

凝固過程および凝固後の ステンレス鋼の引張強度の発現挙動

水上 英夫*・中島 敬治*・川本 正幸*・渡部 忠男*・梅田 高照*²

Tensile Strength of Stainless Steel during and after Solidification

Hideo MIZUKAMI, Keiji NAKAJIMA, Masayuki KAWAMOTO, Tadao WATANABE and Takateru UMEDA

Synopsis : Phase dependence of tensile strength of stainless steel samples during and after solidification has been investigated by a high temperature tensile test. The experimental technique enables the sample to melt and solidify without a crucible, and to measure a minute load in a solidification temperature range. The tensile strength of samples is depended on phase but not content of chromium and nickel.

Empirical equations of the tensile strength of δ phase and γ phase are established from experimental results.

$$\sigma_{\delta} = 0.013(T_s - T) + 1.7, \text{ MPa}$$

$$\sigma_{\gamma} = 0.061(T_s - T) + 8.0, \text{ MPa}$$

where T_s is solidus temperature and T is temperature.

The tensile strength of δ phase sample is smaller than that of γ phase, and temperature dependence of tensile strength of δ phase is smaller than that of γ phase. The tensile strength of two phase ($\delta + \gamma$) is estimated from next equation.

$$\sigma_{(\delta+\gamma)} = \sigma_{\delta} \cdot f_{\delta} + \sigma_{\gamma} \cdot f_{\gamma}, \text{ MPa}$$

where, f_{δ} and f_{γ} are the fractions of δ phase and γ phase, respectively.

18mass% \leq Cr \leq 25mass%, 4mass% \leq Ni \leq 25mass%, 1473K \leq T \leq 1850K

This estimated value is in good agreement with measured value.

Key words : tensile strength ; stainless steel ; solidification ; phase.

1. 緒言

ステンレス鋼スラブの表面品質を向上させるためには表面割れおよび凝固シエルの不均一変形を抑制することが重要である。これには鋳型内における初期凝固シエルの高温変形挙動を理解し鋳造条件を最適化する必要がある。炭素鋼の場合は、凝固過程における高温変形挙動に関する多くの研究¹⁻¹⁴⁾が行われており、初期凝固シエルの応力状態を特徴づける引張強度発現温度(ZST)、延性発現温度(ZDT)と固相率の関係が明らかにされて来た。

ステンレス鋼の凝固過程は組成に依存し、初晶 δ 相または γ 相単相で凝固が終了する場合、あるいは δ/γ 変態により相が変わる場合がある。初期凝固シエルに作用する応力状態を予測するには相の状態と高温変形挙動の関連を明らかにすることが重要と考えられるが、これまでの研究では明確にされていない。

そこで本研究では、申ら⁸⁾の開発したのと同様な微小荷重の測定が可能な高温引張試験装置を使用し、初晶 δ 相または

初晶 γ 相となるステンレス鋼の凝固過程における引張強度の測定を行った。これより引張強度の相依存性について検討するとともに、加算則¹⁵⁾に基づく引張強度の推算法を δ/γ 変態過程に適用しその妥当性を検討した。

2. 実験方法

2.1 供試材

本研究で使用した試験片の化学組成をTable 1に示す。試験片A1～A4はCr濃度を18mass%一定としNi濃度を4水準変え、試験片B1～B3はCr濃度を25mass%一定としてNi濃度を3水準変えて作製した。いずれの試験片も電解鉄および合金鉄を用いて真空溶解炉内で100Kg鋼塊を作製し、Arガス雰囲気中で1473K、2時間の熱処理を行った後、 ϕ 25mmの丸棒に鍛伸し、丸棒から削り出した。

2.2 高温引張試験装置

Fig. 1に高温引張試験装置の模式図を示す。荷重検出部は真空容器内に置かれ、 1×10^{-3} Paまで減圧後、Arガス置換

平成9年11月21日受付 平成10年1月23日受理 (Received on Nov. 21, 1997; Accepted on Jan. 23, 1998)

* 住友金属工業(株)総合技術研究所 (Corporate Research & Development Laboratories, Sumitomo Metal Industries, Ltd., 16-1 Oaza-Sunayama Hasakimachi Kashima-gun Ibaraki-ken 314-0255)

* 2 東京大学大学院工学系研究科 (Graduate School of Engineering, The University of Tokyo)

Table 1. Chemical composition of samples (mass%).

sample	Cr	Ni	Fe
A1	18.40	3.81	bal.
A2	18.14	7.62	bal.
A3	18.35	13.70	bal.
A4	18.13	25.55	bal.
B1	25.56	3.91	bal.
B2	25.48	15.00	bal.
B3	25.41	25.16	bal.

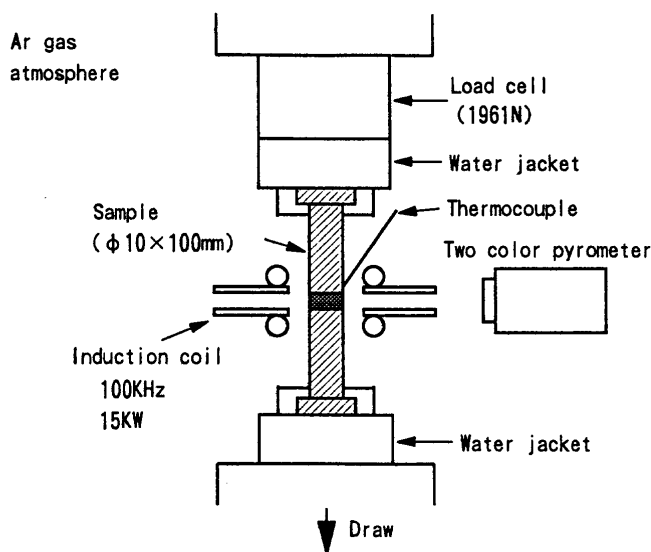


Fig. 1. Schematic view of experimental apparatus for testing tensile strength during and after solidification.

を行い大気圧とした。

引張試験装置は、高周波誘導コイル、ロード・セル、水冷ジャケットおよび2色光温度計で構成される。

試験片は直径10mm、長さ100mmである。試験片の上端部と下端部をフランジ形状とし、水冷ジャケットと一体構造をなす治具へ取り付け固定精度を高めるとともに、冷却面積を一定として試験片の上下方向における温度勾配を同一とした。試験片の中央部で幅5mmの領域を高周波誘導加熱に依り溶融させ、所定の条件で測定を行った。試験片の溶融部は表面張力で形状が維持される。溶融部の温度は、溶融部中央から5mm離れた位置の試験片表面に取り付けた熱電対による測温結果と、予め作製した試験片の溶融部温度との校正直線を用いて決めた。

本研究で使用した高周波誘導加熱コイルの特徴は、2枚の銅製円環を上下方向に5mm隔てて組み合わせたことにある。この円環に依り磁場を試験片に集中させることが可能で、溶融部の温度の均一性および形状の安定性を向上させることができる。円環の上部あるいは下部には冷却用の水冷銅パイプを取り付けた。

また、円環の間隙を通して試験片の溶融部を直接観察することが可能なため、溶融部温度の測定には2色光温度計も併用した。なお、高周波電源の出力は100kHz、15kWである。

荷重の測定には最小検出荷重0.8Nのロード・セルを使用し、その出力信号を時間分解能1 μ sのデータ・ロガーに記録した。

2.3 引張試験の制御条件

試験片の加熱条件は溶融部中央から5mm離れた試験片表面に取り付けた熱電対による温度を基に決めるため、この試験片表面の温度と溶融部の温度の校正を行った。溶融部温度は、試験片の中心に開けた ϕ 2mmの孔に熱電対を挿入し測定した。実験と同様な加熱条件で試験片の中央部を溶融させた後、所定の温度まで冷却しその温度で保持した。この時の試験片中心部の温度と制御点の温度を測定し校正直線を作製した。制御点の温度と試験片の溶融部中心の温度は実験温度範囲において直線関係にあり、溶融部温度は制御点温度より約90K高い温度を示した。

引張試験では試験片の温度の制御条件に従って試験片を加熱-溶融-凝固させた。まず、試験片の溶融部の温度を室温から(固相線温度 $T_s - 30$)Kまで昇温し30秒間保持した後、(液相線温度 $T_L + 30$)Kまで再び昇温し溶融状態で120秒間保持した。その後、冷却速度0.17Ks $^{-1}$ で冷却した。

試験片の溶融部の温度が T_s となった時点で荷重制御から変位制御に切り換えた。実験開始から試験片の溶融部の温度が T_s となるまで荷重制御を行い、試験片の熱膨張に依る影響を無くした。引張開始温度に達した時点で試験片を引張速度0.05mmms $^{-1}$ で最大2.5mm下方向に引張り荷重を測定した。

3. 結果および考察

初晶晶出相が δ 相あるいは γ 相であり凝固過程で δ/γ 変態を伴わない試験片、および凝固過程で δ/γ 変態を伴う試験片を用いて引張強度の測定を行った。次に、引張強度と晶出相、析出相の関連について整理し、引張強度の推算法について検討した。

引張強度の値は、申ら⁸⁾と同様に試験片の破断時の荷重を試験片の初期の断面積で割り求めた。

3.1 初晶 δ 相の引張強度の発現挙動

凝固過程における δ 相および γ 相の引張強度の発現挙動を把握するためには、晶出および析出する相を評価する必要がある。また、 δ 相と γ 相の引張強度を用いて加算則により($\delta + \gamma$)2相の引張強度を予測するには、2相領域中における δ 相と γ 相の割合を求める必要がある。そこで本研究では、熱力学的パラメータの計算¹⁶⁾を連成させた凝固過程における溶質再分配の汎用計算ソフト¹⁷⁾を用いて相の割合を算出した。

従来の溶質再分配に関する解析手法では、解析領域における拡散係数を既知として与えているが、ここで使用した計算ソフトでは熱力学的パラメータからこれを導出し、濃度および温度の変化に対応させている。本研究では、この計算ソフトの妥当性を直接評価していないが、これまでの報告¹⁷⁻²⁰⁾から妥当性は充分であると仮定した。

計算時の入力パラメータは液相の初期濃度、試料の冷却

速度、解析対象のサイズであり、他の値はデータ・ベース化されている。冷却速度は引張試験と同じ 0.17Ks^{-1} であり、解析サイズであるデンドライト1次アーム間隔は18Cr-8Ni鋼に関する実験式²¹⁾から $400\mu\text{m}$ であると仮定した。

試験片A1~A4, B1~B3の引張強度の測定結果をFig. 2 (a)~(g)にまとめて示す。

初晶晶出相が δ 相で、 δ 相単相凝固を行う試験片A1, B1

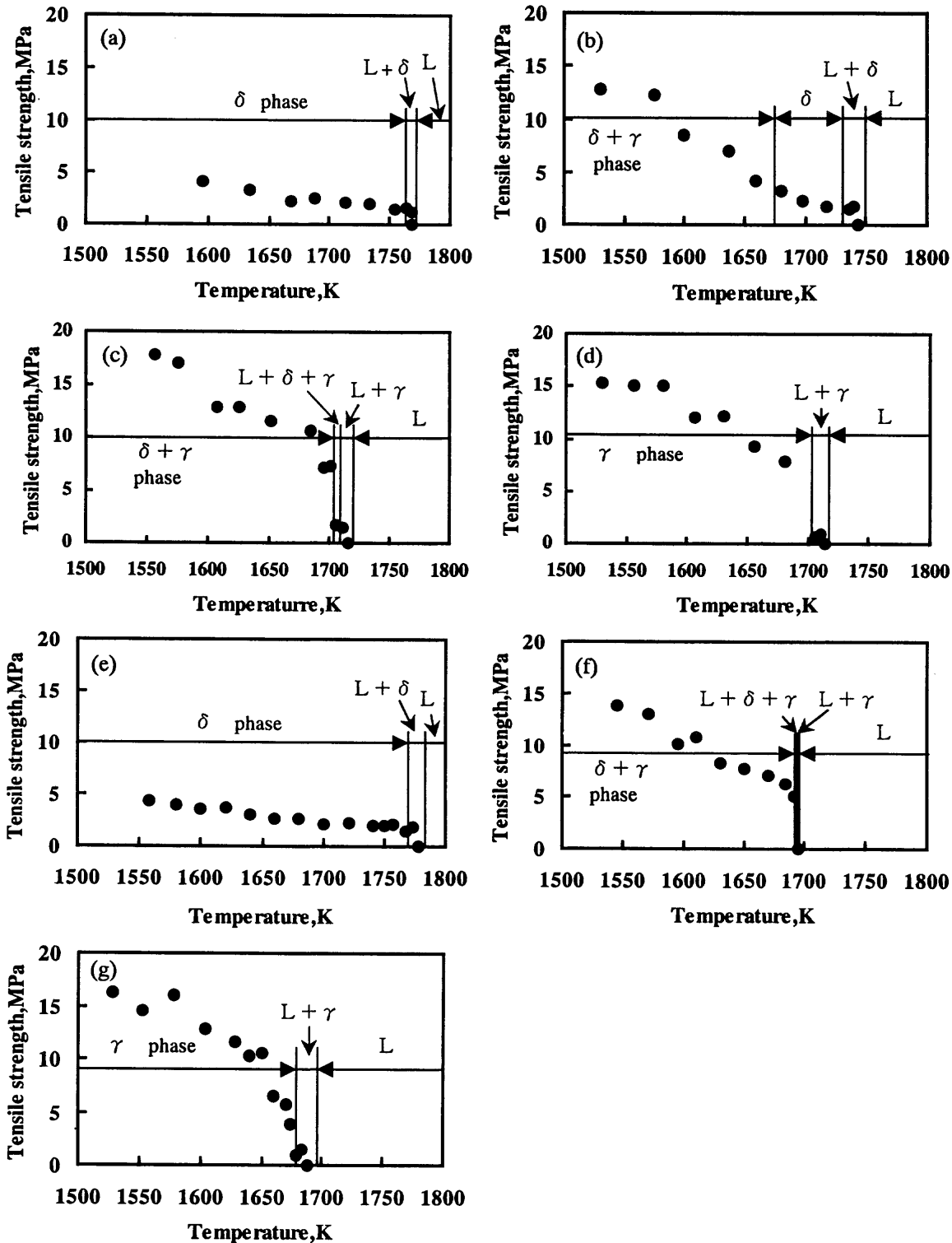


Fig. 2. Change in tensile strength of samples with temperature drop.
(a) sample A1, (b) A2, (c) A3, (d) A4, (e) B1, (f) B2 and (g) B3.

の引張強度と温度の関係をFig. 2 (a), (e)にそれぞれ示す。試験片A 1, B 1の組成はCr濃度が異なりNi濃度が同じである。

Fig. 2 (a)に示す試験片A 1の引張強度は、固液共存領域における1768Kで1.2MPaであり固相線温度直下の1764Kで1.6MPaである。温度が低下しても引張強度はさほど大きくならず、固相線温度より約170K低い温度においても4.1MPaである。

Fig. 2 (e)に示す試験片B 1の引張強度は、固相線温度直下で1.4MPaであり、固相線温度より約210K低い温度においても4.3MPaである。この傾向は試験片A 1の場合と同様である。

これらの結果から本実験条件の範囲内において、 δ 相の引張強度の温度依存性は小さいと考えられる。

3・2 初晶 γ 相の引張強度の発現挙動

初晶晶出相が γ 相で単相凝固する試験片A 4, B 3の引張強度と温度の関係をFig. 2 (d), (g)にそれぞれ示す。試験片A 4とB 3の組成はCr濃度が異なりNi濃度が同じである。

Fig. 2 (d)に示す試験片A 4の引張強度の測定結果を見ると、固相線直上において引張強度0.7MPaと小さいが、1672Kでは7.9MPaに増大する。さらに温度が低下するに連れて引張強度は直線的に増大する。

Fig. 2 (g)に示す試験片B 3の引張強度の発現挙動も試験片A 4の場合と同様である。固液共存領域における引張強度は小さいが固相線温度より低くなると引張強度は急激に増大し、その後、温度の低下に連れ引張強度は大きくなる。

ここで初晶晶出相が δ 相である試験片A 1, B 1の結果と比較すると、本実験の範囲では γ 相を晶出する試験片A 4, B 3の引張強度の方が大きく、また温度依存性も大きくなっている。

3・3 δ/γ 変態過程の引張強度の発現挙動

3・1, 3・2節で δ 相あるいは γ 相の単相領域における引張強度の発現挙動について検討し、その特徴を明らかにした。次に、初晶晶出相が δ 相あるいは γ 相であり冷却過程において δ/γ 変態を伴うステンレス鋼の引張強度を測定し、その発現挙動について検討した。

試験片A 2の引張強度と温度の関係をFig. 2 (b)に示す。試験片A 2の初晶は δ 相であり δ 相単相で凝固が完了し、その後の δ/γ 変態に依り $(\delta+\gamma)$ 2相が形成される。固液共存領域における温度1740Kで引張強度1.8MPaであり完全凝固後の1718Kにおいても1.9MPaである。 δ 相単相領域における引張強度の温度依存性は小さく、 δ/γ 変態開始直前の1680Kにおいても3.2MPaである。この δ 相領域における引張強度の挙動は、 δ 相単相で凝固が終了する試験片A 1, B 1の場合と同様である。さらに温度が低下し γ 相の割合が増加すると引張強度も大きくなり温度1574Kで12.8MPaとなる。

試験片A 3の引張強度の測定結果をFig. 2 (c)に示す。試験片A 3の組成の場合、初晶として γ 相が晶出し包晶反応に

より $(L+\delta+\gamma)$ 3相共存領域が形成される。凝固後には $(\delta+\gamma)$ 2相が形成される。 $(L+\delta+\gamma)$ 3相共存領域の温度1712Kで引張強度は1.4MPaであり、固相線温度直下の $(\delta+\gamma)$ 2相領域における温度1706Kで7.3MPaである。 γ 相の割合の増加とともに引張強度は増大し、 γ 相単相となる直前の1685Kで10.7MPaとなる。

試験片B 2の引張強度の測定結果をFig. 2 (f)に示す。この組成の場合、初晶 δ 相の晶出後に包晶反応が生じて $(L+\delta+\gamma)$ 3相共存領域が形成され、凝固完了後に $(\delta+\gamma)$ 2相となる。固相線温度直下の1691Kで引張強度は5.1MPaとなり、温度の低下とともに引張強度も増大する。

試験片A 2, A 3, B 2いずれの場合も δ/γ 変態を伴うが、 $(\delta+\gamma)$ 2相領域が出現する温度における引張強度が異なっている。これは初晶晶出相が異なるため、試験片A 2, B 2の晶出相が δ 相であるのに対して試験片A 3の場合は γ 相であるためと考えられる。初晶晶出相が異なる場合に δ/γ 変態が生じると $(\delta+\gamma)$ 2相内の δ 相と γ 相の割合が異なり、その結果引張強度も異なるものと考えられる。

3・4 相依存性を考慮した引張強度の推算法

引張強度の発現挙動が鋳型内初期凝固シェルに作用する応力状態を支配すると考えられることから、凝固シェルの変形を予測するには引張強度の発現挙動の特徴を明らかにすることが必要である。しかし、種々のステンレス鋼の引張強度をすべて測定することは困難であるため引張強度の予測を行うことが重要と考えられる。

これまでに凝固過程における引張強度の発現挙動が晶出相あるいは析出相に依存していることを実験的に示した。以下では、これらの実験結果を整理し加算則を用いて引張強度の推算式の導出を試みた。試験片A 2, A 3およびB 2の $(\delta+\gamma)$ 2相領域における引張強度の予測を行い、実験結果と比較することで予測式の妥当性を検討した。加算則によれば2相合金の引張強度は各相固有の引張強度とその相の割合の積の和で表すことができる。ただ、引張強度はCr量などの組成や結晶粒の大きさに依存するためこれらの影響も考慮する必要があるが、本報告ではFanら¹⁵⁾と同様に第一近似的に加算則を適用した。

Fig. 2の結果から求めた δ 相および γ 相の引張強度と温度差の回帰直線をFig. 3 (a), (b)にそれぞれ示す。ここでは結果を比較、整理するため、温度差を固相線温度からの差と定義した。

δ 相が存在する試験片A 1, B 1およびこれらの平均を表す回帰直線はほぼ一致していることから、本実験の範囲において組成の異なる δ 相の引張強度が温度差のみで表せることができると考えられる。また、試験片A 4, B 3における γ 相の結果を見ると δ 相の場合と同様に引張強度を温度差で整理することができると考えられる。本研究では以下に示す δ 相および γ 相に関する回帰式を用いて、引張強度の予測を行った。

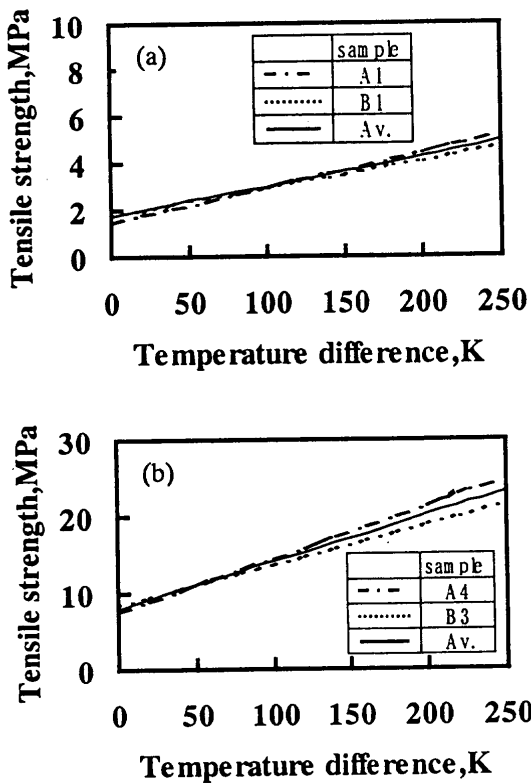


Fig. 3. Regression lines for tensile strength of samples.
(a) δ phase and (b) γ phase.

$$\sigma_{\delta} = 0.013(T_s - T) + 1.7 \quad R = 0.96$$

$$\sigma_{\gamma} = 0.061(T_s - T) + 8.0 \quad R = 0.92$$

$$18\text{mass}\% \leq \text{Cr} \leq 25\text{mass}\%, \quad 4\text{mass}\% \leq \text{Ni} \leq 25\text{mass}\%, \\ 1473\text{K} \leq T \leq 1850\text{K}$$

ただし、 σ_{δ} : δ 相の引張強度[MPa], σ_{γ} : γ 相の引張強度[MPa], T_s : 固相線温度[K], T : 温度[K], R : 相関係数を表す。

なお、松宮ら²²⁾は炭素鋼を用いた引張試験結果を基に、 δ 相および γ 相の引張強度と温度および歪み速度の関係を求めている。歪み速度が一定の場合、本実験結果と同様に引張強度が温度に比例していることを示している。

次に、熱力学的パラメータの計算を連成させた凝固過程における溶質再分配の汎用計算ソフトを用いて算出した試験片A2, A3, B2の相割合と温度の関係をFig. 4 (a), (b), (c)にそれぞれ示す。

Fig. 4 (a)の試験片A2の結果を見ると、液相線温度に達すると初晶として δ 相が晶出し、固相線温度以下でいったん δ 相単相となる。その後、 δ/γ 変態が開始し γ 相が析出し始め γ 相の割合が増加するに連れて δ 相の割合が減少する。

Fig. 4 (b)に試験片A3の相割合と温度の関係を示す。凝固過程において初晶として γ 相が晶出し、 γ 相の割合が0.85となった時点で δ 相が析出する。その後温度の低下とともに γ 相の割合が増加し逆に δ 相の割合は減少する。

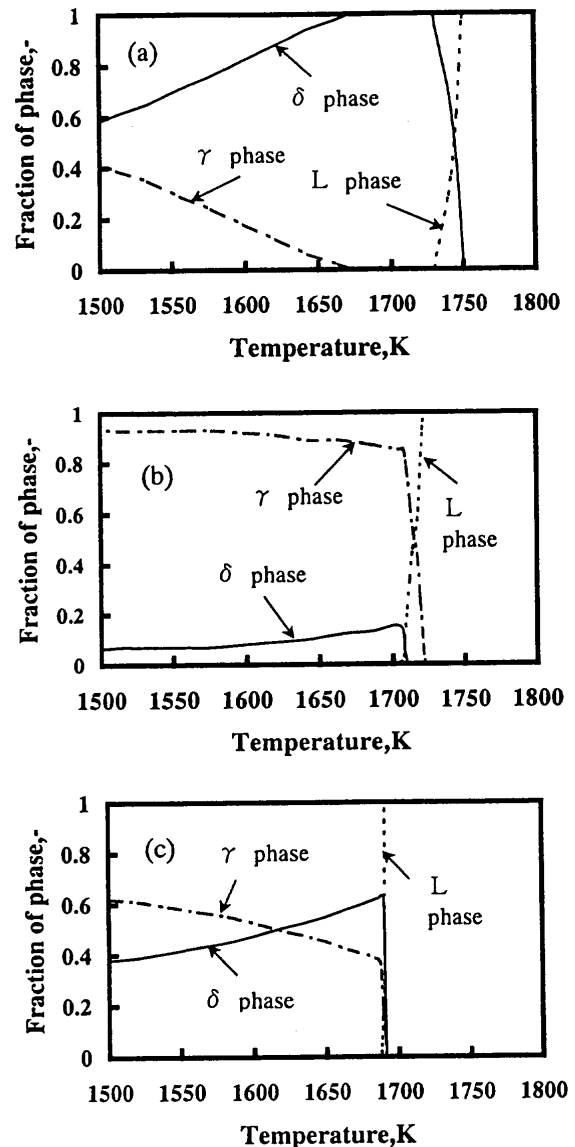


Fig. 4. Fraction of phases vs. temperature.
(a) sample A2, (b) A3 and (c) B2.

Fig. 4 (c)に試験片B2の相割合と温度の関係を示す。液相の割合が減少するに連れて δ 相の割合が増大する。温度が低下すると γ 相が析出し(L+ δ + γ) 3相共存領域を形成する。その後、液相が消失し(δ + γ) 2相となり凝固が完了する。温度の低下とともに δ 相の割合は減少し、逆に γ 相の割合は増加する。

試験片A2, A3およびB2の(δ + γ) 2相領域における引張強度の予測結果をFig. 5 (a), (b), (c)にそれぞれ示す。引張強度の推算は次式を用いて行った。

$$\sigma_{(\delta+\gamma)} = \sigma_{\delta} \cdot f_{\delta} + \sigma_{\gamma} \cdot f_{\gamma}$$

ただし、 $\sigma_{(\delta+\gamma)}$: (δ + γ) 2相の引張強度[MPa], σ_{δ} : δ 相の引張強度[MPa], σ_{γ} : γ 相の引張強度[MPa], f_{δ} : δ 相の割合[-], f_{γ} : γ 相の割合[-]である。なお、 σ_{δ} および σ_{γ} はFig. 3の結果を、 f_{δ} および f_{γ} はFig. 4の結果を用いた。

Fig. 5 (a), (b), (c)の結果を見ると、いずれの場合も引

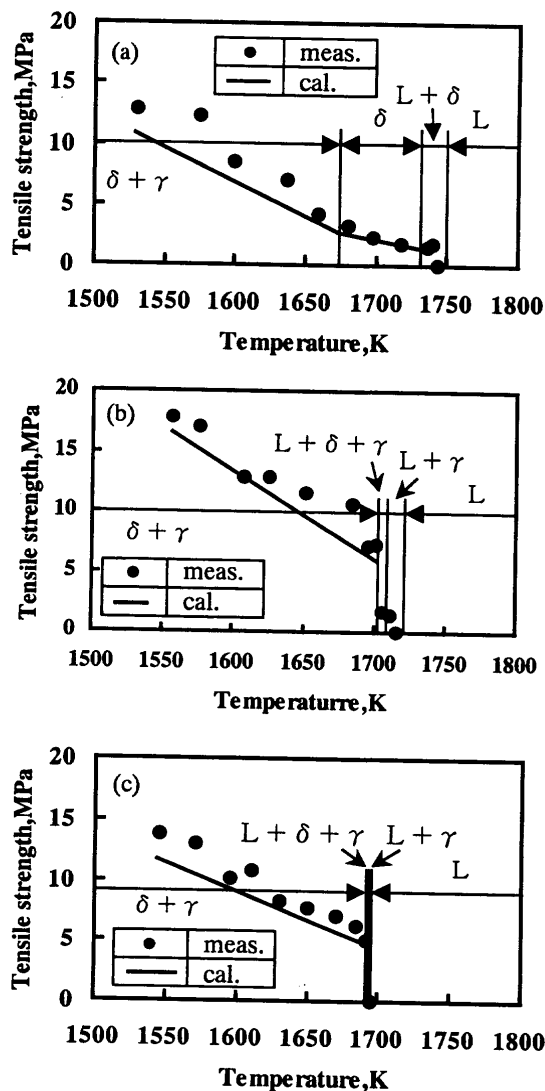


Fig. 5. Calculated results of tensile strength.
(a) sample A2, (b) A3 and (c) B2.

張強度の予測値は測定値とほぼ一致している。これより本実験の範囲において $(\delta+\gamma)$ 2相の引張強度を δ 相および γ 相の引張強度と相の割合で記述することが妥当であり、また、これを用いて引張強度の予測の可能性が示されたと考えられる。

4. 結言

本研究では高温引張試験装置を使用して、初晶晶出相および析出相の異なるステンレス鋼の引張強度を測定し、相との関連を検討した。また、加算則に基づいて $(\delta+\gamma)$ 2相領域の引張強度を予測しその妥当性について検討した。その結果、以下の結論を得た。

(1)凝固過程における δ 相および γ 相の引張強度は固相線温度を基準とした温度差の関数として表すことができる。

$$\sigma_{\delta} = 0.013(T_s - T) + 1.7 [\text{MPa}]$$

$$\sigma_{\delta} = 0.061(T_s - T) + 8.0 [\text{MPa}]$$

ただし、濃度範囲： $18\text{mass}\% \leq \text{Cr} \leq 25\text{mass}\%$, $4\text{mass}\% \leq \text{Ni} \leq 25\text{mass}\%$, 温度範囲： $1473\text{K} \leq T \leq 1850\text{K}$ 。

(2)凝固過程における $(\delta+\gamma)$ 2相領域における引張強度を加算則に基づいて予測することが可能と考えられる。すなわち、 δ 相および γ 相の引張強度と各相の割合で表すことができると考えられる。

$$\sigma_{(\delta+\gamma)} = \sigma_{\delta} \cdot f_{\delta} + \sigma_{\gamma} \cdot f_{\gamma} [\text{MPa}]$$

ただし、濃度範囲： $18\text{mass}\% \leq \text{Cr} \leq 25\text{mass}\%$, $4\text{mass}\% \leq \text{Ni} \leq 25\text{mass}\%$, 温度範囲： $1473\text{K} \leq T \leq 1850\text{K}$ 。

(3)初晶晶出相が δ 相の場合、固相線温度直下における引張強度は約2 MPaであり、温度が低下しても引張強度の増加の割合は小さい。

(4)初晶晶出相が γ 相の場合、固相線温度直下における引張強度は約8 MPaであり、初晶 δ 相の場合よりも大きい。また、温度低下に伴う引張強度の増加の割合も δ 相と比較して大きい。

文 献

- 1) W.T.Lankford Jr.: Metall.Trans., 3 (1972), 1331.
- 2) 藤井博務, 織田昌彦, 大橋徹郎, 川村浩一, 浅野鋼一: 鉄と鋼, 64 (1978), 2148.
- 3) 鈴木洋夫, 西村 哲, 山口重裕: 鉄と鋼, 65 (1979), 2038.
- 4) E.Schmidtman and L.Pleugel: Arch.Eisenhüttenwes., 51 (1980), 49.
- 5) E.Schmidtman and L.Pleugel: Arch.Eisenhüttenwes., 51 (1980), 55.
- 6) E.Schmidtman and F.Rakoski: Arch.Eisenhüttenwes., 51 (1983), 357.
- 7) E.Schmidtman and F.Rakoski: Arch.Eisenhüttenwes., 51 (1983), 363.
- 8) 申 健, 梶谷敏之, 鈴木俊夫, 梅田高照: 鉄と鋼, 78 (1992), 587.
- 9) H.Hiebler and M.Wolf: 材料とプロセス, 6 (1993), 1132.
- 10) 北条優武, 水地 功, 田中重典: 材料とプロセス, 6 (1993), 1134.
- 11) P.Deprez, J.P.Bricout and J.Oudin: Mater.Sci.Eng., A168 (1994), 17.
- 12) T.Revaux, P.Deprez, J.Bricout and J.Oudin: ISIJ Int., 34 (1994), 528.
- 13) 水上秀昭, 村上勝彦, 北川 融: 鉄と鋼, 81 (1995), 792.
- 14) T.Nakagawa, T.Umeda, J.Murata, Y.Kamimura and N.Niwa: ISIJ Int., 35 (1995), 723.
- 15) Z.Fan, P.Tsakiroopoulos, P.A.Smith and A.P.Miodownik: Philos.Mag.A, 67 (1993), 515.
- 16) B.Sundman, B.Jansson and J.O.Andersson: Calphad, 9 (1985), 153.
- 17) J.Agren: ISIJ Int., 32 (1992), 291.
- 18) B.Jonsson: ISIJ Int., 35 (1995), 1415.
- 19) Z.Liu, L.Hoglund, B.Jonsson and J.Agren: Metall.Trans.A, 22A (1991), 1745.
- 20) A.Engstrom, L.Hoglund and J.Agren: Metall.Trans.A, 25A (1994), 1127.
- 21) 水上英夫, 鈴木俊夫, 梅田高照: 鉄と鋼, 78 (1992), 1369.
- 22) 松宮 徹, 佐伯 毅, 田中 純, 有吉敏彦: 鉄と鋼, 68 (1982), 1782.