オーステナイト系不銹鋼のクリープ破断強度 と組織の変化について*

篠田 軍治** 佐野 忠雄** 桜井 忠一***
川崎 正*** 泉 久司***

Gunji Shinoda, Tadao Sano, Tadakazu Sakurai, Tadashi Kawasaki & Hisashi Izumi: Studies on Creep Rupture Strength and Changes of Microstructure of Austenitic Stainless Steels. Creep rupture tests were carried out at 600°C on plain specimens and two different types of notched specimens, and the changes of their microstructure after creep test were examined. The specimens used were AISI type 304, 304L and an iron-base high-chromium high-nickel alloys. The creep rupture strength was not much affected by the notches of the specimen. The microstructures of specimens, which were ruptured after comparatively short time under comparatively higher stresses, revealed a large number of slip bands in each grain and a drastic deformation of individual grain. In the specimens ruptured after longer time, on the other hand, there appeared great many voids at the grain boundaries and a large amount of twin bands instead of slip bands or deformation of grains. These results may inform that the deformations or ruptures of specimens in both cases (short time rupture and longer time rupture) are caused by essentially different causes. Nevertheless, all the rupture datas, in each specimen, fall on a single straight line when they are plotted on logarithmic section paper.

(Received July 20, 1960)

I. 緒 言

オーステナイト系不銹鋼の高温引張強度ならびに高温疲労強度について研究⁽¹⁾⁽²⁾⁽³⁾を行ってきたが、これと関連してクリープ破断強度について実験を行った。一般に機械部品は断面変化など切欠をもったものが大部分であるから、切欠試料に対するクリープ破断強度を調べておくことは不銹鋼を耐熱機械材料として使用する場合に必要なことである。そこで3種類のオーステナイト系不銹鋼について平滑材ならびに切欠材のクリープ破断試験を行った。

不銹鋼は長時間高温にさらされるとクロム炭化物、あるいは σ 相の析出など組織上の変化が起るから⁽⁴⁾、クリープ

中における組織の変化やクリープ破断の型式などを調べるために試験後、破断した試験片について顕微鏡組織を観察した。

II. 試 料 な ら び に 実 験 方 法

実験に用いた試料は18-8系の304型, 304L型およびCr, Niともに約20%含むオーステナイト系不銹鋼で、直径19mmに熱間圧延後1050°で溶体化処理したものである。その化学成分の分析値はTable 1の通りで、組織は

Table 1 Chemical composition, in %.

Mark	AISI type	C	Cr	Ni	Mn	Si	Mo	Cu
8 S	304	0.07	18.48	8.47	1.00	0.50	—	—
8 S 3	304L	0.03	18.75	11.37	1.40	0.54	—	—
22 A	—	0.07	19.58	20.86	1.51	0.96	1.81	1.60

いずれも一様なオーステナイト組織である。8 S 3(304L型)は他の試料に比べて比較的結晶粒度が大きい。

** 大阪大学工学部 *** 姫路工業大学

* 1959年11月：本会大阪大会に発表

(1) 篠田, 佐野, 桜井, 川崎, 泉: 本誌, **23**(1959), 645.
(2) 篠田, 佐野, 桜井, 川崎, 泉: 本誌, **24**(1960), 645.
(3) 篠田, 佐野, 桜井, 川崎, 泉: 本誌, **24**(1960), 650.
(4) 今井, 藤村: 材料試験, **8**(1959), 193.

試料は溶体化処理後 Fig.1 に示す3種類の形状をもつ試験片に旋削した。(a)の平滑試験片は直径9 mm, 標点距離20 mm

Fig.1 Size of specimens.

で上昇させ 6 hr 保持してから荷重を加えた。試験中試料の温度は自動温度調節器によって調整し、その変動は約 $\pm 3^\circ$ である。顕微鏡組織の検鏡面はペーパー仕上げ後 10 % 蔭酸水溶液中で電解腐食した。

III. 実験結果ならびに考察

1. クリープ破断強度

600°におけるクリープ破断試験の結果をFig.2に示した。

Fig.2 Variation of time to rupture with rupture stress for austenitic stainless steels at 600°.

Table 3 Changes in 600° creep rupture strength for the presence of notch.

Mark	100 hr rupture strength (kg/mm ²)			Notch factor		500 hr rupture strength (kg/mm ²)			Notch factor	
	V-Notch σ_v	U-Notch σ_u	Plain σ	σ/σ_v	σ/σ_u	V-Notch σ_v	U-Notch σ_u	Plain σ	σ/σ_v	σ/σ_u
8 S	27.5	30.0	27.8	1.01	0.93	22.2	25.2	24.5	1.10	0.97
8 S 3	24.8	26.0	27.6	1.11	1.06	21.0	22.0	24.8	1.18	1.13
22 A	26.3	27.5	28.6	1.09	1.09	22.0	23.8	25.0	1.14	1.05

(5) E.J.Dulis, G.V.Smith and Hovsston: Trans. ASM, 45(1953), 42,

いずれの試料においても約 500 hr までの破断強度は切欠の形状や切欠の有無によって殆んど差はないとみてよからう。しかし 8 S 試料では破断時間が短い場合には切欠試料の方が僅かではあるが破断強度が高いようである。

不銹鋼のクリープ強度は炭素含有量にかなり敏感である(5)。しかし炭素量の最も低い 8 S 3 型の破断強度 (Table 2, 3 参照) が他の鋼に比してあまり低くないのは結晶粒度が他の鋼よりも大きいことに原因すると思われる。また 22 A が僅かに高いようではあるが, Cr, Ni の高い 22 A が特に強いという傾向はみとめられない。

このように 600°における約 500 hr までのクリープ破断試験では切欠の有無は破断強度に対してあまり大きな影響を与えないことがわかった。この点は短時間引張強度(1)や疲労強度(2)と大いに趣を異にするところである。

Table 2 は 630°における降伏点(0.2% 耐力), 抗張力,

Table 2 630° strength.

	Carbon content (%)	Yield point (kg/mm ²)	Tensile strength (kg/mm ²)	Endurance** limit (kg/mm ²)	100hr* rupture strength (Plain) (kg/mm ²)
8 S	0.07	10.6	39.1	19.3	27.8
8 S 3	0.03	8.4	28.9	14.0	27.6
22 A	0.07	12.9	43.5	21.1	28.6

* 600° strength.

** The maximum repeated stress under which specimen will not fracture after 10⁶ times of repetition of stressing.

疲労強度および 600°における 100 hr クリープ破断強度を示したもので, 降伏点や疲労限度はその温度における抗張力の高いものほど高い傾向がみられるにもかかわらず, 100 hr 破断強度はいずれの試料もほぼ同じ値であり, その値は約 28 kg/mm² である。

また疲労強度は切欠のためにかなり低下するのが普通で, 不銹鋼の高温疲労強度も切欠のため著しく低下した(2)。切欠試料および平滑試料の 100 hr ならびに 500 hr 破断強度は Table 3 に示したように, 切欠によってあまり低下せず, かえって増加する場合もある。

Fig.3 は標点距離 20 mm の平滑試験片における破断伸びと破断時間の関係で, 破断時間が長いものほど伸びは小さくなっている。これは後に述べる顕微鏡写真の変化とともに互いに関連がある。破断強度は試料によってあまり差がなかったが, 破断伸びは試料によってかなりの相違がある。試料が破断したときの全伸びを破断までに要した時間

で除した値, すなわち平均伸びと破断応力との関係調べてみると Fig.4 が得られた。図のように両対数目盛で示す

と応力と平均伸びはほぼ直線関係となる。しかも 18-8 系の 8S と 8S3 は同一直線によって表わされ、22A は 18-8

Fig.3 Variation of elongation at rupture with time to rupture for austenitic stainless steels at 600°.

Fig.4 Average elongation plotted as a function of rupture stress for austenitic stainless steels at 600°.

よりも傾斜がやや急で、同一応力に対する平均伸びは 18-8 系に比べて小さい。このことは Table 3 で示したように平滑試料では 22A の抗クリープ性が 18-8 系よりやや高いことを示している。また平均絞りと破断強度との関係も平均伸びと全く同じ傾向を示した。

2. 組織上の変化

8S 試料を 630° で 19.3 kg/mm² の応力を 1.0×10⁶ 回 (約 9 hr) 繰返した場合に Photo.1 に示すように、結晶粒内には極めて著しい二り帯の発生がみられたが、同じ試料を 600° で 25.1 kg/mm² でクリープ破断試験後 (約 227 hr)、試料内の各部を顕微鏡で調べても二り帯は殆んどみられない。Photo.1 は 8S のみを示したが他の試料についても同じ傾向がみられた。このようにクリープ破断試験では破断時間のいかにかわらず粒内には二り帯が明瞭にみられない。しかし応力が高くて破断時間が極めて短い場合、すなわち破断時間が約数時間以内の場合にはクリープ破断後試料を 600° に約 100 hr 加熱すると、二り帯にクロム炭化物などの著しい析出がみられるようになる。Photo.2 (a) はこれを示したものである。一方応力が比較的低く、227 hr で破断した試料は Photo.2 (b) に示したように破断後、600° に加熱しても析出物は殆んどみられない。この写真は破断面から約 3 mm 内側のところを観察したものであ

るが、試験片の先端や中央付近においても全く同様であった。またこの写真は一例として 8S を挙げたが他の試料でも同じ傾向であった。このような事実は極く短時間で破断する場合と、比較的長時間で破断する場合とではクリープの変形機構が異なっていることを示すものであつて、応力が大きく短時間で破断する場合には二り帯が形成していることを示している。Photo.2 (b) で双晶がかなり彎曲しているがこの原因は明らかでない。この詳細については今後の研究にまかたいと思う。

3. 破断の型式

破断が約数十時間以内におこつたものは貫粒型の破断であつて、しかも結晶粒は引張方向にかなり変形し、破断時間の短かつた試料ほど著しい変形を示している。Photo.3 はその一部を示したものである。写真の下段は応力が比較的小さくて、破断時間が 100 hr 以上のもので明らかに粒界型の破断であつて、結晶粒界に沿って破断し、個々の結晶粒は殆んど変形していない。またこの場合、破断面近傍にある結晶粒の内部にはいずれも明瞭な双晶が多数発生している。Photo.3 は 8S 試料の写真で、他の

Photo.1 Microstructures show hot-fatigue test at 630° and creep rupture test at 600°.

Photo.2 Microstructures of the 8S specimen heated at 600° for 100 hr after creep rupture test at 600°, (a) and (b) are about 3mm from rupture surface.

試料においてもほぼ同じ傾向がみられた。これら他の試料の写真を示すことは省略するが、破断時間が 1 hr 前後の

ものでは各結晶粒は著しく変形しているのみならず、いくらかのりり帯もみえている。そして破断面付近には多数の

である。このように粒界に発生した空隙は時間の経過とともに次第に大きく成長して他の空隙と連絡し、亀裂となつて

て粒界破断を導くものと思われる。Photo.4(b) (c)は空隙が大きなクラックにまで発達した一例である。

以上の観察により 600°におけるクリープ破断の型式は破断時間によつてつぎの二つに分けることができる。

(1) 応力が比較的大きく約 1 hr 内外の短時間で破断した場合で、各結晶粒は主としてりりによつて著しい変形をともし最後には結晶粒を貫いて破断がおこる。

(2) 応力が小さくて数十時間以上の長時間で破断する場合で、ほぼ完全な粒界型破断であり、粒は殆んど変形していない。破断面近傍の粒内には多数の双晶が発生し、破断面付近には多くの空隙ができる。

そして両者の中間で破断する場合には、(1) (2)の破断型式が混合している。

(1) のように短時間で破断する場合には多くのりり面でりりがおこり、普通の短時間引張試験の場合とほぼ同じ過程を経て破断に至るもの

Photo.4 Microstructures of void in creep rupture test at 600° of 22 A and 8S plain specimens (a) is about 0.5mm from rupture surface, (b) (c) are the same specimen and (b) is about 1mm, (c) is about 2.5mm from rupture surface.

空隙(void)がみられる。

Photo.4は8S, 22A 試料にみられる空隙の二三の例で、平滑材では破断面から約 5 mm 位の範囲に亘つて多数発生しており、Greenwood⁽⁶⁾が純銅や α -黄銅でみとめたと同様に応力が小さく、破断時間の長いものほど著しく発生しており、引張応力の方向に垂直な粒界に発生しているよう

(6) J.N.Greenwood, D.R.Miller and J.W.Suita: Acta Met., 2(1954), 250.

である。一方 (2) の場合には荷重の瞬間には多少のりりがおこつたとしても、その部分は加工硬化とか炭化物などの析出によつて強化され、次ぎにりりはおこらない。すなわちこの場合の破断は (1) の場合と異なつた機構によるものであり、詳細は今後の研究にまかしたいが、ほぼ次のように考えることができる。すなわち応力が働いているために原子空孔が高応力部へ撰択的に拡散集合して⁽⁷⁾⁽⁸⁾空

隙を作り、空隙が互いに連絡して粒界破断に至るものであろう。

以上のように短時間破断と長時間破断とでは破壊機構が異なるように思われる。しかし試験温度も 600° だけであり、また 500 hr 以上の実験も行っていないので詳細は今後の研究に譲りたい。

IV. 結 言

オーステナイト系不銹鋼を 600° で約 500 hr までのクリープ破断試験を行った。その結果

- (7) F. R. N. Nabarro: Rep. Strength of Solid, (1948), 75.
- (8) A. H. Cottrell: *Dislocation and Plastic Flow in Crystal*, (1952), Oxford, 22.

クリープ破断強度は高 Cr, 高 Ni の不銹鋼がやや高い。また切欠の有無や形状がクリープ破断におよぼす影響は極めて少なく、平滑試料の 100 hr クリープ破断強度は約 28 kg/mm² である。

大きな応力を加えて短時間で破断する場合と、小さい応力で 100 hr 以上の長時間で破断する場合とでは試料のクリープ変形や破断の型式が異なっていることが明らかにされた。これは長時間クリープ強度を短時間試験の結果から外そう的に判断することは組織学上不都合であることを示すものである。

この研究に対し、試料を提供された日本金属工業株式会社ならびに終始実験に協力された日立製作所恒藤幸喜、姫路工業大学助手前川春巳両君（いずれも当時姫路工業大学生）に対し厚く感謝いたします。