

SUS304の超塑性挙動改善のための加工熱処理

加藤 正仁*・鳥阪 泰憲*

Thermo-mechanical Treatment for Improvement of Superplasticity of SUS304

Masahito KATOH and Yasunori TORISAKA

Synopsis : A martensitic transformation which was induced by large plastic deformation on austenitic stainless steel SUS304 (similar to AISI304) is reversely transformed into primary austenite phase with grain size of about $1\mu\text{m}$ by annealing. One more such thermo-mechanical treatment is applied for SUS304 with fine microstructures, grain sizes are measured and superplastic behaviors are examined. The grain sizes are extremely hyper-fined below 500nm, and the maximum ductility over 400 pct and the strain rate sensitivity index (m) of about 0.45 are obtained at high strain rate of $1.8 \times 10^{-3}\text{s}^{-1}$. The changes of microstructure during deformation are observed and discussed under the tensile conditions exhibiting the maximum elongation by using a transmission electron microscope. The same quantities of dislocation are seen at 200 pct and 300 pct deformation. The superplastic behaviors of SUS304 are accommodated to dynamic recrystallization.

Key words : super plasticity ; austenitic stainless steel ; SUS304 ; grain refinement ; dynamic recrystallization.

1. 緒言

準安定オーステナイト系ステンレス鋼SUS304では、加工誘起変態により生成したマルテンサイト(α')相は高温加熱により元のオーステナイト(γ)相に逆変態する。この逆変態と γ 相の再結晶を組み合わせると、結晶粒径は約 $1\mu\text{m}$ と微細化し^{1,2)}、高温引張試験で200~300%の超塑性伸びが得られる²⁾。しかしながら、そのときのひずみ速度は約 $1 \times 10^{-4}\text{s}^{-1}$ あるいはそれ以下と著しく低く、工業用材料としては不十分である。

そこで本研究では、SUS304の超塑性伸びおよび超塑性が発現するひずみ速度を更に向上させることを目的として、上記の逆変態と再結晶により約 $1\mu\text{m}$ に微細化されたSUS304に、再度同様の強冷間加工および焼なましという一連の加工熱処理を施し、結晶粒を超微細化した後、高温引張試験を行った。更に、透過型電子顕微鏡(TEM)による観察を行い、その変形挙動についても考察した。

2. 実験方法

実験に供した試料は1373K×5minの溶体化処理を施したSUS304市販材であり、その化学組成をTable 1に示す。実験にはFig. 1に示す2種類の加工熱処理を施し、比較検討することにした。

最初は、上記試料から60mm(1)×20mm(w)×10mm(t)の圧延用小片を切り出し、 α' 導入のための90%の冷間加工

を加えた。このとき、試料温度が加工熱により上昇し、 α' 変態を阻害するのを防止するため、1パス当たりの圧下率は5%以下とした。更に、1パス毎に試料を293K以下の水で冷却し、合計約60パスで所定の厚さ1mmまで圧延した。その後、 α' 相の γ 相への逆変態および再結晶を進めるため、973K×1hの焼なましを行った(以下、S処理材)。以上の工程をFig. 1(a)に示す。

次は、300mm(1)×50mm(w)×100mm(t)の寸法に切り出した素材に1500トンプレスによる冷間すえ込みと、冷間圧延により、厚さを10mmにした後、973K×1hの焼なましを施し、組織をS処理材と同様、微細な γ 単相とした。その後、更にFig. 1(a)と同じ加工熱処理を施した(以下、D処理材(Fig. 1(b)))。ただし、焼なまし時間は、後述するように1hではなく、超微細組織を得るのに、最適な時間を採用した。

なお、焼なましにはベル型雰囲気炉を用い、アルゴンガス雰囲気中で行った。また、焼なまし時間が3min未満の条件については、炉中に鉛入りのルツボを設置し、鉛浴中で行った。

焼なまし後の α' 量の測定には、Fischer社製のフェライトスコープを用いた。

引張試験は、真空チャンバー付きの高周波加熱による油圧サーボにより、クロスヘッド移動速度一定でひずみ速度範囲が $5.6 \times 10^{-5} \sim 3.2 \times 10^{-3}\text{s}^{-1}$ で行った。このときの試験片形状をFig. 2に示す。試験片採取方向は圧延方向である。試験温度は973Kであり、約20minで常温から試験温度に昇温

し、所定温度に達してから10min保持後、引張りを開始した。ひずみ速度感受性指数、 m 値は、引張途中で段階的にひずみ速度を変化させて変化前後の荷重を比較する、ひずみ速度急変法で測定した。

引張途中の組織観察には、TEMを用い、試験片を所定変位まで引張った後、加熱を中止し、ただちにアルゴンガスをチャンバー内に注入し、高温組織を常温で凍結した。

3. 実験結果および考察

結晶粒の大小は最終の焼なまし条件、すなわち焼なまし温度および焼なまし時間によって大きく左右される。本研究では、焼なまし温度はS処理材において、最大伸びが得られる試験温度、973K²⁾を採用し、これを固定し、焼なまし時間を種々変えることより、その最適時間を求めることにした。

焼なまし温度973Kでの、 α' 量の焼なまし時間に対する変化量を、S処理材およびD処理材についてFig. 3に示す。図より、 α' 量が1%未満の γ 単相となる最短時間はS処理材では1h、D処理材では30minである。したがって、最終の焼なまし時間はS処理材では1h、D処理材では30minとした。これら処理材のTEM像をFig. 4に示す。S処理材では結晶粒の大部分が約1 μ mであるのに対し、D処理材では、数百nmと超微細な結晶粒が大部分を占め、一部に約1 μ mの結晶粒

が散在しているのがわかる。

次に、これらの組織をもつ試験片を973Kで種々のひずみ速度で引張試験した。得られた変位-荷重曲線の最大荷重からピーク流動応力を求め、これと全伸びの関係を示したのがFig. 5である。S処理材およびD処理材とも全伸びは大きい。S処理材では、 $1 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$ のひずみ速度で400%程度の全伸びが得られ、これよりひずみ速度が大きくなると、急激に全伸びが小さくなる。これに対し、D処理材では、 $1 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$ のひずみ速度で500%以上の伸びが得られ、ひずみ速度の上昇による全伸びの低下はそれほど顕著でなく、 $1 \times 10^{-3} \text{s}^{-1}$ のひずみ速度においても424%という大きな伸びが得られている。

Fig. 6に、D処理材について求めたひずみ速度感受性指数 m 値を示す。先の報告²⁾によると、S処理材ではひずみ速度 $1 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$ で m 値は約0.3を示し、ひずみ速度の上昇とともにそれは急激に小さくなる。しかし、D処理材では図に示したように、ひずみ速度 $1 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$ で m 値は0.5を超え、 $1 \times 10^{-3} \text{s}^{-1}$ でも0.45を示す。

Fig. 7は、それぞれの試験片を $1.8 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$ のひずみ速度で公称ひずみ約200%および300%まで引張ったときのTEM

Table 1. Chemical composition(mass%).

C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Fe
0.03	0.50	0.99	0.030	0.070	8.46	18.32	bal.

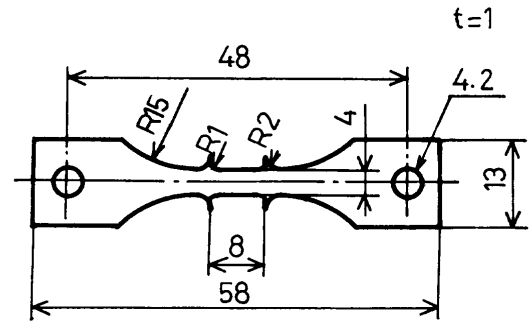


Fig. 2. Specimen geometry for tensile test.

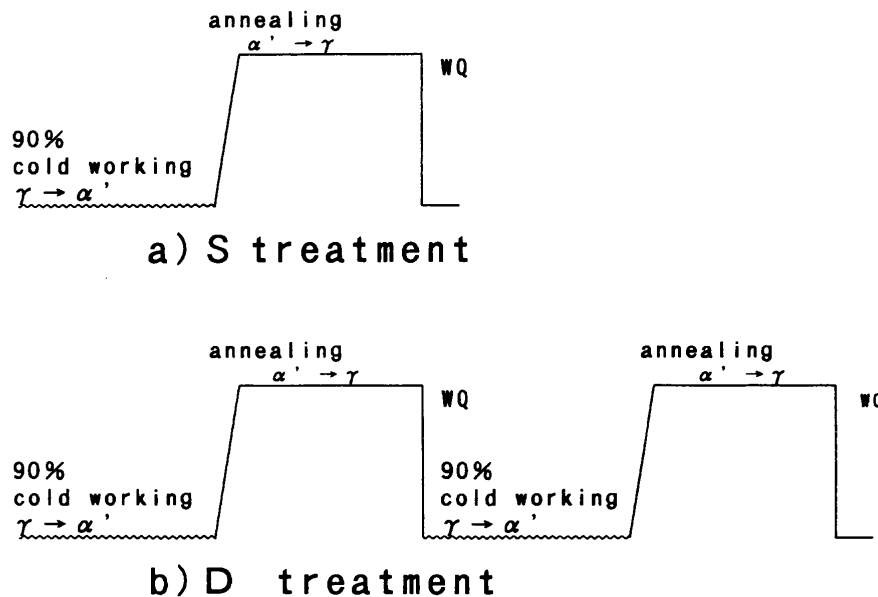


Fig. 1. The heat diagrams.

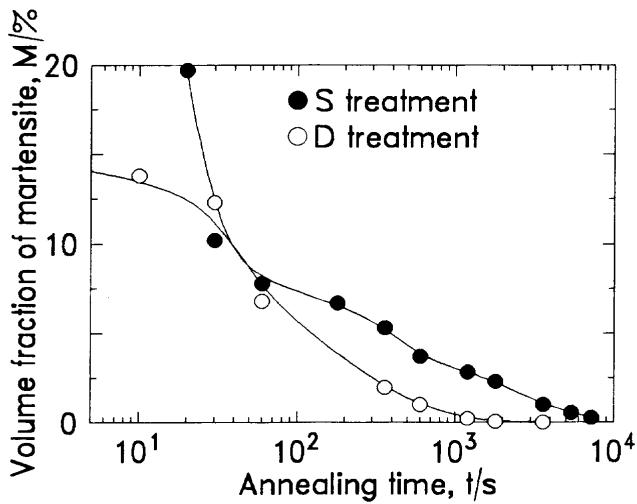


Fig. 3. Effect of annealing time on retained martensite content at 973K.

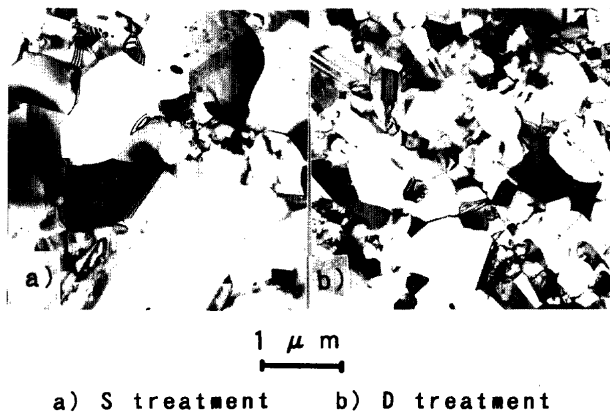


Fig. 4. TEM micrographs of the specimens after S and D treatments.

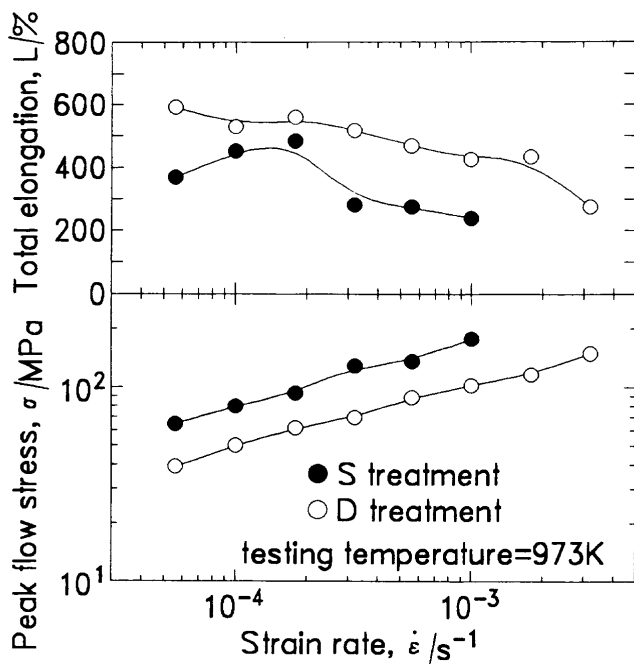


Fig. 5. Variation of tensile properties with indicated initial strain rate at 973K.

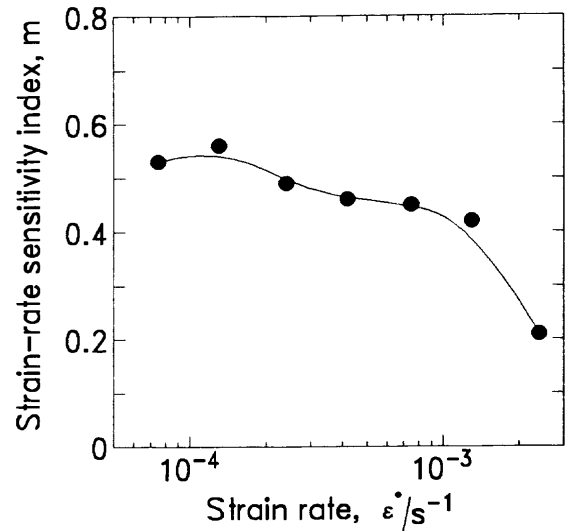


Fig. 6. Strain-rate sensitivity index of D treated specimens at 973K.

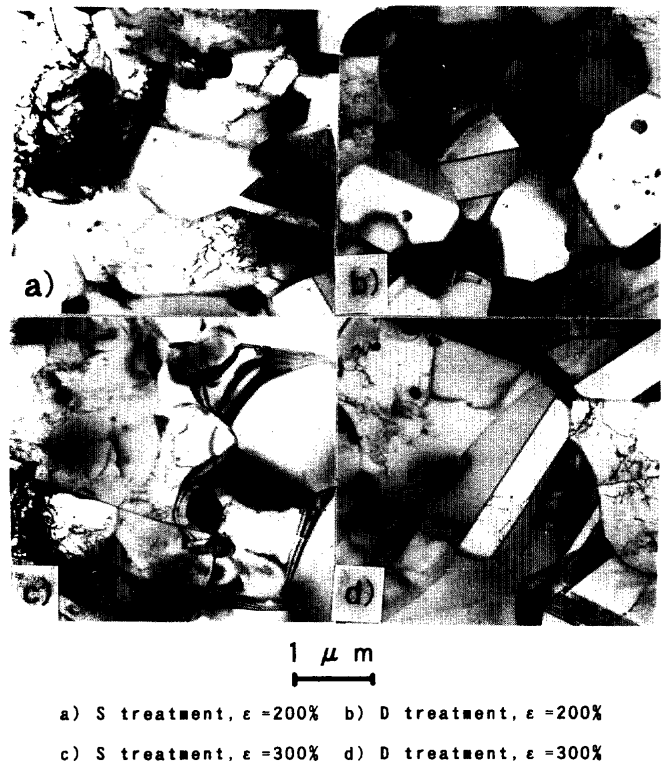


Fig. 7. TEM micrograph change during deformation at 973K ($\dot{\epsilon}=1.8 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$).

像を示したものである。両者とも結晶粒は試験前より多少粗大化しているが、それほど著しいものではなく、数 μm 以下である。また、いずれの試料においても、結晶粒内に転位が認められる。試験前では、Fig. 4に示したように、転位は全く認められないことから、この転位は変形の進行により導入されたものである。しかし、200%の変形と300%の変形では、転位密度に何ら差異は認められない。このことは変形が転位の生成と消滅を連続的に伴いながら進行していることを示している。すなわち、前原³⁾が2相ステンレス

鋼について、その超塑性挙動が動的再結晶に起因すると述べているように、SUS304の超塑性変形挙動も、同様に動的再結晶に支配されていることを示唆している。先の報告²⁾で、S処理材の高温変形に要する活性化エネルギーを求めた結果、その値は 250kJ/mol^{-1} で、SUS304の再結晶に要する活性化エネルギー⁴⁾ 220kJ/mol^{-1} と、ほぼ等しく、このことは上記変形挙動が動的再結晶に支配されているということを支持している。

4. 結言

加工誘起変態によって得られた α' 相の逆変態と再結晶を利用し、約 $1\mu\text{m}$ に微細化されたSUS304に、再度同様の強冷間加工および焼なましという一連の加工熱処理を施すこ

とにより、結晶粒を超微細化した後、高温引張試験やTEMによる観察を行った結果、以下の諸点を明らかにした。

- (1) 結晶粒の大部分は数百nmの粒径となる。
- (2) 数百nmの結晶粒径を有するSUS304は973Kの試験温度、 $1.8 \times 10^{-3}\text{s}^{-1}$ 以下のひずみ速度で400%以上の全伸びを示す。また、このときの m 値は0.45以上である。
- (3) SUS304の超塑性変形は動的再結晶に支配されている可能性が高い。

文 献

- 1) 富村宏紀, 谷本征司, 高木節雄, 徳永洋一: 鉄と鋼, **72** (1986), S505.
- 2) 加藤正仁, 鳥阪泰憲: 鉄と鋼, **83** (1997), 211.
- 3) 前原泰祐: 鉄と鋼, **73** (1987), 1722.
- 4) 加藤正仁, 鳥阪泰憲: 鉄と鋼, **80** (1994), 249.