

冷間加工後の熱処理による SUS316FR ステンレス鋼の組織変化*

羽木 秀樹^{*1}

Change in Structure of SUS316FR Stainless Steel by Heat-treatment after Cold Working

Hideki HAGI^{*1}

^{*1} Department of Mechanical Engineering

The change in structure of SUS316FR stainless steel caused by heat-treatment after cold working was investigated on the basis of Vickers hardness test, X-ray diffraction, and SEM observation. At the heat-treatment temperature below 300°C, Vickers hardness, HV, increased slightly, and half-value width of X-ray diffraction peak decreased slightly. These phenomena result from the diffusion of interstitial impurities to dislocation core. Between 300°C and 500°C, HV was approximately constant, and the half-value width decreased. These phenomena result from the rearrangement of dislocations. At temperatures above 500°C, both HV and the half-value width decreased. The decrease in HV and the half-value width was thought to be caused by re-crystallization with the heat-treatment and large decrease of dislocation density. By the heat-treatment above 700°C, grain size was grown.

Key Words : SUS316FR, Hardness, X-ray Diffraction, Dislocation Density, Heat-treatment, Grain Size

1. 緒 言

耐食性に優れる鉄(鋼)を基質とした合金であるステンレス鋼には多くの種類があり, 18%のCrを含むSUS430ステンレス鋼に代表されるフェライト系ステンレス鋼, 18%Crと8%Niを含むSUS304ステンレス鋼に代表されるオーステナイト系ステンレス鋼などがある⁽¹⁾⁽²⁾. SUS304ステンレス鋼は, SUS430ステンレス鋼よりも耐食性に優れるとされているが, 十分でない場合も多い. SUS304ステンレス鋼よりも耐食性に優れるステンレス鋼として, SUS316ステンレス鋼がある. SUS316ステンレス鋼は, 18%Cr, 10%Niに加えて, 2, 3%のMoを含んでいる⁽¹⁾⁽²⁾.

一方, 福島第一原子力発電所における大事故以来, 原子力発電所に対する風当たりは強いが, 将来を見込んで次世代高速増殖炉の開発が継続されている. 福井県に設置されている高速増殖炉「もんじゅ」は原型炉であり, その運転で得られた知見を基礎として, 次世代高速増殖炉における炉心構造や冷却用ナトリウム配管などが設計されている⁽³⁾. その構造材料や配管材料の候補としてSUS316FRステンレス鋼が挙げられている. SUS316FRステンレス鋼は, 前述のSUS316ステンレス鋼と合金組成はほぼ同じの原子力用途の鋼種であり, 炭素濃度を小さくして, 粒界での炭化物の析出・粗大化を抑制する一方, 炭素濃度低減による強度低下を窒素(N)およびリン(P)の添加で補償し, これら濃度を最適化することにより, SUS316ステンレス鋼を上回るクリープ強度を有する鋼種としている⁽³⁾.

次世代高速増殖炉では約550°Cの溶融ナトリウム冷却材を用いることから⁽³⁾, 高温環境に長期間放置されることになり, SUS316FRステンレス鋼の組織が変化する可能性がある. また, SUS316FRステンレス鋼は約550°Cの高温環境に, 繰り返し応力負荷状態で長期間放置されると疲労破断が起こる可能性がある⁽⁴⁾とされ, 多くの研究が行われているが⁽⁵⁾⁽⁶⁾, この場合にも組織変化が起こる可能性がある.

* 原稿受付 2014年2月28日

^{*1} 機械工学科

E-mail: hagi@fukui-ut.ac.jp

そこで本研究では、高温環境に放置した際の SUS316FR ステンレス鋼での組織変化を調べることにし、冷間加工と適当な温度での熱処理を行った市販の SUS316FR ステンレス鋼を試料として、走査電子顕微鏡による組織観察、X線回折による結晶構造解析と転位密度の評価、硬さ試験を行った。

2. 実験方法

2.1 試料

本研究では、試料として住友金属テクノロジーで製造された市販の SUS316FR ステンレス鋼を用いた。SUS316 ステンレス鋼の JIS 規格と比較して、入手した SUS316FR ステンレス鋼の化学成分を Table 1 に示す。これより、SUS316FR ステンレス鋼は、Si, Mn, P, S の不純物濃度がかかなり小さいことが分かる。

入手した材料は、板厚は 5.2mm であった。また、熱間圧延されており、表面が酸化皮膜で覆われていた。このような材料を用いて、(1)電気マuffle 炉による大気中における 900°Cでの熱処理・空冷、(2)ベルトサンダーでの表面研磨、(3)小型圧延機による冷間圧延を繰り返し行い、板厚約 2mm とした。この材料を、大気中において 900°Cで 1 時間熱処理し、炉冷した後、酸化皮膜除去のためにベルトサンダーで表面研磨した。その後、板厚約 0.3mm まで冷間圧延し。その後、5mm×20mm の形状に切断して、超高真空中において 200~900°Cで 1 時間加熱して、その後炉冷した。冷間圧延による圧下率は約 80%となる。

Table 1 Chemical compositions of the SUS316FR stainless steel specimen used in this study and SUS316 stainless steel.

	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo	Al
SUS316	<1.00	<2.00	<0.045	<0.030	10.00~14.00	16.00~18.00	2.00~3.00	—
SUS316FR	0.06	0.03	0.02	0.001	15.77	16.41	2.08	0.017

2.2 X線回折

熱処理に伴う SUS316FR ステンレス鋼試料の組織と結晶構造の変化を調べるために、200~900°Cで熱処理した試料と未処理の試料において X線回折を行った。X線回折にはフィリップス製試料水平型 X線回折装置を用いた。X線の発生源には Cu 管球を用い、管電圧 40kV、管電流 30mA で測定した。

2.3 ビッカース硬さ試験

試料の硬さの測定には、アカシ製マイクロビッカース硬さ試験機を用いた。硬さは負荷荷重 25g、荷重負荷時間 20s で測定し、10 箇所測定値を平均化して硬さ値とした。

2.4 試料の組織観察

試料を室温で樹脂に埋め込み、その表面をベルトサンダー研磨、エメリー研磨、ハブ研磨して、鏡面とした。その後、フッ硝酸（硝酸 70%、フッ化水素酸 30%の混合液）を用いて試料表面をエッチングした。このようにしてエッチングした試料の表面を日本電子製高分解能走査電子顕微鏡（JSM7001F）で観察・分析した。

3. 実験結果および考察

3.1 熱処理に伴うビッカース硬さの変化

冷間圧延した SUS316FR ステンレス鋼試料を 200~900°Cで熱処理してビッカース硬さ HV の変化を調べた。熱処理していない試料での HV を含めて、HV の熱処理温度依存性を Fig.1 に示す。なお、熱処理していない試料での HV の値は、Fig1 では、熱処理温度 0°Cでの値として示している。300°Cまでの熱処理温度では、熱処理温度が高くなるほどわずかに大きな HV になり、300~500°Cでは HV はほぼ一定となるが、500°C以上になると HV は減少する。熱処理に伴う硬さの大きな減少は再結晶のためであることが分かっている⁷⁾ので、本実験で用いた SUS316FR ステンレス鋼は、500°Cよりも高温に加熱すると、再結晶が起こり、転位密度が極めて減少する

ことになる。また、300°C以下の低温であっても C や N の侵入型不純物の拡散は起こると考えられるので、低温での熱処理に伴う HV の増加は転位芯への侵入型不純物の拡散、そして転位の固着に起因するものと思われる。

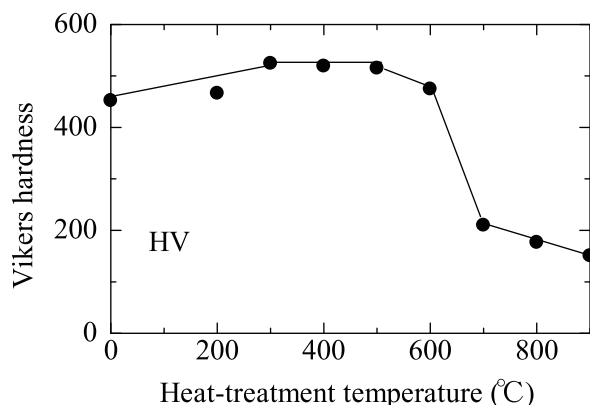


Fig.1 Vickers hardness measured for the SUS316FR specimens without heat-treatment and heat-treated at 200-900°C.

3.2 熱処理に伴う X線回折ピークの半価幅の変化

200°Cで熱処理した SUS316FR ステンレス鋼試料で測定された X線回折図形を Fig.2 に示す。X線回折図形にはいくつかのピークが認められる。これら回折ピークを解析して相の同定と指数付けを行った結果、それらピークの多くは鉄の γ 相によるものであり、 α 相からの小さなピークもあることが分かった。

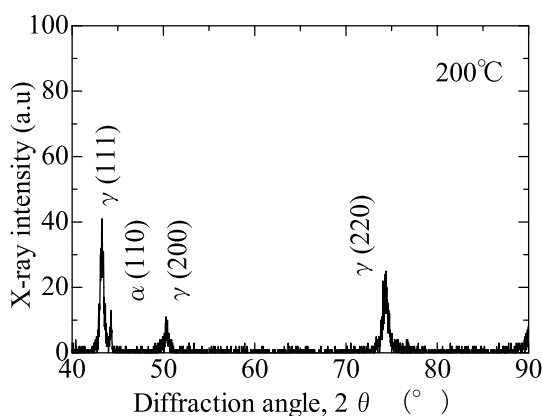


Fig.2 X-ray diffraction profile measured for the SUS316FR specimen heat-treated at 200°C.

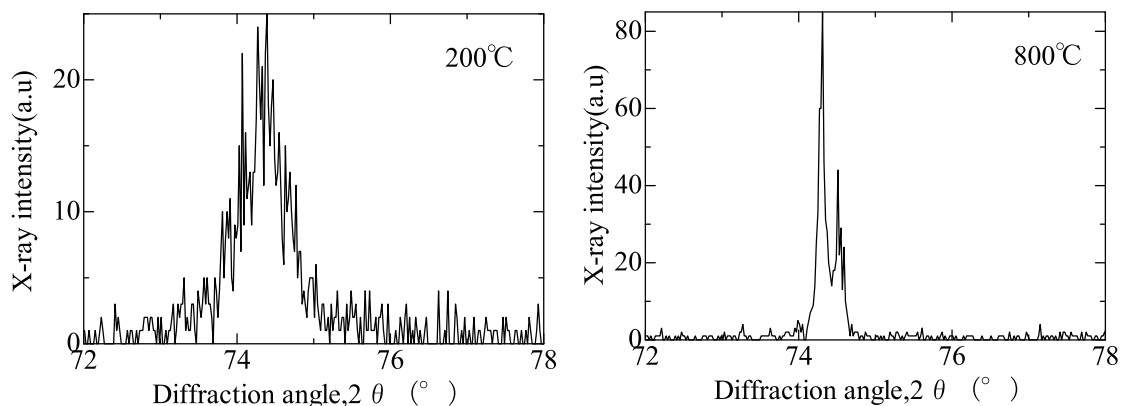


Fig.3 X-ray diffraction profiles of the γ (200) peak measured for the SUS316FR specimens heat-treated at 200°C and 800°C.

$2\theta = 75^\circ$ 付近の γ (220) ピークに注目して、 2θ の狭い範囲で X 線回折図形を測定した。一例として、 200°C と 800°C で熱処理した試料で測定された X 線回折図形を Fig.3 に示す。 800°C で熱処理すると、 200°C で熱処理した場合よりも回折ピークが鋭くなっていることが分かる。このような X 線回折図形を解析して、回折ピークの半価幅と熱処理温度の関係を調べた。

Fig.4 に示すように、 300°C までの低温での熱処理では、熱処理温度が高くなると半価幅はわずかに減少するのみであるが、 300°C 以上で熱処理すると大きく減少し、 600°C 以上で急減することが分かる。また、 700°C 以上ではあまり変化しないことが分かる。X 線回折ピークの半価幅は、結晶粒の大きさ、転位密度、転位近傍のひずみ場に関係し、結晶粒度が小さいほど、また転位密度と転位近傍のひずみが大きい試料ほど大きな半価幅になることが知られている⁸⁾。これらを考慮し、Fig.1 に示した HV の熱処理温度依存性を考え合わせると、 $300\sim 600^\circ\text{C}$ では転位近傍でのひずみ場の緩和が、 600°C 以上では転位密度の減少あるいは結晶粒の成長がそれぞれ起こると理解できる。

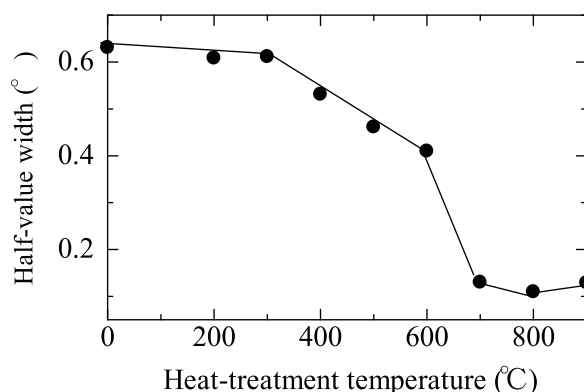


Fig.4 Half-value width of the γ (220) peak measured for the SUS316FR specimens without heat-treatment and heat-treated at $200\sim 900^\circ\text{C}$.

γ (220) ピークのピーク位置に注目して、格子定数を算出した。Fig.5 に示すように、 300°C までの熱処理温度では、高温になるとともに格子定数はわずかに大きくなる。 $300\sim 500^\circ\text{C}$ ではほぼ一定であるが、 500°C 以上での熱処理によって急減し、 700°C 以上では増加する。このような格子定数の変化を、Fig.1 に示した HV の変化と比べると、 700°C 以下の低温での熱処理ではよく似た温度変化を示していることが分かる。このような格子定数、HV、半価幅の熱処理依存性を考え合わせると、熱処理によって次のような組織変化が起こっているものと結論される。

- (1) $< 300^\circ\text{C}$ —転位芯への侵入型不純物の拡散と、それによる転位の固着が起こる。
- (2) $300\sim 500^\circ\text{C}$ —転位密度は変化せず、転位近傍でのひずみ場の緩和が起こる。
- (3) $500\sim 700^\circ\text{C}$ —転位密度の減少あるいは結晶粒の成長が起こる。

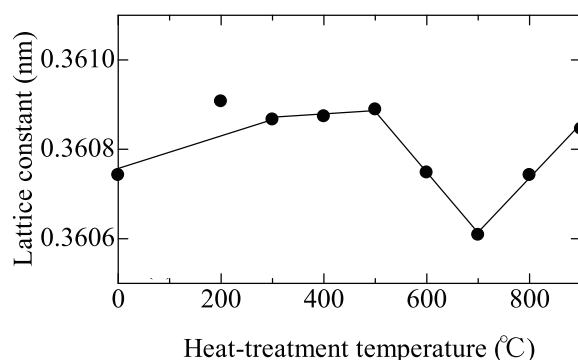


Fig.5 Lattice constant calculated from the peak position, i.e. the diffraction angle of the γ (220) peak, measured for the SUS316FR specimens without heat-treatment and heat-treated at $200\sim 900^\circ\text{C}$.

3.2 走査電子顕微鏡による試料組織の観察

試料表面をエッチングしてその表面を走査電子顕微鏡で観察した。一例として、700℃、800℃、900℃で熱処理した試料での走査電子顕微鏡写真を Fig.6 に示す。走査電子顕微鏡写真では結晶粒界が明瞭ではないので、粒界をトレースした図も Fig.6 中に示す。200～600℃で熱処理した試料では、結晶粒は小さく、熱処理に伴う結晶粒の変化は認められなかった。700℃で熱処理した場合には、大きな結晶粒と小さな結晶粒が混在するようになり、熱処理温度が 800℃と高温になると少し結晶粒径が大きくなり、900℃にまでなると結晶粒が極めて成長する。これらの結果から、700℃以上で熱処理すると、高温になるほど結晶粒が大きくなることが分かる。

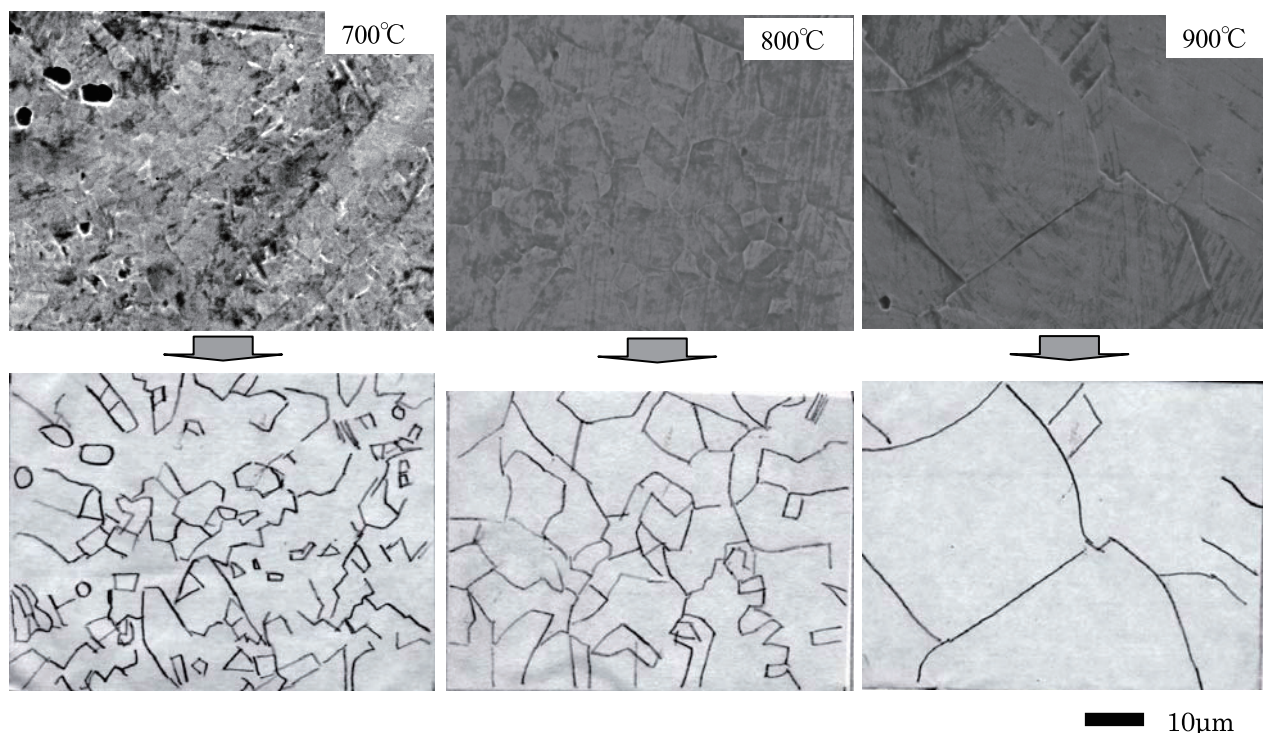


Fig.6 Scanning electron micrographs obtained for the chemical etched surface of the SUS316FR specimen heat-treated at 700℃, 800℃ and 900℃, and the figures traced grain boundary.

4. 結 論

次世代の高速増殖炉用構造材料として検討されている SUS316FR ステンレス鋼を長時間、高温環境に放置する際の組織変化を検討するために、冷間圧延した後、熱処理した試料において、ビッカース硬さ試験、X線回折、走査電子顕微鏡による組織観察を行い、その結果を得た：

(1) 室温から 300℃までの熱処理温度では、熱処理温度が高くなるほど大きな HV になった。この現象は、転位芯への侵入型不純物の拡散、そして転位の固着に起因するものと考えられた。300～500℃の熱処理温度では HV はほぼ一定となるが、500℃以上になると HV は減少した。この HV の大きな減少は熱処理に伴う再結晶、つまり転位密度の大幅な減少に起因するものと考えられた。

(2) SUS316FR ステンレス鋼は γ 相単相に近いが、強加工または熱処理によってわずかな α 相を形成する準安定型オーステナイト系ステンレス鋼である。また、熱処理温度によって X線回折ピークの半価幅が変化し、半価幅の変化と HV の変化とから、500℃までの温度で熱処理すると、侵入型不純物の転移芯への拡散によって転位近傍の内部応力がわずかに減少し、500～700℃で熱処理すると、転位の再配列と転位密度の減少が大規模に起こることが分かった。また、熱処理によって格子定数も複雑に変化した。

(3) 走査電子顕微鏡で組織観察した。200～600℃で熱処理した試料には結晶粒の変化が認められなかった。700℃で熱処理した場合には、大きな結晶粒と小さな結晶粒が存在した。熱処理温度が 800℃と高温になると少

し結晶粒径が大きくなり、900℃にまでなると結晶粒が極めて大きく成長した。これらから、700℃以上で熱処理すると、結晶粒の成長、粗大化が起こることが分った。

謝 辞

本研究の一部は、特別会計に関する法律（エネルギー対策特別会計）に基づく文部科学省からの受託事業として、福井工業大学が福井大学から再委託されて実施した平成 22～24 年度「「もんじゅ」における高速増殖炉の実用化のための中核的研究開発」の成果である。また、福井大学附属国際原子力工学研究所福元謙一教授には多くの指導と貴重なご意見を賜り、深く謝意を表す。

文 献

- (1) ステンレス協会編, ステンレス便覧, (1995), pp.37-554, 日刊工業新聞社.
- (2) 日本鉄鋼協会編, 鉄鋼製造法, 第 4 分冊 処理・品質, (1972), p.11, 丸善.
- (3) 高橋大樹, 中沢崇徳, “炭素と窒素量の異なる 316 系ステンレス鋼のクリープ中の析出挙動”, 材料とプロセス, Vol.15, No.3(2002), p.564.
- (4) 濱田直巳, 元家勝彦, 梅田洋, 坂根政男, “SUS316FR ステンレス鋼を用いた環状切欠き材の低サイクル疲労に及ぼす応力波形の影響”, 日本機械学会年次大会講演論文集, Vol.2006, No.Vol1(2006), pp.951-952.
- (5) 濱田直巳, 梅田洋, 坂根政男, “SUS316FR ステンレス鋼環状切欠き材の低サイクル疲労に及ぼす応力波形の影響”, 高温強度シンポジウム前刷集, Vol.46th, (2008), pp.138-142.
- (6) 鈴木隆之, 村松真由, 中住昭吾, 原田祥久, “先進型高速炉実用化に向けた保全技術開発 5.クリープ疲労試験に基づく劣化損傷評価技術の開発”, 日本原子力学会春の年会予稿集(CD-ROM), Vol.2013, (2013), p.ROMBUNNO.G31.
- (7) 打越二蘭, 図解 機械材料, 第 3 版(2001), pp.27-29, 東京電機大学出版局.
- (8) 松村源太郎 訳, カリティ X線回折要論, 新版(1991), pp.260-266, アグネ.

(平成 26 年 3 月 31 日受理)