真空工業用としてのステンレス鋼

藤 田 輝 夫*

(昭和51年6月1日受理)

Stainless Steel as a Vacuum Industrial Material

Teruo FUJITA

(Nippon Stainless Steel Co. Ltd.)

(Received June 1, 1976)

1. 緒 言

大型の真空機器材料としてつかわれる金属材料ではしばしば温度を上げてバークしながら排気することが要求される。このような金属材料からの放出ガスとして、粗材中に含まれるガス以外に、吸着した水蒸気、水と金属の反応による浸透水素、大気中に浮遊する油分子、油ポンプからの油蒸気エラストマーガスケットなどの可塑剤からの有機物などがある。これらの有機附着物を除くためにも、250℃以上のバークを要する。

したがって、真空機器用の金属材料としては、このバークアウトの温度での強度が高く、またその温度で激しい酸化のないことが必要である。銅および銅合金はバーク温度で酸化するので好ましくない。また銅およびアルミニウムは、弾性率が、それぞれステンレスの1/2および1/3位で、構造材としては好ましくない場合もある。さらに排気が困難な腐食層の存在や、さびの発生がない材料が望ましい、バーク温度での強度、耐酸化性、および耐食性を持っている点でステンレス鋼は適当な材料である。とくに、オーステナイト系ステンレス鋼は溶接性、加工性も優れ、種々の液に対し耐食性があり、水素透過度も低く、水銀に対しても強く、真空用として最も適材である。一般には304、304Lが、耐食性環境によっては、316、316Lが、また、高度の非磁性を要するものには、さらにニッケルの高いもの、超低温用は310Sが用いられる。以下主として304、304Lについて、真空機器の構造用材料として使用上、加工上で知らねばならぬ特性と鋼質の問題を述べて参考に供したい。

ここに、鋼質とは、規格に示されてある化学組成、機

械的性質その他以外の清浄度、介在物、ガス含有量、結晶粒度、組織など、品質に影響をおよぼすものを指す。

2. ステンレス鋼の特性

2.1 加工硬化

304 は加工硬化が大きい。これは加工により結晶のこり面の減少による硬化に加えて、マルテンサイト変態を生ずるためである。(加工誘起変態)これが普通の材料と異なる点である。図1に304 ステンレス鋼、クロム鋼および炭素鋼の加工硬化の比較を示す。

加工によりマルテンサイト生成を開始する温度の最高を、 M_s 点と称し、 M_s 点より低い温度での加工において、加工温度が M_s より低ければ低いほどマルテンサイトの生成量は多く、加工硬化が大きくなる。

その硬化の程度は304 ステンレス鋼の組成%によって異なる。

$$M_{s30} (^{\circ}\text{C}) = 413 - 462(C+N) - 9.2\text{Si} - 8.1\text{Mn} - 13.7\text{Cr} - 9.7\text{Ni} - 18.5\text{Mo} \dots\dots(1)$$

M_{s30} は30% 引張りひずみを与えて、50%マルテンサ

図1 加工度とたかさの関係

* 日本ステンレス株式会社顧問 (東京都新宿区本塩町8-2, 住友生命四谷ビル)

イトを生ずる温度である。(1)式から見られるように種々の元素がオーステナイトの安定に影響する。通常のステンレス鋼 304 では M_{430} は 10℃ 附近 M_s は 100℃ を多少こえるから 100℃ を少しこえた温度以下での加工はマルテンサイトを生じ、加工温度が M_s より低いほど多く生ずる。当然磁性も生ずる。 M_s より高い温度で加工すれば、変態を生ぜず、加工硬化も少なく磁性も出ない。加工誘起変態による加工硬化をさけるためには 250℃ くらいの温間加工を行なうのが望ましい。

2.2 磁性¹⁾

オーステナイトの安定度は、加工以外に低温の程度にもよる。温度低下によるマルテンサイト生成スタートの温度を M_s 点と称する。 M_s 点はステンレス鋼の成分から(2)式のようにして、きめることができる。

$$M_s(^{\circ}\text{F}) = 75(14.6 - \text{Cr}) + 110(8.9 - \text{Ni}) \\ + 60(1.33 - \text{Mn}) + 50(0.47 - \text{Si}) \\ + 3000[0.068 - (\text{C} + \text{N})] * \dots \dots \dots (2)$$

通常のステンレス鋼 304 では、 M_s 点は -160℃ 附近である。加工したものを M_s 点以下にすればさらにマルテンサイトが増加し、また、 M_s 点以下で加工を受ければ、さらにその増加は大きい。マルテンサイトを生ずれば、低温で脆性破壊を生ずる。Ni が高くなるほど、オーステナイトは安定となり、305(12Cr-12Ni)、385(12Cr-15Ni)386(16Cr-18Ni) の順に安定度は大きくなる。そして加工による磁性の発生はおこりにくくなる。310(25Cr-20Ni) は、液体ヘリウムや液体水素容器用の構造材料に用いられる。

溶接の場合、完全オーステナイトの溶着は、マイクロクラックが生ずるため、溶着部に 5～9% 位のフェライトが残存するように成分を調整している。もし周囲に高磁場がありそれが変動すると、溶着中のフェライトに大きな応力を生じることになる。したがってこのような場合には、完全オーステナイトの溶着が必要とされる。この時には Mn 成分を高めることが行なわれる。310 では 4～6% Mn と Mn を高め使われる。あるいは、Kromarc 55 (Cr15.5, Ni 20, Mn 9.5, Mo2.25) ** などが用いられる。

2.3 耐食性

真空用材としては、腐食によりさびが生じたり、洩れを生じたりすることのないことが必要で、耐食性も重要な因子である。ステンレス鋼の耐食性は主として、大気中、液中の酸素によって生じる表面の不動態皮膜の保護作用による。不動態皮膜が破壊されるか、あるいは維持できない環境では耐食性は悪い。つまり酸化性ふん囲気

場合はよく、非酸化性ふん囲気場合は弱い(たとえば塩酸中でのステンレス鋼は弱い。)

2.3.1 全面腐食 (General corrosion)

これは薬液に対する適材をえらぶことで解決する。真空用では通常 304, 304L で充分である。

2.3.2 粒界腐食 (Intergranlar corrosion)

溶接、熱間加工、熱処理などの加熱による Cr_{23}C_6 の粒界析出に伴う粒界の Cr 欠乏(鋭敏化)による粒界の優先腐食である。図 2 に粒界腐食を生じた組織を示す。

図 3 は一定温度に保持することによる、鋭敏化を示す C 曲線の内側が鋭敏化範囲で、曲線についている数字は C% を示す。C 0.07 は 304, C 0.03 は 304L を示す。304L となると、鋭敏化に要する時間が長い(この図は小試片によるもので、厚さ、径が大きくなると中心まで均熱することを要する場合は時間がかかり表面に加えられる熱エネルギー量は多くなる。そのために表面は図 3 より短い保持時間で鋭敏化することにもなる。鋭敏化は加えられた熱エネルギーの量による、また、溶接およびその手直し、熱間加工、ひずみ取り焼鈍、バークিং加熱の影響

図 2 ステンレス鋼 304 の粒界腐食(黒く粒子が抜けているところがある。)

図 3 ステンレス鋼 304 の C% と時間—温度—鋭敏化曲線

* $M_s(^{\circ}\text{F})$ はオーステナイトステンレス鋼ではマイナス温度である。したがって $[M_s(^{\circ}\text{C}) = M_s(^{\circ}\text{F}) + 32] \times 5/9$ である。

** 米国ウェスチングハウス社商品名

響が全部プラスされて鋭敏化に影響する) この鋭敏化した材料では、水蒸気、冷却水などでも粒界腐食を生じ、真空洩れ、水洩れを生じるようになり、当然さびも発生する。したがって真空用としては、重要なものには、304より、304Lを用いるのが好ましい。特に肉厚のものほど、Cの低いものを使わねばならない。それは固溶化処理をしても、内部の冷却速度が不充分であるからである。そのような場合内部は鋭敏化しこが機械加工で表面に出てくると、その部分にさびや腐食が生ずる。

図4は固溶化組織を示している。固溶体化によって粒界が角張っている。図5は鋭敏化組織を示している。これでは粒界は丸味を帯びている。(組織判定)

この他、CをTiまたはNbで安定化した321、347ステンレス鋼がある。しかしそれは304Lに比して溶接性が悪いので、304Lの方が、耐鋭敏化にすすめられる。

加工時に浸炭を生ずれば、鋭敏化ははなはだしい。したがってステンレス鋼は油、グリースなどを附着したまま溶接または加熱をとしてはならない。

2.3.2 孔食、すき間腐食 (Pitting, Crevice corrosion)

不働態皮膜の局部が破れ、活性となり、活性部—不働態皮膜間で電池を生じ活性化部分のみが腐食され穴となるのが孔食である。普通ハロゲンイオン(Cl^- , F^- , Br^- , I^-)

の存在で孔食を生ずる。(例、海水) ハロゲンイオンは不働態皮膜を破壊する力が大きい。

また、すき間で、不働態皮膜が浸食を受けたときには酸素がすき間内に拡散しにくいために、不働態皮膜の回復が行なわれずに活性化し、孔食と同様に、不働態皮膜—活性部間の電池によりすきまの部分の腐食が進行する。これにもハロゲンイオンの存在が大きく影響する。構造設計の際に、すきまをなくすことが必要である。たい積物がステンレスの表面にとどまって動かないと、表面との間のすきまで、この腐食を生ずるので、沈澱物などは早く流出させなければならない。

これらの腐食に対してはMoの高いものほど耐食性がよく、304—316—317—さらにMoの高いものの順に強くなる。しかし、高温の海水に対しては、Mo 10%以上を含むものでないと充分でない。

2.3.4 応力腐食割れ (Stress corrosion crack)

ハロゲンイオンと張力(残留応力または作動応力)の共存によって、張力に直角に脆性割れと腐食を生じる現象で、オーステナイト系ステンレス鋼の大きな欠陥でもある。温度 60°C 以上、 $\text{Cl}^- > 100 \text{ ppm}$ で通常生じる、 Cl^- の多いほど応力の高いほど、温度の高いほど早く生じる。特徴は図6のように粒内割れが主で枝わかれする。

図4 ステンレス鋼 304 の固溶化組織 ×250

図5 ステンレス鋼の鋭敏化組織 ×400

図6 304の応力腐食割れ ×100

図7 オーステナイトステンレスの 42% MgCl_2 沸騰溶液による応力-破断曲線

図8 応力腐食割れ感受性に及ぼす Ni の影響

局部応力の集中箇所（溶接二番，アンダーカット，切欠など）やハロゲンイオンの濃縮がおこる箇所（残留液が乾湿を繰返し受ける）に発生する。また，保温剤がぬれて Cl^- が浸出されるために発生する事例も多い 42%塩化マグネシウム沸騰液中で応力を加えたときの応力腐食割れにより破断が生じるまでの時間と応力の関係を図7に示す。この折れ線の上部が破断領域である。同じ試験で Ni %との関係を，図8に示す。Ni 8%の304鋼附近が最も早く割れ，Ni が 8%より高くなるほど割れるまでの時間が長くなり，Ni 45%以上および 0%では割れない，この腐食は真空機器では，冷却水中に Cl^- を含み，これが濃縮される個所に生じる。

この腐食を防ぐには， Cl^- をなくすか，または応力を減らすかということになる。図7に見られるように応力が低ければ生じないから応力除去焼なましをすればよい。ステンレス鋼の応力除去は，通常870～950℃位を要する。応力除去率は，950～1050℃で約95%850～900℃で85%，550～650℃で35%，200～400℃では 5%に過ぎない。しかし，低温でも局部のピークロードは40%は除去されるので，全然効果がないこともない。上記の中，高温からは，徐冷しないと冷却の不均一による局部応力を生じる。一方徐冷すると 304 鋼では鋭敏化する。したがって 304L 鋼のような低炭素鋼や321，347のような安定化鋼でないと，充分な応力除去はできない。

Ni の高いほど，この腐食には強くなり，実用鋼種では，(304) — (304L，321，347) — (316) — (316L，317，317L) — (310S) — (カーペンター20) ***の順に強くなる。

2.3.5 接触腐食 (Galvanic Corrosion)

異種金属と接触して，電解液中に入れると，電化列に示されるとおり，卑の金属が陽極となり腐食し，貴の金属は逆に防食される。鉄，銅および銅合金などの異種金属とステンレス鋼が接触すると，それぞれ鉄，および銅などが腐食する，そのさびがステンレス鋼の上にあるとそのすき間でステンレスの腐食が生ずる。（もらいさびから腐食になる。）したがってステンレス機器には，それら異種金属を附着したまま使用してはならない。実際の加工の時は，鉄またはその他の異種金属粉の附着は避けられない。工場中の浮遊塵中の鉄粉やその他の異金属粉，あるいは定盤，刃物，ブラシ，機械との接触により異種金属の附着を生じる。このためステンレス鋼は加工後，10～25%硝酸で洗うか，拭うかして，それから水洗することで異種金属を取除く必要がある。この作業はまた表面の不働態化にも役立つ，ASTM, A 380—72²⁾ ではステンレス完成機器の脱鉄の方法を示している****。化処理の場合，加熱温度が鋭敏化温度範囲（450℃～850

3. 加工の際発生する欠陥

3.1 熱処理または加熱により生ずる欠陥

ステンレス鋼 304 の熱間曲げ，ひずみ取りおよび固溶

*** 米国カーペンター商品名 (20Cr—3Ni—3Mo—4Cu) 相当品の国産品あり。

**** ASTM-A 380—72 の Table A2 part II に種々の液が示されている。（鉄および異種金属のコンタミネーションを除くことと，不働態化処理を含む）6.2.11

(1) 硝酸 20～40 vol%

(2) 硝酸 12% vol + $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 4% wt (機械加工品)

(3) 硝酸 12% vol + $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 4% wt (機械加工品)

などがあり

7.3.4 にはフェロオキシル試験による遊離鉄の検出法がある。8.1 に鉄のコンタミネーションを最少にすることという注意があり，8.4 に内部の洗滌に，これらの液を強制循環させることも示されている。

図9 溶着に対するシェフラー状態図

℃)にある場合、あるいは高温からの冷却速度が遅く、この温度範囲を通過する時間が長く、図3のC曲線の内部に入るような熱影響を受けると、鋭敏化して粒界腐食を生ずるようになる。加熱温度および冷却には充分注意を払う必要がある。

3 mm以上の厚さの304は固溶化処理に水冷を必要とする。しかし、水冷すると、ひずみ発生の問題がある。304Lならば空冷または徐冷でも鋭敏化は生じない。肉厚の304では如何に急冷しても内部は冷却が遅く鋭敏化する。これを機械加工して、鋭敏化している部分が表面に出ると、腐食を生じる。厚いフランジや太丸棒からの段付加工品などは、304Lを用いなければならない、304で急冷して鋭敏化しない厚さは表面から20—25 mm位である。すなわち100 mm厚の板では急冷しても内部の50~60 mm厚の部分は鋭敏化している。

ひずみ取り焼なましも、304では鋭敏化温度範囲をさなければならないので、304Lを使用する方が問題は少ない。

加熱は浸炭ふん囲気をさなければならない。

3.2 溶接による欠陥

3.2.1 溶着のマイクロクラック

完全オーステナイトの溶着では、マイクロクラックの発生は通常避けられない。したがって溶接棒および母材は、シェフラー状態図(図9)によりフェライト3—10%、残オーステナイトの範囲をえらぶ(A+Fの範囲)。

304 ステンレス鋼溶接棒の溶着の組成により、図9の縦横軸の式に従ってそのNi当量、Cr当量を計算して、図中にその点を求めそれがA+Fの3~10%フェライトの中にあるようであれば、マイクロクラックの心配はない。

例えば	C	Cr	Ni	Mn	Si
	0.07%	19.5%	10%	1.5%	0.6%

の溶着が得られる被覆アーク棒D308で計算すると、Cr当量=20.4、Ni当量=12.85で、図9中のX点の位置となり、条件を満足する。フェライト6%位となる。JIS規格品(被覆アーク溶接棒D308、D308L、不活性ガス溶加棒SUS—Y308、SUS—Y308L)ならば、それぞれ、304、304Lの溶接に適合するよう組成が調節されている。

Niメッキ品などの溶接の場合、完全オーステナイトになった部分から割れが発展することもある(5の2.2の実例参照)非磁性の要求に対しては、2.2で述べた。

3.2.2 溶接設計不良による欠陥

溶接で生じる欠陥は溶接技術にもよるが、溶接設計の悪いるためによることが多い。溶接設計にあたって、配慮すべき点はつぎのとおりである。

(1) 溶接は主として手作業によることが多いため、溶接者が最も楽に溶接し得るように設計する、(2)加工も精密に行なう、(3)出来るだけ下向きで溶接し得るように段取りする、(4)開先の形状、寸法条件も標準条件^{3,4,5)}に合うようにしたものを与える。開先の揃え方の悪いものあ

突合せ開先例

厚さ t mm	形 状 (板)	形 状 (管)
1~12		
1.2~		
6~12		
12~25		
25以上		

(注) 厚さの異なる場合の突合せ継手例

すみ肉開先例

厚さ t mm	形 状
≤ 6	
6~12	
12以上	

図10 ステンレス鋼溶接標準条件の一例

図11 ナメ付け溶接

あるいはルート間隙の広いものを無理に溶接させることが欠陥を発生させる最大の原因である。図10に標準条件の

一例を示す。

なお、ひずみ発生を少なくするため、真空機器ではナメ付が多用されるが、ナメ付は下部に切欠きが残存し、温度変化による熱応力の集中などで、溶着に亀裂を生じリークの原因となることもある。重要なところは、貫通溶接するように設計する。このため電子ビーム溶接なども用いる。ナメ付とは、母材の開先をそろえて、トーチにより単に表面のみを溶かしたもの(図11)で切欠が残る。

貫通溶接は、開先部分を全部貫通して溶かしたもの、(図12)貫通溶接をするために、厚いものは開先をV、あ

図12 貫通溶接

熱影響が倍加する範囲(黒色部)
図13 クロス溶接

るいはU、Xなどにしないとできない。すると溶接幅も広くなり、熱影響も大きく、ひずみも多くなる。電子ビーム溶接は、ビームを絞り、エネルギーを高くすることで溶接幅も狭く(1 mm 以下 0.5 mm 位)溶け込み深さも100 mm位に達する設備もある。熱影響も少ないので、ひずみの発生も少ない、真空容器で、ひずみ発生をきらう厚物の溶接には電子ビーム溶接がすすめられる。

溶接はなるべく肉厚のひとしい部分に施すようにする。溶接による熱影響は、補修、手直しなどで大きくなり、またクロス溶接でも倍加する部分ができる(図13)に加えてベークアウトあるいはひずみ取り加熱などの熱影響が加わり鋭敏化を生ずるようになることを考えておかなければならない。304L を用いれば、その心配は少ない。

3.2.3 溶接テクニックによる欠陥

溶接テクニック^{5,5,7)}は、i) クレーター処理(スタート時およびアークを切る時)を充分すること ii) アークを短くし、ストリンガービード* とすることである。

* 通常溶接では、溶け込みをよくするため運棒をウィービングするがステンレスは溶け込みがよいので成可く直線に運棒する(ウィービングとは縫合すよう左右にアークを動かすことで熱影響が大きくなる。)

その他については、文献^{6,7,8)}によらたい。

a) ステンレスの溶接では、水分の影響が大きい。被覆棒は使用直前まで充分乾燥して使用することが必要である。TIG溶接用のトーチの水洩れも影響が大きい。水分はアークにより分解して、水素と酸素を生じ水素はピンホールを生じ、酸素はクロムを酸化し、ノロカミ**となる。相対湿度80%以上の時は、エヤコンデショニングを必要とする場合もある。

b) 異材溶接の場合は、シェフラー状態図(図9)を参照して、相互の稀釈によるマルテンサイト生成のないような溶加棒を使用する。軟鋼と304を溶接する場合310の溶加棒を用いるのがよい。図14は(b)のOとPの成分のものにRの成分の棒を用いた時、溶接金属はSの成分のものになることを示す。

図14の(a)の溶着は、A、B、Cの各成分がとけ合ったものになる。この溶着の組織がどうなるかは、シェフラー状態図(図9)の上で(b)のようにして求められる。先づNiおよびCr当量が零に近い軟鋼(0点)とフェライト鋼でP点の当量を示すものがとけ合ったとする軟鋼40%、フェライト鋼60%(a)図のB+Cのとけあったものの組織は(b)図Q点で示される。この(a)図B+Cに溶接棒からAがとけ合うと考える、オースティナ系溶接棒の当量が(b)図R点で示されれば、RとQを結んだ線上でA/B+Cの割合の点Sを求めれば、Sの組織は図9の中にS点を入れた組織である。このSの点が図9のA+FあるいはAの範囲に入るような成分の溶接棒をえらべばよい。(軟鋼と304ステンレス鋼の場合は(b)図のP点がNi当量11~12, Cr当19~20位のところになる。)

3.2.4 ろう付

ろう付では、フラックスはステンレス鋼の不働態皮膜を破るために用いられるので、その残存は不働態破壊による腐食を生じる。フラックスの洗浄は充分にしなければならない。また、残留応力が相当ある部分に硬ろう付けすると、非鉄金属(Sn, Zn, Cu, Agなど)が粒界に侵入する。これらの金属は融点が低いので冷却の際割れとなる、いわゆる、応力割れがある。このような場合ははじめに応力除去してから、ろう付ける。

3.3 表面仕上げ

脱脂にはトリクロールエチレンまたはアルカリ洗浄がある。すきまにトリクロールエチレンが残存していると加水分解して、塩酸を生じる。これがステンレス鋼を腐食させるので、中性のインヒビターを使うこともある。

洗浄水中のCl⁻の濃度によっても温度の高いときにはすきまに残存する水の濃縮で応力腐食割れを生ずること

** ノロカミ(スラックの巻込み)酸化クロムは熔融温度が高く、浮びにくく溶着中に残る。

(a)

(b)

図14 2種類の母材を異なる溶接棒により溶接した場合の溶接金属の組織の推定法

がある。原子力関係では、機器によってその重要度により、洗浄水中の Cl^- を 0.1 ppm, 1.0 ppm, 25 ppm 以下と3分類に規定している。

酸洗によるすき間での酸の残存にも注意を要する。始め水をみたしてから酸洗することもよい。なお、酸洗仕上品の表面は、結晶粒界が優先的に侵されて粒界溝を生じている。これは約1～2ミクロンの深さ幅5ミクロンくらいである。これがガスの吸着、放出に影響をおよぼすことも考えられる。したがって、表面仕上は電解研磨あるいは光輝焼なましをもっともよい。研磨仕上げは研磨後の脱脂が必要である。また、砥粒の埋込みや、取扱中の人間の手からの脂肪にも注意を払う必要がある。

その他、表面仕上の詳細に関しては文献⁹⁾を参照されたい。

4. ステンレス鋼の鋼質と検査

4.1 鋼 質

真空用材としての鋼質は、そのガス含有量にもよるが更に介在物(砂疵または地疵と呼ぶ)の形状、分布もベークアウトに要する時間、放出ガス、リークに大きく影響する。

介在物の形が大きく、表面近くに存在すると、後に述べるように、ベークアウトの時間も長くなり、また、機械加工したシール面に出るとリークの原因となる。したがって、真空機器用材料としての鋼質には介在物は大きな問題である。

通常ステンレスのアウトガスは、 H_2 が大部分で他のガスは少い。文献¹⁰⁾の例では20時間 100℃ベークアウト後の放出ガスは表1に示される。

炭素鋼では凝固の際、あるいは加熱によって炭化物が

表1 100℃20時間ベークアウト後の304ステンレス鋼の放出ガス (Torr. l/s/cm^2)

H_2	CH_4	H_2O	CO	CO_2
74	0.16	0.30	3.2	0.38

COあるいは CH_4 などになる可能性が多いので鋼の内部から炭素化合物が放出されてくるが、ステンレス鋼ではクロム系炭化物は安定度が高く、大部分の鋼中の炭素化合物は安定で表1の炭素化合物は表面に吸着したものであろう。

H_2 は溶解、注入、および酸洗の際に鋼に吸収されたものが、放出されずに残存したもの、および表面に吸着した水との反応によるものであろう。水素の透過度は、オーステナイト系ステンレス鋼では遅く、拡散係数も低いので、表面附近が含有量が高い、酸洗で生じる発生期のHは、表面層には相当入る。金属格子間に固溶しているHは、常温でも徐々に放出されていく。したがって酸洗直後のものと、相当長期放置後のものとは、水素量は異ってくる。

水素は原子として固溶するが、鋼内の種々の欠陥にトラップされて、特に介在物と地とのすき間では分子状になり、放出されにくくなる。いわゆるブリストア(ふくれ現象)もこの結果生じる。トラップされる欠陥は、他にも毛割れ、ブローホール等があるが、これらは実際商品にあることは稀である。介在物は常にどこかに存在し、大きな影響を与えるので小さな試料の実験結果で必ずしも材質の良否は判らない。介在物は大部分が酸化物(FeO , Cr_2O_3 , SiO_2 , MnO , Al_2O_3)の複化合物で、脱酸生成物、凝固の際の温度降下に伴う O_2 溶解度の低下

表2 各種溶解法による大約の鋼質

溶解法	ガス含有量 ppm			地 疵	鋼塊健全性	清 浄 度
	N ₂	O ₂	H ₂			
E.F., H.F	200~350	50~150	4~8	C	C	0.05~0.12
A.O.D.	150~200	40~80	3~6	B	B	0.05~0.10
V.O.D.	120~200	40~80	1~4	B	B	
E.S.R.	200~300	30~60	3~8	A'	A	~0.05
V.A.R.	150~250	10~40	<1	A'	A	
V.I.M.	100~200	30~60	<0.5	A'	B	~0.04
V.I.M. + V.A.R.	100~200	10~20	<0.5	A	A	

E.F. = アーク炉大気溶解造塊
H.F. = 高周波炉大気溶解造塊
A.O.D. = アルゴン酸素脱炭法大気造塊
V.O.D. = 真空一酸素脱炭法大気造塊

E.S.R. = エレクトロスラグ再溶解
V.I.M. = 真空誘導炉溶解
V.A.R. = 真空アーク再溶解
(V.A.R. と E.S.R. は造塊の改良を含む)

による自己脱酸生成物、および注入時の空気酸化、耐火物の溶損侵入などによって生ずる。これらが凝固の際浮上出来ずに鋼に残ったものである。これを皆無にすることは、工業的には不可能である。

通常の製鋼では、鋼塊の凝固時に、介在物を中心に集めさらに押湯部に浮上させて、大きな介在物を出来るだけ少なくするようにしている。鋼塊の表面および底部は、注入時急冷されるので、介在物が中に押し出されずもとの位置に留まるために、砂疵が多い。これは次の工程で、表面を削り、底部および押湯部を切捨てることで除去しているが、注入温度、注入状況および鋼塊形態によっては、じゅうぶん除去できない場合も生ずる。表面より少し中に入った部分は介在物が凝固にともない内部に押出されるので砂疵が少い。中心部に押し出された介在物は数も多くまた凝集して大きくなる。これが充分押湯まで浮上しないで、滞留することもある。したがって中心部および上部には、砂疵は多いか、あるいは大きい傾向にある。

製鋼法の差、造塊法の差によって、介在物の形状、分布は大きく変動する。この大約の数値を表2に示す。

通常の製品は E.F. によるものであり、V.I.M. + V.A.R. がもっともよい。コストとの関係で、どの方法をえらぶかということになる。E.F. 品を回転造塊すると、相当介在物が減少する。それらのことが表3に示されている。

4.2 検 査

介在物は at random に分布するので、検査はむづかしい。X線探傷法でも相当大きくないと判らない。一般に行なわれるものとして次の検査がある。

4.2.1 地疵検査 (JIS-G 0556)

判定は業者間による。これは表面から内部へ厚さを変

表3 SUS 304 鋼板の造塊法別砂疵試験結果(被検面 = 8.0×200mm 3 段削疵見試験片による) 砂疵 size 別総長さの比較

製品板厚mm 段削面		回転造塊品 5.0~6.0 ^{12.0} ~15.0		普通造塊品 12.0
≥0.5mm の砂疵 総長さ	1 段削面 (5/8 t 面)	1.04mm	1.35mm	4.79mm
	2 段削面 (2/3 t 面)	1.56	1.43	4.98
	3 段削面 (1/2 t 面)	2.10	1.62	5.36
≥0.8mm の砂疵 総長さ	1 段削面 (5/8 t 面)	0.30	0.26	2.34
	2 段削面 (2/3 t 面)	0.69	0.26	2.68
	3 段削面 (1/2 t 面)	0.79	0.54	3.06

えて数段削り、目視による疵の長さ、個数を見て検査する。図15、図16に示されるように18S~25Sの仕上げ面で、疵がバイトにより拡大されて見える。

この検査法は削った面以外は判らないが、確率的な問題として鋼質を査定する。真空用材では加工表面およびそこに近いところに存在する介在物が大きく影響する。

一例として表3にアーク炉溶解の普通造塊品と、回転造塊品の地疵検査の比較を行なわれ、後者が良いことが示されている。

4.3 清浄度検査 (JIS-G055)

断面の数値のみで、地疵検査よりも介在物の分布、大きさの判定には不正確であるが、介在物の種類の判定も含まれる。

4.4 表面疵

JIS-Z 2343 蛍光浸透探傷

JIS-Z 2343 染色浸透探傷

JIS-Z 0565 磁気探傷 (304には不可)

がある。

4.5 内部欠陥検査 (内部割れ、2次パイプ等)

切削部（中央より左）の地疵は未切削部（右側：研磨仕上げ）の非金属介在物として連続している。

図15 非金属介在物が地疵の原因なることを示す

図17 実例：丸棒の介在物による浅レ

SUS 304 L, 7.0mmより削出し

図18 実例：厚板の介在物による浅レ

A系非金属介在物の場合 B系非金属介在物の場合

図16 地疵の発生機構

JIS-Z 2344 超音波探傷

JIS-Z 3106 放射線探傷

がある。これらは重要なものには、適用すべきである。渦流探傷法もある。

4.6 その他

その他の鋼質検査として、JIS-G 0575 粒界腐食試験法によって、304LのC量が ≤ 0.030 であるかどうか、あるいは321、347のCの安定化がじゅうぶんかどうかの判定ができる。また、304の固溶化処理の良否の判定も可能である。

顕微鏡組織により、熱処理の良否判定もできる。

上記の検査を要求すれば、それだけ価格の高くなるこ

図19 実例：ひずみ取り溶接、酸洗、バークの熱影響による浅レ

とはまぬがれないが、加工組立後のリークによる損害をこうむることを少なくするため高真空用材としては、受入れの際じゅうぶんチェックしておくことが好ましい。普通の材料でも、よい場合もあるが、それは確率の問題である。地疵の少ない、欠陥の少ない製造法によるものを、充分検査して使用すべきである。304より304Lの方がよいことは前述した。

5. 欠陥の実例

図17は丸棒から図のような形を切り出したものである。介在物が棒の長手に伸びていて、これを切断した矢印の所にリークを生じた。介在物があると、加熱、溶接等の温度変化または加工により、地金との間にすきまを

図20 実例：異材溶接と水中の Cl^- による割れと応力腐食割れ

図21 おがみ溶接

SUS 304, 1.6 mm

図22 実例：Ni メッキにより溶着が完全にオーステナイトになったための割れによる洩れ

生じリークすることが多い。鋼質検査を要する。

図18は6 mm厚板中心部に伸びた介在物があって、洩れたもので、棒とか板の中心部に近い所が表面に出てくるような設計は、できるだけ避ける必要がある。やむを得ない時は、E.S.R.法またはV.A.C.法による溶解品を用いる。これは造塊時に下部より固り、上部は常に熱いので介在物は上部に浮上し、また凝固にともなう収縮欠陥も中心にはないからである。

図19はフランジ粗削り一脱脂一パイプと溶接一酸洗一 $600^\circ\text{C} \times 2$ 時間真空焼なまし（ひずみ取り）一さらにパイプの下部にもう1本パイプを溶接一酸洗一リークテス

ト 450°C ベークを行ったところ、図のような個所がリークした例である。304をつかったのでC0.08%のため、溶接と真空焼なましの熱影響で鋭敏化し、これが酸洗で粒界腐食を生じ、ベークの熱ひずみのために、割れたものである。このような個所には304Lを用いるべきであった。

図20は、304の板2枚を軟鋼とおがみ（図21）で溶接した際、異材溶接部にマルテンサイトを生じて割れ、また冷却水の Cl^- によって、溶着部に応力腐食割れを生じた例である。この場合は溶加棒として、310Sを用い溶着部のマルテンサイトを少なくし、低温でのひずみ取り焼なましを行うべきであろう。 Cl^- の少ない水を使うことがのぞましい。

図22は、Niメッキのため、その附近の溶着部が完全オーステナイトとなり、割れが発生し進展してリークとなったものである。この場合は溶加棒に、フェライトの多い312（29 Cr-9 Ni）を使うか、溶接部のNiメッキを剥がして溶接すべきである。

6. 結 論

以上現場的なものに終始したが、真空中としては、304Lを使うことが安全で、また鋼質検査を充分にし、重要なものには、特殊溶解または特殊造塊のものを、用いるべきであると考え。なんらかの参考となれば幸いである。

〔文 献〕

- 1) ステンレス鋼便覧：1973，日刊工業新聞社 p. 112～114, 474～479.
- 2) “Standard Recommended Practice for Cleaning & Descaling Stainless Steel Parts, Equipment and System” 1975. ASTM. Annual Book of ASTM Standards Part 3, p. 259～272.
- 3) 渡辺：ステンレス鋼の溶接，昭46，日刊工業新聞社，p. 100～109.
- 4) 1)と同じ，p. 730, 732, 734.
- 5) ステンレス鋼溶接施工基準（日本溶接協会），昭40，ステンレス協会.
- 6) 渡辺：ステンレス溶接上のための溶接作業読本，1968，ステンレス協会.
- 7) 3)と同じ.
- 8) 1)と同じ，p. 725～814.
- 9) Cleaning Stainless Steel: S.T.P. 538, 1972, ASTM.
- 10) G. Moraw: Proc. 6th Internl. Vacuum Congr. 1974 (Kyoto) Japan. J. appl. Phys. Suppl. 2 Pt. 1 (1974) p. 263.