

FCC系鉄基合金圧延材の降伏強度に及ぼす 変形双晶の影響

森川 龍哉*・諸永 拓*²・東田 賢二*

The Influence of Deformation Twinning on Yield Strength in Cold-rolled FCC Ferrous Alloy

Tatsuya MORIKAWA, Taku MORONAGA and Kenji HIGASHIDA

Synopsis : The effect of a fine lamellar structure due to deformation twin on the yield strength of fcc ferrous alloys has been investigated by using cold-rolled Fe-36mass%Ni alloy and 310S stainless steels. Microstructural evolution during cold-rolling of both alloys has been also examined by using transmission electron microscopy. In cold-rolled Fe-36mass%Ni alloy, a kind of layered cell structure was observed, but no deformation twin was found. On the other hand, in a 310S steel, a fine lamellar structure of twin-matrix (T-M) was markedly developed with cold-rolling. The cold-rolled 310S steels exhibited yield strengths about 2 times higher than those of the rolled Fe-Ni alloys in spite that the yield strength of as-annealed 310S is lower than that of as-annealed Fe-Ni alloy. This indicates that the occurrence of fine T-M lamellae during cold-rolling enhances the evolution of fine-grained structure, which causes the marked increase in the yield strength of the rolled specimens.

Key words: deformation twinning; yield stress; transmission electron microscopy; stacking fault energy; lamellar structure.

1. 緒言

近年、加工による組織微細化とそれに伴う材料強化に注目が集まっている。特に、良く知られるようにSPD (severe plastic deformation) プロセスと呼ばれる強ひずみ加工法^{1,2)}の研究が活発化し、微細化された種々の材料で高強度が得られている³⁻⁶⁾。この方法にはいろいろの加工モードがあるが、いずれも相当ひずみで5~6といった非常に大きなひずみを材料に与えることにより微細化を達成している。そして、その結晶粒の微細化過程は通常、加工の進行に伴う方位差境界の増加と方位差そのものの増大であり、基本的には、すべり変形の不均質による転位蓄積とその一方での回復過程が重畳し、特定の転位構造形成に至ると考えられる。

ところで一般にFCC系の金属材料では、積層欠陥エネルギー (stacking fault energy: SFE) γ_{SF} の大きさが、その塑性変形様式に大きな影響を及ぼす。例えば、Cu系合金では γ_{SF} の値が極めて小さくなってくると、液体窒素温度のような低温ばかりでなく常温でも、すべり変形に加えて双晶変形が関与するようになる⁷⁻¹⁰⁾。この場合には、一般に厚さが数百nm以下の極めて薄いラメラ状の双晶-マトリックス (twin-matrix: T-M) 積層構造が形成される。著者らのグループでは、オーステナイト系ステンレス鋼SUS310Sの冷間圧延組織において、このようなT-Mラメラ構造が顕

著に発達することを見出し、これが、その後のせん断帯の発生と相俟って結晶粒微細化に寄与することを指摘して来た^{11,12)}。整合な双晶境界は言うまでもなく $\Sigma 3$ 対応粒界として位置づけられ、この境界を通過しようとする転位にとっては明確な運動抵抗となるはずである。

そこで本研究では、そのような変形双晶による組織微細化が、降伏強度に実際に寄与することを明らかにすべく、双晶による微細ラメラ構造が容易に発達するSUS310Sステンレス鋼と、そのような活発な双晶変形を期待できないFe-36%Ni合金とを比較材料として採用し、両合金の圧延後の引張変形特性を調べた。また、併せて両者の圧延組織についても、透過電顕法およびX線集合組織解析法により調べた。

以上、FCC系鉄合金における組織微細化と力学特性向上に及ぼす微細変形双晶の寄与を明確化することが本研究の目的である。

2. 実験方法

2.1 引張試験

市販のSUS310S板材とFe-36%Ni材をそれぞれ冷間圧延により所定の厚さに調整した後、真空電気炉 (真空度約1mPa) で1192Kで24時間熱処理し、結晶粒径約250 μ mの板材を得た。これを室温で50、70あるいは90%の圧下率

平成17年5月2日受付 平成17年7月14日受理 (Received on May 2, 2005; Accepted on July 14, 2005)

* 九州大学大学院工学研究院材料工学部門 (Department of Materials Science and Engineering, Kyushu University, 744 Motoooka Nishi-ku Fukuoka 819-0395)

* 2 九州大学大学院工学府物質プロセス工学専攻 (現: (株)コベルコ科研) (Department of Materials Science and Engineering, Kyushu University, now Kobelco Research Institute)

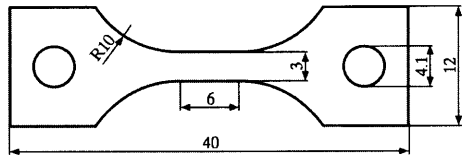


Fig. 1. Dimensions of a tensile specimen.

まで圧延して板厚約1 mmの3種類の試料を準備した。この板より、圧延方向が引張軸方向と平行になるよう、フライス盤を用いた低速加工によりFig. 1に示す板状引張試験片を切り出した。引張試験にはインストロン型試験機を用い、試験温度は室温、雰囲気は大気中、初期ひずみ速度は $5 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ である。

2.2 加工組織観察

圧延されたSUS310S板材およびFe-36%Ni板材より放電加工で板幅方向(TD)に平行に約3 mm径で打ち抜いた棒状試料から、厚さ1 mm程度の薄板を低速マイクロカッターで切り出した。この後、耐水紙とバフによる研磨で数十 μm の厚さに落とし、両面鏡面にした後、ツイングジェット方式の電解研磨により薄膜化して透過電子顕微鏡(TEM)用試料とした。電解研磨は酢酸と過塩素酸の溶液(1:9)を用い、液温約 6°C 、電圧30~50 Vの条件で行った。TEM観察はいずれも電子線入射方向を概ねTDに平行として行った。観察には九州大学超高压電子顕微鏡室のJEM-200CXを用い、加速電圧は200 kVとした。また、注目した変形組織間における方位差を明らかにするため、種々の径の絞りを用いた制限視野電子線回折を行った。さらに、圧下率90%を施した2種の板材についてはX線による極点図測定を行い、優先結晶方位分布を求めた。

3. 結果および考察

3.1 圧延材の引張挙動

Fig. 2(a), (b)は、SUS310S, Fe-36%Ni両合金の圧延材を常温で引張変形したときの公称応力-公称ひずみ曲線である。いずれの合金についても50, 70および90%の3種類の圧下率の試片についての試験結果を示している。いずれの圧延材も伸びは圧下率にほとんど依存せず、均一伸びは数%以下でネッキング後の不均一伸びは十数%である。これらはいずれも、それぞれの焼鈍材が50%以上の均一伸びを示すのに比べて小さい。一方、降伏強度は、SUS310SとFe-36%Niのいずれも圧下率とともに増加している。特にSUS310SではFe-36%Niに比べて圧下率の増加に伴う降伏強度の上昇が著しい。そこで、各合金の降伏強度の圧下率依存性をFig. 3に示す。焼鈍材の降伏応力はFe-36%Niにおいて300 MPaであり、SUS310Sの260 MPaに比べてやや大きい。しかし、50%圧延材ではその降伏応力がSUS310Sで950 MPaと急増するのに対してFe-36%Niでは580 MPaと増加量が半分以下である。SUS310Sでは圧下

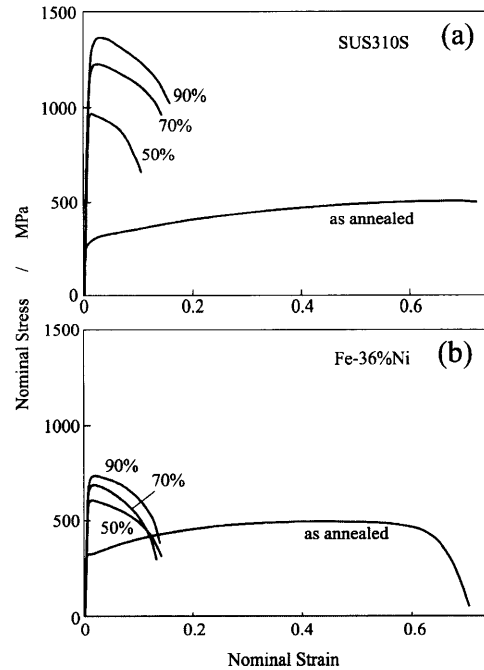


Fig. 2. Nominal stress-strain curves of specimens as-annealed and cold-rolled by 50, 70, 90% in thickness reduction. (a) SUS310S, (b) Fe-36%Ni.

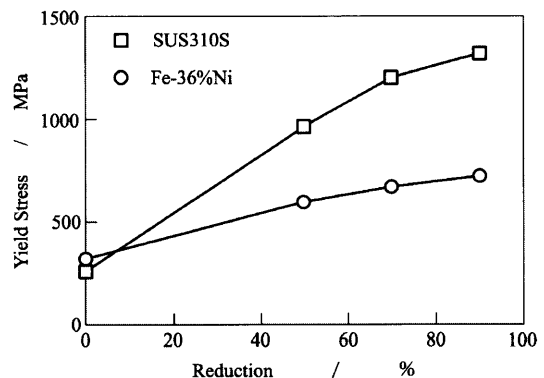


Fig. 3. Increase of yield stress due to cold-rolling in SUS310S and Fe-36%Ni alloy.

率70%における降伏応力も焼鈍材から50%圧延材への変化と同様の増加率で降伏応力が増大し、90%圧延材では増加率がやや小さくなるものの降伏応力はFe-36%Niより500 MPa程度大きい。このように、圧延前の降伏応力は、Fe-36%Ni合金に比べてSUS310Sの方が低いにも拘らず、一旦、圧延加工を施すとSUS310Sの硬化が圧倒的に著しく、その大小関係は逆転する。90%圧下率ではSUS310Sの降伏応力はFe-Ni合金のその2倍近くに達する。

以上の結果は、微細変形双晶の形成の有無が、組織微細化に影響し、その結果、圧延に伴うこのような降伏応力の相違を引き起こしたことを想起させるが、以下では、それを確かめるため、両合金の圧延加工組織を透過電顕法(TEM)を主に用いて観察・比較した結果について述べる。

3.2 圧延加工組織の比較

TEMによるミクロな加工組織観察に先立ち、まずX線

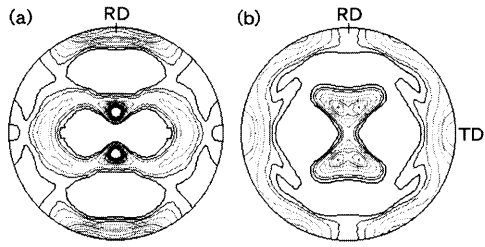


Fig. 4. {111} pole figures obtained from Fe-36%Ni (a) and SUS310S (b) specimens rolled by 90% in thickness reduction.

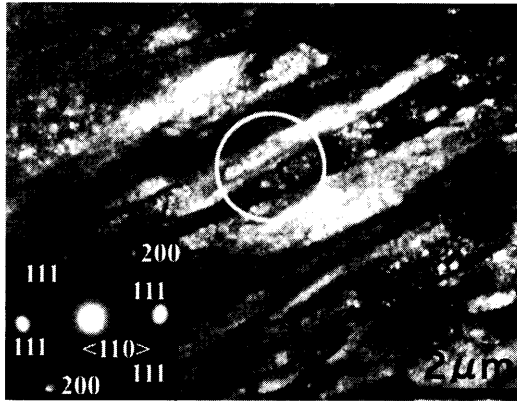


Fig. 5. TEM micrograph (bright field) of Fe-36%Ni specimen cold-rolled by 70% in thickness reduction. A diffraction pattern is obtained from the area of a white circle.

回折法を用い圧延材のマクロな集合組織を比較した。Fig. 4(a), (b)は90%圧延を施したFe-36%Ni板とSUS310S板の{111}極点図を示す。それぞれ(a)では純金属型、(b)では合金型の典型的な圧延集合組織が現れている¹³⁾。一般にFCC材料の圧延集合組織は積層欠陥エネルギーの大きさによってその発達過程が異なることが知られており、積層欠陥エネルギーが比較的大きな材料で純金属型、小さな材料で合金型となる傾向がある¹⁴⁾。Fig. 4は、Fe-36%Ni合金とSUS310Sの積層欠陥エネルギーの値にかなりの差があり、その結果、圧延中の塑性変形様式にも大きな相違の生じていることを示唆している。

次に、圧延材内部に形成された微視組織のTEM観察結果を示す。Fig. 5は、Fe-36%Ni合金の70%圧延材から得られた典型的なTEM明視野像とその制限視野回折像である。右上から左下に幅0.5~2μmの帯状組織が伸びており、その中には一部等軸状のセル組織も観察される。この帯状組織の境界部分にある黒く長く伸びた領域には高転位密度の壁状組織が形成されていると考えられる。図左下の制限視野回折像は明視野像中の白円領域から得たもので、FCC構造の単一の110回折パターンを示している。これは白円内領域にいくつかの帯状壁が含まれているにも拘らず、この領域における方位差はほとんどないことを示している。この他の帯状組織の領域でも大きな方位差は観察されず、変形双晶の発生も全く確認されなかった。



Fig. 6. TEM micrograph (bright-field) of SUS310S specimen cold-rolled by 70% in thickness reduction.

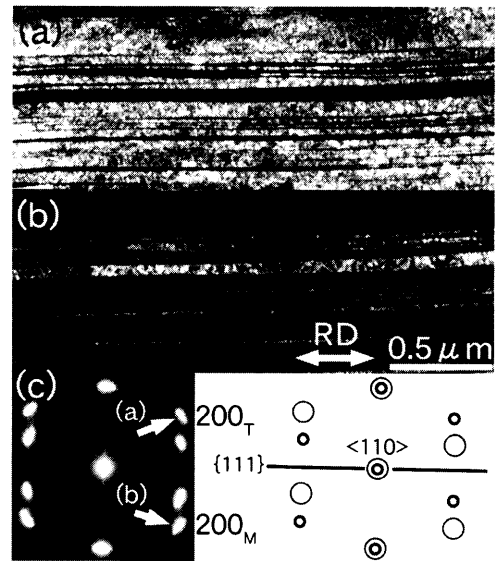


Fig. 7. TEM images (dark field) and diffraction pattern of the lamellar structure in 310S specimen cold-rolled by 70% in thickness reduction. Figures (a) and (b) are obtained from the 200 spots pointed by (a) and (b) in diffraction pattern (c).

一方、Fig. 6はSUS310Sの70%圧延材より比較的低倍率で得たTEM明視野像を示している。ここでの組織の特徴は、(1) 圧延方向とほぼ平行なラメラ組織が視野の広範囲にわたって形成されていること、(2) 左上から右下にラメラを横切る白色に近い帯状組織が数本見られること、の2点である。(2)の組織はせん断帯と呼ばれる組織であるが、これについては後に詳しく述べるので、ここではまず(1)のラメラ組織についてより詳しく記述する。Fig. 7はこの310Sの70%圧延材に形成されたラメラ組織を拡大観察したTEM暗視野像と、この領域から得られた制限視野回折像ならびにその模式図である。この回折パターン(c)は、模式図に示すように、大丸と小丸で表される2つの110回折パターンが重なって現れている。しかも、それらは<111>に関して鏡面对称であり、それぞれのパターンに対応する結晶が互いに双晶関係にあることが分かる。すなわち、このラメラ組織は(111)面を共通に持つマトリックスとその双晶によって成り立っている。Fig. 7(a), (b)はマト

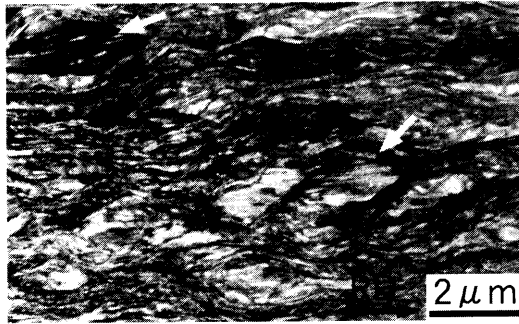


Fig. 8. TEM micrograph (bright field) of 310S specimen cold-rolled by 90% in thickness reduction.

リックスおよびその双晶それぞれのパターンの200回折斑点 (Fig. 7(c)中の矢印(a), (b)) を用いて結像した暗視野像である。2つの暗視野像は丁度、白黒反転した関係になっており、双晶とマトリックスが交互に積層した構造であることが理解できる。またラメラの幅は小さい所で10nm程度と非常に薄いことがわかる。これはFig. 7(c)において(111)方向(図の上下方向)に回折斑点を結ぶストリークが見られることと対応している。

以上のように、SUS310Sでは微細双晶ラメラが発達し、マトリックスと双晶による結晶粒の分割が起こっているのに対して、Fe-36%Ni合金ではFig. 5に示したようにセル構造の形成は見られるものの、方位分散はほとんど生じていない。

次にFig. 8は、310Sをさらに圧下率90%まで圧延した時の明視野像である。70%圧延時のFig. 6に比べ、視野が狭いにも拘らず、より多くのせん断帯が見られる。せん断帯はここでも圧延方向に対して斜めに帯状に形成されており、Fig. 8中の白矢印で示されるように、せん断帯に囲まれた菱形の領域にラメラ組織が残存している様子も見て取れるが、基本的に、圧下率の増大とともにせん断帯の数は増加し、ラメラ組織はせん断帯によって分断されて行く。そこで次に、せん断帯の内部構造について述べる。

Fig. 9は、90%圧延後のSUS310S中に形成されたせん断帯とその周辺のラメラ組織を拡大して観察した結果である。上図はTEM明視野像、下図は上図の白丸領域から得られた制限視野回折像とその基本パターン(<110>入射)の模式図である。まず上図では、せん断帯が図左上から右下に伸びており、その幅は1.5μm程度(白矢印で示す)である。ラメラ組織がせん断帯の右上と左下に見られ、ラメラの境界はほぼ圧延方向に沿っている。注目すべきは、せん断帯内部に外部のラメラ組織とは全く異なる微細粒構造が見られることで、それらは概ねせん断帯方向に伸長している。これらの粒の幅は0.1~0.3μmで、長さは0.1μm程度から1μmを超えるものもある。微細粒内部には一部に等軸状の転位セルや線状のコントラストも観察される。図左下の制限視野回折像は、せん断帯とラメラ組織との境界部分から得られたものであることから、両者の結晶方位

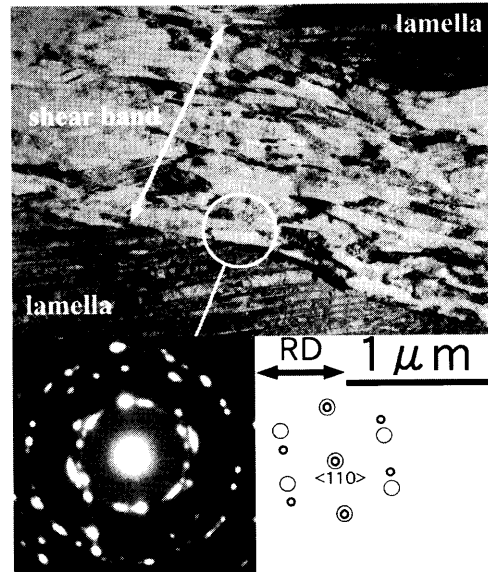


Fig. 9. A enlarged bright-field image and the selected area diffraction pattern obtained from 310S specimen cold-rolled by 90% in thickness reduction.

分布状況を含んでいると言える。この制限視野回折図形は、図右下に示す模式図(マトリックスと双晶<110>入射図形の重なったもの)を基本としているが、その他に多数の回折斑点も同時に現れている。これはせん断帯内部にラメラ組織中のマトリックスや双晶とは異なる結晶方位を持つ新たな粒が形成されていることを示す。著者らはせん断帯中に見られるこれらの微細粒の形成過程について、双晶界面の消滅が起こっていることから、一種の動的な回復・再結晶を含むモデルを提案している¹⁵⁾。

以上のように、SUS310Sにおける加工組織発達の様相はFe-36%Niのそれとは大きく異なる。310Sでは、双晶変形が加工の比較的初期から関与し、変形双晶と母相によるラメラ構造が発達する。双晶界面も1つの粒界であることから、このラメラ構造の発達は一種の組織微細化とも言える。しかしながら、この場合には、双晶界面により分割された領域は、当然、ラメラ方向に長く伸びた構造となっており、いわゆる「微細結晶粒」とは言えない。しかし、このラメラ構造の領域は、その後のせん断帯の発生によって真に微細粒化する。すなわち、圧下率の増加とともに、ラメラ面({111}面)は圧延面と平行な方向に近づき(圧下率50~70%)、その結果、さらなる圧下に際しては、高密度に形成された双晶境界を横断するような形で塑性変形が起こらざるを得ない。このため、圧下率50%程度以降の圧延では、ラメラ構造を斜めに横断する形で、せん断帯が発生する。このせん断帯内部では局所的に大きなせん断変形が起こっており、長く伸びたラメラは細かく分断され、その結果、「微細粒組織」を形成することになる¹²⁾。そして、このようなプロセスで変形が起こった場合、双晶変形の関与しない通常の変形に比べ極めて早期に(少ないひずみ量で)、サブミクロンの平均結晶粒径を有する微細組織を達

成し得るのである。すなわち、「変形双晶+せん断帯」の複合プロセスが、極めて効率的な組織微細化を引き起こす。その結果、同一の圧延率で比較した場合、微細双晶変形の関与した材料において、その降伏応力は、双晶の関与していない材料のそれを大きく凌駕することになる。Fig. 2で示したSUS310SとFe-36%Ni合金の降伏応力の圧延率依存性の大きな相違は、それを端的に示した結果であると考えられる。

4. 結言

冷間圧延を施したFe-36%Ni合金とオーステナイト系ステンレス鋼SUS310Sについて、室温での引張特性を調べるとともに、その冷間加工組織を観察した。そして両合金の引張特性と圧延組織の比較から、以下の結果を得た。

(1) 焼鈍材では、310Sの降伏応力はFe-36%Niのそれよりも低い。しかし圧延すると、圧下率の増加に伴う降伏応力の増大は310Sにおいて圧倒的に大きく、その関係は逆転する。90%圧下の試験片では310Sの降伏応力はFe-36%Ni合金のその2倍近くに達する。

(2) 圧下率90%の冷延により、Fe-36%Ni合金では純金属型、SUS310Sでは合金型の圧延集合組織が観察された。

(3) Fe-36%Ni合金の冷間圧延材では、帯状に伸びた転位組織が観察されたが帯状組織間の方位差はほとんどなく、変形双晶の発生も全く見られなかった。一方、SUS310Sでは圧延に伴いすべりに加えて双晶変形が起こ

り、マトリックスと変形双晶とから成る微細なラメラ組織が発達した。さらに圧下率が増すとラメラ組織の領域にせん断帯が発生し、その増殖とともにラメラ組織が破壊され、微細粒組織が形成された。

(4) 以上の結果は、FCC系鉄合金においては、変形双晶が組織微細化に寄与し、その降伏応力の顕著な増大に寄与し得ることを示唆している。

文 献

- 1) Y.Saito, N.Tsuji, H.Utsunomiya, T.Sakai and R.G.Hong: *Scr. Mater.*, **39** (1998), 1221.
- 2) Y.Iwahashi, Z.Horita, M.Nemoto and T.G.Langdon: *Acta Mater.*, **45** (1997), 4733.
- 3) N.Kamikawa, N.Tsuji and Y.Saito: *Tetsu-to-Hagané*, **89** (2003), 63.
- 4) Y.Ito, N.Tsuji, Y.Saito, H.Utsunomiya and T.Sakai: *J. Jpn. Inst. Met.*, **64** (2000), 429.
- 5) R.Z.Valiev, F.Chmelik, F.Bordeaux, G.Kapelski and B.Baudelet: *Scr. Metall. Mater.*, **27** (1992), 855.
- 6) M.Furukawa, Z.Horita, M.Nemoto, R.Z.Valiev and T.G.Langdon: *Philos. Mag. A*, **78** (1998), 203.
- 7) N.Narita and J.Takamura: *Dislocations in Solids*, Vol. 9, Elsevier Science Publishers B.V., Netherland, (1992), 150.
- 8) W.Y.Yeung and B.J.Duggan: *Acta Metall.*, **35** (1987), 541.
- 9) M.Hatherly and A.S.Malin: *Met. Technol.*, **6** (1979), 308.
- 10) W.B.Hutchinson, B.J.Duggan and M.Hatherly: *Met. Technol.*, **6** (1979), 398.
- 11) T.Morikawa, D.Senba, K.Higashida and R.Onodera: *Mater. Trans. JIM*, **40** (1999), 891.
- 12) T.Morikawa and K.Higashida: *Proc. of the 21st Riso Int. Symp. on Material Science*, ed. by N.Hansen *et al.*, RISO National Laboratory, Denmark, (2000), 467.
- 13) 長嶋晋一編著：集合組織，丸善，東京，(1983)，79.
- 14) I.L.Dillamore and W.T.Roberts: *Acta Metall.*, **12** (1964), 281.
- 15) K.Higashida and T.Morikawa: *Proc. of the Conf. Nanomaterials by Severe Plastic Deformation (NanoSPD2)*, ed. by M.Zehetbauer and R.Z.Valiev, WILEY-VCH, Germany, (2004), 517.