

## 討28 SUS316鋼のシャルピー衝撃値におよぼすクリープ変形の影響

東京大学 工学部 ○ 土山 友博  
藤田 利夫

### 1. 緒 言

高温高圧下で長時間使用された鋼が、いかなる特性を有しているかを調べることは、耐熱鋼の経年劣化や余寿命を推定するうえで非常に重要である。そのため、長時間加熱材や実機使用後の鋼について特性の変化を調べた研究は数多く行われているが、長時間加熱材においては応力が負荷されていないし、実機使用材においては使用中の温度や応力が明確でないことも多いものと思われる。そのため、実験室的に長時間クリープ変形を与えた鋼の特性の変化を調べることは重要であると考えられる。そこで本研究では、SUS316系鋼の長時間クリープ変形後のシャルピー衝撃値の変化を、クリープ変形を受けない無負荷加熱材と比較し、シャルピー衝撃値におよぼすクリープ変形の影響を明らかにすることを目的とした。とくにシャルピー衝撃値に注目したのは、実機で長時間使用されたSUS304鋼の機械的性質を調べた研究<sup>1)</sup>によると、シャルピー衝撃値の低下が他の機械的性質の低下よりも大きいことが報告されており、衝撃値はオーステナイト鋼の経年劣化を敏感に表わす特性と判断したためである。

### 2. 実験方法

Table 1 に供試鋼の化学成分を示す。この試料に対し、 $1100^{\circ}\text{C} \times 1\text{h} \rightarrow$ 水冷の溶体化処理を施した後、Fig. 1 に示す形状の試験片に機械加工した。クリープと時効は、 $650^{\circ}\text{C}$ 、 $700^{\circ}\text{C}$ 、 $750^{\circ}\text{C}$  の各温度で行った。クリープひずみは試験片の平行部が均一にクリープ変形しない場合も認められたため、体積を一定と仮定し、シャルピー試験片のノッチとなる部分の断面積の変化から求めた。ハーフサイズシャルピー衝撃試験片を作製し、試験は $20^{\circ}\text{C}$ で行った。その後、シャルピー破断試験片を用いて、組織観察、破面観察、析出物の同定、引張試験などを行った。

### 3. 実験結果

#### 3.1 シャルピー衝撃値

Fig. 2 に  $650^{\circ}\text{C}$  で  $8 \sim 19\text{kgf/mm}^2$  の応力で  $1000\text{h}$  クリープまたは時効後の衝撃値を溶体化まま材のそれとともに示す。溶体化まま材の衝撃値は  $26\text{kgf/cm}^2$  の高い値であるが、クリープまたは時効により、衝撃値は約  $15\text{kgf/cm}^2$  程度にまで低下する。しかしその値はクリープひずみの大小にかかわらずほぼ一定である。Fig. 3 に、 $650^{\circ}\text{C} - 10\text{kgf/mm}^2$  でより長時間クリープを与えた後の衝撃値の変化を示す。衝撃値は最初の  $1000\text{h}$  で大きく

Table 1 Chemical composition of steel used. (wt%)

C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo	N
0.063	0.23	1.86	0.028	0.013	9.67	17.05	1.87	0.039

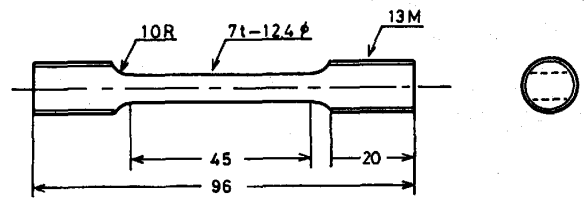


Fig. 1 Dimensions of creep specimen.

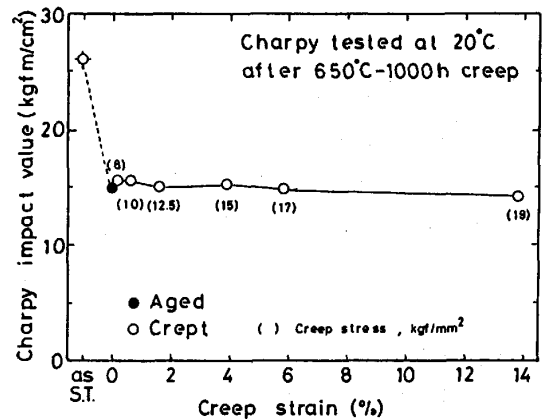


Fig. 2 Changes of Charpy impact value with creep strain after crept for 1000 h at  $650^{\circ}\text{C}$ .

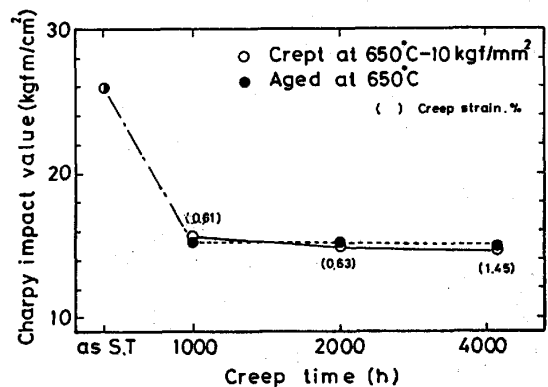


Fig. 3 Changes in Charpy impact value after crept at  $650^{\circ}\text{C} - 10\text{kgf/mm}^2$  or aged.

低下するが、その後の低下は少なく、またクリープ材と時効材とでは衝撃値にはほとんど差異は認められない。

次に、クリープ試験温度の影響を調べるために、Fig. 4に650～750℃の各温度で5～7%程度クリープ変形を与えた試料の衝撃値を時効材のそれとともに示す。温度が高くなるにつれて、衝撃値は低下する傾向にあり、またクリープ材と時効材の差も大きくなる傾向にある。そのため以下の実験は、750℃でクリープ変形を与えた。

Fig. 5に、750℃でクリープまたは時効した試料の衝撃値の変化を示す。いずれの条件においても、クリープ材の衝撃値が時効材のそれよりも低下しており、650℃の結果とは対照的である。またとくに長時間になるほど、クリープ材と時効材の衝撃値の差が大きくなる傾向が認められる。

3.2 引張特性

Fig. 6に650℃および750℃で1000hクリープまたは時効した試料の室温における引張特性の変化を示す。引張試験片は図中に示すように、シャルピー破断試験片から採取した。650℃クリープ材では、0.2%耐力と引張強さはクリープひずみが大きくなるにつれて上昇する。しかし引張強さよりも0.2%耐力の上昇が大きいので、降伏比の上昇が顕著である。一方750℃クリープ材では引張強さは650℃クリープ材とほぼ同等の上昇が認められるが、0.2%耐力は650℃クリープ材と比べると大きな差を生じている。これは750℃ではクリープ中に回復が生じていることによると考えられる。絞りは、いずれの温度でも溶体化まま材にくらべて、クリープにより低下するが、750℃材の方が650℃材よりも強度上昇が少ないにもかかわらず低下は若干大きい。しかし絞りの低下は衝撃値の低下よりもかなり小さい。

3.3 組織および破面観察

Photo 1に650℃で1000h時効またはクリープ後の光学顕微鏡写真を示す。時効材では主として粒界に優先的に析出が認められるが、クリープ応力の増加につれて粒内への析出がさかんになる。

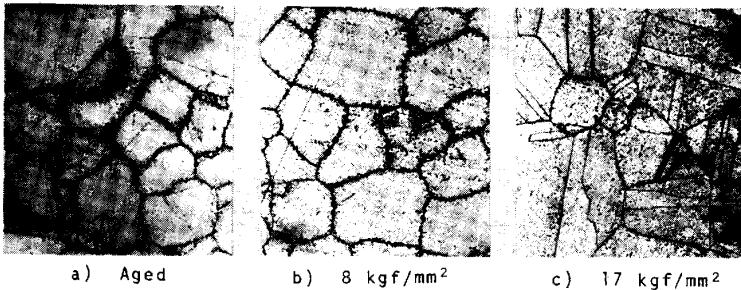


Photo 1 Optical micrographs after crept or aged at 650°C for 1000 h.

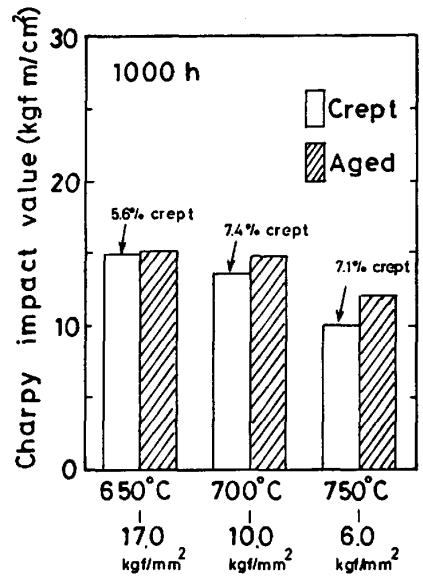


Fig. 4 Comparison of Charpy impact value after crept or aged at the temperature of 650°C to 750°C.

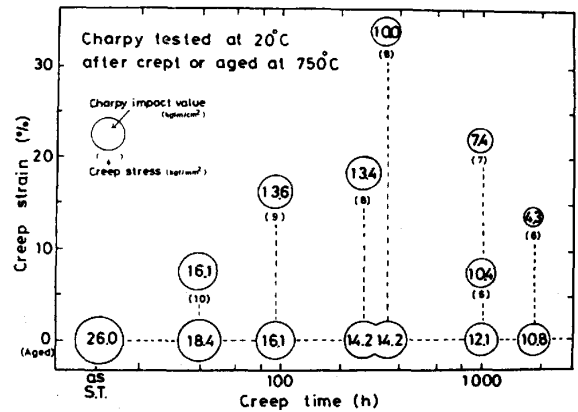


Fig. 5 Changes in Charpy impact value after crept or aged at 750°C.

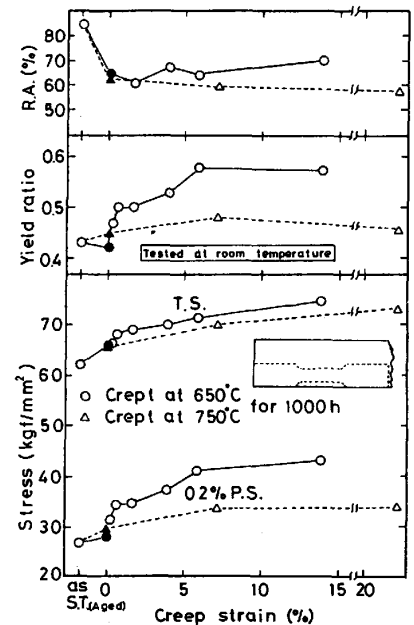
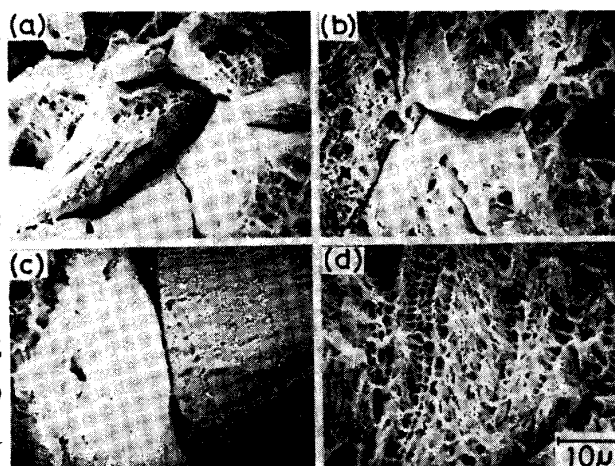


Fig. 6 Changes in tensile properties at room temperature after crept for 1000 h at 650°C or 750°C.

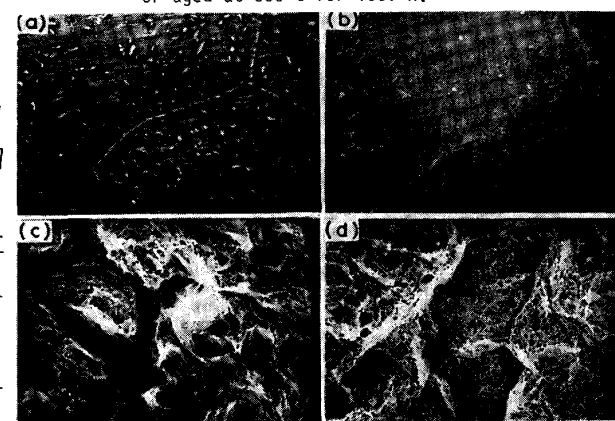
Photo 2に650°Cで1000 h時効および17 kgf/mm<sup>2</sup>の応力  
 でクリープ変形した試料の衝撃破面を示す。時効材  
 では顕著な粒界破面が多く認められる。しかしクリー  
 プ材では、(b)に示すように一部に粒界破面も認めら  
 れるが、主として(d)に示すような非常に細かいdimple  
 破面が多く観察される。これらの破面観察結果は、  
 Photo 1に示した組織観察結果とよく対応している。す  
 なわち、時効材では粒界析出物のために粒界破壊が起  
 こりやすくなり、クリープ材では粒内の微細な析出物  
 を核とする細かいdimpleが形成させるものと考えられ  
 る。しかしこのように時効材とクリープ材で、組織と  
 破面が非常に異なっているにもかかわらず衝撃値に差  
 が認められないのは興味ある結果であるため、考察に  
 関して詳しく述べる。



a), c) Aged , b), d) Crept at 17 kgf/mm<sup>2</sup>

Photo 2 Charpy impact fracture surface after crept or aged at 650°C for 1000 h.

Photo 3に750°Cで1000 h時効および7 kgf/mm<sup>2</sup>の応力  
 でクリープ変形した試料のSEMによる組織写真と破面  
 写真を示す。時効材では粒界析出物とともに粒内にも  
 かなり多くの析出物が認められる。クリープ材では粒  
 内の微細な析出物とともに、粒界にはσ相と考えられ  
 る粗大な析出物が多く認められる。時効材の破面は、  
 650°C時効材と同様750°Cにおいても、粒界破面を呈  
 している。一方クリープ材においても、比較的粒界の  
 輪郭がはっきりした粒界延性破面を呈している。



a), c) Aged , b), d) Crept at 7 kgf/mm<sup>2</sup> 5µm (a, b) 10µm (c, d)

Photo 3 Microstructure and Charpy impact fracture surface after crept or aged at 750°C for 1000 h.

#### 4. 考 察

##### 4.1 650°C時効材とクリープ材の衝撃値に差異が認められな

い原因 Fig. 6に示したように、クリープ変形量の増加につ  
 れて、とくに0.2%耐力の上昇が顕著である。一般に強度と延  
 性・韌性は相反する性質であるため、クリープ変形量が大きい  
 ものほど強度(0.2%耐力)が上昇したことにより、衝撃値が  
 低下することが考えられる。一方Photo 1に示したように、ク  
 リープ変形量が小さいほど粒界への析出がさかんになる。時効材  
 において、強度上昇がほとんど認められないにもかかわらず衝  
 撃値が低下するのは、この粒界析出による粒界破壊に起因する  
 と考えられる。なお、650°C加熱材において認められる析出物  
 は、M<sub>23</sub>C<sub>6</sub>のみであり、析出量は後ほど述べる750°C加熱材と  
 くらべるとクリープによる促進効果は大きくはない。以上のこ  
 とより、クリープ材と時効材の衝撃値に差異が認められない原  
 因はFig. 7のように考えられる。すなわち、クリープ材における強度上昇による韌性低下作用と、時効  
 材における粒界析出による韌性低下作用の和が等しくなるために、組織と破面が非常に異なるにもか  
 わらず、衝撃値に差異が認められなかったものと考えられる。

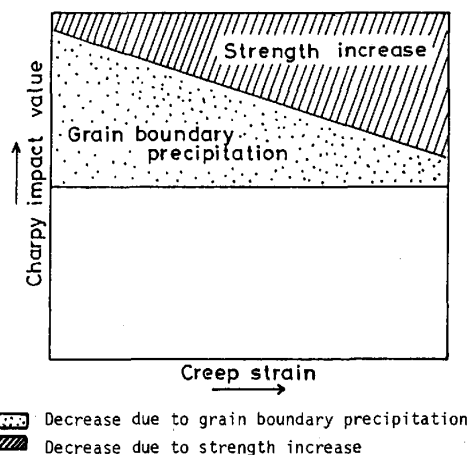


Fig. 7 Schematic illustration of cause of decrease Charpy impact value after crept or aged at 650°C.

## 4.2 750°C時効材とクリープ材の衝撃値に差異が認められた原因

### 4.2.1 クリープキャビティによる靱性低下の検討

本鋼のクリープ材で観察されたキャビティは数も少なく、大きさも小さいが、このようなキャビティが衝撃値にどのような影響をおよぼしているかを明らかにするために以下の実験を行った。すなわち、750°C-8kgf/mm<sup>2</sup>で341h十分にクリープ変形(A)と時効(B)

Table 2 Changes in Charpy impact value of specimens pre-crept or pre-aged with resolution treatment.

	Treatments	vE (kgfm/cm <sup>2</sup> )
A	750°C - 8 kgf/mm <sup>2</sup> - 341 h Crept	10.0
B	750°C - 341 h Aged	14.2
C	A + 1100°C - 1 h + B	11.8
D	B + 1100°C - 1 h + B	12.1

を与えた試片に対して、1100°C-1h→水冷の再溶体化処理を施した。その後再びクリープ材(C)と時効材(D)をとともに341hの時効処理を与え、衝撃試験を行った。Table 2に結果を示す。再熱処理を施さないAとBには約4 kgfm/cm<sup>2</sup>の差が認められるが、再熱処理材CとDには差が認められない。キャビティの量を調べるために、再熱処理材の密度を測定した結果によると、クリープ材(C)は時効材(D)に比して0.34%の密度の低下が認められた。しかしこの程度の量では衝撃値にほとんど影響を及ぼさないようである。

### 4.2.2 組織変化による衝撃値低下の検討

オーステナイト系ステンレス鋼の長時間加熱による靱性低下原因の一つとして、 $\sigma$ 相の析出が考えられる。そこで、電解抽出残渣のX線回析により析出物を同定した結果をFig. 8に示す。図中の円の大きさは、抽出残渣の重量%に対応している。同定された析出物は、M<sub>23</sub>C<sub>6</sub>、Laves相、 $\chi$ 相、 $\sigma$ 相である。これらの析出物はクリープ変形により早く現われる傾向にあり、また析出量が増加することも明らかである。ここで $\sigma$ 相が認められたのは、1000h-21.9%および1800h-13.8%クリープ材である。これらはそれぞれ、vE = 7.3, 4.3 kgfm/cm<sup>2</sup>であり同時間時効材のvE = 12.1, 10.8 kgfm/cm<sup>2</sup>に対して大きな差を生じている。時効材では $\sigma$ 相が認められないことから、これらの衝撃値の差に対して $\sigma$ 相が大きく影響していると考えられる。しかし $\sigma$ 相が認められない他の試験条件においても、クリープ材の衝撃値が時効材より低いことから、 $\sigma$ 相以外にもクリープ材の衝撃値を低下させる因子が存在すると考えられる。750°C加熱材の強度上昇は650°Cほど顕著でないため、このことによる衝撃値低下作用は小さいと思われる。Fig. 8に示すように、いずれの加熱条件においても、析出量はクリープ材の方が多い。また当然であるが、長時間側ほど析出量は増加しており、この析出量の変化と衝撃値の低下がよく対応しているため、これが $\sigma$ 相が認められないときのクリープ材の衝撃値が大きく低下する主要原因と考える。

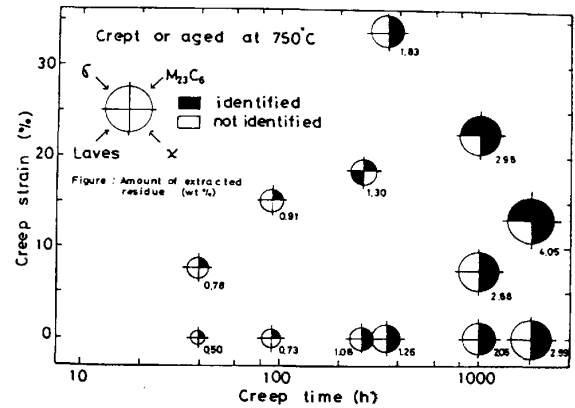


Fig. 8 Changes in amount of extracted residue and type of precipitates.

5. 結 言

SUS 316鋼の経年劣化に対する知見を得るため、長時間クリープ材と時効材のシャルピー-衝撃試験を行ない、以下の結果を得た。(1) 650°Cクリープ材と時効材のシャルピー-衝撃値は、本研究の範囲内では差異は認められなかった。(2) 750°Cクリープ材と時効材の衝撃値は、クリープ材の方がすべての条件下で低い値を示した。(3) クリープおよび時効によりぜい化するが、引張延性の低下よりもシャルピー-衝撃値の低下の方が顕著であるため、本系鋼の経年劣化の検出に対して、シャルピー-衝撃値は有効な特性であると考えられるが、より詳細な検討が必要である。

## 6. 文 献

- 1) 田中 勝ら, 鉄と鋼, 69, S549 (1983)