

論 文

UDC 669.14.018.8 : 669.15'24'26-194.56 : 539.43.016.3 : 539.434 : 621.785.78

オーステナイト系ステンレス鋼 SUS 304, 321 の
高温低サイクル疲労に及ぼす長時間時効の影響*

平川 賢爾**・時政 勝行***・外山 和男***

The Effect of Thermal Aging on the Low-cycle Fatigue Behavior of
Type 304, and 321 Stainless Steel at Elevated Temperature

Kenji HIRAKAWA, Katsuyuki TOKIMASA, and Kazuo TOYAMA

Synopsis:

The effect of thermal aging on the elevated temperature low-cycle fatigue life of 304 and 321 stainless steels was studied using the creep-fatigue analysis by the strain-range partitioning approach. The $\Delta\epsilon_{pp}-N_{pp}$ and $\Delta\epsilon_{cp}-N_{cp}$ properties were determined based on the results of strain-controlled low-cycle fatigue tests with a symmetrical and an asymmetrical triangular wave form. The test with a trapezoidal strain-wave form was also conducted and the effect of hold time was examined. Aging temperatures of 650 and 700°C and aging times of 1 000 and 3 000 hours were employed for 321 steel, and for 304 steel only one condition of 650°C and 1 000 hours was examined.

Thermal aging produced beneficial results relative to unaged material in the creep-fatigue properties $\Delta\epsilon_{pp}-N_{pp}$ and $\Delta\epsilon_{cp}-N_{cp}$ of 321 steel and in the $\Delta\epsilon_{pp}-N_{pp}$ of 304 steel, whereas the $\Delta\epsilon_{cp}-N_{cp}$ property of 304 steel was not influenced by thermal aging. It is suggested that the precipitation of the various carbides is responsible for the beneficial effect. On the other hand, the effect of hold time was more detrimental in aged material than in unaged one and the reduction in fatigue life was much greater than that predicted by creep effect.

1. 緒 言

著者らはオーステナイト系ステンレス鋼のクリープと疲労の重畳効果を微視的な変形機構と関連づけて系統的に明らかにすることを目的とし一連の試験を行なっている¹⁾²⁾。前報²⁾においては単純三角波、保持時間を有する台形波、引張過程と圧縮過程のひずみ速度の異なる非対称三角波の試験を行ない、クリープと疲労の重畳効果に及ぼすひずみ波形の影響を明らかにするとともに、次の問題点を指摘した。すなわち一般にひずみ速度効果、保持時間効果といわれているものは非弾性ひずみ範囲 ($\Delta\epsilon_{in}$) の増加による寿命低下 (クリープの影響) とされているが、321 鋼では同時にクリープ以外の因子例えば試験中の組織変化や環境などの影響による寿命の低下分も含まれており、クリープと疲労の重畳効果を考える場合クリープ損傷に起因する寿命低下量を独立に評価する必要がある。

本報はこのような観点から、まず組織の影響を明らかにするため、あらかじめ試験温度で長時間時効させ粒界および粒内に析出物を生成させた 304, 321 鋼について前報と同様、単純三角波、台形波および非対称三角波の試験を行なつた。得られた結果をひずみ範囲分割法³⁾で解析することにより、長時間時効が高温疲労特性に及ぼす影響を組織および雰囲気との点から考察した。

2. 試 験 方 法

2.1 供試材

供試材は SUS304, 321 であり、その化学成分、製造履歴は前報²⁾と同一である。溶体化処理後の時効条件、機械的性質を Table 1 に示す。時効条件は温度、時間により析出物に変化する 321 鋼では 650, 700°C を、析出物が一定である 304 鋼では 650°C を選んだ。

2.2 試験片および試験方法

前報と同一形状寸法の試験片及び同一の高温低サイク

* 昭和 53 年 10 月 23 日受付 (Received Oct. 23, 1978)

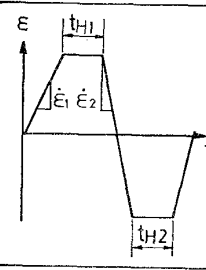
** 住友金属工業(株)中央技術研究所 工博 (Central Research Laboratories, Sumitomo Metal Industries, Ltd.)

*** 住友金属工業(株)中央技術研究所 (Central Research Laboratories, Sumitomo Metal Industries, Ltd., 1-3 Hondori Nishinagasu Amagasaki 660)

Table 1 Thermal aging conditions and mechanical properties of aged materials.

Material	Temperature T (°C)	Aging Temp. (°C)	Aging time (h)	0.2% Proof stress $\sigma_{0.2}$ (kgf/mm ²)	Tensile strength σ_B (kgf/mm ²)	Elongation δ (%)	Reduction of area ψ (%)
304	650	650	1 000	—	—	—	—
321	650	650	1 000	17.9	32.5	45.6	69.5
		650	3 000	18.3	32.5	39.2	66.4
	700	700	1 000	16.1	26.8	50.6	69.8
		700	3 000	15.4	27.9	46.6	70.8

Table 2. Fully reversed strain-controlled low-cycle fatigue test conditions at 650°C in 304 steel at 650, 700°C in 321 steel.

Material	304					321				
	$\dot{\epsilon}_1$	$\dot{\epsilon}_2$	t_{H1}	t_{H2}	$\Delta\epsilon_t$	$\dot{\epsilon}_1$	$\dot{\epsilon}_2$	t_{H1}	t_{H2}	$\Delta\epsilon_t$
	2×10^{-3}	2×10^{-3}	0	0	$\begin{matrix} 1.4, 1.2 \\ 1.0, 0.8, 0.6 \end{matrix}$	2×10^{-3}	2×10^{-3}	0	0	1.4, 1.0, 0.6
	"	"	1.6, 1.0	0	1.0	"	"	1.6, 1.0	0	1.0
	"	"	0	1.1, 1.0	1.0	"	"	0	1.2, 6, 1.0	1.0
	10^{-4}	"	0	0	1.0	10^{-5}	8×10^{-3}	0	0	1.2, 1.0, 0.6
	4×10^{-5}	"	0	0	1.0	10^{-4}	"	0	0	1.0
	"	"	0	0	1.0	"	"	0	0	1.0

$\dot{\epsilon}_1, \dot{\epsilon}_2$ (1/sec), $\Delta\epsilon_t$ (%), t_{H1}, t_{H2} (min)

Table 3. Morphologies of precipitates observed after thermal aging.

Aging time (h)	304		321			
	650°C		650°C		700°C	
	Grain boundary	Matrix	Grain boundary	Matrix	Grain boundary	Matrix
1 000	$M_{23}C_6$ (agglomerate) (net)	$M_{23}C_6$ (oblong) (rod)	$M_{23}C_6$ (agglomerate) TiC (agglomerate)	Ti (C, N) (globule) (string)	Ti (C, N) (agglomerate) σ -phase	TiC (globule) Cr_3C_2 (needle)
3 000			$M_{23}C_6$ (agglomerate) TiC (agglomerate) σ -phase	Ti (C, N) (globule) (string)	Ti (C, N) (agglomerate) σ -phase	TiC (globule) Cr_3C_2 (needle)

ル疲労試験装置を使用した。ヒステリシスループの解析方法も前報と同じである。本報で実施した疲労試験条件の一覧を Table 2 に示す。試験温度は時効温度と一致している。

2.3 顕微鏡観察

析出物形態及び疲労き裂の進展形態を知るため、時効後の素材あるいは試験片の断面観察を行なった。析出物は抽出レプリカ法により電子顕微鏡にて、き裂は光学顕微鏡にて観察した。

3. 試験結果

3.1 析出物形態

長時間の時効処理した 304, 321 鋼の析出状況を Photo. 1 に示す。304 鋼は粒界、粒内いずれも $M_{23}C_6$ で粒界には塊状、網目状に析出している。一方 321 鋼は 650°C では $M_{23}C_6$ と Ti(C, N) であつたものが 700°C では Ti(C, N) と Cr_3C_2 に変化している。これらの結果をまとめて Table 3 に示す。

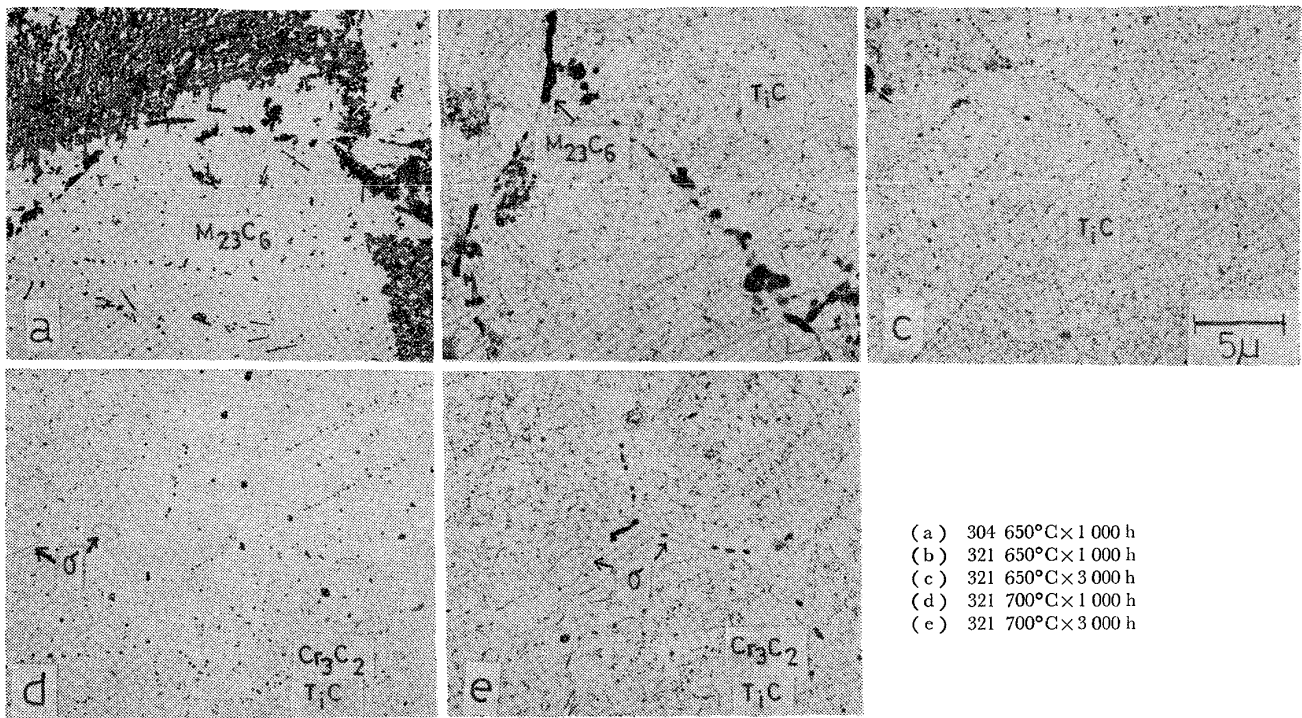


Photo. 1. Precipitates observed by electron microscope after thermal aging.

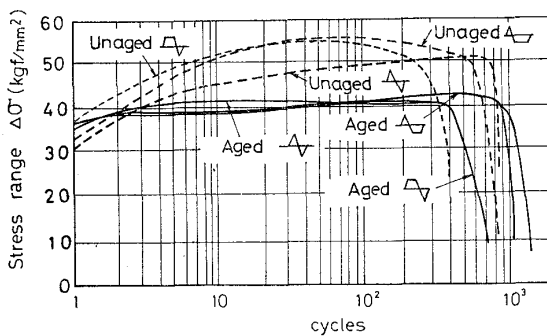


Fig. 1. Variation of stress range in 321 steel at 700°C ($\Delta\epsilon_t=1\%$).

3.2 ひずみの繰返しに伴う応力範囲の変化

321 鋼 700°C 時効材のひずみ繰返しに伴う応力範囲の変化の例を単純三角波, 台形波について Fig. 1 に示す。これより時効材では溶体化処理材と異なりひずみ波形によらず応力範囲は疲労過程中ほぼ一定であることがわかる。非対称三角波の結果および SUS 304 についても同様の傾向であつた。

3.3 疲労寿命に及ぼす長時間時効の影響

単純三角波による高温低サイクル疲労試験結果を溶体化材のそれと比較して Fig. 2 に示す。これより 304, 321 鋼いずれも時効材は溶体化に比べ長寿命側にあり, 時効処理の影響は寿命を長くする傾向にあることがわかる。保持時間を含む台形波試験結果を Fig. 3 に示す。これより 304, 321 鋼いずれも保持時間による寿命の低

下割合は溶体化材に比べて大きく, 特に保持時間が長いところで顕著であることがわかる。しかし時効材と比較すると 304, 321 鋼の低下率はほぼ等しく, 溶体化材に見られた低下率の大きな差は認められない。

非対称三角波における負荷ひずみ速度 $\dot{\epsilon}_1$ の寿命に及ぼす影響を 304 鋼について調べた結果を Fig. 4 に示す。負荷ひずみ速度の減少に伴う疲労寿命の低下割合は溶体化材に比べ時効材の方が著しく大きい。したがって単純三角波 ($\dot{\epsilon}_1=\dot{\epsilon}_2=2\times 10^{-3}$ 1/s) では時効材の方が高寿命であつたものが, $\dot{\epsilon}_1=4\times 10^{-3}$ 1/s 程度で溶体化材と変らなくなり, さらに負荷ひずみ速度が小さくなると逆に時効材の方が低寿命となる。また 321 鋼について $\dot{\epsilon}_1=10^{-5}$ 1/s 一定としたときの全ひずみ範囲と疲労寿命の関係調べた結果を Fig. 5 に示す。単純三角波に比べ非対称三角波の疲労寿命は著しく短い。

3.4 き裂進展形態

疲労き裂は単純三角波では主に粒内を, 台形波, 非対称三角波では主に粒界を伝播しており前報に示した溶体化材と同じである。

4. 考 察

4.1 試験後の析出物形態

疲労試験中に生じる析出物の変化を知るため試験後の組織観察を行ない Photo. 2 に示す。Photo. 1 と比較すると試験前後において析出物形態にほとんど変化のないことがわかる。すなわち時効材の高温低サイクル試験に

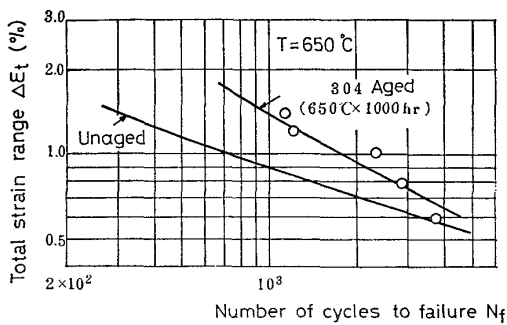


Fig. 2(a). Results of the low-cycle fatigue test with a symmetrical triangular strain-wave form (aged 304 steel).

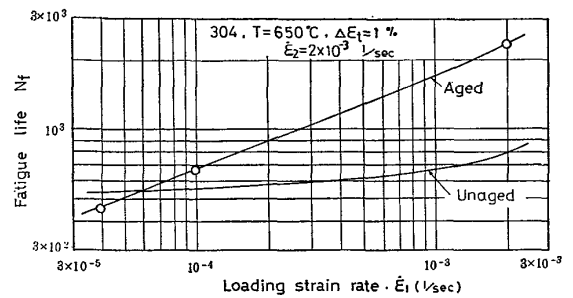


Fig. 4. Results of the low-cycle fatigue test with an asymmetrical triangular strain-wave form (aged 304 steel).

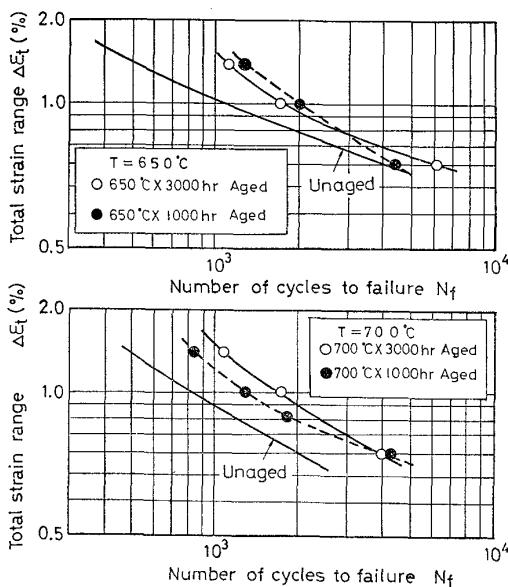


Fig. 2(b). Results of the low-cycle fatigue test with a symmetrical triangular strain-wave form (aged 321 steel).

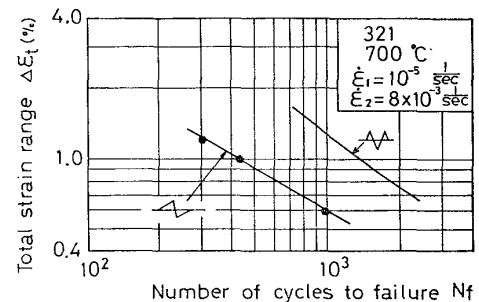


Fig. 5. Results of the low-cycle fatigue test with an asymmetrical triangular strain-wave form (aged 321 steel).

においては溶体化材と異なり試験中の材質変化という因子を考えなくてもよいことがわかる。

4.2 ひずみ繰返しに伴う応力範囲の変化

溶体化処理材ではいずれのひずみ波形においても繰返し硬化現象を示したが、時効材では Fig. 1 に示したように繰返しによつて応力範囲は全く変化しない。これは長時間の時効過程において固溶 C, N が炭化物、窒化物として析出し繰返し変形中にひずみ時効が生じないためと考えられる。高温疲労における繰返し硬化現象に果たすひずみ時効の役割は ABDEL-RAOUF ら⁵⁾、堀部⁶⁾ らによつても指摘されているとおりである。

4.3 疲労寿命に及ぼす時効の影響

4.3.1 単純三角波の場合

単純三角波の場合時効材は溶体化材より疲労寿命は長くなつており、同様の結果は CHENG ら⁷⁾ により 304, 316 鋼の長時間時効材 (564°C x 1000 h), 吉田ら⁸⁾ により 321 鋼の短時間時効材 (750°C x 24 h, 900°C x 1 h) についても得られている。また JAMES⁹⁾ は 304 鋼の長時間時効 (538, 649°C x 1500, 3000, 6000 h) のき裂進展試験を行ないき裂進展速度は溶体化材に比べ時効材の方が小さいことを認めている。さらに JAMES は 304L 鋼と比較し時効の影響が 304 鋼の方が大きいことより炭化物がき裂進展に対する抵抗となることを示した。本試験結果

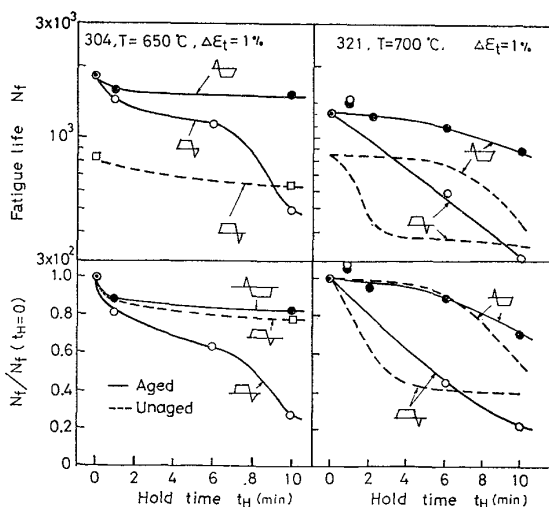


Fig. 3. The effect of hold time on the low-cycle fatigue life of aged 304 and 321 steels.

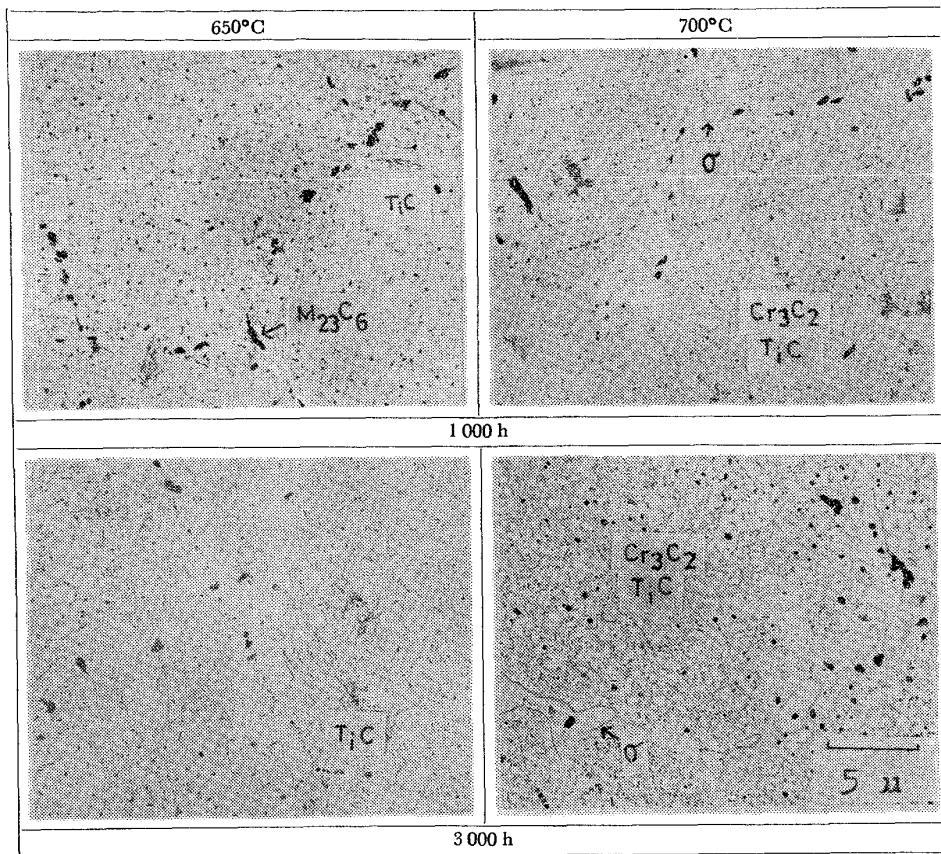


Photo. 2. Precipitates observed in fatigued aged materials (321 steel).

Table 4. Results of the low-cycle fatigue test with a asymmetrical strain-wave form and partitioning of inelastic strain ranges $\Delta\epsilon_{in}$ into $\Delta\epsilon_{pp}$ and $\Delta\epsilon_{cp}$.

Material	T (°C)	$\dot{\epsilon}_1$ (1/sec)	$\dot{\epsilon}_2$ (1/sec)	ϵ_t (%)	ϵ_{in} (%)	$\Delta\epsilon_{pp}$ (%)	$\Delta\epsilon_{cp}$ (%)	Fatigue life (N_f)	Time to failure (h)
304 aged 650°C×1 000 h	650	4×10^{-4}	2×10^{-3}	1.0	0.73	0.63	0.10	660	5.5
		4×10^{-5}	2×10^{-3}	1.0	0.76	0.48	0.28	435	30.8
321 aged 700°C×1 000 h	700	10^{-5}	8×10^{-3}	1.2	0.95	0.16	0.79	300	100.1
				1.0	0.38	0.15	0.23	429	119.3
		0.6	0.73	0.26	0.47	963	160.7		
		10^{-4}	8×10^{-3}	1.0	0.73	0.26	0.47	559	15.7

も含めていずれの試験結果もひずみ範囲の大きい領域で時効の影響が著しく、ひずみ範囲が小さくなると影響が小さくなるのは試験時間との関係であると考えられる。すなわち試験時間が長くなると溶体化材でも炭化物が析出し時効材に近づくためである。したがってき裂進展試験では試験開始後の応力拡大係数の小さい領域で時効材とのき裂進展速度の違いが大きい。これらの事実と単純三角波ではき裂が主に粒内を伝播することを考え合せると粒内炭化物が疲労寿命を増大させることがわかる。

4.3.2 非対称三角波の場合

前報と同様に非対称三角波の場合の寿命は、 $\Delta\epsilon_{pp}$ 非

弾性ひずみ範囲成分による損傷と $\Delta\epsilon_{cp}$ 非弾性ひずみ範囲成分による損傷により決つてくると考えられる。そこで、単純三角波及び非対称三角波の試験結果をひずみ範囲分割法により解析し、求めた $\Delta\epsilon_{pp}-N_{pp}$, $\Delta\epsilon_{cp}-N_{cp}$ 特性に対して時効の影響を考察する。Fig. 6 は Table 4 に示すデータをもとに前報と同様の方法で求めた時効材の $\Delta\epsilon_{pp}-N_{pp}$, $\Delta\epsilon_{cp}-N_{cp}$ 特性を溶体化材と比較して示したものである。これより 304, 321 鋼のいずれにおいても長時間時効により $\Delta\epsilon_{pp}-N_{pp}$ 特性は著しく向上しており、 $\Delta\epsilon_{pp}-N_{pp}$ 特性の改善に対し粒内炭化物が有益であることがわかる。また 321 鋼の結果より時効時間、試験

Table 5. Results of the low-cycle fatigue test with a trapezoidal strain-wave form and partitioning of inelastic strain ranges $\Delta\epsilon_{in}$ into $\Delta\epsilon_{pp}$ and $\Delta\epsilon_{cp}$.

Material	T (°C)	t _{H1} (min)	$\Delta\epsilon_t$ (%)	$\Delta\epsilon_{in}$ (%)	$\Delta\epsilon_{pp}$ (%)	$\Delta\epsilon_{cp}$ (%)	Fatigue Life N _f
Aged 304 (650°C×1000h)	650	1	1.0	0.76	0.73	0.03	1460
		6	1.0	0.75	0.71	0.04	1147
		10	1.0	0.75	0.71	0.05	498
Aged 321 (700°C×1000h)	700	1	1.0	0.77	0.72	0.05	1517
		6	1.0	0.79	0.72	0.07	600
		10	1.0	0.76	0.67	0.09	205

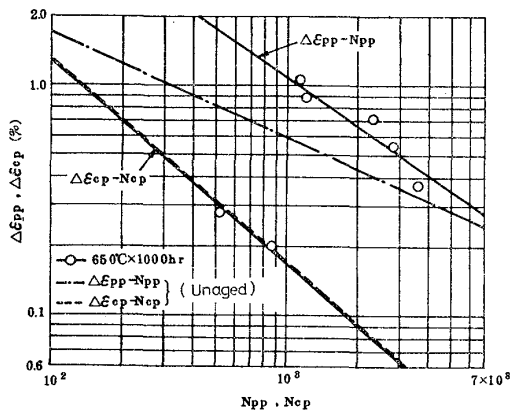


Fig. 6(a). The $\Delta\epsilon_{pp}-N_{pp}$ and $\Delta\epsilon_{cp}-N_{cp}$ properties of aged 304 steel at 650°C.

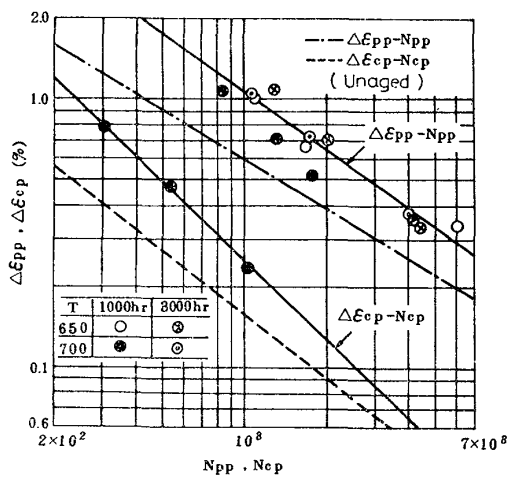


Fig. 6(b). The $\Delta\epsilon_{pp}-N_{pp}$ and $\Delta\epsilon_{cp}-N_{cp}$ properties of aged 321 steel at 650 and 700°C.

温度は $\Delta\epsilon_{pp}-N_{pp}$ 特性にほとんど影響を及ぼさないことがわかる。

304 鋼の $\Delta\epsilon_{cp}-N_{cp}$ 特性は溶体化材と時効材とで全く変わらない。これは粒界析出物がいずれの状態においても $M_{23}C_6$ であり*, 粒界の性質があまり差のないことから理解される。一方 321 鋼では $\Delta\epsilon_{cp}-N_{cp}$ 特性も溶体化材に

* 前報で示したように試験時間の短い三角波試験でも試験終了後、粒界に $M_{23}C_6$ の析出が認められている。

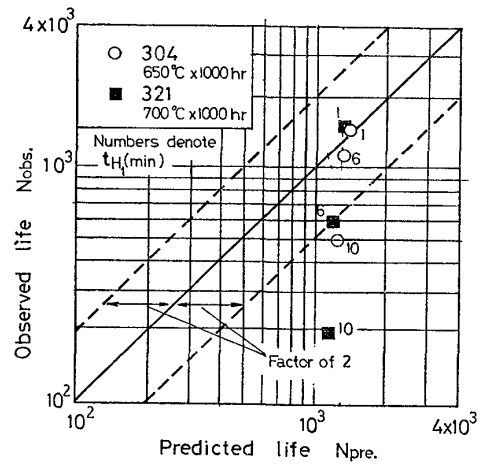


Fig. 7. Predicability of the strain-range partitioning creep-fatigue analysis for tension-hold fatigue life of aged materials.

比べ時効材の方が優れている。これは 321 鋼の粒界炭化物が、



と変化し、これが $\Delta\epsilon_{cp}-N_{cp}$ 特性に反映されていると考えられるが詳細はなお検討を要する。

4.3.3 保持時間を含む台形波の場合

Fig. 3 に示したように、保持時間による疲労寿命の低下率は溶体化材に比べ時効材で大きい、このことは 4.3.2 項で求めた $\Delta\epsilon_{pp}-N_{pp}$, $\Delta\epsilon_{cp}-N_{cp}$ 特性および保持時間中に生ずる $\Delta\epsilon_{cp}$ の大小からは理解できないことである。すなわち、Fig. 7 は Table 5 に示す台形波試験データ ($\Delta\epsilon_{pp}$, $\Delta\epsilon_{cp}$) と Fig. 6 の $\Delta\epsilon_{pp}-N_{pp}$, $\Delta\epsilon_{cp}-N_{cp}$ 特性とから疲労寿命を推定し、推定値と実験値を比較したものであるが、保持時間が長くなると実測値は推定値より著しく低寿命側となる。前報の溶体化材の場合と比較すると推定値からの実験値のずれが大きく、保持時間 10 min の点は 321 鋼だけでなく 304 鋼でも factor of two の範囲外にある。このことは、時効すると、クリープ以外の影響因子として雰囲気の影響が溶体化材の場合

よりも大きくなることを意味しており、雰囲気の影響が材料の組織と密接な関連をもっていることが推定される。時効材が溶体化材より雰囲気の影響を受けやすいのは、溶体化材の場合に試験中に生成される粒界析出物と時効材にあらかじめ生成している粒界析出物との析出量の違いやそれに伴う粒界の耐酸化性の劣化と関連していると考えられる。しかしこの点についてはさらに詳細な検討が必要である。

以上の点より、クリープと疲労の重畳効果を明らかにする目的で保持時間を含む台形波試験を大気中で行なうことは必ずしも適当でない。このことは鶴戸口らが行った 304 溶体化材の 750°C における大気中および真空中の引張保持時間を有する台形波試験結果¹⁰⁾では真空中での著しい保持時間の影響が、大気中では現われないという事実を見ても注意すべき点と考えられる。

5. 結 言

クリープと疲労の重畳効果に及ぼす組織の影響を明らかにする目的で長時間時効材の高温低サイクル疲労試験を行ない、前報で得られた溶体化材の結果と比較検討し次の結論が得られた。

(1) 単純三角波においては時効材は溶体化材より長寿命である。これは時効により粒内に析出する炭化物が $\Delta\epsilon_{pp}-N_{pp}$ 特性を改善するためである。

(2) 非対称三角波により求められる $\Delta\epsilon_{cp}-N_{cp}$ 特性は 304 鋼では時効材と溶体化材とで変わらないが、321 鋼では時効材の方が優れている傾向にある。

(3) 保持時間を含む台形において時効材は保持時間が長くなるとクリープの影響だけでは説明できない大

きな寿命低下を示し、低下割合は溶体化材よりも大きくなる。これは、時効による粒界の耐酸化性の劣化が溶体化材の試験中の組織変化による粒界耐酸化性の劣化を上まわり、雰囲気の影響を強く受けたためと考えられる。

以上のことからオーステナイト系ステンレス鋼のクリープと疲労の重畳効果を正しく評価するためには力学的因子、組織的因子の影響とともに環境因子の影響も定量的に把握する必要があり、この点については現在研究を進めている。

終りに、本研究を遂行するにあたり、中央技術研究所副所長西岡邦夫博士および同所次長行俊照夫博士をはじめ、多くの方々のご指導、ご鞭達を頂いた。記して謝意を表します。

文 献

- 1) 平川賢爾, 時政勝行, 外山和男: 材料, 27 (1978), p. 948
- 2) 平川賢爾, 時政勝行, 外山和男: 鉄と鋼, 65 (1979), p. 906
- 3) G. R. HALFORT, M. H. HIRSHBERG, and S. S. MANSON: ASTM STP, 520 (1973), p. 658
- 4) 高温用鋼管材料の高温強度特性, (1972) 住友金属
- 5) H. ABDEL-RAOF, A. PLUMTREE, and T. H. TOPPER: ASTM STP, 519 (1973), p. 28
- 6) 堀部 進, 佐川竜平, 藤田利夫, 荒木透: 日本材料強度学会誌, 12 (1977), p. 70
- 7) C. F. CHENG, et. al.: ASTM STP, 520 (1973), p. 355
- 8) 吉田 進, 金沢健三, 山口弘二: 鉄と鋼, 61 (1975), S 619
- 9) J. A. JAMES: Met. Trans., 5 (1974), p. 831
- 10) 鶴戸口英善, 朝田泰英, 三橋俊作, 山中一由: 日本機械学会講演論文集, 770-11 (1977) p. 130