



SUS304 熱延板の加工誘起変態マルテンサイトの新しいエッチング法

早川 浩*・南雲 道彦*²

A New Etching Method of Deformation-induced Martensite in Type 304 Stainless Steel Hot Rolled Plate

Hiroshi HAYAKAWA and Michihiko NAGUMO

Synopsis : A two-step etching method was devised so as to visualize the deformation-induced martensitic phase, α' , in an austenitic stainless steel SUS304. The method, a combination of an electrolytic and a chemical etching, selectively etched α' phase. The visualization of martensitic phase utilizes the etch-pit row formed by the present etching method. In a 3 mm-thick plate subjected to a three-point plane-strain bending using a punch of 6 mm in radius, the amount of surface-strain was almost constant in an angle range of $\pm 35^\circ$ from the bending center, but decreased in higher angles where the amount of the surface-strain remained higher than that on the outer surface. The amount of α' was higher on the inner surface than that on the outer surface even at the same level of strain. The amount of spring-back was 10° in 180° bending, presumably due to the different distributions of α' phase.

Key words: austenitic stainless steel; deformation-induced martensitic phase; etching; bending test.

1. 緒言

オーステナイト系ステンレス鋼 SUS304 は耐食性、加工性、溶接性に優れており各種用途に広く使用されているが、各種のプレス加工製品の形状精度向上が望まれている¹⁻³⁾。SUS304 は加工によってマルテンサイト変態が誘起され⁴⁻⁶⁾、加工精度に関係すると考えられる。曲げ加工は成形加工の基本様式であり、多くの塑性的曲げ解析が弾塑性 FEM⁷⁾など行なわれているが、実生産ラインの曲げ加工には複雑な変形が伴うので解析精度を上げる補正が望まれている⁸⁾。

小円管を製造する多段曲げ成形では、加工製品の円管形状精度を高める必要があるが、曲げ精度の向上について加工誘起変態組織から観た報告は少ない。著者の一人は SUS304 の多段絞り加工では、フランジ部の加工誘起変態相が次工程での絞り加工性を阻害することを報告している⁹⁾。

加工誘起マルテンサイト (α') 相の定量的評価には X線回折法¹⁰⁾や磁気的評価法¹¹⁾が用いられているが、相の形態や局所分布を観察するには不都合である。ステンレス鋼は成分の特徴からもとめて腐食され難いために、金属組織による評価法として従来用いられている Vilella 液 (塩酸、硝酸、グリセリンの 3, 1, 2 容の混合試薬)^{12,13)}のように強塩酸の腐食によって不動態膜を破壊して金属組織を現出させることが多い。しかし、そのために腐食ムラが生じやすい。加工精度との関係を調べるためには変態相のマクロな分布

を現出させる必要があるが、 α' 相分布のマクロな分布観察にはオーステナイト (γ) 相母地と α' 相のコントラストが欠けているために、 α' 相分布の巨視的な全体像の観察に適さないことが分かった。

数 cm サイズの試料全体にわたって α' 相分布を観察するには、不動態膜破壊によると思われるゴースト組織、あるいは粒界選択的腐食や微細なピットや方位性をもつフェセットピットの生成¹⁴⁾などを抑制し、腐食ムラのない α' 相分布の全体像が分かる腐食が望まれる。著者の一人は先に電解腐食によって鉄の塑性変形あるいはすべり帯を転位ピット法により可視化している¹⁵⁾。SUS304 γ 相中の α' 相の腐食に対しても孔食を生じさせて可視化することが期待される。そこで本報では、 α' 相のみを選択的に腐食し、成形性との関係を明らかにできる方法を検討した。

2. 実験方法

2.1 供試材、引張試験、曲げ試験と歪計測、スプリングバック測定

供試材は厚さ 2.85 mm の市販 SUS304 熱延板である。その化学組成を Table 1 に示す。熱延板の引張りおよび曲げ特性は 0.5 mm/min の速度、室温 20°C で試験した。引張試験には JIS13 号 B 試験片と小型試験片 (平行部 10 mm 幅 \times 40 mm 長さ) を用いた。また、曲げ試験片サイズは 60 mm \times 80 mm である。引張りおよび曲げ試験片は試験片製作後に真空焼鈍炉を用い 800°C 1 時間保定後、冷却速度

平成 14 年 8 月 22 日受付 平成 14 年 10 月 4 日受理 (Received on Aug. 22, 2002; Accepted on Oct. 4, 2002)

* 早稲田大学大学院生 (Graduate Student, Waseda University, 3-4-1 Okubo Shinjuku-ku Tokyo 169-8555)

* 2 早稲田大学理工学部 (School of Science and Engineering, Waseda University)

Table 1. Chemical compositions of the steel used.

| (mass %) | | | | | | |
|----------|------|------|------|-------|------|-------|
| C | Si | Mn | P | S | Ni | Cr |
| 0.062 | 0.72 | 1.26 | 0.03 | 0.003 | 8.35 | 18.27 |

Table 2. Mechanical properties of the steel used.

| 0.2%PS (MPa) | Tensile Stress (MPa) | Elongation (%) | Young Modulus (MPa) |
|--------------|----------------------|----------------|---------------------|
| 265 | 605 | 73 | 205600 |

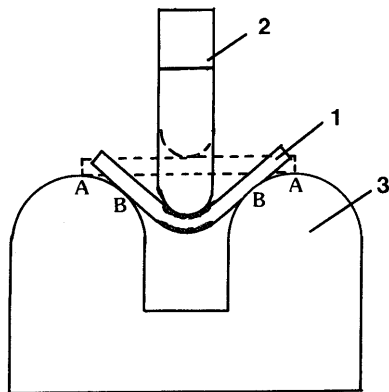


Fig. 1. Schematic illustration of the bending jig; 1: blank, 2: punch of 12mm-diameter, and 3: die.

5°C/sの歪取焼鈍を行った。ヤング率は引張試験で試験片平行部に張りつけた歪ゲージの出力から求めた。また小型試験片の片面には5mm間隔のケガキ線を平行部に8本入れて5, 10, 20, 30および40%の引張歪を与え、各試験片のケガキ線を入れてない片面からX線回折用および組織観察用試験片を作成した。供試材の引張特性をTable 2に示す。

一方、曲げ試験は上述の引張試験機に押し曲げ試験治具を取付けて行った。曲げ治具はFig. 1のように曲率半径6mmの半円状の先端をもつ幅100mmの曲げポンチと、先端曲率半径15mm、幅150mmの2本の支持ダイを組合わせたものであり、曲げポンチと各支持ダイの間隔は3mmとし、機械油を潤滑材として塗布し、室温、試験速度0.5mm/minの条件で110°および180°押し曲げの平面歪曲げを実施した。この押し曲げ試験では実際の曲げを想定したポンチおよびダイと試験片の接点がずれながら変形される。押し曲げが進行して曲げ角度が増加すると試験材の支持ダイの接点がFig. 1に示したAからBと曲げ中心へ変化する。

180°押し曲げ中心部の板表・裏面の計算歪は板厚と曲げポンチ径の関係からそれぞれ20%の引張りおよび圧縮歪である。歪みの実測は試験片に1mm間隔各20本のケガキ線を入れた板を準備し、曲げ圧縮部円弧部分の歪計測にはケガキ線の型取りのために歯科用パターンレジンに凹部に鑄込んで固化し、ケガキ線の変化を写しとって200倍顕微鏡付き測長器により求めた。精度±2μmである。曲げ最表面のX線回折用試験片はケガキ線を入れない試験片を別に作製し、曲げ試験後試験片の1/2幅部位から採取した。

曲げ試験におけるスプリングバック量は180°曲げ後の形状精度に影響する。180°曲げ後のスプリングバック量は曲げ治具から試験片を取り外した後の反り角度を計測して求めた。

2・2 X線回折試験とマルテンサイト相分率の定量

SUS304母相から加工誘起変態で生成したα'相の分率はX線回折法で回折線：α' (211), γ (220), γ (311) を用いてMillerの式¹⁰⁾

$$V_{\gamma} = 1.4I_{\gamma} / (I_{\alpha} + 1.4I_{\gamma}) \dots \dots \dots (1)$$

により定量した。ここでI_γはγ相の(220)と(311)の積分強度の平均値、I_αはα'相の(211)の回折積分値である。

引張試験片から10mm×15mmおよび曲げ試験片の曲げ中心部最表/最裏面部から15mm×4~2mmの試料をファインカッターを用いて切断の歪みを少なくするように切出した。X線はCu-Kα線をグラファイト湾曲結晶モノクロメーター法で単色化して用い、2θ、70~93°の範囲を走査速度0.5°/minで走査した。

2・3 金属組織腐食試験とα'相の定量方法

引張試験片の平行部から約20mmの試料をファインカッターで切出し、表面および断面をサンドペーパー仕上げした後、9および3μm径のダイヤモンド研磨剤を用い鏡面仕上げした。まず、Vilella液を用いてα'相の巨視的な分布を光学顕微鏡で観察した。Vilella液腐食ではγ相母地とα'相のコントラストが欠けて、十分な識別が出来なかったため、γ相の腐食を抑制しα'相を可視化するために、浸漬腐食の主試薬に硝酸水溶液を用い、それに塩化第二鉄を添加した腐食液を検討した。

塩化第二鉄の配合は、まず組成と腐食傾向を歪量の変化したα'相組織の腐食状態変化から観察する。そして試料表面全体に腐食ムラが生じないように配合を決めた。腐食液の温度は15°C程度に一定に保った。腐食された組織が変態組織であるか、異質の膜形成であるか、あるいは孔食等の生成であるかなどは腐食像を試料表面荒れ状態から判定した。硝酸主体の化学腐食でも腐食し難いγ相部分には金属組織とは無関係な膜が生じ、α'相腐食組織と重なる汚れとなることがある。そこで顕微鏡観察してγ、α'二相の腐食能の差異を考えてα'相組織が特に選択的に腐食し、孔食が細かく生じる方法を実験的に検討した。化学腐食液に塩酸を添加するとα'相のコントラストが強調される一方で、微細な点状あるいは方位性の孔食が多数生じることもある。さらに本腐食液の硝酸による化学腐食のみでも腐食ムラが生じ易い。その腐食ムラの原因は二相の不動態皮膜等の表面状態を整えるのに初段に電解腐食を行う二段腐食を考えた。そこで、初段で適切な試薬を用いた電解腐食¹⁵⁾をすることで、腐食ムラと不動態膜等の生成を抑制することができた。SUS304の電解腐食後の状態は鉄の場合と異なりγ、α'相ともに鏡面仕上げ状態に近い表面である

Table 3. Two-step etching conditions developed for revealing deformation-induced martensitic phase in SUS304.

| Electrolytic etching | | | Chemical etching | | |
|-------------------------|-------------|--|--------------------------------------|-----------|---|
| Composition of solution | | Etching condition | Composition of solution | | Etching condition |
| CrO ₃ | 100 ~ 140 g | Room temperature, 5 to 10V in applied voltage, 0.5A/cm ² in current density, 10 to 60 in time | HNO ₃ | 50 ~ 80cc | 15 °C in sol.-temp. 10 to 50sec in time |
| HF | 2cc | | FeCl ₃ ·6H ₂ O | 5 g | |
| NaF·HF | 5g | | H ₂ O | 20cc | |
| H ₂ O | 100cc | | HCl | 5cc | |

が、その後の化学腐食により α' 相が選択的に腐食される。500倍以下の顕微鏡観察で黒色部分は γ 相と α' 相が層状に分布した組織からなる。この二段腐食法の最適条件を試薬組成と腐食条件の組み合わせから選定し、Table 3にまとめた。腐食後は流水、次いで分析水で最終洗浄した。

後述するように顕微鏡写真では α' 相が腐食により黒く見えるが、マクロな接写写真では腐食相が光を乱反射するために白黒コントラストが逆になる。 α' 相の組織分率は顕微鏡写真で黒く識別される部分の面積比率から求め、実観察視野では約 $500\mu\text{m}\times 500\mu\text{m}$ の視野について、画像解析により黒色領域の面積比率を算出した。また、金属腐食された α' 相組織の腐食表面微細構造をレーザー共焦点型顕微鏡(Leica ICM1000)を用いて定量した。

組織観察は曲げ試験片幅中央部を円弧に添って切断し、断面の円周方向で曲げ中心から 0° 、 45° および 90° 部位の組織を表・裏断面について観察した。次項で述べる金属組織腐食法により可視化した黒色部分(高倍率顕微鏡では γ 相と α' 相の板状組織群であるが、それが束ね合わさり低倍の顕微鏡組織では黒色部分に見える)を顕微鏡写真から画像処理(Image-Pro PLUS)によってその相面積分率を測定した。

2.4 α' 相の電顕観察

α' 相の微視的形態を透過型電子顕微鏡により電顕観察した。20%歪みの引張り試験片、 180° 曲げ試験片曲げ中心部の表および裏部の3試料を0.5mm厚さに切出し、エメリー紙により $60\mu\text{m}$ 厚さに研磨した。各研磨試料 $60\mu\text{m}$ 厚さから $3\text{mm}\phi$ 薄膜用試料を打ち抜き、テヌポール電解研磨装置で5%過塩素酸-氷酢酸溶液を用い70V、100mA条件で電解研磨により薄膜を作成した。200kV分析電子顕微鏡H-800(制限視野径 $0.5\mu\text{m}$)と電子回折解析ソフトを用い α' 相の形態を電顕観察し解析した。

3. 実験結果

3.1 曲げた板のスプリングバックの測定結果

180° 押し曲げ材の形状を観察すると、曲げ中心 0° から左右に約 35° の領域は押しポンチと蜜着しているが、それ以上の 90° でスプリングバックが表れていた。3枚の 180° 押し曲げ後のスプリングバック量 $\Delta\theta$ は 10° であった。

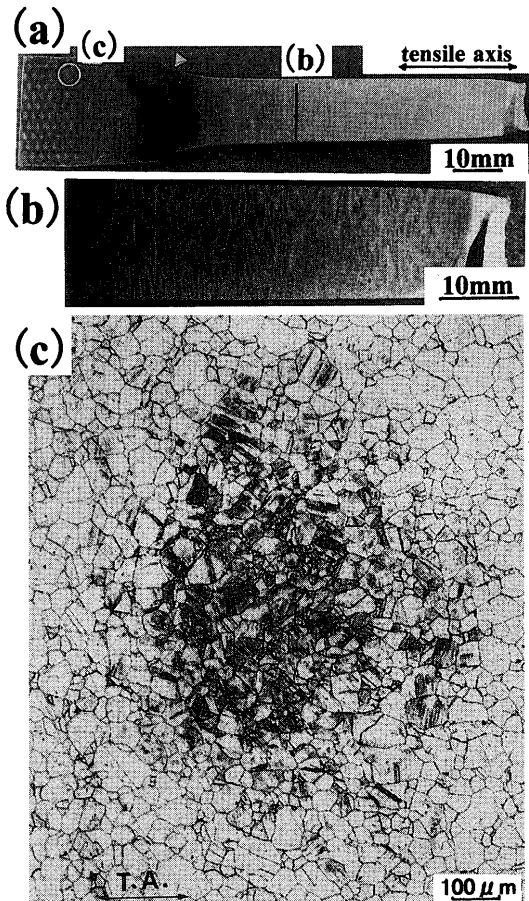


Fig. 2. Optical micrographs of (a) a tensile-tested specimen, (b) micro-segregation-bands in the gauge section and (c) deformation-induced martensitic phase formed by indentation.

3.2 α' 相の金属組織の特徴

Fig. 2に引張破断後の試験片を組織腐食した後の外観接写写真(a), (b), と顕微鏡写真(c)を示す。接写写真では試験片チャック部の圧痕部(○印)と試験片平行部のマイクロ偏析組織および α' 相が腐食され、研磨光沢面が粗面になるために散乱反射が増えて白色部分として観察される。(a)の▽印は腐食ムラ箇所を示している。一方、試験片チャック部の顕微鏡写真(c)では、圧痕部の α' 相が黒色部分として観察される。Fig. 3は小型引張試験片に20%および30%の歪を与えた板表面の顕微鏡写真で、黒色部の α' 相の分布は結晶粒ごとに異なっている。

Fig. 4, 5に引張20%歪試験片表面部の金属組織腐食液の違いによる α' 相のレーザー顕微鏡で観察した結果である。

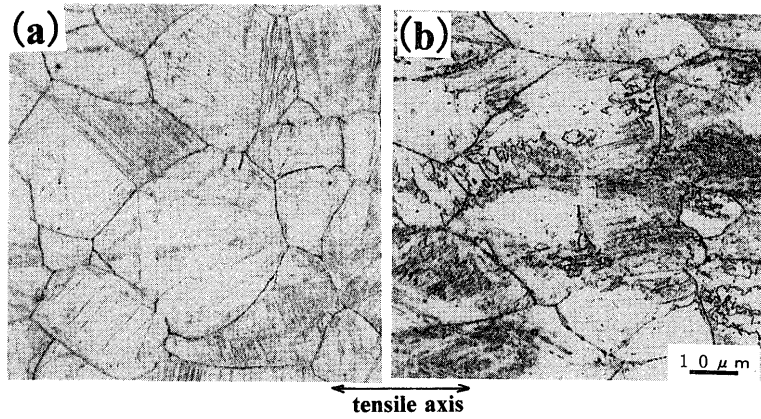


Fig. 3. Optical micrographs of deformation-induced martensitic phase in specimens tensile-strained (a) 20% and (b) 30%.

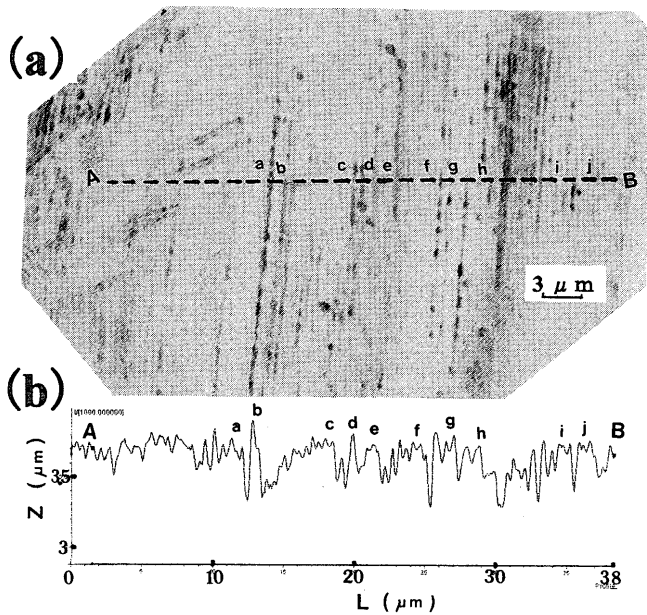


Fig. 4. (a) Optical micrograph of deformation-induced martensite and (b) the surface roughness along the line AB in (a) after etching by a Vilella's solution. The strain was 20%.

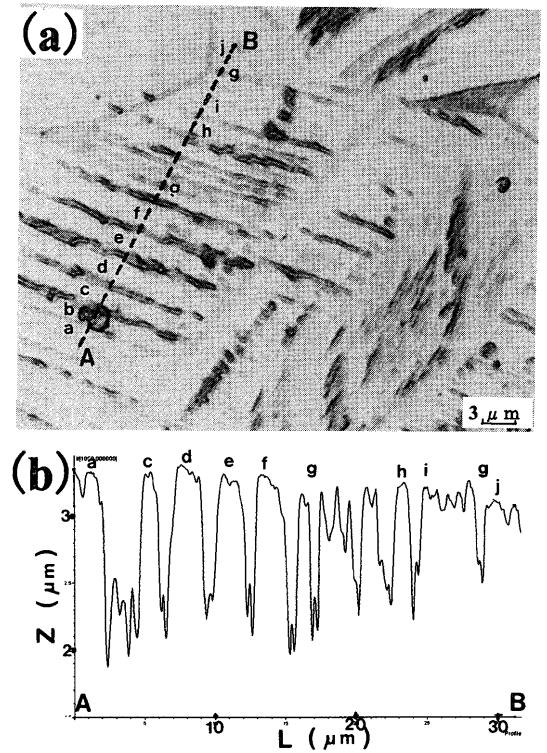


Fig. 5. (a) Optical micrograph of deformation-induced martensite and (b) the surface roughness along the line AB in (a) after etching by the present solution. The strain was 20%.

Fig. 4は Vilella液, Fig. 5は本法により1分間の浸漬腐食を行ったものである。γ相とα相が層状の板状組織になっており、これを横切ったAB線の表面位置高さを示すラインプロファイル(b)に見られるように、Vilella液ではγ相もかなり腐食され、AB線の表面位置高さ変動が微細である。Vilella液で腐食されたγとα相の表面位置高さはそれぞれ約0.1 μmと0.5 μm深さの孔食からなっていて、表面が微細な凹凸である。またABラインのプロファイルab, cd, ef, fg, gh, hi, ijのα相の板状孔食各間は約0.5 μm幅、0.5 μm深さの孔食が見られる。一方、本法腐食結果のFig. 5(b)はγ相の腐食が少なく、α相部分が優先的に腐食されている。ABラインのプロファイルac, de, fg, hiの板状α相群には約0.5 μm幅、1 μm深さの孔食がある。すなわち、試料表面約1 μmの腐食でα相が腐食で孔食となった組織を観察していることが分かった。腐食時間を減少させると孔食深さ

は浅くなり金属組織は鮮明さを欠いてくる。

次に、180°押し曲げ試験片幅中央部縦断面の Vilella液 (a)と本法(b)両腐食液により可視化したマクロな接写写真とα相分布の模式図(c)をFig. 6に示す。曲げ試料の表・裏層の白色帯状部分はα相が多い箇所であり、円周方向に広く分布している。また、試料板厚中心部の白色線層はマクロ偏析によるものである。模式図には曲げ中心部から円周上の表・裏層(OSとIS)の白色帯α相の広がりや密度分布を黒点で白色帯内に示している。後述するように、曲げ中心部から左右円周方向に約35°(A, B部)は表・裏面ともα量が一樣に分布している領域である。そこではポ

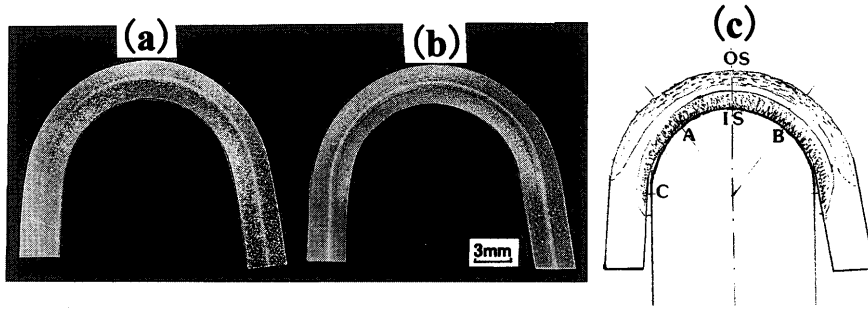


Fig. 6. Low magnification photographs of a bent specimen after etching by (a) a Vilella's solution and (b) the present solution. (c) is a schematic distribution of deformation-induced martensitic phase represented by dots.



Fig. 7. Optical micrographs of deformation-induced martensitic phase distributed on a longitudinal cross section near the (a) outer and (b) inner surface of a 180°-bent plate.

ンチの形状円弧に近く、曲げ加工の形状凍結性が良く、約40°から約90°(C部)の曲げ形状はスプリングバック10°の形状不都合部分で形状凍結性が劣る。マクロなα'相分布は裏面層の圧縮歪部分が表層の引張歪部分よりも多く、また曲げ角度90°以上の領域はα'相の分布も同様に多い。

Fig. 7は180°押し曲げ材縦断面で、曲げ中心部の表・裏面の顕微鏡写真である。腐食法は本法のものである。注目されることは、黒色のα'相を含む領域がブロック状になっており、表面引張り歪み側に対し裏面圧縮側ではその比率が多く、かつ分布が表面側が板表面に平行な傾向があるのに対して裏面側では板表面から傾いて発達している。

20%歪み引張り試験片薄膜の電顕観察結果は板状の積層欠陥(以下SFとする)が交差した部分にα'相が認められる。その結果をFig. 8に示す。ラス状列のα'相が板状のSF交差部分に板状に変態して認められる。γ相とα'相の方位関係は(150)γ || (110)α', [001]γ || [110]α'にある。また引張り試験材に比較して、180°押し曲げ材のSF交差部の頻度が高く、その交差箇所に変態したα'相が認められた。特に裏面層(圧縮歪)のα'相が表面部(引張歪)よりも多い。

3.3 α'相の定量

(1) 引張り試験材鏡面研磨面のX線回折強度法のα'相

引張り試験材に0~40%の引張歪を与えた試料の鏡面研磨面のX線回折解析結果をFig. 9に示す。Fig. 9(a)の回折ピー

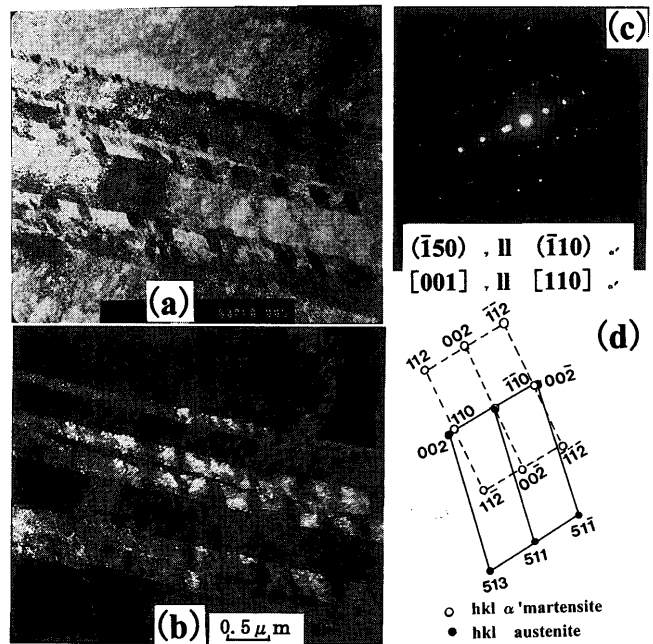


Fig. 8. Transmission electron micrographs of a specimen tensile-strained to 20%. (a) A bright field image and (b) dark field image from the 110α' spot in the diffraction pattern shown in (c). (d) is the key diagram of (c).

クは歪増加に伴うγ相の(220), (311)の減少, α'相(211)の増加している。Fig. 9(b)は(1)式を用いて、回折線の積分強度から算出したα'相の体積比率, Vα' (%)を示す。引張歪の増加と共にγ相の回折強度が減少しα'相の回折強度が増加する。

(2) 曲げ加工まま材表・裏二面のX線回折強度法のα'相

180°押し曲げ試料の曲げ形状から定まる曲げ中心部の最表面および最裏面の歪はそれぞれ20%である。一方、表・裏面に入れた1mm間隔各20本の罫書き線間隔の変化から実測された円周方向の歪みを110°および180°曲げ材についてFig.10に示す。曲げ中心部の最表面および最裏面ではそれぞれ引張歪および圧縮歪ともに20%である。しかし、曲げ中心から約40°以上の部分では、表・裏ともに歪みは20%よりは少なくなっているが、圧縮側の歪みが引張歪の歪みよりも大きい。その傾向は110°曲げ材に比べて180°曲げ材で顕著である。

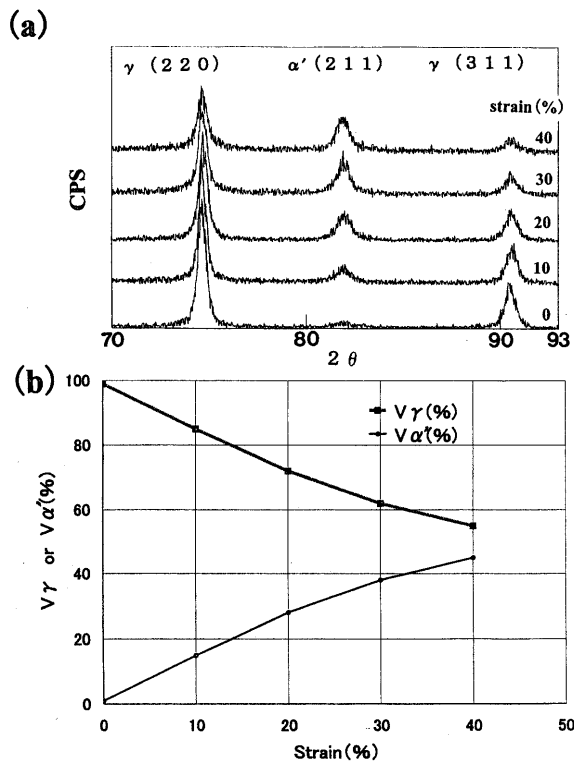


Fig. 9. (a) XRD patterns and (b) volume fractions of α' and γ phases of specimens given various amounts of strain.

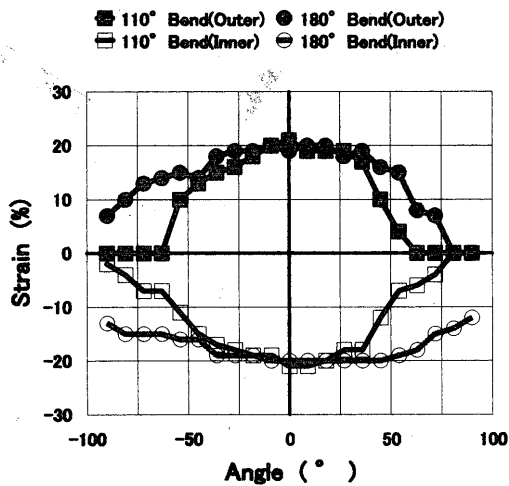


Fig. 10. Strain on the outer and inner surfaces of a specimen bent to 180° or 110°.

次にX線回折強度から180°曲げ部位中心部の最表面および最裏面の α' 相を求めた。Fig.11は曲げ中心部の最表面および最裏面の回折ピークである。ピーク積分値から α' 相の分率を求めた結果、曲げ中心部の最表面および最裏面の α' 相分率はそれぞれ25および37%であった。表および裏面ともに歪実測結果は20%であるが α' 変態量は圧縮変形側が大幅に多い。

(3) 腐食処理後の α' 相

引張り変形後の α' 相量はFig. 9に示したように引張歪量に伴って増加する。Fig.12は変形後に表面を腐食して現出

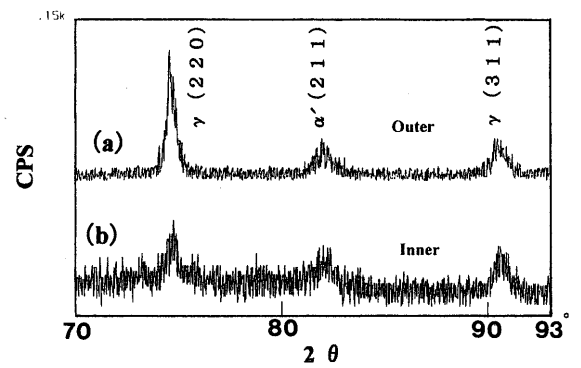


Fig. 11. XRD patterns of the (a) outer and (b) inner surfaces of a 180°-bent specimen.

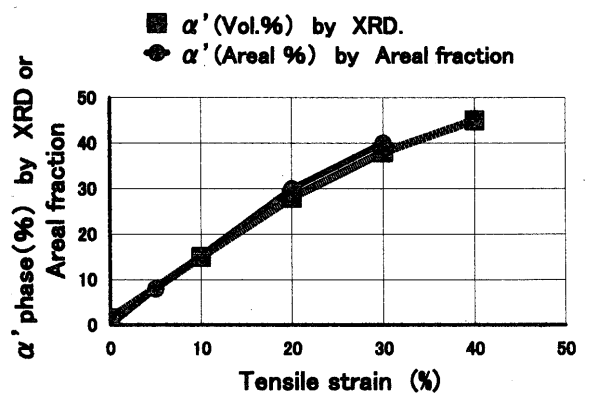


Fig. 12. Comparison of α' phase fraction measured by XRD and microscopic observation. The α' phase by microscopic observation is the dark area revealed by etching.

した黒色部領域の面積分率を顕微鏡写真で算出した結果をX線回折強度法で求めた結果と比較したものである。金属組織法による黒色領域比率はX線法と比べて約5%程大きい。

次に、180°曲げ試験片について組織法で求めた黒色領域面積分率をFig.13に示す。X線回折によるFig.11で見たように曲げ中心(20%歪み)では裏面圧縮歪層の α' 相量が表面引張り歪層よりも多いが、組織法で求めた黒色領域比率は表裏面でそれぞれ40%, 34% (画像解析では37%, 26%とマイクロ偏析の影響により下がった)であった。またFig.10で表面歪は曲げ中心から円周方向に約40°以上で減少し黒色領域も同様に減少するが、同一歪みでも裏面の領域比率が大きかった。

(4) 腐食面の α' 相

先に、Fig. 4および5において、Vilella液および本液の腐食の特徴を示した。

本法では α' 相の選択的な腐食が顕著である。そこで、両腐食液の腐食前後のX線回折結果をFig.14に示す。両腐食液ともに約1分の腐食後に α' 相の相対回折強度が減少している。測定される金属組織は共に孔食が生じた組織であり、 α' 相が選択的に除去されてX線回折強度を減少させることが明らかである。これは星野らが α' 相の変態形態

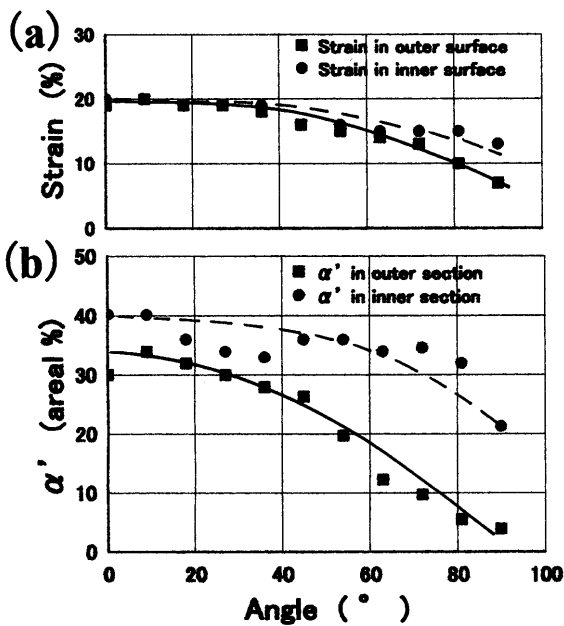


Fig. 13. (a) Strain along the surface arc of a 180°-bent specimen and (b) areal fraction of α' phase revealed by etching.

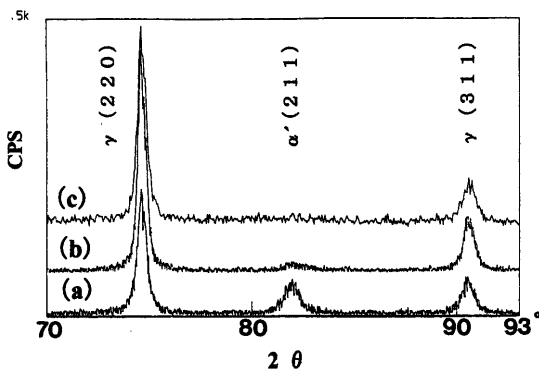


Fig. 14. XRD patterns of specimens tensile-strained to 20% (a) without etching, (b) etched by a Vilella's solution and (c) etched by the present solution.

が影響して組織評価は他の物理的評価法に比べて落ちる¹¹⁾と報告していることと符合する。

4. 考察

4.1 押し曲げ材表・裏層の α' 相の不均一分布

180°押し曲げ加工歪は曲げ中心部縦断面において表裏層ともに20%である。しかし、Fig.13(b)に示した α' 相変態量は押し曲げ材裏面層の圧縮歪側が表面層の引張歪側よりも多い。岩本らはSUS304の単軸引張りおよび圧縮試験の変形様式依存性を研究し、Olsonらの変態発生機構¹⁶⁾がせん断帯の交差によるものとして歪誘起変態の温度依存性を説明している¹⁷⁾。またマルテンサイト変態は変形様式依存性があり、圧縮応力が引張り応力よりも大きく、マルテンサイト量も多い。この引張り歪側に比べて圧縮歪側の α' 相量が多い現象は変形応力が引張り試験に比べて圧縮試験の

場合の方が大きくなる Strength-Differential Effect (SD効果)¹⁸⁻²²⁾が一つの原因であると考えられる。著者らの180°押し曲げ試験でも板表および裏面が同一歪量にも関わらず圧縮歪により板状SFの交差により α' 量がブロック状に発達し増加し、その変態量が多い結果であった。押し曲げ圧縮歪の拘束すべりが圧縮歪側の α' 相量を増すと考えられる。

4.2 金属組織腐食による α' 相のマクロ分布観察

上述のように α' 相分布のマクロな観察にVilella液と本法の比較した結果、本法による α' 相分布はFig. 2~6に示すように、Vilella液結果と比較して鮮明な観察が出来る。その原因は γ 相の腐食が浅く、 α' 相の孔食が深いためである。Fig. 9に示す電顕観察結果では γ 相のSFが交差した箇所に生じている板状 α' 相が生成しているが、腐食により板状孔食列になり、金属組織として観察される。本法を用いて実用曲げ成形した多段曲げ小円管の成形形状と α' 相マクロ分布を観察した例²³⁾を示す。本研究と同じ板厚と曲げ軸径の板表・裏層に20%歪レベルの多断曲げ加工を加え製造した小円管断面の α' 相分布組織をマクロに全体像として観察した。製造工程で局所変形が偏ると α' 相分布も偏るので、曲げ治具の位置を変更して、その偏りを少なくすることにより円管形状は良い²³⁾。多段成形工程の小円管製造に際し、 α' 相が円管表・裏2層に一樣に分布する成形は高形状精度の円管であった。

5. 結論

ステンレス鋼SUS304板の常温付近の引張および曲げ試験の α' 相を金属組織腐食法により観察する新しい腐食法を検討してつぎのような結論を得た。

(1) SUS304板の引張および曲げによる α' 相分布は新規の金属組織腐食法のクロム酸-弗化水素の電解腐食、次いで硝酸主液の化学腐食の2段階腐食法により α' 相相当部分が孔食になり、その分布として金属組織が観察できる。従来のVilella液腐食と比較すると、本法では γ 相に対して α' 相が選択的に腐食され、広い範囲で鮮明な観察が出来る。

(2) 180°押し曲げ材曲げ中心部の表および裏層歪はそれぞれ20%の引張歪と圧縮歪であるが、圧縮歪層の α' 相量が引張り歪層よりも多い。

(3) 180°押し曲げ材の縦断面の曲げ形状は α' 相分布と関係している。曲げ中心から円周方向に約35°近傍まで、 α' 相量が一樣に変態して、曲げ円弧の形状凍結性は良い。曲げ円弧の形状凍結性が悪いのは40~90°の曲げ円弧部の表層の α' 相量が少ないためである。

(4) 引張試験片薄膜の電顕観察結果は板状の積層欠陥SFが交差した所に、ラス状列の板状 α' 相がSFの交差部で変態しており、 γ 相と α' 相の方位関係がある。曲げ材圧縮

歪層の板状のSF交差は引張歪層よりも高い頻度で観察され、 α' 相が多い。

文 献

- 1) T.Anzai, J.Endou, T.Mizuno and H.Yamada: *J. Jpn. Soc. Technol. Plast.*, **37** (1996), 743.
- 2) Y.Nagai: *J. Jpn. Soc. Technol. Plast.*, **29** (1988), 69.
- 3) K.Koyama, T.Anzai, J.Endou, T.Mizuno and H.Yamada: *J. Jpn. Soc. Technol. Plast.*, **39** (1998), 66.
- 4) T.Angel: *J. Iron Steel Inst.*, **177** (1954), 165.
- 5) P.M.Kelly and J.Nutting: *J. Iron Steel Inst.*, **194** (1961), 199.
- 6) F.Lecroisey and A.Pineau: *Metall. Trans.*, **3** (1972), 387.
- 7) A.Makinouchi: *J. Jpn. Soc. Technol. Plast.*, **31** (1990), 870.
- 8) 牧野内昭武：第175・176回西山記念技術講座，日本鉄鋼協会編，東京，(2001)，33.
- 9) H.Hayakawa and M.Yasui: *CAMP-ISIJ*, **8** (1995), 704.
- 10) R.L.Miller: *Trans. Am. Soc. Met.*, **57** (1964), 892.
- 11) A.Tanaka and K.Hoshino: *Nisshin Steel Tech. Rep.*, **52** (1985), 36.
- 12) R.Langneborg: *Acta Metall.*, **12** (1964), 823.
- 13) M.Katou and Y.Torisaka: *J. Mech. Eng. Lab. (Jpn.)*, **45** (1991), 55.
- 14) 大谷南海男：金属の塑性と腐食反応，産業図書，東京，(1972)，60.
- 15) J.Imamura, H.Hayakawa and T.Taoka: *Trans. Iron Steel Inst. Jpn.*, **11** (1971), 191.
- 16) G.B.Olson and M.Cohen: *Metall. Trans. A*, **6A** (1975), 791.
- 17) T.Iwamoto, N.Tobi and Y.Tomita: *J. Jpn. Soc. Technol. Plast.*, **39** (1998), 50.
- 18) G.C.Rauch and W.C.Leslie: *Met. Trans.*, **3** (1972), 373.
- 19) W.C.Leslie and R.J.Sober: *Trans. Am. Soc. Met.*, **60** (1967), 459.
- 20) J.P.Hirth and M.Cohen: *Metall. Trans.*, **1** (1970), 3.
- 21) R.J.Olsen and G.S.Angell: *Trans. Am. Soc. Met.*, **62** (1969), 711.
- 22) H.Onoda and I.Tamura: *Bull. Jpn. Inst. Met.*, **15** (1976), 674.
- 23) H.Hayakawa and M.Nagumo: *CAMP-ISIJ*, **15** (2002), 556.