課題番号: 071268N

(様式第4号)

# 高圧水素ガスに暴露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測定

Measurement of martensitic transformation at the fracture surface of austenitic stainless steel SUS304 exposed to a high pressure hydrogen gas

松永 久生<sup>\*1</sup> 峯 洋二<sup>\*2</sup> 野田 浩史<sup>\*3</sup> Hisao Matsunaga<sup>\*1</sup> Yoji Mine<sup>\*2</sup> Hiroshi Noda<sup>\*3</sup>

\*1 福岡大学 \*2 九州大学 \*3 福岡大学大学院

\*1 Fukuoka University
\*2 Kyushu University
\*3 Graduate school of Fukuoka University

## 1.概要

高圧水素ガスに曝露したステンレス鋼 SUS304を疲労破壊させ,破面におけるマルテンサイト変態の分布を細束 X 線により測定した.表面からの深さとともに, $\gamma$  相のピークが増大するという結果が得られた.これにより,水素が相変態に何らかの影響を及ぼしたことが示唆された.

A fatigue specimen of SUS304 stainless steel was exposed to a high pressure hydrogen gas, and then the specimen was broken in a fatigue test. Distribution of martensitic transformation was measured with a narrow X-ray on the fracture surface. The peak of  $\gamma$ - phase was increased with the depth from specimen surface. The result implied that hydrogen had some influence on the phase transformation.

## 2.背景と研究目的:

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強度を低下させることから, 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.

水素配管やばね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では,水素による疲労強度低下に及ぼす因子として,繰返し応力負荷により生じるマルテンサイト変態が指摘されている<sup>(1,2)</sup>.しかし,水素が同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,高圧水素ガスに曝露して水素を侵入させた SUS304 ステンレス鋼を疲労破壊させ,疲労破面におけるマルテンサイト変態の分布を調べた.結果を水素曝露していない試験片のものと比較することにより,水素がマルテンサイト変態に及ぼ

す影響の解明を試みた.

## 3.実験内容:

供試材はオーステナイト系ステンレス鋼SUS304である. 試験部直径約3.5 mmの疲労試験片を55 MPa,110°Cの水素ガス環境中に200時間曝露して材料中に水素を侵入させた.その後,試験片を大気中に取り出し,引張圧縮疲労試験を行って疲労破壊させた. 試験条件は,き裂長さが3 mmに達するまでは応力振幅 $\sigma_a$ =280 MPa,応力比R=-1,繰返し速度0.3 Hzとし,き裂長さが3 mmに到達して以降は $\sigma_a$ =140 MPa,応力比R=0,繰返し速度0.3 Hzとした. 破断までの総繰返し数は,1.18×10 $^4$  cyclesであった.

X線回折には、BL15の2θ-ω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,2θの測定範囲は49~55°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0.1 mmに、高さを0.2 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、図1に、測定条件と測定位置を示す、破断起点から円周方向に $45^\circ$ 離れた位置で、表面からの深さを $0 \sim 0.5 \text{ mm}$ の範囲で0.1 mmあきに変化させて回折ピークを調べた。

## 4. 結果、および、考察:

図2に,各試験片の各深さにおける回折ピークを示す.回折ピーク強度は入射ビーム強度で無次元化してある.

未曝露材では、 $\gamma$ 相と $\alpha$ ′相のピーク共に深さによらずほぼ一定であった。これに対し、水素ガス曝露材では、内部にいくにつれて $\gamma$ 相のピークが増大した。測定を行った試験片表面付近では、表面から内部にかけて水素濃度勾配が存在しており、このことが回折ピークの変化の原因であると考えられる。

## 5.今後の課題:

水素ガス曝露材では、深さとともに水素濃度が減少することから、 $h=0.5~\mathrm{mm}$ 程度の位置では、回折ピークは未曝露材のものに近づくことが予想された、しかし、実際には深さhが大きい位置ほど、両材間

で特に $\gamma$ 相のピークに大きな違いが見られた.この理由は現時点では不明である.今後,他の回折面についての測定や本実験結果の再現性などについてさらに実験を行い,現象の理解を進めていきたい.

## 6. 論文発表状況・特許状況

なし

## 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.基地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  $\alpha$ でルテンサイト(bcc)や $\epsilon$ マルテンサイト(hcp)に変態する.

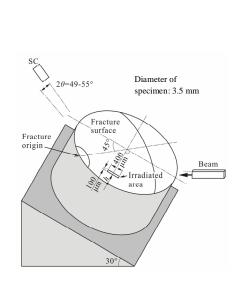
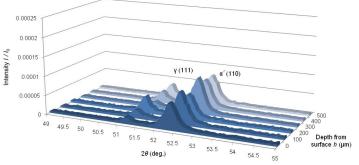
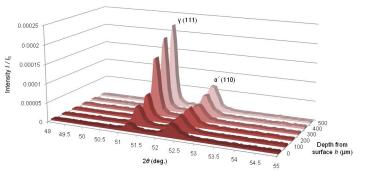


図1測定条件と測定位置



#### (a) 未曝露材



(b) 水素ガス曝露材

図 2 SUS304 未チャージ材と水素チャージの 疲労破面上における回折ピークの分布