

高温純水中における炭素鋼の低サイクル疲労特性

.....
論 文
.....

樋 口 洵*・坂 本 博*

Low Cycle Fatigue of Carbon Steel in High Temperature Pure Water Environment

Makoto HIGUCHI and Hiroshi SAKAMOTO

Synopsis:

An environmental fatigue test machine was developed and axial strain controlled fatigue tests could be conducted in the pressurized high temperature pure water using it. The fatigue life of carbon steel in the environment was investigated.

Results obtained are summarized as follows;

(1) In 250°C pure water containing 8 ppm dissolved oxygen, the fatigue life of carbon steel degraded markedly with decrease in strain rate in the comparatively large strain amplitude (above 0.25%). However, in the small strain amplitude, there was no degradation in fatigue life.

(2) The environmental fatigue degradation was significant in the temperature range of 250°C to 290°C and in the dissolved oxygen contents above 0.2 ppm.

(3) It was supposed that the conspicuous environmental fatigue degradation was caused by the combination effects of SCC and dynamic strain aging.

(4) The prediction method of fatigue life of carbon steel in high temperature water was proposed with considering strain rate.

(5) The environmental correction factor K_{en} was proposed to correct the design fatigue strength of carbon steel in high temperature water.

1. 緒 言

水を熱媒体として用いる熱機関においては、構造材料は高温高圧水中にさらされる場合がある。このような雰囲気中では、例えば、低合金鋼の疲労き裂伝播速度が著しく加速されることが知られているように¹⁾²⁾、疲労挙動に強い影響があると考えられる。しかしながら、疲労 S-N 線図への高温高圧水環境の影響はほとんど知られていない。そこで、機器の安全性を確認するために、この種環境中での構造材料の疲労寿命特性を調べた。供試材はまずこのような高温高圧水環境中で数多く用いられている炭素鋼とした。実験の試果、ひずみ速度、温度及び溶存酸素 (DO) 濃度に依存した著しい疲労強度低下現象 (疲労劣化) を見出した。さらに、この疲労劣化現象におよぼすひずみ速度、温度及び DO 濃度の影響を明らかにし、これらの結果を基に高温高圧水中での疲労寿命予測式と疲労強度補正係数を提案する。

2. 実験方法

2.1 実験装置

最高温度 300°C、最高圧力 100 kgf/cm² の純水中で軸ひずみ制御両振疲労試験を行える装置を開発した。この装置は脱イオン水を所定の DO 濃度に調整した後、加圧、加熱を行ってオートクレーブに供給する循環式水ループと、オートクレーブ付油圧サーボ疲労試験機を組み合わせたものである。装置の概念図を Fig. 1 に示す。水質については、DO 濃度、塩素イオン濃度、電気伝導度及び pH をオートクレーブの入口側と出口側で室温大気圧下で連続的に計測した。DO 濃度は入口側調整槽内に酸素とアルゴンを吹き込むことによつて制御し、この制御値をもつて DO 濃度と定義した。軸ひずみは試験片平行部上の二つの標点にナイフエッジを押し当て、変位をオートクレーブ外に取り出し、LVDT によつて計測した。

昭和 57 年 4 月・昭和 58 年 4 月・10 月本会講演大会にて発表

昭和 59 年 6 月 13 日受付 (Received June 13, 1984)

* 石川島播磨重工業(株)技術研究所 (Research Institute, Ishikawajima-Harima Heavy Industries, Co., Ltd., 1 Shinnakahara-cho Isogo-ku Yokohama 235)

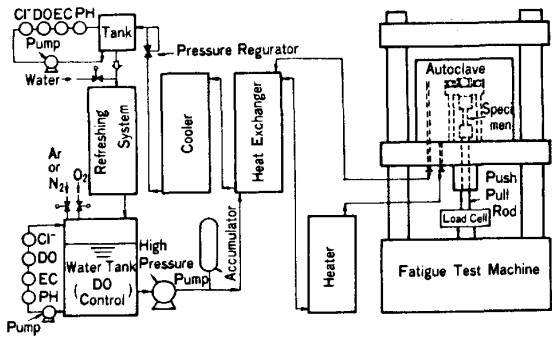


Fig. 1. Schematic diagram of experimental apparatus for fatigue test in pressurised high temperature pure water.

Table 1. Chemical compositions and mechanical properties of carbon steel pipe (JIS G3455 STS42, 12B, Sch. 80).

(wt%)					
C	Si	Mn	P	S	Cu
0.20	0.31	0.93	0.020	0.015	0.02
Temp. (°C)					
YS (kgf/mm ²)	UTS (kgf/mm ²)	El (%)	RA (%)		
RT	30.8	49.9	41	80	
250	22.2	46.0	30	73	

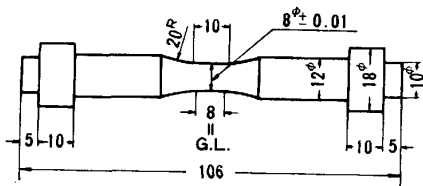


Fig. 2. Details of test specimen. (mm)

2.2 供試材と試験片

供試材は高温高圧水中で数多く使用されている高圧配管用炭素鋼管 JIS G 3455 STS 42 の 12B, Sch. 80 (公称外径 318.5 mm, 肉厚 17.4 mm) を用いた。供試材の化学成分と室温及び 250°C における主な機械的性質を Table 1 に示す。

疲労試験片は平行部付中実丸棒タイプとし、平行部径 8 mm, 平行部長さ 10 mm, 標点間 8 mm とした。試験片形状を Fig. 2 に示す。試験片は供試材の管軸と平行方向に採取した。

2.3 試験条件

環境は溶存酸素濃度を 0.05~20 ppm の範囲で変化させた室温~290°C の加圧純水とした。圧力は各温度における平衡蒸気圧以上とし、オートクレーブ内は完全液相とした。試験を行つた環境条件を Table 2 に示す。

疲労試験は電気油圧サーボ疲労試験機による軸ひずみ制御完全両振 (ひずみ比 $R\epsilon = -1$) とし、制御波形は三

Table 2. Test conditions.

Environmental conditions	
Temperature (°C)	: RT~290
Pressure (kgf/cm ²)	: ≤ 80
Dissolved oxygen (ppm)	: 0.05~20
pH	: 6±1
Conductivity (μS/cm)	: ≤ 0.5
Flow rate (l/h)	: 60
Fatigue test conditions	
Control mode	: Axial strain
Wave mode	: Triangle or Positive saw tooth
Strain ratio ($R\epsilon$)	: -1
Strain rate (%/s)	: 0.0001~0.4

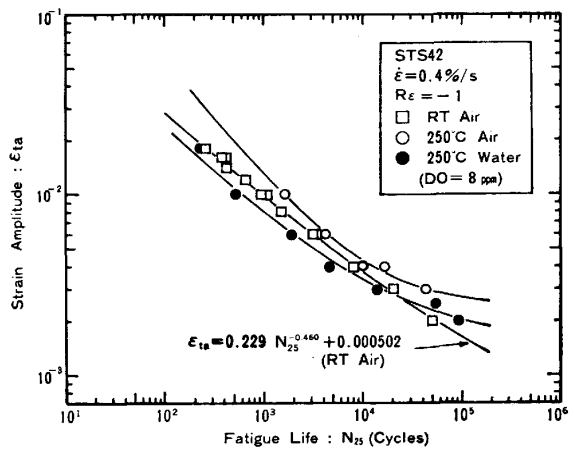


Fig. 3. Comparison of 3 S-N curves obtained in various environmental conditions.

角波または正鋸歯波 (Slow-Fast) とした。ひずみ速度 ($\dot{\epsilon}$) は 0.4%/s を標準としたが、ひずみ速度の影響を調べる試験では鋸歯波の引張り側ひずみ速度 ($\dot{\epsilon}_T$) を 0.0001~0.4%/s の範囲で変化させた。疲労寿命 (N_{25}) は引張り側最大応力が $N_{25}/2$ 付近で現れる値から 25% 低下したときの繰返し数と定義した。

3. 実験結果

3.1 室温大気中、250°C 大気中及び 250°C 純水中における S-N 曲線の比較

まず、ひずみ速度一定 ($\dot{\epsilon}_T = 0.4\%/s$) の条件で、ひずみ振幅をかえて、室温大気中で 13 本、250°C 大気中で 5 本及び 8 ppm 酸素含有 (室温大気飽和) の 250°C 純水中で 7 本の試験を実施した。得られた結果を Fig. 3 に示す。同図内の実線は各温度、環境別データ群に対して数値計算で求めた $\epsilon_{1a} = AN_{25}^B + C$ (ここで A, B, C は最適近似計算で求まる定数) の形の近似曲線である。なお、データ数が多く信頼性の高い室温大気中については得られた構成式を図中に示した。

ひずみ速度を 0.4%/s 一定とした場合、250°C 大気

中では室温大気中に比べて全体的に疲労強度が高く、特に小ひずみ振幅域での疲労強度の著しい上昇は動的ひずみ時効の影響と思われる。一方 250°C 水中では室温大気中とあまり差がないが、250°C 大気中と比べると全域で疲労強度は低下しており、環境による疲労強度劣化が明らかに認められた。

3.2 250°C 酸素含有純水中における疲労寿命におよぼすひずみ速度の影響

DO 8 ppm を含む 250°C 純水中でひずみ速度を 0.0001~0.4%/s の範囲で変化させた場合の試験結果を Fig. 4 に示す。0.25% 以上のひずみ振幅域では速度の低下と共に著しい寿命の短縮が認められ、例えば、 $\epsilon_{ta} = 0.6\%$ 、 $\dot{\epsilon}_T = 0.0001\%/s$ では室温大気中の寿命の約 1/60 に低下した。それに対して、小ひずみ振幅域 ($\epsilon_{ta} < 0.2\%$) ではデータ点は少ないが寿命の短縮はほとんど見られない。このようなひずみ速度に依存する疲労寿命の変化を、繰り返しに伴う引張り側最大応力 (σ_{max}) の変化挙動と比較して Fig. 5 に示す。 $\epsilon_{ta} = 0.6\%$ の比較的大きなひずみ振幅では、Fig. 5 に示したようにひ

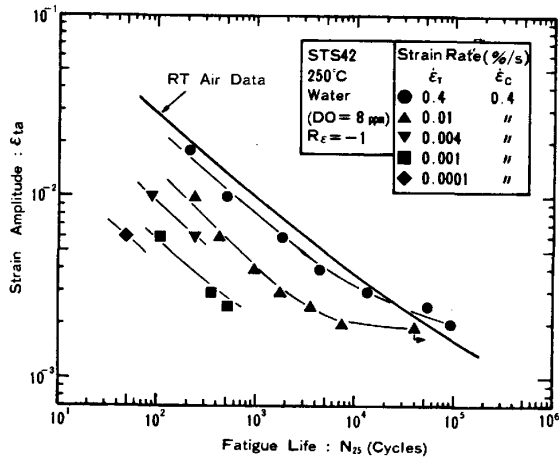


Fig. 4. Influence of strain rate on S-N curves in 250°C pure water (containing 8 ppm dissolved oxygen).

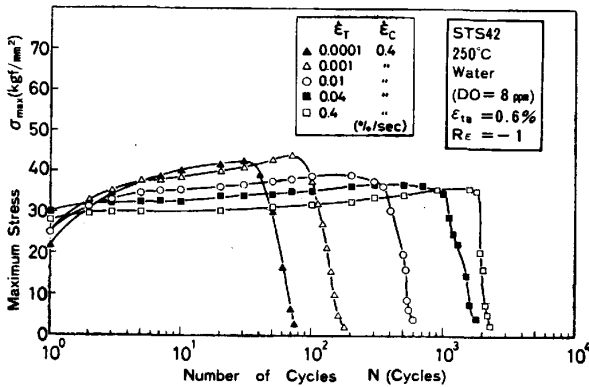


Fig. 5. Change in maximum stress during constant strain cycling with strain rate at 250°C.

ずみ速度の低下とともに繰返硬化が著しくなり、寿命が短くなるという定性的傾向が認められる。この傾向は青熱脆性温度域での炭素鋼の動的ひずみ時効による硬化の速度依存性と一致している。このような繰返硬化の増大は中~大ひずみ域ではヒステリシスエネルギーの増大につながり、それによる疲労寿命短縮の可能性が考えられるが、それだけでは Fig. 4 に示されたような顕著な寿命短縮は説明できない。

3.3 高温純水中における疲労劣化におよぼす溶存酸素濃度及び温度の影響

250 及び 290°C、DO 濃度 0.05~20 ppm の範囲の純水中で、比較的大ひずみ振幅 ($\epsilon_{ta} = 0.6\%$)、低速度 ($\dot{\epsilon}_T = 0.01\%/s$) で試験した場合の寿命の変化を Fig. 6 に示す。250、290°C いずれの温度でも 0.1~0.2 ppm の DO 濃度域で著しい寿命の遷移現象が見られ、それより低 DO 側ではほとんど劣化は認められず、逆に高 DO 側では室温大気中の 1/10 前後の寿命となり、かつ DO 濃度には依存しなかつた。

疲労劣化現象が顕著に現れるひずみ振幅 ($\epsilon_{ta} = 0.6\%$)、ひずみ速度 ($\dot{\epsilon}_T = 0.01\%/s$) 及び DO 濃度 (DO

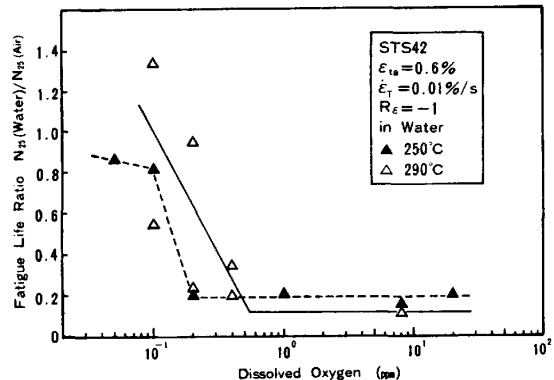


Fig. 6. Influences of dissolved oxygen contents on fatigue life in 250 and 290°C pure water.

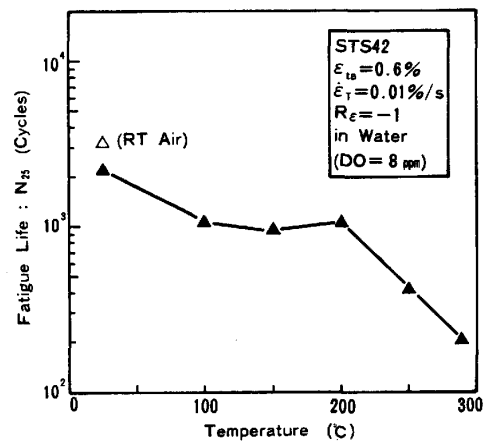


Fig. 7. Influence of temperature on fatigue life in oxygenated pure water.

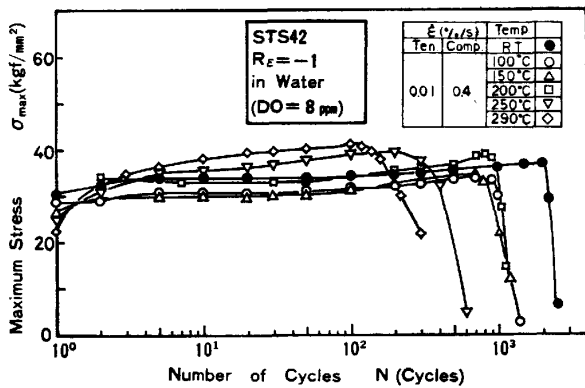


Fig. 8. Change in maximum stresses during constant strain cycling with temperature.

=8 ppm) における寿命と温度の関係を Fig. 7 に示す。100~200°C では寿命の短縮は室温大気中に比べて 1/3 程度であるが、250°C では約 1/8, 290°C では約 1/15 に短縮されている。温度の影響を繰り返しに伴う応力変化で見ると、Fig. 8 に示すように 250 及び 290°C では顕著な繰返硬化と寿命短縮が見られるのに対して、200°C 以下では繰返硬化も寿命短縮も少ない。これはひずみ速度の影響と同様に炭素鋼の動的ひずみ時効の温度依存性と定性的には一致している。

4. 考 察

4.1 酸素含有高温純水中における疲労強度劣化の機構

250, 290°C において炭素鋼は動的ひずみ時効を示す。炭素鋼の動的ひずみ時効は 350°C 程度までは温度が高いほど、またひずみ速度が遅いほど顕著となる^{3)~5)}。Fig. 9 に 250, 290°C における大気中及び水中における疲労寿命とひずみ速度の関係を示す。いずれの環境でも傾向としては、温度が高い方が、またひずみ速度が遅いほど寿命が短くなっており、動的ひずみ時効に起因する繰返硬化の進行に伴うヒステリシスエネルギーの増加によって寿命が短縮するという定性的説明が成り立つ。しかしながら、高温水中でのひずみ速度依存性は大気中におけるより大きく、当然、動的ひずみ時効以外にも加速原因の存在を考えねばならない。

高温高圧水中での炭素鋼や低合金鋼の低速引張試験(SSRT)の結果から、これら鋼材ではひずみ速度、温度及び DO 濃度に依存した伸び、絞りの低下現象、すなわち応力腐食割れ(SCC)感受性があることが報告されている^{6)~9)}。Fig. 10 は庄司らの結果で⁹⁾、絞りの挙動は Fig. 6 の疲労寿命と酷似しており、高温水中での疲労劣化に SCC も影響していると推定される。

高温水中で疲労試験した後の試験片表面のき裂形態を走査型電子顕微鏡で観察した結果を Photo. 1 に示す。

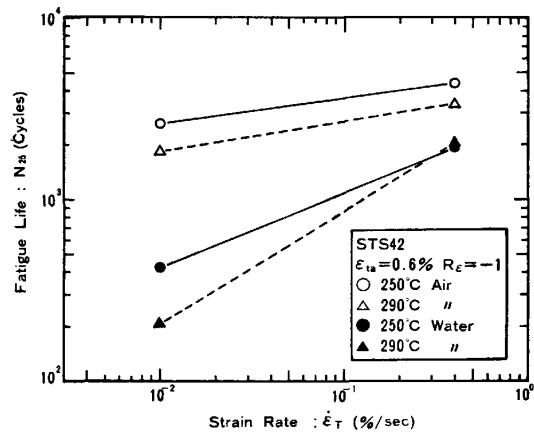


Fig. 9. Effects of temperature and water environment on strain rate dependence of fatigue life.

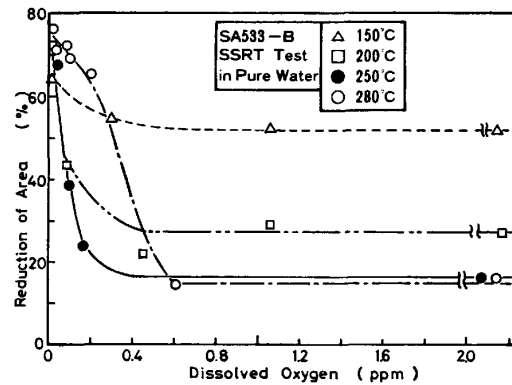
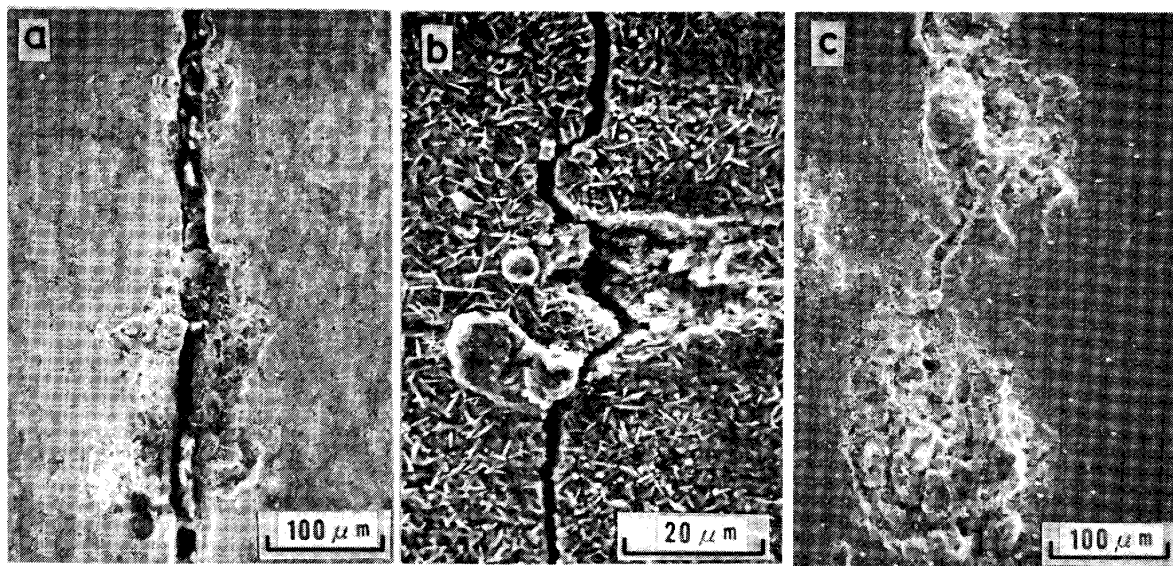


Fig. 10. Influences of dissolved oxygen contents and temperature on ductility of A533-B steel by SSRT test. (by SHOJI et al.)⁹⁾

250°C, 8 ppm DO で疲労劣化が激しい場合、割れはピットから発生しているように見える(Photo. 1 (a))。しかしながら、寿命低下のない低 DO 濃度の場合でも Photo. 1 (b) のようにピット状の腐食が生じており、また 100~200°C, 8 ppm DO では Photo. 1 (c) のように激しいピット生成が見られるのに寿命低下は大きくない。

Fig. 11 は MIZUNO ら¹⁰⁾が報告した炭素鋼の高温水中における温度と DO 濃度に関するピット生成マップと本研究における疲労寿命劣化マップを重ねて示す。250°C, 290°C の最も疲労劣化の激しい領域は必ずしもピット生成領域と一致しない。これらの点から、Photo. 1 (a), (b) のピット状腐食は本来ピットの生じにくい環境中で塑性ひずみの繰返しによる保護酸化被膜の破壊によって生じたものと思われるが、疲労寿命短縮への寄与はあまり大きくなく、少なくとも、250°C, 290°C における著しい疲労劣化の主原因ではないと推定される。ただし、100~200°C では動的ひずみ時効も SCC もほと



a) Temp.: 250°C
DO: 8 ppm
 ϵ_{LR} : 1.2%
 $\dot{\epsilon}_T$: 0.001%/s
 N_{25} : 112 cycles

b) Temp.: 290°C
DO: 0.1 ppm
 ϵ_{LR} : 1.2%
 $\dot{\epsilon}_T$: 0.01%/s
 N_{25} : 1005 cycles

c) Temp.: 200°C
DO: 8 ppm
 ϵ_{LR} : 1.2%
 $\dot{\epsilon}_T$: 0.01%/s
 N_{25} : 2100 cycles

Photo. 1. Comparison of surface appearance of fatigue specimens tested in various environmental conditions.

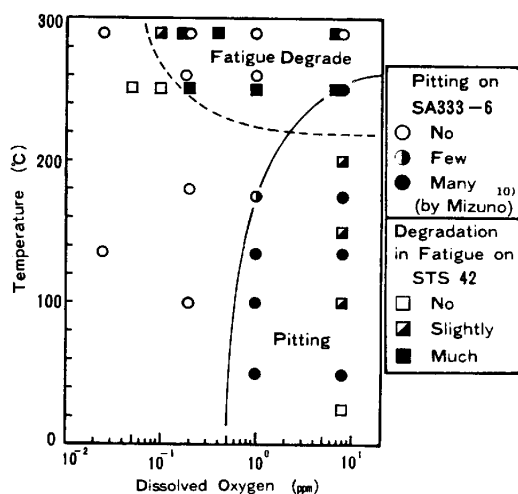


Fig. 11. Comparison between pitting and fatigue degradation map on carbon steel in pure water.

んど影響しないことから、この温度域で生成するピットは疲労寿命低下に大きく寄与していると思われる。

4.2 酸素含有高温純水中でのひずみ速度を考慮した疲労寿命予測

DO 8 ppm を含む 250°C 純水中で $\epsilon_{fa}=0.6\%$ における疲労寿命とひずみ速度の関係を Fig. 12 に示す。 $0.0001\%/s \leq \dot{\epsilon}_T \leq 1\%/s$ の範囲の上下限近傍でひずみ速度の影響は飽和する傾向が見られるが、大略この間で寿命とひずみ速度は両対数表示で傾きを 1/2 とした直線関係に近似できる。図中破線で示したその関係は(1)式

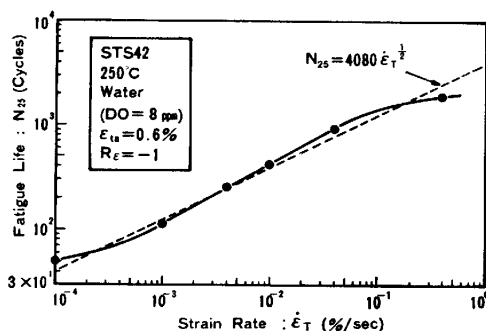


Fig. 12. Relation between fatigue life and strain rate in 250°C oxygenated pure water.

で表される。

$$N_{25} = 4080 \dot{\epsilon}_T^{1/2} \dots \dots \dots (1)$$

(1)式において $\dot{\epsilon}_T=1\%/s$ と置いた時の寿命 4080 サイクルは 250°C 大気中寿命とほぼ一致しており、この付近で環境の影響はほとんどなくなると考えられる。ここで、 $N_{25} \propto \dot{\epsilon}_T^{1/2}$ の関係が他のひずみ範囲においても成り立つとすれば、(2)式によつて疲労寿命データは 1%/s における寿命に換算できる。

$$N'_{25} = N_{25} \cdot \dot{\epsilon}_T^{-1/2} \dots \dots \dots (2)$$

ここで、 N'_{25} はひずみ速度 1%/s における換算寿命。Fig. 4 に示した試験結果を(2)式を用いて 1%/s における換算寿命で表すと Fig. 13 となり、全データはほぼ一本の傾向線で表すことができる。この傾向線は全デ

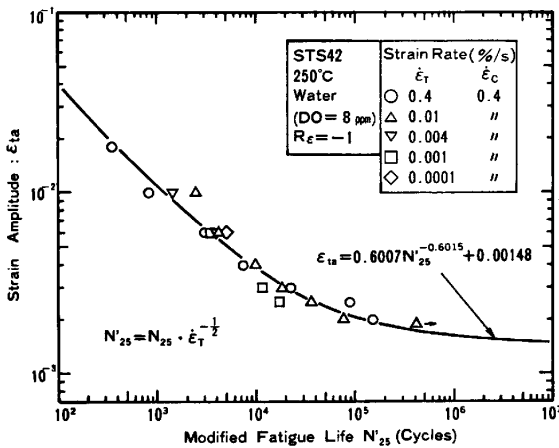


Fig. 13. Relation between strain amplitude and modified fatigue life.

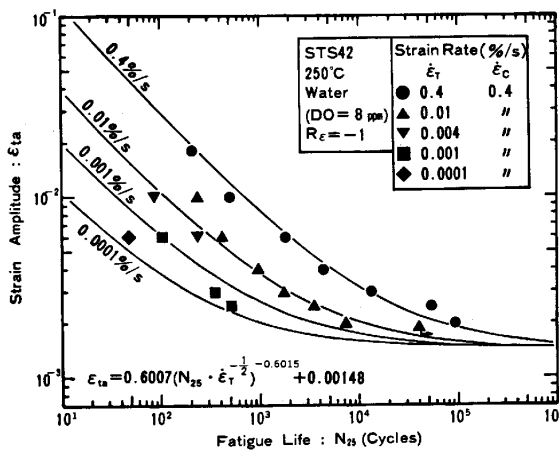


Fig. 14. Comparison between experimental and predicted fatigue lives.

一タに対して $\epsilon_{ta} = A \cdot N_{25}^B + C$ の形の近似式を用いて、(3)式のように表される。

$$\epsilon_{ta} = 0.6007 N_{25}^{-0.6015} + 0.00148 \dots (3)$$

(2), (3)式からひずみ振幅と予測寿命の関係は(4)式で表される。

$$\epsilon_{ta} = 0.6007 (N_{25} \cdot \dot{\epsilon}_T^{-1/2})^{-0.6015} + 0.00148 \dots (4)$$

種々のひずみ速度における実験値と予測寿命線図の比較を Fig. 14 に示す。図に見られるようにこれらの中には良い相関が認められる。

4.3 高温純水中疲労における環境効果補正係数 K_{en}

ASME B & PV Code Sec. III に従った疲労設計では、1次+2次応力の変動振幅 ($S_n/2$) に弾性応力集中係数 (K_t) や、簡易弾塑性解析の手法によって適用される塑性ひずみ補正係数 (K_e) 等に乗じて仮想応力振幅を評価する手法が取られている¹¹⁾。そこで、これに倣って環境効果補正係数 (K_{en}) を(5)式のように定義する。

$$\epsilon_a = K_{en} \cdot \epsilon_{ta} \dots (5)$$

ここで、 ϵ_a : 等価ひずみ振幅

ϵ_{ta} : 実際に負荷されたひずみ振幅 (環境中)

4.2 項の結果より、環境効果のない $\dot{\epsilon}_T = 1\%/s$ におけるひずみ振幅 (ϵ_a) と寿命の関係が(6)式で表されるとすると、環境中でのひずみ速度効果を考慮した関係は(7)式となる。

$$\dot{\epsilon}_T = 1\%/s \text{ において } \epsilon_a = A' N_{25}^{B'} + C' \dots (6)$$

0.0001%/s ≤ $\dot{\epsilon}_T$ < 1%/s において

$$\epsilon_{ta} = A' (N_{25} \cdot \dot{\epsilon}_T^{-1/2})^{B'} + C' \dots (7)$$

(6), (7)式より同一寿命を与える ϵ_a と ϵ_{ta} の比 K_{en} は(8)式で表される。

$$K_{en} = \frac{\epsilon_a}{\epsilon_{ta}} = 1 + \frac{\epsilon_a - \epsilon_{ta}}{\epsilon_{ta}} = 1 + (\dot{\epsilon}_T^{B'/2} - 1) \left(1 - \frac{C'}{\epsilon_{ta}} \right) \dots (8)$$

(7)式として(4)式を導入すれば $B'/2 = -0.30075$, $C' = 0.00148$ となる。 K_{en} が設計に用いられるためには簡潔な表現でかつ安全側評価にある必要がある。そこで $B'/2$ を -0.3 とし、 C' は 0.00148 より小さく、また ASME Code で使用されている設計応力強さ (S_m) 値を用いて、 $C' = 3S_m/2E$ とする。

実験結果より、ひずみ速度、温度及び DO 濃度を考慮した K_{en} を下式に示す。

$$K_{en} = 1.0 \quad : \epsilon_{ta} \leq \frac{3S_m}{2E}$$

$$K_{en} = 1 + M(\dot{\epsilon}_T^{-0.3} - 1) \left(1 - \frac{3S_m}{2E\epsilon_{ta}} \right) : \epsilon_{ta} > \frac{3S_m}{2E} \dots (9)$$

$$M = \begin{cases} 0 & : DO \leq 0.1 \text{ ppm} \\ (DO - 0.1)/0.1 & : 0.1 < DO < 0.2 \text{ ppm} \\ 1.0 & : DO \geq 0.2 \text{ ppm} \end{cases}$$

適用ひずみ速度範囲 : 0.0001~1.0%/s
適用温度範囲 : 250~290°C

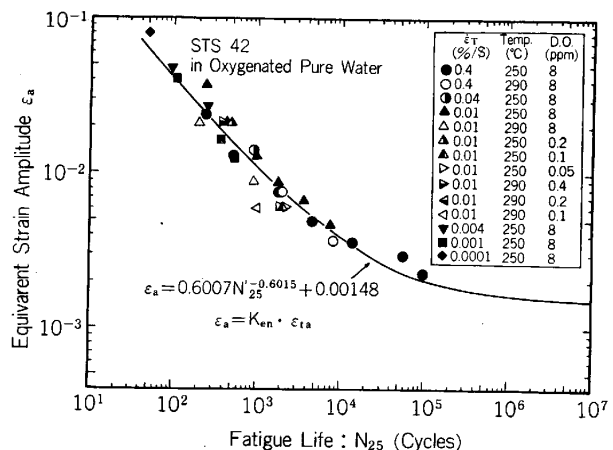


Fig. 15. Relation between equivalent strain amplitude and fatigue life in various test conditions.

種々のひずみ速度、温度及び DO 濃度条件のもとでの疲労試験結果を K_{en} を用いて評価すると Fig. 15 となる。データ点はすべて Fig. 13 で求めた傾向線の近傍に分布しており、この評価方法は妥当なものであった。

5. 結 言

酸素を含有する高温高圧純水中で炭素鋼の軸ひずみ制御低サイクル疲労試験を実施し、以下の結果が得られた。

- (1) ひずみ速度、温度及び溶存酸素濃度に依存する著しい疲労強度低下現象を見出した。
- (2) 比較的速いひずみ速度 ($\dot{\epsilon}=0.4\%/s$) で試験した場合、 250°C 酸素含有水中での疲労強度は室温大気中の場合と同程度であったが、 250°C 大気中と比較すれば明らかに環境による疲労強度低下が認められた。
- (3) 250°C 酸素含有純水中では特に 0.25% 以上のひずみ振幅においてひずみ速度の低下に伴う著しい寿命の短縮が見られ、 $\epsilon_{ta}=0.6\%$ 、 $\dot{\epsilon}_T=0.0001\%/s$ では室温大気中の約 $1/60$ の寿命であった。しかしながら、小ひずみ振幅ではこのような劣化は起きず、動的ひずみ時効の効果で逆に長寿命となった。
- (4) このような疲労強度低下現象は $250\sim 290^{\circ}\text{C}$ 、DO 濃度 0.2 ppm 以上で顕著であり、 200°C 以下及び DO 濃度 0.1 ppm 以下ではほとんど現れない。
- (5) このような著しい疲労強度低下現象は同様環境中での SSRT 試験で観察された SCC 現象と、動的ひ

ずみ時効による繰返硬化現象との重畳によつて生じたと推定される。

- (6) 250°C 酸素含有純水中では、炭素鋼の疲労寿命はひずみ速度の平方根に比例した。
- (7) 高温高圧水中における疲労強度、疲労寿命を標準試験結果より推定する関係式を導いた。
- (8) 実機設計に用いるため、高温高圧水中における疲労強度補正係数 K_{en} を導いた。

文 献

- 1) ASME B & PV Code, Sec. XI, Div. 1, Appendix A, A-4300 (1983)
- 2) たとえば, W. H. BAMFORD: J. Eng. Mater. Technol., 101 (1979) 3, p. 182
- 3) 長谷川典彦, 加藤容三, 中島正貴: 日本機械学会論文集, 43 (1977), p. 1995
- 4) Y. MUKAI, H. MATSUNO, S. HIDA and K. KANADA: 大阪大学工学報告, 31 (1981) 1587, p. 31
- 5) 金沢健二, 山口弘二, 佐藤守夫, 鈴木直之, 金尾正雄: 材料, 30 (1981), p. 447
- 6) 梅村文夫, 川本輝明: 防食技術, 30 (1981), p. 276
- 7) 国谷治郎, 正岡 功, 佐々木良一: 防食技術, 32 (1983), p. 264
- 8) 国谷治郎, 菅野正義, 正岡 功, 佐々木良一: 防食技術, 32 (1983), p. 649
- 9) 庄子哲雄 and J. CONGLETON: 私信
- 10) T. MIZUNO, S. PEDNEKAR, Z. S. SMIALOWSKA and D. D. MACDONALD: NACE CORROSION/81 (1981), Paper No. 21
- 11) ASME B & PV Code, Sec. III, Div. 1, NB-3228.3 (1983)