

# 316LN ステンレス鋼の機械的特性に及ぼす窒素(N)の影響

石尾 光太郎\*・中嶋 秀夫\*<sup>2</sup>

Effects of Nitrogen on the Mechanical Properties of 316LN Stainless Steels

Kotaro ISHIO and Hideo NAKAJIMA

**Synopsis :** Type 316LN stainless steel is one of the candidate structural materials for the low stress regions of the toroidal field coil for International Thermonuclear Experimental Reactor (ITER). It was confirmed that contribution of nitrogen to 0.2% yield strength of 316LN at 4K is more than that of carbon in a previous paper.<sup>8)</sup> However, it has never been investigated the tensile property of the 316LN, in which carbon content was controlled at low level and nitrogen content was varied. Therefore, it was systematically investigated the mechanical properties of the low carbon controlled 316LN, in which nitrogen content was varied in the wide range, at 4K, 77K, room temperature and high forging temperatures. In consequence, it was confirmed that the cryogenic elongation of the specimens included the high nitrogen content over 0.221 mass% was lower than an elongation- $(T-M_{d30})$  curve.  $T$  means tensile test temperature. In addition, the data of the reduction of area at 1373K were increased with increasing nitrogen content over 0.175 mass%. It was inferred that these behaviors were influenced by enhancement of dislocation density by super saturation of solution nitrogen.

**Key words:** 316LN stainless steel; 4K; ITER; superconducting magnet; mechanical properties.

## 1. はじめに

国際熱核融合実験炉 (ITER: International Thermonuclear Experimental Reactor) のトロイダル磁場 (TF) コイル容器のインボード側高応力部には、4K において 1000 MPa 以上の 0.2% 耐力および  $200 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$  以上の破壊靱性を満たす 12Cr-12Ni-10Mn-5Mo-0.2N 鋼 (JJ1 鋼)<sup>1-7)</sup> の使用が予定されている。一方、インボード側低応力部およびアウトボード側には 4K において 750 MPa 以上の 0.2% 耐力を満たす 316LN 鋼の使用が予定されている。ステンレス鋼鍛鋼品である SUS F 316LN 鋼の窒素 (N) 成分範囲は 0.10~0.16 mass%、熱間圧延板である SUS 316LN 鋼の N 成分範囲は 0.12~0.22 mass% であり、4K における強度および靱性は、その N 量の影響を顕著に受けるため、広範囲の N 量の違いによる 4K 機械的特性を把握することは、316LN 鋼を使用する上で非常に重要である。過去に SUS 316 鋼の炭素 (C)+窒素 (N) 量を変化させ、それらの 4K 引張挙動について調査した結果、0.2% 耐力に対する N の寄与は C のそれより大きいことが確認されている<sup>8,9)</sup>。しかしながら、C 量を 0.03 mass% 以下に低く抑え、N 量のみを変化させた 316LN ステンレス鋼の引張挙動についてはほとんど調査されていない。さらにコストの観点から、316LN 成分ベースで鍛鋼品の規格を越える高 N 側 (~0.23 mass%) も検討項目であるが、そのような鋼種の機械的特性については、報告例がほとんどないのが現状である。

そこで本研究では、広範囲にわたる N 量を有する 316LN ステンレス鋼の基礎データを得ることを目的として、C 量を低く抑え、N 量のみを変化させた 316LN ステンレス鋼の極低温から室温までの機械的特性に及ぼす N の影響を調査した。

また、製造性を検討する上で、鍛錬温度域 (1073~1473K) といった高温における機械的特性を把握することも重要である。そこで鍛錬温度域での基礎データを得ることを目的として、C 量を低く抑え、N 量のみを変化させた 316LN ステンレス鋼に対して、高温における機械的特性に及ぼす N の影響も調査した。

## 2. 供試材および試験片形状

N 以外の化学成分をほぼ一定に制御して、N を 9 レベル変化させた 316LN ステンレス鋼の 50 kg 鋼塊を真空誘導溶解 (VIM) 法で溶製した。これらの鋼塊を熱間鍛造により厚さ 35 mm の鍛造板とした後、1323K で 1 時間保持し、水冷 (固溶化熱処理) したものを供試材とした。また、実機比較材として真空酸素脱炭 (VOD) 法で溶製した 316LN 配管鍛鋼品 (外径  $\phi 635 \text{ mm}$ 、内径  $\phi 527 \text{ mm}$ 、厚さ 54 mm、全長 2095 mm) の余材を用いた。供試材および比較材の化学成分並びにそれぞれの ASTM 結晶粒度番号を Table 1 に示す。供試材の板厚中心部から、引張試験片を T 方向、破壊靱性試験片を T-L 方向、高温引張試験片を L 方向に採取した。

平成 17 年 6 月 17 日受付 平成 17 年 10 月 26 日受理 (Received on June 17, 2005; Accepted on Oct. 26, 2005)

\* (株) 日本製鋼所室蘭研究所 (Muroran Research Laboratory, The Japan Steel Works, LTD., 4 Chatsu-machi Muroran Hokkaido 051-8505)

\* 2 日本原子力研究所那珂研究所 (Naka Research Institute, Japan Atomic Energy Research)

Table 1. Chemical compositions and Grain size No. of test materials.

Specimen No.	Chemical Composition (mass%)											Grain size No.
	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Cu	Mo	V	N	
1	0.010	0.41	1.53	0.024	0.003	12.28	17.37	0.13	2.50	0.02	0.125	3.7
2	0.009	0.44	1.56	0.024	0.004	12.33	17.65	0.13	2.50	0.02	0.132	3.4
3	0.008	0.42	1.52	0.023	0.004	12.28	17.50	0.12	2.52	0.02	0.175	3.3
4	0.008	0.42	1.57	0.024	0.004	12.34	17.58	0.12	2.53	0.02	0.180	1.8
5	0.008	0.43	1.52	0.024	0.004	12.30	17.60	0.12	2.55	0.02	0.190	3.9
6	0.010	0.42	1.54	0.024	0.003	12.28	17.39	0.12	2.48	0.02	0.194	3.0
7	0.012	0.43	1.53	0.023	0.003	12.28	17.34	0.13	2.53	0.02	0.209	3.3
8	0.007	0.42	1.52	0.023	0.004	12.25	17.52	0.13	2.54	0.02	0.221	4.0
9	0.010	0.43	1.60	0.024	0.004	12.32	17.59	0.13	2.54	0.02	0.237	4.8
10*	0.015	0.42	1.38	0.024	0.010	12.67	16.41	-	2.60	-	0.114	4.2

\* Specimen No.10 is a commercial pipe forging.

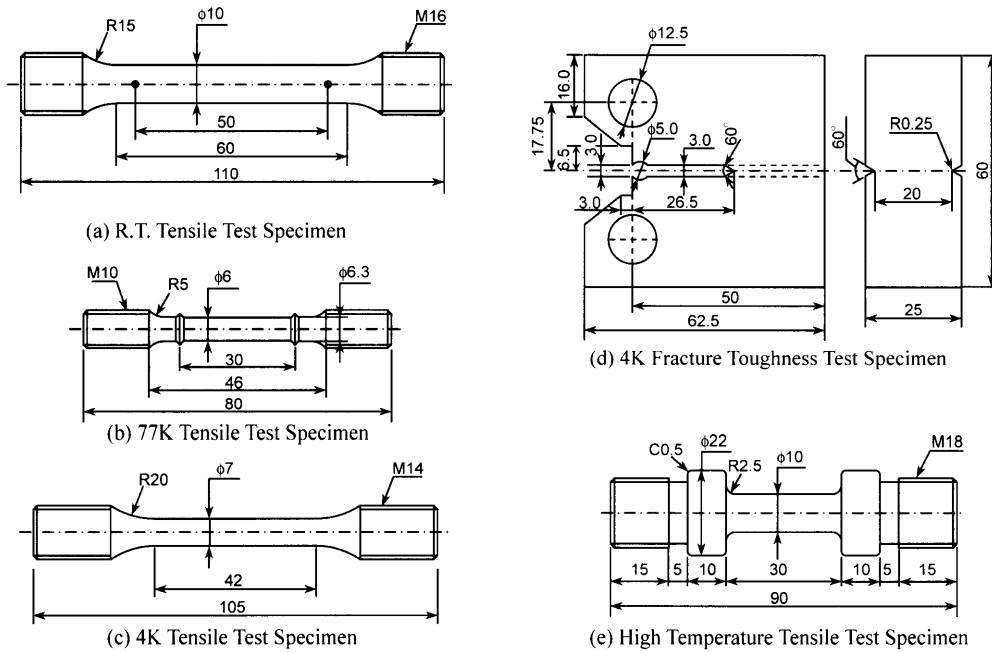


Fig. 1. Shapes and dimensions of test specimens.

また実機比較材の板厚中心部から、引張試験片および破壊靱性試験片のみをそれぞれ同様に採取した。ただし、Tは板幅方向、Lは主鍛造方向である。それぞれの試験片形状および寸法をFig. 1(a)~(e)に示す。破壊靱性試験片のサイドグループ付与は疲労予き裂導入後に実施した。破壊靱性試験片への疲労予き裂導入条件は、室温、初期き裂長さと試験片幅の比 $a_0/W=0.6$ 、応力比0.1、周波数10Hz、応力拡大係数範囲 $\Delta K=30 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ である。

### 3. 実験方法

室温および77Kにおける引張試験には、それぞれ油圧式500kN万能試験機および油圧式200kN万能試験機を用いた。極低温引張試験は、コンピュータ制御装置を備えたねじ駆動式100kN引張試験機にクライオスタットを組み込んで実施した。ここで、極低温とは液体ヘリウム温度(4K)のことである。なお、本試験機には一度のヘリウム液送で、10本まとめて試験できるターゲットディスクと、ヘリウム液面を監視するための液面計が付属している。室温にお

ける試験では、試験片平行部に直接伸び計を設置し、応力-歪曲線から0.2%耐力を測定した。77Kおよび4Kにおける試験は試験片をそれぞれ液体窒素および液体ヘリウムに浸漬して行った。77Kにおける試験では、測定範囲の異なる2種類の差動トランスを各2個ずつ装備した伸び計を用い、破断までの応力-歪曲線から0.2%耐力を測定した。4Kにおける試験では、0.2%耐力を測定するために、試験片平行部には歪ゲージを貼り、温度の影響を打ち消すために、アクティブ・ダミー2ゲージ法を採用した。室温および77K引張試験はJIS Z 2241に準拠し、極低温引張試験はJIS Z 2277に準拠した。

極低温破壊靱性 $J_{IC}$ 試験は、コンピュータ制御装置を備えた油圧サーボ式100kN疲労試験機にクライオスタットを組み込んで実施した。破壊靱性 $J_{IC}$ 試験は除荷コンプライアンス法を採用し、荷重点変位測定はクリップゲージを用いて行った。その他の条件はJIS Z 2284に準拠した。

高温引張試験には、20kN試験機および加熱ヒーターを用いた。また、試験機への断熱のために水を循環冷却させた。破断までの歪速度は鍛造プレス加工の代表的な歪速度であ

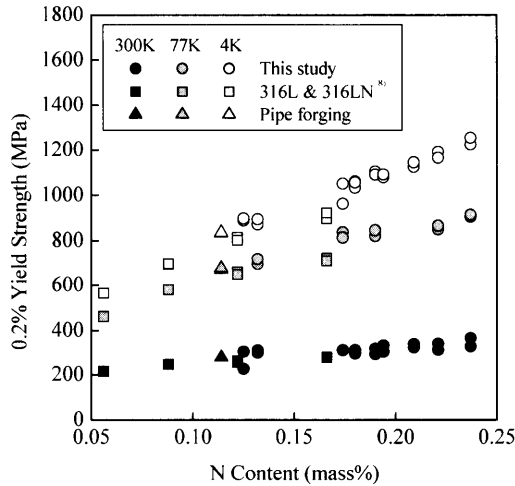


Fig. 2. Effect of N content on the 0.2% yield strength of 316LN stainless steels at 300K, 77K and 4K.

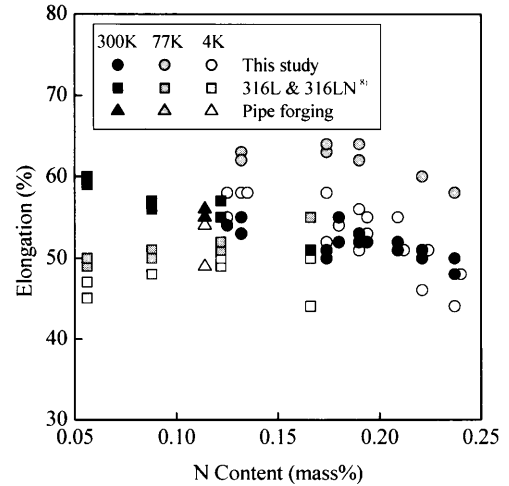


Fig. 4. Effect of N content on the elongation of 316LN stainless steels at 300K, 77K and 4K.

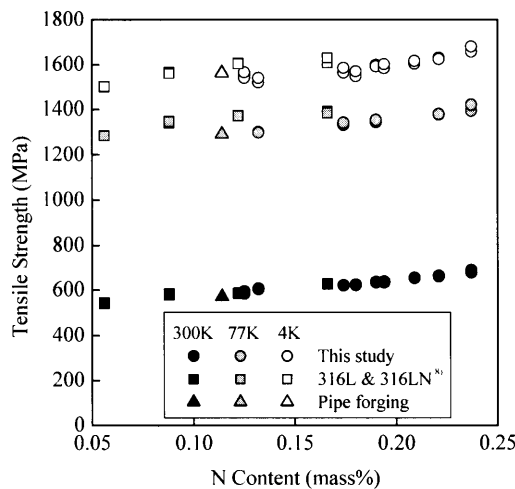


Fig. 3. Effect of N content on the tensile strength of 316LN stainless steels at 300K, 77K and 4K.

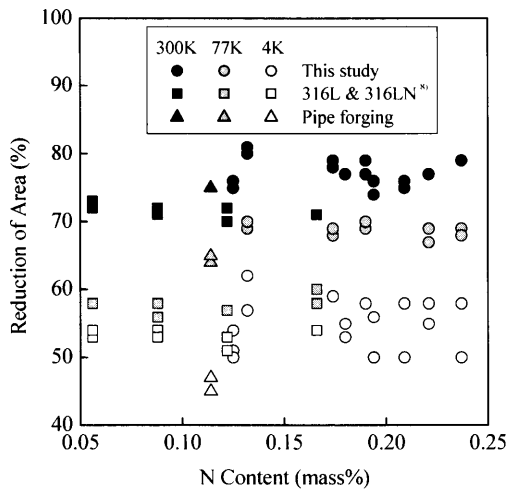


Fig. 5. Effect of N content on the reduction of area of 316LN stainless steels at 300K, 77K and 4K.

る0.033/sとした。引張試験は実機を模擬して、一旦1523Kに加熱後、所定の温度まで冷却するon-cooling条件、および直接所定温度まで加熱するon-heating条件で実施した。

#### 4. 実験結果

##### 4.1 引張試験

Fig. 2およびFig. 3に316LNステンレス鋼の室温(300K), 77K, 4Kにおける0.2%耐力および引張強さにおよぼすN量の影響を示す。また本供試材より低N量側(0.16 mass%以下)のデータを補うために、三浦<sup>9)</sup>が採取した316Lおよび316LN試験データ(50 kg VIM, 板厚22 mmの鍛造板を使用)も引用し、実機配管材のデータとともにプロットした。N量の増加とともに0.2%耐力および引張強さは上昇し、引用データおよび実機配管とともに良好な直線性を有している。その傾きは引張強さより0.2%耐力の方が大きく、また、低温ほど大きい。

Fig. 4およびFig. 5に316LNステンレス鋼の室温, 77K, 4Kにおける伸びおよび絞りにおよぼすN量の影響を示す。低N量側引用データおよび実機配管データもFig. 2およびFig. 3と同様にプロットした。伸びの挙動は試験温度により全く異なり、室温ではN量の増加とともに減少したものの、77Kおよび4Kではおよそ0.15 mass%をピークとして減少していく。絞りは温度の低下とともに低下するがN量に依存せず、あるばらつきを持って一定となる。しかしながら、引用データおよび実機配管データとはそれらの一定値が異なる。

##### 4.2 極低温破壊靱性 $J_{IC}$ 試験

Fig. 6に316LNステンレス鋼の4Kにおける破壊靱性 $K_{IC}(J)$ に及ぼすN量の影響を示す。実機配管データも同様にプロットした。全ての値は $200 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ 以上の高い破壊靱性 $K_{IC}(J)$ を示し、N量の増加とともに破壊靱性 $K_{IC}(J)$ が低下する傾向が認められる。一方、実機配管データもほぼ同じバンド上の値を示している。

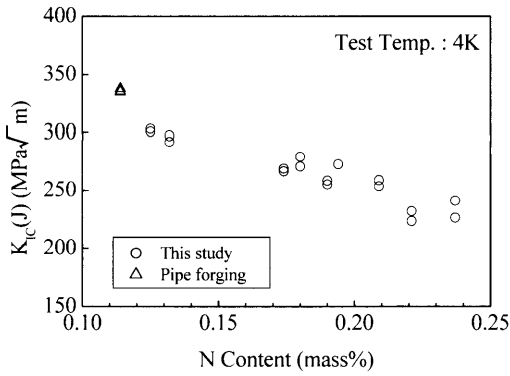


Fig. 6. Effect of N content on the fracture toughness  $K_{IC}$ (J) of 316LN stainless steels at 4K.

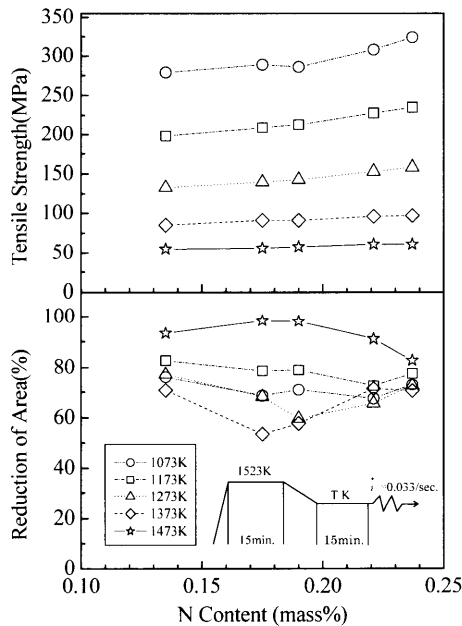


Fig. 7. Effect of N content on tensile strength and reduction of area of 316LN stainless steels at high temperature (test condition: on-cooling).

4.3 高温引張試験

Fig. 7およびFig. 8に316LNステンレス鋼のon-cooling条件およびon-heating条件における高温引張試験結果を示す。ここでは代表的なN量(0.135, 0.175, 0.190, 0.221, 0.237 mass%) 5条件の供試材に対して試験を実施した。on-cooling条件およびon-heating条件とも、温度の上昇とともに引張強さは低下し、また同じ温度条件ではFig. 3の室温、77K, 4Kにおける引張強さの結果と同様に、N量の増加とともに引張強さが上昇する傾向が認められた。その傾向はon-heating条件の低温側で著しく認められた。また、両条件とも1373Kにおいて、N量が0.135 mass%から0.175 mass%へ増加するとともに絞りも低下するが、0.175 mass%を越えてN量が増加すると、絞りは上昇した。また、1273Kおよび1373Kにおける絞りは全体的にon-heating条件の方が高い。

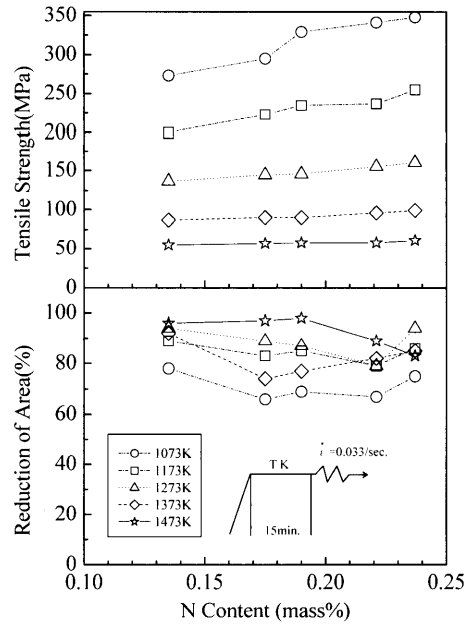


Fig. 8. Effect of N content on tensile strength and reduction of area of 316LN stainless steels at high temperature (test condition: on-heating).

Table 2. Summary of regression analyses on the effect of N content on 0.2% yield strength.

Temp.	Coefficients		R <sup>2</sup>
	C <sub>1</sub>	C <sub>2</sub>	
300K	214	532	0.47
77K	497	1730	0.91
4K	471	3210	0.96

5. 考察

5.1 0.2%耐力におよぼすNの影響

0.2%耐力に及ぼすCおよびNの影響を定量化するために、C含有量およびN含有量を独立変数とした重回帰分析を過去に実施している<sup>8)</sup>。本実験ではC含有量を低く抑え、ほぼ一定とし、N量のみを変化させていることから、Nのみの影響を定量化することが可能である。そこでN含有量のみの独立変数として次式を仮定し、Fig. 2の本試験データに対して回帰分析を行った。

$$\sigma_y(\text{MPa}) = C_1 + C_2 \times N(\text{mass}\%) \dots\dots\dots (1)$$

ここで、 $\sigma_y$ : 温度  $T(K)$ における0.2%耐力、 $C_1, C_2$ : 係数。

回帰分析結果をTable 2に示す。300Kでは0.2%耐力の絶対値が低いために、R-2乗値は低い値を示したが、77Kおよび4Kではいずれも0.91以上であり、0.2%耐力とN量との間に非常に良い相関があることがわかった。

Fig. 9にNの係数 $C_2$ を温度の関数として示す。0.2%耐力へのNの寄与は温度の低下とともに増大する。三浦の解析結果<sup>8)</sup>も図中に併記するが、この引用データの成分は0.52%Si-1.18%Mn-11.87%Ni-16.43%Cr-2.46%Moであり、Mn, Ni, Crといった合金成分が本供試材より若干低いにも

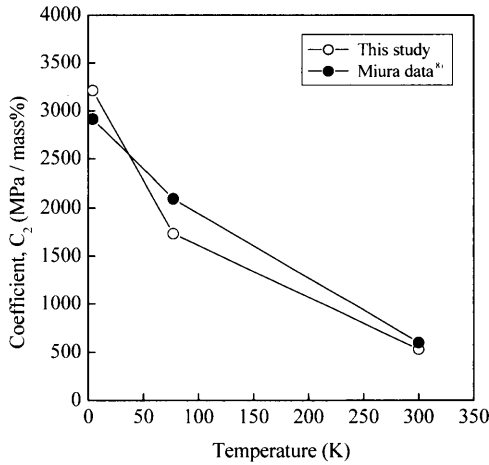


Fig. 9. Contribution of N term to the 0.2% yield strength of 316LN stainless steels at low temperatures.

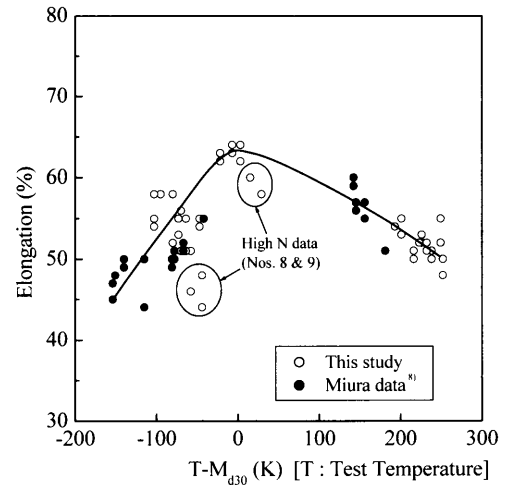


Fig. 10. A plot of elongation of 316LN stainless steels at R.T., 77K and 4K against relative temperature ( $T-M_{d30}$ ).

かかわらず、本実験結果におけるNの係数 $C_2$ とほぼ同等となった。したがって、0.2%耐力に対するNの寄与は、合金成分量の若干の違いがあったとしても、ほとんど変わらないことが判明した。

5.2 伸びと $M_{d30}$ との関係

4.1項において、室温における伸びの挙動は、77Kおよび4Kにおける伸びの挙動と異なっていた。三浦<sup>8)</sup>は室温、77Kおよび4Kにおける伸びを試験温度 $T$ と $M_{d30}$ との相対温度( $T-M_{d30}$ )に対してプロットして整理し、伸びは( $T-M_{d30}$ )=0付近に極大値を持つ一本の曲線によって表されることを示した。ここで $M_{d30}$ はオーステナイト( $\gamma$ )単相の試料に0.30の引張真ひずみを与えた時、組織の50%がマルテンサイト( $\alpha'$ )相に変態する温度であり、野原<sup>10)</sup>の式を用いて計算した。野原の式を以下に示す。

$$M_{d30} = 824 - 462(C+N) - 9.2Si - 8.1Mn - 29(Ni+Cu) - 13.7Cr - 18.5Mo - 68.0Nb - 1.42(v-8.0) \dots\dots\dots(2)$$

ここで各成分単位はmass%であり、 $v$ はASTM結晶粒度番号である。 $M_{d30}$ の値が高温であるほど材料が加工によって容易にマルテンサイト変態する。

本実験においても同様に整理した結果をFig.10に示す。三浦の316Lおよび316LNデータ<sup>8)</sup>も同様にプロットした。N量：0.056~0.209 mass%の範囲において、伸びは( $T-M_{d30}$ )=0付近にピークを持つ一本の曲線によって近似されることが判明した。これは各温度におけるオーステナイト( $\gamma$ )相から加工誘起マルテンサイト( $\alpha'$ )相への変態挙動が影響しているものと推察される。Fig.11に各( $T-M_{d30}$ )温度における316LN鋼の伸びへの $\gamma$ 相及び $\alpha'$ 相の寄与を図示する。 $\gamma$ 相は温度の低下とともに、より少ない歪量で $\alpha'$ 相へ変態するため、引張過程での $\gamma$ 相の体積が減少する分、その伸びは温度の低下とともに低下する。一方、4Kで引張試験を実施しても $\alpha'$ 相に変態しない、安定型オーステナイト系ステンレス鋼である12Cr-12Ni-10Mn-5Mo-

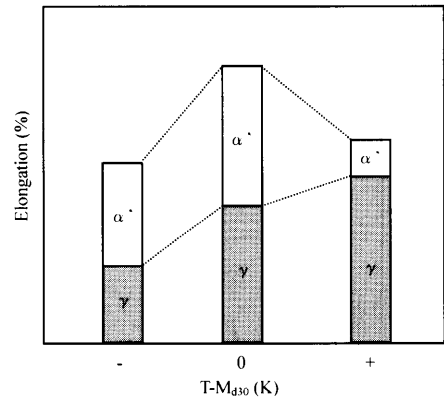


Fig. 11. Contribution of  $\gamma$  phase and  $\alpha'$  phase to elongation of 316LN stainless steel at each ( $T-M_{d30}$ ).

0.2N鋼 (JJ1鋼)<sup>7)</sup>の室温および77Kの伸びはおよそ47%とほとんど変わらないが、4Kでは若干低下することから、77Kから4Kへの温度の低下とともに、316LN鋼の $\gamma$ 相も体積減少だけでなく、 $\gamma$ 相自身が硬化し、伸びへの寄与が低下したものと推察される。

また、Fig.10のごとく伸びが( $T-M_{d30}$ )=0付近に極大値を持つ一本の曲線に近似されるためには、 $\alpha'$ 相はFig.11に示すような挙動を示す必要がある。つまり、 $\alpha'$ 相は( $T-M_{d30}$ ): 0 (K)以上では温度の低下とともに変態量が増加した分、伸びに寄与するが、( $T-M_{d30}$ ): 0 (K)以下では温度の低下とともに $\alpha'$ 相自身が硬化し、伸びへの寄与が低下したものと推察される。

一方、0.221 mass%以上のN量を有する供試材No. 8 (N: 0.221 mass%)およびNo. 9 (N: 0.237 mass%)の伸びは、Fig.10において近似曲線から大きく逸脱し、低めになる傾向を示した。この原因として、“過飽和N原子の転位固着による転位密度の増加”が考えられた。そこで下記に示す式<sup>11)</sup>を用いて、溶融鉄合金中の窒素溶解度を計算した。

$$1/2 N_2 = [N] \quad (\text{in liquid iron alloys}) \quad \dots\dots\dots (3)$$

$$K = f_N^{(j)} \cdot [\%N] / \sqrt{P_{N_2}} \quad \dots\dots\dots (4)$$

$$K' = [\%N] / \sqrt{P_{N_2}} \quad \dots\dots\dots (5)$$

ここで  $K$  は平衡定数、 $K'$  は見掛けの平衡定数、 $[\%N]$  は熔融鉄合金中の窒素溶解度、 $f_N^{(j)}$  は窒素の活量係数に及ぼす合金元素  $j$  成分の影響、 $P_{N_2}$  は窒素分圧を示し、(4)、(5)式より次のように表される。

$$\log f_N^{(j)} = \log K - \log K' \quad \dots\dots\dots (6)$$

$\log f_N^{(j)}$  は相互作用助係数  $e_N^{(j)}$  と以下の関係が成り立つ。

$$e_N^{(j)} = \partial \log f_N^{(j)} / \partial [\%j] \quad \dots\dots\dots (7)$$

したがって、 $\log f_N^{(j)}$  は相互作用助係数  $e_N^{(j)}$  の文献値<sup>12)</sup>および各成分値 $[\%j]$ によって求められる。 $\log K$  は Fe-N 2 元系について間接法により(8)式<sup>11)</sup>のように求められる。

$$\log K = -518/T - 1.063 \quad \dots\dots\dots (8)$$

窒化物添加の際の熔融鉄合金温度  $T$  を仮定した場合、(6)、(7)、(8)式より、 $\log K'$  が求められる。次に、窒素分圧  $P_{N_2}$  を仮定した場合、(5)式より、窒素溶解度 $[\%N]$ が求められる。本計算では  $T$  を 1773K、 $P_{N_2}$  を大気圧である 0.1 MPa とした。

三浦の供試材成分<sup>8)</sup>および本供試材(代表して Table 1 の No. 9 試料)成分の窒素溶解度 $[\%N]$ の計算値は、それぞれ 0.209 mass% および 0.238 mass% となった。実際には凝固過程で窒素は散逸してしまうため、固溶限界値はこれらの値より若干低下する可能性があるが、これを無視したとしても、三浦の供試材 N 量<sup>8)</sup>は最大 0.166 mass% であり、N をさらに固溶させる容量があることが判る。しかしながら本供試材の中で No. 8 および No. 9 の N 量は 1773K の窒素溶解度の計算値とほぼ同等であり、室温では過飽和であることが判った。

一般的に鋼に冷間加工を施すと伸びは低下する。これは加工を鋼に施すことにより、転位の固着が起り、転位密度の増加が起きるためである。

したがって、供試材 No. 8 (N: 0.221 mass%) および No. 9 (N: 0.237 mass%) の伸びが低めになる原因は、冷間加工メカニズムと同様に、過飽和 N 原子の転位固着による転位密度の増加が考えられるが、今後、別の原因も含めて詳細な検討が必要と思われる。

### 5.3 破壊靱性 $K_{IC}(J)$ に及ぼす N 量の影響

4.2 項において、316LN ステンレス鋼の 4K における破壊靱性  $K_{IC}(J)$  は、N 量の増加とともに低下する傾向を示した。過去には NIST Trend Line として、一般的なステンレス鋼の破壊靱性  $K_{IC}(J)$  が 0.2% 耐力の増加とともに低下することが示されている<sup>1-6)</sup>。Fig.12 には NIST Trend Line とともに本試験の 4K における 0.2% 耐力および破壊靱性  $K_{IC}(J)$

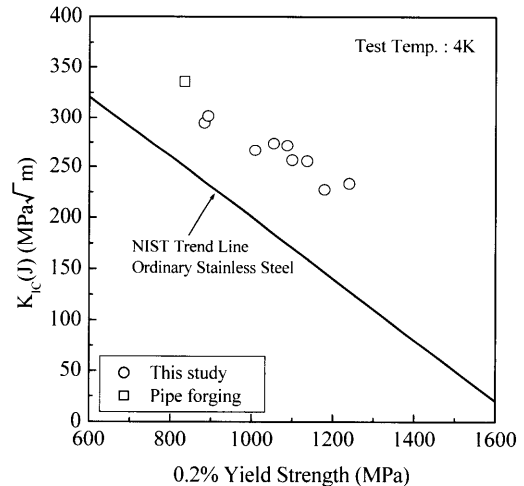


Fig. 12. Relationship between 0.2% yield strength and fracture toughness of 316LN stainless steels at 4K.

Table 3. Comparison between grain size Nos. of test materials as SLT and after 1523K×15 min heat treatment.

Specimen No.	N (mass%)	Grain size No. (Grain diameter)	
		As SLT(1323K×1hr)	After 1523K×15min.
2	0.132	3.4 (125μm)	-0.4 (353μm)
3	0.175	3.3 (129μm)	-0.3 (365μm)
5	0.190	3.9 (105μm)	-0.5 (341μm)
8	0.221	4.0 (101μm)	-0.3 (365μm)
9	0.237	4.8 (77μm)	-0.2 (378μm)

を示す。本試験データは若干 NIST Trend Line より高靱性側であるが、同様に 0.2% 耐力の増加とともに破壊靱性  $K_{IC}(J)$  が低下している。したがって、N 量の増加とともに 0.2% 耐力が増加したため、破壊靱性  $K_{IC}(J)$  が低下したものと推察される。なお、極低温における靱性改善には清浄度の向上が工業的にきわめて有効な手段である<sup>7)</sup>ことから、本供試材の清浄度は相対的に NIST で測定されたステンレス鋼より高いレベルであったものと推察される。

### 5.4 高温引張試験

4.3 項の同じ試験温度条件では、N 量の増加とともに引張強さが上昇する傾向が認められ、その傾向は on-heating 条件の低温側で著しく認められた。また、1273K および 1373K において on-heating 条件の絞りの方が on-cooling 条件より高い値を示した。Table 3 に固溶化熱処理まおよび 1523K×15 min 熱処理後の ASTM 結晶粒度番号の比較を示す。1523K×15 min 熱処理後では固溶化熱処理まより結晶粒が粗大化している。従って、上記 2 つの原因は、on-heating 条件の引張る直前の結晶粒が on-cooling 条件より相対的に細粒であったためと推察される。

また、on-heating 及び on-cooling 両条件とも 1473K では高い絞りを示すが、1373K においては全体的に絞りの値が低下した。これは温度の低下とともに動的再結晶率が低下したことが原因と推察される。(9) および (10) 式<sup>13)</sup> に動的再結晶率  $X_{dyn}$  および限界ひずみ  $\epsilon_c$  の計算式を示す。

$$X_{\text{dyn}} = 1 - \exp \left\{ -0.693 \left( \frac{\varepsilon - \varepsilon_c}{\varepsilon_{0.5}} \right)^2 \right\} \dots\dots\dots (9)$$

$$\varepsilon_c = 4.76 \times 10^{-4} \exp \left( \frac{8000}{T} \right) \dots\dots\dots (10)$$

ここで  $\varepsilon_{0.5}$  は 50% 動的再結晶が起こるひずみ量であり、結晶粒径  $d_0$ 、ひずみ速度  $\dot{\varepsilon}$ 、加工温度  $T$  の関数であるが、その詳細は引用文献<sup>13)</sup>に譲る。なお上式は一軸ひずみ条件で使用されるものであり、破断前の局部くびれのような三軸ひずみ条件では正確にひずみ量を把握できないが、ここでは考え方を簡便にするために使用する。

(10)式より温度の低下とともに限界ひずみ  $\varepsilon_c$  が増加し、動的再結晶しづらくなるのが判る。例えば 1473K, 1273K, 1073K における限界ひずみ  $\varepsilon_c$  は 0.1087, 0.2552, 0.8234 となり、公称ひずみに換算すると、およそ 11%, 29%, 128% と動的再結晶を起こすきい値が高くなる。この動的再結晶が起こりづらくなり始める 1373K において、N 量が 0.135 mass% から 0.175 mass% へ増加するとともに絞りが低下し、0.175 mass% 以上に N 量が増加すると、絞りが回復した。これは 0.175 mass% 以下の N 量では、N 量の増加とともに、粒内が固溶 N により強化され、相対的に粒界が脆弱になり、絞りの低下をもたらしたものと推察される。また、0.221 mass% 以上の N 量では、5・2 項に示した「過飽和 N 原子の転位固着による転位密度の増加」と関連して、(9)式が過飽和 N 原子により (11)式のように変わったため、容易に動的再結晶が起こり、絞りが増加したものと推察される。

$$X_{\text{dyn}} = 1 - \exp \left\{ -0.693 \left( \frac{\varepsilon + \varepsilon_N - \varepsilon_c}{\varepsilon_{0.5}} \right)^2 \right\} \dots\dots\dots (11)$$

ここで  $\varepsilon_N$  は過飽和 N 原子により与えられたひずみ量。

一方、1173K 以下では N 量の変化に対する絞りの低下はほとんど認められず、一定の値を示した。これはおそらく温度の低下とともに粒界強度が上昇して、N 量の増加とともに粒界の脆弱化が抑えられたことに加えて、限界ひずみが大きくなったことにより、動的再結晶が全く起こらない温度域であることが原因と推察される。

したがって、1373K における絞りの挙動は、N 量の増加とともに粒界の脆弱化する項と過飽和 N 原子による動的再結晶率向上の項が複雑に関与していると推察される。しかしながら、本試験では試験後に急冷していないため、試験片組織には試験後の高い温度による静的再結晶が含まれていることから、動的再結晶挙動を正確に観察することはできなかった。今後は急冷した試験片の組織観察等、詳細な調査が必要と思われる。

## 6. 結論

316LN ステンレス鋼の N 量の広範囲にわたる基礎データ

を得ることを目的として、極低温から室温、さらには鍛錬温度域 (1073~1473K) といった高温における 316LN ステンレス鋼の機械的特性に及ぼす N の影響を調査し、その中で新たに得られた主な知見をまとめると以下の通りとなる。

(1) C 量を低く抑え、N 量を系統的に変化させた供試材の 0.2% 耐力に対する N の寄与は、合金成分量の若干の違いがあったとしても、ほとんど変わらない。

(2) 316LN ステンレス鋼の 4K における破壊靱性  $K_{IC}$  (J) は、N 量の増加とともに低下した。これは N 量の増加とともに 0.2% 耐力が増加したため、破壊靱性  $K_{IC}$  (J) が低下したものと推察される。

(3) 高 N (0.221 mass% 以上) 供試材の伸びは、 $(T - M_{d30}) = 0$  付近にピークを持つ近似曲線より伸びが低下した。この原因として、過飽和 N 原子の転位固着による転位密度の増加が考えられるが、今後、別の原因も含めて詳細な検討が必要と思われる。

(4) N 量の増加に伴う鍛錬温度域での引張強さの上昇傾向は、on-heating 条件の低温側で著しく認められた。また、1273K および 1373K において on-heating 条件の絞りの方が on-cooling 条件より高い値を示した。これは、on-heating 条件の引っ張る直前の結晶粒が on-cooling 条件より相対的に細粒であったためと推察される。

(5) 1373K における絞りの挙動は、N 量の増加とともに粒界の脆弱化する項と過飽和 N 原子による動的再結晶率向上の項が複雑に関与していると推察されるが、今後は動的再結晶粒の組織観察等、詳細な調査が必要と思われる。

最後に本研究の推進にご尽力いただいた日本原子力研究所、関昌弘研究所長、関省吾工学部長に深く感謝いたします。また、試験鋼塊製作に協力して下さった (株) 日本製鋼所、知的財産部楠橋幹雄部長、原子力 Gr. 小山庸一氏ならびに材料開発 Gr. 曾川恒彦氏に深謝致します。

## 文 献

- 1) K. Ishio, H. Nakajima, Y. Nunoya, Y. Miura, T. Kawasaki and H. Tsuji: *Adv. Cryo. Eng.*, **44** (1998), 73.
- 2) H. Nakajima, K. Yoshida and S. Shimamoto: *ISIJ Int.*, **30** (1990), 567.
- 3) T. Matsumoto and F. Suzuki: *J. Jpn. Weld. Soc.*, **58** (1989), 35.
- 4) H. Nakajima and H. Tsuji: *J. Plasma Fusion Res.*, **70** (1994), 733.
- 5) H. Nakajima: *J. Jpn. Weld. Soc.*, **64** (1995), 168.
- 6) K. Ishio, H. Nakajima, T. Kawasaki, S. Uehara and H. Tsuji: *Proceedings of MT-15*, (1997), 989.
- 7) J. Ishizaka, R. Miura, S. Shimamoto and H. Nakajima: *Tetsu-to-Hagané*, **76** (1990), 791.
- 8) R. Miura, K. Ohnishi, H. Nakajima and S. Shimamoto: *Tetsu-to-Hagané*, **73** (1987), 715.
- 9) Y. Takahashi, K. Yoshida, M. Shimada and E. Tada: *Adv. Cryo. Eng.*, **28** (1982), 73.
- 10) K. Nohara, Y. Ono and N. Ohashi: *Tetsu-to-Hagané*, **63** (1977), 772.
- 11) F. Ishii, S. Ban-ya and T. Fuwa: *Tetsu-to-Hagané*, **68** (1982), 1551.
- 12) 日本学術振興会 製鋼第 19 委員会編: 製鋼反応の推奨平衡値改訂増補 昭和 59 年
- 13) H. Yada: *J. Jpn. Soc. Technol. Plast.*, **28** (1987), 413.