

討28 二相ステンレス鋼の高温低サイクル疲労変形下での σ 相析出挙動

京都大学工学部 田村 今男、津崎 兼彰、牧 正志

1. 緒言

低サイクル疲労が問題となる鉄鋼材料においては、使用中に相変態や析出が σ こり組織が変化することが多くある。材料の組織変化は疲労寿命に大きな影響をおよぼすことが知られている⁽¹⁾。さらに相変態・析出は低サイクル疲労によって与えられる応力・歪によって促進され、無応力・無歪下とは異った挙動を示すことが考えられる。とれゆえ種々な相変態・析出挙動と低サイクル疲労変形との相互関係を明確にすることは、鉄鋼材料の材料設計に必要な基礎的知見を得る上でも、さらに応力や歪による相変態・析出の促進の機構を解明する上でも重要である。

我々は、この相変態・析出をともなう低サイクル疲労変形挙動の問題について一連の研究を行ってあり、これまでに SUS304 鋼における動的歪時効⁽²⁾、 M_0 -C 鋼における Mo_2C 析出⁽³⁾、準安定 γ 系ステンレス鋼におけるマルテンサイト変態⁽⁴⁾等の問題について報告してきた。本研究では、これらの一環として二相ステンレス鋼の $600 \sim 900^\circ\text{C}$ の範囲で観察される $\alpha \rightarrow (\sigma + \gamma^*)$ の粒界反応型不連続析出 (γ^* は新たに生成する γ) を取り上げ、その析出挙動におよぼす低サイクル疲労変形の影響、さらに低サイクル疲労寿命におよぼす σ 相析出の影響について検討したので、その結果を報告する。

2. 実験方法

本研究に用いた二相ステンレス鋼は SUS329J₂L² であり、その化学組成を Table 1 に示す。疲労試験片としては直径 22mm の熱間鍛造材より直径 5mm、平行部長さ 12mm の中実丸棒試験片を作成した。変形を施さない静的時効用としては $5 \times 5 \times 10 \text{ mm}$ の鋼片を用いた。熱処理としては、まず α -相域である 1300°C で真空中にて 70min の溶体化処理後油焼入れして平均結晶粒径約 1.3mm の α -相組織を得た。これを ($\alpha + \gamma$) 二相域である 1100°C で真空中にて 60min 保持後油焼入れして ($\alpha + \gamma$) 二相組織としたものを試験に供した。この試験出発材の光顕組織を Photo. 1 に示す。 α 粒界にフィルム状、 α 粒内に針状に γ 相が析出しており、 γ 相の体積率は約 40% であった。この試験出発材を用いて σ 相析出が σ こる 700°C で大気中にて低サイクル疲労変形を行い、適時試験を中断して光顕による組織観察および ($\sigma + \gamma^*$) 析出率を測定することによって析出挙動を観察した。析出率 χ は析出した ($\sigma + \gamma^*$) の体積率を初期 α 相体積率で割った値で定義し、その測定に際しては光顕組織写真を用いた点算法およびフェライトスコープを用いて透磁率測定より α 相体積率を求め α 相体積率の減少量から析出率に換算する2つの方法を併用した。

引張-圧縮低サイクル疲労試験は島津サーボパルサーを用いて全歪幅制御の完全両振三角歪波形にて行った。与える全歪幅は 0.5 ~ 1.5%、歪速度は $4.5 \times 10^{-4} \sim 4 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ の範囲で変化させ、析出挙動におよぼすそれぞれの影響を

Table 1. Chemical compositions of steel (mass%).

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



Photo. 1. Optical micrograph of α - γ two phase structure before the aging tests.

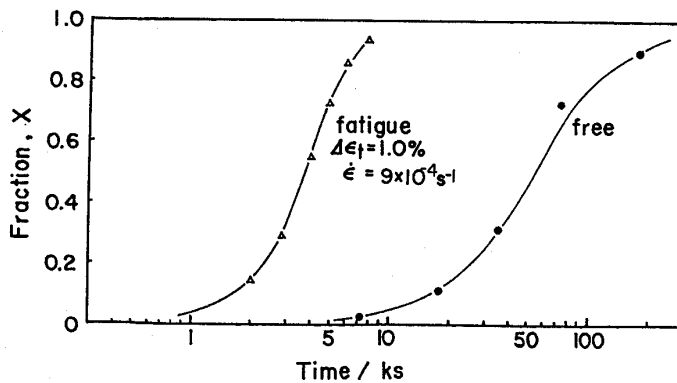


Fig. 1. Precipitation curves in the free and the fatigue aging tests at 700°C.

観察した。以下静的時効（図中では free と示す）に対して低サイクル疲労変形下での時効を疲労下時効（図中では fatigue と示す）と呼ぶ。

3. 実験結果および考察

3-1 σ相析出挙動におよぼす低サイクル疲労変形の影響

Fig. 1 に 700°C での静的時効および疲労下時効における析出曲線を示す。縦軸は前節で定義した析出率 X 、横軸は時効時間である。疲労変形の条件は全歪幅 1%、歪速度 $9 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ である。疲労下時効の析出曲線は静的時効と比べて短時間側にあり、析出は大きく促進されている。析出率 X が 0.5 に達する時間 $t_{0.5}$ で比較すると、静的時効で約 60 ks、疲労下時効で約 4 ks であり、低サイクル疲労下では σ 相析出が 10 倍以上にも促進されていることがわかる。Fig. 2 に疲労下時効における σ 相析出速度におよぼす歪速度 (Fig. 2(a)) および全歪幅 (Fig. 2(b)) の影響を示す。歪速度および全歪幅ともに増加する程 σ 相析出は促進されている。 $t_{0.5}$ と歪速度 ($\dot{\epsilon}$) および全歪幅 ($\Delta \epsilon_t$) の関係を求めると $t_{0.5} = k_1 \dot{\epsilon}^{-0.33} \Delta \epsilon_t^{-0.63}$, k_1 : 定数 (1) の関係が得られ、析出促進には全歪幅の効果がより大きいことがわかる。以上の結果より、700°C で低サイクル疲労変形を施すと、その 1 回に与える歪量は 1% 程度と小さいにもかかわらず σ 相の析出は大きく促進され、その程度は歪速度および全歪幅が大きい程著しいことが明らかとなった。

Photo. 2 に静的時効と疲労下時効における析出初期の光顕組織の 1 例を示す。疲労変形の条件は全歪幅 1%、歪速度 $9 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ である。黒く腐食されているのが (σ+γ*) ノジュールである。ここで注目すべきことは、共に析出率 X が 0.19 と同じ条件において疲労下時効 (Photo. 2(b)) では静的時効 (Photo. 2(a)) と比べて観察される (σ+γ*) ノジュールの数が多く個々のサイズが小さいことである。このことは疲労変形によって析出の核生成速度が成長速度と比べてより促進されていることを示している。Fig. 3 に両時効で観察された最大の (σ+γ*) ノジュール半径の時効時間にもなう変化を示す。両時効においてノジュール半径は時効時間に対して共に直線的に増加している。この傾きより成長速度を求めると静的時効で約 $3 \mu\text{m}/\text{ks}$ に対し、疲労下時効では約 $15 \mu\text{m}/\text{ks}$ と 5 倍に増加している。以上の結果より、疲労変形によって σ 相析出の核生成速度および成長速度はともに増加することが明らかとなった。

体積変化をとともなう析出の核生成速度は外力の影響を受けることが知られている。体積収縮をとともなう σ 相析出に関しては大田口と小口⁽⁵⁾ の Fe-Cr 合金での研究があり、σ 相の析出速度は 900 MPa と大

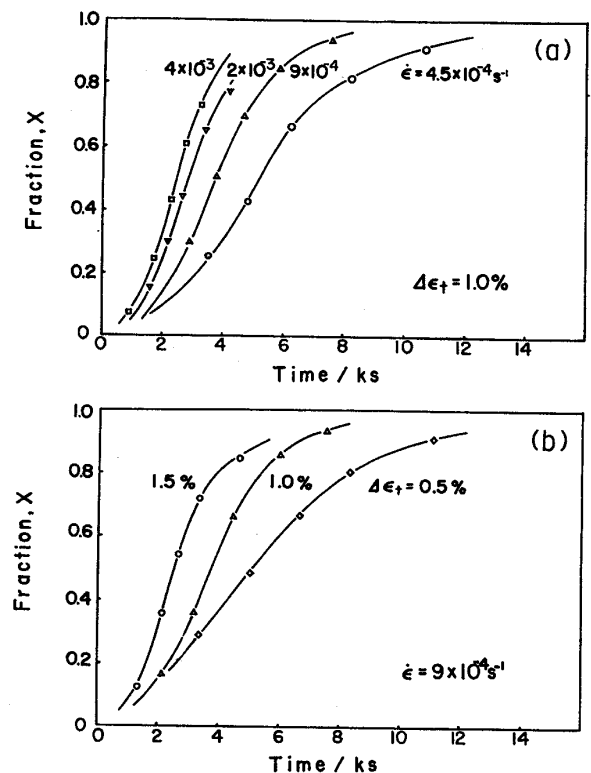
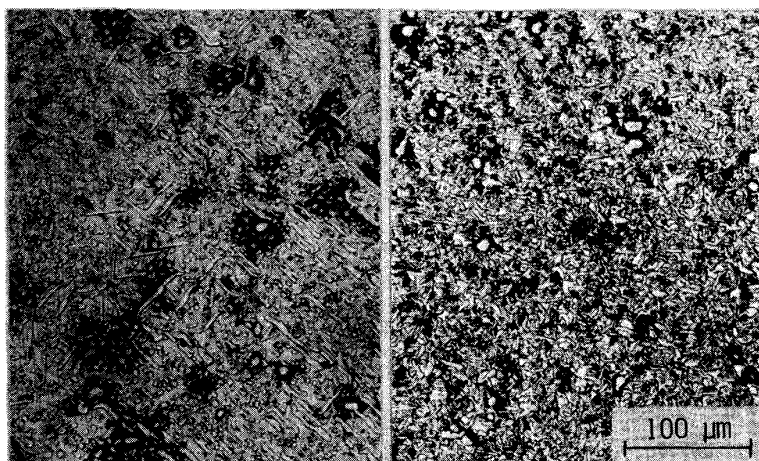


Fig. 2. Effects of strain rate (a) and total strain range (b) on the precipitation rate in the fatigue aging tests at 700°C.



(a) free: $t=18$ ks, $X=0.19$ (b) fatigue: $t=2.7$ ks, $X=0.19$

Photo. 2. Optical microstructures of the early stage of the precipitation in the aging tests at 700°C.

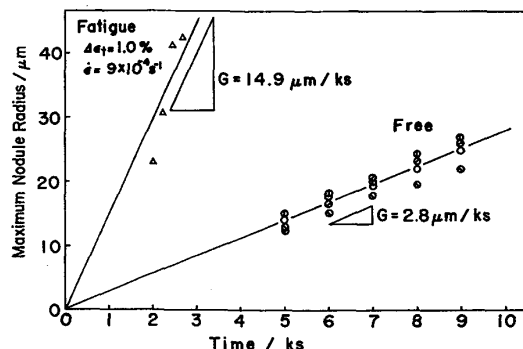


Fig. 3. Maximum radii of $(\sigma + \gamma^*)$ nodules in the fatigue and the free aging tests as a function of the aging time at 700°C.

きは静水圧下で初めて2倍程度の促進が認められると報告している。本研究の場合も圧縮応力が試験片に与えられるが、後で示すように (Fig. 5) その値は約200 MPaと小さい。一軸応力でしかも900 MPaと比べて小さな値であったにもかかわらず、約10倍という大きな析出促進が観察されたことから、本研究における σ 相析出促進には応力自身の効果よりもむしろ塑性歪の効果が大さいと考えられる。

σ 相の析出は時刻前に加工を施すことによって促進されることは良く知られている。そこで前疲労変形の影響を検討するために室温で全歪幅1%、歪速度 $9 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ の疲労変形を繰返し数300回与えた試験片を700°Cで静的時刻したが、 σ 相析出速度は無加工材と差がなく析出の促進は観察されなかった。さらに前疲労変形の影響を検討するために、まず700°Cで全歪幅1%、歪速度 $9 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ の条件の疲労下時刻を2.7 ks (疲労の繰返し数120回) だけ行い、その後700°Cで静的時刻を行ったときの析出挙動を観察した。その結果をFig. 4に示す。疲労変形を中断することによってその後の析出が著しく遅れているのがわかる。以上の結果より、全歪幅1%程度の前疲労変形は変形歪度によらず σ 相の析出速度に大きな影響はおよぼさず、本研究で観察された析出促進には時刻歪度で動的に与えられる繰返し塑性歪が重要な働きをしていると考えられる。

3-2 低サイクル疲労寿命におよぼす σ 相析出の影響

700°Cでの低サイクル疲労変形 (全歪幅1%、歪速度 $9 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$) における引張側応力振幅の繰返し数にともなう変化をFig. 5に示す。図中には比較のために σ 相析出の遅い600°Cでの結果も示してある。まず700°Cでの結果をみると、疲労初期の繰返し数約30回までは応力はほぼ一定であるが、その後 σ 相の析出によって応力は急激に上昇し、340回で脆性的に破断した。破断時の析出率 X は0.93であった。これに対して σ 相析出の遅い600°Cでは、約100回から応力が徐々に増加してピークを示した後、疲労クラックの伝播により応力は徐々に低下し950回で破断した。破断時の析出率 X は0.04と小さかった。このことより σ 相析出が顕著におこる700°Cでは、 σ 相析出によって応力は急激に増加し、破断は疲労クラック

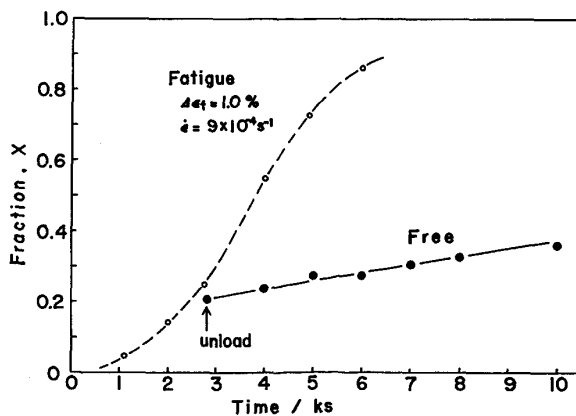


Fig. 4. Precipitation curve in the free aging test at 700°C of the pre-fatigue aged specimen for 2.7 ks at 700°C.

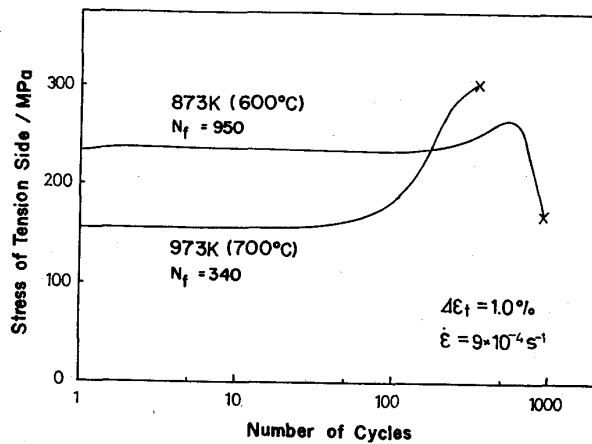


Fig. 5. Change in the stress amplitude with the number of cycles in the fatigue tests at 700 and 600°C.

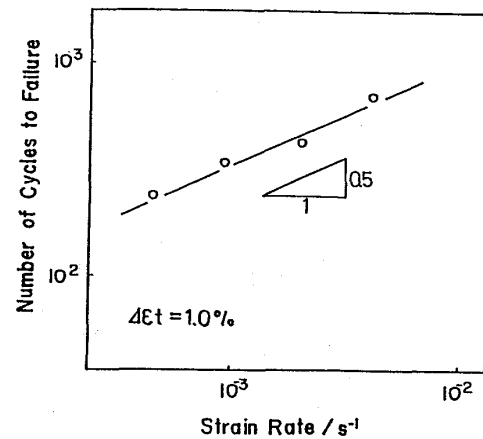


Fig. 6. Effect of the strain rate on the low-cycle fatigue life at 700°C.

7のマクロな伝播をとまなわずに脆性的におこり寿命を著しく低下させることがわかる。

Fig. 6に700°Cで全歪幅1%の疲労変形を行ったときの寿命におよぼす歪速度の影響を示す。歪速度の減少とともに寿命は低下しており、通常の高周波疲労寿命の歪速度依存性を示している。しかし、図中の直線の傾きで表される歪速度依存性の程度は約0.5であり、 σ 系ステンレス鋼などで報告されている値約0.1と比べて大きい値を示すのが特徴である。Fig. 7に700°Cで種々の条件で疲労変形を行ったときの破断時の析出率 X と寿命の関係を示す。破断はいずれの条件でもFig. 5で示したように脆性的に起った。破断時の析出率 X は試験条件($\Delta\epsilon_t$, $\dot{\epsilon}$)および寿命に関係なく0.75~0.95の値を示している。すなわち700°Cでの寿命は σ 相析出挙動に支配されており析出率が一定の値(約0.85)に達したときに脆性的に破断したものと考えられる。そこで、繰返し数 N 回に要する時間 $t = (2\Delta\epsilon_t / \dot{\epsilon})N$ の関係と(1)式を用いて一定析出率 X に達する繰返し数 N_X の歪速度依存性を求めると

$N_X = k_2 \dot{\epsilon}^{0.67} \Delta\epsilon_t^{-1.63}$, k_2 : 定数 (2) を得る。 $\dot{\epsilon}$ の指数は0.67であり、Fig. 6で示した疲労寿命の大きな歪速度依存性が説明できる。

以上の結果より、低サイクル疲労挙動は σ 相析出により大きな影響を受け、特に700°Cでの寿命は σ 相析出 kineticsによって支配されることが明らかとなった。

(文献)

- (1) 例えば E. A. Starke, Jr. and G. Lütjering: "Fatigue and Microstructure", ASM Materials Science Semin., Metals Park, OH (1978) p. 205.
- (2) K. Tsuzaki, T. Hori, T. Maki and I. Tamura: Mat. Sci. and Eng., 61 (1983) 247.
- (3) K. Tsuzaki, M. Minato, T. Maki and I. Tamura: Proc. of Intl. Conf. on Martensitic Transformation, ICOMAT'86, Nara (1986) in press.
- (4) K. Tsuzaki, E. Nakanishi, T. Maki and I. Tamura: Trans. ISIJ, 23 (1983) 834.
- (5) 太田口 純、小田 醇: 日本金属学会誌, 45 (1981) 620.

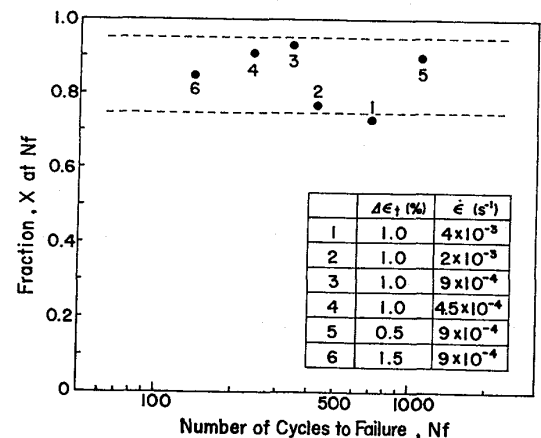


Fig. 7. Precipitation fraction X at N_f in the various test conditions at 700°C.