

## 論 文

UDC 669.15'24'26-194.56 : 669.14.018.44 : 539.43 : 536.49 : 620.186.4

## オーステナイト系耐熱鋼の熱疲労特性\*

田 中 照 夫\*\*・飯 泉 省 三\*\*  
衣 笠 雅 晋\*\*・藤 岡 外喜夫\*\*

## Thermal Fatigue Properties of Austenitic Heat Resisting Steels

Teruo TANAKA, Shozo IIZUMI,  
Masayuki KINUGASA, and Tokio FUJIOKA

## Synopsis:

Thermal fatigue properties of a number of austenitic heat resisting steels have been studied by using a testing equipment that can either strain and temperature cyclings independently.

The microstructural and fractographical studies have also made. The results are as follows:

(1) Under 200/1 000°C temperature cycling, R2(19Cr-15Ni-3Si-Al) has slightly better thermal fatigue life( $N_f$ ) than SUS310S and R1(19Cr-13Ni-3Si-Nb). Under 200/800°C and 200/700°C temperature cyclings, the order of steels in  $N_f$  changes with the change in total strain range( $\Delta\epsilon_t$ ). That is, SUS304 has a better thermal fatigue life than the others when  $\Delta\epsilon_t$  is in a higher value, but than the others when  $\Delta\epsilon_t$  is a lower level.

(2) Under 200/1 000°C temperature cycling, the ductility of steels principally contributes to  $N_f$ . On the other hand under 200/800°C and 200/700°C temperature cyclings, the ductility of steels greatly contributes to  $N_f$  when  $\Delta\epsilon_t$  is in a higher level, and the strength of steels during thermal fatigue test greatly contributes to  $N_f$  when  $\Delta\epsilon_t$  is in a lower value.

(3) The cracks in the steels tested under 200/800°C and 200/700°C temperature cyclings are generally transgranular, and the fracture surfaces reveal striations. In SUS310S, however, which has much precipitation near the grain boundary, the most cracks propagate along the grain boundary. Thus, it is understood that the structural change during thermal fatigue test has a large influence on the thermal fatigue properties.

## 1. 緒 言

最近、オーステナイト系ステンレス鋼は耐熱用鋼として多く使用されているが、その使用条件も温度変動、応力変動を伴ったかなりきびしいものとなつている。このため、高温での疲労特性が重要な問題とされている。たとえば、自動車の排ガス浄化装置(サーマルリアクター、アフターバーナーなど)では、加熱冷却にともない材料内に熱ひずみや熱応力が発生し、それにもなう弾塑性変形の繰り返しによつて生じる熱疲労<sup>1)</sup>あるいは機械的ひずみによる高温高サイクル疲労などが問題とされている。

ところで、耐熱鋼の高温での疲労に関する研究—高温高サイクル疲労<sup>2)~7)</sup>、高温低サイクル疲労<sup>8)~15)</sup>、熱疲労<sup>12)16)~22)</sup>—はかなり広く行なわれるようになってきたが、高温引張りおよび高温クリープなどに比較して決して十分とはいえない状況にある。しかも、同一の研究者が多鋼種についてとりあげた報告<sup>1)9)11)23)</sup>はとくに少ない。

したがつて、筆者らは各種オーステナイト系ステンレス鋼の高温での疲労特性を知ることを目的として試験を行なつている。本報告では、高温での疲労のうちすでに一部を報告している<sup>24)</sup>熱疲労をとりあげ、各種オーステナイト系耐熱鋼の熱疲労特性について、とくにその研究が少ないと思われる組織変化および破壊形態<sup>1)21)25)26)</sup>とあわせて報告する。

熱疲労試験は、高温での疲労試験のうちでもとくにその試験がむずかしいとされており、現在でもなお確立された試験方法はない<sup>12)27)28)</sup>。本研究では、日本鉄鋼協会ジェットエンジン用耐熱合金研究委員会が考案した<sup>29)</sup>試験機と同型の試験機を使用して、日本材料学会高温強度部門委員会が作成した熱疲労試験方法案<sup>30)</sup>にほぼ準じて、試験を実施した。

## 2. 供試材および実験方法

## 2.1 供試材

供試材は、一般的な規格鋼である SUS304, SUS321,

\* 昭和50年10月本会講演大会にて発表 昭和51年9月8日受付 (Received Sep. 8, 1976)

\*\* 日新製鋼(株)周南製鋼所 (Syūnan Works, Nisshin Steel Co., Ltd. 4976 Tonda Shinnanyo 746)

Table 1. Chemical composition(wt%), solution heat treatment condition and grain size of specimens.

Specimen	C	Si	Mn	A	S	Ni	Cr	Other	Solution heat treatment	Grain size ASTM No.
SUS304	0.06	0.49	1.13	0.028	0.008	9.23	18.45	—	1 150°C×40 min	4.0
SUS321	0.05	0.78	1.58	0.032	0.007	10.31	17.47	Ti 0.61	1 150°C×40 min	5.0
SUS310S	0.07	0.85	1.60	0.021	0.012	19.28	25.36	—	1 150°C×40 min	4.0
AISI302B*	0.08	2.60	0.79	0.023	0.006	9.41	17.72	—	1 050°C×1 h	6.0
R 1*	0.04	3.08	0.87	0.014	0.004	12.91	18.51	Nb 0.18	1 130°C×1 h	5.2
R 2*	0.07	3.30	0.68	0.020	0.005	14.99	18.15	Al 0.60	1 010°C×1 h	4.8
NCF-2* (Incoloy800)	0.04	0.65	0.95	0.020	0.020	31.26	19.71	Al 0.46 Ti 0.46	1 100°C×1 h	6.2

\* A little rare earth elements and Ca are added.

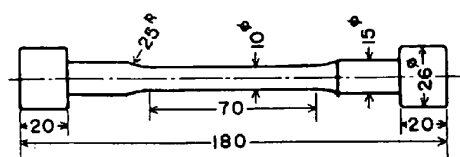


Fig. 1. Shape and dimension of specimen for thermal fatigue test.

SUS310S および NCF-2 (通称インコイ 800) と排ガス浄化装置用材料として注目されている高 Si 含有オーステナイト系ステンレス鋼である R1 (19Cr-13Ni-3Si-Nb), R2(19Cr-15Ni-3Si-Al) および AISI302B の 7 鋼種を使用した. その化学組成を溶体化処理条件および結晶粒度とあわせて Table 1 に示す. 供試材は, SUS 310S のみ 30 kg 高周波炉により大気中で溶製し, 他はすべて 40 t 電気炉により溶製されたものを用いた. これらの鋼塊あるいはスラブ片を 30 mmφ の丸棒に鍛造した後, 各鋼種に適当な溶体化処理を行ない, 結晶粒度をほぼ ASTM No. 4.0~7.0 に調整した. その後, 所定の寸法および形状に機械加工した.

## 2.2 熱疲労試験

試験機は, 島津サーボパルサ EHF-ET10 型熱疲労試験機を使用した. この試験機は, 高周波誘導加熱方式であるので比較的均一な温度分布が得られ, しかも機械的ひずみと熱サイクルを任意の位相で加え得る利点を有している. 試験片の形状および寸法は Fig. 1 に示す. なお, 試験片は, 試験片表面の機械加工きずを除去するため軸方向にエメリー紙で #600 まで研磨した後試験に供した.

試験は, 自由熱ひずみ範囲の midpoint をひずみの零点とし, この点を中心に高温で圧縮, 低温で引張応力となるようなひずみ制御で行なつた. なお, 上限温度は 1000, 800 および 700°C とし, 下限温度はいずれの場合も 200°C 一定とした. その繰り返し波形を Fig. 2 に示す. いずれの場合も, 1 サイクル 125 s 一定とした. なお, 加熱および冷却速度は 15°C/s, 下限温度保持時間はゼロ秒一定とした. したがって, 上限温度保持時間は上限温度

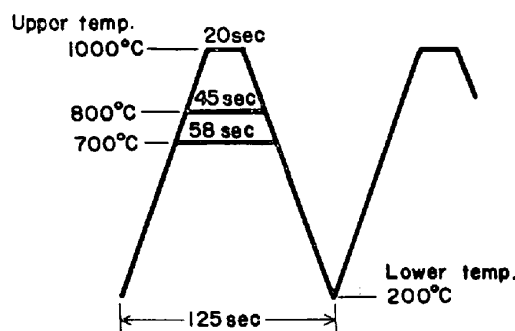


Fig. 2. Controlled temperature and strain patterns.

により Fig. 2 に示すように異なっている.

破損繰り返し数  $N_f$  は, 熱サイクルの増加とともに応力範囲が変化することを考慮して, つぎのように定義した. 200-1000°C での熱疲労試験では, 応力が低下しはじめてから破断にいたるまでの回数がかかなり長いため, 応力範囲が最高応力範囲の 30% に低下したときの繰り返し数を破損繰り返し数  $N_f$  とした. 上限温度が 800°C 以下の試験では, 応力が低下しはじめてから破断にいたるまでの回数が比較的短いため, 応力範囲が最高応力範囲の 70% に低下したときの繰り返し数を破損繰り返し数  $N_f$  と定義した.

## 2.3 組織および破面観察

試験後, 試験片の縦断面組織を光学顕微鏡で観察した. なお, 析出物は X 線マイクロアナライザー (島津 EMX-SM 型) および抽出残渣の X 線回折により同定した. 析出物の抽出分離は, 電解装置を用いた定電流電解法により行なつた. 電解液は 10vol% HCl-CH<sub>3</sub>OH 液を使用した. 電解は 10~20mA/cm<sup>2</sup> で約 24 h 行なつた. なお, X 線回折には, 理学電機製ローターフレックス RU-200 PL 型 X 線回折装置を使用した.

## 3. 実験結果および考察

### 3.1 熱疲労試験結果

#### 3.1.1 全ひずみ範囲と破損繰り返し数の関係

熱疲労のような低サイクル疲労における寿命は, 各サ

イクルにおける塑性ひずみ量と関係が深いので、従来、一般的に熱疲労特性を表わすのに塑性ひずみ範囲  $\Delta\epsilon_p$  と破損繰り返し数  $N_f$  の関係で整理した  $\Delta\epsilon_p-N_f$  線図が用いられており、多くの論文で MANSON-COFFIN の公式<sup>18)31)</sup>

$$\Delta\epsilon_p \cdot N_f^\alpha = C$$

$\alpha, C$ : 材料定数

が成立することが報告されている<sup>32)33)</sup>。著者らの実験においてもこの関係式がほぼ成立することがわかっている<sup>24)</sup>。しかし、 $\Delta\epsilon_p$  は熱サイクル回数の増加とともに変化するため熱疲労において本質的意義に乏しいことから、鋼種間の熱疲労特性の差異を知るには  $\Delta\epsilon_p-N_f$  線図で整理するよりも、むしろ試験中一定に保たれている全ひずみ範囲  $\Delta\epsilon_t$  と  $N_f$  の関係、すなわち、 $\Delta\epsilon_t-N_f$  線図で整理したほうがよいものと思われる<sup>24)</sup>。したがって、本報告では  $\Delta\epsilon_t$  と  $N_f$  の関係についてのみ報告する。各鋼種ごとに  $\Delta\epsilon_t$  と  $N_f$  の関係で整理した結果を Fig. 3 に示す。ここでは、試験結果を  $\Delta\epsilon_t \cdot N_f^\alpha = C$  ( $\alpha, C$ : 一定) の形で表わせるものとする。

Fig. 3 より、上限温度が上昇するにつれ一般に熱疲労強度が低下していることがわかる。このことは、上限温度が高くなるほど一般に塑性変形量は大きくなり熱疲労強度は低下するためと思われる。また、200-1000°C での試験では、丸山ら<sup>34)</sup>が指摘している酸化の影響およびこの条件での試験では避けられなかつた試験片のバルジ

ングなども熱疲労強度の低下の一因となつていたものと思われる。

200-1000°C での熱疲労試験では、SUS310S および R1 はほぼ同等の熱疲労特性を示すが、R2 はそれらよ

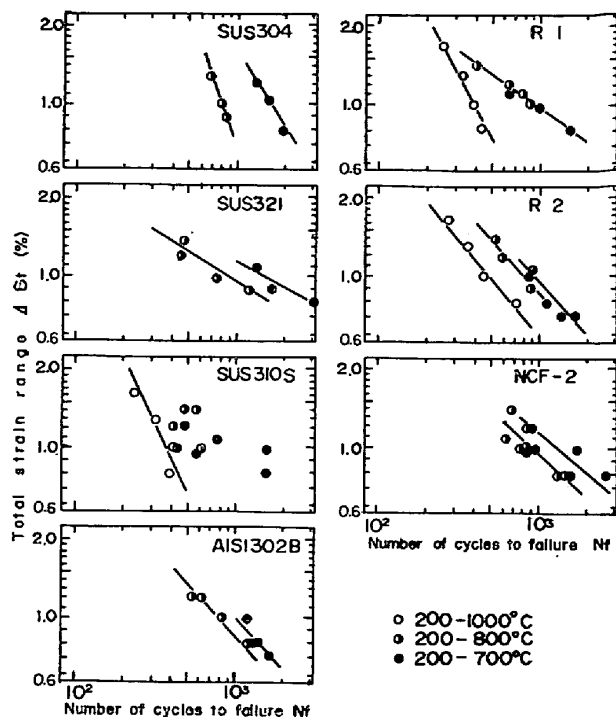


Fig. 3. Relation between total strain range and number of cycles to failure.

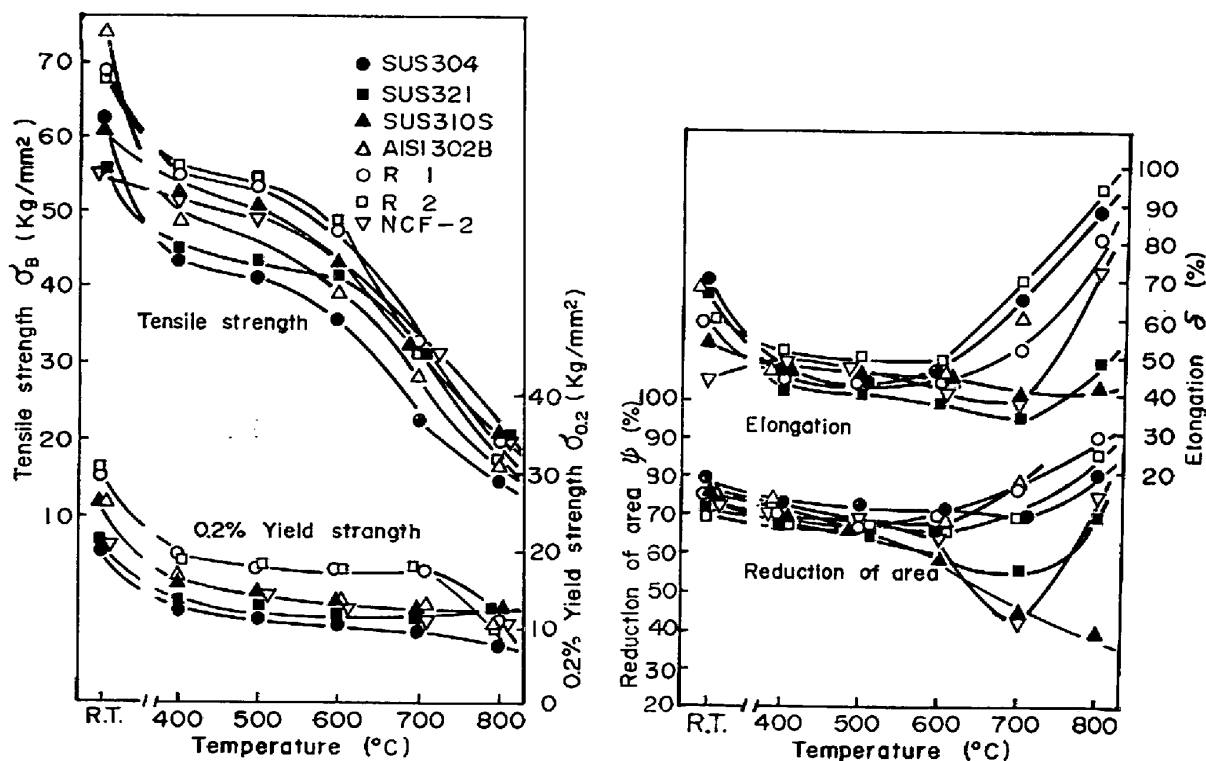


Fig. 4. High temperature tensile properties of specimens.

り若干すぐれた熱疲労特性を示している。これは、上限温度の上昇とともに熱疲労特性を決定する要因のうち延性がより重要な因子となるためと思われる。つまり、上限温度 1000°C 近傍では、本報告では示さなかったが、SUS310S, R1 および R2 と強度および耐力はほぼ同等であるのに比し、R2 の延性が良好であることによると思われる。また、R2 の耐酸化性が最も良好であったことも原因していると思われる。

200-800°C での熱疲労試験では、各鋼種の直線の勾配は SUS321 が最も小さく、ついで R1, NCF-2, AISI 302 B, R2 の順に大きくなり、SUS304 の勾配が最も大きい結果を得た。この順序は、著者らがすでに報告している<sup>24)</sup>ように、800°C での耐力の大きさにほぼ合致しているように思われる。つまり、Fig. 4 に示す高温引張特性<sup>24)</sup>からみて耐力の大きい材料ほど低ひずみ範囲で寿命がより延びたために直線の勾配は小さくなったものと思われる。この傾向は CARDEN ら<sup>35)</sup>の結果とよく一致しているように思われる。一方、SUS304 のように他鋼種と比べて耐力が小さく、延性が良好な材料では、高ひずみ範囲では延性が良好であることによつて寿命が増し、低ひずみ範囲では耐力が小さくしかも  $\Delta\epsilon_t$  にしめる  $\Delta\epsilon_p$  の割合が他の鋼種よりも大きいことによつて寿命が低下するために、SUS304 の直線の勾配が最も大きくなつて

いるものと思われる。

以上のことから、200-800°C での試験では、材料の熱疲労特性は材料の延性ととともに高温強度、とくに耐力に大きく影響されるものと思われる。ただし、SUS310S の 200-800°C での試験結果は他鋼種と比べて相当なバラツキを生じた。この原因については、後述するように試験中に生じる組織変化が影響しているものと思われる。

200-700°C での試験では、各鋼種の直線の勾配は 200-800°C での試験の場合とほぼ同様であり、鋼種間の関係もほぼ同様である。しかし、200-700°C での試験で得られた各鋼種間の直線の勾配の関係は、200-800°C での試験結果で示した耐力の大きさに必ずしも合致していない。

3.1.2 熱サイクル回数の増加となう応力範囲の変化  
一般に、熱サイクル回数の増加にともない応力範囲  $\Delta\sigma$  は変化する。一例として、SUS304, SUS321 および R1 の応力範囲  $\Delta\sigma$  の挙動を Fig. 5 に示す。

200-700°C および 200-800°C での熱疲労試験では、応力範囲  $\Delta\sigma$  はいずれの鋼種も熱サイクルの繰り返しの初期に著しく増大し、その後熱サイクルの増加につれて徐々に増大している。これは、加熱冷却に伴う塑性変形による繰り返しひずみ硬化が大きいことによると思われる。しかし、この  $\Delta\sigma$  の増加の程度および挙動は鋼種により異なっている。SUS321 および R1 は 200-700°C および 200-800°C での熱疲労試験において、SUS304 に比較しかなり大きなひずみ硬化を示している。SUS304 のひずみ硬化が最も小さいのは、一部再結晶が進んでいることも影響していると思われる。このように、熱疲労試験中に繰り返しひずみ硬化が生じ、しかも、鋼種によつて繰り返しひずみ硬化の程度および再結晶特性が異なることを考えると、熱疲労特性におよぼす強度および耐力の影響は、正しくは繰り返しひずみ硬化したときの強度および耐力で論ずるべきものと思われる。

なお、R1 の 200-1000°C での試験では、200-700°C および 200-800°C での試験の場合と比べ、応力範囲  $\Delta\sigma$  の増加はかなり軽微であつた。これは再結晶しているためと思われる。

3.1.3 全ひずみ範囲  $\Delta\epsilon_t$  と塑性ひずみ範囲  $\Delta\epsilon_p$  の関係および拘束率  $R$  と  $\xi (= \Delta\epsilon_p / \Delta\epsilon_t)$  の関係

前項において、熱サイクル回数の増加に伴い応力範囲  $\Delta\sigma$  は変化する、しかも鋼種によつて繰り返しひずみ硬化の程度が異なることを述べた。そこで、各鋼種について全ひずみ範囲  $\Delta\epsilon_t$  と塑性ひずみ範囲  $\Delta\epsilon_p$  の関係を調べてみた。その結果を Fig. 6 に示す。ただし、ここで採用した  $\Delta\epsilon_p$  は試験中変化する塑性ひずみ範囲の平均値

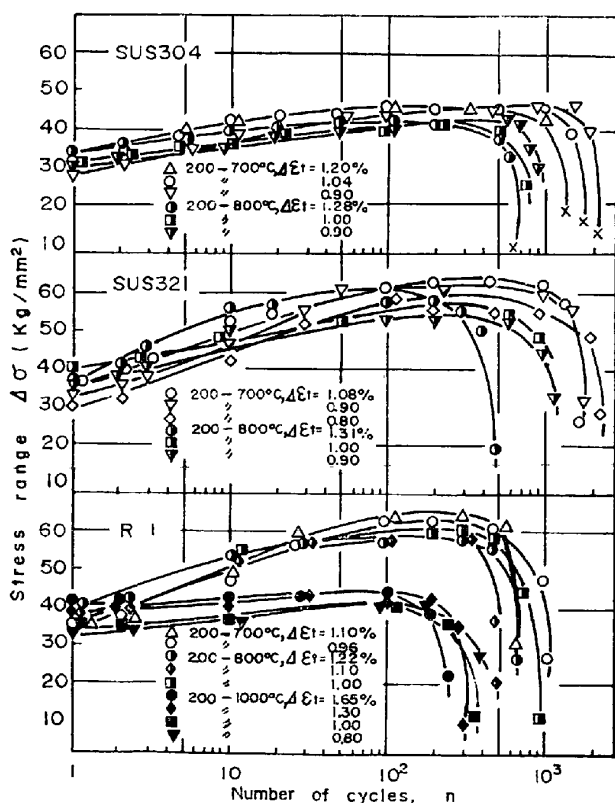


Fig. 5. Change in stress range with constrained thermal cycling.

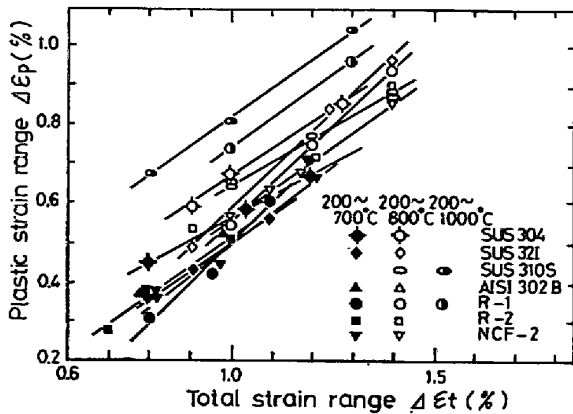


Fig. 6. Relation between plastic strain range  $\Delta\epsilon_p$  and total strain range  $\Delta\epsilon_t$ .

とした。Fig. 6 によりつぎのことがわかる。

(i)  $\Delta\epsilon_p$  は  $\Delta\epsilon_t$  の増加とともに増大し、 $\Delta\epsilon_t$  と  $\Delta\epsilon_p$  はほぼ直線関係にある。

(ii) 上限温度が高くなるほど同じ  $\Delta\epsilon_t$  でも  $\Delta\epsilon_p$  は大きくなっている。これは上限温度が高くなるほど耐力が小さくなることによると思われる。

(iii) 同一の  $\Delta\epsilon_t$  でも鋼種によつて  $\Delta\epsilon_p$  が異なる。

(iv) 鋼種により  $\Delta\epsilon_t$ - $\Delta\epsilon_p$  線図の直線の勾配が異なる。

(iii) および (iv) 項については、鋼種によつて耐力および繰り返しひずみ硬化の程度が異なること、さらに今回の熱疲労試験では上限温度で一定の保持時間を有していたために、鋼種によつて異なつたクリープひずみを含んでいることによるものと思われる。

上述したように、鋼種ごとに全ひずみ範囲  $\Delta\epsilon_t$  と塑性ひずみ範囲  $\Delta\epsilon_p$  の関係が異なるので、さらに各鋼種について拘束率  $R$  と  $\Delta\epsilon_t$  に占める  $\Delta\epsilon_p$  の割合  $\xi (= \Delta\epsilon_p / \Delta\epsilon_t)$  との関係調べた。結果を Fig. 7 に示す。ただし、拘束率とは全ひずみ範囲  $\Delta\epsilon_t$  を無拘束の自由熱ひずみ範囲  $\Delta\epsilon_T$  で除した値である。Fig. 7 よりつぎのことがわ

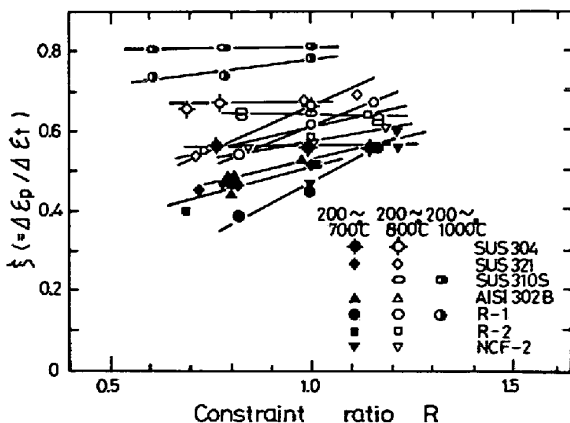


Fig. 7. Relation between  $\xi (= \Delta\epsilon_p / \Delta\epsilon_t)$  and constraint ratio  $R$ .

かる。すなわち、

(i) 各鋼種とも拘束率  $R$  と  $\xi (= \Delta\epsilon_p / \Delta\epsilon_t)$  との関係はほぼ直線関係にある。

(ii) 同じ拘束率  $R$  に対しても  $\xi$  値は鋼種により異なり、しかも直線の勾配も異なる。200-800°C での試験結果をみると、SUS304 および SUS310S の直線の勾配はほぼ零である。すなわち、SUS304 および SUS310S では  $\xi$  値は拘束率  $R$  に依存せずほぼ一定値を示していた。一方、SUS321 および R1 の直線の勾配はかなり大きい。

(iii) 本実験の範囲内では、200-800°C および 200-1000°C の熱疲労試験で  $\xi$  値は 0.5 以上であつた。また、200-700°C の熱疲労試験では、SUS304 を除いていずれの鋼も拘束率  $R$  の小さい側で  $\xi$  値が 0.5 以下になつていた。

ところで、RANDGRAF<sup>36)</sup> は MANSON の式

$$\Delta\epsilon_t = \Delta\epsilon_e + \Delta\epsilon_p$$

$$\Delta\epsilon_e = 3.5 \cdot (\sigma_B / E) \cdot N_f^{-0.12}$$

$$\Delta\epsilon_p = D_t^{0.6} \cdot N_f^{-0.6}$$

$$D_t = \ln\{1/(1-\varphi)\}$$

ただし、 $\Delta\epsilon_e$ : 弾性ひずみ範囲

$\sigma_B$ : 静引張強度

$E$ : 縦弾性係数

$\varphi$ : 静引張破断絞り

における  $\Delta\epsilon_e$  と  $\Delta\epsilon_p$  が等しくなる条件での破断寿命を遷移破断寿命  $N_t$  とし、 $N_f > N_t$  では  $\Delta\epsilon_e$  支配で引張強度や耐力が熱疲労寿命を決めるのに対し、 $N_f < N_t$  では  $\Delta\epsilon_p$  支配で絞りが熱疲労寿命を決めるとしている。そこで、本実験の200-800°C での結果をみると、いずれの鋼種においても  $\xi$  値が 0.5 以上にあり、 $\Delta\epsilon_p > \Delta\epsilon_e$  の関係にあるので、RANDGRAF の考え方からするといずれの鋼種においても熱疲労寿命は延性に支配されていることになる。ところが、SUS321 および R1 のように  $\xi$ - $R$  線図で直線の勾配が大きく、しかも、 $\xi$  値の小さいものは、拘束率  $R$  が小さい側で、すなわち、 $\Delta\epsilon_t$  が小さい側で耐力の寄与が大きくなり、塑性疲労損傷が小さくなると考えられる。このことから  $\Delta\epsilon_t$ - $N_f$  線図において SUS 321 および R1 の直線の勾配が小さく、 $\Delta\epsilon_t$  が小さい側で熱疲労寿命が長くなつていたことが理解できる。200-700°C での結果では、SUS304 を除いていずれの鋼も拘束率  $R$  が小さい側で  $\xi$  値が 0.5 以下となつており、耐力支配の領域にあることになる。このため、耐力の小さい SUS304 などは  $\Delta\epsilon_t$  が小さい側でも塑性疲労損傷が大きいのに対し、他の鋼では  $\Delta\epsilon_t$  が小さくなるほど塑性疲労損傷が小さくなり、熱疲労寿命がのびる結果になつたと

考えられる。これより、SUS304 を除く他の鋼がいずれも  $\Delta\epsilon_t-N_f$  線図で直線の勾配が小さくなっていたことが理解できる。一方、200-1000°C での結果では  $\xi$  値は拘束率  $R$  に依存せず、かつ、かなり大きな値を示していたことから延性が熱疲労寿命を決めていたものと思われる。

なお、MANSON の式の  $\Delta\epsilon_p = D\sigma \times N_f^{-\alpha}$  における指数項  $\alpha$  を  $\Delta\sigma = C \cdot (\Delta\epsilon_p)^m$  における繰り返し硬化係数  $m$  と関連づけ、修正 MANSON の式を導びくことにより、熱疲

勞試験結果とよい対応を示すという報告<sup>27)</sup>もあるが、本実験では、広範囲の  $\Delta\epsilon_p$  について試験していないため、 $m$  を求めることは困難であつた。そのため、ここでは  $\xi-R$  の関係で検討してきた。

3.2 組織変化

前項までに述べてきたように、熱疲労試験においては上限温度が重要な要因であることがわかつた。これは、高温強度特性および組織変化に影響されるためであり、

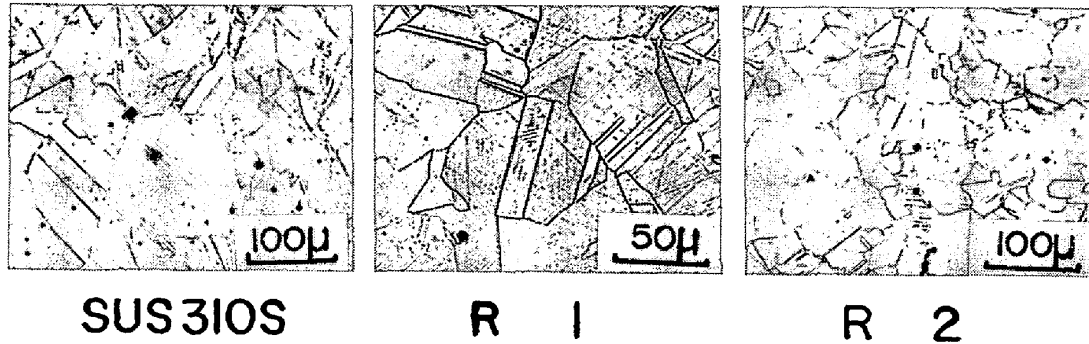
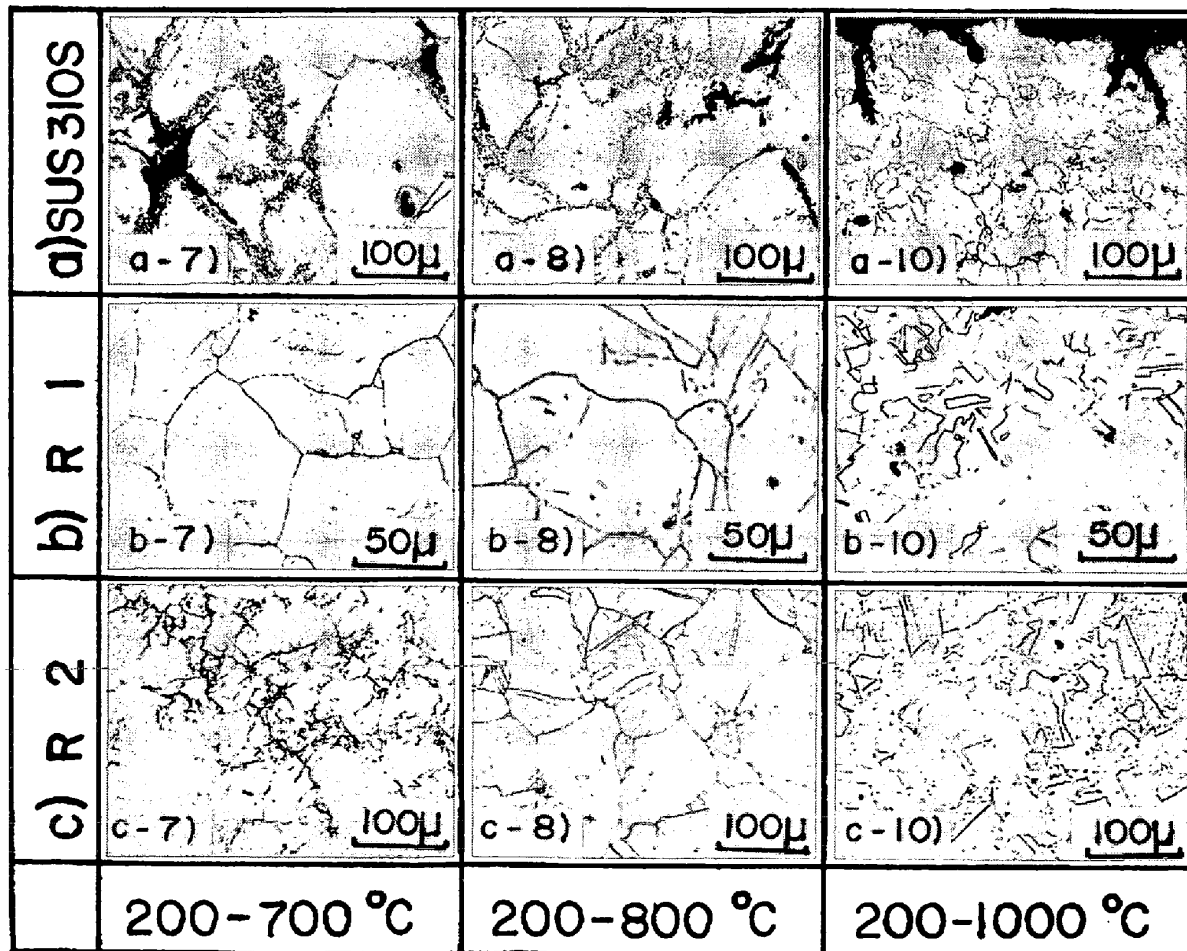


Photo. 1. Microphotographs of SUS310S, R1 and R2 solution treated.



a-7)  $\Delta\epsilon_t=0.98\%$ ,  $N_f=1602$     a-8)  $\Delta\epsilon_t=1.20\%$ ,  $N_f=418$     a-10)  $\Delta\epsilon_t=1.65\%$ ,  $N_f=214$   
 b-7)  $=0.98\%$ ,  $=1020$     b-8)  $=1.40\%$ ,  $=406$     b-10)  $=1.00\%$ ,  $=371$   
 c-7)  $=0.70\%$ ,  $=1557$     c-8)  $=1.40\%$ ,  $=521$     c-10)  $=1.30\%$ ,  $=347$

Photo. 2. Microphotographs of SUS310S, R1 and R2 thermal fatigue failed.

熱疲労現象を理解するには金属組織学的考察もまた重要である。多くの研究者がこのことを主張しているが<sup>25)26)</sup>、過去あまり調査されていないようである<sup>1)21)25)26)</sup>。ここでは、おもに熱疲労試験後の組織変化について述べる。

SUS310S, R1 および R2 の溶体化組織を Photo. 1 に示す。また、SUS310S, R1 および R2 の熱疲労試験後の顕微鏡組織の一例を Photo. 2 に示す。Photo. 2 から熱疲労組織は一般に塑性流動を呈していないことがわかる。また、R2 の 200-800°C の熱疲労組織を Photo. 1 に示した溶体化組織と比べてみると、結晶粒が著しく粗大化しているのがわかる。したがって、一般に熱疲労では粒成長を促進すると思われる。なお、組織が粗大化すれば、一般に、材料は脆弱化して熱応力に対する抵抗力が減退し熱疲労寿命は低下するといわれている<sup>28)</sup>。200-1000°C の熱疲労試験後の組織をみると、一様に再結晶しているのが認められた。

熱疲労試験後の組織は、ここには示していないが静的に時効した後の組織と比較すると、析出形態にかなりの差異のあることがわかつている<sup>24)</sup>。この差異が顕著に認められたのは、SUS321 の 200-700°C, SUS310S の 200-700°C および 200-800°C, R1 の 200-800°C および R2 の 200-700°C, 200-800°C 熱疲労試験の場合である。

200-700°C の熱疲労試験後の組織においては、SUS310S, R2 および SUS321 では、Photo. 2 に一例を示すように、粒界近傍に多くの微細な析出物が認められた。とくに、SUS310S で顕著に認められた。これらの析出物を X線マイクロアナライザーおよび電解抽出後の X線回折により分析した結果、Cr および Si に富んだ  $\sigma$  相および炭化物 (SUS310S および R2 では  $\text{Cr}_{23}\text{C}_6$ , SUS321 では  $\text{Cr}_{23}\text{C}_6 + \text{TiC}$ ) であることがわかった。一方、SUS304, R1 および NCF-2 ではそれほど顕著な析出物は認められず、粒界に主として  $\text{Cr}_{23}\text{C}_6$  がわずかに析出していた。

200-800°C で試験したものでは、SUS310S のみに 200-700°C の試験と同程度あるいはそれ以上に多くの微細な析出物 ( $\sigma$  相および  $\text{Cr}_{23}\text{C}_6$ ) が認められ、200-700°C の場合と同様、粒内析出物はほとんど認められなかった。R1 および R2 は、800°C で静的に時効したものでは粒界に塊状の  $\sigma$  相が多く認められ、R1 では粒内にも板状の  $\sigma$  相が多く認められるが、200-800°C 熱疲労試験したものでは析出の程度はかなり小さく、時効組織で認められるような粒界および粒内の  $\sigma$  相の析出はほとんど認められなかった。また、SUS304 および NCF-2 では

200-700°C の熱疲労の場合と同様、粒界に主として  $\text{Cr}_{23}\text{C}_6$  がわずかに析出していた。なお、SUS321 の 200-800°C の熱疲労試験後の組織には、200-700°C の場合と異なり、析出物はほとんど認められなかった。

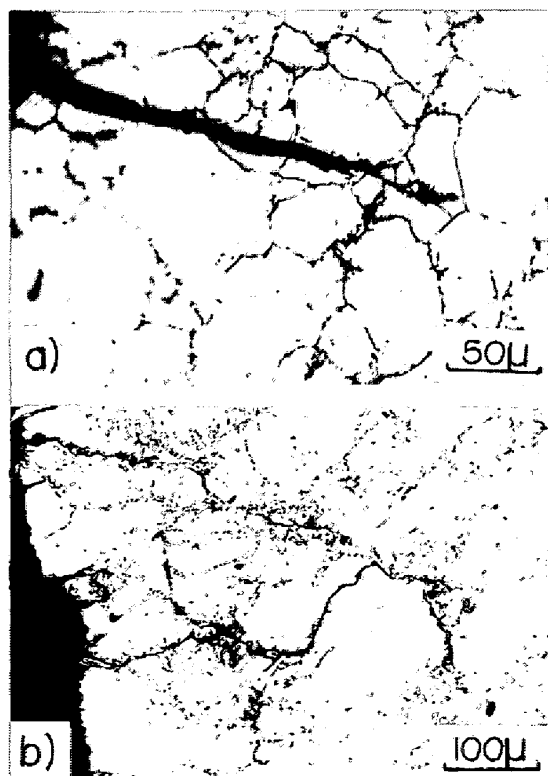
なお、200-700°C および 200-800°C の試験で上限温度での保持時間をより長くした場合には、各鋼種の組織変化もまた異なるものと思われる。したがって、熱疲労特性も異なってくるものと思われる。

200-1000°C の熱疲労試験後の組織には、いずれも析出物はほとんど認められず、一様に再結晶していた。

### 3.3 破壊形式

破面観察結果を示す前に、前述した熱疲労試験後の縦断面において観察した亀裂の形態について示す。亀裂は、粒内を貫通するものおよび粒界を伝播するもの、あるいは両者の混合した伝播過程をとるものがあつた。その一例を Photo. 3 に示す。Photo. 3(a) には、SUS304 を 200-700°C で熱疲労試験した場合に生じた粒内亀裂の一例を示した。(b) には、SUS310S を 200-700°C で熱疲労試験した場合に生じたほぼ粒界を伝播していると思われる亀裂の一例を示した。

200-700°C および 200-800°C で熱疲労試験した SUS310S では、Photo. 2 からわかるように破面から離れた内部でも粒界で多数の空洞が発生しており、200-800°C



a) SUS304, 200-700°C,  $\Delta\epsilon_t=1.4\%$ ,  $N_f=1590$   
 b) SUS310S, 200-700°C,  $\Delta\epsilon_t=1.10\%$ ,  $N_f=780$   
 Photo. 3. Cracks on cross-sections of specimens thermal fatigue failed.

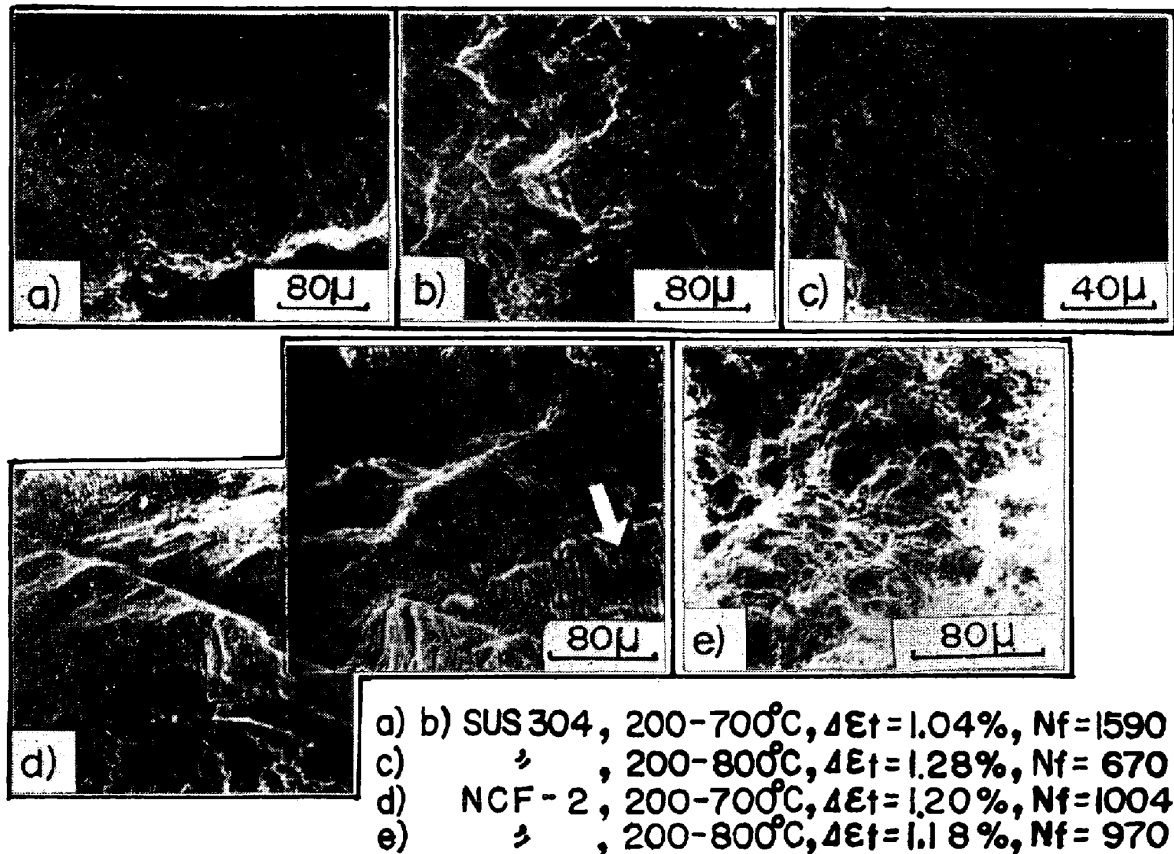


Photo. 4. Scanning electron micrographs of fracture surface of SUS304 and NCF-2 thermal fatigue failed.

での熱疲労試験では亀裂はほぼ全域で粒界を伝播していた。200-700°Cでの試験でも亀裂はかなりの部分で粒界を伝播しており、一部粒内を伝播していた。一方、他の鋼種の200-700°Cおよび200-800°Cでの試験では、いずれの場合も亀裂は試片表層部より発生しほぼ粒内を貫通していた。亀裂が粒内を伝播している場合、Photo. 3(a)に示した一例からもわかるように、亀裂はその先端ではあまり鋭敏でなく、しかも枝分かれの少ない形態をなしている場合がほとんどである。SUS321およびR2を200-700°Cで試験したものは、SUS310Sと同様に粒界近傍に多くの微細な析出物が認められたが、SUS310Sにみられたような粒界での空洞は認められなかった。このように、ほとんどの鋼種では、上限温度が800°Cのような高温にいたつてもなお粒内破壊を呈していた。ところで、高温疲労においては破壊形式がひずみ速度により大きく影響され、ひずみ速度が大きい場合ほど粒内破壊を示すという報告がある<sup>16)41)</sup>。今回の試験では、加熱および冷却速度が15°C/sとかなり大きなひずみ速度で試験したことも影響していたと思われる。したがって、ひずみ速度がより緩慢な場合には、今回の試験条件では粒内割れを呈していた材料でも粒界割れを呈する場合もあり得ると考えられる。

つぎに、破面観察結果について述べる。SUS304およびNCF-2の200-700°Cおよび200-800°Cでの熱疲労試験後の破面観察の一例をPhoto. 4に示す。

SUS304の200-700°Cおよび200-800°Cでの試験後の破面はいずれの場合も疲労破面特有に観察されるストライエーションが認められ、ほぼ全域で粒内疲労破面を呈していた。これは、前述した断面亀裂の観察結果と一致している。また、ストライエーション間隔は割れ起点部から遠ざかるにつれて大きくなり、亀裂の進行とともに亀裂伝播速度が大きくなることを示していた。Photo. 4 a) および b) は200-700°Cでの試験後の破面である。a) は起点部近傍の破面であるが、延性ストライエーションを示しているのがわかる。しかも、多数の二次クラックが観察され、これらの二次クラックもやはり粒内クラックと思われる。また、疲労パッチ(fatigue patch)を分離するステップ(step)が明りように観察される。b) は起点部からかなり離れた部分の破面であるが、起点部近傍で観察された延性ストライエーションとは異なり、脆性ストライエーションを呈していた。したがって、亀裂が進行するにつれて脆性的になるものと思われる。c) は200-800°Cでの試験後の起点部近傍の破面を示している。200-700°Cの場合と同様やはり粒内疲労破面を呈



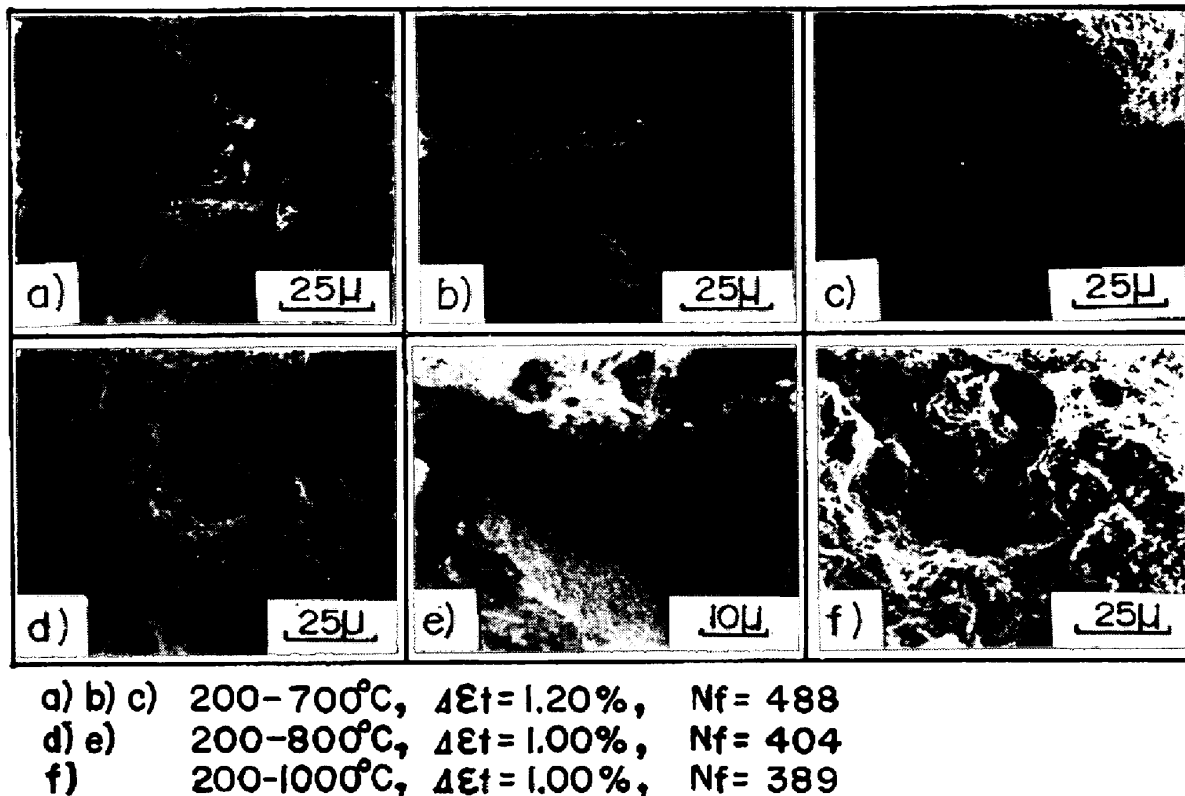


Photo. 5. Scanning electron micrographs of fracture surface of SUS310S thermal fatigue failed.

しているが、200-700°Cの場合と比べ、起点部近傍においてもストライエーション間隔はかなり大きく、亀裂伝播速度が割れ初期からかなり大きいことがわかる。

NCF-2の200-700°Cでの試験後の破面は、SUS304の場合と同じくほぼ粒内疲労破面を呈していた。Photo. 4 d)は、起点部近傍の破面を示しており延性ストライエーションが明りように認められ、一部に双晶に沿ったストライエーション(矢印で示す)も認められる。起点部から遠ざかるにつれ、若干ディンプルを混在していた。また、NCF-2でもSUS304と同様多くの二次クラックが観察され、これらも粒内クラックと思われる。200-800°Cでの試験後の破面も200-700°Cの場合と同様、かなりの部分でストライエーションが観察され疲労破面を呈していた。最終破断部に近づくにつれ、一般に疲労破壊の第Ⅲ段階で認められるディンプルパターン(Photo. 4 e))を呈していた。

SUS310Sの200-700°C、200-800°Cおよび200-1000°Cでの熱疲労試験後の破面観察の一例をPhoto. 5に示す。200-700°Cでの試験後の破面は、a)に示すように初期亀裂部近傍ではほぼ粒内疲労破面を呈している。しかし、SUS304およびNCF-2の破面には認められなかった粒界クラックが一部に観察された。起点部から遠ざかるにつれ、b)にその一例を示すように、疲労破面に加えかなりの部分で粒界破面を呈していた。粒界破面率

は、起点部から離れるほど大きくなっていた。また、b)で観察されるように粒界面上には多くのディンプルパターンがみられた。しかし、最終破断部およびその近傍では、c)に示すようになり脆性的な粒界破面を呈していた。このような粒界脆性破面は、SUS304およびNCF-2では観察されなかつたことより、SUS310Sでは粒界がかなり脆弱化していたことを示すものと思われる。200-800°Cでの試験後の破面はd)およびe)に示すようにほとんど全域で粒界破面を呈していた。粒界面は、d)に多く観察されるような粒界面上にディンプルパターンを呈した部分と、e)に明りように観察されるような脆性的な部分が認められた。最終破断部およびその近傍では、200-700°Cの場合と同様c)に観察されるような粒界脆性破面を呈していた。一方、200-1000°Cでの試験後の破面は、f)に示すようになりかなりの空洞が認められほぼ全域でディンプルパターンを呈していた。

以上に示した各鋼種の破面観察結果は、前述した断面亀裂の観察結果とよく一致していることがわかる。これらの破壊形式と前項で示した組織変化を関連づけるとつぎのことが考えられる。すなわち、SUS310Sの200-800°Cで熱疲労試験したものは、粒界近傍に多くの微細な析出物が認められ、その破面は粒界割れを呈しており、そのうえ破面から離れた内部でも粒界においてかなりの空洞が発生している。そのため、試験結果のバラツキが大

大きく、しかも熱疲労寿命が短い結果になったものと思われる。これに反し、同じく 200-800°C で試験したもので、顕微鏡組織において SUS310S ほど変化が認められなかつた他の鋼種ではほぼ粒内破壊であり、SUS321, R1 および NCF-2 ではかなりよい熱疲労特性を示した。したがって、ある温度域において粒界近傍に多くの微細な析出物が生じ、粒界が脆弱化し粒界に多くの空洞が発生して粒界割れを呈しやすい材料では、熱疲労特性は決してすぐれたものとはならず、試験結果のバラツキも大きく、機械的性質から期待できる十分な熱疲労特性は得られないものと思われる。したがって、熱疲労に対しては粒界強度を著しく低下させるような析出物を生じないことが重要であり、組織的に安定な材料ほど熱疲労特性はすぐれているものと思われる。

#### 4. ま と め

各種オーステナイト系耐熱鋼について、高温で圧縮、低温で引張応力が作用するようにした熱疲労試験を行ない、以下の結果を得た。

(1) 200-1000°C での熱疲労試験では、SUS310S および R1 (19Cr-13Ni-3Si-Nb) はほぼ同等の熱疲労特性を示した。しかし、R2 (19Cr-15Ni-3Si-Al) はそれらよりも若干すぐれていた。

(2) 200-800°C での熱疲労試験では、 $\Delta\epsilon_f-N_f$  線図で示した直線の勾配は SUS321 が最も小さく、ついで R1, NCF-2, AISI302B, R2 の順に後者ほど勾配は大きくなり、SUS304 の勾配が最も大きい結果を示した。実際の拘束条件下では SUS321, R1 および NCF-2 がかなりすぐれた熱疲労強度を示すものと思われる。

(3) 200-700°C での熱疲労試験では、各鋼種の直線の勾配は 200-800°C での試験の場合とほぼ同様であり、鋼種間の関係もほぼ同様であった。

(4) 鋼の熱疲労特性は、繰り返しひずみ硬化特性によつて大きく影響される。また、 $\Delta\epsilon_f-N_f$  線図で示した各鋼の勾配の差異は全ひずみ範囲  $\Delta\epsilon_f$  に占める塑性ひずみ範囲  $\Delta\epsilon_p$  の割合  $\xi (= \Delta\epsilon_p / \Delta\epsilon_f)$  の拘束率  $R$  に対する依存性の差異によつて説明できる。

(5) 200-700°C および 200-800°C での熱疲労では、一般に亀裂はほぼ粒内を貫通し、粒内疲労破面を呈していた。ただし、SUS310S では粒界がかなり脆弱化し粒界破面も認められた。

(6) 鋼の熱疲労特性は、その組織変化に大きく影響を受けることがわかつた。粒界近傍に多くの析出物を生じ、しかも粒界に多くの空洞を生じて、粒界割れを呈しやすい材料では、熱疲労特性は決してすぐれたものでは

なく、試験結果のバラツキも大きく、機械的性質から期待できる十分な熱疲労特性は得られないものと思われる。すなわち、金属組織的に安定な材料ほど熱疲労特性はすぐれているものと推定される。

#### 文 献

- 1) 野口政光, 石川秀雄, 内田典男: 学振耐熱金属材料 123 委研究報告, 11 (1970), p. 315
- 2) 篠田軍治, 桜井忠一, 佐野忠雄, 川崎正, 泉久司: 日本金属学会誌, 24 (1960), p. 645
- 3) 塚本富士雄, 川崎正, 細江謙吉: 鉄と鋼, 47 (1961), p. 561
- 4) J. A. DUNSBY: Proc. ASTM, 65 (1965), p. 736
- 5) E. E. BALDWIN, G. J. SOKOL and L. F. COFFIN, Jr.: Proc. ASTM, 57 (1957), p. 567
- 6) 川崎正, 泉久司, 吉村嘉三郎, 鎌田仁: 日本金属学会誌, 29 (1965), p. 508
- 7) 山崎道夫: 鉄と鋼, 59 (1973), p. 1104
- 8) G. R. HALFORD and S. S. MANSON: Trans. ASM, 61 (1968), p. 94
- 9) J. T. BERLING and T. SLOT: ASTM Special Publ. 459, (1968), p. 3
- 10) J. B. CONWAY, J. T. BERLING and R. H. STENZ: International Conference on Thermal Stress and Thermal Fatigue, Berkeley (1969), p. 89
- 11) J. T. BERLING and J. B. CONWAY: Trans. AIME, 245 (1969), p. 1137
- 12) 藤野宗昭: 熱応力と熱疲労 (平修二編), (1974), p. 81 [日刊工業新聞社]
- 13) C. F. CHENG, C. Y. CHENG, D. R. DIERCKS and R. W. WEEKS: ASTM Special Publ. 520 (1973), p. 355
- 14) K. KANAZAWA and S. YOSHIDA: Prep. Int. Conf. on Creep and Fatigue in High Temp. Applications, G226 (1973)
- 15) L. F. COFFIN, Jr.: J. Mat., 6 (1971), p. 388
- 16) 山口弘二, 金沢健二, 吉田進: 24 (1975), p. 234
- 17) 平修二, 小寺沢良一, 大南正瑛: 材料試験, 9 (1960), p. 637
- 18) L. E. COFFIN: Trans. ASME, 76 (1954), p. 931
- 19) 加藤則忠: 日本機械学会論文集, 27 (1961), p. 410
- 20) 平修二, 藤野宗昭, 土師隆: 材料, 12 (1973), p. 235
- 21) 川本実, 仲嶋浩, 野中寿夫: 材料, 12 (1963), p. 99
- 22) J. F. POLHEMUS, C. E. SPAETH and W. H. VOGEL: ASTM Special Publ., 520 (1973), p. 625
- 23) D. A. SPERA: ASTM Special Publ., 520 (1973), p. 648
- 24) 藤岡外喜夫, 衣笠雅普, 飯泉省三, 田中照夫: 学振耐熱金属材料 123 委研究報告, 17 (1976), p. 23
- 25) 河本実, 田中道七, 仲嶋浩: 材料, 12 (1963), p. 635
- 26) H. SUSUKIDA, D. SUNAMOTO, Y. SAKUMOTO and T. NISHIDA: Proc. Intern. Conf. on Mechanical Behavior of Materials vol. III (1972), p. 222
- 27) 金沢健二, 吉田進: 日本材料学会, 第 21 期學術講演会前刷集, (1972), p. 145
- 28) 平修二, 藤野宗昭, 土師隆: 材料, 22 (1973),

- p. 110
- 29) 日本鉄鋼協会, 48 鉄技補第9号 (1973)
- 30) 日本材料学会高温強度部門委員会: 材料, 24 (1954)
- 31) S. S. MANSON: NASA TN2933 (1953), NASA Report 1170 (1954)
- 32) R. W. SWINDEMAN and D. A. DAUGLAS: Trans. ASME, 81 Ser. D, 2 (1959), p. 203
- 33) H. MAJORS: Trans. ASM, 51 (1959), p. 421
- 34) 丸山武志, 車地隆治, 木村征二: 材料, 22 (1973), p. 229
- 35) A. E. CARDEN: ASME Paper 65-GTP-5, (1965)
- 36) R. W. RANDGRAF: ASTM Special Publ., 467 (1969), p. 1
- 37) 丸山武志, 車地隆治, 木村征二: 日本材料学会, 第13回高温強度シンポジウム前刷集, (1975), p. 11
- 38) 鶴戸口英善: 金属材料, 7 (1967) 12, p. 99
- 39) 平修二, 大南正英, 森本博之: 材料, 10 (1961), p. 96
- 40) 横堀武夫: 材料の研究, 13 (1961), p. 325
- 41) M. GELL, G. R. LEVERANT and C. H. WELLS: ASTM Special Publ., 467 (1969), p. 113
-