

討24 (α+γ) 2相ステンレス鋼の高温繰返し変形下のα→σ+γ*変態挙動

京都大学 大学院
同 工学部

○津崎兼彰, 松本義朗
牧正志, 田村今男

1. 緒言

(α+γ) 2相ステンレス鋼は優れた耐応力腐食割れ性を有し、原子炉用配管材などとして従来のオーステナイト系ステンレス鋼におきかわる傾向にあり注目を浴びているが、低サイクル疲労破壊に対する信頼性は確立されていない。特に2相ステンレス鋼は約800~1200Kにおいてα→σ+γ*変態(γ*は新たに生成するγを示す)がおこり脆化するという欠点があり、2相ステンレス鋼のこれら配管材の適用に際しては、σ相生成と高温低サイクル疲労特性との関係を明らかにする必要がある。

高温低サイクル疲労挙動に関する研究は、その社会的要請から種々の材料において数多くなされているが、金属学的因子を考慮した研究とくに低サイクル疲労下で生じる金属学的現象(変態、析出など)に関する研究はこれまでにほとんどなされておらず、その疲労特性との関係はいまだ不明な点が多い。

本研究は2相ステンレス鋼において、繰返し変形下でのα→σ+γ*変態挙動を、変形を施さない静的時刻の場合と比較検討することにより明らかにし、これらと高温低サイクル疲労挙動との関連を明確にするとともに、高温構造設計の上で重要となる繰返し変形下でのα→σ+γ*変態の速度式を、歪速度をも考慮した形で導出することを目的として行った。

2. 実験方法

本研究に用いた試料はFe-25Cr-7Ni-3Moの2相ステンレス鋼であり、その化学組成を表1に示す。試料を熱間鍛造により直径約22mmの丸棒とした後、機械切削により図1に示すような直径5mm、平行部12mmの引張圧縮繰返し変形試験片を作成した。また変形を施さない静的な時刻(以後、静的時刻と呼ぶ)用として5×5×10mmの鋼片を用いた。

熱処理としては、まず1573K(1300℃)で真空中に2×2ks(70min)保持後、油焼入し、平均結晶粒径約1.3mmのα1相組織を得た。その後、1373K(1100℃)で真空中に2×3.6ks(60min)保持後、油焼入して(α+γ)2相組織を得、これを試験の出発材とした。なお、このときの平均α量は約60%であった。

この試験出発材を用いて図2に示すように大気中にα→σ+γ*変態温度域である973K(700℃)で繰返し変形試験を行い、適時試験を中断して、光学顕微鏡による組織観察および(σ+γ*)変態率の

表1 試料の化学組成 (mass%)

C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Mo	Cu	W	N
0.029	0.32	0.84	0.022	0.002	25.10	7.15	3.10	0.49	0.27	0.137

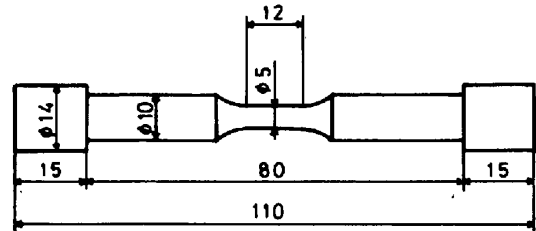


図1 引張圧縮繰返し変形試験片

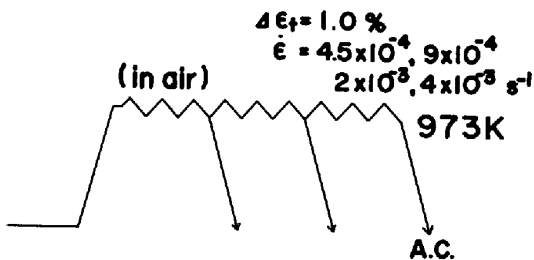


図2 繰返し変形下の時刻熱処理図

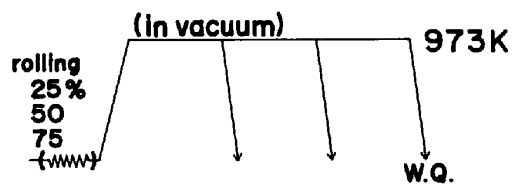


図3 静的時刻熱処理図

測定を行った。変態率は磁気を利用したライトスコア[®]および点算法にて決定した。繰返し変形試験は電気油圧サーボ式試験機(島津サーボ1411サー)を用いて、全歪幅制御の完全両取角波形にて行った。全歪幅($\Delta\epsilon_0$)は1%であり、歪速度($\dot{\epsilon}$)は $4.5 \times 10^{-4} \sim 4 \times 10^{-3} s^{-1}$ の範囲で変化させた。加熱は高周波誘導加熱により行った。973 Kでの温度誤差は4 Kである。比較のために行った静的時刻の熱処理を図3に示す。加熱は真空炉にて行った。また前加工の影響をみるため、室温にて25、50、75%の圧延を施した試片についての静的時刻もあわせて行った。

3. 実験結果

3.1 静的時刻における $\alpha \rightarrow \sigma + \delta^*$ 変態挙動

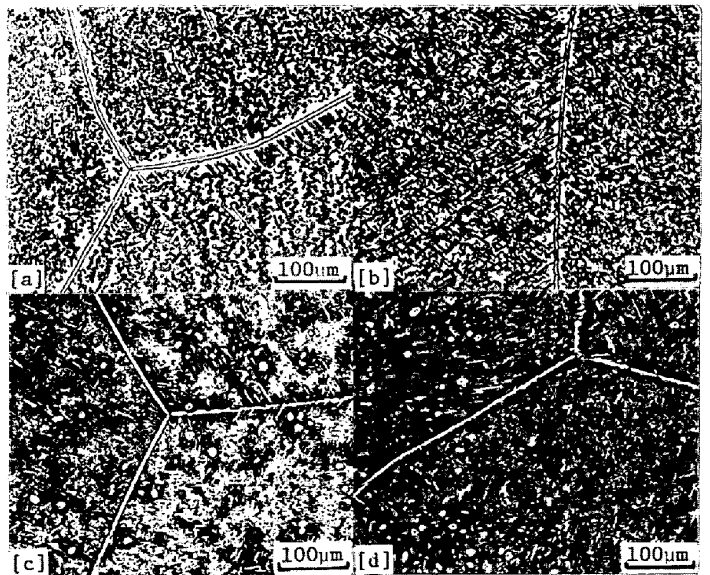
(1) 写真1に973 Kでの静的時刻における光顕組織の変化を示す。(a)は時刻前組織であり、旧 α 粒界にフィルム状、および粒内に均一に析出しているのが δ^* である。(b)(c)(d)で黒く腐食された部分が($\sigma + \delta^*$)であり、時刻の進行にともない($\sigma + \delta^*$)量が增加しているのがわかる。また(b)において($\sigma + \delta^*$)は α - δ 界面より核生成、成長しているのがみとめられる。さらに σ 相の生成箇所を注目すると、旧 α 粒界などへの優先生成は認められず旧 α 粒界および粒内に一様に生成している。

(2) 図4に静的時刻における $\alpha \rightarrow \sigma + \delta^*$ 変態曲線を示す。図には前加工材の結果もあわせて示している。 $\alpha \rightarrow \sigma + \delta^*$ 変態は一定の潜伏期の後に、変態曲線はsigmoidal curveを呈している。また変態は前加工が大きい程加速されており、変態率50%に達する時間は無加工では約43 ksなのに、50%前加工材では約2 ksと1/10以下に短縮されている。さらに硬度測定、X線測定を行った。2結果図4の変態曲線を支持する結果を得た。

3.2 繰返し変形における $\alpha \rightarrow \sigma + \delta^*$ 変態挙動

(1) $\Delta\epsilon_0 = 1\%$ 、 $\dot{\epsilon} = 9 \times 10^{-4} s^{-1}$ の場合の繰返し数にともなう応力の変化を図5に示す。応力変化は σ 相生成により特異な挙動を示す。すなわち応力はいったん定常応力に達した後、約70回から急激に上昇し、340回で脆性的に破壊した。この疲労寿命340回はSUS 304の同一条件での寿命が約1000回であるのと比べて著しく短い。また図5における定常応力からの応力増加 $\Delta\sigma$ と($\sigma + \delta^*$)変態量の間には直線関係があり、応力増加は σ 相生成によることが確かめられた。さらに疲労破壊したこの試験片における($\sigma + \delta^*$)変態率はおよそ90%であった。

(2) 図6に繰返し変形を与えた場合の $\alpha \rightarrow \sigma + \delta^*$ 変態



(a) 時刻前組織 (b) $t = 7.2$ ks (c) $t = 36$ ks (d) $t = 72$ ks
写真1 静的時刻の光顕組織 (腐食: 王水アルコール)

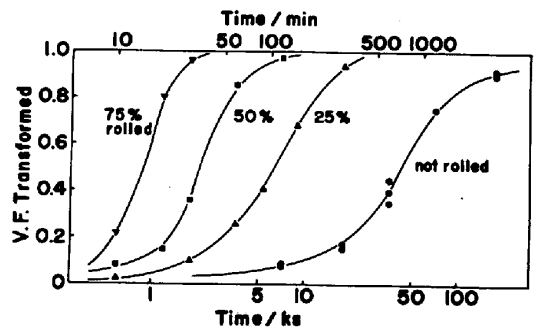


図4 静的時刻における $\alpha \rightarrow \sigma + \delta^*$ 変態曲線

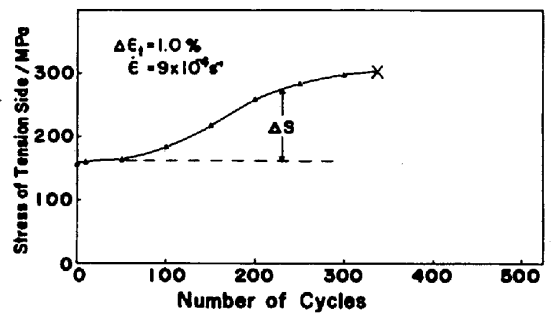


図5 繰返し数にともなう引張側応力の変化

曲線を示す。図6より1%の繰返し変形を与えた場合には変態が前加工50%を施した静的時効の場合と同程度まで加速されているのがわかる。また繰返し変形を与えた場合の変態曲線の立ち上がりは、静的時効の2つの曲線に比べて急となっている。

(3) 図7に繰返し変形下での $\alpha \rightarrow \sigma + \gamma^*$ 変態曲線におよぼす歪速度の影響を示す。変態率50%に達する時間は $\dot{\epsilon} = 4.5 \times 10^{-4} s^{-1}$ では約5.3ksであるのに対し $\dot{\epsilon} = 4 \times 10^{-3} s^{-1}$ では約2.6ksとなり、歪速度が増大する程、変態が促進されるのがわかる。

(4) 写真2に $\dot{\epsilon} = 9 \times 10^{-4} s^{-1}$ の繰返し変形を与えた場合の光顕組織を示す。(a)の変態初期では、旧 α 粒界への σ 相の優先生成が認められ、繰返し変形により結晶粒の回転が生じ、旧 α 粒界付近が他の部分よりも強加工されたことが示唆される。(b)は旧 α 粒界付近の拡大写真であるが、 σ が γ^* とラウー状を呈して生成しているのがわかる。また旧 α 粒界に生成したフィルム状の γ (写真1(a)参照)がきりぎりになり、しているのが観察される。

4 考察

($\alpha + \gamma$) 2相ステンレス鋼において σ 相が生成すると低サイクル疲労寿命が著しく低下する。また σ 相生成は繰返し変形を与えることにより促進されることが本研究より明らかとなった。従って、2相ステンレス鋼の実機への適用に際しては、その材料設計の上から繰返し変形下の $\alpha \rightarrow \sigma + \gamma^*$ 変態速度式の確立が必要である。本研究では、以下繰返し変形下の変態速度式の導出を試みる。

田村ら⁽¹⁾はFe-30Cr-8Ni ($\alpha + \gamma$) 2相ステンレス鋼における923K(650℃)での静的時効挙動を詳細に観察し、 $\alpha \rightarrow \sigma + \gamma^*$ 変態は界面反応型変態であることを示した。また梅本ら⁽²⁾は、界面反応型変態の一種ともみられるパーライト変態においてJohnson-Mehl型の速度式(1)式が適用されることを示した。

$$V = 1 - \exp \left[-k(T) \frac{t^n}{d^3} \right] \quad (1)$$

ここでVは変態率、 $k(T)$ は温度のみに依存する項、 t は時間、 d は結晶粒径である。本合金の $\alpha \rightarrow \sigma + \gamma^*$ 変態は、合金組成が田村らのそれに近いこと、および σ と γ^* がラウー状を呈して生成することから界面反応型変態であろうと考えられる。それゆえ本合

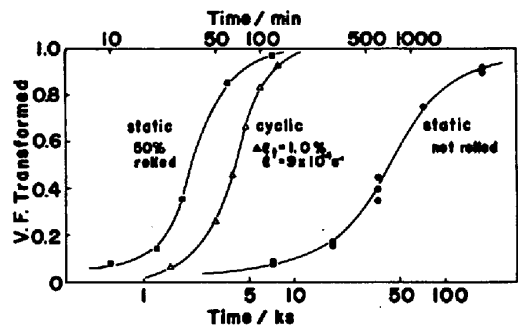


図6 繰返し変形下の時効の $\alpha \rightarrow \sigma + \gamma^*$ 変態曲線

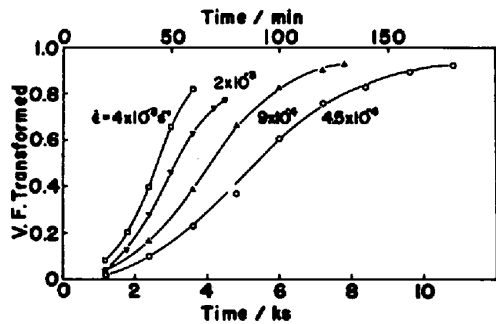
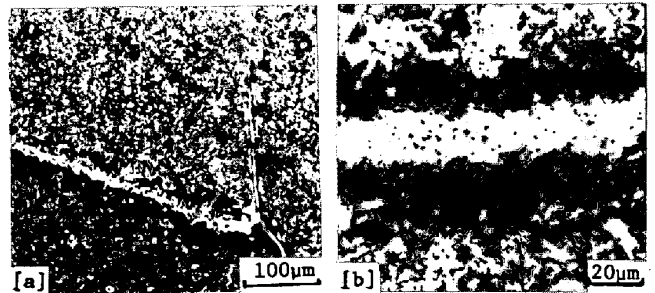


図7 変態曲線におよぼす歪速度の影響



(a) $N = 120$ $t = 2.9ks$ (b) $N = 200$ $t = 4.7ks$
($V = 0.2$) ($V = 0.75$)

写真2 繰返し変形下での時効光顕組織

$\dot{\epsilon} = 9 \times 10^{-4} s^{-1}$ (腐食: 王水フェリコール)

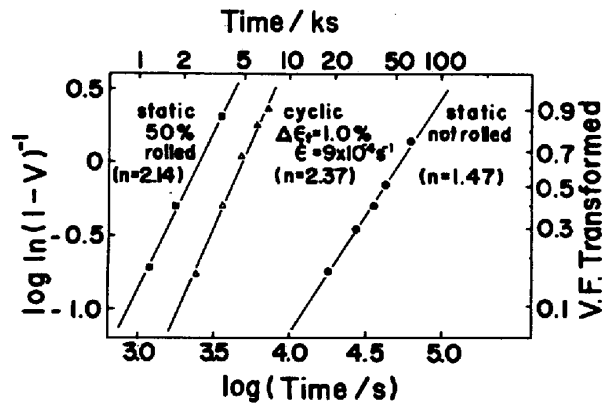


図8 $\log \ln(1-V)^{-1}$ と $\log t$ の関係

金の $\alpha \rightarrow \sigma + \delta^*$ 変態に(1)式の適用を試みる。(1)式の n は核生成 site 数をあらわすものであるが、まずこれを $k(T)$ の項に含めて(1)式を変形すると(2)式となる。

$$\log \ln(1-V)^{-1} = n \log t + \log k(T) \quad (2)$$

本研究の結果を $\log \ln(1-V)^{-1}$ vs $\log t$ で整理したものが図8である。無加工および前加工を施した静的時効および繰返し変形下の時効のいずれの場合も測定値は直線にのっており、(1)式が本合金の $\alpha \rightarrow \sigma + \delta^*$ 変態にも適用されることは明らかである。また傾きはそれぞれで異なり、このことは同一温度であっても変形の有無によらず $\alpha \rightarrow \sigma + \delta^*$ 変態の kinetics が変化することを意味している。

次に繰返し変形の歪速度を変化させた場合にも(1)式が適用されるか否か、また傾きの変化について検討する。歪速度を変化させた場合の結果を $\log \ln(1-V)^{-1}$ vs $\log t$ で整理したものを図9に示す。いずれの場合も測定値は直線にのっており、また傾きはほぼ一定で約 2.6 である。このことは歪速度を変化させた場合でも(1)式が適用できること、さらに歪速度をも考慮した速度式の導出が可能であることを意味している。

そこで(1)式における $k(T)$ を $k(T, \dot{\epsilon})$ と考え、 $k(T, \dot{\epsilon}) = k(T) \left(\frac{\dot{\epsilon}}{\dot{\epsilon}_0}\right)^p$ (3)

と仮定する。ここで $\dot{\epsilon}_0$ は回復による変形の効果が無視できる歪速度を意味する。(3)式を(1)式に代入して変形すると(4)式を得る。

$$\log t = -\frac{1}{n} \log \dot{\epsilon} + \frac{1}{n} \log \ln(1-V)^{-1} - \frac{1}{n} \log \frac{k(T)}{\dot{\epsilon}_0^p} \quad (4)$$

(3)式の仮定が正しいければ一定変態率における測定値を $\log t$ vs $\log \dot{\epsilon}$ で整理すれば測定値は直線にのることが期待される。結果は図10に示すように直線にのっており、(3)式の仮定は妥当であることがわかる。以上をもちいて、指数、定数項を吟味すれば繰返し変形下の $\alpha \rightarrow \sigma + \delta^*$ 変態速度式は最終的に(5)式で与えられる。

$$V = 1 - \exp \left[-k(T) \cdot \left(\frac{\dot{\epsilon}}{\dot{\epsilon}_0}\right)^p t \right] = 1 - \exp \left[-6.93 \times 10^{-9} \cdot \dot{\epsilon}^{2.6} t^{2.6} \right] \quad (5)$$

最後に変態速度式(5)式を用いて低サイクル疲労寿命について検討する。本合金のように σ 相が一定量に達すると急速に破壊する材料においては、一定変態率に達する繰返し数は N_f と密接な関係にあると考えられる。そこで $t = \frac{2.4 \dot{\epsilon}_0}{\dot{\epsilon}} N$ の関係を用いて $V = 0.9$ に達する繰返し数を歪速度に対して整理したのが図11である。直線の傾きは約 0.7 であり、このことから σ 相を生成する温度域での疲労寿命の歪速度依存性はきわめて大きいことが示唆される。

以上本研究によらず、変態、析出などが低サイクル疲労寿命に大きな影響を与える場合には、その速度式から疲労寿命に対する予想をなしえることが明らかになった。従って、今後、金属組織学的観点にたつた低サイクル疲労挙動のより詳細な研究が必要と考えられる。

(文献)

- (1) 田村、磯上、牧、藤原：金属学会誌，32(1976)353
- (2) 梅本、小松原、田村：鉄と鋼，66(1980)400

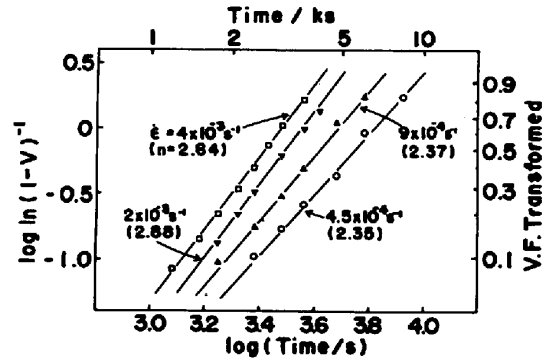


図9 歪を変えた場合の $\log \ln(1-V)^{-1}$ と $\log t$ の関係

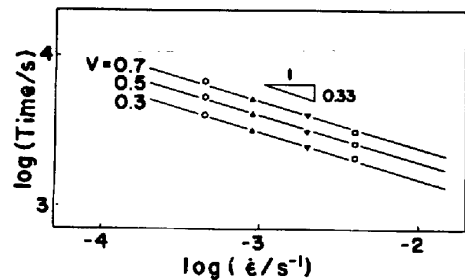


図10 一定変態率での $\log t$ と $\log \dot{\epsilon}$ の関係

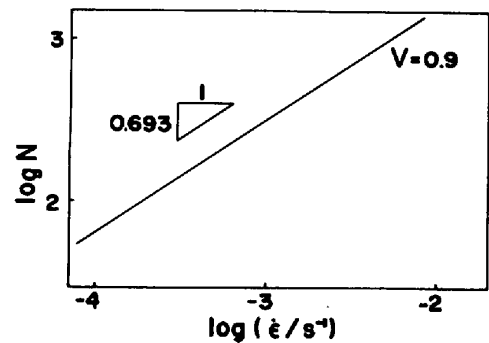


図11 $V = 0.9$ に達する繰返し数の $\dot{\epsilon}$ による変化