestrain) などと呼ぶ。

2・2 試験方法 光学顕微鏡および走査形電子顕微鏡 (SEM) を用いて、純水：塩酸：硝酸=5：5：1 から成る腐食液で腐食した後、組織を観察した。

疲労試験には繰返し速度 $f=53$ Hz の片持回転曲げ疲労試験機を用い、室温大気中および 3% NaCl 水溶液中 (以下、塩水中) で試験を行った。塩水中の試験では、塩水を試験片の最小断面部直上から連続的に滴下、循環させた。

き裂発生および成長の観察にはレプリカ法を、また、試験後の破面観察には SEM を用いた。

Table 1 Chemical compositions [wt.%]

C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo
0.04	0.23	1.33	0.031	0.03	10.03	16.93	2.01

Table 2 Mechanical properties

0.2% proof stress	Tensile strength	Breaking strength on final area	Elongation	Reduction of area
$\sigma_{0.2}$ (MPa)	σ_B (MPa)	σ_T (MPa)	δ (%)	ϕ (%)
211	560	1539	66	77

Fig. 1 Configuration of fatigue specimen

Fig. 2 Optical microstructures of unprestrained and prestrained materials

Fig. 3 SEM microstructures of unprestrained and prestrained materials

3. 実験結果

3・1 組織 図 2 に横断面の光学顕微鏡組織写真を示す。図 2 から明らかなように、結晶粒の形状や寸法には予ひずみの付与による変化はほとんど認められないが、予ひずみ材の組織にはすべり帯や変形双晶が観察され、その程度は予ひずみの増加に伴って増加する。

無予ひずみ材、5% 予ひずみ材および 25% 予ひずみ材の SEM による組織写真を図 3 に示す。無予ひずみ材でも少数の変形双晶が見られる。一方、予ひずみ材では変形双晶と顕著な方向および交差したすべり帯が認められる。

3・2 硬さ試験 予ひずみの付与に伴うビッカース硬さの変化を図 4 に示す。図 4 に見られるように、硬さは予ひずみの増加に伴って顕著な上昇を示す。その平均値は、無予ひずみ材では $HV137$ 、5% 予ひずみ材では $HV177$ 、15% 予ひずみ材では $HV214$ 、25% 予ひずみ材では $HV251$ 、58% 予ひずみ材では $HV302$ である。

3・3 疲労挙動

3・3・1 S-N 特性 大気中および塩水中における無予ひずみ材および予ひずみ材の S-N 曲線を図 5 に示す。大気中の場合、疲労強度は予ひずみの増加に伴って上昇する。疲労限度 σ_w は無予ひずみ材では 300 MPa、5% 予ひずみ材では 320 MPa、15% 予ひずみ材では 380 MPa、25% 予ひずみ材では 420 MPa、58% 予ひずみ材では 460 MPa であり、無予ひずみ材の σ_w に対して、それぞれ 7%、27%、40%、53% の上昇である。なお、試験を繰返し数 10^8 回まで継続したが破壊

は観察されず、未破断試験片に停留き裂は認められなかった。

一方、塩水中の場合、無予ひずみ材および予ひずみ材ともに、疲労強度は大気中より低下する。大気中と同様に、 10^8 回まで試験を継続したが破壊は観察されず、明りょうな疲労限度が存在するかのように見える(以後、便宜上、疲労限度と呼ぶ)。図5から腐食疲労強度の予ひずみ依存性に興味ある挙動が認められる。予ひずみが15%までは腐食疲労強度は予ひずみの増加に伴って上昇するが、それ以上の予ひずみ(25%, 58%)では、時間強度は上昇するにもかかわらず、疲労限度は15%予ひずみ材より低下し、5%予ひずみ材とほぼ同等である。したがって、予ひずみが大きい場合、大気中の疲労強度に対する低下の程度が大きく、腐食環境に対する感受性が極めて高くなる。

3・3・2 き裂発生挙動 一例として、大気中における無予ひずみ材および5%予ひずみ材のき裂発生箇所 SEM 破面写真を図6に示す。いずれの場合も発

生箇所平坦なファセットが認められる。他の予ひずみ材でも同様であったことから、大気中では予ひずみの付与にかかわらず、き裂はすべり変形に起因して発生している。

図7に表面き裂長さ $2c$ と繰返し数 N の関係を示す。予ひずみ材では、試験応力が高いにもかかわらず、き裂発生寿命は無予ひずみ材とほぼ同等か、または長寿命となっており、予ひずみの付与によりき裂発生抵抗が向上する。図8に $2c$ と繰返し数比 N/N_f (N_f : 疲労寿命) の関係を示す。予ひずみの有無や大きさにかわらず、相対的なき裂発生寿命はほぼ同程度 ($N/N_f \approx 0.3$) である。疲労寿命の大半が $2c < 0.5$ mm の微小き裂の成長に費やされていることから、き裂発生と同様に、微小き裂成長挙動の評価も重要であることがわかる。

3・3・3 微小き裂成長挙動 図9に微小き裂成長速度 da/dN と最大応力拡大係数 K_{max} の関係を示す。応力拡大係数の計算には Newman-Raju による解析結果を用い⁽⁵⁾、き裂形状(表面き裂長さ: $2c$, き裂深さ: a)は微小き裂であることからアスペクト比 $a/c = 1$ を仮定した。試験は応力比 $R = -1$ で行われている

Fig. 4 Change in Vickers hardness with prestrain

(a) Unprestrain ($\sigma=335$ MPa, $N_f=1.2 \times 10^5$) (b) 5% prestrain ($\sigma=330$ MPa, $N_f=2.8 \times 10^5$)

Fig. 6 Examples of SEM micrographs showing crack initiation site in laboratory air

Fig. 5 S-N curves in laboratory air and in 3%NaCl solution

Fig. 7 Relationship between surface crack length and number of cycles

ことから K_{max} を用いて整理している。比較のために SUS 316 の大きき裂の結果を併記した⁽⁶⁾。図 9 から明らかなように、予ひずみ材の $da/dN-K_{max}$ 関係はほぼ一致しており、予ひずみの大きさに依存しない。しかし、予ひずみ材の結果は無予ひずみ材よりもやや低速側に位置しており、予ひずみの付与により微小き裂成長抵抗は高くなることがわかる。なお、無予ひずみ材および予ひずみ材の結果は、大きき裂の結果よりも明らかに高速側に位置しており、これまでに得られている他のステンレス鋼の結果と同様の傾向である⁽⁷⁾⁽⁸⁾。

3・3・4 塩水中におけるき裂発生挙動 塩水中における $N_f \geq 10^5$ 回の領域では、無予ひずみ材および予ひずみ材ともに、き裂発生箇所へ腐食ピットが確認された。破面上で観察された腐食ピットの例を無予ひず

Fig. 8 Relationship between surface crack length and cycle ratio

Fig. 9 Relationship between crack growth rate and maximum stress intensity factor for small cracks in laboratory air

み材と 5%予ひずみ材について図 10 に示す。このような腐食ピットの発生、成長およびそれに続くき裂発生が、塩水中における疲労強度低下の主たる原因と考えられる。

腐食ピットをき裂とみなして、き裂発生時の応力拡大係数 K を求めた結果を図 11 に示す。応力拡大係数の計算には村上らによる次式を用いた⁽⁹⁾。

$$K = 0.65\sigma_0\sqrt{\pi\sqrt{area}} \quad (1)$$

ここで、 σ_0 は公称応力、 $\sqrt{area}$ は腐食ピットの面積の平方根である。図 11 から明らかなように、ややばらつきは見られるが、腐食ピットからのき裂発生に対する応力拡大係数は、予ひずみの大きにかかわらずほぼ一定で、平均 $1.3 \sim 1.9 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ の範囲にある。

3・4 応力漸増試験 応力漸増試験では応力の増分を 20 MPa、各ステップにおける繰返し数を 10^7 回とし、疲労限度より 20 MPa 低い応力から試験を開始した。得られた結果を図 12 に示す。図 12 から明らかなように、応力漸増試験における破断応力は、無予ひずみ材では 380 MPa、5%予ひずみ材では 400 MPa、15%予ひずみ材では 380 MPa、25%予ひずみ材では 480 MPa、58%予ひずみ材では 560 MPa であり、疲労

(a) Unprestrain ($\sigma=220$ MPa, $N_f=2.3 \times 10^5$) (b) 5% prestrain ($\sigma=290$ MPa, $N_f=1.7 \times 10^5$)

Fig. 10 Examples of SEM micrographs showing corrosion pits observed at crack initiation site in 3% NaCl solution

Fig. 11 Stress intensity factor for crack initiation from corrosion pit

Fig. 12 Stress-incremental test results

限度に対する増加割合は、それぞれ 27%、25%、0%、14%、22%である。このようにコーキング効果の程度は、15%の予ひずみまでは予ひずみの増加に伴って減少し、15%の予ひずみで消失した後、それ以上の予ひずみでは、再び予ひずみの増加に伴って増加する。この結果から、コーキング効果の発現機構が、約 15%の予ひずみを境にして変化していることが示唆される。

4. 考 察

4.1 予ひずみ付与による加工誘起マルテンサイト変態の発現 SUS 316 はオーステナイト相の安定度が高く、準安定 SUS 304 と比べると加工誘起マルテンサイト変態は生じ難い。しかし、強加工によって変態を生じることが考えられ、実際、疲労破面上ではマルテンサイト相が検出されている⁽¹⁾⁽¹⁰⁾。そこで、5%予ひずみ材および 15%予ひずみ材の表面において、X 線回折を用いて加工誘起マルテンサイト変態の有無を調べた。しかし、マルテンサイト相はまったく検出されなかった。そこでさらに、X 線回折よりも検出精度が高いと考えられる電子線後方散乱回折 (EBSD) を用いて 25%予ひずみ材についてマルテンサイト相の有無を調べた。その結果を図 13 に示す。図 13 に見られるように、約 2%のマルテンサイト相が検出された。この結果から、58%予ひずみ材ではさらに多量のマルテンサイト相が存在していることが推測される。以上の結果から、本供試材の場合、予ひずみが約 15%までは加工誘起マルテンサイト変態は生じず、それ以上の予ひずみでは変態によってマルテンサイト相が生じ、その程度は予ひずみの増加に伴って増加すると判断される。マルテンサイト相は硬く、オーステナイト

Fig. 13 Martensite phase detected by EBSD analysis in a 25% prestrained specimen

相と比べて環境感受性が高いことから⁽¹⁾⁽³⁾⁽⁴⁾、マルテンサイト相の存在の有無が、予ひずみ材の疲労挙動に重要な影響を及ぼすと考えられる。

4.2 予ひずみの付与による疲労強度の上昇 大気中における予ひずみ材の疲労強度の上昇は、予ひずみの付与による加工硬化に基づくき裂発生抵抗と微小き裂成長抵抗の向上に起因している。とりわけ、き裂発生抵抗の向上が支配的である。本供試材では予ひずみが大きい場合、加工誘起マルテンサイト変態が起きることから、生じたマルテンサイト相も疲労強度の上昇に寄与していると考えられる。

ところで、一般に硬さの増加に伴って疲労限度 σ_w は上昇し、 σ_w とビッカース硬さ HV の間には次式の関係が成立することが知られている⁽¹¹⁾。

$$\sigma_w = 1.6HV \dots\dots\dots (2)$$

無予ひずみ材および予ひずみ材の大気中における σ_w と HV の関係を図 14 に示す。図中の破線は上記

関係のばらつきの範囲を示している⁽¹¹⁾。無予ひずみ材の σ_w は式(1)のばらつきの範囲よりもやや上方に位置するが、予ひずみ材の結果は予ひずみの増加に伴って、式(1)に漸近する傾向を示している。すなわち、予ひずみ材の σ_w はばらつきの範囲内で式(1)にほぼ従っているといえる。

4.3 塩水中における疲労強度の低下 予ひずみ材の塩水中の疲労強度は大気中よりも低下した。そこで、疲労強度の低下率を次式で定義する。

$$\text{低下率} = \frac{\sigma_w(\text{air}) - \sigma_w(3\% \text{NaCl})}{\sigma_w(\text{air})} \times 100 \quad [\%] \quad \dots\dots\dots (3)$$

ここで、 $\sigma_w(\text{air})$ は大気中の疲労限度、 $\sigma_w(3\% \text{NaCl})$ は塩水中の疲労限度(10⁸回の繰返しに対応する応力)である。

疲労強度の低下率と予ひずみの関係を図15に示す。低下率は予ひずみが15%までは予ひずみの増加に伴

Fig. 14 Relationship between fatigue limit and Vickers hardness

Fig. 15 Reduction of fatigue strength in 3%NaCl solution

って減少するが、25%および58%予ひずみ材では逆に大きく増加している。このように予ひずみ材の腐食疲労感受性が約15%の予ひずみを境にして異なっている。このことは、4.1節で述べた加工誘起マルテンサイト相の発現と対応しており、25%および58%予ひずみ材の腐食疲労強度の大きな低下は、オーステナイト相より耐食性に劣るマルテンサイト相における優先的な腐食ピットの発生⁽⁴⁾、成長に起因すると考えられる。

4.4 コーキング効果の予ひずみ依存性 応力漸増試験結果から、約15%の予ひずみ材を境にしてコーキング効果の発現機構が異なることが示唆された。そこで、応力漸増試験前後の硬さを測定した。その結果を表3に示す。無予ひずみ材および予ひずみ材ともに、試験後の硬さは上昇しており、無予ひずみ材と5%予ひずみ材で硬さ上昇が顕著である。試験後の硬さの増加率と破断応力の増加率を予ひずみの関数として図16に示す。図16から明らかなように、15%の予ひずみまでは両者の変化傾向は同様である。このことから、15%予ひずみまでのコーキング効果の発現は、応力繰返しの間に加工硬化する能力に依存していると考えられる。すなわち、予ひずみの増加に伴って加工硬化の程度が顕著になり、その結果、その後の応力繰返しの間の加工硬化能が減少する。したがって、予ひずみの増加に伴ってコーキング効果の程度も減

Table 3 Vickers hardness values before and after stress-incremental tests

Prestrain (%)	0	5	15	25	58
Before experiment	137	177	214	251	302
After experiment	228	282	237	321	335
Increased ratio (%)	66	59	11	28	11

Fig. 16 Increase in Vickers hardness and failure stress under stress-incremental tests

少したものである。一方、25%および58%予ひずみ材では、予ひずみの付与によって生じたマルテンサイト相がコーキング効果の再発現に密接に関係していると考えられる。硬いマルテンサイト相の存在はその後の疲労強度の上昇に寄与するとともに、予ひずみ付与によって生じたマルテンサイト相が応力繰返しの間広がることによって破断応力の上昇に寄与することも考えられる。このようなマルテンサイト相の発展と疲労挙動における役割については、今後さらに検討が必要である。

5. 結 言

本研究では、5%、15%、25%および58%の4種類の引張ひずみをあらかじめ付与したオーステナイト系ステンレス鋼 SUS 316 を用いて、大気中および3% NaCl 水溶液中において疲労強度とコーキング効果に及ぼす予ひずみの影響について検討した。その結果、以下の結論を得た。

(1) 大気中における予ひずみ材の疲労強度は予ひずみの増加に伴って上昇した。疲労限度 σ_w は、5%予ひずみ材では320 MPa、15%予ひずみ材では380 MPa、25%予ひずみ材では420 MPa、58%予ひずみ材では460 MPaであり、無予ひずみ材の σ_w (300 MPa) に対して、それぞれ7%、27%、40%、53%上昇した。

(2) 予ひずみの付与により、大気中におけるき裂発生抵抗と微小き裂成長抵抗は向上した。

(3) 塩水中の疲労強度は、無予ひずみ材および予ひずみ材ともに大気中より低下した。予ひずみが15%までは、疲労強度は予ひずみの増加に伴って上昇したが、それ以上の予ひずみ(25%、58%)では、疲労限度は15%予ひずみ材より低下した。

(4) 3%NaCl 水溶液中における破断繰返し数 $N_f \geq 10^5$ 回の領域では、予ひずみの有無や大きさにかかわらずき裂発生箇所は腐食ピットが認められた。腐食ピットからのき裂発生に対する応力拡大係数は、予ひずみの大きさにかかわらずほぼ一定(平均1.3~1.9 MPa $\cdot$ m $^{1/2}$)であった。

(5) 応力漸増試験における破断応力は、無予ひずみ材では380 MPa、5%予ひずみ材では400 MPa、15%予ひずみ材では380 MPa、25%予ひずみ材では480 MPa、58%予ひずみ材では560 MPaであり、疲労限度に対する増加割合は、それぞれ27%、25%、0%、14%、22%であった。このようにコーキング効果の程度は、15%の予ひずみまでは予ひずみの増加に伴って減少したが、それ以上の予ひずみでは、再び予ひず

みの増加に伴って増加した。

(6) 観察された腐食疲労強度やコーキング効果の予ひずみ依存性には、予ひずみ付与による加工誘起マルテンサイト相が関与していることを指摘した。

本研究を行うに当たり卒業研究として協力された、当時岐阜大学学生の北條正樹君および小嶋峰典君に感謝する。

文 献

- (1) Kanezaki, T. et al., Effect of Hydrogen on Fatigue Crack Growth and Martensite Transformation of Stainless Steels, *Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers, Series A*, Vol. 72, No. 723 (2006), pp. 1717-1724.
- (2) Takahashi, K. and Ogawa, T., Evaluation of Giga-cycle Fatigue Properties of Austenitic Stainless Steels Using Ultrasonic Fatigue Test, *Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers, Series A*, Vol. 72, No. 723 (2006), pp. 1731-1736.
- (3) Endo, K. et al., Influence of Cl⁻ Concentration on Corrosion Fatigue crack growth of an Austenitic Stainless Steel, *Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers, Series A*, Vol. 48, No. 436 (1982), pp. 1489-1495.
- (4) Qiao, L. J. and Luo, J. L., Hydrogen-Facilitated Anodic Dissolution of Austenitic Stainless Steels, *Corrosion*, Vol. 54, No. 4 (1998), pp. 281-288.
- (5) Newman, J. C., Jr, A Review and Assessment of the Stress-Intensity Factors for Surface Cracks, *American Society for Testing and Materials, Special Technical Publication*, No. 687 (1979), pp. 16-42.
- (6) Committee on Fatigue, Data Book on Fatigue Crack Growth Rates of Metallic Materials, *The Society of Materials Science, Japan*, Vol. 2 (1983), pp. 484-485.
- (7) Nakajima, M. et al., Corrosion Fatigue Crack Initiation and Early Growth Behavior in Stainless Steels, *Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers, Series A*, Vol. 63, No. 607 (1997), pp. 487-492.
- (8) Nakajima, M. et al., Fatigue Crack Initiation and Early Growth Behavior of Ferritic Stainless Steel in Laboratory Air and 3%NaCl Solution, *Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers, Series A*, Vol. 68, No. 671 (2002), pp. 1085-1091.
- (9) Murakami, Y. and Ishida, M., Analysis of an Arbitrarily Shaped Surface Crack and Stress Field at Crack Front near Surface, *Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers, Series A*, Vol. 51, No. 464 (1985), pp. 1050-1056.
- (10) Murakami, R. et al., The Estimation of the Strain-Induced Martensitic Transformation by Using X-Ray Diffraction Analysis of Fatigue Impact Fracture Surface and Crack Propagation Behavior in Austenitic Stainless Steel, *Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers, Series A*, Vol. 53, No. 495 (1987), pp. 2004-2008.
- (11) Nishijima, S., Statistical Analysis of Fatigue Test Data, *Journal of the Society of Materials Science, Japan*, Vol. 29, No. 316 (1980), pp. 24-29.