

© 1987 ISIJ

極低温におけるステンレス鋼鑄造材の機械的性質

論文

緒 形 俊 夫*・石 川 圭 介*2

Mechanical Properties of Cast Stainless Steels at Low Temperatures

Toshio OGATA and Keisuke ISHIKAWA

Synopsis:

In order to estimate and predict the strength of cast or welded structural materials at 4 K, the mechanical properties of columnar parts of cast austenitic stainless steels were investigated. Compared with hot-rolled materials, the mechanical properties of cast materials at 4 K were reduced to 65–84% in tensile properties and 26–36% in absorbed energy. Fracture surface of tensile and impact specimens at 4 K showed the retained dendrite morphology and cracks were observed in matrix. The impact properties of cast materials at 4 K were improved by solution heat treatment. The mechanical properties of cast materials were affected by not only delta-ferrite content but also solidification structures.

1. 緒 言

極低温用構造材料は超電導利用機器を中心とした応用面で重要視されている。極低温用構造材料としてオーステナイト系ステンレス鋼が主に用いられている。近年極低温利用技術の進歩に伴い、これらの材料の使用場所も増加し、溶接を伴った大型構造物あるいは鑄造材が使われ始めている。鑄造材の実際的な応用例としては、超電導マグネットを用いた加速器の直径 50 cm の遠心鑄造材が挙げられる¹⁾。鑄造材の凝固組織は溶接材の溶着金属部の組織より粗大化しているが、溶接材のそれと良く似ているため密接な関係がある。これまでオーステナイト系ステンレス鋼の凝固組織についての研究は十分に行われている^{2)~5)}。そして溶着金属の極低温での機械的性質⁶⁾、溶接部の極低温での機械的性質に及ぼす δ フェライトの影響⁷⁾⁸⁾、低温での衝撃特性の合金成分からの予測^{9)~12)}、また鑄造材の強度に及ぼす δ フェライトの影響等^{13)~17)}については調べられてきているが、強度と凝

固組織との関連を見た報告はまれであり、極低温での衝撃特性の報告は少ない。

著者らはこれまでオーステナイト系ステンレス鋼の極低温における材料特性を把握するため、冷間圧延とニッケル当量の影響¹⁸⁾および電子ビーム溶接の影響¹⁹⁾などについて明らかにしてきた。そこで今回はこれまでの報告を踏まえた上で、ステンレス鑄造材の極低温での衝撃特性を求めるとともに、ステンレス鋼の凝固組織の強度および靱性の凝固組織との関連について調べた。

2. 実験方法

供試材は極低温でも用いられるオーステナイト系ステンレス鋼の SUS 304L (304L) と SUS 316L (316L) および比較材として極低温でも α' -マルテンサイトを生じない SUS 310S (310S) そして高マンガン鋼 (25 Mn 鋼) である。Table 1 に各鋼の化学成分を示す。高周波真空溶解炉を用いて 1 チャージ 3.8 kg を溶解し押し湯付き金型 (55×55×140 mm) に鑄込んだ。鑄造後のマク

Table 1. Chemical composition of the steels (wt%).

	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo	Al	Nb	N
304L	0.012	0.69	1.69	0.034	0.026	10.24	18.1	—	—	—	—
310S	0.07	0.77	1.65	0.021	0.003	19.76	24.50	—	—	—	—
316L	0.019	0.52	0.86	0.031	0.004	12.75	16.55	2.15	—	—	—
25Mn	0.22	0.86	25.6	0.024	0.001	0.97	4.67	—	0.009	0.043	0.040

昭和 60 年 10 月本会講演大会において発表 昭和 61 年 1 月 6 日受付 (Received Jan. 6, 1986)

* 金属材料技術研究所筑波支所 (Tsukuba Laboratories, National Research Institute for Metals, 1-2-1 Sengen Sakura-mura Niihari-gun Ibaraki pref. 305)

*2 金属材料技術研究所筑波支所 工博 (Tsukuba Laboratories, National Research Institute for Metals)

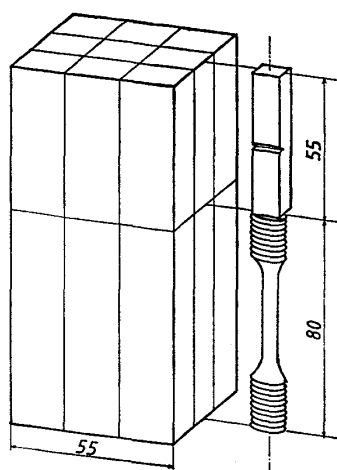


Fig. 1. Arrangement and dimensions of tensile and impact specimen (unit : mm).

組織を王水により顕出した。溶接材の溶着金属部と類似性がありかつ材料の凝固速度を推察しやすい柱状晶部での機械的性質を調べるため、Fig. 1 に示すように鋼塊の周辺部から高さ方向に平行に試験片を採取した。引張試験片の平行部直径は 6.25 mm、平行部長さは 32 mm であり、衝撃試験片は JIS 4 号 シャルピー試験片である。引張試験および衝撃試験をそれぞれ常温 (293 K)、液体窒素温度 (77 K) そして液体ヘリウム温度 (4 K) において行つた。引張試験における初期歪み速度は $3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ である。4 K におけるシャルピー衝撃試験は試験片を厚さ 3 mm の発泡スチロール板で包み、液体ヘリウムを流しながら行つた²⁰⁾。

試験部位のデンドライト組織をしゅう酸水溶液電解腐食 (0.2 A/cm^2 , 40 s) によつて顕出した。デンドライト

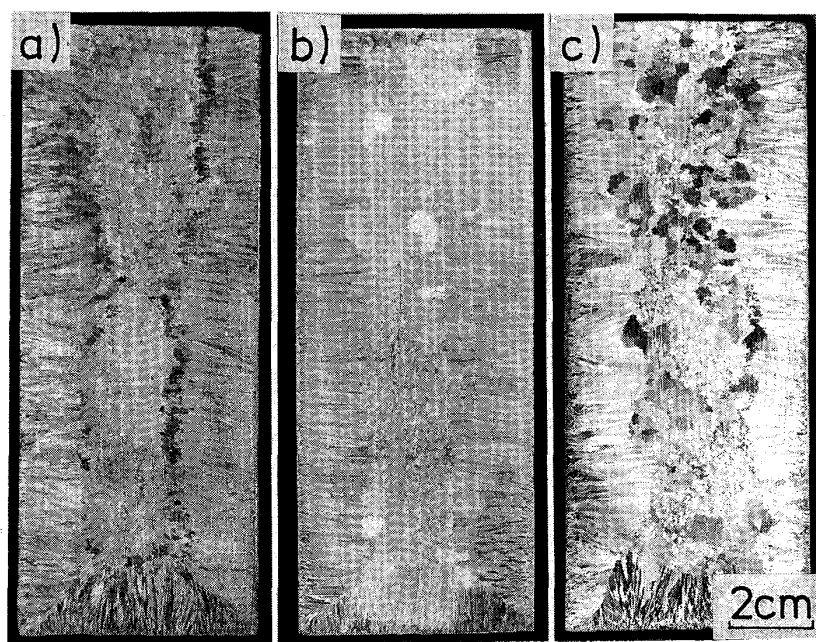
成長方向に垂直な面において 1 個のデンドライトの占める平均の面積を測定し、その平方根から 1 次デンドライト・アーム・スペーシングを求めた。またデンドライト成長方向に平行な面において 2 次アームの平均間隔を求め 2 次デンドライト・アーム・スペーシングとした。フェライト量をフェライト・スコープ (FISHER 社製) によつて測定した。材料の低温での延性に影響を与える δ フェライト生成およびオーステナイトの安定性に及ぼす合金元素の影響を調べるため、クロム (Cr)、ニッケル (Ni)、モリブデン (Mo) の偏析比 (デンドライト樹間部の溶質元素濃度/デンドライト中心部の溶質元素濃度) をエネルギー分散型 X 線分析装置 (EDAX) によつて定量した。凝固組織の強度分布を調べるため、マイクロ・ビッカース硬度計によりデンドライト樹間部とデンドライト中心部の硬度を測定し、デンドライト樹間部とデンドライト中心部の硬度比を求めた。

引張試験および衝撃試験後の破面を走査型電子顕微鏡によつて観察した。SUS 304L, 316L では 1100°C , 30 min, 水冷の固溶化熱処理を施した材料についても同様の試験を行つた。本実験で得られたデータの比較検討のため、既報告の熱間圧延板における結果¹⁸⁾を熱間圧延材とし、また電子ビーム溶接材における結果¹⁹⁾を溶接材として参照した。

3. 実験結果

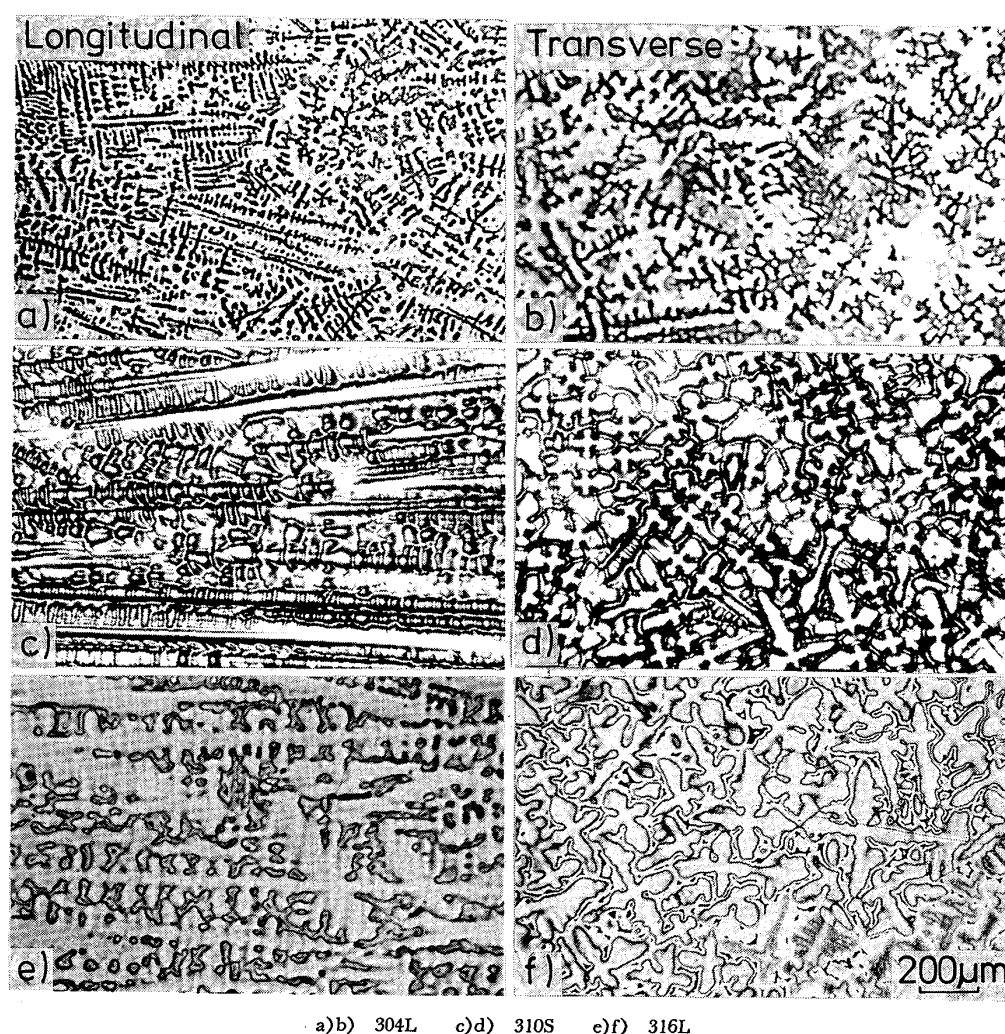
3.1 凝固組織

Photo. 1 に顕出した鋼塊のマクロ組織を示す。鋳型から中央部に向つて 15 から 20 mm 程度柱状晶が伸び



a) 304L b) 310S c) 316L

Photo. 1. Macrostructures of the steels.



a)b) 304L c)d) 310S e)f) 316L

Photo. 2. Microstructures of longitudinal sections and transverse sections.

Table 2. Ferrite content (vol%), dendrite arm spacings and segregation ratio of the steels.

	Ferrite content (%)	Dendrite arm spacing (μm)		Segregation ratio			Vickers hardness ratio
		Primary	Secondary	Cr	Ni	Mo	
304L	5	—	25-40	1.15	1.26	—	1.22
310S	0	158	40	1.10	1.03	—	1.04
316L	0.8	208	48	1.11	1.15	2.06	1.15

鋼塊中央部は等軸晶となつている。

Photo. 2 に試験片を採取した部位 (シャルピー試験片ノッチ中央部) の柱状晶に平行な方向 (Longitudinal) および垂直な方向 (Transverse) の各鋼種のデンドライト組織を示す。304L は本実験では柱状晶が十分伸びた視野が得られなかつた。25 Mn 鋼においては、明瞭なデンドライト組織が得られなかつた。

Table 2 に測定したフェライト量、デンドライト・アーム・スペーシング、偏析比および硬度比の結果を示す。この結果フェライト量は SUS 304L において 5% 程度見られるが、316L では微量であり 310S では検出

されなかつた。デンドライト・アーム・スペーシングは 1 次が 160~200 μm 、2 次がほぼ 40 μm であつた。この測定結果を梶山ら²⁾ のデータと比較して、本実験に用いた鋼塊の試験片採取部での平均冷却速度を概算するとおよそ 1°C/s である。また Cr および Ni の偏析比は 1.1 から 1.2 程度で SUS 316L における Mo の偏析比は約 2 であつた。凝固組織の硬度比は Ni の偏析比と対応し、1 から 1.2 程度でデンドライト樹間部の方が硬度が高かつた。フェライト量、硬度比とも固溶化熱処理によって変化しなかつた。

3.2 引張特性

Fig. 2 に 4 K における 310S および 304L の熱間圧延材および鋳造材それぞれの応力-変位曲線を示す. 熱間圧延材と比べて鋳造材では強度が低下しているとともに, 特に 310S では極低温特有の不連続変形 (セレーション) が生じるまでの変位量が増加している. これは 25 Mn 鋼でも同様の傾向を示していた.

Photo. 3 に引張試験後の試験片の様子を SUS 316L の例で示す. 293 K では試験片表面の凹凸が激しく粗大な凝固組織の影響がはつきりと現れ, Table 2 の硬度比でも明らかに材料内の強度差が顕著であることを示している. 凝固組織の影響は低温になるにつれて減少している.

各温度での引張試験の 0.02% 耐力および引張強さ結果を Fig. 3a) に示す. 低温になるにつれて鋳造材と熱間圧延材との差が広がり, 特に引張強さが熱間圧延材と比べて大きく低下している. 鋼種によつて低下の度合いが多少異なるが, 熱間圧延材の 65~84% となつている.

Fig. 3b) に伸びの試験温度による変化を示す. 引張

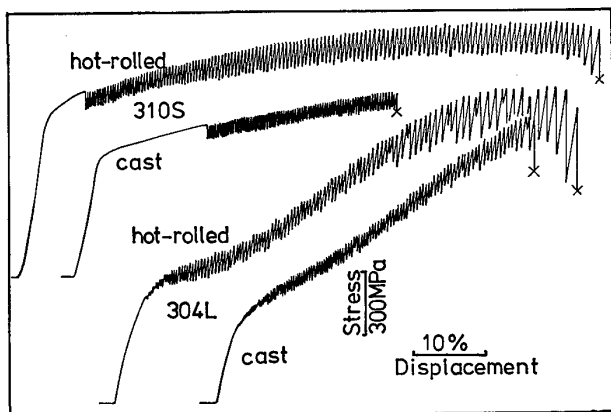


Fig. 2. Stress-displacement curves of hot-rolled and cast specimens for 310S and 304L at 4 K.

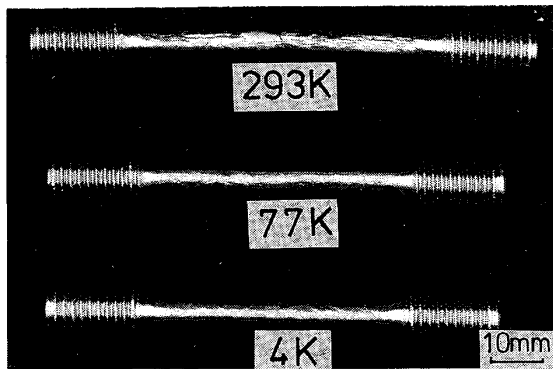
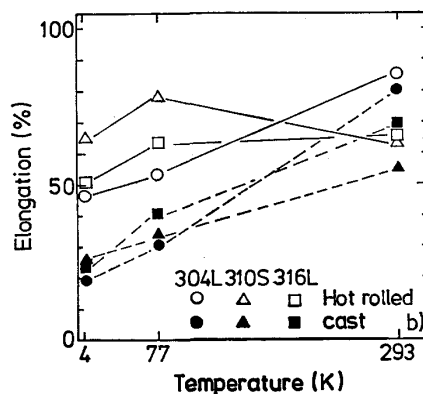
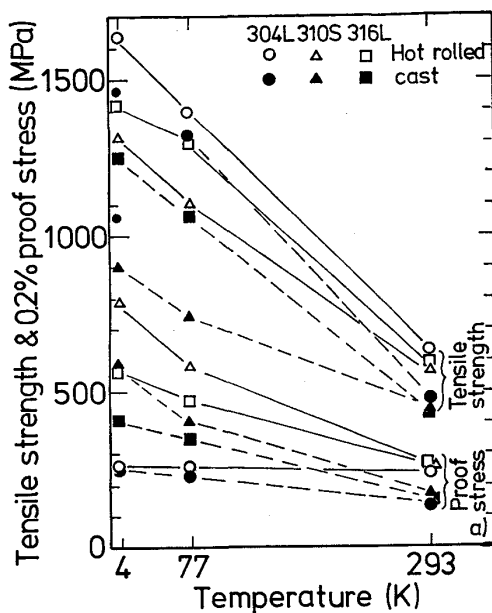


Photo. 3. Fractured specimens at various temperatures for 316L.



a) Tensile strength and 0.2% proof stress
b) Elongation

Fig. 3. Tensile properties of the cast and hot-rolled steels.

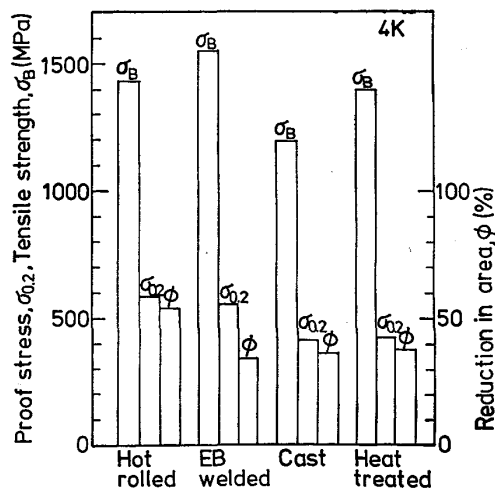


Fig. 4. Comparison of tensile properties for 316L at 4K in hot-rolled, welded and cast materials.

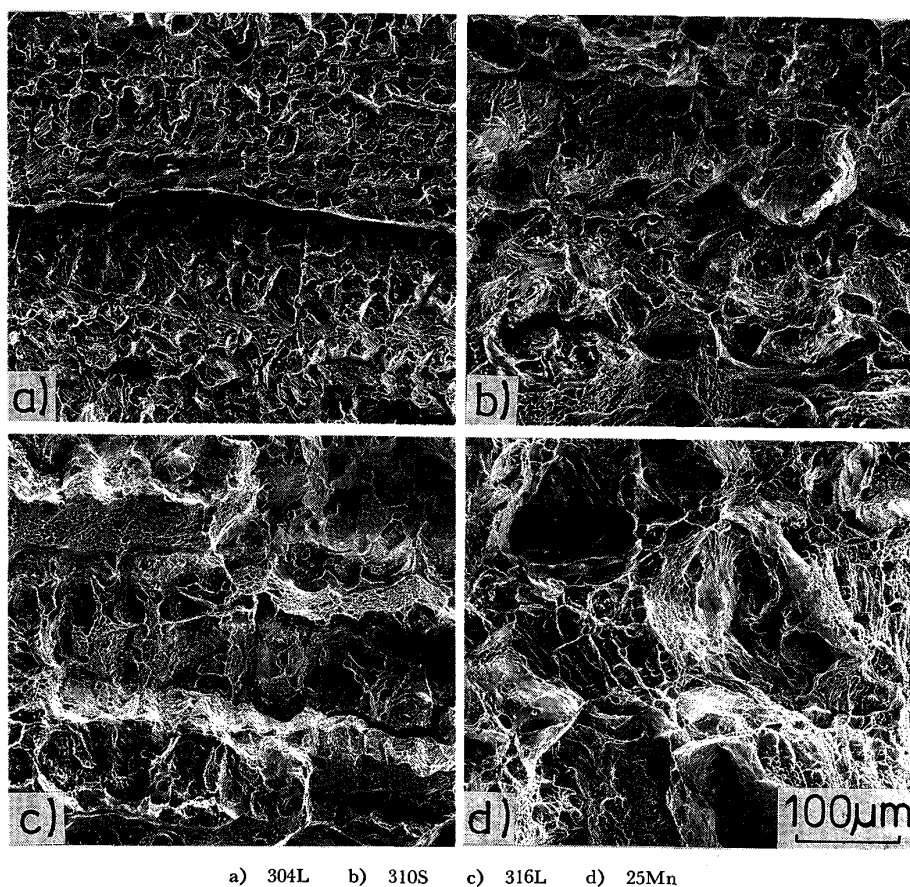


Photo. 4. SEM fractographs of fractured surface of tensile test specimens.

強度での結果と同様に低温になるにつれて熱間圧延材と casting 材との差が広がっている。 casting 材の 4 K では鋼種による伸びの差が小さく約 20 数%で、熱間圧延材のほぼ半分になっている。

Fig. 4 にこれまで行ってきた熱間圧延材¹⁸⁾、電子ビーム溶接材¹⁹⁾、 casting 材そして固溶化熱処理材の引張特性の変化を 316L の例で示す。類似の凝固組織を有する溶接材と比較して、 casting 材は諸特性が低下している。

4 K での引張試験後の破断面の走査型電子顕微鏡による観察結果を Photo. 4 に示す。凝固組織であるデンドライトの痕跡がはつきりと残っている。破面には一部デンプル状の延性破面も見られるが、デンドライト樹間と見られる部位にクラックが観察されるなど、全体としては擬へき開状の延性に乏しい破面を呈している。なお、25 Mn 鋼は十分デンドライト組織が発達しなかつたためか、クラックも少なく延性破面を多く示している。

3.3 衝撃特性

シャルピー衝撃試験によつて得られた吸収エネルギーの試験温度に対する変化を Fig. 5 に示す。吸収エネルギーは温度とともに減少するが、ステンレス鋼 casting 材の

4 K での吸収エネルギーは熱間圧延材の 26~36% にまで低下し、50~80 J であつた。25 Mn 鋼では casting 材と熱間圧延材との差はほとんどなかつた。なお、304L と 316L の固溶化熱処理を行った材料では、熱間圧延材の

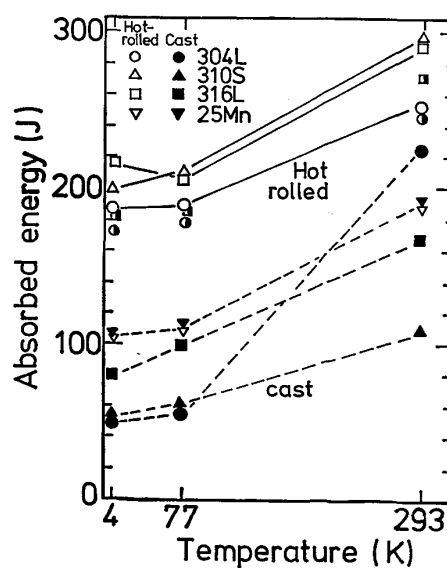
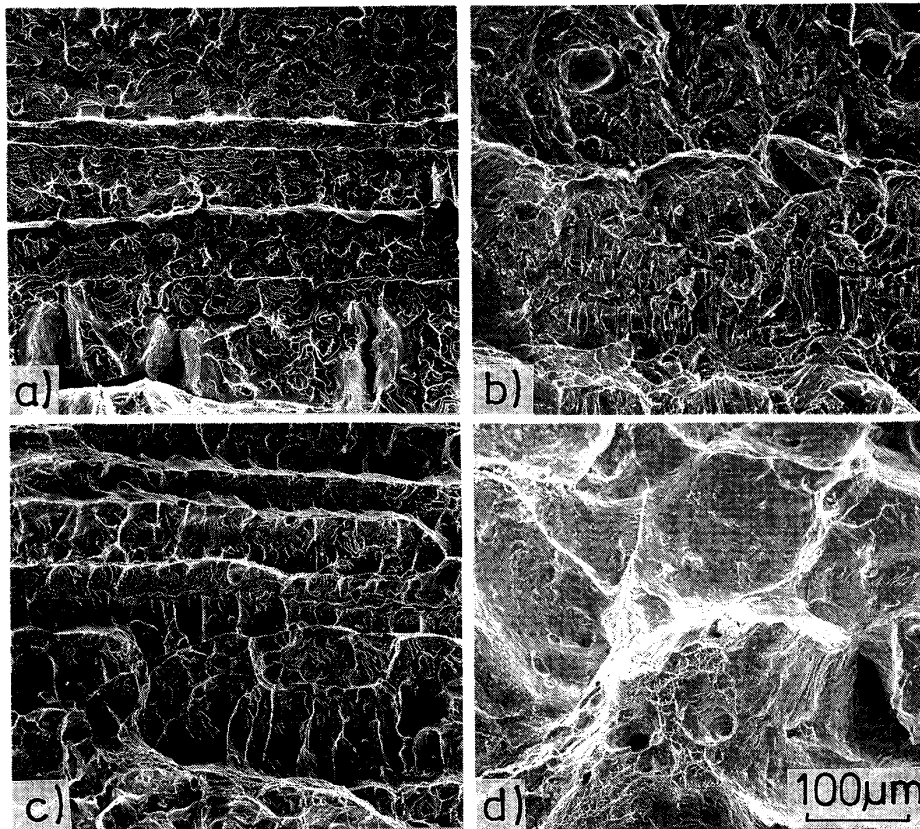


Fig. 5. Charpy absorbed energy for cast and hot-rolled specimens (open-solid marks are heat-treated materials for 304L and 316L).



a) 304L b) 310S c) 316L d) 25Mn

Photo. 5. SEM fractographs of fractured surface of impact test specimens.

吸収エネルギーの9割程度まで回復していた。

Photo. 5 に 4 K における衝撃破断面を示す。引張試験での破面とほぼ同じで、デンドライトの痕跡とクラックが観察される。また SUS 310S は常温においても 4 K と同様にクラックおよび延性に乏しい破面を示す。SUS 304L と SUS 316L においては、常温での破面は 4 K より延性破面が多く見られた。これらの結果は吸収エネルギーの結果と良く対応している。

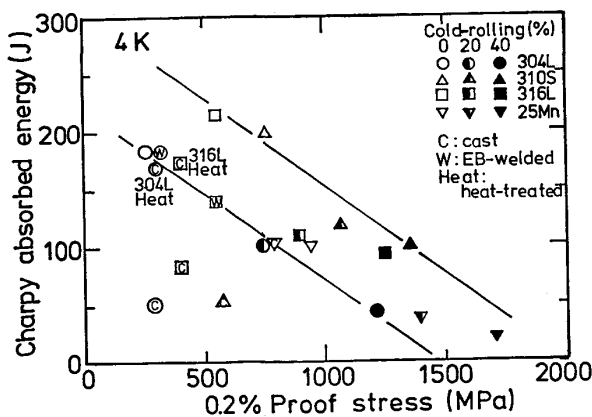


Fig. 6. Correlation between Charpy absorbed energy and 0.2% proof stress tested at 4K.

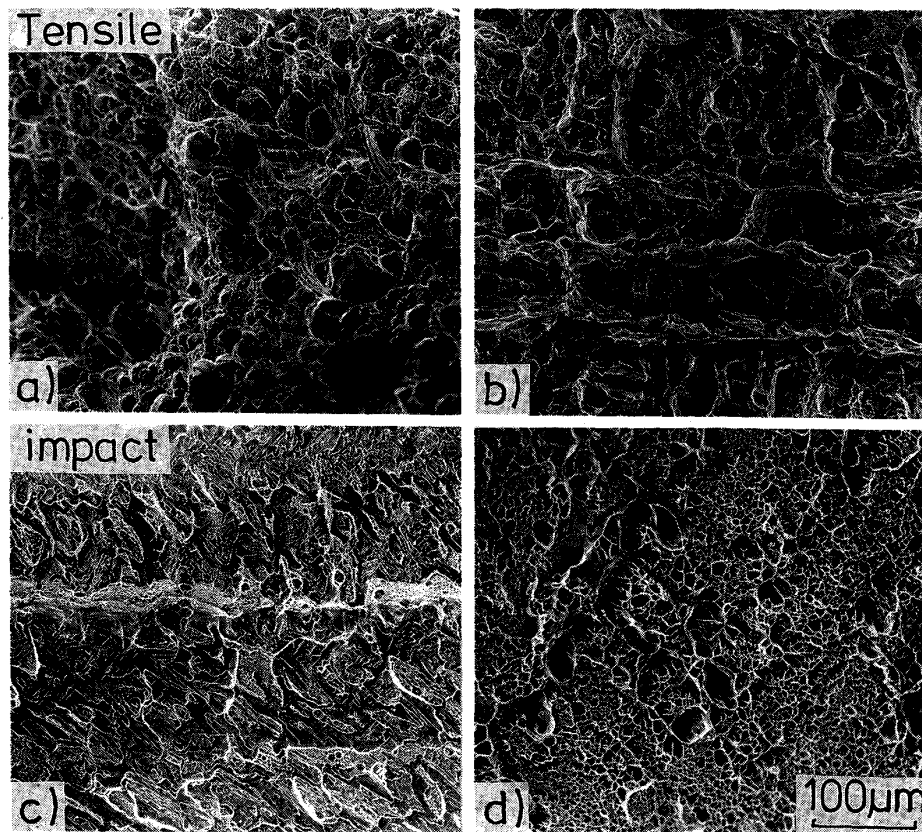
Photo. 6 に固溶化熱処理を施した試験片の 4 K における引張および衝撃試験後の破断面を示す。固溶化熱処理をした試験片の破面は、特に Photo. 6 c) ではデンドライトの形態が依然として残っているが、大部分がディンプルの延性破面を示していた。

Fig. 6 に 4 K における吸収エネルギーと 0.2% 耐力との関係を示す。図中には参考のため溶接材¹⁹⁾および熱間圧延材とその冷間圧延をした材料¹⁸⁾の吸収エネルギーと 0.2% 耐力との関係をプロットした。これらの材料は図中の上限および下限の線の間に位置する。熱間圧延材また溶接材と比べて、铸造したステンレス鋼の強度靱性の低下の様子および熱処理による靱性の回復の様子がうかがえる。

4. 考 察

4.1 δ フェライトの影響について

ステンレス鋼の溶接材あるいは铸造材で常に問題となるのは、δ フェライトによる低温での脆化である。まずステンレス鋼の合金成分とフェライトナンバー (FN) との関係については、DELONG のクロム当量とニッケル当量と FN とのダイアグラム²¹⁾ によつて、おおよそのフ



a)c) 304L b)d) 316L

Photo. 6. SEM fractographs of fractured surface of heat treated tensile and impact test specimens.

フェライト量が求められる。本実験で得られたフェライト量もこの図によるものとほぼ対応している。次に、この δ フェライトの衝撃特性に及ぼす具体的な影響としては、SIEWERT⁹⁾やSZUMACHOWSKI¹⁰⁾の77Kにおける衝撃特性に及ぼすFNと合金元素の影響、4KにおけるMORI¹¹⁾のFNと窒素、酸素の影響がある。ここでSIEWERTの計算式

$$CVN(J) = 84 - 82C - 10Mn - 3.4Cr$$

$$+ 3.9(Ni - Mo) - FN \dots\dots\dots (1)$$

によつて本実験に用いたオーステナイト系ステンレス鋼の低温での吸収エネルギーを求めると、SUS 304L, 310S, 316L それぞれ 40J, 56J, 58J となつた。本実験での鑄造材の77Kでの値と比べると少し低めであるがおおむね一致する。またMORI¹¹⁾の式により概算した値と鑄造材の4Kでの値ともほぼ対応するが、溶接材の値とは異なる。4Kでの衝撃特性のデータは少なく一般的な計算式は得られておらず、今後の鑄造材でのデータの蓄積が求められる。

また本実験においては、 δ フェライトの量が5%以下と少ないため、低温での延性を完全に損なうには至らなかったと見られる。一方、破断面マトリックスにクラ

ックが生じている。WHIPPLEらの報告¹⁵⁾では、 γ 母相と δ フェライト相境界の変形の不整合がクラックの原因であるとしているが、本実験では δ フェライトの生じない310Sにおいて特に顕著であつたので、 δ フェライトの影響よりは凝固時に生じる歪みの影響やPおよびSの不純物元素の影響など他の要因が考えられる。

4.2 熱処理の影響

Fig. 5, 6に示されたように、1100°C, 30minの固溶化熱処理によつて、衝撃特性および引張強さが回復している。これまでの δ フェライトの再加熱時の溶込みの報告⁵⁾などから δ フェライト量の減少が予想されるが、 δ フェライトの減少や硬度の変化がなかつたことから、諸特性の回復は凝固歪みの緩和などによりマトリックスの延性が多少改善されたためと考えられる。一方Photo. 6に見られるようにデンドライトの影響が組織に依然として残っているため、引張試験の際には組織の柔らかい部分が先に変形し変位が生じることから、耐力は回復し難いと考えられる。

4.3 凝固条件の影響

本実験での凝固条件をおよそ1°C/sと推定したが、この条件ではかなり粗大な凝固組織が得られ、鑄造材ま

たは接合部の大きい溶接部の強度・靱性の低下の度合いの目安になると考える。

凝固条件の影響が大きいことは、引張および衝撃試験における破壊がデンドライトに沿って進行していることから、また Fig. 5 と Fig. 6 に見られるように凝固速度が非常に早く組織が微細な電子ビーム溶接材と比較しても大きく諸特性が低下していることから明らかである。凝固条件によつて変化するデンドライトの形態を把握しておくことは、鑄造材および溶接材の強度、靱性を評価するために不可欠である。

本実験では、それぞれのステンレス鋼の引張強度および吸収エネルギーを求めたが、4 K での鑄造材の衝撃特性データを含めて、今後他の凝固条件でのデータが得られればフェライトナランバーによるデータと併せて溶接構造物に対する強度の予測など具体的な応用が期待できる。

5. 結 言

1) 本実験で得られた鑄造材の凝固条件は、平均冷却速度が約 1°C/s で、極低温での強度は、引張強度では熱間圧延材の 65~84% に減少し、衝撃吸収エネルギーは 26~36% で 50~80J になつた。

2) 引張破断面および衝撃破断面ともデンドライトの形態を呈し一部ディンプルも見られるが、破面に割れが見られるなど、延性に乏しい破面であつた。

3) 固溶化熱処理によつて靱性を回復した。

4) 極低温での鑄造材の強度は δ フェライト量だけでなく、凝固組織の影響をも大きく受ける。

終わりに本研究の遂行に当たり、試料の溶製に協力していただいた金属材料技術研究所工業化研究部の佐久間信夫氏、フェライトスコープを使用させていただいた通産省機械技術研究所の小林秀雄氏、液体ヘリウムの供給に協力していただいた金属材料技術研究所極低温機器材料研究グループの諸氏に感謝いたします。また 25 Mn 鋼は、新日本製鉄(株)から提供された材料を使わせてい

ただきました。

文 献

- 1) Nickel Topics, 35 (1982), p. 11
- 2) 相山正孝, 梅田高照, 松山隼也: 鉄と鋼, 60 (1974), p. 1094
- 3) J. C. LIPPOLD and W. F. SAVAGE: Weld. J. 58, Research Supple. (1979), p. 362 s
- 4) 加藤正一, 吉田英雄, 千野修也: 鉄と鋼, 63 (1977), p. 1681
- 5) 木下凱雄, 武田誠一, 義村 博: 鉄と鋼, 65 (1979), p. 1176
- 6) 堀内健文, 小川陸郎, 平井 洋, 園井栄一, 川手剛雄: 低温工学, 16 (1981), p. 342
- 7) D. T. REED, H. I. MCHENRY, P. A. STEINNEYER and R. D. THOMAS, Jr.: Weld. J. 59, Research Supple. (1980), p. 104 s
- 8) C. D. LUNDIN and D. F. SPOND: Weld. J. 55, Research Supple. (1976), p. 356 s
- 9) T. A. SIEWERT: Weld. Des. Fabr. (1978), p. 88
- 10) E. R. SZUMACHOWSKI and H. F. REID: Weld. J. (1978), p. 325 s
- 11) T. MORI and T. KURODA: Cryogenics, 25 (1985), p. 243
- 12) T. A. SIEWERT: Materials Studies for Magnetic Fusion Energy Applications at Low Temperatures-VIII, NBSIR (1985), p. 29
- 13) 加藤哲夫, 藤倉正国, 宗 光彦, 石田清仁: 電気製鋼, 48 (1977), p. 179
- 14) M. J. CHESLAK and W. F. SAVAGE: Weld. J. 59, Research Supple. (1980), p. 136 s
- 15) T. A. WHIPPLE and E. L. BROWN: Materials Studies for Magnetic Fusion Energy Applications at Low temperatures-VI, NBSIR (1983), p. 213
- 16) K. S. LEE and D. D.-HUGHES: Austenitic Steels at Low Temperatures (1983), p. 221 [Plenum]
- 17) T. A. WHIPPLE and H. I. MCHENRY: Austenitic Steels at Low Temperatures (1983), p. 243 [Plenum]
- 18) 緒形俊夫, 石川圭介: 鉄と鋼, 71 (1985), p. 1647
- 19) T. OGATA, K. NAGAI, K. HIRAGA, K. ISHIKAWA and H. IRIE: Austenitic Steels at Low temperatures (1983), p. 211 [Plenum]
- 20) 緒形俊夫, 平賀啓二郎, 長井 寿, 石川圭介: 鉄と鋼, 69 (1983), p. 641
- 21) C. T. LONG and W. T. DELONG: Weld. J. 52, Research Supple. (1973), p. 281