論文

鉄と鋼 Vol. 81 (1995) No. 8

10Cr-30Mnオーステナイト鋼のクリープ挙動に及ぼす冷間圧延の効果

馬場 栄次*・金丸 修*・阿部 冨士雄*・八木 晃一*

Effect of Cold-rolling on Creep Behavior of a 10Cr-30Mn Austenitic Steel

Eiji BABA, *Osamu* KANEMARU, *Fujio* ABE and *Koichi* YAGI

Synopsis : The effect of cold-rolling on creep deformation has been investigated for 10Cr-30Mn austenitic steels containing 0.003, 0.11 and 0.55 mass% carbon. After 20% cold-rolling at room temperature, the specimens were subjected to creep test at 873K for up to about 10000h. The test results were compared with those of solution-annealed specimens. The cold-rolling caused a decrease in minimum creep rate $\dot{\varepsilon}_{min}$ and an increase in time to rupture t_r at high stresses and short times. At low stresses and long times, however, the effect of cold-rolling on the $\dot{\varepsilon}_{min}$ and t_r depended on carbon concentration and test duration. The t_r of the specimens was described by $t_r=1.45/(\dot{\varepsilon}_{min}\cdot\Omega_p)$, where Ω_p is the creep damage parameter given by $\Omega_p=d\ln\dot{\varepsilon}/d\varepsilon$. Both the $\dot{\varepsilon}_{min}$ and Ω_p are correlated with the microstructural evolution during creep, such as the precipitation of σ phase, $M_{23}C_6$ and the recrystallization of deformed grains produced by cold-rolling.

Key words : high-manganese austenitic steel ; creep, cold-rolling, $M_{23}C_6$ carbide, σ phase.

1. 緒言

NiやNを含まない高Mnオーステナイト鋼は核融合炉用低放射化材料の一つに挙げられているが，オーステナイト母相の安定性が低いため，高温機械的性質に及ぼす相安定性や組織変化の問題が重要な課題の一つになっている[1)2)]。特に，高Mn鋼の場合，冷間圧延を施すとオーステナイト相の不安定化が非常に助長されることが報告されている[3)~5)]。

オーステナイト鋼等の高温クリープ挙動に及ぼす冷間圧延の効果は古くから調べられて来た[6)~8)]。Grantら[6)]は，347ステンレス鋼についてクリープ変形中に再結晶が進行しない低温では冷間圧延すると破断時間が長くなるが，再結晶が進行する高温では逆に冷間圧延すると破断時間が短くなると考察している。しかし，破断時間に及ぼす冷間圧延の効果がクリープ変形挙動のどのようなパラメータと関係しているのかの検討はこれまでなされていない。

本研究では，比較的単純な組成の10Cr-30Mnオーステナイト鋼について，クリープ変形挙動に及ぼす冷間圧延の効果をオーステナイト相不安定化，炭化物析出，再結晶等の組織変化の観点ならびにクリープ変形速度の観点から明らかにすることを目的とした。これらの組織変化は炭素濃度に影響される[2)]ため，炭素濃度を大幅に変えた試料を用いて系統的に調べた。得られた結果を基に，破断時間に及ぼす冷間圧延の効果を最小クリープ速度およびPrager[9)]が最近提唱しているクリープ損傷パラメータΩ_pを用いて考察するとともに，Ω_pと組織変化の関係を考察した。

2. 実験方法

Table 1に用いた試料の化学組成を示す。10Cr-30Mn (mass%) を基本組成とし，炭素濃度を0.003から0.546 mass%まで4水準変えた。以下では，各試料を炭素濃度に応じて0.003C鋼，0.11C鋼，0.26C鋼，0.55C鋼と呼ぶ。各鋼とも，真空高周波溶解した17kgインゴットを1423Kで1d均質化処理して熱間加工により断面が15×15mmの棒材にし，溶体化処理した後室温で20%の冷間圧延を行った。溶体化処理は，0.003C鋼と0.11C鋼は1273Kで，0.26C鋼は1323Kで，0.55C鋼は1423Kで1h加熱し水中に焼き入れた。平均結晶粒径は各鋼とも約50μmであった。4鋼種のうち，0.26C鋼は溶体化材のみ試験した。試験片は，平行部直径6mm，平行部長さ30mmの丸棒型を用いた。クリープ試験は，シングル型のレバー式定荷重試験機を用いて，873Kで最長8300hまで行った。試験後，縦断面の組織を光学顕微鏡及び透過

Table 1. Chemical compositions of 10Cr-30Mn austenitic steels examined (mass%).

	C	Cr	Mn	Si	S	P	O	N
0.003C	0.003	10.09	28.40	0.46	0.010	<0.002	0.006	0.005
0.11C	0.110	9.81	29.94	0.49	0.009	<0.002	0.005	0.001
0.26C	0.263	9.86	30.09	0.48	0.009	<0.002	0.003	0.001
0.55C	0.546	9.92	30.77	0.46	0.010	<0.002	0.002	0.002

平成6年12月19日受付　平成7年5月26日受理 (Received on Dec. 19, 1994 ; Accepted on May 26, 1995)
* 金属材料技術研究所 (National Research Institute for Metals, 2-2-54 Nakameguro Meguro-ku Tokyo 153)

電子顕微鏡で観察した。

3. 実験結果

3・1 クリープ破断データ

Fig. 1に溶体化材および冷間圧延材の873Kにおけるクリープ破断データを示す。各鋼とも，高応力・短時間では冷間圧延材の方が破断時間が長い。低応力・長時間になるにつれ，0.003C鋼では冷間圧延材の方が逆に破断時間が短くなり，負荷応力69MPaでは溶体化材の約1/10であった。0.11C鋼では，冷間圧延材の破断強度の低下は少なく，約6000hで溶体化材と破断時間がほぼ等しくなった。0.55C鋼では，500h以上で冷間圧延材の方が破断時間がわずかながら短くなった。しかし，0.003C鋼にみられたような長時間側での破断強度の急激な低下はみられず，1万時間程度まで溶体化材と冷間圧延材でほぼ同一の破断時間を示した。本実験結果は，破断時間に及ぼす冷間圧延の効果は，応力，試験時間，そして炭素濃度に依存することを示している。また，ある時間を境にして長時間側で冷間圧延材の方が溶体化材よりも破断時間が短くなったが，同様の結果は緒言で述べたようにGrantら[6]が347ステンレス鋼について報告している。最近，Kurataら[8]はNi基超耐熱合金について同様の結果を報告している。

3・2 クリープ曲線およびクリープ速度

Fig. 2に0.003C鋼の873K, 98MPaにおけるクリープ曲線とクリープ速度曲線を示す。冷間圧延材は最小クリープ速度が溶体化材より小さいにもかかわらず，破断時間は短い。通常は最小クリープ速度が小さいほど破断時間は長くなることが知られている。本実験結果は破断時間が最小クリープ速度のみでは決まらず，それ以外の因子にも依存することを示唆している。

Fig. 3に最小クリープ速度の応力依存性を示す。指数則

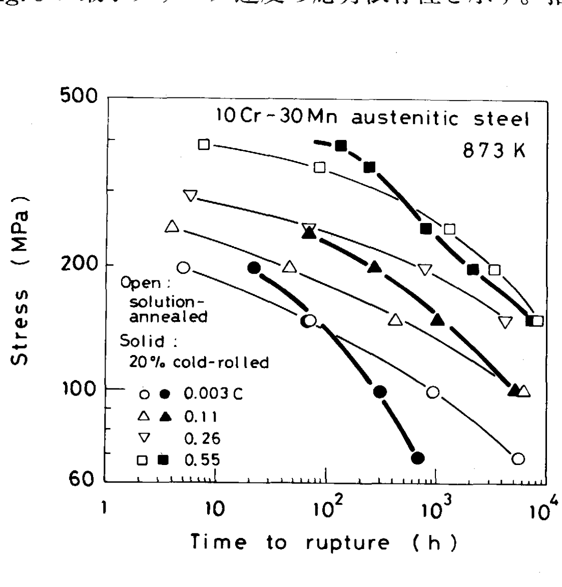

Fig. 1. Stress-time to rupture curves of the 10Cr-30Mn austenitic steels at 873K.

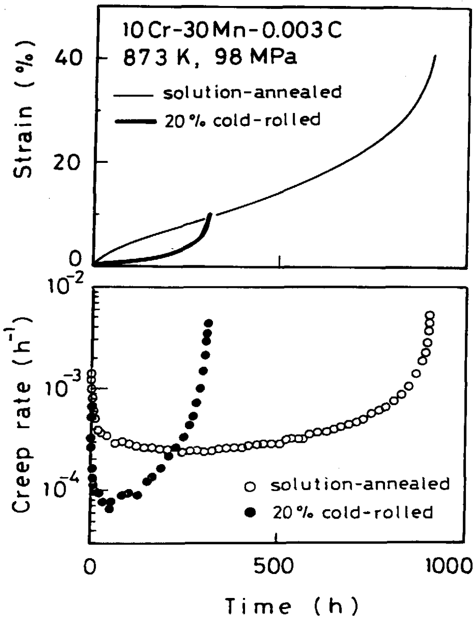

Fig. 2. Creep and creep rate curves of the 0.003C steel at 873K and 98 MPa.

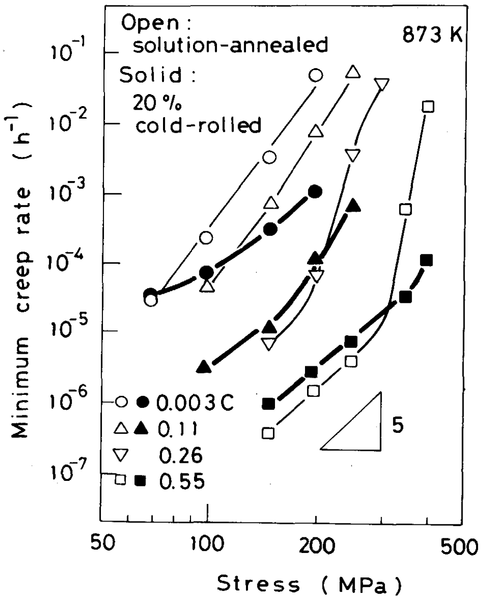

Fig. 3. Stress dependence of minimum creep rate of the steels at 873K.

$$\dot{\varepsilon}_{min} = \alpha\sigma^n \quad \cdots\cdots (1)$$

に沿って検討すると，溶体化材のうち0.003C鋼と0.11C鋼は高応力から低応力まで応力指数nが約6の一つの直線で表される。(1)式でαは係数である。炭素濃度の高い0.26C鋼と0.55C鋼は，高応力・短時間ではnが15以上の非常に大きい値であるが，低応力・長時間になると，0.003C鋼や0.11C鋼と同程度の約5となる。0.26C鋼と0.55C鋼のnが非常に大きい値から小さい値に遷移するのは，短時間側では$M_{23}C_6$の析出に伴って最小クリープ速度が非常に低下するが，析出が完了

した後は，炭化物がほとんど析出しない0.003C鋼や0.11C鋼と同程度のn値となるためと考えられている[10]。

一方，冷間圧延すると，0.003C鋼の場合，高応力・短時間側で最小クリープ速度が非常に低下するが，低応力・長時間になるにつれ溶体化材の値に戻り，69MPaでは両者でほぼ同一の値まで回復した。0.11C鋼の場合，冷間圧延によって低下した最小クリープ速度の回復は低応力でもわずかであった。0.55C鋼の場合，冷間圧延材では高応力から低応力にかけての応力指数nの大きな遷移は見られず，溶体化材の低応力側でのn値とほぼ同一で，しかも，最小クリープ速度の値そのものも約300MPa以下の応力域では溶体化材とほぼ同一であった。

Fig. 4に破断時間と最小クリープ速度の関係を示す。0.003C鋼と0.11C鋼の溶体化材では，Monkman-Grantの関係

$$tr = A/\dot{\varepsilon}_{min} \cdots\cdots (2)$$

が認められる。ここで，Aは比例係数で，両鋼ともA＝2.5×10^{-1}であった。冷間圧延すると，0.003C鋼ではAが2.2×10^{-2}と1桁小さくなったが，高応力から低応力まで直線関係が認められる。0.11C鋼では，溶体化材の直線よりも最小クリープ速度が小さい方向にシフトした後，低応力・長時間側で直線関係が認められる。0.11C鋼でも冷間圧延材のAは1.1×10^{-2}と溶体化材より約1桁小さい。0.55C鋼では，溶体化材と冷間圧延材は同一の線で表され，低応力・長時間側で直線関係が認められる。0.55C鋼のAは5.3×10^{-3}で，0.003C鋼や0.11C鋼に比べて非常に小さい。Fig. 2で，冷間圧延すると最小クリープ速度が低下するにもかかわらず破断時間が短くなる結果を述べたが，それは，比例係数Aが冷間圧延によって低下するためである。

3・3 クリープ中の組織変化

1000h以上クリープ試験した試料の電解抽出残渣のX線回折によると，0.003C鋼にはσ相のみが，0.11C鋼には$M_{23}C_6$の他に極くわずかのσ相が，0.26C鋼と0.55C鋼には$M_{23}C_6$のみが同定された。873K付近のFe-Cr-Mn 3元状態図[11]によると，Fe-10Cr-30Mn組成は（γ＋σ）2相領域にあるので炭素濃度が非常に低い0.003C鋼ではσ相が析出し得る。炭素濃度が高くなるとオーステナイト相が安定化されるため，σ相が析出しなくなる。Fig. 5に，0.003C鋼について最小クリープ速度に達した時点で試験を中断した試料の透過電顕組織を示す。溶体化材では，σ相が結晶粒界に析出したが，析出量は極くわずかであった。冷間圧延材では，クリープ中に再結晶が進行し，再結晶した粒内に多数のσ相が観察された。このようにσ相析出物が再結晶粒に偏在する組織を呈するのは，冷間圧延後時効[3]した場合と同様であった。σ相は再結晶粒と加工組織の界面で優先的に核生成-成長するため，再結晶界面の前進に伴って多数のσ相析出物が再結晶粒内にとり残される結果，偏在する組織を呈するものと推察されている[3]。Fig. 6に0.003C鋼のクリープ破断材の光学顕微鏡組織を示す。冷間圧延材では破断に至るまで再結晶がかなり進行するため，非常に多量のσ相が析出した。溶体化材では，σ相析出は破断材でも結晶粒界のみに限られていた。

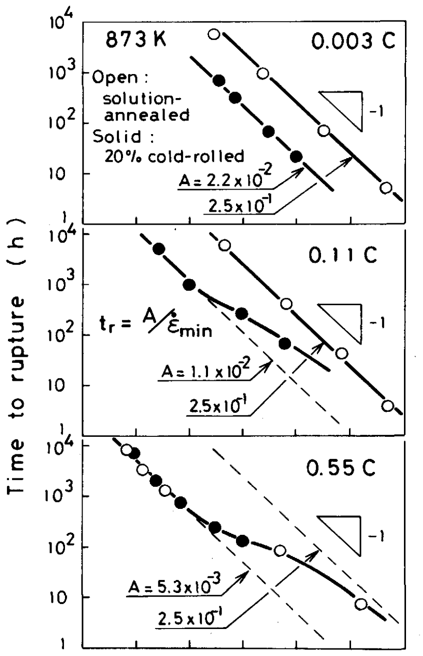

Fig. 4. Relationship between time to rupture and minimum creep rate of the steels at 873K.

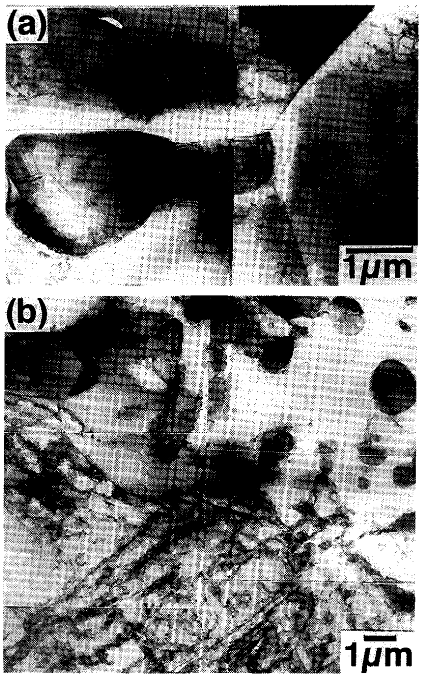

Fig. 5. TEM microstructures of the 0.003C steel after creep-interrupt testing at 873 K and 69 MPa.
(a) solution-annealed specimen, ti＝1400 h and (b) 20% cold-rolled specimen, ti＝170 h.
The creep test was interrupted at the time showing a minimum creep rate.
The precipitates were identified as σ phase.

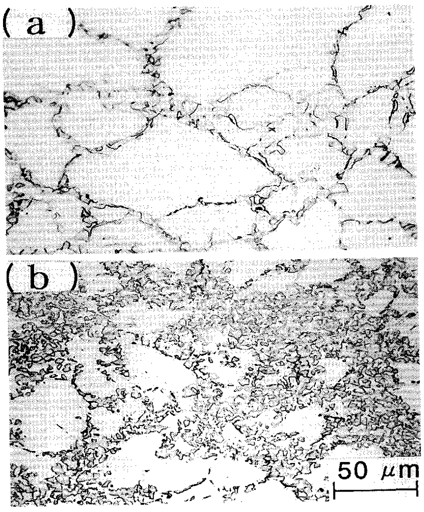

Fig. 6. Optical microstructures of the 0.003C steel after creep-rupture testing at 873 K and 69 MPa.
(a) solution-annealed specimen, tr=5457 h and (b) 20% cold-rolled specimen, tr=694 h.

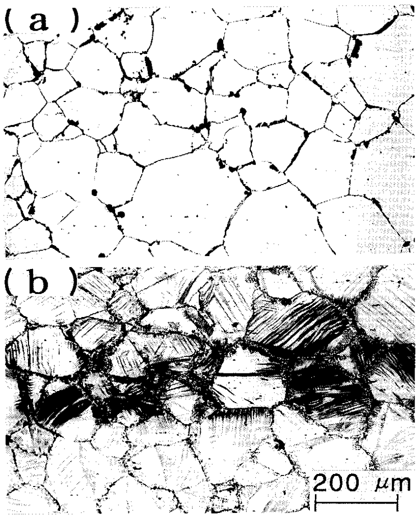

Fig. 7. Optical microstructures of the 0.55C steel after creep-rupture testing at 873 K and 147MPa.
(a) solution-annealed specimen, tr=8333 h and (b) 20% cold-rolled specimen, tr=7353 h.

0.55C鋼では，溶体化材，冷間圧延材とも数10～100nmの微細な$M_{23}C_6$が非常に高密度に母相あるいは変形帯上に析出することが透過電顕観察によって認められた。粒界には，Fig. 7に示すように$M_{23}C_6$の粗大な粒界反応型析出物が点在していた。このように，$M_{23}C_6$の粒界反応型析出物の分布は，溶体化材と冷間圧延材で同様であった。また，冷間圧延によって生じた変形帯は最長の7353hまで試験してもまだ残っており，クリープ中の再結晶は認められなかった。0.11C鋼においても，クリープ中の再結晶は認められなかった。873 Kでは，微細な$M_{23}C_6$の変形帯上析出によって加工組織が長時間まで安定化されている。

4. 考察

4・1 クリープ損傷パラメータΩ_p

Fig. 2は，最小クリープ速度が小さくても，その後のクリープ速度の加速が大きいと破断時間が短くなることを示唆している。ところで，クリープ速度は，最小クリープ速度に達した後は徐々に増大し，しかも直線関係はみられない。従って，クリープ速度-時間曲線の勾配から最小クリープ速度以降のクリープ速度の加速の度合いを一義的に見積もることは困難である。

次に，クリープ速度と歪みの関係を検討する。Fig. 8に0.003C鋼の結果を示す。溶体化材，冷間圧延材とも最小クリープ速度に達した直後はクリープ速度は歪みとともに直線的に増大している。従って，クリープ速度-歪み曲線を用いると，最小クリープ速度直後の直線の勾配から歪みによるクリープ速度の加速($\Delta\log\dot{\varepsilon}/\Delta\varepsilon$)を一義的に求めることができる。なお，$\Delta\log\dot{\varepsilon}/\Delta\varepsilon$は，Prager[9]が長時間クリープ寿命予測で用いているΩ_pパラメータ

$$\Omega_p = d\ln\dot{\varepsilon}/d\varepsilon \quad \cdots\cdots (3)$$

に相当する。彼は，Ω_pを歪みによるクリープ損傷を表すパラメータと呼んでいる。最近，PragerとMasuyama[12]は，Ω_pを用いて9Cr鋼やステンレス鋼のクリープ破断寿命評価を行っている。Fig. 9に，各鋼について求めたΩ_p($=d\ln\dot{\varepsilon}/d\varepsilon=2.303\Delta\log\dot{\varepsilon}/\Delta\varepsilon$)を応力に対して示す。溶体化材の$\Omega_p$は，0.003C鋼で約7，0.11C鋼で約5，応力レベルによらずほぼ一定であった。これらの値は，炭素鋼[7]の$\Omega_p=6$とほぼ等しく，クリープ歪みによる断面積減少に伴う応力増大によってクリープ速度が加速されることに相当している。0.003C鋼や0.11C鋼の場合，高歪みまでΩ_pは5～7であったので，最小クリープ速度に到達後かなりの歪みまで試験片が均一に変形している。0.26C鋼と0.55C鋼は，高応力ではΩ_pの値

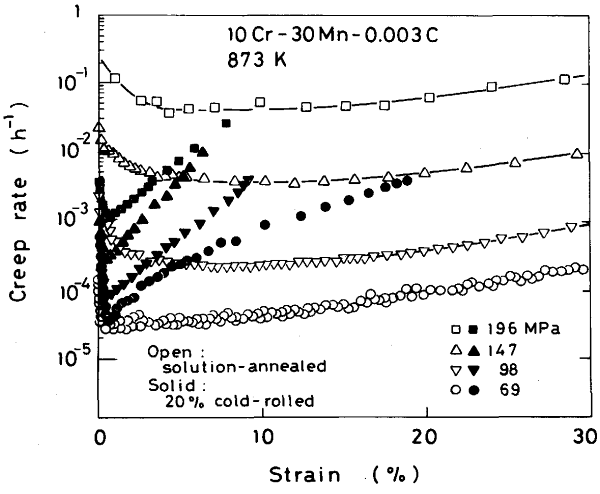

Fig. 8. Change in creep rate with strain of the 0.003C steel.

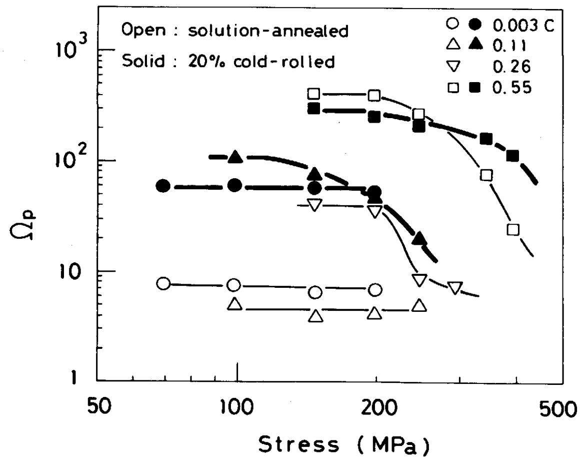

Fig. 9. Change in Ω_p with stress for all the steels tested at 873 K. The Ω_p is given by the eq. (3).

は小さく0.003C鋼や0.11C鋼と同程度であるが，低応力になるにつれΩ_pは増大し，約200MPa以下で一定となった。Ω_pが増大するのは，上述の均一変形による断面積減少の効果に加えてクリープ速度を加速させる因子があることを示している。これは，マトリックスが微細な$M_{23}C_6$によって析出強化され変形能が低下したり粒界に粗大な$M_{23}C_6$が析出することにより，粒界ボイドの発生，成長が促進されることによる粒界脆化に対応している。破面を観察したところ，Ω_pが大きいほど粒界破壊が顕著であった。小さいΩ_pを示した0.11C鋼は延性破壊であった。0.003C鋼は一部粒界破壊を呈したが，これはクリープ末期にσ相の粒界析出が顕著となるためである。最小クリープ速度付近ではσ相析出量はわずかであったので，Ω_pの値は0.11C鋼と同様に小さい。

一方，冷間圧延材のΩ_pは，0.003C鋼や0.11C鋼では溶体化材の約10倍になったが，0.55C鋼では同程度であった。0.11C鋼では，溶体化材は延性破壊であったが，冷間圧延材は粒界破壊を呈したことがΩ_pが増大した原因と思われる。粒界破壊は，冷間圧延による変形帯上に$M_{23}C_6$が析出しマトリックスの変形能が低下したためであろう。0.003C鋼では，冷間圧延すると最小クリープ速度付近でも多量のσ相が析出したことが粒界脆化を助長し，Ω_pが増大した原因と思われる。なお，0.003C鋼の低応力（69MPa）の場合，クリープ末期で勾配（$\Delta\log\dot{\varepsilon}/\Delta\varepsilon_p$）が小さくなったが，回復・再結晶による軟化効果が現れている可能性がある。0.55C鋼では，溶体化材も冷間圧延材も過剰な$M_{23}C_6$が析出し粒界破壊であったため，両者でΩ_pの値に大きな差が現れなかったものと思われる。

4・2 破断時間の支配因子および冷間圧延の効果

Ω_pの値が大きいほど，全伸びは小さくなる傾向を示した。Monkman-Grant式の比例係数Aは全伸びと相関があることが知られているので，Ω_pは比例係数Aとも相関があることが予想される。ちなみに，Fig. 9でΩ_pの値が一定となる応力域は，Fig. 4で破断時間と最小クリープ速度の間に直線関係，すなわち，Monkman-Grantの関係が認められる領域と一致している。そこで，比例係数AとFig. 9でΩ_pが一定となる低応力域でのΩ_pとの関係をFig.10に示す。AとΩ_pの関係は，溶体化あるいは冷間圧延といった熱処理の違いや炭素濃度の違いによらず，

$$A=1.45/\Omega_p \quad \cdots\cdots(4)$$

で表される。従って，(2), (4)式より

$$tr=1.45/(\dot{\varepsilon}_{min}\cdot\Omega_p) \quad \cdots\cdots(5)$$

となり，破断時間は最小クリープ速度とΩ_pの積に逆比例することになる。Fig.11に破断時間trと$\dot{\varepsilon}_{min}\cdot\Omega_p$の関係を示す。Fig. 4で比例係数Aが合金間で最大約2桁異なっていたが，Fig.11のように$\dot{\varepsilon}_{min}\cdot\Omega_p$で整理すると本実験結果全てが一本の直線にのることがわかった。

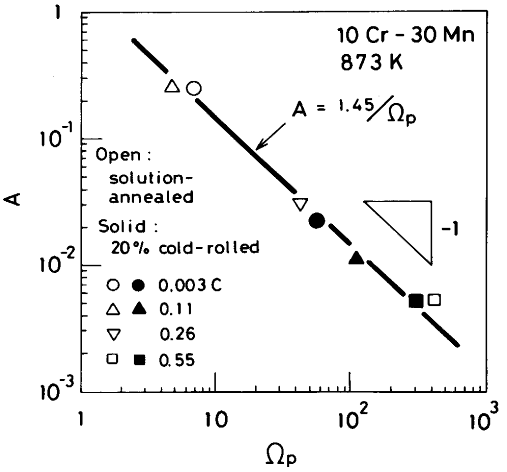

Fig. 10. Relationship between constant A and Ω_p for the steels at 873 K.
The A and Ω_p are given by the eqs. (2) and (3), respectively.

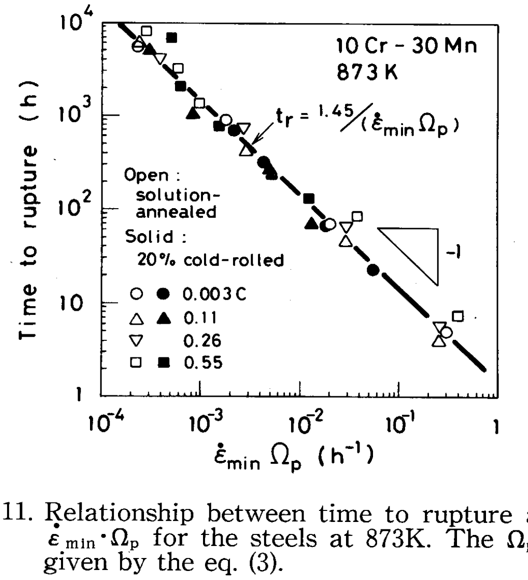

Fig. 11. Relationship between time to rupture and $\dot{\varepsilon}_{min}\cdot\Omega_p$ for the steels at 873K. The Ω_p is given by the eq. (3).

破断時間に及ぼす冷間圧延の効果は，組織変化を考慮すると次のように考えられる。各鋼とも短時間では冷間圧延材の方が破断時間が長かったが，これは冷間圧延によって導入された過剰の転位がクリープ変形抵抗として作用したためと思われる。Fig. 3 やFig. 4 に示したように，$\dot{\varepsilon}_{min}$は冷間圧延によって非常に低下した。低応力・長時間になると，0.003C鋼では冷間圧延材の方が破断時間が短くなったが，これは炭素濃度が低いため回復・再結晶が起こり易いこと及び多量のσ相が析出したことと関係している。回復・再結晶により$\dot{\varepsilon}_{min}$は溶体化材と同程度の値まで戻った上に，多量のσ相析出によってクラック進展を促進したものと思われる。0.11C鋼では，0.003C鋼に比べて$\dot{\varepsilon}_{min}$が溶体化材の値に戻るのが遅い上に多量のσ相が析出しないため，0.003C鋼のように冷間圧延材の破断時間が溶体化材より短くなるまでは至っていない。0.55C鋼の破断時間は，500h以上では溶体化材と冷間圧延材でほぼ同一であった。本鋼には多量の$M_{23}C_6$が粒内，粒界に析出し，粗大化した粒界反応型析出物の分布も溶体化材と冷間圧延材で同様であった。従って，$M_{23}C_6$の析出が十分進行する長時間では，クリープ変形抵抗や破断時間は，冷間圧延材でも主として$M_{23}C_6$析出物によって支配されていると思われる。

5. 結論

炭素濃度を0.003%から0.55%まで変えた10Cr-30Mnオーステナイト鋼の873Kにおけるクリープ変形挙動に及ぼす冷間圧延の効果を調べた結果，以下の結論を得た。

1)破断時間に及ぼす冷間圧延の効果は，応力，試験時間，炭素濃度に依存した。冷間圧延すると，高応力・短時間試験では各鋼とも破断時間は増大した。低応力・長時間になると，冷間圧延材と溶体化材で破断時間の差が小さくなり，0.003C鋼では逆に冷間圧延材の方が破断時間が短くなった。

2)破断時間は，最小クリープ速度$\dot{\varepsilon}_{min}$とクリープ損傷パラメータΩ_pの積に逆比例した[(5)式]。冷間圧延によって破断時間が増大したのは，$\dot{\varepsilon}_{min}$が低下する効果が大きく作用したためである。

3)0.003C鋼の破断時間は，低応力・長時間試験では冷間圧延材の方が短くなった。これは，炭素濃度が低いため回復・再結晶が起こりやすく$\dot{\varepsilon}_{min}$が溶体化材の値に戻る上に，再結晶に伴って多量のσ相が析出するため粒界クラックの進展を促進したためと思われる。

4)炭素濃度の高い0.55C鋼では，破断時間に冷間圧延の効果が顕著に現れなかった。これは，多量の$M_{23}C_6$が析出するため，冷間圧延材でもクリープ変形抵抗や破断時間が$M_{23}C_6$の析出に支配されたためと思われる。

文献

1) Y.Hosoi : ISIJ Int., **30** (1990), p.917
2) 阿部冨士雄，野田哲二，岡田雅年：日本金属学会報，**32** (1993), p.543
3) F.Abe, H.Araki and T.Noda : Mater. Sci. Technol., **4** (1988), p.885
4) R.L.Klueh and P.J.Maziasz : Mater. Sci. Eng., **102** (1988), p.115
5) 岡崎義光，宮原一哉，細井祐三，谷野 満，小松 肇：日本金属学会誌，**53** (1989), p.512
6) N.J.Grant, A.G.Bucklin and W.Rowland : Trans. ASM, **48** (1955), p.446
7) 美野和明，大友 暁，雑賀喜規：鉄と鋼，**63** (1977), p.2372
8) Y.Kurata, S.Hamada and H.Nakajima : Proc. 10th Int. Conf. on the Strength of Materials (ICSMA 10), ed. by H.Oikawa et al., (1994), p.677 [The Japan Institute of Metals]
9) M.Prager : Pressure Vessel and Piping (ASME), **288** (1994), p.401
10) F.Abe : Proc. 10th Int. Conf. on the Strength of Materials (ICSMA 10), ed. by H.Oikawa et al., (1994), p.627 [The Japan Institute of Metals]
11) Y.Murata, K.Koyama, Y.Matsumoto, M.Morinaga and N. Yukawa : ISIJ Int., **30** (1990), p.927
12) M.Prager and F.Masuyama : Proc. 10th Int. Conf. on the Strength of Materials (ICSMA 10), ed. by H. Oikawa et al., (1994), p.575 [The Japan Institute of Metals]
13) F.Abe, S.Nakazawa, H.Araki and T.Noda : Proc. Int. Conf. on Stainless Steels, ed. by K.Yokota et al., (1991), p.610 [The Iron and Steel Institute of Japan]