

片岡 義弘^{*2} 松崎 明博^{*3} 谷 豪文^{*4} 朝生 一夫^{*5} 狩野 征明^{*6} 狩野 俊之^{*7}

Manufacture of Heavy Section Austenitic Stainless Steel Forgings

Yoshihiro Kataoka, Akihiro Matsuzaki, Hidefumi Tani, Kazuo Aso, Seimei Karino, Toshiyuki Kano

要旨

厚肉オーステナイト系ステンレス鍛鋼の製造技術を確立するため、19%Cr-10%Ni 鋼の機械的性質におよぼす固溶化熱処理後の冷却速度、結晶粒径および化学成分の影響について調べた。

冷却速度が減少すると、引張強さはほとんど変化しないが0.2% 耐力は低下する。一方、結晶粒が粗大化すると引張強さ、0.2% 耐力とも低下する。CおよびN量の増加やNb, V, Mo の添加は引張特性の向上に有効であるが、溶接性や耐食性を考慮すると、後者の3元素の微量複合添加がより有効であり、クリープ破断強さの向上にも効果的である。

これらの結果に基づいて、肉厚 200 mm と 300 mm の鍛鋼品を試作した。確性試験の結果は良好な成績が得られた。

Synopsis:

The effects of the cooling rate after solution treatment, grain size, and chemical composition on mechanical properties were investigated to establish manufacturing conditions of heavy section austenitic stainless steel forgings.

A decrease in the cooling rate lowers 0.2% yield strength, and an increase in the grain size lowers both 0.2% yield strength and tensile strength. Increasing C and N contents and adding small amounts of alloying elements such as Nb are effective in improving such strengths. Considering other properties, however, additions of Nb, V, and Mo in combination are more effective.

On the basis of these results, trial forgings with thickness of 200 and 300 mm were manufactured and examined with good results.

1 結 言

現在、世界各国で開発が進められている高速増殖炉の炉容器などの高温構造機器にはオーステナイト系ステンレス鋼の適用が予定されている¹⁾。これらの各種機器は超大型構造物で、従来実績のみられない大型厚肉ステンレス鍛鋼品の使用が予定されている。これらの機器の使用条件はより過酷になり、信頼性向上の面からもこれら鍛鋼品に要求される特性は一層厳しくなっている。このため優れた特性をもつ大型厚肉ステンレス鍛鋼の製造方法に関する研究が各方面で活発に行われている^{2,3)}。

オーステナイト系ステンレス鋼の大型厚肉鍛鋼品の製造に当たっては薄肉材ではみられない各種の問題が生じる。まず熱間鍛造による結晶粒の調整が困難となるため結晶粒が粗大化して超音波探傷精度が悪くなるとともに0.2% 耐力、引張強さが低下する。さらに、製品の厚肉化により固溶化熱処理時の冷却速度が肉厚内部で必然的に小さくなるため、強度、じん性などの機械的性質および耐粒界腐食性などが低下することが懸念される。

そこで、これらの要因による特性の変化をはじめ厚肉ステンレス鍛鋼の特性を正確に把握するとともに、その最適製造条件を確立するための基礎実験として、SUS 304 鋼の機械的性質におよぼす固溶化熱処理時の冷却速度の影響および厚肉材の特性におよぼす結晶粒

径と化学成分の影響について調べた。さらに、この基礎実験結果に基づいて厚肉鍛鋼品を試作し、確性試験を実施した。

本報告では、この基礎実験結果と試作材の確性試験結果について述べるとともに、当社におけるステンレス鍛鋼品の製造例を紹介する。

2 基礎実験

2.1 実験方法

供試材として 19%Cr-10%Ni 系のオーステナイト系ステンレス鋼で C, N, Nb, V および Mo 量を変化させた 100 kg 鋼塊を真空高周波溶解炉により溶製し、熱間鍛造または圧延により板厚 25 mm とした鋼板を用いた。それらの化学組成を Table 1 に示す。各鋼の固溶化熱処理は実験目的により固溶化温度、固溶化時間および固溶化後の冷却速度を変化させた。たとえば、肉厚 400 mm の中

Table 1 Chemical compositions (wt %)

C	Si	Mn	Cr	Ni	Nb	V	Mo	N
0.03~0.08	0.75	1.80	19.0	10.0	0~0.3	0~0.2	0~0.3	0.02~0.14

*1 昭和60年4月17日原稿受付

*2 鉄鋼研究所水島研究部第2研究室主任研究員(掛長)

*3 鉄鋼研究所厚板研究部厚板研究室

*4 水島製鉄所管理部鍛造管理室

*5 水島製鉄所管理部鍛造管理室主査(課長)

*6 本社鋼材技術部主査(課長)

*7 本社鋼材技術部主査(部長補)

心部の特性を調べた実験では固溶化温度 1070°C で 8 h 保持後、約 10°C/min の速度で冷却した。固溶化熱処理後の各試料から試験片を採取し、常温と 550°C における引張試験、-196°C におけるシャルピー試験、クリープ破断試験などを行った。

2.2 実験結果および考察

2.2.1 引張特性におよぼす固溶化後の冷却速度の影響

SUS 304 鋼の常温と 550°C における引張特性におよぼす固溶化熱処理時の冷却速度の影響を化学組成の異なる 4 鋼種についてそれぞれ Fig. 1 と 2 に示す。常温および 550°C とも引張強さは冷却速度の影響をほとんど受けず、鋼種ごとにほぼ一定の値となっている。一方、0.2% 耐力はいずれの試験温度においても各鋼とも冷却速度の減少とともに低下する傾向を示し、低下の程度は鋼種によっ

て異なっている。このような 0.2% 耐力の低下は、固溶化温度からの徐冷 (10°C/min) 後、急冷 (2000°C/min) を開始した温度と 0.2% 耐力との関係を示した Fig. 3 から明らかなように、Cr 炭化物の析出温度域である 900~600°C 間の冷却速度の遅延によるもので、ひいては Cr 炭化物の粒界析出に起因していると推察される。このような冷却速度の差による粒界の変化を Photo 1 に示す。また、0.28%Nb 添加鋼あるいは 0.06%Nb-0.2%V-0.3%Mo 添加鋼では無添加鋼と比較して冷却速度の減少にともなう 0.2% 耐力の低下が

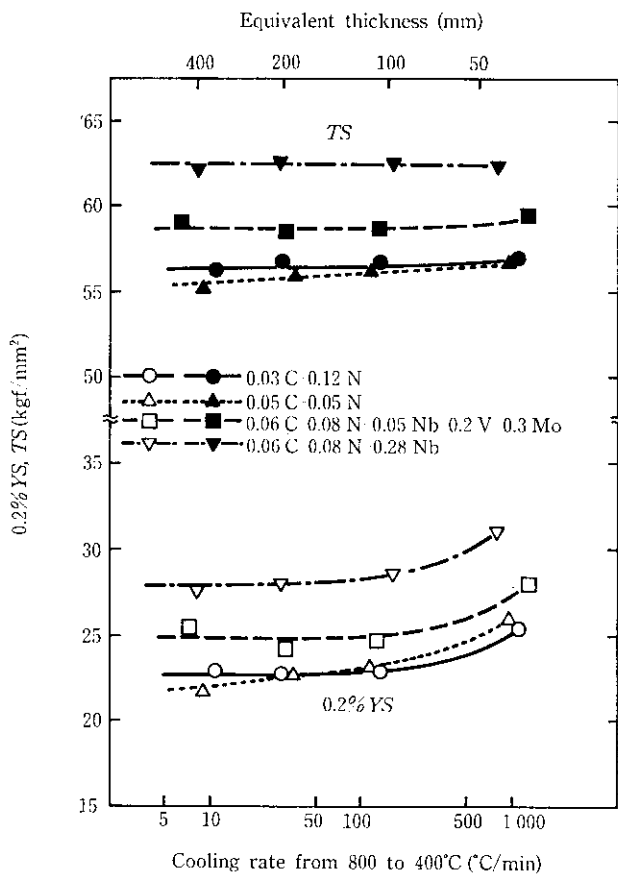


Fig. 1 Influence of cooling rate after solution treatment on tensile properties at room temperature

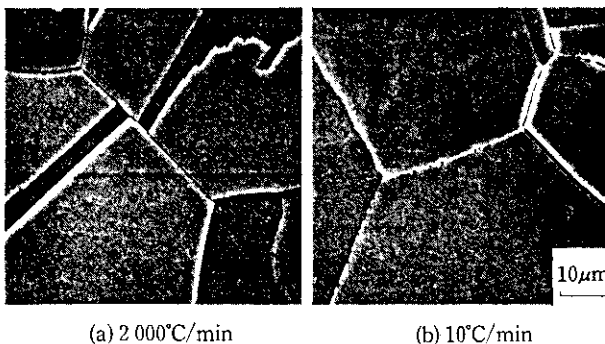


Photo 1 Change in microstructures of 0.05% C-0.05% N-19% Cr-10% Ni steel with cooling rate after solution treatment

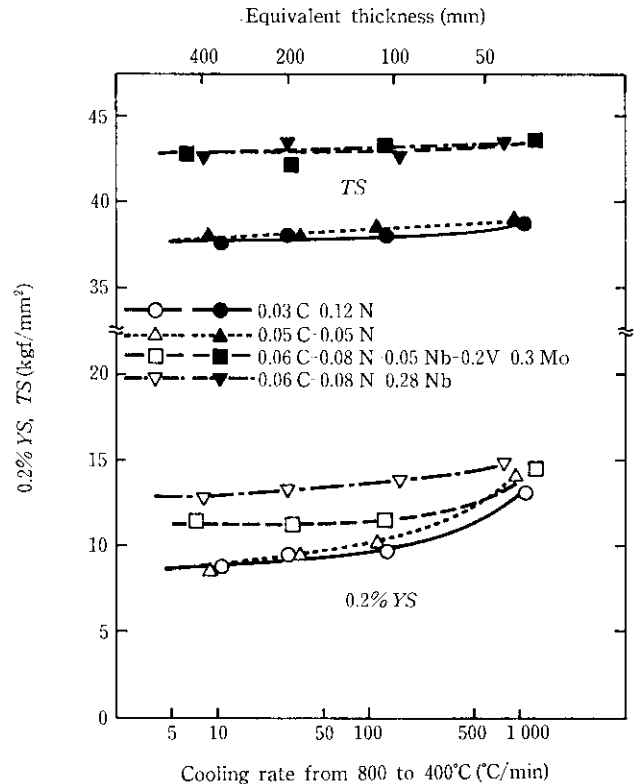


Fig. 2 Influence of cooling rate after solution treatment on tensile properties at 550°C

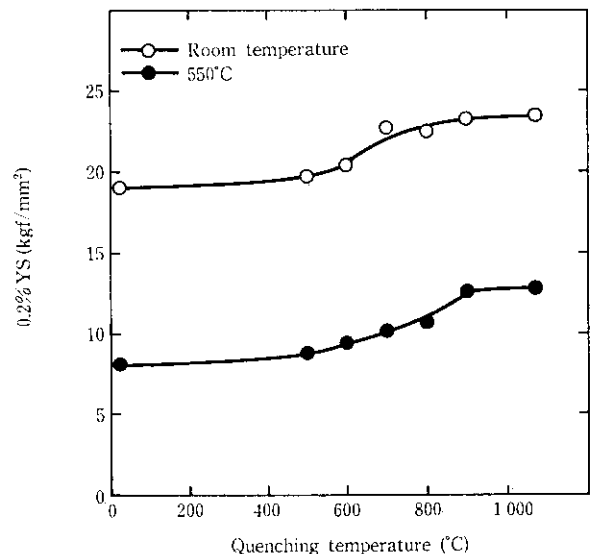


Fig. 3 Change in 0.2% yield strength of 0.05% C-0.03% N-19% Cr-10% Ni steel with quenching temperature after solution treatment

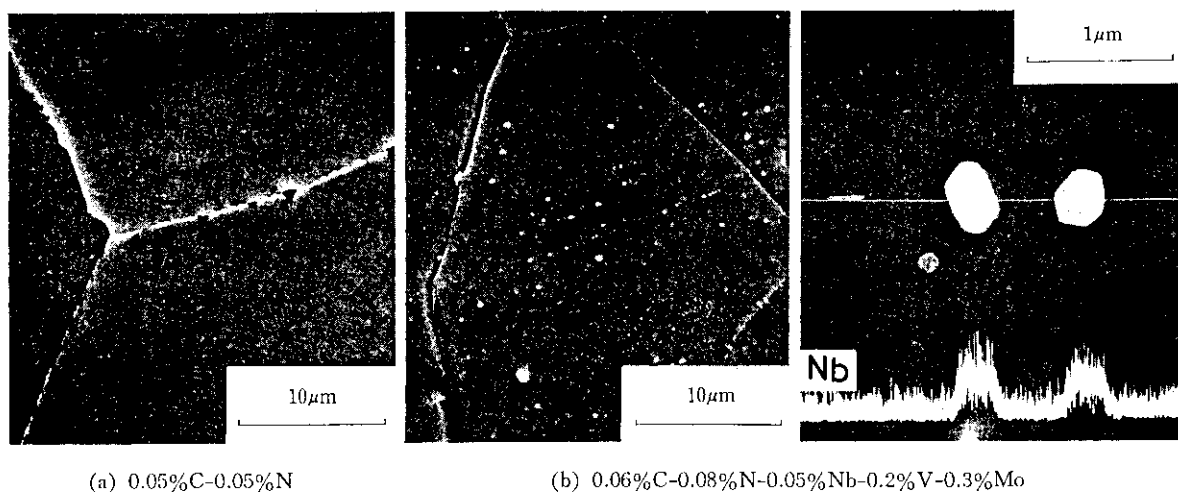


Photo 2 Microstructures of 0.5% C-0.5% N-19% Cr-10% Ni steel and 0.06% C-0.08% N-0.05% Nb-0.2% V-0.3% Mo-19% Cr-10% Ni steel after solution treatment with cooling rate of 10°C/min

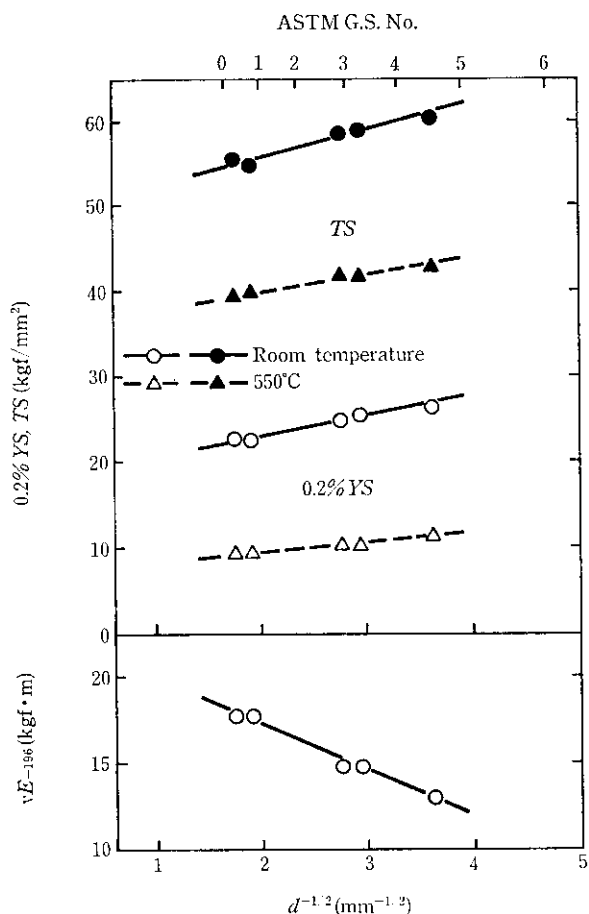


Fig. 4 Correlation between grain sizes and 0.2% yield strengths, tensile strengths and Charpy absorbed energies at -196°C of 0.05% C-0.12% N-19% Cr-10% Ni steel

僅少であるのは、Photo 2 に示すように Nb 炭窒化物が粒内に優先的に析出し、Cr 炭化物の粒界析出を抑制しているためと推察される。

2.2.2 結晶粒径と機械的性質の関係

SUS 304 鋼 (0.05% C-0.12% N 系) 肉厚 400 mm 中心部相当材の常温と 550°C における引張強さおよび -196°C におけるシャルビ

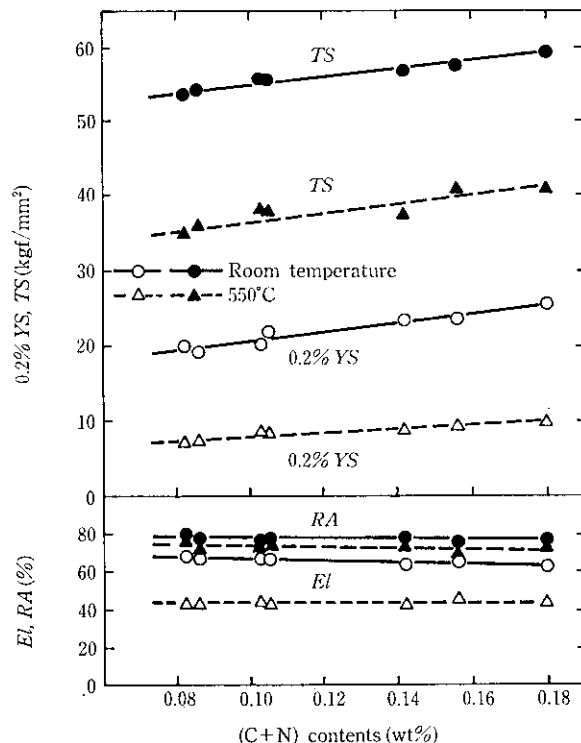


Fig. 5 Effects of (C+N) contents on tensile properties of 19% Cr-10% Ni conventional steel with a thickness of 400 mm

ー吸収エネルギーと結晶粒径との関係を Fig. 4 に示す。常温と 550°C における 0.2% 耐力および引張強さは Petch の関係に従い結晶粒径 (d) の減少とともに $d^{-1/2}$ に比例して上昇し、シャルビー吸収エネルギーは低下している。このような関係は従来の薄肉材を用いた研究でも認められている^{3,4)}が、0.2% 耐力と引張強さにおよぼす結晶粒径の影響については、薄肉材の場合よりも顕著に現れている。

2.2.3 機械的性質におよぼす化学成分の影響

SUS 304 鋼などのオーステナイト系ステンレス鋼の強度向上に C と N 含有量の増加が有効であることはよく知られている^{4,5)}。厚肉材の場合にも Fig. 5 に示すように常温および 550°C における

0.2% 耐力と引張強さはいずれも C と N 量の総和にほぼ比例して上昇する。この肉厚 400 mm 中心部相当材の常温と 550°C における 0.2% 耐力と引張強さに対する C と N 量の効果は結晶粒径の効果を含めた重回帰分析により次式で与えられる。

$$\text{常温の 0.2\% 耐力 (kgf/mm}^2\text{)} \\ = 7.97 + 52.5C + 62.1N + 2.24d^{-1/2} \dots\dots\dots (1)$$

$$\text{常温の引張強さ (kgf/mm}^2\text{)} \\ = 38.4 + 68.6C + 56.5N + 3.31d^{-1/2} \dots\dots\dots (2)$$

$$\text{550}^\circ\text{C の 0.2\% 耐力 (kgf/mm}^2\text{)} \\ = 1.64 + 39.2C + 28.6N + 1.00d^{-1/2} \dots\dots\dots (3)$$

$$\text{550}^\circ\text{C の引張強さ (kgf/mm}^2\text{)} \\ = 23.3 + 110.0C + 54.5N + 1.82d^{-1/2} \dots\dots\dots (4)$$

常温における 0.2% 耐力、引張強さと 550°C における 0.2% 耐力に対しては C と N がほぼ同程度の効果があるが、550°C における引張強さに対しては C の方が N の約 2 倍の効果があることがわかる。

一方、Nb などの添加が厚肉 SUS 304 鋼の強度向上に有効であることは Fig. 1 と 2 から明らかであり、とくに固溶化熱処理時の

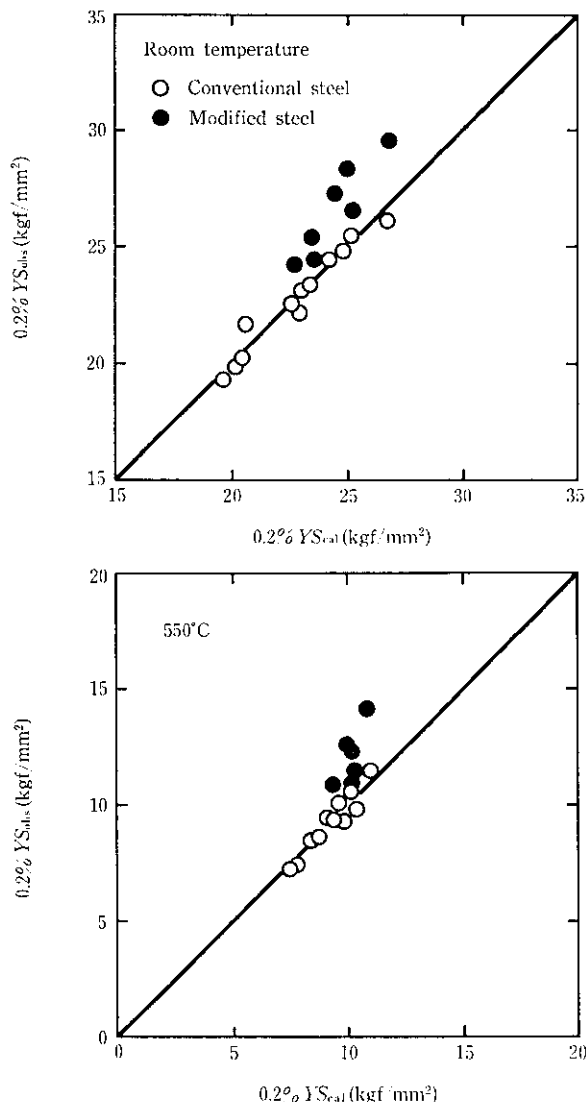


Fig. 6 Comparison between observed values of 0.2% yield strengths and calculated ones

冷却速度が小さくなる厚肉材の 0.2% 耐力の向上に有効でありその添加効果の例を Fig. 6 と 7 に示す。Fig. 6 は肉厚 400 mm 中心部相当材の常温と 550°C における 0.2% 耐力を上記の回帰式で計算した値と実測値とを比較して示したものである。この図から Nb などの添加は細粒化による強度向上を差し引いても 0.2% 耐力を向上していることがわかる。また、Fig. 7 は常温における 0.2% 耐力と 550°C における 0.2% 耐力との関係を示したものであり、Nb などの添加は高温強度の改善により有効であることがわかる。このような Nb, V, Mo 添加による強度向上効果を Fig. 8 に示す。こ

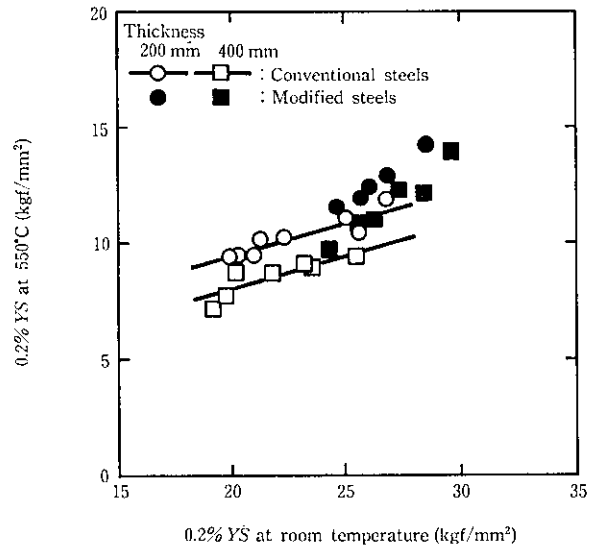


Fig. 7 Correlation between 0.2% yield strengths at room temperature and those at 550°C

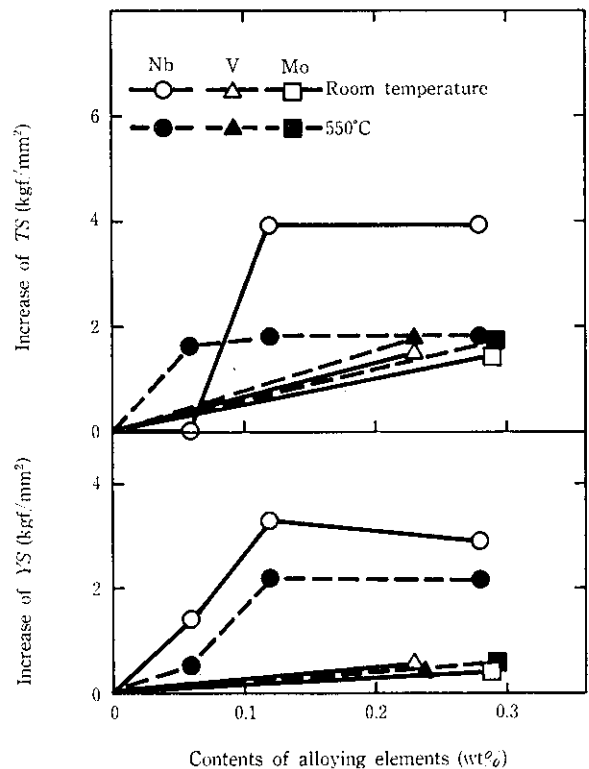


Fig. 8 Effects of small addition of Nb, V and Mo on tensile properties of 19%Cr-10%Ni steel with a thickness of 400 mm

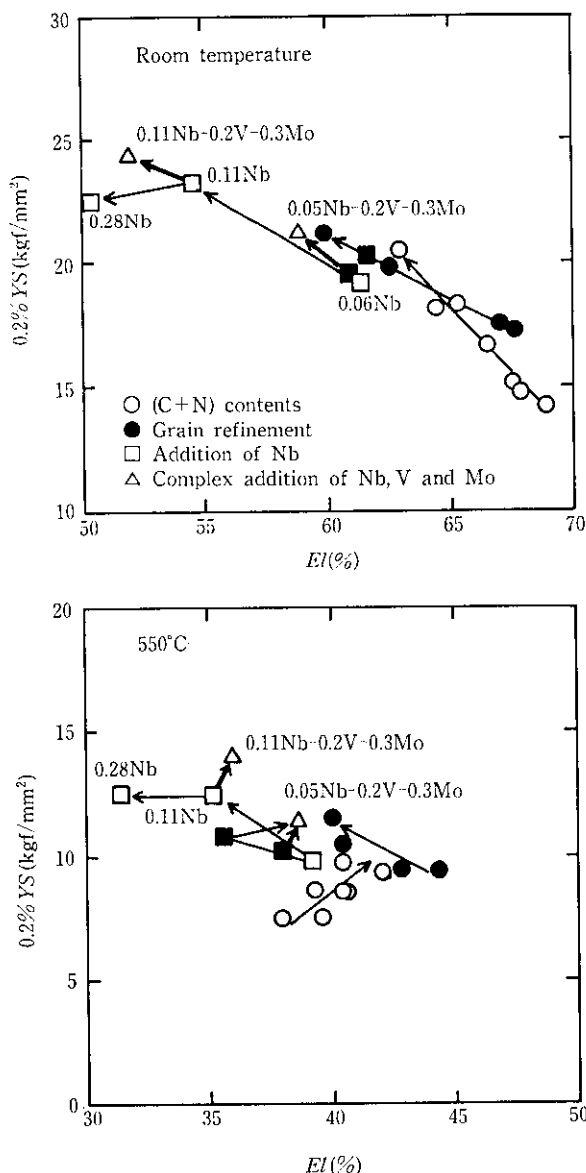


Fig. 9 Correlation between 0.2% yield strengths and elongations at room temperature and 550°C of 19% Cr-10% Ni steels with thickness of 400 mm

れから Nb の添加が厚肉 SUS 304 鋼の強度向上に最も有効であり、その効果は 0.1% 程度の添加量で飽和することがわかる。

つぎに、延性とじん性におよぼす化学成分の影響を Fig. 9 と 10 に示す。Fig. 9 は常温と 550°C における 0.2% 耐力と破断伸びとの関係を示したものである。常温においては各鋼とも 0.2% 耐力の上昇とともに伸びが低下しているが、550°C においては Nb, V, Mo を複合添加して耐力を向上させた場合には強度上昇に対する伸びの低下が小さいことが認められる。また、Fig. 10 は常温における 0.2% 耐力と -196°C におけるシャルピー吸収エネルギーとの関係を示したものである。C 含有量を増すとシャルピー吸収エネルギーが著しく低下し、N 含有量を増加して 0.2% 耐力を向上させる場合にも吸収エネルギーが低下するが、Nb, V, Mo の微量添加は強度とともに吸収エネルギーも向上させる。しかし、Nb を多量に添加すると吸収エネルギーは低下している。

つぎに、肉厚 400 mm 中心部相当材のクリープ破断強度におよぼす Nb などの微量添加の影響を Fig. 11 に示す。薄肉材において、Nb, Ti などの微量添加が高温長時間強度に対し非常に有効である

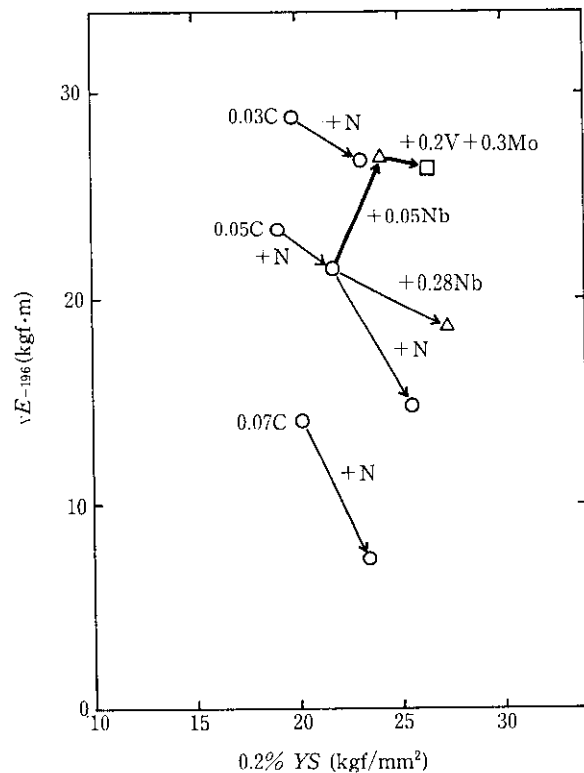


Fig. 10 Correlation between 0.2% yield strength at room temperature and Charpy absorbed energies at -196°C of 19% Cr-10% Ni steels with thickness of 400 mm

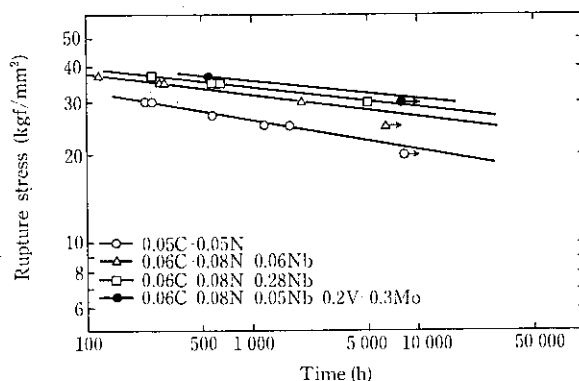


Fig. 11 Effects of alloying elements on creep rupture strength of 19% Cr-10% Ni steel with a thickness of 400 mm at 550°C

ことはすでに報告されている^{8,9)}が、固溶化熱処理後の状態で炭窒化物の析出がみられる厚肉材においても Nb などを添加することによりクリープ破断強度は著しく向上することが認められる。

2.3 基礎実験のまとめ

厚肉オーステナイト系ステンレス鋼製品を製造するに当たって小型鋼塊による基礎実験を行い、以下の結果が得られた。

- (1) SUS 304 鋼の常温および高温における 0.2% 耐力は、固溶化熱処理時の冷却速度が減少するとともに、低下する。このため、厚肉材になると必然的に肉厚中央部の 0.2% 耐力は同一組成の薄肉材のそれより低くなる。
- (2) この 0.2% 耐力の低下は結晶粒の微細化、C と N 含有量の増

Table 2 Chemical compositions of the trial forgings

(wt %)

C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo	V	Nb	N
0.057	0.74	1.83	0.010	0.003	10.00	18.53	0.29	0.04	0.03	0.0366

加および Nb などの添加によって改善できるが、結晶粒の微細化を大型厚肉鍛鋼品で達成することは困難であり、また C と N 含有量を増加すると延性、じん性および耐粒界腐食性が低下するという問題が生じる。

- (3) Nb の添加は強度向上に最も有効であるが、単独添加による強度改善は延性、じん性の低下を伴うため好ましくない。
- (4) 延性、じん性などの特性も考慮した場合には、Nb, V, Mo の微量複合添加による強度向上が有効であり、これらの添加はクリープ破断強度の向上にも著しい効果がある。

3 厚肉 SUS F304 鍛鋼品の試作

3.1 製造工程

基礎実験結果に基づいて厚肉鍛鋼品を製造した。試作材の製造プロセスを Fig. 12 に示す。真空誘導溶解炉 (VIM) にて 5t 鋼塊を溶製した。その化学成分を Table 2 に示す。成分系は SUS F304 鋼の規格範囲内で Nb, V, Mo を微量複合添加した 0.06% C-0.04% N-18.5% Cr-10.0% Ni-0.03% Nb-0.04% V-0.3% Mo とした。これらの鋼塊から鍛造により Fig. 12 に示したように肉厚 320 mm と 220 mm の鋼板を製造した。

厚肉材では固溶化熱処理時の再結晶による細粒化が期待できないため、結晶粒粗大化防止策として仕上鍛造において加熱温度を 1150°C としかつ鍛造終了温度を 950°C 以上としてその温度で 20% 以上の圧下を与えた。すなわち、鍛造のままの状態ですべての再結晶粒組織となるようにした。鍛造後、機械加工により肉厚を 200 mm, 300 mm として固溶化熱処理を実施した。この時、粒成長を抑制するた

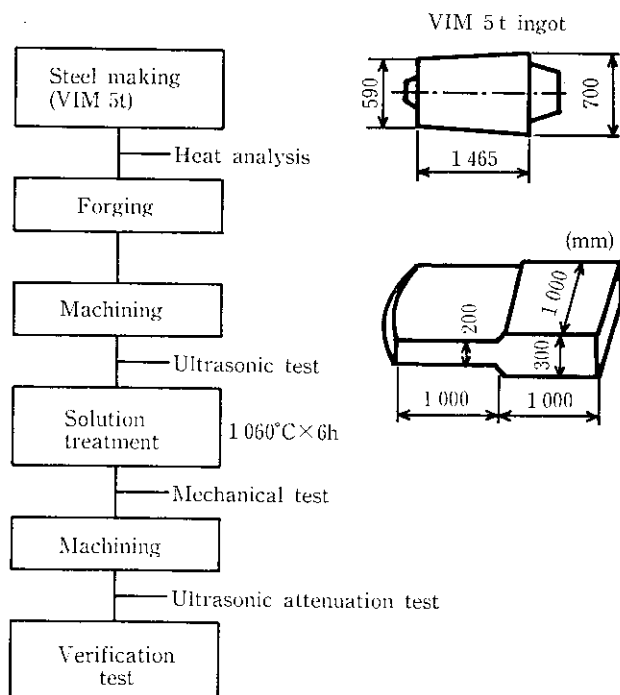


Fig. 12 Manufacturing process of trial forgings



Photo 3 Appearance of the trial forgings

めに固溶化温度を 1060°C とした。試作材の外観を Photo 3 に示す。

3.2 確性試験結果

3.2.1 内部性状

試作材の断面マクロ組織の一例を Photo 4 に示す。いずれも断面全体にわたって均一な組織を示し、偏析、欠陥などの異常は認められない。また、同断面でサルファープリント試験も実施したが、偏析は認められなかった。

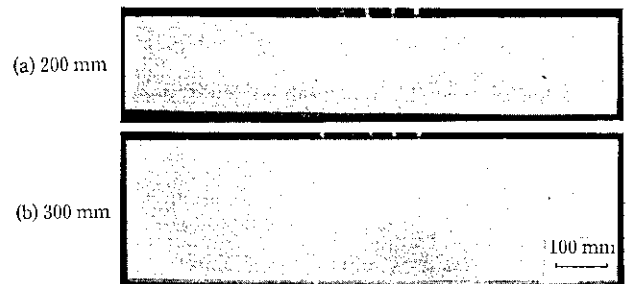


Photo 4 Macrostructures of the trial forgings

3.2.2 ミクロ組織と結晶粒度

固溶化熱処理後の組織を鋭敏化処理によりオーステナイト結晶粒を明瞭化した結果を Photo 5 に示す。厚さ 200 mm 材および 300 mm 材とも焼鈍双晶を含む正常なオーステナイト組織を示し、結晶粒度はいずれも ASTM G.S. No. 3.5 程度であり、断面全体にわたってほぼ均一な結晶粒の分布が得られた。

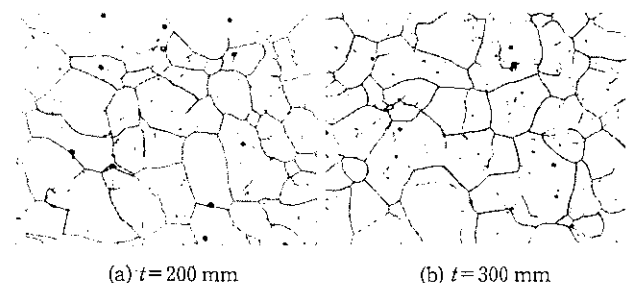


Photo 5 Austenite grain structures of the trial forgings

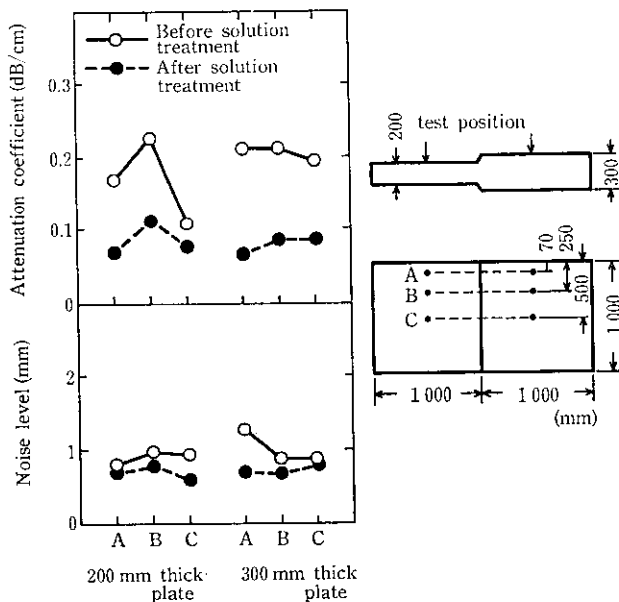


Fig. 13 Ultrasonic attenuation of the trial forgings before and after solution treatment

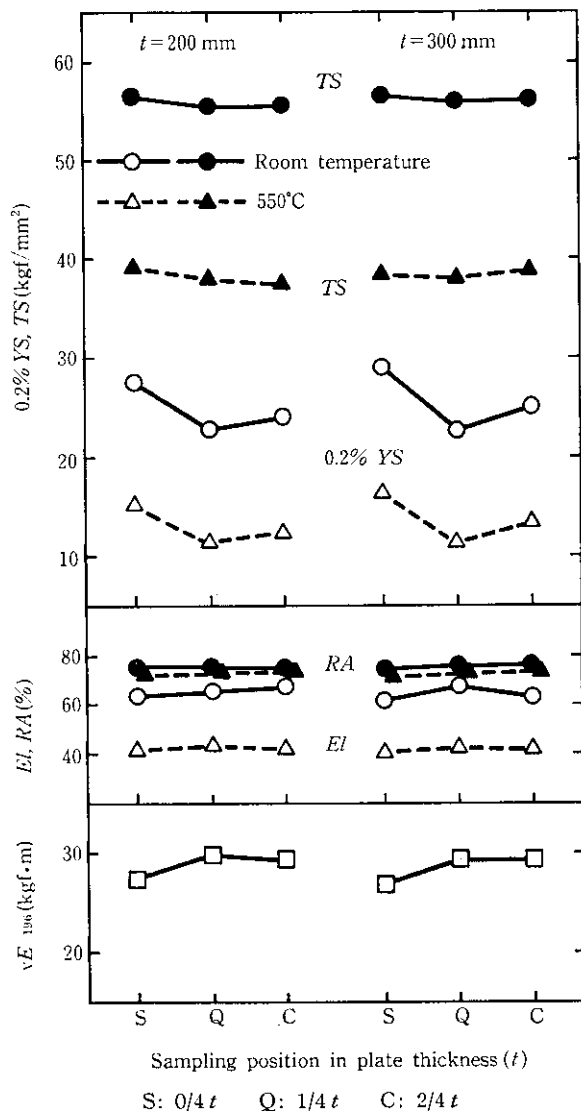


Fig. 14 Tensile properties at room temperature and 550°C and Charpy absorbed energies at -196°C of the trial forgings

3.2.3 超音波透過性

試作材の固溶化熱処理前後における超音波透過性を Fig. 13 に示す。超音波探傷試験は 2.25 MHz の探触子を用いて実施した。いずれの板厚材についても固溶化熱処理により超音波透過度が改善されており、1 mmφ の欠陥は十分検出されるレベルにある。

この探傷試験により製品内部に欠陥が存在しないことが保証され、この結果は各断面の染色探傷試験でも確認された。

3.2.4 機械的性質

試作材の常温および 550°C における引張試験結果と -196°C におけるシャルピー試験結果を Fig. 14 に示す。いずれの板厚材についても引張強さは肉厚方向位置に依存せずほぼ一定の値を示しているが、0.2% 耐力は表層部と中心部で高く、1/4t 部で低くなっている。また、 -196°C におけるシャルピー吸収エネルギーは肉厚内部に比べ表層部でやや低くなっているが、いずれも 27 kgf·m 以上と高い値が得られている。

300 mm 厚材の常温から 600°C までの引張試験結果を Fig. 15 に

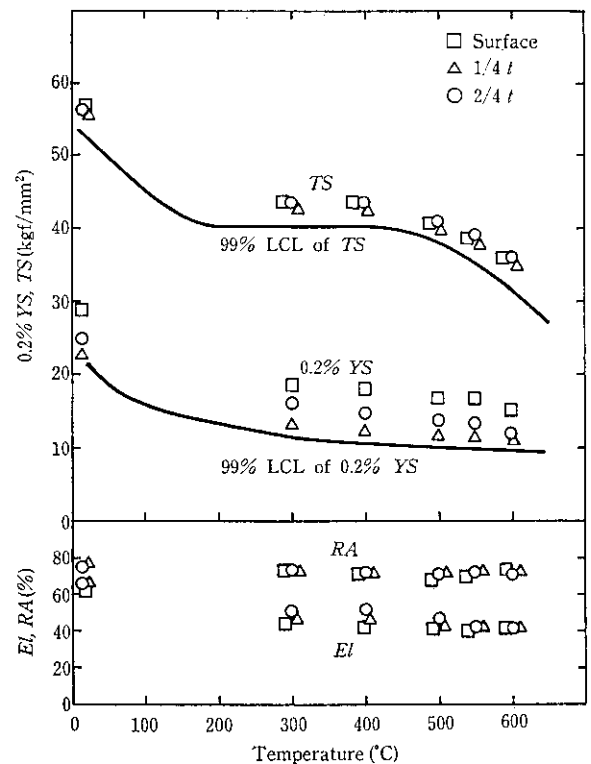


Fig. 15 Tensile properties of the trial forgings with a thickness of 300 mm

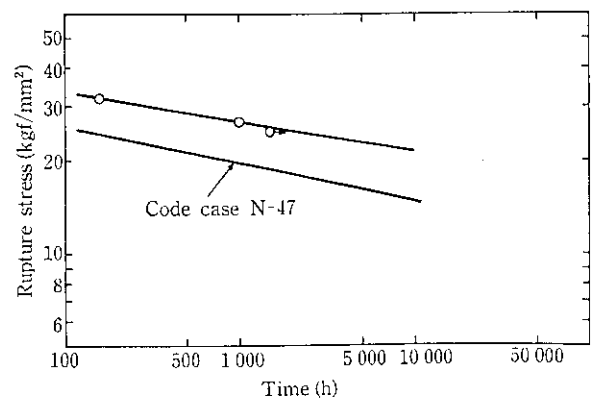


Fig. 16 Creep rupture strength of the trial forgings at 550°C

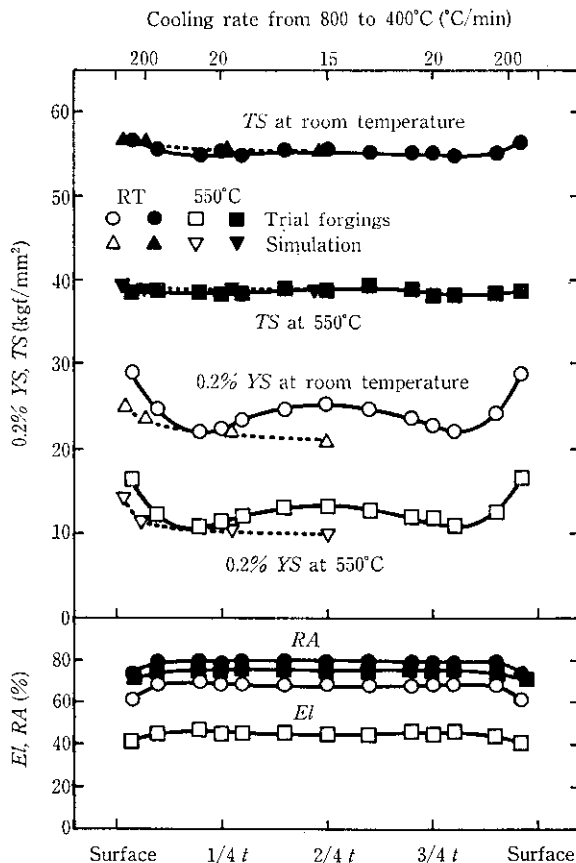


Fig. 17 Distribution of tensile properties at room temperature and 550°C in cross section of the trial forgings with a thickness of 300 mm

示す。図には薄肉材のデータからステンレス協会でもとめられている 0.2% 耐力と引張強さの保証可能値を曲線で示してある。厚肉材では 1/4t 部の 0.2% 耐力が低下するため薄肉材の下限值に近い値となっている。一方、Fig. 16 に示すように 1/4t 部の 550°C におけるクリープ破断強度は ASME Code Case N-47 に示されている値より極めて高い値となっている。

3.2.5 耐粒界腐食性

試作材の肉厚方向各位置から試料を採取し、10% しょう酸エッチ試験を行ったが、いずれも段状組織でありみぞ状の腐食は確認されなかった。

3.3 引張特性の肉厚方向分布に関する一考察

厚肉鍛鋼品では肉厚中心部で固溶化処理後の冷却速度が一番小さいにもかかわらず、常温および 550°C における 0.2% 耐力が 1/4t 部で最低となり、中心部で高くなるという傾向が得られたので、300 mm 厚材の断面から 30 mm 間隔で引張試験片を採取し、引張特性の肉厚方向分布を詳細に調べた。その結果を同一材料を用いたシミュレーション実験結果とともに Fig. 17 に示す。0.2% 耐力は常温および 550°C と表層部で一番高く、表層から 60 mm 付近までの間で急激に低下して最低となり、これより内部では再び高くなって中心部で極大を示している。引張強さは常温において表層部でやや高い値となっているが、常温および 550°C と断面内でほとんど差は認められない。伸び、絞りも表層部でやや小さいほかはほとんど変化していない。各断面位置における化学成分のチェック分析および組織観察の結果、偏析および結晶粒度の差は認められなかった。上述のことより引張特性の変化は固溶化熱処理後の水軋時に

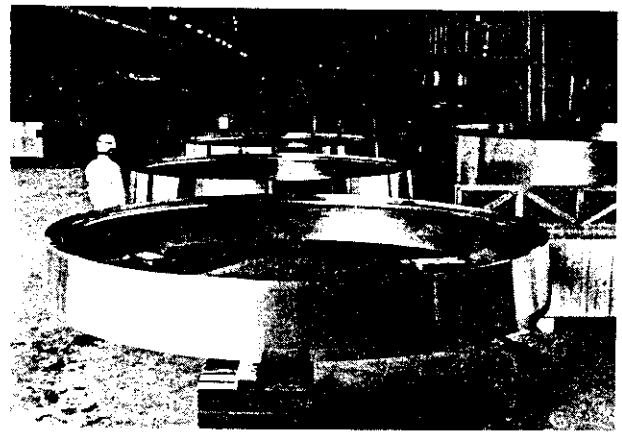


Photo 6 Appearance of SUS F304 forgings for FBR nuclear power plant component

導入された熱歪に起因していると考えられる。すなわち、オーステナイト系ステンレス鋼は熱伝導率が小さくかつ熱膨張係数が大きいため、冷却速度が最も小さくなる肉厚中心部は熱収縮する時に周囲の拘束により引張変形を受けた状態となる。このことは、同一断面から試料を採取し、各位置の冷却速度をシミュレートした実験結果が実体の 1/4t 部の値と一致していることから推察される。

4 高速増殖炉用ステンレス鍛鋼品の製造例

米国クリンチリバー高速増殖炉用ステンレス鍛鋼品の製造例を Photo 6 に示す。このステンレス鍛鋼品は、材質 SA 182 Gr. F304H、外径約 4 m、厚さ約 50 mm、高さ約 400 mm の特殊形状のリング材で炉心容器からタービンへ熱を伝える第 2 次中間熱交換器系統の中で熱伝導体である液体 Na を貯蔵するタンクの底部に使用されるものである。

製品は、MF—K—BOP—RH プロセスで 60 t 中空鋼塊を造塊し、穴ひろげを主体とした鍛造、機械加工、固溶化熱処理という工程で製造した。固溶化熱処理時の形状は、外径 4 026 mm、厚さ 225 mm、高さ 1 792 mm の円筒である。

当製品には高温強度確保の観点から N 添加を実施したが、高温引張強さ、クリープ破断強さともにきわめて高い値が得られた。

5 結 言

厚肉オーステナイト系ステンレス鍛鋼の製造技術を確認するための基礎実験として 19%Cr-10%Ni 鋼の機械的性質におよぼす固溶化熱処理後の冷却速度、結晶粒径および化学成分の影響について調査し、以下の結果が得られた。

- (1) 固溶化熱処理後の冷却速度が小さくなると常温および高温における 0.2% 耐力が低下するため、厚肉材になると必然的に肉厚内部の 0.2% 耐力が薄肉材よりも低くなる。
- (2) 結晶粒径と 0.2% 耐力、引張強さとの間には Hall-Petch の関係が成立し、結晶粒が大きくなると強度は低下する。
- (3) C, N 量の増加, Nb などの添加は強度向上に有効である。
- (4) 耐食性、延性、じん性などの特性を考慮すると Nb, V, Mo の微量複合添加による強度向上がより有効であり、クリープ破断強さも著しく向上する。

これらの基礎実験結果に基づき、肉厚 200 mm と 300 mm の鍛鋼品を試作し、確性試験により優れた特性が得られていることが確

認された。また、厚肉材では 1/4t 部よりも中心部の 0.2% 耐力が 1/4t 部に対応していることが明らかとなった。
高くなっていることが確認され、シミュレーション実験の結果は

参 考 文 献

- 1) 江端 誠: 日本金属学会会報, 21 (1982) 8, 597-693
- 2) 飯田義治, 和中宏樹, 朝生一夫, 小石想一, 垣内博之, 狩野征明: 川崎製鉄技報, 14 (1982) 1, 42-55
- 3) 大西敬三, 塚田尚史, 鈴木公明, 手代木邦雄, 加賀 寿, 楠橋幹雄, 佐藤育男: 鉄と鋼, 69 (1983) 6, 671-677
- 4) 石黒 徹, 手代木邦雄: 日本製鋼所技報, 40 (1981), 24-31
- 5) 小若正倫, 長野博夫, 吉川州彦, 三浦 実, 太田邦雄, 永田三郎: 住友金属, 34 (1981) 1, 85-99
- 6) 篠田隆之, 田中良平: 日本金属学会会報, 11 (1972) 3, 180
- 7) V. K. Sikka, A. J. Moorhead and C. R. Brinkman: "Influence of Small Amounts of Niobium on Mechanical and Corrosion Properties of Type 304 Stainless Steel", Properties of Austenitic Stainless Steels and Their Weld Metals (Influence of Slight Chemistry Variation), ASTM STP 679, (1979), 69-102