

冷間伸線加工をした準安定オーステナイト系 ステンレス鋼における縦割れ

高野 光司*・深谷 益啓*・福岡 博道*²

Longitudinal Cracking in Metastable Austenitic Stainless Steels during Cold Drawing

Koji TAKANO, Masuhiro FUKAYA and Hiromichi FUKUMA

Synopsis : Cracking parallel to the wire axis (longitudinal cracking) occurs during or after the drawing of metastable austenitic stainless steel wires. In this paper, the mechanism of cracking was investigated in relation to the behavior of deformation induced martensitic transformation, hydrogen content and residual stress in the steel wires drawn under different several conditions. Results obtained are as follows:

(1) Martensite formed through deformation induced transformation is of lath-structure, but the lath-structure is broken and changed to dislocation cell structure during heavy drawing, which is characterized with the poor ductility.

(2) Microcracks are formed around inclusions and carbide particles which are just in the heavily deformed martensite with dislocation cell structure. This leads to the cracking parallel to the wire axis.

(3) Such a cracking occurs not only during drawing but also during aging at room temperature after drawing with the assist of residual stress and diffusive hydrogen.

(4) Main reason for the cracking is thought to be stress concentration at inclusions and carbide particles which results in the formation of microcracks, and the structural change of martensite, existence of hydrogen and residual stress are secondary factors which promote the crack initiation.

Key words : metastable austenitic stainless steel; deformation induced martensite; stress cracking; wire drawing; inclusion; hydrogen.

1. 緒言

SUS304, SUS301等の準安定オーステナイト系ステンレス鋼線は冷間加工により加工誘起マルテンサイトを生成し、著しく加工硬化する。そのため、比較的安価なプロセスコストで高強度が得られる。このことから、近年、ばね等の高強度部材として要求が高まりつつある。しかし、伸線メーカーで、各鋼種の鋼線に強伸線加工を施すとFig. 1に示すように横破断による断線や縦割れが発生する場合がある。似たような現象として、オーステナイト系ステンレス鋼板の深絞り加工後の時効割れ、環境割れがある。これらの破壊は加工誘起マルテンサイト変態、加工条件(残留応力、潤滑条件)ならびに鋼中の水素と深い関係があることが知られている¹⁻⁵⁾。また、鋼線においては伸線加工時の縦割れ以外に振り加工時のデラミネーション等の破壊形態もあり、破壊は材質(強度、延靱性等)、残留応力、介在物などの要因と深い関係があることが報告されている⁶⁻⁸⁾。更に析出硬化型ステンレス鋼線; 17-7PHの伸線加工時の縦割れは、加工誘起マルテンサイト変態と介在物が密接に関係していることが報告されている⁹⁾。しかしながら、汎用の準安定オーステナイト系ステンレス鋼線の冷間伸線加工時の破壊の発生機構について、詳細に研究された例は少

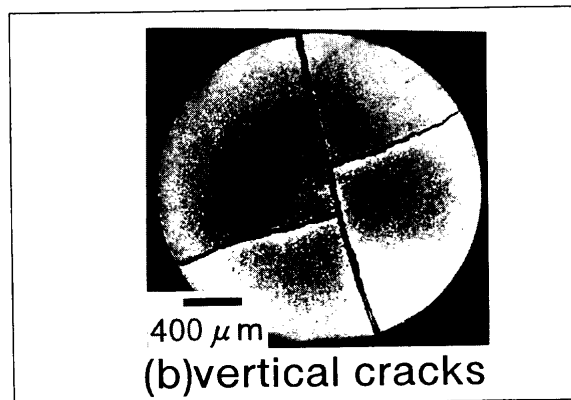
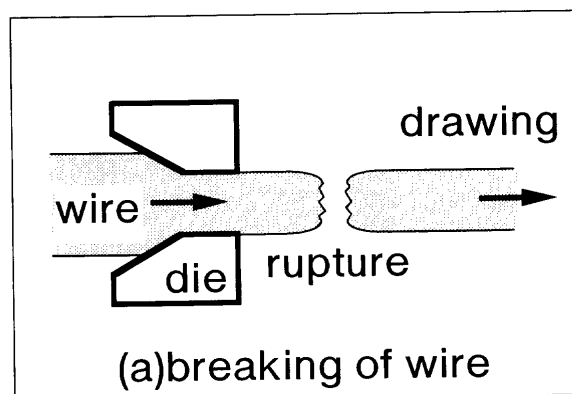


Fig. 1. Fracture modes found in drawn wires.

平成10年8月24日受付 平成10年11月9日受理 (Received on Aug. 24, 1998; Accepted on Nov. 9, 1998)

* 新日本製鐵(株) 光技術研究部 (Hikari R & D Lab., Nippon Steel Corp., 3434 Oaza-Shimata Hikari 743-8510)

* 2 新日本製鐵(株) 光製鐵所 (Hikari Works, Nippon Steel Corp.)

Table 1. Chemical composition of the steel used. (mass%)

C	Si	Mn	Ni	Cr	N
0.09	0.5	1.0	7.1	17.3	0.03

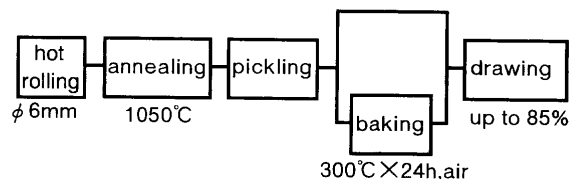


Fig. 2. Treatment route for the production of steel wires.

ない。破壊の発生機構を解明することは高強度ステンレス鋼線の安定製造の観点からすれば、極めて重要である。

本研究では、準安定オーステナイト系ステンレス鋼線の冷間伸線加工時の破壊挙動に及ぼす加工誘起マルテンサイトの組織、鋼中の水素、残留応力および時効性を調査し、破壊機構を明らかにした。

2. 実験方法

本研究では加工誘起マルテンサイトの影響を把握するため、供試材として、比較的、加工誘起マルテンサイトが得られ易い準安定オーステナイト系ステンレス鋼；SUS301鋼を使用した。Table 1に主な化学組成を示す。供試材はFig. 2に示すように5.5mmφの線材に熱間加工し、1050°Cで溶体化処理後、酸洗し、一部は300°Cの大気中で24hの脱水素処理を行った。その後、ダイス角：14°のテーパ型引抜き用ダイスを用いて、以下の条件で加工率が合計約85%になるまで、途中サンプリングを行いながら多パスで乾式の冷間伸線加工を施した。多パス伸線の各ダイス径は、5.15, 4.6, 4.2, 3.85, 3.5, 3.2, 3.0, 2.8, 2.7, 2.6, 2.5, 2.4, 2.3, 2.0mmであり、1パス当たりの伸線加工率は7~24%である。また、伸線前処理としてフッ素系樹脂皮膜処理を施し、伸線潤滑材としてCa系石鹼(40~55% Ca石鹼, 35~50% 消石灰, 2~10% Na石鹼, 6~8% MoS₂)を用いた。そして、これらのサンプリング材料について種々の評価を行った。実験中は厳密には外部から侵入する拡散性水素の影響を考慮しなければならないが、本供試材はオーステナイトをベースとしたステンレス鋼であり、炭素鋼に比べ、水素の拡散速度が2~4桁程度遅いと考えられる^{5,10)}ので、本研究では侵入する拡散性水素の影響は無視した。実際、実機冷間伸線加工の各工程で測定した鋼中の水素量はほぼ一定で変化しないことを確認した。

冷間伸線加工は以下の実験1~4の条件で行った。実験1では、横破断による断線および縦割れの再現を目的として、常温で単釜伸線加工を行った。その後、断線および縦割れの有無の評価、引張破断絞り、硬さの測定、および破面の観察を行った。縦割れの有無は横断面埋込み材の光学顕微

鏡観察により評価した。引張破断絞りについては、長さ300mmの鋼線をJIS Z 2241に基づき引張試験し、引張破断絞りを測定した。硬さは鋼線の横断面埋込み材の中心部のビッカース硬さ(荷重1kg)で評価した。断線破面または縦割れ破面は走査型電子顕微鏡(SEM)にて観察した。

実験2では、加工誘起マルテンサイト量の影響を調査することを目的として伸線加工実験を行った。加工誘起マルテンサイト量は加工温度に依存することから、3種類の温度で伸線加工実験を行った。すなわち、加工の繰り返しで加工温度が上昇する連続伸線加工(高温加工；推定ダイス入り温度：約50~100°C)、常温で単釜伸線加工を繰り返す常温加工(推定ダイス入り温度：約20°C)、-40°Cのエタノール中へ浸漬後に単釜伸線加工を繰り返す低温加工(推定ダイス入り温度：約-40°C)を実施し、加工誘起マルテンサイト量を変化させた。その後、縦割れの有無、硬さ、金属組織、加工誘起マルテンサイト量を調査した。金属組織は、3mm丸の薄膜試料をツイングレットで電解研磨し(電解液：5%酢酸、洗浄液：エタノール、電圧70V、電流：0.1A)、透過電圧200kVの透過型電子顕微鏡(TEM)により観察した。この時、組織中の介在物等の異物についてはEDS分析を行った。また、加工誘起マルテンサイト量(M)は直流磁束計を使用して飽和磁化値を測定し、これを(1)式で示されるように、同一成分で100%マルテンサイトとなった材料の飽和磁化値との比から決定した¹¹⁻¹³⁾。

$$M(\text{vol}\%) = \phi / \phi_0 \times 100 \dots \dots \dots (1)$$

但し、 ϕ は試料の飽和磁化値、 ϕ_0 は同一成分の100%マルテンサイト材の飽和磁化値である。この手法では、伸線加工による集合組織の影響を受けることなく、また、材料の不均一加工による測定部位によるばらつきも小さく、材料全体の平均的な情報を正確に測定することができる。実際、伸線材の加工誘起マルテンサイトを簡易的なフェライトメーター(針で試料に接触させる方式)で測定すると、横断面中心部、縦断面中心部、表層部等測定部位によってばらつきが数10%発生する。

実験3では、水素の影響を調査することを目的として脱水素処理材を比較材に用い、常温で繰り返し単釜伸線加工を実施した。その後、縦割れの有無、硬さ、水素量を評価した。但し、水素については不活性ガス溶融-熱伝導測定法を用いて、鋼中の水素量を測定した。脱水素処理材の水素量は0.7ppm、脱水素処理していない材料の水素量は1.7ppmであった。

実験4では、時効特性の評価を目的として常温で単釜伸線加工を繰り返し実施した。伸線実験では、約1時間間隔に単釜伸線加工を順次実施し、各ダイスで加工後にサンプリングした。そして、伸線加工後、所定の時間放置されたサンプリング材について縦割れの有無を確認し、硬さ、表層残留応力を測定した。伸線材の表層残留応力については、

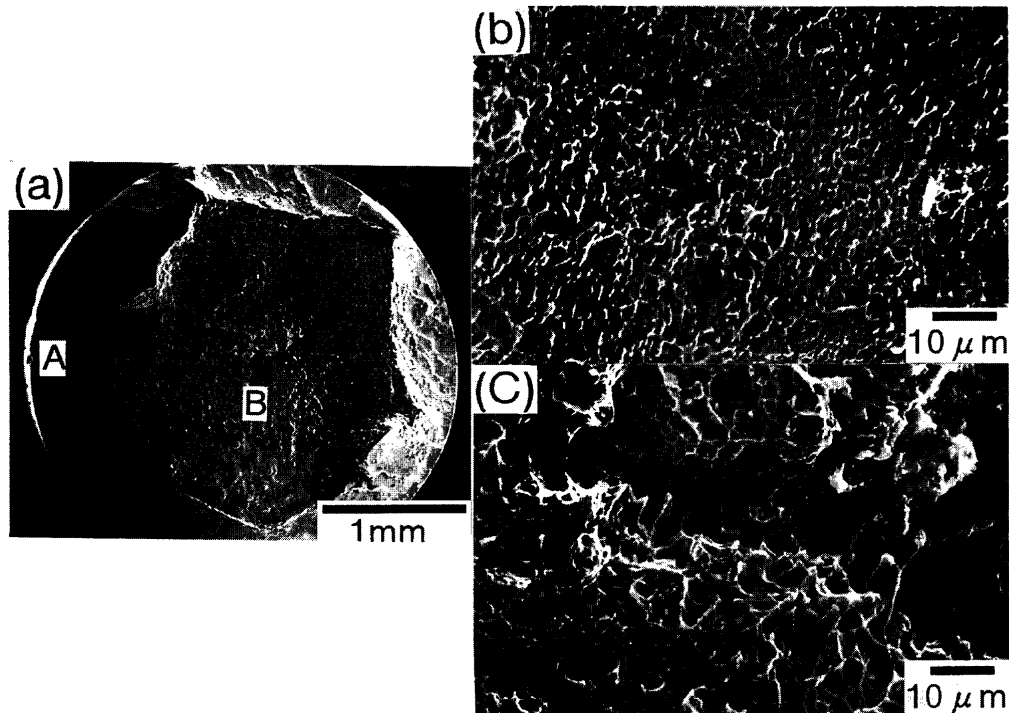


Fig. 3. Fracture surface of a broken wire with 79% cold drawing.

X線応力測定装置 PSPSC-MSF型を使用し、 $\sin^2\psi$ 法により伸線材の表層（測定面積： 0.6×1 mm）の軸方向、円周方向をそれぞれ $N=2$ で測定した。すなわち、試料面法線と格子面法線のなす角： ψ と回折角を θ とする時、(2)式に示すように 2θ と $\sin^2\psi$ の関数の傾きから残留応力(σ)を求めた。

$$\sigma = Kd(2\theta)/d(\sin^2\psi) \dots \dots \dots (2)$$

但し、 K は応力定数であり、 $-317.9 \text{ N/mm}^2/\text{deg}$ とした。また、 2θ はマルテンサイトのピークを対象として、これを放物線近似することにより決定し、精度向上のため揺動法を採用した。

3. 実験結果および考察

3.1 断線、縦割れ破壊の再現

Fig. 3に70%伸線加工材の横破断で断線した破面のSEM像を示す。断線による横破断面は殆ど絞り変形のないカップピー状の破断の特徴を示し、破面端部(A)および破面中心部(B)共にディンプル状の延性破壊を呈している。また、断線破面中には縦方向の亀裂(縦割れ)も観察される。このようにラボ伸線加工実験にて横破断による断線および縦割れの両破壊を再現できた。

Fig. 4に各伸線加工率での硬さ、引張破断絞りと断線の間係を示す。伸線加工率の増加と共に加工硬化のため硬さが増加する。一方、引張破断絞りは伸線加工率の増加と共に徐々に低下し、伸線加工率が約60%以上の領域で急激

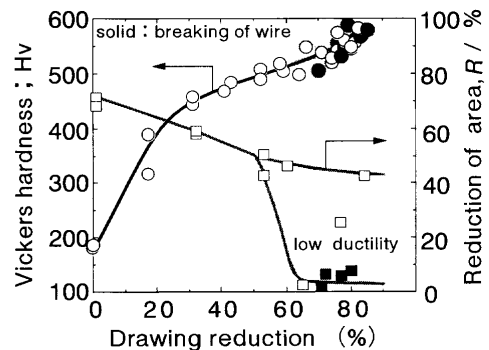


Fig. 4. Changes in hardness and ductility with cold drawing. Solid circles are for the wires which have undergone breaking after cold drawing. Ductility was evaluated by the reduction of area in tensile tests.

に低下し、低延性を示すようになる。断線は伸線加工率が約70%以上、ビッカース硬さで約500以上、そして引張破断絞りが低下している低延性の領域で多発している。このことから、断線破壊は特異な脆性破壊によって引き起こされるのではなく、単に材料の加工限界に起因して起こるものと判断される。このため、今後、本研究では、断線破壊については取り扱わない。

一方、Fig. 5に各伸線加工率での硬さ、引張破断絞りおよび縦割れの間係を示す。縦割れもビッカース硬さで約500を超え、引張破断絞りが低下している領域で多発しており、同様に材料の低延性に関係すると考えられる。しかしながら、縦割れの方が断線よりも伸線加工率の低いところから発生している。

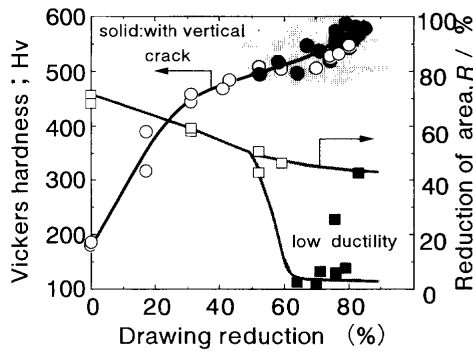


Fig. 5. Changes in hardness and ductility with cold drawing. Solid circles are for the wire with vertical cracks. Ductility was evaluated by the reduction of area in tensile tests.

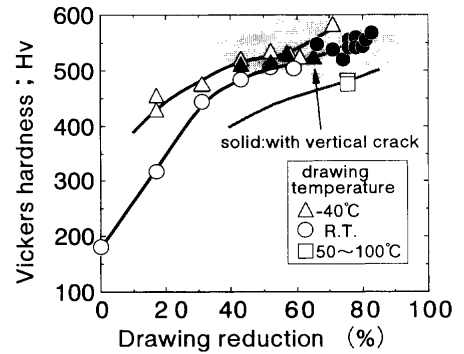


Fig. 7. Relation between drawing reduction and hardness of wires drawn at different temperatures. Solid circles are for the wires with vertical cracks.

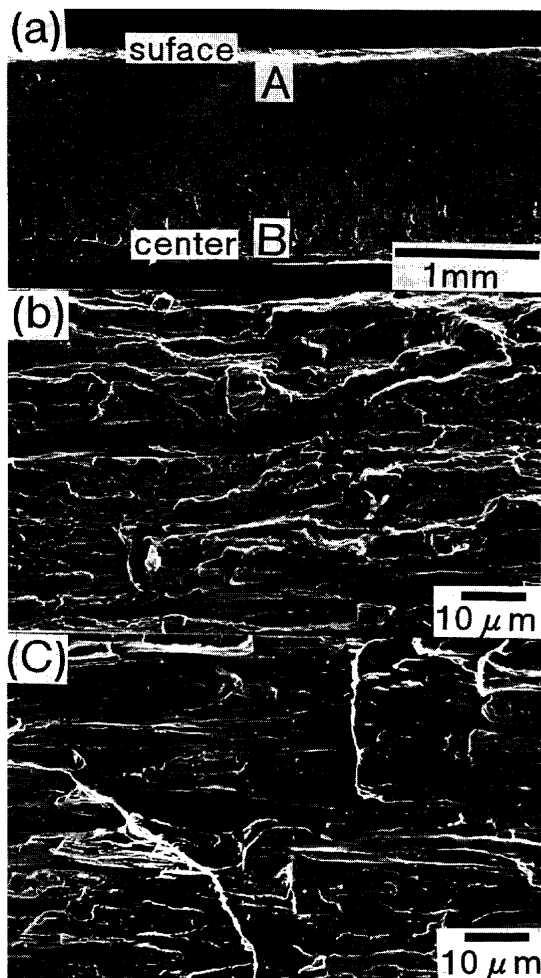


Fig. 6. Fracture surface of a 70% drawn wire which undergoes the vertical cracking. SEM(b) and (c) are magnified images of the area (A) and (B) in (a), respectively.

Fig. 6に伸線加工率70%の伸線材の縦割れ破面のSEM像を示す。縦割れ破面は表層部および中心部近傍共に比較的平たんな疑へき開状の破面を示す。縦割れ破面は断線破面で見られる延性破面とは明らかに異なった形態を示す。このことは、縦割れが単に材料の低延性のみ起因するものではなく、他の何らかの要因とも関連していることを示唆

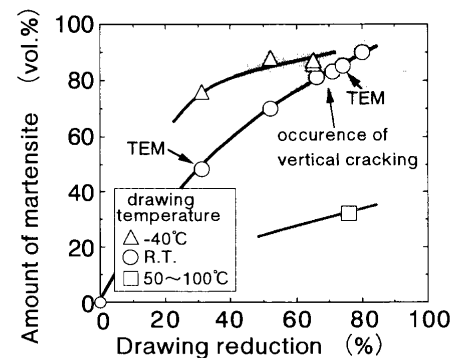


Fig. 8. Changes in the amount of martensite induced by cold drawing. Showing the effect of drawing temperature on the deformation induced martensitic transformation.

している。

そこで、次にこの縦割れの発生に及ぼす加工誘起マルテンサイト変態や鋼中水素、残留応力、時効性の影響について調べた。

3.2 加工誘起マルテンサイト変態の影響

加工誘起マルテンサイト量は加工温度に依存するため伸線加工温度を変化させた。Fig. 7に異なる温度で伸線加工した各伸線材の伸線加工率、硬さと縦割れの関係を示す。低温で伸線加工した材料程、加工硬化が大きく、低伸線加工率側で大きく硬化している。しかしながら、低温で伸線加工した材料の方が縦割れがより低伸線加工率側で発生しており、加工温度にかかわらず、ビッカース硬さが500以上の領域で縦割れが多発している。

Fig. 8に、Fig. 7で使用了各伸線材の伸線加工率、加工誘起マルテンサイト量と縦割れの関係を示す。加工温度が低いほど、同一の加工率では加工誘起マルテンサイトが多く生成している。また、縦割れが多発しているのは、加工誘起マルテンサイトが80 vol%以上生成するような加工領域に対応しており、このことは、縦割れが加工誘起マルテンサイト変態挙動と深く関連していることを示している。そこで、次に縦割れが発生していない低加工誘起マルテンサイト量の領域の組織と縦割れが多発する高加工誘起マル

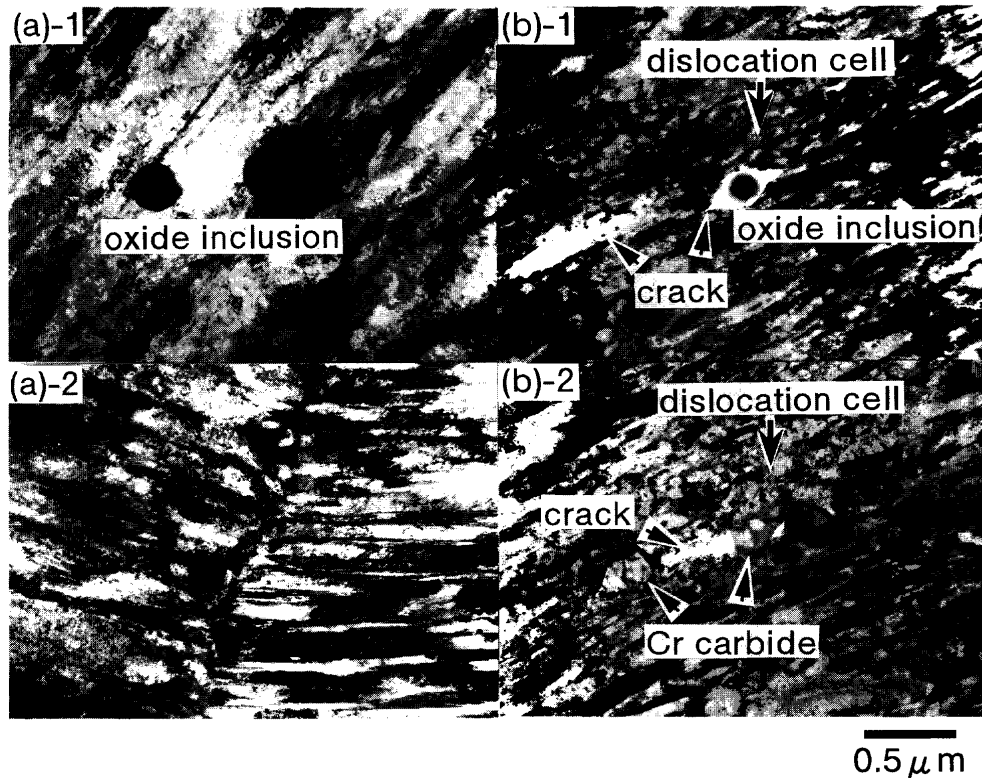


Fig. 9. Transmission electron microstructures of drawn wire. (a)-1, 2: lath martensite induced by 31% cold drawing. (b)-1, 2: martensite with dislocation cell structure which was formed after 48% cold drawing.

テンサイト量の領域の組織をTEM組織観察により比較した。

Fig. 9(a)に伸線加工率が31%で加工誘起マルテンサイト量が48%の材料, 9(b)に伸線加工率が74%で加工誘起マルテンサイト量が約85%の材料の薄膜TEM組織を示す。加工誘起マルテンサイトの生成が少ない場合, マルテンサイト組織はラス組織になっているのに対し, 加工誘起マルテンサイトの生成が多い場合, ラスマルテンサイト自体が加工されて転位セルが形成されている領域(矢印)も多く観察される。しかも転位セルが発達した領域内に介在物や炭化物などの異物粒子が存在する場合, その周辺ではマイクロクラックが生じている。

伸線加工材は繊維集合組織を示し, マイクロクラックはこれらの異物粒子を起点として伸線方向(繊維方向)に沿って成長している事実も確認できた。異物粒子の周囲に十分な量のオーステナイトが残存している場合, 粒子の周囲の応力集中は, 加工誘起マルテンサイト変態で緩和され, マイクロクラックの発生は抑制される。また, 変態直後のラスマルテンサイトも, ある程度の変形能を有しているので, 通常の塑性変形によってマイクロクラックの発生は抑制される。一方, 転位セルで特徴付けられるマルテンサイトは, ラスマルテンサイト自体が強加工されることによって生成することが知られており¹⁴⁾, 変形能の小さな延性に乏しいマルテンサイトと考えることができる。すなわち, 縦割れの発生条件としては, 1) 異物粒子などの応力集中

源があること, 2) 残留オーステナイトの量が約20%以下にまで減少して加工誘起変態で生成したラスマルテンサイト自体が加工される状況が作り出されることである。

3.3 水素の影響

脱水素処理有無材を同一条件で単釜伸線を行い, 加工硬化特性と縦割れの関係を調べた。Fig.10にその結果を示す。鋼中の水素量が1.7ppmの材料(脱水素処理無し)は約66%以上の伸線加工率で縦割れを示し, しかも横断面を貫通するような大きな割れが生じている。一方, 鋼中の水素量が0.7ppmの脱水素処理材では約74%の伸線加工率になって縦割れが発生している。しかも, その横断面での縦割れの長さは約100 μ m程度で非常に短いクラックが発生しているだけである。

このことから, 鋼中の水素は, 縦割れクラックの発生を助長する影響を及ぼすものの, クラック発生のための必要条件ではないことがわかる。

3.4 時効特性の影響

縦割れの発生は, 前述のように, 鋼中水素の存在によって助長されるので, ここでは伸線加工と室温時効を繰り返す加工法で縦割れの発生状況を調査した。Fig.11に伸線材の伸線減面率, 硬さと縦割れの関係を示す。この実験は各伸線減面率でサンプリングし, 約1時間, 室温で放置して, 残りの材料を次のダイスで伸線するといった工程を繰り返したものである。そして, 各伸線加工後に約1時間, 放置されたサンプリング材に関して, 縦割れの有無を評価した

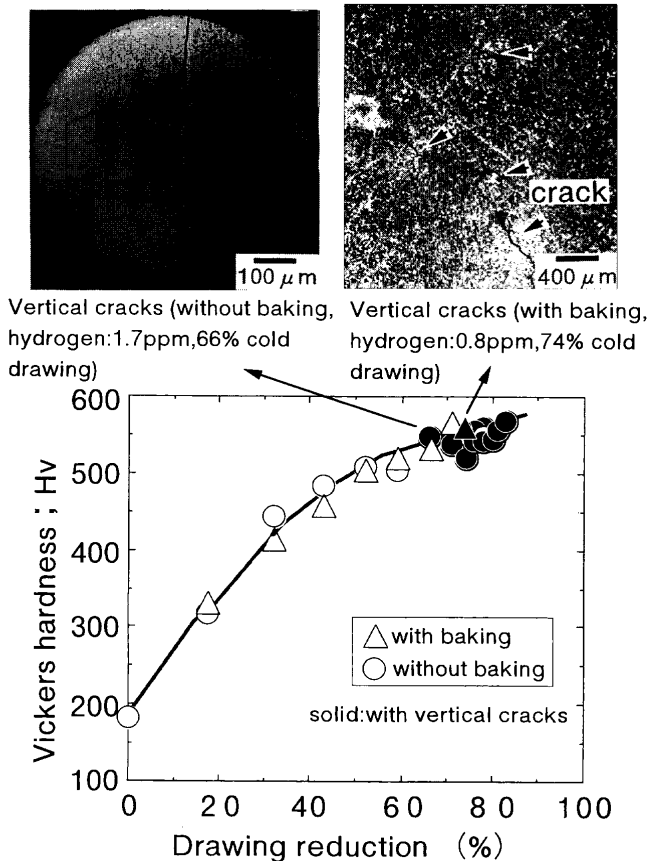


Fig. 10. Relation between drawing reduction and hardness of wires drawn at different hydrogen content. Solid circles are for the wires with vertical cracks.

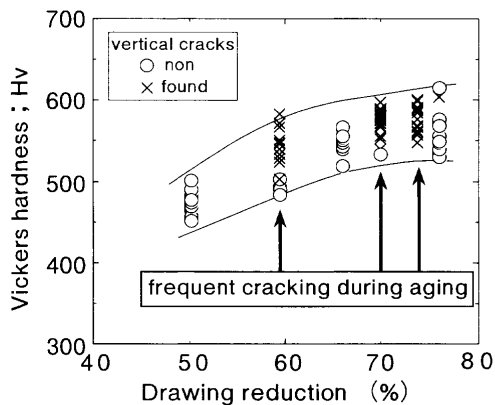


Fig. 11. Effect of interval aging (1 hour) between die setting on the occurrence of vertical cracking. Vertical cracks are frequently found in wires drawn the specified dies (60%, 70% and 74%).

ものである。再現性を確認するため、 $N=9$ 本の供試材で行った。これより、ある特定の伸線加工率で放置されたものだけに縦割れが集中して発生しているのがわかる。この結果は、各ダイス通過後の残留応力がそれぞれ異なり、残留応力が大きい場合に時効性の縦割れが発生し易いことを示唆している。そこで、次に各伸線加工材の残留応力を測定した。但し、縦割れが発生すると残留応力が解放される可能性が高いので、ここでは縦割れが生じていないもの

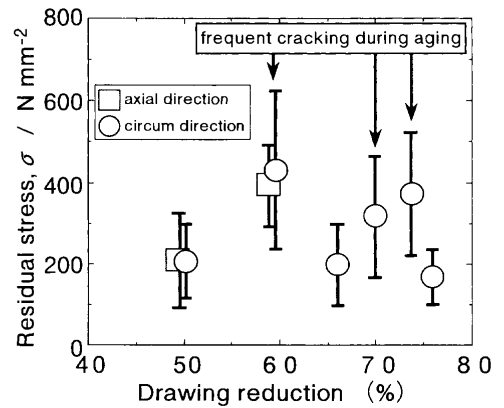


Fig. 12. Relation between drawing reduction and residual stress on the surface of drawn wires.

けを選んで表層の残留応力を鋼線表面軸方向、円周方向でばらつきを考えて、それぞれ $N=2$ で測定した。

Fig.12に各伸線加工材の表層の軸方向と円周方向の引張残留応力を示す。図中の矢印部の伸線加工率で、縦割れが多発したことを示す。ばらつきが約 $200\sim 400\text{ N/mm}^2$ と大きく、伸線加工率と残留応力に明確な関係はない。しかしながら、縦割れが多発した伸線加工率の材料の表層には約 $500\sim 600\text{ N/mm}^2$ の高い引張残留応力が存在することがわかる。

以上の結果より、時効性の縦割れは、伸線加工後に残存する引張応力によって誘発され、また、時効性であることから水素による脆化も関与しているものと考えられる。鋼中の水素の制御は困難であるが、引抜き加工時の残留応力は伸線条件（ダイス形状、潤滑材、伸線温度、速度等）により大きく変化することが知られているので¹⁵⁻¹⁹、ステンレス鋼線の引抜き加工時の残留応力低減技術も重要な技術課題になるであろう。

4. 結言

準安定オーステナイト系ステンレス鋼線の冷間伸線加工時の縦割れに及ぼす加工誘起マルテンサイトの組織、鋼中の水素、残留応力および時効性を調査し、以下の機構が明らかとなった。Fig.13に縦割れ発生機構の推定模式図も示す。

(1) 冷間伸線加工で発生する加工誘起マルテンサイトは低伸線加工率ではラス組織を示し、高伸線加工率ではラス組織自体が加工された低延性の転位セル組織を示す。

(2) 強加工時に、転位セルが発達した領域内に、非金属介在物や炭化物などの応力集中源である異物粒子が存在すると、その周辺ではマイクロクラックが生じる。このマイクロクラックが鋼線長手方向に平行な縦割れに発展する。

(3) 縦割れは、伸線中のみならず、室温時効によって

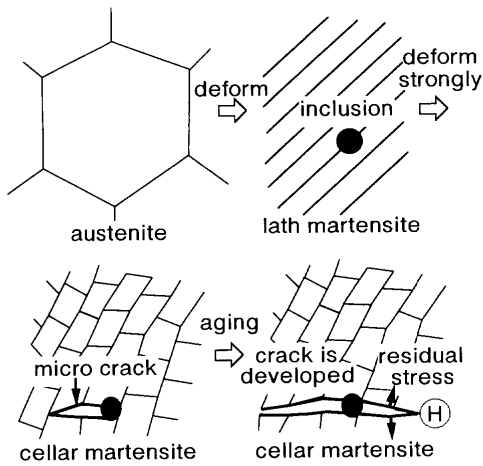


Fig. 13. Schematic illustration showing the mechanism of microcrack formation.

も発生する。この時、伸線時の残留応力と鋼中の水素が縦割れ発生を助長する。

(4) 縦割れの主たる原因は、異物粒子の周辺での応力集中に起因したマイクロクラックの形成である。そして、低延性の転位セル組織への組織変化は加工時のマイクロクラック発生 of 2 次的要因である。また、鋼中の水素および残留応力は時効性の縦割れ発生 of 2 次的要因である。

これらの結果より、縦割れを抑制するには加工誘起マルテンサイトの転位セル化の抑制およびマルテンサイト組織の強靱化、非金属介在物低減、鋼中の水素の低減、残留応力低減が有効な手段と考えられる。特に、材料開発の観点から、マルテンサイト強化を使わない強化機構、すなわち、結晶粒微細強化、固溶強化、加工硬化等を利用した材料が高伸線性かつ安価な高強度鋼線につながるであろう。

以上、準安定オーステナイト系ステンレス鋼線の縦割れ

の発生機構を明らかにすることができた。今後、この発生機構を基にして、縦割れが発生し難い伸線加工技術や高冷間加工性の準安定オーステナイト系ステンレス鋼線が開発されれば幸いである。

最後に本研究をまとめるにあたって加工誘起マルテンサイト量の測定や考え方等のご指導を頂いた九州大学工学研究科の高木教授らに深く感謝いたします。

文 献

- 1) H.Sumitomo, M.Arakawa, T.Sawatani and T.Ooka: *J. Jpn. Soc. Technol. Plast.*, **17** (1976), 891.
- 2) 青山春男: 第117-118回西山記念技術講座、日本鉄鋼協会、東京、(1987)、229.
- 3) K.Hoshino: *Tetsu-to-Hagané*, **63** (1997), 659.
- 4) S.Mitani, H.Takazawa, M.Hishiyama and M.Nishihata: *J. Soc. Mater. Sci., Jpn.* **39** (1990), 432.
- 5) M.Itatani, Y.Miyoshi and K.Ogura: *J. Soc. Mater. Sci., Jpn.*, **40** (1991), 1079.
- 6) C.M.Bae and W.J.Nam: *Mater. Sci. Technol.*, **10** (1994), 971.
- 7) T.Takahashi, K.Asano and M.Nagumo: *Tetsu-to-Hagané*, **62** (1976), S788.
- 8) T.Takahashi, I.Ochiai, H.Tashiro, S.Ohashi, S.Nishida and T.Tarui: *Shinnittetsu Giho*, **354** (1994), 39.
- 9) S.Angel and B.Solly: *Wire J. Int.*, **10** (1982) Aug., 78.
- 10) O.Tanaka: *Weld. Tech.*, **34** (1986) July, 85.
- 11) T.Hara, H.Goto and S.Takaki: *Netsu Shori*, **36** (1996), 322.
- 12) H.Tomimura, M.Oku, S.Takaki and Y.Tokunaga: *Tetsu-to-Hagané*, **75** (1989), 1186.
- 13) S.Takaki, Y.Tokunaga and H.Tominura: *Tetsu-to-Hagané*, **73** (1987), S539.
- 14) S.Takaki: *Tetsu-to-Hagané*, **80** (1994), N529.
- 15) 米谷 茂: *機械の研究*, **38** (1986), 543.
- 16) S.Yonetani and K.Imai: *J. Jpn. Inst. Met.*, **54** (1990), 336.
- 17) 訓谷法仁, 浅川基男: 塑性加工連合講演会, **45** (1994), 157.
- 18) 渡邊慎一, 中桐明和, 新家 昇, 山野隆章: 日本機械学会講演論文集, **67** (1992), 256.
- 19) T.Yokoyama, M.Toyama, Y.Yamada: *Tetsu-to-Hagané*, **66** (1980), S279.