

討13

準安定オーステナイト系ステンレス鋼の塑性誘起変態と γ 相の加工硬化

川崎製鉄 技術研究所

成谷 哲

1. 緒言

準安定オーステナイト系ステンレス鋼の機械的性質は塑性変形中に誘起されるマルテンサイト（以下 α' と略す）によって大きな影響を受けるが、従来の研究ではその寄与の機構は必ずしも明確にされていない。Ludwigsonらは、⁽¹⁾オーステナイト相（以下 γ 相と略す）の加工硬化、 α' 変態量およびその強度を因子として、変形応力と歪の関係を定式化し、種々の材料について得られた応力—歪曲線とのcurve fittingを行なっているが、具体的な変形機構については言及していない。彼らの方法は、2相混合組織合金の変形を解析する際にしばしば用いられる歪一定モデルを、変形に伴って第2相（ α' ）の体積率が変化する準安定オーステナイト系ステンレス鋼の場合に応用したものである。一般にこの種の取扱いにおいては、混合相各相の応力状態は各単相材を単独に変形した場合の応力—歪曲線で近似できると仮定され、それらの単純な合成で説明することが試みられている。しかし、準安定オーステナイト系ステンレス鋼の変形においては、 α 相は γ 相のすべり帯の交叉点に分散して形成されることが知られており⁽²⁾、またその α' には変態歪を緩和するために多数の転位が導入され硬質なものとなっていることを考慮すると、上記の仮定の妥当性は必ずしも明らかでない。本研究では、材料のオーステナイト安定度および変形温度を変えることにより、誘起される α' 量を種々に制御しながら引張り変形を行ない、X線ライン・ブロードニングの測定によって γ 相中の転位密度を求め、これと α' 発生量および変形応力との対応関係を検討した。X線回折プロファイルを利用する方法は種々の問題点を含んでいるが、2相組織中の1相のみについて、かなり高い転位密度を含む場合にも定量的にその密度が得られるという利点がある。

2. 実験方法

表1に供試材の化学組成、粒径およびオーステナイト安定度（Md.₃₀で表示）を示す。これらは真空

表1. 供試材の化学組成 (wt%)、粒径およびMd.₃₀

	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo	Cu	N	Grain Dia. μ	Md. ₃₀ °C
R304UD	0.118	0.47	1.03	0.02	0.01	7.22	14.17	0.55	1.95	0.0168	29.6	+6.3
SUS301	0.145	0.51	1.01	0.003	0.005	7.20	16.99	—	—	0.0197	20.9	+30.7

高周波炉による溶製鋼塊から得た冷延焼鈍板（板厚0.7 または0.8mm）である。両者はオーステナイト安定度が異なっている。上記材料から圧延方向に平行に板厚×20×150mmの短冊型引張り試験片を切り出した。引張り試験はSUS301については室温、大気中で、またR304UDについては室温、大気中の他に、誘起される α' 量を変化させる目的で23°Cの水中で、さらに γ 単相の変形挙動を調べるために95°Cの水中でも行なった。歪速度は $8.3 \times 10^{-3} / \text{sec}$ である。破断までの試験の他に約10、15、20、30、45、55%の歪まで変形後除荷した試料を作製し、X線回折による α' の定量およびライン・ブロードニングの測定に供した。所定の歪まで変形したのち、除荷した試料から板厚×幅×25mmの試験片を得、エメリー紙研磨および電解研磨を行なってからX線回折の測定に供した。測定はMo特性X線を用い、Zrフィルター、receiving slit 3/4度、divergence slit 3/4度の条件で行なった。ブロードニングの測定は多くは γ 相、一部は α' 相について行なったが、回折面によってはピークの重なりを生じ、またK β 線の除去が不完全なことに起因する重畳もあるため、 γ 相については111, 222, 220, 440 α' 相については110, 220, 211, 422の回折線を対象とした。K α_1 、K α_2 の分離は2 θ 法により電算機処理した。標準試料として、 γ 相については各々の焼鈍材、 α' 相については純鉄粉末のプレス焼結材を用いた。

3. 実験結果

図1(a)、(b)にR 304 UDおよびSUS 301の応力—歪曲線と α' の体積率の変化を示した。R 304 UDの変形挙動は試験温度および雰囲気によって変わり、とくに真歪0.15~0.20以後の変形応力に顕著な差が現われ、この傾向は歪の増加とともに著しくなる。またこの傾向は変形中に誘起される α' 量の変化とよく対応しており、真歪0.15以降に活発となる α' の誘起量が多いほど、変形応力は高くなっている。一方オーステナイト安定度の低いSUS 301では α' の発生は変形初期から活発で、加工硬化率は真歪0.10以後急激に増加する。

X線ライン・ブロードニングは一般に結晶中の微視的歪と干渉性有効回折範囲の大きさに起因するが、ここでは回折線強度をGauss型函数と仮定し、変形材の回折線プロファイルから得られた積分半価幅を次式により解析した。⁽⁴⁾

$$(\beta \cos \theta / \lambda)^2 = (1/\bar{\eta})^2 + (4\bar{\epsilon})^2 (\sin \theta / \lambda)^2 \quad (1)$$

$$\beta = \beta_e - \beta_o \quad (2)$$

ただし β_e, β_o : 変形材と標準試料の積分半価幅

β : 真の積分半価幅

λ, θ : X線の波長とブラッグ角

$\bar{\epsilon}, \bar{\eta}$: effective strainとeffective domain size

図2にR 304 UD室温、大気中引張り材の γ 相についての解析結果を示す。直線の勾配および切片から(1)式を用いて、 $\bar{\epsilon}, \bar{\eta}$ が求められる。SUS 301の結果を含めて $\bar{\epsilon}, \bar{\eta}$ を歪に対して図示したのが図3である。 $\bar{\eta}$ は変形が進むにつれて減少し、一方 $\bar{\epsilon}$ は増加する。 α' 量の多いSUS 301はR 304 UDに比べ、 $\bar{\eta}$ が小さく、 $\bar{\epsilon}$ が大きい傾向にある。また結晶方位依存性も見られ、とくに $\bar{\epsilon}$ は220—440で求められる値の方が111—222に比べて大きな値となっている。また図4にR 304 UDの23°Cおよび95°C水中変形材の結果を示す。

93°Cでの γ 単相の変形の場合に比較して、多量の α' が誘起される23°C変形材の方が $\bar{\eta}$ が小さく、 $\bar{\epsilon}$ は大きい。

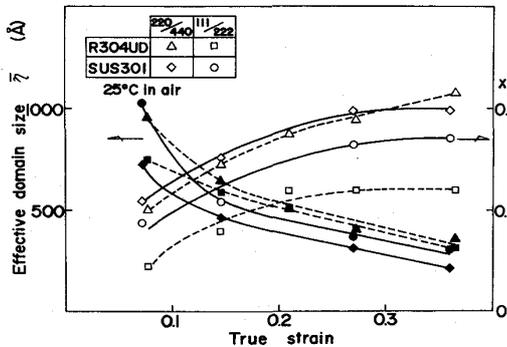
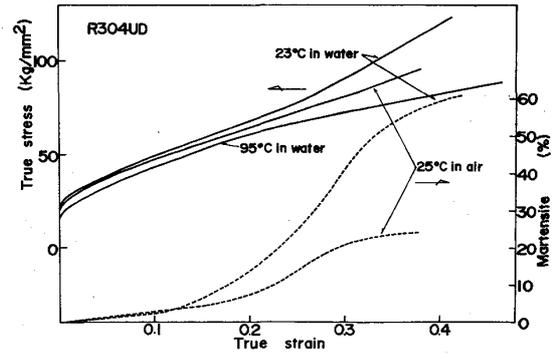
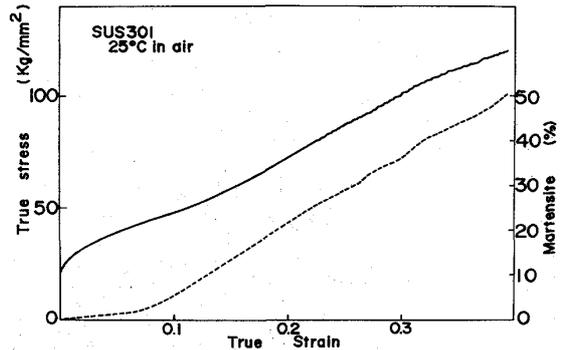


図3. 変形に伴う $\bar{\eta}$ と $\bar{\epsilon}$ の変化(室温、大気中変形材)



(a)



(b)

図1. 供試材の応力—歪曲線と α' 体積率の変化、(a)R304UD、(b)SUS301.

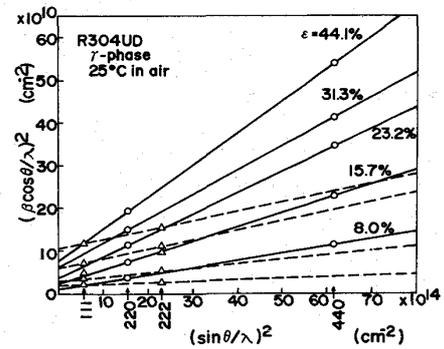


図2. R 304 U室温、大気中変形材のライン・ブロードニングの解析(γ 相)

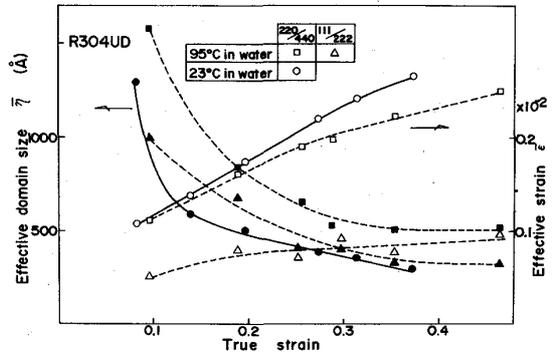


図4. 変形に伴う $\bar{\eta}$ と $\bar{\epsilon}$ の変化(R 304 U Dの23°Cおよび93°C水中変形材)

4. 検討

Williamson らは⁶⁾ 変形した金属のX線ライン・ブロードニング測定から求められる $\bar{\epsilon}$ および $\bar{\eta}$ と転位密度を結びつける関係式を導いた。

$$\rho = (\bar{\epsilon} / \bar{\eta}) \sqrt{9EA / 2E_{disl}} \quad (3)$$

ただし E : ヤング率 A : 定数 (= $\pi / 2$)

E_{disl} : 転位の歪エネルギー

(2)式を用いることによって、図3、4で求められた $\bar{\epsilon}$ 、 $\bar{\eta}$ を転位密度に変換することができる。R 304UD 室温、大気中変形材について、実験結果から求まる転位密度に比例する量 $\bar{\epsilon} / \bar{\eta}$ の平方根と変形応力を Bailey - Hirsch の関係に従って図示したのが図5である。回折線の系列の相違によって別の直線となるが、それぞれについて非常によい直線性を示し、かつ両直線とも縦軸との切片の応力は 14kg/mm² に一致する。この値は応力-歪曲線で変形初期の直線からずれ始める応力 16.5kg/mm² に近い値となっている。次に $\bar{\epsilon} / \bar{\eta}$ から転位密度への変換を試みる。供試材のヤング率に関するデータがないので、18Cr-12Ni鋼について菊地が求めたヤング率の値を用いる。⁶⁾ その結果によれば、E₁₁₀ および E₁₁₁ はそれぞれ 21.0×10^5 、 32.0×10^5 kg/cm² と与えられる。さらに転位の歪エネルギーとして、らせんおよび刃状転位の平均値 1.74×10^{-4} erg/cm、A = $\pi / 2$ を使って転位密度を計算した。得られた結果を図6に示す。図中 R 304UD の95°C水中の γ 単相変形材については、変形応力から降伏応力を差し引いて転位の内部応力による寄与分のみを示した。変形応力 σ_f (kg/mm²) と転位密度 ρ (cm⁻²) の平方根の関係は直線で近似することができ、最小2乗法により両者の関係を求めると、R 304UD の95°C水中変形材について

$$\sigma_f = 12.2 + 1.12 \mu b \sqrt{\rho} \quad (4)$$

また室温、大気中および23°C水中の変形材については

$$\sigma_f = 14.2 + 1.09 \mu b \sqrt{\rho} \quad (5)$$

と表わすことができる。ここで μ は剛性率、 b はバークス・ベクトルである。以上の結果は、 γ 単相で変形する場合に限らず、変形中に α' が誘起される場合においても変形応力は γ 相中の転位密度と密接に関係づけられることを示している。すなわち、(4)、(5)式における ρ の係数がほぼ等しいことを考慮すると、 α' が誘起される場合に高い変形応力を示すのは、 γ 相中の転位密度が単相変形に比して著しく増加することに対応していると言える。(4)、(5)式を、

Taylor因子を用いて剪断応力になおすと ρ の係数は0.36となるが、種々の材料について得られている Bailey - Hirsch の関係式と比較してこの値は妥当な値である。また、図5で回折線の系列によって異なる直線が得られたが、これを転位密度になおすと同一の直線で示されることからこれはヤング率に方位依存性 (E₁₁₁ = 1.52E₁₁₀) があることに起因していたことがわかる。図7は R 304UD について、変形

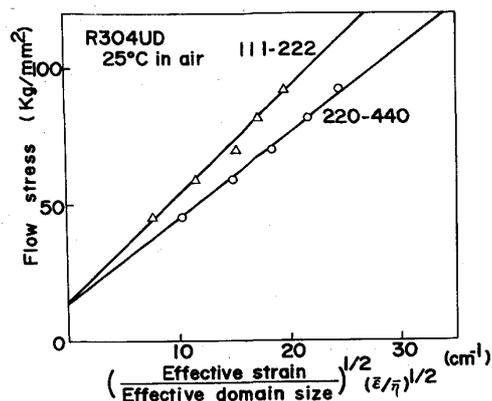


図5 $\sqrt{\bar{\epsilon} / \bar{\eta}}$ と変形応力との関係 (R 304UD 室温、大気中変形材)

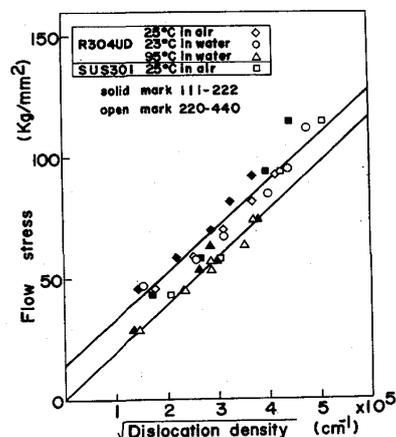


図6 転位密度の平方根と変形応力の関係

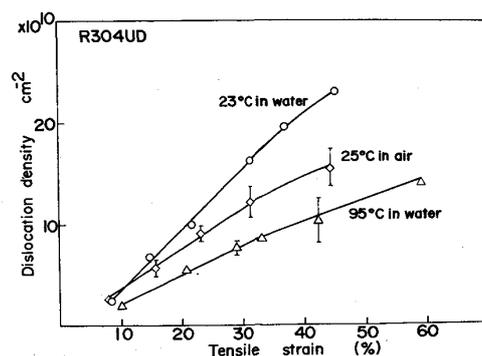


図7 転位密度と引張り歪の関係に対する変形条件の影響 (R 304UD)

条件の相違により変形中の γ 相の転位密度がどのように変化するかを示した。 α' の発生が顕著になる真歪0.15~0.20以降、誘起される α' 量によって転位密度が著しく異なってくるのがわかる。このことはこの種の2相合金の変形の場合、とくに軟質相の加工硬化は、硬質相の存在によって大きな変化を受けることを考慮する必要があることを示唆している。

次に α' 相の変形挙動を調べるために、77Kで14%引張り変形し α' を体積率で91%誘起させたのち、室温、大気中で変形した場合の応力-歪曲線を図8に示す。全伸び5%で破断するが降伏応力は87kg/mm²、引張り強さは182kg/mm²と非常に高いレベルにあることがわかる。また多量に α' が誘起された試料を用いて、 α' のライン・ブロードニングを測定した結果を図9に示す。測定した方向のヤング率はすべて等しく、測定点はすべてほぼ同一の直線で結ばれる。 γ 相の場合と同様の解析により $\bar{\epsilon} = 1.34 \times 10^{-2}$ 、 $\bar{\eta} = 216 \text{ \AA}$ 、また転位密度として $1.9 \times 10^{12} \text{ cm}^{-2}$ という値が得られた。上記の引張り試験の結果と合わせて考えると、 α' 相中には変態に際し、多数の転位が導入されており、その変形応力は γ 相に比して非常に高いと言える。

またライン・ブロードニングには、転位他に積層欠陥の存在による寄与が含まれている可能性があるが、R 304 UDの γ 相のstacking fault probabilityを200,220回折線のシフトから検討した結果、0.004以下と低い値であり、その影響はあまり大きくないと予想された。

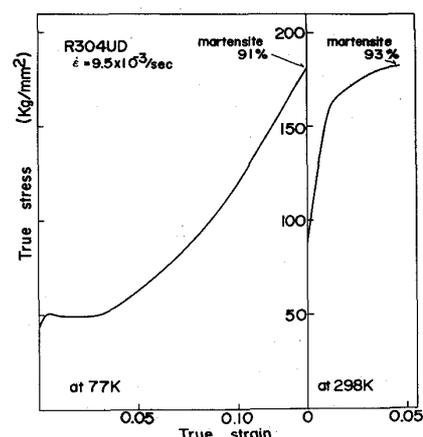


図8 α' 相の応力-歪曲線 (R304UD)

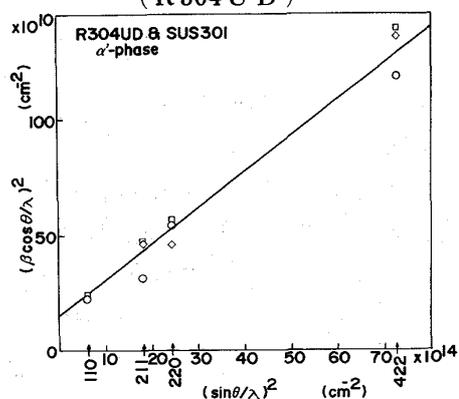


図9 α' 相のライン・ブロードニングの解析 (R304UD, SUS301)

5. 結言

準安定オーステナイト系ステンレス鋼の塑性変形挙動に対する変形誘起 α' の影響について調べ以下の結果を得た。

- (1) 引張り変形に際し、 γ 相の転位密度は誘起される α' 量の増加とともに著しく増加する。またその変形応力は、 α' が誘起される場合においても γ 相の転位密度と密接に関係づけられる。
- (2) α 相には変態に際して高密度の転位が蓄積され、その変形応力は非常に高い。
- (3) 以上のことから、 α' は γ 相中の転位のすべりに対する障害物として働き、また γ 相との歪の不均一の塑性緩和の必要から γ 相の転位密度を増加させ、そのことを介して変形応力の増加に寄与する効果が大きいと結論された。また変形モデルとしては応力一定モデルに近いと言える。

参考文献

- 1) D.C.Ludwigson and J.A.Berger: JISI, 207(1969), 63.
- 2) G.B.Olson and M.Cohen: Met. Trans., 6 A(1975), 791.
- 3) 福良二郎, 藤原晴夫: 材料, 16 (1967), 46.
- 4) B.E.Warren and J.Biscoe: J. Amer. Ceram. Soc., 21 (1938), 49.
- 5) G.K.Williamson and R.E.Smallman: Phil. Mag., 1 (1956), 34.
- 6) 菊地紀雄: 日本金属学会誌, 35 (1971), 518.