陽電子消滅法によるステンレス鋼 SUS316 の微小疲労き裂発生挙動評価 *

植松美彦 **, 服部兼久 ***, 柿内利文 **, 上杉直也 ***, 仲尾文哉 ****

Evaluation of Small Fatigue Crack Initiation in Type 316 Stainless Steel by Positron Annihilation Spectroscopy

Yoshihiko UEMATSU, Kanehisa HATTORI, Toshifumi KAKIUCHI,
Naoya UESUGI and Fumiya NAKAO

Fatigue cracks, leading to catastrophic fracture of metal structure, generally initiate by the cyclic stress even under yield stress. At the first stage of fatigue process, movement and increase of lattice defects (dislocations), namely microscopic sliding takes place, and crack initiation follows thereafter. The positron annihilation spectroscopy has been widely used for probing open volume lattice defects in various materials. In this study, rotating bending fatigue test of Type 316 stainless steel was conducted, and fatigue damage accumulation has been investigated using *S* parameters defined in positron annihilation spectroscopy. *S*-parameter increased with increasing number of loading cycles due to the fatigue damage accumulation, namely increase of dislocation density. When fatigue crack initiated, *S*-parameter measured at the crack initiation site became higher than that at the location without fatigue crack. The plastic deformation zones at the fatigue crack tips had extremely higher dislocation densities. Higher *S* parameter at the crack initiation site was attributed to those plastic zones at the fatigue crack tips.

Key Words: Positron annihilation spectroscopy, Fatigue, Fatigue damage evaluation, Crack initiation, Non-destructive testing

1. 緒 言

オーステナイト系ステンレス鋼のSUS316は、高い耐食性を有することから原子力機器のようなプラントで多く利用される。そのような機器では、構造材の疲労信頼性を確保することが重要である。一般に平滑な部材における疲労破壊寿命の大半は、疲労き裂の発生とその後の微小疲労き裂成長に費やされるため、この段階において損傷の程度を非破壊で検出することが求められる。非破壊検出手法としては超音波が一般的であり、AEによるき裂評価が行われる例が多い。しかし、検出できる疲労き裂の分解能は高くなく、さらに疲労き裂が発生する以前の、例えば結晶粒内における繰返し塑性変形による損傷を検出することは困難である。そこで、ミクロな疲労損傷の非破壊検出手法として陽電子消滅法^{1)~3)}が注目されている。陽電子消滅法は、同位体元素から放射される陽電子と材料中の電子が対消滅する際に発生する γ 線の広がり(ドップラー幅広がり法)や、陽電子が材料中で消滅するまでの時間分布(陽電子寿命法)を測定する方法であり、き裂発生以前の塑性変形による空孔や転位といったミクロ組織の変化に敏感であることが知られている。例えば、SUS316における疲労損傷

過程を陽電子消滅法で評価した例があり、疲労損傷の蓄積とともに*S*パラメータが上昇することが報告されている^{4)~7)}。しかし、そのような従前の研究のほとんどは、試験片を切断し、陽電子線源を挟み込んで測定する破壊計測手法である^{4)~6)}。Horiらは、SUS316の疲労損傷を非破壊で計測しているが⁷⁾、別々に疲労損傷を与えた試料の測定であり、同一試験片を利用した経時的な計測にはなっていない。また前述のように疲労損傷は、疲労き裂発生までの損傷とその後の微小疲労き裂成長に区別できるが、き裂発生過程を陽電子消滅法で定量的に測定した例はない。

本研究では、ステンレス鋼SUS316の回転曲げ疲労試験を実施し、疲労損傷をドップラー幅広がり法により評価した。その際、試験片と陽電子線源を挟み込む治具を作製し、疲労試験を適宜中断しながら測定を行う。経時的な非破壊測定を行うとともに、疲労き裂発生とその後の微小疲労き裂進展を区別した損傷評価を行った。SUS316は、通常のばね鋼よりも降伏応力が低い材料ではあるが、本研究によってき裂発生も含めた疲労損傷の非破壊検出手法として陽電子寿命法が確立されれば、今後ばね鋼などにも同手法は適用可能と考えられる。

原稿受付日 2015年12月14日

* 日本ばね学会2014年度秋季講演会

** 岐阜大学 Gifu University

*** 東洋精鋼株式会社 TOYO SEIKO CO, LTD

**** マルヤス工業株式会社 MARUYASU INDUSTRIES CO, LTD

2. 実験方法

2.1 供試材および試験片形状

供試材は $\phi 16\text{mm}$ のSUS316丸棒材である。化学成分および機械的性質をTable 1およびTable 2に示す。納入材には 1080°C で保持後、水冷の溶体化処理が施してある。Fig.1に示すように納入材から、切削加工により最狭部 $\phi 8\text{mm}$ 、平行部 20mm を有する回転曲げ疲労試験片を作製した。疲労き裂発生位置を限定して表面き裂観察を容易にするため、試験片中央部を横フライス盤で深さ方向に 0.1mm 平面研削して浅い切欠きを導入している。また、欠陥の発生を敏感に検出するためには、転位や空孔などの初期欠陥が少ないことが望ましい。そこで、電気炉で 550°C 、2時間保持の条件でひずみ取り焼なましを行った。その後エメリー紙およびバフを用いて鏡面まで研磨を施して疲労試験に供した。

2.2 陽電子消滅法（ドップラー幅拡がり法）

陽電子消滅法の概要をFig.2に示す。電子の反粒子である陽電子は、電子と同じ質量と反対の電荷を持つ。陽電子線源から発生した陽電子が材料中に侵入すると、既存の電子1つと対消滅し 511keV の平均エネルギーを有する2本の γ 線が 180° 反対方向に生じる(Fig.2(a))。もともと電子はある運動量を有しているため、対消滅 γ 線のエネルギーはその運動に起因したドップラー効果によりわずかに変化

Table 1 Chemical composition of material (wt.%).

C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo	Fe
0.05	0.34	1.28	0.036	0.003	10.09	16.96	20.2	Bal.

Table 2 Mechanical properties of material.

0.2%proof stress $\sigma_{0.2}$ (MPa)	Tensile strength σ_B (MPa)	Elongation δ (%)	Vickers hardness HV
320	603	96	160

Fig. 1 Fatigue specimen configuration.

(a) Annihilation of positron in perfect lattice and lattice with defect.

(b) Definition of S parameter.

(c) S parameter in the lattice without defect (wide).

(d) S parameter in the lattice with defect (narrow).

Fig. 2 Schematic illustration of positron annihilation spectroscopy.

する。ここで金属材料における既存の電子とは、原子核周りの内殻電子と原子核から離れて自由に動き回る自由電子からなる。したがって、対消滅 γ 線のエネルギースペクトルは、内殻電子と自由電子のエネルギースペクトルと合成したものとして検出される(Fig.2(c))。金属結晶中には必ず原子空孔のような格子欠陥を内包しており、そのような欠陥部では自由電子しか存在しない。陽電子は原子核が同じ電荷をもつために遠ざかろうとし、自由電子のみが存在する欠陥部に引き寄せられる傾向がある。その結果、陽電子は内殻電子ではなく欠陥部の自由電子と消滅する割合が高く、幅が狭く、ピークの鋭い γ 線エネルギー分布が測定されるようになる(Fig.2(d))。この γ 線エネルギー分布の評価には、ピーク中央部(dS)を全体のカウント数(dA)で割ったSパラメータを用いることが一般的である(Fig.2(b))。材料中に空孔や転位のような格子欠陥が多くなるほどエネルギー分布は狭くなり、逆にSパラメータ値としては大きくなる(Fig.2(c), (d))。

2.3 陽電子消滅測定装置および測定手法

陽電子消滅測定装置は主として、高純度Ge γ 線検出器、検出器を冷却するための液体窒素容器、高電圧電源、計数部、解析部および陽電子線源からなる。比較的エネルギーの大きな陽電子を放出する ^{68}Ge ^{4)~6)}を陽電子源に用いると、陽電子の材料への侵入深さが大きくなる。しかしながら、 ^{68}Ge は放射線管理区域内で利用することが求められるために汎用性に欠ける。そこで本研究では、陽電子源として ^{22}Na (γ 線崩壊エネルギー=1.275MeV)を用いた⁷⁾。同線源は放射線量が低いために管理区域外でも利用可能であり、本手法を実機の疲労損傷評価に用いるためには、このような線源の汎用性も重要となる。

前述のように、通常は疲労損傷した試験片を切断して陽電子源を挟み込む手法で計測を行う^{4)~6)}。これは、陽電子

が試料内で消滅することを保証するためであるが、試験片を切断する破壊試験となってしまう。一方、試験片を破壊せずに表面に陽電子源を密着するのみでは、試験片の反対側の自由空間でも対消滅が起こるため、Sパラメータの誤差として計測されてしまう。そこで本研究では、Fig.3に示すSUS316製の治具を別途設計・作製し、Fig.4で示すように治具と試験片で線源を挟み込むサンドイッチ型の測定を提案した。治具は疲労試験片と同じSUS316で試験片平行部の曲率と同じ円形の凹みを有しており、その部分で陽電子源を試験片と治具で挟み込む。また、治具にはあらかじめ電気炉で550℃、2時間保持の条件でひずみ取り焼なましを施した。測定時に常にこの治具を用いることにより、試験片と反対側で対消滅する陽電子の条件を統一化し、誤差を減少することができる。測定箇所は、Fig.1で示した試験片の①切欠き部および②平滑部(切欠き部に対して裏側)の2箇所とした。切り欠き部では優先的に疲労き裂が発生するが、平滑部ではき裂が発生しないことが予想され、疲労き裂発生に伴う検出値の変化を評価することが可能である。同治具により、試料中の対消滅により発生した γ 線を非破壊的に γ 線検出器により検出した。得られた γ 線のエネルギー分布に対し、平滑化処理と補間法によるピーク位置補正を行うことでSパラメータを解析した。

2.4 疲労試験および中断試験

疲労試験には小野式回転曲げ疲労試験機を用い、室温大気中にて繰返し速度 $f=60\text{Hz}$ 、応力比 $R=-1$ で試験を行った。Fig.5は公称応力で整理した疲労試験の結果である。図からわかるように納入材の疲労限度は $\sigma_w=330\text{MPa}$ である。そこで、応力振幅を $\sigma_a=350\text{MPa}$ とし、適宜、疲労試験を中断しながら、陽電子消滅測定およびき裂観察を行った。なお、SUS316の疲労試験応力は降伏応力を上回っているため、繰返し速度60Hzでは顕著な発熱が生じる。したがって、Fig.5のS-N曲線は発熱の影響を含んでいる。一方、 $\sigma_a=350\text{MPa}$ で行った中断試験では、連続的な発熱が妨げられるために顕著な温度上昇はない。実際にFig.5における $\sigma_a=350\text{MPa}$ での破断寿命は $N_f=8.9\times 10^4$ であるが、中断試験では $N_f=7.6\times 10^5$ まで破断しなかった。これは中断試

Fig. 3 Configuration of jig.

Fig. 4 Specimen and radiation source.

Fig. 5 S-N diagram.

験での発熱が小さかったことを示唆している。しかし、前述のように破断まで同一の試験片を用いて経時的に陽電子消滅測定を行っているため、疲労損傷の蓄積とそれに伴う S パラメータ計測という点では問題がないと考えられる。

3. 実験結果および考察

3.1 陽電子線源

陽電子線源は、 $^{22}\text{NaCl}$ 水溶液をカプトン箔上に滴下、乾燥後、密封したものである。事前にポラロイドフィルムを用いて陽電子を感光させ、カプトン箔中で $^{22}\text{NaCl}$ が分布するサイズを確認した。その結果、感光範囲は $\phi 3.0\text{mm}$ であった。また、Fig.1に示した疲労試験片における切欠き部の巨視的様相をFig.6に示す。楕円状の切欠き寸法は短軸 $a = 2.0\text{mm}$ 、長軸 $b = 3.5\text{mm}$ であり、切欠き全体がほぼ感光範囲に収まっていることを示している。

3.2 微小疲労き裂成長様相

走査型電子顕微鏡 (SEM) を用いて、切欠き部および平滑部の表面き裂観察を行った。その結果、平行部にき裂はなく、切欠き部にのみ発生していることが確認された。すなわち切欠き部でき裂発生を伴う疲労損傷、平滑部で荷重繰返しのみによる疲労損傷を計測することができる。Fig.7に微小疲労き裂の代表的な観察例を示すが、荷重繰返しとともにき裂が発生し、主き裂が他の微小き裂と合体しながら成長していることがわかる。なお、Fig.7は(a)~(c)でそれぞれ倍率が異なることに注意していただきたい。このような観察結果に基づき、各疲労寿命比 N/N_f (ここで N は繰返し数、 N_f は破断寿命) における切欠き部の表面き裂成長様相を模式的にFig.8に示す。 $N/N_f=26\%$ において、切欠き底に $120\mu\text{m}$ の主き裂および $30\mu\text{m}$ の微小き裂が観察された。ここでき裂長さは、き裂を荷重軸直角方向へ投影した長さとしている。その後、主き裂は繰返し数の増加とともに成長し、付近の微小き裂との合体を経て最終破断に至ることが判明した。また、前述のように線源の範囲が $\phi 3.0\text{mm}$ である事を考えると、き裂領域は全寿命域でほぼ線源内にあると考えることができる。

Fig. 6 Macroscopic appearance of notch on the specimen surface. $a=2.0\text{mm}$, $b=3.5\text{mm}$.

3.3 陽電子消滅測定

Fig.9に切欠き部および平滑部における陽電子消滅測定結果、および表面き裂長さを併せて示す。横軸は疲労寿命比で、縦軸は S パラメータの値 (左軸) と主き裂長さ (右軸) である。なお、 S パラメータは同一箇所でも3回測定し、平均値を取っている。 S パラメータの値は測定箇所、すなわちき裂の有無に関わらず、破断に至るまで増加する傾向があることがわかる。SUS316は0.2%耐力 (Table 2) が低く、疲労試験応力は0.2%耐力を上回っている。すなわち、繰返し硬化しながら疲労しているため、それに伴う転位密度の上昇によって S パラメータがほぼ連続的に増加したと推測できる。なお、一部で繰返し数の増加とともに S パラメータが減少している部分もあるが、疲労損傷に伴う物理現象をとらえているわけではなく、測定誤差によるものと考えられる。

3.4 S パラメータと疲労き裂の相関性

Fig.9より、全体の傾向として主き裂長さの増加に伴い、 S パラメータの値も増加した。図中には、疲労き裂が確認された位置を“Crack initiation”として矢印で示している。図でき裂が発生する以前に着目すると、切欠き部と平行部での S パラメータに大きな相違はないが、若干切り欠き部の S パラメータのほうが大きい。これは試験片に平面部を導入したことによる応力集中により、若干ではあるが切り欠き部での損傷が大きいと考えられる。一方、疲労

Fig. 7 Small fatigue crack behavior observed on the bottom of the notch. Loading direction is vertical.

き裂が発生した疲労寿命比 $N/N_f=26\%$ 以降に注目すると、き裂の存在している切欠き部とき裂の無い平滑部での S パラメータの差が拡大している。また、切欠き部の方が S パラメータは大きく、損傷の程度も大きいことを示唆している。

疲労き裂先端には応力特異性があるため、Fig.10に模式的に示すようにき裂先端には塑性域が形成され、平滑部よりも転位密度が高い。本研究では、試験応力範囲が降伏応力を超えているため、試験片表面全体で降伏が生じている。しかし、疲労き裂先端の塑性域における転位密度は試験片表面での降伏域よりもはるかに高いため、き裂のある切欠き部での S パラメータが大きくなったと考えられる。すなわち、 S パラメータはき裂のような巨視的損傷(物理的開口)には鈍感であるが、疲労き裂先端に存在する高転位密度場のような微視的損傷を反映すると考えられる。なお、 $N/N_f=92\%$ では切欠き部と平滑部の S パラメータが再びほぼ同一になっている。これは、Fig.8の模式図で示したように $N/N_f=92\%$ ではき裂長さが 4 mm を超えており、上側のき裂先端、すなわちき裂先端塑性域が線源の範囲である $\phi 3.0\text{mm}$ を逸脱したためと考えられる。

以上のように、陽電子消滅法による S パラメータ測定によって、線源の範囲内に収まるような微小疲労き裂については、 S パラメータの相違によってき裂発生を捕らえることが可能であると考えられる。今後、本手法を疲労き裂発生を含めた損傷評価に展開していく場合、多様な応力範囲における試験や、ばね鋼などの降伏応力の高い材料を用いた試験などを行っていく必要がある。

Fig. 9 S parameter and crack length as function of cycle ratio, N/N_f .

Fig. 10 Schematic illustration of plastic zones at fatigue crack tips.

Fig. 8 Schematic illustration of crack growth behavior until final fracture.

4. 結 言

本研究では、ステンレス鋼SUS316を用いて回転曲げ疲労試験を実施し、蓄積される疲労損傷を陽電子消滅法を用いて経時的な評価を行った。また、疲労き裂が発生する前後を区別して計測した。以下に得られた主な結論を示す。

- 1) 応力繰返し数の増加に伴い、材料中の転位密度が増加するため、 S パラメータの値も増加した。
- 2) 疲労き裂が発生する切欠き部と平滑部では、き裂発生前の S パラメータはほぼ同一であったが、初期き裂が観察された以降では、き裂のある切欠き部における S パラメータの方が大きくなった。
- 3) 応力特異性のある疲労き裂先端には、高転位密度の強塑性変形域が形成されるため、き裂部の S パラメータが上昇したと考えられる。

参考文献

- 1) 蔵元英一, まてりあ, 35-2 (1985), 15.
- 2) 白井泰治, まてりあ, 37-1 (1998), 61.
- 3) 白井泰治, 生産と技術, 56-2 (2004), 8.
- 4) Maeda,N., Nakamura,N., Uchida,M.,Ohta,Y., Yoshida,K., Nuclear Engineering and Design, 167 (1996), 169.
- 5) 河口恭寛, 中村規子, 日本金属学会誌, 65-9 (2001), 835.
- 6) Kawaguchi,Y., Shirai,Y., Journal of Nuclear Science and Technology, 39-10 (2002), 1033.
- 7) Hori, F., Koike, K., Oshima,R., Applied Surface Science, 242 (2005), 304.