

© 1983 ISIJ

論 文

# オーステナイト耐熱鋼の高温低サイクル疲労特性と粒界形状

山本 優\*・堀内 康\*<sup>2</sup>・宮川 大海\*・藤代 大\*<sup>3</sup>

## High Temperature Low-cycle Fatigue Properties and Grain Boundary Configuration in an Austenitic Heat Resisting Steel

Masaru YAMAMOTO, Yasushi HORIUCHI, Ohmi MIYAGAWA, and Dai FUJISHIRO

### Synopsis :

Effects of morphology of grain boundary carbides and grain boundary configuration on low-cycle fatigue properties were investigated at 700°C with various strain wave-forms, using an austenitic heat resisting steel SUH 38 (JIS) precipitation-hardened by  $M_{23}C_6$  carbides. In ordinary straight grain boundaries, fatigue life decreased remarkably with decreasing strain rate in triangular or sawtooth strain wave-forms and increasing hold time in trapezoidal one, due to intergranular cracking induced by creep deformation during strain cycling. In particular, the notable decrease in fatigue life due to creep damage occurred in unsymmetrical strain wave-forms where the creep deformation accumulated only during tensile straining. The zigzag grain boundaries with coarse carbides could prevent an intergranular cracking by virtue of the retardation of grain boundary sliding and the good coherency between coarse grain boundary carbides and matrix. Consequently, grain boundary strengthening by zigzag boundaries could improve remarkably the fatigue life even in unsymmetrical strain wave-forms where the ordinary straight boundaries caused a drastic creep damage.

### 1. 結 言

近年、高温低サイクル疲労に関しては耐熱材料を中心に、変形ならびに破壊挙動へのひずみ速度やひずみ波形<sup>1)~6)</sup>、雰囲気<sup>7)~9)</sup>などの影響について広範囲な研究が行われるようになった。高温疲労においては、応力あるいはひずみの繰り返しの間にクリープ変形が生じると粒界破壊が引き起こされて、寿命は著しく低下する。このような粒界破壊は単純クリープ条件下と同様の粒界すべりや空孔の凝集による粒界き裂の発生と成長によると考えられている<sup>10)~12)</sup>。したがって、粒界き裂の形成に直接関連する粒界の性質、すなわち粒界析出物の種類や形態および粒界形状等を制御して、粒界き裂の形成を抑制することは粒界の強化という意味で、単純クリープ条件下における<sup>13)~15)</sup>と同様、高温疲労強度の改善に対しても重要と考えられる。

そこで本研究では、粒界析出物の形態ならびに粒界形状の高温低サイクル疲労特性におよぼす影響を、高C含Pオーステナイト耐熱鋼 SUH 38 を用いて、ひずみサ

イクル中のクリープ変形と破壊挙動の解析に基づいて検討し、高温低サイクル疲労においても粗大炭化物をもつジグザグ状粒界は粒界破壊を抑制し、疲労強度を改善するうえで著しい効果のあることを明らかにした。

### 2. 供試材と実験方法

供試材の SUH 38 は  $M_{23}C_6$  型炭化物によつて析出硬化するオーステナイト耐熱鋼で、その化学組成を Table 1 に示す。これを 1200°C で 1 h の溶体化加熱後、直ちに水冷する処理 (WQ) と 900°C まで炉冷してから空冷する 2 段階冷却処理 (FA) を施して粒界炭化物の形態と粒界形状を変えた。この 2 段階冷却処理は粒界を強化してクリープ破断強度を改善するために著者らが提案した熱処理法である<sup>14)16)</sup>。両熱処理材はその後、750°C で 15 h 時効して疲労試験されたが、そのときの粒界

Table 1. Chemical composition of SUH38 (wt%).

C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo	B	Cu
0.31	0.37	0.96	0.20	0.016	10.51	19.55	1.98	0.005	0.07

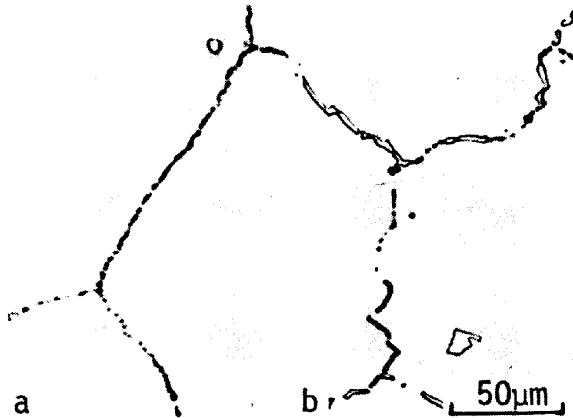
昭和 55 年 10 月本会講演大会にて発表 昭和 57 年 1 月 6 日受付 (Received Jan. 6, 1982)

\* 東京都立大学工学部 工博 (Faculty of Technology, Tokyo Metropolitan University, 2-1-1 Fukazawa Setagaya-ku 158)

\*<sup>2</sup> 東京都立大学大学院 (現: 新日本製鉄(株) (Graduate School, Tokyo Metropolitan University, Now Nippon Steel Corp.)\*<sup>3</sup> 日鍛バルブ(株) (Nittan Valve Co., Ltd.)

Table 2. Heat treatments and tensile properties of SHU 38.

Heat treatment	Test temperature	0.2% proof stress (MPa)	Ultimate tensile strength (MPa)	Elongation (%)	Reduction of area (%)
1 200°C × 1 h → WQ + 750°C × 15 h → AC (WQ)	RT	688	1 070	30.9	16.6
	700°C	487	556	11.0	35.4
1 200°C × 1 h → FC → 900°C → AC + 750°C × 15 h → AC (FA)	RT	651	1 021	17.5	13.4
	700°C	417	527	9.9	32.0



a) 1 200°C × 1h → WQ + 750°C × 15h → AC  
 b) 1 200°C × 1h → FC → 900°C → AC + 750°C × 15h → AC

Photo. 1. Grain boundary configurations in water-quenched and two-step cooled specimens.

形状は Photo. 1 のとおりである。水冷材(Photo. 1a))の粒界は時効によつて微細な炭化物が析出するが、粒界三重点間ではほぼ直線状であるのに対し、2段冷却材(Photo. 1b))の粒界は炉冷中に析出した粗大炭化物によつてジグザグ状に曲がる。Table 2には両材の引張特性を示したが、2段冷却材は水冷材に比べて室温、700°Cとも0.2%耐力と引張強さがやや低い。

高温低サイクル疲労試験はクロズドロープ電気油圧式試験機により、全ひずみ範囲  $\Delta\epsilon_t$  一定の軸方向ひずみ制御で、おもに700°Cで行つた。試験片は直径8mm、平行部長さ12mmの平滑材で、表面から深さ約50 $\mu$ まで電解研磨して機械加工による表面加工層を取り除いた。用いたひずみ波形はいずれも最大と最小ひずみの絶対値が等しい完全両振で、引張側と圧縮側のひずみ速度が等しい対称三角波、それらが異なる非対称の鋸歯状波(引張側ひずみ速度の遅い slow-fast と圧縮側が遅い fast-slow) および最大または最小ひずみを保持した台形波である。ひずみ速度は  $8.3 \times 10^{-3}/s$  から  $1.7 \times 10^{-5}/s$  まで変えたが、鋸歯状波の fast 側と台形波ではクリープ変形の生じない速度として  $1.7 \times 10^{-3}/s$  を用いている。

本実験ではひずみサイクル中に生じるクリープ変形量を評価するために MANSON ら<sup>17)</sup>の提案したひずみ範囲分割法により、非弾性ひずみ範囲  $\Delta\epsilon_{in}$  を塑性ひずみ成

分  $\Delta\epsilon_{pp}$  とクリープひずみ成分  $\Delta\epsilon_{cc}$ ,  $J\epsilon_{cp}$ ,  $\Delta\epsilon_{pc}$  とに分割した。分割方法はいくつか提案されているが<sup>18),19)</sup>、ここでは簡便な方法として、あらかじめクリープ変形の生じない条件で求めたヒステリシスループに対し、クリープ変形の生じているループを対照して図式的に求める方法をとつた。基準となるクリープ変形の生じない条件としては後述する三角波の結果から  $1.7 \times 10^{-3}/s$  のひずみ速度の三角波を選んだ。分割するためのヒステリシスループは繰り返し応力-ひずみ応答(本鋼では繰り返し軟化を示す)が定常状態に達している寿命の約1/2の繰り返し数のものを用いた。このようにして分割した各ひずみ成分  $\Delta\epsilon_{ij}$  ( $i, j=c, p$ ) に対応した寿命  $N_{ij}$  ( $i, j=c, p$ ) は線形損傷則<sup>6)</sup>より計算した。なお寿命  $N_f$  は引張側応力が定常値の1/2以下に低下する繰り返し数とした。

### 3. 実験結果

#### 3.1 三角波ひずみ波形における粒界形状の影響

ひずみ速度が  $1.7 \times 10^{-3}/s$  と  $1.7 \times 10^{-4}/s$  での三角波ひずみサイクル試験結果(700°C)をそれぞれ Fig. 1 と Fig. 2 に示す。ひずみ速度が速い場合(Fig. 1)には、同一の全ひずみ範囲  $\Delta\epsilon_t$  に対して水冷材の方がやや大きな寿命を示すが、非弾性ひずみ範囲  $\Delta\epsilon_{in}$  で整理すると両熱処理材の結果は同一直線上にのり、寿命は Coffin-Manson 式で統一的に表わせる。このひずみ速度では後述するように両材とも粒内破壊であるから、寿命は塑性ひずみ量にのみ依存して、粒界形状には影響されない。これに対してひずみ速度が遅くなると(Fig. 2),

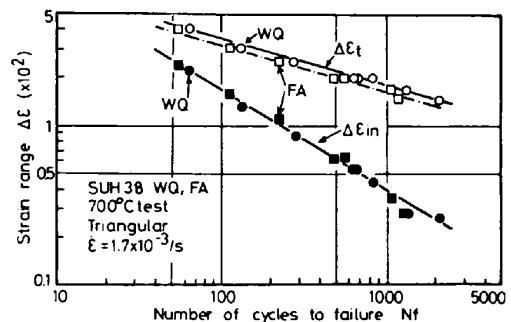


Fig. 1. Strain range-life diagrams at 700°C. (Triangular strain wave-form)

$\Delta\epsilon_t$  と  $\Delta\epsilon_{in}$  のいずれに対しても2段冷却材は水冷材よりも大きな寿命を示し、粒界形状の影響が顕著に現れる。そこで全ひずみ範囲を一定として、寿命、応力範囲および各ひずみ範囲に対するひずみ速度の影響を示したのが Fig. 3 である。水冷材ではひずみ速度が  $1.7 \times 10^{-3}/s$  よりも遅くなると応力範囲が減少し、非弾性ひずみ範囲が増加するのに対応して寿命は急激に低下する。 $1.7 \times 10^{-3}/s$  以上の速度ではこのような変化はほとんど起こらないので、このひずみ速度の範囲ではクリープ変形は生じていないと考えられる。そこで  $1.7 \times 10^{-3}/s$  でのヒステリシスループを基準にして、それ以下のひずみ速度でのヒステリシスループからひずみ範囲を分割して

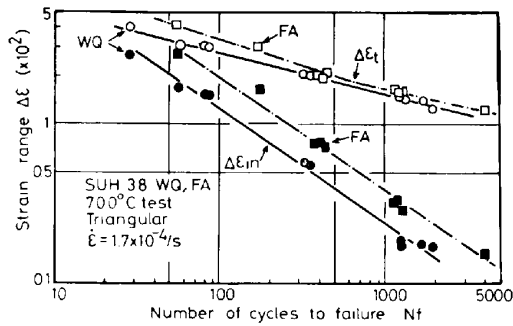


Fig. 2. Strain range-life diagrams at 700°C. (Triangular strain wave-form)

求めたのがクリープひずみ成分  $\Delta\epsilon_{cc}$  である。この  $\Delta\epsilon_{cc}$  はひずみ速度の低下につれて増大しており、水冷材ではひずみサイクル中のクリープ変形量の増大に対応して寿命が著しく低下している。これに対し、2段冷却材ではひずみ速度の減少に伴う寿命の低下は水冷材に比べて著

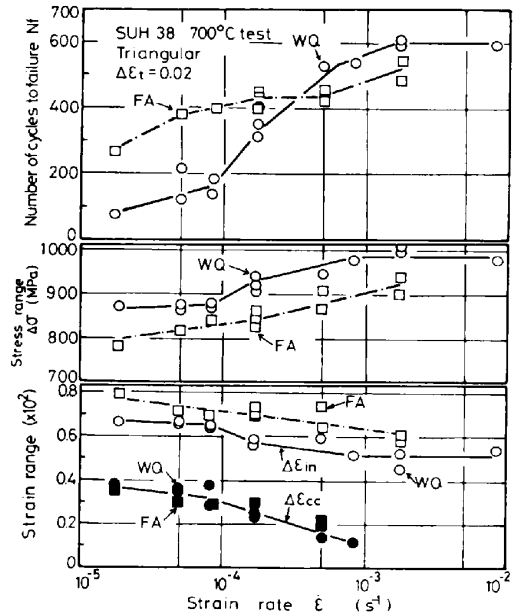
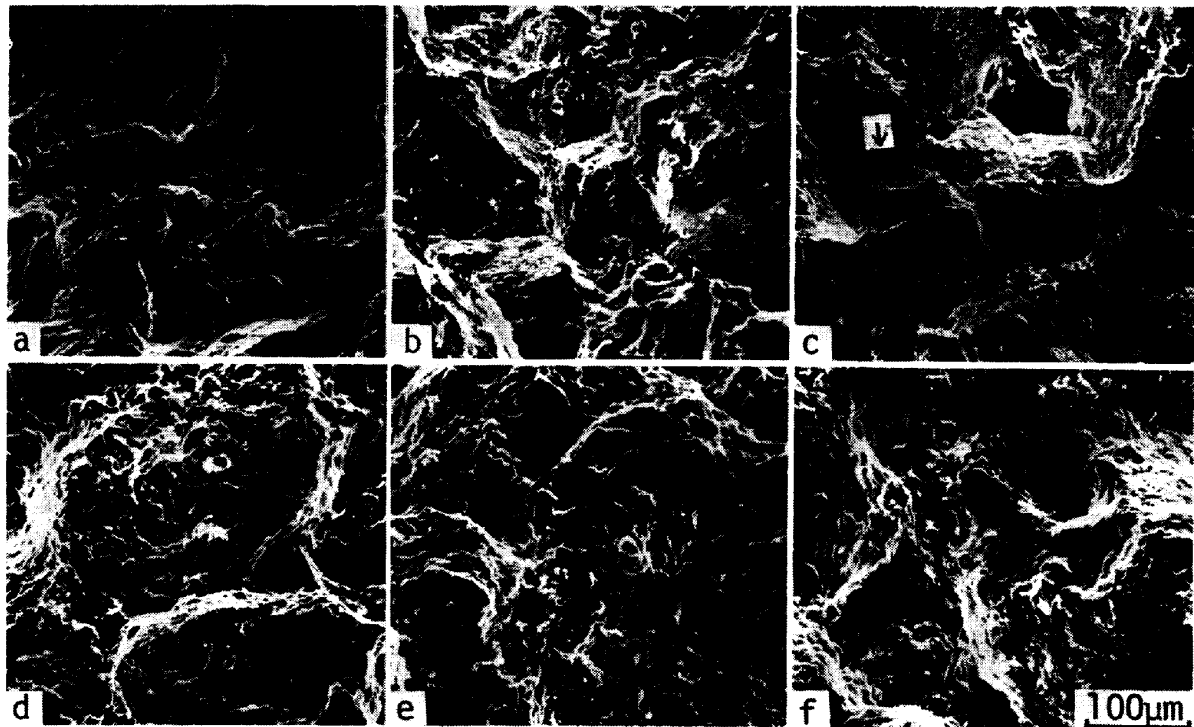


Fig. 3 Variation of low-cycle fatigue properties with strain rate. (Triangular strain wave-form)



a) WQ,  $\dot{\epsilon} = 1.7 \times 10^{-3}/s$  b) WQ,  $\dot{\epsilon} = 1.7 \times 10^{-4}/s$  c) WQ,  $\dot{\epsilon} = 1.7 \times 10^{-5}/s$   
 d) FA,  $\dot{\epsilon} = 1.7 \times 10^{-3}/s$  e) FA,  $\dot{\epsilon} = 1.7 \times 10^{-4}/s$  f) FA,  $\dot{\epsilon} = 1.7 \times 10^{-5}/s$

Photo. 2. Fractographs of water-quenched (WQ) and two-step cooled (FA) specimens tested at 700°C with triangular strain wave-form.

しく小さく、 $1.7 \times 10^{-4}/s$  以下の低ひずみ速度の範囲では両者の寿命は逆転し、2段冷却材は水冷材に比べて最大で2倍強に及ぶ大きな寿命を有している。2段冷却材は水冷材よりもつねに応力範囲は小さく、非弾性ひずみ範囲は大きい、クリープひずみ成分  $\Delta\epsilon_{cc}$  は水冷材と同程度の大きさにしかならない。したがって、非弾性ひずみ範囲に占めるクリープひずみ成分の割合( $\Delta\epsilon_{cc}/\Delta\epsilon_{in}$ )はむしろ2段冷却材の方が小さい。このことは2段冷却材では塑性変形量が大いにもかかわらず、それから生じるクリープ変形量が小さいことを意味している。そこでつぎに破面の形態を比較して Photo. 2 に示す。ひずみ速度が  $1.7 \times 10^{-3}/s$  と速い場合には水冷材、2段冷却材とも延性的な破面を示し、部分的には striation も観察される粒内破壊の様相を示している (Photo. 2a, d)。しかし、水冷材ではひずみ速度が遅くなるにつれて粒界ファセットが多くなり、 $1.7 \times 10^{-4}/s$  以下のひずみ速度では全面的な粒界破壊となつて、粒界ファセット上にはキャビティも見られる (Photo. 2c)。一方、2段冷却材ではひずみ速度が最も遅い場合 (Photo. 2f) でも破面には水冷材のようなぜい性的な粒界ファセットは認められず、ひずみ速度の速い場合とほぼ同様の模様が多数見られるだけである。このような破面上の模様はき裂が大きな変形を伴いながら粒内破壊型に進展した結果生じたものと考えられる。したがって、水冷材では明瞭な粒界破壊が生じる遅いひずみ速度の場合でも、2段冷却材では粒界破壊が生じないために寿命の低下が著しく小さいのである。このような2段冷却処理による疲労寿命の向上は Fig. 4 のように、 $600^\circ C$  以上で顕著になる。

3.2 鋸歯状波ひずみ波形における粒界形状の影響

鋸歯状波における低サイクル疲労特性 ( $700^\circ C$ ) への引張側 (slow-fast) および圧縮側 (fast-slow) ひずみ速度の影響をそれぞれ Fig. 5 と Fig. 6 に示す。水冷材、2段冷却材ともに、引張あるいは圧縮のいずれの側

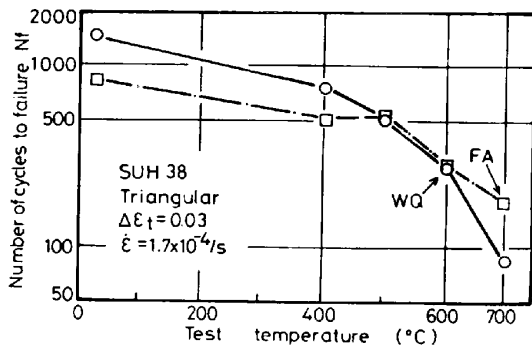


Fig. 4. Variation of low-cycle fatigue life with test temperature. (Triangular strain wave-form)

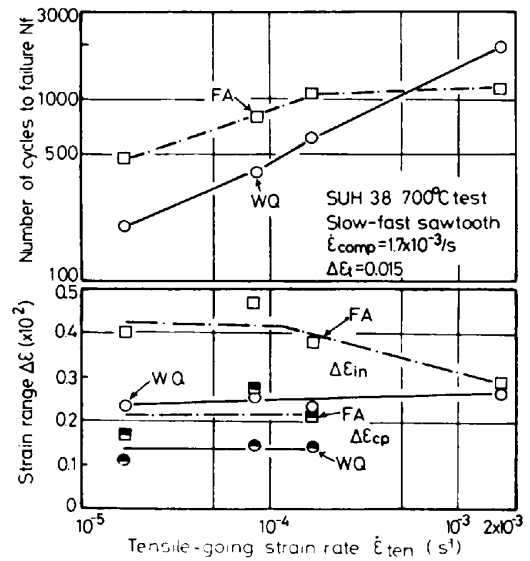


Fig. 5. Variation of low-cycle fatigue properties with tensile-going strain rate. (Slow-fast sawtooth strain wave-form)

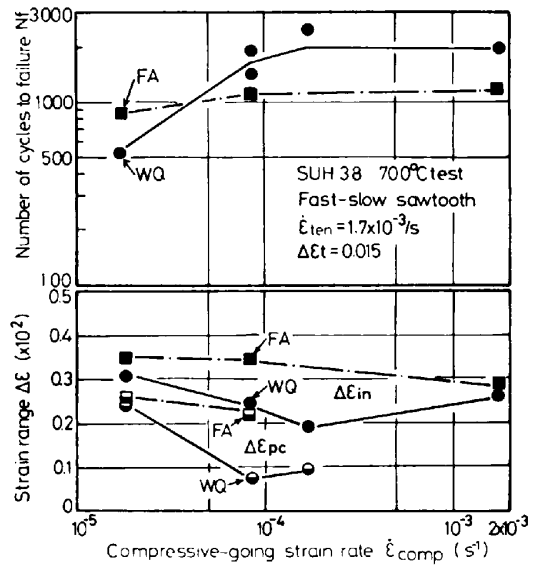


Fig. 6. Variation of low-cycle fatigue properties with compressive-going strain rate. (Fast-slow sawtooth strain wave-form)

のひずみ速度が遅くなつても非弾性ひずみ範囲は漸増し、それに伴つて寿命は低下する。しかし、両波形で生じるクリープひずみ成分 (slow-fast では  $\Delta\epsilon_{cp}$ , fast-slow では  $\Delta\epsilon_{pc}$ ) はほぼ同程度の大きさであるにもかかわらず、fast-slow に比べて slow-fast の方が寿命の低下はより速いひずみ速度から生じ、その低下量もより大きい。このことはクリープによる損傷がクリープひずみ成分の大きさばかりでなく、 $\Delta\epsilon_{cp}$  か  $\Delta\epsilon_{pc}$  とかいうクリープひずみのタイプにも強く依存することを意味している。つぎに、両材での寿命の低下を比較すると、slow側

のひずみ速度が  $1.7 \times 10^{-3}/s$  から  $1.7 \times 10^{-5}/s$  まで遅くなると、水冷材では fast-slow で約 1/4, slow-fast では約 1/10 にも低下するのに対し、2段冷却材ではそれぞれ約 2/3, 約 1/2 に低下するにすぎない。この結果、2段冷却材は水冷材と比較して、slow 側ひずみ速度が最も遅い場合には fast-slow で約1.6倍、slow-fast では実に 2.5倍もの高い寿命を示すようになる。非弾性ひずみ範囲ならびにその中のクリープひずみ成分はいずれの条件においても2段冷却材の方が大きく、この点は三角波の場合とは異なっている。しかしながら、2段冷却材の非弾性ひずみ範囲に占めるクリープひずみ成分の割合 ( $\Delta\epsilon_{cp}/\Delta\epsilon_{in}$ ,  $\Delta\epsilon_{pc}/\Delta\epsilon_{in}$ ) は水冷材のそれとほぼ同程度か、やや小さい。

Photo. 3 には鋸歯状波における破面の代表例を示した。水冷材の場合、fast-slow では  $8.3 \times 10^{-5}/s$  (Photo. 3a) になると粒界ファセットが現れはじめるが、slow-fast ではそれよりも速い  $1.7 \times 10^{-4}/s$  (Photo. 3b) すでに粒界破壊へと変わっている。これらのひずみ速度は Fig. 5 と Fig. 6 で水冷材の寿命が急激に低下しはじめる速度にほぼ一致しており、水冷材では粒界破壊が起こるために寿命の急激な低下が生じることがわかる。これに対して2段冷却材においては、fast-slow, slow-fast いずれにおいても、ひずみ速度の最も遅い場合でさえ水冷材のようなぜい性的な粒界ファセットは現れず、延性的な粒内破壊型の破面 (Photo. 3c, d) となっている。このように鋸歯状波においても2段冷却材では水冷材以

上にクリープ変形が生じているにもかかわらず、粒界破壊が引き起こされないために高い寿命を保っているのである。

3.3 台形波ひずみ波形における粒界形状の影響

引張側または圧縮側に最大ひずみを保持した台形波に

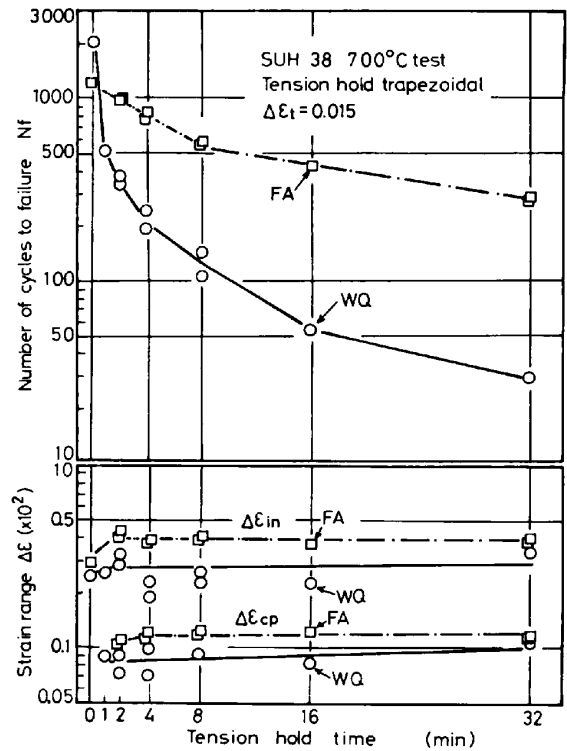
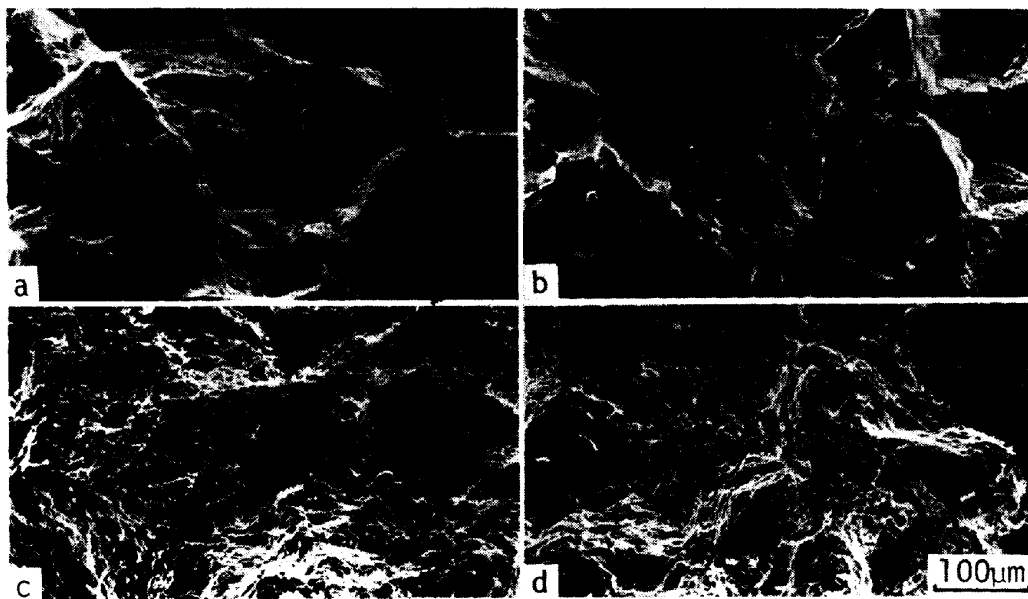


Fig. 7. Variation of low-cycle fatigue properties with tension hold time. (Tension hold trapezoidal strain wave-form)



a) WQ, fast-slow ( $\dot{\epsilon}_{comp} = 8.3 \times 10^{-5}/s$ ) b) WQ, slow-fast ( $\dot{\epsilon}_{ten} = 1.7 \times 10^{-4}/s$ )  
 c) FA, fast-slow ( $\dot{\epsilon}_{comp} = 1.7 \times 10^{-5}/s$ ) d) FA, slow-fast ( $\dot{\epsilon}_{ten} = 1.7 \times 10^{-5}/s$ )

Photo. 3. Fractographs of water-quenched (WQ) and two-step cooled (FA) specimens tested at 700°C with sawtooth strain wave-form.

おける疲労特性への保持時間の影響をそれぞれ Fig. 7 と Fig. 8 に示す。ひずみがいずれの側で保持されても、水冷材と 2 段冷却材の寿命は保持時間が長くなるにつれて減少するが、両材とも圧縮側よりも引張側で保持された方が寿命の低下が著しい。両材で生じるクリープひずみ成分、 $\Delta\epsilon_{cp}$  (引張側保持) と  $\Delta\epsilon_{pc}$  (圧縮側保持)、はほぼ等しいので、上記の結果は台形波においても鋸歯状波の場合と全く同様に、クリープ損傷の大きさはクリ

ープひずみのタイプに強く依存し、引張側にのみクリープの生じる場合より大きな損傷が生じることを示している。

つぎに粒界形状の影響をみると、引張、圧縮いずれの側でひずみが保持されても、保持時間の増加に伴う寿命の低下は 2 段冷却材の方が水冷材よりもはるかに小さい。とくに引張側保持では、水冷材の寿命は保持時間のない場合、すなわちひずみ速度の速い三角波の場合に比べて保持時間が 4 min ですでに約 1/10 に、32 min になると約 1/70 と他のひずみ波形に比べて極端に大きく低下する。これに対して、2 段冷却材の寿命は保持時間 32 min においてもわずか 1/4 程度に低下するだけで、保持時間が 16 min 以上の範囲では水冷材の約 10 倍もの高い寿命を有している。クリープひずみ成分  $\Delta\epsilon_{cp}$  と  $\Delta\epsilon_{pc}$  はいずれの保持時間でも 2 段冷却材の方がやや大きい、非弾性ひずみ範囲  $\Delta\epsilon_{in}$  との比率 ( $\Delta\epsilon_{cp}/\Delta\epsilon_{in}$ 、 $\Delta\epsilon_{pc}/\Delta\epsilon_{in}$ ) は 2 段冷却材の方がいく分小さく、鋸歯状波の場合と同様の傾向を示している。

そこで両材の破面を比較して Photo. 4 に示す。水冷材では 8 min の圧縮側保持 (Photo. 5a)、2 min の引張側保持 (Photo. 5b) で、すでに全面的な粒界破壊が生じる。この粒界破壊の出現は寿命の急激な低下とよく対応している。とくに、引張側保持では圧縮側保持に比べて粒界破壊へと変わる保持時間ははるかに短く、より大きなクリープ損傷が生じていることがわかる。これに対

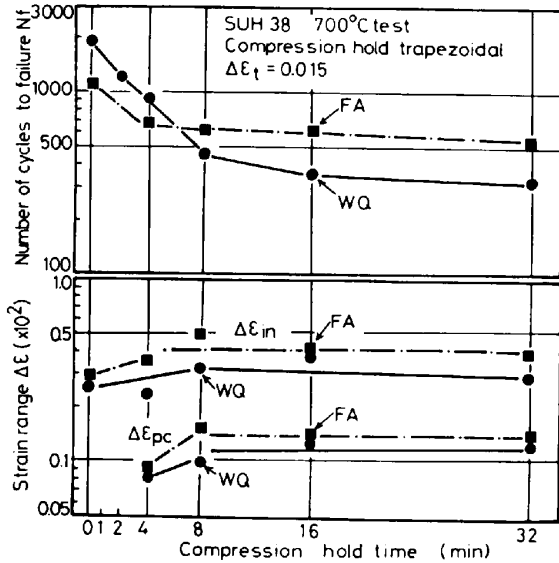
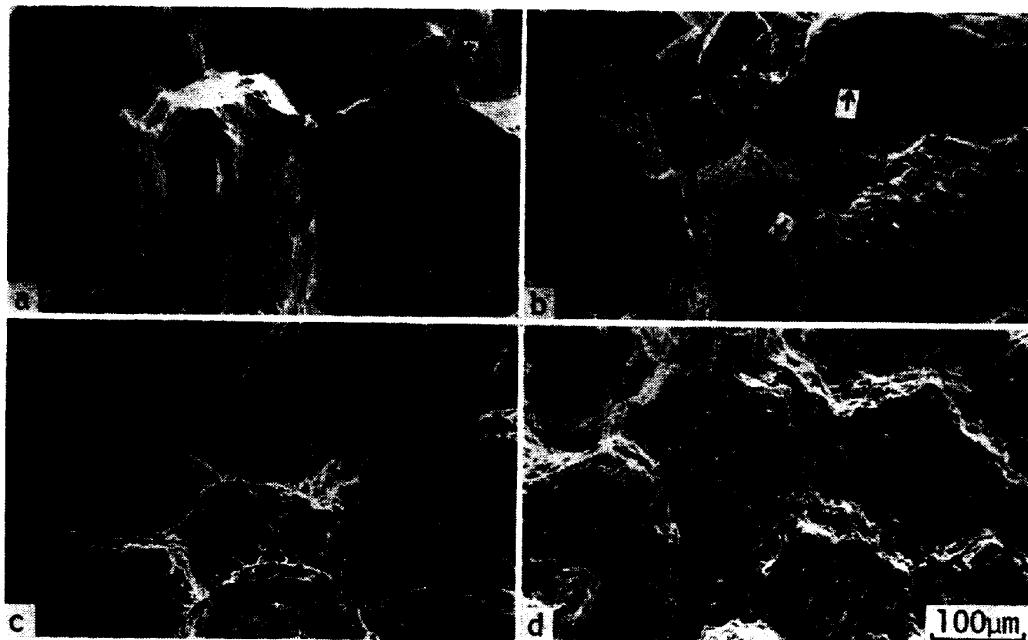


Fig. 8. Variation of low-cycle fatigue properties with compression hold time. (Compression hold trapezoidal strain wave-form)



a) WQ, compression hold time = 8 min    b) WQ, tension hold time = 2 min  
c) FA, compression hold time = 32 min    d) FA, tension hold time = 32 min

Photo. 4. Factographs of water-quenched (WQ) and two-step cooled (FA) specimens tested at 700°C with trapezoidal strain wave-form.

して2段冷却材では、保持時間が最長の32minになつても引張側保持の場合でさえ明瞭な粒界破壊は生じない(Photo. 5c, d)。このように、2段冷却材では、前述の各ひずみ波形の場合と同様に、台形波においても粒界破壊が十分に抑制されるために高い寿命を保っている。

**3.4 各種ひずみ波形におけるクリープ損傷とそれへの粒界形状の影響**

以上の各ひずみ波形における結果から、非弾性ひずみ範囲  $\Delta\epsilon_{in}$  と寿命  $N_f$  の関係、および各ひずみ成分  $\Delta\epsilon_{ij}$  ( $i, j=c, p$ ) とそれに対応する寿命  $N_{ij}$  ( $i, j=c, p$ ) の関係を水冷材と2段冷却材についてそれぞれまとめたものが Fig. 9~Fig. 12 である。まず水冷材についてみると、

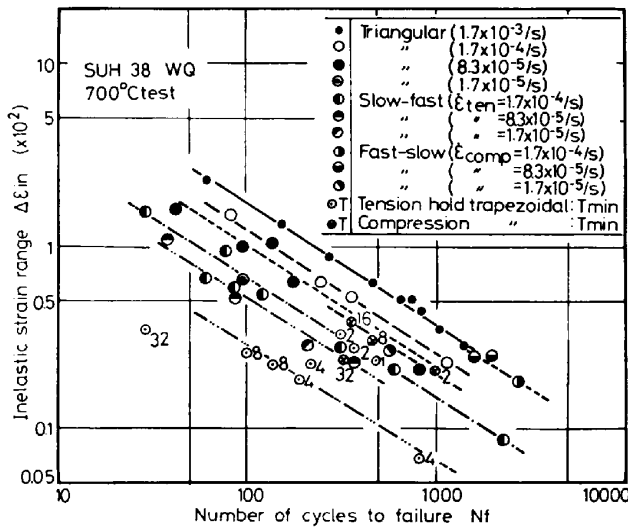


Fig. 9.  $\Delta\epsilon_{in}-N_f$  relationship in water-quenched specimen.

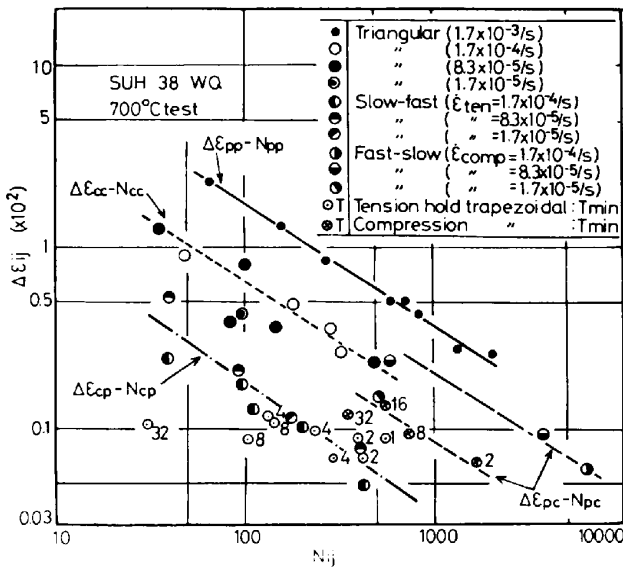


Fig. 10.  $\Delta\epsilon_{ij}-N_{ij}$  relationship in water-quenched specimen.

$\Delta\epsilon_{in}$  と  $N_f$  の間には Fig. 9 のようにひずみ波形により、また同一ひずみ波形でもひずみ速度や保持時間によつて異なつて直線関係が得られる。しかし、 $\Delta\epsilon_{ij}-N_{ij}$  関係をとつてみると Fig. 10 のように、いくらかばらつきはあるものの、これらの関係はひずみ波形、ひずみ速度、保持時間等の試験条件に依らず、おおよそクリープひずみのタイプによつて異なる直線群に整理される。このことはそれぞれのひずみ波形で生じるクリープ損傷はクリープひずみのタイプが同じであれば本質的に等しいことを示している。つぎにクリープひずみのタイプの影響をみると、同一の  $\Delta\epsilon_{ij}$  に対して、寿命  $N_{ij}$  は比較的速いひずみ速度の fast-slow 鋸歯状波の  $\Delta\epsilon_{pc}-N_{pc}$  関係が最も高寿命側にあり、ついで  $\Delta\epsilon_{cc}-N_{cc}$  関係、最も遅いひずみ速度の fast-slow 鋸歯状波と圧縮側保持台形波の  $\Delta\epsilon_{pc}-N_{pc}$  関係そして  $\Delta\epsilon_{cp}-N_{cp}$  関係の順に低寿命側へと移行している。すなわち、比較的速いひずみ速度の fast-slow 鋸歯状波を除いて、クリープ変形が引張側と圧縮側に対称に生じる場合よりも非対称に生じる場合の方が、また非対称な場合でも引張側のみ生じる場合の方がより大きな損傷を生じる<sup>6)17)</sup>。このようなクリープ損傷の大きな条件下での破壊様式は前節までに示したようにいずれも明瞭な粒界破壊であり、クリープ変形によつて粒界破壊が引き起こされるとクリープひずみのタイプに依存した著しく大きな損傷が生じることを示している。

これに対して2段冷却材においては、台形波の長時間保持の場合を除いて、Fig. 11 の  $\Delta\epsilon_{in}-N_f$  関係にはひずみ波形等の試験条件の影響はほとんど認められず、さらに Fig. 12 の  $\Delta\epsilon_{ij}-N_{ij}$  関係においても各クリープひずみ成分に対応した寿命  $N_{ij}$  は塑性ひずみによる  $\Delta\epsilon_{pp}-N_{pp}$  関係よりわずかに低寿命側にあるだけで、クリープ

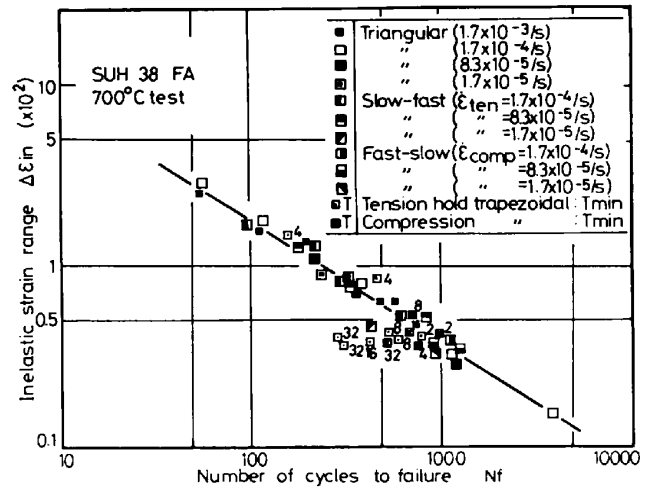


Fig. 11.  $\Delta\epsilon_{in}-N_f$  relationship in two-step cooled specimen.

ひずみのタイプの影響はほとんどみられない。このように、2 段冷却材においてはクリープ損傷が塑性ひずみによる損傷とあまり変わらないほど小さいために、水冷材と比べて著しく高い寿命を有しているのである。2 段冷却材では水冷材のようなぜい性的な粒界破壊が生じにくいことから、粒界形状によるクリープ損傷の相違は粒界破壊の難易に関連していると考えられる。また 2 段冷却材でも台形波の保持時間が長くなるにつれて寿命が短くなり (Fig. 11 や Fig. 12), クリープ損傷が大きくなるのは、これらの条件下では部分的な粒界破壊が起こっていることが考えられる。

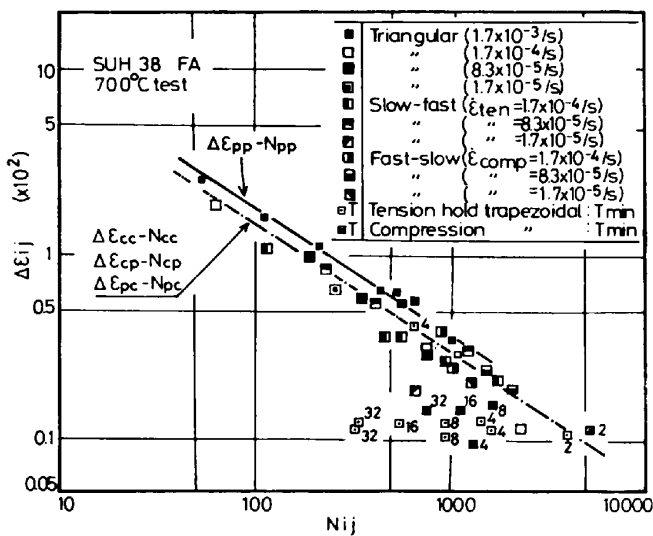
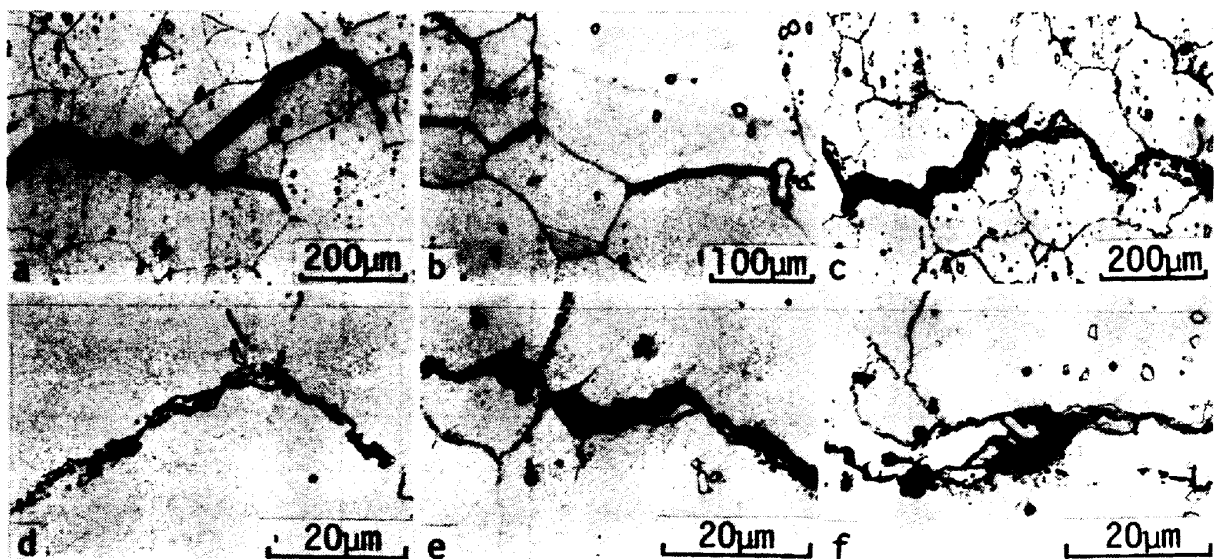


Fig. 12.  $\Delta\epsilon_{ij}$ - $N_{ij}$  relationship in two-step cooled specimen.

#### 4. 考 察

クリープ変形の生じやすい条件下の高温低サイクル疲労寿命は粗大炭化物をもつジグザグ状粒界の形成によって著しく向上するが、このような粒界形状の影響は破壊様式と関連していることが明らかとなった。そこで以下では疲労き裂の形成過程の観察に基づいて粒界形状の効果を考察する。

水冷材と 2 段冷却材に生じたき裂を縦断面で詳しく調べた例を Photo. 5 に示す。これらは水冷材において明瞭な粒界破壊の現れる条件の下で、破断前に試験を停止したときに見られたまき裂である。水冷材のき裂はすべて粒界を伝わり、き裂界面が非常にフラットなこと (Photo. 5a) が特徴で、その先端部には Photo. 5b) のようなクリープ破壊における同様の楔型の微小粒界き裂が発生している。また破面にはキャビティも見られる (Photo. 2c) や Photo. 4b)). したがって、水冷材においてはクリープ変形の著しい条件下では単純クリープの場合と同様に、粒界すべりや空孔の凝集によつて楔型やキャビティ型の粒界き裂が発生、成長し、これによつて疲労寿命が著しく低下するのである。このような粒界破壊による水冷材の寿命の低下は、対称なひずみ波形よりも非対称な鋸歯状波や台形波ひずみ波形においてより一層大きい。これはクリープ変形の非可逆性によると考えられる。平ら<sup>20)</sup>は 304 ステンレス鋼の高温低サイクル疲労試験において粒界すべり量を測定し、三角波よりも鋸歯状波においてクリープ変形の生じる側により大



a) WQ, slow-fast sawtooth ( $\dot{\epsilon}_{ten}=1.7 \times 10^{-5}/s$ ) b) WQ, triangular ( $\dot{\epsilon}=1.7 \times 10^{-4}/s$ )  
 c) FA, slow-fast sawtooth ( $\dot{\epsilon}_{ten}=1.7 \times 10^{-4}/s$ ) d) FA, tension hold trapezoidal (8min)  
 e) FA, slow-fast sawtooth ( $\dot{\epsilon}_{ten}=1.7 \times 10^{-5}/s$ ) f) FA, tension hold trapezoidal (32min)

Photo. 5. Fatigue cracks on longitudinal cross sections of water-quenched (WQ) and two-step cooled (FA) specimens tested at 700°C with various strain wave-forms.



きな粒界すべりが累積することを示した。これは、粒界すべり量はひずみ速度に強く依存する<sup>21)</sup>ために、非対称なひずみ波形では、遅いひずみ速度やひずみ保持中に生じた粒界すべりが、ひずみ速度が速くてクリープ変形の生じない逆方向の変形によつては healing しないことによるものである。そのため、一サイクル中のクリープひずみ成分は対称なひずみ波形の場合より小さいにもかかわらず、非対称なひずみ波形ではより大きな粒界すべりがクリープ変形の生じる側に累積し、より一層大きなクリープ損傷が生じたと考えられる。さらに同じ非対称なひずみ波形の場合でも、引張側のみクリープ変形が生じる場合には、き裂は成長に有利な引張応力下で発生するので、疲労寿命の低下はより著しくなつたものと考えられる。

一方、2段冷却材のき裂は Photo. 5c) のように粒界を伝わっているように見えるが、き裂界面は水冷材に比べて非常に不規則で、粒内で大きく変形した箇所も随所に見られる。き裂前方には局部的に Photo. 5d) のようなキャビティが楔型き裂の代りに形成され、しかもこれらはジグザグの一辺に孤立している。このように、2段冷却材においてはクリープ変形の著しい条件下でも楔型き裂の形成が十分に抑制されているばかりでなく、形成されたキャビティも合体が妨げられている。このために、き裂がキャビティを伝わる場合も Photo. 5e) のように粒界を連続的に進むことができず、粒界近傍の粒内を進展する。さらには、Photo. 5f) のように結晶粒内部へと不規則に枝分かれして進展することになる。このためにき裂界面は不規則となり、延性的な破面が見られたのである。

このように2段冷却材において楔型ならびに空泡型の粒界き裂の形成が抑制されるのは、単純クリープ条件下<sup>19)~15)</sup>と同様に、粗大炭化物をもつジグザグ状粒界によつて粒界すべりが抑制されること、さらには粒界の粗大炭化物と母相界面は良好な整合性をもつと考えられるために破壊時の表面エネルギーの増分が大きくなること、すなわち粒界が強化されたことによる。一般にクリープひずみには粒内クリープひずみと粒界すべりが含まれ、前者はおもに材料強度に依存するのに対し、後者は粒界形状にも大きく依存する<sup>22)</sup>。したがつて、クリープひずみ成分が非弾性ひずみ範囲に占める割合( $J_{\epsilon_{ij}}/J_{\epsilon_{in}}$ )を2段冷却材と水冷材で比べた場合、Table 3に示す代表例のように、いずれのひずみ波形でも前者の方が小さいのは、前者ではジグザグ状粒界によつて粒界すべりが十分に抑制されたためであると考えられる。その結果、水冷材においては容易に粒界破壊を生じるクリープ変形

Table 3. Comparison of creep strain component in inelastic strain range.

(1) Triangular

Strain rate (s <sup>-1</sup> )	WQ			FA		
	J $\epsilon_{in}$	J $\epsilon_{cp}$	J $\epsilon_{cp}/J\epsilon_{in}$	J $\epsilon_{in}$	J $\epsilon_{cp}$	J $\epsilon_{cp}/J\epsilon_{in}$
1.7 × 10 <sup>-4</sup>	0.54	0.24	0.44	0.73	0.30	0.41
5 × 10 <sup>-5</sup>	0.63	0.32	0.51	0.71	0.30	0.42
1.7 × 10 <sup>-5</sup>	0.63	0.37	0.59	0.90	0.50	0.55

(2) Slow-fast sawtooth

Strain rate $\dot{\epsilon}_{ten}$ (s <sup>-1</sup> )	WQ			FA		
	J $\epsilon_{in}$	J $\epsilon_{cp}$	J $\epsilon_{cp}/J\epsilon_{in}$	J $\epsilon_{in}$	J $\epsilon_{cp}$	J $\epsilon_{cp}/J\epsilon_{in}$
1.7 × 10 <sup>-4</sup>	0.22	0.13	0.59	0.38	0.21	0.55
1.7 × 10 <sup>-5</sup>	0.22	0.10	0.45	0.40	0.17	0.43

(3) Tension hold trapezoidal

Hold time (min)	WQ			FA		
	J $\epsilon_{in}$	J $\epsilon_{cp}$	J $\epsilon_{cp}/J\epsilon_{in}$	J $\epsilon_{in}$	J $\epsilon_{cp}$	J $\epsilon_{cp}/J\epsilon_{in}$
4	0.21	0.09	0.43	0.38	0.12	0.32
8	0.25	0.105	0.42	0.40	0.11	0.28
32	0.35	0.11	0.31	0.39	0.12	0.31

が著しい条件下でも、2段冷却材では明瞭な粒界破壊を生じないのである。

以上のように2段冷却材ではおもに粒内破壊が生じているので、破壊に対して重要なのは粒内変形量である。したがつて、2段冷却材においては生じたクリープひずみは単に塑性ひずみに加算されて粒内き裂の形成を助長するだけであらうから、クリープ損傷は Fig. 12 のように塑性ひずみ成分  $\Delta\epsilon_{pp}$  による損傷と比べてわずかに大きい程度にすぎず、しかもひずみのタイプの影響もほとんど生じなかつたものと考えられる。なお、Fig. 11 や Fig. 12 において、台形波の長時間保持の場合に、寿命が  $\Delta\epsilon_{in}-N_f$  あるいは  $\Delta\epsilon_{cc}-N_{cc}$  直線から短寿命側に移行しているのは、これらの条件では水冷材の結果から推定されるように本実験条件中でも最も著しいクリープ損傷が生じるので、2段冷却材においても部分的に粒界破壊が生じはじめてることによると推察される。

### 5. 結 言

粒界炭化物の形態ならびに粒界形状の高温低サイクル疲労強度におよぼす影響を析出硬化型オーステナイト耐熱鋼 SUH 38 を用いて、種々のひずみ波形の下で検討した。得られたおもな結果を要約すると以下のとおりである。

(1) 通常の直線状粒界においては、三角波や鋸歯状波ひずみ波形ではひずみ速度が遅くなり、また台形波ひずみ波形では保持時間が長くなるにつれて、ひずみサイクル中のクリープ変形が増大し、これによつて粒界破壊が引き起こされるために、疲労寿命は著しく低下する。とくに、疲労寿命の低下はクリープ変形が引張側と圧縮

側に対称に生じるよりも、非対称に生じる場合に、また非対称な場合でも引張側にのみ生じる方が、より一層大きい。このようなひずみ波形の影響はクリープ変形の非可逆性によると考えられる。

(2) 粒界を粗大炭化物によつてジグザグ状に曲げると、クリープ変形の著しい条件においても粒界破壊はほぼ完全に抑制され、ひずみ速度の減少や保持時間の増加に伴う疲労寿命の低下が著しく軽減され、直線状粒界の場合よりもはるかに高い寿命が得られる。このようなジグザグ状粒界による強化は引張側にのみクリープ変形が生じる非対称ひずみ波形においてとくに顕著である。

(3) 破面ならびにき裂の観察から、直線状粒界における粒界破壊は、単純クリープ条件下と同様の、クリープ変形に伴う粒界すべりなどによる粒界き裂の発生、成長、合体によつて生じる。これに対し、粗大炭化物をもつジグザグ状粒界ではこのような粒界き裂の形成が著しく抑制され、その結果、破壊は主として粒内き裂の進展によつて生じるために、クリープ変形が生じてもそれによる損傷が著しく小さく、高い寿命が得られることが明らかとなつた。

#### 文 献

- 1) L. F. COFFINE, Jr.: Metall. Trans., 2 (1971), p. 3105
- 2) 平川賢爾, 時政勝行, 外山和男: 材料, 27 (1978), p. 948
- 3) 山口弘二, 金澤健二, 吉田 進: 鉄と鋼, 64 (1978), p. 1199
- 4) 金澤健二, 山口弘二, 小林一夫: 材料, 30 (1981), p. 922
- 5) J. B. CONWAY, J. T. BERLING, and R. H. STENTZ: ASTM STP520 (1973), p. 637
- 6) 平川賢爾, 時政勝行, 外山和男: 鉄と鋼, 65 (1979), p. 906
- 7) D. J. DUQUET and M. GELL: Metall. Trans., 3 (1972), p. 1899
- 8) H. D. SOLOMON and L. F. COFFINE, Jr.: ASTM STP 520 (1973), p. 112
- 9) 平川賢爾, 時政勝行: 材料, 28 (1979), p. 386
- 10) H. F. MERRICK, D. H. MAXWELL, and R. C. GIBSON: ASTM STP 520 (1973), p. 285
- 11) J. C. RUNKLE and R. M. PELLOUX: ASTM STP 675 (1979), p. 501
- 12) W. PAVINICH and R. RAJ: Metall. Trans., 5 (1974), p. 1053
- 13) 山崎道夫: 日本金属学会誌, 30 (1960), p. 1032
- 14) 小林光征, 山本 優, 宮川大海, 嵯峨卓郎, 藤代大: 鉄と鋼, 58 (1972), p. 751
- 15) 太田定雄, 渡瀬保夫, 吉田 勉: 鉄と鋼, 57 (1971), S216
- 16) O. MIYAGAWA, M. YAMAMOTO, and M. KOBAYASHI: Proc. 3rd Int. Sym. on Superalloys (1976), p. 245
- 17) S. S. MANSON, G. R. HALFORD, and M. H. HIRSCHBERG: Proc. Sym. on Design for Elevated Temperature Environment (1971), p. 2
- 18) 平川賢爾, 時政勝行: 住友金属, 30 (1978), p. 287
- 19) 山口弘二, 金澤健二: 鉄と鋼, 66 (1980), p. 1160
- 20) 平 修二, 藤野宗昭, 吉田 稔: 材料, 27 (1978), p. 447
- 21) 渡辺忠雄: 日本金属学会会報, 12 (1973), p.883
- 22) 山本 優, 小林光征, 宮川大海, 藤代 大: 鉄と鋼, 63 (1977), p. 1848