

論文

高温用安定化型ステンレス鋼 (SUS 347 HTB, SUS 321 HTB) の細粒化に関する製造条件の検討

行俊 照夫*・吉川 州彦*²・寺西 洋志*²

The Effect of Production Conditions on Grain Refinement for Stabilized Type Stainless Steel for Elevated Temperature Application

Teruo YUKITOSHI, Kunihiko YOSHIKAWA and Hiroshi TERANISHI

Synopsis :

Stabilized type stainless steel is processed to get finer grain size even at higher solutioning temperature. The detailed process is as follows. Carbides are fully dissolved at high softening temperature, and then, after cold work recrystallization is performed at lower solutioning temperature. Precipitation of fine carbides during the solution is proved to be responsible for the fine grain by preventing grain growth.

SUS 347 HTB tubes (JIS) were made by the above process and examined for creep rupture. They showed higher creep rupture strength compared to the tubes with the lower softening temperature process. Advantage of this new process is to allow higher solutioning temperature which provides higher creep rupture strength.

1. 結 言

ボイラ、石油精製、高速増殖炉などの高温機器では、熱交換器用鋼管、配管材料として 18-8 オーステナイト系ステンレス鋼が多量に使用されている。

これらの材料は主として高温高圧下で腐食環境中で使用されるため、高温での機械的性質（クリープ強度、疲労特性、延性など）と耐食性にすぐれていることが必要である。これらの特性に対して結晶粒度が大きな影響を有していることはよく知られている。

一般的には、結晶粒が微細であれば、クリープ破断延性¹⁾²⁾、低サイクル疲労特性³⁾、耐食性（ボイラ材では耐水蒸気酸化性^{4)~6)}、超音波検査での探傷性が良好となるが、反面、耐熱鋼として最も重要なクリープ破断強度が低くなり、材料に定められた許容引張応力を満足できなくなる恐れもある。このような観点から、例えば、ボイラ用 JIS SUS 321 HTB 鋼管では結晶粒度番号を 7 より粗粒とむしろ粗粒域に結晶粒度を定めている⁷⁾。

オーステナイト系ステンレス鋼のクリープ破断強度は固溶化熱処理温度が高くなるほど向上するが、反面結晶粒の粗大化を招き耐食性やクリープ特性以外の機械的性質が損われる。従つて、クリープ破断強度を高めること

と結晶粒を微細化することの両立を図ることは非常に重要な課題である。

本報告では、安定化型ステンレス鋼である SUS 347 HTB 鋼を主に用いて上記の検討を行った結果を報告する。また SUS 321 HTB 鋼についても同様の検討結果を報告する。

2. 実 験 方 法

実験に供した SUS 347 および SUS 321 ステンレス鋼の化学成分を Table 1 に示す。供試鋼は、50 kg の真空溶解炉で溶製した鋼塊を鍛造、熱延により 15 mm 厚さの板材に仕上げ、軟化→冷延→固溶化熱処理を行った。軟化から固溶化熱処理までの工程を Fig. 1 および

Table 1. Chemical compositions of SUS 347 and SUS 321 stainless steels.

Steel	C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Nb	Ti
A	0.03	0.56	1.61	0.01	0.006	18.52	12.56	0.32	—
B	0.03	0.57	1.54	0.01	0.008	18.51	12.43	0.88	—
C	0.05	0.61	1.58	0.01	0.008	18.53	12.57	0.31	—
D	0.05	0.62	1.62	0.01	0.008	18.81	12.47	0.89	—
E	0.065	0.56	1.49	0.02	0.007	17.54	11.61	0.78	—
F	0.07	0.58	1.59	0.01	0.008	18.82	11.96	0.33	—
G	0.07	0.61	1.60	0.01	0.008	18.39	12.37	0.65	—
H	0.07	0.61	1.59	0.01	0.008	18.30	12.36	0.88	—
I	0.09	0.62	1.58	0.01	0.008	18.59	12.02	0.92	—
J	0.07	0.53	1.69	0.02	0.001	17.45	11.70	—	0.43

昭和 59 年 4 月本会講演大会にて発表 昭和 59 年 3 月 9 日受付 (Received Mar. 9, 1984)

* 住友金属工業(株)中央技術研究所 工博 (Central Research Laboratories, Sumitomo Metal Industries, Ltd., 1-3 Nishinagahondori Amagasaki 660)

*² 住友金属工業(株)中央技術研究所 (Central Research Laboratories, Sumitomo Metal Industries, Ltd.)

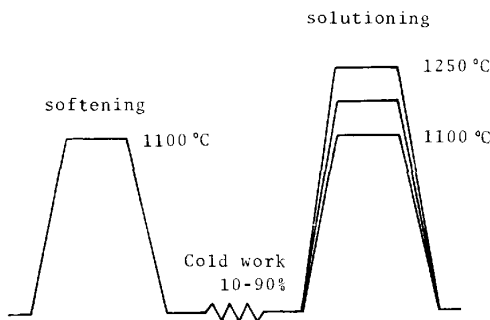


Fig. 1. Schematic illustration for manufacturing process. (Process A, softening temperature \leq solutioning temperature)

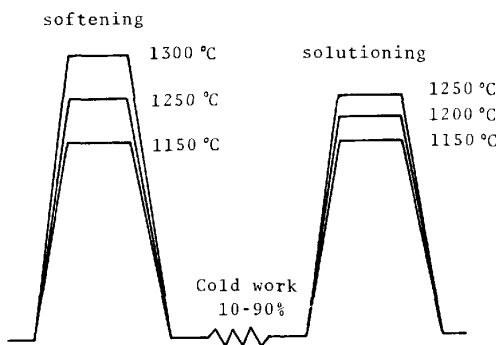


Fig. 2. Schematic illustration for manufacturing process. (Process B, softening temperature \geq solutioning temperature)

Fig. 2 に示すが、Fig. 1 の方法は通常採用している製造方法であり (プロセスAと称する)、Fig. 2 の方法は軟化温度を固溶化処理温度よりも高くしたものである (プロセスBと称する)。軟化の温度は $1100^{\circ}\text{C}\sim 1300^{\circ}\text{C}$ 、固溶化温度は $1100^{\circ}\text{C}\sim 1250^{\circ}\text{C}$ まで変え、保持時間は各々 10 min とした。また固溶化熱処理前の冷間加工度は $10\sim 90\%$ の範囲で冷間圧延を行った。

上記の供試鋼を用いて、マイクロ組織観察により結晶粒度を測定し、また抽出残渣分析により軟化熱処理、固溶

化熱処理後の Nb 残渣量を測定した。さらに抽出レプリカ法により電子顕微鏡観察で炭化物の分布、サイズの調査を行った。また Steel H においてクリープ破断試験を実施し、火力技術基準や ASME Sec I に定められている許容引張応力を満足する固溶化熱処理温度を調べた。

プロセスA, Bの方法で鋼管 (Steel I) を製造し、結晶粒度に及ぼす影響を調べた。さらに SUS 321 HTB 鋼についても同様の調査を行い、SUS 347 HTB 鋼との比較も合わせて行った。

3. 実験結果

3.1 プロセスA法での SUS 347 鋼の結晶粒度

Fig. 1 に示す方法 (プロセスA) で製造した板材の結晶粒度に及ぼす冷間加工度、成分 (C, Nb)、固溶化熱処理温度の影響を Fig. 3 に示す。冷間加工度の影響は 1200°C 固溶化温度まで若干認められ、冷間加工度が大きい方が細粒である。しかし 1250°C での固溶化温度では冷間加工度の影響は見られない。C, Nb は結晶粒度に影響を及ぼし、量が増加すると細粒化する。また Nb の方がCよりも細粒化の効果が大きい。

3.2 プロセスB法での SUS 347H 鋼の結晶粒度

Fig. 2 に示すプロセスB法で製造した板材の結晶粒度に及ぼす軟化温度、冷間加工度の影響を Fig. 4 に示す。冷間加工度 30% 材では固溶化温度が 1175°C までは軟化温度の影響はほとんどみられない。しかし 1200°C 以上の固溶化温度では軟化温度は大きな影響を有しており、軟化温度が 1100°C 、 1250°C 、 1300°C と高くなるにともない結晶粒の粗大化の程度が小さくなり、軟化温度の高いものの方が結晶粒度は微細になることがわかる。冷間加工度の影響は固溶化温度が 1200°C 以上ではほとんどみられない。しかし、軟化温度が 1300°C と著

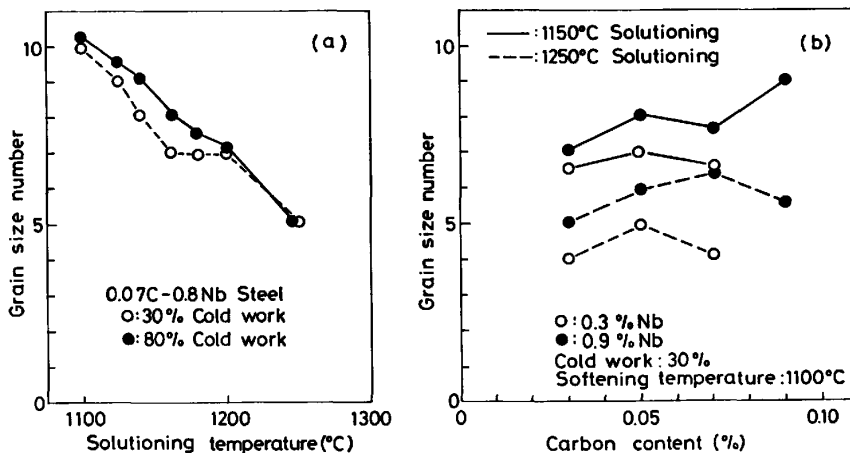


Fig. 3. Effect of cold work, carbon and niobium content on grain size of SUS347 stainless steel when made by process A.

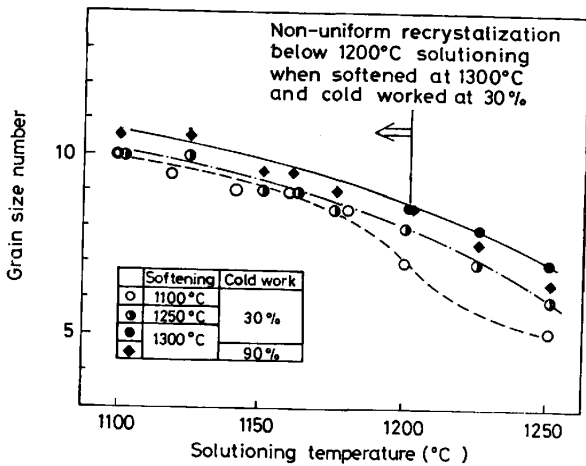


Fig. 4. Effect of softening temperature on grain size after final solutioning. (Steel I, Process B)

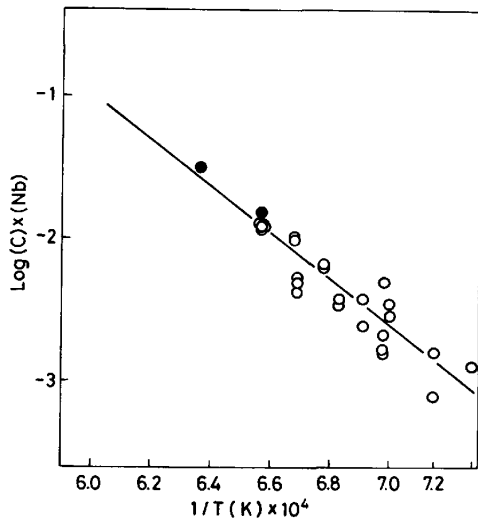


Fig. 5. Solubility of NbC in 347 stainless steel.

しく高温にすると冷間加工度が 30% 程度では、1175°C 固溶化温度まで不均一な再結晶しか生ぜず、1200°C 以上の固溶化温度でようやく均一に再結晶粒がみられる。従つてプロセス B 法では均一に再結晶させるために必要最低限の冷間加工度が必要で、1300°C 軟化温度の場合には少なくとも 30% 以上の冷間加工度が必要である。

Fig. 3, 4 を比較すると、固溶化温度が 1200°C 以上の高い温度での結晶粒度は、プロセス B 法で製造した鋼の方がより細粒であることがわかる。

結晶粒度が固溶化温度のみならず軟化温度の影響も受けることは NbC の固溶および析出の挙動と関連を有していると考えられる。Nb 抽出残渣量と固溶化温度との関係を Fig. 5 に示す。また 1250°C および 1300°C 軟化での Nb 抽出量と 30% 冷間加工後 1100°C ~ 1250°C で固溶化処理を行った後の Nb 残渣量を Fig. 6 に示す。Fig. 5 により NbC の溶解度積は(1)式のごとく表され山田の結果に近い結果が得られてい

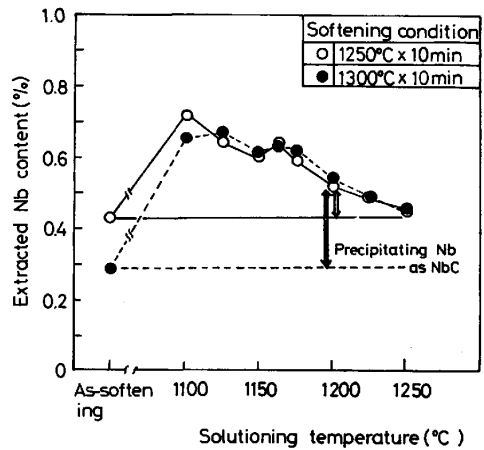


Fig. 6. Effect of softening temperature on extracted Nb in response to solutioning temperature. (Steel I)

る。

$$\log [C][Nb] = 8.47 - 15814/T \dots\dots\dots (1)$$

C, Nb : wt% T : K

この溶解度積から各固溶化温度での固溶 Nb 量を計算すると Steel I (0.09C-0.92Nb) 鋼では 1250°C での固溶化温度でも Nb は 0.3% 程度しか固溶せず、かなりの Nb が NbC として未固溶のまま残っている。未固溶 NbC の分布状況は Photo. 1(a) に示すとおりであるが、0.5 μm 程度の比較的粗大な未固溶炭化物として分布している。

一方、Fig. 6 に示すように軟化温度が 1250°C、1300°C と高く、固溶化温度が軟化温度を越えない範囲の場合には、固溶化処理中に NbC が析出することがわかる。例えば、1300°C での軟化処理では Nb 抽出量は 0.3% であり、これを 1200°C で再加熱すると Nb 抽出量は 0.55% となり、1200°C 再加熱により 0.25% の Nb が析出する。1250°C での軟化では 0.42% の抽出量が、1200°C 再加熱により Nb 抽出量 0.51% となるので、0.09% の Nb が析出することになる。すなわち、軟化温度を高くして固溶 Nb 量を多くすれば、固溶化温度が一定でかつ軟化温度よりも低い場合、より多量の NbC が析出する。

このような処理を行った場合の NbC の分布状況を Photo. 1(b) に示す。Photo. 1(a) の場合とくらべて NbC の析出状況が大きく異なっている。非常に微細な 0.1 μm 程度の NbC が多数析出していることが特徴的である。

3.3 SUS 347 HTB 鋼のクリープ破断強度と固溶化熱処理温度

高温用 347H ステンレス鋼は、火力発電技術基準⁹⁾ や ASME Code Sec I¹⁰⁾ に許容引張応力値が定められてい

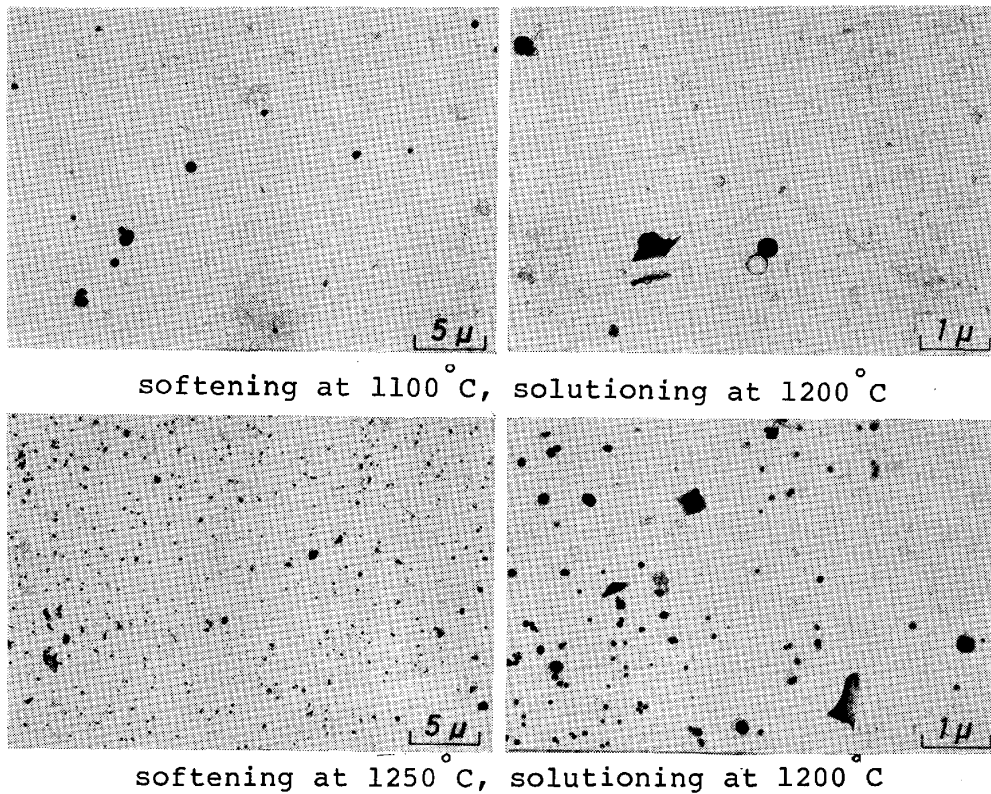
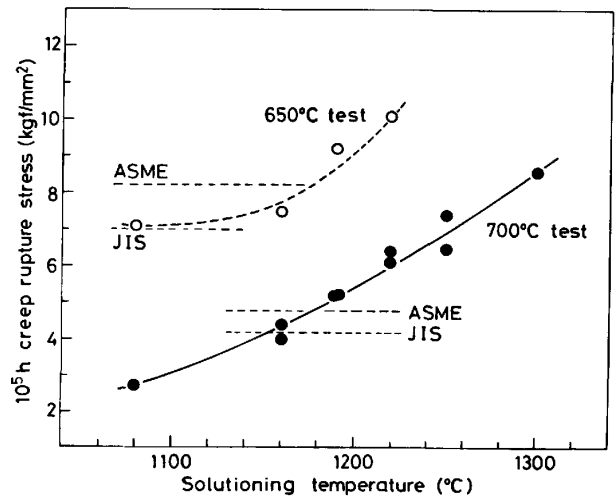


Photo. 1. Effect of softening temperature on the distribution of NbC precipitates in SUS347 HTB steel (Extraction replica electron microscope).

るが、600°C 以上のクリープ域での許容引張応力は 10 万 h のクリープ破断強度で決定されている。クリープ破断強度は固溶化熱処理温度と密接な関係を有しており、Fig. 7 に示すように SUS 347 HTB 鋼 (Table 1 中の D, E, G, H, I の成分) では固溶化温度が高くなるほど、10⁵ h クリープ破断強度が高くなる。図中 JIS と表記したのは火力技術基準で定めた許容引張応力から要求されるクリープ破断強度であり、ASME と記したものは ASME Sec I での許容引張応力から求めたものである。本図から火力技術基準あるいは ASME の許容引張応力を満足させるためには各々 1150°C、1180°C 以上で固溶化熱処理を行う必要がある。この結果から、SUS 347 HTB 鋼では 1150°C 以上の固溶化熱処理での結晶粒成長、結晶粒度が実用的な観点から重要である。小若⁴⁾、諸石ら⁵⁾が報告しているように、水蒸気酸化に対しては結晶粒度 No. 7 よりも細粒で耐水蒸気酸化性が良好となる。従つて 1150°C 以上の固溶化温度でも結晶粒度 No. 7 よりも細粒を得ることが必要である。

プロセス A の方法では Fig. 3 の結果から、Steel D, E, H, G, I (C : 0.05~0.09%, Nb : 0.65~0.92%) が 1150°C~1175°C の固溶化温度範囲で結晶粒度 No. 7 程度となることがわかる。一方、プロセス B の方法では Fig. 4 の結果から、Steel I では 1250°C 以上の軟化



ASME : allowable tensile strength specified by ASME code Sec. I

JIS : allowable tensile strength specified by JIS standard

Fig. 7. Effect of solutioning temperature on 10⁵h creep rupture strength. (Steel H)

温度で軟化すると 1200°C~1225°C での固溶化温度でも結晶粒度は No. 7 よりも細粒であり、プロセス A の方法よりも高い固溶化熱処理温度を選択できることになり、Fig. 7 の結果から ASME の許容引張応力も十分に満足できるものとなる。すなわちプロセス B の製造方法を採用することによりクリープ破断強度が高くかつ結

晶粒度が細かい水蒸気酸化に良好な SUS 347 HTB を製造できることがわかった。

3.4 プロセスAおよびBで製造した鋼管の比較

板材で製造プロセスが結晶粒度に大きな影響を及ぼすことがわかったので、プロセスAとBの方法で鋼管を製造した。鋼管の最終寸法は外径 50.8 mm×肉厚 8 mm である。プロセスAの条件としては押し出し後、1100°C の軟化をし、冷間抽伸で減面加工率 30% を与えた。またプロセスBの条件としては、軟化処理を1300°C、冷間抽伸はプロセスAと同一の加工度とした。化学成分は Steel I とほぼ同様である。

Fig. 8 に上記の方法で製造した鋼管の結晶粒度を比較した。板材の結果と同様にプロセスBの方がより細粒となるのが認められる。結晶粒度 No. 8 で比較した場合、プロセスAでは 1150°C、プロセスBでは 1225°C が固溶化温度となり、プロセスBでは著しく固溶化温度を高めることができる。結晶粒度 No. 8 にそろえた鋼 (プロセスAでは 1150°C、プロセスBでは 1225°C の固溶化温度で固溶化) のクリープ破断試験結果を Fig. 9 に示す。プロセスBで製造した鋼管の方が、プロセス

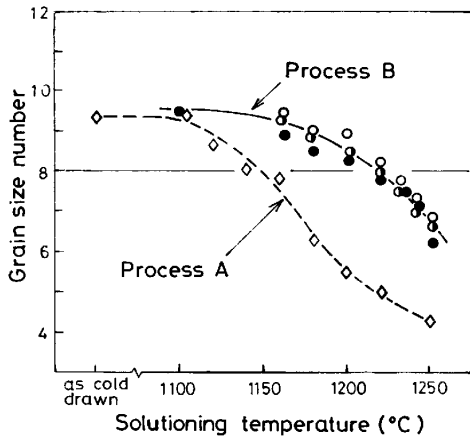


Fig. 8. Comparison of grain growth behavior in the 347 stainless steel tubes subject to different manufacturing processes.

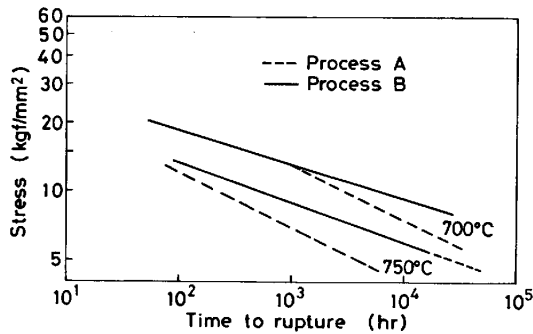


Fig. 9. Comparison of creep rupture strength between 347 stainless steel tubes made by two types of processes.

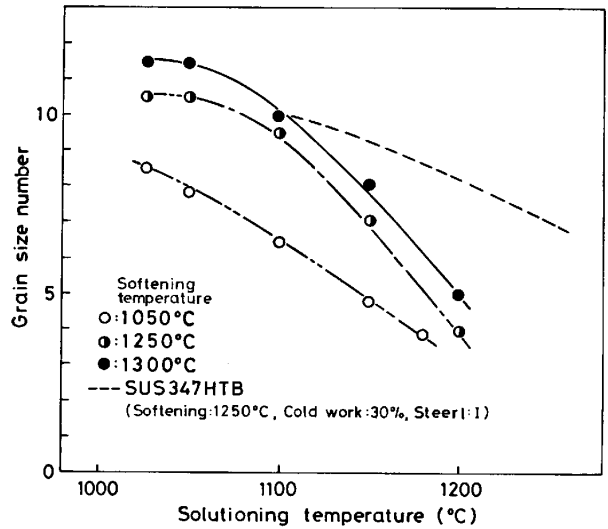


Fig. 10. Effect of softening temperature on grain size of SUS321 stainless steel.

Aの鋼管よりもクリープ破断強度が大幅に高くなっていることがわかる。これは固溶化温度が高くなるほど、クリープ破断強度が高くなることによるものである¹¹⁾。

3.5 SUS 321 HTB 鋼の結晶粒度に及ぼすプロセスの影響

SUS 321 HTB 鋼 (Steel J) を用いプロセスA、Bの両方法で板材を製作した。プロセスAは軟化温度 1050°C、冷間加工度を 50% の条件である。プロセスBは軟化温度 1250°C、1300°C、冷間加工度は 50% である。固溶化熱処理後の結晶粒度を Fig. 10 に示す。SUS 321 HTB 鋼でも SUS 347 HTB 鋼と同様に軟化温度が高いものほど、固溶化熱処理後の結晶粒度が微細化するのが認められる。しかし固溶化処理温度が高くなると、結晶粒度は軟化温度に依存しない傾向がみられる (例えば 1200°C 固溶化処理温度)。また SUS 347 HTB 鋼にくらべて、SUS 321 HTB 鋼は 1100°C 以上の固溶化温度で結晶粒度がより粗大であり、固溶化処理温度が高くなるほど両鋼の結晶粒度の相違が大きくなる。

4. 考 察

4.1 SUS 347 HTB 鋼の結晶粒度に及ぼす熱処理条件の影響

SUS 347 H 鋼の固溶化熱処理後の結晶粒度は C、Nb の含有量、軟化温度、固溶化熱処理温度により影響をうけることが明らかになったので、NbC の固溶および析出の観点から結晶粒度の評価を行った。

(1) 軟化温度 (T softening) > 固溶化熱処理温度 (T solutioning) の場合

式(1)により軟化温度、固溶化熱処理温度での未固溶

Table 2. Calculation of precipitating NbC and limiting grain size when softened at 1 250°C and followed by lower solutioning temperatures. (0.07-0.75 Nb steel)

Solutioning temperature (°C)	Undissolved NbC (%)	Precipitating NbC at lower solutioning temperature (wt%)	Volume fraction of precipitating NbC (%)	Limiting grain size due to NbC ppt	
				Eq (3)	Eq (4)
1 250 (As-softened)	0.362	—	—	—	—
1 200	0.473	0.111	0.116	29.0 μm (GS 6.9)	22.6 μm (GS 7.6)
1 150	0.534	0.172	0.179	18.6 μm (GS 8.2)	14.6 μm (GS 8.9)

NbC 量を計算した結果を Table 2 に示す。本表では 1 250°C で軟化した後に 1 150°C, 1 200°C で固溶化熱処理した際に析出する NbC 量とその体積率を示している。これらの数値と、Photo. 1(b) で示したように、固溶化熱処理中に析出する NbC のサイズ ($d \approx 0.1 \mu\text{m}$, $r \approx 5 \times 10^{-6} \text{cm}$) から析出物によりピンニングされて決まる限界結晶粒径の計算を行った。限界結晶粒径は ZENER や GLADMAN らの提唱した式(3), (4)を用いて計算した¹²⁾。

$$d_0 = 2r/3f \dots \dots \dots (3)$$

$$d_0 = \frac{\pi r}{3f} (3/2 - 2/Z) \dots \dots \dots (4)$$

d_0 : 限界結晶粒径 (μm) f : 析出物体積率 (cm^3/cm^3)

r : 析出物半径 (μm)

Z : 粗大化する粒の粒径 (μm)/マトリックス平均粒径 (μm)

ただし Z は BYRE, HILLERT の解析を参考に $Z=2$ として計算した¹³⁾¹⁴⁾。計算した結果は実験結果 (Fig. 4) と比較的よく一致しており、固溶化熱処理中に析出する微細 NbC が限界結晶粒径を決定していると考えられる。またこの試算から、軟化温度が高くなるほど固溶 Nb 量が増加し、固溶化熱処理時に多量の NbC が析出し、式(3)(4)中の析出物体積率 (f) が大きくなり結晶粒が微細化することがわかる。これは実験事実とよく合致している。

(2) 軟化温度 ($T_{\text{softening}}$) < 固溶化熱処理温度 ($T_{\text{solutioning}}$) の場合

前項と同様に限界結晶粒径を計算し、その結果を Table 3 に示した。本表は軟化温度を 1 100°C とし、固溶化熱処理温度が 1 150°C, 1 200°C, 1 250°C の場合の未固溶 NbC 量と体積率の計算結果を示している。 $T_{\text{softening}} < T_{\text{solutioning}}$ の場合には、固溶化熱処理中に NbC が析出してくることはないの、表中の各固溶化熱処理温度で決まる未固溶 NbC の体積率とサイズとで限界粒径が決定されると考えられる。未固溶 NbC の

Table 3. Calculation of undissolved NbC and limiting grain size when softened at 1 100°C and followed by higher solutioning temperature.

Solutioning temperature (°C)	Undissolved NbC (%)	Volume fraction of undissolved NbC (%)	Limiting grain size due to NbC precipitates	
			Eq (3)	Eq (4)
1 250	0.362	0.377	44.2 μm (GS 5.7)	34.7 μm (GS 6.4)
1 200	0.473	0.492	38.9 μm (GS 6.1)	26.6 μm (GS 7.2)
1 150	0.534	0.556	30.0 μm (GS 6.8)	23.5 μm (GS 7.5)

$d (\mu\text{m}) = 320 \times 2^{-N/3}$
 d : Grain diameter (μm)
 N : Grain size number

サイズは $0.5 \mu\text{m} \sim 1 \mu\text{m}$ と (1) の場合に析出する NbC の約 5 倍の大きさであり、サイズは $d \approx 0.5 \mu\text{m}$ ($r \approx 2.5 \times 10^{-5} \text{cm}$) として計算した。限界結晶粒径の計算値は Fig. 3 に示す結晶粒径と同等程度の値である。従つて (2) の場合には結晶粒度は未固溶 NbC により決定されていると考えることができる。Table 2 と 3 を比較すると同じ固溶化熱処理温度では Table 2 の中の結晶粒径が小さくつており、(1) の方式により微細粒が得られる実験結果とも対応している。

C, Nb の結晶粒度への影響は、未固溶 NbC の量に関係していると考えられる。すなわち、C, Nb 量が増加することにより、固溶化熱処理時の未固溶 NbC が増加し、体積率も増加するために結晶粒が微細化する。

4.2 SUS 321 HTB 鋼の結晶粒度

SUS 321 HTB 鋼も軟化、固溶化熱処理に対して結晶粒度は SUS 347 HTB 鋼と似通つた挙動を示すものの、相違点も認められることがわかつた。例えば、固溶化熱処理温度が 1 200°C では軟化処理温度の結晶粒度に及ぼす影響が比較的小さくなることや、SUS 347 HTB 鋼に比べてかなり結晶粒が大きくなることである。

この現象は TiC と NbC の安定性の相違に関係しているものと考えられる。TiC の溶解度積は式(5), (6)

Table 4. Calculation of precipitating TiC and limiting grain size when softened at 1250°C and followed by lower solutioning temperatures.

Solutioning temperature (°C)	Undissolved TiC (wt%)	Precipitating TiC at lower solutioning temperature (wt%)	Volume fraction of precipitating TiC (%)	Limiting grain size due to TiC ppt	
				Eq (3)	Eq (4)
1250 (As-softened)	0	0	0	—	—
1200	0.0246	0.0246	0.0399	83.5 μm (GS 3.8)	65.6 μm (GS 4.6)
1150	0.1129	0.1129	0.1832	18.2 μm (GS 8.3)	14.3 μm (GS 8.9)

Table 5. Calculation of undissolved TiC and limiting grain size when softened at 1050°C and followed by higher solutioning temperatures.

Solutioning temperature (°C)	Undissolved TiC (wt%)	Volume fraction of undissolved TiC (%)	Limiting grain size due to TiC precipitates	
			Eq(3)	Eq(4)
1250	0	0	—	—
1200	0.0246	0.0399	418 μm (GS-0.8)	328 μm (GS 0)
1150	0.1129	0.1832	91.0 μm (GS 3.6)	71.5 μm (GS 4.3)

に示すような式がオーステナイト系ステンレス鋼に対して提唱されている¹⁵⁾¹⁶⁾.

$$\log [\text{Ti}][\text{C}] = 4.46 - 8900/T \quad \dots\dots\dots (5)$$

$$\log [\text{Ti}][\text{C}] = 2.97 - 6780/T \quad \dots\dots\dots (6)$$

$$[\text{Ti}], [\text{C}] : \text{wt}\%, T : \text{K}$$

式(1)の NbC の溶解度積に比べると TiC は溶解度積が大きく固溶しやすいことがわかる。

軟化温度を 1250°C および 1050°C とし、冷間加工度 50% を与えた後に 1150°C および 1200°C で固溶化熱処理を施した場合について、式(5)の溶解度積を用いて限界結晶粒径を評価した。1250°C 軟化の結果を Table 4 に示すが、限界結晶粒径はほぼ Fig. 10 の実験値に近く、固溶熱処理中に析出する微細な TiC により結晶粒度が決定されると考えられる。1050°C 軟化材の限界結晶粒径の計算結果を Table 5 に示すが、固溶化熱処理温度 1150°C では Fig. 10 の実験値に近い結晶粒度となるが、1200°C では計算値は実験値にくらべて著しく大きい。この固溶化温度では未固溶 TiC の量が非常に少なく、Ti を含まない SUS 304 鋼に類似した挙動を示すものと考えられ、未固溶炭化物により限界結晶粒が決められないのではないと思われる。

固溶化熱処理温度が 1200°C 以上になると結晶粒度に及ぼす軟化温度の影響が小さくなるのは、溶解度積が

大きくなり、C, Ti がほとんど固溶して行くためである。Steel J の場合、未固溶 TiC が消滅する温度は式(5)で計算すると 1215°C となる。この温度以上で固溶化熱処理すると C, Ti は固溶しているので軟化温度の影響が現れなくなり、微細析出による結晶粒微細化の方法は適用できなくなることがわかる。

5. 結 論

安定化型ステンレス鋼の SUS 347 HTB 鋼および SUS 321 HTB 鋼の結晶粒度に及ぼす製造条件の影響を調べた結果を要約すると以下のとおりである。

(1) SUS 347 HTB, SUS 321 HTB 鋼ともに、製造プロセスが結晶粒度に影響を及ぼし、軟化温度が固溶化熱処理温度よりも高い製造法(プロセス B 法)で細粒を得られることがわかった。

(2) プロセス B 法では軟化温度が高くなるほど、固溶化熱処理後の結晶粒が微細となる。結晶粒が微細化する理由は固溶化熱処理中に析出する微細析出物(NbC, TiC)が粒成長を抑制することによるものである。

(3) プロセス B 法では、より細粒となるために同一結晶粒で見るとプロセス A 法にくらべて固溶化熱処理温度を高めることができ、これにともないクリープ破断強度も高くできることがわかった。SUS 347 HTB 鋼ではとくにこれが顕著である。

(4) SUS 321 HTB 鋼と SUS 347 HTB 鋼を比較すると、前者は固溶化熱処理温度が 1200°C 以上ではプロセス B 法での細粒化が生じにくくなるが、後者では 1250°C 固溶化熱処理温度でも細粒を得ることができる。この相違は TiC, NbC の安定性の相違にもとづくものである。

最後に、本研究を遂行するにあたり、終始御指導を賜りました住友金属工業(株)中央技術研究所 西岡邦夫所長及び有益なる助言をいただきました同研究所次長、松岡孝博士に深く感謝の意を表します。

文 献

- 1) 山田武海, 藤田利夫: 鉄と鋼, 60 (1974), p. 514
- 2) A. C. F. COCKS and M. F. ASHBY: Met. Sci., 14 (1980), p. 395
- 3) 藤岡順三, 村瀬宏一, 松田昭三, 喜田 清: 学振 123 委-No. 2 (昭和 53 年 7 月)
- 4) 小若正倫, 永田三郎: 日本金属学会誌, 36 (1972), p. 486
- 5) 諸石大司, 鈴木 繁: 火力原子力発電, 26 (1975) p. 605
- 6) 諸石大司: 住友金属, 25 (1973) p. 117
- 7) JIS G 3463-1978
- 8) 山田武海: 東京大学学位論文 (1974)
- 9) 発電用火力設備の技術基準 (1983)
- 10) Boiler and Pressure Vessel Code. Sec I (Power Boilers) (1983) [ASME]
- 11) J. E. WHITE and J. W. FREEMAN: Trans. Metall. Soc. ASME, 85 (1963), p. 1108
- 12) T. GLADMAN and F. B. PICKERING: JISI (1967), p. 653
- 13) J. G. BYRE 著, 小原嗣郎訳: 回復および再結晶 (1968), p. 116 [丸善]
- 14) M. HILLERT: Acta Metall., 13 (1965), p. 227
- 15) J. ORR and P. G. STONE: Nuclex (1975)
- 16) R. M. BOOTHBY: Met. Sci., 13 (1979), p. 351

コ ラ ム

結晶粒の自動測定法雑感

本特集号は、「再結晶・粒成長」に関するものであるが、その基本になつてゐるのは、フェライトまたは、オーステナイトの結晶粒度であり、この結晶粒の大きさにより鋼の諸性質に著しい影響を及ぼすのはいふまでもない。結晶粒の測定法が重要であるゆゑである。したがつて JIS, ASTM など諸規格により規定されている。また最近、パソコンが手軽に使用できるようになり、定量金属組織学 (Quantitative Metallography)¹⁾ をベースに金属組織の定量化いわゆる画像解析の手法が発達してきて結晶粒度も簡単に求めることができるようになった。

しかしながら自動化の根底にある次の事項は従来にも増して忘れてはならない。

1) 結晶粒を明瞭に出すこと。

結晶粒は、鋼の熱履歴により各種の試験方法が JIS などに決められている。例えば浸炭粒度試験方法、熱処理粒度試験方法など多数あるが、製品そのものの結晶粒いわゆるアクチュアル・グレンサイズを知るのも大切である。結晶粒を明瞭に検出するのが正確な特性を予測する上で重要である。しかし鋼種、熱履歴によつて非常に結晶粒が検出しにくい。このへん各社とも苦労されているのではなからうか。できれば特殊技術として公開する場があつたらと思う。

2) 結晶粒のカウント方法の定義を十分に理解すること

画像解析装置は各社のハードもさることながらソフトにより測定値が算出される。このためソフトがどの

ような基準で設定されているか十分に知つておく必要がある。またできれば各装置メーカーのソフトの統一が必要ではなからうか。

参考までに結晶粒に関する JIS の公式²⁾ をみてみると

①比較法の場合

$$n = 2^{N+3} \dots\dots\dots (1)$$

(N = 粒度番号, n = 断面積 1 mm^2 あたりの結晶粒の数) この式を書きかえると結晶粒径から粒度番号が算出される。

$$N = -6.64 \times \log d - 3 \dots\dots\dots (2)$$

(d = 結晶粒径, 正確には結晶粒が正方形とした場合の一辺の長さ)

②切断法の場合

$$N = \log n / 0.301 + 1 \dots\dots\dots (3)$$

ただし $n_1 = 500 \times (M/100)^2 \times (I_1 \times I_2) / (L_1 \times L_2)$

(n_1 : 顕微鏡の倍率 100 倍における 25 mm 平方中の結晶粒の数, M = 顕微鏡の倍率, L_1 (または L_2) : 互いに直交する線分のうち 1 方向の線分の長さの総和 (単位 mm), I_1 (または I_2) : L_1 (または L_2) によつて切断された結晶粒数の総和)

文 献

- 1) R. T. DEHOFF and F. N. RHINES: Quantitative Microscopy (1968) [McGraw-Hill] など
- 2) JIS G0551, 0552: 鋼のオーステナイト (フェライト) 結晶粒度試験方法

(三菱製鋼(株)技術開発センター 望月俊男)