

論 文

UDC 669.14.018.41 : 669.15-194.56 : 021.772-973 : 620.178.37
621.642-973 : 539.37LNG 温度域におけるオーステナイト系ステンレス鋼
の引張特性と疲労特性*

向井 孝慈**・星野 和夫**・藤岡外喜夫**

Tensile and Fatigue Properties of Austenitic Stainless Steels
at LNG Temperature

Kōji MUKAI, Kazuo HOSHINO, and Tokio FUJIOKA

Synopsis:

Tensile strength, fatigue strength and fatigue crack growth rate of metastable and stable austenitic stainless steels at the temperatures between 20°C and -162°C have been studied. Microstructural changes of specimens during tensile and fatigue deformation were also observed. The results obtained are as follows.

- 1) The proof stress of metastable steels slightly drops at low temperatures below about -100°C. This is due to the inducement of ϵ -martensite by tensile stress. Addition of nitrogen makes austenite matrix stable and rises proof stress.
- 2) The fatigue strength increases with the increase in tensile strength which is raised by the inducement of α' -martensite in metastable steels and by the solid solution strengthening of matrix due to the addition of nitrogen in stable ones.
- 3) Microstructural changes of tensile and fatigue deformation are characterized by α' -phase formation in metastable steel and by planar arrays of dislocation pile-ups in nitrogen added stable steel at -162°C.
- 4) At -162°C, fatigue crack growth rate in high ΔK region is larger in metastable steels than in stable ones. This will be attributed to the formation of α' -phase at the tip of crack. In low ΔK region, stable steels exhibit large crack growth rate and this is due to a rapid propagation of fatigue crack along the slip line.

1. 結 言

近年、新しい熱エネルギー源として液化天然ガス(LNG)の利用が拡大しつつある。LNGは沸点が-162°Cの低温にあり、その貯蔵、輸送などに使用される構造用材は低温での特性に優れることが必須である。

オーステナイト(γ)系ステンレス鋼は低温で脆性遷移現象を示さず、高い靱性を有し、また溶接性、加工性にも優れるため低温用材料として好適である。最近では、LNGタンクメンブレン用材に γ 系ステンレス鋼であるSUS304が使用されている。しかし、比較的新しい分野であるため、その低温特性に関しては十分な知見が得られていないのが現状であろう。

とくに、 γ 相の準安定なSUS304は低温で多量の加工誘起マルテンサイト(α')相を誘発するため、材料強度

に大きな影響を及ぼし、単に常温特性の延長と考えるには無理がある。なかでも、材料設計上重視される低温での疲労挙動については、福島らのSUS304による一連の報告^{1)~3)}があるのみで、広く鋼種間の差異を系統的に検討した報告はみあたらない。

そこで、筆者らは各種の γ 系ステンレス鋼を用いて、低温域での引張、疲労特性などを検討し、低温用材としての材料選択の指標を明らかにしようとしている。

本報告は組織安定性、強度などの異なる γ 系ステンレス鋼、SUS 304, 310 S, type 316LNを中心にして、引張強度、疲労強度、疲労き裂成長速度に及ぼす γ 安定度、マルテンサイト変態、Nによる固溶強化などの影響を室温からLNG温度域(-162°C)にわたって検討したものである。

* 昭和52年10月、53年4月本会講演大会にて発表 昭和53年10月16日受付 (Received Oct. 16, 1978)

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

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

Specimen	C	Si	Mn	Cr	Ni	Mo	N
SUS301	0.11	0.51	1.12	17.33	7.57	—*	0.008
SUS304	0.07	0.54	1.10	18.54	9.04	—	0.008
SUS304L	0.008	0.52	1.09	18.47	10.03	—	0.009
SUS310S	0.06	0.55	1.64	25.86	19.76	—	0.029
Type 304LN	0.012	0.59	1.18	18.41	10.21	—	0.12
Type 316LN	0.012	0.61	1.70	17.11	13.52	2.74	0.18
Nitronic-60	0.06	3.83	8.10	17.18	8.02	—	0.17
Type 304N-1	0.06	0.45	1.17	18.02	9.77	—	0.13
Type 304N-2	0.06	0.50	1.24	18.08	8.48	—	0.17

* Not analyzed

2. 供試材と実験方法

2.1 供試材

供試材の化学成分値を Table 1 に示す。Nitronic-60 は Armco 社で開発されたもので、低温用途にも適するとされている⁹⁾。type 304N-1, 304N-2 は耐力に及ぼすN量の効果について検討するためのものである。

SUS301, 304, 304L, 310S, type 304LN, 316LN は市販の冷延鋼板で、SUS301 は板厚 1 mm, 他は 1.5 mm である。結晶粒度は ASTM No. 7~8 に調整されている。

Nitronic-60, type 304N-1, 304N-2 は 30 kg 高周波溶解炉で溶製したもので、鍛造後、冷間圧延によつて 1.5 mm 厚の板材を作製し、1 050°C × 3 min → 水冷の固溶化処理を施した。結晶粒度は ASTM No. 7 である。

2.2 引張および疲労試験方法

引張試験は室温から -162°C の温度範囲で行った。引張試験片は JIS 13 号 B 試片を用い、ひずみ速度を 0.2% 耐力測定には 10⁻³s⁻¹, 引張強さ測定には 1.3 × 10⁻²s⁻¹, 応力-ひずみ曲線の測定には 1.7 × 10⁻³s⁻¹ とした。

疲労試験は室温, -162°C の 2 水準で行った。Fig. 1 に疲労試験片の形状, 寸法を示す。(a) のタイプで平滑

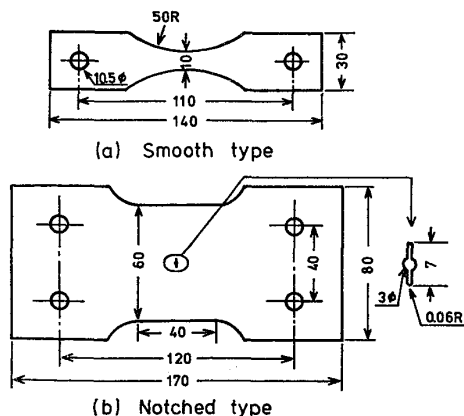


Fig. 1. Demensions of fatigue specimens. (mm)

疲労強度, (b) のタイプでき裂成長速度を求めた。平滑疲労試験片は機械加工時につくきずを除去するため、1 000 番エメリー紙で加工面を軽く研磨した。切欠疲労試験片は中央に 3 φ の穴を開け、0.08 φ のタングステンワイヤーを用いて放電加工により丸穴の両端にスリットを挿入した。スリット先端は約 60 μR の鋭さを有している。

疲労試験は繰返し速度 18 Hz で 0~Tension の片振り引張による応力制御疲労である。疲労き裂成長速度は繰返し数 10⁴ 回ごとにき裂長さを測定し、繰返し数とき裂長さの関係から求めた。応力拡大係数 (ΔK) は以下の式⁹⁾を用いた。

$$\Delta K = \frac{\Delta P}{T \cdot W} \cdot \sqrt{a} \cdot \left\{ 1.77 + 0.277 \frac{2a}{W} - 0.510 \left(\frac{2a}{W} \right)^2 + 2.7 \left(\frac{2a}{W} \right)^3 \right\}$$

ここで、 ΔP は荷重振幅 (kg/mm²), T は板厚 (mm), W は板幅 (mm), a は切欠部も含めてスリット両端に成長するき裂長さの 1/2 (mm), である。

2.3 疲労き裂形態および微視的組織変化の観察

疲労き裂の進展挙動を走査型電子顕微鏡 (EMX-SM) により観察した。また、引張、疲労変形時に誘起される α' 相を試料振動型磁力計¹⁰⁾を用いて定量測定した。さらに、引張、疲労変形過程における微視的組織変化を電子顕微鏡 (HU-200E, 加速電圧 200 kV) により観察した。

電顕用薄膜試料はりん酸 (3) + 硫酸 (2) 電解液で元厚から約 0.2 mm まで予備電解研磨し、ジェット式電解研磨により仕上げ研磨を行つて作成した。

3. 実験結果

3.1 引張特性

各供試材の室温から -162°C 間における 0.2% 耐力, および引張強さを Fig. 2 に示す。SUS301, 304, 304L の耐力は室温から -100°C までほぼ一定で、-162°C では室温より低い値となり、いわゆる逆温度依存性を示している。

一方, SUS310S, type 304LN, 316LN, Nitronic-60 の耐力は温度の低下につれ単調に増加しており, Nの添加された type 304LN, 316LN, Nitronic-60 の耐力は SUS310S より高く, かつ, 温度依存性も著しく大きい. とくに, type 316LN, Nitronic-60 では -162°C での耐力が 80 kg/mm^2 以上となっている.

つぎに, 引張強さについてみる. SUS301 の引張強さは温度の低下とともに連続的に増加し, 温度依存性が強い. ついで SUS304, 304L, type 304LN の温度依存性が強く, SUS310S, type 316LN, Nitronic-60 の温度依

存性は耐力のそれとほぼ同じである.

Fig. 3 に各温度での引張破断時の α' 量を示す. 伸び率, すなわち破断に至るまでの変形量がそれぞれ異なるため定量的記述はしがたいが, SUS301, 304, 304L は -50°C 以下で, type 304LN は -100°C 以下で多量の α' 相が誘発されているが, SUS310S, type 316LN は α' 相が誘発されない.

このことから, α' 相に対する γ 相の安定性は SUS 301 \rightarrow SUS304, 304L \rightarrow type 304LN \rightarrow Nitronic-60 の順に安定となり, SUS310S, type 316LN はさらに安定であるといえる.

3.2 平滑疲労特性

各供試材の平滑試片による室温ならびに -162°C での S-N 曲線を Fig. 4 に示す. 室温での疲労強度は SUS301 がもつとも高く, ついで Nitronic-60 が高く, SUS304, type 304LN, 316LN がほぼ同水準でこれに続く. SUS310S の疲労強度は SUS304 のそれよりもかなり低い値となっている.

一方, -162°C での疲労強度についてみると Nitronic-60 がもつとも高く, type 316LN, 304LN, SUS301 が同水準でこれに続き, SUS304 はそれより若干低い値を示す. さらに SUS310S の疲労強度は室温と同様に他の

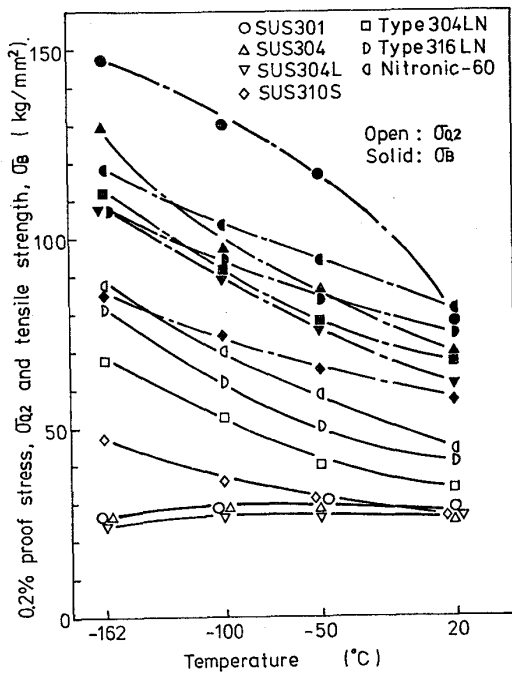


Fig. 2. Tensile properties of various steels at temperatures between 20°C and -162°C .

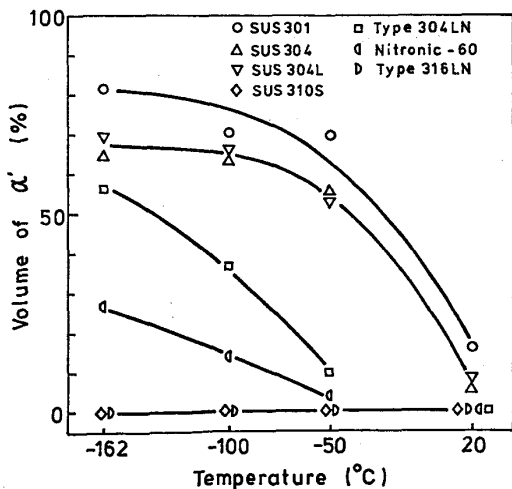


Fig. 3. Volume of α' in various steel specimens after tensile failure at temperatures between 20°C and -162°C .

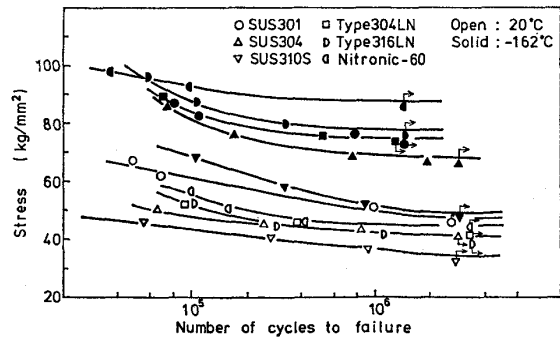


Fig. 4. S-N curves for various steels tested with smooth type specimens at 20°C and -162°C .

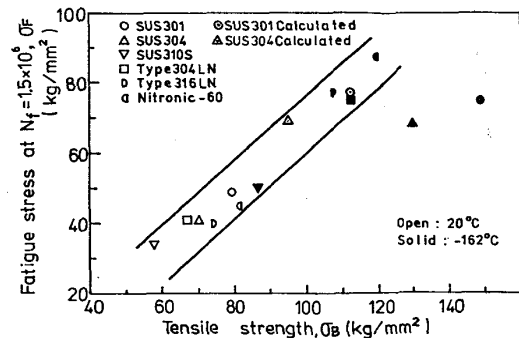


Fig. 5. Relation between fatigue stress and tensile strength at 20°C and -162°C .

材料よりかなり低い値を示している。

Fig. 5 に室温と -162°C における引張強さ (σ_B) と破断繰返し数 1.5×10^6 回での疲労強度 (σ_F) との関係を示す。 σ_F は σ_B に依存する傾向があり、 σ_B の上昇に伴って σ_F も上昇しているが、 -162°C では、 SUS301, 304 においては σ_B の割に σ_F は低い。 この理由として、引張破断時と疲労破断時における α' 量に差があることが考えられ、以下にこのことについて述べる。

Fig. 6 に疲労破断後の α' 量と疲労強度の関係を示す。 -162°C での疲労破断後には、 SUS301, 304 では多量の α' 相が誘発されているが、より γ 相の安定な type 304LN, Nitronic-60 などでは α' 相がほとんど誘発されていない。 なお、 -162°C における SUS301, 304 の疲労破断後 ($N_f=1.5 \times 10^6$) の α' 量はそれぞれ 45%, 35% であるが、 Fig. 3 に示したように引張破断後の α' 量はそれらの約 2 倍にも及ぶ。

-162°C における SUS304 の引張応力-ひずみ曲線と α' 量-ひずみ曲線を用いて、 35% の α' 量が誘発される変形時の強度を計算すると 95 kg/mm^2 となる。 この値を Fig. 5 に挿入すると SUS304 は図中の \triangle 印の位置となり (同様の換算を行った SUS301 は \odot 印)、他の材料の σ_B - σ_F の関係とほぼ一致している。

Fig. 7 は SUS304 と type 316LN の疲労過程でのひずみ量と α' 量の変化を示したものである。 ひずみ量、 α' 量とも繰返し数 (N) の初期に増加の程度が大きく、 $N > 10^4$ での増加は緩やかである。 SUS304 は疲労初期 ($N \approx 10^3$) でひずみ量が 10% 以上となり、 -162°C では多量の α' 相を誘発した 2 相組織となる。 一方、 type 316LN はそのひずみ量も少なく、 α' 相の誘発も伴わ

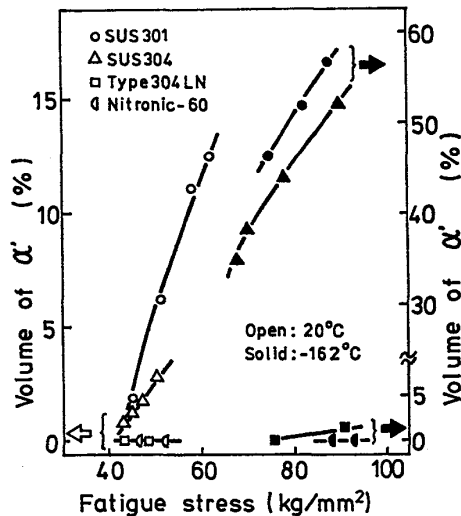


Fig. 6. Volume of α' after fatigue failure vs. fatigue strength in various steel specimens at 20°C and -162°C .

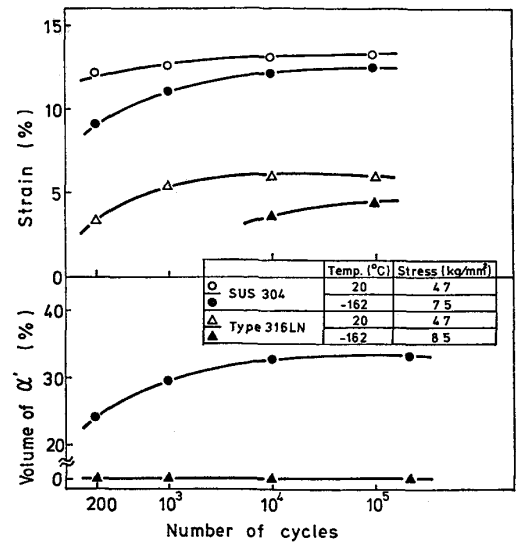


Fig. 7. Changes in volume of α' and strain during fatigue test of SUS 304 and type 316LN at 20°C and -162°C .

い。

3.3 疲労き裂成長特性

γ 相の準安定な材料として SUS304, 304L, γ 相の安定な材料として SUS310S, γ 相が安定で耐力の高い材料として type 316LN を選び、室温と -162°C での疲労き裂成長速度を調べた。 Fig. 8 にき裂成長速度と ΔK の関係を示す*。

室温でのき裂成長速度は SUS304 がもつとも大きく、以下、 SUS310S, type 316LN の順に低下する。

-162°C では、高 ΔK レベルで γ 相の準安定な SUS 304, 304L のき裂成長速度が SUS310S, type 316LN より大きい、低 ΔK レベルでは逆に γ 相の安定な SUS 310S, type 316LN のほうが大きい。とくに、 type 316 LN のき裂成長速度は、高 ΔK レベルではもつとも小さいが、低 ΔK レベルではもつとも大きく、複雑な挙動を示している。

疲労き裂の成長速度は材料の強度とともに破壊形態に左右されることが指摘されている⁸⁾。

Photo. 1 は SUS304 と type 316LN の -162°C で試験した試料の疲労き裂進展形態を観察したものである。これらは ΔK が $67 \text{ kg/mm}^{3/2}$ 、すなわち低 ΔK レベル

* 本実験では薄板試片を用いており、また SUS304, 304L は耐力が低く、疲労き裂先端での塑性変形域の大きさは $\Delta K \approx 100 \text{ kg/mm}^{3/2}$ で約 3 mm 程度と推定され、き裂先端に大きな塑性域を先行させるため、疲労き裂成長速度への ΔK の適用が問題となる。き裂成長速度に対する ΔK の適用条件として、 $d/da(\Delta K/\sigma_y)^2 = 2 \cdot (\Delta K/\sigma_y^2) \cdot (d\Delta K/da) \ll 1$ 、 a ; き裂長さ (mm), ΔK ; 応力拡大係数 ($\text{kg/mm}^{3/2}$), σ_y ; 耐力 (kg/mm^2)、という関係が与えられている⁷⁾。 -162°C では $d/da(\Delta K/\sigma_y)^2$ の値が SUS304 で 0.8~2, type 316LN で 0.1~0.4 となり、厳密には ΔK を適用しがたいが、疲労き裂成長速度を評価する指標としてここでは ΔK を用いた。

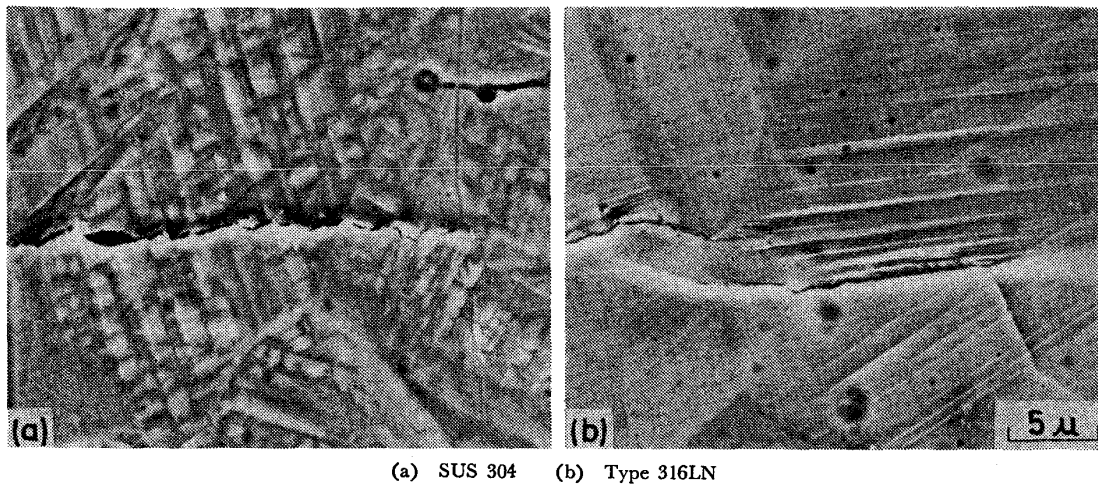


Photo. 1. Scanning electron micrographs of fatigue crack profile at -162°C , $\Delta K=67\text{kg}/\text{mm}^{3/2}$.

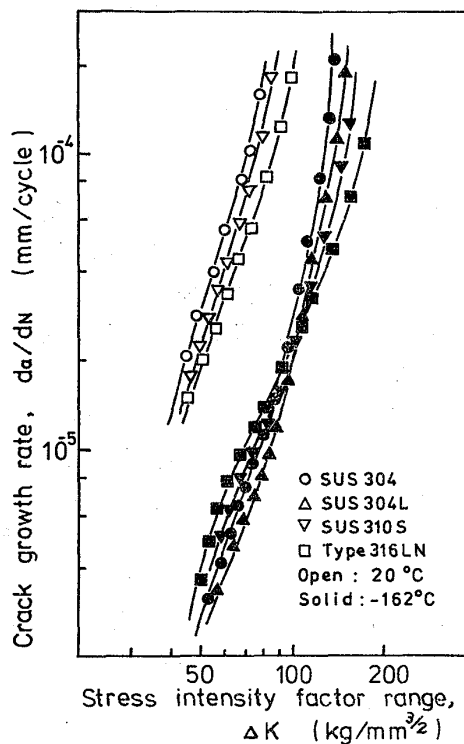


Fig. 8. Fatigue crack growth rates of various steels at 20°C and -162°C .

での状態を観察したものである。SUS304, type 316LNともき裂は結晶粒内を進行するが、その進展形態は著しい差異がみられる。すなわち、SUS304はき裂先端に微細な変形組織を形成し、き裂はこの変形組織の間を縫って連続的に成長している。

一方、type 316LNはすべり線に沿ってき裂が発生する場合が見られ、これらのすべり線き裂を合体しながら主き裂が進展していく。また、すべり線に沿って発生したき裂の長さは約 5μ 程度のものがほとんどであった。

また、SUS310Sの低 ΔK レベルでもすべり線に沿つ

たき裂の発生が認められた。

3.4 -162°C での引張および疲労過程における微視的組織変化

γ 相が準安定で耐力の低い SUS304 と γ 相が安定で主としてNで強化されている type 316LN, すなわち組織と強度が対照的な二つの材料を用いて、引張および疲労過程での微視的組織変化を -162°C で試験した試料で観察した。

Photo. 2 に SUS304 の -162°C での引張組織を示す。3% ひずみでは転位とともに線条組織が数多く観察される。

これは制限視野電子線回折の結果、hcp 構造を有し、かつ、 γ 相の(111)面に平行なことから、 ϵ -マルテンサイト(ϵ)相であることがわかる。

15% ひずみでは α' 相の誘発が多くみられ、微細な α' 相と γ 相が層状に積み重なったち密な組織を呈しているが、 ϵ 相はほとんど観察されなかつた。

Photo. 3には type 316LN の -162°C における引張組織を示す。3% ひずみでは粒内に転位が増殖された組織を示し、また積層欠陥も多数認められる。15% ひずみでは転位がすべり面上に密に集積した転位配列を呈する。

つぎに、疲労過程における微視的組織変化についてみる。

Photo. 4 に SUS304 の -162°C での疲労組織を示す。ここでは負荷応力 $65\text{kg}/\text{mm}^2$, すなわち耐久限の応力で、しかも $N=200$ というごく初期の疲労過程を観察したものである。

組織形態は各結晶粒で不均一であつたが、すべり面への転位の集積、線条の ϵ 相、あるいはラス状の α' 相がみられ、これらが混在したち密な組織を形成している。

Photo. 5には type 316LN の -162°C での疲労組織

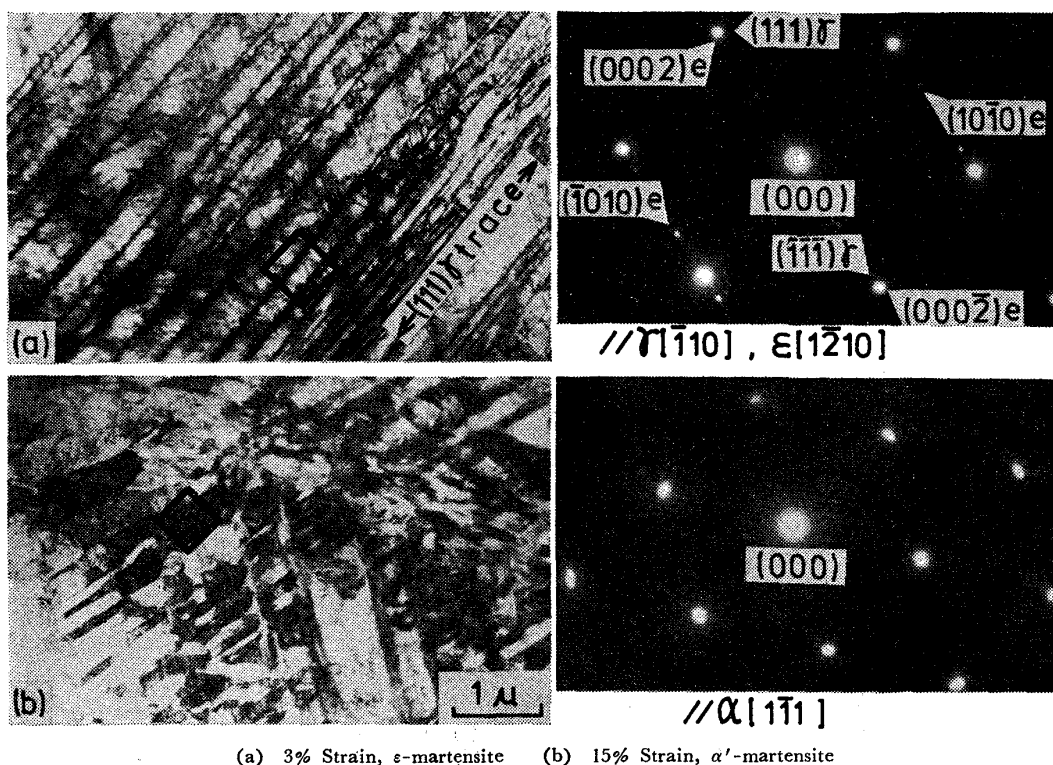


Photo. 2. Microstructures of SUS 304 after tensile deformation at -162°C . Right figures are the electron diffraction patterns at the area indicated the left pictures.

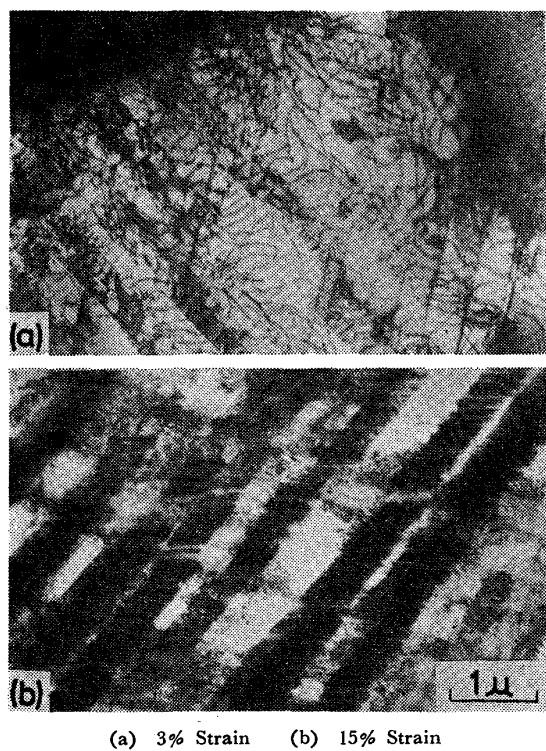


Photo. 3. Microstructures of type 316LN after tensile deformation at -162°C .

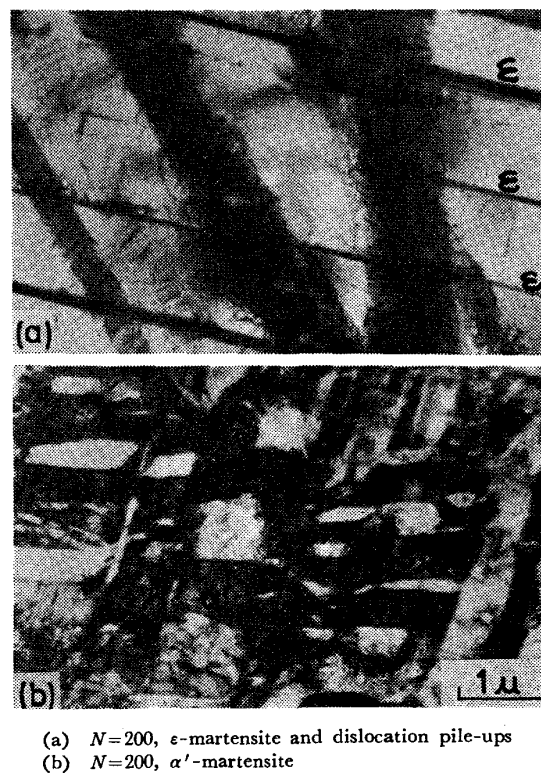


Photo. 4. Microstructures of SUS 304 after fatigue deformation at -162°C , $\sigma=65 \text{ kg/mm}^2$.

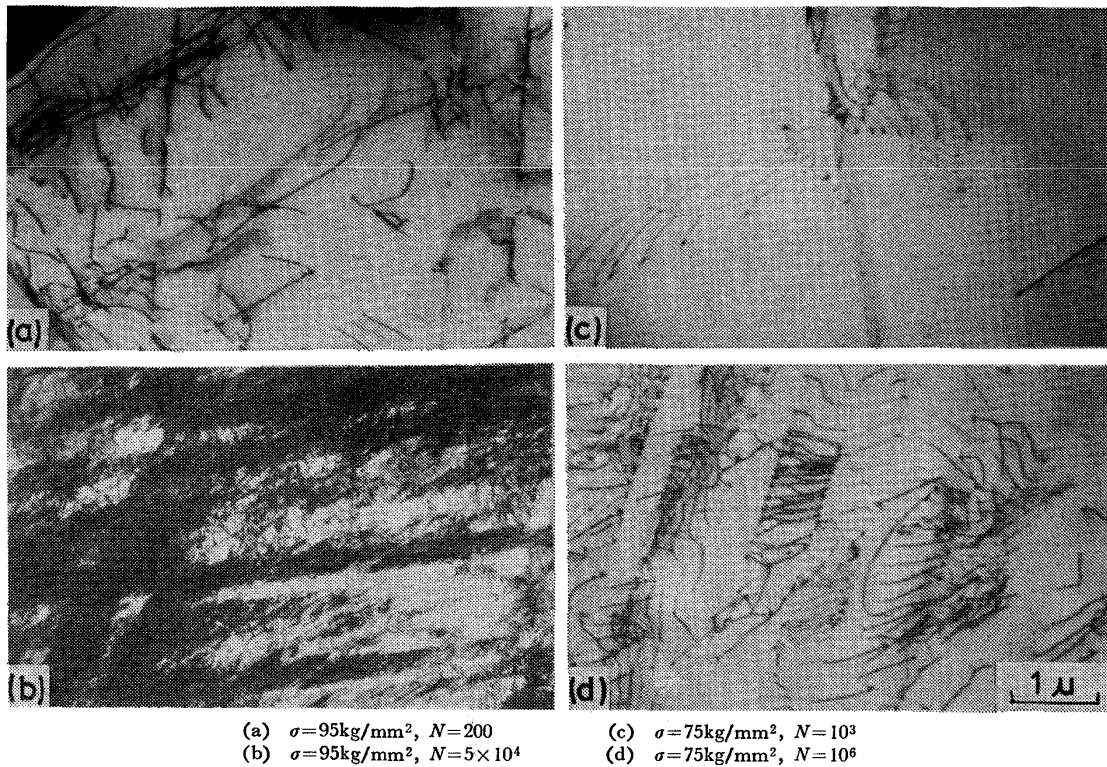


Photo. 5. Microstructures of type 316 LN after fatigue deformation at -162°C .

を示す。(a), (b)は負荷応力 95 kg/mm^2 , すなわち高応力疲労過程を観察したものである。 $N=200$ では転位が増殖されるだけであるが, $N=5 \times 10^4$ では転位がすべり面に密に集積した転位配列を呈している。

同じく(c), (d)は負荷応力 75 kg/mm^2 , すなわち耐久限の応力での疲労組織を観察したものである。 $N=10^3$ では粒内の転位密度はきわめて低く, わずかに粒界近くで転位が観察されるのみであるが, $N=10^6$ では転位がすべり面に集積し始めている。

4. 考 察

4.1 耐力の逆温度依存性およびNの効果

Fig. 2 から γ 相の準安定な SUS301, 304, 304L の耐力は $-50 \sim -100^{\circ}\text{C}$ の間で正の温度依存性から逆の温度依存性へと遷移する。低温域での耐力の逆温度依存性は従来から $\gamma \rightarrow \epsilon \rightarrow \alpha'$ 変態を伴う準安定 γ 系ステンレス鋼で認められている⁹⁾。この耐力の逆温度依存性は, 変形温度が M_s 温度に近づくほどマルテンサイト変態に必要な応力が減少し弾性応力で変態が可能となり, この変態に伴う剪断変形によつて低応力で降伏し耐力が低下すると考えられている¹⁰⁾。

SUS304 の M_s 温度は EICHELMAN の実験式¹¹⁾ から算出すると約 -202°C となる。このため, 変形温度が -162°C に近づくとも耐力の逆温度依存性がみられたもの

と考えられる。

一方, BREEDIS ら¹²⁾は, 耐力の逆温度依存性がみられるときは α' 相および ϵ 相の誘発が観察されるが, α' 相のみが誘発される Fe-Ni 系では耐力の逆温度依存性が現れないことを報告している。また, 肥後ら¹³⁾の 18Cr-14Ni 単結晶を用いた研究でも, ϵ 相が誘発されると耐力の逆温度依存性が現れることをみい出している。

本実験においても, Photo. 2 (a) に示したように, SUS304 の -162°C の引張で, 3% 程度のひずみでは ϵ 相の誘発が著しく α' 相はほとんど観察されなかつた。

ϵ 相はよく知られるように, 積層欠陥が1原子層おきに入れば完了する。すなわち, (111) γ $\langle 211 \rangle$ 方向への剪断的原子移動によつて生じ単一な剪断で変態が可能となる。

このようなことから, 準安定 γ 系ステンレス鋼の耐力が低温域で低下する現象は $\gamma \rightarrow \epsilon$ 変態に伴う剪断変形に起因すると考えられる。

一方, Nが添加された type 304LN, 316LN, Nitronic-60 の耐力は温度低下とともに上昇し, かつ, きわめて強化される。Fig. 9 は室温から -162°C において, 耐力に及ぼすN量の効果を type 304N-1, 304N-2 で検討したものである。

各温度ともN量が増加すると耐力は上昇するが, その効果は低温ほど顕著となる。本結果では, N量0.1%あ

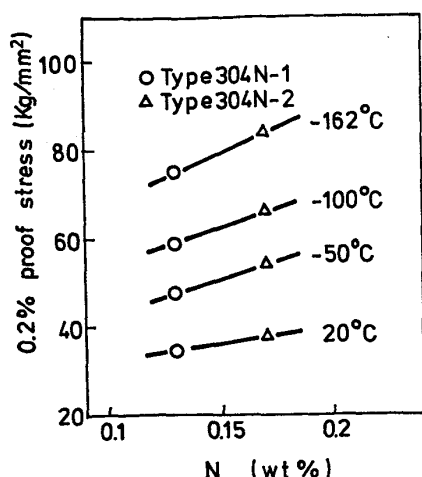


Fig. 9. Effect of N on 0.2% proof stress of type 304 N steels at temperatures between 20°C and -162°C.

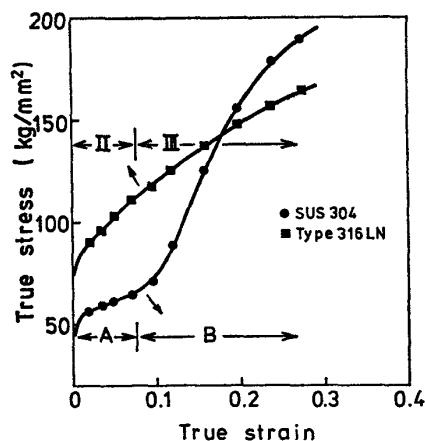


Fig. 10. True stress-strain curves in tensile test of SUS 304 and type 316LN at -162°C.

たり耐力が室温で約 7 kg/mm², -162°C で約 20 kg/mm² 程度上昇し, これは SANDSTÖRM¹⁴⁾, あるいは FUJIKURA ら¹⁵⁾の結果とほぼ一致している。

このようなNによる耐力の強化は, 刃状転位と溶質原子との弾性的相互作用, すなわち, 刃状転位が侵入型原子Nによつて著しい固着作用を受けるコットレル効果¹⁶⁾により説明される。そして, 低温ほどNによる固溶強化度が增大するのはコットレル効果の温度依存性に帰すものであろう。

結局, 耐力に及ぼすNの効果としては γ 相の安定化と転位の固着作用による固溶強化が考えられ, SUS304系の低温域での耐力改善にNの添加がきわめて有効な手段となりうる。

また, 積層欠陥エネルギー (SFE) を低下させるといわれる Mn, Si¹⁷⁾ をそれぞれ 8%, 4% 添加した Nitronic-60 の耐力は Fig. 2 に示したようにさらに強化され

るが, FUJIKURA ら¹⁵⁾の報告では Mn は耐力を低下させるとしており, Mn, Si の効果は明白でない。

4.2 -162°Cでの引張挙動

Fig. 10 に -162°C での SUS304 と type 316LN の引張応力-ひずみ曲線を示す。type 316LN ではほぼ公称ひずみ 8% 前後までは直線的に加工硬化が進行する直線硬化領域 (Stage II), それ以後のひずみでは漸次加工硬化率が減少する放物線硬化領域 (Stage III) が現れる。

Photo. 3 に示した type 316LN の転位配列をみると, 3% ひずみ, すなわち Fig. 10 における Stage II は粒内への転位の増殖過程である。15% ひずみ, すなわち Stage III での転位配列はセル構造とはならず特定のすべり面上に転位が集積し, SFE の低い材料に特有な変形組織である planar 構造¹⁴⁾¹⁸⁾を呈している。

SFE の温度依存性は 18Cr-11Ni 鋼で約 -0.1erg/K と報告¹⁹⁾されており, -162°C では SFE の低下により転位配列は planar 構造となることが理解される。また, N の添加も SFE を低下させる¹⁷⁾が, SFE を介さずに N は planar な転位配列を形成するともいわれている²⁰⁾。

いずれにしても, N を添加した安定 γ 鋼においては, 低温における放物線硬化領域での転位配列が planar 構造を呈し, 転位の交差すべりの困難さを示唆している。

一方, -162°C での SUS304 の引張応力-ひずみ曲線は, マルテンサイト変態を誘発するため type 316LN と様相が異なり, 8% 前後のひずみを境に明りように二つの領域に区分できる。すなわち, Fig. 10 に示したように 8% ひずみまでは加工硬化率のきわめて低い領域 (A), そしてそれ以後のひずみでは急激な加工硬化が生じる領域 (B) である。

Photo. 2 に示したように, A 領域では ϵ 相の誘発, B 領域では α' 相の誘発が特徴である。

GUNTNER²¹⁾によると, 18Cr-9Ni 鋼の -180°C における引張では, ϵ 量は 7% 前後のひずみで最大となり, その後は減少すると報告されている。このことは本観察結果と定性的に一致している。

-162°C における SUS304 の引張挙動は, 変形の初期に ϵ 相を生成し, ひずみの増大に伴い $\epsilon \rightarrow \alpha'$ 変態が進行し α' 相の生成が著しくなる。そして, A 領域は $\gamma \rightarrow \epsilon$ 変態に伴う剪断変形により容易にすべり変形を生じる領域, B 領域は α' 相の生成による硬化により高い加工硬化をもたらす領域といえる。

4.3 -162°Cでの疲労挙動

Fig. 4 あるいは Fig. 5 に示したように, 疲労強度の高い材料は二つのタイプに分類される。すなわち, SUS 304 で代表されるような準安定 γ 鋼と, type 316LN で

代表されるようなN添加 γ 鋼とである。しかし、Fig. 7に示したように、SUS304とtype 316LNでは疲労過程中に蓄積されるひずみ量に大差が生じ、両者の疲労過程での塑性挙動は異なる。

Photo. 4に示したように、 -162°C でのSUS304の疲労組織は繰返しの初期から微細な α' 相を形成している。3.2で述べたように、SUS304やSUS301の -162°C における疲労では他鋼種に比べて α' 相の生成が著しく、これは4.2で述べたような引張変形でのB領域に相当している。このことから、 -162°C での準安定 γ 鋼の疲労挙動は繰返しの初期から引張での著しい加工硬化領域に相当し、疲労強度の向上は α' 相による強化に起因していることがわかる。

一方、Photo. 5に示した -162°C でのtype 316LNの疲労組織をみると、繰返し数の増加に伴って、転位の増殖からすべり面への集積へと変化し、疲労過程での組織変化は引張過程でのそれと対応している。

Nが添加された安定 γ 鋼の -162°C での疲労挙動は、繰返し数の増加とともに引張でのStage IIからStage IIIへの塑性挙動をとり、planarな転位配列を呈し、疲労変形においても転位の交差すべりを困難にしている。このことが固溶Nによる疲労強度の向上に関与していると考えられる。

4.4 疲労き裂成長に及ぼす α' 相および下部組織の影響

γ 相が準安定なSUS304、304Lの疲労き裂成長速度は、Fig. 8に示したように、 -162°C の低 ΔK レベルを除いて、 γ 相が安定な材料より大きい。この理由の一つとして、き裂先端に誘発された α' 相の影響があげられ、 α' 相の存在によつて疲労き裂の成長が促進されることが考えられる。

幡中ら²²⁾はSUS304を用いて室温での疲労き裂先端 $70\mu\text{f}$ の領域で α' 相の形成を確認しており、SUS304の疲労き裂はその先端に α' 相を誘発し、その α' 相の中をき裂が成長していくことで他の γ 安定鋼と異なる。

疲労き裂成長に及ぼす α' 相の影響として、幡中ら²²⁾はSUS304の疲労破面を観察した結果、き裂は α' 相の脆性的な破壊を通じて成長すると考えている。また、須藤ら²³⁾の20~27Ni鋼による結果では、 γ 相と α' 相の境界を疲労き裂が成長することをみい出しており、これは α' 相と γ 相の強度差が大きく繰返し応力が両相境界に集中するためと報告されている。

き裂の成長が促進される原因が α' 相の脆化によるものか、 γ 相と α' 相の強度差に起因するものか結論しがたいが、いずれにしても、 α' 相に起因するものであればその強度自体にも影響されるはずである。

α' 相の強度は侵入型原子C、Nに大きく支配され、C、Nを低減することで α' 相の強度を低下させうる²⁴⁾。

Fig. 8に示したように、 -162°C においてC量の低いSUS304Lの疲労き裂成長速度がSUS304より低下していることは、C量の差異にもとづく α' 相の強度差に起因していると考えられ、 α' 相強度を低下させることで疲労き裂成長速度を低下せしめることが示唆される。

一方、 -162°C の低 ΔK レベルでは、 γ 相の安定なSUS310S、type 316LNの疲労き裂成長速度が準安定 γ 鋼より大きい。

Photo. 1(b)に示したように、type 316LNの -162°C での低 ΔK レベルでは、疲労き裂がすべり線に沿って発生し、これらのすべり線き裂を合体しながら不連続に主き裂が成長していく。注目すべき点は、これらのすべり線き裂の長さが約 5μ 程度と比較的大きな破壊単位を有していることである。type 316LNの -162°C における低 ΔK レベルでの平均的き裂成長速度は、Fig. 8に示したように、1 cycleあたり $10^{-2}\mu$ 程度であり、破壊単位の大きいすべり線き裂を主き裂の前面に発生することで、マクロ的にはき裂の成長が速められき裂成長速度が大きくなつたと考えられる。

4.3で述べたように、type 316LNの -162°C での疲労組織はplanarな転位配列を呈することが特徴で、繰返し応力のもとで、ひずみの蓄積されたすべり帯にき裂が発生することは理解できる。

しかし、高 ΔK レベルではtype 316LNの疲労き裂成長速度は小さくなる。き裂先端でのひずみの大きい高 ΔK レベルでは、すべり帯の数が著しく増加し、組織がより微細化されることが考えられる。これはPhoto. 5に示したtype 316LNの低応力と高応力の疲労組織を比較すれば明らかである。

Photo. 1(a)に示したように、ち密な組織形態を呈するSUS304の疲労き裂が微細な変形組織を単位に成長していることから、高 ΔK レベルでのtype 316LNのき裂成長速度の低下はき裂進展時の破壊単位がより微細化されることに起因しているものと考えられる。

また、すべり線に沿った疲労き裂の発生はSUS310Sの低 ΔK レベルでもみられ、このような破壊形態がNの効果に帰するものかは明言できないが、いずれにしても疲労き裂先端での微視組織形態に関与しているものであろう。

5. 結 言

各種の γ 系ステンレス鋼を用い、室温から -162°C での引張強度、疲労強度、疲労き裂成長速度に及ぼす γ

安定度, マルテンサイト変態, およびN添加の影響を検討し, 次のような知見を得た.

(1) 準安定 γ 鋼の耐力は -100°C 以下の温度で低下する. これは $\gamma \rightarrow \epsilon$ 変態に伴う剪断変形が γ 相の降伏以前に生じるためと考えられる.

(2) Nの添加により γ 相は安定化するとともに固溶強化し, 耐力増加に優れた効果が得られる. また, Nによる固溶強化度は温度が低下するほど増大する.

(3) 疲労強度は引張強さの上昇に伴って増大する. 準安定 γ 鋼では α' 相による強化により, 安定 γ 鋼では固溶Nによる強化により疲労強度が高められる.

(4) -162°C での引張, および疲労における変形組織は, 準安定 γ 鋼では α' 相の誘発, Nを添加した安定 γ 鋼では planar な転位配列が特徴である.

(5) -162°C では, 準安定 γ 鋼の疲労き裂成長速度は高 ΔK レベルで安定 γ 鋼より大きく, き裂先端に誘発された α' 相が疲労き裂の成長を速めることが考えられる.

(6) -162°C での低 ΔK レベルでは, 安定 γ 鋼の疲労き裂成長速度は準安定 γ 鋼より大きい. これは安定 γ 鋼の疲労き裂がすべり線に沿って進展するため, このような破壊形態はき裂先端での微視組織形態に関与していると考えられる.

文 献

- 1) 福島英二, 後藤 昭, 伊藤昌行, 伏見光造: 日本金属学会誌, 36 (1972) 6, p. 605
- 2) 福島英二, 後藤 昭, 石井正章: 日本材料強度学会誌, 8 (1973) 1, p. 26
- 3) 福島英二: 日本材料強度学会誌, 10 (1975) 1, p. 20
- 4) Armco 社 Product data, Armco Nitronic 60 Stainless Steel
- 5) 須藤 一: 電気製鋼, 39 (1968) 5, p. 312
- 6) 星野和夫, 伊東建次郎, 小松歳弘: 日新製鋼技報 29 (1973), p. 26
- 7) 岡村弘之: 線型破壊力学入門, (1976), p. 157 [培風館]
- 8) 堀部 進, 関 勇一, 藤田利夫, 荒木 透: 鉄と鋼, 64 (1978) 2, p. 278
- 9) G. P. SANDERSON and D. T. LLEWELLYN: JISI, 207 (1969) 8, p. 1129
- 10) 田村今男: 第 13 回材料強度に関する討論会前刷り, (1976), p. 130
- 11) G. H. EICHLMAN Jr. and F. C. HULL: Trans. ASM, 45 (1953), p. 77
- 12) J. F. BREEDIS and W. D. ROBERTSON: Acta Met, 11 (1963) 6, p. 547
- 13) 肥後矢吉, 森 勉, 中村正久: 鉄と鋼, 61 (1975) 11, p. 2561
- 14) R. SANDSTÖRM and H. BERGQVIST: Scand. J Met., 6 (1977), p. 156
- 15) M. FUJIKURA, K. TAKADA, and K. ISHIDA: Trans. ISIJ, 15 (1975), p. 464
- 16) A. H. COTTREL: Dislocation and Plastic Flow in Crystals, (1953), p. 123 [Oxford Univ. Press]
- 17) R. E. SCHRAMM and R. P. REED: Met. Trans., 6A (1975) 7, p. 1345
- 18) P. R. SWANN and J. D. NUTTING: J. Inst. Metals, 90 (1961-62), p. 133
- 19) R. M. LATAINISON and A. W. RUFF: Met. Trans., 2 (1971) 2, p. 505
- 20) P. R. SWANN: Corrosion, 19 (1963) 3, p. 102
- 21) C. J. GUNTNER and R. P. REED: Trans. ASM, 55 (1962), p. 399
- 22) 幡中憲治, 川辺透昭, 田中政夫, 山田朝治: 材料 20 (1971) 219, p. 1278
- 23) 須藤 一, 加賀 寿: 日本金属学会誌, 37 (1973) 11, p. 1158
- 24) たとえば, 田村今男: 鉄鋼材料強度学, (1961), p. 131 [日刊工業新聞社]