

© 1985 ISIJ

極低温におけるオーステナイト系ステンレス鋼の機械的性質におよぼす冷間圧延と Ni 当量の影響

論 文

緒形俊夫*・石川圭介*²

Effects of Cold-rolling and Ni-equivalent on Mechanical Properties of Austenitic Stainless Steels at Cryogenic Temperatures

Toshio OGATA and Keisuke ISHIKAWA

Synopsis :

Austenitic stainless steels, especially SUS304L and 316L, are candidate structural materials for cryogenic use. However, there are not enough data on Charpy absorbed energy at 4K nor reports on effects of cold-rolling and Ni-equivalent on the tensile properties and absorbed energy for these steels. In this study, tensile and Charpy impact tests of cold-rolled SUS304L, SUS310S and SUS316L were carried out at 293 K, 77K and 4K. Microstructure and texture of the steels were also studied. Effects of cold-rolling and Ni-equivalent on low temperature mechanical properties of these stainless steels has been discussed. Results are summarized as follows;

- 1) 0.2% proof stress and ultimate tensile strength increased as the reduction of cold-rolling increased. In the 40% cold-rolled steels, there were little difference in the proof stress between the steels investigated. As the Ni-equivalent increased, the proof stress increased and tensile strength decreased at low temperatures.
- 2) The notch-to-unnotched ratio of tensile strengths increased as the cold-rolling reduction and Ni-equivalent increased.
- 3) As the cold-rolling reduction increased, the absorbed energy decreased. The absorbed energy in 40% cold-rolled steels at 4K was 40-100J.

1. 緒 言

オーステナイト系ステンレス鋼は低温においても脆性破壊を起こしにくくかつ適当な強度を有することから、超電導マグネット等の極低温利用機器用構造材料としても広く使用されている。極低温用材料としてのオーステナイト系ステンレス鋼の研究は、強度とくに耐力を上げる研究をはじめとして数多く行われており、極低温における機械的性質および物理的性質も個々にはかなり明らかになっている^{1)~7)}。しかし液体ヘリウム温度での材料の衝撃吸収エネルギーについては、2, 3 の報告⁸⁾⁹⁾は見られるが、試験時の試験片の温度保持が難しいため、そのデータの蓄積は不十分である。また冷間加工、切欠強度およびオーステナイトの安定性などの基礎的データを組み合せ、オーステナイト系ステンレス鋼の極低温における機械的性質におよぼすこれらの影響について整理された報告は少ない。

本研究では代表的なオーステナイト系ステンレス鋼で

ある SUS 304L, SUS 310S, SUS 316L の 3 鋼種を取り上げ、冷間圧延を施した材料の常温から液体ヘリウム温度までの引張試験および衝撃試験を行った。そして組織観察および破面観察等の結果とを合わせて、極低温で用いられるこれらの鋼の基礎的データに資するとともに、極低温における衝撃吸収エネルギーおよび引張強度、切欠強度におよぼす冷間圧延とニッケル当量の影響を明らかにした。

2. 供試材および実験方法

供試材は市販の SUS 304L, 310S, 316L の板厚 25 mm の熱間圧延板で固溶化処理材である。Table 1 に各ステンレス鋼の化学分析値およびニッケル当量 (Ni eq.) を示す。オーステナイト安定性の目安となるニッケル当量はシェフラーの状態図に基づき $Ni\ eq. = Ni\% + 0.5\ Mn\% + 30C\%$ として求めた。

熱間圧延と同方向に圧延率 20% と 40% の冷間圧延を行った。冷間圧延を行っていない材料を 0% 冷間圧

昭和 56 年 4 月・11 月本会講演大会にて発表 昭和 59 年 12 月 27 日受付 (Received Dec. 27, 1984)

* 金属材料技術研究所筑波支所 (Tsukuba Laboratories, National Research Institute for Metals, 1-2-1 Sengen Sakura-mura Niihari-gun Ibaraki pref. 305)

*² 金属材料技術研究所筑波支所 工博 (Tsukuba Laboratories, National Research Institute for Metals)

Table 1. Chemical composition and Ni-equivalent of the steels.

	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo	Ni eq.
304L	0.012	0.69	1.69	0.034	0.026	10.24	18.10	—	11.5
310S	0.07	0.77	1.65	0.021	0.003	19.76	24.50	—	22.7
316L	0.019	0.52	0.86	0.031	0.004	12.75	16.55	2.15	13.8

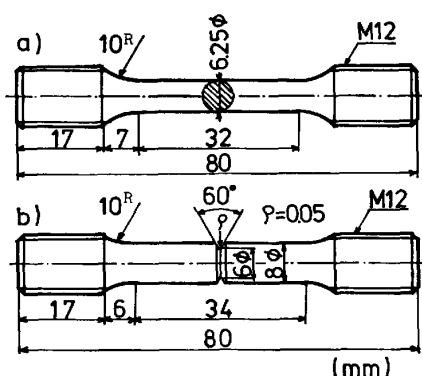


Fig. 1. Dimensions of unnotched and notched tensile specimens.

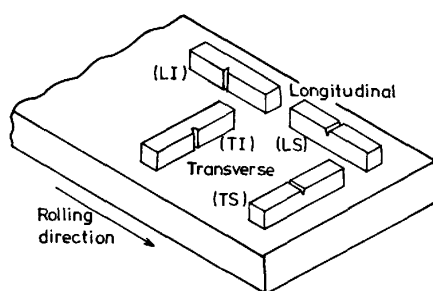


Fig. 2. Arrangement of Charpy impact test specimens.

延材とする。異方性を調べるため圧延方向に平行な方向 (L方向) および垂直な方向 (T方向) とから試験片を採取した。

各鋼の組織および冷間加工による組織の変化を見るため、試料を王水により腐食し光学顕微鏡による観察をした。X線マイクロアナライザ (XMA) によりマイクロ偏析の有無および介在物の判定を行った。各試料の初期および破断部のフェライト量を飽和磁化の測定とフェライトスコープによる測定を併用して測定した。

集合組織に基づく異方性を調べるため、それぞれの鋼の 0% と 40% 冷間圧延材について圧延面に平行に採取した試料について集合組織の測定をした。試料の大きさは厚さ 1 mm, 直径 25 mm で Mo ターゲットおよび Zr フィルターを用いた。

引張試験を丸棒平滑試験片と切欠付き試験片について行った。Fig. 1 にそれぞれの試験片の寸法を示す。丸棒平滑試験片は JIS 10 号試験片の 2 分の 1 サイズで、

平行部の直径は 6.25 mm, 長さは 32 mm である。切欠付き試験片の切欠先端半径は 0.05 mm で、応力集中係数 (K_t) は 6.1 である。常温 (293 K), 液体窒素温度 (77 K), 液体ヘリウム温度 (4 K) において, クロスヘッド速度 0.5 mm/min (初期ひずみ速度 $3 \times 10^{-4} s^{-1}$ に相当) で試験を行った。

衝撃試験を JIS 4 号 2 mmV ノッチシャルピー衝撃試験片で行った。Fig. 2 に示すように, 圧延方向に対し L および T 方向から試験片を採取し, 圧延面に平行な面 (S) または垂直な面 (I) にノッチを設け, それぞれについて略称をつけた。容量 294 J のシャルピー衝撃試験機を用いて, 293 K, 77 K, 4 K において試験を行った。4 K における衝撃試験は, 著者らの考案した簡便な方法¹⁰⁾すなわち試験片を 3 mm 厚の発泡スチロール板で断熱し液体ヘリウムを流しながら試験をする方法によって行われた。

引張試験および衝撃試験後の破断面を走査型電子顕微鏡 (SEM) により観察した。

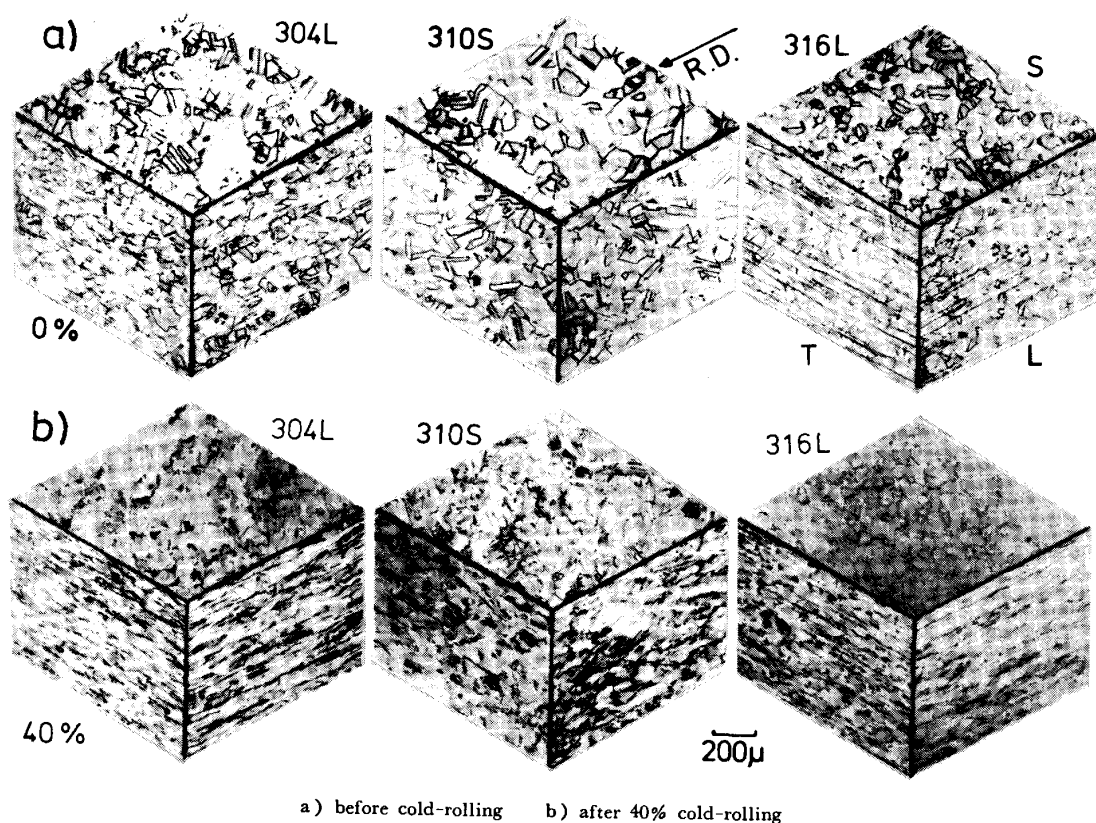
3. 実験結果

3.1 光学顕微鏡組織および集合組織

各鋼種の冷間圧延前および 40% 冷間圧延後の組織写真を Photo. 1 a) および b) に示す。それぞれの鋼の各面とも再結晶組織を呈している。316 L の L 面と T 面に見られる小さなうねりは, XMA の測定では偏析は認められず熱間圧延の影響によるものと思われる。40% 冷間圧延材では冷間圧延によるひずみの影響で粒界が不明瞭になっている。

フェライト量の測定結果を Table 2 に示す。304 L におけるフェライト量は冷間圧延によって明らかに増加しているが, 310 S および 316 L におけるフェライト量は微小であり冷間圧延を加えても増加しない。なお 310 S では 4 K における引張試験の破断部でもフェライト量の増加は見られなかった。

Table 3 に集合組織の測定結果を示す。304 L では冷間圧延によって弱い集合組織が生じるが, 310 S および 316 L では熱間圧延による集合組織が冷間圧延によって弱くなる傾向を示した。Fig. 3 に得られた極点図の例



a) before cold-rolling b) after 40% cold-rolling
Photo. 1. Optical micrographs of the steels.

Table 2. Ferrite content of the steels (wt%).

Cold-rolling reduction	304L	310S	316L
0%	0.61	0.28	0.31
20%	1.3	0.30	0.35
40%	5.9	0.28	0.35

Table 3. The intensity of texture of the investigated steels.

× : none, △ : weak, ○ : fairly strong

Materials	Cold-rolling reduction	(111) pole	(200) pole
304L	0%	×	×
	40%	△	△
310S	0%	○△	△
	40%	△	△
316L	0%	○	△
	40%	△	△

を示す。a) および b) は 304L の 40% 冷間圧延材の (200) および (111) 極点図で弱い集合組織を示している。c) および d) は 316L の 0% および 40% 材の (111) 極点図で、冷間圧延によつて集合組織が弱くなつている。

3.2 引張試験

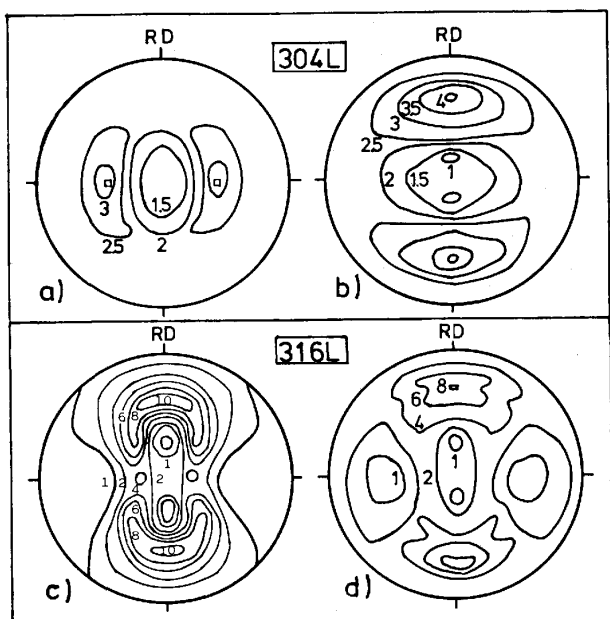
3.2.1 荷重-変位曲線

304L, 310S, 316L 各鋼の 0, 20, 40% 冷間圧延材の 293K, 77K および 4K における荷重-変位曲線を Fig. 4 に示す。各鋼ともそれぞれの温度において冷間圧延率の増加とともに耐力および引張強さが上昇している。4K においては各鋼とも不連続変形(セレーション)が生じている。304L では 77K および 4K において加工誘起マルテンサイト変態が著しく生じるため荷重が変形の途中から急激に上昇しており、初期の荷重の立ち上がり部も低荷重で塑性変形が始まっている。310S における荷重-変位曲線は各温度とも一様な放物線状を描く典型的なオーステナイトの様相を示している。316L は 304L と 310S の中間の様相を示している。

304L の 40% 冷間圧延材の荷重-変位曲線は 77K と 4K において荷重の立ち上がりの後、荷重がいつたん下降しその後ゆるく上昇している。この軟化現象は 4K において 304L の 20% 冷間圧延材および 316L の 40% 冷間圧延材にも見られた。

3.2.2 引張特性

Fig. 5 に 0.2% 耐力 ($\sigma_{0.2}$), 引張強さ (σ_B), 伸び および絞りと冷間圧延率との関係を Ni 当量について各試験温度ごとにプロットした結果を示す。



a), b) for 40% cold-rolled SUS304L
 a) (200) pole, □: (110)[001], b) (111) pole
 c), d) (111) pole figures for SUS316L
 c) 0% cold-rolled, d) 40% cold-rolled
 Fig. 3. Pole figures for the steels.

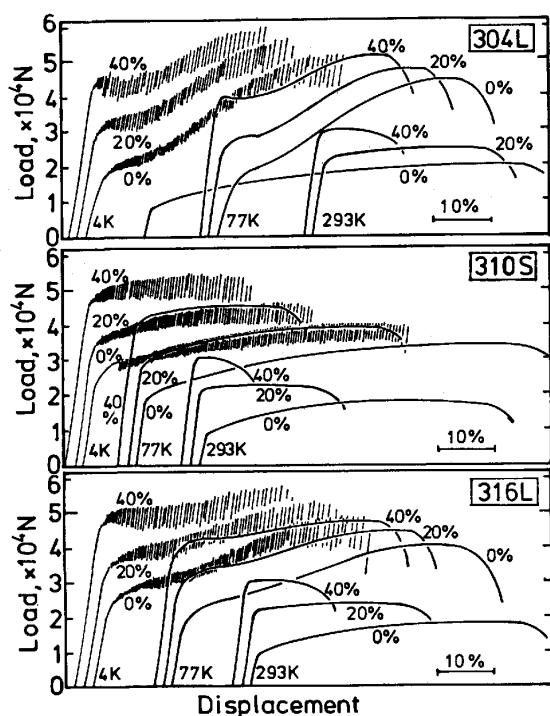


Fig. 4. Load-displacement curves at 4, 77 and 293K.

$\sigma_{0.2}$, σ_B とも各温度とも冷間圧延率の増加とともに上昇しているが、 $\sigma_{0.2}$ の増加が著しい。低温になるにつれて σ_B また $\sigma_{0.2}$ も上昇している。293Kでは $\sigma_{0.2}$ と σ_B のNi当量による変化は小さいが、77Kと4KではNi当量の増加とともに σ_B は減少し $\sigma_{0.2}$ は増加し

ている。40%の冷間圧延によつて $\sigma_{0.2}$ は低温においてもNi当量によらずほぼ一定になっている。なお $\sigma_{0.2}$ と σ_B についてはL方向とT方向の違いは見られなかつた。

293Kにおいて伸びはNi当量の増加につれて減少するが77Kと4Kにおいて伸びはNi当量の増加とともに増加する傾向にある。冷間圧延率の増加とともに伸びは293Kでは大きく減少するが、77Kおよび4Kでは伸びに対する冷間圧延の影響は比較的小さく、40%冷間圧延材でも40%程度の伸びを示している。304Lの0%と20%冷間圧延材および316Lの0%材の伸びは温度の低下とともに減少しているが、他の鋼種の伸びは77Kで増加している。

絞りについてはNi当量による影響ははつきりとは見られずまた冷間圧延率の増加および温度の低下とともにやや減少する傾向を示している。

3.2.3 切欠き付き引張試験

Fig. 6に切欠強度比(切欠引張強さ/平滑引張強さ)および切欠耐力比(切欠引張強さ/平滑0.2%耐力)の冷間圧延率に対する変化を示す。

切欠強度比は冷間圧延率の増加とともに上昇し、低温になるにつれて低下するとともに鋼種間の差が大きくなる。L方向とT方向の違いが304Lと316Lの0%材で77Kと4Kにおいて見られた。切欠強度比が1以下となつたのは、4Kでは304Lの0%と20%冷間圧延材と316Lの0%T方向材、77Kでは304Lの0%T方向材であつた。

切欠耐力比は293KではNi当量によつて変化しないが77Kと4KではNi当量とともに耐力比は低下する。冷間圧延率の増加とともに切欠耐力比は下がり、40%冷間圧延材においてはNi当量および温度に関係なく約1.6という値を示している。

3.2.4 引張破断面の走査電顕観察

Photo. 2に304L, 310S, 316L各ステンレス鋼の40%冷間圧延材の4Kにおける引張試験後の破面を示す。低温での引張試験後の破面は肉眼ではディラミネーションや割れ等も観察されるが、写真に示されるように40%圧延材においても、延性破壊を示すディンプル破面が観察された。

3.3 シャルピー衝撃試験

3.3.1 シャルピー吸収エネルギー

Fig. 7に各鋼種ごとに温度に対するシャルピー吸収エネルギーの変化を示す。吸収エネルギーは冷間圧延率の増加につれて減少する。低温になるにつれて吸収エネルギーは減少する傾向を示しているが、77Kにおける値と4Kにおける値とでは大きな差は見られなかつた。

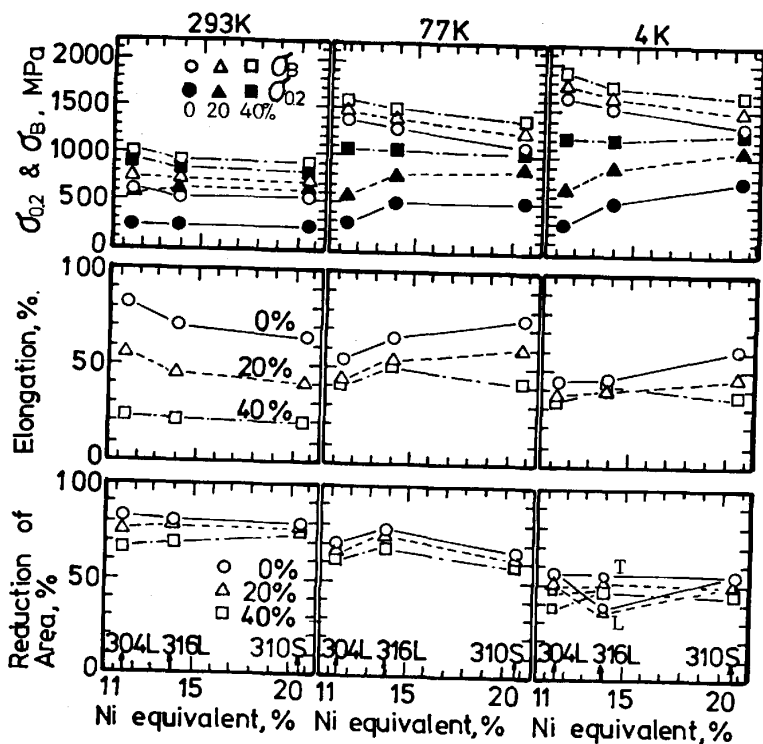


Fig. 5. Effects of Ni-equivalent and cold-rolling reduction on 0.2 % proof stress, ultimate tensile strength, elongation and reduction of area at various testing temperatures.

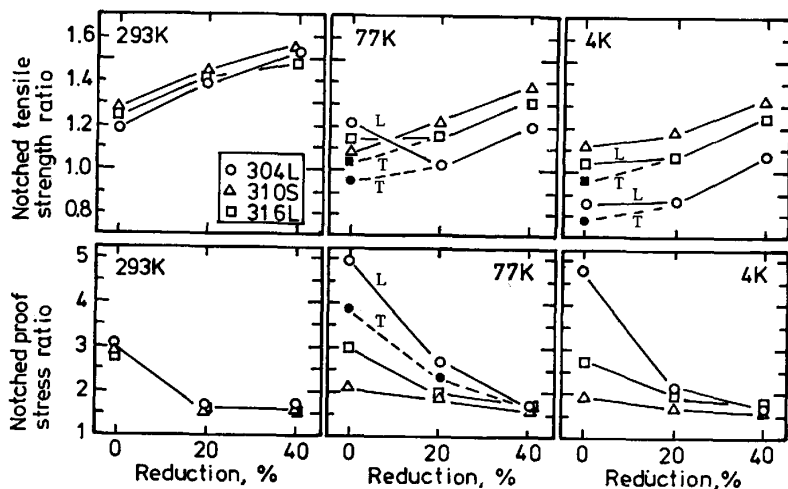


Fig. 6. Effects of cold-rolling reduction on notched tensile strength ratio and notched proof stress ratio at various testing temperatures.

304 L の 0% 圧延材以外は圧延面に平行なノッチ (図中の大きい方のマーク) より垂直なノッチ (図中の小さい方のマーク) の方が吸収エネルギーは低い値を示す。また L 方向材の方が T 方向材より吸収エネルギーは高く、この差は 310 S, 304 L, 316 L の順に大きくなり 316 L において顕著である。4 K での各鋼の 40% 冷間圧延の TI 方向材の値は、304 L で約 35 J, 310 S で約 50 J, 316 L で約 70 J である。Fig. 8 に 4 K における吸収エネルギーと $\sigma_{0.2}$ との関係を示す。冷間圧延によつて $\sigma_{0.2}$ は上昇するが吸収エネルギーは低下する。図中に得られたデータの上限と下限の線を示すが、304 L 材が下限の線に位置し 310 S と 316 L 材が上限の線の

付近にある。

3.3.2 衝撃破断面の走査電顕観察

Photo. 3 に 4 K における 304 L の L 方向材の 0% および 40% 冷間圧延材の破面を示す。a) の 0% 材で見られた破面の凹凸が b) の 40% 材では小さくなっている。c), d) では吸収エネルギーの低い 40% 材においても 0% 材と同様のディンプル破面を呈している。Photo. 4 に 4 K における 316 L の 40% 冷間圧延材の L 方向および T 方向の破面を示す。a), b) より L 方向材では破断が層状に進行しているが、T 方向材では層の影響は小さく L 方向材と比べて平面的に破断が進行している。c), d) では L 方向材 および T 方向材ともディン

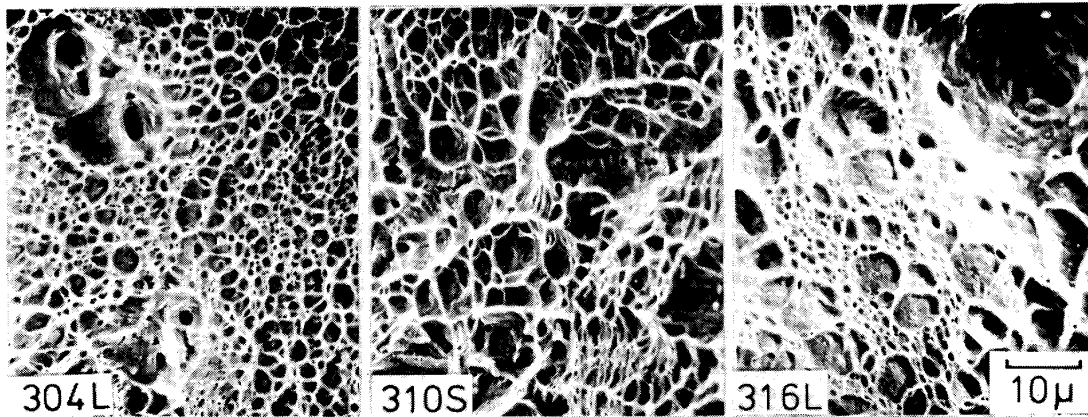


Photo. 2. SEM fractographs of fractured surface of tensile test specimens of 40% cold-rolled steel tested at 4K.

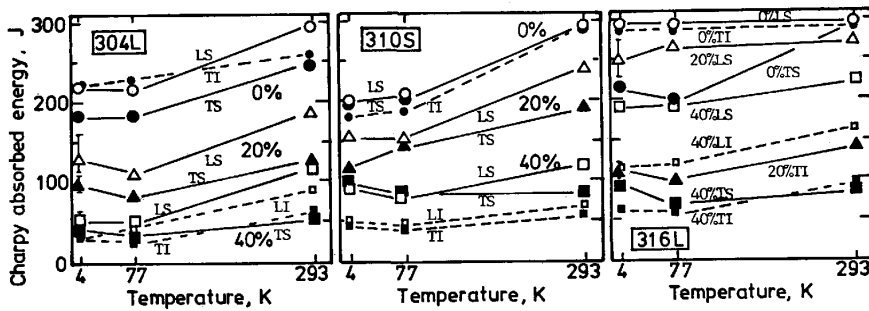


Fig. 7. Effects of cold-rolling reduction on Charpy absorbed energy at various testing temperatures.

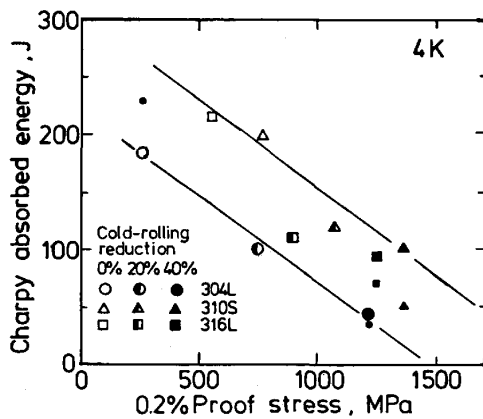


Fig. 8. Correlation between Charpy absorbed energy and 0.2% proof stress tested at 4K.

ブル破面を呈している。

4. 考 察

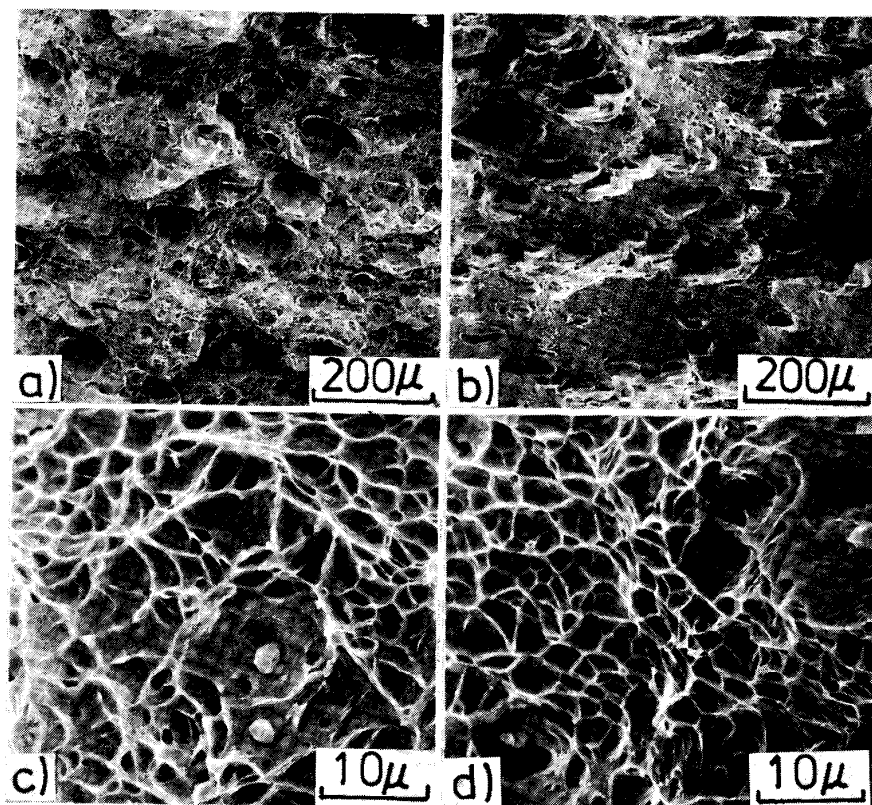
4.1 オーステナイト相の安定性と引張変形挙動

ステンレス鋼においてオーステナイト相の安定度が低いと低温で変形を加えた際に加工誘起マルテンサイト変態が生じる。ステンレス鋼の低温における加工誘起マルテンサイト変態の研究はこれまでに数多く行われ、例えば 304L については GUNTER と REED ら⁴⁾⁵⁾による報

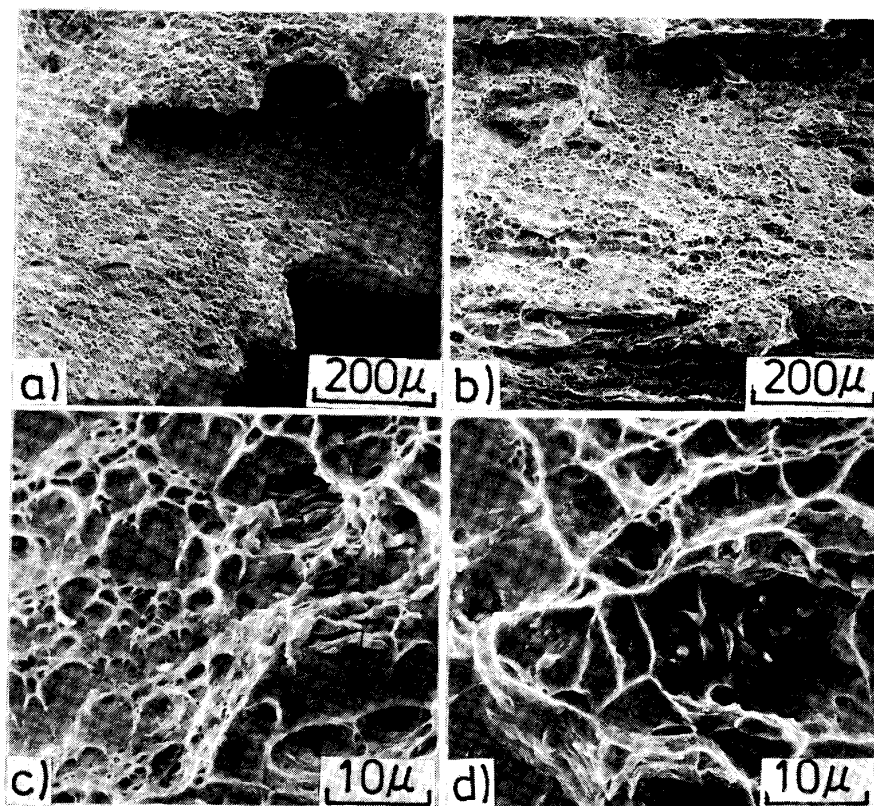
告が、316 については SHEETHARAMAN と KRISHNAN ら⁶⁾による報告が、310S のオーステナイト相の安定性については WARNES ら¹¹⁾による報告がある。これらの報告によると 304L では低温において無負荷状態で ϵ -マルテンサイト相が約 3%、 α' -マルテンサイト相が約 5% 存在する。 ϵ 相は数%のひずみ量で最大となり α' 相に変態し、 $(\epsilon + \alpha')$ の量は応力とともに増加し 90% 以上となる。また 316 では無負荷状態では ϵ 相、 α' 相とも 0% であるが、ひずみ量の増加とともに α' 相は 40% 程度まで増加する。これらはフェライトスコープによつて得られた値とも対応している。

Fig. 4 において 304L の荷重が変位に対して急激に上昇するのは、 α' 相生成により加工硬化が進むためである。低い応力でマルテンサイト変態が進行し変位が生じてしまうため見かけ上の $\sigma_{0.2}$ が低くなる。これに対して極低温でもオーステナイト相が安定な 310S では、304L に比べて $\sigma_{0.2}$ は高いが σ_B は低い。Ni 当量が 304L と 310S の中間の 316L は引張挙動も両者の中間の様相を示している。

304L の 40% 冷間圧延材において 4K で顕著に見られる変形初期の変形応力の低下は、冷間圧延によつて加えられたひずみにより不安定オーステナイトが生成し



a), c) 0% cold-rolled
b), d) 40% cold-rolled
Photo. 3. SEM fractographs of fracture surface of impact test specimens of SUS304L 0% cold-rolled and 40% cold-rolled, tested at 4K.



a), c) L-direction b), d) T-direction
Photo. 4. SEM fractographs of fracture surface of impact test specimens of 40% cold-rolled SUS316L steel.

たためと考えられる。

4.2 冷間圧延と引張特性

冷間圧延により $\sigma_{0.2}$ および σ_B とも上昇しているが、

特に $\sigma_{0.2}$ の上昇が著しく、耐力比 ($\sigma_{0.2}/\sigma_B$) を上げる強化法として効果的であることを示している。

Fig. 5 において冷間圧延材の伸びが 77 K 付近で増

加する傾向を示すのは、低温になると変形応力が上昇しそれとともに均一な変形が進みくびれの発生が抑えられるためと考えられる。304 L および 316 L は低温でマルテンサイト変態による加工硬化が加わるため 310 S より低温での伸びが小さい。低温になるにつれて冷間圧延の影響が小さくなるのは、変形による加工硬化量が圧延による加工硬化量を上回るためと考えられる。

4.3 切欠強度比におよぼす Ni 当量と冷間圧延の影響

Fig. 6 において切欠強度比が冷間圧延率とともに増加するのは、 $\sigma_{0.2}$ が圧延率とともに上昇し、切欠先端の拘束によつて 3 軸応力がより働き切欠引張強さが上がるためである。低温になるにつれて切欠強度比が下がりかつ Ni 当量による差が大きくなるのは、 α' 相生成の容易さまたは引張強さの増加に関連すると考えられる。

切欠耐力比は冷間圧延率の増加とともに減少し Ni 当量による差も小さくなっている。これは鋼種間の耐力比の差が小さくなるのが大きな要因である。切欠耐力比は 40% の冷間圧延により温度鋼種によらず約 1.6 に収束する傾向を示している。

4.4 シャルピー吸収エネルギー

吸収エネルギーにおける L 方向材と T 方向材の違いは特に 316 L において顕著で竹を割つたような破面が見られるが、これは Photo. 1 の光顕観察および集合組織の測定からも熱間圧延による影響が異方性として残っているためと言えらる。また $\sigma_{0.2}$ との関係から用いた鋼の中では Ni 当量の高い方が 4 K における機械的性質が良いと言える。

5. 結 言

(1) 低温では Ni 当量の増加とともに、 $\sigma_{0.2}$ は上昇し σ_B は低下する。各温度とも冷間圧延により $\sigma_{0.2}$, σ_B は上昇し、40% の冷間圧延によつて $\sigma_{0.2}$ の Ni 当量による差は小さくなる。

(2) 伸びにおよぼす Ni 当量および冷間圧延率の影響は低温になるにつれ小さくなり、4 K での各鋼の伸びは約 40% である。

(3) 切欠強度比は各温度とも、Ni 当量の増加および冷間圧延率の増加とともに上昇する。

(4) 切欠耐力比は 40% の冷間圧延によつて、温度および Ni 当量に関係なくほぼ 1.6 付近で一定になる。

(5) 吸収エネルギーは冷間圧延によつて減少する。本実験に用いたステンレス鋼の 4 K における吸収エネルギーは、77 K における値とあまり変わらない値を示した。

(6) 異方性は引張特性においてはほとんど見られなかつたが、吸収エネルギーにおいては異方性が現れ、L 方向材の方が高い値を示す。異方性は 310 S, 304 L と大きくなり、特に 316 L において顕著であつた。

(7) 用いた鋼の中では Ni 当量の高い方がオーステナイト相が安定で 4 K における機械的性質がよい。

終わりに本研究の遂行にあたり試料作製に多大な協力をいただいた金材技研工業化研究部の諸氏ならびに技術課工作係諸氏に感謝致します。またフェライトスコープを使用させていただいた通産省機械技術研究所の小林秀雄氏、液体ヘリウム供給に協力していただいた金材技研極低温機器材料研究グループ諸氏、さらに有益なご助言をいただいた平賀啓二郎氏および太刀川恭治博士に感謝致します。

文 献

- 1) Semi-Annual Report on Materials Research in Support of Superconducting Machinery (1974) [N. B. S.]
- 2) Semi-Annual Report on Materials Research in Support of Superconducting Machinery-II (1974) [N. B. S.]
- 3) Semi-Annual Report on Materials Research in Support of Superconducting Machinery (1975) [N. B. S.]
- 4) C. J. GUNTER and R. P. REED: Trans. ASM, 55 (1962), p. 399
- 5) R. P. REED and C. J. GUNTER: Trans. Metall. Soc. AIME, 230 (1964), p. 1713
- 6) V. SEETHARAMAN and R. KRISHMAN: J. Mat. Sci., 16 (1981), p. 523
- 7) Handbook On Materials For Superconducting Machinery (N. B. S.) (1977) [Metals and Ceramic Information Center]
- 8) S. JIN, W. A. HORWOOD, J. W. MORRIS, Jr. and V. F. ZACKAY: Advances in Cryogenic Engineering, 19 (1974), p. 373
- 9) 嶋田雅生, 中嶋秀夫, 高橋良和, 多田栄介, 吉田清, 島本 進, 三浦 立, 大西敬三: 第 27 回低温工学研究発表会予稿集 (1981) B 1-1, p. 23
- 10) 緒形俊夫, 平賀啓二郎, 長井 寿, 石川圭介: 鉄と鋼, 69 (1983), p. 641
- 11) L. A. A. WARNES and H. W. KING: Cryogenics, 16 (1976), p. 659