

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第5398574号
(P5398574)

(45) 発行日 平成26年1月29日(2014.1.29)

(24) 登録日 平成25年11月1日(2013.11.1)

(51) Int.Cl. F I
C 2 2 C 38/00 (2006.01) C 2 2 C 38/00 3 0 2 H
C 2 2 C 38/58 (2006.01) C 2 2 C 38/58

請求項の数 5 (全 14 頁)

(21) 出願番号	特願2010-33822 (P2010-33822)	(73) 特許権者	503378420
(22) 出願日	平成22年2月18日 (2010.2.18)		新日鐵住金ステンレス株式会社
(65) 公開番号	特開2011-168838 (P2011-168838A)		東京都千代田区大手町二丁目6番1号
(43) 公開日	平成23年9月1日 (2011.9.1)	(74) 代理人	100099759
審査請求日	平成24年10月12日 (2012.10.12)		弁理士 青木 篤
早期審査対象出願		(74) 代理人	100077517
			弁理士 石田 敬
		(74) 代理人	100087413
			弁理士 古賀 哲次
		(74) 代理人	100113918
			弁理士 亀松 宏
		(74) 代理人	100140121
			弁理士 中村 朝幸
		(74) 代理人	100111903
			弁理士 永坂 友康

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 真空容器用二相ステンレス鋼材とその製造方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

質量%で、C：0.06%以下、Si：0.05～1.5%、Mn：0.5～10.0%、P：0.05%以下、S：0.010%以下、Ni：1.22～5.0%、Cr：18.0～25.0%、N：0.05～0.30%、Al：0.001～0.05%以下を含有し、かつ鋼中全水素含有量が3ppm以下であり、残部がFeおよび不可避免的不純物よりなることを特徴とする真空容器用二相ステンレス鋼材。

【請求項2】

表面粗度の最大断面高さRtが40μm以下かつ表皮下硬化層深さが0.15mm以下である請求項1に記載の真空容器用二相ステンレス鋼材。

【請求項3】

さらに、質量%で、Mo：4.0%以下、Cu：3.0%以下、Ti：0.05%以下、Nb：0.20%以下、V：0.5%以下、W：1.0%以下、Co：2.0%以下、B：0.0050%以下、Ca：0.0050%以下、Mg：0.0030%以下、REM：0.10%以下のうちの1種または2種以上を含有することを特徴とする請求項1又は2に記載の真空容器用二相ステンレス鋼材。

【請求項4】

降伏強度が400以上700MPa以下である請求項1～3のいずれか1項に記載の真空容器用二相ステンレス鋼材。

【請求項5】

400～800Kの温度域で熱処理工程を施す工程を含むことを特徴とする請求項1～4のいずれか1項に記載の真空容器用二相ステンレス鋼材の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、真空容器用としてのガス脱離特性に優れた安価なNi節減型二相ステンレス鋼材およびその製造方法に関する。

【背景技術】

【0002】

半導体素子、液晶パネル、薄膜太陽電池の生産が近年急速に増加しており、さらに製品が大型化してゆく傾向にある。これら製品の製造には真空プロセスが必要であり、真空容器としてステンレス、アルミ、チタンなどの金属材料が使用されている。真空容器としてのステンレス鋼は従来よりSUS304鋼を代表とするオーステナイト系の材料が使用されている。また真空設備の大型化にともない板厚が80mm程度までの厚手のステンレス鋼材が使用されるようになってきている。

10

【0003】

真空容器用材料に求められる特性としてガスの放出が小さいことがあげられる。特に超高真空用材料としてオーステナイト系ステンレス鋼、アルミニウム合金、チタンなどのガス放出特性におよぼす表面研磨条件・ベーキング処理の影響などが研究され（非特許文献1参照）、研磨プロセスによる表面粗さの低減と表面酸化層の減少が有効であることが知られている。また100～450度の長時間ベーキングが有効であることも知られている（非特許文献2参照）。

20

また、Mnを多く含有するオーステナイトステンレス鋼材にMn含有量の高い被膜を形成させることにより真空特性を改善する知見が開示されており（特許文献1参照）、このような観点での材料開発も可能と考えられる。

【0004】

もう一つの求められる特性は強度および溶接性である。真空容器の大型化にともない、この特性は益々重要になっている。特に予備排気室のように大気圧と真空を繰り返す部材では疲労特性の優れた高強度材の適用が合理的である。ところが、オーステナイト系ステンレス鋼の降伏強度下限値は200MPa程度であり、大型化する真空容器用の材料としては改善が望まれる特性である。

30

【0005】

二相ステンレス鋼はCr, Moを多く含有し、オーステナイト系ステンレス鋼に比べて強度が高い特徴を有するが、高価な材料であるため真空容器用としての適用事例は少ない。ところが最近、Ni含有量を節減し、Mn含有量を増加した二相ステンレス鋼が開発されてきており、鋼材コストの面からも容器材料の薄肉化を通じて適用可能性があると思われる。ただし、二相ステンレス鋼においてはNi節減、Mn添加のような成分設計の中で延性や靱性が損なわれる可能性があるとともに、真空特性（ガス離脱特性）についてはフェライト相とオーステナイト相の存在がどのように影響するか明確に知られていない。そこで本発明者らはNi節減型二相ステンレス鋼材の強度・靱性・表面特性・ガス離脱特性・熱処理特性・研磨特性に着目し、真空容器としての適用性についての検討をおこなった。

40

【0006】

二相ステンレス鋼はフェライト相とオーステナイト相の組織から構成される材料であり、高い強度に加えて延性・靱性および溶接性を兼ね備えている。このためオーステナイト系ステンレス鋼の代替の前提としての基本的な特性を具備していると言える。ただし、靱性が乏しく、水素の固溶限の小さいフェライト相を50%程度含有していることの影響について把握する必要がある。また、真空容器用材料として最も大切な特性としては、機械・電解・化学研磨等により平滑で清浄な表面が得られること、水などの表面吸着ガスの脱離特性に優れること、鋼中水素の放出能が小さいことが挙げられ、二相ステンレス鋼材に

50

これらの特性を付与するための方法を明らかにし、真空容器用実用材料として開発することを目標とした。

【0007】

その開発遂行にあたり二相ステンレス鋼に関して、本発明者が目的としている真空容器用材料としての適用性を評価し、具体的に示した文献は見あたらない。二相ステンレス鋼はCr、Nを多く含有するため耐孔食性が高く、したがって鋼材表面を酸洗仕上げする工程の能率が小さいという課題を有している。このような課題認識の下、二相ステンレス鋼の冷間加工と真空特性の関連が重要であることに着目し、対象とする二相ステンレス鋼で0～20%冷間加工材の真空特性についての基礎実験を実施した。その結果、冷間加工により鋼の水素の放出が促進されるとの新たな課題が存在することが明らかとなった。すなわちNi節減型二相ステンレス鋼の化学組成的に依存する製造工程上の特徴を考慮しつつ真空容器用二相ステンレス鋼材として開発するには鋼材表面の特性を的確に制御する必要性が認識された。

10

【先行技術文献】

【特許文献】

【0008】

【特許文献1】特開2003-13181号公報

【非特許文献】

【0009】

【非特許文献1】J. Vac. Soc. Jpn. Vol. 50, No.1, 2007, p47-52

20

【非特許文献2】J. Vac. Soc. Jpn. Vol. 49, No.6, 2006, p335-338

【非特許文献3】J. Vac. Soc. Jpn. Vol. 50, No.4 2007, p228

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0010】

本発明は、オーステナイト系ステンレス鋼に替わる真空容器用のNi節減型二相ステンレス鋼材を得ることを目的として、この鋼材の化学組成・表面特性および製造方法を明らかにするものである。

【課題を解決するための手段】

【0011】

本発明者らは上記課題を解決するため、以下のような実験をおこなった。

30

まず、種々の組成を有する二相ステンレス鋼を用いて熱間圧延・溶体化熱処理、および場合に依りて1000K以下での熱処理、を施した後、次いで種々の条件にてショットブラストおよび酸洗をおこない、板厚10mmから40mmの熱間圧延鋼材を得た。

得られた鋼材について引っ張り試験による強度測定、JIS B0601に定められた表面粗さ測定およびピッカース硬度測定による表皮下硬化深さの定量化を実施した。

【0012】

また、ガス脱離特性を評価するために、上記鋼材表面から機械加工により、3mm厚×14mm×14mmの寸法を有するガス分析用試料を切り出し、表面を平滑にするための機械研磨(#150番ベルト式研磨ないしは#600湿式研磨まで)した試料、また一部は機械研磨を省略し酸洗ままの試料、に対してリン酸系溶液を用いた電解研磨を施した後に脱離ガス分析を実施した。脱離ガス分析は、 10^{-7} Paまで排気した分析用真空容器内で透明石英ステージに乗せた試料を昇温速度1.25 / sで200℃まで加熱し、脱離してくる水および水素をイオン化して四重極質量分析計(QMS)で定量分析した。比較材としてSUS304鋼について同様の測定をおこない、相対値によって二相ステンレス鋼材の真空特性(ガス脱離特性)を評価した。

40

以上の実験を通じて、真空容器の用途に適した二相ステンレス鋼材の化学組成と表面特性および製造方法を明らかにし本発明に至った。

【0013】

すなわち、本発明の要旨とするところは以下の通りである。

50

(1) 質量%で、C：0.06%以下、Si：0.05～1.5%、Mn：0.5～10.0%、P：0.05%以下、S：0.010%以下、Ni：1.22～5.0%、Cr：18.0～25.0%、N：0.05～0.30%、Al：0.001～0.05%以下を含有し、かつ鋼中全水素含有量が3ppm以下であり、残部がFeおよび不可避免的不純物よりなることを特徴とする真空容器用二相ステンレス鋼材。

(2) 表面粗度の最大断面高さRtが40μm以下かつ表皮下硬化層深さが0.15mm以下である(1)に記載の真空容器用二相ステンレス鋼材。

(3) さらに、質量%で、Mo：4.0%以下、Cu：3.0%以下、Ti：0.05%以下、Nb：0.20%以下、V：0.5%以下、W：1.0%以下、Co：2.0%以下、B：0.0050%以下、Ca：0.0050%以下、Mg：0.0030%以下、REM：0.10%以下のうちの1種または2種以上を含有することを特徴とする(1)又は(2)に記載の真空容器用二相ステンレス鋼材。

(4) 降伏強度が400以上700MPa以下である(1)～(3)のいずれか1項に記載の真空容器用二相ステンレス鋼材。

【0014】

(5) 400～800Kの温度域で熱処理工程を施す工程を含むことを特徴とする(1)～(4)のいずれか1項に記載の真空容器用二相ステンレス鋼材の製造方法。

【発明の効果】

【0015】

本発明により、強度および脱離ガス特性に優れた二相ステンレス鋼材を提供することができ、半導体素子、液晶パネル、薄膜太陽電池などの製造に使用される真空容器用材料として従来オーステナイト系ステンレス鋼が使われていた部材の一部に代替し、従来の鋼材より薄肉化して用いることができるなど産業上寄与するところは極めて大である。

【図面の簡単な説明】

【0016】

【図1】表皮下硬化深さを測定するための試料の形態を示す図である。

【発明を実施するための形態】

【0017】

以下に、本発明を具体的に説明する。先ず、本発明の(1)に記載の要件、すなわち、二相ステンレス鋼の化学組成および鋼中水素量の限定理由について説明する。

【0018】

Cは、ステンレス鋼の耐食性を確保するために、0.06%以下の含有量に制限する。0.06%を越えて含有させるとCr炭化物が生成して、耐食性、靱性が劣化する。好ましくは、0.03%以下である。

【0019】

Siは、鋼の溶製における脱酸のため0.05%以上添加する。しかしながら、1.5%を超えて添加すると靱性が劣化する。そのため、上限を1.5%に限定する。好ましい含有量は、0.2～1.0%である。

【0020】

Mnは、鋼の靱性および真空特性改善のため0.5%以上添加する。Mnの添加はオーステナイト相を増加させ靱性を改善する効果および酸化皮膜中に濃縮して酸化処理後の脱離ガス特性を改善する作用を有する。しかしながら、10.0%を超えて添加すると耐食性および靱性が劣化する。そのため、上限を10.0%に限定する。好ましい含有量は3.0～8.0%である。

【0021】

Pは、不純物であり、鋼の熱間加工性および靱性を劣化させるため、0.05%以下に限定する。好ましくは、0.03%以下である。

【0022】

Sは、不純物であり、鋼の熱間加工性、靱性および耐食性をも劣化させるため、0.010%以下に限定する。好ましくは、0.0020%以下である。

10

20

30

40

50

【 0 0 2 3 】

Niは、鋼のオーステナイト組織を安定にし、各種酸に対する耐食性、さらに靱性を改善するため0.1%以上含有させる。一方、Niは、高価な合金であり、コストの観点より5.0%以下の含有量に制限する。好ましい含有量は1.5~4%である。

【 0 0 2 4 】

Crは、鋼の基本的な耐食性を確保するため18.0%以上を含有させる。一方、25.0%を超えて含有させるとフェライト相分率が増加し、靱性および溶接部の耐食性を阻害する。このためCrの含有量は18.0%以上25.0%以下とする。好ましい含有量は19~23%である。

【 0 0 2 5 】

Nは、鋼のオーステナイト相に固溶して強度、耐食性を高める有効な元素である。このために0.05%以上を含有させる。固溶限度はCr含有量に応じて高くなるが、本発明鋼においては、0.30%を超えて含有させるとCr窒化物を析出して靱性および耐食性を阻害するようになるため含有量の上限を0.30%とする。好ましい含有量は0.10~0.25%である。

【 0 0 2 6 】

Alは、鋼の脱酸のための重要な元素であり、鋼中の酸素を低減するためにSiとあわせて含有させる。Si含有量が0.3%を越える場合は添加しなくて良い場合もあるが、酸素量の低減は靱性確保のために必須であり、このために0.001%以上の含有が必要である。一方、Alは、Nとの親和力が比較的大きな元素であり、過剰に添加するとAlNを生じて鋼の靱性を阻害する。その程度はN含有量にも依存するが、Alが0.05%を越えると靱性低下が著しくなるためその含有量の上限を0.05%とする。好ましくは、上限は0.03%である。

【 0 0 2 7 】

O(酸素)は、非金属介在物の代表である酸化物を構成する主要な元素であり、過剰な含有は靱性を阻害する。また粗大なクラスター状酸化物が生成すると表面疵の原因となる。但し、本発明においては含有量の上限は特に規定するものではないが、好ましくは0.010%以下である。

【 0 0 2 8 】

鋼中全水素量は真空容器材料から真空内に放出される水素または水の量に影響を及ぼす。また鋼中水素が鋼材表面で酸化されることで水に変化し、水の脱離を促進することが知られている。特にフェライト相を含有する二相ステンレス鋼では水素の拡散が大きいいため鋼材中の全水素含有量を小さく制御しておくことが必要である。本発明者らは3ppm以下の含有量とすることでオーステナイト系ステンレス鋼と同水準のガス放出特性にできることを知見し、その含有量の上限を3ppmと定めた。鋼中水素量は少ないほど良く、2ppm以下、さらには1ppm以下が好ましい。

【 0 0 2 9 】

本発明の(2)は、鋼材の表面粗さ最大断面高さ R_t および表面硬度を規定するものである。 R_t および表面硬度は鋼材の機械研磨特性に関する指標であり、表面が硬質な二相ステンレス鋼において機械的研磨と電気化学的研磨を組み合わせると平滑で清浄な表面を得るために好ましい鋼材素材の表面特性を規定した。実施例に示すように R_t が $40\mu\text{m}$ を越える、または、表皮下硬化層深さが 0.15mm を越える鋼材では#150までのベルト式機械研磨ないしは#600までの湿式エメリー紙研磨と電解研磨をおこなった後のガス脱離特性が良好でなかったため、上記の規定を定めた。このガス脱離特性低下の理由としては硬化層の存在が水素の脱離速度を大きくしている可能性があり、また、微視的な表層欠陥が残留していた可能性が考えられる。

【 0 0 3 0 】

R_t は小さいほど良く、好ましくは $20\mu\text{m}$ 以下、さらに好ましくは $10\mu\text{m}$ 以下である。

R_t を $40\mu\text{m}$ 以下かつ表皮下硬化層深さを 0.15mm 以下とするにはショットブラ

10

20

30

40

50

ストの粒径、投射密度を適切に管理して酸洗をおこなえば良い。

【0031】

次いで、本発明の(3)に記載の限定理由について説明する。本発明の2相ステンレス鋼は上記(1)の組成に加え、必要に応じて、Mo, Cu, Ti, Nb, V, W, Co, B, Ca, Mg, REMのうちの1種または2種以上を含有させることができる。

【0032】

Moは、ステンレス鋼の耐食性を付加的に高める非常に有効な元素であり、必要に応じて含有させることができる。このためには0.2%以上含有させることが好ましい。本発明鋼ではコストの点より4.0%の含有量を上限とするが、Moは非常に高価な元素であり、さらには1.0%以下とすることが望ましい。

10

【0033】

Cuは、ステンレス鋼の酸に対する耐食性を付加的に高める元素であり、かつ韌性を改善する作用を有する。3.0%を越えて含有させると固溶度を越えてCuが析出し脆化を発生するので上限を3.0%とした。Cuはオーステナイト相を安定にし、韌性を改善する効果を有する。このために0.3%以上含有させることが推奨される。Cuを含有させる場合の好ましい含有量は0.3~1.5%である。

【0034】

Tiは、極微量で酸化物、窒化物、硫化物を形成し鋼の凝固および高温加熱組織の結晶粒を微細化する元素であり、必要に応じて添加される。一方0.05%を越えて二相ステンレス鋼に含有させると粗大なTiNが生成して鋼の韌性を阻害するようになる。このためその含有量の上限を0.05%と定めた。Tiの好適な含有率は0.003~0.020%である。

20

【0035】

Nbは、熱間圧延組織の結晶粒微細化に有効な元素であって、しかも耐食性を高める作用も有する。Nbが形成する窒化物、炭化物は熱間加工および熱処理の過程で生成し、結晶粒成長を抑制し、鋼材を強化する作用を有する。このために0.01%以上含有させると良い。一方過剰な添加は熱間圧延前の加熱時に未固溶析出物として析出するようになって韌性を阻害するようになるためその含有量の上限を0.20%と定める。添加する場合の好ましい含有率範囲は、0.03%~0.10%である。

【0036】

V, Wは、二相ステンレス鋼の耐食性を付加的に高めるために添加される元素である。Vは、耐食性を高める目的のために0.05%以上含有させると良いが、0.5%を超えて含有させると粗大なV系炭窒化物が生成し、韌性が劣化する。そのため、上限を0.5%に限定する。添加する場合の好ましい含有量は0.1~0.3%の範囲である。

30

【0037】

Wは、Moと同様にステンレス鋼の耐食性を付加的に向上させる元素であり、Vに比べて固溶度が大きい。本発明鋼において耐食性を高める目的のためには1.0%を上限に含有させる。好ましい含有量は0.05~0.5%である。

【0038】

Coは、鋼の韌性と耐食性を高めるために有効な元素であり、選択的に添加される。その含有量が0.03%以上が好ましい。2.0%を越えて含有させると高価な元素であるためにコストに見合った効果が発揮されないようになるため上限を2.0%と定めた。添加する場合の好ましい含有量は0.03~1.0%である。

40

【0039】

B, Ca, Mg, REMは、いずれも鋼の熱間加工性を改善する元素であり、その目的で1種または2種以上添加される。B, Ca, Mg, REMいずれも過剰な添加は逆に熱間加工性および韌性を低下するためその含有量の上限を次のように定める。

BとCaについては0.0050%、Mgについては0.0030%、REMについては0.10%である。好ましい含有量はそれぞれBとCa: 0.0005~0.0030%、Mg: 0.0001~0.0015%、REM: 0.005~0.05%である。こ

50

ここでREMはLaやCe等のランタノイド系希土類元素の含有量の総和とする。

【0040】

本発明の(4)は二相ステンレス鋼材の降伏強度を規定するものである。容器材料の薄肉化を図るためには強度が大きいことが好ましく、降伏強度400MPa以上を最低でも有することが好ましい。一方、700MPaを超えると靱性が劣化するようになることからその上限を700MPaとする。降伏強度は化学組成、溶体化熱処理条件、あるいは後述する本発明(5)に記載の400~800Kでおこなう熱処理条件等により調整することができる。

【0041】

本発明の(5)は、本発明の二相ステンレス鋼製造方法に関するものであり、二相ステンレス鋼材の強度上昇および鋼中水素含有量低減のための熱処理条件について規定するものある。

10

この熱処理では二相ステンレス鋼の時効硬化を通じて鋼材の強度上昇を図るものであり、同時に鋼中水素量の低減を促進する目的で、400~800Kの温度域で実施することが好ましい。この熱処理を加えることで鋼中水素含有量を2ppm以下、さらには1ppm以下に低減することが可能であり、水素量の低下に伴い真空特性はやや改善する。同時に降伏強度についても500MPa以上、さらには600MPa以上に高めることが可能となる。

【0042】

上記温度域での熱処理時間は5分以上が好ましいが、一方で、過剰な時間の熱処理を付与して降伏強度が700MPaを越えるようになった場合には鋼材の靱性を損なうようになる。従って、熱処理時間の上限は鋼材の時効強化・脆化特性に応じてそれぞれ定めればよい。

20

また、真空容器として製造された後に400~800Kの温度域で熱処理(ベーキング処理)を実施すれば水素量の低減と同時に容器表面に吸着した水を脱離することも可能となり、真空特性向上に対して非常に効果的である。

【0043】

本発明の鋼材は、真空容器として使用される鋼材であり、鋼板、型鋼、棒、線材、管などの形態とすることができるが、主として鋼板として製造される。(1)あるいはさらに(3)に記載の鋼組成を有する鋼を溶製し、連続鋳造により鋼片とするか又はインゴットに鋳造した後、圧延して鋼片とする。溶製、鋳造については、通常の二相ステンレス鋼の溶製、鋳造に準じて行うことができる。この鋼片を加熱後、熱間圧延して所要の形状の鋼材とする。熱間圧延に関する条件も特に限定されるものではなく、通常の二相ステンレス鋼の熱間圧延の加熱、圧延条件に準じて行えばよい。鋼材は溶体化熱処理を施した後、必要によりさらに脱水素および時効硬化のための熱処理を施した後、鋼材表面をショットブラスト、研磨、酸洗等の表面処理を施し、所要の表面性状とすることによって製造することができる。

30

【実施例】

【0044】

以下に実施例により、本発明をさらに具体的に説明する。表1に供試鋼の化学組成を示す。なお表1に記載されている成分以外はFeおよび不可避免的不純物元素である。また表1に示した成分について含有量が記載されていない部分は不純物レベルであることを示す。また表中のREMはランタノイド系希土類元素を意味し、含有量はそれら元素の合計を示している。

40

鋼種番号Tの鋼片は実機溶製スラブより採取され、厚さが80mmの鋼片を熱間圧延素材とした。鋼種番号A~Qの鋼は実験室の50kgの真空誘導炉により、Rの鋼は50kg大気溶解炉にて溶製され、厚さが約110mmの扁平鋼塊に鋳込まれ、次いで熱間鍛造により厚さが80mmの鋼片とした。また、鋼種番号T2の鋼片は上記実機溶製スラブで水素含有量が熱間圧延鋼材として酸洗後の段階で4ppmとなった部位に対応する。

【0045】

50

【表 1】

鋼種No	H	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	N	Al	O	Mo	Cu	Ti	Nb	V	W	Co	Ca	Mg	B	REM	
T	0.0003	0.025	0.45	4.95	0.023	0.0005	1.62	21.4	0.214	0.014	0.0036												
A	0.0001	0.022	0.62	3.52	0.022	0.0009	1.73	21.6	0.212	0.006	0.0042												
B	0.0001	0.019	0.46	3.53	0.023	0.0012	4.20	23.3	0.142	0.022	0.0026	0.23											
C	0.0001	0.019	0.35	2.43	0.021	0.0005	2.36	20.8	0.136	0.017	0.0038	0.23	1.35							0.0005			
D	0.0001	0.025	0.48	5.12	0.002	0.0007	2.02	21.1	0.178	0.011	0.0043		0.32		0.12								
E	0.0001	0.025	0.62	7.20	0.035	0.0006	1.62	21.2	0.183	0.018	0.0025	0.31									0.0021		
F	0.0001	0.035	0.33	9.00	0.024	0.0008	1.22	18.5	0.145	0.014	0.0033		0.33			0.11	0.15		0.0018				
G	0.0001	0.025	0.48	5.02	0.025	0.0007	1.55	19.7	0.143	0.022	0.0024	0.30	0.65	0.008	0.023	0.06		0.08	0.0024				
H	0.0001	0.022	0.36	3.53	0.025	0.0005	2.53	21.4	0.178	0.016	0.0031	0.23	1.05										
I	0.0001	0.026	0.38	3.45	0.025	0.0005	3.14	19.5	0.085	0.026	0.0038	0.26	0.85	0.006	0.048			0.34					
J	0.0001	0.019	0.42	2.87	0.025	0.0007	2.50	21.4	0.175	0.022	0.0034	1.53	2.10			0.07				0.0009			0.012
K	0.0001	0.026	0.36	4.92	0.026	0.0006	4.45	20.6	0.167	0.016	0.0036	3.02	0.25			0.32			0.0016				
T2	0.0004	0.025	0.45	4.95	0.023	0.0005	1.62	21.4	0.214	0.014	0.0036												
L	0.0001	0.020	0.35	12.50	0.025	0.0006	2.01	23.5	0.145	0.012	0.0033	0.30	0.21										
M	0.0001	0.020	0.35	0.18	0.024	0.0005	4.63	25.5	0.150	0.015	0.0035	0.30	0.22										
N	0.0001	0.009	0.35	3.21	0.025	0.0004	6.23	18.6	0.035	0.023	0.0021	0.25											
O	0.0001	0.016	0.49	0.75	0.021	0.0006	6.21	22.3	0.160	0.013	0.0026	3.02	0.02										
P	0.0001	0.072	0.89	0.73	0.025	0.0006	0.82	17.3	0.065	0.014	0.0033	0.30	0.23										
Q	0.0001	0.022	0.35	3.25	0.024	0.0006	1.52	21.5	0.150	0.065	0.0036	0.30	3.25										
R	0.0004	0.022	0.52	4.99	0.024	0.0008	1.55	21.1	0.203	0.015	0.0033	0.23											
SUS304	0.0002	0.055	0.40	0.85	0.030	0.0024	8.13	18.2	0.048	0.002	0.0035	0.20	0.31										

表 1

【 0 0 4 6 】

熱間圧延は、鋼片を所定の温度に加熱した後、実験室の2段圧延機により圧下を繰り返して、850～950 で仕上げ圧延を実施した。板厚は、10～40mmとした。溶体化熱処理は、950～1050 の所定の温度に設定した熱処理炉に鋼板を装入し、鋼板の板厚に応じた均熱時間を取った後に抽出し、その後水冷を実施した。

【 0 0 4 7 】

10

20

30

40

50

得られた熱間圧延鋼材（酸洗処理をおこなわずに）の水素量測定と真空特性の評価は、鋼材の表皮を0.5mm研削したのちに板厚3mmで3mm×14mmの大きさの水素量測定試料および板厚3mmで14mm×14mmの大きさの真空特性評価用試料を採取した。水素量は不活性ガス溶融熱伝導法により求め、その結果を表2に示した。真空特性用の試料は試料調整としては#600までの湿式研磨をほどこした後に、リン酸系電解研磨液にて0.1～3A/cm²の電流密度で20～30ミクロンの電解研磨をおこない、さらに常温35%硝酸中で30分浸漬した。

【0048】

真空特性の評価には昇温脱離ガス分析計を用いた。試料ステージ上に上記試料を置き、ステージ昇温速度10 /分で200 まで昇温する過程で脱離する水および水素を定量した。常温における真空排気特性が昇温脱離ガス分析での100～130 で脱離するイオン電流強度に対応することが報告されている（非特許文献3参照）。この報告にもとづき、SUS304鋼についてのこの温度における水と水素のイオン電流強度の和に対する評価試料のイオン電流強度の相対比の数値を求めた。その結果を表2の真空特性-1に示した。この数値が2.0未満、好ましくは1.5未満が良好であると判断した。

10

【0049】

熱間圧延鋼材の引張試験は、板厚10mmの材料については平行部が8mm径の丸棒引張試験片にて、板厚20、30、40mmの材料については10mm径の丸棒引張試験片を圧延直角方向に採取した。なお板厚30、40mmの材料については板厚1/4部を中心として採取した。そのうち降伏強度の結果を表2に示した。

20

熱間圧延鋼材の衝撃靱性は2mmV機械加工ノッチを圧延方向に加工したJIS4号シャルピー試験片により破面が圧延方向に平行に伝播する向きに各2本採取した。なお10mmの材料では3/4サイズのシャルピー試験片にて、20mmの板厚の材料では板厚中央部のフルサイズシャルピー試験片にて、板厚30mm、40mmの材料は板厚1/4部を中心として採取したフルサイズシャルピー試験片にて評価した。試験温度は-20 とし、最大エネルギー500J仕様の試験機にて衝撃試験を実施した。表2に各3本の衝撃値の平均値(J/cm²)の結果を示した。

【0050】

【表 2】

表 2

試験No		鋼種No	板厚 (mm)	水素量 (mass%)	真空特性 - 1	降伏強度 (MPa)	衝撃特性 (J/cm ²)
1	本 発 明 例	T	10	0.0003	1.0	560	190
2		A	10	0.0001	0.8	570	170
3		B	20	0.0001	0.8	580	140
4		C	30	0.0001	0.8	560	120
5		D	40	0.0001	0.7	520	70
6		E	20	0.0001	0.7	550	170
7		F	20	0.0001	0.7	480	230
8		G	20	0.0001	0.7	560	170
9		H	10	0.0001	0.7	520	210
10		I	10	0.0001	0.7	520	220
11		J	10	0.0001	0.6	550	230
12		K	10	0.0001	0.7	580	240
13	比 較 例	T2	10	0.0004	2.0	550	180
14		L	10	0.0001	0.8	540	35
15		M	10	0.0001	1.1	460	35
16		N	10	0.0001	0.8	390	260
17		O	10	0.0001	0.8	530	210
18		P	10	0.0001	0.8	790	20
19		Q	10	0.0001	0.8	630	25
20		R	10	0.0004	2.0	550	170
21		SUS304	10	0.0002	1.0	290	260

【 0 0 5 1 】

表 2 に示したように、本発明に係る熱間圧延鋼材ではいずれも SUS 304 鋼に比較して良好な真空特性を示すとともに、降伏強度が 400 MPa を越え、靱性も 50 J/cm² 以上と高く、真空容器用材料として優れた特性を示していることがわかる。

一方、表 2 の比較例では真空特性が比較材の SUS 304 鋼よりも劣るか、強度もしくは靱性が不足していた。

【 0 0 5 2 】

熱間圧延酸洗鋼材は以下の方法により作成した。

ショットブラストの砥粒サイズを小、中、大と 3 種類を選び、熱間圧延鋼材の通板速度・通板回数により投射密度を変更して二相ステンレス熱間圧延鋼材の表層スケールの一部を除去した。次いで 40 ~ 60 、 10 ~ 20 % HNO₃、3 ~ 8 % HF の弗硝酸液に 20 分 ~ 24 時間浸漬し、スケールを完全に除去した。

【 0 0 5 3 】

この熱間圧延酸洗鋼材より表面粗さと硬化層深さ評価用の試料を切り出し、JIS B 0601 に定められた表面あらさ測定による最大断面高さ Rt の定量化および 100 gf のピッカース硬度測定による表皮下硬化深さの定量化を実施した。表面粗さ測定の評価長さは、3.0 mm とし、各 3 回の測定をおこないそのうちの最大値を採用した。表皮下硬化深さ測定は、狭い厚み範囲をより精度よく測定するために、図 1 に示すように試料を切断して傾斜面を形成し、傾斜切断面が上面となるように樹脂に埋め込んだ。その後、この傾斜切断面の硬度を鋼材表面に対応する位置から 0.1 mm ピッチで 20 点測定した。即ち、鋼材表皮下 1 mm に対応する深さまでの硬度を測定した。この測定をそれぞれの測定点に対して n = 3 行い、その平均値により表皮下硬度分布を求めた。表皮下硬化深さとし

ては、内部の平均硬度に対してHvで50以上硬化している部分の表皮下厚さを求め、表3に示した。ここで、内部の平均硬度とは、表皮下深さ0.5～1.0mm部分の硬度の平均値より求めたものである。

【0054】

一部の熱間圧延酸洗鋼材に対して時効硬化と水素量低減のための熱処理（時効熱処理）を大気中で実施した。この時効熱処理により薄い酸化皮膜が生成した。

【0055】

熱間圧延酸洗鋼材および時効熱処理鋼材の水素量測定および真空特性評価は、酸洗処理を行わない上述の熱間圧延鋼材と同様の方法で実施した。ただし、真空特性評価用の試料はまず#150ベルト式研磨により鋼材表面の凹凸を除去したのちに厚さが3mmで14mm×14mmの試料を採取し、#600までの湿式研磨、電解研磨、硝酸浸漬を同様におこなって表皮下硬化層を一部含む昇温脱離ガス分析用試料とした。

10

また、引張試験、衝撃試験を酸洗処理を行わない上述の熱間圧延鋼材と同様に実施した。

【0056】

熱間圧延酸洗鋼材の評価結果を表3の水素量、真空特性-2、降伏強度、衝撃特性に示した。

表3の試験No.15の比較例ではショットブラストを小砥粒で短時間しか実施しなかったために酸洗に長時間を要した。その結果、水素量は0.0004mass%となり、真空特性が低下していた。試験No.16の比較例では中砥粒のショットブラストを長時間実施しスケールをほぼ完全に除去し、酸洗は短時間で終了した。このため硬化層は0.25mmと大きくなり、真空特性は低下していた。試験No.17～20の比較例では大砥粒のショットブラストと酸洗を実施した。硬化層は0.20mmと大きくなった。このため試験No.18～20の比較例では真空特性は芳しくなかった。試験No.17の比較例では、長時間の時効熱処理を実施したため降伏強度が過度に増加し、同時に脆化した。これらに対して本発明例の熱間圧延酸洗鋼材ではいずれも良好な真空特性、降伏強度、衝撃特性を示した。

20

【0057】

以上の実施例からわかるように、本発明により真空特性が良好な二相ステンレス鋼材が得られることが明確となった。

30

【0058】

【表 3】

試験No	鋼種No	板厚 (mm)	表面粗さRt (μm)	硬化層 (mm)	熱処理	水素量 (mass%)	真空特性-2	降伏強度 (MPa)	衝撃特性 (J/cm^2)
1	T	10	30	0.10	なし	0.0003	1.4	560	190
2	T	10	30	0.10	573Kx12h	0.0002	1.0	630	180
3	T	10	30	0.10	673Kx24h	0.0001	0.8	680	100
4	A	10	40	0.15	なし	0.0001	1.2	570	170
5	B	20	20	0.05	なし	0.0001	1.1	580	140
6	C	30	30	0.10	573Kx12h	0.0001	0.8	610	90
7	D	40	30	0.10	なし	0.0001	1.0	520	70
8	E	20	20	0.05	473Kx6h	0.0001	0.8	570	150
9	F	20	40	0.15	なし	0.0001	1.0	480	230
10	G	20	20	0.05	473Kx2h	0.0001	0.9	560	160
11	H	10	20	0.05	なし	0.0001	1.0	520	210
12	I	10	30	0.10	なし	0.0001	1.0	520	220
13	J	10	30	0.10	なし	0.0001	0.9	550	230
14	K	10	20	0.05	なし	0.0001	1.0	580	240
15	T2	10	30	0.05	なし	0.0004	3.5	550	170
16	T	10	35	0.25	なし	0.0003	2.5	570	180
17	T	10	45	0.20	723Kx240h	0.0001	1.5	725	30
18	A	10	45	0.20	なし	0.0003	2.6	580	170
19	B	20	45	0.20	なし	0.0002	3.1	580	150
20	C	30	45	0.20	573Kx12h	0.0002	2.4	620	90
21	SUS304	10	45	0.10	なし	0.0002	1.0	290	260

表 3

本 発 明 例

比 較 例

【産業上の利用可能性】

【0059】

本発明により、強度が高くNi含有量の少ない経済的な真空容器用二相ステンレス鋼材を提供することが可能となり、大型の真空容器におけるコストダウンを提供できるなど産業上寄与するところは極めて大である。

10

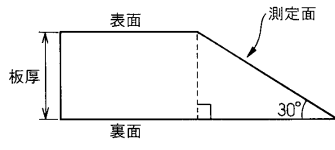
20

30

40

【 図 1 】

图 1



フロントページの続き

- (72)発明者 柘植 信二
東京都千代田区大手町二丁目6番1号 新日鐵住金ステンレス株式会社内
- (72)発明者 梶村 治彦
東京都千代田区大手町二丁目6番1号 新日鐵住金ステンレス株式会社内
- (72)発明者 山本 洋一
東京都千代田区大手町二丁目6番1号 新日鐵住金ステンレス株式会社内
- (72)発明者 井上 裕滋
東京都千代田区丸の内二丁目6番1号 新日本製鐵株式会社内

審査官 鈴木 毅

- (56)参考文献 特開平05-247594(JP,A)
特開2006-183129(JP,A)
特開2005-298932(JP,A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)
C22C 38/00 - 38/60