論 文

不銹鋼の高温引張における応力-歪曲線の 不連続現象について*

篠田軍治** 佐野忠雄** 櫻井忠一*** 川崎 正*** 泉 久司***

Gunji Shinoda, Tadao Sano, Tadakazu Sakurai, Tadashi Kawasaki and Hisashi Izumi: Discontinuous Phenomenon on Load-Elongation Curves of Stainless Steels at Elevated Temperatures.

Short time tensile tests were carried out at temperatures ranging from room temperature to 800°C on some austenitic stainless steels. The tensile strength and the elongation decreased with rising temperature up to 300°C, but they were almost constant at 300~650°C. At this temperature range, a remarkable serrated discontinuous phenomenon appeared on the load-elongation curves. An observation of micro-structure of specimens after the high temperature tests showed the precipitation of chromium carbide along the slip bands, which was most remarkable in the specimen tested at about 600°C at which the serration of load-elongation curves was most remarkable. When chromium carbide is precipitated out during the test as fine particles, they act as a barrier for the motion of dislocations so that the slip is prevented for a moment, and this probably causes the break in the plastic deformation.

(Received June 1, 1959)

I. 緒 言

オーステナイト系不銹鋼の高温疲労強度と高温引張強度との関係を調べるため常温 ~800° の各温度において短時間高温引張試験を行った結果、300~650° の試験温度において荷重-伸び曲線に鋸歯状の異常状態が認められたのでその原因を調べるために二三の実験を行った。

II. 実験方法

用いた試料は Table 1 に示した成分の 5 種類のオース
Table 1 Chemical composition of specimens.

Specimen		Analysis (%)							
Mark	Grade	C	Cr	Ni	Mn	Si	Nb	Mo	Cu
30A	—	0.05	20.62	28.63	1.72	0.64	0.70	2.23	3.38
22A	—	0.07	19.58	20.86	1.51	0.96	—	1.81	1.60
8AS3	316L	0.03	17.52	14.72	1.51	0.65	—	2.63	0.22
8C	321	0.05	18.26	10.94	1.44	0.57	0.77	—	—
8S	304	0.07	18.48	8.47	1.00	0.50	—	—	—

テナイト系不銹鋼で、いずれも直径 20 mm に圧延後 1050° に加熱水冷後、直径 6~8 mm の引張試験片を旋削した。引張試験は 5 t アムスラー試験機に管状炉を取りつけ、所定の温度に達した後、10 min 間保持してから引張試験を行った。所定の温度に達するには 90~120 min を要した。また引張試験後、破断面附近の横断面の顕微鏡組織の変化を調べた。検鏡面は表面を約 0.1 mm 王水で酸洗後研磨し、10% 蓚酸水溶液中で試料を陽極として電解腐蝕を行った。

III. 実験結果並びに考察

1. 高温引張強度

Fig.1 は 30A, 8S および 8AS3 を常温~800° の温度

で 3% per min の引張速度で引張試験したものの結果で、降伏強度は試験温度とともに徐々に低下する。抗張力は

Fig.1 Tensile properties of specimens against testing temperatures.

200°まではやや急激に低下するが 300~600°では一定の値を示し 650° 附近から著しく低下する。また伸びも抗張力と同様、始め温度の上昇によつて低下し、200~600°の温度範囲で一定値を示し 700° 附近で最低値をとり 800°になると著しく回復する。30A および 8S などの試験片の破断面は各試験温度によつて破断状態がかなり趣を異にしており、特に 600~700°では純剪断に近い破断面を呈している。

2. 荷重-伸び曲線

** 大阪大学工学部 *** 姫路工業大学

* 1959 年 4 月本会東京大会に発表

引張試験における荷重-伸び曲線の代表的なものを Fig.2 に示した。約 200° 以下の温度では特に異常は認

Fig.2 Load-elongation curves at various temperatures.

められないが、300~630°において降伏強度を越えた応力附近から充分聞きとれる程度の異常音をともない、それに対応して急に荷重が下り、再び上昇して荷重-伸び曲線に鋸歯状の不連続性が観察された。Fig.2 からわかるように 8S では 550° また 30A では 300° から鋸歯状の波が現われ、波の振幅は試験温度の高いほど大きくなり 630° 附近で最大となる。試験温度が 650° 以上になると鋸歯状は現われ難くなり、700° 以上の温度で再び滑らかな曲線となる。この鋸歯状の振幅は試料によってかなり異なっており、一例として各々の試料を 460° および 630° において同じ引張速度で引張った結果を Fig.3 に示した。630° で

Fig.3 Load-elongation curves of specimens at 460° and 630°.

はすべての試料に現われているが、460° では 8C および 8S では現われていない。このことから試料の成分が鋸歯状の程度に関係することがわかる。

鋸歯状の振幅の最も大きい値を示すと思われる温度、すなわち 630° において引張速度の影響を調べその一例として 30A に対する結果を Fig.4 に示した。鋸歯状の形は歪速度によって著しく変化し、歪速度の速い場合には現われにくく階段状の曲線となる。また遅い場合にも鋸歯状の波の振幅が比較的小さく、しかも jump して現われた。

3. 鋸歯状現象の原因

以上の実験結果からオーステナイト系不銹鋼の高温における静引張荷重-伸び曲線に現われる不連続現象は (i) 試

Fig.4 Load-elongation curves in different tensile speed.

なつた。

不銹鋼を 10°K 程度の低温で引張ると著しい鋸歯状が現われることが Powell ら⁽¹⁾ によつて報告されており、その原因は引張試験中に α 相が生ずるためであるとしている。しかし不銹鋼を約 300° 以上の温度で加工しても α 相はほとんどでない⁽²⁾ ことから高温引張で認められる鋸歯状現象は α 相の生成には無関係だといえる。また後で示す顕微鏡組織からわかるように不銹鋼の高温引張での塑性変形は主としてじりによるから鋸歯状の原因は双晶によるものでもなさそうである。

荷重-伸び曲線に現われる鋸歯状の不連続現象は、例えば、軟鋼を 150~350° の温度で引張る場合などに明瞭に現われる⁽³⁾⁽⁴⁾⁽⁵⁾。この現象は転位と溶質原子の相互作用にもとづく Cottrell の機構⁽⁶⁾ で説明されている。一方において辛島⁽⁷⁾ は単結晶では降伏現象が現われにくいことや、軟鋼では降伏点以前にかなりの塑性変形が現われることなどの事実から、転位が一度に多量に移動を開始し、なだれた的な変形をおこす前に試料表面層で一部の転位の移動がおこつて、粒界に転位の集積による応力集中がおこる。この応力集中はそれに隣りあう結晶粒の粒界附近の転位源を、溶質原子のくぎすけ力から脱出させて塑性変形が内部に伝播される。いわゆる降伏の準備的なじり変形を行うことの必要性を指摘している。

不銹鋼の高温引張における鋸歯状現象もその機構は軟鋼の降伏と類似のものであつて、クロム炭化物その他の析出物と転位との相互作用にもとづくものである。すなわち弾性変形の後期において、局所的なじりがおこるとそこへクロム炭化物などの析出がおこり転位の移動が阻止されて転

- (1) G.W.Powell, E.R.Marshall and W.A.Backafen: Trans. ASM, **50**(1958), 478.
- (2) G.Shinoda and T.Kawasaki: Thech. Repts. of Osaka Univ., **8**(1958), 363.
- (3) C.A. Edwards: *The Structure and Properties of Mild Steel*, London, (1953) 109.
- (4) T.Sutoki: Sci. Repts. Tohoku Univ., **29**(1941), 673.
- (5) E.O.Hall: J. Iron & Steel Inst., **170**(1952), 331.
- (6) A.H.Cottrell: Rept. on Strength of Solid, (1948), 30.
- (7) S.Karashima: 1st Japan Congress on Test Mat., (1958), 59.
- (8) S.Karashima: 2nd Japan Congress on Test Mat., (1959).

位が集積し、その集積による応力集中のためにそれに隣りあう領域にある転位源が活性化され、一時に多量の転位が

(2) 加工後の加熱の影響

8S, 30A および 8C の試料を常温引張加工後 300~800°

A: Tensile test at R.T.

B: at 200°

C: at 630°

D: at 700°

8S(Type 304) $\times 100$

Photo.1 Micro-structure of specimens after tensile test at various temperatures.

移動し、これにともなつて荷重が低下する。しかし温度が高いのでりのおこつたところには直ちにクロム炭化物などの析出がおこつてりが阻止され、再び荷重が増加する。

このような状態が繰返され、変形が不連続に進行するために鋸歯状がおこることになる。従つてこの現象はり帯にクロム炭化物などの析出がおこりやすい温度範囲において現われやすいわけで、この点を確めるために顕微鏡組織を観察検討した。

4. 顕微鏡組織との関連性

(1) 試験温度の影響

Photo.1 は 8S 試料を各温度で引張つたときの破断面近傍における二三の組織を示す。約 200° 以下の温度で試験したものはほとんど組織上の変化はみられない。しかし Fig.1 に示したように強度がほぼ一定になる温度、すなわ

Fig.5 Changes in hardness caused by heating the specimens at various temperatures after cold-stretching.

は殆んどみられない。

a: After stretching

b: Heated at 350° after stretching

c: at 600°

d: at 700°

e: at 800°

Photo.2 Micro-structures of 30A specimen heated at various temperatures for 1 hr. after 15.5% stretching at room temperature.

に 1 hr 加熱して微小硬度計によつて硬度の変化を調べると Fig.5 のようになり、8S では 500°, 30A では 600° で最大硬化量を示しその後の加熱では温度が高くなると急激に軟化する。この場合 30A の各加熱温度における顕微鏡組織を Photo.2 に示した。加工直後では溶体化処理のものに比べて組織上の変化は認められないけれども、加工後これを加熱すると加熱温度が高くなるにつれて写真に示すように双晶帯や粒界に炭化物の析出量が多くなる。そして約 700° 以上に加熱すると析出物はほとんど粒界に集まる。他の試料についても同じような結果が得られた。

Photo.1 および 2 からり帯や双晶帯に最も著しく炭化物が析出する温度は 600° 以上 700° までの温度範囲であつて、これは鋸歯状の最もはげしい温度と一致する。

(3) 高温加工後の加熱の影響

Photo.3 の上段は 8S を 200° で引張加工後 600~680° に加熱したもので、加熱によって迂り帯に著しく炭化物が

い、従つて低温並びに 700° 以上の高温では鋸歯状は現われないことになる。

A: Heated at 600° for 1 hr B: 600°, 5 hr
Specimen stretched at 200° before heating C: 680°, 5 hr
8S (Type 304) × 100

A': Heated at 600° for 1 hr B': 600°, 5 hr C': 680°, 5 hr
Photo.3 Specimens stretched at 200° or 800° were heated at 600° and 680°.

a: Rapidly stretching at 630° ($\dot{\epsilon} \approx 0.6/\text{min}$) b: Slowly stretching at 630° ($\dot{\epsilon} \approx 0.005/\text{min}$)
30A, × 600

Photo.4 Micro-structure of specimens stretched at 630° in different tensile speed.

析出する。しかし 800° で引張加工したものは下段の如く、その後 600~680° に加熱しても組織に著しい変化はおこっていない。これは 200° 加工では加工中に炭化物の析出が充分におこらず、その後の加熱によって迂り帯に炭化物が析出し、800° 加工では加工中に炭化物の析出が殆んど完了したことを示すものである。従つて 200° では溶質原子の拡散速度が遅いので析出物による転位の固定が充分できないうちに試料は破断に至ることになる。また 800° では拡散速度が速く炭化物は容易に析出するが、高温では析出物は粒界に集まり易く転位の運動の障壁となりにく

い、従つて低温並びに 700° 以上の高温では鋸歯状は現われないことになる。

この考えによると 200° (一般に低温) では引張速度をさらに遅くし、また 800° のような高温ではさらに速く引張ると鋸歯状曲線が現われると思われるが、これについては今後の実験によって確める予定である。

(4) 引張速度の影響

鋸歯状の振幅の最も大きかった 630° で、30 A を約 60% per min および 0.5% per min の引張速度で引張試験を行つたものの顕微鏡組織を調べてみた。Photo.4 はその一例である。この写真から引張速度によつて組織の上では変りはないが、Fig.4 に示したようにこの範囲の引張速度の変化では荷重-伸び曲線の鋸歯状には明瞭な相違がみられる。

(5) 総括

不銹鋼の荷重-伸び曲線に現われる鋸歯状曲線と高温引張強度および顕微鏡組織との関連性について述べた。今後の研究に残された問題もあろうが顕微鏡組織の観察から、鋸歯状曲線があらわれるのは主として試験中におこる炭化物の析出とその mobility に関係するものと思われる。

IV. 結 言

以上の結果を簡単にまとめると

(1) オーステナイト系不銹鋼の引張強度は試験温度が高くなると最初やや急に低下し、約 300~600° ではほぼ一定の強度を保ちそれ以上の

温度では急激に低下する。

(2) 300~630° の範囲、すなわち強度がほぼ一定となる温度範囲で引張試験を行うと荷重-伸び曲線に著しい鋸歯状の不連続現象があらわれる。その程度は試験温度、試料の成分および引張速度によつて変化する。

(3) これらは互に関連性のある現象であつて、高温加工中におこる組織上の変化、主にクロム炭化物の析出に係した現象であると思われる。

この研究に対して試料を提供された日本金属工業株式会社に対し厚く感謝の意を表します。