

中央大学博士論文

高温疲労における 2 段 S-N 曲線の高寿命域での破壊形態

高橋 幸男

博士 (工学)

平成 26 年度

2015年3月

# 目 次

## 第1章 緒 論

1. 1 緒 言	1
1. 2 鉄鋼材料の一般的な疲労特性	2
1. 3 機械・構造物の高寿命化	3
1. 3. 1 高寿命域での疲労特性	3
1. 3. 2 高寿命域での疲労破壊現象と破壊形態	4
1. 4 高温高サイクル疲労に関するこれまでの研究	5
1. 4. 1 高温高サイクル疲労特性	5
1. 4. 2 高温高サイクル疲労における破壊形態	7
1. 5 本論文の目的	8
1. 6 本論文の構成	9
参考文献	10
表・図	16

## 第2章 オーステナイトステンレス鋼 SUS321-B の2段 S-N 曲線における疲労破壊形態

2. 1 緒 言	21
2. 2 供試材と実験方法	22
2. 3 結果及び考察	23
2. 3. 1 疲労試験結果と S-N プロット	23
2. 3. 2 破面観察と破壊形態	24
2. 3. 3 破壊の起点	26
2. 3. 4 疲労試験中の変形挙動と硬化・軟化現象	26
2. 4 ステンレス鋼の 700°C における 2 段 S-N 曲線と内部破壊	29
2. 5 結 言	30
参考文献	31
表・図	33

## 第3章 オーステナイトステンレス鋼 SUS321-B の 700°C における疲労破壊形態に及ぼす酸化効果

3. 1 緒 言	41
3. 2 観察対象試験片	42

3. 3	観察・分析方法	42
3. 4	結果及び考察	43
3. 4. 1	フィッシュアイを伴う破壊形態とその形成過程	43
3. 4. 1. 1	小さなフィッシュアイを伴う表面直下型の内部破壊	43
3. 4. 1. 2	大きなフィッシュアイを伴う内部破壊	48
3. 4. 2	フィッシュアイを伴う破面への酸化効果の評価	48
3. 4. 3	破壊形態の相違の支配因子	49
3. 5	結 言	55
	参考文献	56
	表・図	59

## 第4章 オーステナイトステンレス鋼の高温高サイクル疲労における破壊形態

4. 1	緒 言	65
4. 2	供試材と実験方法	65
4. 3	観察・分析方法	66
4. 4	結果及び考察	66
4. 4. 1	疲労試験結果と S-N プロット	66
4. 4. 2	破面観察と破壊形態	67
4. 4. 3	疲労試験中の硬化・軟化挙動	70
4. 4. 4	オーステナイトステンレス鋼の 700°Cにおける高寿命域での破壊形態	72
4. 5	結 言	74
	参考文献	76
	表・図	78

## 第5章 低合金鋼 SCMV2-2NT の 400°Cにおける 2 段 S-N 曲線の高寿命域での疲労破壊形態

5. 1	緒 言	83
5. 2	観察対象試験片と観察・分析方法	84
5. 3	結果及び考察	85
5. 3. 1	低合金鋼の高寿命域におけるフィッシュアイを伴う破面	85
5. 3. 2	代表的なフィッシュアイ破面の様相と破壊過程	86
5. 3. 3	同一破面上に複数のフィッシュアイを伴う破壊形態	89
5. 3. 3. 1	隣接して 2 つのフィッシュアイを伴う破面の破壊形態	90
5. 3. 3. 2	同一破面上に 20 数個のフィッシュアイを伴う破壊形態	92

5. 3. 3. 3 マルチフィッシュアイ破面の形成過程	97
5. 3. 4 フィッシュアイ破面上の酸化度合いの相違	98
5. 3. 5 破壊形態に及ぼす支配因子	99
5. 4 結 言	102
参考文献	103
表・図	106
第6章 本論文により得られた成果の工学的意義と課題	115
参考文献	116
第7章 総 括	117
本研究に関する著者の発表論文と口頭発表	121
謝 辞	123

# 第 1 章

---

緒 論

# 第1章 緒論

## 1.1 緒言

精密機器，大型機械，輸送機器，発電プラント，化学プラントなど機械・構造物の破損及び破壊による事故の多くは，機械・構造物を構成する部材の疲労破壊が原因とされている。<sup>1)~4)</sup> 疲労破壊現象は，社会基盤のみならず時として人命をも脅かす存在であり，これまで多くの研究がなされてきている。<sup>3)~6)</sup> しかし，今日においても疲労破壊現象による事故は報告されており，<sup>4)~11)</sup> 疲労破壊を無くすことは難しい。また，日本の高度成長期に稼働を始めた機械・構造物は40~50年経過しているが，コスト削減などの理由から部材の更新は進んでおらず，従来の疲労設計では予測することが難しい破損，破壊などが起こっている。<sup>1), 5), 6)</sup>

機械・構造物の設計においては，部材の機械的特性，疲労特性を基にした疲労強度設計が行われており，近年，機械・構造物の経済性，安全性の追求といった観点から，耐用年数を考慮しつつ軽量化，高寿命化が実現できるよう設計することが求められている。<sup>5)~16)</sup> このような背景としては，機械・構造物を構成する部材を耐久極限まで使用し更新コストの削減や機械・構造物の高性能化，高効率化の追求が挙げられる。<sup>6)~16)</sup>

発電プラントといった高温環境下で使用される機械・構造物においても経済性，安全性，環境負荷性といった観点から高性能化，高効率化が求められており，回転機器の高速化，ボイラや配管の高温高圧化など使用環境の苛酷化に伴い，振動，熱応力，流体振動による疲労破壊が問題となっている。<sup>15)~22)</sup> しかし，高温環境下における疲労破壊現象については，多くの不明な点や明らかにされていない点が残されており，機械・構造物の疲労強度設計や保守点検といった観点からも着目すべき課題であり，疲労破壊機構や疲労特性を把握し解明することが望まれている。<sup>19), 20), 23)~27)</sup>

## 1. 2 鉄鋼材料の一般的な疲労特性

機械・構造物を構成する部材の多くは、鉄鋼材料が用いられている。<sup>1), 3), 4), 6)</sup>

鉄鋼材料の疲労特性は、疲労試験片に繰返し負荷を掛ける疲労試験を行うことで得られ、疲労試験の結果を縦軸に応力振幅（試験応力） $\sigma_a$ 、横軸に破断までの繰返し数  $N_f$  として図 1-1 で示すような S-N 曲線として示される。<sup>2), 5), 28)</sup> この時の S-N 曲線としては、応力振幅  $\sigma_a$  の減少に伴い繰返し数  $N_f$  が漸次大きくなる傾向を示し、繰返し数  $10^5 \sim 10^6$  サイクル付近で水平部が現れる。この水平部に示される繰返し応力以下では、いくら応力を繰返しても破断が起こらなくなるとされ、このときの限界応力を疲労限度または耐久限度と呼ぶ。

疲労破壊の過程としては、疲労き裂の発生過程と進展過程から成り立ち、その模式図を図 1-2 に示す。<sup>2), 5), 28)~31)</sup> 疲労き裂の発生機構としては、繰返し応力を受けた材料表面にある結晶粒に対してせん断応力が働くことですべり塑性変形が生じ、すべり帯が発生する。非可逆的すべり変形が生じることにより、入込みと突出しと呼ばれる凹凸が形成され、凹凸に対して応力集中が働き疲労き裂が発生する。材料表面で発生したき裂は、1~2 結晶粒進んだ後（Stage I）、応力軸に対して垂直に進展していく過程に入り（Stage II）、その後、疲労き裂は急速に進展し（Stage III）最終破壊に至る。このように、鉄鋼材料の疲労き裂の発生過程はすべり変形に支配される。したがって、材料内部におけるすべり変形は隣接する結晶粒に拘束されるため、疲労き裂が発生しにくくなることから、疲労き裂は材料表面から発生することとなる。

鉄鋼材料の疲労限度（疲労強度） $\sigma_w$  [MPa] は、材料の引張強度  $\sigma_B$  [MPa] やビッカース硬さ [HV] と良い比例関係にあることが実験的に知られており、<sup>32)~37)</sup> 経験的な式として式 (1-1) が得られている。図 1-3 は、疲労強度と引張強度、ビッカース硬さとの関係を示したものである。<sup>34)</sup>

$$\sigma_w \cong 0.5\sigma_B \cong 1.6HV \quad (\text{ただし, } \sigma_B \leq 1100\text{MPa, } HV \leq 400) \quad \cdots \cdots (1-1)$$

## 1. 3 機械・構造物の高寿命化

### 1. 3. 1 高寿命域での疲労特性

鉄鋼材料の疲労強度を向上させる手法としては、式 (1-1) の関係から、使用する材料の硬さや引張強度を上げれば、結果として高い疲労強度が得られることから、素材の高強度化や部材の表面強化処理などがある。

素材の高強度化を図るおもな手法としては、合金元素として C, N, Mn 等を添加して組織に固溶させる固溶強化, C, N, Ti, Nb, V 等を添加して炭化物や窒化物を均一に析出, 分散させる分散・析出強化, 結晶粒の微細化などが挙げられる。

<sup>2), 6) 28)</sup> また、表面強化処理の代表的な手法としては、表面層のみを高炭素化させる浸炭処理, 窒素を侵入させ表面層のみ組成を変えて硬化させる窒化処理, 小さい鋼球を打ち付けるショットピーニング処理, ローラを押しつけるバニッシング処理などがある。<sup>2), 7), 28)</sup> 特に、表面強化処理は、比較的簡単に疲労強度を向上でき材料の軽量化も果たせるため、機械・構造物などの実機にてよく用いられている。<sup>2), 7)</sup>

高強度化された高強度鋼や表面強化された表面強化処理鋼においては、材料表面におけるすべり変形が抑制されることで疲労強度が向上する。しかし、式 (1-1) で示した疲労強度と引張強度, ビッカース硬さとの比例関係が成立するのは、引張強度 1200MPa 程度以下, ビッカース硬さ 400HV 程度以下で認められていることが知られており、図 1-4 に示すように、ビッカース硬さ 400HV 程度以上になると疲労強度との比例関係から逸脱し、疲労強度が頭打ちとなり逆に低下する現象が確認されている。<sup>32), 37)</sup>

このように材料の引張強度や硬さを増しても破壊が起こることで所望する疲労



強度が得られなくなる要因としては、材料に含まれる非金属介在物などの欠陥に敏感となり破壊に至るためとされている。<sup>38)</sup> この時の S-N 曲線としては、図 1-5 に示すように、硬さが増すことですべり変形に基づく表面破壊は抑えられ繰返し数  $10^5 \sim 10^6$  サイクルにて水平部が現れ、S-N 曲線全体としては高応力側へシフトするが、 $10^7$  サイクルを超える高寿命域においては、試験片内部にある非金属介在物などの欠陥からき裂が発生し進展する内部破壊現象が起こり、S-N 曲線としては応力振幅の減少に伴い破断繰返し数が漸次大きくなる傾向を示すこととなる。このような疲労特性を示す S-N 曲線は 2 段 S-N 曲線と呼ばれている。<sup>40)~42)</sup>

### 1. 3. 2 高寿命域での疲労破壊現象と破壊形態

2 段 S-N 曲線の疲労特性を示す場合の疲労破壊形態の特徴としては、高応力・低寿命域では表面破壊となり、低応力・高寿命域では内部の非金属介在物などの欠陥を起点とした内部破壊となることである。<sup>2), 6), 35)~41)</sup> 内部破壊を起こした破面の特徴としては、材料内部に存在する非金属介在物などの欠陥を起点としたき裂が発生し、起点を中心として同心円的に内部き裂が進展していくこととなる。同心円的に進展したき裂は、材料表面に到達した時点で、半円状の表面き裂となって破壊に至る。この内部き裂が同心円的に進展した痕跡が示す破面は、魚の目の形に似ていることからフィッシュアイと呼ばれている。<sup>6), 35)~41)</sup> フィッシュアイを伴う破面の例を図 1-6 に示す。<sup>39)</sup> フィッシュアイを伴う破面は、内部き裂が材料内部で大気と遮断された真空中を進展するため、き裂進展速度が遅くなるためフィッシュアイ面内は粗くなく滑らかとなるが、フィッシュアイが材料表面に到達すると表面き裂となって急速に進展するため、表面き裂となって形成された破面は粗くなる。その結果、破面上には粗さの異なる領域が形成されることでフィッシュアイとして認識されることとなる。<sup>2)</sup>

疲労強度設計は、従来  $10^7$  サイクルを超えても破壊が起こらないという考えの

もと、経験式としての式 (1-1) や各種実用鋼疲労強度データベースなどを用いてきたが、<sup>43)~45)</sup>  $10^7$  サイクルを超える高寿命域において破壊現象が現れるという事実は、これまでの疲労強度設計基準では対応できないことを示している。近年、 $10^7$  サイクルを超える高寿命域での疲労強度データベースの構築が進んでいる。しかし、高寿命域での疲労破壊現象を把握するには、表面破壊なのか内部破壊なのかという破壊形態の観察データ、関連して疲労特性に及ぼす諸因子（温度環境、腐食環境、非金属介在物の大きさ、平均応力など）を明らかにし破壊機構の解明など多くの課題が残されている。<sup>6), 7), 15), 46)</sup>

## 1. 4 高温高サイクル疲労に関するこれまでの研究

近年、エネルギー関連機器をはじめとした高温環境下で使用される機械・構造物においては、世界的なエネルギー事情も鑑み、更なる CO<sub>2</sub> 排出抑制、高性能化、高効率化、高寿命化が求められている。それに伴い発電設備や機器においては、更なる高温高圧化、回転機器の高速化などが必要であり、高温機器用材料にとってはこれまで以上に苛酷な環境下に曝されることとなる。ゆえに、高温機器の疲労強度設計や寿命評価に必要なとされている諸問題としては、クリープ、クリープ疲労、熱疲労、高温低サイクル疲労だけでなく、振動、熱応力、流力弾性振動による高サイクル疲労がますます問題となってくることが予想されている。<sup>13), 15)~27), 47), 48)</sup>

### 1. 4. 1 高温高サイクル疲労特性

高温環境下で使用される機械・構造物を構成する部材として用いられる鉄鋼材料の疲労特性としては、室温とは違い疲労限度を示さなくなる場合がある。機械・構造物の疲労強度設計においては、想定される使用時間内で時間強度としての疲労限度が存在するのか否かは重要な問題となる。

鉄鋼材料の高温下における回転曲げ疲労試験での応力繰返し数  $10^8$  サイクルまでの疲労特性としては、各種構造鋼の室温から  $800^\circ\text{C}$  までに対して疲労強度と引張強度との間に実験的に式 (1-2) のような相関関係が認められると報告されている。<sup>49), 50)</sup>

$$\sigma_w \cong 0.51\sigma_B^{0.999} \cong 0.4 \sim 0.6\sigma_B \quad \dots\dots\dots (1-2)$$

S-N 曲線としては、温度条件、鋼種によって異なり、図 1-7 に示すような 3 のタイプに分類できるものとされており、タイプ A は疲労限度が明瞭に現れ水平部を有するもの、タイプ B は応力繰返し数  $10^5 \sim 10^6$  サイクル近傍で水平部が認められ疲労限度が現れるように見えるが  $10^7$  サイクル以降において破壊が起きることで 2 段 S-N 曲線となるもの、タイプ C は応力振幅の低下に伴い繰返し数が漸次大きくなるものに大別することができる。この変化は、試験温度が高くなるに伴い現れることとなり、例えば、低合金鋼の場合  $300^\circ\text{C}$ 、 $400^\circ\text{C}$  において A→B または C へ変化し、オーステナイトステンレス鋼の場合  $700^\circ\text{C}$  において A→B へ変化することとなる。<sup>49), 50)</sup> この変化をもたらす因子としては、回転曲げ疲労試験中の試験片に作用する繰返し応力のもと、試験片が加工硬化や固溶元素により転位運動に対するひきずり抵抗として作用する動的ひずみ時効の影響を受け硬化することや高温においては軟化するためと報告されている。<sup>50), 51)</sup> 高温環境下での疲労過程における試験片の硬化・軟化現象については、回転曲げ疲労試験機の荷重点のたわみの変化を計測することにより確かめられており、<sup>52), 53)</sup> S-N 曲線の変化過程と相関関係があることが報告されている。<sup>53)</sup> 特に、2 段 S-N 曲線となった高温高サイクル疲労においては、 $10^6 \sim 10^7$  サイクル近傍まで試験片が硬化し  $10^7$  サイクルを超えると硬化過程が飽和に転じ軟化を示す硬化・軟化過程が、ちょうど 2 段 S-N 曲線の  $10^6 \sim 10^7$  サイクル近傍における水平部とその後の降下過程と一致

していたことから、2段 S-N 曲線となる因子として疲労試験中の硬化・軟化現象が強く関与していることが明らかにされている。<sup>54), 55)</sup>

## 1. 4. 2 高温高サイクル疲労における破壊形態

前項で述べたように、高温高サイクル疲労特性としては、表面強化処理が施されていないにもかかわらず2段 S-N 曲線となる場合があることが特徴として挙げられる。2段 S-N 曲線となった高温高サイクル疲労における破壊形態としては、高応力・低寿命域では試験片表面を破壊の起点とし疲労き裂が発生し進展して破壊にいたる表面破壊となり、低応力・高寿命域では試験片内部の非金属介在物などの欠陥からき裂が発生して破壊に至るフィッシュアイを伴う内部破壊となることが報告されている。<sup>49)~51), 56), 57)</sup> 2段 S-N 曲線となった高寿命域においてフィッシュアイを伴う内部破壊が起こる理由としては、前項において述べたように疲労試験中に動的ひずみ時効によって試験片表面が硬化され、表面層でのすべり変形に基づく表面き裂の発生が抑えられる状況下となるが、その間に試験片内部の非金属介在物などの欠陥を起点としたき裂が発生しフィッシュアイを伴う内部破壊になると考えられている。

高寿命域において内部破壊となるのは、き裂の発生過程と進展過程において高温疲労の特徴である酸化の効果についても指摘されており、<sup>51), 56)</sup> 試験片表面を起点としたき裂が発生してもき裂面に形成される酸化物によってき裂閉口現象が生じ、き裂としての進展速度が低下するためとの考えや、試験片表面に形成される酸化皮膜自体が試験片表面のすべり変形を阻止するためとの考えも示されている。<sup>51), 56), 58)</sup> 酸化皮膜が表面き裂の発生を抑制するという考えは、あらかじめ試験片表面に酸化皮膜を付与した状態で疲労試験を行った結果、表面破壊となったことから酸化皮膜自体にそのような効果はないとの報告もなされている。<sup>55)</sup>

2段 S-N 曲線となった高温高サイクル疲労のフィッシュアイを伴う破壊形態に

においては、より高寿命域においても認められる現象であることから、フィッシュアイが試験片表面に到達後、表面き裂として進展していく過程において高温環境下に曝され、フィッシュアイを含むき裂面に対して酸化の効果が働き、き裂進展速度が遅くなるからとの考えが示されている。<sup>56)</sup>しかし、高温高サイクル疲労において内部破壊を起こした破面に対しては、最近の研究においても、形成されたフィッシュアイ破面に及ぼす酸化の効果といった観点から具体的な観察や検討はなされていない。<sup>47), 59)~63)</sup>

破壊形態が表面破壊から内部破壊へ移行する問題においては、非金属介在物などの欠陥の寸法とそこに働く応力からき裂進展特性を求め破壊力学的に解析する手法があり、高強度鋼や表面強化処理した鋼などあらゆる鋼種において材料のビッカース硬さから精度よく疲労寿命評価と疲労限度予測ができることを示している。<sup>64)</sup>しかし、この手法では、室温における疲労試験から得られた解析方法であり、高温環境下における疲労試験においては材料そのものが硬化・軟化過程を経ると高温大気下における酸化の効果などの因子が含まれていないため、高温環境下における疲労特性を明らかに出来ないとも考える。現に、表面破壊が抑えられ内部破壊となる機構を考える上では、室温での疲労試験においても力学的な条件のみでは説明できず、環境因子といった表面破壊抑制機構といった条件を取り入れないと説明できないとされ、フィッシュアイといった内部き裂の進展過程は表面から観察することは難しいことから、2段 S-N 曲線となった高寿命域における疲労限度の有無も含め今後の課題とされている。<sup>65)~67)</sup>

## 1. 5 本論文の目的

高温環境下で使用される機械・構造物の軽量化、高寿命化といった観点からは、疲労強度設計や鉄鋼材料の選択、更には点検、保守といった立場からも高寿命域における疲労特性、破壊形態、破壊機構の把握は重要と考える。

しかし、2段の S-N 曲線となった高温高サイクル疲労の高寿命域における破壊現象に対しては、破壊形態や形成過程など具体的な観察例をもって報告が少なく、破壊機構などについて十分に検討がなされておらず、不明な点や明らかにされていない点が多く残されているものとする。

そこで本研究では、高温高サイクル疲労試験で得られた破面に対して、2段 S-N 曲線との関連のもと高寿命域での破壊形態について詳細に調べ、その破壊形態に及ぼす影響因子について明らかにし、高温高サイクル疲労における疲労限度の意味などについて検討する。

## 1. 6 本論文の構成

本論文は7章で構成する。

第1章では緒論として本論文の背景と目的及び構成を述べる。

第2章では、オーステナイトステンレス鋼 SUS321-B を供試材として 700°C において疲労試験を行い、2段 S-N 曲線となった高寿命域での破壊形態を調べ、疲労試験中の硬化・軟化変形挙動を調べ、2段 S-N 曲線について破壊形態との関連のもと考察する。

第3章では、フィッシュアイが試験片表面に到達し表面き裂になって進展していく過程においては、高温疲労の特徴であるき裂面が酸化の影響を受けることが予想されることから、第2章で得られた破面を観察対象とし、破面に及ぼす酸化の効果といった観点から観察及び分析を行い、高寿命域での破壊形態の相違をもたらす因子について明らかにする。

第4章では、第3章までにおいて明らかにされた高寿命域での破壊形態とそれに及ぼす影響因子は、他のオーステナイトステンレス鋼においても再現性がある現象なのか確認するため、SUS304HP 鋼を供試材として 700°C において疲労試験を行い、得られた破面に対して破壊形態を調べ検討する。

第5章では、第4章までに得られたオーステナイトステンレス鋼の700°Cにおける破壊形態は、他の鋼においても認められる現象なのかを明らかにするため、低合金鋼SCMV2-2NTの400°Cでの疲労破面を準備し、破面に及ぼす酸化の効果といった観点から観察及び分析を行い、破壊形態に及ぼす影響因子について検討を行う。また、先の低合金鋼の $10^9$ サイクル近傍で破壊した破面には、同一破面上に複数個のフィッシュアイが認められたと報告されているが、形成機構など不明な点が残されている。この点についても破壊形態に及ぼす酸化の効果といった関連のもと検討する。

第6章では、本論文により得られた成果の工学的意義や今後の課題について述べる。

第7章では、高温疲労における2段S-N曲線の高寿命域での破壊形態について、第2章から第6章までの結果をまとめ総括とする。

## 参考文献

- 1) 日本機械学会編，“機械・構造物の破損事例と解析技術：技術資料”，(1984) 日本機械学会.
- 2) 日本材料学会編，“疲労設計便覧”，(1995) 養賢堂.
- 3) 西岡邦夫, 田中道七, “1. 疲労研究の歴史と現在のニーズ：疲労-基礎と設計への展開”，材料, Vol.35, No.389, pp.215-221 (1986).
- 4) 日本材料学会疲労部門委員会編，“材料の疲労に関する研究の趨勢”，(1955-2000) 日本材料学会.
- 5) 星出敏彦, “1. 疲労の基礎と研究動向（疲労の基礎と最近の話題）”，材料, Vol.52, No.2, pp.210-215 (2003).
- 6) 越智保雄, 酒井達雄, “3. 金属材料の超長寿命域における疲労特性（疲労の基礎と最近の話題）”，材料, Vol.52, No.4, pp.433-439 (2003).

- 7) 加賀谷忠治, 森田辰郎, “疲労の基礎と最近の話題 4. 表面改質材の疲労”, 材料, Vol.52, No.5, pp.546-551 (2003).
- 8) R. Cazaud, G. Pomby, P. Rabbe and Ch. Janssen, 舟久保熙康訳, 西島敏訳, “金属の疲れ”, (1973) 丸善出版.
- 9) 独立行政法人 新エネルギー・産業技術総合開発機構編, “鉄鋼材料の革新的高強度・高機能化基盤研究開発 基本方針”, (2007) 独立行政法人 新エネルギー・産業技術総合開発機構.
- 10) 小林英男, “破壊事故 –失敗知識の活用–”, (2007) 共立出版.
- 11) S.P. Timoshenko, 最上武雄監訳, 川口昌宏訳, “材料力学史”, (1974) 鹿島研究所出版会.
- 12) 植松美彦, “5・4 材料の疲労研究に関する最新動向 (5. 材料力学, <特集> 機械工学年鑑)”, 日本機械学会誌, Vol.115, No.1125, pp.537 (2012).
- 13) 独立行政法人 物質・材料研究機構編, “社会インフラ材料研究の新たな展開 安全・安心な持続性社会の構築に向けて”, (2013) 独立行政法人 物質・材料研究機構.
- 14) 小川芳樹, 工藤拓毅, 太田完治, 大木祐一, 斉藤晃太郎, “LCA 的視点からみた鉄鋼製品の社会における省エネルギー貢献に係る調査 1 総括”, 一般財団法人 日本エネルギー経済研究所, Vol.28, No.4, pp.62-67 (2002).
- 15) 長井寿, 松岡三郎, “超鉄鋼プロジェクトにおける高強度鋼の研究開発”, 材料, Vol.48, No.7, pp.723-732 (1999).
- 16) 津崎兼彰, 三島良直, 熊井真次, “社会基盤材料の材料戦略概要”, まてりあ, Vol.43, No.5, pp.384-387 (2004).
- 17) 城野政弘, 森要, “7. 最近の疲労試験と計測技術 : 疲労-基礎と設計への展開”, 材料, Vol.35, No.395, pp.948-954 (1986).
- 18) 田中眞一, 吉岡純夫, 井上彰夫, “8. 疲労設計の実務と問題点 I (車軸, 回転体の疲労設計) : 疲労-基礎と設計への展開”, 材料, Vol.35, No.396, pp.1083-1089 (1986).
- 19) 斎藤公則, 木村和成, “9. 疲労設計の実務と問題点 II (自動車, 高温機器の疲



- 劣設計) : 疲労-基礎と設計への展開”, 材料, Vol.35, No.397, pp.1217-1223 (1986).
- 20) 菅田淳, 齊藤和宏, “疲労の基礎と実機疲労設計の最新動向 2. 発電機器の疲労設計における最近の動向”, 材料, Vol.59, No.2, pp.171-177 (2010).
  - 21) 宮川進, 藤井淳司, “疲労の基礎と実機疲労設計の最新動向 3. 自動車の疲労設計の基礎と最近の研究動向”, 材料, Vol.59, No.3, pp.250-256 (2010).
  - 22) 牧野泰三, 石塚弘道, “疲労の基礎と実機疲労設計の最新動向 5. 鉄道の疲労設計における最近の動向”, 材料, Vol.59, No.5, pp.398-405 (2010).
  - 23) 新田明人, “熱疲労破壊の新展開 1. 次世代高温機器材料と熱疲労”, 材料, Vol.56, No.1, pp.90-96 (2007).
  - 24) 藤山一成, “高温機器における劣化・損傷の検出と寿命診断 1. 概説”, 材料, Vol.58, No.5, pp.443-448 (2009).
  - 25) 野中勇, 磯部展宏, “高温機器における劣化・損傷の検出と寿命診断 2. ボイラ・蒸気タービンにおける劣化・損傷の検出と寿命診断”, 材料, Vol.58, No.6, pp.533-539 (2009).
  - 26) 吉岡洋明, 山下章, “高温機器における劣化・損傷の検出と寿命診断 3. 発電・航空機用ガスタービンにおける劣化・損傷の検出と寿命診断”, 材料, Vol.58, No.7, pp.649-656 (2009).
  - 27) 柴崎敏和, 川野浩二, “高温機器における劣化・損傷の検出と寿命診断 4. 石油精製・化学プラントにおける機器の劣化・損傷検出と寿命診断”, 材料, Vol.58, No.8, pp.721-727 (2009).
  - 28) 日本材料学会編, “材料強度学”, (2005) 日本材料学会.
  - 29) 中沢一, “初期疲労き裂 (第 I 段階き裂) の挙動”, 材料, Vol.26, No.280, pp.99-105 (1977).
  - 30) 門馬義雄, 金澤健二, 柴田俊夫, 石野栞, “寿命・余寿命予測と材料”, 先端材料シリーズ, (2006) 裳華房.
  - 31) P. J. E. Forsyth, “Fatigue damage and crack growth in aluminium alloys”, Acta Metallurgica, Vol.11, pp.703-715 (1963).

- 
- 32) M.F. Garwood, H.H. Zurburg and M.A. Erickson, "Correlation of Laboratory tests and service performance. Interpretation of tests and correlation with service." American Society for Metals, pp.1-77 (1951).
  - 33) P.G. Forrest, "Fatigue of metals", Pergamon press, oxford (1962).
  - 34) 西島敏, "疲労試験データの統計的整理", 材料, Vol.29, No.316, pp.24-29 (1980).
  - 35) 西島敏, "JIS 機械構造用鋼, クロム鋼及びクロムモリブデン鋼の機械的性質と疲れ特性", 金属材料技術研究所データシート資料 1, (1981) 科学技術庁 金属材料技術研究所.
  - 36) 西島敏, 石井明, 金澤健二, 増田千利, 松岡三郎, "JIS 機械構造用鋼の基準的疲労特性", 金属材料技術研究所データシート資料 5, (1989) 科学技術庁 金属材料技術研究所.
  - 37) 金澤健二, 阿部孝行, 西島敏, "高硬度鋼の疲労特性", 金属材料技術研究所データシート資料 9, (1995) 科学技術庁 金属材料技術研究所.
  - 38) 村上 敬宜, 児玉 昭太郎, 小沼 静代, "高強度鋼の疲労強度に及ぼす介在物の影響の定量的評価法", 日本機械学会論文集 A 編, Vol.54, No.500, pp.686-696 (1988).
  - 39) 増田千利, 田中義久, 西島敏, "JIS 機械構造用はだ焼鋼の基準的疲労特性", 金属材料技術研究所データシート資料 7, (1992) 科学技術庁 金属材料技術研究所.
  - 40) Frith, P. H., "Fatigue Tests on Rolled Alloy Steels Made in Electric and Open-Hearth Furnaces", Journal of The Iron and Steel Institute, Vol. 180, pp.26-33 (1955).
  - 41) 木村和夫, 山田邦博, 清水真佐男, 国尾武, "高かたさ鋼の疲れ破壊を導く諸過程について", 日本機械学会論文集, Vol.37, No.300, pp.1475-1482 (1971).
  - 42) 江村秀樹, 浅見克敏, "高強度鋼の疲労強度特性", 日本機械学会論文集 A 編, Vol.55, No.509, pp.45-50 (1989).
  - 43) 星出敏彦, "1. 疲労の基礎と研究動向 (疲労の基礎と最近の話題)", 材料, Vol.52, No.2, pp.210-215 (2003).

- 44) 酒井達雄, 西川出, “5. 疲労強度データベースと S-N 曲線回帰法 (疲労の基礎と最近の話題) ”, 材料, Vol.52, No.6, pp.709-715 (2003).
- 45) 古谷佳之, “疲労データシート (特集 材料データベースが支える研究開発) -- (構造材料データシート) ”, 金属, Vol.81, No.12, pp.1022-1027 (2011).
- 46) 独立行政法人物質材料研究機構 超鉄鋼研究センター センター室編, “近未来の鉄鋼材料を知る～ギガ疲労～”, (2003) 独立行政法人物質材料研究機構.
- 47) 野中勇, 根本淳平, 市川裕士, 三浦英生, “改良 9Cr-1Mo 鋼の高温高サイクル疲労特性評価”, 材料, Vol.62, No.2, pp.105-109 (2013).
- 48) 藤山一成, “発電プラントに使用される鉄鋼材料に求められる特性”, まてりあ, Vol.39, No.11, pp.873-877 (2000).
- 49) 金澤健二, 山口弘二, 佐藤守夫, 西島敏, “各種実用鋼の高サイクル疲労強度の温度および形状係数依存性”, 材料, Vol.37, No.414, pp.254-260 (1988).
- 50) 金澤健二, 山口弘二, 佐藤守夫, “高温機器用材料の高温高サイクル疲労特性”, 金材技研材料強度データシート資料 6, (1990) 科学技術庁金属材料技術研究所.
- 51) 金澤健二, 木村恵, 西島敏, “炭素鋼, 低合金鋼の中温疲労特性”, 金材技研材料強度データシート資料 14, (1996) 科学技術庁金属材料技術研究所.
- 52) 田中政夫, 幡中憲治, “二段二重重複繰返し応力を受ける 18-8 オーステナイト鋼の高温疲労における変形と温度上昇について”, 材料, Vol.17, No.182, pp.1009-1015 (1968).
- 53) 金澤健二, 山口弘二, 吉田進, “SUS316 ステンレス鋼の高温疲れにおけるコーキング効果”, 金属材料技術研究所研究報告, Vol.18, No.1, pp.24-31 (1975).
- 54) 金澤健二, 木村恵, 佐藤守夫, 西島敏, “炭素鋼 S45C の中高温度域における高サイクル疲労特性の速度効果”, 材料, Vol.37, No.414, pp.261-266 (1988).
- 55) 金澤健二, 西村和之, 松田和彦, 影山和弘, 山口弘二, “低合金鋼の高温疲労におけるフィッシュアイを伴う内部破壊と動的ひずみ時効による表面改質”, 材料, Vol.52, No.6, pp.646-652 (2003).

- 
- 56) 金澤健二, 佐藤守夫, 木村恵, 西島敏, “高温高サイクル疲労における fish-eye 破壊”, 材料, Vol.37, No.423, pp.1423-1428 (1988).
  - 57) 金澤健二, 西島敏, “低合金鋼の高温における超高サイクル域の疲労破壊”, 材料, Vol.46, No.12, pp.1396-1401 (1997).
  - 58) 金澤健二, 佐藤守夫, 木村恵, “各種実用鋼の高温高サイクル疲労における酸化効果”, 材料, Vol.39, No.437, pp.175-180 (1990).
  - 59) 吉岡純夫, 大杉重夫, 出水通之輔, 熊沢道夫, “耐熱合金の高温高サイクル疲労特性”, Vol.36, No.403, pp.383-389 (1987).
  - 60) 小林一夫, 山口弘二, 早川正夫, 木村恵, 緒形俊夫, 松岡三郎, “宇宙関連材料 Alloy718 ニッケル基超合金の高サイクル疲労特性”, 日本金属学会誌, Vol.68, No.8, pp.523-525 (2004).
  - 61) 小林一夫, 山口弘二, 早川正夫, 木村恵, “オーステナイトステンレス系耐熱超合金の高温高サイクル疲労特性”, 圧力技術, Vol.45, No.3, pp.137-143 (2007).
  - 62) 小林一夫, 早川正夫, “ニッケル基超合金アロイ 713C の高温高サイクル疲労特性”, 圧力技術, Vol.52, No.1, pp.24-29 (2014).
  - 63) 森本精洋, “各種ステンレス鋼の高温回転曲げ疲労特性に関する研究”, 日本機械学会論文集 A 編, Vol.72, No.713, pp.114-119 (2006).
  - 64) 村上敬宣, “微小欠陥と介在物の影響”, (1993) 養賢堂.
  - 65) 黒島義人, 斉藤康弘, 清水真佐男, 川寄一博, “高強度鋼の介在物を起点とした疲労き裂進展挙動と破壊モード遷移の関係”, 日本機械学会論文集 A 編, Vol.60, No.580, pp.2710-2715 (1994).
  - 66) 黒島義人, 池田隆, 原田三徳, 原田昭治, “高強度鋼の高サイクル疲労域における内部き裂進展挙動”, 日本機械学会論文集 A 編, Vol.64, No.626, pp.2536-2541 (1998).
  - 67) 塩澤和章, 魯連涛, 石原外美, “高炭素クロム軸受鋼の S-N 曲線と内部き裂発生挙動”, 材料, Vol.48, No.10, pp.1095-1100 (1999).

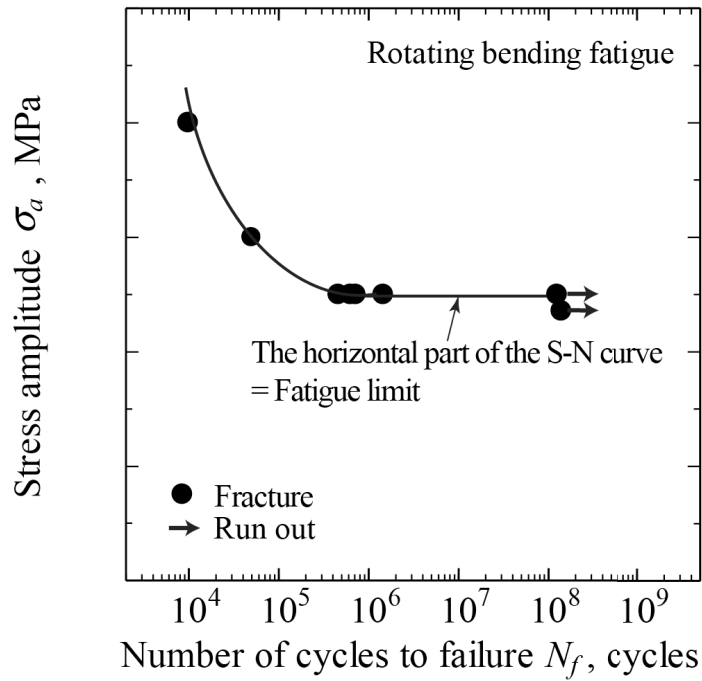


図 1-1 鉄鋼材料の S-N 曲線模式図

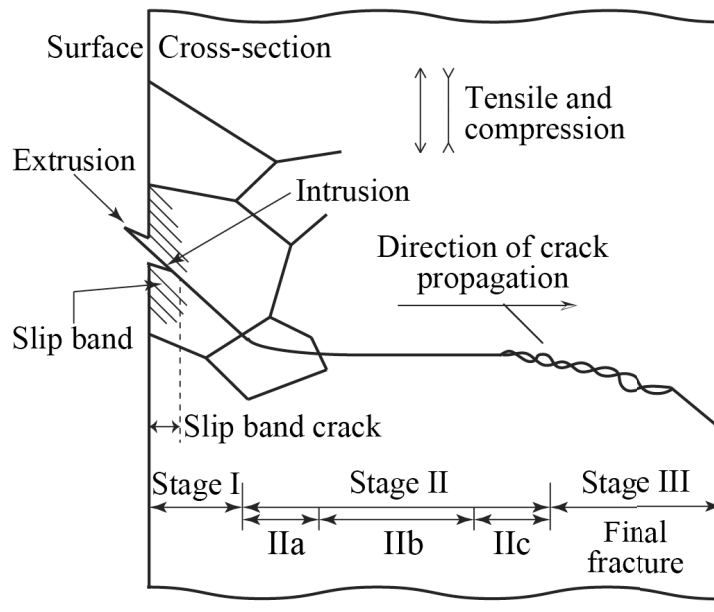


図 1-2 疲労き裂成長過程模式図 <sup>30), 31)</sup>

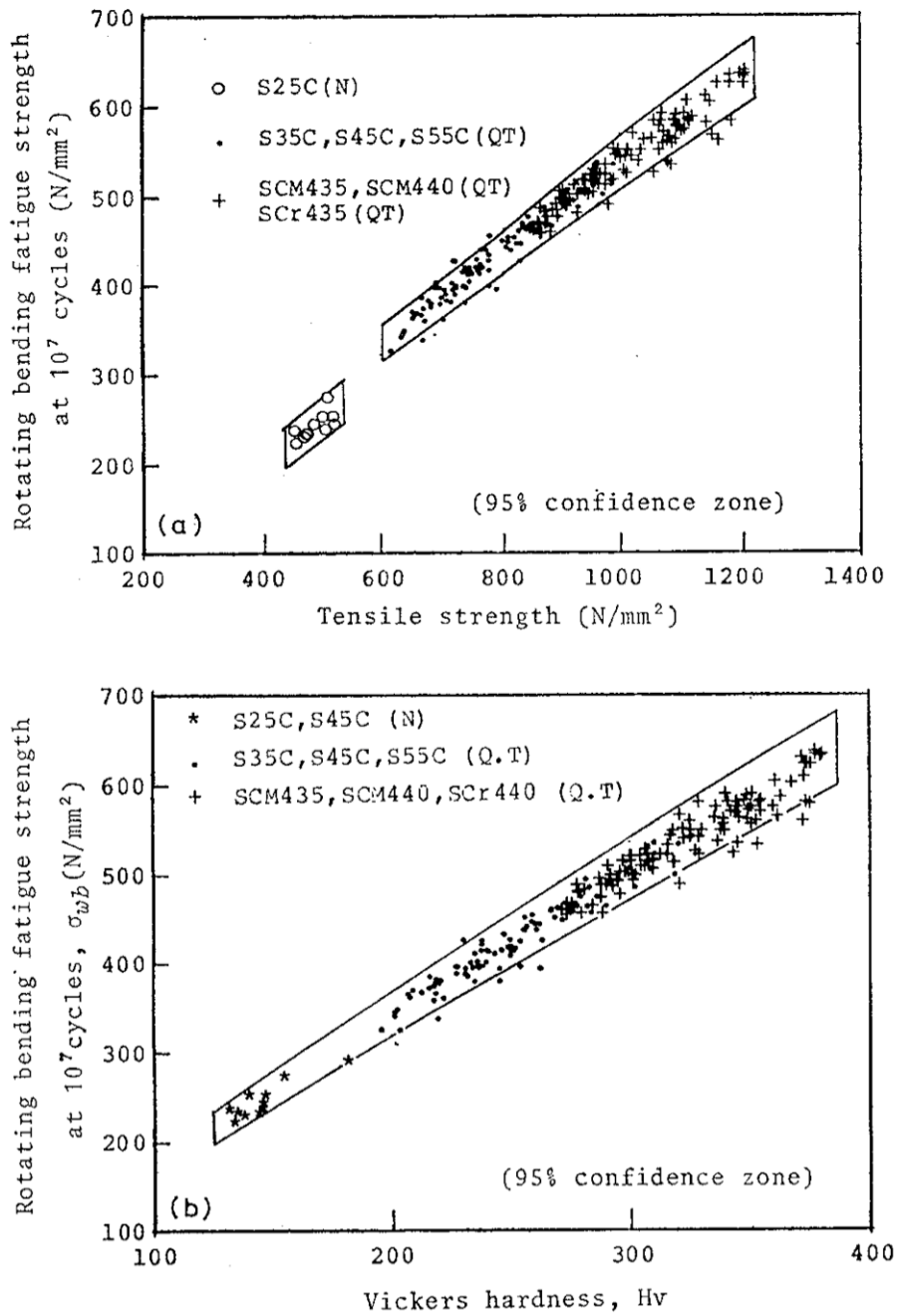


図1-3 疲労強度と引張強度，ビッカース硬さとの関係<sup>34)</sup>

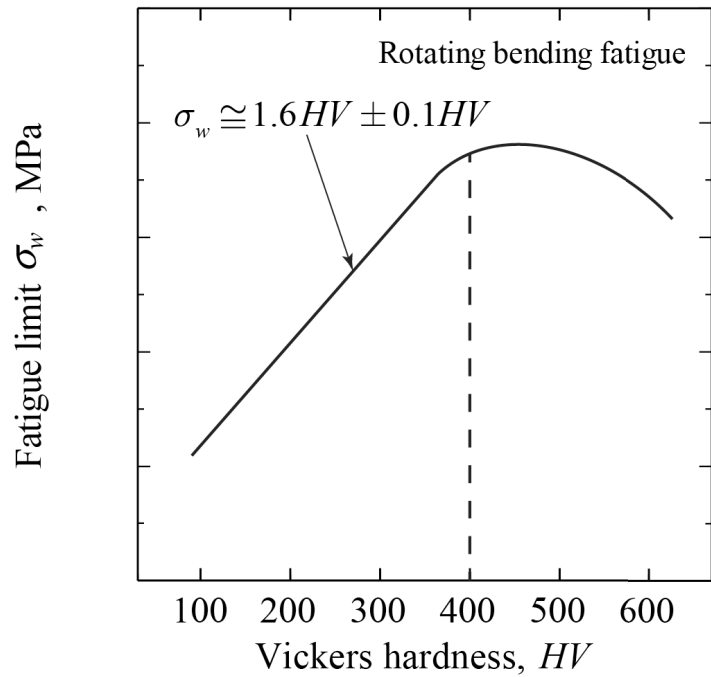


図 1-4 疲労強度とビッカース硬さの関係模式図 <sup>32)</sup>

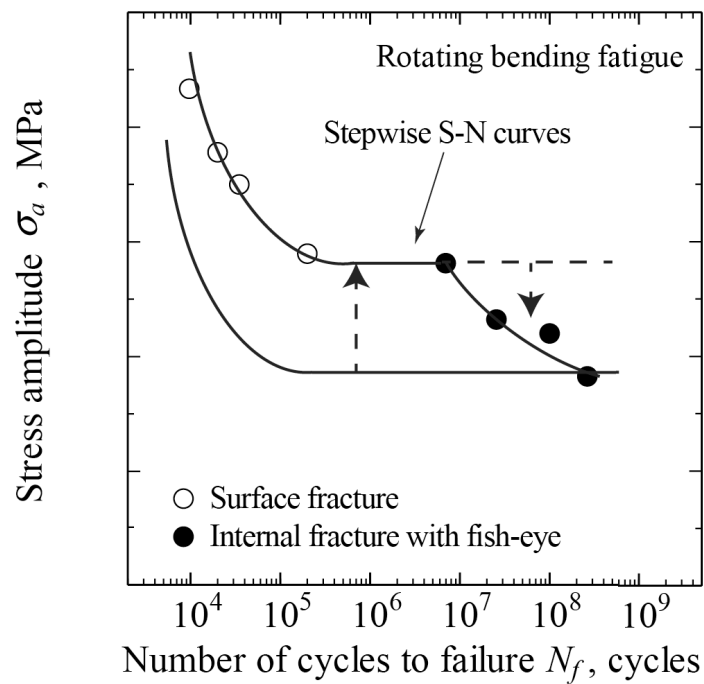


図 1-5 2段 S-N 曲線模式図

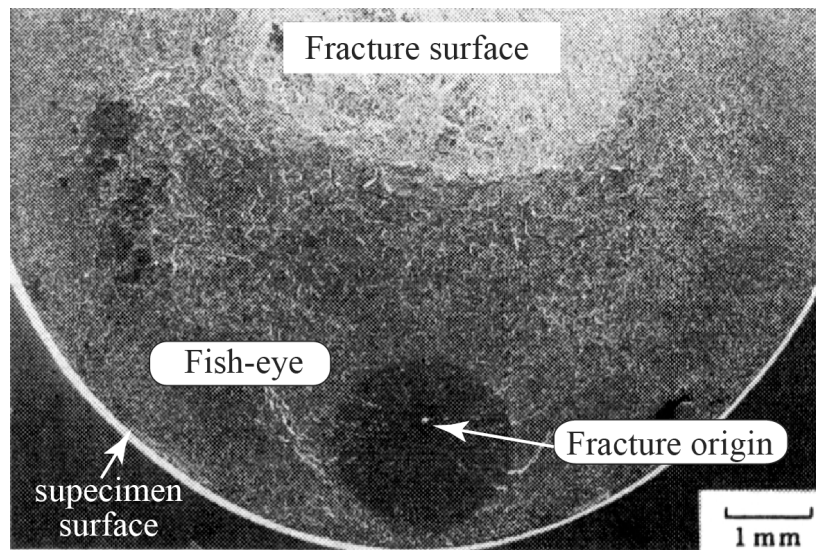


図 1-6 フィッシュアイ破面の例 <sup>39)</sup>

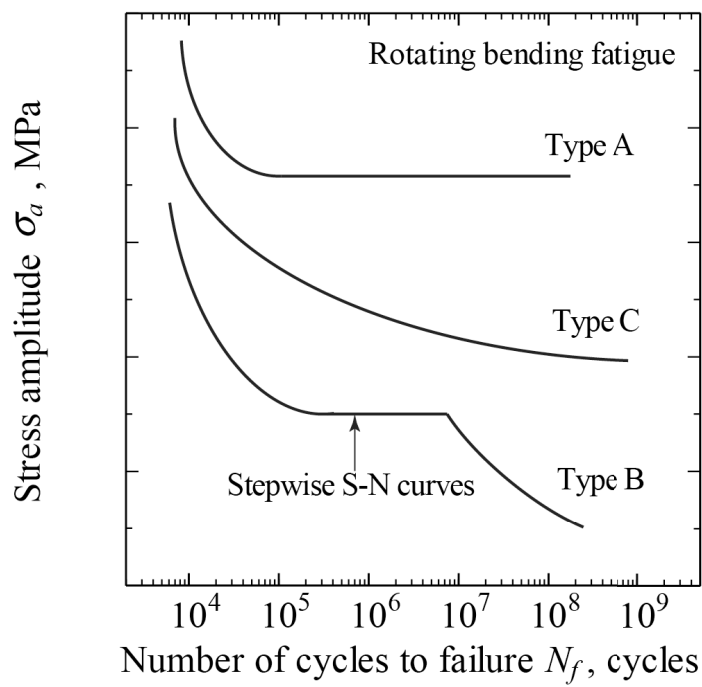


図 1-7 高温における鉄鋼材料の S-N 曲線模式図 <sup>49), 50)</sup>



## 第 2 章

---

オーステナイトステンレス鋼 SUS321-B の 2 段 S-N 曲  
線における疲労破壊形態

## 第2章 オーステナイトステンレス鋼 SUS321-B の2段 S-N 曲線における疲 労破壊形態

### 2.1 緒言

オーステナイトステンレス鋼は、その耐食性からステンレス鋼の中でも最も多種多様に使用されている材料で、代表例としては発電プラントや化学プラントでのボイラ機器、加熱炉などに、自動車のエキゾーストマニホールドなどの高温機器に用いられている。<sup>1)~3)</sup> 緒論でも述べたが、近年、高温環境下で使用されるオーステナイトステンレス鋼においても高寿命化が求められている。<sup>2)~4)</sup>

オーステナイトステンレス鋼の高温高サイクル疲労特性としては、室温から600°Cまでの温度範囲の S-N 曲線には明瞭な疲労限度が認められるが、700°Cではステップを有する2段の S-N 曲線になることが知られている。<sup>5),6)</sup>

オーステナイトステンレス鋼の700°Cにおける2段の S-N 曲線については、関連するいくつかの実験結果をもとに以下のように考えられてきた。<sup>5),6)</sup> すなわち、オーステナイトステンレス鋼においては、繰返し応力のもとでの加工硬化に加え、400~500°Cでは動的ひずみ時効による硬化、600~700°CではCr炭化物の析出時効による硬化により、いずれの場合も試験片は、疲労試験中に硬化する。その結果、明瞭な疲労限度が認められる S-N 曲線になる傾向がある。しかし、700°Cでは、長時間におよぶ疲労試験の経過に伴い、過時効の現象によってそれまでの硬化が損なわれ軟化し疲労破壊が起こり、2段の S-N 曲線になる。

また、低合金鋼においても300°C、400°Cで2段の S-N 曲線になることが報告されており、そこでの低応力・高寿命域における破壊は、破面にフィッシュアイが形成される内部破壊であった。<sup>7)</sup> その過程としては、繰返し応力のもとで試験片

の表面層が動的ひずみ時効によって硬化し、表面層でのすべり変形に基づく表面き裂の発生が抑えられて表面破壊は起こりにくくなるが、その間に内部の介在物などの欠陥を起点としてき裂が発生し内部破壊になると考えられている。<sup>8)</sup>

しかし、2 段の S-N 曲線になったステンレス鋼の 700°C における疲労において、高寿命域での破壊が内部破壊であったかどうかは、具体的な事例をもって報告されていない。

そこで本章では、オーステナイトステンレス鋼を供試材とし 700°C において高サイクル疲労試験を行い、2 段の S-N 曲線における破壊形態を調べ、内部破壊を起こすのであればその起点を観察した。また、ステンレス鋼の 700°C における疲労試験中の硬化・軟化現象を確認するため試験中の試験片の変形挙動を調べた。これらの結果を踏まえ、オーステナイトステンレス鋼における 2 段 S-N 曲線について破壊形態との関連のもとに考察する。

## 2. 2 供試材と実験方法

供試材は既に疲労試験が行われ、S-N データや検討結果が報告されているステンレス鋼と同じヒートの SUS 321-B 鋼で、<sup>6),9)</sup> 化学成分、熱処理条件を表 2-1 に、機械的性質を表 2-2 に示す。

試験片は直径 8mm、長さ 25mm の平行部を有する平滑材で、その形状を図 2-1 に示す。平行部の表面最終仕上げは、600 番エメリー紙による軸方向研磨によった。

疲労試験は、電気抵抗加熱炉を有する 4 点曲げ回転曲げ疲労試験機（島津製作所製、クラウゼ型）を用い、試験温度 700°C、速度 100Hz で行った。当該試験機の全体写真を図 2-2 に示す。また試験応力は、2 段の S-N 曲線で高寿命側の結果を与える<sup>6),9)</sup> 150~170MPa において重点的に行った。なお、試験温度については、加熱炉に挿入した熱電対を用いて測定し、熱電対と温度制御装置を接続した上で、

試験片の温度が設定温度になるよう試験片近傍の雰囲気温度を制御した。<sup>5)</sup> 昇温は無負荷状態で回転しながら行い、設定温度に到達してから 2 時間後に負荷した。

本供試材の 700℃における疲労試験中の硬化・軟化の変形挙動を調べるため、加熱炉の外側にある荷重点のたわみの変化  $\delta$  を、回転曲げ疲労試験中に非接触式変位器 (Kaman 製, KD-2300) によって測定し、データレコーダー (キーエンス製, NR-1000) にて測定データを収集した。荷重点のたわみ計測の模式図を図 2-3 に示す。実際に硬化したかどうかを確認するため、疲労試験の後にマイクロビッカース硬さ試験機 (島津製作所製, HVM-1) を用いて、試験片断面の硬さ分布を調べた。

破面の形状観察には、光学顕微鏡 (キーエンス製, VH-8000) 及び電子線マイクロアナライザー (島津製作所製, EPMA-1610) の 2 次電子線による SEM 像を用いた。破壊起点部分の物質の同定には、あらかじめ試料を超音波洗浄機にて十分に洗浄した後、EPMA を用いて面分析を行った。

## 2. 3 結果及び考察

### 2. 3. 1 疲労試験結果と S-N プロット

疲労試験の結果を過去の試験結果<sup>6), 9)</sup> と合わせて図 2-4 に示す。過去の試験結果とは、本供試材料と同じヒートの SUS321-B 鋼に対する 700℃における回転曲げ疲労試験による結果で、2 段の S-N 曲線になることが示されている。なお、図中の矢印は繰返し数  $10^8$  サイクルまでに破断しなかった試験片を意味しており、その横の数字はそのような結果になった試験片が複数ある場合の本数を示している。本試験では重点的に低応力側の応力振幅のもとで疲労試験を行ったが、その S-N プロットは過去の S-N 曲線に載るものであった。

## 2. 3. 2 破面観察と破壊形態

破断した試験片の破面を肉眼で観察すると、疲労き裂の発生側の領域において試験片の表面近傍に小さな点が認められた。光学顕微鏡で観察すると、この小さな点は、応力振幅、疲労寿命領域に対応して、異なるタイプの破壊形態を示していた。以下、破壊の起点部を中心に、光学顕微鏡写真 (OM)、SEM 像 (SEM) として図 2-5 に示す。

1 番目のタイプは、高応力・低寿命域で破断した試験片の破面で、例を図 2-5(a) に示す。試験片表面に接するように小さな点が認められる。このタイプは、試験片表面を疲労き裂の発生の起点とするもので表面破壊の形態に分類されるものである。起点近傍の破面を詳細に観察すると、起点部を中心としてき裂が試験片中心方向及び円周方向へ放射状に進展した様相がうかがえる。

2 番目のタイプは、低応力・高寿命域で破断した多くの試験片に観察された破面で、図 2-5(b)、図 2-5(c)にその例を示す。図 2-5(b)では、表面より中心方向におよそ 100 $\mu\text{m}$  以内の表面直下に起点があり、起点を中心に表面に接する円形状のフィッシュアイが認められる。そしてその領域を中心に、き裂が試験片の円周方向及び中心方向に進展した様相が認められる。なお、光学顕微鏡写真においては、フィッシュアイの試験片表面側先端を中心としたやや着色された半円状領域が認められた。

図 2-5(c)では、破壊の起点は表面から深い位置にあり、大きなフィッシュアイが形成されている。フィッシュアイ形成後のき裂の進展としては、円周方向及び内部方向へほぼ放射状に進展したことを示す痕跡が認められる。

オーステナイトステンレス鋼の 700 $^{\circ}\text{C}$ における高サイクル疲労特性として認められていた 2 段の S-N 曲線について、低応力・高寿命域では 2 通りの破壊形態が観察された。一方は、図 2-5(c)に示されるように破面に大きなフィッシュアイが形成されるもので、表面破壊に対して明らかに内部破壊といえるものである。本

論文では、このような破壊形態を大きなフィッシュアイを伴う内部破壊と呼ぶことにする。もう一方は、図 2-5(b)に示されるような形態で、疲労破壊の起点が試験片の表面ではなく、表面のごく近傍、表面直下に存在するため、破面に小さなフィッシュアイを形成して、破壊に至る形態である。このような破壊形態は、表面破壊、内部破壊のいずれに分類するかは微妙であるが、本論文では、小さなフィッシュアイを伴う表面直下型の内部破壊として扱うことにする。なお、この 2通りの破壊形態が起こる疲労寿命領域においては、一方が高寿命側で起こり、他方が低寿命側で起こるといった傾向は明瞭には認められなかった。

これまで、ステンレス鋼に対する 700°C の回転曲げ疲労試験において S-N 曲線が 2 段になることは報告されていたが、<sup>5), 6)</sup> 低応力・高寿命域においてフィッシュアイを伴う内部破壊が認められるとの報告はなかった。過去の研究で内部破壊が見過ごされてきたのは、当時はまだ内部疲労破壊についての認識が浅かったことと、肉眼で見る限りフィッシュアイと気づく程大きなものでなかったことが挙げられるものと考えられる。

2 段 S-N 曲線の低応力・高寿命域においてフィッシュアイを伴う内部破壊が起こるという現象は、強度の高い鋼<sup>10)~12)</sup> やショットピーニング<sup>13), 14)</sup> などの表面強化処理を施した鋼などにおいて認められる現象で多くの報告がなされている。

しかし、本供試材のような固溶化処理されたオーステナイトステンレス鋼は、他の機械構造用鋼などに比べても引張強度は高くなく、また何らかの表面強化処理が施された状態でもなく、さらには 700°C といった高温環境において内部破壊が起こるということは、極めて興味のある現象である。なお、緒言において述べたように、低合金鋼における高温高サイクル疲労に見られる 2 段の S-N 曲線においても、低応力・高寿命域において内部破壊が起こっている<sup>7)</sup>ので、低合金鋼の高温高サイクル疲労における内部破壊との関連についても興味を持たれる点である。この点については、第 5 章で述べる。

### 2. 3. 3 破壊の起点

図 2-6 に図 2-5 で示した各破壊形態の破壊起点部分を拡大した SEM 像を示す。いずれの破壊形態の破壊の起点部には介在物のようなものが認められた。しかし高強度鋼などのフィッシュアイの起点に見られるような  $\text{Al}_2\text{O}_3$  や TiN などの単一の非金属介在物とは<sup>15)</sup> 様相を異にするものであった。

一例として、図 2-6(c)に示すフィッシュアイの起点部分に対して、EPMA を用いて面分析した結果としてのマッピング像を図 2-7 に示す。EPMA を用いた特性 X 線による面分析から得られるマッピング像は、元素濃度を 2 次元的にカラー分布表示することにより、分析対象とする元素濃度とその分布状況を把握することができる。<sup>16),17)</sup> 図 2-7 に示す破壊の起点部にある非金属介在物のマッピング像には、各元素のマッピング像に対応した X 線強度 (counts) を数値化して示してある。マッピング像において暖色系ほど X 線強度数値が高くその元素濃度が高いことを示している。なお、面分析に際しては、あらかじめ定性分析を行った上で、表 2-3 に示す本供試材に適した測定ビーム条件を求めた後、起点全体が観察視野内に最小限に納まるようにし、同表に示す測定エリアサイズを適時設定し慎重に面分析を行った。

起点全体を見ると直径  $40\mu\text{m}$  程の塊状をしており、その内部は複雑で、分析したどの場合にも、Al, Ca, Mg 及び合金元素である Ti が、N, C, O とともに検出されたことから、これら塊状をした物質は、Al, Ca, Mg の酸化物と Ti の炭窒化物が集合した状態と考えられる。

### 2. 3. 4 疲労試験中の変形挙動と硬化・軟化現象

曲げモーメント一定の条件下で行われる回転曲げ疲労試験中の試験片の繰返し硬化、繰返し軟化の変形挙動は、回転曲げ疲労試験機の荷重点のたわみ  $\delta$  の変化から知ることができる。その模式図を図 2-8 に示す。負荷荷重の小さな範囲では、

試験片と試験片以外のチャッキングロッドや回転軸等は弾性的な変形挙動を示すので、負荷荷重と荷重点のたわみの間には線形的な関係が成立し、試験片における曲げ応力分布は直線的になる。負荷荷重が大きくなると、試験片表面近傍には非弾性的なひずみが生じ、応力分布は直線関係から逸脱する。それに伴い荷重点のたわみについても、負荷荷重と荷重点のたわみの線形関係から逸脱することになる。非弾性的なひずみによってもたらされる荷重点の非弾性的たわみ成分  $\delta_p$  は、実際に試験中に測定される荷重点のたわみ  $\delta$  から、負荷荷重に対応する弾性的たわみ成分  $\delta_e$  を減ずることによって求めることができる。疲労試験中に非弾性的たわみ成分が増加することは試験片が繰返し軟化することを、非弾性的たわみ成分が減少することは試験片が繰返し硬化することを示すことになる。

なお、本試験に用いた試験機の構造及び平滑試験片平行部の形状から、試験片平行部最下点表面に 0.1% のひずみが生じる場合には、それによってもたらされる荷重点におけるたわみは 0.625mm になる。<sup>18)</sup>

700°C で行った回転曲げ疲労試験における応力の繰返しに伴う荷重点の非弾性的たわみ成分の変化を図 2-9 に示す。試験開始直後、応力繰返しに伴い非弾性的たわみ成分は若干増加する傾向を示すが、 $10^4$  サイクルオーダーの繰返し数以降では、非弾性的たわみ成分は繰返し数とともに著しく減少し、繰返し硬化現象の起こっていることを示している。 $10^7$  サイクルを超えるとその傾向は緩和され、逆にほんのわずかに非弾性的たわみ成分が増加する傾向も見られる。このような非弾性的たわみ成分の増加傾向は試験片の軟化傾向を捉えたものと考えられる。その後、非弾性的たわみ成分は一気に増加し、破断に至っている。この時点での非弾性的たわみ成分の一気の増加は、巨視的なき裂の進展に伴うものである。

なお、図 2-9 に示す荷重点の非弾性的たわみ成分の変化曲線において、瞬間的に見られるたわみの増減は、疲労試験機への不用意な接触などに伴う外乱によるものとも考えることもできるが、繰返し数をかけた増減については、それなりの意



味があるかと思われる。例えば、何らかの軟化現象が起こると塑性変形が繰返されてたわみは増加するが、塑性変形により転位が増加し、再度硬化挙動が現れることもあるかと考えられる。しかしこのようなことを実験的に確認することは極めて困難である。

図 2-9 に示される荷重点の非弾性的たわみ成分の減少は繰返し硬化現象の起きていることを示していると述べたが、実際に硬化したか否かは、疲労試験後の試験片の硬さを調べることによって確認することができる。疲労試験後の試験片の平行部及び掴み部の表面から中心方向への硬さ分布を図 2-10 に示す。処女材の硬さは  $170\text{HV}_{0.2}$  であった。試験片平行部では、高い応力を受ける表面近傍で硬さは最も大きくなり、繰返し応力が大きいほど硬化は顕著になることがうかがえた。700°C の高温におけるこのような硬化は、加工硬化と析出時効による硬化が相互に作用して生じたものと考えられる。繰返し応力が 0 (ゼロ) となる試験片平行部の中心部分及び大きな値の繰返し応力を受けない試験片掴み部の硬さは、 $180\sim 190\text{HV}_{0.2}$  と処女材の硬さよりも若干高くなっていた。これは高温に曝されることによる析出時効の硬化に相当するものと考えられる。このように硬さ試験によっても、700°C における疲労試験により試験片が硬化することが確認された。

しかし、疲労試験中の硬化の過程が荷重点の非弾性的たわみ成分の減少過程に沿うものかどうかは、疲労試験後の硬さを調べただけではわからない。

そこで疲労試験の途中の過程における硬さの変化を調べるために、疲労試験を中断した試験片を用意し、硬さを調べた。中断試験片の平行部の硬さ分布を図 2-11 に示す。10<sup>5</sup> サイクル、10<sup>6</sup> サイクルと繰返しの初期に硬化し、10<sup>7</sup> サイクルを超えると、硬化傾向は鈍くなっている。非弾性的たわみ成分の変化傾向と対応していることが確認された。しかし、高寿命域において認められた、荷重点の非弾性的たわみ成分の僅かな増加によって示された軟化傾向は、このような硬さ試験によっては確認することはできなかった。

## 2. 4 ステンレス鋼の 700°Cにおける 2 段 S-N 曲線と 内部破壊

ステンレス鋼の 700°Cにおける疲労においては、繰返し応力のもとでの加工硬化に加え、高温に曝されることによる Cr 炭化物などの析出による析出硬化により、<sup>5),6)</sup> 試験片は疲労試験中に硬化する。特に、高い応力を受ける試験片表面近傍は、中心部に比べ硬化の度合いが顕著になる。これらのことは疲労試験中の荷重点のたわみの測定や試験片の硬さ測定などから確認できた。

高応力下の疲労試験では、試験片が十分に硬化する前に、高い応力が作用する試験片表面で疲労き裂が発生するか、あるいは表面に非金属介在物などの欠陥があればそこからき裂が発生し、表面破壊となる。

低応力下の疲労試験では、破壊までに多くの応力の繰返しを要するので、その間に試験片表面近傍で硬化が進むことで、表面破壊が抑えられ、疲労限度が認められる S-N 曲線になる傾向が現れる。

しかし、長時間におよぶ試験により、繰返し応力による硬化は飽和し、析出による硬化は過時効により消失するので、<sup>19)</sup> 試験片としては軟化過程に入るものと思われる。このような軟化の要因が 700°Cにおける高寿命域での破壊をもたらし、2 段の S-N 曲線になるというのは既に指摘されていることであるが、<sup>5),6)</sup> 軟化現象の起ることを荷重点のたわみの変化から不十分ながらも捉えることができた。

そしてそこでの破壊は、表面直下を含め試験片内部の非金属介在物などの欠陥を起点とした内部破壊であることが明らかになった。したがって、高寿命域における破壊の要因としては、軟化の現象とともに、非金属介在物などの欠陥の存在も挙げなければならない。

このように考えると、高寿命域においても表面破壊の起る可能性が残されるが、表面破壊は観察されていない。高温における長時間におよぶ試験時間の経過に伴い、軟化現象の起る一方で、表面き裂が発生しても、進展を抑える何らかの機

構のあることが示唆される。

高寿命域において表面き裂の発生が抑えられている状況下であっても、表面直下には高い繰返し応力がかかり続けるため、そこに介在物などの欠陥があれば、疲労き裂が発生し、表面直下型の内部破壊となる。もし、表面直下に欠陥が存在しない場合には、作用応力は低下するが、より内部の欠陥を起点としてき裂が発生し、フィッシュアイを伴う内部破壊となると考えられる。

## 2. 5 結 言

ステンレス鋼の 700°Cにおける回転曲げ疲労特性として、2 段の S-N 曲線になることが報告されているが、そこでの破壊形態については明らかにされていない。本章ではオーステナイトステンレス鋼 SUS321-B に対して 700°Cにおいて回転曲げ疲労試験を行い、破壊形態を調べ、破壊形態との関連のもとに 2 段の S-N 曲線について検討し、以下の結果を得た。

- (1) 高応力・低寿命域での破壊形態は、破壊の起点が試験片表面にある表面破壊であった。低応力・高寿命域では、破壊の起点が試験片表面ではなく試験片内部にある内部破壊であった。
- (2) 内部破壊の場合、表面直下を起点とする場合と、表面から深い位置に起点があり、大きなフィッシュアイを形成する場合とがあった。
- (3) いずれの破壊形態においてき裂発生の起点は、単一の介在物ではなく、Al, Mg, Ca などの酸化物や、Ti の炭窒化物が集合した領域であった。
- (4) 疲労試験中における荷重点のたわみの変化から試験片の硬化・軟化現象を調べた結果、試験開始直後を除き試験片は著しく硬化するが、 $10^7$  サイクル以降の高寿命域において軟化の傾向が現れ始めることが認められた。
- (5) 2 段の S-N 曲線となるのは、疲労試験の初期の段階で試験片は硬化し、疲労限度が認められる S-N 曲線になるが、 $10^7$  サイクルを超える高寿命域になる

と軟化傾向が現れ、内部の欠陥からき裂が発生し、内部破壊を起こすためと考えられた。

- (6) 高寿命域において軟化するのであれば、表面破壊が起こることも考えられたが、表面破壊は認められなかった。このことから表面き裂が発生しても、き裂進展を抑制する機構のあることが示唆された。

## 参考文献

- 1) ステンレス協会, “ステンレス鋼便覧”, (1995) 日刊工業新聞.
- 2) ステンレス協会, “ステンレス鋼の科学と最新技術 –ステンレス鋼の 100 年の歩み–”, (2011) ステンレス協会.
- 3) 津田正臣, 根本力男, “耐熱ステンレス鋼の最近の進歩”, 第 151 回・第 152 回西山記念技術講座, (1994) 日本鉄鋼協会.
- 4) 独立行政法人物質材料研究機構 超鉄鋼研究センター センター室編, “近未来の鉄鋼材料を知る～高温・高圧用耐熱鋼 耐海水性耐食鋼～”, (2002) 独立行政法人物質材料研究機構.
- 5) 金澤健二, 吉田進, “オーステナイト・ステンレス鋼 SUS304B, 316B の回転曲げ高温疲労現象”, 材料, Vol.22, No.234, pp.257-264 (1973).
- 6) 金澤健二, 山口弘二, 吉田進, “オーステナイト・ステンレス鋼 SUS321-B, 347-B の回転曲げ高温疲労現象”, 材料, Vol.23, No.253, pp.835-841 (1974).
- 7) 金澤健二, 西島敏, “低合金鋼の高温における超高サイクル域の疲労破壊”, 材料, Vol.46, No.12, pp.1396-1401 (1997).
- 8) 金澤健二, 住吉功, 白木和祐, 杉本真優, “低合金鋼の高温高サイクル疲労におけるフィッシュアイ破壊”, 材料, Vol.56, No.1, pp.61-68 (2007).
- 9) S. Yoshida, K. Kanazawa, K. Yamaguchi, M. Sato, K. Kobayashi and N. Suzuki, “Elevated-temperature fatigue properties of engineering materials Part II”, Transactions of National Research Institute for Metals, Japan, Vol.20, No.1, pp.60-83 (1978).

- 10) 江村秀樹, 浅見克敏, “高強度鋼の疲労強度特性”, 日本機械学会論文集 A 編, Vol.55, No.509, pp.45-50 (1989).
- 11) 阿部孝行, 金澤健二, “高強度鋼の疲労強度と疲労き裂発生・進展”, 材料, Vol.40, No.458, pp.1447-1452 (1991).
- 12) 酒井達雄, 武田光弘, 塩沢和章, 越智保雄, 中島正貴, 中村孝, 小熊規泰, “高炭素クロム軸受鋼の広寿命域における特徴的回転曲げ疲労特性に関する実験的検証”, 材料, Vol.49, No.7, pp.779-785 (2000).
- 13) 森山三千彦, 永野茂憲, 皮籠石紀雄, 高木節雄, 長島悦一, “18%Ni マルエージング鋼の疲労強度に及ぼすショットピーニングの影響”, 日本機械学会論文集論文集 A 編, Vol.65, No.639, pp.2267-2273 (1999).
- 14) 魯連涛, 塩沢和章, “高炭素クロム軸受鋼の超長寿命疲労強度に及ぼすショットピーニングの影響”, 日本機械学会論文集 A 編, Vol.67, No.662, pp.1630-1638 (2001).
- 15) 斉藤誠, 伊藤幸生, “超清浄ばね鋼の特性について”, ばね論文集, Vol.1985, No.30, pp.11-19 (1985).
- 16) 加藤昭実, 戸谷恒夫, 土谷康夫, “電子プローブ・マイクロアナライザー”, (1998) 丸善出版.
- 17) 副島啓義, “電子線マイクロアナリシス”, (1987) 日刊工業新聞.
- 18) 金澤健二, 山口弘二, 吉田進, “SUS316 ステンレス鋼の高温疲れにおけるコーキング効果”, 科学技術庁金属材料技術研究所報告, Vol.18, No.1, pp.24-31 (1975).
- 19) 木下和久, 井原義人, 峯岸功, “高温用鋼の長時間加熱による諸特性の変化”, 日本鋼管技報, No.62, pp.531-558 (1973).

表 2-1 供試材 SUS321-B 鋼の化学成分 [mass%]と熱処理条件<sup>6),9)</sup>

C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Cu	Ti
0.05	0.73	1.57	0.031	0.017	9.45	17.90	0.03	0.37
熱処理条件：1050°C/30min → 水冷容体化処理								

表 2-2 供試材 SUS321-B 鋼の機械的性質<sup>6),9)</sup>

Temperature [°C]	R.T.	300	400	500	600	700
0.2% proof stress $\sigma_{0.2}$ [MPa]	221	153	156	152	142	119
Tensile strength $\sigma_u$ [MPa]	638	440	444	420	364	266
Elongation $\delta$ [%]	55.6	39.7	38.0	37.6	35.4	42.6
Vickers hardness [Hv]	153					

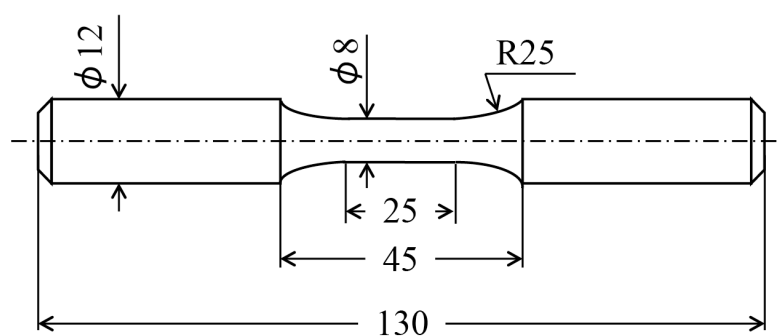


図 2-1 疲労試験片形状<sup>6),9)</sup>

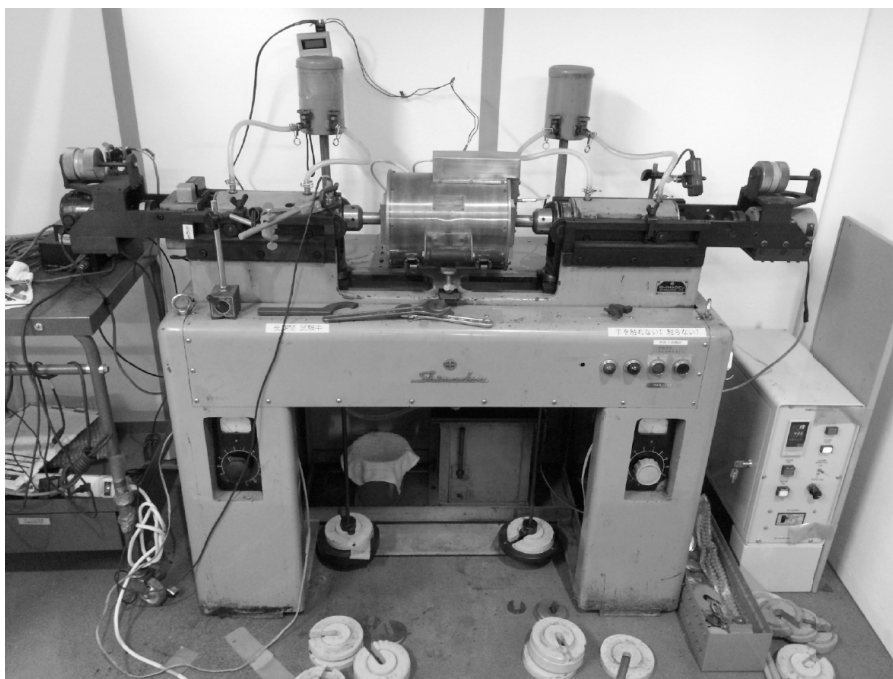


図 2-2 4点曲げ回転曲げ疲労試験機（島津製作所製，クラウゼ型）

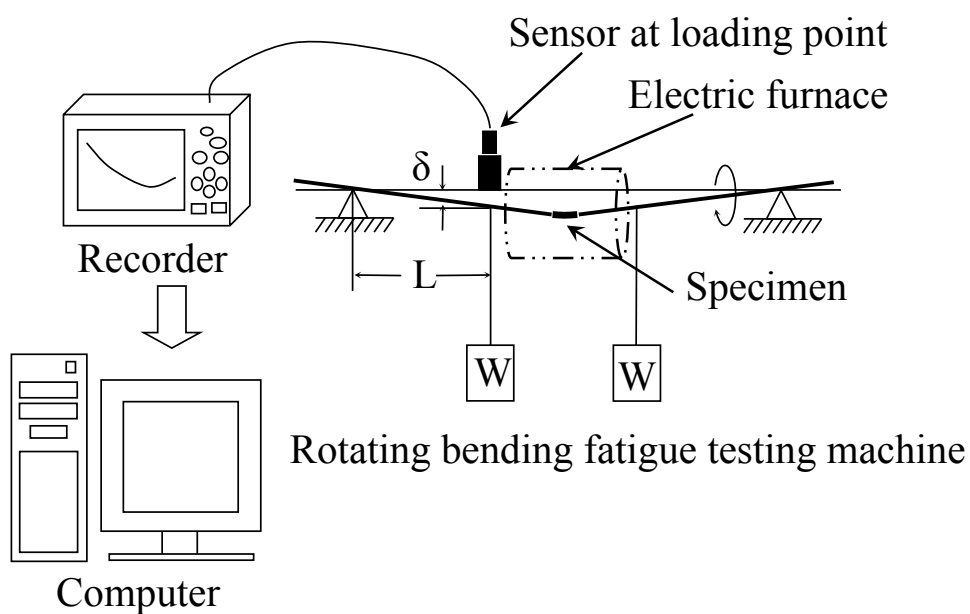


図 2-3 荷重点のたわみ測定方法と構成機器配置図

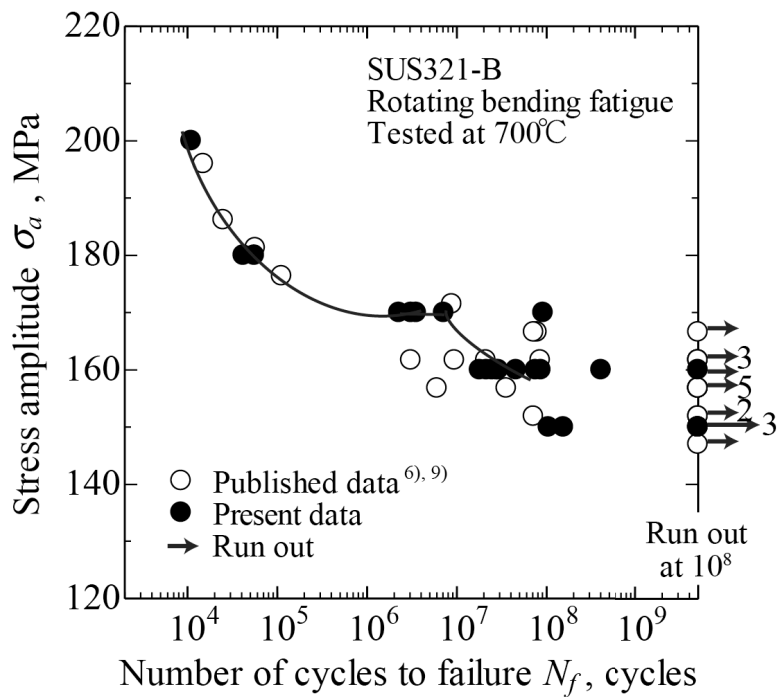
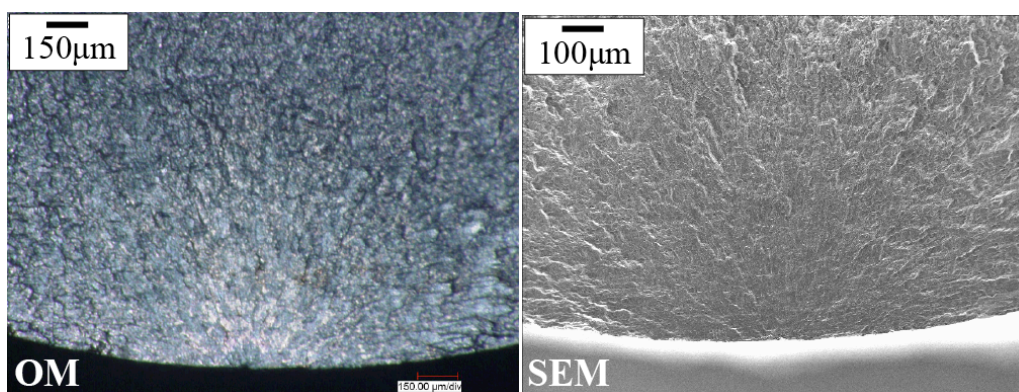


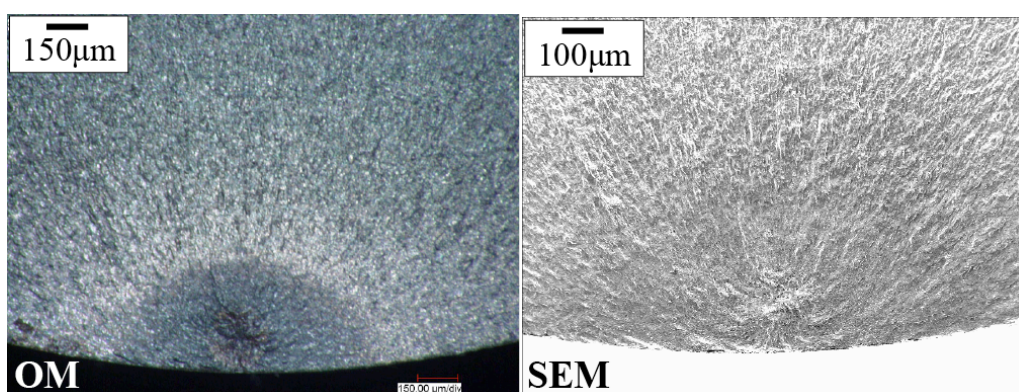
図 2-4 SUS321-B 鋼の 700°Cにおける回転曲げ疲労試験による S-N プロット





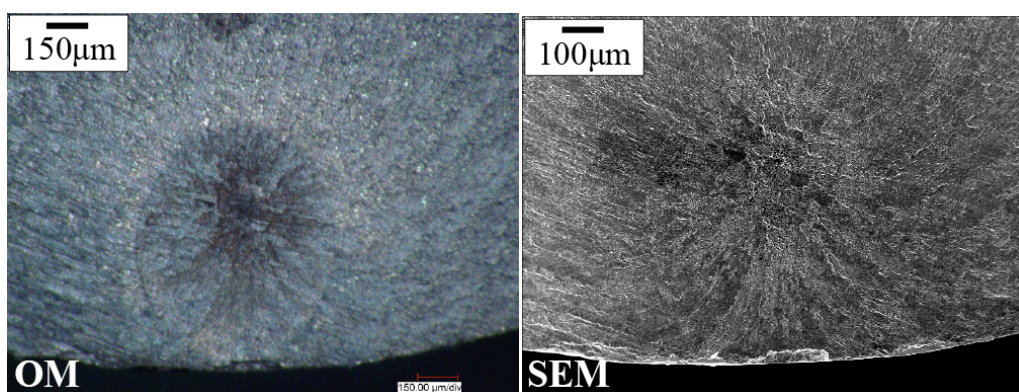
700°C,  $\sigma_a = 180\text{MPa}$ ,  $N_f = 5.57 \times 10^4$  cycles.

(a) 表面破壊



700°C,  $\sigma_a = 160\text{MPa}$ ,  $N_f = 2.91 \times 10^7$  cycles.

(b) 小さなフィッシュアイを伴う表面直下型の内部破壊



700°C,  $\sigma_a = 160\text{MPa}$ ,  $N_f = 7.54 \times 10^7$  cycles.

(c) 大きなフィッシュアイを伴う内部破壊

図 2-5 SUS321-B 鋼の 700°Cにおける回転曲げ疲労試験による破面の様相