

(様式第4号)

## 水素チャージを施したオーステナイト系ステンレス鋼の 疲労破面におけるマルテンサイト変態相の測定

### Measurement of martensitic transformation at the fracture surface of hydrogen-charged austenitic stainless steels

松永 久生<sup>\*1</sup> 野田 浩史<sup>\*2</sup>  
Hisao Matsunaga Hiroshi Noda

<sup>\*1</sup> 福岡大学 <sup>\*2</sup> 福岡大学大学院

<sup>\*1</sup> Fukuoka University <sup>\*2</sup> Graduate school of Fukuoka University

#### 1. 概要

水素チャージを施したオーステナイト系ステンレス鋼 SUS304 の疲労破面におけるマルテンサイト変態相の分布測定を、幅 0.05 ~ 0.3 mm のビームを用いて行った。破面全体にわたって  $\epsilon$  マルテンサイトは検出されず、 $\alpha'$  マルテンサイトのみが検出された。疲労破壊起点からの距離とともに、 $\alpha'$  のピークは相対的に増大した。これは、疲労き裂進展に伴ってき裂先端の塑性変形量が増大したことによるものと考えられる。

Distribution of martensitic transformation on a fatigue fracture surface of hydrogen-charged SUS304 stainless steel was measured by using the beam of 0.05-0.3 mm in width. No peak of  $\epsilon$  martensite was observed all over the fracture surface. On the other hand, the peak of  $\alpha'$  martensite was observed, which was increased with the distance from fracture origin. It seems likely that the increase in  $\alpha'$  martensite was due to an increase in the plastic deformation at crack tip.

#### 2. 背景と研究目的：

近年、地球環境温暖化や化石燃料枯渇を背景として、水素を利用した燃料電池システムが注目されている。同システムでは、水素貯蔵・供給機器における各種部材が高圧水素環境に曝される。水素は金属材料中に容易に進入し静的強度や疲労強度を低下させるため、システムの安全を保証するために水素環境中における材料強度の把握が緊急の課題となっている。

疲労強度に及ぼす水素の影響については、種々の材料についてデータが取得され候補材料の選定が進んでいる。例えば、水素配管などへの使用が想定されるオーステナイト系ステンレス鋼の疲労強度については、SUS316LがSUS304よりも耐水素性に優れることが報告されている<sup>(1)</sup>。この原因として、繰返し塑性変形により生じるマルテンサイトの変態量の違いが、水素の拡散速度に影響を与えることが指摘されている<sup>(2)</sup>。しかし、水素がオーステナイト系ステンレス鋼の疲労過程における相変態に及

ぼす影響については不明な点が多い。

本実験では、水素チャージを施した SUS304 疲労破面のマルテンサイト変態相の分布を X 線回折により調べ、水素濃度の違いによるマルテンサイト変態の差の検出を試みた。

#### 3. 実験内容：

供試材は準安定オーステナイト系ステンレス鋼 SUS304 溶体化処理材である。陰極チャージにより水素を侵入させた試験片の引張圧縮疲労試験を応力振幅  $\sigma_a=320$  MPa、応力比  $R=-1$  で行い、繰返し数  $N=8.1 \times 10^3$  cycles で疲労破壊した疲労破面 (直径 8.5 mm) について測定を行った。

測定には、BL15 の  $2\theta$ - $\omega$  タイプのゴニオメータとシンチレーションカウンタを用いた。ビーム波長は、1.79 Å、 $2\theta$  の測定範囲は、50 ~ 62° とした。入射ビームと回折ビームの減衰を抑えるために適宜 He パスを使用した。可動スリットにより入射ビームの幅を 0.05 mm または 0.3 mm に、高さを 0.3 mm に調整した。

ビーム照射位置決めは、半割りにより行った。

#### 4. 結果、および、考察：

図1に、疲労破面上の破壊起点からの各距離における回折ピークを示す。各測定で測定時間が異なるため、回折ピークの高さはバックグラウンドの平均値で無次元化している。破壊起点からの距離  $a$  の増加とともに、基底組織であるオーステナイト( $\gamma$ 相)のピークに対して $\alpha'$ マルテンサイトのピークが相対的に増大した。これは、疲労き裂進展とともにき裂先端の塑性変形量が増大したことによるものと考えられる。

一方、水素チャージを施した試験片で発生することが報告されている $\varepsilon$ マルテンサイトは本実験では観察されなかった。試験片には336 hoursの水素チャージを施したが、同様の水素チャージを施した試験片を用いた過去の調査で、深さ約40~50  $\mu\text{m}$ の表面層に水素の濃化領域が存在することがわかっていて、よって、幅0.05 mmのビームを用いた  $a=0$ の位置の測定では、ビームは主に水素の濃化領域に照射されたとことになるが、この領域においても $\varepsilon$ マルテンサイトのピーク( $2\theta = 56^\circ$ 付近)は検出されなかった。確認のために同じ試験片の側面部分(試験片表面)において同様の測定を実施したところ、 $\alpha'$ マルテンサイトのピークとともに $\varepsilon$ マルテンサイトのピークが検出された。

#### 5. 今後の課題：

細束ビームを高濃度の水素を含む表面層のみに照射することにより、 $\varepsilon$ マルテンサイトの検出を予想していたが、 $\alpha'$ マルテンサイトのみが検出された。一方、同じ試験片の側面部分の測定では、 $\alpha'$ と $\varepsilon$ の両相が検出された。

これらの結果は矛盾しているようにも見受けられるが、原因については現時点では不明である。今後、今回の測定結果について、電子線などを用いて他の角度からも確認する予定である。

#### 6. 論文発表状況・特許状況

特になし(2007年11月10日現在)。

#### 7. 参考文献

- (1) Murakami, Y. and Matsunaga, H., *Int. J. Fatigue*, Vol. 28 (2006), pp. 1509-1520.
- (2) Murakami, Y., *NSK Technical Journal*, Vol. 681 (2006), pp. 5-10.

#### 8. キーワード

・SUS304 ステンレス鋼

ステンレスの代表的鋼種。基底組織はオーステナイト( $\gamma$ 相, fcc)である。塑性変形を与えることにより、 $\gamma$ 相の一部は常温でより安定な $\alpha'$ マルテンサイト(bcc)や $\varepsilon$ マルテンサイト(hcp)に変態する。

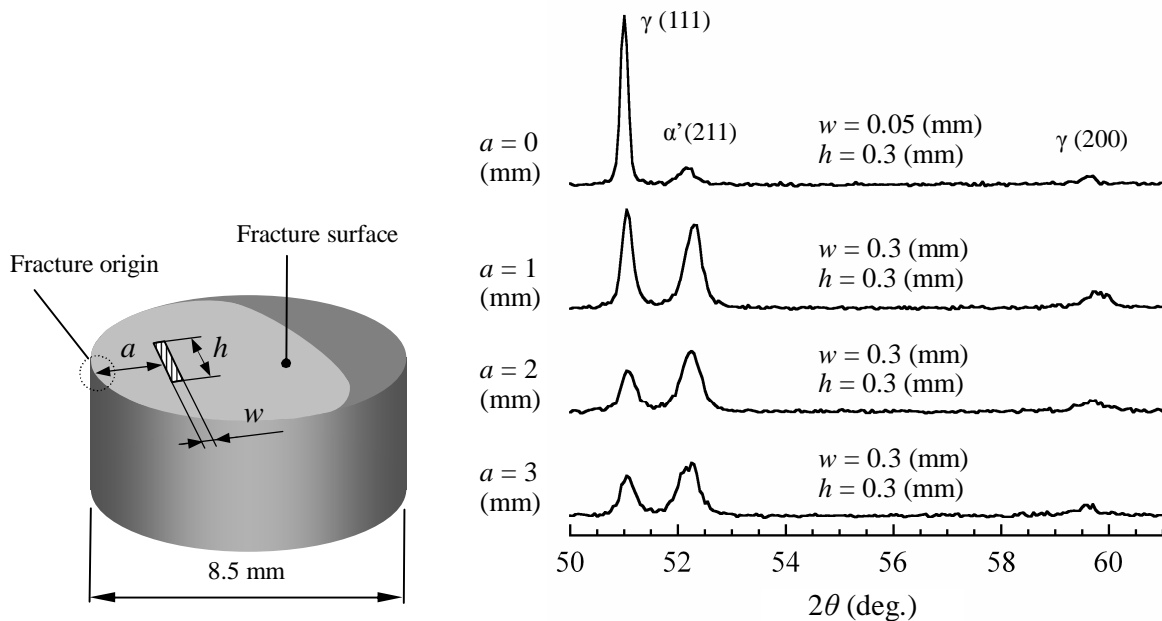


図1 SUS304水素チャージ試験片疲労破面上の疲労破壊起点からの各距離における回折ピーク

