



深冷加工と焼なましを施した SUS316L の結晶粒微細化と高温変形挙動

加藤 正仁*・鳥阪 泰憲*

Grain Refinement and High-temperature Deformation Behaviour of Sub-zero Worked and Annealed SUS316L

Masahito KATOH and Yasunori TORISAKA

Synopsis : Strain-induced martensitic transformation followed by reverse transformation is a possible process to achieve the grain refinement necessary for the superplasticity in austenitic stainless steel SUS304. This process is expected to be applicable also to SUS316L in which working at lower temperature is required for the strain-induced transformation. In this study, the transformation behavior of SUS316L during sub-zero working and annealing was investigated. The grain size of about $1\ \mu\text{m}$ was obtained by the process of 90% sub-zero rolling at liquid nitrogen temperature followed by annealing at 973K for 3600 s. Furthermore, this process condition provided the total elongation of more than 300% and the strain-rate sensitivity index (m value) of 0.3 in the strain rate range from 1.8 to 3.2×10^{-4} s.

Key words : thermo-mechanical treatment; sub-zero work; stainless steel; grain refinement; superplasticity.

1. 緒言

微細結晶粒超塑性の発現のためには種々の条件が必要である¹⁾。なかでも、(1)20結晶粒径が $10\ \mu\text{m}$ 以下であること、および(2)超塑性発現中、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こと、はとりわけ重要である。オーステナイト系ステンレス鋼に、変態を伴わない強加工+焼なましという通常の加工熱処理を施しても結晶粒径は $10\ \mu\text{m}$ を下回らない²⁾。しかし、オーステナイト系ステンレス鋼の中でも SUS304 に代表される準安定オーステナイト系ステンレス鋼では、常温での強加工による加工誘起マルテンサイト(α')の導入とそれに続く焼なましの処理により、結晶粒径は $1\ \mu\text{m}$ あるいはそれ以下へと超微細化し³⁾、SUS304においては適当な温度とひずみ速度で、微細結晶粒超塑性と思われる巨大伸びを示す^{4,6)}。

一方、SUS316はSUS304以上に耐食性を要求される用途に使用されるオーステナイト系ステンレス鋼であるが、この鋼種では常温でのオーステナイト(γ)相の安定性はSUS304のそれより大きく、常温で加工しても著しい加工誘起変態は示さない。しかしながら、SUS316でも常温より低い温度で加工を加えればSUS304と同様に加工誘起変態し、同様の焼きなまし処理後に同様の巨大伸びを示すと推定される。本研究ではこれを確認するためにSUS316の低炭素鋼種であるSUS316Lに液体窒素温度での深冷加工を加え、一連の加工誘起変態-再結晶・逆変態挙動、高温変形挙動を調べた。

2. 実験方法

2.1 加工と熱処理実験

使用した試料母材は厚さ10mmのSUS316L市販板材である。化学成分をTable 1に示す。実験ではこの母材より幅15mm、長さ50mmの圧延用小片を切り出して試料とした。なお、圧延用小片の先端と後端は、圧延機にかみ込みやすくするため、約45度の角度で削り取り、ノミの刃状の形状に加工してある。

使用した圧延機は2段圧延機(ロール直径130mm、ロール周速5m/min)である。

深冷加工は1パス毎に試料を液体窒素に浸して冷却し、取り出して直ちに圧延することで行った。加工熱により温度が過剰に上昇するのを防ぐために、1パス当たりの圧下率は5%を越えないようにした。具体的には1mm刻みで目標厚さを定め、それ以上の厚さの場合には目標厚さの5%だけロール間隙を減じて圧延を行った。最終的には厚さ1mm(全圧下率=90%)まで圧下することを目標とした。これは、SUS304において良好な微細組織が得られるのに必要な全圧下率である⁸⁾。

圧下中、1パス毎にFischer社製のフェライトスコープで α' 量を測定した。 α' 量が増えてフェライトスコープの測

Table 1. Chemical composition (mass%).

C	Si	Mn	P	S	Mo	Ni	Cr	Fe
0.019	0.40	0.083	0.045	0.030	2.14	12.05	17.68	bal.

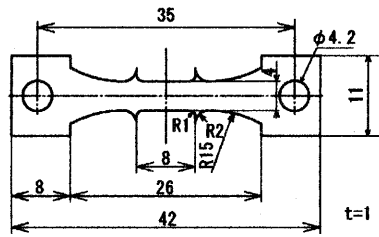


Fig. 1. Dimension of the tensile test specimen.

定レンジ上限の30%を越えてからは測定プローブと試料の間にスペーサーを挿入し、変化する傾向を観察した。

圧延終了した試料に対して焼なまし実験を行った。実験では試料に種々の温度で1hの焼なましを施し、残留 α' 量測定、ビッカース硬さ測定および光学顕微鏡組織観察を行った。

2.2 高温引張試験

引張試験に使用した試験片を Fig. 1 に示す。これは、JIS7号試験片に評点突起を付加したものである。なお、試料寸法の関係上、試料の圧延方向を引張方向となるように試験片を採取した。装置は試料を真空チャンバ中で高周波加熱できる構造になっている油圧サーボ試験機（荷重容量5t）である。

試料としては圧延条件の異なる以下のものを用いた。すなわち、前項の液体窒素で冷却しながら加工したもの（以下深冷加工材）に加え、比較材として常温で90%圧延したもの（以下冷間加工材）も使用した。

試験は以下の手順で行った。まず、試料を試験機に装着し、後述する所定の熱処理温度に加熱し、1h保持した。その後、試験片温度を所定の試験温度にし、平行部両端の温度差が6K以内であることを確認し、直ちにピストン移動速度一定で引張った。

3. 実験結果と考察

3.1 加工と熱処理実験

Fig. 2 は α' 量を全圧下率に対して示したものである。なお、図中丸プロットは試料の長さ方向のほぼ中心部での測定値を示す。全圧下率が20%以下の範囲では圧下の進行とともに加速的に α' 量が増えていくが、それを越えると、増加率は多少減少していく。これは、試料が薄くなると、試料の長さが大きくなり、1パスの圧延にかかる時間が長くなるため、周囲の雰囲気、すなわち空気や、接しているロールから受ける熱が大きくなるのが原因であろう。これを裏付けるように、図中の向きの違う2種類の四角プロットで示されるように、圧延時の試料の先端部では試料後端部より、 α' 量が数%だけ大きくなっている。

液体窒素に浸しながらの深冷圧延を、1パスあたりの圧下率を5.0%を上限として実行すると、厚さが約2mmを下

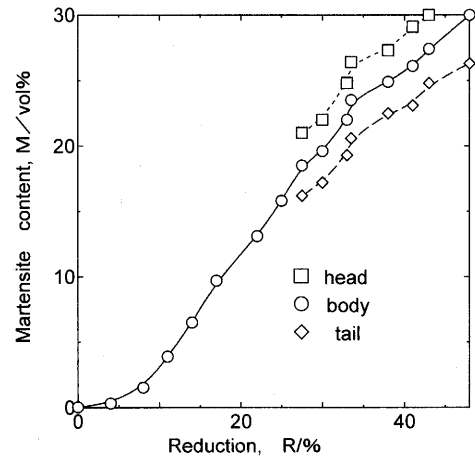


Fig. 2. Increase of martensite content in SUS316L with the total reduction by sub-zero rolling at 77K.

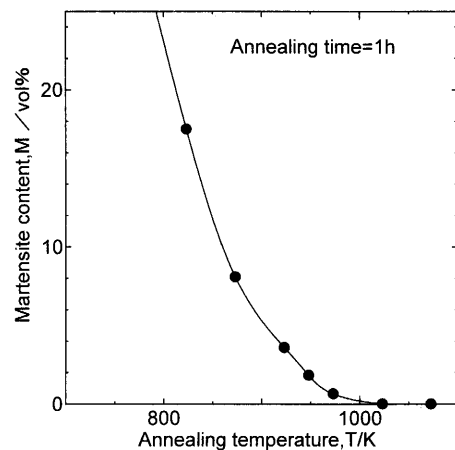


Fig. 3. Decrease in martensite content with annealing temperature in sub-zero rolled SUS316L.

回った際に、ロールにかみ込んですぐに、試料が前後に分断される形で破断したため、それ以上の深冷圧延の実行はできなかった。この破断面は試料を横方向からみて45度方向になっていた。恐らく α' 量が多くなって、液体窒素温度ではこれをロールに引き込むための引張り応力が試料の引張り強さを上回ってしまったために生じた現象であろう。そこで、厚さが5.0mmを下回ってからは、1パスあたりの圧下率を半分にして実行したところ厚さ1.0mmまで健全に圧下できた。

Fig. 3は深冷加工材を種々の温度で1h焼なまししたときの残留 α' 量を測定した結果である。また、Fig. 4は深冷加工材と冷間加工材を種々の温度で1h焼なましした後の常温でのビッカース硬さを示したものである。

深冷加工材では、焼なまし温度の上昇に伴い残留 α' 量は減少し、約973K×1h焼なましで1%以下となりほぼ γ 単相となる。

ビッカース硬さは比較的低い焼なまし温度では圧延まま材よりわずかに上昇し、約800Kを越えたあたりから急激に低下する。また、 γ 単相になる373K以上でもさらに

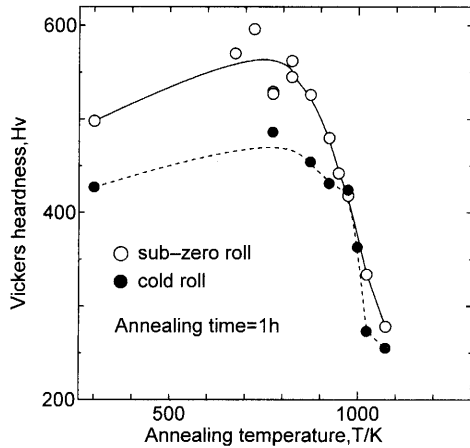


Fig. 4. Changes in Vickers hardness with annealing temperature for sub-zero rolled SUS316L.

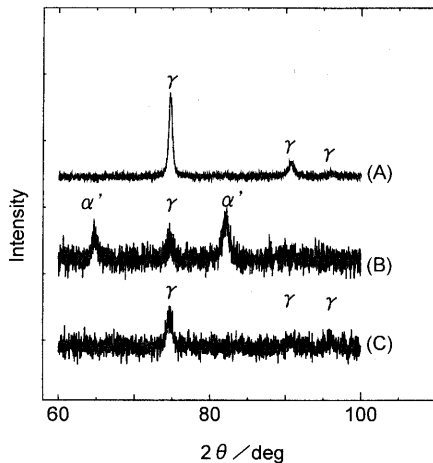


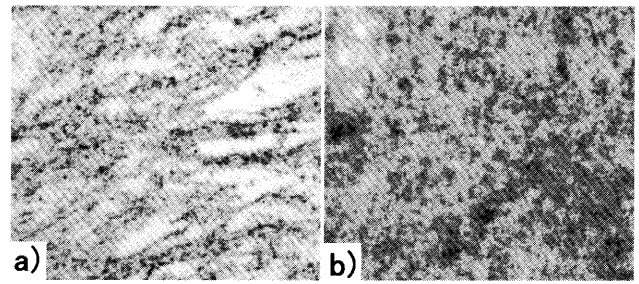
Fig. 5. Profiles of X-ray diffraction for SUS316L specimens (A) sub-zero rolled and annealed, (B) sub-zero rolled, and (C) cold rolled at room temperature.

低下する。先に報告したSUS304の場合⁴⁾において α' 量減少とピッカース硬さ低下が、ほぼ連動して変化したのとは様相を異にする。これについては後で考察する。

Fig. 5は、深冷加工材(図中B)と冷間加工材の圧延まま材(図中C)および、深冷加工材に973K×1hの焼なましを施したもの(図中A)のX線回折結果である。

冷間加工材(C)は強加工された γ 相組織である。一方深冷加工材(B)は、 α' 相のピークが強く認められるが、 γ 相のピークも比較的強く残っており、全量が α' 相に変態してはいないことが認められる。すなわち、圧延終了時には強加工された α' 相に γ 相が混在した状態にあると考えられる。なお、SUS304を常温で90%圧延した場合には γ 相のピークが認められない程度にまで変態が進む⁸⁾。これに焼なましを施したものは γ 単相になっており、 α' 相のピークはいっさい認められない。

前述したように、焼なましで γ 単相となった後のピッカース硬さは、SUS304ではそれ以上下がらないのに



a) cold work + 998K×1h
b) sub-zero work + 973K×1h

Fig. 6. Optical micrographs of SUS316L specimens a) cold rolled and annealed at 998K, and b) sub-zero rolled and annealed at 973K.

SUS316Lについては下がる。この相異の理由は焼なまし前の α' と γ の構成によると考えられる。すなわち、SUS304の場合は焼なまし前が α' 単相であったため、 γ 相はすべて再結晶したものであるのに対して、SUS316Lについては、 α' 相が消失しても焼なまし前の残留 γ 相が再結晶を終了していなかったためと考えられる。SUS304でも全圧下率が低く焼なまし前に γ 相が残留していた場合には γ 単相になった後にさらに長時間焼なましを加えるとピッカース硬さが減ずる傾向を示す⁸⁾ことがこれを裏付けていると思われる。

Fig. 6は、冷間加工材に998K×1h焼なまししたものと深冷加工材に973K×1h焼なましを施したものの光学顕微鏡組織である。深冷加工材の熱処理条件は α' 単相となる最低温度、冷間加工材の熱処理温度は再結晶終了温度の直下とした。冷間加工材には数 μm ~10 μm 程度の構造が認められる。深冷加工材については、大部分が結晶粒径約1 μm の等軸晶であるが、一部に長さ数 μm のやや細長く伸びた形状の結晶粒もみられる。しかしながら、深冷加工材にも焼なまし前に残留 γ 相がX線回折で相当量検出される程度に残っていることから、この残留 γ 相の部分には大きな結晶粒が認められることになるように予想されたが、実際にはそのような大きな結晶粒は認められない。これは恐らく γ 相が大きな固まりとして残留していたのではなく、微細なマルテンサイトラスと小さい間隔で重なり合って混在していたためと考えられる。すなわち、 γ 相の再結晶核生成は焼なまし前に α' 相であった部分の方が γ 相であった部分より早く進行する⁷⁾ので、残留 γ 相部分が再結晶して粒成長しようとしたときには、周囲の旧マルテンサイトラス部分での再結晶が進行し、そこで粒成長が止められたと考えられる。Fig. 6に認められる、伸びた形態の結晶粒はこの残留 γ 相から再結晶した再結晶粒が、 α' 相から発生した再結晶粒に止められたもの、並んだ等軸晶は、 α' 相か

ら発生した再結晶粒であろう。但し、前述したようにさらに高温での焼なましでビッカース硬さが減ずることから、この組織は再結晶が終了していない γ 相を含んでいることに注意を要する。

3.2 高温引張試験

Fig. 7は種々の温度での高温引張試験で得られた変形応力および全伸びを示したものである。図中白プロットは、深冷加工材について、 γ 単相になる最低温度の973Kに1h保持してから試験を行ったもの、図中黒プロットは比較材である冷間加工材を998Kに1h保持してから試験を行った結果である。これらの焼なまし条件は、前項の組織写真のものと同様である。

深冷加工材についての結果をみると、973Kの試験温度では、 5.6×10^{-5} /sのひずみ速度であっても伸びは200%に達しないが、998Kでの試験ではこのひずみ速度で伸びは300%を越える。さらに高い温度の1023Kにおいては、伸びが300%を越えるひずみ速度範囲が、 5.6×10^{-5} /s $\sim 3.2 \times 10^{-4}$ /sの範囲に及ぶ。また、ひずみ速度に対する変形応力のグラフの勾配から求めたひずみ速度感受性指数 (m 値) は $1.8 \sim 3.2 \times 10^{-4}$ /sの間で0.30となり、微細結晶粒超塑性

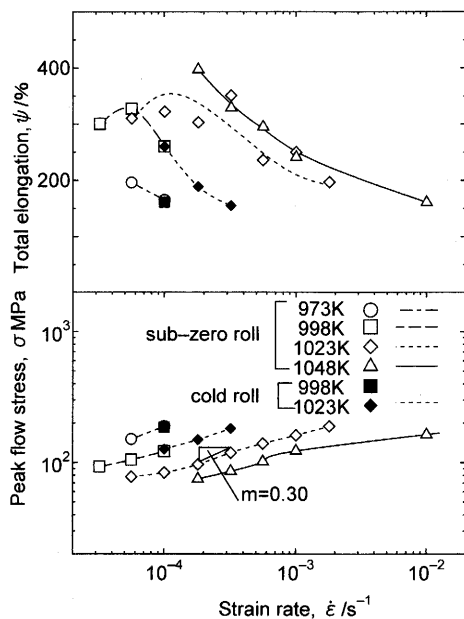


Fig. 7. Tensile properties at various strain rate and testing temperatures in SUS316L specimens rolled and annealed under two different conditions.

と判断する条件を満たしている。しかしながら、これらの発現条件は筆者らが先に報告したSUS304において大きな伸びが得られる最適温度973Kと比較すると50K程度高くなっており、ひずみ速度範囲も狭くなっている。SUS304の場合は、 γ 単相となる最低温度で、再結晶が終了しており完全に均一な等軸晶組織となっていたのに対して、本実験の場合は残留 γ 相部分の再結晶が終了していなかったことが原因と考えられる。すなわち、焼なまし温度と同じ973Kでは再結晶していない残留 γ の部分が粒界すべりによる変形を阻害してしまうために十分に变形できず、引張試験中に再結晶が進行する、より高い温度で大きな伸びを示すことになったのであろう。当然、その場合、結晶粒径は初期よりも粗大化すると考えられ、そのために大きな伸びの得られるひずみ速度範囲も狭くなったと考えられる。

4. 結言

SUS316Lに液体窒素温度での深冷圧延と焼なまし実験、高温引張試験を行い以下の知見を得た。

- (1) 深冷加工すると γ 相が加工誘起変態してマルテンサイトを生成する。
- (2) 90%の深冷圧延では γ 相が残留する。
- (3) 973K \times 1hの焼なましで α' 相は大部分 γ 相に逆変態する。ただしその焼なまし条件では再結晶は終了しない。
- (4) 973K \times 1h焼なましをしたものは1023Kで $1.8 \sim 3.2 \times 10^{-4}$ /sの引張試験条件でひずみ速度感受性指数 (m 値) が0.30となり、伸びも約300%以上となる。

文 献

- 1) N.E.Paton and C.H.Hamilton: Superplastic Forming of Structural Alloys, The Metallurgical Society of AIME, San Diego, (1982), 241.
- 2) Y.Torisaka, T.Suzuki, Y.Watanabe and M.Miyagawa: *Tetsu-to-Hagané*, **75** (1989), 1193.
- 3) H.Tomimura, S.Tanimoto, S.Takaki and Y.Tokunaga: *Tetsu-to-Hagané*, **72** (1986), S505.
- 4) M.Katoh and Y.Torisaka: *Tetsu-to-Hagané*, **80** (1994), 249.
- 5) M.Katoh and Y.Torisaka: *Tetsu-to-Hagané*, **84** (1998), 127.
- 6) M.Katoh and Y.Torisaka: *Tetsu-to-Hagané*, **89** (2003), 1041.
- 7) M.Katoh and Y.Torisaka: *Tetsu-to-Hagané*, **91** (2005), 694.
- 8) M.Katoh and Y.Torisaka: *J. Mech. Eng. Lab.*, **45** (1991), 55.