

討24 窒素添加オーステナイト系ステンレス鋼の繰返し軟化

東京大学 工学部  
大学院

柴田浩司、藤田利夫  
岸本康夫、名村夏樹

**1. 結言** N添加によりオーステナイト系ステンレス鋼の耐力を容易に上げることができると考えられる。しかしこうしたN添加強化鋼の溶体化処理材は室温において著しい繰返し軟化を示す。十分な温度で溶体化処理したオーステナイト鋼が繰返し軟化を示すということは、繰返し軟化・硬化に関する一般的な考えからすると特異な現象であると言える。オーステナイト系ステンレス鋼が場合によって顕著な繰返し軟化を示すことは、例えば Polák<sup>2)</sup>によりすでに報告されているが、繰返し硬化するという報告もあったりして本系鋼の繰返し軟化・硬化に関しては不明の点が多い。そこで本報告ではこの繰返し軟化の成因、極低温用鋼として用いられる際の問題点を明らかにする目的から、本系鋼の低サイクル疲労挙動に及ぼすC添加、N添加の影響、試験温度(室温~4K)の影響、熱処理の影響、高Mn鋼との比較、繰返し軟化と硬化と寿命との関係など、さらに詳しく検討した結果について述べる。

**2. 実験方法** Table 1 に供試材の化学組成を示す。17kgの鋼塊を鍛造・圧延によって15mm厚の板あるいは13mm<sup>2</sup>の棒にし、溶体化処理(WQ)したのち平行部長さ10mm、直径5mm、ネジ部の直径12mmの疲労試験片に加工した。4K以外の温度での引張試験にもこの試験片を用いたが、4Kでの引張試験には試験機の関係から平行部長さ10mm、直径3.5mm、ネジ部の直径8mmの試験片を用いた。試験片は電解研磨した後引張試験、疲労試験に供した。試験はおもに室温で行ったが、試験片を炭体窒素、炭体ヘリウムに浸して77K、4Kにおいても試験した。試験機はインストロン型試験機、および油圧式試験機で、ひずみ速度はおよそ $3 \times 10^{-3} s^{-1}$ であった。疲労試験は応力あるいは全ひずみにて制御し、繰返し波形状としてそれぞれ平均応力、平均ひずみが0となるような三角波を用いた。ひずみの検出は試験片の平行部にとりつけたクリップオンゲージにて行った。

**3. 実験結果および考察**

**3.1 繰返し数 vs 応力振幅曲線**

SUS304, 316, 310鋼はマルテンサイト( $\alpha'$ )が誘起されないかぎり程度は小さいが初期繰返し硬化の後繰返し軟化を示すが、Nを添加すると軟化の程度は著しく大きくなる。Fig. 1に316系鋼における結果を示す。Fig. 2はSUS310S鋼とそれにNを添加して310SN鋼の結果である。この系においてもN添加鋼の繰返し軟化が大きい。この

Table 1. Chemical compositions of steels(wt.%).

steels	C	Si	Mn	Ni	Cr	Mo	Al	N
316L	0.016	0.58	1.30	13.45	17.12	2.43	0.004	0.016
316C	0.059	0.58	1.26	13.61	17.15	2.59	0.005	0.015
316N	0.017	0.54	1.30	13.63	17.21	2.42	0.005	0.113
310S	0.027	0.76	1.48	19.84	24.96	-	0.007	0.010
310SN	0.034	0.77	1.47	20.18	24.53	-	0.011	0.174
310L*	0.011	0.75	1.57	20.11	25.06	-	0.004	0.008
310C*	0.18	0.74	1.55	19.91	24.91	-	0.003	0.007
310N*	0.013	0.78	1.54	20.21	24.85	-	0.004	0.17
32MnL*	0.020	0.58	31.2	0.22	6.94	-	0.035	0.007
32MnC*	0.32	0.52	31.8	0.17	7.01	-	0.033	0.012
32MnN*	0.029	0.57	31.8	0.21	6.50	-	0.028	0.12
18Mn-C	0.42	0.68	17.9	2.04	5.12	-	0.018	0.024
35Mn-C	0.41	0.68	35.4	0.26	5.10	-	0.028	0.027

P<0.006, S<0.013

\*: vacuum melt

L: low C-low N, C: low N, N: low C

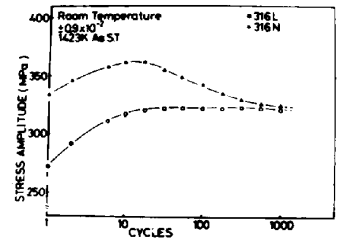


Fig. 1. Stress amplitude response of SUS316 steels for constant strain amplitude tests.

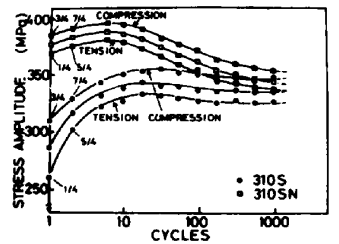


Fig. 2. Response of 310S and 310SN steels to constant strain amplitude cycling.

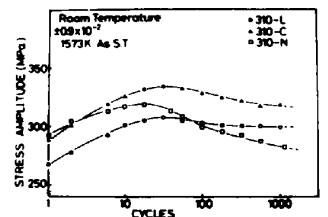


Fig. 3. Response of 310L, 310C, and 310N steels to constant strain amplitude cycling.

Fig.2には全ひずみ一定繰返し変形中の最大応力、最小応力の変化とそれらの平均値の変化とともに示した。これらは繰返し変形中にはほぼ同様の变化を示すことがわかる。NおよびCの効果をもより明瞭に知るため、極低C、Nの310L鋼、C添加極低Nの310C鋼、N添加極低Cの310N鋼を用いて同様の実験を行った。1323K×1hの溶体化処理材では前二者の鋼がほとんど繰返し軟化を示さないのに対し、310N鋼は顕著な繰返し軟化を示した。310C鋼においてはこの溶体化条件では炭化物の固溶が十分でない。そこで1573K×1hの溶体化処理を行って各鋼の疲労挙動を比較した。結果をFig.3に示す。310L鋼、310N鋼の挙動は1323K溶体化の場合と変わらず前者では繰返し硬化のみ、後者では初期硬化の後著しい軟化が観察される。しかし310C鋼では310N鋼ほど顕著ではないが繰返し軟化が生じている。

3. 2 疲労材の微視組織と繰返し軟化

繰返し軟化が著しい鋼においては、転位はセルを形成しにくくいわゆる planarな転位配列になりやすいこと、繰返し軟化の程度が小さい鋼においてはセルまたはバンド状転位組織が形成されやすいことがわかった。この結果は Lukasらの「繰返し軟化は」バンド状組織あるいはセル状組織の形成に伴う転位配列の結果生じる」という説と一致しない。Photo.1. に310系鋼の結果を示す。一般に積層欠陥エネルギー (s.f.e.) が低い場合、転位は planar となりやすく、s.f.e.が高い場合ひずみ振幅が大きいとセル組織、小さいと葉脈状組織 (vein) やバンド状組織が形成されるとされている<sup>5)</sup>。

Fig.4は310N鋼の4Kにおける繰返し数 vs 応力振幅曲線を室温におけるそれと比較したものであるが、試験温度が低くなると繰返し軟化の程度が大きくなる。疲労材の転位組織も低温で試験したものとほぼ planar になる傾向が大きく、平行に並んだ転位群が多く観察されるようになる。310L鋼においても試験温度の低下とともにわずかではあるが繰返し軟化の程度が増大する傾向が認められた。こうした観察は「合金の s.f.e. は一般に温度の低下とともに小さくなる」、「s.f.e. が低いと転位の配列は planar となる」という従来の報告と一致するようである。しかし以下に述べるように不明な点も残る。

比較的近くの報告を参考にすると SUS304鋼の室温における s.f.e. は 15~25 erg/cm<sup>2</sup>、SUS310鋼の s.f.e. は 30~45 erg/cm<sup>2</sup> 程度と考えられる。オーステナイト系ステンレス鋼の s.f.e. に及ぼすN添加の効果についてみると、影響が無いとするものや s.f.e. を増加させるものもあるが、比較的多量のNを添加した場合 (9) (10) には s.f.e. が低下するようである。しかし、著者らの観察ではよが生じない条件で SUS304鋼と310N鋼の疲労材の微視組織を比較すると後者の転位のほうがより planar である。転位の配列が s.f.e. だけによって決まるのであれば、310N鋼の s.f.e. が 304鋼のそれより低くなっていることになる。このことは従来の研究を参考にしる限りそれほど考えやすいことではない。

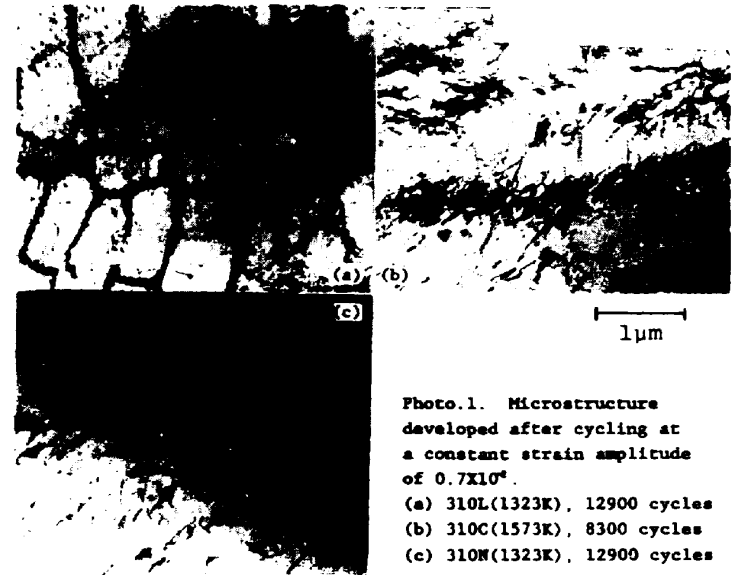


Photo.1. Microstructure developed after cycling at a constant strain amplitude of  $0.7 \times 10^{-4}$ .  
 (a) 310L(1323K), 12900 cycles  
 (b) 310C(1573K), 8300 cycles  
 (c) 310N(1323K), 12900 cycles

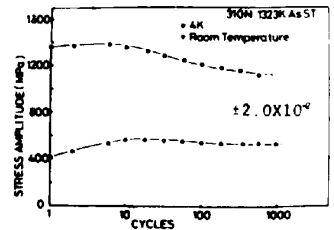


Fig. 4. Stress amplitude response of 310N steel for constant strain amplitude tests at room temperature and 4K.

また、310系鋼でCを十分に固溶させると

顕著とは言えないまでも明らかに繰返し軟化が増大するとともに、転位がセルを形成するより planar な配列になる傾向が観察された。従来 C の添加により s. f. e. が低下するという報告は無く s. f. e. だけで 310 C 鋼のこうした傾向を説明することはできない。Swann<sup>11)</sup>、Douglass<sup>12)</sup> からもオーステナイト系ステンレス鋼の転位組織は s. f. e. だけからでは説明できないとし、C<sub>w</sub>あるいは Fe と N の強い親和力による短範囲規則格子の形成とその効果から説明しようとしている。短範囲規則格子が実際に生じていることを直接証明した研究は未だ無いようであり、またオーステナイト系鋼における C より強い N の固溶強化作用の原因も明らかとなっていないことを考えると、彼らの説の実証を含め詳細な研究を行う必要があると思われる。

比較のため高Mn鋼の繰返し軟化・硬化挙動について述べる。Fig. 5は 32Mn 系の結果であるが、C、N を添加しても 310 系鋼で見られるような顕著な繰返し軟化は観察されない。このことは 4K において試験しても同様で、疲労材の転位組織はセル状あるいはバンド状となる。しかし Fig. 6 に示すように 18Mn 鋼では顕著な繰返し軟化が観察される。18Mn 鋼中の転位はセルを形成しにくく 310C 鋼ほどではないが planar な転位構造となる傾向が強い。これは Fe-Mn 鋼の s. f. e. がおよそ 18~20%Mn 付近で最低値となることと対応しているようにも考えられるが、高Mn鋼の s. f. e. に及ぼす C、N の影響については明らかではなく詳細については現在検討中である。

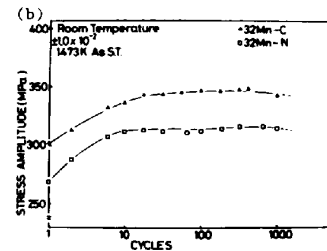
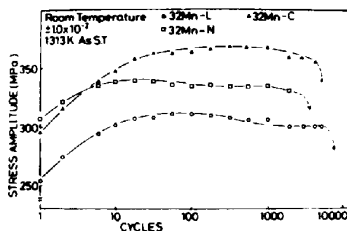


Fig. 5. Stress amplitude response of 32Mn steels for constant total strain amplitude tests at room temperature. (a) 1313K, (b) 1473K.

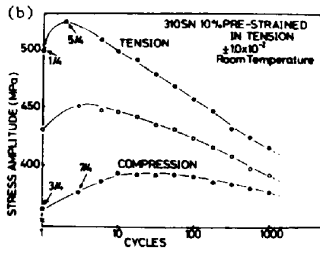
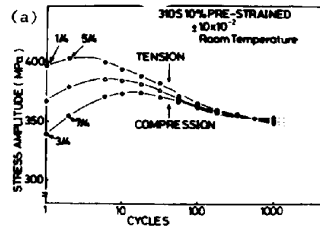


Fig. 7. Stress amplitude response of 10% pre-strained (a) 310S and (b) 310SN steels for constant strain amplitude cycling.

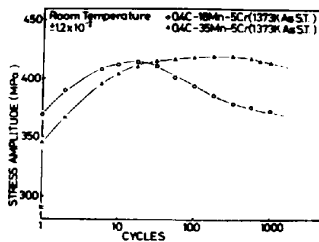


Fig. 6. Response of 18Mn and 35Mn steels to constant strain amplitude cycling.

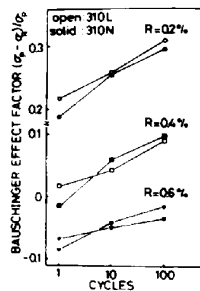


Fig. 8. Change in the Bauschinger effect factor (BEF) during fatigue at  $0.9 \times 10^7$  strain.

上で述べたように本系鋼の繰返し軟化は転位の planar な構造と対応していることがわかった。ここでは planar な転位構造はどのような機構で繰返し軟化と関係するのであるか。Fig. 7は予め 10% の引張変形を与えた 310S 鋼、310SN 鋼の繰返し軟化 vs. 応力振幅曲線である。これより N 添加鋼のバウシinger 効果が非常に大きいことがわかる。さらに Fig. 8 は 310L 鋼、310N 鋼の疲労試験中におけるバウシinger 効果の大きさの変化を、Matyas<sup>15)</sup> の方法にならって整理した結果である。両鋼とも繰返し変形によってバウシinger 効果が大きくなるが、塑性ひずみの大きいところでは 310L 鋼に比べ 310N 鋼のバウシinger 効果がより大きくなる傾向を示している。

Photo. 2 は 310 系鋼の初期繰返し硬化から繰返し軟化へ移行する繰返し数あるいは初期繰返し硬化が完了して飽和域に達した繰返し数における転位組織である。310L 鋼ではセル状、310C 鋼、310N 鋼では planar 状転位組織がすでに生じていることがわかる。

一方、疲労試験を途中で一度停止し試験片の表面を 100 μm ほど電解研磨すると、繰

Table 2. Comparison of the fatigue life ratio (experimental/calculated) between 310L and 310M steels.

steels	$\sigma_{0.2}$ (MPa)	$\phi$ (%)	(1/2) $\Delta\epsilon$	fatigue life		B/A
				calculated <sup>a</sup> (A)	experimental (B)	
310L	234	82.2	1.43X10 <sup>2</sup>	788	2278	2.9
			1.20 "	1105	2010	2.6
			0.97 "	1680	3759	3.4
			0.72 "	3102	3179	2.9
310N	303	78.7	1.43 "	828	7160	4.3
			1.20 "	1175	>13000	-
			1.06 "	1515	4412	5.3
			0.97 "	1824	2870	3.5
			0.72 "	4386	5168	4.4
					6935	5.9
		8100	5.3			
		9937	5.4			
		>13000	-			

\* by using Manson's eq.  
E(Young's modulus)=18760kgf/mm<sup>2</sup>

Table 3. Fatigue life under stress controlled tests at room temperature.

steels	$\sigma_{0.2}$	$\sigma_B$	$\pm\sigma_A$	$\sigma_A/\sigma_{0.2}$	$\sigma_B/\sigma_B$	$N_f$
310S	23.4	54.2	35	1.50	0.65	2900
			30	1.28	0.55	8800
310SN	34.5	70.5	50	1.45	0.71	900
			38	1.10	0.54	4000
			35	1.01	0.50	6600

\* : kgf/mm<sup>2</sup>

大きい310N鋼のほうがその程度が大きいようである。N添加により強度が増大するわりには絞りの位下もわずかで延性にすぐれることが、このような特性をもたらしているものと考えられる。

Table 3は応力制御疲労試験の場合の結果である。供試鋼は310S鋼と310SN鋼であるが、 $\sigma_{0.2}$ ,  $\sigma_B$ が高いだけに同じ応力振幅で比較すれば310SN鋼のほうが寿命が長い。しかし、 $\sigma_{0.2}$ ,  $\sigma_B$ に対する応力振幅の大きさを考えるとN添加鋼の応力制御疲労寿命は無添加鋼より劣る。

4. 結論 N, Cの固溶は繰返し軟化を増大し、とくにNの効果は著しい。繰返し軟化は転位の



Photo.2. Microstructures developed after cycling at a constant strain amplitude of 0.7X10<sup>-2</sup>.

- (a) 310L(1323K), 30 cycles
- (b) 310C(1573K), 20 cycles
- (c) 310N(1323K), 4 cycles.

返し変形により生じた軟化が復旧し、繰返し変形の再開により繰返し硬化→軟化過程をたどる。すなわち軟化に寄与する現象がとくに表面近傍で激しく生じていることが示唆される。疲労試験の途中で試験片表面をSEMにより観察すると、繰返し軟化が著しく生じているもののすべり線の向かきが広いこと、2次すべりの程度が少ないことが認められたが、両鋼種のすべり線とも直線的で、表面微視き裂の発生の様子にも差は認められなかった。

3.3 繰返し軟化・硬化と疲労寿命

繰返し軟化の顕著な鋼と軟化の程度の小さい鋼とで疲労寿命に差があるかどうかを調べた。

まず、310L鋼と310N鋼を用い、室温においてひずみ制御疲労試験を行い得られた疲労寿命と、Mansonの式を用いて得られた予想寿命とを比較した。予想寿命の計算に必要なヤング率はAISI 310鋼を用いたLedbetterらの測定結果を採用した。ヤング率はN添加により多少変わることが考えられるが、両鋼で同じ値(18760kgf/mm<sup>2</sup>)を用いた。結果をTable 2に示す。データの数がまだ十分ではないが、両鋼の寿命とも予想寿命より長くなっているものの、繰返し軟化の

planarな配列と対応する。planarな転位配列を生じる原因は従来報告されているS, C, Nの値だけでは説明できない。planarな転位の配列に起因するバウシinger効果は本系鋼の繰返し軟化の原因の一つと考えられる。

(文献)

1) 材料: 鉄鋼 67(1981), S1273. 2) J. Polak et al: Mat. Sci. Engr., 15(1974), 231. 3) 材料: 鉄鋼 66(1980), S1030. 4) P. Lukas et al: Z. Metallkunde, H2(1965), 109. 5) P. Lukas et al: Mat. Sci. Engr., 11(1973), 345. 6) P. J. Brofman et al: Met. Trans., 9A(1978), 879. 7) C. G. Rhodes et al: ibid, 8A(1977), 1901. 8) C. C. Bampton: Acta Met., 26(1978), 39. 9) R. E. Stoltz et al: Met. Trans., 11A(1980), 1033. 10) M. Fujikura et al: Trans. ISIJ, 15(1975), 464. 11) D. R. Swann: Corrosion, 19(1963), 102. 12) D. L. Douglas et al: ibid, 20(1964), 157. 13) 材料: 鉄鋼 67(1981), 587. 14) 材料: 鉄鋼 18(1979), 571. 15) M. C. Mataya et al: Met. Trans., 9A(1978), 917. 16) H. M. Ledbetter et al: JAP, 46(1975), 3855.