

UDC 669.15'24'26'28-194.56 : 621.785.797 : 620.178.3 : 539.431.015.1

論 文

316 ステンレス鋼の疲れ強さにおよぼす加工熱処理の影響*

石井友之**・Karl Kromp***・Brigitte Weiss***

The Effect of Thermo-Mechanical Treatments on the Fatigue Strength of Type 316 Stainless Steel

Tomoyuki ISHII, Karl KROMP, and Brigitte WEISS

Synopsis:

The fatigue strength at room temperature and microstructure of the type 316 austenitic stainless steel with and without various thermo-mechanical treatments were investigated and the test results by a ultrasonic fatigue testing machine were compared with that by a conventional tension-compression fatigue testing machine.

The 10^6 cycle fatigue strength of type 316 steel increased about 30% by the tensile cold work of 30%, and moreover by the aging treatment of 30hr at 700°C after 20% cold work about a 50% increase of 10^6 cycle fatigue strength was obtained comparing with that of the solution treated steel. These fatigue strengths, however, are a little smaller than that obtained by the treatment, 20% cold working followed by aging of 24hr at 480°C and 216hr at 700°C , which was proposed by Garofalo.

Based on the results of the microstructural survey, it was suggested that the high dislocation density and fine and homogeneous distribution of precipitated M_{23}C_6 carbide contribute to the strengthening of the thermo-mechanical treated steels.

The S-N curves both by ultrasonic and magnetic fatigue testing machines showed an almost similar tendency. Therefore, the advantage of ultrasonic fatigue testing machine in time-saving of the testing of type 316 steel was confirmed.

1. 緒 言

18-8 系のステンレス鋼は耐食性に加えて高温強度が優れていることから、多くの機械装置の材料として使用されているが、その中でも 2% の Mo を含む 316 型オーステナイト鋼は、その優れた諸性質から原子炉用材料としても注目されている¹⁾²⁾。その方面においては従来から多くの研究がなされている耐食性やクリープ特性に加えて、常温ならびに高温での疲れ強さが問題となっており、より高い疲れ強さを持つ材料の開発が要望されている。かつて、GAROFALO は加工熱処理 (25~30% 冷間加工 + 480°C -24hr 時効 + 700°C -216hr 時効、以下この処理を GAROFALO 処理と略記するが本実験においては冷間加工度は 20% とした) により、316 型ステンレス鋼のクリープ破断強さが改善されることを報告している³⁾。そこで本研究は、この方法が疲れ強さを改善する場合にも適用されうるかどうかを検討しようとするもの

であるが、一概に加工熱処理といつても、その疲れ強さへの影響は複雑であり、これが高温の疲れ強さとなると試験片の繰返し負荷による昇温の制御、雰囲気の影響 (特に表面酸化)、回復現象、周波数依存性などが問題となる。ここではその第一歩として常温での疲れ挙動についての検討を行なったものであり、あわせて組織学的検討を行ない、疲れ強さと微細組織との関連性を明らかにしようとした⁴⁾。

また同時に、疲れ試験においては、短時間で正確な疲れ特性を求めることができれば著しく便利であることはいうまでもないが、超音波を用いた疲れ試験機⁵⁾⁶⁾はその周波数が 20kHz と大きく、短時間で多くの繰返し応力を加えることができる反面、試料の昇温や応力分布の測定などに関して問題があるが、著者らの一人により実用化の努力がなされている⁷⁾。そこで本研究においても、数種の加工熱処理を施した鋼の超音波疲れ特性を通常の疲れ試験機による結果と比較することにより、その

* 昭和 48 年 10 月本会講演大会にて発表 昭和 49 年 8 月 29 日受付 (Received Aug. 29, 1974)

** 東京工業大学工学部金属工学科 工博 (Tokyo Institute of Technology, Ookayama, Meguro, 152)

*** ウィーン大学第 2 物理学科 Ph. D (Vienna University)

実用化への可能性を検討した。

2. 実験方法および供試鋼

本実験に使用した鋼は 0.06% C, 2.21% Mo を含む市販 316 鋼で, その化学組成を Table 1 に示す. これらの鋼は 30 mmφ の丸棒として提供され, 1090°C-1hr 水冷の固溶化熱処理ののち各種の引張りによる塑性加工および熱処理を行なつてから試験片を切削した. 本実験で行なつた加工および熱処理条件を Table 2 に示した. A1 は固溶化材, A2~A4 は 10~30% の引張加工材, A5 および A6 は時効材, A7~A12 は加工熱処理材, A13 は前記の GAROFALO の方法になつて加工と熱処理を行なつたものである.

疲れ試験は通常の電磁式引張-圧縮疲れ試験機(Rumul Mikroton 654 2MP, 200Hz, スイス製)で行ない, 一部の代表的な熱処理を施したのものについて, 超音波式引張-圧縮疲れ試験機 (20kHz) による比較を行なつた. 試験片の形状を Fig. 1 に示す. a) は電磁式のためのもので平行部径 3.0 mmφ, b) は超音波式用で, 3.5 mmφ である. いずれの場合も試験片表面を電解研磨し試料の昇温を防ぐ目的でインヒビター (ヒドラジン水化物) を加えた 20°C の水による循環冷却を行なつたが, 超音波式疲れ試験については, さらにパルスによる負荷と休止 (0.05 sec 負荷と 0.2 sec 休止の繰返し) の操作を行ない, 試料の温度上昇は 20°C 以下におさえられた.

組織観察は抽出レプリカ法 (第1段腐食王水, 第2段腐食 10% ブロムアルコール) および薄膜透過法 (過塩

Table 1. Chemical composition of the steel used(wt%).

Steel	C	Si	Mn	Cr	Ni	Mo
316	0.059	0.74	1.31	17.6	11.4	2.21

Table 2. Thermo-mechanical treatments of type 316 steel (solution treated 1 hr at 1090°C).

[Specimen]	Treatment	
	Prestrain in cold work (%)	Heat treatment
A 1	—	—
A 2	10	—
A 3	20	—
A 4	30	—
A 5	—	650°C-300hr
A 6	—	700°C-100hr
A 7	20	700°C-10hr
A 8	20	700°C-30hr
A 9	20	700°C-100hr
A 10	20	700°C-300hr
A 11	20	600°C-100hr
A 12	20	800°C-100hr
A 13	20	480°C-24hr+700°C-216hr (Garofalo treatment)

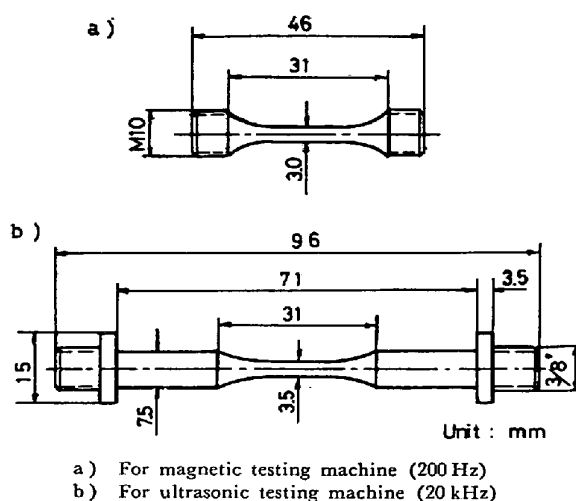


Fig. 1. Test pieces for fatigue testing.

素酸-さく酸による電解研磨) により, Siemens 100kV 電子顕微鏡にて行なつた.

3. 実験結果

3.1 電磁式疲れ試験機による疲れ強さにおよぼす引張加工と熱処理の影響および電頭による組織観察

まず, 通常の電磁式疲れ試験機により, 316 鋼の疲れ

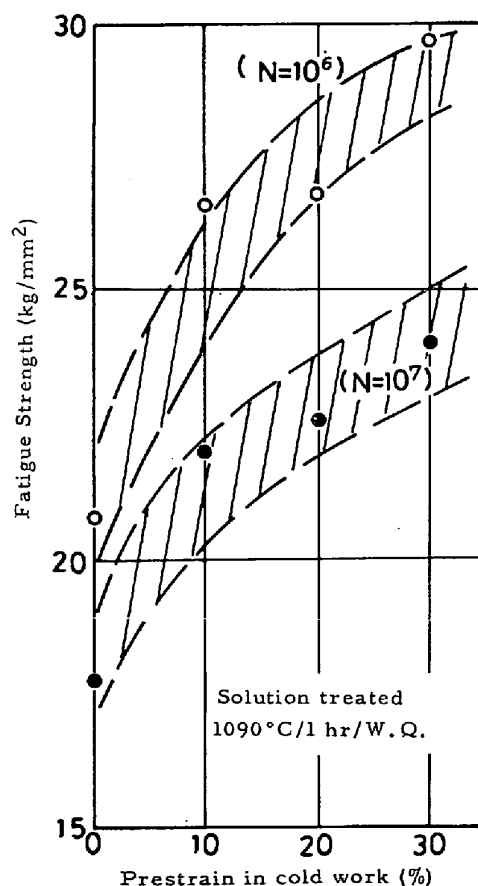


Fig. 2. Influence of cold work on the fatigue strength of type 316 steel.

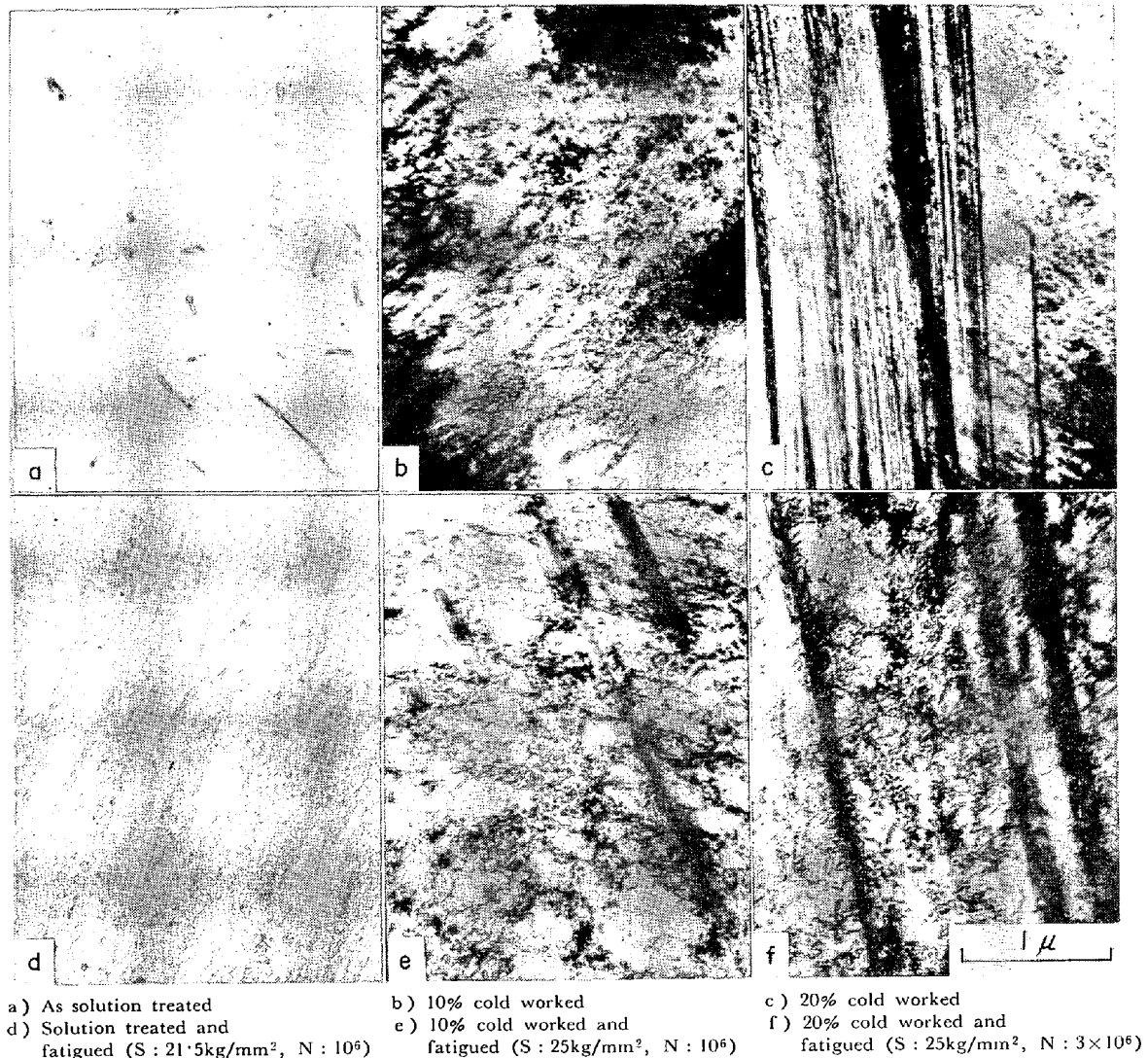


Photo. 1. Influence of cold work and fatigue testing on the microstructure of type 316 steel (by thin foil).

強さにおよぼす加工度、時効処理、加工熱処理の影響を調べ、さらに組織との関連性の検討を行なった結果を以下に述べる。なお、ここでは、各種の処理を施した鋼について、応力振幅と破断までの繰返し数(N)との関係を求めて、その曲線からNが 10^6 回および 10^7 回で破断する応力をそれぞれ、 10^6 回および 10^7 回疲れ強さとした。

3.1.1 引張加工の影響

疲れ強さにおよぼす引張加工の影響を Fig. 2 に示す。 10^6 回および 10^7 回のいずれの疲れ強さも実験した加工度30%までの範囲では加工度とともに増加し、30%加工の場合で固溶化材にくらべて約30%の疲れ強さの向上が認められる。Photo. 1 に引張加工材の疲れ試験前後の透過電顕組織を示す。Photo. 1 a), b), c) に示すように引張加工度が10, 20%と大きくなるにつれて転位密度が増加し、c)の20%加工材では帯状の部分観察される。この帯状の部分はεマルテンサイトで

あるとする報告もみられるが⁸⁾⁹⁾、著者らの一人が研究した範囲¹⁰⁾では変形双晶と考えられる。

Photo. 1 d), e), f) にはそれらの引張加工材の疲れ試験後の組織を示す。固溶化材(Photo. 1, d))では転位密度が著しく増加しており、転位はたがいにからみあつて特定の方向性をもつ分布状態を示している。またPhoto. 1, e) および f) はすでに加工により転位密度が十分高く、疲れ試験により転位密度が増加しているとは認められないが、しかし、一部転位の再配列によるセル化の傾向がある。

3.1.2 高温時効処理の影響

316 鋼は 650°C および 700°C の時効処理により炭化物 M_{23}C_6 がオーステナイト粒内に微細に分散した組織が得られることが明らかにされている¹⁰⁾。このような組織が疲れ強さにどのような影響をおよぼすかを検討するために、 650°C -300hr および 700°C -100hrの2種

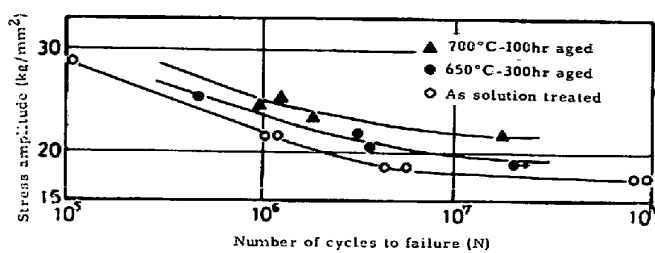


Fig. 3. The S-N curves of type 316 steel with and without aging treatment.

類の時効処理を施した試験片について S-N 曲線を求め Fig. 3 に示した. 固溶化材にくらべて 650°C-300hr 時効では疲れ強さが約 10% ($N=10^7$ 回), 700°C-100hr 時効では 20% の増加が認められる. このことから, オーステナイト粒内の析出炭化物が疲れ強さの向上に寄与していると考えられる.

3.1.3 加工熱処理の影響

前節で述べたように疲れ強さは引張加工および高温時効のいずれによっても改善されることが明らかにされたが, 以下に両者を組み合わせた加工熱処理の影響を検討

した.

1) 20% 加工後の 700°C での時効時間が疲れ強さにおよぼす影響

20% の引張加工後 700°C で 10~300hr の時効処理を施した試料の疲れ強さと時効時間の関係を Fig. 4 a) に示す. 疲れ強さは時効時間とともに高くなるが, 約 30~100hr 程度で飽和する傾向がみられ, その値は 20% 加工のみの鋼にくらべて 15% の増加にあたる. 次に, 20% 加工材の時効にともなう組織変化を Photo. 2 に抽出レプリカ法および Photo. 3 に透過法による電顕写真で示した. 観察される析出物は 30hr では $M_{23}C_6$ のみであるが, 300hr 時効では $M_{23}C_6$ と一部 Laves 相 (Fe_2Mo) も共存していることが電解抽出残渣の X 線解析により明らかにされた. Photo. 2 にみられるように 10hr 時効では析出物の量はあまり多くないが, 30hr では粒内析出が明らかに観察され, 同様に 100 および 300hr でも粒内に微細な $M_{23}C_6$ が分散しているが, 300hr では一部炭化物の凝集の傾向も認められる. 10hr 程度の時効では Photo. 3 にみられるように転位密度は Photo. 1

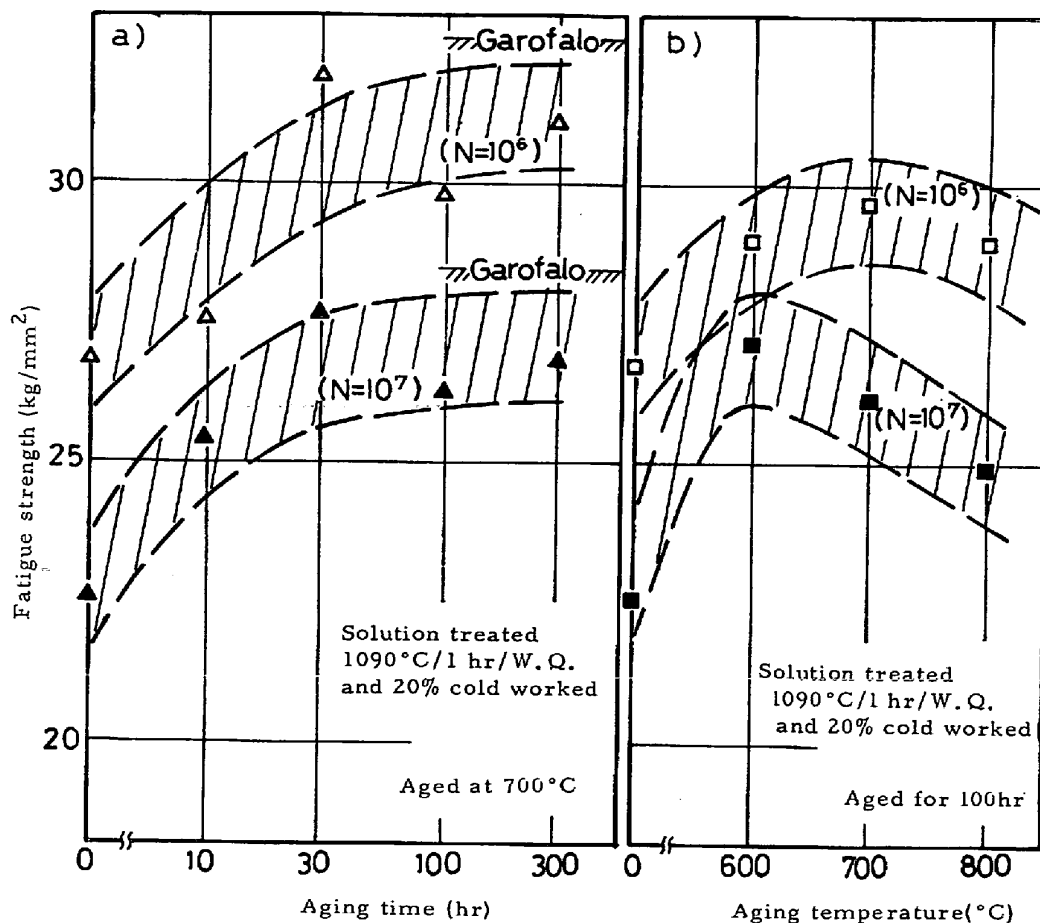


Fig. 4. Influence of thermo-mechanical treatment on the fatigue strength of type 316 steel.

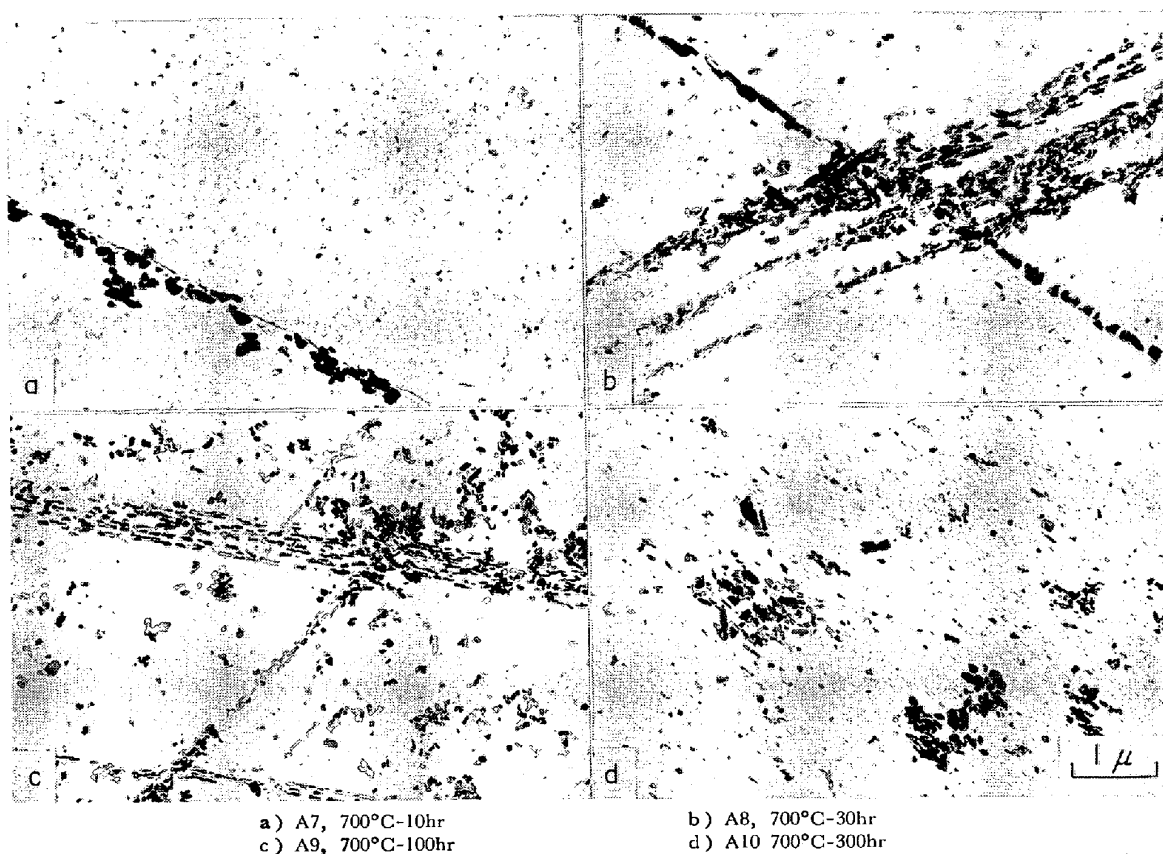


Photo. 2. Distribution of $M_{23}C_6$ carbide particles in thermo mechanical treated type 316 steels (by extraction replica, 20% cold worked)

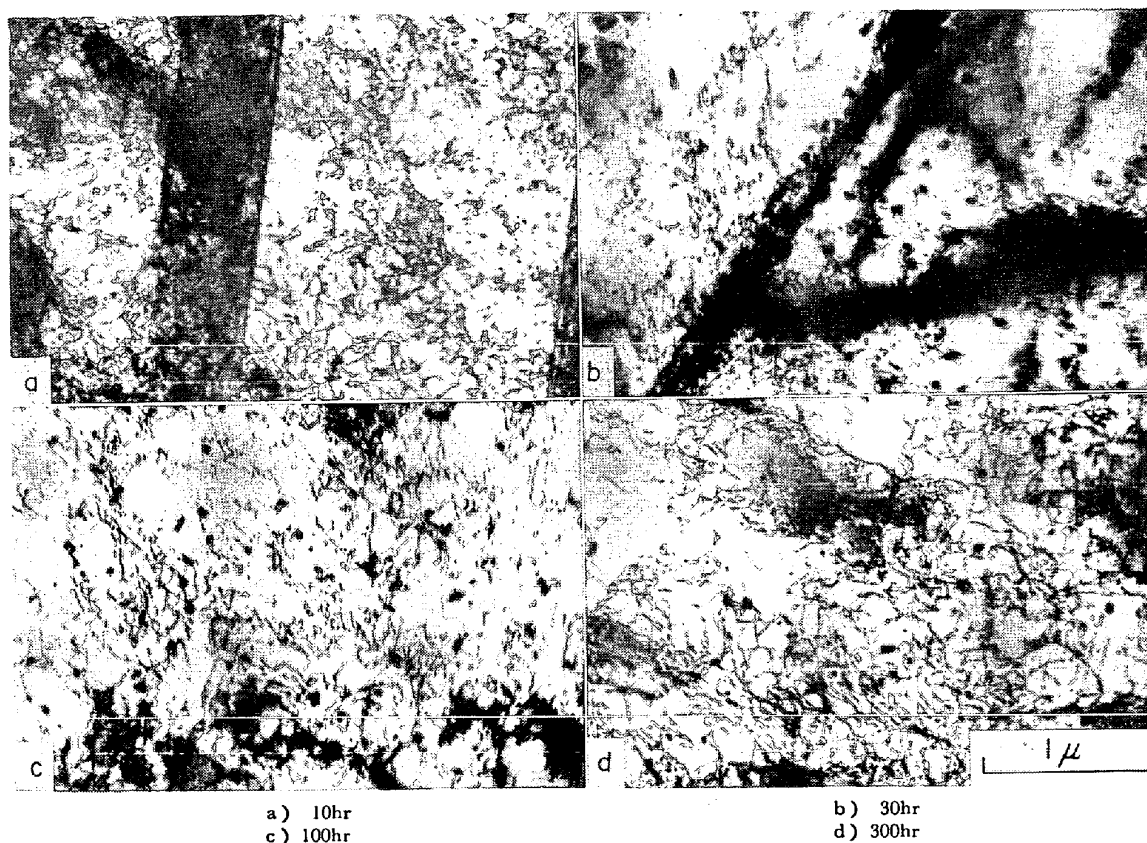


Photo. 3. Influence of aging time at 700°C on the microstructure of 20% cold worked type 316 steel (by thin foil).

c) の 20% 加工材と大きな差異は認められない。また 100hr 時効では Photo. 3 c) に見られるようにからみあつた転位上に $M_{23}C_6$ が析出していることがわかる。さらに 300hr になると転位密度がやや減少して回復が起こりつつあることを示しており析出物もより大きく成長している。

2) 20%加工後の時効温度が疲れ強さにおよぼす影響

前節の結果より、100hr 程度の時効で十分その疲れ強さが高くなることが明らかとなつたので、時効時間を 100hr 一定とし、600°C、700°C および 800°C で時効処理を施し、時効温度と疲れ強さとの関係を求めて Fig. 4 b) に示した。この図から、 10^6 回疲れ強さの場合は 700°C で最高値を示し、 10^7 回では温度が高いほど強度が低い。ここで共通していえることは、800°C の時効は疲れ強さの点からは不適当といえる。この原因をしらべるために、Photo. 4 に 20% 加工後 600~800°C で時効した鋼の透過電顕写真の数例を示す。600°C の時効では 20% 加工材と比較して、転位密度に明らかな差は認められず、また析出炭化物も非常に微細であると考えられる。700°C では析出物が粒内全面に微細に分散しているのがわかる。800°C では粗大な炭化物が粒内にみら

れ粒内の転位密度は減少し、一部小傾角粒界もみられ、回復の傾向を示している。

3) GAROFALO 処理が疲れ強さにおよぼす影響

GAROFALO 処理は前節の加工熱処理と比較して、700°C 時効の前に低温時効処理 (480°C-24hr) をするところに特徴がある。この処理を施した鋼の疲れ強さを Fig. 4 a) 中に示した。この鋼の疲れ強さはいずれの鋼よりも高い値を示し、この処理が疲れ強さにおいても有効であることを示しているが、A 8 鋼 (20% 加工+700°C-30hr) との差はそれほど大きくない。Photo. 5 に GAROFALO 処理鋼と A 8 鋼の電顕組織を比較して示した。a) および b) は抽出レプリカ組織で、GAROFALO 処理を施した鋼の炭化物の分散状態は A 8 鋼のそれに比較して、より微細かつ均一である。これは c) および d) の透過電顕写真でも明らかで、GAROFALO 処理材はわずかに転位密度が高く、かつ、それらの転位のからみあつた所で、析出が起こっていることがわかる。

3.2 引張試験結果

前節まで述べてきたような加工熱処理が、ほかの機械的性質たとえば引張挙動におよぼす影響は興味深い問題である。そこで、固溶化材、20% 加工材、20% 加工+

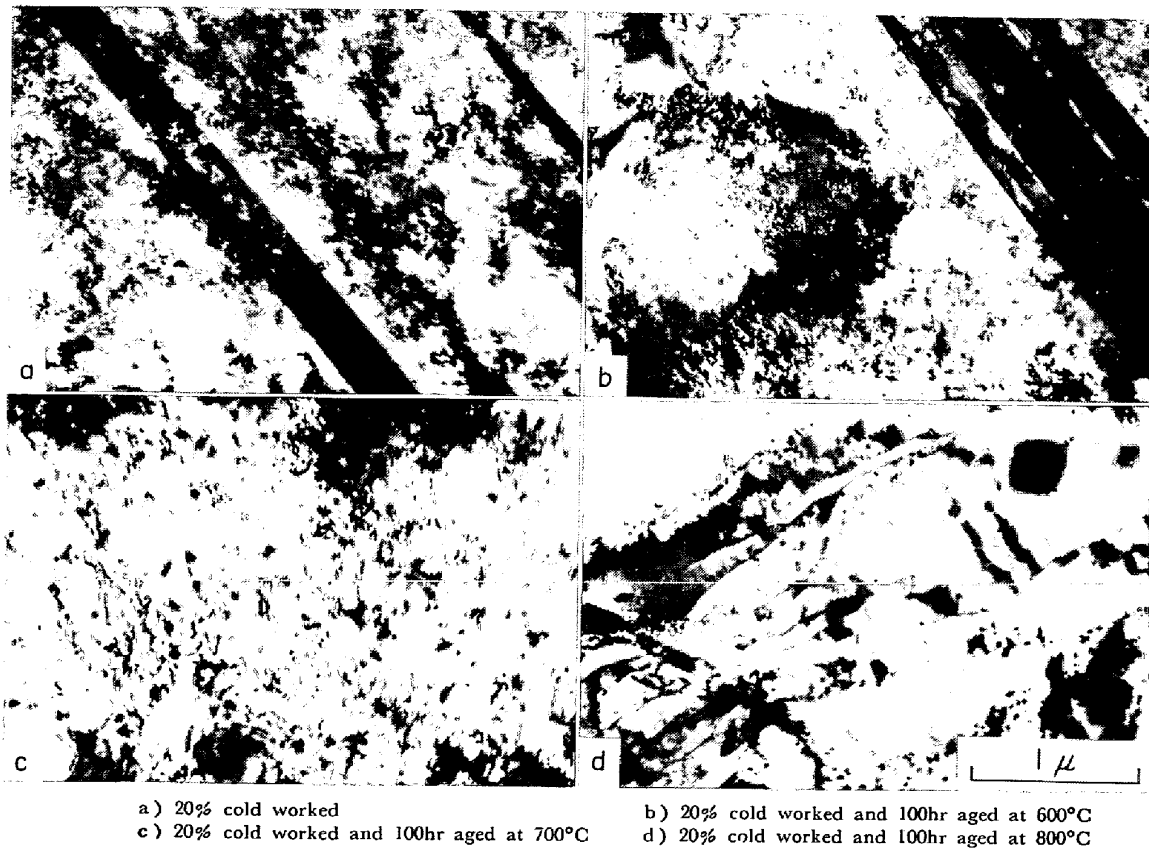
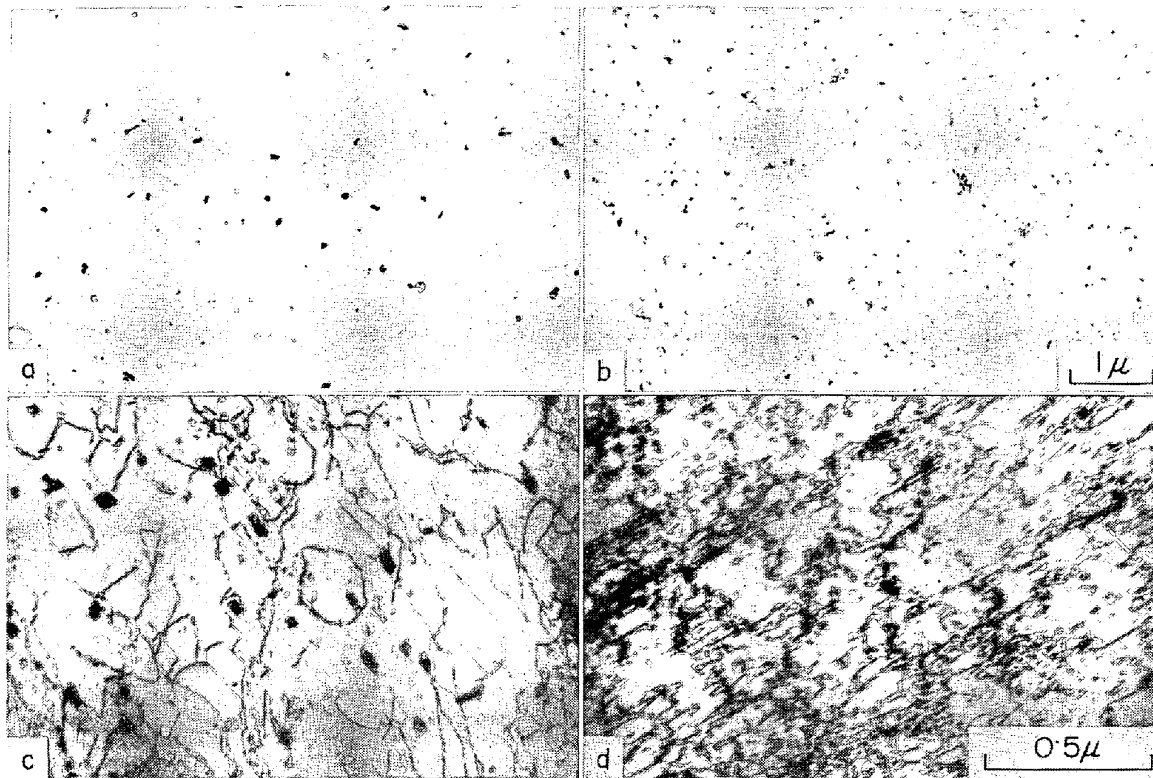


Photo. 4. Influence of aging temperature on the microstructure of 20% cold worked type 316 steel (by thin foil).



a) and c) 20% cold worked and 30hr aged at 700°C
b) and d) Garofalo treated
a) and b) Before fatigue testing, extraction replica
c) After fatigue testing (S : 31.5kg/mm², N : 1.0×10⁶), thin foil
d) After fatigue testing (S : 31.5kg/mm², N : 1.1×10⁶), thin foil

Photo. 5. Comparison of microstructure of two thermo-mechanical treated type 316 steels.

Table 3. Tensile and fatigue strength of some thermo-mechanical treated type 316 steels.

Specimen	Treatment	Tensile strength (kg / mm ²)		Fatigue strength (kg / mm ²)	
		0.2% Proof stress	Ultimate strength	N = 10 ⁶	N = 10 ⁷
A 1	As solution treated	37	62	22	18
A 3	20% cold worked	60	72	27	23
A 9	20% cold worked and 100hr aged at 700°C	57	73	30	26
A 11	20% cold worked and 100hr aged at 600°C	61	75	29	27

600°C-100hr 時効材 および 20% 加工+700°C-100hr 時効材の4試料について、引張試験を行ない、その結果を疲れ強さに対応させて Table 3 に示した。固溶化材の耐力 および引張強さはそれぞれ 37 および 62 kg/mm² であるのに対して、これを 20% 加工するとそれぞれ、60 および 72 kg/mm² へと増加するが、さらに時効処理を施しても、それらにはほとんど差がみられない。このことは疲れ強さが、加工後の時効により大きく増加する点と大きな相違である。

3.3 超音波式疲れ試験

以上述べてきた疲れ試験は、すべて通常の電磁式疲れ試験機 (200Hz) で行なってきたが、代表的な処理を施した鋼についての超音波式疲れ試験機 (20kHz) との比較を以下に示す。Fig. 5 b) には通常の 200Hz 疲れ試験機による代表的な疲れ強さを示す固溶化材、20%加工材、A8 処理材および GAROFALO 処理材の S-N 曲線を示す。同様にそれらの各処理を施した鋼の超音波式疲れ試験機による結果を a) に示す。両試験による強度レベ

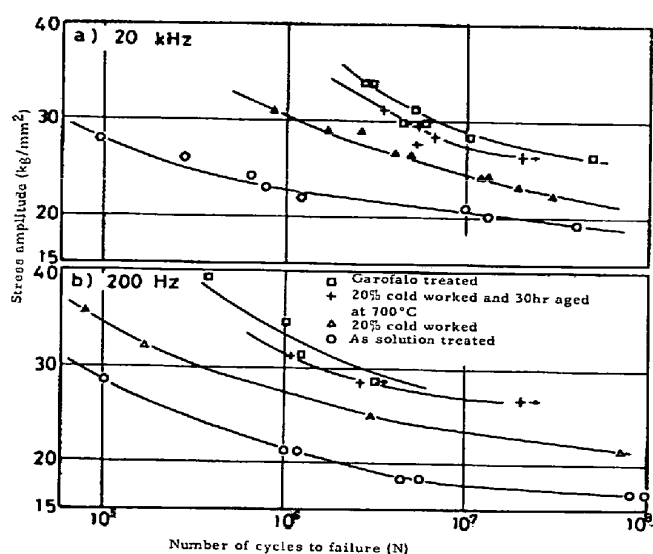


Fig. 5. The S-N curves of some thermo-mechanical treated type 316 steels by ultrasonic (a) and magnetic (b) testing machine.

ルにやや差のみられるものもあり、S-N曲線の形状も完全に一致しているとはいえないが、両者の試験結果は比較的良好な一致を示しているということができ、本実験で用いた超音波式疲れ試験機が316鋼の疲れ強さを比較する上でも十分な精度を持っているといえ、本研究のような多種の処理を施した材料の疲れ特性を測定する場合には有効な手段と考えられる。

4. 考 察

本研究で明らかとなつた加工と熱処理の組み合わせによる疲れ強さの増加の原因については次のように考えられる。まず第1に加工によつて、粒内の転位密度は増加し、同時に Photo. 1 b) に見られるような転位網が形成される。この加工によつてすでに疲れ強さは増加するが、それはこれらの転位網の形成によつて、疲れ試験中の転位の運動が妨げられるためと考えられる。しかし、繰返し応力が高くなるとこれらの転位は再配列の傾向を示すようである。第2には、時効処理を施すことによつて、Photo. 3 に見られるように転位節上に $M_{23}C_6$ 炭化物の析出が起こり、それらの炭化物が、その後の転位の運動の障害になると同時に転位の再配列を妨げるため、さらに強度が増加するものと考えられる。また、小切間ら¹¹⁾も 15Cr-8Mo 鋼の冷間加工材が高い高温疲れ強さを持つことを明らかにしており、やはり粒内に微細に分散した炭化物による強化機構を示唆している。なお、時効処理については、700°C で 30~100hr 程度の時効によつて析出する $M_{23}C_6$ が最も好ましく、それ以上の長時間では炭化物が粗大化し、かえつて、強度が低下する

ようである。また、GAROFALO 処理は、さらに微細かつ均一な炭化物の分散を導き、かつ疲れ強さも高い。しかし、A8 処理鋼との差は比較的小さく、その処理の複雑さを考慮すると後者で十分とも考えられる。なお、GAROFALO 処理中の前時効の意味については、この処理が多数の炭化物核を発生させて、炭化物の微細化に寄与しているものと推察されるが、その詳細は明らかではない。

疲れ試験において、しばしば問題となることの1つに負荷中における試料の発熱による温度上昇の問題がある。周波数が 200Hz においては試料の温度上昇は比較的小さく、水冷により 20°C に保たれるが、超音波式疲れ試験 (20kHz) の場合はこの温度上昇が大きく、しばしば問題となるが、本研究では負荷と停止を交互に繰返すと同時に試験片周囲を水冷することにより、試験片の昇温が 20°C 以下に保たれその影響をとりぞくことができたと考えられる。また、Fig. 5 a) において、超音波式疲れ試験結果の応力振幅を kg/mm^2 でとつてあるが、実際に実験によつて測定される値は試験片端における振幅であり、これらの計算に関しては著者らの一人が別報¹²⁾にて詳述しているが、絶対値そのものはやや精度が低い。しかし、試験片形状が同一の場合は振幅が応力に比例することは明らかなので、それらの各処理材間の疲れ特性の順序は十分な精度を持っているといえよう。したがつて、短時間で多くのデータが得られるという利点を持つ超音波式疲れ試験機が、本研究のような材料特性を比較する場合には大いに有効であると考えられる。

本実験においては疲れ試験を室温 (20°C) で行なつているが、これはこの材料がなお高温で使用する機会が多いことを考えれば、さらに高温での検討が必要になるものと考えられる。

5. 結 論

Mo を含む 316 ステンレス鋼の疲れ強さにおよぼす引張加工および高温時効の影響をしらべて、微細組織と疲れ強さとの関連性を検討するとともに、超音波式疲れ試験機と通常の電磁式疲れ試験機による疲れ試験の結果の比較を行ない、次のような結論を得た。

1) 固溶化材に引張加工のみを加えた場合には、加工度 30% までの範囲では、疲れ強さは加工度とともに増加し、固溶化材にくらべて 10^6 回疲れ強さで約 30% の疲れ強さの向上となる。

2) 20% 加工材に 700°C 時効処理を施すと、さらに疲れ強さは増加するが、30~100hr の時効で飽和する傾向がみられるが、固溶化材にくらべて 10^6 回疲れ強さは

約 50% 増加する。

3) 時効時間を 100hr に一定して時効温度の影響をしらべた結果では、時効温度として 700°C 付近が適当で、800°C では低い強度となる。

4) GAROFALO が提唱した加工熱処理 (20% 加工 + 480°C-24hr 時効 + 700°C-216hr 時効) を施した鋼は前述の 20% 加工 + 700°C-30hr 時効処理材よりもさらに疲れ強さが高く、かつ、組織的にも転位密度が高く、また炭化物が微細均一に分布している。しかし、700°C-30hr 時効材との疲れ強さの差はわずかであり、GAROFALO 処理が 2 段時効を要するという複雑さを考慮すれば、20% 加工後 700°C-30~100hr 1 回だけの時効処理を施す場合にくらべて GAROFALO 処理の利点は大きいとはいえない。

5) 加工熱処理を施した鋼は高い密度の転位と、粒内に微細に分散した析出 $M_{23}C_6$ 粒子が観察され、それらの組織が転位の運動の障害となり、疲れ強さが増すものと推察される。

6) 超音波式疲れ試験機は電磁式疲れ試験機と非常に良い対応を示す結果を与えたことから、短時間で多くのデータが得られるという利点を持つ超音波式疲れ試験機が、本研究のような材料特性を比較する場合には大いに有効であることが明らかとなった。

本研究の遂行にあたり、御援助いただいた Dr. R. STICKLER 教授をはじめとする ウィーン大学の方々ならびに論文原稿の御査読いただきました東京工業大学田中良平教授に深く感謝いたします。

文 献

- 1) 長谷川, 米沢: 鉄と鋼, 56 (1970), p. 446
- 2) 斎藤: 金属便覧(日本金属学会編), (1968), p. 1169 [丸善]
- 3) F. GAROFALO, F. von GEMMINGEN and W. F. DOMIS: Trans. ASM, 54(1961), p. 431
- 4) T. ISHII, K. KROMP, and B. WEISS: Arch. Eisenhüttenw., 45 (1974), p. 803
- 5) 菅野, 栗谷, 吉川: 日本金属学会誌, 23(1959), p. 505
- 6) 田中: 日本機械学会誌, 64 (1961), p. 1498
- 7) W. KROMP, K. KROMP, H. BITT, H. LANGER and B. WEISS: Ultrasonics International Conf. Proceedings (1973) London
- 8) P. A. BLENKINSOP and J. NUTTING: JISI, 205 (1967), p. 953
- 9) 西山: 鉄と鋼, 55 (1969), p. 1041
- 10) B. WEISS and R. STICKLER: Met. Trans., 3 (1972), p. 851
- 11) 小切間, 平山: 日本金属学会誌, 35 (1971), p. 135
- 12) B. WEISS: Aluminium, 48 (1972), p. 741