

© 1992 ISIJ

論 文

18%Mn-18%Cr-N鋼の衝撃靱性遷移挙動
におよぼす化学成分と予歪の影響石坂 淳二*・折田 勝利*²・寺尾 勝廣*The Influence of Chemical Composition and Pre-strain on Impact
Toughness Transition Behaviour of 18%Mn-18%Cr-N Austenitic
Steels

Junji ISHIZAKA, Katsutoshi ORITA and Katsuhiko TERAO

Synopsis:

Transition behaviour of impact absorbed energy is well known for 18%Mn-18%Cr-N steel. The cleavage-like transgranular facets are detected on fracture surface of impact specimens tested at low temperature. Impact absorbed energy decrease when these cleavage-like facets are found on fracture surface of test specimen.

The ductile-brittle transition temperature of the materials shifted to lower temperature by increased of nickel content, decrease of nitrogen content or pre-straining at high temperature.

The relationship between cleavage-like fracture and plastic deformation structure at the crack tip of impact test specimen has been investigated.

Key words : austenitic steel ; low temperature toughness ; cleavage-like fracture ; strength.

1. 緒 言

18%Mn-18%Cr-N鋼(以下18-18鋼と称する)は高強度で耐応力腐食割れ性の優れた非磁性鋼リテーニングリング材として広く使用されている。さらに、本材質の優れた強度と靱性および極低温での安定した非磁性に注目して、低温構造用鋼としての検討がされ始めている^{1)~3)}。

オーステナイト鋼の強化は変態によっては期待できず、固溶強化、加工強化あるいは時効強化などによって図られる。本研究にとりあげた18-18鋼は窒素による固溶強化とMn-Crオーステナイト鋼特有の高い加工硬化係数に裏づけされた加工強化によって高強度が得られることが知られている⁴⁾。一方、高窒素添加により強化した18-18鋼の極低温における強度と靱性についての検討は少なく、特に加工強化した材料の靱性については不明な点が多い。

そこで、18-18鋼の低温における強度と靱性におよぼす化学成分の影響および加工予歪、特に変形量や変形温度の影響などを調査し、あらかじめ導入された変形組織

内の亀裂の伝播特性に注目して低温における衝撃靱性遷移挙動を検討した。

2. 供 試 材

18-18鋼の強度と靱性におよぼす化学成分の影響を調査した。試験材はその化学成分をTable 1に示すように窒素量を0.548~0.840 wt% (以下%と称する)、Niを0.25~2.02% またMnを19.19~23.75%の範囲でそれぞれ変化させた7種類の18-18鋼であり、VIM(真空誘導溶解炉)にて溶製し、50 kg鋼塊に铸込んだ。これを1473 Kに加熱し、1トンハンマにて幅120 mm、厚さ30 mmの鍛造板に鍛造した。この時の鍛造比は約

Table 1. Chemical composition of specimen (wt %).

No.	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	N
1	0.059	0.51	19.63	0.036	0.0013	0.31	19.87	0.548
2	0.047	0.40	19.73	0.033	0.0007	0.26	20.01	0.719
3	0.047	0.48	19.54	0.030	0.0018	0.26	19.41	0.738
4	0.050	0.43	19.42	0.032	0.0008	0.36	19.33	0.840
5	0.068	0.51	19.66	0.036	0.0014	1.04	19.65	0.575
6	0.035	0.52	19.19	0.027	0.0050	2.02	19.19	0.587
7	0.057	0.46	23.75	0.029	0.0011	0.25	19.02	0.714

平成3年12月13日受付 平成4年9月4日受理 (Received on Dec. 13, 1991; Accepted on Sep. 4, 1992)

* (株)日本製鋼所室蘭研究所 (Muroran Research Laboratory, The Japan Steel Works Ltd., 4 Chatsumachi Muroran 051)

*² (株)日本製鋼所素形材製品部 (Material Engineering Department, The Japan Steel Works Ltd.)

10 である。鍛造板から長さ 120 mm の供試材を切り出し、1323 K・1 時間保持後水冷の固溶化処理したものを供試材とした。

3. 試験方法

77 K から 573 K の範囲で引張及び衝撃試験を行い、固溶化処理材の機械的性質を検討した。室温引張試験には JIS 4 号試験片を、低温および高温では JIS 14A 号試験片を用いた。衝撃試験には JIS 4 号試験片と試験片の幅が 5 mm の縮小試験片をそれぞれ用いた。予歪は引張試験機で歪み速度 $\dot{\epsilon} = 6.4 \times 10^{-2} / \text{min.}$ で一軸引張加工した。用いた試験片は Fig. 1 に示すように引張試験には JIS 4 号試験片を用いて公称ひずみで最大 40% まで引張り変形し、平行部のみを直径 10 mm、平行部 50 mm に機械加工して試験に供し、また衝撃試験には横断面が 14×14 mm の試験片を公称ひずみで最大 40% まで引張り変形し、その平行部より JIS 4 号試験片を切り出し試験に供した。一方、衝撃試験後の破面観察を走査型電子顕微鏡（日本電子(株)製、以下 SEM）で、また γ 、 ϵ および α' 相の同定は X 線回折装置（理学電子(株)製）にて 40 kV、150 mA の条件下で Cu-K α を用いて行った。また透過型電子顕微鏡（日本電子(株)製、以下 TEM）で観察を行い転位の形態と分布を検討した。また、衝撃試験片破面において 100 mOe の磁場で透過率を計測して破面近傍における α' 加工誘起マルテンサイト相を検証した。透磁率測定は INSTITUT DR. FÖRSTER 社製の MAGNETOSCOPI 1.067 による。

4. 試験結果

4.1 機械的性質に及ぼす化学成分の影響

18-18 鋼の室温引張試験および 273 K 衝撃試験結果におよぼす窒素量の影響について調査した結果を Fig. 2 に示す。窒素量を 0.548 から 0.840% に増加すると、0.2% 耐力及び引張強さは増加するが、伸び、絞り及び 273 K の衝撃吸収エネルギーの変化は少ない。従って、この範囲内の窒素の増加は靱性、延性にほとんど影響を与えずに強化する。次に、衝撃吸収エネルギーと試験温度の関係とそれらにおよぼす窒素量の影響を Fig. 3 に示す。室温付近では窒素量によらず高い衝撃吸収エネルギーを示すが、試験温度の低下とともに衝撃靱性の低下する衝撃エネルギーの遷移挙動が認められ、高窒素材ほど靱性の低下が大きく、遷移挙動はより顕著となる。このことから低温靱性が要求される極低温構造材料用の 18-18 鋼の添加窒素量に上限があろう。

次に、各試験温度での衝撃試験片の破面を SEM 観察

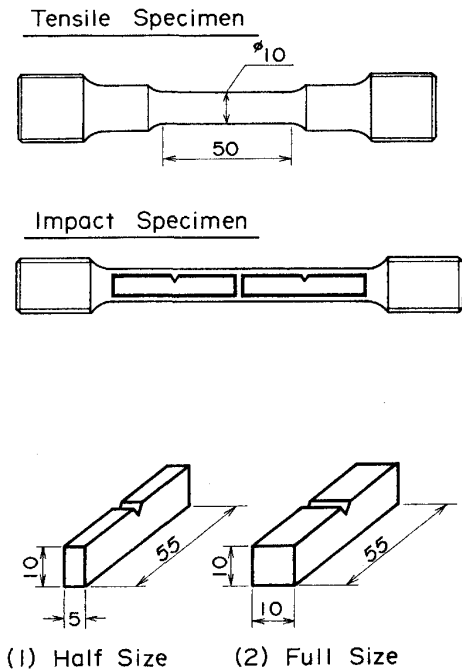


Fig. 1. Size and locations of pre-strained specimens.

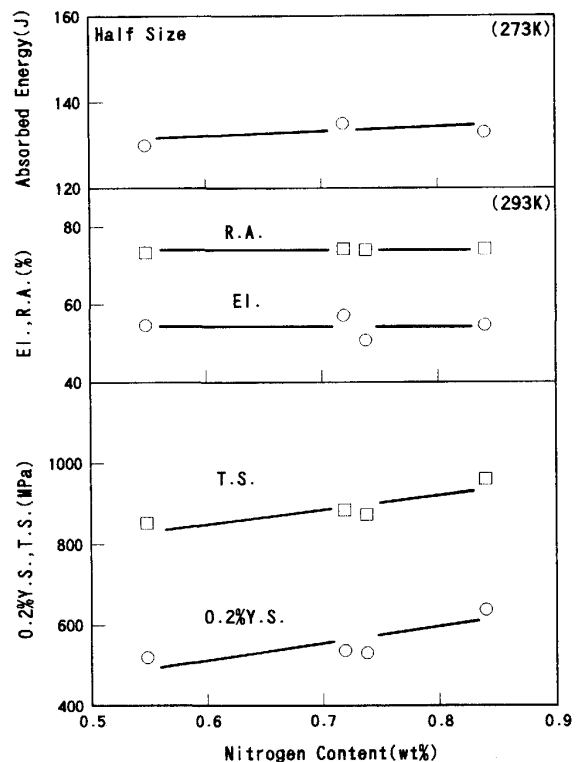


Fig. 2. Effect of nitrogen content on tensile properties of solution treated 18Mn-18Cr-N steels at room temperature and impact absorbed energy at 273 K.

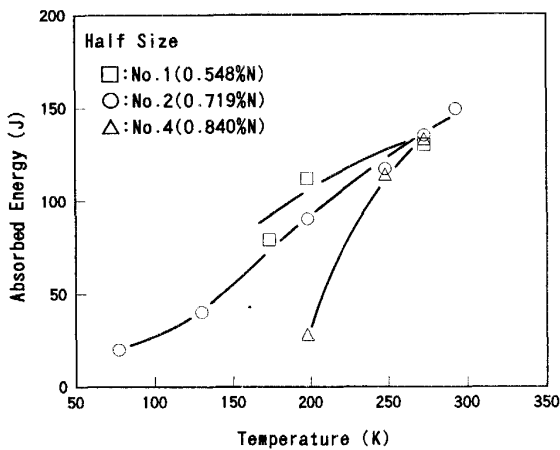


Fig. 3. Influence of test temperature on absorbed impact energy for 18Mn-18Cr-N steels with various nitrogen content.

し、衝撃靱性の遷移挙動と破面形態の相関性を調査した。No. 2 試験材と同様な衝撃吸収エネルギー遷移挙動を示した No. 3 試験材の場合を例に、各試験温度における破面観察の結果を Photo. 1 に示す。最も高い靱性値を示した室温では細かいマイクロボイドで形成される延性破面を示す。液体窒素温度の 77 K では極めて平面的な破面形態が観察され、この平面的な破面はセル状に分布しており、隣合った平面的破面は比較的鈍角な角度で交わっていることから、結晶粒界破面ではなく、むしろ BCC 金属材料の脆性破面に観察されるファシエット状破面 (以下、F 破面) と同類と見なせる。また、198 K では延性破面と F 破面の混在した破面が確認された。なお、衝撃試験片の破面で透磁率を測定した結果はいず

れも 1.01 以下であることから衝撃靱性の遷移挙動に対する強磁性の α' マルテンサイトの寄与は極めて小さいものと考えられる。

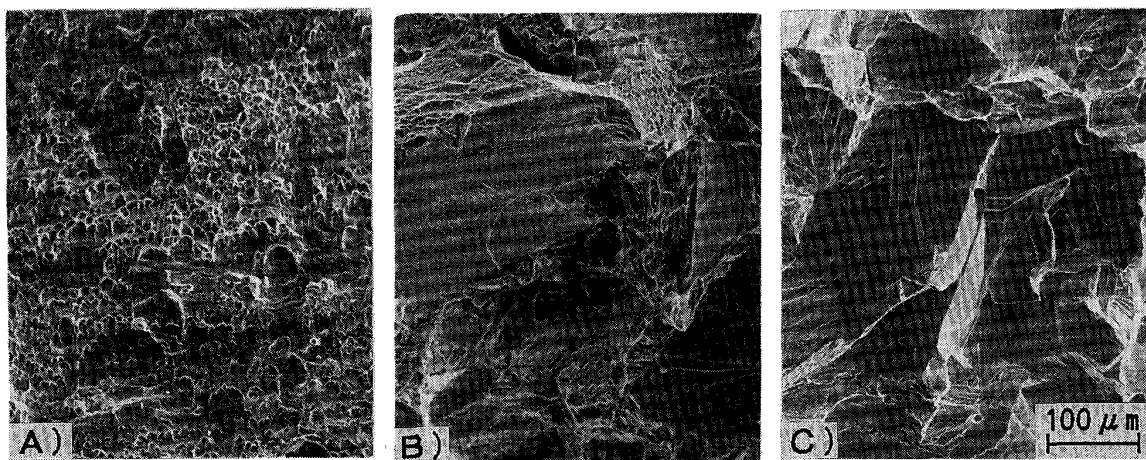
先に窒素添加量が多いほど衝撃靱性の遷移挙動が顕著であることを示した。窒素添加量の異なる試験材の 198 K における衝撃試験片破面を SEM にて観察した結果を Photo. 2 に示す。窒素含有量が高いほど F 破面の占める面積が多くなり、窒素量と F 破面、すなわち衝撃靱性の遷移挙動の間には密接な関係があることが示唆された。

室温引張試験性質におよぼす Ni 量の影響を Fig. 4 に示す。Ni 量の増加に伴い耐力と引張強さはわずかに低下し、18-18 鋼の高強度化に Ni 量の増加は不利であることを示している。また、衝撃吸収エネルギーの遷移挙動におよぼす Ni 量と Mn 量の影響を Fig. 5 に示す。Ni 量を 0.26% から 2.02% に増加するとエネルギー遷移温度は低温側に移行することが認められる。一方、Mn 量の増加にともない衝撃エネルギー遷移温度の変化は少ないが、エネルギー遷移温度範囲は狭くなる傾向がある。

以上の結果、18-18 鋼は室温以下の低温域で顕著な衝撃靱性の遷移挙動を示し、窒素、Ni 量または Mn 量が衝撃吸収エネルギーや遷移温度に影響をおよぼすことを明らかにした。

4.2 機械的性質におよぼす予歪の影響

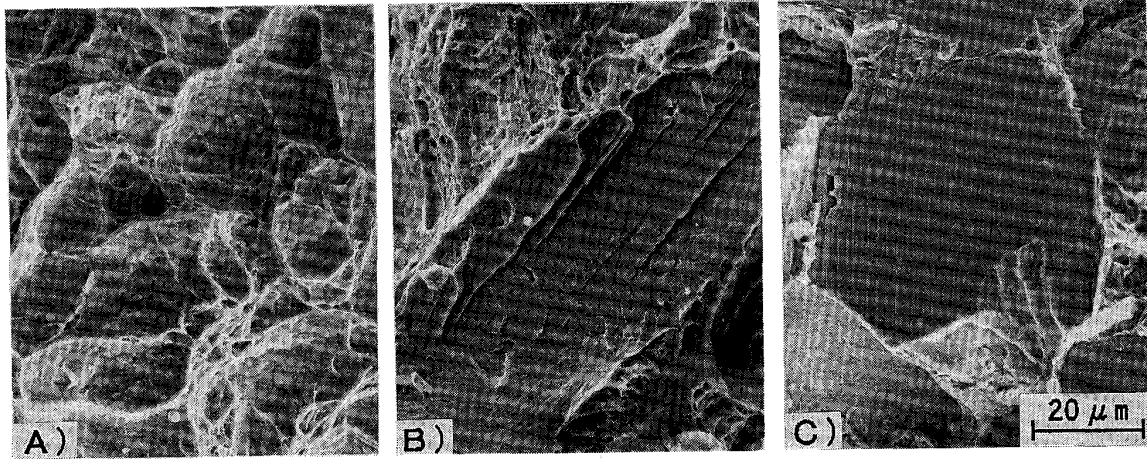
オーステナイト鋼は加工硬化係数が高いことが知られており、加工強化により高強度化が期待できる。そこで種々の条件で付与した予歪の機械的性質におよぼす影響を調査した。Fig. 6 に No. 3 試験材を室温で一軸引張



A) 293 K ($\mu \leq 1.01$) B) 198 K ($\mu \leq 1.01$) C) 77 K ($\mu \leq 1.01$)

μ : Permeability of fracture surface

Photo. 1. SEM micrographs on fracture surface of impact test for solution treated 18Mn-18Cr-N steel No.3 specimen tested at various temperature.



A) 0.548%N B) 0.719%N C) 0.840%N
 Photo. 2. SEM micrograph on fracture surface of impact test for solution treated 18Mn-18Cr-N steels tested at 198 K.

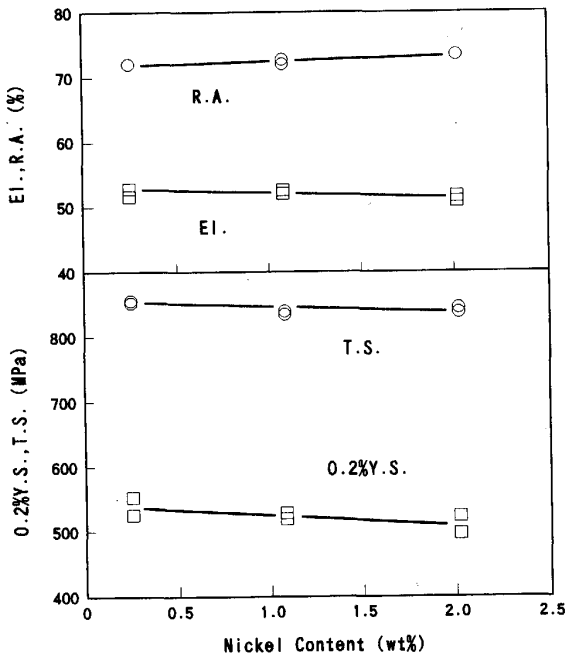


Fig. 4. Effect of nickel content on tensile properties of solution treated 18Mn-18Cr-N steels.

変形した材料の引張試験結果を示す。0.2%耐力は固溶処理材で 540 MPa であるが、40% 加工材で 1 300 MPa に増加する。一方、固溶処理材と室温で 20% と 40% 加工した試験材の衝撃試験を行った結果を Fig. 7 に示す。加工材はいずれも明瞭な衝撃靱性の遷移挙動を示し、加工度の増加にともない上棚部の衝撃吸収エネルギーは低下し、エネルギー遷移温度は上昇する。特に 40% 加工材では室温が遷移領域であるので、40% 加工材の衝撃吸収エネルギーは固溶化処理材の約 1/3 程度にまで

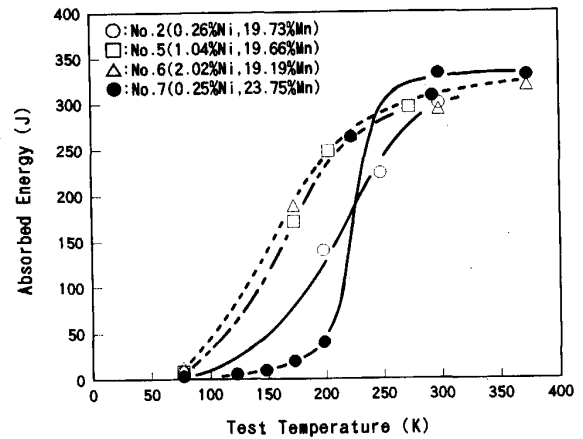


Fig. 5. Influence of test temperature on absorbed impact energy for 18Mn-18Cr-N steels with various nickel and manganese content.

低下する。以上のように予歪は衝撃靱性の遷移挙動に重要な影響をおよぼすことを明らかにした。

5. 考 察

5.1 ファシット状破面と靱性遷移挙動の関係の検討

固溶化処理材の低温における靱性の遷移挙動は F 破面と密接に関係することを示した。そこで、F 破面が観察された 198 K の衝撃試験片破面の縦断面における顕微鏡組織を観察した。その結果を Photo. 3 に示す。破面は結晶粒内を伝播しており、変形組織に沿っていることが特徴で粒内擬へき開破壊と考えられる。これらの変形組織は衝撃試験において亀裂の伝播にともない亀裂先端に出来る塑性変形部の組織であり、すべり線または

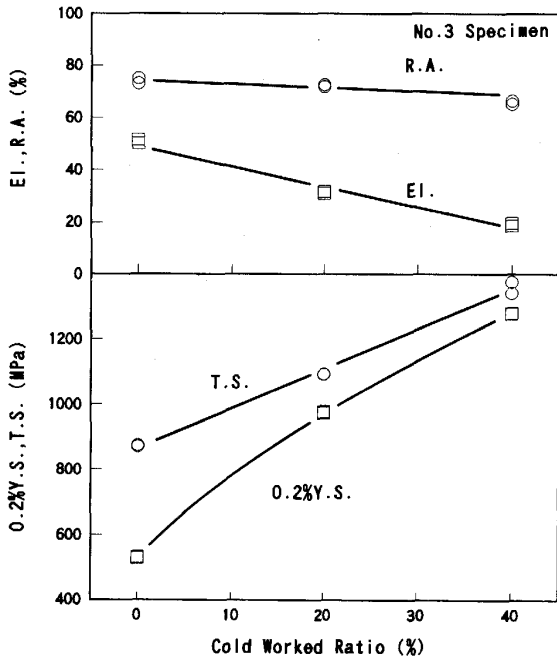


Fig. 6. Effect of cold worked ratio on tensile properties of No. 3 specimen.

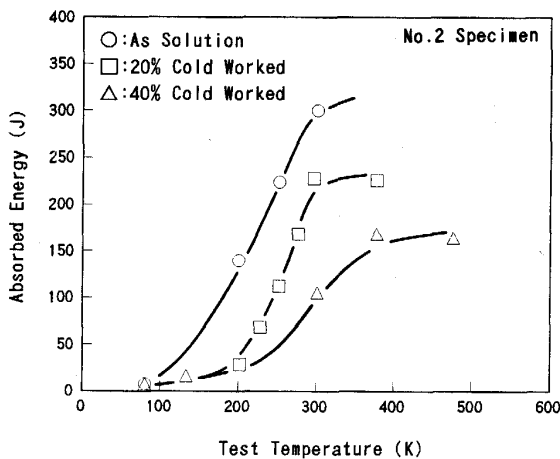


Fig. 7. Relationship between absorbed impact energy and test temperature as function of cold worked ratio of No. 2 specimen.

加工誘起マルテンサイト相などが考えられる。すなわち、低温で衝撃靱性を低下させ、遷移挙動を引起こす F 破面は亀裂先端に形成する塑性変形部の組織と密接に関連することが示唆された。ただし塑性変形部の組織は透磁率が低く強磁性の α' 加工誘起マルテンサイト相の寄与は極めて少ないと言える。

5.2 衝撃靱性の遷移挙動におよぼす変形組織の影響

加工変形により、18-18 鋼の強度は著しく上昇するが、延性と靱性は低下する。更に、加工材の衝撃吸収エネルギー

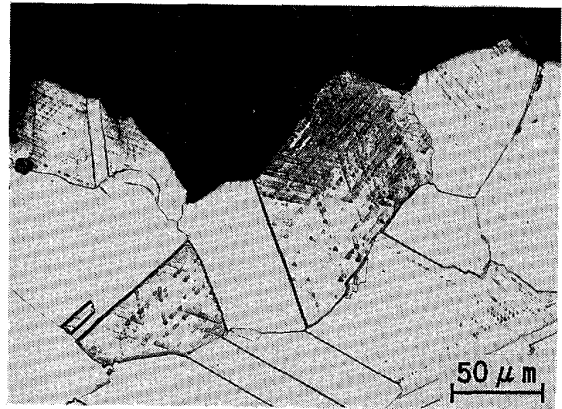


Photo. 3. Transgranular crack on 18Mn-18Cr-N steel No. 3 impact test specimen tested at 198 K.

ギーの遷移挙動は、固溶化処理材に見られたそれより顕著となり、上棚部に相当する衝撃吸収エネルギーは加工度の増加にともない低下し、靱性遷移温度は上昇することが判明した。これは固溶化処理材の靱性遷移挙動について考察したと同様に、衝撃試験の時、亀裂先端に塑性域を生成しながら亀裂は進展するが、加工材では予歪をうけているので亀裂先端に生成される塑性域の変形組織は予歪によって導入された変形組織と、衝撃試験の亀裂先端に形成された変形組織の双方から影響を受けるものと考えられる。従って、予歪で導入された変形組織は衝撃試験で新たに亀裂先端に形成する変形組織とともに衝撃靱性に大きな影響を与えるものと考えられる。

そこで、予歪を付与する温度を変えることによって変形組織の形態を変えて、衝撃靱性と遷移挙動におよぼす変形組織の影響を検討した。223 K、293 K および 573 K の 3 条件で 40% 加工した材料の衝撃吸収エネルギーの遷移曲線を Fig. 8 に示す。付与した歪量は同じにもかかわらず加工温度が上昇するにともない上棚エネルギーは高く、エネルギー遷移温度は低温側に移行しており、明らかに予歪を付与する温度は衝撃靱性の遷移挙動に影響をおよぼすことが認められた。また、室温衝撃吸収エネルギーにおよぼす加工温度の影響を Fig. 9 に示す。20% と 40% 加工した材料の衝撃吸収エネルギーは加工温度が高いほど高い靱性を示す。以上の結果、加工材の衝撃靱性の遷移挙動は予歪によって導入される変形組織と密接に関係することを明らかにした。

そこで、F 破面が変形組織と密接に関係する擬へき開破面であるので、衝撃靱性におよぼす転位分布などの変形組織の影響を検討した。No. 3 試験材を 198 K、293 K と 423 K でそれぞれ 20% 加工した試験片から薄膜試

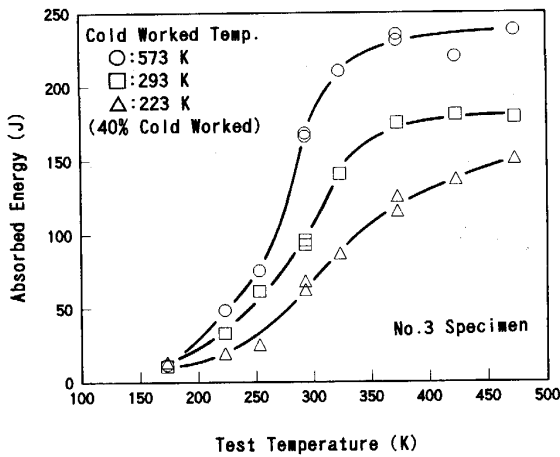


Fig. 8. Relationship between absorbed impact energy and test temperature as function of cold worked temperature of No. 3 specimen.

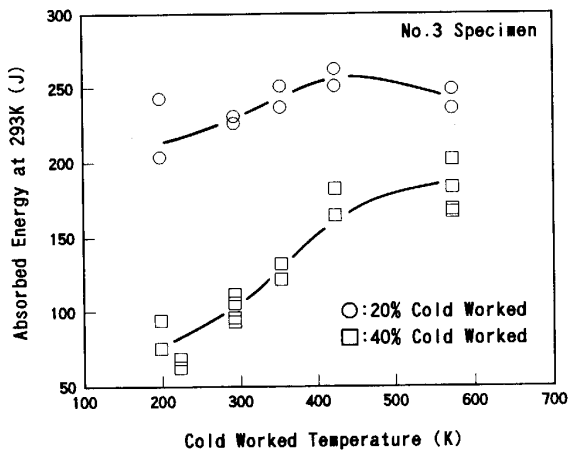
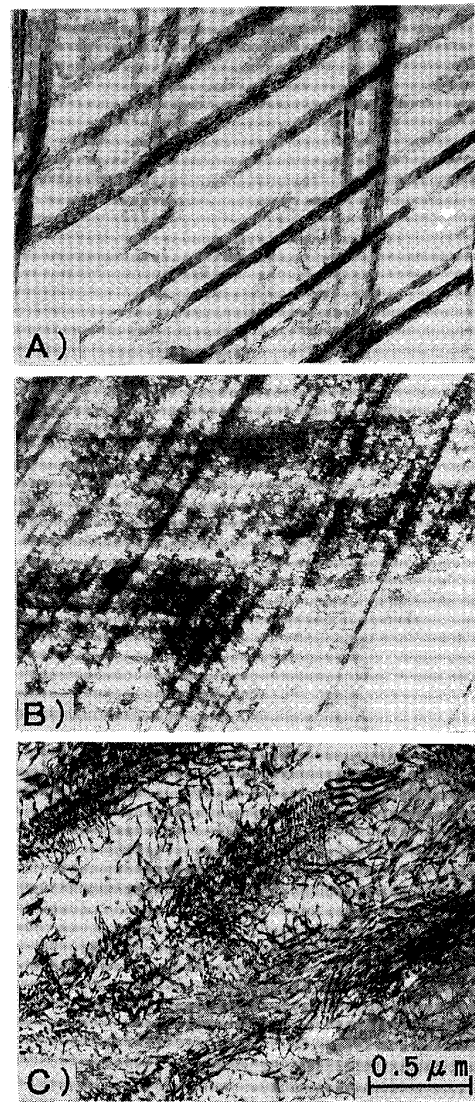


Fig. 9. Effect of cold worked temperature on absorbed impact energy of No. 3 specimen.

験片を作成して TEM にて 変形組織を観察した。Photo. 4 に示すように 198 K における加工材では ϵ 相あるいはプラナ状の転位分布の変形組織が多数認められるが、加工温度を室温以上にするると転位の分布は直線的なプラナ状の分布からセル状組織となり、変形組織の変化または転位の高密度化が進むことが知れる。なお、198 K で20% 加工した No. 3 試料について電子線回折を行った結果を Photo. 5 に示す。この結果、 ϵ 相の生成が観察された。

Photo. 6 に20% 予歪を付与した時の変形組織におよぼす Ni 量の影響を示す。窒素量の少ない、または Ni 量の多いものの変形組織は導入した転位がセル状に分布し、高い転位密度を示している。

一方、0.719% 窒素を固溶した No. 3 試験材を 198 K、



A) 198 K B) 293 K C) 423 K

Photo. 4. TEM microstructure of 18Mn-18Cr-N steel No. 3 specimen with 20% cold worked at various temperature.

293 K、423 K で40% 予歪を与えた後、X線回折測定を行った結果 ϵ や α' 相は検出されなかった。No. 3 試験材および窒素量 0.548% の No. 1 試験材の 198 K における衝撃試験の破面の透磁率はそれぞれ 1.01 以下、1.13 であり No. 1 試験材に α' 相の存在が示唆された。Photo. 2 に示すように 198 K の衝撃試験後の破面には No. 1 試験材を除き F 破面が観察されたことから、粒内擬へき開破壊は α' 相に起因する可能性は低く転位分布の形態などの変形組織と密接に関係するものと考えられる。

従来、面心立方格子 (FCC) を持つ結晶はへき開破壊は起こりにくいとされてきたが⁵⁾、最近、高窒素を含

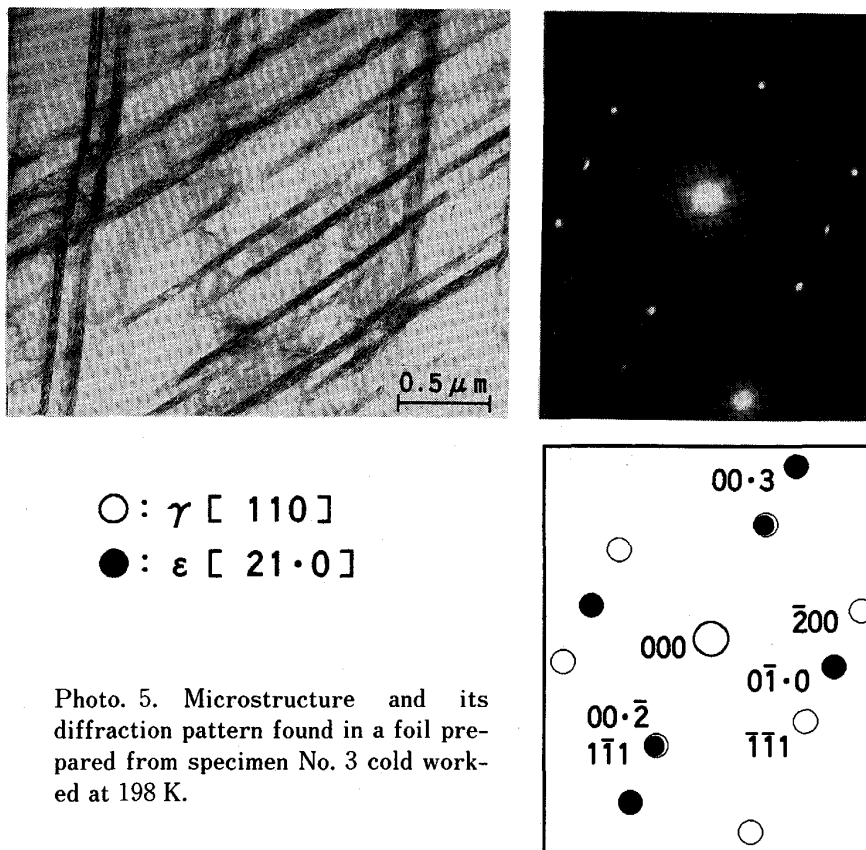
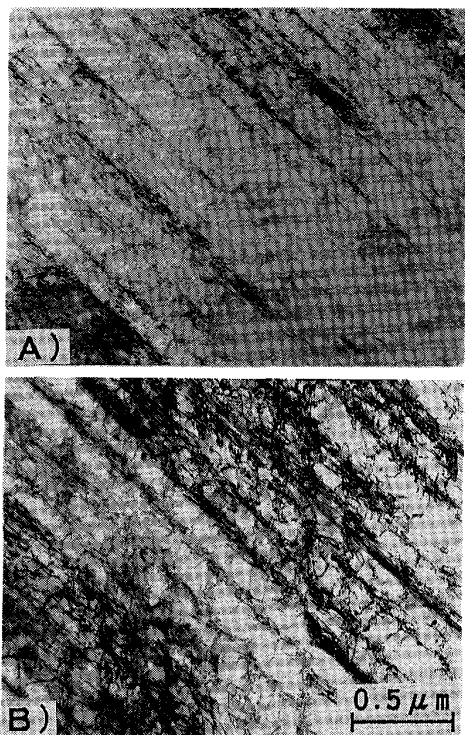


Photo. 5. Microstructure and its diffraction pattern found in a foil prepared from specimen No. 3 cold worked at 198 K.



A) 0.26%Ni B) 2.02%Ni

Photo. 6. TEM microstructure of 18Mn-18Cr-N steels 20% cold worked at 293 K with nickel content.

有する高 Mn-Cr 鋼で (111)γ または双晶界面に沿って粒内脆性破壊が生じると Defilippi ら⁶⁾によって報告がなされている。また, Tobler ら⁷⁾によって液体ヘリウムでの破壊靱性試験で擬へき開破壊または粒内ファシエットを見だし, 塑性変形部において交差すべりの交点での応力集中による粒内破壊説をとなえており, また高木ら⁸⁾は低積層欠陥エネルギーの高 Mn-高 Si-γ 鋼で {111} 面の交点に集積した転位により, (111)γ に形成した板状 ε 相の交点でのへき開破壊の起点発生など, 面心立方格子をもつ材料の擬へき開破壊が報告されている。

本研究でとりあげた 18-18 鋼は低い積層欠陥エネルギーのため, 変形を受けると転位はプラナ状の変形組織となり, 交差すべりが困難となる。その結果, 高木ら⁸⁾が高 Mn-高 Si-γ 鋼で述べたと同様に本鋼種でも交差すべりまたは ε 相交点で集積した転位による応力集中により, へき開破壊の起点を形成するものと考えられる。本鋼種は低温ではさらに積層欠陥エネルギーが低くなるため⁹⁾, 粒内擬へき開破壊が顕著に発生し, 低温における靱性の遷移挙動があらわれるものと考えられる。このようにして下棚部の低い靱性を示した衝撃試験片破面には面心立方格子を持つオーステナイト鋼にもかかわら

ず、擬へき開破面が観察され、これが靱性を低下させたものと推察できた。さきに考察したように、この擬へき開破面の発生機構と密接な関係のある基地の積層欠陥エネルギーは組成する化学成分によって変動する。 γ 鋼の積層欠陥エネルギーを下げる Mn や窒素の添加量の増加によって転位が拡張して交差すべりが抑制され、よりプラナ状の転位配列となり、また、転位が増殖されず積層欠陥が形成されやすい¹⁰⁾¹¹⁾ため低温でより顕著な靱性遷移挙動を示すものと考えられる。

以上の結果、靱性値に大きく影響を与える F 破面は変形組織によって影響され、変形組織は積層欠陥エネルギーによって変化する。したがって、F 破面の発生は化学成分および塑性変形温度と変形量および歪速度等に影響を受けると考えられる。

6. 結 言

耐応力腐食割れ性に優れ、強度と靱性の優れた 18-18 鋼は発電機用リテーニングリング材に広く用いられており、さらに極低温でも安定した非磁性を示すことから極低温構造材料として期待されている。18-18 鋼は窒素による固溶強化と高い加工硬化係数により高強度が得られるが、低温における靱性の低下が問題となる。そこで、高窒素添加により強化した 18-18 鋼の極低温における強度と靱性について、化学成分の影響および加工予歪、特に加工温度や加工量の影響などを調査し、あらかじめ導入された変形組織における亀裂伝播特性に注目して低温での衝撃靱性の遷移挙動を検討した。

(1) 18-18 鋼は窒素量を 0.548 から 0.840% に増加すると、延性や靱性の変化は少ないが、耐力および引張強さは増加し、効果的に強化することができる。

(2) 本鋼種は室温以下で靱性の遷移挙動が認められ、窒素量が多い、あるいは Ni が少ないほどエネルギー遷移温度は高温側に移行する。

(3) 衝撃靱性の遷移挙動は低温では擬へき開破壊が、高温では延性破壊が生ずることにより発生する。擬へき開破壊は衝撃試験で亀裂先端部に形成される変形組織の交差すべりまたは ϵ 相の交点などにおける応力集中により発生するもので、積層欠陥エネルギーと密接な関係があるものと考えられる。

(4) 加工材では変形組織があらかじめ導入されているので、この変形組織の形態によって衝撃靱性は影響を受ける。すなわち、低温で、あるいは大きい塑性変形を受けた材料では、衝撃試験の亀裂は試験時に導入される組織とあらかじめ導入された組織のいずれからも影響を受け、衝撃靱性の遷移挙動が顕著に発生するものと考えられる。

従って、本鋼種の靱性改善には変形組織を調整するために積層欠陥エネルギーを調節することが肝要であると考えられる。

文 献

- 1) 種植隆浩, 池 乗河, 藤田康浩, 柴田浩司: 材料とプロセス, 2 (1989), p. 1899
- 2) 中野純一, 友田 陽: 材料とプロセス, 3 (1990), p. 1933
- 3) Yo Tomota and Satoshi Endo: ISIJ Int., 30 (1990), p. 656
- 4) K. Orita, Y. Ikeda, T. Iwadata and J. Ishizaka: ISIJ Int., 30 (1990), p. 587
- 5) 鈴木秀次: 転位論入門 (1967) [アグネ]
- 6) J. D. Defilippi, K. G. Brickner and E. M. Gilbert: Trans. of Metallurgical Society of AIME, 245 (1969), p. 2141
- 7) R. L. Tobler and D. Meyn: Metallurgical Transactions, 19A (1988), p. 1626
- 8) 高木節雄, 藤野隆也, 徳永洋一: 日本金属学会誌, 49 (1985), p. 939
- 9) L. Remy: Acta Metall., 25 (1977), p. 173
- 10) R. E. Schramm and R. P. Reed: Metall. Trans. A, 6 (1975), p. 1345
- 11) R. E. Stoltz and J. B. Vander Sande: Metall. Trans. A, 11 (1980), p. 1033