オーステナイト系ステンレス鋼単結晶の物理的性質と機械的性質に及ぼす合金元素の影響†

岡本和孝* 金田潤也** 吉成明**
青野泰久** 岩田安隆***

Influence of Alloy Elements on Physical and Mechanical Properties of Single Crystalline Austenitic Stainless Steels

by

Kazutaka OKAMOTO *, Junya KANEDA **, Akira YOSHINARI **, Yasuhisa AONO ** and Yasutaka IWATA ***

The single crystalline austenitic stainless steels based on 316L were developed to improve their resistance to intergranular corrosion and stress corrosion cracking. However the mechanical properties of the single crystals were lower than those of polycrystalline. The precipitation hardening methods were applied to the single crystal for the increase of their mechanical strength by addition of niobium and heat treatments. In this paper, the influences of niobium concentration on the several physical and mechanical properties of these single crystalline austenitic stainless steels were studied. The thermal conductivity, coefficients of thermal expansion and elastic constants of the single crystals were almost the same as those of polycrystalline independently of the niobium concentration. The mechanical properties of the single crystals strongly depended on the niobium concentration and the orientation. In the specimen which contains 1.0mass% niobium, 0.2% proof stress were remarkably improved; 370MPa, 337MPa and 403MPa were obtained in <100>, <110> and <111> orientations at the room temperature. The creep rupture strength and the high cycle fatigue strength were also improved by addition of niobium. In the <100>-orientated specimen which contains 1.0mass% niobium, the creep rupture strength at 873K for 103 hours, 245MPa and the high cycle fatigue strength at 773K for 107 cycles, 220MPa were obtained. Furthermore, the single crystalline pipe, bolts and nuts were successfully manufactured for the application of these single crystals.

Key words : Austenitic stainless steel, Single crystal, Thermal conductivity, Coefficients of thermal expansion, Elastic constants, Tensile test, Creep rupture test, High cycle fatigue test

1 緒 言

オーステナイト系ステンレス鋼は耐食性のほか、じん性などの機械的性質、溶接性に優れているため、耐食鋼、耐熱鋼、一般構造用鋼として多用されている。現在市販されているオーステナイト系ステンレス鋼の種類は数多く、使用目的に応じて最適な鋼種を選定できる。中でも SUS304 鋼や SUS316 鋼およびこれらを極低炭素化した SUS304L 鋼や SUS316L 鋼は、耐粒界腐食性や耐酸性に優れ、広範囲に使用されている。しかし過酷な腐食環境下で長期間使用された場合、粒界腐食や応力腐食割れなどの局部腐食を生じることが知られている。¹⁾例えば SUS304 鋼を 723K から 1173K の温度範囲に保持すると、結晶粒界に Cr を主成分とする炭化物が析出し、結晶粒界近傍に Cr 欠乏層が形成される。これを特定の腐食環境下で使用すると結晶粒界が選択的に腐食されるようになる。また引張応力を受けたままの状態では、Cl⁻ や O₂⁻ などの特定のイオンを含む水溶液にさらされた場合には、応力腐食割れが発生する。さらに中性子照射 (0.5 × 10²⁵ n/m² (E > 1MeV) 以上) を受けたオーステナイト系

ステンレス鋼では照射により結晶粒界近傍に Cr 欠乏層が形成され、照射誘起応力腐食割れが発生することが知られている。^{2), 3)}

これらの局部腐食はいずれも結晶粒界を起点として発生・進展するため、結晶粒界の存在そのものが発生要因の1つであると言える。著者ら⁴⁾は、構造材料の結晶制御および組織制御として、結晶粒界の除去すなわちステンレス鋼の単結晶化を試みた。JIS 規格に規定される SUS316L 鋼の化学組成範囲にある単結晶材 (以下、316L 単結晶材) を作製し諸特性を検討した結果、316L 単結晶材は多結晶材に比較して耐応力腐食割れ性や耐照射誘起偏析性には優れるものの、強度が低下することが明らかとなった。そこで単結晶化に伴う強度低下を補うため、単結晶中に微細析出物を分散させた結果、室温で <100> 方位の耐力が 200MPa 程度上昇できることがわかった。⁵⁾

構造材料として単結晶材を使用する場合、耐力や引張強さのみならず、例えば熱膨張係数や弾性率などの基本物性値や疲労強度などの機械的性質等も、構造解析に不

† 原稿受理 平成 11 年 8 月 9 日 Received Aug. 9, 1999

* 正 会 員 (株)日立製作所日立研究所 〒319-1292 日立市大みか町, Hitachi Res. Lab., Hitachi Ltd, Omika-cho, Hitachi, 319-1292

** (株)日立製作所日立研究所 〒319-1292 日立市大みか町, Hitachi Res. Lab., Hitachi Ltd, Omika-cho, Hitachi, 319-1292

*** (株)日立製作所原子力事業部 〒317-8511 日立市幸町, Nuclear Systems Division, Hitachi Ltd, Saiwai-cho, Hitachi, 317-8511

可欠である。そこで本研究では、オーステナイト系ステンレス鋼単結晶の各種物性値および強度特性に及ぼす合金組成の影響について検討した。

2 実験方法

2・1 単結晶材作製

単結晶の製造は、寸法の大きな単結晶が工業化可能な casting speed で作製できる casting withdrawal type unidirectional solidification method で行った。Fig. 1 に、casting withdrawal type unidirectional solidification method の装置構成を示す。高周波溶解炉内で 1873K まで加熱、溶解した溶湯を、casting heating furnace 内で 1843K に加熱した casting mold に casting 込み、300s 間保持した後、水冷チルを下方に 1.3×10^{-2} mm/s の一定速度で引出す。スタータ部で一方方向に凝固するいくつかの柱状結晶の 1 つが selector により選択され、単結晶として成長する。 casting が完了するまで、chamber 内は 4.0×10^{-1} Pa とした。 casting mold はアルミナ製で、 casting 後に評価試料の切出しを容易にするため、直径 15mm、長さ 180mm の丸棒が 8 本並列に連なった casting mold が得られる形状とした。また機械的性質の結晶方位依存性を評価するため、幅 105mm、長さ 115mm、厚さ 15mm の casting mold が得られる平板形状の casting mold も使用した。 casting 後、 casting mold を除去し selector 部以下を切断する。

Table I にオーステナイト系ステンレス鋼単結晶の化学組成を示す。合金 A は 316L 単結晶である。合金 B および C は析出強化型単結晶で、それぞれ Nb を 0.5 および 1.0mass% 含有する。また最下列に示した SUS316L 鋼

は JIS 規格に規定される多結晶鋼であり、比較材として評価した。

Fig. 2 に供試材の casting 組織と熱処理組織を示す。ミクロ組織は、光学顕微鏡および透過型電子顕微鏡 (TEM) により観察したものである。 casting 組織は γ 単結晶母相中に δ 相が網目状に分散する組織である。いずれの合金の場合にも δ 相の生成は本質的に一方方向凝固時に避けられない現象である。合金 B および C では、Mo と Nb が δ 相および δ/γ 界面に多く偏析する。合金 A は、1423K、 2.59×10^5 s の均質化処理により、 γ 単相化し供試材とした。また Nb 添加した合金 B および C は、引き続き 1523 K、 1.80×10^4 s の溶体化処理により添加元素を過飽和固溶させた後、1073K、 5.76×10^4 s の時効処理を施し、析出物を分散させ供試材とした。

2・2 基本物性値の測定

各合金の密度、熱定数、線膨張係数および弾性定数の測定を行い、基本物性値に及ぼす合金元素の影響を調べた。密度 (ρ) は、298K にてアルキメデス法で測定した。得られた値は後述の熱伝導率および弾性率を求める際の計算に用いた。

比熱 (C_p) および熱拡散率 (α) は、レーザーフラッシュ法⁶⁾で測定した。測定に用いた試料の形状は、直径 10mm、厚さ 2mm の円板である。また温度は 298K、373K および 573K とし、密度の温度変化を無視して、298K での密度を用いて熱伝導率 (λ) を次式 (1) により計算した。

$$\lambda = \alpha C_p \rho \quad (1)$$

線膨張係数 (β) は、押し棒式測定法⁷⁾で測定した。標準試料は単結晶 SiO_2 を使い、 casting mold の成長方向について

Fig. 1. Schematic of furnace used for the mold withdrawal unidirectional solidification.

Table I. Chemical composition of the austenitic stainless steels.

Alloy	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo	Nb	Fe
A	0.006	0.52	0.59	0.022	0.010	13.8	17.5	2.80		bal.
B	0.004	0.54	0.31	0.023	0.010	13.8	17.4	2.69	0.52	bal.
C	0.008	0.58	0.80	0.022	0.010	13.6	17.3	2.65	0.99	bal.
316L	0.020	0.47	1.32	0.020	0.010	13.6	17.6	2.60		bal.

(mass %)

Fig. 2. Microstructure of the single crystalline austenitic stainless steels in as-cast state and after heat treatments.

測定した。基準温度を 303K とし、温度は 823K 以下とした。

弾性定数は、直方体共振法⁹⁾で測定した。直方体共振法は、形状、密度および弾性率により決まる物質固有の共振周波数を測定し、解析的に弾性スティフネス定数 (C_{ij}) を一回の測定で精度よく簡便に得ることができる方法である。共振周波数の測定は、{100}面に囲まれた数 mm 角の直方体試料を用いて行う。測定周波数範囲は 800KHz 以下、温度は 298K から 773K の範囲とし、密度の温度変化は無視した。本方法により求められる弾性率の精度は、直方体形状の完全性と結晶方位のずれに依存するため、互に向かい合う 2 平面の距離の誤差を 0.1% 以内、結晶方位の誤差を 0.5° 以内とした。

2・3 機械的性質の測定

各合金の引張試験、クリーブ破断試験および高サイクル疲労試験を行い、機械的性質に及ぼす合金元素の影響を調べた。比較材の SUS316L 鋼多結晶は、受入材を加工度 20% の冷間圧延後、1323K で 3.6×10^3 s 間溶体化処理した後、冷間圧延方向を試料軸方向として試験に供した。

引張試験では、0.2% 耐力 (0.2% P. S.)、引張強さ (T. S.) および伸び (E. L.) を評価した。試料は、平行部長さ 22mm、直径 4mm の丸棒引張試験とした。試料軸方向は $\langle 100 \rangle$ 、 $\langle 110 \rangle$ および $\langle 111 \rangle$ の 3 方位とした。試料軸方向の各方位からのずれは 5° 以内である。ひずみ速度は、降伏前 $3.8 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ 、降伏後 $1.1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ とし、298K から 773K の温度範囲で大気中にて試験した。試験後の破面形態を SEM で観察した。

合金 B および C は、1073K、 5.76×10^4 s の時効処理により生成する微細析出物により強化されているため、高温にて長時間使用した場合、組織変化に伴う機械的性質の変化が懸念される。そこで高温でのクリーブ破断試験を行い、単結晶材のクリーブ破断強度および破断伸びを評価した。破断試料は、軸方向 $\langle 100 \rangle$ 、平行部長さ 30mm、直径 6mm の丸棒試料とした。試験温度は 873K とし、大気中にて試験した。

また小野式回転曲げ疲労試験機を用いて高サイクル疲労試験を行い、S-N 曲線を測定した。試料は、軸方向 $\langle 100 \rangle$ 、平行部直径 8mm の丸棒試料とした。応力比は $R = -1$ 、試験温度は 373K、573K および 873K とし、大気中にて試験した。回転曲げ疲労試験では周波数が高いため、試験中に試料が発熱する。特に試験温度が低い場合、試料の発熱による試料温度の変化が無視できなくなるため、各合金に関して、室温にて応力振幅が 140MPa から 280MPa の範囲で発熱する限界の周波数を測定し、発熱周波数以下の周波数で試験した。試験後、試料の破面形態を SEM で観察した。

3 実験結果および考察

3・1 基本物性値

Table II に合金 A ~ C および比較材の密度および熱定数の測定結果を示す。密度はすべての合金で同じ値となった。比熱および熱拡散率は温度増加とともに単調に増加したが、温度依存性は比熱の方が顕著であった。また熱伝導率も温度増加とともに単調に増加した。これらの定数は物質固有の値であり結晶方位依存性もないため、

単結晶と多結晶での違いは認められなかった。また母相中に均一分散する微細析出物や化学組成の影響も確認されなかった。線膨張係数は、温度に比例して増加した。また各合金の線膨張係数はやや異なるが、Nb 添加量への依存性は認められないことから、Table II に見られる値の違いは誤差と思われる。

Fig. 3 に合金 A ~ C および比較材の弾性定数を示す。オーステナイト系ステンレス鋼の結晶構造は面心立方格子であるため、独立な弾性スティフネス定数は C_{11} 、 C_{12} 、 C_{44} の 3 個である。弾性定数の大きさは C_{11} 、 C_{12} 、 C_{44} の順で小さくなり、また C_{11} および C_{44} は温度とともに単調に低下したが、 C_{12} は測定温度範囲で温度依存性は小さかった。 C_{11} および C_{12} は Nb 添加によりそれぞれ 15 ~ 20GPa 上昇したが、 C_{44} は各合金でほぼ同じ値となった。また合金 A の 298K での値は文献値⁹⁾とほぼ一致するが、析出強化した合金 B および C の値は文献値を 10 ~ 20GPa 程度上回った。一方多結晶比較材である

Table II. Physical properties of the austenitic stainless steels.

	Temp/K	Alloy A	Alloy B	Alloy C	SUS316L
Density, $\rho/\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$	298	7.97	7.97	7.97	7.97
Specific heat, $C_p/\text{J}\cdot\text{kg}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$	298	476	500	500	489
	373	521	514	526	503
	573	604	619	609	578
Heat diffusivity, $\alpha/10^{-6}\text{m}^2\cdot\text{s}^{-1}$	298	3.59	3.53	3.57	3.52
	373	3.45	3.55	3.57	3.71
	573	3.75	3.92	3.98	4.21
Thermal conductivity, $\lambda/\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$	298	13.6	14.1	14.2	13.7
	373	14.3	14.6	15.0	14.9
	573	18.0	19.3	19.3	19.4
Coefficient of thermal expansion, $\beta/10^{-6}$	573	16.6	17.0	16.6	17.0
	773	17.4	17.6	17.4	17.8

Fig. 3. Temperature dependence of elastic constants of austenitic stainless steels.

SUS316L 鋼の弾性定数に関しては、298K でのヤング率 (E) および剛性率 (G) を測定した。その値と単結晶材の値を比較するため、Voigt-Reuss-Hill 近似法を用いて弾性スチフネス定数から計算したヤング率 (E) および剛性率 (G) も合わせて Fig. 3 に示す。ヤング率および剛性率は温度とともに低下し、またヤング率は Nb 添加によりやや増加傾向にあった。Nb 添加した合金 C のヤング率は SUS316L 鋼のそれをやや上回ったが、他の合金では SUS316L 鋼とほぼ同等であった。また剛性率に関しては、いずれの合金も SUS316L 鋼とほぼ同じ値であった。Fig. 4 に式 (3) の Zener 異方性因子 (A) の温度依存性を示す。

$$\nu = (C_{11} - C_{12})/2 \quad (2)$$

$$A = C_{44}/\nu \quad (3)$$

異方性因子は、温度上昇とともにやや大きくなる傾向にあった。いずれの合金の異方性因子も測定温度範囲で 3.5 から 4.0 程度であり、特に 0.5mass%Nb を添加した合金 B で最も大きな異方性を示した。例えば純金属の Fe および Ni の異方性因子はともに 2.5 程度であるため、オーステナイト系ステンレス鋼単結晶は異方性の大きい材料であると言える。

以上の結果から、密度、熱伝導率、熱膨張係数などの基本物性値は、ほぼ同じ値を示すことがわかった。しかしオーステナイト系ステンレス鋼単結晶は弾性的性質が結晶方位に大きく依存することが明らかとなった。

3・2 機械的性質

Fig. 5 に、合金 A ～ C と比較材 SUS316L 鋼の引張試験結果を示す。なお SUS316L の試験結果はいずれの方位の図にも示した。いずれの合金においても 0.2% 耐力および引張強さは温度とともに低下し、結晶方位の依存性は大きく、 $\langle 111 \rangle$ 方位で最も大きな値となった。合金 A の 0.2% 耐力は、SUS316L 鋼より 50MPa 程度低下する。これは単結晶材では結晶粒界がないため、粒界強化の効果が得られないためである。しかし $\langle 111 \rangle$ 方位では Schmid 因子が他の方位より小さいため、0.2% 耐力は他の方位よりも大きくなり、ほぼ SUS316L 鋼と同程度であった。0.5mass%Nb を添加した合金 B の 0.2% 耐力は、 $\langle 110 \rangle$ 方位で SUS316L 鋼と同等であったが、 $\langle 100 \rangle$ および $\langle 111 \rangle$ 方位では SUS316L 鋼を 100MPa 程度上回った。1mass%Nb を添加した合金 C の各方位の 0.2% 耐力は、SUS316L 鋼より 150 ～ 200MPa 以上高い値となった。

引張強さも同様に、合金 A では SUS316L 鋼よりも低い値を示した。合金 B では $\langle 100 \rangle$ および $\langle 111 \rangle$ 方位の

Fig. 4. Temperature dependence of anisotropy factor of single crystalline austenitic stainless steels.

引張強さは、SUS316L 鋼より 50 ～ 150MPa 大きな値となったが、 $\langle 110 \rangle$ 方位では SUS316L 鋼のそれ以下となった。また合金 C では $\langle 100 \rangle$ および $\langle 111 \rangle$ 方位の引張強さが SUS316L 鋼より 200 ～ 350MPa 大きな値となったが、 $\langle 110 \rangle$ 方位では SUS316L 鋼を上回ったものの、他の方位より低い値となった。これは $\langle 110 \rangle$ 近傍を応力軸とする場合、他の方位に比較して活動できるすべり系の数が少なく、さらにオーステナイト系ステンレス鋼では積層欠陥エネルギーが小さく交差すべりにくいいため、 $\langle 110 \rangle$ 方位の加工硬化係数が小さいことに起因していると思われる。このことは各合金の破断伸びの異方性にも大きく関係し、加工硬化係数の小さい $\langle 110 \rangle$ 方位で伸びは最も大きくなり、特に 298K では 100% 以上の伸びが得られた場合もあった。しかしすべての単結晶材で、 $\langle 100 \rangle$ 方位および $\langle 111 \rangle$ 方位の伸びは SUS316L 鋼より低い値となり、特に析出強化した合金 B および C では伸びが 30% 以下と小さくなった。絞り (R.A.) に関しては、多重すべりにより破面形状が複雑であるため、測定データのバラツキが大きく正確には評価できないが、およそ温度とともに低下する傾向にある。また単結晶の伸びおよび絞りは合金 A, B, C の順に小さくなった。

Fig. 6 に 298K での引張試験後の破面を示す。いずれの合金も延性破面であるが、ディンプルサイズは合金 A では直径約 15 ～ 20 μ m であるのに対して、析出強化した合金 B および C で直径約 5 ～ 10 μ m となった。ディンプルサイズが小さくなったのは、析出強化にともない伸びが低下したことに対応していると思われる。また母相

Fig. 5. Temperature dependence of tensile properties of austenitic stainless steels in (a) $\langle 100 \rangle$, (b) $\langle 110 \rangle$ and (c) $\langle 111 \rangle$ orientations.

中に微細分散した析出物が転位運動の妨げとなったと思われる⁵⁾が, 析出物が破壊の起点であるか否かは現在検討中である。

Fig. 7 に 873K でのクリープ破断試験結果を示す。合金 A の 100 時間破断強度は SUS316L 鋼より 70MPa 程度低い値となった。一方 Nb 添加した合金 B の 100 時間破断強度は SUS316L 鋼を上回っており、破断強度の上昇に及ぼす Nb の効果が顕著に見られる。内挿または外挿により求めた 1000 時間破断強度は、合金 A, B および C でそれぞれ 120MPa, 222MPa および 245MPa となった。したがって強度を担う析出物の効果は、高温にて応力負荷状態で長時間保持後も持続することが明確に認められた。破断紋りは合金 A および B とともに 85% 程度であったが、合金 C では 65 ~ 80% とやや低い値となった。合金 B 中に形成された析出物を、TEM-EDS により定量分析した結果を Table III に示す。なお分析した析出物は、

Fig. 6. SEM micrograph of the fracture surface of the tensile specimen of (a) alloy A, (b) alloy B, (c) alloy C and (d) SUS316L.

Fig. 7. Creep rupture curves of austenitic stainless steels at 873K.

母相の影響を極力排除するために、膜厚が薄い部分から選択した。分析の結果、析出物は Fe, Mo, Nb を主要成分とし、フェライト安定化元素である Cr, Si および不純物元素の P を含有していた。また EELS を用いていくつかの析出物に関して C の検出を試みたが、C は検出されなかった。Fig. 8 に析出物を電解抽出し、粉末 X 線回折により同定した結果を示す。析出物は主に Fe_2Nb 型の Laves 相であった。したがって TEM-EDS および X 線回折の結果から、析出物は Fe_2Nb 型 Laves 相の Nb が Mo に置換された $\text{Fe}_2(\text{Nb}, \text{Mo})$ であると考えられる。

篠田ら¹⁰⁾は、304 系ステンレス鋼に Ti と Nb を添加することにより、クリープ破断強度の向上を図っている。また 316 系ステンレス鋼に B, Ti および Nb を微量添加することによって、同様の効果を報告している。これらはいずれも 873K 以上の高温でのクリープ試験中に、結晶粒内に微細炭化物が析出し、かつその凝集速度が遅いため、微細な炭化物の分散効果によって強度が向上したものである。本研究の合金 B および C の場合、C 量が 0.004 および 0.008mass% と低いため、時効処理により炭化物ではなく Laves 相が分散すると考えられる。したがって第 2 相が炭化物であるか Laves 相であるかの相違はあるが、その強化機構はいずれの場合も分散強化であり本質的には変わらず、破断強度が向上したものである。

分散強化型合金の場合、その強度を支配する因子は粒子間距離および粒子の形態である。合金 B および C の破断強度の破断時間に対する勾配は、分散強化していない合金 A とほぼ変わらない。したがって Laves 相の効果は高温、長時間保持後も持続すると思われる。さらに中澤ら¹¹⁾は、316FR 鋼の C 量を 0.005mass% に低下させることにより、粒界への炭化物の析出を抑制し粒界破壊を完

Table III. Chemical composition of the precipitates in alloy B.

	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo	Nb	Fe
Precipitate	6.25	0.00	2.14	0.00	4.53	6.98	28.2	23.5	28.4
Matrix	0.65	0.97	0.68	0.00	13.8	17.1	3.11	0.44	63.3

(mass %)

Fig. 8. X-ray diffraction of the precipitates formed in alloy B.

全に防止した。このとき粒界には微細な Laves 相が析出するが、粒界脆化は生じず、クリープ破断延性に劣化は見られないことを報告している。本研究の合金 B および C においても母相中に Laves 相が微細分散しているが、破断紋りは合金 A と同程度もしくはやや劣る程度であり、Laves 相は脆化の要因にはならないと思われる。

Fig. 9 に高サイクル疲労試験での $S-N$ 曲線を示す。なお周波数は試料の発熱に十分注意して 15 ~ 50Hz の範囲とした。各合金ともに低繰返し数側では破断繰返し数とともに応力は単調に減少する。また限界繰返し数は 10^6 前後であり、Nb 添加量が多いほど大きな値となった。繰返し数 N_f が 10^7 サイクルになったときには試験を打ち切り、 10^7 サイクルでの応力を疲労強度とした。合金 A の疲労強度は、SUS316L 鋼より各温度で 30 ~ 50MPa 程度低下した。一方、合金 B の疲労強度は SUS316L 鋼とほぼ同等であった。さらに Nb 添加量の多い合金 C では、疲労強度が SUS316L 鋼を 30 ~ 50MPa 程度上回り、優れた疲労特性を示した。一般に疲労強度 (σ_{wb}) は静的引張強さ (σ_B) に対応して変化する。各合金の疲労強度比 (σ_{wb}/σ_B) は合金 A で 0.55 と最大となり、合金 C および SUS316L 鋼で 0.44、合金 B で 0.37 と最小となった。Fig. 10 に破断後の各合金の破面を示す。いずれの合金も典型的な疲労破面を呈し、ストライエーションが形成された。析出物を有する合金 B および C の破面は、他の合金の破面と変わらないことから、組織学的因子よりも力学的因子に支配されていると思われるが、詳細は現在検討中である。

以上の結果から、オーステナイト系ステンレス鋼単結晶の引張特性、クリープ特性および疲労特性は、Nb 添加により顕著に改善され、SUS316L 鋼を大きく上回る優れた機械的性質が得られた。

3・3 単結晶部材の試作

これまでの検討結果から、合金 A では、強度が低いた

Fig. 9. $S-N$ diagrams showing high cycle fatigue properties of austenitic stainless steels at (a) 373K, (b) 573K and (c) 773K.

め適用先には優れた耐粒界腐食性を必要とし、比較的応力負荷が小さいパイプなどの部位が考えられる。また合金 B および C に関しては、SUS316L 鋼以上の高強度を有するため、その適用先としてはボルト等の構造部材が考えられる。例えば軽水炉炉内構造物の中でも炉心近傍の重照射を受ける部位に使用されるボルト等が考えられる。そこで各合金に関して機械加工性を評価するためにも、切削加工によりパイプ、ボルトおよびナットを作製した。Fig. 11 に Fig. 1 に示す方法で作製した丸棒铸塊から、機械加工で作製した単結晶パイプ、ボルトおよびナットの外観を示す。なおパイプは铸型に中子を設置しパイプ形状に铸造した後、中子をアルカリで溶出し機械加工して作製した。単結晶材は従来の多結晶材と同様に機械加工性に優れ、問題は認められなかった。機械加工後、表面には加工誘起マルテンサイトは確認されなかった。また多結晶部材にはマクロエッチングによる結晶粒界が見られるが、単結晶部材には機械加工時の表面部での再結晶などは見られず、長手方向に 1 次デンドライトが観察される。なおマクロエッチングには、塩酸 (HCl) : 硝酸 (HNO_3) = 3 : 1 の腐食液を用いた。

単結晶材の熱伝導率や熱膨張係数は現用の多結晶材とほぼ同じであるが、機械的性質の結晶方位依存性が大きいため、構造部材への適用にあたっては異方性を考慮した構造解析が必要である。また現状の铸型引出し式一方向凝固法では、得られる単結晶の大きさは 200 ~ 500mm 程度であるため、適用先は小型部材に限られる。したがって単結晶材の大型化が適用先の拡大には必要である。また使用環境を模擬した耐食性試験や耐照射性試験を行い、適性評価を行う必要がある。

Fig. 10. SEM micrograph of the fracture surface of the fatigue specimen of (a) alloy A, (b) alloy B, (c) alloy C and (d) SUS316L.

Fig. 11. Appearance of the single crystalline (a) pipe of alloy A, bolts and nuts of (b) alloy B, (c) alloy C and (d) SUS316L.

4 結 言

JIS 規格に規定される SUS316L 鋼の化学組成範囲にあるステンレス鋼単結晶合金 A と, SUS316L 鋼に Nb をそれぞれ 0.5mass% および 1.0mass% 添加し析出強化した単結晶合金 B および C に関して, 基本物性値や機械的性質等の物理的性質の測定を行い, 合金組成の影響を検討し, 以下の結論を得た。

(1) 密度, 熱伝導率, 熱膨張係数および弾性定数は, 合金組成によらずほぼ同じ値を示す。しかしオーステナイト系ステンレス鋼単結晶は弾性的性質が結晶方位に大きく依存し, Zener 異方性因子は 3.5 ~ 4.0 と大きい。

(2) 機械的性質は Nb 添加量および結晶方位に顕著に依存する。合金 A の 0.2% 耐力は, SUS316L 鋼より $\langle 100 \rangle$ および $\langle 110 \rangle$ 方位で 50MPa 程度低下するが, $\langle 111 \rangle$ 方位ではほぼ同程度である。また合金 B および C の 0.2% 耐力は, 各方位で SUS316L 鋼より 100 ~ 200MPa 程度高い値となる。

(3) 合金 C の 873K での 1000 時間クリープ破断強度は, SUS316L 鋼より 50MPa 以上上回る。また疲労強度は SUS316L 鋼より 30 ~ 50MPa 上回る。

(4) 単結晶材から切削加工によりパイプ, ボルトおよびナットを作製した。単結晶材は従来の多結晶材と同様に機械加工性に優れ, また加工誘起マルテンサイトは確認されなかった。

なお本研究は通商産業省資源エネルギー庁より委託を受けた技術研究組合 原子力用次世代機器開発研究所 (ANERI) の研究の一環として実施したものである。また本実験の中で弾性率測定に御協力頂いた, 京都大学大学

院工学研究科教授小岩昌宏先生, 助手田中克志先生に謝意を表します。

参 考 文 献

- 1) 長谷川正義, “ステンレス鋼便覧” (1997) 日刊工業新聞社.
- 2) M. Kodama, R. Katsura, J. Morisawa, S. Nishimura, S. Suzuki, K. Asano, K. Fukuya and K. Nakata, Proc. 6th Int. Symp. On Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power Systems-Water Reactors, San Diego, TMS, 583 (1993).
- 3) P. L. Andresen, F. P. Ford, S. M. Murphy and J. M. Perks, Proc. 4th Int. Symp. on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power Systems-Water Reactors (National Association of Corrosion Engineers, Jekyll, GA), 1-83 (1989).
- 4) 岡本和孝, 加藤隆彦, 吉成 明, 金田潤也, 青野泰久, 日本金属学会誌, **62**, 1168 (1998).
- 5) 岡本和孝, 近藤保夫, 金田潤也, 吉成 明, 青野泰久, 日本金属学会誌, **63**, 796 (1999).
- 6) 安積忠彦, 金属臨時増刊号, **9**, 1 (1992).
- 7) 平野賢一, 金属臨時増刊号, **9**, 33 (1992).
- 8) K. Tanaka, K. Okamoto, H. Inui, Y. Minonishi, M. Yamaguchi and M. Koiwa, Phil. Mag. A, **73**, 1475 (1996).
- 9) H. M. Ledbetter, Phys. Stat. Sol. (a), **85**, 89 (1984).
- 10) 篠田隆之, 耳野 亨, 木下和久, 峰岸 功, 鉄と鋼, **54**, 1472 (1968).
- 11) 中澤崇徳, 藤田展弘, 木村英隆, 古藤広之, 加口 仁, 鉄と鋼, **83**, 317 (1997).