

## 技術報告

UDC 669.15'24'26'74-194.56 : 669.14.018.41 : 620.178.746.22 : 539.55

高 Mn-Cr オーステナイト鋼の液体ヘリウム温度  
における靱性\*

吉村博文\*\*・清水高治\*\*\*・矢田 浩\*\*\*\*・北島一徳\*\*\*\*\*

Toughness of High Manganese-Chromium Austenitic Steels at  
Liquid Helium Temperature

Hirofumi YOSHIMURA, Takaharu SHIMIZU, Hiroshi YADA, and Kazunori KITAJIMA

## Synopsis :

In order to examine the applicability of high manganese-chromium austenitic steels to cryogenic use, Charpy impact test was made at liquid helium temperature. A steel with 25Mn-5Cr-1Ni as base composition exhibited good toughness in impact testing without any sign of martensite transformation induced by impact deformation.

Niobium bearing steel, which was grain-refined, showed slightly lower impact energy. The cause for this was considered to be the local strain hardening in fine-grained steel, in which the mode of crack propagation was changed. Increment of nickel content to the material with base composition increased toughness. 15Mn-5Cr-5Ni steel exhibited good toughness even though the trace of martensite transformation caused by low stability of austenite was found. As the results above, it was shown that 25Mn-5Cr-1Ni austenitic steels have an applicability to cryogenic use.

## 1. 緒 言

一般に実用オーステナイト鋼は 18-8 ステンレス鋼で知られるように、Ni, Cr をともに高くして主に耐食性を目的に開発実用化されたものが多い。またオーステナイト組織すなわち結晶構造が面心立方格子 (FCC) を有していると、完全延性、非磁性などの特性から低温用材料、非磁性材料としての適用が可能であり、最近この方面への用途も多い。しかし耐食用 Cr-Ni 系オーステナイト鋼が、そのまま低温用に適用されるにはコスト的に問題があり、より安価なものの要求も強い。

このようなすう勢から、著者らはオーステナイト組織にするように Ni の代りに Mn を有効に利用した Mn-Cr 系 オーステナイト鋼の低温用適用のための基礎研究<sup>1)</sup>を行い、液体窒素 (L·N<sub>2</sub>) の -196°C まで適用可能な適正成分系として 25Mn-5Cr-1Ni 鋼を見いだして

いる。

従来、極低温すなわち液体ヘリウム温度での鋼材の機械的性質に関する研究は、その主なるものは引張、衝撃試験であり、対象材料は Cr-Ni 系オーステナイトステンレス鋼<sup>2)~5)</sup>およびフェライト系として 9%Ni 鋼<sup>6)</sup>などがあるが、Mn-Cr 系オーステナイト鋼についての研究は未だない。

本報告は、上記 25Mn-5Cr-1Ni 鋼を基本とした鋼について、液体ヘリウム (L·He : 温度 -269°C (4°K)) を使用して、極低温でのシャルピー V ノッチ衝撃試験を行い、その温度での適用可能性について検討したものである。

## 2. 実験方法

## 2.1 供試材

供試材として L·N<sub>2</sub> の -196°C まで十分な靱性を有

\* 昭和 50 年 4 月 本会講演大会にて発表 昭和 53 年 9 月 14 日 受付 (Received Sept. 14, 1978)

\*\* 新日本製鉄(株)八幡製鉄所 工博 (Yawata Works, Nippon Steel Corp., 1-1-1 Edamitsu Yawatahigashiku Kitakyushu 805)

\*\*\* 新日本製鉄(株)八幡製鉄所 (Yawata Works, Nippon Steel Corp.)

\*\*\*\* 新日本製鉄(株)生産技術研究所 (Process Technology, R &amp; D, Laboratories, Nippon Steel Corp.)

\*\*\*\*\* 九州大学応用力学研究所 工博 (Research Institute for Applied Mechanics, Kyushu University)

Table 1. Chemical compositions of specimens. (%)

No.	Alloy system	Plate thickness (mm)	Composition (%)							
			C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Nb
1	25Mn-5Cr-1Ni	13	0.17	0.32	25.0	0.001	0.010	1.07	5.04	-
2	" " -Nb	"	0.16	0.23	24.5	0.025	0.006	1.07	5.03	0.054
3	" -3Ni	6	0.15	0.30	26.2	0.006	0.011	3.02	5.08	-
4	15Mn-5Cr-5Ni	13	0.14	0.28	15.4	0.002	0.008	4.92	5.10	-

する 25Mn-5Cr-1Ni 鋼を基本成分鋼とし<sup>1)</sup>、これに組織の細粒化を計った Nb 添加鋼、さらに極低温でのオーステナイトの安定化を考慮して Ni を 3% 増量したもの、また 15Mn-5Cr-5Ni 鋼の計 4 鋼種を選定した。その供試材の化学成分を Table 1 に示す。

これら 4 鋼種は、供試材 No. 1, 2 は 100 kg, No. 3, 4 は 20 kg で各々真空溶解し、鋼塊をつくり熱間圧延により 6 および 13 mm の鋼板とした。その後 1050 °C で 1 時間溶体化処理後水焼入し供試材とした。

## 2.2 試験片

各々の供試材について 2 mm V ノッチシャルピー衝撃試験片を作製した。板厚 13 mm 材についてはフルサイズ (10 mm × 10 mm × 55 mm)、6 mm 材についてはサブサイズ (10 mm × 5 mm × 55 mm) の試験片を各々作製した。

試験片はクライオスタット中で冷却後冷媒よりとりだして衝撃試験機にセットするが、その際に数秒の時間が

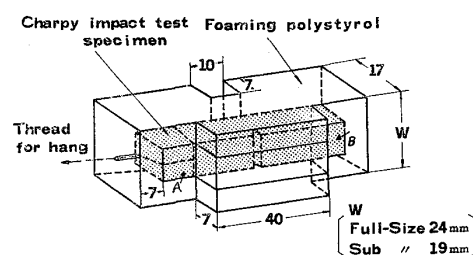


Fig. 1. Shape of covered Charpy impact test specimen.

かかり、試験片の温度が上昇するため、これを防止する目的で試験片を断熱材（発泡スチロールで被覆し、これをアルミホイルで包む）で被覆した。この試験片の状態を Fig. 1 に示す。なお試験片が試験機のアンビルおよびハンマーに接触する部分 (Fig. 1 の A および B の部分) は、発泡スチロールはなくアルミホイル被覆のみとして被覆材の衝撃吸収エネルギーへの影響をできるだけ少なくす

Table 2. Influence of covered materials on the Charpy impact absorbed energy.

Specimen size	Alloy system	Testing temperature Covered style	-196 °C	
			Testing value	Lateral expansion (mm)
Full-size (10 mm × 10 mm × 55 mm)	25Mn-5Cr-1Ni -Nb (930°C 1hr. WQ)		8.0	0.82
			7.9	0.79
			9.2	0.88
Sub-size (5 mm × 10 mm × 55 mm)	15Mn-5Cr-5Ni (1050°C 1hr. WQ)		6.1	1.03
			6.8	1.13
			9.1	0.87
			6.9	0.98

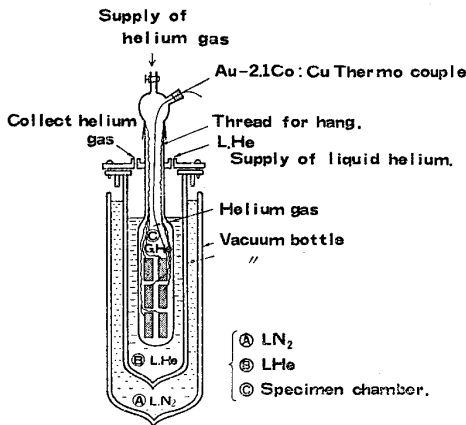


Fig. 2. Structure of cryostat.

るように考慮した。

### 2.3 衝撃吸収エネルギーへの被覆材の影響

衝撃吸収エネルギーへの被覆材の影響を  $L\cdot N_2$  温度 ( $-196^\circ C = 77^\circ K$ ) であらかじめ調べておいた。その結果を Table 2 に示す。

$L\cdot N_2$  温度での衝撃吸収エネルギーは試験片を被覆することによってフルサイズで  $1.2\text{ kg}\cdot\text{m}$ 、サブサイズで  $0.7\text{ kg}\cdot\text{m}$  それぞれ高かった。これを  $L\cdot He$  の実験結果の解析において補正值として使用した。なお横膨出量 (Lateral Expansion: LE) には被覆材の影響は認められなかった。

### 2.4 実験装置

試験片の冷却用クライオスタットの構造を Fig. 2 に示す。クライオスタットは三重の構造になっており、外側に  $L\cdot N_2$  用、内側に  $L\cdot He$  用の低温槽があり、最内側に He ガスを媒体とする試料室を設け、さきに示した試験片を挿入できるようにした。試験片は各々糸で吊るし、個々に取り出せるようにして密封した。

### 2.5 試験片の温度測定

実際の衝撃試験のときには試験片の温度測定はむずかしいので、あらかじめ温度測定用に準備したフルサイズおよびサブサイズ試験片を用いてクライオスタットでの温度およびこれより取り出した後の温度-時間関係をもとめ、これより実際の試験のときには、試験片のとりだし時間を調べ温度を推定する方法をとった。

試験片の温度測定はフルサイズおよびサブサイズ試験片各々に Au, 21Co-Cu 熱電対をスポット溶接したものをを用い、これをクライオスタットの試料室内最上段におき測定した。試験片はクライオスタット内に入れて冷却し 30 分間保持しほぼ  $4^\circ K$  になるのを確認した。その後試験片をクライオスタットより取り出し衝撃試験機にセットするまでに数秒かかり、極低温では鋼の比熱が小

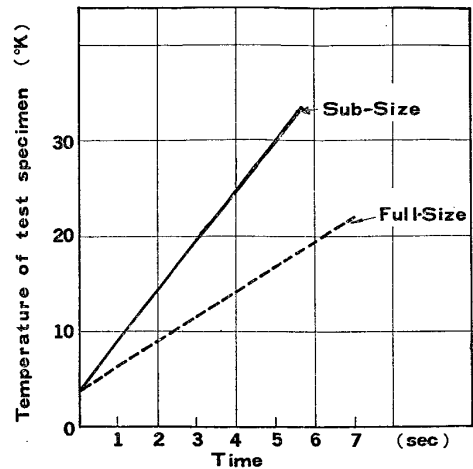


Fig. 3. Temperature increasing curve of covered Charpy impact test specimen after taking from cryostat.

さいために試験片は試験されるまでに温度上昇する。その結果を Fig. 3 に示す。その結果によれば試験片を取り出した後フルサイズで  $3.3^\circ K/s$ 、サブサイズで  $6.5^\circ K/s$  の割合で温度上昇している。

したがって実際の衝撃試験の場合の試験温度は、試験片を取り出し試験するまでの時間をはかり、Fig. 3 の温度-時間線図により温度をもとめ、これを試験温度とした。

### 2.6 シャルピー衝撃試験

試験片をクライオスタット内に入れて冷却し 30 分間保持後試験片を取り出して試験した。その際取り出してから試験するまでの時間測定、衝撃吸収エネルギーおよび LE の測定、試験後試験片の破断部のマルテンサイト量の定量 (フェライトインディケータによる\*) および破断経路についての光学顕微鏡による組織観察を行った。尚  $L\cdot N_2$  温度および常温におけるシャルピー衝撃試験も比較検討する目的で行なつた。このときの試験片は被覆はおこなわず、 $L\cdot N_2$  に入れて冷却 30 分間保持後取り出してただちに試験機にセットして行つた。

## 3. 実験結果および考察

### 3.1 シャルピー衝撃試験結果

各供試材の衝撃試験結果を Table 3 に、また  $L\cdot N_2$  温度以上での衝撃特性と比較して温度依存性を示した衝撃遷移曲線の例を Fig. 4 に示した。

試験片をクライオスタット内で冷却保持後取り出し試

\* オーステナイト相に、フェライトもしくはマルテンサイト相が生成すると強磁性を示す特性を利用してフェライトおよびマルテンサイト量を定量する装置で、本実験では Helmut Fisher GMBH 社製 (西独) を使用した。

Table 3. Results of Charpy impact test.

No.	Alloy system	Specimen size	Testing time (sec)	Testing temperature (°K)	Absorbed energy (kg-m)		vE <sub>-196</sub> * (kg-m)	LE (mm)	LE <sub>-196</sub> * (mm)	Amount of martensite (%)
					Measured value	Rectified value				
1	25Mn-5Cr-1Ni	Full-size	5	17	14.2	13.0	13.5	1.22	1.47	0
		5mm subsize	3	19	5.8	5.1				
2	25Mn-5Cr-1Ni -Nb	Full-size	4	14	14.7	13.5	12.7	1.03	1.38	0
			7	22	12.7	11.5				
		5mm subsize	4	23	5.7	5.0	5.6	1.06	1.12	0
3	25Mn-5Cr-3Ni	//	3	19	7.7	7.0	7.0	1.23	1.35	0
4	15Mn-5Cr-5Ni	Full-size	3	12	14.1	12.9	11.6	1.31	1.29	8.5
		5mm subsize	3	19	6.7	6.0	6.0	1.09	1.20	10

\* Absorbed energy (vE) and lateral expansion (LE) at liquid nitrogen temperature.

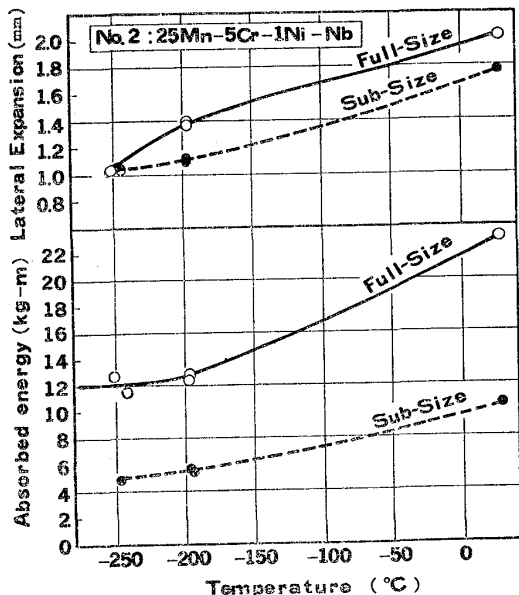


Fig. 4. Transition curve of Charpy impact test.

験するまでに 3~7 秒かかり、これをさきの予備実験の結果から温度を推定すると、フルサイズで 12~22°K、5mm サブサイズで 19~23°K の温度になっていると判断される。

衝撃試験の結果、いずれの鋼種においても、衝撃吸収エネルギーが、フルサイズで 11 kg·m 以上、サブサイズで 5 kg·m 以上の値がえられ、12~23°K でも、L·N<sub>2</sub> 温度の場合とほぼ同等の値を示している。これは例えば L·N<sub>2</sub> 温度までを対象とした低温用 9%Ni 鋼の L·N<sub>2</sub> 温度での要求吸収エネルギー 3.5 kg·m に対しても十分な値である。また LE 値も L·N<sub>2</sub> 温度の場合とほぼ同じ値を示している。

吸収エネルギー および LE の鋼種間の比較では基本

成分鋼に対して Nb 添加したものはやや減少傾向にある。Ni を増量した鋼では吸収エネルギーは明らかに増加の傾向にある。

Mn が少なく Ni 増量の 15Mn-5Cr-5Ni 鋼では吸収エネルギーそのものは高い値を示しているが、L·N<sub>2</sub> 温度におけると同様に試験片の破面に最高 10% のマルテンサイトの生成がみとめられた。この鋼はオーステナイトの安定性がやや低く、衝撃による変形により Md 点(変形加工によりマルテンサイト化する温度)で変態を起こしたものと考えられるが、Ni を含む場合には、この程度のマルテンサイトが生成しても靱性は劣化しないことはすでに報告されている。

以上のように L·N<sub>2</sub> 温度での使用を対象として選定された本実験の供試鋼は、いずれも L·He の極低温で良好な靱性を示した。

### 3.2 光学顕微鏡組織

シャルピー衝撃試験後の各試験片(試験温度は、No. 1: 17°K, No. 2: 14°K, No. 3: 19°K, No. 4: 12°K のもの)の破断部の光学顕微鏡組織を Photo. 1 に示す。

まず基本成分鋼の 25Mn-5Cr-1Ni 鋼のシャルピー試験片の端((c)破断部より 15mm の位置)の組織では、オーステナイト結晶粒が大きく、また変形による影響はほとんどない。さらに破断部に近づくと(b)破断部より 10mm の位置)、粒内に直線的変形帯が観察され破断による変形の影響が少しずつあらわれる。破断部(a)では、大きな塑性変形をおこしていることがわかり、粒全体がメタルフローを起し、かつ破断径路は凹凸になり延性な破壊様相を示している。すなわち、結晶粒が大きいと降伏応力が低くなり、延性き裂の伝播にともなう塑性変形が行われやすく、衝撃エネルギーの吸収が

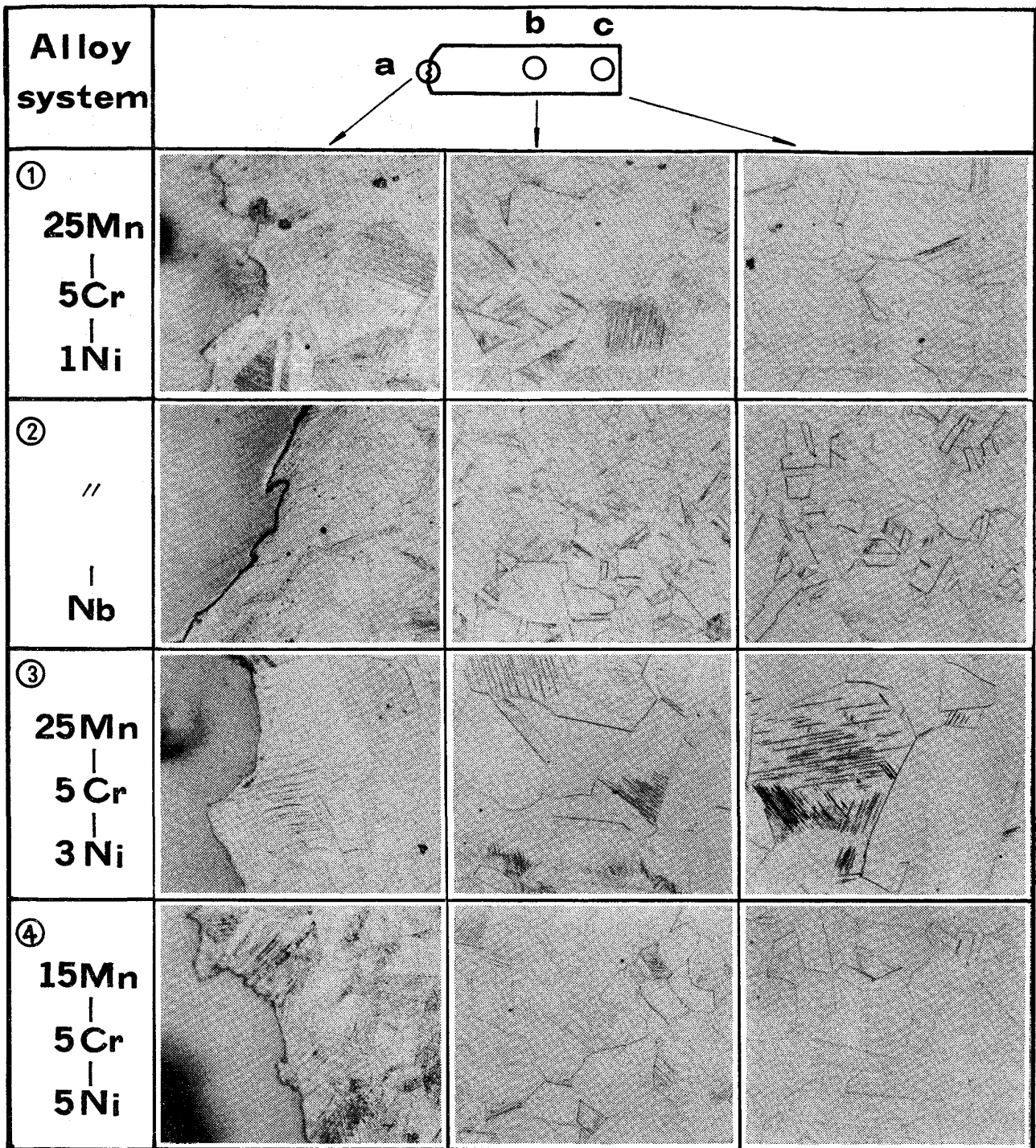


Photo. 1. Micro structure of broken Charpy impact specimen. (×200)

大きくなっているものと思われる。これに対して Nb を添加した細粒鋼では、破断部近傍に集中的に変形組織がみられ、かつ破断径路はより直線的になっている。この観察結果は前報<sup>1)</sup>で述べたように細粒化により降伏応力が高くなるので、変形がより局部的に集中することによって解釈でき、前節での細粒鋼が衝撃吸収エネルギーおよび LE がやや低いこと (Table 3 参照) と対応づけら

れる。

つぎに基本成分鋼に Ni を 3% 添加したものは、結晶粒も基本成分鋼のそれとほぼ同じであるが、衝撃吸収エネルギーは高い値を示し、かつ破断面近傍での変形帯もやや wavy になってきている。Ni が添加されるにつれ積層欠陥エネルギーが高くなり、積層欠陥あるいは ε 相などが生成しにくくなると考えられるが、これらの減

少に代りすべり変形の比率が多くなり、これが wavy な変形帯として観察されるものと思われる。

15Mn-5Cr-5Ni 鋼では、基本成分鋼に比べてオーステナイト粒径は小さいが、ほとんど破壊様相はかわらない。

#### 4. ま と め

供試材として 25Mn-5Cr-1Ni 鋼を基本成分鋼とし、これに Nb 添加、あるいは Ni3% 増量したもの、それらと 15Mn-5Cr-5Ni 鋼の計 4 鋼種の高 Mn-Cr オーステナイト鋼につき、L-He を使用して極低温におけるシャルピー衝撃試験を行った。その結果、いずれの鋼種でも L-N<sub>2</sub> 温度での試験結果とほぼ同じ衝撃吸収エネルギーを示し、この種の鋼は極低温でもその使用可能性が十分ありうる事が確認された。

#### 文 献

- 1) 吉村博文, 山田直臣, 矢田 浩, 本間弘之, 伊藤悌三: 鉄と鋼, 61 (1975) 3, p. 321 および Trans. ISIJ 16 (1976) p. 98
- 2) 福島英二, 岡本晴道, 米満博夫, 伏見光造: 日本金属学会誌 35 (1971) 3, p. 257
- 3) 福島英二, 後藤 昭, 伏見光造: 日本金属学会誌 36 (1972) 3, p. 195
- 4) 福島英二, 後藤 昭, 伏見光造: 日本金属学会誌 37 (1973) 3, p. 186
- 5) 小俣虎之助, 平田郁之, 管原 宏: 三菱電機技報 43 (1969) 3, p. 460
- 6) 北島一徳: 「試験片の形状および寸法が亀裂発生におよぼす影響に関する塑性学的研究 (昭 41. 2. 16), 日本溶接協会 LT 委員会資料 (低温用鋼材質判定基準作成委員会) および 18-8 ステンレス鋼に関する資料 (私信)。