

技術報告

A 286 合金の極低温での機械的性質

高野正義*・森山俊哉*・嶋田雅生**・鈴木 章**

Mechanical Properties of Alloy A286 at Cryogenic Temperature

Masayoshi KOHNO, Toshiya MORIYAMA, Masao SHIMADA and Akira SUZUKI

Synopsis :

The strength and the toughness of Fe-base superalloy A286, which has been used as the structural material in cryogenic environments, were investigated at temperature range from room temperature to 4.2K by comparing with stainless steel SUS 304LN and Ni-base superalloy Inconel 718. The influence of grain size on mechanical properties of alloy A286 was also discussed.

The temperature dependence of the strength and toughness of alloy A286 was smaller than that of steel SUS 304LN, and similar to that of alloy Inconel 718. Therefore, the strength of alloy A286 was higher than that of steel SUS 304LN at room temperature, but almost the same as that of the steel at 4.2K. The fracture toughness K_{1C} (J) of alloy A286 was lower than that of steel SUS 304LN at room temperature but slightly higher than that of the steel at 4.2K. The strength of alloy Inconel 718 was higher, but the toughness of the alloy was lower than alloy A286 in the test temperature range.

The tensile strength, ductility and toughness of alloy A286 decreased with increase of the grain size, especially at 4.2K. From the results of microstructure observations and fracture mode analyses, low ductility and toughness of the specimen having a large grain size were attributed to the carbides precipitations at grain boundaries. However, the K_{1C} (J) of the specimen having even a coarse grain size of GS No. 1.5 was as high as $700 \text{ kgf}\cdot\text{mm}^{-3/2}$ at 4.2K.

1. 緒 言

近年、核融合、超電導発電などの超電導利用技術の分野でいくつかの大型プロジェクトが進展しているが、その構造材には、液体ヘリウム温度 (4.2K) において、非磁性で高い強度と靱性が要求されている。このような極低温用構造材料としては従来オーステナイト系ステンレス鋼が用いられてきたが、装置の大型化にともない構造材料に要求される特性は厳しくなつてきている¹⁾。

核融合炉の分野では、プラズマ閉じ込めのための強磁界発生に超電導マグネットが必要となり、現在、各国の共同で行われているトカマク炉の試験運転用超電導コイル (LCT コイル) の構造材には SUS 304 LN, 316 LN が使用されているが、新しい構造材料として高 Mn ステンレス鋼, Ti 合金, Fe 基および Ni 基超合金が検討されている。例えば、我が国での次期トカマク炉用プラズマ試験装置には高 Mn ステンレス鋼が有力であり、米国でのミラー型核融合炉試験装置 (Mirre Fusion Testing Facility : MFTF) では支持材として、SUS 304 LN, Fe 基超合金 A 286 が使用されている。

超電導発電機の中で、このような極低温用構造材料の必要な部分としては、液体ヘリウムを内蔵して 3600 rpm という高速回転を行う部分がある。この部分は室温でも回転が行われるため、4.2K はもちろん室温でも高強度が必要である。我が国で製作された 30 MVA の試作機には、純 Ti および Ti 合金が使用されたが²⁾、現在計画されている 300 MVA 機には A 286 合金が、また、米国では Ni 基超合金 Inconel 718, Inconel 706 合金が検討されている。

このように、Fe 基超合金 A 286 は極低温用構造材料の一つであるが、この合金の極低温特性を系統的に調査した報告は少ない³⁾⁴⁾。また、従来の VAR (Vacuum Arc Remelting) 材に比べて、高い延性、靱性を有すると考えられる ESR (Electroslag Remelting) 材⁵⁾での報告はない。

そこで、ESR 溶製した A 286 合金および比較材として SUS 304 LN, Inconel 718 合金について、室温、77 K および 4.2 K での強度、靱性について調査した。また、A 286 合金などのオーステナイト系超合金の大型鍛鋼品、リング鍛造品においては結晶粒の微細化が困難で

昭和 59 年 10 月本会講演大会にて発表 昭和 60 年 4 月 30 日受付 (Received Apr. 30, 1985)

* (株)神戸製鋼所 鍛鋼事業部 技術部 高砂開発室 (Takasago Research and Development Section of Technical Department, Steel Casting and Forging Division, Kobe Steel, Ltd., 2-3-1 Niihama Arai-cho Takasago 676)

** (株)神戸製鋼所 鉄鋼技術センター (Iron and Steel Technology Center, Kobe Steel, Ltd.)

** (株)神戸製鋼所 鍛鋼事業部 工博 (Steel Casting and Forging Division, Kobe Steel, Ltd.)

Table 1. Chemical compositions of tested materials (wt %).

Material	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo	Nb	Ti	Al	V	B	N
A286	0.046	0.40	1.20	0.012	0.001	25.20	15.15	1.30	—	2.30	0.27	0.27	0.0082	—
SUS 304LN	0.030	0.61	1.70	0.021	0.001	11.52	19.06	—	—	—	—	—	—	0.14
Inconel 718	0.053	0.12	0.12	0.002	0.0004	51.78	18.88	2.92	4.95	1.08	0.48	—	0.003	—

Table 2. Heat treatments of tested materials.

Material	Heat treatment
A286	980°C x 1hr OQ + 720°C x 16hr AC
SUS 304LN	1050°C x 8hr WQ
Inconel 718	980°C x 1hr AC + 720°C x 8hr FC (cooling rate: 30°C/hr) 620°C x 6.6hr AC

あるため、極低温での機械的性質におよぼす結晶粒度の影響についても検討を行った。

2. 供試材および実験方法

2.1 供試材

供試材の化学成分を Table 1 に、熱処理条件を Table 2 に示す。A 286 合金は VOD (Vacuum Oxygen Decarburization) 法により溶製した電極をもちいて ESR を行つた 2t 鋳塊を 65 φ に鍛造した後、980°C × 1 h 油冷 + 720°C × 16 h 空冷の標準的な熱処理を行い以降の試験に供した。結晶粒度は溶体化温度をかえることにより調整する方法が多くとられるが、実際の製造工程を考慮し、鍛造での最終加熱温度、加工度を変えることにより調整した。すなわち、最終加熱温度を 1150°C として加工度 10% の鍛造を行い、結晶粒度が GS. No. 1.5 の供試材を製作した。同様に、加熱温度 1100°C で加工度を 10% として GS. No. 3.0 の供試材を、また、加工度 50% の条件で GS. No. 6.0 の供試材をそれぞれ製作した。

また、比較材として用いた SUS 304 LN は 4t VOD 鋼塊から、Inconel 718 合金は 2t ESR 鋳塊から 125t および 65φ に鍛造し、それぞれ Table 2 に示す標準的な熱処理を施した。結晶粒度はそれぞれ GS. No. 6.0 と GS. No. 3.5 であった。

2.2 実験方法

各供試材について室温、77 K および 4.2 K において引張試験、2V シャルピー衝撃試験、J_{1c} 破壊靱性試験を行つた。室温および 77 K における引張試験、シャルピー衝撃試験はそれぞれ JIS Z 2241, JIS Z 2242 に基づいて実施した。破壊靱性試験は ASTM E 813-81 に基づき、除荷コンプライアンス法により行つた。4.2 K での試験は液体ヘリウム中で行われるために特別な

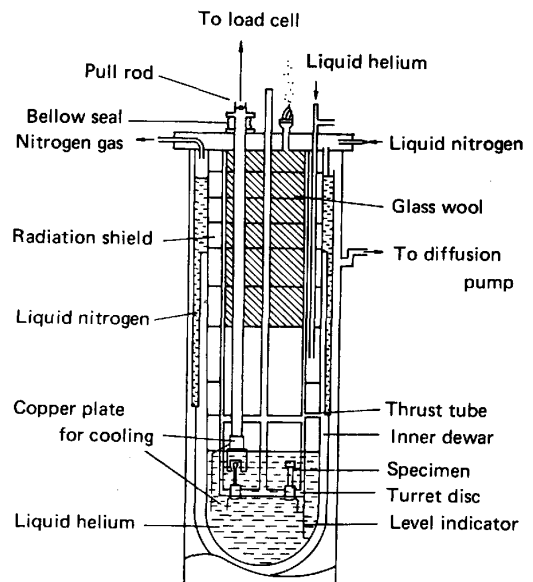


Fig. 1. Cross-sectional view of the cryostat.

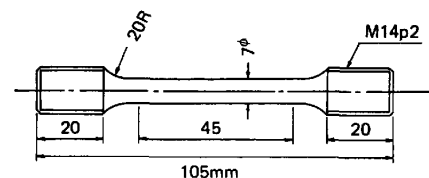


Fig. 2. Dimension of tensile test specimen.

装置が必要であり、以下に 4.2 K での実験方法の概略を述べる。なお、引張試験片 ($n=2$)、シャルピー衝撃試験片 ($n=3$) は鍛造方向に平行に採取し、破壊靱性試験片 ($n=1\sim 2$) は L-T 方向に採取した。

(1) 引張試験

引張試験には Fig. 1 に示す液体ヘリウム用クライオスタット中にて、同時に 10 本の試験片を順次に行えるターレットディスク型引張試験機⁶⁾をもちいた。引張速度は耐力が得られるまでは $2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ 、耐力が得られてからは $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ とした。耐力は試験片に 180° 間隔ではりつけた歪みゲージにより測定した。また、得られた応力-歪み曲線よりヤング率を測定し、破壊靱性試験での物性値として用いた。Fig. 2 に引張試験片形状を示す。

(2) シャルピー衝撃試験

4.2 K でのシャルピー衝撃試験については、液体ヘリウムからの試験片の取り出しが困難なため、縮形ら⁷⁾に

よつて考案された方法を用いた。この方法は発泡スチロール製のカプセルに試験片を装入したまま試験機にセットし、一端から液体ヘリウムを流しながら、カプセルごと打撃するものである。カプセルは厚さ 3 mm の発泡スチロールの内面に深さ 1.5 mm~2 mm 間隔でつけたもので、カプセルの衝撃値におよぼす影響はほとんどないことが確認されている。試験に先立ち、試験片の到達温度を測定した結果では、液体ヘリウム注入後 30~40 s で 4.2 K に到達したが、実際の試験では注入後 60 s 保持してから打撃を行った。

(3) J_{1c} 破壊靱性試験

破壊靱性試験には単一試験片による方法として極低温において最も多くもちいられている除荷コンプライアンス法⁹⁾を採用した。この方法と複数試験片による R 曲線法によつて得られた J_{1c} 値はよく一致していることがあらかじめ確認されている。疲労予き裂は ASTM 規格に基づき最大荷重時の K 値が 106 kgf mm^{-3/2} 以下の条件で室温にて導入した。試験には 1 回の冷却で 5 個の試験片の J_{1c} が求められることができるターレットディスク型破壊靱性試験機を用い、変位の検出は極低温用クリップゲージを用いた。また、荷重と変位のデータはコンピューターにより処理されて、実験中に J-da 曲線として表示される。したがつて測定状況が監視できるとともに、実験終了後、即座に J_{1c} を求めることができる。4.2 K においては、いずれの供試材もセレーションを生じたが、除荷は荷重の低下した直後に行つた。Fig. 3 に J_{1c} 破壊靱性試験片形状を示す。

3. 実験結果および検討

3.1 A286 合金の極低温における強度と延性

Fig. 4 に比較材として用いた SUS 304LN, Inconel 718 合金とともに A 286 合金の引張特性の温度依存性を示す。なお、3.1, 3.2 節での A 286 合金のデータは GS. No. 3.0 の供試材の値である。いずれの供試材も試

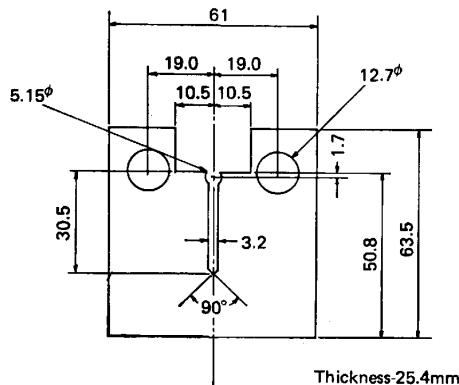


Fig. 3. Dimension of compact specimen.

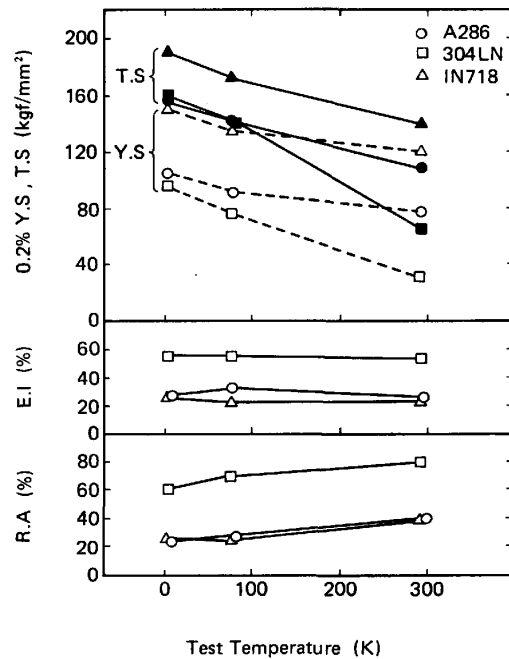


Fig. 4. Temperature dependences of the tensile properties of A286, SUS304LN and Inconel 718.

験温度の低下とともに耐力、引張強さは増加するが、A 286 合金の温度による強度の増加率は Inconel 718 合金と同程度で SUS 304LN より小さい。そのため、A 286 合金の強度は室温では SUS 304LN より高いが、4.2 K においては同程度となる。Inconel 718 合金はいずれの温度においても A 286 合金より極めて高い強度を示す。A 286 合金、Inconel 718 合金の延性は SUS 304LN に比べ低い値を示すが、これまでに公表されたデータと同等な値を示している³⁾⁴⁾⁹⁾。また、いずれの供試材においても伸びの温度依存性は小さいが、絞りは温度の低下にともない減少する。

一般に、SUS 304LN のように窒素により固溶強化されたステンレス鋼では耐力の温度依存性は大きい¹⁰⁾、A 286 合金、Inconel 718 合金では、その主要な強化因子が金属間化合物 γ' (Ni₃Al), γ'' (Ni₃Nb) による析出強化であるために、温度依存性は小さいものと考えられる。引張強さの温度依存性は耐力とは異なり、低温での塑性変形によるオーステナイトの安定性と関係する。つまり、SUS 304LN では加工誘起変態によりマルテンサイトが生成されるため温度依存性は高くなるが、A 286 合金、Inconel 718 合金は 4.2 K での変形によつても安定であり、引張強さの温度依存性は小さくなる。

3.2 A286 合金の極低温における靱性

Fig. 5 に SUS 304LN, Inconel 718 合金とともに A 286 合金のシャルピー吸収エネルギーの温度依存性を示す。A 286 合金、Inconel 718 合金の吸収エネルギー

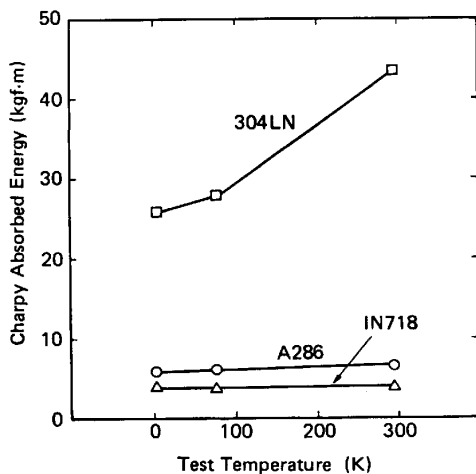


Fig. 5. Temperature dependences of the Charpy absorbed energy of A286, SUS304LN and Inconel 718.

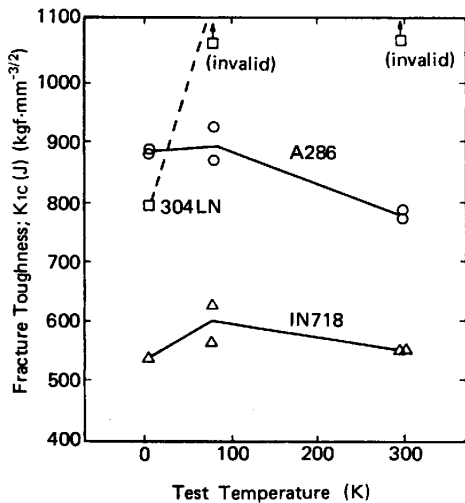


Fig. 6. Temperature dependences of the fracture toughness K_{1c} (J) of A286, SUS 304LN and Inconel 718.

は温度によりほとんど変化しないが、SUS 304LN の吸収エネルギーは温度とともに低下する。また、A 286 合金の吸収エネルギーは SUS 304LN より低い、Inconel 718 合金より高く、約 6 kg-m の値を示す。

Fig. 6 に A 286 合金、SUS 304LN および Inconel 718 合金の破壊靱性 K_{1c} (J) の温度依存性を示す。ここで K_{1c} (J) は次式により J_{1c} より求めたものである。

$$K_{1c}(J) = \sqrt{J_{1c} \cdot E / (1 - \nu^2)}$$

ただし、E ; ヤング率、 ν ; ポアソン比

SUS 304LN では、その高い靱性のために室温および 77 K では valid な J_{1c} が得られなかった。SUS 304LN の K_{1c} (J) は 77 K 以上の温度では非常に高いと考えられるが、4.2 K では急激に低下するのに対して、A 286 合金の K_{1c} (J) の温度依存性は Inconel 718 合金と似た傾向を示す。すなわち、77 K までは温度の低

下とともに K_{1c} (J) は増加し、4.2 K で若干低下する。そのため、A 286 合金の K_{1c} (J) は室温および 77 K では SUS 304LN より低い、4.2 K では SUS 304LN より良好な値を示し、いずれの温度でも Inconel 718 合金より高い値を示す。

以上の結果、A 286 合金の強度、靱性の温度依存性は SUS 304LN とは異なり Inconel 718 合金と類似していることがわかった。これは SUS 304LN の強化機構が窒素による固溶強化であるのに対し、A 286 合金、Inconel 718 合金は金属間化合物による析出強化であるためである。A 286 合金の特徴は SUS 304LN に比べて、4.2 K での強度は同程度であるが室温での強度は高く、逆に室温での破壊靱性は SUS 304LN より低い、4.2 K では SUS 304LN より良好な点であり、Inconel 718 合金と比較するといずれの温度でも強度は低い、破壊靱性は高いことである。

Fig. 7 に 4.2 K における耐力と破壊靱性 K_{1c} (J) との関係を示す。図中のバンドは従来材である SUS 304N タイプのステンレス鋼について測定された値である¹¹⁾。A 286 合金、Inconel 718 合金の測定点はこのバンドより上にプロットされ、窒素強化型ステンレス鋼に比べて優れた極低温構造材料であるといえる。

3.3 A286 合金の極低温での機械的性質におよぼす結晶粒度の影響

Fig. 8 に A 286 合金の引張特性の結晶粒度依存性を示す。耐力はいずれの試験温度においても大きな粒度依存性は認められない。引張強さ、伸び、絞りはいずれの温度においても細粒材ほど高くなる傾向にあるが、粒度依存性は 4.2 K において最も大きくなる。

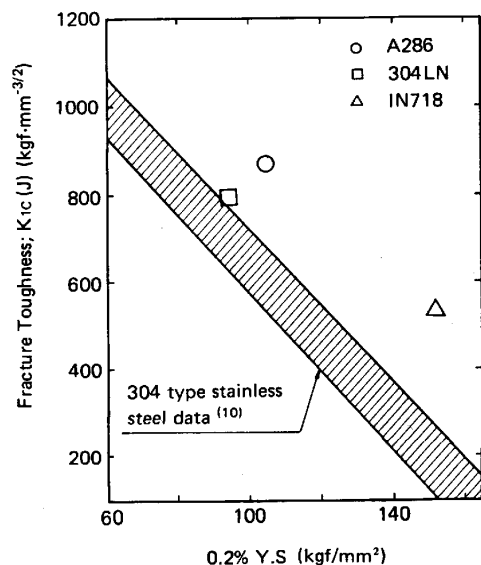


Fig. 7. Fracture toughness vs. yield strength for A286, SUS304LN and Inconel 718 at 4.2K.

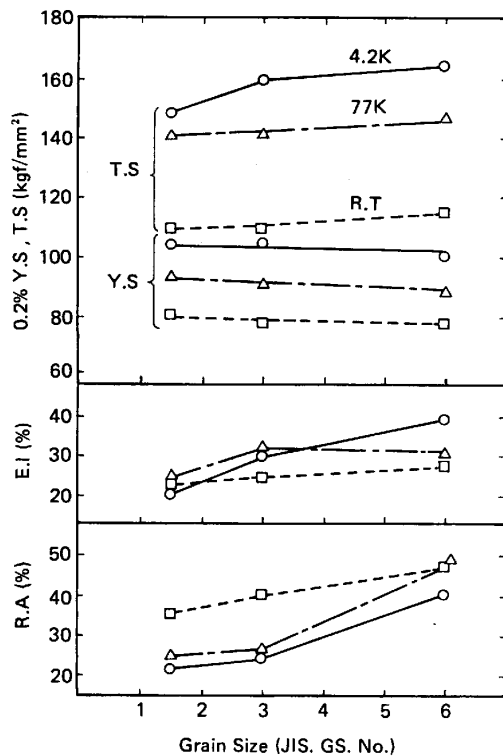


Fig. 8. Influence of grain size on the tensile properties of A286 alloy at 4.2K, 77K and R.T.

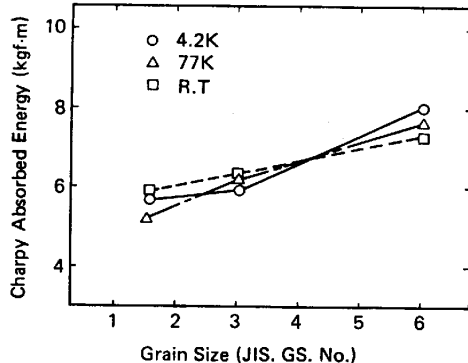


Fig. 9. Influence of grain size on the Charpy absorbed energy of A286 alloy at 4.2K, 77K and R.T.

Fig. 9 にシャルピー吸収エネルギーの粒度依存性を示す。いずれの温度においても細粒材ほど吸収エネルギーは高くなる。

Fig. 10 に破壊靱性 K_{IC} (J) の粒度依存性を示す。いずれの温度においても細粒材ほど K_{IC} (J) は高くなるが、その傾向は 4.2K において顕著であり、引張試験での伸びの粒度依存性と定性的に一致する。しかし、GS. No. 1.5 の粗粒材の場合でも 4.2K での K_{IC} (J) は $700 \text{ kgf}\cdot\text{mm}^{-3/2}$ 以上であり、これまでに公表された値³⁾⁴⁾と比べても良好な靱性を有していることがわかる。

粗粒材の靱性低下の原因を調査するために破面および

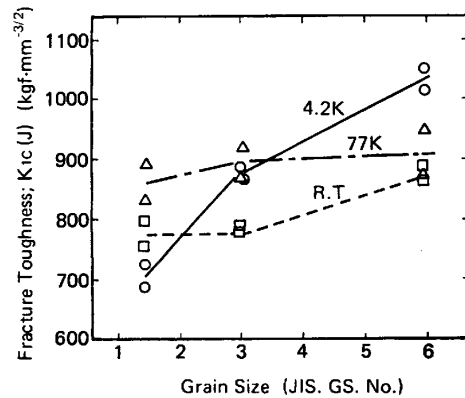
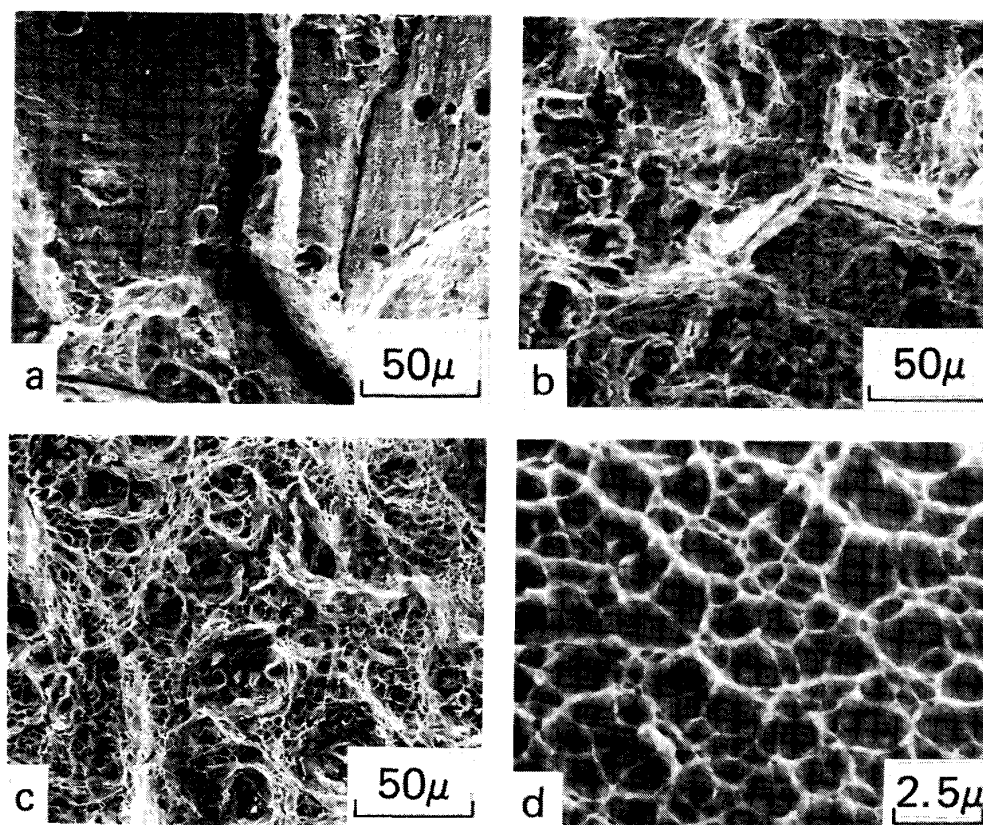


Fig. 10. Influence of grain size on the fracture toughness K_{IC} (J) of A286 alloy at 4.2K, 77K and R.T.

組織の SEM 観察を行つた。Photo. 1 に 4.2K での破壊靱性試験中に進展したき裂部の破面写真を示す。いずれの供試材においてもディンプルが認められ延性破壊を示しているが、GS. No. 6.0 の供試材の破面がすべて粒内延性破壊であるのに対して、GS. No. 3.0, GS. No. 1.5 と粗粒材ほど粒界破面が多く認められた。ただし、すべて粒界破面にディンプルが認められ、破壊は脆性的なものではなく、ある程度の塑性変形をともつた延性的な粒界破壊である。このような結晶粒度による破面形態の違いは引張試験片、シャルピー試験片破面にも同様に認められた。

また、GS. No. 1.5 の供試材について粒界破面の割合を調査した結果、室温、77K で約 30%、4.2K では約 50% 程度であり、4.2K において粒界破面が多く認められた。これは試験温度の低下にともない、粒内強度は高くなり粒界強度との相対的な強度差が大きくなるため、粒内強度が最大となる 4.2K において粒界破面の割合が増加したものと考えられる。

Photo. 2 に結晶粒度の異なる A 286 合金の粒界析出物の違いを示す。最も多く粒界破面が認められた GS. No. 1.5 の供試材には、TiC と思われる粗大析出物が粒界上に最も多く認められた。したがって、4.2K において粗粒材ほど延性、靱性が低下した原因は、粒界析出物による粒界強度の低下であり、粒界破壊が起こりやすい 4.2K において顕著な粒度依存性を示したものと考えられる。この析出物は鍛造中、あるいは鍛造後の冷却中に析出したものと考えられ、GS. No. 1.5 の供試材の製作において鍛造加熱温度を他材よりも 50°C 高くしており、鍛造加熱中での C の固溶量が多くなり、そのために冷却中での再析出量が他材に比べて多くなつたものと考えられる。このような傾向は他の超合金においても報告されている¹²⁾。



(a) : GS. No. 1.5, (b) : GS. No. 3.0, (c) : GS. No. 6.0 and (d) : micro dimples on intergranular surfaces.
Photo. 1. Fracture surface of J_{IC} specimen of A286 alloy at 4.2K.

超合金の極低温での靱性と析出物の関係についてはいくつ報告されているが³⁾¹²⁾¹³⁾、いずれも粒内および粒界上の MC 型炭化物が靱性の低下原因であると述べている。また、高 Mn 鋼¹⁴⁾では細粒材ほど粒界炭化物が多く析出し、極低温での靱性が低くなり、結晶粒度と靱性の関係が本実験と逆の関係になると報告されている。

以上の結果、A 286 合金の靱性に関しては粒界析出物の効果が大きく、結晶粒度のみの影響を検討することはできなかつた。したがって、靱性の結晶粒度依存性を明らかにするためには析出状態がほぼ同じで結晶粒度のみ変えた試験機による実験が必要であろう。また高靱性を得るには粗大粒界析出物を抑える製造方法の検討が重要と思われる。

4. 結 言

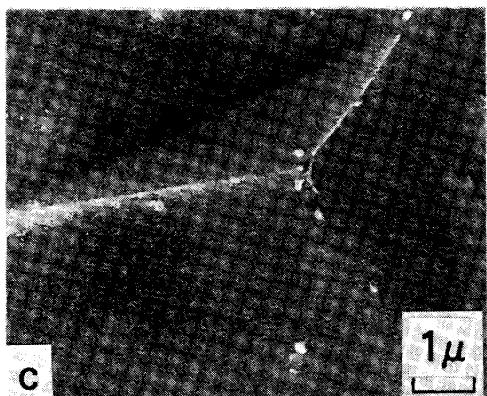
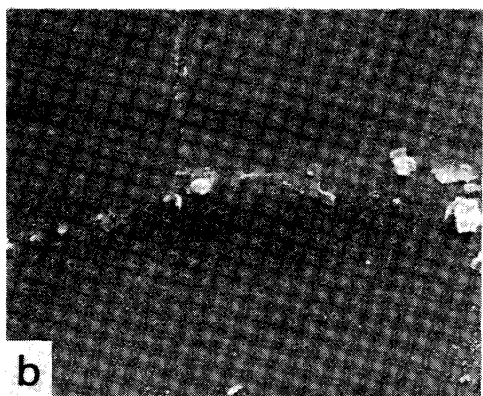
最近、使用されはじめている極低温構造材の一つである A 286 合金 ESR 材について、SUS 304LN および Inconel 718 合金を比較材として、室温、77 K、4.2 K での強度、靱性を調査した。また、A 286 合金の極低温での機械的性質におよぼす結晶粒度の影響について、鍛造条件を変えて結晶粒度を調整した試験材により検討し

た。おもな結果は次のとおりである。

(1) 析出強化型合金 A 286, Inconel 718 の強度、延性および靱性の温度依存性は、窒素による固溶強化型ステンレス鋼 SUS 304LN に比べ小さい。そのため、A 286 合金の 4.2 K での強度は SUS 304LN と同程度であるが室温強度は極めて高い。また、A 286 合金の破壊靱性は室温においては SUS 304LN より低い。4.2 K ではやや高い値を示す。なお、いずれの温度においても Inconel 718 合金は A 286 合金に比べ、強度は高いが靱性は低い。

(2) A 286 合金はいずれの温度においても、引張強さ、延性、靱性は細粒材ほど高くなるが耐力に対する結晶粒度の影響は認められない。特に 4.2 K において、破壊靱性の結晶粒度依存性は大きい。GS. No. 1.5 の粗粒材においても $K_{IC}(J)$ は $700 \text{ kgf}\cdot\text{mm}^{-3/2}$ 以上あり、使用上問題はないものと考えられる。

(3) 粗粒材での延性、靱性の低下は粒界析出物による粒界延性破壊が大きく影響しており、A 286 合金の靱性におよぼす結晶粒度のみの影響を検討することはできなかつた。また、特に極低温で高靱性が必要となる場合には粒界析出物の抑制が必要であろう。



(a) : GS. No. 1.5, (b) : GS. No. 3.0, (c) : GS. No. 6.0.
Photo. 2. Scanning electron micrographs of the precipitates on the grain boundary of A286 alloy.

上記の基礎試験結果をもとに、10t型A286合金
ESR 鋳塊よりミラー型核融合炉試験装置の支持材、超

電導発電機試験装置の回転子などの製造を行い、いずれも、要求性能を十分満足する製品を得ることができた¹⁵⁾
¹⁶⁾。

文 献

- 1) K. YOSHIDA, K. KOIZUMI, H. NAJIMA, M. SHIMADA, Y. SANADA, Y. TAKAHASHI, E. TODA, H. TSUJI and S. SHIMAMOTO: Proc. the ICMC Kobe, Japan (1982) May, p. 417
- 2) 荻野 治: チタニウム・ジルコニウム, 32 (1984), p. 2
- 3) E. N. C. DALDER and M. GREENLEE: Adv. Cryog. Eng.-Mat., 28 (1982), p. 883
- 4) R. P. REED, R. L. TOBLER and R. P. MIKESSELL: Adv. Cryog. Eng., 22 (1977), p. 68
- 5) M. KOHNO, T. YAMADA, T. HONJO, M. OKAMURA and K. AOTA: International Gas Turbine Congress, Tokyo Japan (1983) Oct., p. 773
- 6) T. HORIUCHI, M. SHIMADA, T. FUKUTUKA and S. TOKUDA: Proc. of the 5th ICEC (1974), p. 465
- 7) 緒形俊夫, 平賀啓二郎, 長井 寿, 石井圭介: 鉄と鋼, 69 (1983), p. 64
- 8) D. T. REED and R. P. REED: Materials Studies for Magnetic Fusion Energy Applications at Low Temperatures, II, NBS, Boulder. Co. (1979), p. 81
- 9) W. A. LONGSDON, R. KOSSOWSKY and J. M. WELLS: Adv. Cryog. Eng., 22 (1977), p. 197
- 10) 福島英二: 鉄と鋼, 61 (1975), p. 183
- 11) R. L. TOBLER and R. P. REED: Materials Studies for Magnetic Fusion Energy Applications at Low Temperatures, III, NBS, Boulder. Co. (1980), p. 18
- 12) M. J. DONACHIE, A. A. PINKOWISH, W. P. DONESI, J. F. RADAVICH and W. H. COUTS: Metall. Trans., 1 (1970), p. 2623
- 13) R. KOSSOWSKY: Adv. Cryog. Eng., 22 (1977), p. 59
- 14) 岡 裕, 上田修三: 鉄と鋼, 69 (1983), S534
- 15) T. ABE, M. KOHNO, A. SUZUKI and R. M. SCANLAN: ASTM Symposium on Forgings, Williamsburg (1984) Nov.
- 16) 高野正義, 塩崎 武, 平野宏通: 特殊鋼, 33 (1984) 5, p. 14