

厚肉 SUS F 316 L 鍛鋼の開発 Development of Heavy Wall SUS F 316 L Forging

飯 田 義 治*
Yoshiharu Iida

和 中 宏 樹**
Hiroshige Wanaka

朝 生 一 夫***
Kazuo Aso

小 石 想 一****
Soichi Koishi

垣 内 博 之*****
Hiroyuki Kaito

狩 野 征 明*****
Seimei Karino

Synopsis:

In manufacturing heavy wall stainless forgings using hollow ingot, forging and solution treatment conditions for adjusting grain sizes were investigated.

These examinations revealed that with proper forging conditions and solution treatment conditions, grain sizes can be made finer, thereby improving ultrasonic attenuation. Based on these results, a heavy wall forged shell of SUS F 316 L grade with a thickness of 265mm were manufactured.

It was confirmed that the forged shell had superior characteristics i.e., in internal soundness, ultrasonic attenuation, mechanical properties and anti-corrosion.

It was also confirmed that N addition and/or finer grain sizes are effective measures for enhancing strength of L-grade forgings with good anti-corrosion.

1. 緒 言

近年、石油化学、原子力発電および宇宙開発関連などの各種機器の大型化にともない、容器材料として使用されるステンレス鍛鋼においても大型化、厚肉化が進みつつある。さらに機器の信頼性を向上させるために、これら鍛鋼品に対する品質要求もより一層厳しくなっている。肉厚としては、200~500mm 程度の厚肉材が、しばしば用いられている。このような厚肉ステンレス鍛鋼では、結晶粒の細粒化が困難となり超音波透過度が悪く、探傷不能になる場合がある。また粗粒の場合機械的性質の低下等の問題が生じる。一方、耐食性に

ついては、Cをできるだけ低くすることが必要であるが強度との関係もあり適量を設定する必要がある。また鋼種によっては、Ti、Nb等の元素を添加しCを固定する場合もある。さらに、ステンレス鍛鋼品は、一般鍛鋼品と比較して熱間加工性が劣るために適正な鍛造条件の検討に加えて鍛造プロセス等についても、経済性を追求する必要がある。

今回、このような背景のもとに、オーステナイト系ステンレス鍛鋼に対して中空鋼塊（一部在来鋼塊）を適用し、結晶粒度調整のための鍛造条件、および固溶化熱処理条件等を調査するとともに、厚肉材の確性試験を実施した。

* 水島製鉄所管理部部長・上博
*** 水島製鉄所鍛造部鍛造管理室主査（課長補）
***** 千葉製鉄所製鋼部製鋼技術室主査（課長補）
（昭和56年10月1日原稿受付）

** 水島製鉄所鍛造部鍛造管理室主任（部長）
**** 水島製鉄所管理部検査課課長
***** 技術研究所水島研究部主任研究員（課長）

2. ステンレス中空鋼塊の製造と予備調査

2-1 ステンレス中空鋼塊の製造

電気が－VOD－下注無酸化注入により、32t 中空鋼塊を製造した。材質は、鍛鋼として用途の広い SUS F 316 L 鋼とした。VOD 装置の模式図¹⁾を Fig. 1 に示す。当社の VOD 装置の容量は、最大 50t であり、真空中にて取鍋底部に設けたポラスプラグより Ar ガスを吹き込み鋼溶を攪拌しながら上吹ランスより酸素ガスを浴面に吹付け脱炭を行うものである。さらに鋼溶の攪拌を強化すべ

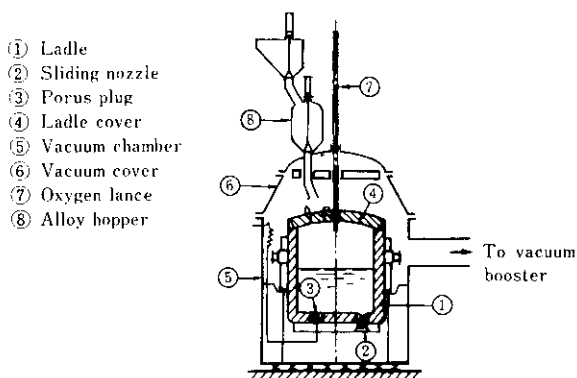


Fig. 1 Outline of Witten type VOD equipment

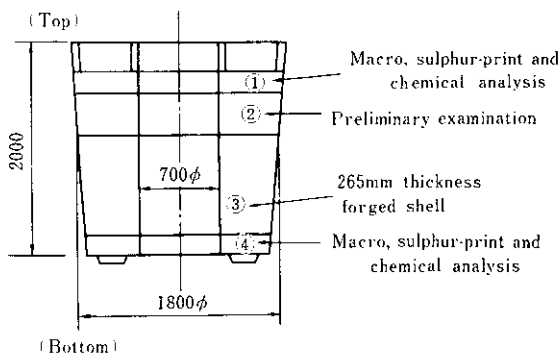


Fig. 2 Dimension of 32-ton hollow ingot and examination plan

ば、低炭素域における脱炭が促進され、炭素含有量をさらに低減させることが可能である。取鍋分析値を Table 1 に示す。C は耐食性の観点から低い方がよいが強度の確保から 0.015% を目標とした。また、内部性状の向上、じん性の向上を考慮して、S 値は 0.003% 以下を目標とした。32t 中空鋼塊の形状を Fig. 2 に示す。

2-2 ステンレス中空鋼塊の性状調査

2-2-1 マクロ組織

トップ側 (①部位) のマクロ組織を Photo. 1、ボトム側 (④部位) のマクロ組織を Photo. 2 に各々示す。鋼塊の中心部まで一次晶が発達し、かつ V 偏析、逆 V 偏析は認められない。さらに铸造組織は、大型鋼塊にもかかわらず、ち密であり中空鋼塊の特長がよくあらわれている。

2-2-2 染色探傷

マクロ組織と同一部位にて染色探傷試験を行ったが、ザク疵はほとんどみられなかった。

2-2-3 製品分析

製品分析もマクロ組織と同一部位にて調査を行った (Fig. 3 参照) いずれの成分においても偏析は非常に小さい。これらの結果は、普通鋼、低合金鋼では確認されていたが、ステンレス鋼においても同様の結果であり、中空鋼塊の有利性^{2,3)}を再確認することができた。

2-3 鍛造条件の検討

鍛造条件を検討するために、Fig. 2 に示す②部位を鍛造 (2E) し、10 数個の小ブロック (約 250 × 250 × 400mm) の供試材を採取した。まず、結晶粒度に及ぼす鍛造圧下率の影響を調査した。調査結果を Fig. 4 および Photo. 3 に示す。鍛造のままでは、鍛造圧下率が大きくなるにつれて、結晶粒は、微細化する。しかしこのあと固溶化熱処理

Table 1 Heat analysis of 32-ton hollow ingot

(wt. %)

	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo
JIS SUS F 316 L	≤0.030	≤1.00	≤2.00	≤0.040	≤0.030	12.00~15.00	16.00~18.00	2.00~3.00
Heat analysis	0.013	0.85	1.51	0.032	0.002	14.49	17.72	2.51

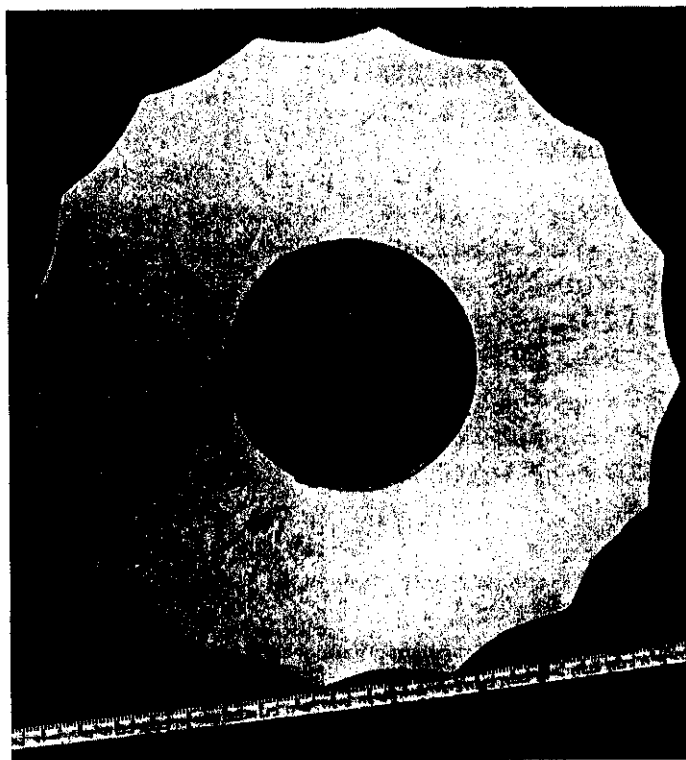


Photo. 1 Macrostructures of top section in 32-ton hollow ingot

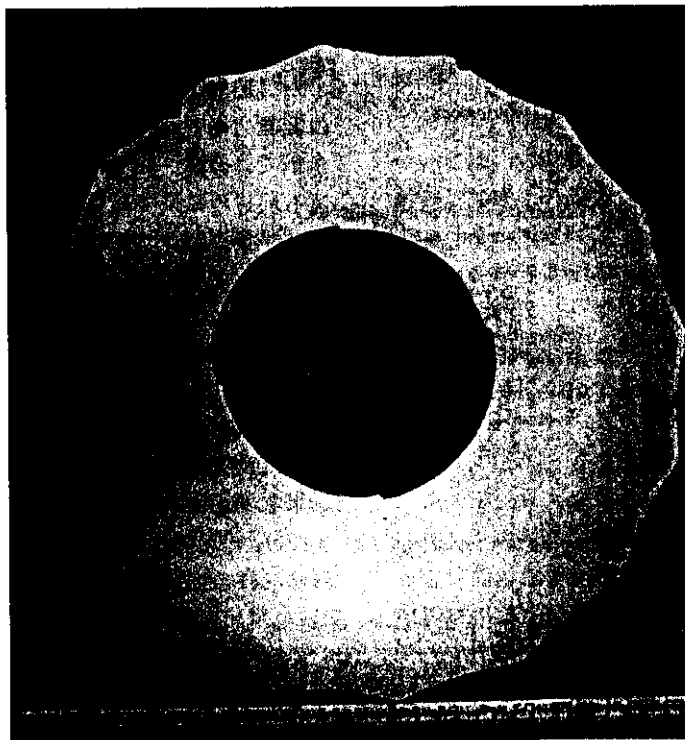


Photo. 2 Macrostructures of bottom section in 32-ton hollow ingot

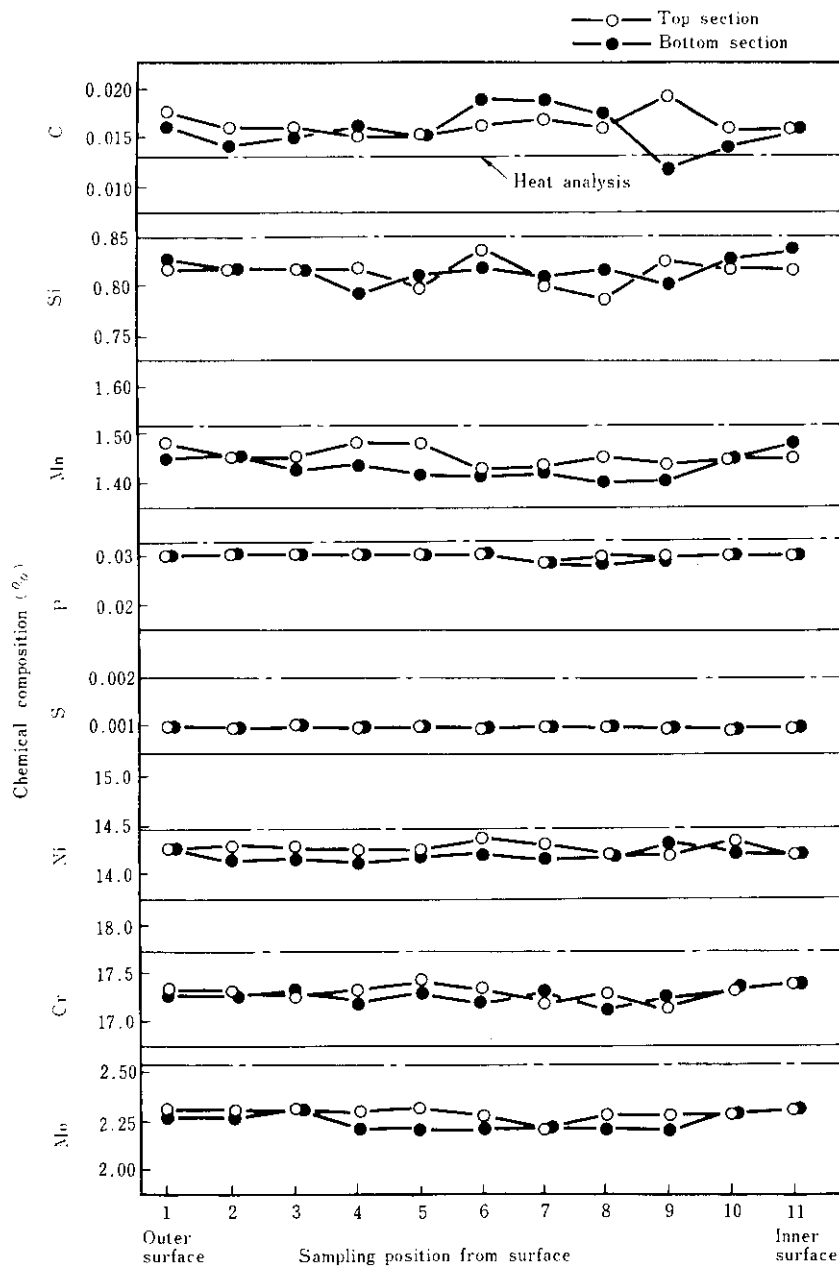


Fig. 3 Distributions of chemical elements in 32-ton hollow ingot

を実施すると、鍛造圧下率20%以上ではほぼ同一の結晶粒となる。つぎに、結晶粒度に及ぼす鍛造加熱温度の影響を調査した。温度範囲は鍛造が比較的容易な1100~1200°Cとした。調査結果は Fig. 5 に示すとおり、鍛造加熱温度の低い方が細粒鋼を得ることが出来る。このような結晶粒度の変化が、強度に対し、どのような影響を及ぼすかを調査し

た。その結果を Fig. 6 および Fig. 7 に示す。鍛造圧下率の調査では、鍛造のままのものは、圧下率の増加にともない Y.S., T.S. ともに増加するが、固溶化熱処理を施すとその差は、小さくなる。また、鍛造加熱温度の影響は、鍛造のままでは若干認められるが、固溶化熱処理後では、その差は小さい。

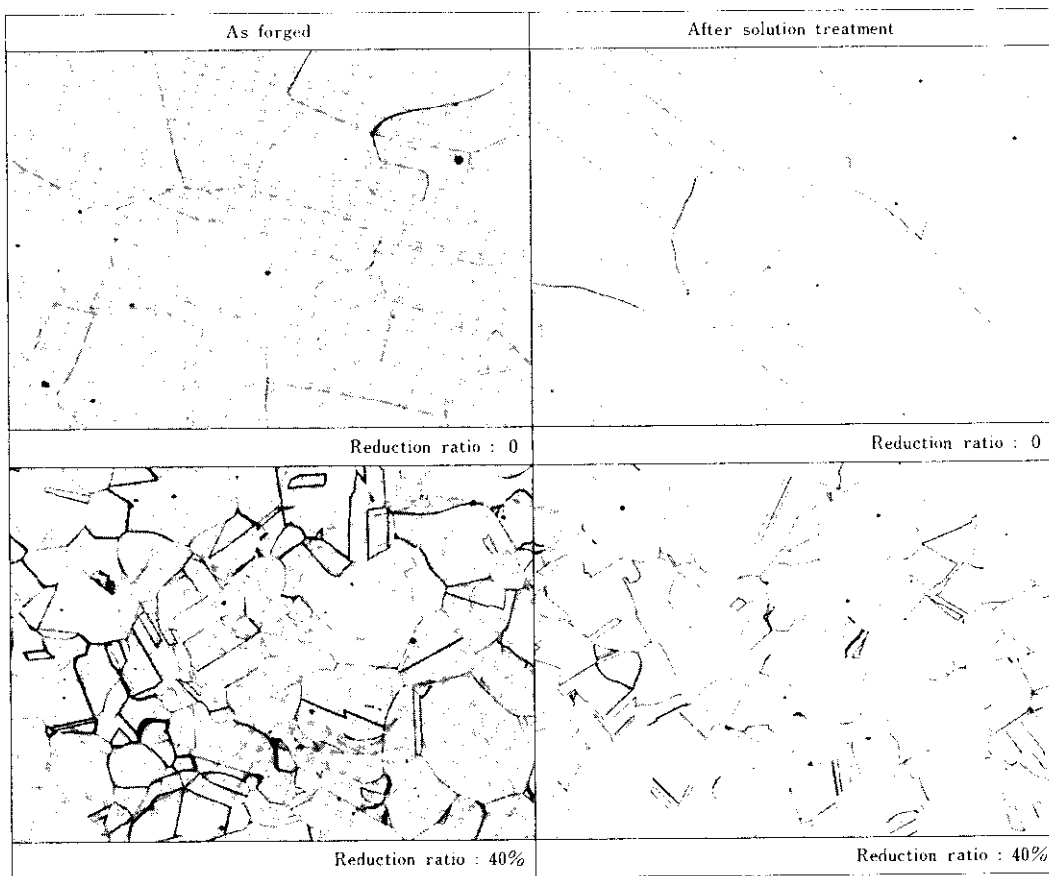


Photo. 3 Relation between reduction ratio and grain size

100μm

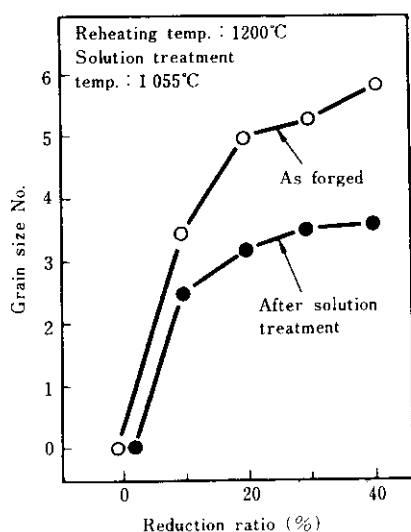


Fig. 4 Effect of reduction ratio on grain size

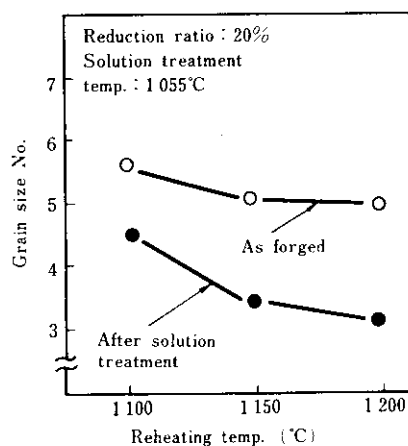


Fig. 5 Effect of reheating temperature on grain size

このように、鍛造条件の変化に対して、結晶粒度のコントロールは、ある程度可能であるが、強度に対しては、あまり効果がない。

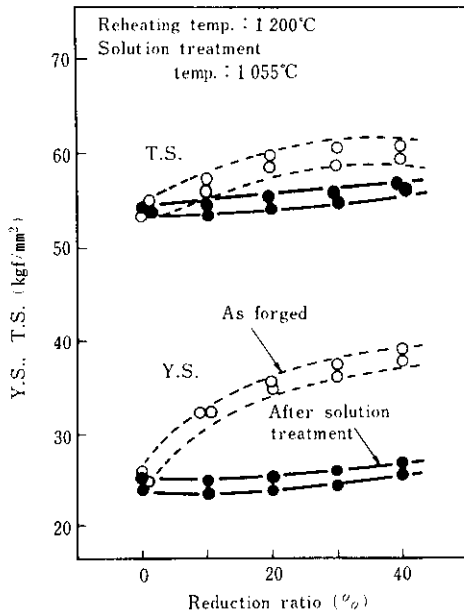


Fig. 6 Effect of reduction ratio on tensile strength

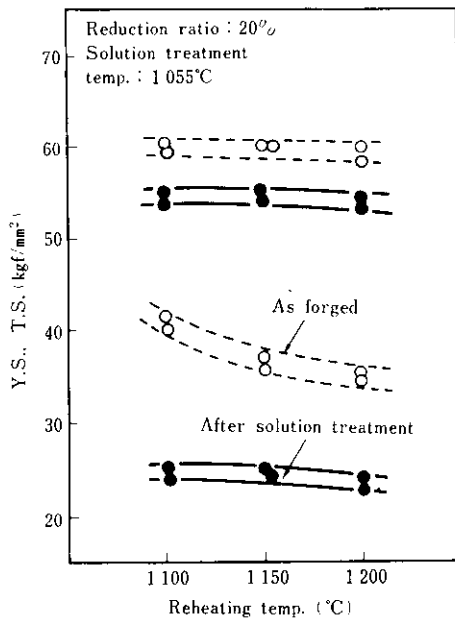


Fig. 7 Effect of reheating temperature on tensile strength

2.4 固溶化熱処理条件の検討

小ブロック材を用いて結晶粒度に及ぼす固溶化熱処理温度の影響を調査した。この固溶化熱処理

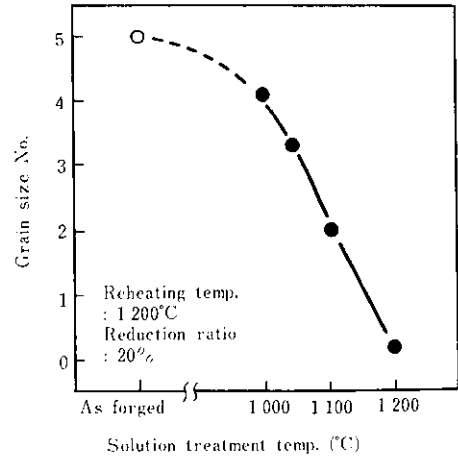


Fig. 8 Effect of solution treatment temperature on grain size

は、オーステナイト系の基本的な熱処理であり、鍛造組織を再結晶させて軟らかい組織とし延性を回復させるとともに鍛造により生じた内部ひずみを除き、炭化物や σ 相をオーステナイト中に固溶させ、これを急冷して過飽和固溶体であるオーステナイト相を得る処理である。調査結果を Fig. 8 に示す。温度が低くなるにつれて細粒化するが、一方炭化物の固溶という観点からは高い温度の方がよく、適正な温度を設定する必要がある。つづいて固溶化熱処理温度、固溶化熱処理後の冷却速度と機械的性質の関係を調査した。その結果を Fig. 9 および Fig. 10 に示す。強度は固溶化熱処理温度が低下するに従い、かつ、固溶化熱処理後の冷却が速くなるほど上昇する。一方、靱性は、大きく変らない。このように固溶化熱処理は、結晶粒度、強度に影響を及ぼすため、適正な条件設定が必要である。

2.5 超音波透過度の調査

鍛造条件と固溶化熱処理が超音波透過度に及ぼす影響について調査した。超音波透過度としては、KRAUT KRÄMER AVG 手法を用いて減衰定数 (dB/cm) と S/N 比 (dB) を測定した。探傷器は USIP-11 型、探触子は B 2 SN (JIS 2B24N 相当) を使い、AVG ダイアグラムを使用した。調査結果を Fig. 11 に示す。超音波透過度と鍛造条件には、かなりよい関係があり、これらは前述の結晶粒微

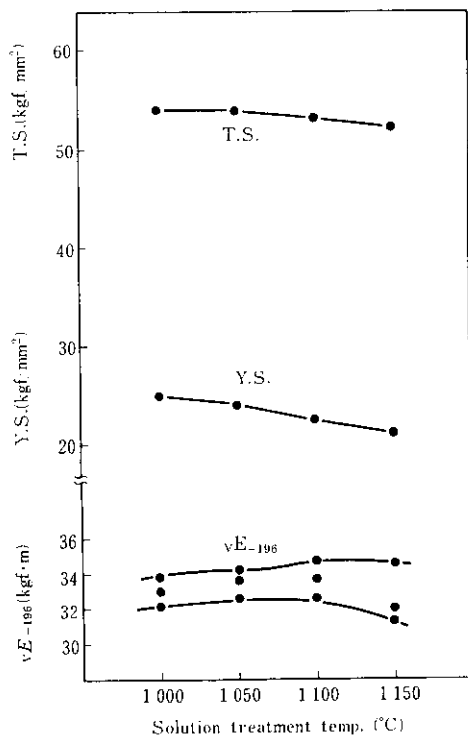


Fig. 9 Relation between mechanical properties and solution treatment temperature

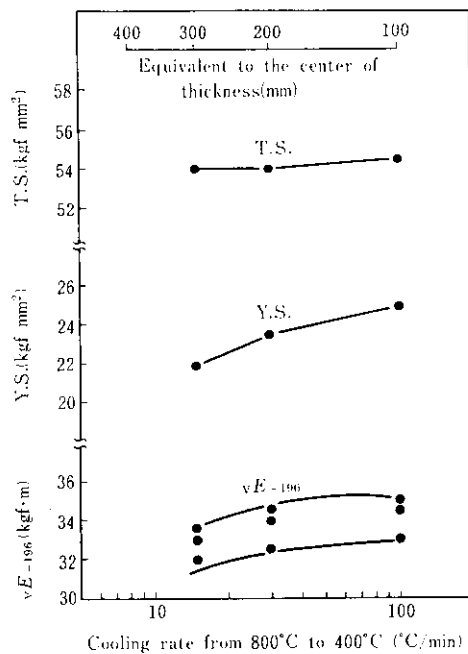


Fig. 10 Relation between mechanical properties and cooling rate from 800°C to 400°C

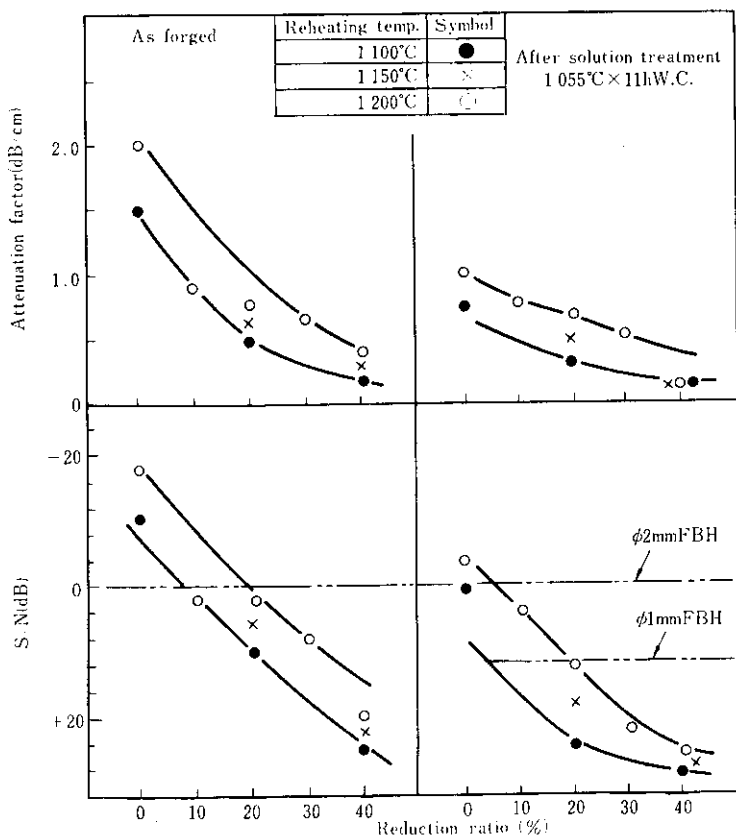


Fig. 11 Effect of forging conditions and solution treatment on ultrasonic attenuation

細化を通して改善されることを示している。また固溶化熱処理を実施すると、さらに改善されるがこれは鍛造ひずみの除去によると考えられる。このように良好な超音波透過度を得るためには、結晶粒の微細化が必要であり、最適の鍛造条件、固溶化熱処理条件の設定が必要である。

3. 厚肉シェル材の製造と確性試験

3.1 厚肉シェル材の製造 (肉厚265mm)

Fig. 2 に示す③部位から厚肉シェル材を製造した。製造工程を Fig. 12 に示す。結晶粒微細化の

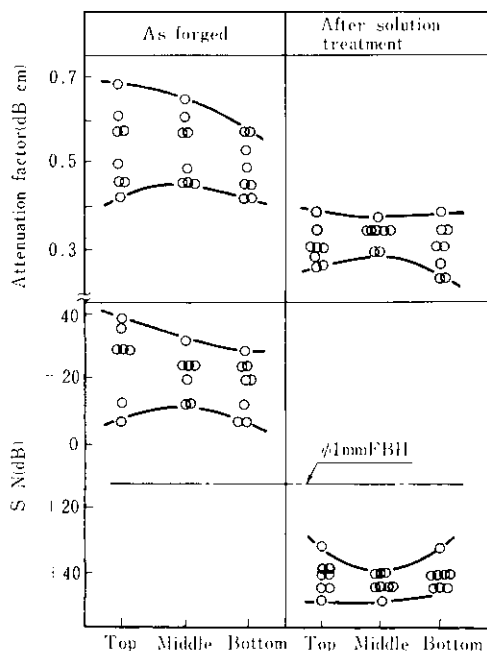


Fig.13 Comparison of solution treatment on ultrasonic attenuation

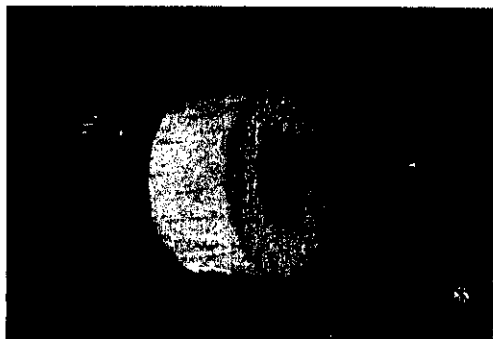


Photo. 4 A view of forging

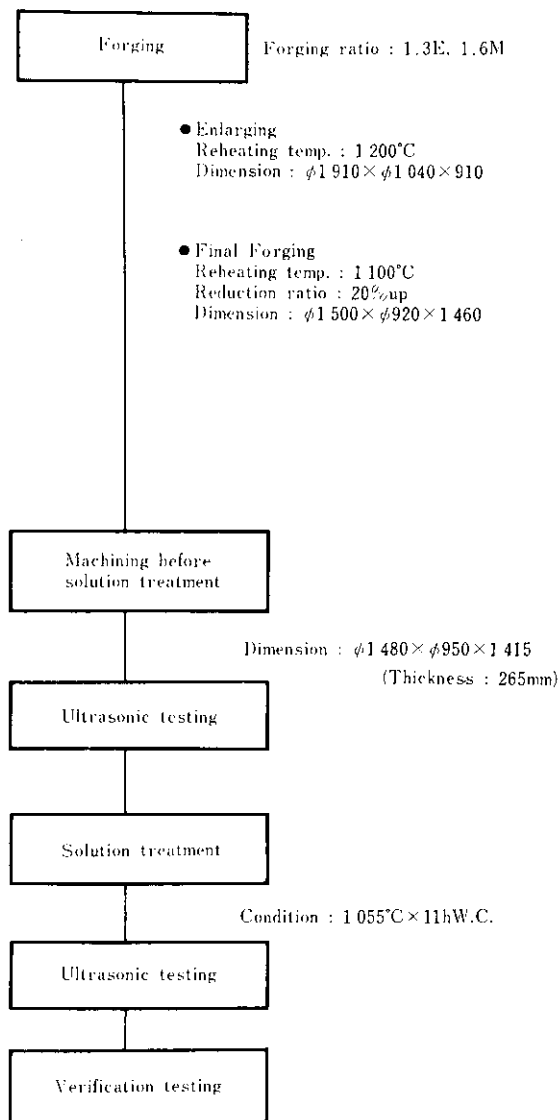


Fig.12 Manufacturing process of 265mm thickness forged shell

方策として、予備調査で得られた知見をもとに設定した。すなわち仕上鍛造時での加熱温度は 1100℃とし鍛造圧下率を 20%以上とした。また穴ひろげ鍛造では鍛造作業性を考慮して、加熱温度を 1200℃とした。固溶化熱処理温度は、予備調査の Fig. 8 で明らかになったように、粒成長の始まりである 1055℃を設定した。厚肉試験材の鍛造状況を Photo. 4 に示す。また、固溶化熱処理前後の超音波探傷試験結果を Fig. 13 に示す。固溶化熱処理により超音波透過度は大幅に改善されてお

り、1 mm ϕ の欠陥は十分検出されるレベルにある。これらは前述の予備調査と同じ傾向である。また固溶化熱処理前後の CRT 図形の一例を Photo. 5 に示す。林状波は固溶化熱処理前後で著しく異なっており、固溶化熱処理後では、林状波の消滅がみられ、透過度の改善が明らかである。

3.2 確性試験

厚肉試験材の中央部に機械試験を実施した。得られた結果を Fig. 14 および Fig. 15 に示す。強

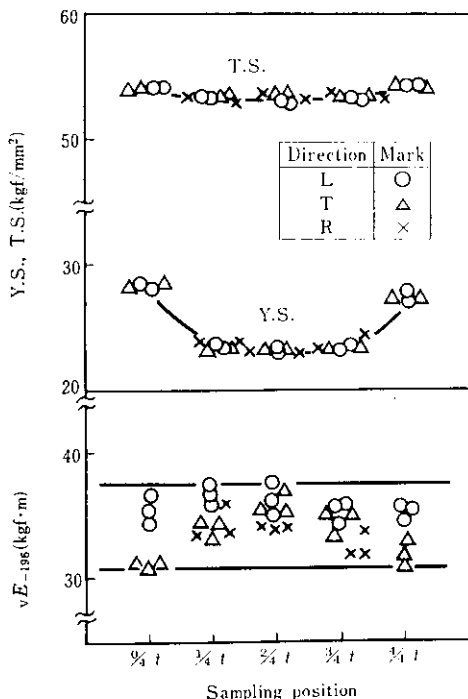


Fig. 14 Mechanical properties of 265mm thickness forged shell

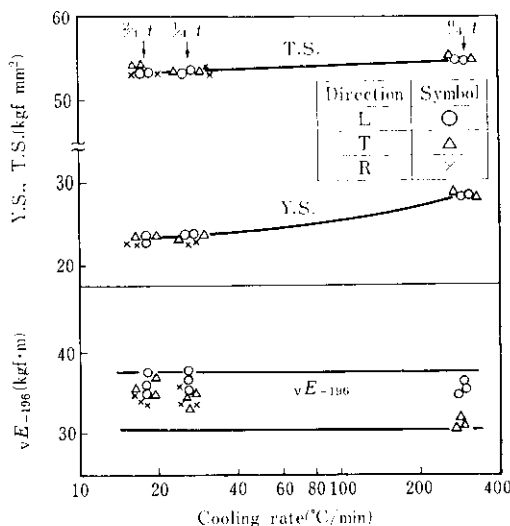


Fig. 15 Effect of cooling rate from 800°C to 400°C on mechanical properties

度に関しては、予備調査と同じレベルを確保することができた。Fig. 15 では特に Y.S. において冷却速度依存性がみられるが、その差は比較的小さく中心部においても 23kgf/mm² 以上である。その他の特性では、全断面にわたっていずれの方向とも均一な値であり、規格を十分満足している。特に靱性については、 vE_{-196} (−196°C でのシャルピー吸収エネルギー値) は 30~38kgf·m と非常に高い値をいずれの方向においても示している。これらは中空鋼塊適用による均質性、さらには、低 S 鋼による清浄性の向上が大きく寄与していると考えられる。ちなみに JIS G 0555 による清浄度測定では dT 0.015~0.023% ときわめて低い値であった。また結晶粒度は、Photo. 6 に示すとおり結晶粒度 No. 3.5 であり、予備調査で得られた結



Photo. 5 An example of CRT figures of as forged and after solution treatment



Photo. 6 An example of grain size for 265mm thickness forged shell

果と、ほぼ同じである。これは結晶粒度の細粒化対策が、確実に遂行されたことによる。

4. 腐食試験

腐食試験としては、10%しゅう酸および硫酸・硫酸銅の各試験を採用した。当材料のほかには比較材として SUS F 304 L, SUS F 316, SUS F 321 の3鋼種を加えて腐食試験を実施した。比較材の化学成分を Table 2 に示す。10%しゅう酸試験は、JIS G 0571 に準じて実施した。鋭敏化処理は、L 鋼種、および安定化鋼種のように適用されるが、比

較のため全鋼種について $650^{\circ}\text{C} \times 2\text{hA.C.}$ の条件で実施した。また溶接後熱処理 ($880^{\circ}\text{C} \times 4\text{hF.C.}$, 30°C/h) を付加した後の調査も実施した。一方、硫酸・硫酸銅試験は、JIS G 0575 に準じて実施した。鋭敏化処理、溶接後熱処理についても、10%しゅう酸試験と同一条件とした。得られた結果は、Table 3 に示すとおり SUS F 316 L, SUS F 304 L の極低炭素鋼および安定化鋼である SUS F 321 は問題ない結果であった。SUS F 316 については、JIS の規定範囲では、問題ないが、鋭敏化、溶接後熱処理を付加しての使用は好ましくない。

5. 考 察

5.1 高強度化対策

強度、耐食性がすぐれた材料として SUS F 316 L 鋼に N 添加することにより BWR 配管部材への適用が検討されている^{4,5)}。C を 0.02% 以下とし、N 量を変化させ、強度の影響を調査した。実験は 50kg の小型鋼塊を用い、固溶化熱処理後の冷却条件は、 $100 \sim 200^{\circ}\text{C/min}$, $20 \sim 30^{\circ}\text{C/min}$ の2条件

Table 3 Results of corrosion resistance test

Steel	Treatment	Location	10% oxalic acid etch test		Copper sulfate-sulfuric acid test (r=0.51)
			As received	After sensitization	
SUS F 316 L		Through-thickness	A	A	Good
	P.W.H.T.	Through-thickness	A	B	Good
SUS F 304 L		Through-thickness	A	A	Good
	P.W.H.T.	Through-thickness	B	B	Good
SUS F 316		Through-thickness	A	C	Good
	P.W.H.T.	Through-thickness	C	C	Good
SUS F 321		Through-thickness	A	A	Good
	P.W.H.T.	Through-thickness	B	A	Good

Table 2 Chemical composition of investigated stainless forged steels

(wt. %)

Steel	C	Si	Mn	P	S	Cu	Ni	Cr	Mo	Ti
SUS F 304L	0.012	0.59	1.68	0.033	0.004	0.23	11.67	19.42	0.18	Tr.
SUS F 316	0.055	0.72	1.51	0.036	0.004	0.15	13.23	17.84	2.50	Tr.
SUS F 321	0.032	0.56	1.52	0.037	0.006	0.28	11.69	18.70	0.23	0.29

Solution treatment temp.: 304 L, 316..... 1055°C
 : 321..... 970°C

とした。調査結果を Fig. 16 に示すとおり、N の添加は強度向上に有効である。

また一方、結晶粒の微細化も一つの対策と考えられる。そこで鍛造条件および固溶化熱処理条件を種々変化させて得られた結晶粒度と強度の関係について整理した。その結果は Fig. 17 に示すとおり強度と結晶粒度では強い相関関係がみられる。しかし結晶粒が微細で高強度の得られる範囲は、固溶化熱処理温度が低く、かつ冷却速度の大きなところである。このため対策としては、できるだけ固溶化熱処理温度を低くするとともに熱処理形状をできるだけ仕上形状に近くし、冷却速度を大きくすることが考えられる。このように高強度対策には、化学成分の検討（N 添加）および結晶粒度にからむ固溶化熱処理条件の検討が必要である。

5・2 SUS F 316 L 鋼と SUS F 316 鋼の比較

Table 2 に示す比較材 SUS F 316 鋼（肉厚 200mm）について固溶化熱処理後、および固溶化熱処理に溶接後熱処理（880°C×4hF.C., 30°C/h）を付加した後の機械試験結果を Fig. 18 に示す。一般的

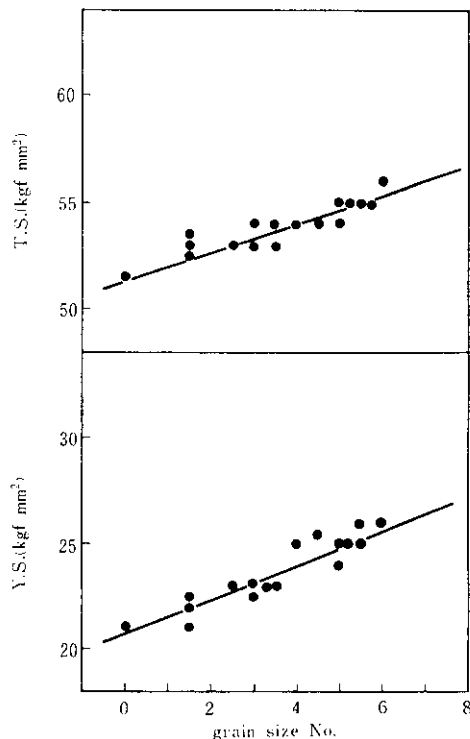


Fig.17 Relation between tensile properties and grain size number

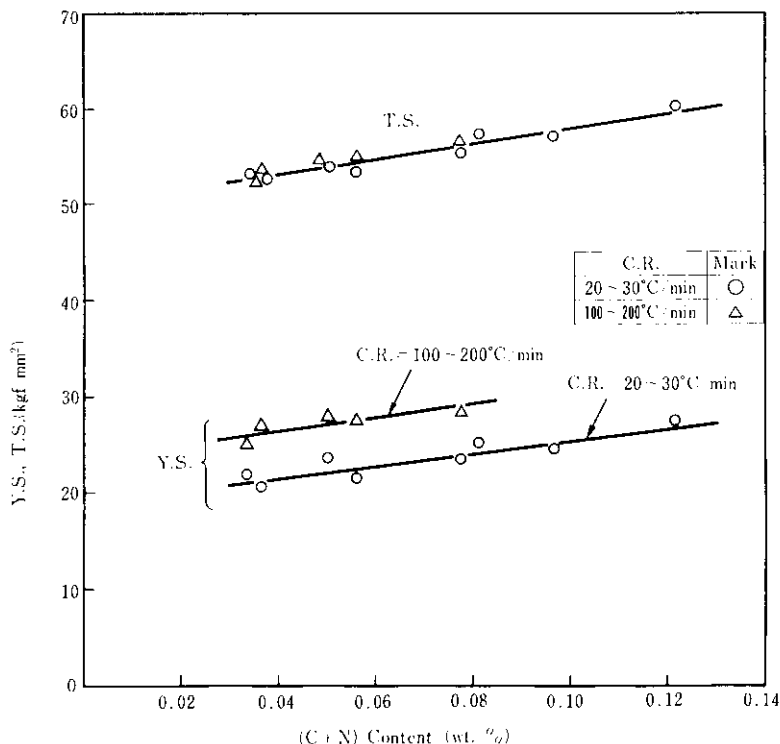


Fig.16 Effect of (C+N) content on tensile properties

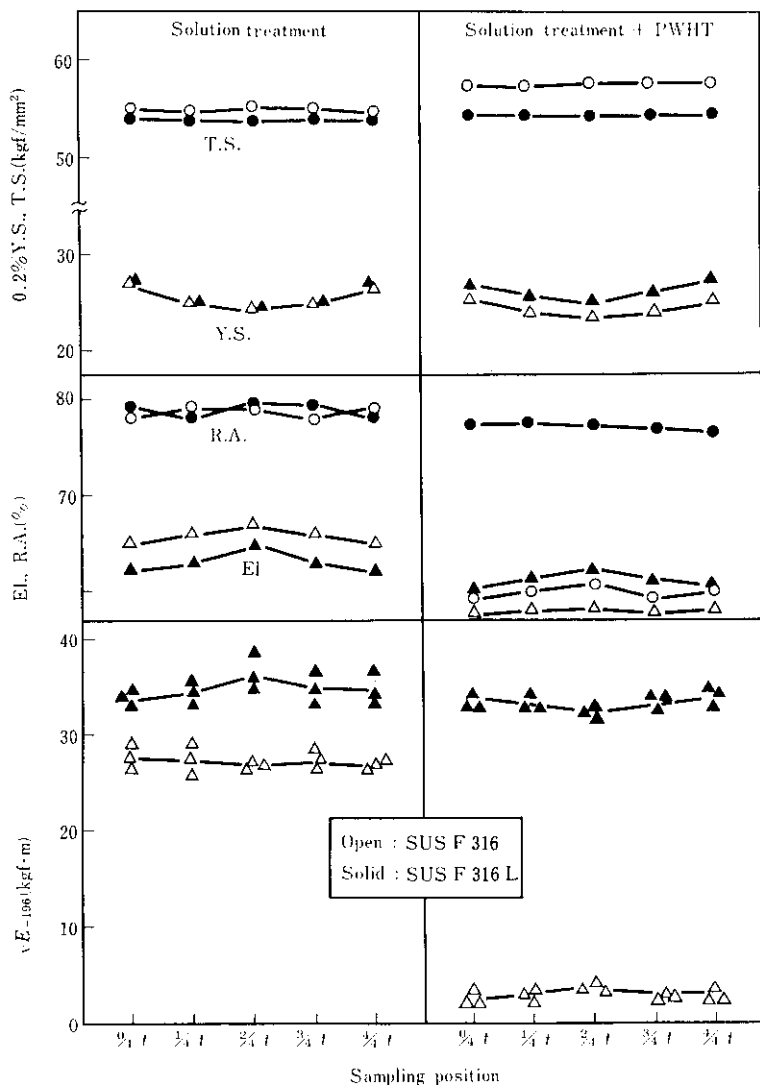
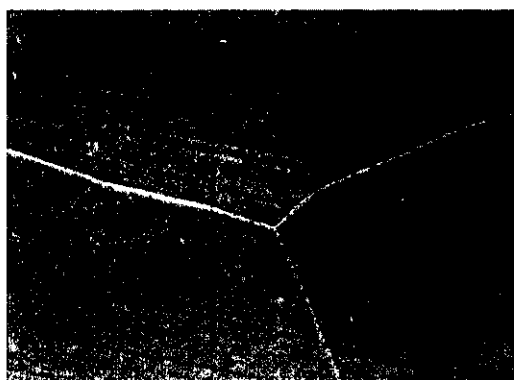


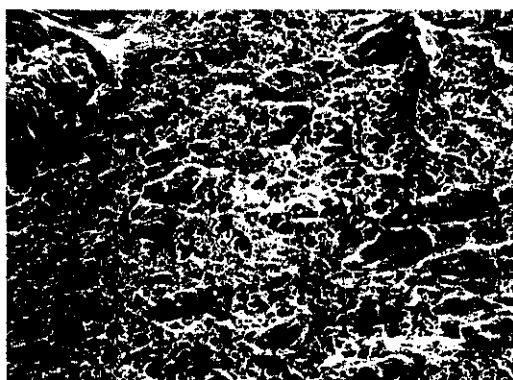
Fig.18 Mechanical properties of SUS F 316 steel and SUS F 316 L steel

にこの鋼種は溶接後熱処理は実施されないが、SUS F 316 L との比較のため試験を行った。また今回製造した SUS F 316 L 鋼の固溶化熱処理および溶接後熱処理を付加した後の機械試験結果も併せて Fig. 18 に示している。SUS F 316 鋼では、固溶化熱処理のままで、今回の確性試験値とはほぼ同程度であるが、溶接後熱処理を施すと、T.S. が増加し、El., R.A. および $vE-196$ は大幅に低下する。これは粒界腐食感受性の高い SUS F 316 では、溶接後熱処理の冷却において、オーステナイト系ステンレス鋼の鋭敏化領域（約 $870 \sim 450^\circ\text{C}$ ）

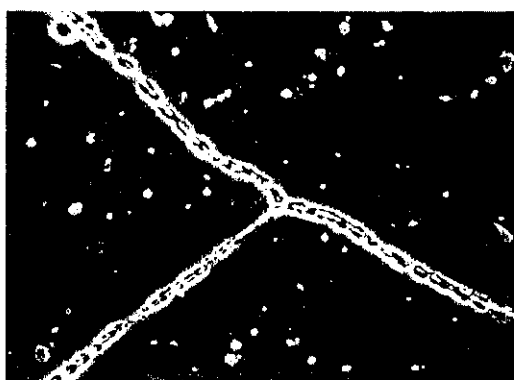
を通過する際にクロム・カーバイドの粒界への析出凝集が生じ、じん性の劣化をきたすためである。光学顕微鏡組織とシャルピー衝撃試験面の走査電顕破面写真の比較を Photo. 7 および Photo. 8 に示す。低 C 鋼である SUS F 316 L では、炭化物の析出はほとんどみられず、十分な延性破壊を示すのに対し SUS F 316 では粒界炭化物の形成がみられ粒界破壊の発生がみとめられる。このように溶接等の必要性がある場合には、L 鋼種を使用することによりじん性、耐触性は、溶接後熱処理を付加した場合でも劣化しないことが明らかとな



SUS F 316 L



SUS F 316 L



SUS F 316

10 μ m

Photo. 7 Microstructures of SUS F 316 L steel and SUS F 316 steel



SUS F 316

100 μ m

Photo. 8 Fractographies by scanning electron microscope

った。

6. まとめ

厚肉ステンレス鍛鋼として用途の広い SUS F 316 L 鋼を選定し、電気炉-VOD-下注無酸化注入により製造した 32t 中空鋼塊を用いて調査し、次の結果を得た。

- (1) 中空鋼塊は、ステンレス鋼においても、普通鋼、低合金鋼と同じ凝固特性を有している。すなわち、偏析が小さく、ミクロポロシティがほとんどなく均質性にすぐれている。
- (2) 結晶粒の微細化には、適正な鍛造条件および固溶化熱処理条件の設定が必要である。また細粒化により超音波透過度は改善される。
- (3) 機械的性質とくに強度は、結晶粒度の微細化により上昇する。これは適正な鍛造条件の設定もさることながら固溶化熱処理条件が支配的である。

また N 添加は強度向上に有効な手段であると考えられる。

- (4) 機械試験結果は、265mm という厚肉にもかかわらず肉厚部位のバラツキが小さく、かつ、方向性もほとんどない。特に靱性 (vE_{-196}) についても、30~38kgf·m と L.T.R いずれの方向とも高い値を得た。

このように中空鋼塊適用による均質性向上、低 S 鋼による清浄性の向上および鍛造、固溶化熱処理による細粒化対策の実施により、厚肉ステンレス鍛鋼の製造技術を確立することができた。なお、50 t 以上 100 t までの鍛造用鋼塊についても、千葉製鉄所での溶解炉-KBOP-RH プロセスによりすべての鋼種 (L 鋼種、安定化鋼含む) が製造可能であり、今後の大型化、厚肉化への対応が可能である。

参 考 文 献

- 1) 日刊工業新聞：ステンレス鋼便覧，IV（1973）563～609
- 2) 飯田，山本，山浦，朝生，松野，西岡：鉄と鋼，**66**（1980）2，211
- 3) 飯田，山本，松野，山浦，朝生：川崎製鉄技報，**12**（1980）1，27
- 4) 長野，小林，柘植，丸山：鉄と鋼，**65**（1979）11，S1043
- 5) 太西，塚田，楠橋：鉄と鋼，**66**（1980）4，S438