

# SUS304の超塑性挙動改善のための多方向据込みを利用した加工熱処理

加藤 正仁\*・鳥阪 泰憲\*

Thermo-mechanical Treatment with Multi-direction Upsetting for Improvement of Superplasticity in SUS304

Masahito KATO and Yasunori TORISAKA

**Synopsis :** Various thermo-mechanical treatments have been tried in order to improve the structural superplasticity in conventionally produced JIS SUS304.

The attempts of thermo-mechanical treatment consisting of three or four cycles including cold working by roll-mill and subsequent annealing. By adopting the cold multi-direction upsetting method, which is suitable for the accumulation of enough volume of martensite phase, the grain size decreases into submicrons in diameter. Especially by thermo-mechanical treatment of four cycles, the grain size of  $\sim 200$  nm is achieved. The upper limit of strain rate to obtain significant superplastic behaviour is improved up to  $1 \times 10^{-2}$ /s at 973K by the grain refinement.

**Key words:** thermo-mechanical treatment; stainless steel; grain refinement; superplasticity.

## 1. 緒言

SUS304はオーステナイト系ステンレス鋼の中で最も市場性の高い鋼種である。この鋼は準安定オーステナイト系ステンレス鋼であるため、 $M_s$ 点以上 $M_d$ 点以下の冷間強加工と $A_s$ 点以上の焼なましとの一連の加工熱処理を施すと、加工誘起マルテンサイト（以下 $\alpha'$ という）のオーステナイト（以下 $\gamma$ という）相への逆変態を伴いながら再結晶し、その結晶粒径は約 $1 \mu\text{m}$ 以下と著しく微細化する。著者らが先に報告したように、この方法で結晶粒径を約 $1 \mu\text{m}$ まで微細化したSUS304は約973K、および $10^{-4} \text{s}^{-1}$ 台以下のひずみ速度での引張変形で巨大伸びを示す<sup>1)</sup>。また、この方法で結晶粒を微細化したものに、再度、同様の加工熱処理を施すとさらに微細な結晶粒が得られ、超塑性が発現するひずみ速度の上限が約 $1 \times 10^{-3} \text{s}^{-1}$ まで1桁向上する<sup>2)</sup>。

しかしながらオーステナイト系ステンレス鋼はNi基超合金のような高強度難加工材とは異なり、通常の塑性加工方法によっても十分に加工が可能であるため、このように遅いひずみ速度での超塑性挙動は、実用上あまり意味がない。すなわちSUS304の超塑性挙動を実用上意味あるものとするためには、超塑性挙動発現のひずみ速度上限をより向上させることが必要である。

先の報告<sup>2)</sup>のように、冷間加工による $\alpha'$ 導入→焼なましという加工熱処理単位を1回加えたものよりも2回加えたものの方が、結晶粒微細化の効果は大きく、超塑性発現

のひずみ速度は向上する<sup>2)</sup>。同様の加工熱処理単位を同じ材料に、3回以上繰り返して加えれば、結晶粒径がさらに微細化し、超塑性発現ひずみ速度上限がより向上することが期待される。

しかしながら、単純に1軸方向に90%の加工を加える方法では加工熱処理単位を1単位加えるごとに厚さが10分の1に減ずるため、厚さ1mmの素材を得ようとした場合、加工熱処理単位を3度以上加えるには元の素材の高さは1000mm以上必要となり、実現はきわめて困難である。

そこで本研究では、SUS304に加える冷間強加工→焼なましの処理中の冷間強加工について、1軸方向ではなく直角方向に向きを変えながら圧下し、ひずみを累積させる方法を採用することとし、元の素材厚さが極端に厚くなることを回避し、加工熱処理単位を3度以上加えて超塑性挙動の改善を試みた。

## 2. 実験方法

### 2.1 加工熱処理

先の報告<sup>1,2)</sup>ではSUS304試料に加工誘起 $\alpha'$ を導入するための冷間加工は全圧下率が90%の冷間圧延あるいは冷間据込みで行った。本実験ではFig. 1に示すように、冷間据込みをし、圧下方向より横方向が十分に大きくなったら横方向と圧下方向を入れ替える操作を繰り返した。向きを変えたときに試料が安定しなくなる程度に側面が膨れた場合

は側面を切削加工で平面に加工した。加工誘起  $\alpha'$  の生成に対しては、圧下方向についての真ひずみが同等であれば、同等の効果が得られると推定されるので、次式で求められる積算圧下率  $R$  が一軸方向での圧下の圧下率に相当するものとして取り扱うことにした。

$$R = 1 - (A_1 \times A_2 \times \dots \times A_n) / (B_1 \times B_2 \times \dots \times B_n) \dots \dots \dots (1)$$

- $R$  : 積算圧下率
- $A_n$  :  $n$  パス目の圧下前の厚さ
- $B_n$  :  $n$  パス目の圧下後の厚さ

なお予備実験で、積算圧下率、 $R$  となる冷間繰り返し据込みで得られる  $\alpha'$  量が、全圧下率が  $R$  である一軸方向の冷間据込みをした場合とほぼ等しいことを確認した。

実験には、断面が 30 mm×30 mm と 30 mm×50 mm の 2 種類の SUS304 市販角材を用い、供試材とした。その化学成分を Table 1 に示す。いずれの母材も 1373K×1h の溶体化処理を施してある。

加工熱処理は、Fig. 2 に示すように、「冷間強加工-焼なまし」という一連の処理単位を前者の供試材に対し、3 回 (以下、T 処理)、後者の供試材に対し、4 回 (以下、Q 処

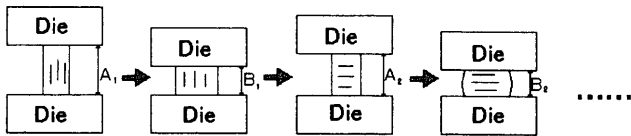


Fig. 1. Conceptual scheme of the multi-direction upsetting.

Table 1 Chemical composition (mass %).

	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Fe
T	0.050	0.30	1.74	0.036	0.005	8.20	18.80	bal.
Q	0.053	0.30	1.77	0.033	0.021	8.70	18.60	bal.

理) 加えた。なお、S 処理および D 処理は、冷間強加工-焼なましの処理単位を 1 回および 2 回施したもので、これは先の報告<sup>2)</sup>で示した通りである。

以下に加工法の詳細を述べる。

T 処理では、第 1 段の加工は方向を 90° 変えながら冷間で繰り返し据込み加工を行った。このとき、加工度は積算圧下率  $R$  が 90% 断面減少率に相当する 0.9 となるようにした。この方法で加工誘起  $\alpha'$  を導入した試料に 973K×3600s 焼なましを加え、さらに第 2 段の加工熱処理を加えることとした。第 2 段の加工は第 1 段の加工同様、冷間で 90° 向きを変えながら冷間据込みを行った。積算圧下率は 0.9 を目標に行ったが、予備実験により割れを発生した積算圧下率の直前で終了した。さらに 973K×30min の焼なましを加えた。第 3 段の加工はこれより 60 mm (L)×15mm (W)×10mm (T) の圧延用小片を切り出して二段圧延機により冷間で 90% の圧延を加えた。

Q 処理では第 1 段および第 2 段の加工と熱処理は T 処理と同様での処理を加え、さらに第 3 段の冷間繰り返し据込みを予備実験での割れ発生直前まで加え、これに 933K×2h の焼なましを加えた。第 4 段の加工はこれより上述の T 処理と同様寸法の圧延用小片を切り出して冷間で 90% の圧延を行った。

なお、焼なまし温度は、超塑性挙動発現に最適な試験温度が 973K であるため<sup>1)</sup>、最終の焼なまし温度がこれを下回らない温度にするためにすべての焼なましを 973K で統一した。ただし Q 処理の第 3 段の焼なましについては熱処理炉の構造上の問題で短時間の焼なまし時間を正確に操作できなかったため、3.2 項で後述する T 処理の最終焼なましである 973K×7min と同様の組織が予備実験で得られた 933K×2h 焼なましとすることとした。

以上の冷間据込みおよび冷間圧延では加工熱が  $\alpha'$  生成を阻害しないように 1 圧下ごとに氷水で試料を冷却し、1

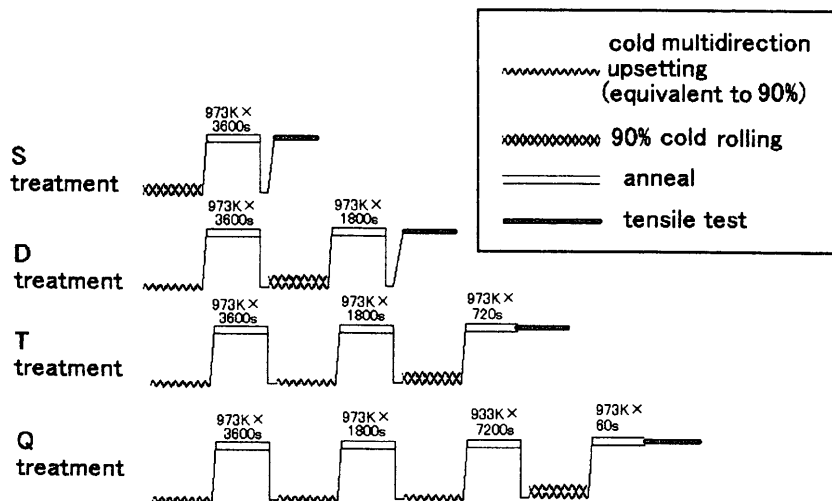


Fig. 2. Skeleton heat diagrams of the thermo mechanical treatment for grain fining. The annealing and tensile testing temperatures were 973K.

圧下あたりの圧下率を5%以下とした。

なお、最終加工の冷間圧延においては、T処理材およびQ処理材では圧下率が大きくなると、割れを発生したため、この部分を切断除去し、割れの進展を防止しながら圧延を継続することとした。

最終の冷間圧延後の焼なましは、973Kに保持した鉛浴に浸漬して行った。また、残留 $\alpha'$ 量の測定にはFischer社製フェライトスコープを用いた。

加工中の $\alpha'$ 量も同じフェライトスコープで変化を測定したが、本装置の $\alpha'$ 量測定の上限は30%であるため、それを越えた場合は、試料と検出部の間にスペーサーを挿入することにより、 $\alpha'$ 量の増減する傾向を観察するのみにとどめた。したがって $\alpha'$ が30%以上の範囲では、相対値であり、絶対値は不明である。

## 2.2 高温引張試験

引張試験には、真空チャンバーを取り付けた高周波加熱による高温用サーボパルサーを用いた。T処理材、Q処理材いずれも、超塑性が発現するのに最適と判断されたり973Kに昇温し、後述の3・1項で得られた焼なまし時間保持後、所定の初期ひずみ速度一定で破断まで引張変形した。S材やD材のようにあらかじめ最終の焼なましを施す方法を採用しなかったのは、最終加工後の最適焼なまし時間が非常に短かったためである。

引張試験片は、Fig. 3(a)に示すようにJIS7号試験片に評点突起を付加したものである。なお、Q処理材では、不健全部を除去しつつ圧延を続行しても、全体に大きな割れが発生し、Fig. 3(a)の試験片は採取できなかった。そのため、この試料の試験片は他とはつかみ部形状のみが異なるFig. 3(b)とした。

また、ひずみ速度感受性指数、 $m$ 値については、通常は、応力-ひずみ速度線図の勾配より求めることができる。しかしSUS304の場合は973Kにおける変形中の組織が $\gamma$ 単相であり、試験開始からの時間経過とともに結晶粒が成長してしまう。そのため、ひずみ速度が異なると引張試験中の最大荷重を示すまでの時間が大幅に異なるため組織が大きく相違している可能性が予想される。そこで $m$ 値は、評価する荷重値を示すまでの試験開始からの時間経過が大幅に異ならない方法、すなわち引っ張り途中でピストン速度を急変させ、その前後の荷重とひずみ速度から $m$ 値を求める、ひずみ速度急変法で求めることとした。ひずみ速度変化前の荷重値はひずみ速度を変化させた瞬間の荷重値とし、ひずみ速度変化後の荷重値としてはひずみ速度を上げる場合と下げる場合で以下のようにした。

- 1) 上げる場合  
ひずみ速度変化後の最大荷重
- 2) 下げる場合  
ひずみ速度変化後の急激な変位-荷重曲線の降下後、変位方向に変化する屈曲点の荷重

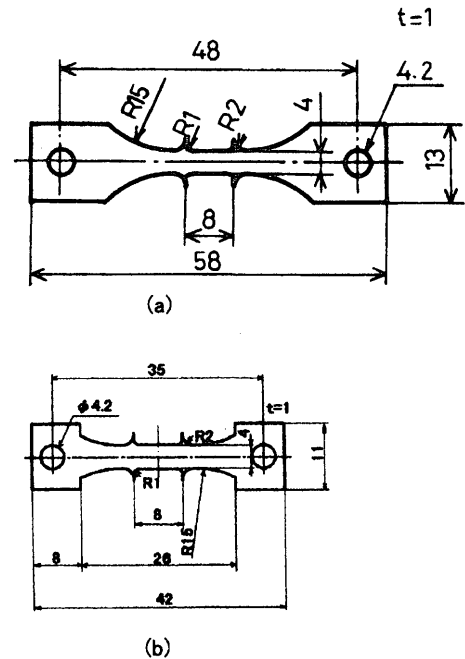


Fig. 3. Dimension of the tensile test specimens, prepared from (a) T and (b) Q treatments.

試験は同一試料について、ひずみ速度を上げた場合と下げた場合について行い、それぞれについて得られた数値を単純平均して $m$ 値とした。また、対応するひずみ速度はひずみ速度の対数値がひずみ速度変化前後それぞれのひずみ速度の対数値の単純平均となるひずみ速度とした。

## 3. 実験結果と考察

### 3.1 加工熱処理

T処理の第2段の加工では予備実験において積算圧下率が0.8以上の強加工になると割れを発生したので、積算圧下率0.8で加工を終了した。なお、フェライトスコープで観察した $\alpha'$ 量の上昇はこの時点で飽和したので、 $\alpha'$ 単相となっていると推定される。Fig. 4は第2段の加工終了後に973K×30 min焼なましを加えた試料と、先の報告のD材<sup>2)</sup>のTEM組織であるが、ほぼ同様の $\gamma$ 粒組織を呈している。

T処理はこれより圧延用小片を切り出して、第3段の加工である冷間圧延を加えた。先に報告したS処理やD処理では、同一寸法の圧延用小片に対する最終の圧延においても、軽微な耳割れを呈する程度で、著しい割れを示すことなく90%の圧延を実行可能であったが、T処理の第3段加工では、全圧下率が約80%を越えると試料先端より圧延方向に伸びる縦割れが発生した。しかしながら圧延試料先端部に発生した割れ部分を直ちに切削加工により除去すれば、所定の90%圧下まで、試料の多くの部分をS処理やD処理と同様の健全材として圧延できた。T処理試料はさらに最終の焼なましを加えた。

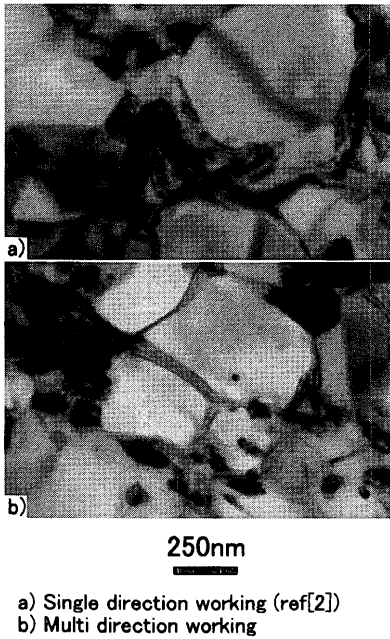


Fig. 4. TEM micrographs; after (a) single direction cold workings and (b) multi direction cold workings during D treatment.

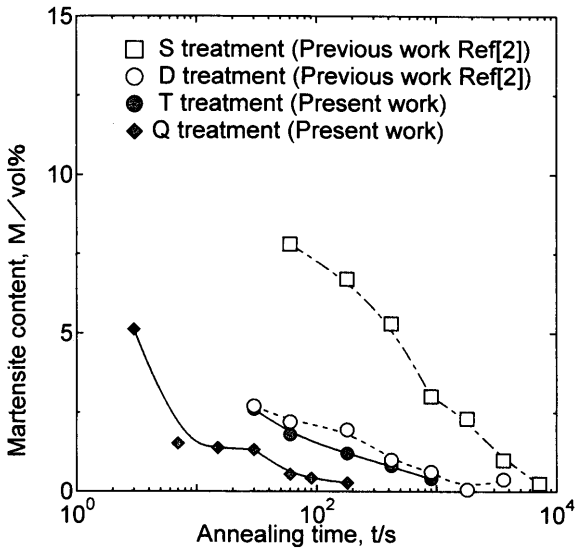


Fig. 5. Variation of remained martensite contents with annealing time at 973K in the final stage of each thermo-mechanical treatments.

Fig. 5は973K焼なまししたときの焼なまし時間に対する残留 $\alpha'$ 量を示したものである。図中には先の報告のS処理とD処理<sup>2)</sup>、さらには後述するQ処理の結果も併せて示してある。T処理では $\alpha'$ 残留量が1%未満、すなわちほぼ $\gamma$ 単相となる時間が7minと、S処理材の60minやD処理の30minと比較して、短くなっている。最終焼なまし時間を $\gamma$ 単相化に要する時間に設定するとT処理では結晶粒成長時間も短いことから、より微細な結晶粒が得られると推測される。事実Fig. 6に示すように、973K×7min焼なまし後のT処理材のTEM組織はFig. 4に示したD処理材の組織よ

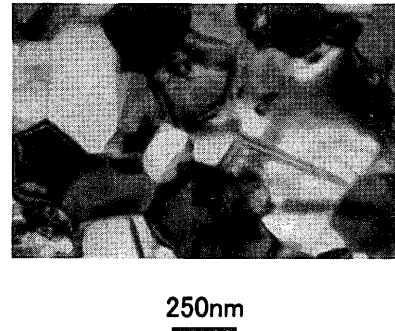


Fig. 6. TEM micrographs of SUS304 after T treatment. The final annealing was carried out at 973K for 420 s.

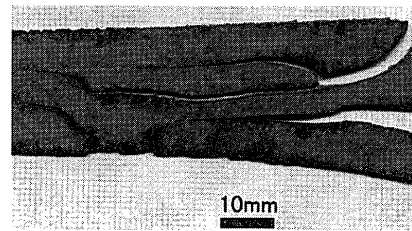


Fig. 7. The appearance of the cold rolled specimen after Q treatment.

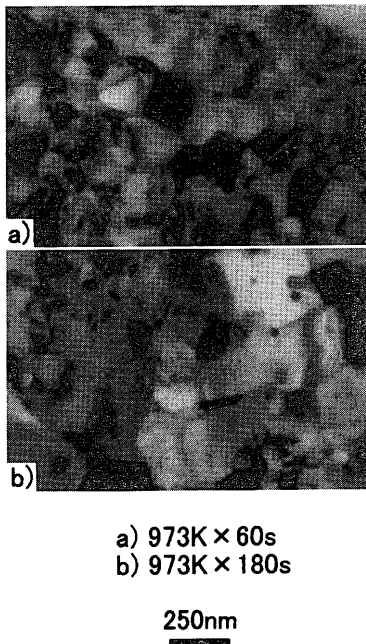
りも微細で、明瞭に認められる結晶粒の長径と短径を単純平均すると約250nmであった。

Q処理ではT処理と同様の第2段までの加工と熱処理を施し、さらに第3段の冷間据込み加工を加えたが割れの発生のため積算圧下率0.6で加工を終了した。これから圧延用小片を切り出して冷間圧延した結果、T処理と同様に全圧下率が80%を越えると割れを発生するようになった。T処理とは異なり、発生した割れを除去しながら圧延しても圧下率が約85%を越えると1パス圧延するたびに大きな割れを発生するようになったので、割れの除去はその時点で断念し、最終の90%圧延までそのまま加工を加えた。Fig. 7は圧延後の試料外観である。Fig. 5に示したように、Q処理材の場合、残留 $\alpha'$ 量が1%未満となる焼なまし時間は60sとさらに短い。

Fig. 8はQ処理材の60sおよび180s焼なまし後のTEM組織である。60s焼なまし後の平均粒径は200nmであるが、180s後には240nmまで粗大化しているのがわかる。

以上の結果から、高温引張試験のための試料の最終の焼なましは、試験温度における保持時間で代用することにし、T処理材では7min、Q処理材では60sとした。

T処理やQ処理における圧延方向に伸びる縦割れは、全圧下率が約80%以下では目視では認められず、それ以上の圧下を加えようとすると突然発生するという傾向を示した。フェライトスコープの検出部と試料の間にスペーサーを挿入して $\alpha'$ 量の増減傾向を観察した結果によると、圧下率が約80%を超えると $\alpha'$ 量の上昇は飽和を示した。このことから、この程度の圧下量で $\alpha'$ 単相になっているの



a) 973K x 60s  
b) 973K x 180s

250nm

Fig. 8. TEM micrographs of SUS304 after Q treatments. The final annealing conditions were (a) 973K x 60s and (b) 973K x 180s, respectively.

ではないかと推定できる。

おそらくは割れが発生する直前までは  $\alpha'$  より相対的に変形が容易な残留  $\gamma$  相部分が変形可能であるため割れが発生しないが、 $\alpha'$  単相になると、限界以上に加工硬化した  $\alpha'$  部分から割れが発生するのであろう。

T材の場合は全圧下率が90%に到達するまでは、 $\alpha'$  中の転位はまだわずかに運動可能であるために、発生した亀裂を除去し、亀裂先端への応力集中を防止しさえすれば加工可能であるが、Q材の場合は  $\alpha'$  中の転位運動がまったくできず、圧縮変形でさえも破壊するほどに脆化していたと思われる。すなわちこのことは冷間強加工-焼なましを単純に繰り返すという手法によってさらなる結晶粒微細化を図るという試みは実行がきわめて困難であるということを示す。

### 3.2 高温引張試験

Fig. 9はT処理材およびQ処理材について、試験温度973Kにおける高温引張試験で得られた変形応力と全伸びをひずみ速度に対して示したものである。Fig.10は、ひずみ速度急変法で求めた  $m$  値を示す。

図中の横方向の破線は、一般に超塑性発現の基準とされる200%以上の全伸び、および0.3以上の  $m$  値である。T処理材では  $9.0 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  以下のひずみ速度が、またQ処理材では  $1.8 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$  以下のひずみ速度が、ちょうどこの条件を満足している。

また、図中、縦方向の破線で示したように、一般に高速超塑性は  $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$  以上のひずみ速度とされている。したがって、上記2つの条件を満足するのはQ処理材のみであ

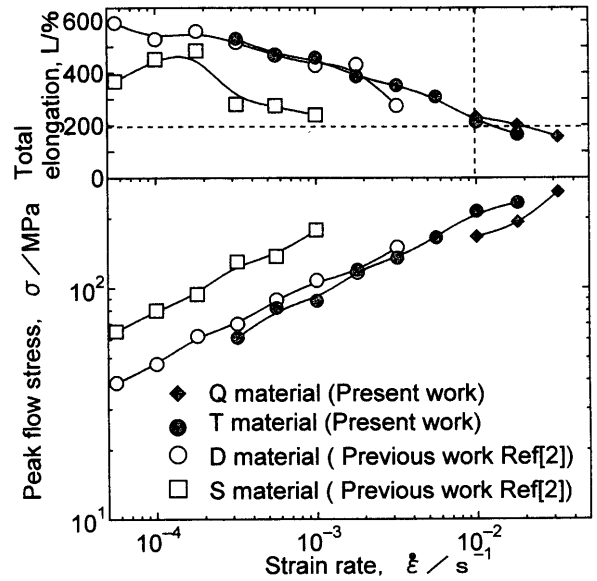


Fig. 9. Variation of tensile properties with initial strain rate at 973K.

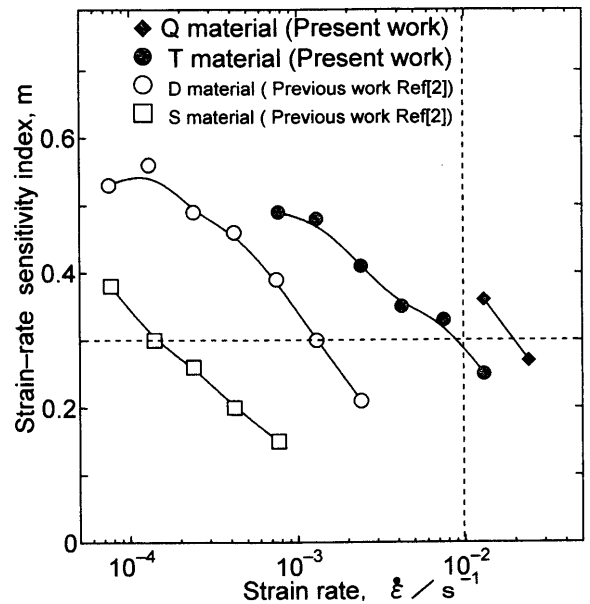


Fig. 10. Strain-rate sensitivity index at 973K.

ることがわかる。

微細結晶粒超塑性発現に必要な条件には種々あり<sup>3)</sup>、中でも(1)結晶粒径が  $10 \mu\text{m}$  以下であること、および(2)結晶粒の成長を抑制するために数%~50%の第二相の存在を必要とする、は重要とされる。SUS304の場合は(2)の条件に対して不適合であるように思える。しかしながら、1%未満の微量の残留  $\alpha'$  が第二相として機能したか、あるいは、超塑性発現温度が973Kと、二相ステンレス鋼<sup>4-7)</sup>に比べると著しく低い温度であるために、結晶粒が粗大化する前に変形が終了したかのいずれかまたはその双方が寄与したのではと考えられる。例えば  $1.8 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$  のひずみ速度で200%の伸びを得ようとすれば111sの時間で済むこと

になり、この程度の時間であればFig. 8(b)に示すQ処理材を973K×180s焼なまししたもののようになり、結晶粒径は超塑性挙動発現が可能な程度にとどまる。

最後に、SUS304の超塑性挙動発現のためのひずみ速度をさらなる増大を図るためには、Q処理材にさらに同様の加工熱処理を加えることが考えられるが、現時点では前節で述べたように冷間加工時の割れのため、実行は事実上不可能である。しかし、 $\alpha'$ 生成とひずみ導入のための冷間強加工で $\alpha'$ 単相になったときには加工を加えずにすむようにするなどの対策で解決できる可能性があると思われるが、これについては今後の課題としたい。

#### 4. 結言

SUS304オーステナイト系ステンレス鋼に、冷間強加工として、1方向の据込みや圧延だけでなく、向きを変えながらの繰り返し据込みを用いて、「冷間強加工による加工誘起変態-焼なまし」という一連の加工熱処理を同一試料に3回(T処理)および4回(Q処理)加えるという加工熱処理を施し、さらに高温引張試験を行い、以下のことを明らかにした。

(1) 向きを変えながらの据込みにより加工熱処理単位

を2度加えたものの組織は1方向に圧下する方法で加工熱処理単位を2度加えたものと同様の微細組織となる。

(2) T処理材およびQ処理材の平均結晶粒径はT処理材で約250nm、Q処理材では、約200nmと著しく微細であった。

(3) T処理あるいはQ処理の最終の冷間圧延においては $\alpha'$ 単相となるまでは割れを発生しないが、それ以上では割れを発生する。特にQ処理では割れが著しく、単純に同様の加工熱処理を繰り返し加えて結晶粒をさらに微細化する試みは実行不可能と思われる。

(4) Q処理材では、試験温度973Kにおける超塑性挙動発現ひずみ速度域上限が $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ 以上に向上する。

#### 文 献

- 1) M.Katoh and Y.Torisaka: *Tetsu-to-Hagané*, **80** (1994), 249.
- 2) M.Katoh and Y.Torisaka: *Tetsu-to-Hagané*, **84** (1998), 127.
- 3) N.E.Paton and C.H.Hamilton: Superplastic Forming of Structural Alloys, The Metallurgical Society of AIME, San Diego, (1982), 241.
- 4) H.W.Hayden, R.C.Gibson, H.F.Merrick and J.H.Brophy: *Trans. Am. Soc. Met.*, **60** (1967), 3.
- 5) D.W.Ward: *Sheet Met. Ind.*, **59** (1982), 28.
- 6) Y.Maehara: *Tetsu-to-Hagané*, **70** (1984), 2168.
- 7) Y.Torisaka, T.Suzuki, Y.Watanabe and M.Miyagawa: *Tetsu-to-Hagané*, **73** (1987), 333.