

討23

γ 系ステンレス鋼の低温強度に及ぼすNの影響

日新製鋼(株) 周南研究所

武本敏彦 向井孝慈
星野和夫

1. 緒言

Cr-Ni オーステナイト(γ)系ステンレス鋼は低温での靱性, 加工性, 溶接施工性に優れるため, LNG タンクなどの低温用構造材料として常用されている。しかし, γ 系ステンレス鋼は引張強さが高い割には耐力が低いという欠点を有す。たとえば SUS 304 の耐力は低温域でほとんど増加せず, $-162 \sim -180$ °C で $27 \sim 30$ kg/mm^(1,2) と低い値を示す。N は侵入型に固溶, 強化し, 耐力を増加せしめ, 機械的性質の改善にきわめて有効な元素である。一方, 組織的には, N は強力な γ 生成元素であるとともに, 積層欠陥エネルギー (SFE) に影響を及ぼし, planar な転位配列を形成する⁽⁴⁾ と言われている。

強度面, 組織面で多大な影響を及ぼすNが γ 系ステンレス鋼の低温域での強度, 変形組織にいかなる効果を及ぼすかは興味ある問題であり, また工業的価値も大きい。本報では, N を添加した 18.5Cr-15Ni 鋼の室温から -162 °C における引張強度, 疲労強度を巨視的, 微視的観点から検討し, 低温域での強化, 変形に及ぼすNの影響を明らかにすることを目的とした。また, 一部NとCの差異についても言及した。

2. 供試材と実験方法

実験に用いた供試材の化学成分値を表1に示す。本実験では加工誘起マルテンサイト変態の関与を除外するため, 基本組成を 18.5Cr-15Ni とし, 低温域でも γ 相が安定であるよう配慮した。

表1 供試材の化学成分 (wt%)

No.	C	Si	Mn	Cr	Ni	N
Series 1	0.003	0.5	1.0	18.3	14.6	0.002~0.17
Series 2	0.004-0.12	0.5	1.0	18.3	14.3	0.004
A 8	0.015	0.52	1.03	18.72	14.92	0.005
A 9	0.011	0.57	0.92	18.32	14.87	0.144

Series 1, 2 は引張試験に用いたもので, Series 1 は N 量を, Series 2 は C 量を変化させている。A 8, A 9 は疲労試験に用いたもので, A 8 は low N, A 9 は 0.14% の N が添加されている。これらの材料は 30 kg 及び 50 kg 真空溶解炉で溶解し, 鍛造後, 1100 °C で 1 時間の固溶化処理を行ない, 冷間圧延, 冷間スエーシングにより 1 mm 厚の板, 18.5 ϕ の丸棒に加工し, 結晶粒径が 30 μ 程度になるような条件で焼鈍した。

引張試験は JIS 13号 B 試片を用い, 室温, $-50, -100, -162$ °C で行なった。疲労試験は平行部の径 8.5 ϕ の丸棒試片を用い, 軸方向のみずみ量を一定に制御し, 室温, $-100, -162$ °C で行なった。微視組織観察用の試料は所定のひずみ量, 繰返し数を付与した試片から, 放電加工により $0.3 \text{ mm} \times 3 \text{ mm} \phi$ の円板に切出し, ジェット式電解研磨により作成した。透過電顕観察は 200 KV の加速電圧で行なった。SFE は拡張転位 node を観察し, RUFF の提唱した⁽⁵⁾ 式より算出した。

3. 実験結果と考察

3.1 引張特性

3.1.1 耐力に及ぼすN, Cの影響

室温から -162 °C での耐力の温度依存性に及ぼすN, C 添加の影響を図1に示す。low C, N 鋼では耐力の温度依存性

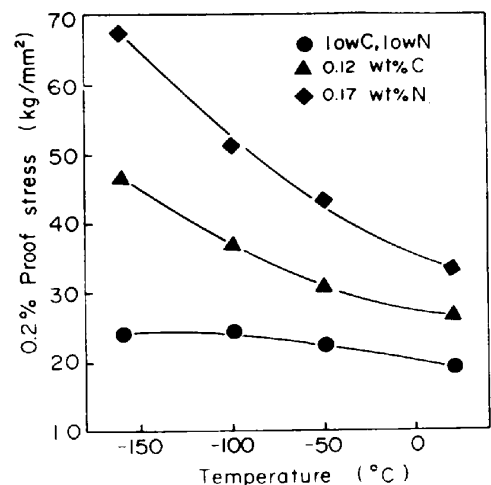


図1 耐力の温度依存性

は小さいが、NまたはCが添加されることでその温度依存性は著しく大きくなる。一方、ひずみ速度急変試験の結果から、ひずみ速度急変時の応力変化はN濃度に伴って大きく現われた。すなわち、N、Cは温度、ひずみ速度に著しく依存することから、その変形は短範囲な応力場での転位と侵入型原子との相互作用により進行するものと考えられる。

図2、図3に各温度での耐力に及ぼすN、C濃度の影響を原子量比で表わす。室温、 -50°C での耐力はN、C濃度に依存し、 -162°C ではN、C濃度の $\frac{1}{2}$ 乗に比例して増加する。従って、本実験結果より室温、 -50°C 付近と -162°C 付近では侵入型原子による強化機構は異なっていることが示唆される。

耐力に及ぼすNとCの強化度を比較すると、図2、3から明らかなように、いずれの温度でもCよりNの方が強化作用は大きく、室温ではNはCの約2倍、 -162°C では約1.5倍の寄与を及ぼす。

一方、伸び率はN量の増加とともに低下するが、その温度依存性をみると、いずれのN添加量においても -50°C から -100°C で伸び率は最大値を示す。

3.1.2 転位配列に及ぼすNの影響

-162°C で0.8%のひずみを付与した後の転位組織を写真1に示す。low N鋼では転位は粒内にほぼ均一に増殖し tangle しており cellular な転位配列を形成している。N添加鋼での組織をみると、転位は主すべり面に pile-upし、planar な転位配列を呈しており、Nは転位配列を planar 化することがわかる。

図4に転位 node から求めたSFEに及ぼすN、および温度の影響を示す。low N鋼のSFEは室温で約42 ergs/cm²であるが、Nが0.17 wt %添加されてもSFEはほとんど変動しない。温度の低下は若干SFEの減少を招くが、 -162°C においてもSFEに対するNの効果は認められない。したがって、Nによる転位配列の planar 化はSFE効果では論じられない。DOUGRASSらは転位配列の planar 化を短範囲な応力場の存在から説明している。すなわち、 γ 相中にFe/Crの rich な短範囲規則が形成され、この短範囲規則にNがさらに富化された zone が

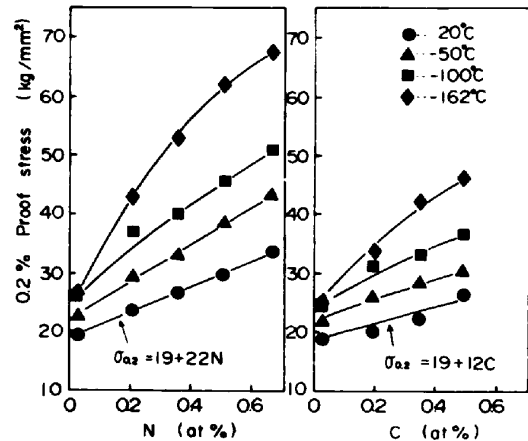


図2 耐力に及ぼすNとCの効果

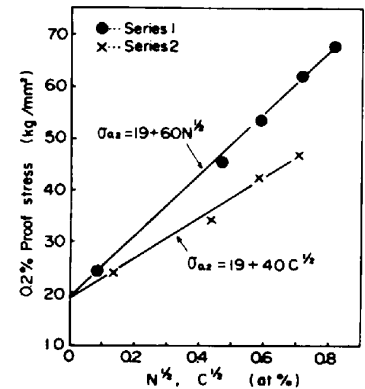


図3 -162°C での耐力に及ぼすNとCの効果

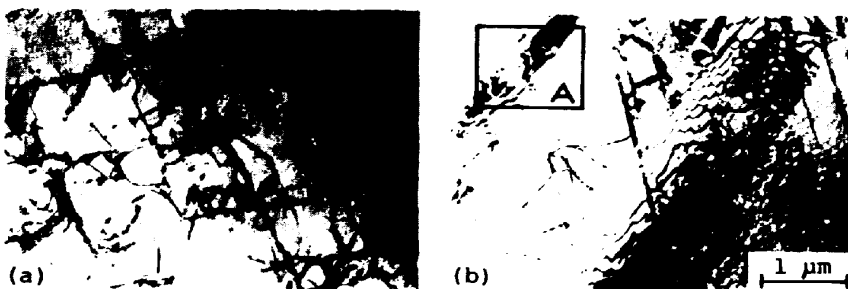


写真1. -162°C における転位組織 (ひずみ = 0.8%)

(a) N = 0.004 wt %, (b) N = 0.17 wt %

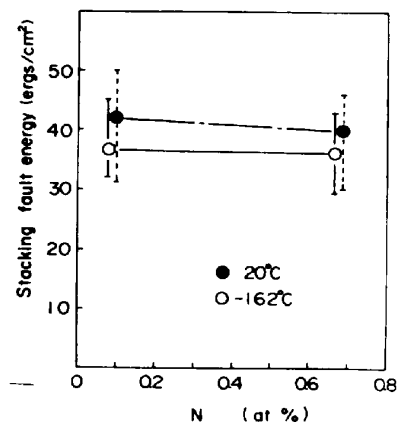


図4 積層欠陥エネルギーのNと温度依存性

形成されるとするものである。18.5Cr-15Ni ベースにNが添加された系でこのような zone が存在するか否かは今後明らかにする必要があるが、写真1(b)のAのような転位の condensation がしばしば観察されること、また、CよりもNの方が強化作用が強いことがかかる zone の存在を示唆していると考えられる。このような zone の存在のもとでは、主すべり面の転位がこの zone を一度 cut through すると後続の可動転位に対する抵抗力は減少し、交差すべりを生じることなく転位は運動して planar な転位配列を形成すると考えられる。

3.2 疲労特性

3.2.1 繰返し加工挙動に及ぼすNの影響

A 8, A 9の室温から -162°C での繰返し数に伴う応力範囲の変化を図5に示す。low N 鋼では、室温、 -100°C とも、15 cycles あたりまで急速に加工硬化し、その後硬化率は次第に減少し 50 cycles 以降では定常状態となる。N 添加鋼では、室温、 -100°C で 15 cycles、 -162°C で 4 cycles あたりまで加工硬化を生じるが、それ以後では応力は次第に減少し軟化を生じて、定常状態へ移行している。このように、N を添加することで繰返し変形における塑性挙動は著しく異なる。A 8とA 9の繰返し初期での加工硬化率を比較すると、室温、 -100°C とも硬化率はA 8の方が大きく、Nは繰返し硬化率を減少させている。軟化挙動に及ぼす温度の影響をみると、軟化率は温度にほとんど依存していないが、温度の低下に伴って軟化が飽和し定常状態となる繰返し数は増大している。

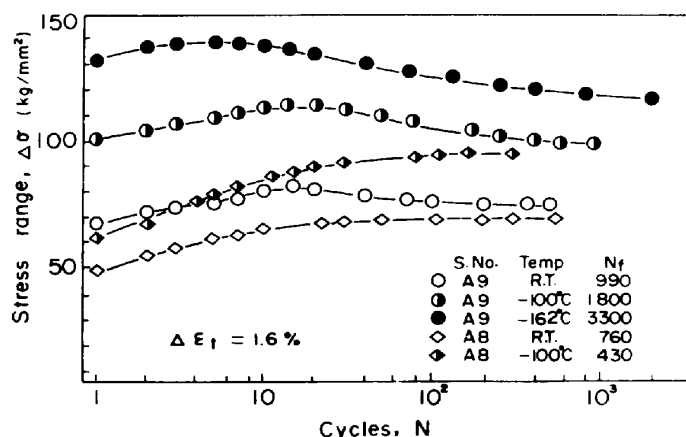


図5 繰返し加工挙動に及ぼすNと温度の影響

3.2.2 繰返し加工硬化-軟化過程での転位組織の変化

写真2にA 9の -162°C における硬化域($N = 4$ cycles), 軟化域($N = 100$ cycles), 定常域($N = 2000$ cycles)での転位組織を示す。硬化域ではすべり面上に転位が直線状に集積し、単軸引張り下での観察結果と同様に、planar な転位配列を形成している。軟化域では直線状の転位配列が次第に崩れ、定常域では不完全な cell 組織を形成している。すなわち、繰返し加工軟化は planar な転位配列から cellular な転位配列へと再配列する過程として捉えられる。planar な転位配列のもとで繰返し初期の変形が進行し、転位は主すべり面に集積、拘束され bundle 状となる。これらの転位が、その後のひずみの蓄積、反転により次第に交差すべりを生じ始め、主すべり面から解放されることで軟化を生じたものと考えられる。

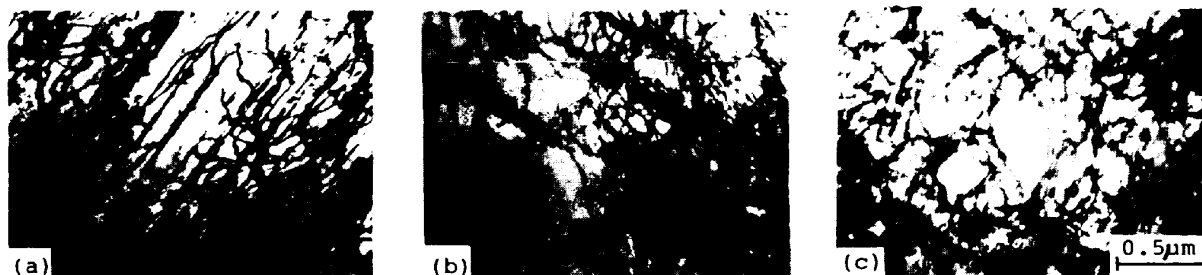


写真2. -162°C におけるA 9の繰返し過程での転位組織変化 ($\Delta \epsilon_f = 1.6\%$)

(a): $N = 4$ cycles, (b): $N = 100$ cycles, (c): $N = 2000$ cycles

3.2.3 疲労寿命に及ぼすNの効果

図6にA8, A9の室温から-162°Cにおける低サイクル疲労寿命を示す。Nが添加されていないA8の寿命は温度低下で減少するが、Nが添加されたA9は温度低下に伴ない寿命が増大し、いずれの温度でもA8より長い寿命を有しており、Nは疲労強度増加に効果を及ぼしている。前述のように、N添加鋼の繰返し加工挙動は初期の硬化後、軟化を生じることが特徴で、

Nによる疲労寿命増大は繰返し過程で軟化を生じることに関与していると考えられる。

軟化過程は転位の再配列過程として捉えられ、一種の動的回復過程としてみなされる。その結果、繰返し初期の硬化過程で蓄積された疲労損傷が軟化過程で解放されることで疲労寿命の増大をもたらしたと考えられる。

4. 結言

18.5Cr-15Ni ステンレス鋼の引張特性、低サイクル疲労特性に及ぼすNの効果室温から-162°Cで明らかにするとともに、耐力に及ぼすNとCの効果の差異について検討を加え、以下のような結果をえた。

- 1) N, Cは耐力の温度依存性を高める。室温での耐力はN, C濃度に比例して増加するが-162°CではN, C濃度の1/2乗に比例して増加しており、室温域と低温域では侵入型原子による強化機構が異なることが考えられる。耐力に及ぼす強化度はいずれの温度域においてもCよりもNの方が大きい。
- 2) Nは転位配列をplanar化する。しかし、SFEはNによりほとんど変動せず、Nによる転位配列のplanar化をSFEの効果のみでは説明できない。
- 3) Nは繰返し変形過程において加工軟化をもたらす。これは繰返し初期に導入されたplanarな転位配列が崩れ、cellularな転位配列へと移行するためと考えられる。
- 4) 繰返し加工軟化を示すN添加鋼の低サイクル疲労寿命は長いという特徴を有し、Nによる繰返し軟化は疲労寿命の蓄積を軽減していると考えられる。

参考文献

- 1) 向井孝慈, 星野和夫, 藤岡外喜夫: 鉄と鋼, 65(1979), p. 1756
- 2) 藤倉正国, 宗光彦: 鉄と鋼, 63(1977), p. 794
- 3) R. E. Schramm and R. P. Reed: Met. Trans., 6A(1975), p. 1345
- 4) P. R. Swann: Corrosion, 19(1963), p. 102
- 5) A. W. Ruff and L. K. Ives: Acta Metall., 15(1967), p. 189
- 6) D. L. Douglass, G. Thomas and W. R. Roser: Corrosion, 20(1963), p. 15

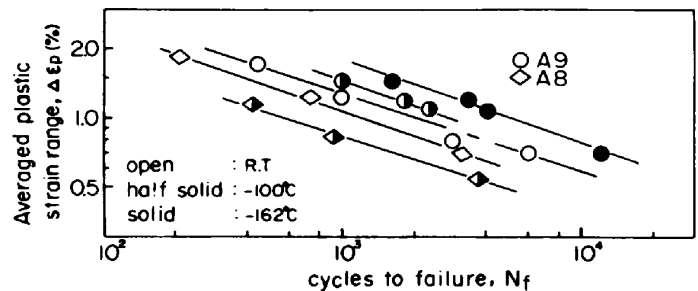


図6 低サイクル疲労寿命に及ぼすNと温度の影響