

Table 1. Chemical composition and mechanical properties of the specimen.

Chemical Composition (%)	C	Si	Mn	P	S	Cu	Ni	Cr	Mo	B	N	Fe	Tensile Strength kg/mm ²	Elongation %	Hardness (H _R B)
specimen	0.06	0.56	1.63	0.024	0.007	0.024	13.10	16.60	2.24	0.0009	0.026	Bal.	59	58	79
standard	<0.08	<1.00	<2.00	<0.040	<0.030	—	10.00 ~14.00	16.00 ~18.00	2.00 ~3.00	—	—	Bal.	>52	>45	<90

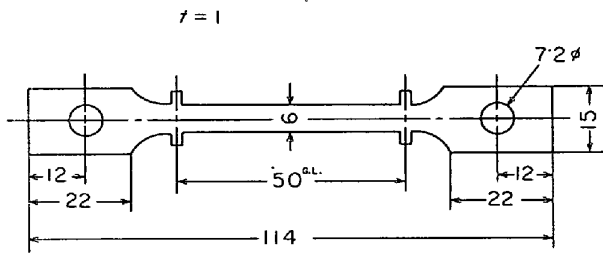


Fig. 1. Creep specimen (mm).

なお機械的性質についても併記した。

500 kg を真空溶製した板厚 2.0 mm の熱間圧延板を用いて、1100°C における溶体化処理、冷間圧延をくり返して、最終の圧延率は 0, 5, 10, 20, 30%, 板厚 1.0 mm の冷間圧延板を製作した。この板の圧延方向を長手方向として Fig. 1 に示すような形状をもつクリープ試験片に仕上げた。

クリープ試験は大気中で東京衡機製試験機 (1 トン) でおこない、伸びはダイヤルゲージで測定した。クリープ試験温度は 650, 750°C とした。650°C は現在日本における高速増殖炉で考慮されている設計最高温度である。ステンレス鋼が原子炉内で中性子照射を受けた場合に生ずるヘリウムに起因する延性の低下は、試験温度が約 600°C 以上になると認められ、高温になるほど顕著になる⁷⁻⁹⁾。しかし、あまり高温では実用上の意味がなくなるので高温側の温度として 750°C を選んだ。クリープ応力は被覆材に考慮されている 15 kg/mm² およびそれ以下とした。金属組織を検討するため、非被壊でか

つ連続的な測定が可能である X 線回折を利用した。すなわち、所定時間クリープ変形をおこなった試料を室温まで冷却後除荷し、Co 管球を使って、30KV, 10mA の条件で X 線回折をおこなった。また光学顕微鏡観察および硬さ測定を併用した。

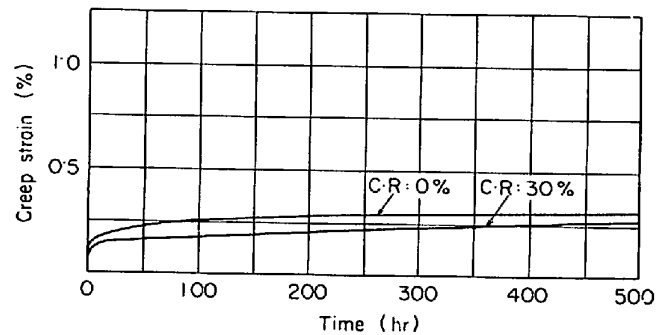


Fig. 2. Creep curves of 316 stainless steel at 650°C under a stress of 8 kg/mm².

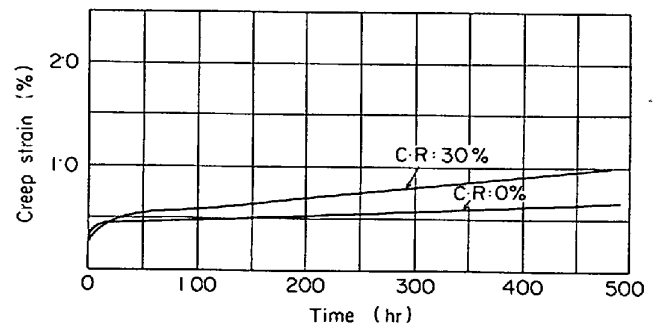


Fig. 3. Creep curves of 316 stainless steel at 750°C under a stress of 8 kg/mm².



(a) cold-rolled to 0%

(b) cold-rolled to 30%

Photo. 1. Photomicrographs of cold-rolled specimens.

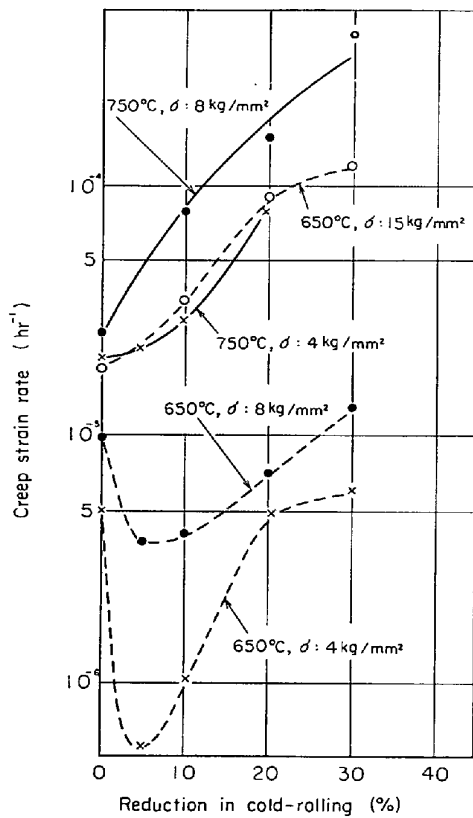


Fig. 4. Effect of cold-rolling on the creep strain rate of 316 stainless steel.

3. 結 果

Photo. 1 にクリープ試験前における溶体化処理材と加工材の光学顕微鏡組織を示す。(a)で黒く認められるのは圧延方向に沿った介在物であり、炭化物は十分固溶さいると思われる。(b)の 30% 加工材では冷間圧延による変形模様が認められる。なお、平均結晶粒の大きさは各試料とも 40 μ である。

Fig. 2 に一例として、温度 650°C、応力 8 kg/mm² の条件におけるクリープ曲線を示す。この範囲では加工材の方がクリープ歪は小さいが、クリープ歪速度はやや高い値を示している。Fig. 3 に 750°C、8 kg/mm² の場合の曲線を示す。650°C の場合とは違って加工材の方がクリープ歪、クリープ歪速度ともに大きい。Fig. 2, 3 に示したようにクリープ歪速度は冷間加工度の影響を受けるので、加工度に対するクリープ歪速度の変化を Fig. 4 に示す。まず温度 650°C の場合、応力 4 kg/mm² では冷間加工度 5% でクリープ歪速度は極小を示している。また、応力 8 kg/mm² の場合にも同加工度で極小となっている。この極小が存在する傾向はクリープ応力の増加とともに少なくなり、応力 15 kg/mm² では加工による極小は認められない。このように 650°C におい

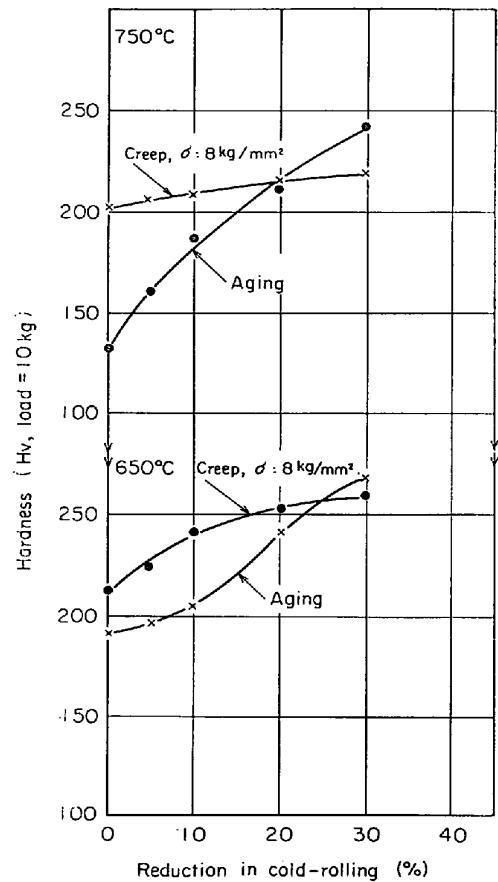


Fig. 5. Effect of cold-rolling on the hardness of 316 stainless steel after creep or aging for 500hr.

てはクリープ歪速度を極小にする適当な冷間加工度が存在することがわかった。MAZZA ら¹⁰⁾ は 316 ステンレス鋼に関して、温度 600°C、応力 30 kg/mm² のクリープ試験において、溶体化処理材と 25% 加工材を比べ、後者のクリープ歪速度は前者の約 1/2 となるが、迂り帯への炭化物の析出がその原因であるとしている。つぎに温度 750°C、4 および 8 kg/mm² の場合には、このような加工による極小は認められず、冷間加工度の増加とともにクリープ歪速度は大きくなっていくことがわかる。Fig. 5 にこのようなクリープ歪速度を求めた範囲内である 500hr のクリープ変形を与えた試料の硬さにおよぼす加工の影響を示す。比較のため加工後応力なしの時効をおこなったものの硬さも示した。温度 650°C では、加工度 30% の場合を除き、クリープしたものの方が高い硬さを示す。両者の硬さの差は加工度が 5~10% の範囲で顕著である。これは Fig. 4 でこの範囲の加工度におけるクリープ歪速度が極小を示していることに対応するものと思われる。すなわち、クリープによる硬化が大きいときにクリープ歪速度が小さくなっている。750°C においては、加工度 0% でクリープ材と時効材の硬さの

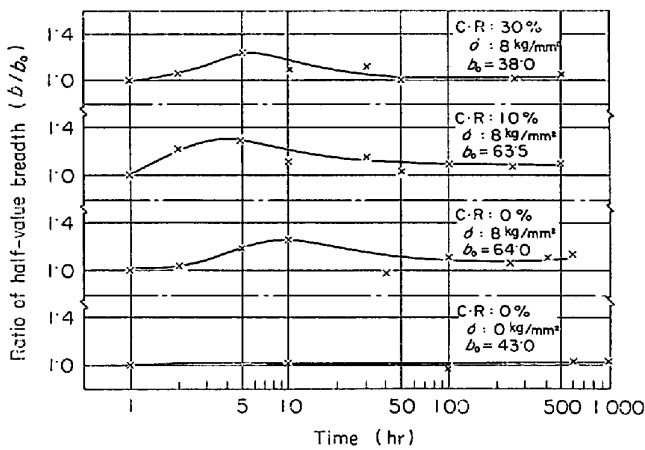


Fig. 6. Changes in the ratio of half-value breadth of 316 stainless steel during creep at 650°C, (220) reflection.
(b: Half-value breadth b_0 : Half-value breadth at 1 hr.)

差が最も大きく、加工度の増加につれこの差は小さくなり、加工度 20% で両者の値が同じになり、加工度 30% ではクリープ材の硬さの方が低くなっている。クリープ変形は冷間加工硬化の回復を促進していることがわかる。この点は Fig. 4 で、加工度の増加につれてクリープ歪速度が大きくなっていることを説明するものであらうと思われる。THORNTON と CAHN¹¹⁾ は 30% 冷間加工した Al の 225°C におけるクリープ試験をおこない、クリープ応力が適当な値のときには、ただ焼なましたものよりも硬さが低いという結果をえて、クリープ応力による転位の上昇運動の促進がこのクリープ時の回復促進の原因であると考えている。

Fig. 6 に 650°C クリープにともなう X 線回折の結果を示す。Fig. 7 に示す 750°C の場合と異なり K_{α} 線の分離は不可能であり、このことは 650°C クリープ進行中には冷間加工歪の回復がほとんどおこなわれないことを意味していると考えられる。この点について、行俊⁶⁾ は硬度の変化を調べ、硬度低下の割には再結晶がかなり遅れると報告している。このためクリープ曲線と対応が得られている¹²⁾ 半価幅の変化を時間に対して示した。半価幅は RACHINGER¹³⁾ の方法により求め、溶体化処理時の急冷による歪の影響は約 1hr の試験後には無視できるので、1hr における半価幅 (b_0) を標準として、これに対する比 (b/b_0) で示した。ここでは (220) 面の結果を示したが、他の回折面 (200) (111) でも同様な傾向が認められた。時効の場合には半価幅の変化は認められないのに対して、クリープ応力 8 kg/mm² の場合にはある時間で最大が現われる。また、クリープ材の b_0 の値は加工度 30% できわめて低い。しかし、この X 線回折の結

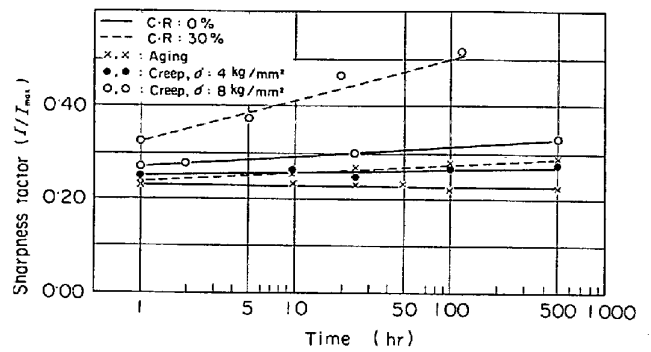


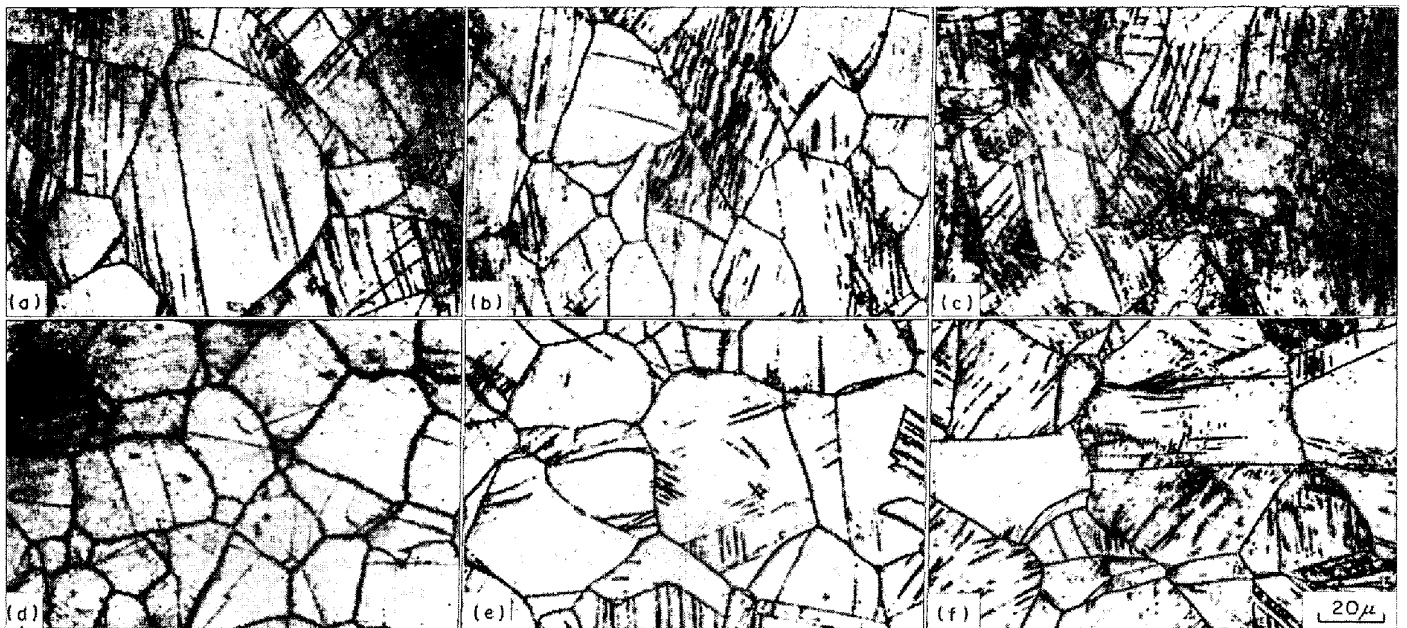
Fig. 7. Changes in the sharpness factor of 316 stainless steel during creep at 750°C, (220) reflection.

(I : Intensity at K_{α_2} , I_{max} : Intensity at K_{α_1} .)

果を Fig. 2, 5 と対応させて解析することは不可能である。

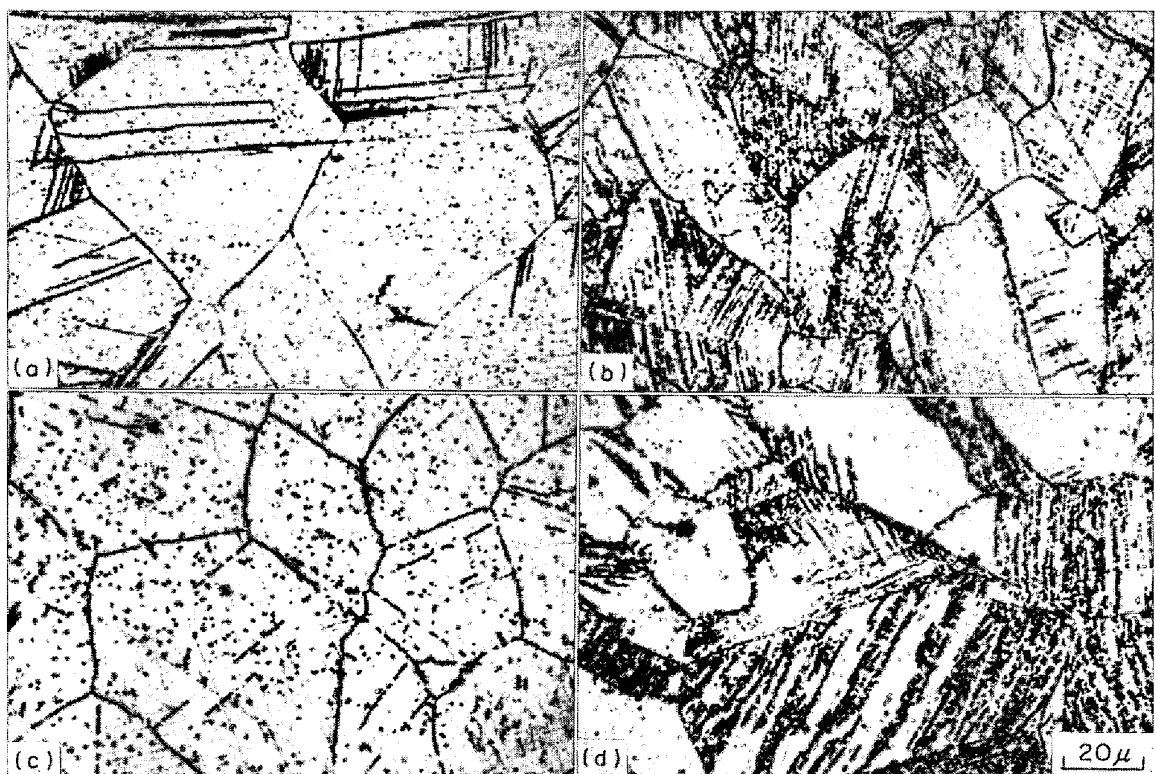
Fig. 7 に 750°C クリープにおける X 線回折の結果を示す。750°C においては、 K_{α_1} , K_{α_2} ピークの分離が容易で、この事実は 750°C ではクリープによる加工硬化が起こっていないことを示すものであるが、これから K_{α_1} によるピークを I_{max} , K_{α_2} によるものを I として I/I_{max} なる比 Sharpness Factor (以下、S.F. と記す) を求めた。MICHALAK-SCHOONE¹⁴⁾ はこの尺度を用いてアルミキルド極軟鋼板の再結晶集合組織形成過程を検討した。ここでは (220) 面の結果を示すが、回折面 (200), (111) についても同様の結果がえられている。ここで溶体化処理材について時効したものとクリープ変形を与えたものを比較すると、クリープ変形した方の S.F. が高い値を示す。つぎに加工度 30% の場合の時効材とクリープ材を比べるとクリープ材の S.F. がはるかに大きい。クリープによつて冷間加工歪の回復が促進されることが、GRANT¹⁾ らの結果と同様にわかる。これは Fig. 5 の硬さ測定の結果に対応するものであらう。クリープ応力 8 kg/mm² のとき、加工度 0% と 30% との両者を比較すると、30% の S.F. が絶対値ならびに時間に対する変化率でも大きい。これは Fig. 4 に示したように、加工度の増加とともにクリープ歪速度が大きくなることを説明するものと考えられる。

Photo. 2 に 650°C 試験における光学顕微鏡組織を示す。(a)~(c) のクリープ材において加工度が増加すると変形模様に沿った析出物が明りようになっていく。(d)~(f) の時効材でも同様な傾向が認められる。同一加工度で比べるとクリープ材の方が析出物は顕著である。(a) と (d) とを比較すると (a) にのみ変形模様に沿った析出物が認められることから、クリープ歪が析出を促進したことがわかる。行俊⁶⁾ が述べているように再結晶はあまり進んでいない。



- (a) creep-tested under a stress of 8kg/mm² after cold-rolling of 0%
- (b) creep-tested under a stress of 8kg/mm² after cold-rolling of 10%
- (c) creep-tested under a stress of 8kg/mm² after cold-rolling of 30%
- (d) aged after cold-rolling of 0%
- (e) aged after cold-rolling of 10%
- (f) aged after cold-rolling of 30%

Photo. 2. Photomicrographs of specimens creep-tested or aged at 650°C for 500hr.



- (a) creep-tested under a stress of 8kg/mm² after cold-rolling of 0%
- (b) creep-tested under a stress of 8kg/mm² after cold-rolling of 30%
- (c) aged after cold-rolling of 0%
- (d) aged after cold-rolling of 30%

Photo. 3. Photomicrographs of specimens creep-tested or aged at 750°C for 500hr.

Photo. 3 に 750°C 試験の組織を示す。30% 加工した (b) のクリープ材, (d) の時効材では炭化物の析出が顕著である。時効材の (c), (d) とくに (d) においては析出物が粗大化しており, これは Photo. 2 でみられなかった特徴である。Photo. 2, 3 の組織変化から, クリープ試験結果でえられた各図を説明することはむずかしい。

以上の結果から, 高速炉の被覆材としては, クリープ設計応力に対応した適当な加工をおこなった方が耐クリープ性が向上することがわかった。この加工と適当な熱処理の組み合わせにより炭化物の微細分散をはかれば, 中性子照射により生ずるヘリウムを捕集する効果が期待され, ヘリウム脆性の防止にも有効であろう。しかし, 設計温度が高い場合には, 加工はクリープ変形を促進し, また微細炭化物の分散によるヘリウムの捕集も期待できなくなるので, 実用上はこの点にも留意すべきであろう。

4. 総 括

高速炉の被覆材に使用される 316 ステンレス鋼のクリープ特性におよぼす冷間加工度の影響を検討した。冷間圧延率は 0~30%, クリープ温度は 650°C, 750°C, クリープ応力は 4, 8, 15 kg/mm² である。

(1) 650°C においては, 応力 4, 8 kg/mm² で加工度が 5% のときクリープ歪速度は極小を示す。硬さの測定によると加工度が 5~10% でクリープ歪に起因する硬化が著しく, これはクリープ歪速度の極小に対応する。

(2) 750°C においては, 加工度の増加とともにクリープ歪速度が大きくなる。30% 加工後クリープ変形した試料の硬さは時効をおこなったものよりも低くなっている。X 線の回折によると, 冷間加工歪の回復はクリープ変形中の方が時効におけるよりも促進されていることがわかった。このクリープによる回復の促進のため, 加工度の大きなほどクリープ歪速度が増大すると結論され

る。

(3) 650°C のクリープ変形中には, 冷間加工の硬化クリープ歪によるある程度の硬化, 炭化物の析出などがクリープ挙動を支配する機構と考えられ複雑である。このため加工歪の回復を示す X 線回折, 炭化物の析出を示す顕微鏡観察のみではクリープ特性の説明ができない。これに対して 750°C では, 冷間加工による硬化, クリープによる回復がおもな機構で炭化物の析出はほとんど影響しないと思われる。

文 献

- 1) N. J. GRANT, A. G. BUCKLIN, and W. ROWLAND: ASM, 48 (1956), p. 446
- 2) R. A. LULA, A. J. LENA, and H. M. TOHNSON: ASME, 79 (1957), p. 921
- 3) 織田, 片山, 小川, 満浦: 日本金属学会誌, 25 (1961), p. 238, p. 241
- 4) D. F. ATKINS: AI-AEC-12976 (1970)
- 5) 行俊: 鉄と鋼, 53 (1967), 10, S. 387
- 6) 行俊: 鉄と鋼, 54 (1968), 10, S. 651
- 7) D. A. WOODFORD, J. P. SMITH, and J. MOTEFF: J. Nucl. Materials. 24 (1967), p. 118
- 8) A. F. ROWCLIFF, G. J. C. CARPENTER, H. F. MERRICK, and R. B. NICHOLSON: The Effects of Radiation on Structural Metals, ASTM STP 426 (1967), p. 161 [ASTM]
- 9) 古田, 小川, 長崎: 鉄と鋼, 58 (1972), p. 1117
- 10) J. A. MAZZA and G. WILLOUGHBY: JISI, 204 (1966), p. 718
- 11) P. H. THORNTON and R. W. CAHN: J. Inst. Met., 89 (1961), p. 455
- 12) 平, 中西, 川辺: 材料, 14 (1965), p. 1007
- 13) W. A. RACHINGER: J. Sci. Instrum., 25 (1948), p. 254
- 14) J. T. MICHALAK and R. D. SCHOONE: Trans. AIME., 242 (1968), p. 1149