

オーステナイト系ステンレス鋼の 常温クリープ挙動と降伏強さの関係

天藤 雅之*・竹下 哲郎*・中澤 崇徳*

Relationship between Room Temperature Creep Behavior and Yield Strength in Austenitic Stainless Steels

Masayuki TENDO, Tetsurou TAKESHITA and Takanori NAKAZAWA

Synopsis : Room temperature creep behavior has been investigated for nitrogen-strengthened austenitic stainless steels (SUS304N2, SUS317J2), cold-rolled SUS304 and precipitation-hardened austenitic alloy (N280: 35%Ni-20%Cr-2%Ti-0.5%Al). The relationship between the creep behavior and the 0.2% proof stress (0.2% P.S.) is discussed. At a higher stress above 0.2% P.S., all specimens brought about creep strain decreasing strain rate with time. At a lower stress below 0.2% P.S., creep took place in nitrogen-strengthened steels and cold-rolled ones, but not in N280 alloy. The creep strain depends strongly on the normalized stress (applied stress/0.2% P.S.). Increasing the 0.2% P.S. by any strengthening methods raises the stress at which creep strain can be observed. The creep strain can not be determined only by the normalized stress, and affected by the characteristics of the strengthening methods. Comparing the creep strain at the same normalized stress, the creep strain decreases as a following order: nitrogen-strengthened steels, cold-rolled SUS304 and precipitation-hardened alloy.

The strain rate dependence of 0.2% P.S. decreases in the same order, It is concluded, therefore, that the less strain rate dependence of 0.2% P.S. can lead to the less creep strain at the same normalized stress.

Key words : austenitic stainless steel; room temperature creep; 0.2% proof stress; nitrogen-strengthening; work-hardening; precipitation hardening.

1. 緒言

SUS304に代表されるオーステナイト系ステンレス鋼は常温においてクリープ変形し、時間とともに変形速度が減少する遷移型のクリープ曲線を描くことが知られている^{1)~5)}。一方、一般構造用炭素鋼SM400は、降伏点以上の応力を負荷したときに若干のクリープ変形が観察されるが、数時間以内に変形が認められなくなる。著者らは、先にその差が侵入型固溶原子の挙動の差、すなわち動的歪時効発生の有無に起因し、常温で動的歪時効が生じないオーステナイト系ステンレス鋼ではクリープ変形が長期間観察されることを報告した¹⁾。

オーステナイト系ステンレス鋼の常温クリープ変形は、負荷応力が耐力に近づくと顕著になることから耐力と密接な関係を有し、クリープ変形を抑制するためには素材耐力を上げることが有効であると考えられる。しかしながら、ステンレス鋼の耐力と常温でのクリープ変形量の関係を報告した文献は見あたらず、常温でのクリープ変形挙動が単に素材耐力だけで決まるものなのか、耐力を上昇させる強化方法の種類に影響されるのかは不明である。

素材耐力と常温クリープ変形挙動との関係を明確化する

ことは、ステンレス鋼を建築構造用等の強度部材として使用する際に重要である。また、常温でのクリープ変形は、バネのヘタリ現象あるいはボルト等の応力緩和現象とも密接に関係する⁶⁾。したがって、常温クリープ変形挙動と素材耐力の関係、および強化方法の種類の影響を明確化することは、それら用途への材料選定あるいは材料開発に重要な指針を与えるものと考えられる。

本研究では、①窒素による固溶強化、②冷間圧延による加工硬化、③微細析出物による析出強化の3種類の強化方法で耐力を上昇させたオーステナイト系ステンレス鋼あるいはオーステナイト系合金を使用し、それらの常温クリープ変形挙動を調べることにより、素材耐力との関係および強化方法の種類の影響を明らかにする。

2. 実験方法

Table 1 に供試鋼の化学成分を示す。表中のSUS304、SUS304N2およびSUS317J2は、工場で製造された厚さ16~35mmの厚板である。いずれも熱間圧延した後、1310Kで0.2h保持する溶体化熱処理を施した。また、加工硬化の影響を調べるために、溶体化熱処理した厚さ20mmのSUS304を室

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

	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	N	others
SUS304	0.054	0.61	0.87	0.037	0.010	9.23	18.86	0.026	
SUS304N2	0.053	0.78	0.97	0.028	0.001	8.04	18.68	0.171	Nb:0.11
SUS317J2	0.032	1.08	0.51	0.031	0.001	12.95	24.07	0.394	Mo:0.70
N280	0.007	0.32	0.79	0.013	<0.001	33.71	18.51	0.005	Ti:1.94 Al:0.52

Table 2. Mechanical properties of materials used at room temperature.

	Heat treatment condition	0.2%P.S. (MPa)	T.S. (MPa)	El. (%)
SUS304-S	S.T.(1310 K*0.2 h)	265	623	65
SUS304-C1	S.T. → 10%C.R.	488	761	47
SUS304-C2	S.T. → 20%C.R.	666	882	34
SUS304N2	S.T.(1310 K*0.2 h)	394	739	51
SUS317J2	S.T.(1310 K*0.2 h)	438	800	50
N280-S	S.T.(1370 K*1 h)	199	554	58
N280-A	S.T. → A.G.(1020 K*8 h)	648	1015	23

S.T.:Solution Heat Treatment, C.R.:Cold Rolling, A.G.:Aging Treatment, 0.2%P.S.:0.2% Proof Stress, T.S.:Tensile Stress, El.:Elongation

温で圧下率10%および20%冷間圧延した。N280は実験室の真空溶解炉で溶製されたオーステナイト系合金で、厚さ20mmまで熱間圧延した後、1370Kで1h保持する溶体化熱処理をおこなった。その後さらに、1020Kで8h保持する析出硬化熱処理を施した。この熱処理によって、オーステナイト母相に対して整合性を有するγ'相、Ni₃(Ti, Al)金属間化合物が微細析出し、本合金は著しく硬化する⁷⁾。これらの供試鋼から常温クリープ試験片および引張試験片を板厚中央から圧延方向に平行に採取した。引張試験には平行部直径7mm、評点間距離35mmの試験片を使用し、インストロン型引張試験機で0.2%耐力までは4×10⁻⁴s⁻¹、それ以降は4×10⁻³s⁻¹の歪速度で試験した。その結果をTable 2に示す。常温クリープ試験には平行部直径6mm、評点間距離30mmのツバ付き試験片を使用し、レバー式クリープ試験機で試験した。歪測定には精度1μmのリニアゲージを2個使用し、最大1000hまで試験した。クリープ試験中は室温を298±2Kに保った。

3. 実験結果

3.1 高窒素オーステナイト系ステンレス鋼の常温クリープ挙動

SUS304, SUS304N2およびSUS317J2に各々の0.2%耐力の1.0~1.1倍に相当する応力を負荷した場合のクリープ曲線をFig. 1に示す。SUS304は、(1)式で示す関係を満足するため、対数時間軸に対してクリープ歪が直線的に増加する。

$$\epsilon = \alpha \log t + \beta \dots \dots \dots (1)$$

ここで、εは初期歪を含めた全クリープ伸び(%), tは時間

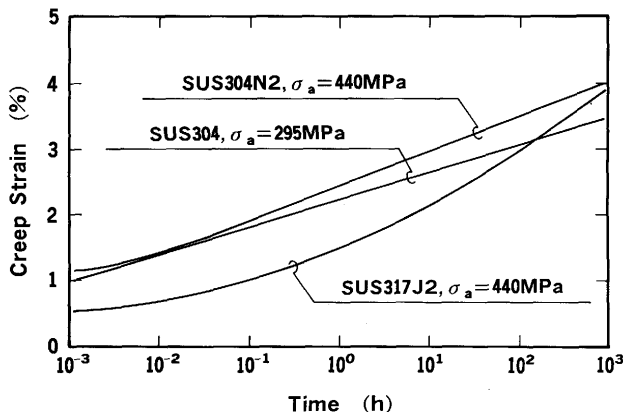


Fig. 1. Creep curves of nitrogen-strengthened steels (SUS304N2, SUS317J2) and SUS304 on semilogarithmic scale at a stress around 0.2% P.S..

(h)でt≠0, αおよびβは負荷応力に依存する定数である。一方、SUS304N2およびSUS317J2では、対数時間軸に対してクリープ歪の増加が凹型の曲線を描き、その傾向は窒素含有量の高いSUS317J2の方が顕著である。そのクリープ速度の経時変化をFig. 2に示す。いずれの鋼種も両対数軸で整理するとクリープ速度ε̇は直線的に減少し、(2)式の間係を満足する。

$$\dot{\epsilon} = A/t^n \dots \dots \dots (2)$$

ここで、Aは負荷応力に依存する定数である。SUS304は対数クリープ則を満足するため上記応力で指数n=1となるが、窒素含有量の高いSUS304N2およびSUS317J2では指数nが減少する傾向が見られる。この指数nの減少により、クリープ曲線は対数時間軸に対して凹型の曲線を描く。このことから、高窒素含有ステンレス鋼では、クリープ変形量は(3)式のように表す方が有効である。

$$\epsilon = \alpha' t^{1-n} + \beta' \dots \dots \dots (3)$$

ここで、α'およびβ'は負荷応力に依存する定数である。Fig. 3は、各々の鋼について負荷応力を変えてクリープ試験し、

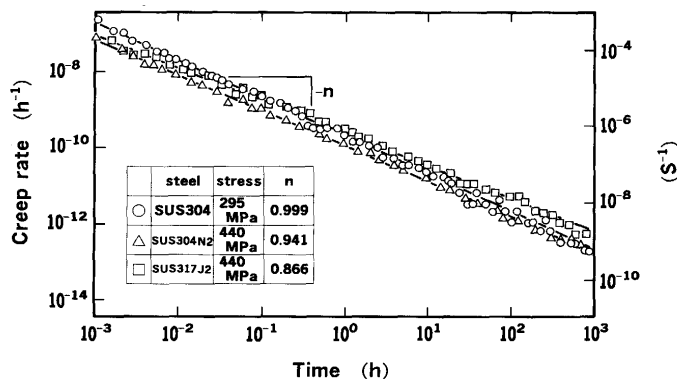


Fig. 2. Creep rate vs. time curves of SUS304, SUS304N2 and SUS317J2.

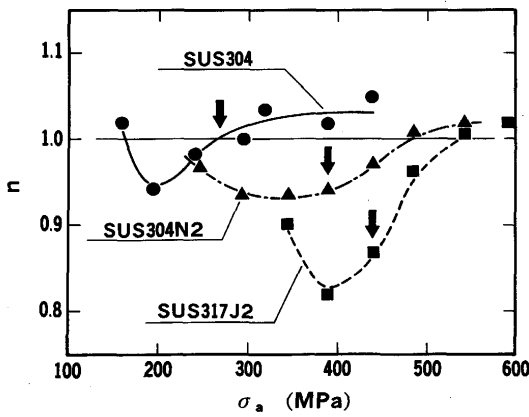


Fig. 3. Applied stress dependences of n values indicated in the equation (2).

指数 n の応力依存性を測定した結果である。いずれの鋼種も 0.2% 耐力 (図中矢印で示す) より若干低い応力で指数 n が減少する傾向が見られるが、窒素含有量の高い鋼種ほど n 値の減少が顕著になっている。ただし、いずれも負荷応力が 0.2% 耐力よりも高くなると、指数 n は 1 に近づいていく。以上のことから、窒素で固溶強化したオーステナイト系ステンレス鋼は指数 n に明確な応力依存性が見られ、0.2% 耐力付近の応力で n 値が 1 より小さくなり、(1) 式の関係を満たさない。

3・2 加工硬化の影響

溶体化熱処理したままの SUS304 と、10% および 20% 冷間圧延して加工硬化した SUS304 に、各々の 0.2% 耐力に相当する応力を負荷した場合のクリープ曲線を Fig. 4 に示す。いずれも対数時間軸に対してクリープ歪は直線的に増加しているが、その傾きは冷間圧延率の増加とともに小さくなっている。Fig. 5 にそのクリープ速度の経時変化を示す。クリープ速度は両対数軸で直線的に減少し、指数 n はいずれもほぼ 1 に等しい。また、負荷応力を変えたクリープ試験の結果からも指数 n に明確な応力依存性は認められなかった。したがって、加工硬化したオーステナイト系ステンレス鋼は、いずれの応力においても (1) 式で示す関係を満たすといえる。

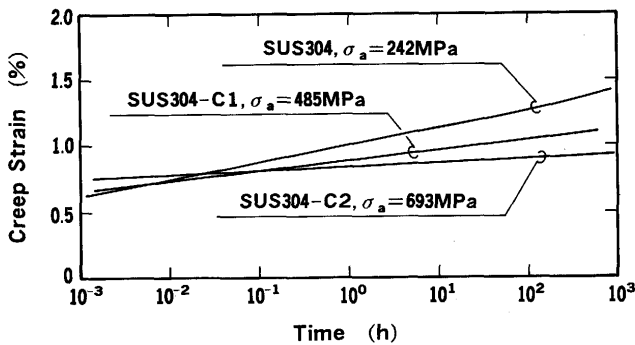


Fig. 4. Creep curves of cold-rolled SUS304 on semilogarithmic scale at a stress around 0.2% P.S..

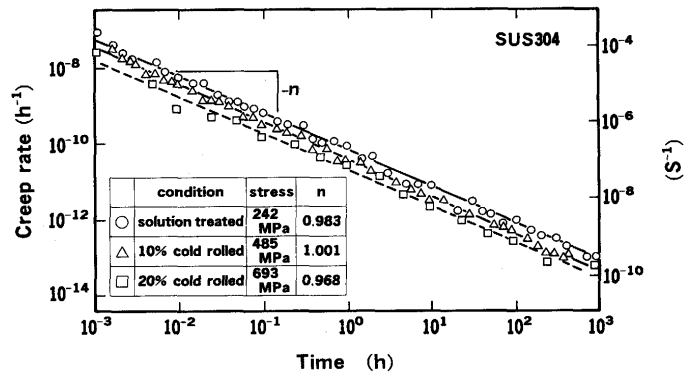


Fig. 5. Creep rate vs. time curves of cold-rolled SUS304.

3・3 析出強化合金の常温クリープ挙動

析出熱処理を施した N280 の常温クリープ曲線を Fig. 6 に示す。585 MPa 以下の応力ではクリープ変形が観察されなかったが、640 MPa 以上の応力ではクリープ変形が認められた。0.2% 耐力より十分に高い 740 MPa 以上の応力では、クリープ歪が対数時間軸に対して直線的に増加し、(1) 式を満足する。一方、0.2% 耐力に近い 640 MPa と 690 MPa の応力を負荷した場合、10h 以上の長時間側でクリープ歪は直線的に増加するが、それより短時間側では直線から外れ、その勾配が減少する傾向が見られた。したがって、本合金に 0.2% 耐力付近の応力を負荷した場合、そのクリープ歪を (1) 式で表すことはできない。

3・4 クリープ変形量の応力依存性と素材耐力との関係

Fig. 7 に各種強化方法にて 0.2% 耐力を上昇させた供試鋼の 1 ~ 1000h までのクリープ変形量と負荷応力の関係を示す。窒素添加による固溶強化 (図中 a)、冷間圧延による加工硬化 (図中 b)、 γ' 金属間化合物による析出強化 (図中 c) のいずれの強化手段においても耐力の上昇は、クリープ変形が観察される応力を高応力側にシフトさせ、クリープ変形抑

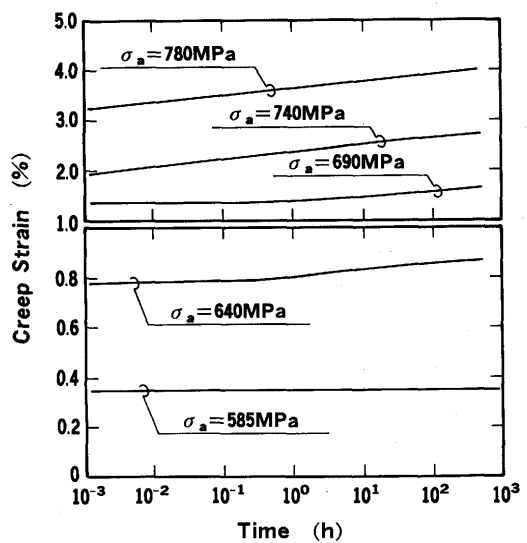


Fig. 6. Creep curves of precipitation-hardening alloy N280 at various stresses.

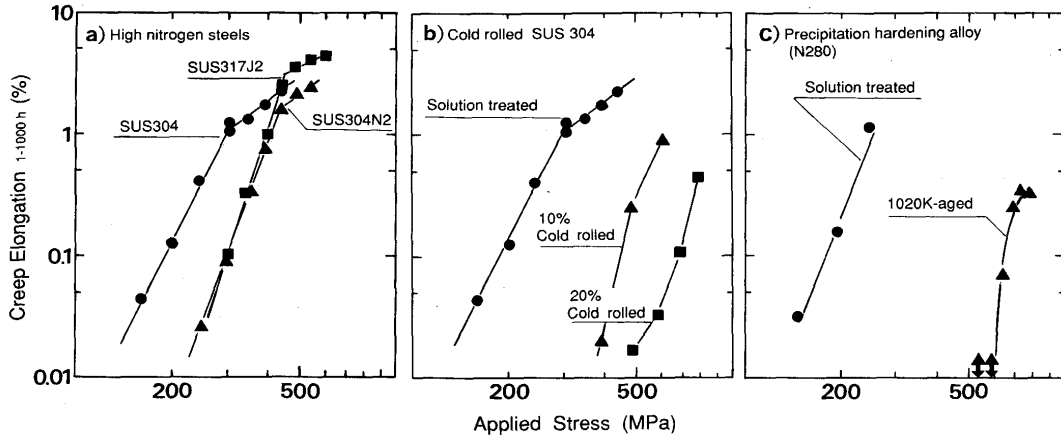


Fig. 7. Relationship between creep elongation from 1 hour to 1000 hours and applied stress at room temperature. (a)nitrogen-strengthened steels, (b)cold-rolled SUS304, and (c)precipitation-hardened alloy N280.

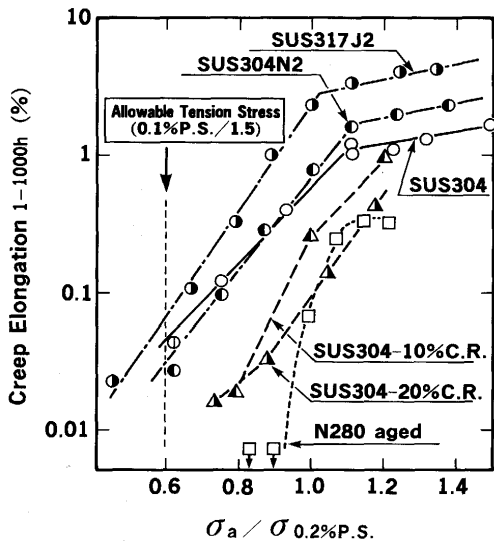


Fig. 8. Relationship between creep elongation from 1 hour to 1000 hours and applied stress normalized 0.2% P.S. at room temperature.

制に有効であることがわかる。そして、0.2%耐力の上昇が大きい加工硬化および析出強化でその効果は顕著である。

Fig. 8に各鋼の1~1000hまでのクリープ変形量を0.2%耐力で規格化した応力で整理した結果を示す。クリープ変形量が単に素材の0.2%耐力に依存するならば、その関係は鋼種によらず一定の関係が得られることになる。しかし、Fig. 9から明かなように、クリープ変形量と規格化応力の関係は鋼種によって変化する。同じ規格化応力で比較すると、窒素で固溶強化したオーステナイト系ステンレス鋼のクリープ変形量は大きくなる傾向を示す。一方、加工硬化したSUS304および析出強化合金N280のクリープ変形量はSUS304の溶体化処理材より低いレベルにある。また、固溶強化鋼および加工硬化鋼は0.2%耐力より低い応力でクリープ変形が認められるのに対して、析出強化したN280合金は0.2%耐力以上の応力を負荷しないとクリープ変形は認められない。このように常温でのクリープ変形挙動およびその

変形量の応力依存性は強化方法の種類に影響され、単純に素材の0.2%耐力だけで整理することができない。そして、上記3種類の強化方法の中では、0.2%耐力を上昇させる効果が大きく、さらに0.2%耐力以下の応力に対してクリープ変形抑制効果が大きいγ相による析出強化が、常温クリープ抑制に最も有効な強化方法といえる。ただし、現在の鋼構造設計規準で設けられている許容応力(建築構造用では0.1%耐力の1/1.5)では、いずれの鋼種もクリープ変形量は非常に小さい。

4. 考察

4.1 各種強化方法の常温クリープ挙動におよぼす効果

常温におけるステンレス鋼中の原子の拡散速度は著しく小さく、転位の上昇運動による熱的回復は無視でき、クリープ変形は転位のすべり運動でのみ進行する。また、CおよびNなどの侵入型固溶原子の拡散係数も小さく、炭素鋼で観察される侵入型元素による動的歪時効の影響もステンレス鋼では現れない。したがって、オーステナイト系ステンレス鋼の常温クリープは、非拡散機構に支配されていると考えられる。このようなクリープ変形は、低温クリープとして他の多くの面心立方金属で観察され、その機構に関する論文は多く発表されている⁸⁾。一般的に低温クリープでは、時間の経過とともに変形速度が低下する遷移型のクリープ曲線を描く。そのクリープ速度は経過時間に対して(2)式を満足しながら減少し、指数nは通常0 < n ≤ 1である。そして、T/T_m (T:クリープ試験温度, T_m:融点)が0.05~0.3の場合、多くの金属で指数nは1に等しくなり(1)式で表される対数クリープ則を満足する。今回の実験では窒素含有量の高い鋼種で指数nが1より小さくなる傾向が見られたが、その他はいずれもn値が1に等しくなり、対数クリープ則を満足した。この対数クリープ則は、熱活性化過程に支配される転位のすべり運動から導くことができ

る⁹⁾¹⁰⁾。

ところで、転位の運動に対する障害には、短範囲の応力場を形成する障害と長範囲の応力場を形成する障害がある。短範囲の応力場を形成する障害とは、溶質元素等による点状障害、他のすべり系の転位との交切等であり、転位が熱活性化過程を経て越えることのできる障害である。一方、転位配列から生じる応力場、あるいは周囲に整合歪を与える析出物は長範囲の応力場を形成し、熱活性化過程で越えにくい障害となる¹¹⁾。したがって、転位の熱活性運動に支配される低温クリープでは、同じ最大応力を生じる障害でも熱活性化過程では越えにくい長範囲応力場を生じる障害の方が、変形抑制により効果的であると考えられる。

Fig. 9にSUS304および各種強化鋼のクリープ試験後の転位組織を示す。いずれも0.2%耐力近傍の応力で試験したものである。窒素による固溶強化は転位の運動に対して点状の障害、すなわち転位に対して短範囲の応力場を与える。したがって、電子顕微鏡観察ではSUS304同様の応力負荷時に導入された転位がタングルした様子しか見られない。ただし、窒素添加により転位配列は、SUS304に比較しプラナ状となっている¹²⁾。窒素添加鋼のクリープ変形が対数クリープ則から外れ、同じ規格化応力においてクリープ変形量が大きくなるのは、この転位配列の変化が影響していると推定される¹³⁾。冷間圧延により加工硬化した試料では、電子顕微鏡で判別しにくいほど転位が高密度に導入されており、転位配列から生じる長範囲の応力場と転位間の短範囲相互作用が、転位の運動に対して大きな障害となっていると考えられる。析出強化合金N280では γ' 析出相と母相との整合性が良いために、析出物周辺に整合歪による島状のコントラストが観察される。そして図中矢印で示すように、転位が析出物周囲の格子歪によって細かく湾曲していることがわかる。このことから、 γ' 相による析出強化は、転位に対して電子顕微鏡で観察可能な領域まで長範囲に作用している

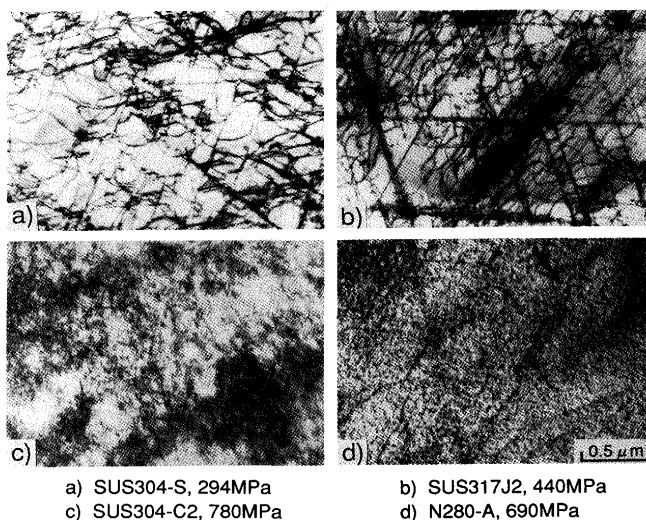


Fig. 9. Transmission electron micrographs of the specimens after creep tests.

ことがわかる。

以上のことから、上記3種類の強化機構の中では転位に対して長範囲に作用する γ' 相による析出強化が、常温でのクリープ変形抑制に最も効果的であると考えられる。ただし、負荷応力が素材の耐力以上になると、いずれの強化機構においても負荷直後の塑性変形による加工硬化の効果が付加される。固溶強化鋼では、クリープ変形量の応力依存性で0.2%耐力付近に屈曲点が現れ、それ以上の応力で傾きが減少する。これは、加工硬化による変形抑制効果が現れたものと考えられる。また、析出強化鋼においても耐力以上の応力では加工硬化の効果が付加され、応力負荷時に導入された転位間の相互作用がクリープ変形抑制に寄与する。ただし、転位間の相互作用には上述のように短範囲に作用する障害が含まれるため、転位の熱活性運動を完全に抑制することができず、クリープ変形が認められると考えられる。

4.2 常温クリープ挙動と0.2%耐力との関係

各種強化手段による素材耐力の上昇はクリープ変形を抑制するが、クリープ変形量を規格化応力だけで整理できないことが明らかになった。これは、クリープ変形中と引張試験中とで各種障害の効果が異なるため、両者の変形速度の差に起因していると推定される。転位に対して短範囲に作用する障害では、転位は熱活性運動によりその障害を乗り越えることが可能で、変形応力に歪速度依存性あるいは温度依存性が現れる。このことは、変形速度が変化すれば転位の運動に対する抑制効果も変わることを意味する。一方、長範囲に作用する障害では、そのような依存性は現れず、変形速度を変化させてもその効果は変化しない。すなわち、各種強化機構での障害が転位に対して長範囲に作用するか、あるいは短範囲に作用するかによって歪速度の影響が異なる。

常温でのクリープ変形量と0.2%耐力の歪速度依存性について考察する。一般的に変形応力の歪速度依存性は(4)式のように表すことができる。

$$\sigma_{e,T} = C\dot{\epsilon}^m \quad \dots\dots\dots (4)$$

ここで、 $\sigma_{e,T}$ はある歪量と温度での変形応力、 m は歪速度感受性を示す指数、 C は定数である。室温での m の値は小さいため、一般的には引張試験中に歪速度を急変させる方法から求めることが多い¹⁴⁾。この方法では、ある歪量で歪速度を $\dot{\epsilon}_1$ から $\dot{\epsilon}_2$ に急変させ、そのときの変形応力の変化から(5)式を使って指数 m を求めることができる。

$$m = \log(\sigma_2/\sigma_1) / \log(\dot{\epsilon}_2/\dot{\epsilon}_1) \quad \dots\dots\dots (5)$$

σ_1 は急変前の変形応力、 σ_2 は急変後の変形応力である。上記方法で求めた m 値と規格化応力0.9でのクリープ変形量を比較した結果をTable 3に示す。歪が1%に達したところで歪速度を $2 \times 10^{-5} \text{s}^{-1}$ から $2 \times 10^{-3} \text{s}^{-1}$ に急変させて m 値を求めた。同じ規格化応力でクリープ変形量の大きい鋼種ほど

Table 3. Comparison between m values obtained from the strain-rate change method and creep elongation at a stress of 90% of the 0.2% P.S..

Steel	m	Creep Elongation(%) (1-1000h, $\sigma_a/\sigma_{0.2PS}=0.9$)
SUS317J2	0.0234	0.95
SUS304	0.0202	0.31
SUS304-20%C.R.	0.0094	0.04
N280-aged	0.0033	<0.01

指数 m が大きくなっていることがわかる。そして、0.2%耐力以下の応力でクリープ変形が観察されなかったN280合金の m 値は非常に小さい。以上の結果から、オーステナイト系ステンレス鋼の常温クリープ変形を抑制するためには、0.2%耐力の上昇が大きく、さらに耐力の歪速度依存性が小さい強化手段を用いることが有効であると言える。

5. 結論

窒素による固溶強化、冷間圧延による加工硬化、さらには γ' 相により析出強化したオーステナイト系ステンレス鋼あるいはオーステナイト系合金の常温クリープ変形挙動を調べ、素材の0.2%耐力との関係を考察した結果、以下の知見が得られた。

1) いずれのオーステナイト系ステンレス鋼も0.2%耐力以上の負荷応力ではクリープ変形が認められた。0.2%耐力以下の応力では固溶強化鋼、加工硬化鋼でクリープ変形が観察されたが、析出強化合金N280ではクリープ変形が認められなかった。

2) 固溶強化、加工硬化、析出強化のいずれの強化手段によっても素材耐力の上昇は、クリープ変形が認められる応

力を高応力側へシフトさせる。0.2%耐力の上昇が大きい加工硬化、析出強化でその効果は大きい。

3) クリープ変形量と規格化応力(負荷応力/0.2%耐力)の関係は素材の強化手段の種類に影響され、常温でのクリープ変形は単に素材耐力だけでは整理できない。同じ規格化応力で比較すると、固溶強化鋼、加工硬化鋼、析出強化鋼の順にクリープ変形量が小さくなる。

4) 0.2%耐力の歪速度依存性も同様に固溶強化鋼、加工硬化鋼、析出強化鋼の順に小さくなる。このことから、同じ耐力を有するステンレス鋼では、耐力の歪速度依存性が小さい鋼種の方がクリープ変形量は小さくなると考えられる。

文 献

- 1) 天藤雅之, 竹下哲郎, 中澤崇徳, 木村英隆, 安保秀雄: 鉄と鋼, **79** (1993), p.98
- 2) 寺井庄治: 材料試験, **8** (1959), p.32
- 3) W.schmidt and A.Steinen: Materialprüfung, **14** (1972), p.183
- 4) A.M.Normine, D.Dubois, D.Miannay, P.Balladon and J.Heritier: Low-cycle Fatigue and Life Prediction, STP770, (1980), p.45
- 5) R.Sandstrom and H.Bergqvist: Scand.J.Metall., **6** (1977), p.156
- 6) I.Finnie, W.R.Heller 著, 鈴木房幸訳: 工業材料のクリープ, (1965), p.158[丸善]
- 7) 中澤崇徳, 鈴木 亨, 木村英隆, 坂本 徹, 塚野保嗣, 山内 勇: 製鉄研究, (1988)329, p.28
- 8) F.Garofalo 著, 足立正雄訳: 金属クリープの基礎, (1968), p.10[丸善]
- 9) A.H.Cottrell: Dislocation and Plastic Flow in Crystals, (1953), p.195 [Oxford at the Clarendon Press]
- 10) J.Weertman and J.R.Weertman: Physical Metallurgy; third, ed. by R.W.Cahn and P.Haasen, (1983), p.1317
- 11) 角野浩二: 結晶の塑性 (日本金属学会編), (1977), p.425[丸善]
- 12) R.P.Swann: Corrosion, **19** (1963), p.102
- 13) 天藤雅之, 竹下哲郎, 中澤崇徳, 安保秀雄: 材料とプロセス, **3** (1990), p.1960
- 14) W.J.McGregor Tegart 著, 高村仁一, 三浦 精, 岸 洋子訳: 金属の力学的性質, (1975), p.33