

# SUS 316 の高温低サイクル疲労過程中的の微視的組織変化

田中 照夫\*・井川 孝\*<sup>2</sup>・星野 和夫\*

## Substructural Change during Low-cycle Fatigue of SUS 316 at Elevated Temperature

Teruo TANAKA, Takashi IGAWA, and Kazuo HOSHINO

### Synopsis :

The substructural change during low-cycle fatigue of SUS316 stainless steel at elevated temperature has been investigated by X-ray diffraction and transmission electron microscopy, and its correlation with the fatigue hardening behavior has also been shown. Fatigue test was performed under a total strain range of 1.0% with a strain rate of  $4 \times 10^{-4} \text{ sec}^{-1}$  at 600, 700 and 800°C.

The main results obtained are as follows :

(1) The saturation hardening stage attained after around 100 cycles at 600°C, 12 cycles at 700°C and a few cycles at 800°C.

(2) At 600°C, the particle size ( $\langle D \rangle_0$ ) decreased markedly with increasing cycles up to 10 cycles and varied little afterwards. At 700°C,  $\langle D \rangle_0$  decreased in the hardening stage, became constant in the earlier stage of the saturation hardening stage but increased at the later stage. At 800°C,  $\langle D \rangle_0$  became 30 000~40 000 Å at the earlier cycle and varied little afterwards.

(3) At the saturation hardening stage,  $\langle D \rangle_0$  changed little but microstrains varied markedly within one cycle. Storage, relief, storage and relief of strain energy are repeated in one stable hysteresis loop. As a result, it seems that there is little net change in stored energy within one cycle.

(4) It seems that the stress range ( $\Delta\sigma$ ) at the hardening stage depends on the dislocation density ( $\rho$ ) and the relation between them is given by  $\Delta\sigma/2bG = 1.05 \times 10^5 + 0.96\sqrt{\rho}$  where  $G$  is the shear modulus.

## 1. 結 言

各種の材料が高温で使用される場合、高温短時間引張強度、高温クリープ強度およびクリープ破断強度などの特性と同時に高温での疲労特性—高温高サイクル疲労、高温低サイクル疲労、熱疲労—が問題となる。高温での疲労特性については、最近多くの報告がみられる<sup>1)~5)</sup>。

しかし、これらの報告の多くは高温での疲労特性を機械的側面から検討したものである。

金澤ら<sup>6)</sup>は、低サイクル疲労特性においてある温度以上になると、ひずみ幅が大きく、ひずみ速度が遅いほど温度の上昇とともに寿命はかえって増加する傾向があるとし、この結果を回復または再結晶による軟化に原因するものと推察している。また、著者ら<sup>7)</sup>はオーステナイト系ステンレス鋼の熱疲労特性に及ぼす冷間加工の影響を調査し、最高加熱温度近傍での回復、再結晶特性が大

きく寿命に影響することをマクロ的に知見している。つまり、冷間加工を受けると回復、再結晶は促進されるが、再結晶しやすい材料では寿命に及ぼす冷間加工の影響は小さく冷間加工材と溶体化処理材の寿命には大きな差がない。一方再結晶しにくい材料では冷間加工率の増加とともに寿命が増大する。これらのことから、高温での疲労過程中的の微視的組織変化を調べることは疲労損傷と組織との関連を知るためにも意義のあることと考える。高温での疲労のうち熱疲労が最も重要な特性であるが、熱疲労では温度が変動するためとくに影響因子が多い。そのため、熱疲労に関する微視的組織を検討するためには、まず温度を一定にした低サイクル疲労に関する微視的組織を検討する必要があると考える。ここでは、高温低サイクル疲労過程中的の微視的組織変化をとりあげた。

疲労過程中的の微視的組織変化に関して多くの報告<sup>8)~12)</sup>

昭和 55 年 4 月本会講演大会、及び第 17 回 X 線材料強度に関するシンポジウムにて発表 昭和 56 年 5 月 20 日受付 (Received May 20, 1981)

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

\*<sup>2</sup> 日新製鋼(株)本社 (Nisshin Steel Co., Ltd.)

があるが、そのほとんどは常温疲労に関するものである。高温低サイクル疲労の微視的組織変化に関する研究は少なく<sup>13)14)</sup>、それらはおもに破断後の組織を調査したものであり、疲労過程中的組織変化に関するものは NAHM らの報告<sup>13)</sup>があるにすぎない。また、X線解析により検討された報告例としては炭素鋼などを用いた一部で報告されているにすぎず<sup>15)</sup>、オーステナイト系ステンレス鋼についての報告はないようである。著者らは、オーステナイト系ステンレス鋼の高温低サイクル疲労過程中的微視的組織変化を電顕観察とあわせて、X線解析により検討した。X線解析はX線プロフィール幅およびX線プロフィールをフーリエ解析して Microstrains および Particle size を導出することにより実施した。本論文ではこれらの疲労過程中的微視的組織変化をおもに疲労変形挙動、すなわち繰返し加工硬化および飽和応力現象との関連の面から検討した。

2. 供試材および実験方法

2.1 供試材

供試材は 40 t 電気炉により溶製された SUS 316 である。その化学組成を Table 1 に示す。この SUS 316 のスラブ片を  $\phi 30$  mm の丸棒に鍛造後、 $1080^{\circ}\text{C} \times 40$  min の熱処理を施した。その後、平行部径  $\phi 10$  mm、平行部長さ 50 mm の中実丸棒試験片に機械加工した後、疲労試験に供した。

2.2 高温低サイクル疲労試験

試験は、高周波誘導加熱方式の油圧サーボ型疲労試験機を用い、平均ひずみを零とした完全両振りのひずみ制御方法で行った。試験温度は 600, 700 および  $800^{\circ}\text{C}$  とし、全ひずみ範囲 ( $\Delta\epsilon_t$ ) は 1.0%、ひずみ速度 ( $\dot{\epsilon}_t$ ) は  $4 \times 10^{-4}\text{s}^{-1}$  一定とした。そのひずみ波形はいずれも三角波である。このように本論文では疲労過程中的微視的組織変化に及ぼす機械的因子としては温度のみを変えて微視的組織変化を調べた。

2.3 X線および電顕による組織調査方法

疲労過程中的組織変化を調べるため、任意のサイクルにて試験を中断した。この任意の繰返し数における中断点を Fig. 1 に示す。0/4 および 2/4 の中断点 (以下  $n'$  と略記する) は除荷時に実際には若干の圧縮ひずみあるいは引張ひずみを残留するが、みかけ上のひずみが零

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

	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo
SUS 316	0.069	0.56	1.71	0.029	0.006	11.52	17.04	2.25

Solution treating:  $1080^{\circ}\text{C} \times 40\text{min}$ , Grain size; ASTM No5-6

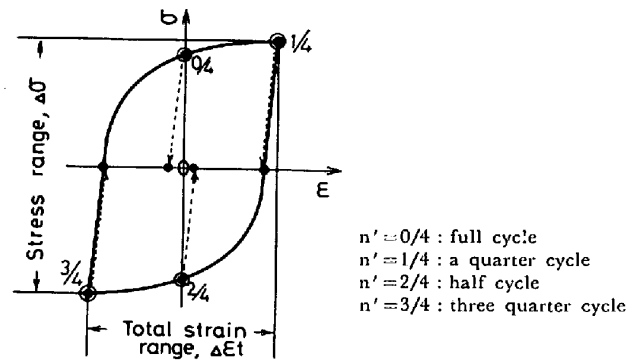


Fig. 1. Interrupted point in one strain cycle.

Table 2. Conditions of X-ray diffraction.

Characteristic X-ray	CrK $\alpha$
Filter	Nothing
Diffraction plane	$\gamma(200)$
Tube voltage	40 kV
Tube current	140 mA
Slit Divergency slit	1°
Scattering slit	1°
Receiving slit	0.15 mm
Fixed count method	
Full scale	40 000 cps
Step width	1/100°
Fixed time	20 s

に相当する点である。 $n' = 1/4$  および  $3/4$  は除荷時にも引張応力あるいは圧縮応力が最高の時点での組織を凍結していると思われる点である。これらの各時点にて試験を中断し除荷後、室温まで強制空冷した。これらの試験片よりX線回折用と電顕観察用試料を採取した。すなわち、疲労試験を中断した試料に十分な水を注ぎつつ、応力軸に平行な中心軸に沿って機械的に切断し、エメリー紙で研磨後、加工層の影響を除くため約  $125\mu$  を  $\text{H}_3\text{PO}_4 + \text{H}_2\text{SO}_4(3:2)$  溶液を用いた電解研磨により除去し、X線回折に供した。なお、 $125\mu$  を電解研磨すると加工層の影響が完全に取り除けることについてはX線プロフィール幅により確認している。電顕観察用の薄膜試料はX線回折に供した試料をさらに厚さ約 0.2 mm まで電解研磨した後、 $\text{H}_3\text{PO}_4 + \text{H}_2\text{SO}_4(3:2)$  の電解液を用いジェット法にて作成した。

X線回折は回転対陰極型X線回折装置を使用し、定時計数法により実施した。その回折条件を Table 2 に示す。得られたX線プロフィールからバックグラウンドを減じたピーク高さの 1/3 に相当する部分のX線プロフィール幅 (以下  $B$  と略記する) を求めた。ここでピーク高さの 1/3 のプロフィール幅を  $B$  として用いたのは、半価幅では  $K_{\alpha 1}$  と  $K_{\alpha 2}$  の分離度合がサイクル数によつて変動し精度に欠ける面があつたからである。つぎに、Rachinger の方法により  $K_{\alpha 1}$  と  $K_{\alpha 2}$  を分離後、G-

ARROD-AULD が提案<sup>16)</sup> した単一反射面によるフーリエ解析を行い、X線プロファイルの拡がりに寄与している Microstrains ( $\langle \epsilon_L^2 \rangle^{1/2}$ ) と Particle size ( $\langle D \rangle_e$ ) を求めた。すなわち、

$$-\frac{l_n A_L}{L} = \frac{1}{\langle D \rangle_e} + \left( -\frac{1}{2\langle D \rangle_e^2} + \frac{2\pi^2 \langle \epsilon_L^2 \rangle h_0^2}{a^2} \right) L$$

より、 $-l_n A_L/L$  と  $L$  の直線関係の  $L \rightarrow 0$  における切片から  $\langle D \rangle_e$  を求め、勾配より  $\langle \epsilon_L^2 \rangle^{1/2}$  を求めた。ここで、 $L$  はカラム長、 $A_L$  はフーリエ余弦係数、 $a$  は格子定数である。なお、標準試料としては 50% 冷間圧延後、十分に焼鈍し再結晶を完了した SUS 304 を用いた。また、 $\langle \epsilon_L^2 \rangle^{1/2}$  と  $\langle D \rangle_e$  の値から WILLIAMSON らの提唱した式<sup>17)18)</sup>、 $\rho = 2\sqrt{3} \langle \epsilon_L^2 \rangle^{1/2} / \langle D \rangle_e \cdot b$  ( $b$ : バーガス・ベクトル) を用いて転位密度 ( $\rho$ ) を推定した。本研究におけるフーリエ解析は大型コンピュータにて実施した。

電子顕微鏡による観察は 200 kV の加速電圧で実施した。

### 3. 実験結果

#### 3.1 繰返しに伴う応力範囲、塑性ひずみ範囲の変化

600, 700 および 800°C での繰返し数 (以下  $N$  と略記する) の増加に伴う応力範囲 (以下  $\Delta\sigma$  と略記する) および塑性ひずみ範囲 (以下  $\Delta\epsilon_p$  と略記する) の変化を Fig. 2 に示す。いずれの温度においても、 $\Delta\sigma$  は  $N$  の増加に伴い増加し一定の繰返し後にはほぼ定常状態になる。とくに、600 および 700°C では、繰返しの初期の加工硬化率 ( $d\Delta\sigma/dN \Delta\epsilon_p$ ) の大きい急速硬化領域、加工硬化率がしだいに低下する遷移硬化領域および繰返し加工硬化率がほぼ零となり加工硬化が飽和する

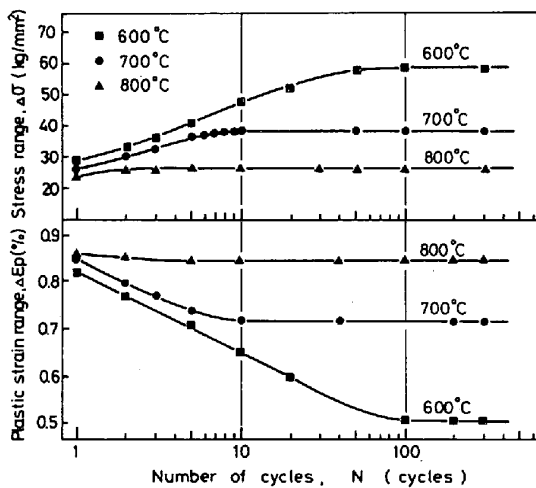


Fig. 2. Change in stress range and plastic strain range with increasing strain cycling.

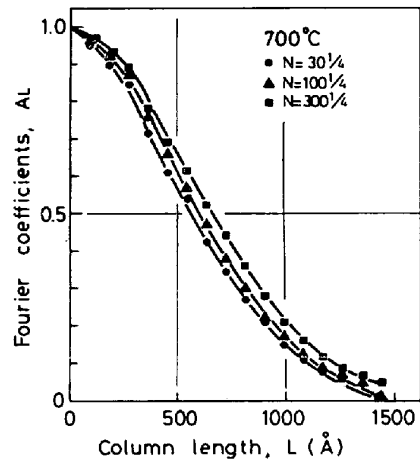


Fig. 3. Relation between fourier coefficients,  $A_L$ , and column length,  $L$ .

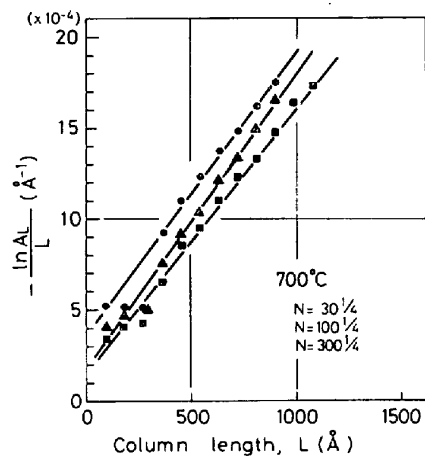


Fig. 4. Relation between  $-\ln A_L/L$  and column length,  $L$ .

飽和応力領域の3つの領域が明りょうに現れる。600°C では約 100, 700°C では約 12 サイクルで飽和応力領域に達する。800°C では初期の数サイクルで飽和応力領域に達し、その後  $\Delta\sigma$  はほぼ一定あるいは若干低下する。

$\Delta\epsilon_p$  は加工硬化領域では  $N$  の増加に伴い低下するが、飽和応力領域ではほぼ一定である。

#### 3.2 X線解析結果

##### 3.2.1 GARROD-AULD 法による解析例

X線プロファイルの解析をバルク材に適用することには種々の問題のあることが指摘され、現在その適用性について検討されている<sup>19)20)</sup> ところである。そこで、本研究における解析結果を示す前に2~3の解析例を示す。例として、700°C での  $N=30^{1/4}$ ,  $100^{1/4}$  および  $300^{1/4}$  の場合について示す。カラム・長、 $L=0$  にて基準化したフーリエ余弦係数  $A_L$  と  $L$  の関係を Fig. 3 に、また  $-\ln A_L/L$  と  $L$  の関係を Fig. 4 に示す。

Fig. 3 よりわかるように、いずれの場合も  $A_L$  は  $L$  の増加に伴いなめらかな曲線となつて減少していく。しかし、いずれの場合も Hook effect は蒲地らの報告<sup>19)</sup> と比較して小さいものと思われる。  $-l_n A_L/L-L$  線図をみると、いずれの場合にも  $L$  が小さい領域では直線関係からのばらつきが認められるが、約  $350\text{\AA}$  以上でかなり直線性のよいことがわかる。したがつて、求められる  $\langle \epsilon_L^2 \rangle^{1/2}$  および  $\langle D \rangle_e$  の絶対値には問題があるとしても、GARROD—AULD 法による X 線プロファイルの解析は相対的な現象を調べるには十分適用できるものと考え

### 3.2.2 700°C での繰り返しに伴う X 線プロファイル幅, Microstrains, Particle size および転位密度の変化

700°C での繰り返しに伴う  $B$ ,  $\langle \epsilon_L^2 \rangle^{1/2}$ ,  $\langle D \rangle_e$  の変化を Fig. 5 に示す。繰り返し硬化領域では  $B$  の変化は  $\Delta\sigma$  の変化とほぼ対応し、 $N$  の増加に伴い  $B$  は増大する。この挙動は  $n'=0/4$  および  $1/4$  のいずれでも同様な傾向を示すが、このとき  $n'=0/4$  と  $1/4$  での  $B$  の絶対値は異なる。飽和応力領域では、 $B$  は  $\Delta\sigma$  の挙動と必ずしも対応せず  $N=50\sim 100$  以降において、低下する。とくに  $n'=0/4$  では  $B$  の低下度が著しい。

$n'=0/4$  の場合、 $\langle \epsilon_L^2 \rangle^{1/2}$  は加工硬化領域ではわずかに

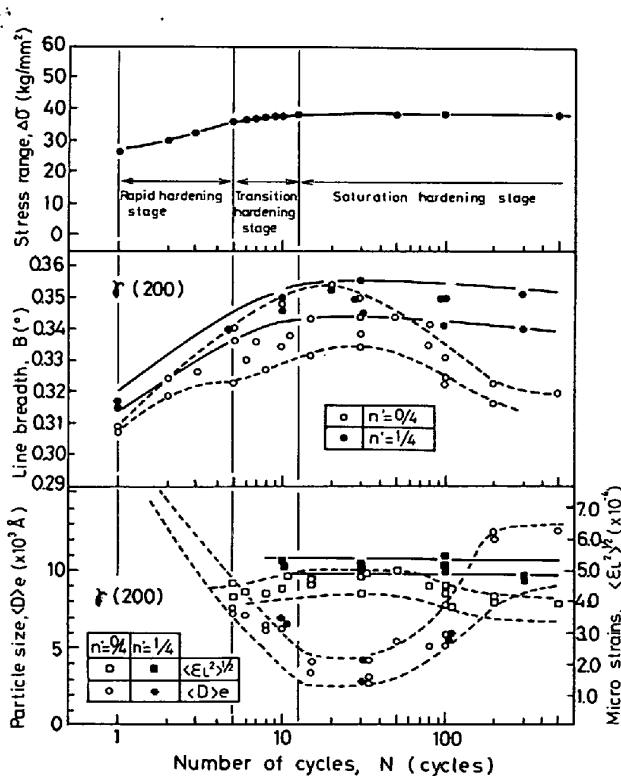


Fig. 5. Change in line breadth, particle size and microstrains with increasing strain cycling at 700°C.

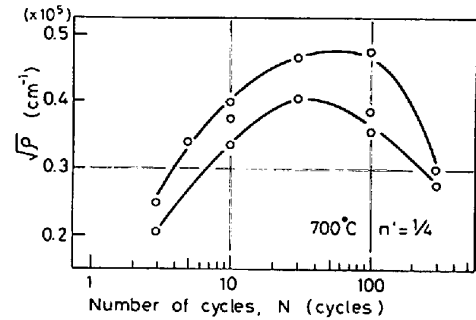


Fig. 6. Change in square root of dislocation density with increasing strain cycling at 700°C.

増加の傾向を示し、飽和応力領域に入ると  $\langle \epsilon_L^2 \rangle^{1/2}$  はその初期では一定であるが、さらに  $N$  が増加すると減少する。  $n'=1/4$  の場合、 $\langle \epsilon_L^2 \rangle^{1/2}$  は飽和応力領域ではほぼ一定である。

一方、 $\langle D \rangle_e$  は加工硬化領域では  $N$  の増加に伴い減少し、 $N=12$  では  $3000\sim 4000\text{\AA}$  となる。飽和応力領域では、 $\langle D \rangle_e$  はその初期には一定であるがさらに  $N$  が増加すると増大する。この  $\langle D \rangle_e$  はいずれの  $N$  においても 1 サイクル中の中断点の点によらず一定である。つまり  $n'=0/4$  と  $1/4$  での  $\langle D \rangle_e$  の差は認められない。

一般に、流動応力は転位密度の平方根 ( $\sqrt{\rho}$ ) [ $\sqrt{\rho}$  は転位の有効自由行程の逆数を示す] に比例することが知られている。そこで、 $N$  の増加に伴う  $\sqrt{\rho}$  の変化を調べ  $\Delta\sigma$  の変化との対応をみた。その結果を Fig. 6 に示す。Fig. 6 には  $n'=1/4$  の結果のみを記した。加工硬化領域では  $N$  の増加に伴う  $\sqrt{\rho}$  の変化は  $\Delta\sigma$  の変化とその挙動において類似している。すなわち、 $\sqrt{\rho}$  は  $N$  の増加に伴い増大する。しかし、飽和応力領域では  $\sqrt{\rho}$  の  $N$  に伴う変化傾向は  $\Delta\sigma$  の  $N$  に伴う変化傾向と必ずしも対応せず、 $N=50\sim 100$  以降において  $\sqrt{\rho}$  は低下する。

### 3.2.3 飽和 応力領域における 1 サイクル中の X 線プロファイル幅, Microstrains, Particle size および転位密度の変化

700°C の飽和応力領域における  $N=30$  および  $100$  での 1 サイクル中の  $B$ ,  $\langle \epsilon_L^2 \rangle^{1/2}$  および  $\langle D \rangle_e$  の挙動を Fig. 7 に示す。1 サイクル中においても  $B$  は大きく変化しており、 $n'=1/4$  および  $3/4$  で最も大きく、 $n'=0/4$  および  $2/4$  で減少する。一方、 $\langle D \rangle_e$  は 1 サイクル中ではほとんど変化せず一定である。したがつて、飽和応力領域での 1 サイクル中では  $\sqrt{\rho}$  は増加-減少-増加-減少の過程をたどり、1 サイクル後の  $\sqrt{\rho}$  の真の変化はほとんどない。また、ひずみエネルギー ( $V$ ) は  $V=3/2 \cdot E \cdot \langle \epsilon_L^2 \rangle / (1+2\nu)^2$  [ $\nu$ : ポアソン比,  $E$ : ヤング率] で表さ

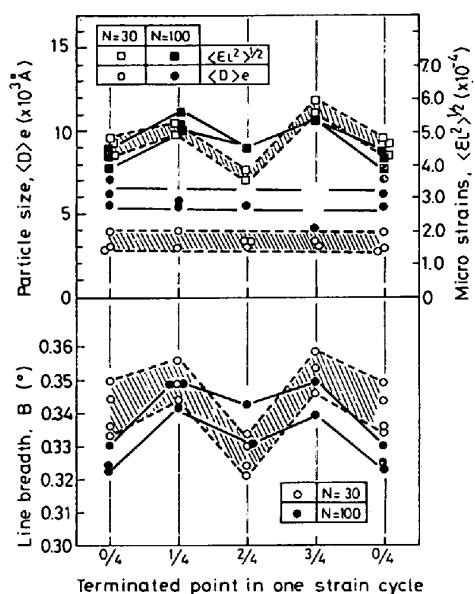


Fig. 7. Change in line breadth, particle size and microstrains during one cycle in saturation stage at 700°C.

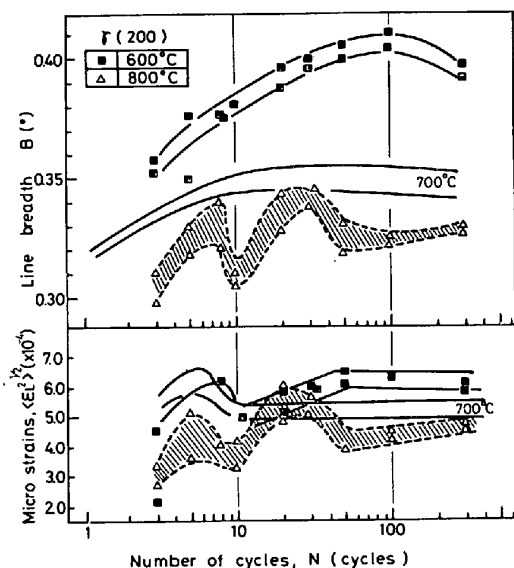


Fig. 8. Change in line breadth and microstrains with increasing strain cycling at 600 and 800°C.

れる<sup>21)</sup>ので、 $\sqrt{\rho}$ と同様にひずみエネルギーも飽和応力領域では1サイクル後の真の変化はほとんどない。

### 3.2.4 600および800°Cでの繰返しに伴うX線プロファイル幅、MicrostrainsおよびParticle sizeの変化

600および800°Cでの繰返しに伴う組織変化はすべて1サイクル中の中断点が  $n'=1/4$  の試料で調べた。600および800°Cでの繰返しに伴う  $B$  および  $\langle \epsilon_i^2 \rangle^{1/2}$  の変化を Fig. 8 に示す。また、600°Cでの繰返しに伴う  $\langle D \rangle_e$  の変化を Fig. 9 に示す。

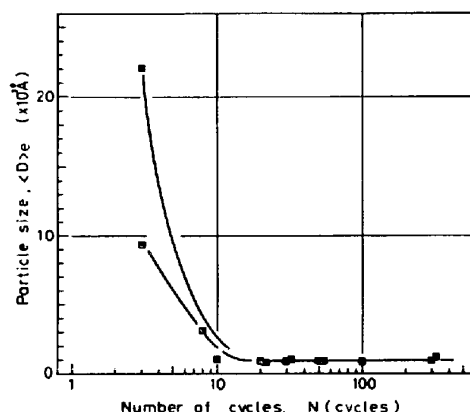


Fig. 9. Change in particle size with increasing strain cycling at 600°C.

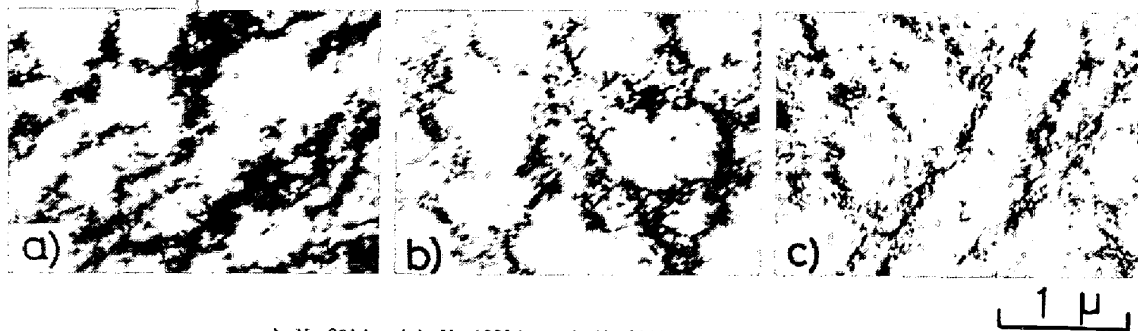
600°Cでの  $N$  の増加に伴う  $B$  の変化は 700°C の結果とほぼ類似している。すなわち、繰返し硬化領域では  $B$  は  $N$  が約 100 まで  $N$  の増加に伴い増大し、 $\Delta\sigma$  の変化と対応している。飽和応力領域では  $B$  は  $\Delta\sigma$  の挙動と必ずしも対応せず、 $N$  の増加に伴い  $B$  は低下する。しかし、600°Cでの  $B$  の絶対値はいずれの  $N$  においても 700°C の場合に比し大きい。一方、800°Cでは約 50 サイクルまで  $B$  は増減の変動を呈し、約 50 サイクル以降ではほぼ一定となる。このときの  $B$  の絶対値は 600 および 700°C の場合に比し小さい。

600°Cでの繰返しに伴う  $\langle \epsilon_i^2 \rangle^{1/2}$  の変化は全領域を通じて 700°C の場合とほぼ類似している。すなわち、加工硬化領域では  $\langle \epsilon_i^2 \rangle^{1/2}$  は一度増加した後減少し、その後飽和応力領域に達するまで増加するが、飽和応力領域ではほぼ一定となる。しかし、800°Cでは飽和応力領域といえども  $\langle \epsilon_i^2 \rangle^{1/2}$  は増減し、かなり複雑な挙動をする。

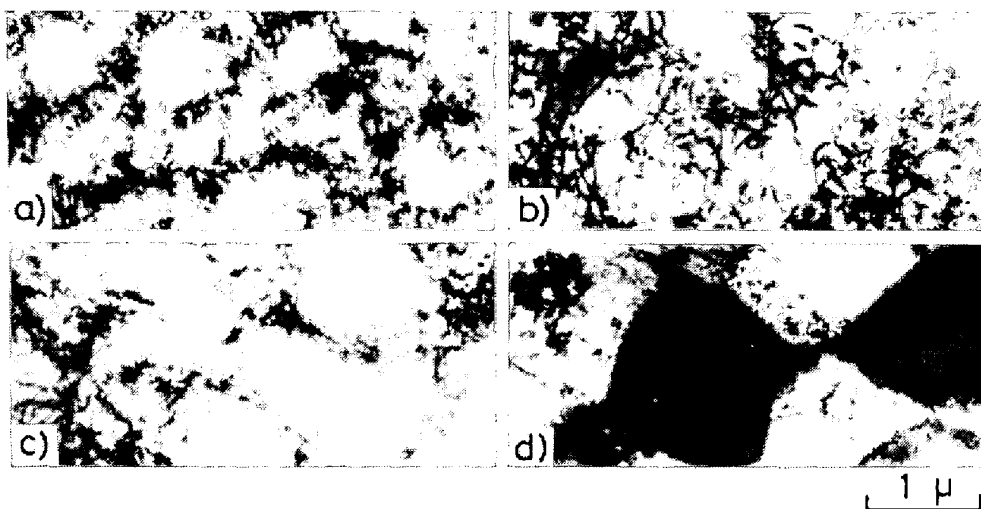
$\langle D \rangle_e$  は 600°C の場合  $N=10$  まで一様に減少し、その後  $N$  が増加しても変化せず、飽和応力領域を含めて約 1000Å 一定である。このように 600°C では  $N=10$  以上の加工硬化領域および飽和応力領域で  $\langle D \rangle_e$  が変化しないことは 700°C と異なるところである。しかもその  $\langle D \rangle_e$  は約 1000Å であり、700°Cでの飽和応力領域のいずれの  $N$  における  $\langle D \rangle_e$  よりも小さい。一方、800°Cの  $\langle D \rangle_e$  は Fig. 9 には示していないが、繰返しのごく初期の数サイクルで  $\langle D \rangle_e$  は約 30000~40000Å と非常に大きくなり、その後  $N$  が増加しても  $\langle D \rangle_e$  はほとんど変化しないものと思われた。したがって、800°Cの場合、初期の数サイクル以降では  $\langle D \rangle_e$  はほとんど変化せず  $\langle \epsilon_i^2 \rangle^{1/2}$  のみが増減する。

### 3.3 電顕観察結果

600, 700 および 800°C の疲労過程中的電顕観察結果



a)  $N=30^{1/4}$  b)  $N=100^{1/4}$  c)  $N=300^{1/4}$   
 Photo. 1. Substructural development during low-cycle fatigue at 600°C.



a)  $N=10^{1/4}$  b)  $N=30^{1/4}$  c)  $N=100^{1/4}$  d)  $N=300^{1/4}$   
 Photo. 2. Substructural development during low-cycle fatigue at 700°C.

を Photo. 1~3 に示す。600°C の場合  $N=30^{1/4}$  すでにセルが形成されており、その後  $N$  が増加してもその大きさはほとんど変化せず約  $0.5 \mu$  であつた。このことは  $30^{1/4}$  以前にすでに明確なセルが形成されることを示している。しかし、600°C の場合、後述する 700 および 800°C で認められた  $N$  の増加に伴う方位差の発達はとくに認められなかつた。700°C の場合、 $N=10^{1/4}$  すでに明確なセルが形成されその大きさは約  $0.6 \mu$  であつた。その後の  $N$  の増加に伴いセルサイズは増大するが、セル内の転位密度は減少するように思われる。 $N=100^{1/4}$  ではかなり均一なセルが形成されその大きさは約  $1.25 \mu$  であつた。 $300^{1/4}$  にもなるとセル壁が鋭くなるとともにセル間の方位差が顕著となる。800°C の場合  $N=30^{1/4}$  すでにかなり明確なセルが形成され、しかもセル間に方位差が認められる。 $N$  の増加に伴いセルサイズはとくに変化しないがセル内の転位密度は減少し、セル壁は鋭くなるとともにセル間の方位差はますます顕著となる。

以上に述べた繰り返しに伴うセルサイズの変化は、いづれの試験温度でもその絶対値は異なるが、X線解析より求めた  $\langle D \rangle_0$  の変化とほぼ類似する。

#### 4. 考 察

##### 4-1 1 サイクル中の微視的組織変化

平ら<sup>15)</sup>は S15C の常温疲労において、 $\Delta \epsilon_t = 3\%$  で 200 サイクル繰り返し後定常状態になつたところでの半サイクル過程中的  $\langle D \rangle_0$  および  $\langle \epsilon_t^2 \rangle^{1/2}$  の変化を調べている。その結果、 $\langle \epsilon_t^2 \rangle^{1/2}$  は半サイクル中で変動し引張応力あるいは圧縮応力が最大となつたところでその値が最も高くなる結果を示しており、筆者らの結果と同様であるが、平らはさらに  $\langle D \rangle_0$  も半サイクルにおいて変動するとしている。しかし、筆者らが調べた 700°C の飽和応力領域での 1 サイクル中の  $n'=0/4, 1/4, 2/4, 3/4$  および任意の繰り返し数での  $n'=0/4, 1/4$  では  $\langle D \rangle_0$  はほとんど変化せず  $\langle \epsilon_t^2 \rangle^{1/2}$  のみが増加した。つまり、 $\langle \epsilon_t^2 \rangle^{1/2}$  のみが  $n'=1/4, 3/4$  で増加し、 $0/4, 2/4$  で減少する増加-減少-増加-減少の過程を呈した。したがつて、1 サイクル中のひずみエネルギーは蓄積-解放-蓄積-解放の過程をたどり、飽和応力領域では 1 サイクル後のひずみエネルギーの真の変化はほとんどないと考えられる。このことは HALFORD の結果<sup>22)</sup>と一致している。一

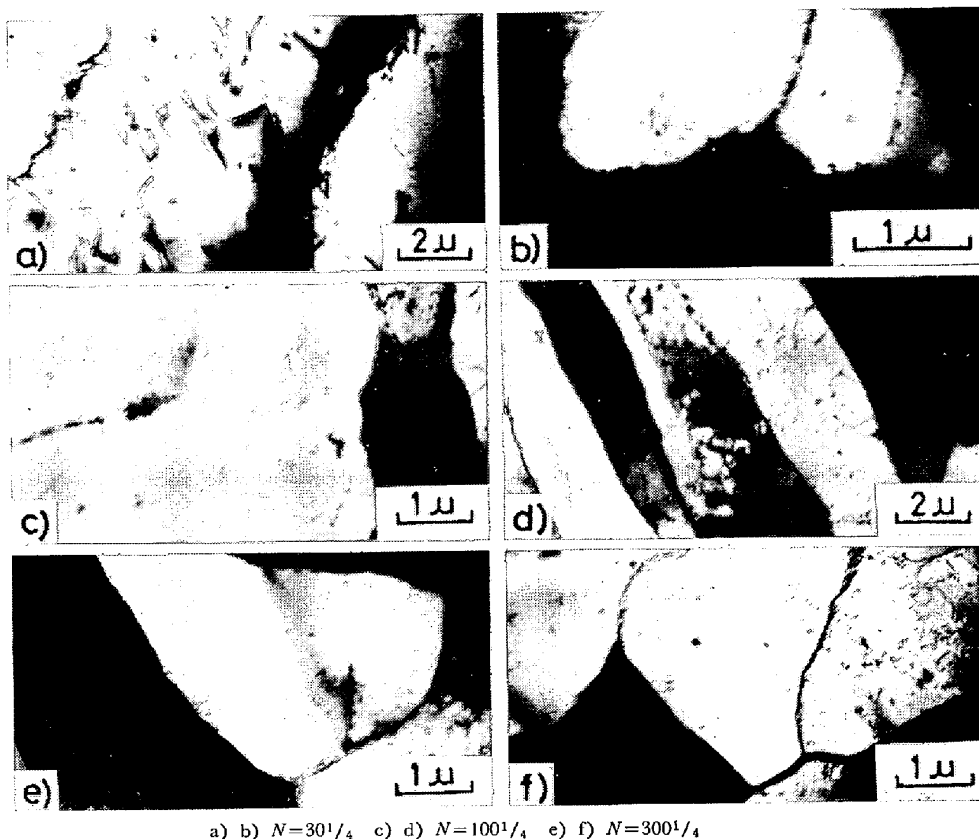


Photo. 3. Substructural development during low-cycle fatigue at 800°C.

方、1サイクル中の  $\rho$  もまた  $\langle D \rangle_0$  が一定であることから  $\langle \epsilon_i^2 \rangle^{1/2}$  と同様、増加-減少-増加-減少の過程を呈している。

#### 4.2 飽和応力過程中的の応力範囲に及ぼす組織の影響

一般に、疲労過程における飽和応力領域では安定したセルまたはサブグレイン組織となり、その径の大きさが飽和応力範囲と関連しセルあるいはサブグレイン径が小さいほど  $\Delta\sigma$  が大きいとされている。つまり、飽和応力領域での  $\Delta\sigma$  は  $\Delta\sigma/G \propto d^{-0.5}$  あるいは  $\Delta\sigma/Gd^{-1}$  ( $G$ : 剛性率,  $d$ : セルあるいはサブグレイン径) の関係で表すことができるとしている。たとえば、銅における PARTT<sup>23)</sup> の  $\Delta\sigma/G \propto d^{-1}$ 、純鉄における A-RAOUF<sup>24)</sup> の  $\Delta\sigma \propto d^{-0.5}$  である。また、本研究と同じ SUS 316 を用いた高温低サイクル疲労において、山口<sup>6)</sup> は  $\Delta\sigma/G \propto d^{-0.5}$  で表せるとし、CHALLENGER<sup>14)</sup> は 650°C で  $\Delta\sigma \propto d^{-0.5}$ 、816°C で  $\Delta\sigma \propto d^{-1}$  で表せるとしている。 $d$  が  $\Delta\sigma$  に関係することは ①セルあるいはサブグレインが転位を蓄積するのに非常に有効な手段であることおよび ②  $d$  が転位の平均自由行程を決定することから基本的に当然であると考えられる。本研究においても、600°C での飽和応力領域や 700°C の飽和応力領域の後期における  $d$  をとれば、山口<sup>6)</sup> および CHALLENGER<sup>14)</sup> の示した  $\Delta\sigma$  と  $d$  の関係でほぼばらつきの範囲内で表せる。し

かし、本研究においては 700°C の場合 X線解析より求めた  $\langle D \rangle_0$  あるいは電顕観察より求めた  $d$  は飽和応力領域といえども繰り返しの伴って変動することがわかった。つまり、加工硬化領域で微細化したセルが飽和応力領域で成長してくるのを見いだした。このことは、疲労過程中的の変形応力が従来報告されているような  $\Delta\sigma/G \propto d^{-0.5}$  あるいは  $d^{-1}$  の関係では一様に表し得ないことを示していると考えられる。つまり、飽和応力領域で  $\Delta\sigma$  が一定に保持されていることは  $d$  のみでは表すことができないことを示していると考えられる。

CHALLENGER<sup>14)</sup> は  $\Delta\sigma$  と  $\Delta\epsilon_p$  との間に HOLLON の式、 $\Delta\sigma/2 = K(\Delta\epsilon_p/2)^n$  ( $K$ : Cyclic strength coefficient,  $n$ : Cyclic strain hardening exponent) が成り立ち、 $K$  および  $n$  と  $d$  との間には  $K \propto d^{-4/3}$  および  $n \propto d^{-1}$  の関係が成り立つとしている。しかし、 $K$  および  $n$  は温度およびひずみ速度によつて一義的に決まるものである。一方、 $d$  は温度およびひずみ速度が一定でも全ひずみ範囲 ( $\Delta\epsilon_t$ ) が変われば変わると考えられる<sup>23)25)</sup>。しかるに、彼らは  $\Delta\epsilon_t$  が異なるものを含めて  $K = 130d^{-4/3}$ ,  $n = 0.2/d$  とし  $\Delta\sigma/2 = 130d^{-4/3}(\Delta\epsilon_p/2)^{0.2/d}$  なる関係を提示している。この式そのものが上述したような問題点を含んでいると考えられる。しかも、飽和応力領域では  $\Delta\epsilon_p$  がほぼ一定であることから考えても

700°C での飽和応力が一定に保持されていることを解釈するのにこの式は適用できない。

また、一般に流動応力は  $\tau = \alpha G b \sqrt{\rho}$  ( $\alpha$ : 定数) の関係で表せることはよく知られている<sup>26)</sup>が、700°Cの飽和応力領域ではX線解析より求めた $\sqrt{\rho}$ と $\Delta\sigma$ の間には必ずしも対応関係が認められなかつた。

上述したようなことから、700°Cの飽和応力領域で $\Delta\sigma$ が一定に保持されている機構を考える場合、 $\Delta\sigma$ に関与する因子としては① $\langle D \rangle_0$  (あるいは $d$ ) および $\langle \epsilon_i^2 \rangle^{1/2}$  ② $\langle D \rangle_0$ ,  $\langle \epsilon_i^2 \rangle^{1/2}$  から算出した $\sqrt{\rho}$ 以外に別の因子を考える必要がある。今回求めた $\sqrt{\rho}$ はParticle内の転位密度の平方根であり、セルあるいはサブグレイン境界での転位密度を考慮したものではない。ORLOVÁら<sup>27)</sup>はAl,  $\alpha$ -Zrなどの金属の高温クリープにおいてサブグレイン境界での転位密度( $\rho_{SB}$ )が応力の増加とともに増加するとし、 $\rho_{SB} = \sigma_0 + \alpha \sigma^m$  ( $\alpha, m$ : 定数)なる関係を示している。このとき、 $\rho_{SB}$ は $\rho_{SB} = 3\theta/bd$  ( $\theta$ : 方位差)で表される。このことから、 $d$ が一定であれば応力の増加とともに $\theta$ が増大すると考えられる。すなわち、 $\theta$ の増大とともに $\rho_{SB}$ が増加し応力が増大すると考えられる。したがって、700および800°Cでの飽和応力領域で $\Delta\sigma$ が一定であること、とくに700°Cでの飽和応力領域で $\langle D \rangle_0$  (あるいは $d$ )が変動するにもかかわらず $\Delta\sigma$ が一定であることを解釈するには $\langle D \rangle_0$ と $\langle \epsilon_i^2 \rangle^{1/2}$ から求めた $\sqrt{\rho}$ と同時に飽和応力過程に発達するサブグレイン間の方位差をも考慮する必要があると考える。なお、本研究では方位差を測定していないが、SUS 304 (試験温度: 649°C,  $\Delta\epsilon_t = 2.0\%$ ,  $\dot{\epsilon}_t = 4 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ )の破断後で約 $0.5^\circ$ であると報告されている<sup>13)</sup>。

#### 4.3 加工硬化領域での応力範囲に及ぼす組織の影響

前項にて、方位差が $\Delta\sigma$ に及ぼす一つの寄与要因になつていと推察した。しかし、700°Cの加工硬化領域では①方位差がほとんど発達しておらず、②繰り返りに伴う $\Delta\sigma$ の変化は $\sqrt{\rho}$ の変化とその挙動において類似していた。また、600°Cの加工硬化領域でもセル間にとくに方位差の発達が認められなかつた。そこで、600および700°Cの加工硬化領域での $\Delta\sigma$ と $\sqrt{\rho}$ との関係を調べた。結果をFig. 10に示す。Fig. 10には加工硬化領域と同様に方位差の発達がほとんど認められなかつた600°Cの飽和応力領域での $\Delta\sigma$ と $\sqrt{\rho}$ との関係もあわせて示している。 $\Delta\sigma$ は異なる温度条件を含むので応力として $\Delta\sigma$ の1/2を各温度の剛性率( $G$ )およびバーガース・ベクトル( $b$ )で除したNormalized stressを用いた。 $\Delta\sigma/2bG$ と $\sqrt{\rho}$ の関係はほぼ直線で近似で

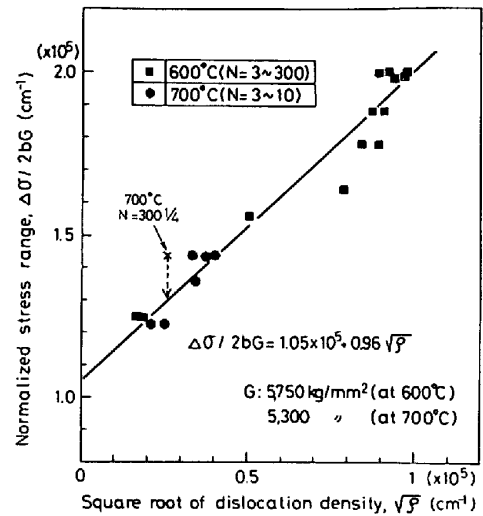


Fig. 10. Relation between normalized stress range and square root on dislocation density during hardening stage at 600 and 700°C, and during saturation stage at 600°C.

き、 $\Delta\sigma/2bG = 1.05 \times 10^5 + 0.96\sqrt{\rho}$ で表すことができる。つまり、 $\Delta\sigma/2bG \propto \sqrt{\rho}$ なる関係が成立する。したがって、加工硬化領域ではDislocation bundleの部分の転位密度が増大するとbundle間の距離が減少し<sup>28)</sup>、転位の自由な運動距離が減少するため硬化するものと思われる。

#### 4.4 微視的組織変化と疲労変形挙動との対応のまとめ

上述してきた結果にもとづいて疲労変形挙動と微視的組織の対応についてまとめた。その結果をFig. 11に示す。

疲労変形の初期、すなわち急速硬化領域では転位が著しく増殖し、ひきつづいてそれら増殖された多数の転位がタングルし、ついにはセルが形成される。そして形成されたセルが $N$ の増加とともに微細化する。急速硬化領域ではこのような微視的組織変化を伴うとともに $N$ の増加に伴い転位密度が増大する。さらに、遷移硬化領域でもひきつづきセルは微細化する。しかし、急速硬化および遷移硬化領域では $N$ の増加に伴う方位差の発達はほとんど認められない。これらの領域における $\Delta\sigma$ は組織との対応において $\sqrt{\rho}$ と密接に関係し、600および700°Cの試験温度によらず $\Delta\sigma/2bG = 1.05 \times 10^5 + 0.96\sqrt{\rho}$ なる関係で示される。

飽和応力領域についてみると、600°Cではその全領域を通じてセルサイズは定着し変動しない。しかもセル間の方位差はほとんど認められず、繰り返り硬化領域と同じく $\Delta\sigma$ と組織の関係は $\Delta\sigma/2bG = 1.05 \times 10^5 + 0.96\sqrt{\rho}$ で表すことができる。しかし、700°Cの場合、飽和応力領域ではセルサイズはその初期ではほぼ一定である



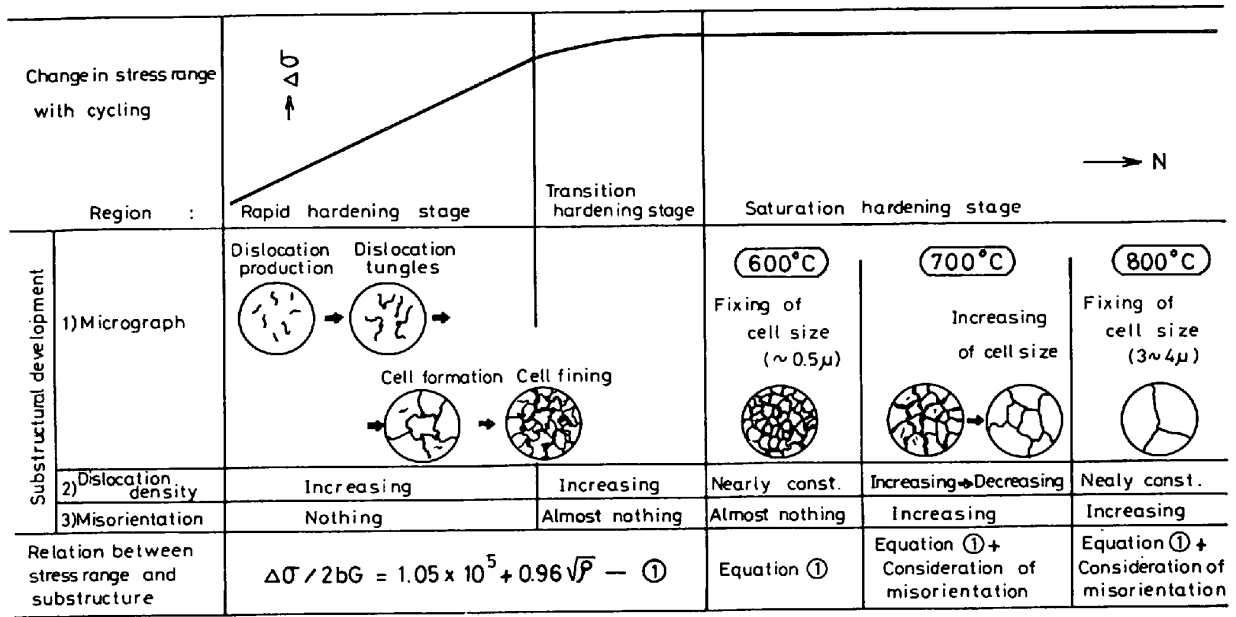


Fig. 11. Outline showing substructural development during fatigue, and relation between stress range and substructure.

が、その後  $N$  の増加に伴い増大し、しかも方位差が顕著に発達する。このとき  $\sqrt{\rho}$  はセルサイズの増大とともに減少する。したがって、700°C の飽和応力領域での  $\Delta\sigma$  は上述した  $\Delta\sigma/2bG \propto \sqrt{\rho}$  の関係では単純に表せないとともに  $\Delta\sigma/2bG \propto d^{-1}$  なる関係でも表せない。そこで、700°C の飽和応力領域では  $N$  の増加に伴い方位差が顕著に発達することおよび ORLOVÁ らの報告<sup>27)</sup> によると応力の増加とともに方位差 ( $\theta$ ) に比例するサブグレイン境界での転位密度 ( $\rho_{SB} = 3\theta/bd$ ) が増加するとしていることから、 $\Delta\sigma$  に関与する因子としては前述した  $\sqrt{\rho}$  以外に  $\theta$  が大きな寄与因子であると考えられる。このことは  $N$  の増加に伴い方位差が顕著に発達する 800°C の場合にもいえる。800°C の場合には 600°C と同様、飽和応力領域でセルサイズはほとんど定着し一定である。しかし、このときのセルサイズは 600 および 700°C のそれらに比し著しく大きいことが特徴である。

### 5. 結 言

SUS 316 の 600, 700 および 800°C での低サイクル疲労 ( $\Delta\epsilon_t = 1.0\%$ ,  $\dot{\epsilon}_t = 4 \times 10^{-4} s^{-1}$ ) 過程中的微視的組織変化を X線解析および電顕観察により調査した。得られたおもな結果は以下のとおりである。

(1) 600°C の場合、約 100 サイクルで飽和応力領域に達する。Particle size ( $\langle D \rangle_e$ ) は約 10 サイクルまで繰り返し数 ( $N$ ) の増加とともに減少するが、その後  $N$  が増加しても  $\langle D \rangle_e$  は変化せずほぼ一定である。1 サイクル中の中断点 ( $n'$ ) が 1/4 での Microstrains

( $\langle \epsilon_t^2 \rangle^{1/2}$ ) は飽和応力領域ではほぼ一定である。

(2) 700°C の場合、約 12 サイクルで飽和応力領域に達する。 $\langle D \rangle_e$  は加工硬化領域では  $N$  の増加に伴い減少するが、飽和応力領域ではその初期にはほぼ一定であるが、その後  $N$  の増加に伴い  $\langle D \rangle_e$  は増大する。一方、 $n'$  が 1/4 での  $\langle \epsilon_t^2 \rangle^{1/2}$  は飽和応力領域でほぼ一定である。飽和応力領域の後期において方位差が顕著に発達する。

(3) 800°C の場合、初期の数サイクルで飽和応力領域に達するが、この初期の数サイクルで  $\langle D \rangle_e$  は約 30 000~40 000 Å と非常に大きくなり、その後  $N$  が増加しても  $\langle D \rangle_e$  はほとんど変化しない。 $N$  の増加に伴う  $\langle \epsilon_t^2 \rangle^{1/2}$  の挙動はかなり複雑である。また、方位差は  $N$  の増加に伴いとくに顕著に発達する。

(4) 飽和応力領域下での 1 サイクル中では、 $\langle \epsilon_t^2 \rangle^{1/2}$  は中断点が 1/4, 3/4 で増加し、0/4, 2/4 にて減少する。一方、 $\langle D \rangle_e$  はほとんど変わらず一定である。したがって、1 サイクル中のひずみエネルギーは蓄積-解放-蓄積-解放の過程をたどり、飽和応力領域では 1 サイクル後のひずみエネルギーの真の変化はほとんどない。

(5) 加工硬化領域および 600°C の飽和応力領域における応力範囲 ( $\Delta\sigma$ ) は  $\sqrt{\rho}$  と  $\Delta\sigma/2bG = 1.05 \times 10^5 + 0.96\sqrt{\rho}$  なる関係で表される。

(6) 方位差が顕著に発達する 700°C の飽和応力領域および 800°C での全領域においては、X線解析より求めた  $\sqrt{\rho}$  以外にセルあるいはサブグレイン間の方位差

が  $\Delta\sigma$  に影響すると考えられる。

文 献

- 1) P. SOO and J. G. Y. CHOW: Trans. ASME, J. Eng. Met. Tech., 102 (1980), p. 141
- 2) A. PLUMTREE: Metal Sci. J., 11 (1977), p. 425
- 3) D. A. SPERA: ASTM Special Publ., 520 (1973), p. 648
- 4) 田中照夫, 飯泉省三, 衣笠雅晋, 藤岡外喜夫: 鉄と鋼, 63 (1977), p. 748
- 5) 平 修二, 藤野宗昭: 材料, 27 (1978), p. 440, p. 447
- 6) 山口弘二, 金澤健二: 日本金属学会誌, 40 (1976), p. 315
- 7) 田中照夫, 藤井昭男, 飯泉省三, 星野和夫: 日新製鋼技報 (1981) 44, p. 17
- 8) J. R. HANCOCK and J. C. GROSSKREUTZ: Acta Met., 17 (1969), p. 77
- 9) 幡中憲治: 第 20 回材料強度と破壊—国内総合シンポジウム論文集, (1975), p. 1
- 10) C. E. FELTNER and C. LAIRD: Acta Met., 15 (1967), p. 1621, 1633
- 11) O. K. CHOPRA and C. V. B. GOWDA: Phil. Mag., 30 (1974), p. 583
- 12) C. E. FELTNER: Phil. Mag., 12 (1965), p. 1229
- 13) H. NAHM and J. MOTEFF: Acta Met., 25 (1977), p. 107
- 14) K. D. CHALLENGER and J. MOTEFF: ASTM Special Publ., 520 (1973), p. 68
- 15) 平 修二, 後藤 徹, 黒部利次, 葛西靖正: 第 2 回 X 線ラインプロフィールに関する討論会予稿, (1970), p. 21
- 16) R. I. GARROD and J. H. AULD: Acta Met., 3 (1955), p. 190
- 17) G. K. WILLIAMSON and R. E. SMALLMAN: Phil. Mag., 1 (1956), p. 34
- 18) R. E. SMALLMAN and K. H. WESTMACOTT: Phil. Mag., 2 (1957), p. 669
- 19) 蒲地一義, 宮田節夫: 第 2 回 X 線ラインプロフィールに関する討論会予稿, (1970), p. 8
- 20) 桑野三郎, 材料, 26 (1977), p. 735
- 21) P. B. HIRSH: Progress in Physics, ed. by Bruce CHALMERS D. and R. KING, 6 (1957), p. 290 [Pergamon Press]
- 22) G. R. HALFORD: ph. D. thesis, University of Illinois, Urbana, Illinois (1966)
- 23) J. E. PRATT: Acta Met., 15 (1967), p. 319
- 24) H. ABDEL-RAOUF, T. H. TOPPER, and A. PLUMTREE: ASTM Special Publ.,
- 25) S. WEISSMANN, A. SHRIER, and V. GREENTHUT: Trans. ASM, 59 (1966), p. 709
- 26) A. W. THOMPSON: Met. Trans., 8A (1977), p. 833
- 27) A. ORLOVÁ and J. ČADEK: Phil. Mag., 28 (1973), p. 891
- 28) S. J. BASINSKI, Z. S. BANISKI, and A. HOWIE: Phil. Mag., 19 (1969), p. 899