

微細結晶粒を有するSUS304の 高温変形挙動に及ぼす残留マルテンサイトの影響

加藤 正仁*・鳥阪 泰憲*

Effect of Retained Martensite on High Temperature Deformation of SUS304 with a Fine Grain Size
Masahito KATO and Yasunori TORISAKA

Synopsis : The high temperature deformation properties of two stainless steels, austenite single phase and austenite/martensite dual phases have been studied. These two materials were not conventionally produced but reversely transformed into austenite phase from martensite phase which was induced by large plastic deformation on austenitic stainless steel SUS304 (similar to AISI304) below the temperature of M_d point.

Tensile tests on both alloy sheets with initial grain size refined below $1\mu\text{m}$ by such above processing have been conducted at different temperatures from 923K to 1023K at strain rates ranging from 3.0×10^{-5} to $1.0 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$. These both materials exhibit a maximum elongation exceeding 200 pct with very low flow stress. The dual phase material shows more elongation and less flow stress in comparison with the single phase material, and the lower testing temperatures or the higher strain rates, the larger this tendency becomes clearly. This is the reason why a slight martensite phase which is included in the dual phase material prevents the grain size of austenite phase from coarsening during large deformation.

Key words : stainless steel ; SUS304 ; martensite ; grain size ; elongation.

1. 緒言

微細結晶粒超塑性の発現には、種々の条件が必要である¹⁾。なかでも、

- (1) 結晶粒径が $10\mu\text{m}$ 以下であること、
- (2) 超塑性発現中、結晶粒の成長を抑制するため、数%~50%の第二相の存在を必要とする、

は、とりわけ重要である。上記(1)、(2)を満足する合金は非鉄系に多く、Al, Cu, Zn, Ti系の合金やNi基合金については活発に研究され、一部については塑性加工の分野で実用化が図られている。一方、鉄系合金においても、従来の変態超塑性から微細結晶粒超塑性の研究に移行している。超高炭素(UHC)鋼²⁾、軸受け鋼³⁾および高速度工具鋼⁴⁾などはその代表である。しかし、これらはすべて高炭素鋼あるいは高炭素特殊鋼に関するもので、低炭素鋼あるいは低炭素特殊鋼に関する超塑性の例はほとんどない。唯一、 δ/γ 二相ステンレス鋼⁵⁻⁸⁾があるに過ぎない。これは δ/γ 二相ステンレス鋼を除く低炭素合金では、上記(1)、(2)を満足させることが非常にむずかしいからである。そのため、低炭素単相合金の代表であるオーステナイト(γ)系単相およびフェライト(α)系単相ステンレス鋼などは超塑性が発現しない⁹⁾、といわれている。

γ 系ステンレス鋼では、 M_s 点以上 M_d 点以下の温度範囲において、あるひずみを与えると、準安定 γ 相が加工誘起によりマルテンサイト(α')相に変態する。そして、この α' 相はある温度 A_s 点以上になると、 γ 相に逆変態を開始し、この γ 相は α' 相の加工ひずみを受け継ぐ。したがって、この逆変態をともなった再結晶処理を利用すれば、 γ 系ステンレス鋼の結晶粒は著しく微細化することが予想される。事実、前報⁹⁾において、 γ 系ステンレス鋼の代表である18-8ステンレス鋼(SUS304)では、上記に述べた方法を適用することにより、その結晶粒径が約 $1\mu\text{m}$ あるいはそれ以下と著しく微細になることを報告した。更に、このような超微細結晶粒に調整されたSUS304は300%以上の巨大伸びを示すことを明らかにした。

一般に、加工誘起によって生じた α' 相を焼なますと、焼なまし条件によっては、非平衡の($\alpha'+\gamma$)の二相組織を呈する。この組織は焼なまし温度に長時間保持すると γ 単相に変化する。上記巨大伸びの発現温度はこの焼なまし温度とほとんど変わらない。また、この非平衡の二相組織から γ 単相組織となるまでの時間は比較的長い。微細結晶粒超塑性発現の条件として第二相の存在があげられていることから、巨大伸びの発現には、二相中の α' 相が大きな影響を及ぼしているのではないかと考えられる。

平成8年6月27日受付 平成8年11月12日受理 (Received on June 27, 1996; Accepted on Nov. 12, 1996)

* 工業技術院機械技術研究所 (Mechanical Engineering Laboratory, Agency of Industrial Science and Technology, 1-2 Namiki Tsukuba 305)

そこで本実験では、熱処理条件の異なるSUS304について、種々の条件で高温引張試験を行い、巨大伸びに及ぼす α' 相の影響を明らかにしたものである。

2. 試料および実験方法

本実験に供した試料は、1373K×4 min保持後、水冷の溶体化処理が施された14mm厚のSUS304市販平板材で、その化学組成をTable 1に示す。この板材より、10(t)×20(w)×60(l) (単位: mm)の圧延ビレットを切り出し、供試材とした。

上記試料に、常温で冷間圧延を施し、逆変態および再結晶のための焼なましを行った。1パスの加工量を大きくすると、加工熱によって温度が上昇し、 M_d 点を超え、加工誘起変態による α' 相の生成を著しく阻害する恐れがある。したがって、1パス当たりの圧下量は0.1~0.3mm(各パス毎の真圧下率<5%)とし、最終の圧下率は90%とした。

高温引張試験は、真空容器をとりつけた高周波加熱による高温用油圧試験機(荷重容量は5 t)を用いて、 $1.0 \times 10^{-2} \cdot s^{-1}$ 以下の初期ひずみ速度一定で、種々の温度およびひずみ速度で行った。用いた試験片は平板試験片で、JIS7号比例試験片に標点用の突起を付加したものである。この形状の詳細をFig. 1(単位はmm)に示す。

なお、引張試験は所定温度まで加熱し、10min保持した後開始した。また、残留マルテンサイト量の測定には、Fisher社製のフェライト(α Fe)スコープを使用した。

3. 実験結果および考察

Fig. 2は923Kおよび973Kで1hの焼なまし処理を施した後の試料の光学顕微鏡組織を示したものである。前者は、 γ 相

Table 1. Chemical composition.(mass%)

C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Fe
0.05	0.47	1.19	0.026	0.004	8.30	18.20	bal.

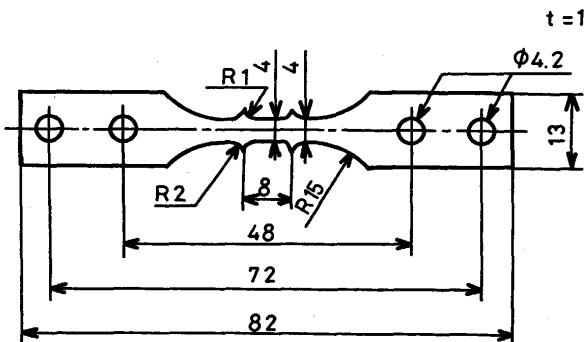


Fig. 1. Size of specimen for tensile test.(mm)

の再結晶による2回目の急激な α Fe量の減少(段階III⁹⁾)開始時に相当し、この時の残留 α' 相は6.0%、そして結晶粒径は0.8 μ mである(以下、 α'/γ 材と記す)。後者は、段階IVのほぼ終了時に相当し、残留 α' 相の量は0.59%とほぼ γ 単相となっており、その結晶粒径は1.0 μ mである(以下、 γ 材と記す)。

Fig. 3およびFig. 4に、これら2種類の材料における高温引張試験の結果を示す。前者は各試験温度における全伸びを、後者はそのときのピーク流動応力を荷重-変位曲線の最大荷重で求め、各ひずみ速度に対し、それぞれプロットしたものである。いずれの試料とも、ひずみ速度が小さくなるほど全伸びは大きくなる傾向を示す。そして、全般的にその値は大きく、200%を超えるものが数多く見られる。998K以上の高温になると、全伸びには焼なまし条件による大きな差は認められないが、973K以下の低温側になると、 α'/γ 材では γ 材に比し、伸びの向上とピーク流動応力の低下が認められるようになる。

Fig. 5は、 α'/γ 材を998K、 $2 \times 10^{-4} \cdot s^{-1}$ の条件で引張ったときの試験中における組織変化を示したものである。試験中、結晶粒はわずかに粗大化するが、全体に均一である。また、引張り方向(図中、横方向)への結晶粒の伸張は全く認められず、完全な等軸晶を保持しているのが分かる。

次に、図中の3点において、 α' 相の残留量を測定すると、それぞれ1.02%、0.08%および0.00%であった。このように、試験温度を高くすると、 α' 相は試験中の比較的早い時期において γ 単相になることが分かる。Fig. 6は α'/γ 材の破断後の α' 相の量を示したものである。試験温度と焼なまし温度に大差がなく、またあってもひずみ速度が大きければ、すなわち試験時間が短ければ α' 相の残留量は多い。すなわち、 α'/γ 材では破断後も α' 相が残留するような条件を選択すれば、 γ 材よりも全伸びの増大やピーク流動応力の低下が大きくなる。しかし、逆の選択をすると、これらの値は γ 材と同程度のレベルに低下する。このことは、 α'/γ 材では、低温側あるいは高ひずみ速度側で、より大きな高延性が γ 材と比較して得られることを意味している。

富村ら¹⁰⁾は本実験と同様の加工・熱処理を行い、 γ 単相組

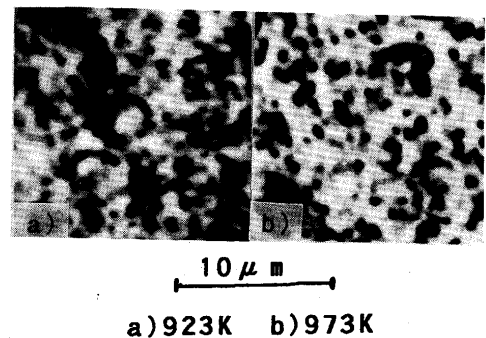


Fig. 2. Optical microstructures of SUS304 annealed at indicated temperature for 3600s after 90% cold rolling.

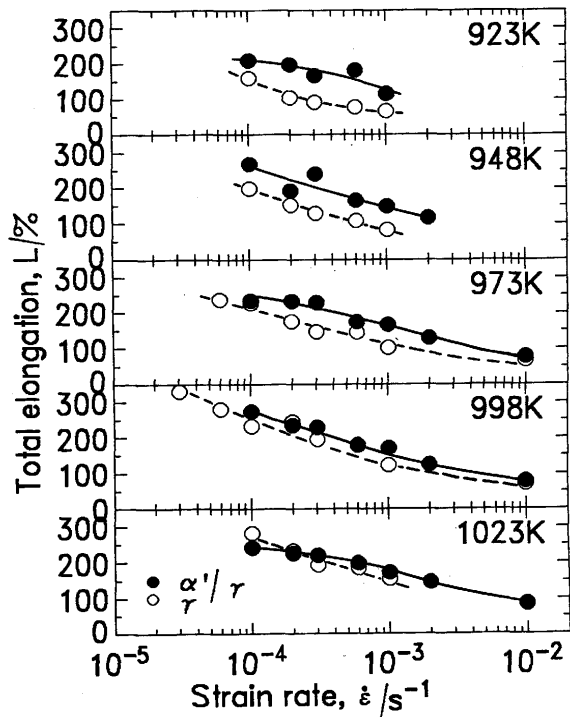


Fig. 3. The total elongation vs. strain rate curves of SUS304 on γ and α'/γ structures with 1.0 μ m diameter grain size obtained by tensile test performed at temperatures indicated.

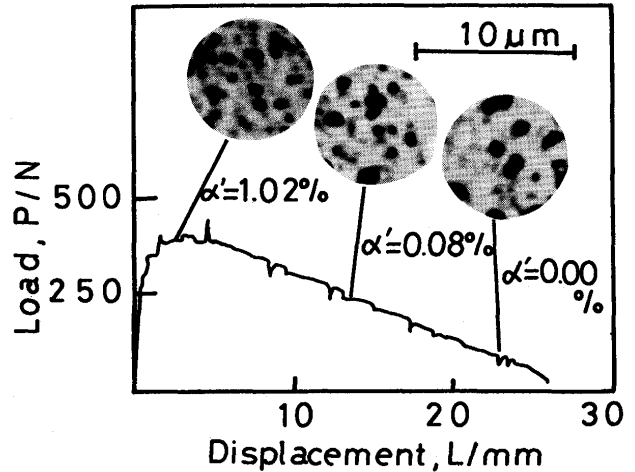


Fig. 5. Load-displacement curve and optical microstructures in tensile test at 998K for 2 \times 10⁻⁴s⁻¹ of SUS304 with α'/γ structures.

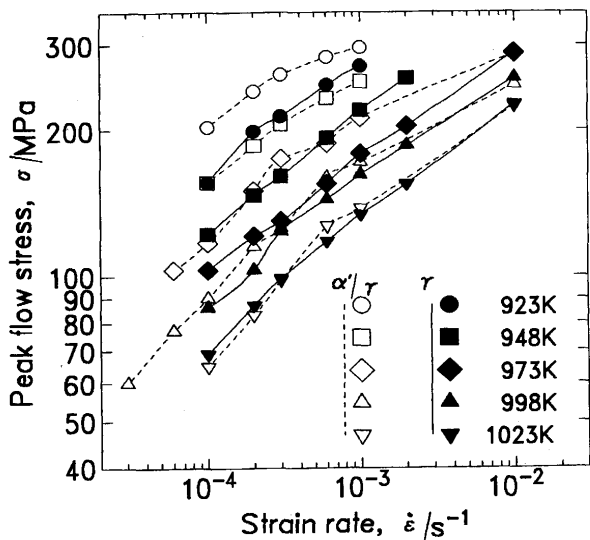


Fig. 4. The $\ln\sigma$ vs. $\ln\dot{\epsilon}$ curves of SUS304 on γ and α'/γ structures with 1.0 μ m diameter grain size obtained by tensile test performed at temperatures indicated.

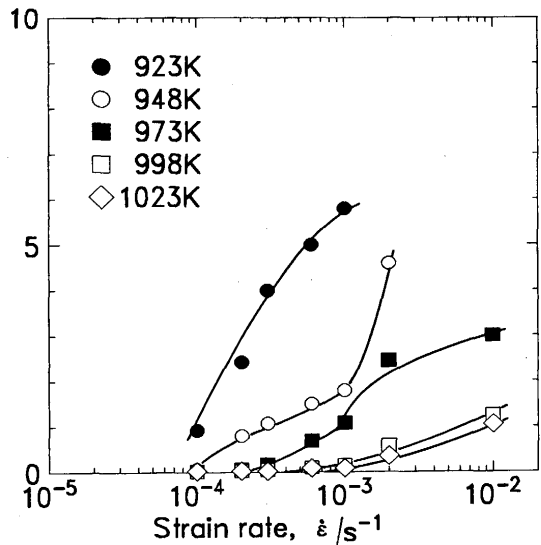


Fig. 6. The lefted martensite after high temperature tensile test on the specimen with α'/γ structures.

織まで逆変態させても微量の α' 相が γ 相の粒界三重点に残留することを示している。先に述べたように、 α'/γ 材および γ 材では、 α' 相の残留量は、前者が6.0%、後者が0.59%であった。したがって、これらの残留 α' 相が高温での γ 相の結晶粒の粗大化を防ぎ、両者とも200%を超える大きな伸びを出現させる結果になったものと思われる。

微細組織が維持されるもうひとつの可能性として、動的再結晶が考えられる。前原¹¹⁾は α/γ 二相ステンレス鋼の超塑性変形において、 α 相が γ 相の動的再結晶を促進する効果を持ち、そのためには α 相が相対的に γ 相よりも硬くならず、また10%程度以上の α 相が必要であることを示している。

一般に高温変形の熱活性化過程におけるひずみ速度 $\dot{\epsilon}$ は変形に要する活性化エネルギーを Q とすると、

$$\dot{\epsilon} = A \cdot f(\sigma) \cdot \exp(-Q/RT) \dots\dots\dots (1)$$

であたえられる。また、 $f(\sigma)$ は一般に次のように与えられる。

$$f(\sigma) = (\sigma \cdot K)^{1/m} \dots \dots \dots (2)$$

従って(2)式を(1)式に代入すれば

$$\ln \dot{\epsilon} = \ln A - (1/m) \ln K + (1/m) \ln \sigma - Q/RT \dots \dots \dots (3)$$

が得られる。ここでひずみ速度 $\dot{\epsilon}$ が一定の場合、

$$\ln \sigma = \text{const.} + mQ/RT \dots \dots \dots (4)$$

が成立する。本実験での α'/γ 材で、最大の伸びが得られる998Kで $1 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$ の試験条件での変形に要する活性化エネルギーをFig. 4から求めると、 $250 \text{KJ} \cdot \text{mol}^{-1}$ が得られ、これは再結晶に要する活性化エネルギー $220 \text{KJ} \cdot \text{mol}^{-1}$ におよそ一致する⁹⁾。したがって、この巨大伸びは再結晶に伴う、すなわち動的再結晶に起因している可能性が十分考えられる。すなわち、結晶粒の粗大化の進行と併行して動的再結晶が生じ、そのため新たな微細組織が次々と形成され、Fig. 5に示したように、全体として微細組織が維持されたということではないだろうか。Fig. 5の組織写真を詳細に見ると、試験初期においては、比較的結晶粒径がそろっているのに対して、試験末期においては、粗大化が進行した結晶粒と、新生したと思われる微細な結晶粒とが混在しているのが認められるが、この現象の結果ではないかと思われる。また、本実験での α'/γ 材が γ 材に比し、より良好な変形特性が得られたのは、おそらくこの理由によるものであろう。したがって、 α' 相を更に残留させることができたならば、二相ステンレス鋼並みの高延性を得ることが期待できるものと思われる。今後、炭素量を主とした成分調整および加工・熱処理工程の最適化により、 α' 相が少なくとも10%以上残留するような条件を見出し、以上のことを検証したい。

4. 結言

SUS304に90%の冷間圧延を施し、 α' 単相にした後、923K

で1hの焼なまし処理を施し、 $1.0 \times 10^{-2} \cdot \text{s}^{-1}$ 以下の初期ひずみ速度一定で高温引張試験を行った結果、以下の諸点を明らかにした。

(1) 低ひずみ速度領域では、200%を超える巨大伸びが得られ、結晶粒の著しい粗大化は認められず、破断後も完全な等軸晶を維持する。

(2) 破断後もより多くの α' 相が残留するような条件を選択すれば、 γ 単相材よりも全伸びの増大やピーク流動応力の低下が大きくなる。このことは、 α' 相をより多く残留させれば、低温度側あるいは高ひずみ速度側で、より大きな高延性が得られることを意味している。

(3) α' 相が約6%残留している α'/γ 材において、巨大伸びが得られる条件における変形の活性化エネルギーは $250 \text{KJ} \cdot \text{mol}^{-1}$ であり、これは再結晶の活性化エネルギーとほぼ等しい。

(4) 残留 α' 相は γ 相の結晶粒粗大化を防ぎ、また α' 相が γ 相の動的再結晶を促進するため、結晶粒の粗大化の進行とともに微細組織が次々と形成されるため、全体として微細組織が維持される。

文 献

- 1) N.E.Paton and C.H.Hamilton: Superplastic Forming of Structural Alloys, The Metallurgical Society of AIME, (1982), 241.
- 2) J.Wadsworth and O.D.Sherby: Journal of Materials Science, **13** (1978), 2645.
- 3) 岡出元宏, 時実正治, O.D.Sherby: 鉄と鋼, **67** (1981), 2710.
- 4) 鳥阪泰憲, 白井一郎, 中沢克紀, 宮川松男: 鉄と鋼, **71** (1985), 735.
- 5) H.W.Hayden, R.C.Gibson, H.F.Merrick and J.H.Brophy: Trans. Am. Soc. Met., **60** (1967), 3.
- 6) D.M.Ward: Sheet Metal Industries, (1982), 28.
- 7) 前原泰裕: 鉄と鋼, **70** (1984), 2168.
- 8) 鳥阪泰憲, 鈴木俊夫, 渡辺 寧, 宮川松男: 鉄と鋼, **73** (1987), 333.
- 9) 加藤正仁, 鳥阪泰憲: 鉄と鋼, **80** (1994), 249.
- 10) 富村宏紀, 高木節雄, 徳永洋一: 鉄と鋼, **74** (1988), 1649.
- 11) 前原泰裕: 鉄と鋼, **73** (1987), 1722.