

# SUS304 ステンレス鋼の保持時間効果に 及ぼす酸化の影響

小泉 勉\*・山中 一由\*\*

## Effect of oxidation on hold-time effect of SUS 304 stainless steel

by Tsutomu KOIZUMI and Kazuyoshi YAMANAKA

### 1. はじめに

ステンレス鋼や合金鋼などがクリープ温度域の低サイクル疲労において保持時間効果や繰返し速度効果などの時間依存性を示すことはよく知られている。高温構造物を設計するにあたっては、このような時間依存性に基づく疲労強度の低下を如何なる手法で評価するかが重要な問題となっている。今日までに数多くの研究が行われ、繰返し速度則、累積損傷則、あるいはひずみ範囲分割法など様々な疲労寿命の評価則が発表されているが、いずれもまだ決定的なものとはなっていないと考えられる。評価を困難なものにしている原因の一つは高温で特に著しい酸化の影響であろう。かりに完べきな寿命評価則が将来確立されるとすれば、クリープと酸化の複雑な相互作用の結果である時間依存性が解明されることがその前提条件であるといつて差支えないであろう。

Coffin<sup>1)</sup>は A286 鋼の 593°C におけるひずみ制御による引張圧縮試験を行い、大気中では周波数の減少に伴い疲労寿命が低下するいわゆる繰返し速度効果を示すのに対して、 $10^{-6}$  torr 真空中では周波数の変化による寿命の低下がみられなかったことから、大気中の繰返し速度効果の原因は雰囲気(酸化)であると提唱した。一方、White<sup>2)</sup>は 1/2Mo 鋼の 500°C における曲げ疲労試験を行い、 $10^{-6}$  torr 真空中では大気中より長寿命となること、また 30 分の保持時間を挿入したときいずれの雰囲気においても寿命が低減することを示すとともに、彼の実験条件下では疲労強度に及ぼす影響はクリープより酸化の方がやや大きいと述べている。また、森下<sup>3)</sup>は SUS 304 鋼の 650°C におけるひずみ制御による引張圧縮疲労試験を  $10^{-7}$  Pa (=  $10^{-9}$  torr) と  $10^{-4}$  Pa (=  $10^{-6}$  torr) の異なる真空度のもとで行い、 $10^{-7}$  Pa では対称三角波に対するひずみ速度効果が消滅すること、両雰囲気における疲労寿命を比較したときひずみ速度の遅い対称三角波では寿命が低下するにもかか

\* 大学院理工学研究科 機械工学専攻修士課程

\*\* 理工学部機械工学科教授 材料力学

わらず、引張りずみ保持波では寿命に差がみられないことを示すとともに、環境効果はひずみ波形に強く依存しており、クリープ効果が顕著であるひずみ波形ほど環境による寿命の相違は小さくなると述べている。

このように、真空中と大気中で時間依存性の現れ方を比較検討する研究は従来多く行われているが、これはいうまでもなく酸化の影響を浮彫りにする意味で重要である。その蓄積の中から時間依存性における酸化の役割が徐々に姿を表しつつあると思われるが、完全な解明のためにはなお多くのデータの蓄積が必要であろう。

そこで本報でもこのような比較実験を行って、従来の知見にいささかでも付加できることを念願しつつ結果の整理を行ってみた。

## 2. 試験方法

本研究に使用した供試材は代表的な高温構造用鋼の一つであるオーステナイト系ステンレス鋼 SUS304 溶体化処理材である。溶体化処理条件は 1100°C、水冷である。供試材の化学成分を表 1 に、機械的性質を表 2 に示す。

表 1 化学成分 (%)

C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr
0.06	0.49	1.26	0.033	0.012	8.58	18.44

表 2 機械的性質

0.2% 耐力 (kgf/mm <sup>2</sup> )	引張強さ (kgf/mm <sup>2</sup> )	伸び (%)	絞り (%)	硬さ (H. B)
29	66	63	71	167

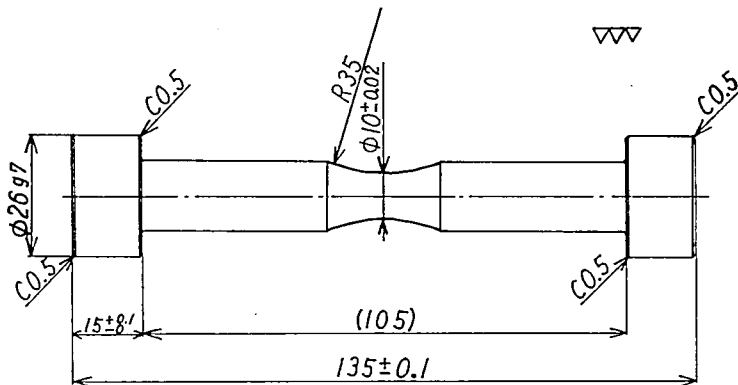


図 1 試験片の形状

試験片の形状は図 1 に示すような最小断面直径が 10mm の砂時計形のものを使用した。試験部である砂時計形の部分はアルミナ砥粒で研磨した後、油脂などを除去するためにアセトンを用いて超音波洗浄を行ってから試験に供した。

試験には電気油圧サーボ式の引張圧縮疲労試験機を使用した。本機の容量は

±10ton(動的)で、試験片取り付け部周辺は真空槽で覆われており、真空排気系に接続されている。真空排気は油拡散ポンプ(試験初期)またはターボ分子ポンプ(試験後期)のそれぞれに補助ポンプとして油回転ポンプを組み合わせを行った。試験中の真空度は油拡散ポンプで $3 \times 10^{-5} \sim 1 \times 10^{-4}$ torr, ターボ分子ポンプで $2 \sim 6 \times 10^{-6}$ torrの範囲に保たれた。

試験は室温および $650^{\circ}\text{C}$ で試験片最小断面の直径変位を制御して行った。制御波形は図2に示すような両振りの最大引張軸ひずみ保持波で、その負荷・除荷時のひずみ速度 $\dot{\epsilon}_t^d$ を $5 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$ とし、保持時間 $t_h$ を0, 1, 10, 30分と変化させた。直径変位の検出は差動トランス式の直径変位計を使用した。また試験片の加熱は高周波誘導加熱装置を使用し、試験片最小断面から軸方向に約3mm離れた位置に溶接したCA熱電対によって温度を検出し、試験温度に保たれるよう制御した。なお温度の変動は負荷・除荷時で $\pm 1^{\circ}\text{C}$ , 保持時間中で $\pm 0.5^{\circ}\text{C}$ であった。

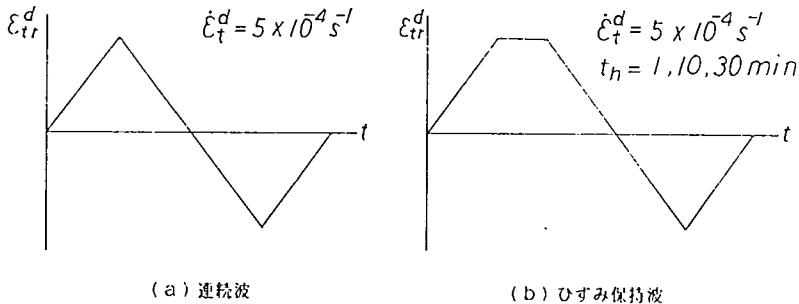


図2 制御波形

### 3. 試験結果

図3から図6に室温および $650^{\circ}\text{C}$ における塑性ひずみ範囲と疲労寿命の関係を示す。横軸の疲労寿命 $N_{30}$ は、引張最大応力 $\sigma_t$ が寿命中期の定常状態の $\sigma_t$ から30%減少したときの繰返し数と定義している。また縦軸の軸方向塑性ひずみ範囲 $\epsilon_{pr}^1$ は繰返しに伴うピークの応力値等の変動により多少変化するが、代表値として定常部の応力値から計算した。なお室温の試験は周波数 $\nu=6 \sim 16$ cpmの両振り三角波で直径変位を制御して行った。

図3より室温においては高ひずみ範囲側で真空中と大気中の疲労寿命にほとんど差は認められなかったが、ひずみ範囲が減少するにしたがい真空中の方が長寿命となり、 $\epsilon_{pr}^1=1\%$ で約1.3倍の寿命の向上を示した。このことは室温においてもわずかではあるが雰囲気すなわち酸化の影響が存在することを示しており、ひずみ範囲が小さくなるほどその影響が顕著になることがわかる。

$650^{\circ}\text{C}$ においては酸化の影響はさらに顕著なものとなる。図4および図5は大気中と $10^{-5}$ torr真空中の結果である。両雰囲気の疲労寿命を寿命曲線を用いて比較すると、 $t_h=0$ 分(以下“連続波”と呼ぶ)の場合で1.5~2倍と最も大きな寿命の向上を示し、この割合は保持時間が長くなるほど小さくなる。また保持時間の有無を問わず、ひずみ範囲が小さいほど寿命向上の割合は大きくなる傾向にある。さらに真空度を $10^{-6}$ torrオーダ

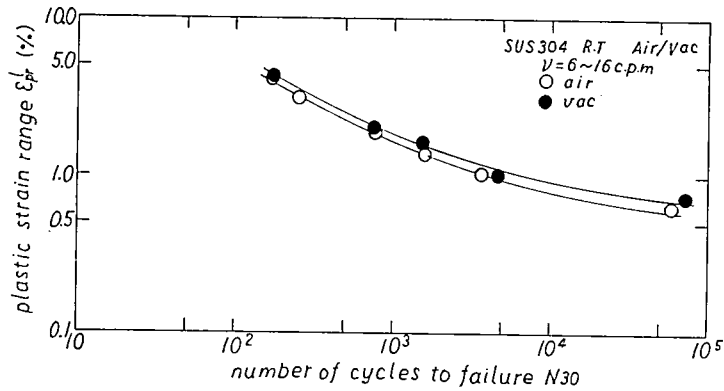


図3 室温の結果

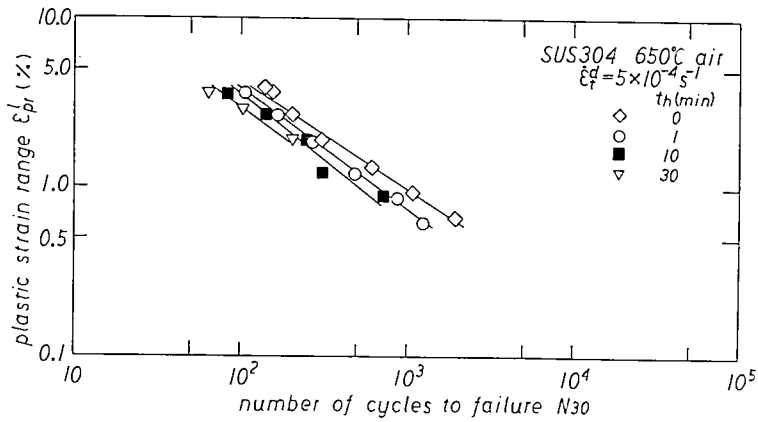


図4 650°C 大気中の結果

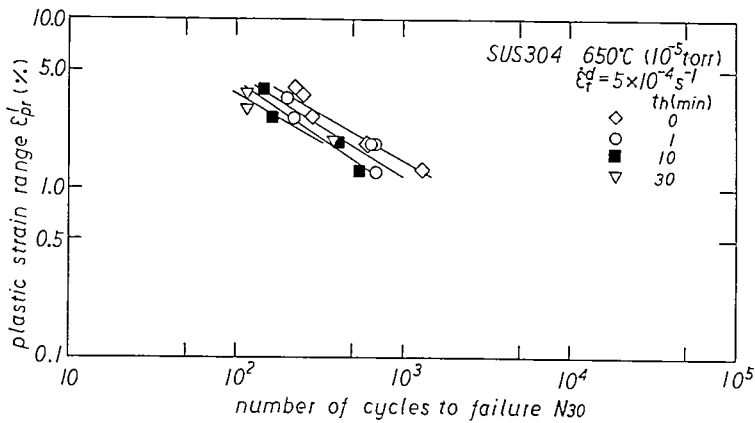


図5 650°C 10<sup>-5</sup>torr 真空中の結果

一に上げて試験を行った結果、10<sup>-5</sup>torr 真空中の結果からさらに寿命が向上するという予想外の結果を得た。このことを図6に示す。図中の破線は10<sup>-5</sup>torr 真空中の寿命曲線である。10<sup>-5</sup>torr 真空中に対する寿命向上の割合は連続波の場合で1.5～2倍、1分保持の場合で1.3～1.9倍となった。森下らは<sup>3)</sup>は10<sup>-7</sup>Pa(=10<sup>-9</sup>torr)と10<sup>-4</sup>Pa(=10<sup>-6</sup>torr)

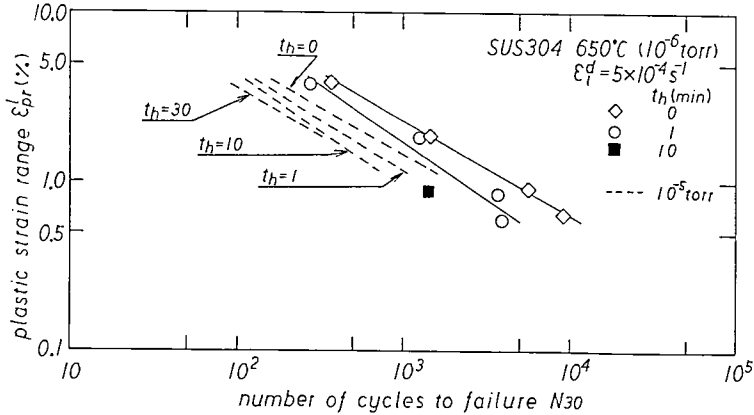


図6 650°C 10<sup>-6</sup>torr 真空中の結果

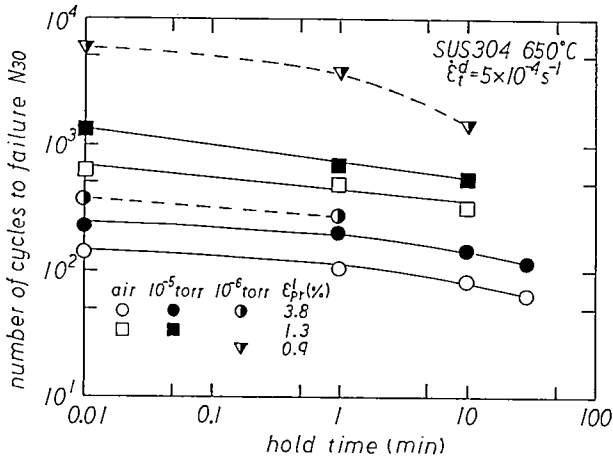


図7 保持時間と疲労寿命の関係

の疲労寿命を比較したとき、ひずみ速度の違い ( $\dot{\epsilon}_t = 1 \times 10^{-3} \text{s}^{-1}$ ) 対称三角波の場合で若干の寿命の低下があるのに対して、引張ひずみ保持波では真空度の違いによる寿命の低下はみられないと報告している。我々の行った実験では連続波はもちろん、森下らの場合  $10^{-9} \text{torr}$  と  $10^{-6} \text{torr}$  の間では寿命に差がみられなかった引張ひずみ保持波でも明らかに疲労寿命が向上するという結果となった。

最大引張ひずみ時に保持時間を挿入したとき、大気中、真空中を問わず疲労寿命の低下がみられた。ここで  $10^{-5} \text{torr}$  真空中の  $\epsilon_{pr} = 1.9\% \cdot 30$  分保持の寿命は、ひずみ保持中にたまたま発生した地震の影響で若干延びている可能性がある。寿命曲線から判断する限りでは、実験点が少ない 30 分保持の場合を除いて低ひずみ範囲側ほど保持時間効果は大きくなるが、従来の報告のように真空中の方が保持時間効果が顕著になるという結果は得られなかった。図7は保持時間と疲労寿命の関係をひずみレベルごとに見たものである。図では便宜上連続波の寿命を  $t_h = 0.01 \text{min}$  のところに記入してある。図からもわかるように高ひずみ範囲側では大気中と真空中の保持時間効果にほとんど差はみられなかった。 $\epsilon_{pr} = 1.3\%$  で大気中と  $10^{-5} \text{torr}$  真空中の保持時間効果を比較しても、高ひずみ範囲側に比べてやや大きくなってはいるが雰囲気の違いによる差はわずかで、真空中の方が

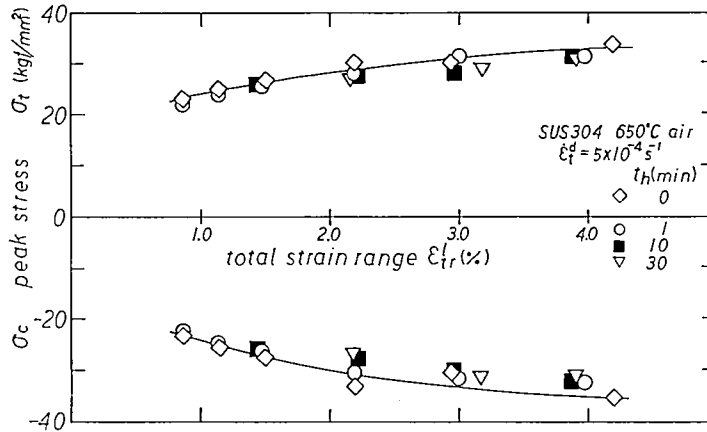


図8 最大応力と全ひずみ範囲の関係(大気中)

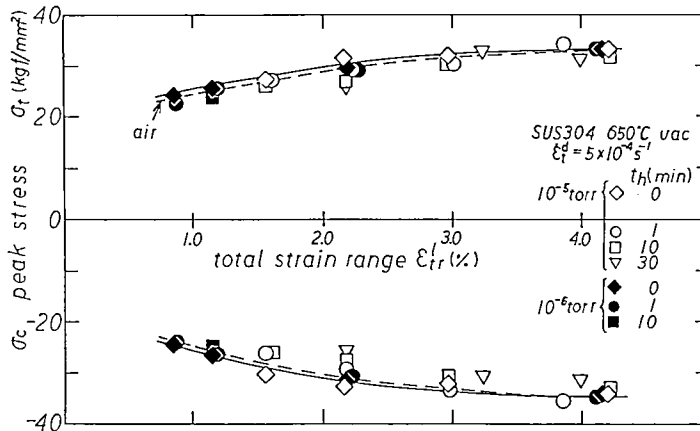


図9 最大応力と全ひずみ範囲の関係(真空中)

若干大きくなっているに過ぎなかった。また、 $10^{-6}$  torr 真空中の低ひずみ範囲側では保持時間が1分から10分に延びることによりかなり大きな疲労寿命の低下がみられた。

図8および図9に大気中と真空中の定常部における最大応力とひずみ範囲の関係を示す。図中の実線は連続波に対するベストフィットラインである。引張最大応力の値は雰囲気には依存せず、ひずみ範囲の増加にともなって大きな値となった。また低ひずみ範囲側で保持時間の増加に伴い最大応力の若干の低下がみられた。これは Conway ら<sup>4)</sup>の報告と同様の傾向である。しかしこの応力の低下は  $\epsilon_{tr} = 2.2\%$  の場合を除いてはごくわずかであるため、データのばらつきの範囲内と考えるとも差支えないと思われる。なお雰囲気および保持時間の有無にかかわらず圧縮側に平均応力が生じている。

#### 4. 破面の観察

図10に650°Cにおける代表的な破面を示す。大気中の破面は酸化のため黒く汚れており、2種類の破面形態が観察された。すなわち

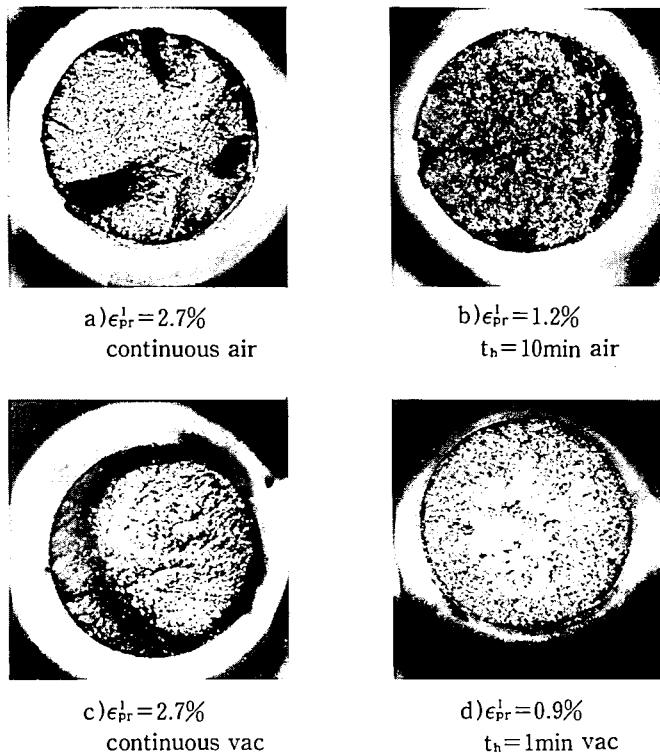


図 10 破面の巨視的様相

(a) 複数のき裂が外表面から発生し内部に向かって進展して破壊しており、最終破断部が内部に存在するタイプ

(b) 外表面からき裂が発生し内部に向かって進展するのは (a) のタイプと同様であるが、き裂の起点と反対側表面に三日月状の最終破断部を残して破壊するタイプである。ここで (a) および (b) のタイプをそれぞれ疲労型 (a), (b) と仮に呼ぶことにする。疲労型 (b) はひずみ範囲が小さくかつ保持時間が長い場合においていくつか観察されただけで、ほとんどの場合が疲労型 (a) のタイプであった。一方真空中の破面は銀灰色をしており、疲労型 (b) のタイプの他に大気中では観察されなかった破面形態が観察された。すなわち、き裂の起点は不明瞭であるが明らかに内部に存在しており、そこからき裂が外表面に向かって進展し、外周に環状の最終破断部を有するタイプである。これを仮にクリープ型と呼ぶことにする。クリープ型はひずみ範囲が小さく保持時間が長い場合に観察され、保持時間がない場合や、あってもひずみ範囲が大きい場合にはすべて疲労型 (b) のタイプであった。

代表的な破面の SEM(走査型電子顕微鏡)による観察を行ったところ、疲労型の破面は比較的なめらかであり粒内型のき裂伝ばモードであると推察される。これに対してクリープ型の破面は凹凸が激しく、疲労型とは全く異なった様相を呈しており、粒界型のき裂伝ばモードではないかと思われる。

5. 考 察

図5および図6に示したように  $10^{-5}$  torr と  $10^{-6}$  torr の2種類の真空中で疲労寿命を比較すると、 $10^{-5}$  torr の方が疲労寿命が明らかに短い。図11はこれを真空度と疲労寿命の関係に書き直したものである。図からもわかるとおり寿命低下の割合は保持時間の有無にかかわらず低ひずみ側の方が大きく、また引張ひずみ保持波よりも連続波の方がやや大きくなっている。真空度の違いによって寿命が低下し、その割合はひずみ範囲が小さい方が大きくなる理由は次のように考えることができる。つまりひずみ範囲が小さい方が破壊までに要する時間が長くなるため、真空中でわずかに存在する雰囲気の影響が作用するという考え方である。また森下ら<sup>3)</sup>による  $10^{-7}$  Pa (=  $10^{-9}$  torr) と  $10^{-4}$  Pa (=  $10^{-6}$  torr) 真空中との比較試験では認められなかった引張ひずみ保持波の寿命の低下が  $10^{-6}$  torr と  $10^{-5}$  torr 真空中の比較試験で認められたことについては、材料および真空度の違いもあり現在のデータだけでは推論することはできない。

次に山中ら<sup>5)</sup>によって提案された線形累積損傷則による検討を行ってみた。これは疲労1サイクルごとに生ずる損傷の累積値がある値に達すると破壊に至るというもので、次式で表される。

$$(\Phi_L + \Phi_{LE} + \Phi_H + \Phi_{HE})N_f = C$$

ここで  $N_f$  は疲労寿命、 $C$  は定数、 $\Phi_L$  などは1サイクルあたりの平均損傷で次のように定義される。

- $\Phi_L$  : 負荷・除荷時のひずみ変化による損傷のうち雰囲気の影響を受けないもの
- $\Phi_{LE}$  : 負荷・除荷時のひずみ変化による損傷のうち雰囲気の影響を受けるもの
- $\Phi_H$  : ひずみ保持による損傷のうち雰囲気の影響を受けないもの
- $\Phi_{HE}$  : ひずみ保持による損傷のうち雰囲気の影響を受けるもの

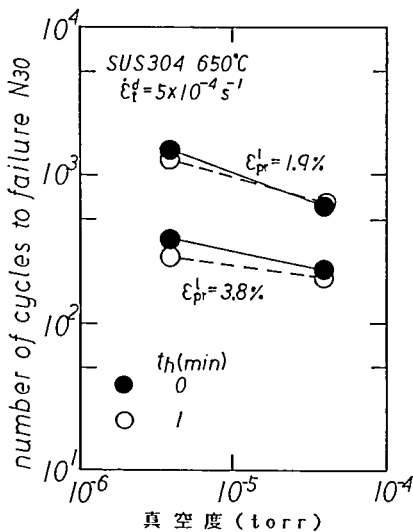


図11 真空度と疲労寿命の関係

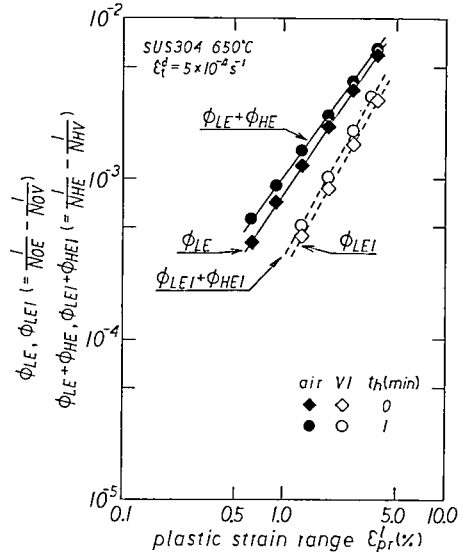


図12 雰囲気による損傷



さらに雰囲気の影響を受けない高真空中では  $\phi_{LE} = \phi_{HE} = 0$ 、保持時間のない場合は  $\phi_H = \phi_{HE} = 0$  とし、 $N_f$  を  $N$  と記し保持時間の有無を  $H, 0$ 、真空中、雰囲気の影響がある場合をそれぞれ  $V, E$  の添字で表す。

$\phi_L/C = \phi_L$  などと置けば、各損傷成分は次式のように寿命の逆数の差によって求められる。

$$\phi_L = 1/N_{0V}$$

$$\phi_{LE} = 1/N_{0E} - 1/N_{0V}$$

$$\phi_H = 1/N_{HV} - 1/N_{0V}$$

$$\phi_{HE} = (1/N_{HE} - 1/N_{HV}) - (1/N_{0E} - 1/N_{0V})$$

ここでは  $10^{-6}$  torr の場合を真空、 $10^{-5}$  torr の低真空および大気中を雰囲気の影響が作用する場合として各損傷成分を求めることとする。 $10^{-5}$  torr と大気中とは損傷成分  $\phi_{LE}$ 、 $\phi_{HE}$  の値が当然異なるため、前者を  $\phi_{LE1}$ 、 $\phi_{HE1}$ 、後者を  $\phi_{LE}$ 、 $\phi_{HE}$  として区別する。図 12 および図 13 は上式より求めた損傷と塑性ひずみ範囲  $\epsilon_{pr}$  との関係を示したものである。図中では  $10^{-5}$  torr を V1、 $10^{-6}$  torr を V2 と表している。雰囲気による損傷は、大気中と  $10^{-5}$  torr 真空中ともそれぞれまとまった直線群になっており、大気中の損傷の方が傾きが緩かとなった。また保持による損傷について、山中らは  $\phi_H$  線と  $\phi_H + \phi_{HE}$  とが平行になると報告しているが、現時点では  $\phi_H$  に関するデータが少ないため比較することはできない。そこで  $\phi_H + \phi_{HE1}$  に対する  $\phi_H + \phi_{HE}$  の割合をみてみると、全ての場合で低ひずみ側の方が大きくなっている。これはひずみ保持中に受ける酸化の影響の割合が低ひずみ側ほど大きくなるということを示している。ここで、繰り返しひずみ変化による損傷とひずみ保持による損傷の大小と、き裂形態間に密接な関係があることがわかった。図 14 から図 16 に雰囲気別に関損傷とひずみ範囲の関係を示す。図中の破線は損傷成分  $\phi_L = \phi_H$

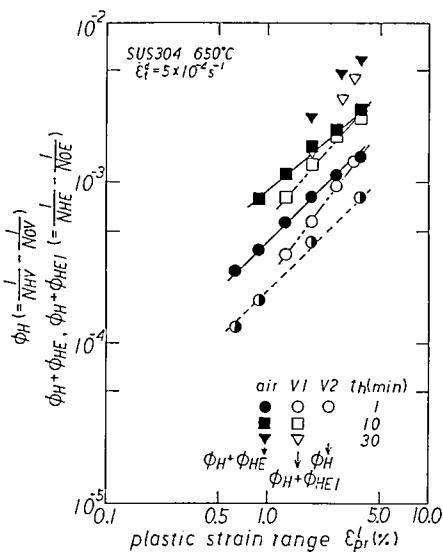


図 13 ひずみ保持による損傷

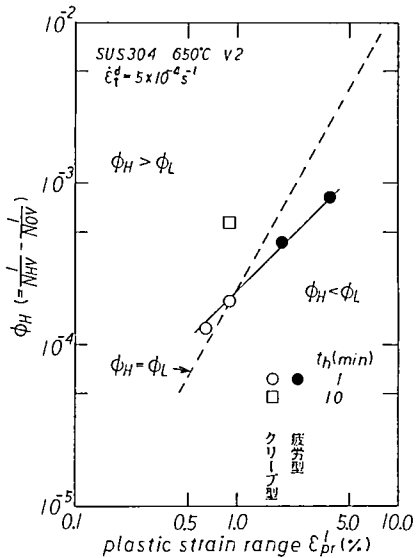


図 14 破面形態と  $\phi_H$ 、 $\phi_L$  の大小

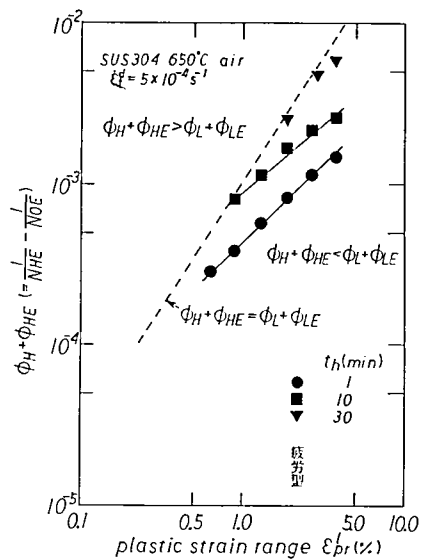
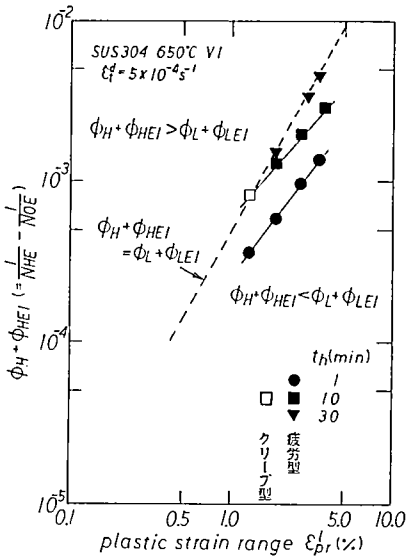


図 15 破面形態と  $\phi_H + \phi_{HEI}$ ,  $\phi_L + \phi_{LEI}$  の大小 図 16 破面形態と  $\phi_H + \phi_{HE}$ ,  $\phi_L + \phi_{LE}$  の大小

または  $\phi_L + \phi_{LE} = \phi_H + \phi_{HE}$  などを示す直線である。図 14 および図 15 では  $\phi_H > \phi_L$  あるいは  $\phi_H + \phi_{HEI} > \phi_L + \phi_{LEI}$  の場合、すなわちひずみ保持による損傷が繰り返しひずみ変化による損傷を上回ったときにクリープ型の破面、逆の場合では全て疲労型の破面となっていることが判明した。この対応は山中らの報告とも一致している。このことから雰囲気の影響が作用しない真空中においては  $\phi_L$  および  $\phi_H$  が、雰囲気の影響が作用する領域においては  $\phi_H + \phi_{HEI}$  および  $\phi_L + \phi_{LEI}$  がそれぞれ疲労型とクリープ型を支配する主因子ではないかと推測することができる。大気中でも同様のことが考えられるが、図 16 で  $\phi_H + \phi_{HE} > \phi_L + \phi_{LE}$  となる実験点が一つもなく、かつ観察されたのはすべて疲労型であったため、この点について確認することはできなかった。

## 6. 結 論

室温および 650°C において SUS304 ステンレス鋼の高温低サイクル疲労試験を行った結果、以下のような結論が得られた。

- (1) 室温においても酸化の影響が存在する。
- (2) 650°C では酸化の影響がさらに顕著となり、 $10^{-5}$  torr 真空中では大気中に対して約 2 倍の寿命の向上がみられた。
- (3) 真空度が  $10^{-5}$  torr から  $10^{-6}$  torr に 1 桁向上することにより、連続波だけでなくひずみ保持波も疲労寿命が増加するという予想外の結果を得た。
- (4) ピークの応力値は雰囲気および保持時間には依存しておらず、ひずみ範囲のみによって定まった。
- (5) 酸化の影響はひずみ範囲に依存しており、ひずみ範囲が小さいほど大きくなる傾向にある。
- (6) 酸化の影響が作用しない高真空中では  $\phi_L$  および  $\phi_H$  が、影響が作用する領域では

$\phi_L + \phi_{LE}$  および  $\phi_H + \phi_{HE}$  がそれぞれ疲労型とクリープ型のき裂形態を支配する主因子ではないかと推察される。

#### 参考文献

- 1) H. D. Solomon and L. F. Coffin, Jr  
Effect of frequency and environment on fatigue crack growth in A286 at 1100 F,  
ASTM STP, 520 (1973) p112-122
- 2) D. J. White  
Effect of environment and hold time on the high strain fatigue endurance of 1/2 per  
cent molybdenum steel, Proc Instn Mech Engrs Vol. 184 pt 1 No. 12 (1969-70) p223-233
- 3) 森下正樹 朝田泰英 三橋俊作  
超高真空中におけるSUS 304 鋼のクリープ疲労相互作用  
機械学会論文集 51-462, A (昭 60) p307-317
- 4) J. T. berling, J. B. Conway,  
Effect of hold time on the low cycle fatigue resistance of 304 stainless steel at 1200 F,  
Proc 1 st Int Conf on pressure Vessel Technology ASME (1969) p1233-1246
- 5) 山中一由 鶴戸口英善 朝田泰英 三橋俊作  
高温低サイクル疲労における雰囲気効果に関する研究  
機械学会論文集 46-412, A (昭 55) p1329-1336