

316 L 型鋼ならびに 16-15-6 型合金の耐熱性におよぼす加工の影響*

(耐熱材料における合金元素としての窒素の作用について—VIII)

岡本正三**・田中良平**・佐藤 昭***・青木 茂****

Effect of Working on Heat-Resisting Properties of 316 L Type Steels and 16-15-6 Type Alloys.

(On the function of nitrogen as an alloying element in heat-resisting materials—VIII)

Masazō Okamoto, Ryōhei Tanaka, Akira Satō and Shigeru Aoki.

Synopsis:

This study was carried out to clarify the effect of cold working and “hot-cold” working on the heat-resisting properties of 316 L 17Cr-12Ni-2Mo steels and low-Ni Timken 16Cr-15Ni-6Mo(-7.5Mn) type alloys. Main results obtained were as follows:

(1) With both steels containing about 0.2 or 0.3% nitrogen, remarkable increase in hardness was obtained by hot-cold working at 600°C or 700°C as well as by cold working. It was concluded that such hardening was caused by an action similar to strain-aging in the deformed austenite phase supersaturated with nitrogen.

(2) It was deduced from the microscopic observation of the worked steels that the deformation by the working at lower temperature occurred mainly within grains, while the deformation at higher temperature as in the hot-cold working occurred mainly on grain boundaries.

(3) The lower the working temperature and the larger the reduction by working, the easier the softening occurred by heating of the worked steels. With the 16-15-6 type alloys, however, the effect of working condition on the softening due to the heating of the worked alloys was not so great as the 316 L type one.

(4) In general, the cold working deteriorated the bending creep properties at temperatures as high as 700°C of the two steels containing nitrogen, and the hot-cold working also did not improve their creep properties, while both of the workings improved appreciably the properties of the 16-15-6 type alloys not containing nitrogen, which showed in the solution-quenched state little resistance to the bending creep under a definite testing condition of 700°C and of 16 kg-load. Under a given reduction by rolling, that is 20%, the hot-cold worked 16-15-6 type alloys with or without nitrogen at 600°C or 700°C showed the larger resisting properties against the bending creep at 700°C compared with those worked at the temperatures higher or lower than those temperatures.

I. 緒 言

第Ⅱ報¹⁾において、16-15-6 型合金 (16%Cr-15%Ni-6%Mo-7.5%Mn) では概して熱冷加工が常温加工よりも高い硬度をもたらす傾向があり、かつNおよびC量の多いほどこの傾向がいちじるしいことを明らかにするとともに、700°C 20% の熱冷加工によつてこの合金の曲げクリープ特性が改善されることを指摘した。しかし熱冷加工の耐熱強度におよぼす効果は合金の種類により、

あるいは加工方法や加工条件によりいろいろ相違することとは当然考えられることである。そこで本報においては前記 16-15-6 型合金および 316 L 型鋼 (17%Cr-12%Ni-2%Mo) について加工条件の影響を明らかにするために、これらの鋼の硬度、時効特性ならびに高温曲げク

* 昭和 34 年 11 月本会講演大会にて講演

** 東京工業大学、工博

*** 城南鉄工所

**** 千代田化工建設株式会社

Table 1. Chemical composition of steels used.

Type	Marks	Melting atmosphere	Composition											
			C	Si	Mn	P	S	Cu	Ni	Cr	Mo	Sol. N	Insol. N	Total N
316 L type	EN	Nitrogen 2 atm.	0.017	0.17	0.46	0.003	0.014	0.03	11.64	15.89	1.77	0.190	0.008	0.198
	EV	Vacuum	0.017	0.13	0.26	0.004	0.014	0.09	11.95	16.18	1.99	0.008	0.005	0.013
	EA	Air	0.025	0.19	0.42	0.002	0.016	0.07	12.20	15.96	2.12	0.027	0.005	0.032
16-15-6 type	N-0*	Air	—	—	—	—	—	—	15.0	16.0	6.0	—	—	—
	N-3*	Air	—	—	—	—	—	—	15.0	16.0	6.0	—	—	0.3**

* Charge composition. ** Value of total N content by chemical analysis is 0.305%.

リープ特性と加工温度および加工度との関係についてしらべ、窒素の影響についても考察した。

II. 試料および実験方法

用いた試料の組成を Table 1 に示した。316L 型鋼は約 2 気圧の窒素雰囲気中で熔解鋳造を行なつて約 0.2 %N を含ませた EN を主とし、また同種鋼の大気中熔解材および真空熔解材（記号それぞれ EA および EV）を比較試料として一部の実験に供した。これらはいずれも第 V 報²⁾の実験において使用したものと同一の材料であつて、鍛錬比は約 15 である。

16-15-6 型合金は N を添加しない N-0 と 0.3% の N を添加した N-3 の 2 種類であつて、その使用原料および熔製方法は第 II 報³⁾と同様で、Table 1 にはその配合組成を示した。

溶体化処理は 316L 型鋼では 1150°C、1h 加熱、16-15-6 型合金は 1200°C、1h 加熱し、いずれも水冷した。冷間加工および熱冷加工の方法は第 III 報¹⁾と同様であるから省略する。

III. 実験結果および考察

1. 硬度におよぼす加工の影響

常温からいわゆる熱冷加工の温度範囲までのいろいろの温度において一定量の塑性加工を行なつた場合、その加工温度と硬度との関係が鋼の種類および N 添加の有無によつてどのように影響されるかは興味ある問題である。そこで常温から 800°C までの各温度において、316L 型鋼は 30%、16-15-6 型合金は 20% の各一定量の圧延加工を行なつてそれぞれの硬度を測定した。Fig. 1 はその結果を示す。316L 型鋼では EA が EV より常にわずかに高い硬度を示すが、この両者はともに圧延温度の上昇につれていちじるしく硬度を低下する。すなわち、圧延温度の高いほど加工硬化が少なく、また加工歪の回復も容易であることを示している。それらにくらべ

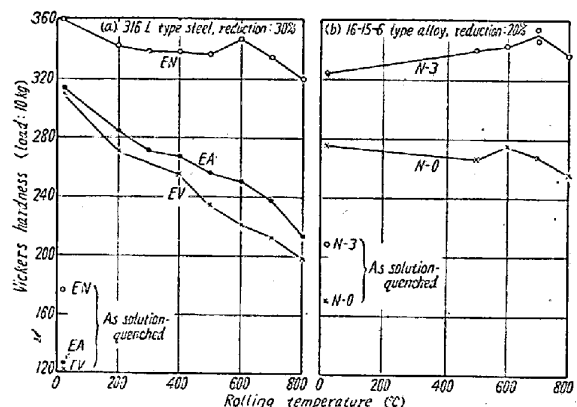


Fig. 1. Effect of rolling temperature on the hardness of 316 L type steel EN and 16-15-6 type alloys.

て約 0.2% の N を含む窒素中熔解材 EN は全圧延温度範囲にわたつて常に前 2 者よりはるかに高い硬度を示し、また高温での硬度低下も少なく、とくに 600°C 付近ではむしろ硬度の山を示している。16-15-6 型合金では N を添加していない N-0 でも加工温度の上昇にともなう硬度の低下は 316L 型鋼の場合より少ないが、やはり N を含む N-3 では N-0 より常に高い硬度を示し、とくに 700°C 付近でいちじるしい硬度の山を示している。このように含窒素鋼が熱冷加工によつて比較的高い硬度を示すのは、オーステナイト中に高濃度に固溶している N が加熱と加工を同時に与えられるために歪時効的に働き、あるいは窒化物として微細に析出して加工による硬化を助長するものであろう。しかし溶体化試料を単に 600°C や 700°C に加熱しても、後述するように窒化物の析出と思われるような硬度増加は両鋼種ともあまり認められないことから、前記含 N 試料の熱冷加工による高硬度は主として N による歪時効的現象に起因するものと考えられる。

Fig. 2(a) は 316L-EN について圧延温度 20°, 500° および 700°C で、また Fig. 2(b) は 16-15-6 型鋼 N-0 および N-3 について 500° および 700°C

で圧延した場合の圧延率と硬度との関係を示す。ENでは20°C 圧延でオーステナイト特有のいちじるしい加工硬化を示しているが、圧延温度が高くなるにつれて20%以上の加工による硬化の度合はかなり小さくなることがわかる。

これは圧延温度の高いほど加工度が大となれば加工歪の回復、軟化も起りやすいためであろう。しかし、16-15-6 合金の場合は合金元素濃度が高く、再結晶温度も高いため、500° および 700°C の圧延でもなおかなりの硬化

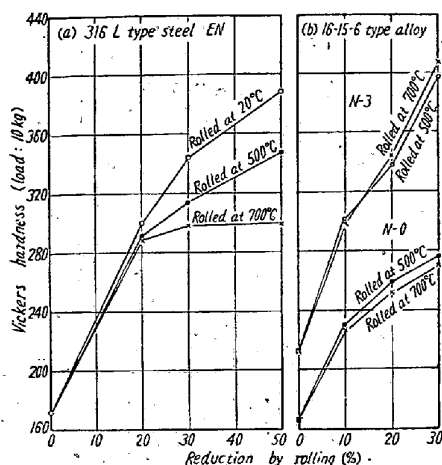
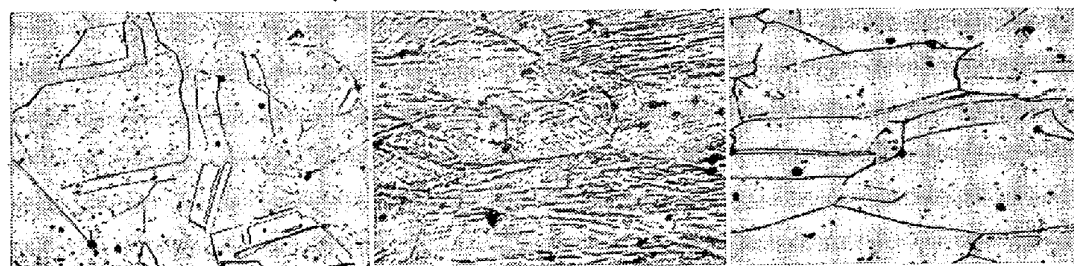


Fig. 2. Effect of reduction by rolling on the hardness of 316 L type steel EN and 16-15-6 type alloys.



(a) As solution-quenched from 1150°C. (b) 50% cold-worked at room temperature. (c) 50% hot-cold worked at 700°C

Photo. 1. Microstructures of 316L type steels EN. $\times 200$ (2/3)

50% cold-worked at room temp. 50% hot-cold worked at 700°C.

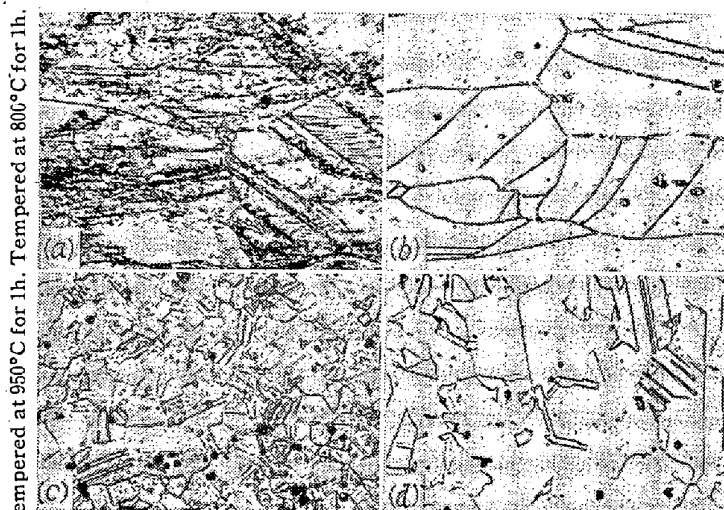


Photo. 2. Microstructure of 316 L type steels EN worked and tempered. $\times 200$ (2/3)

を示し、その傾向はNを含む N-3 においてとくにいちじるしい。

2. 加工および焼戻による組織変化

Photo. 1 は 316L-EN 試料の 1150°C, 1h 加熱水冷試片と、これを常温および 700°C で各 50% ずつの圧延加工を行なった試片の顕微鏡組織を示す。冷間加工試片は明らかに変形が主として結晶粒内のじりによつて起つていることを示し、また 700°C 熱冷加工試片では粒界変形が主で、粒内のじりはほとんど起らないものようである。このことは圧延試料を焼戻せばさらに明らかである。すなわち Photo. 2 は上記の圧延試料を 800°C および 950°C に各 1h 焼戻したもの組織であつて、冷間加工試片は後述の Fig. 3(a) にみるように 800°C 加熱ではすでに加工歪が除去されて硬度は完全に低下しているが、その組織は Photo. 2(a) のように結晶粒内のじり線に沿つて顕著な析出物が認められる。これに対し、熱冷加工試片は Photo. 2(b) のように、析出物が主として粒界にのみ認められ、冷間加工試片とはかなり趣を異にする。しかして熱冷加工試片はこの 800°C 焼戻では Fig. 3(c)

にみるように、なおかなりの硬度を保つが、さらに 950°C に焼戻せば完全に軟化するとともに Photo. 2(d) にみるように明らかな再結晶組織に変化する。この再結晶粒は同様の焼戻を行なった

冷間加工試片 (Photo. 2(c)) より少しく粗大である。16-15-6 型合金においても上述とほぼ同様の事実が認められた。

以上のことから、700°C 付近での熱冷加工は、変形が主として粒界の移動によつて起る点では高温加工と類似しているが、かなりの加工硬化が認められ、高温加熱によつて明らかな再結晶を起す点ではむしろ冷間加工に類似しているといえる。結局、熱冷加工は高温加工と冷間加工との中間的なものであつて、これに過飽和に固溶している合金元素の析出あるいは歪時効的現象が加わるときは冷間加工と同程度もしくはそれ以上の硬化が得られるものである。

3. 加工試片の焼戻による硬度変化

Fig. 3 は 316L 型鋼 EN について 20°, 500° および 700°C で 0, 20, 30 および 50% の圧延加工を行なった試片の焼戻硬度変化を示す。溶体化のままの

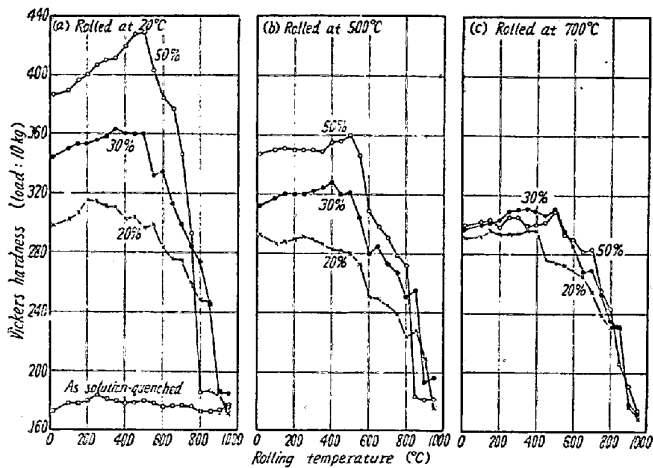


Fig. 3. Hardness change by tempering of cold worked or hot-cold worked 316L type steel EN. (Tempered at each temperature for 1h)

試片は950°Cまでの全温度範囲にわたって窒化物などの析出を示すような特別な硬度変化はほとんど認められない。加工試片はいずれも500°C付近までにおいて歪時効によると思われる硬化が認められ、その程度は加工温度の低いほど、また加工度の大きいほどいちじるしい。回復再結晶軟化は冷間加工材では500°Cから急速に現われ、とくに50%加工試片では800°Cですでに完全に硬度を低下しているのに対し、700°C熱冷加工試片は加工度による差がほとんどなく、いずれも800°Cではなお半分程度軟化しているのみである。これらの硬度変化から、加工温度の高いほど、また加工度の小さいものほど再結晶温度は高いことがわかる。

Fig. 4は同じく316L-ENの各加工試料の700°C時効による硬度変化を示したもので、上と同様の傾向が認められ、加工温度の低いほど、加工度の大きいほど軟化が早い。

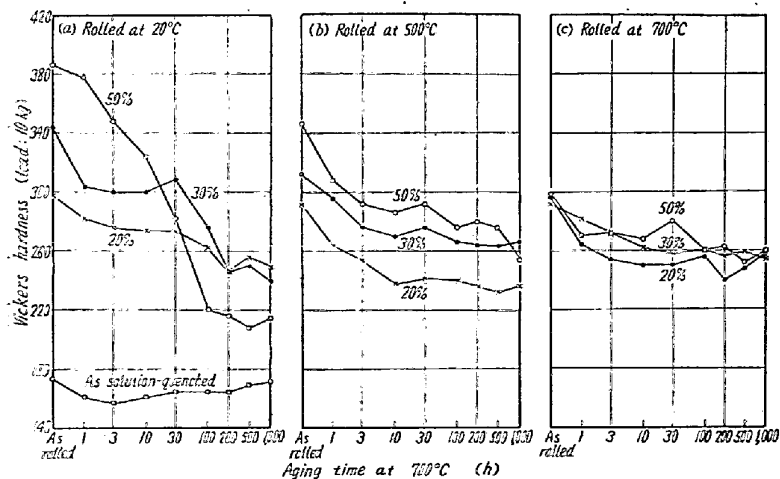


Fig. 4. Hardness change during aging at 700°C of coldworked or hot-cold worked 316L type steel EN.

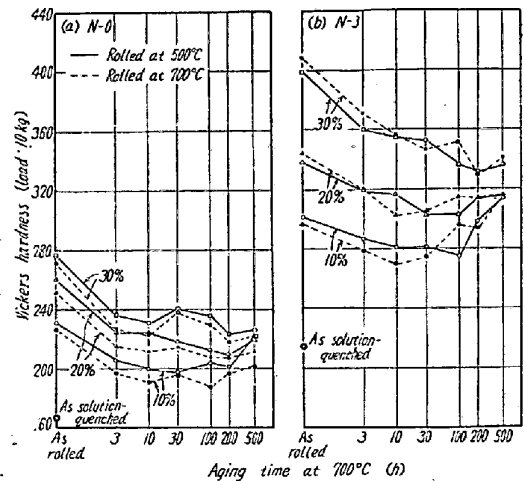


Fig. 5. Hardness change of hot-cold worked 16-15-6 alloys N-0 and N-3 during aging at 700°C.

Fig. 5は16-15-6型合金加工試料の700°C時効硬度変化を示し、やはり加工度の大きいほど硬度低下は速やかであるが、N-0、N-3のいずれも700°C 500h時効後も加工の影響が維持されて加工度の大きいほど若干高い硬度を保つ。しかし、500°Cおよび700°Cの加工温度による差は小さい。

4. 高温曲げクリープ特性

各圧延試料について3×5×100mmの試片を作製し、700°C、支点間距離70mmにて曲げクリープ試験を行なった。このときの圧延では、所定の加工度を与えたときに厚み3.1mmとなるよう圧延前の厚さを調整し、圧延後は片面平均0.05mmを切削する程度として表面加工層をなるべく残すようにつとめた。

Fig. 6は試験荷重11kgにおける316L-ENの撓み—時間曲線を示す。またFig. 7(a)はFig. 6の曲線から撓み量10mmに達するに要する時間、また10mm

に達せずに破断した場合はその破断時間を求めて圧延率に対して図示したものである。溶体化焼入試料は時間とともにほとんど直線的に撓み量が増し、506hにてようやく10mmに達してなお破断の徴候を示さなかつた。20%冷間圧延試料は撓み速度こそ遅いが、437hにて破断し、30%および50%冷間圧延ではいずれも200h足らずで破断した。とくに50%圧延試片はクリープと同時に再結晶も急速に行なわれるのであろうか、撓み速度がいちじるしく大きいのが注目される。一方500°Cおよび700°C圧延試料では常温加工の場合より概して強く、とくに700°Cで20%程度の加工を行なった場合は約700h後に漸く撓み量10mmに達

して破断した。しかし 700°C 圧延でも加工度の大きくなるにつれて短時間で破断する傾向が認められる。500°C 圧延試験料はいずれも撓み速度が遅く、また加工度の大きくなるとともに曲げクリープ特性は幾分改善されるものようである。

Fig. 7 (b) は 16-15-6 型合金を荷重 16 kg で試験した結果であるが、N-3 は 316L-EN と同様冷間加工によつて抗クリープ性がい

ちじるしく害される。500°C および 700°C での熱冷加工では加工度 10% 付近で幾分劣化するが、それ以上の加工度では逆に少しく抗クリープ性向上の傾向が認められる。しかしこの N-3 試料は溶体化のままですでにかなりの強度をもっているため熱冷加工によつて抗クリープ性はほとんど改善されていないといつてよい。N-0 は概して N-3 よりかなり抗クリープ性に乏しく比較的短時間で撓み量 10mm に達するが、N-3 とことなり、溶体化のままではずか数 h で 10mm まで撓むほど強度が小さいため、冷間加工、熱冷加工のいずれによつても溶体化のままよりはかなり高温強度が改善されているもののように見受けられる。

Fig. 8 は 16-15-6 型合金について常温および 500~800°C の各温度で 20% 一定の圧延加工を施したものの

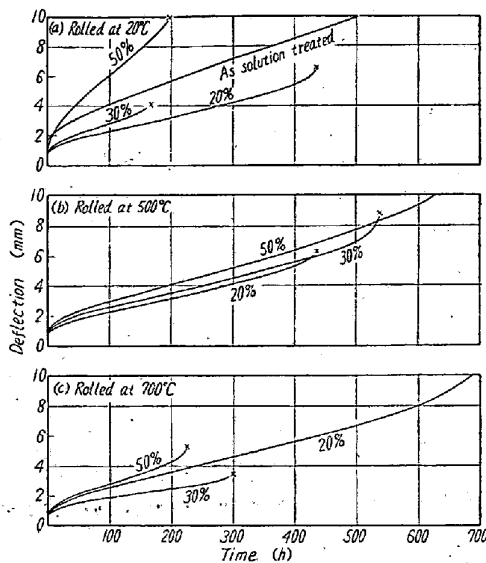


Fig. 6. Effect of reduction by rolling on the bending creep curves of 316 L type steel EN.

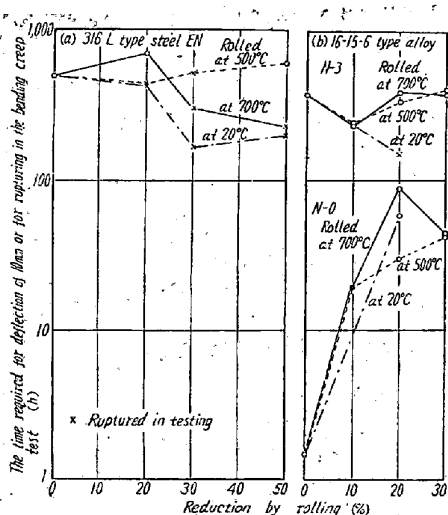


Fig. 7. Effect of reduction by rolling on the bending creep properties at 700°C of 316 L type steel EN and 16-15-6 type alloys.

曲げクリープ特性を圧延温度に対して図示したもので N-0, N-3 の両者とも 600°C および 700°C での熱冷加工の場合に比較的すぐれた抗クリープ性を示し、これより加工温度が高くとも低くとも若干抗クリープ性を劣化せしめることがわかる。

IV. 結 言

316L 型鋼ならびに 16-15-6 型合金について耐熱鋼としての諸性質におよぼす圧延加工の温度および加工度の影響をしらべた。その結果を要約すれば

1. 両鋼種とも多量の N を含むものは 600°C ないし 700°C での熱冷加工による硬度増加がいちじるしい。これは熱冷加工にさいしてオーステナイト中に過飽和に固溶している N が歪時効的に作用し、加工硬化を助長するものと考えられる。
2. 圧延加工の温度が低い場合の変形は主として結晶粒内のじりによつて起り、高温では粒界変形が主となつて粒内のじりはほとんど起らないものと推定される。
3. 加工試片の加熱による軟化は加工温度の低いほど、また加工度の大きいほど概して速やかであるが、N を含む 16-15-6 型合金では加工温度の影響はあまり顕著ではない。
4. N を含む 316L 型鋼の 700°C 曲げクリープ特性は冷間圧延によつてかなり害されるが、500°C 圧延では加工度の大きくなるほど幾分改善され、また 700°C 圧延では 20% 程度の加工度でかなりすぐれた抗クリープ性を示す。
5. 16-15-6 型合金ではとくに N を含まない試料において加工による抗クリープ性改善の効果は認められるが溶体化処理状態ですでにかなりの抗クリープ性を有する約 0.3% の N を含む合金では熱冷加工の効果はあまりいちじるしくなく、また冷間加工ではかえつて抗クリープ性は幾分害される。しかし N を含むものも含めぬもの、20% 加工試片の抗クリープ性は 600°C および 700°C 熱冷加工においてもつともよく、加工温度がこれより高くとも低くとも若干劣化する。(昭和 35 年 6 月寄稿)

文 献

- 1) 岡本, 田中, 佐藤, 石塚: 鉄と鋼, 45 (1959), 517
- 2) 岡本, 田中, 佐藤: 鉄と鋼, 45 (1959), 1351
- 3) 岡本, 田中, 佐藤: 鉄と鋼, 45 (1959), 423

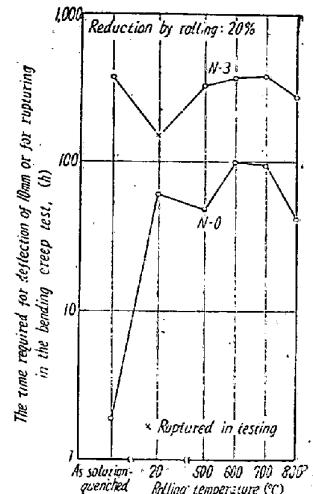


Fig. 8. Effect of rolling temperature on the bending creep properties of 16-15-6 type alloys.