

© 1985 ISIJ

Cr-Ni 系オーステナイトステンレス鋼の 塑性変形に及ぼす積層欠陥エネルギーの影響

論 文

植木正憲*・小山利正*²・坂井真一*³・中村正久*⁴

Influence of Stacking Fault Energy on Plastic Flow of Cr-Ni Austenitic Stainless Steels

Masanori UEKI, Toshimasa OYAMA, Shinichi SAKAI and Tadahisa NAKAMURA

Synopsis :

A series of Cr-Ni austenitic stainless steels whose stacking fault energy (*SFE*) was varied systematically, were deformed by tension at the condition of temperature, 291 and 473 K, and strain rate range from 10^{-5} to 10^{-3} s⁻¹. The various plastic flow parameters such as strain hardening exponent, COTTRELL-STOKES ratio, activation volume and etc., were determined through usual tensile test and temperature or strain rate change tests. The measurement of magnetic permeability was also carried out continuously during the tensile test in order to check the occurrence of stress induced martensite.

Although the dependence of *SFE* on yield stress was not so clear at room temperature (291 K), ultimate tensile stress (*UTS*) and the strain hardening exponent apparently depended upon *SFE*, namely, both the *UTS* and the strain hardening exponent decreased with increasing *SFE*. The COTTRELL-STOKES ratio determined by the temperature change tests was an appropriate measure to check the relative contribution of thermal and athermal components of flow stress. According to the linear increase of the ratio with *SFE*, it was clarified that the higher the *SFE*, the larger became the contribution ratio of the athermal component. The activation volume measured by the strain rate change tests, decreased with increasing *SFE*, and the degree of its variation with strain was larger for higher *SFE* steels.

1. 緒 言

面心立方構造の金属および合金の塑性変形挙動に、積層欠陥エネルギー (*SFE*) が重要な影響を及ぼすことはよく知られているが、その影響を分離して単独に調べることは困難である。その理由は、この *SFE* 値を変化させるためには、ふつうほかに溶質元素を添加せねばならず、合金成分の異なる材料の変形挙動の相違を単に *SFE* のみによるとは考えにくく、固溶体合金化による効果も考慮せねばならないからである。ところが Fe-Cr-Ni 系オーステナイトステンレス鋼においては Cr は *SFE* を下げ、逆に Ni は上げるといった性質があることが知られており¹⁾、Cr および Ni 量を適当に増減することにより、*SFE* を系統的に変化させた一連の合金を得ることが可能である。このようにして得た *SFE* が異なる Fe-Cr-Ni オーステナイトステンレス鋼においては、Fe, Cr および Ni 各元素の原子半径がほぼ等しいことから、原子寸法因子による著しい固溶硬化などの変形挙

動に大きな影響を及ぼす他の因子を導入することなく、積層欠陥エネルギーの効果を分離検討することが可能と考えられる。

そこで本研究では、5種類の Fe-Cr-Ni 系オーステナイトステンレス鋼における塑性変形に及ぼす積層欠陥エネルギーの影響を、引張諸特性あるいは変形諸因子の測定を通して検討する。

2. 実験方法

供試鋼は、Table 1 に示す A~E の5種類であり、表に示している積層欠陥エネルギーの値は、BREEDIS³⁾ の node 法による測定値を BROWN⁴⁾ の補正式に従って計算した値である。BROWN の補正は転位線張力の理論的取扱いに基づいており、BREEDIS の各組成の鋼における測定結果をそれぞれ 2.3 倍したものであるが、SCHRAMM と REED²⁾ は、これらの値が、各研究者による測定値と相互によく一致することを示している。各合金の化学分析の結果ならびに $(Ni) = Ni + 0.65Cr + 1.05Mn$

昭和 58 年 4 月本会講演大会にて発表 昭和 59 年 5 月 9 日受付 (Received May 9, 1984)

* 金沢工業大学 工博 (Kanazawa Institute of Technology, 7-1 Ohgigaoka Nonouchi-machi P. O. Kanazawa South Ishikawa pref. 921)

*² スタンフォード大学 Ph. D. (Stanford University)*³ 日立造船シービーアイ(株) (Hitachi Zosen CBI Ltd.)*⁴ 長岡技術科学大学 工博 (The Technological University of Nagaoka)

Table 1. Test alloys and their SFE value.

Steel	Approximate composition	SFE (ergs/cm ²)
A	Fe-19Cr-11Ni	29.2
B	Fe-17Cr-11Ni	40.7
C	Fe-16Cr-12Ni	51.1
D	Fe-13Cr-14Ni	76.1
E	Fe-10Cr-16Ni	98.0

+0.35 Si+12.6 C なる式⁵⁾ を用いて計算した Ni 当量の値を Table 2 に示している。

試験片は、熱間圧延したこれらの鋼の約 1 mm の薄板を有効ゲージ長さ 26 mm, 幅 3 mm に切削加工したものであり、結晶粒径の均一化をはかるため、加工後 1273 K で 2 h 加熱し、その後水焼入れした。最終平均結晶粒径は、すべての鋼で約 20 μm であった。

試験は、インストロン型引張試験機を用いて、温度 291 および 473 K, ひずみ速度約 10⁻⁵~10⁻³ s⁻¹ の範囲で行った。また温度変化試験およびひずみ速度変化試験を行い、それぞれコットレル・ストークス比⁶⁾ および活性化体積⁷⁾ といった変形因子の算出を行った。さらに供試鋼の大部分が試験温度付近で準安定オーステナイトであることから、応力誘起マルテンサイト生起の有無を調べるため、一部の試験で引張試験中に透磁率の連続的測定を行った。

3. 実験結果

3.1 応力-ひずみ関係と透磁率の変化

Fig. 1 (a) は SFE の異なる五つの鋼の室温 (291 K) での引張試験による応力-ひずみ曲線を示している。降伏応力の場合には若干のばらつきを示すが最大引張応力 (UTS) は、SFE の低い鋼ほど高いといった明らかな傾向がみられる。また同図 (b) は 473 K での同様な結果を 3 種類の鋼について比較しており、降伏応力および UTS の両方とも SFE の増加とともに顕著に減少する傾向を示している。

次に応力-ひずみ曲線に及ぼす温度とひずみ速度の影響を Fig. 2 (a) および (b) に、それぞれ鋼 D および C

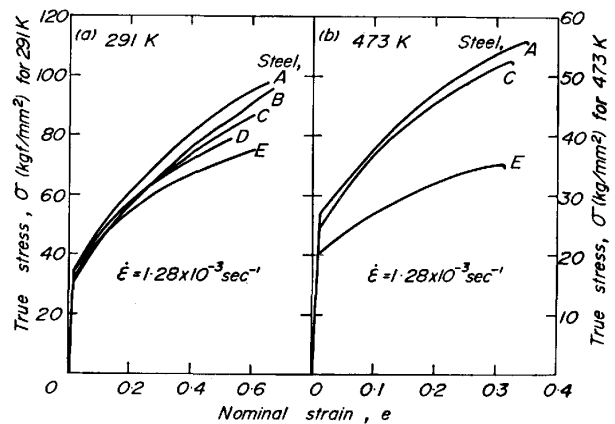


Fig. 1. Effect of stacking fault energy on stress-strain relation in austenitic stainless steels at (a) 291 K and (b) 473 K.

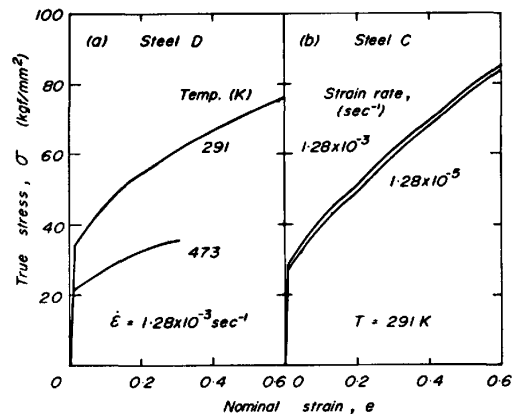


Fig. 2. Effect of temperature (a) and strain rate (b) on the stress-strain relations for Steel D and Steel C, respectively.

について比較している。図から明らかに温度における約 200°C の変化の方がひずみ速度における 100 倍の変化よりも大きな効果を有していることがわかる。

室温での 5 種類の鋼の引張試験中の変形ともなう比透磁率の連続的变化を、応力-ひずみ関係と対応させて測定した結果を Fig. 3 に示している。図に見られるように、応力誘起マルテンサイトの生成によると考えられる比透磁率の増大は、Ni 当量が最も低い鋼 B で 0.4 を超える比較的大きなひずみで多少起こり、その相対量は、Table 2 に示した Ni 当量の増加とともに減少し、鋼

Table 2. Results of chemical analysis of test alloys. (wt%)

	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Al	N	Ni eq.
A	0.004	0.24	0.25	0.003	0.008	10.86	18.67	0.017	0.007	23.39
B	0.003	0.21	0.21	0.003	0.008	10.94	16.86	0.049	0.008	22.23
C	0.003	0.27	0.21	0.003	0.009	11.79	15.78	0.035	0.007	22.40
D	0.002	0.24	0.21	0.003	0.008	13.90	13.12	0.031	0.006	22.79
E	0.002	0.26	0.21	0.002	0.008	15.95	10.18	0.057	0.004	22.91



Fig. 3. Stress-strain curve (a) and variation of magnetic permeability with strain during tensile deformation (b).

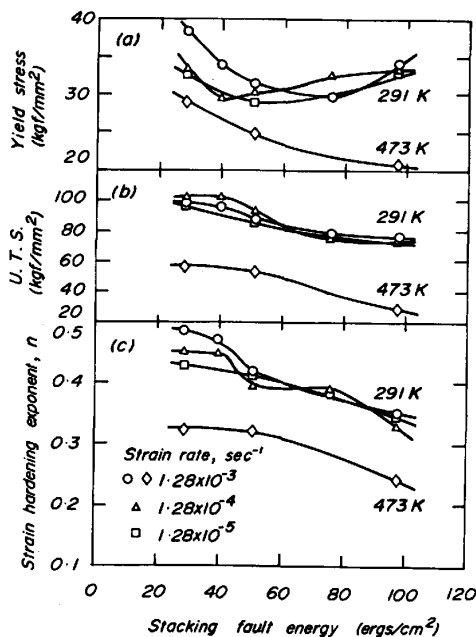


Fig. 4. Effect of stacking fault energy (SFE) on the yield strength (a), U.T.S. (b) and the strain hardening exponent, n value (c) in austenitic stainless steels.

C, D および E においては、その生成量は、ほとんど無視しうるぐらい小さくなっている。約 0.3 までのひずみを対象として以下の解析を行うために、この応力誘起マルテンサイト生成の効果は、本論文の以下の大部分の記述において無視することにする。

引張試験結果のまとめとして、各試験条件での各鋼の引張諸特性の変化を成分から計算した SFE の関数として Fig. 4 に示している。Fig. 1 における応力-ひずみ

曲線においてもみられるように、室温での降伏応力の SFE への依存性は明確ではないが、最大引張応力 (UTS) と加工硬化指数は、この図に示しているように、明らかに SFE に依存していることがわかる。

3.2 温度変化試験

一般に変形応力 σ は、熱的に活性化される熱成分 σ_s と、活性化されない非熱成分 σ_μ とから成っており、次のように表せる⁹⁾。

$$\sigma = \sigma_s + \sigma_\mu \dots\dots\dots (1)$$

ここで非熱成分 σ_μ は、変形応力に対して逆方向に作用するものであり、その起源は、転位組織たとえば転位の堆積による逆応力⁹⁾ とか林転位とすべり転位の弾性的相互作用¹⁰⁾などに関係しているといわれており、変形に有効に寄与するのは、熱成分 σ_s のみである。

そこで、変形応力に及ぼす熱成分および非熱成分の相対的寄与を調べ、それと SFE との関連を調べるために温度変化試験を行った。試験は、SFE の異なる A, C そして E の 3 種類の鋼において行い、ある一定ひずみまで変形を与え、そこで一度除荷したのち、同じ歪み速度で、違った温度で変形を与えることにより、温度変化前後の変形応力の比、いわゆるコットレル・ストーク比 (CSR)⁶⁾ を求めることを目的としている。Fig. 5 は、そ

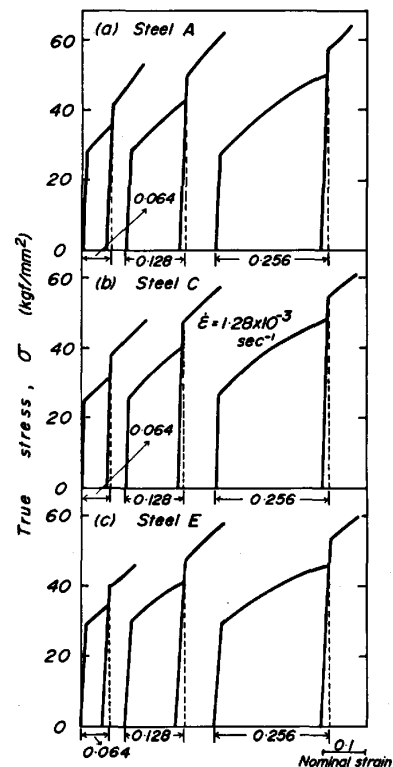


Fig. 5. Stress-strain curves for the temperature change test in Steel A (a), Steel C (b) and Steel E (c).

の際の応力-ひずみ関係を示したものであるが、このとき低温から高温へと温度を変化させると、回復による組織変化が起こるので高温から低温へと温度を変化させる必要がある¹¹⁾、本実験においては 473 から 277 K に変化した。つまり、それぞれの鋼を 473 K であらかじめ定めたひずみ量 0.064, 0.128 そして 0.256 までそれぞれ変形し、一度除荷したのち、試験片の温度を 277 K としてから再負荷し、変形させるという手順である。この際除荷から再負荷までに要する時間は約 5 min であった。またひずみ速度は、すべて $1.28 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ で行なった。このようにして求めたコットレル・ストークス比 (CSR) とひずみの関係を Fig. 6 (a) に示している。COTTRELL と STOKES⁶⁾ は Al 単結晶において、ほぼ

0.1 のひずみまでこの比がひずみとともに増加し、その後ひずみに関係なくほぼ一定値を保つということを見出しており、Fig. 6 (a) から本研究における結果も、特に高 SFE 合金においてそのような傾向を有することを示している。図に見られるように、CSR は、比較的大きなひずみの場合を除いて SFE に対してほぼ直線的に増加する。

3.3 ひずみ速度変化試験

Fig. 7 は、活性化体積を求めるために行つたひずみ速度変化試験における応力-ひずみ関係を示しており、図中の矢印は、それぞれひずみ速度を変化した点を示している。このような測定から、次の(2)式を用いて測定したひずみ速度変化前後の応力およびひずみ速度値を代入して見かけの活性化体積を求めた。

$$V_a = kT \frac{\ln(\dot{\epsilon}_1/\dot{\epsilon}_2)}{\sigma_1 - \sigma_2} \dots\dots\dots (2)$$

ここで V_a はみかけの活性化体積、 k はボルツマン定数、 $\dot{\epsilon}_1$ と $\dot{\epsilon}_2$ はそれぞれ変化前後のひずみ速度、 T は絶対温度そして σ_1 および σ_2 は、それぞれひずみ速度変化前後の変形応力である。(2)式によつて計算したみかけの活性化体積と SFE の関係を Fig. 8 に示している。図にみられるように、両者の関係は、SFE の増大とともにみかけの活性化体積が、ほぼ直線的に減少するものであった。

4. 考 察

4.1 塑性変形機構と積層欠陥エネルギー

一般に長範囲拡散が支配的でないくらいの低い温度 ($< 0.25 T_m$, ここで T_m は絶対融点温度) での fcc 金属および合金の変形過程は、転位の交切と交差すべりによつて律速されていると考えられ¹²⁾、この両方の過程とも拡張した転位の再結合を必要としている。そしてこの再結合に必要なエネルギーは、積層欠陥つまり拡張転位

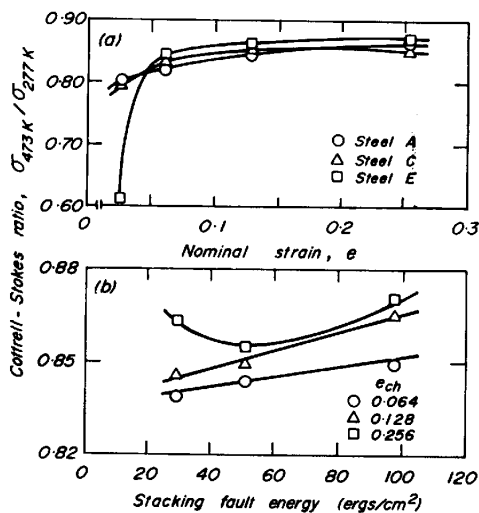


Fig. 6. Variation of COTTRELL-STOKES ratio with strain (a) and stacking fault energy (b).

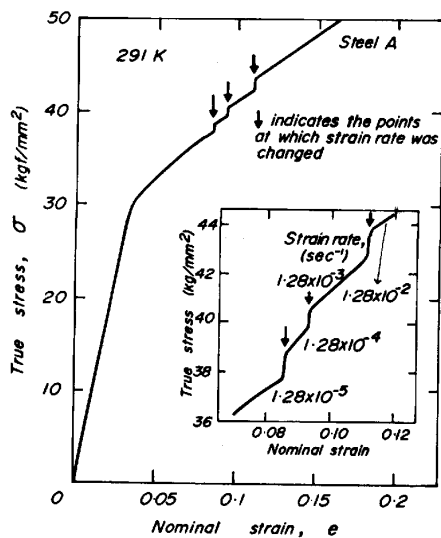


Fig. 7. Stress-strain curve for strain rate change test in order to obtain the apparent activation volume in steel A.

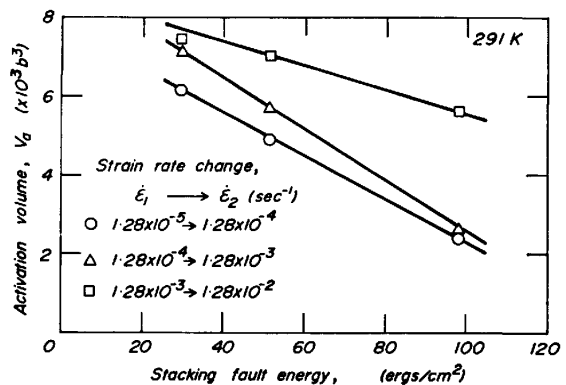


Fig. 8. Effect of stacking fault energy on the apparent activation volume, V_a .

の幅に依存しており、積層欠陥エネルギーが高いほどこの幅がせまくなるので、転位の交切に必要なエネルギーが低く、交差すべりが起こりやすくなる。さらに、このことにより、動きを止められていた転位が別のすべり面に移るので、異符号の転位と合体して消滅したり再配列する可能性が高くなり林転位密度が低くなる。このことから Fig. 4 に示しているように、SFE が高いほど加工硬化率は低く、また UTS も低くなると考えられる。

4.2 変形応力の各成分とコットレル・ストークス比

前述したように、低温における fcc 金属および合金の変形過程は、林転位とすべり転位の交切によつて律速されると考えられ、この交切過程は変形応力の熱成分 σ_s に関係し、交差すべりは、その過程が起こることによつて堆積転位の数や林転位の密度を減少することから、 σ_s および σ_μ の両方に影響を及ぼすと考えられる。

いま、二つのコットレル・ストークス比の値 K' および K'' において

$$K' < K'' \quad \dots\dots\dots (3)$$

であると仮定し、さらに温度変化が、結晶内部の転位組織変化が起こらないくらい十分に速く行われたと仮定すると、変形応力の非熱成分 σ_μ は、温度変化の直前および直後では変化しないと考えることができる。従つて、前述した(1)式より、 K' および K'' は、それぞれ次のように表せる：

$$K' = \frac{\sigma_s'(T_1) + \sigma_\mu'}{\sigma_s'(T_2) + \sigma_\mu'}, \quad K'' = \frac{\sigma_s''(T_1) + \sigma_\mu''}{\sigma_s''(T_2) + \sigma_\mu''} \quad \dots\dots\dots (4)$$

ここで $\sigma_s'(T_1)$ および $\sigma_s'(T_2)$ は、 K' を求めた時の温度 T_1 および T_2 における変形応力の熱成分、 σ_μ' は非熱成分であり、 $\sigma_s''(T_1)$ および $\sigma_s''(T_2)$ は、 K'' を求めた時の温度 T_1 および T_2 における熱成分、 σ_μ'' は非熱成分である。また変形応力の熱成分 σ_s は、温度変化前後で、転位組織が変化しないと仮定されているから、温度のみに依存し、各試料ごとに次のように表すことができる。

$$\sigma_s'(T_1) = C\sigma_s'(T_2), \quad \sigma_s''(T_1) = C\sigma_s''(T_2) \quad \dots (5)$$

ここで C は定数であり、 $T_1 > T_2$ ならば $C < 1$ となる。(4)および(5)式を不等式(3)に代入すると、次のようになり、

$$\frac{C\sigma_s'(T_2) + \sigma_\mu'}{\sigma_s'(T_2) + \sigma_\mu'} < \frac{C\sigma_s''(T_2) + \sigma_\mu''}{\sigma_s''(T_2) + \sigma_\mu''} \quad \dots\dots\dots (6)$$

この不等式(6)をさらに簡単にすると、次の不等式(7)のように表せる

$$\frac{\sigma_s'}{\sigma_\mu'} > \frac{\sigma_s''}{\sigma_\mu''} \quad \left(\text{あるいは} \frac{\sigma_s''}{\sigma_s'} < \frac{\sigma_\mu''}{\sigma_\mu'} \right) \quad \dots\dots\dots (7)$$

このようにして不等式(3)および(7)から、CSR の大きさは、変形応力における熱成分と非熱成分の相対的割合を示していることがわかる。つまり、この比が大きいほど(不等式(3)と(7)の不等号が逆転していることから)非熱成分の寄与する割合が大きくなることがわかる。従つて前述したように、0.1 ぐらいのひずみまではひずみに対してこの比が増大することは、変形応力に寄与する非熱成分の割合が増加することを示している。非熱成分は結晶内の転位組織に関係していることから、この非熱成分の寄与する割合の増加は、結晶内の転位組織の発達を意味しており、0.1 以上のひずみで、この比がほぼ一定になることは転位組織が、あまり変化しなくなることを示している。つまり、Fig. 6 (b) に示した SFE に対する CSR の傾向で、SFE が高いほど、この比が増大することは、非熱成分の寄与する割合が大きくなることを意味していると考えられる。

4.3 活性化体積

転位の交切機構に対する真の活性化体積 V_t は、次式で与えられる⁷⁾。

$$V_t = b \cdot l \cdot d \quad \dots\dots\dots (8)$$

ここで、 d は活性化距離であり、積層欠陥つまり拡張転位の幅に比例すると考えられ b はバーガース・ベクトルそして l は林転位間の平均距離である。つまり真の活性化体積は、積層欠陥の幅に比例しており、SFE とこれが逆比例の関係にあるので、SFE が高いほど真の活性化体積は小さくなる。また GIBBS ら¹³⁾によると真の活性化体積とみかけのそれとの間には

$$V_a = \frac{3}{2} V_t = \frac{3}{2} b \cdot l \cdot d \quad \dots\dots\dots (9)$$

なる関係があり、SFE に対する傾向は、真もみかけも同じであると考えられるので、Fig. 8 において得られた結果は、上述のことを証明するものであることがわかる。つまり SFE の増大とともに、活性化体積は小さくなり、変形が起こりやすくなる。また活性化体積のひずみによる変化を示した Fig. 9 において、高 SFE 合金ほど、その変化の度合いが大きいことは、高 SFE 合金ほど交差すべりが活発であることを意味している。また各合金ではほぼ 0.1 ぐらいのひずみで、特に高 SFE 合金で活性化体積が一定になる傾向を示しており、このことは CSR の場合と同様、これ以上のひずみでは転位組織があまり変化しなくなることに対応している。

最後に、オーステナイトステンレス鋼の塑性変形に及ぼす SFE と温度の効果を、Fig. 4 に示した結果から、UTS および降伏応力のそれぞれの水準と、その SFE に対する傾向を、291 と 473 K の両方の場合について

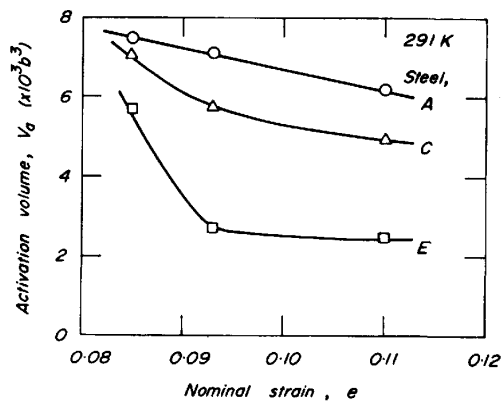


Fig. 9. Strain dependence of the apparent activation volume in Steel A, C and E at 291 K.

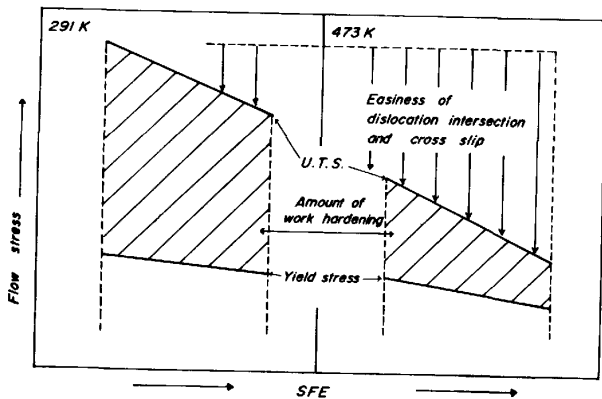


Fig. 10. Schematic representation of analysis results of plastic flow of a series of austenitic stainless steels in the relation between the flow stress and stacking fault energy.

Fig. 10 に模式的に示している。図中の実線で示した降伏応力および UTS の SFE に対する変化の割合は、降伏応力よりも UTS において明らかに大きい、このことは SFE が加工硬化挙動に密接な関係を持つことを示すものであり、また図中の斜線部領域は加工硬化の程度を表す指標と考えられるが、291 K での最低 SFE の鋼に対するその程度が最大であるとする、SFE の増大あるいは温度の上昇にともなつて、加工硬化の程度は減少し、逆に、転位の交切や交差すべりといったいわゆる動的回復過程が活発になることが明らかである。

5. 総括

積層欠陥エネルギーが異なる 5 種類の Fe-Cr-Ni 系

オーステナイトステンレス鋼の塑性変形挙動を調査した結果を以下のようにまとめることができる。

(1) 応力-ひずみ関係において降伏応力の積層欠陥エネルギー依存性は乏しいが、加工硬化率およびある程度大きい歪みでの変形応力は、積層欠陥エネルギーに依存し、低積層欠陥エネルギーの合金ほど高くなつた。

(2) コットレル・ストークス比は、変形応力の非熱成分および熱成分の相対的寄与の尺度を示しており、この比が積層欠陥エネルギーの増加に対してほぼ直線的に増加することから、高積層欠陥エネルギーの鋼ほど、非熱成分の寄与する割合が大きくなることが判明した。

(3) 活性化体積は、高積層欠陥エネルギーの鋼ほど小さくなり、またそのひずみに対する変化の割合は、高積層欠陥エネルギーの鋼ほど大きかつた。

おわりに試料の溶製ならびに御提供いただきました日本冶金工業(株)川崎研究所小野山隆志氏に深く感謝の意を表します。

文 献

- 1) 田村今男: 鉄鋼材料強度学 (1969), p. 12[日刊工業新聞社]
- 2) R. E. SCHRAMM and R. P. REED: Metall. Trans., 6A (1975), p. 1345
- 3) J. F. BREEDIS: Trans. Metall. Soc. AIME, 230 (1964), p. 1958
- 4) L. M. BROWN: Phil. Mag., 10 (1964), p. 441
- 5) 平山俊成: 日本金属学会誌, 35 (1971), p. 447
- 6) A. H. COTTRELL and R. J. STOKES: Proc. Roy. Soc., A233 (1955), p. 17
- 7) H. CONRAD: Mechanical Properties of Materials at Elevated Temperature (1961), p. 200 [McGraw-Hill]
- 8) S. K. MITRA and J. E. DORN: Trans. Metall. Soc. AIME, 227 (1963), p. 1015
- 9) A. SEEGER: Dislocations and Mechanical Properties of Crystal (1957), p. 243[John Wiley and Sons]
- 10) S. SAADA: Acta Metall., 9 (1961), p. 166
- 11) 丸川健三郎: 転位論—その金属学への応用—(日本金属学会編) (1971), p. 72[丸善]
- 12) H. CONRAD: J. Met., 16 (1964), p. 582
- 13) G. B. GIBBS: Mater. Sci. Eng., 14 (1969), p. 313