

## 論 文

UDC 669.14.018.8 : 669.15'24'26-194.56 : 669.112.227.34 : 621.785.797

# 18Cr-8Ni ステンレス鋼のマルテンサイト変態、 塑性挙動におよぼすNiおよび結晶粒寸法の影響\*

藤 倉 正 国\*\*・加 藤 哲 男\*\*\*

Effects of Ni Content and Grain Size on the Martensitic Transformation and Deformation Behavior in 18Cr-8Ni Stainless Steels

Masakuni FUJIKURA and Tetsuo KATŌ

## Synopsis:

The effects of Ni content and grain size on the athermal and deformation-induced martensitic transformations in 18-8 austenitic stainless steels have been examined. Furthermore, their deformation characteristics, especially 0.2% proof stress (0.2PS) and flow stress at sub-zero temperatures have also been examined in terms of austenite stability. The results are as follow:

(1) Ms and Md temperatures are depressed with increasing Ni content. Ms temperatures of commercial alloys are about 130K lower than those of high-purity alloys with low interstitials. The effect of grain size on Md is larger than that of Ms.

(2) The amount of athermal martensite formed at 77°K is analysed according to Magee's equation. There seems a good agreement between observed and calculated values when grain size is 115μ. In case of smaller grain size with 36 μ, however, calculated values are larger than observed ones. This disagreement may comes from the differences of Ms and the nucleation frequency at Ms.

(3) The content of deformation-induced α' and ε' martensite depends on Ni content and tensile temperature.

(4) The change of transformation mode from γ→ε'→α' to γ→α' is observed with increasing Ni content and tensile temperature, which can be understood in terms of stacking fault energy and chemical driving force ( $\Delta G_{\gamma \rightarrow \alpha'}$ ).

(5) Inverse dependence on temperature of 0.2% proof stress (0.2PS) does not occur in this study. The temperature dependence of 0.2PS of untransformed stable austenite is about 2.7 times larger than that of 0.2PS of unstable austenite in which martensitic transformation intervenes before yielding of austenite.

(6) The flow stress of unstable austenite e.g. 18Cr-9Ni alloys at 93K does not follow the simple law of mixture of austenite and martensite.

## 1. 緒 言

炭素鋼をはじめとした各種低合金鋼では、冷却マルテンサイトの体積率  $f$  は Ms 点と焼入れ温度  $T_q$  の関数として(1)式が成り立つことが実験的に確かめられている。

$$1 - f = \exp[-0.011(Ms - T_q)] \quad \dots \dots \dots (1)$$

したがつて、 $T_q$  が一定なら、鋼組成は Ms を通じてのみ  $f$  に影響をおよぼす。しかし、Brookら<sup>2)</sup>は Cr および Ni 量をそれぞれ 15.50%, 19.8% まで単独に変化せしめた場合、 $f$  はオーステナイト( $\gamma$ )とマルテンサイト( $\alpha'$ )の化学的自由エネルギー差  $\Delta G_{\gamma \rightarrow \alpha'}$  を温度で

微分した  $\partial \Delta G_{\gamma \rightarrow \alpha'}/dt$  (変態のエントロピー差) に比例し、その比例定数が化学組成やマルテンサイトの形態でことなると報告している。

一方、Cr, Ni を多量に含有する実用オーステナイト・ステンレス鋼について鋼組成と冷却マルテンサイト量との関係を系統的に調査した報告は少ない<sup>3)</sup>。したがつて本実験では 18Cr-8Ni 鋼の Ni 量を系統的に変化せしめ、Ms 点、Md 点におよぼす Ni の影響をしらべ、さらに -196°C に焼入れた場合の  $f$  と Ni 量との関係を MAGEE の理論式<sup>4)</sup>をもとに検討した。また、冷却マルテンサイト変態および加工誘起マルテンサイト変態におよ

\* 昭和 52 年 9 月 6 日受付 (Received Sep. 8, 1977)

\*\* 大同特殊鋼(株)中央研究所 (Central Research Laboratory, Daido Steel Co., Ltd., 2-30 Daido-cho Minami-ku Nagoya 457)

\*\*\* 大同特殊鋼(株)中央研究所 工博 (Central Research Laboratory, Daido Steel Co., Ltd.)

Table 1. Chemical compositions of materials used (wt %).

C	Si	Mn	Ni	Cr	N
0.05 ~0.06	1.0~1.3	0.9~1.3	Variable	17.8 ~18.3	0.019 ~0.032

P≤0.021, S≤0.017, Cu0.04/0.09, Mo≤0.10

ぼす結晶粒度の影響についても吟味した。本実験ではさらに、Ni および引張り温度を変えて、オーステナイトの安定性を連続的に変化せしめ単結晶でしらされている降状点の逆温度依存性<sup>5)6)</sup>の有無および塑性挙動とマルテンサイト変態との関係を実用鋼について調査した。

## 2. 実験方法

供試材は 15 kg 高周波誘導炉で溶製し、銅塊を 1200 °C に加熱して直径 15 mm の丸棒に鍛伸した。ついで、1000 °C に 30 min 保持後水冷した。この場合の結晶粒度は 36 μ であった。また、同様の溶解を行つて、JIS-G-5121 B 号試片（直径 30 mm × 280 mm）に鋳込み、押湯部を切断後、1100 °C に 9 h 保持後水冷し供試材とした。この場合の結晶粒度は 115 μ である。供試材の化学組成を Table 1 にしめす。

Ms および Md 点の測定、α' および ε' の定量は、光学顕微鏡による組織観察と X 線回折によつて行なつた<sup>21)</sup>。X 線回折は水冷式回転対陰極を備えた RU-100 PL ローターフレックスを用いて行ない (200)<sub>r</sub>, (200)<sub>α'</sub>, (10.1)<sub>ε'</sub> の回折線の積分強度からマルテンサイト量を計算した。また、一部、磁気天秤法も併用した。

引張試験片の寸法は、平行部 8 mm φ × 35 mm, 肩半径 15 mm である。試験機はインストロン型試験機を用い、ひずみ速度は 2.4 × 10<sup>-3</sup> s<sup>-1</sup>、試験温度の調整は、試験片を設置した密閉容器中に、自動流量調節計を用いて液体窒素を導入して行つた。とくに、0.2% 耐力の測定は 4 t フルスケール、チャートスピード 50 mm/min, クロスヘッドスピード 1 mm/min, (ひずみ速度 4.8 × 10<sup>-4</sup> s<sup>-1</sup>) で行なつた。

## 3. 実験結果および考察

### 3.1 冷却マテルンサイト変態挙動におよぼす Ni および結晶粒度の影響

Fig. 1 に Fe-18Cr-Ni 鋼の Ms 点と Ni 量との関係をしめた。高純材の Ms 点は文献データ<sup>7)~13)</sup>を整理しそれらの中心値を 1 点鎖線でしめた。Ms 点を下げる効果の大きい C, N 量はいずれも 0.01% 以下である。Si, Mn などの不純物元素も、いちじるしく少なく Ms 点にほとんど影響がない量である。実用鋼の Ms 点につ

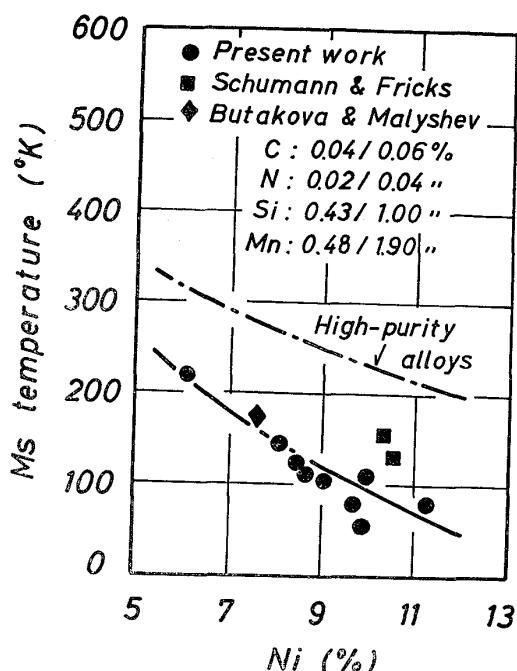


Fig. 1. Effect of Ni content on the Ms temperature of Fe-18Cr-Ni alloys, (the impurity levels are shown in the above figure and Ms temperature for high-purity alloys are mean value from previous works).

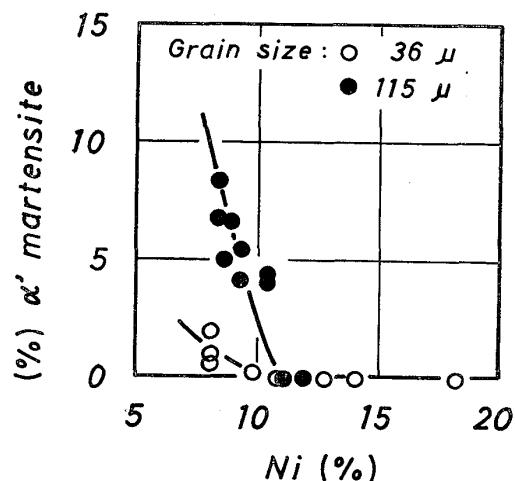


Fig. 2. Effect of Ni and austenite grain size on the martensite content after quenching to 77K of Fe-18Cr-Ni alloys.

いても文献データ<sup>3)4)</sup>を含めプロットした。不純物レベルは図中にしめた。いずれの場合も Ni 量が多いほど Ms 点は低下する。また、同一 Ni 量でも高純材の Ms 点が高いのは、主として、C, N 量が少ないと起因する。FIEDLER ら<sup>9)</sup>は 18Cr-8Ni ステンレス鋼で、C 量 0.01% 当り Ms 点が約 10°C 低下すると報告している。実用鋼の場合、Ni 量 10% 近辺での Ms 点がバラついているが、その原因は主として鋼組成の差のほか、Ms 点の測定誤差、後述する結晶粒度の差等に起因する

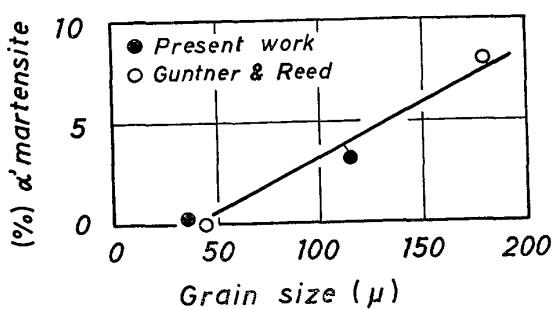


Fig. 3. Effect of austenite grain size on the martensite content after quenching to 77K of Fe-18Cr-9.7Ni alloy.

と考えられる。

Fig. 2 に Fe-18Cr-Ni 鋼を 77K (-196°C) に焼入れた場合の  $\alpha'$  マルテンサイト量と Ni 量、および結晶粒度の影響をしめした。Ni 量が 11%以下では同一 Ni 量でも粗粒鋼の方が  $\alpha'$  量が多いのは粗粒鋼の Ms 点が粗粒鋼の Ms 点にくらべ高いことが大きな原因であると考えられる。

Fig. 3 に Fe-18Cr-9.7Ni 鋼を 77K に焼入れた場合の  $\alpha'$  量と結晶粒度の関係を GUNTNER ら<sup>15)</sup>の測定結果とともにしめした。図は結晶粒が大きい程、冷却マルテンサイト  $\alpha'$  量がほど直線的に増加することをしめしている。

### 3.2 冷却マルテンサイト変態に関する考察

マルテンサイト変態のメカニズムや結晶学に関する研究は多いが<sup>16)</sup>、変態の Kinetics に関する報告は恒温マルテンサイト変態を中心としたものがほとんどであり<sup>17)</sup>とくにステンレス鋼の冷却マルテンサイト変態に関するものはきわめて少ない。

MAGEE<sup>4)</sup> はマルテンサイトの変態曲線の理論式として、次式を提案した。

$$1 - f = \exp[K\bar{V}(\partial \Delta G_{Vr}^{r \rightarrow \alpha'})/dt](Ms - T_q)] \dots (1)$$

$f$  : マルテンサイトの体積率

$\bar{V}$  : マルテンサイト葉の平均体積 ( $\text{cm}^3$ )

$T_q$  : 焼入れ温度 (K)

$\Delta G_{Vr}^{r \rightarrow \alpha'}$  : 単位体積当たりのオーステナイト ( $r$ ) とマルテンサイト ( $\alpha'$ ) の自由エネルギー差 ( $\text{cal}/\text{cm}^3$ )

$K$  : 定数 ( $\text{cal}^{-1}$ )

ただし  $K$  はマルテンサイトの数の増分  $dN$  が化学的駆動力の増分  $d$  ( $\Delta G_{Vr}^{r \rightarrow \alpha'}$ ) にのみ比例すると仮定し、 $dN = -Kd(\Delta G_{Vr}^{r \rightarrow \alpha'})$  が成立するとして定義された値である。

本研究では、実験でえられた Fe-18Cr-Ni 鋼のマルテンサイト変態曲線を(2)式に従つて解析した。その際、

(2)式中  $\bar{V}$  は、いわゆる Partitioning 効果<sup>18)</sup>、Auto-catalytic 効果を考慮すると、 $f$  に依存しない<sup>19)</sup>ことから第1近似として  $\bar{V}$  は  $f$  によらず一定とし、 $\bar{V}$  の値として PATI ら<sup>20)</sup>のデータの平均的な値である  $\bar{V} = 10^{-10} \text{ cm}^3$  を用いた。焼入れ温度 -196°C における  $\Delta G_{Vr}^{r \rightarrow \alpha'}$  の計算には最近の熱力学パラメーターを用い次式で計算した。

$$\Delta G_{Vr}^{r \rightarrow \alpha'} = (\sum \Delta G_i r \rightarrow \alpha' \cdot x_i + \sum_{ij} \Delta Q_{ij} r \rightarrow \alpha' \cdot x_i x_j) / v \dots (3)$$

ただし、

$\Delta G_i r \rightarrow \alpha'$  : Fe<sup>22)</sup>, Ni<sup>22)</sup>, Cr<sup>23)</sup> の fcc 相と bcc 相間の自由エネルギー差 (cal/mol)

$\Delta Q_{ij} r \rightarrow \alpha'$  : Fe-Cr, Fe-Ni, Cr-Ni 各 2 元合金の fcc 相と bcc 相間の相互作用パラメーターの差<sup>24)</sup> (cal/mol)

$x_i, x_j$  : 合金元素のモル分率

$v$  : 合金単位モル当りの体積 ( $\text{cm}^3/\text{mol}$ )

しかし、添加量が比較的少ない C, Si, Mn, N については Fe とこれらの各元素の 2 元合金の  $r$  相と  $\alpha'$  相での部分モル自由エネルギー差  $\Delta^{\circ}G_i r \rightarrow \alpha'$  ( $= \Delta G_i r \rightarrow \alpha' + \Delta Q_{Fei} r \rightarrow \alpha'$ ) を用いた<sup>25)</sup>。 $\Delta^{\circ}G_C r \rightarrow \alpha'$ ,  $\Delta^{\circ}G_N r \rightarrow \alpha'$  は和田<sup>26)</sup>の値、 $\Delta^{\circ}G_{Si} r \rightarrow \alpha'$  は FRIEDBERG ら<sup>27)</sup>の値、 $\Delta^{\circ}G_{Mn} r \rightarrow \alpha'$  は BREEDIS ら<sup>24)</sup>の値を用いた。

$K$  の値は、実測値がないので SCHUMANN ら<sup>3)</sup>が行なつた Fe-Cr-Ni 鋼のうち、化学組成が本実験の供試材に近く、かつ  $r \rightarrow \epsilon' \rightarrow \alpha'$  型の変態を行なう材料を 77K (-196°C) に焼入れた場合のマルテンサイト量  $f$  と Ms 点を用いて計算で求めた。 $K$  と Ms との関係を Fig. 4 にしめす。図は  $K$  と Ms の間に直線関係が存在し、Ms が高いほど  $K$  の値も増大する傾向をしめす。

$K$  は前述のようにマルテンサイト葉の数の増分が化学的駆動力の増分にのみ比例すると仮定した場合の定数で

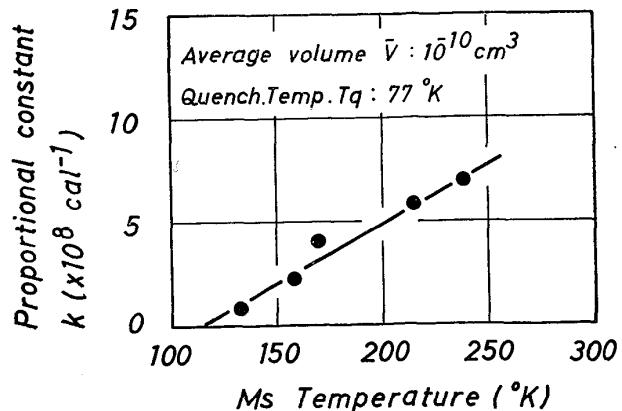


Fig. 4. The relationship between calculated proportional constant  $k$  and Ms temperature.

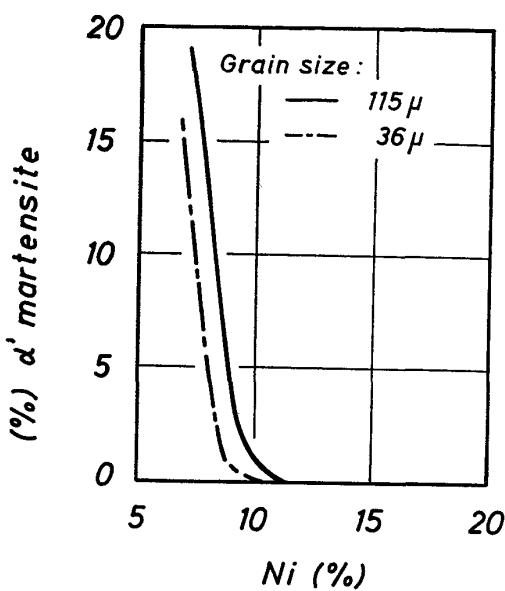


Fig. 5. Effect of grain size on the amount of martensite after quenching to 77K of Fe-18Cr-Ni alloys.

ある。しかし  $\gamma \rightarrow \epsilon' \rightarrow \alpha'$  型<sup>3)</sup>あるいは  $\gamma \rightarrow$ 積層欠陥 $\rightarrow \alpha'$  型の変態を行なうオーステナイトステンレス鋼の場合、積層欠陥（以下 SFE と略す）のマルテンサイト変態によぼす影響はきわめて重要であり、SFE はマルテンサイトの核生成位置として働き<sup>21)</sup>、その成長が変態を誘因するといわれている<sup>22)</sup>。MAGEE の式には積層欠陥エネルギー（以下 SFE と略す）が考慮されていない。著者が  $K$  の計算に用いた SCHUMANN ら<sup>3)</sup>の供試材の化学組成は Cr と Ni を同時に変化せしめており、SCHRAMM らが求めた Fe-Cr-Ni 合金の SFE に関する線形回帰式によると、Fig. 4 で Ms 点の高い材料ほど SFE が小さい。すなわち、マルテンサイト葉の増分は化学的駆動力の増分のみではなく、SFE にも依存する。したがつて、SFE の寄与が見かけ上 Magee の式の  $K$  に影響し、 $K$  は定数ではなく SFE にも依存するパラメーターであると考えられる。

Fig. 5 に上述のようにして求めた  $K$  の値を用いて Fe-18Cr-Ni 鋼を 77K (-196°C) に焼入れた場合の計算でえられた  $\alpha'$  量と Ni(%) との関係をしめす。計算に当つて、結晶粒が 36μ の場合の Ms 点は Fig. 1 の実用鋼の Ms 点と Ni 量との関係図から求めた。また Fig. 2 から、Ms 点が 77K となる Ni 量は 36μ の場合は 10.3%，115μ の場合は 10.9% であり、この Ni 量の差を Fig. 1 から Ms 点に換算すると 20K の差がある。従つて、結晶粒が 115μ の Ms 点は 36μ の細粒鋼にくらべ同一 Ni 量でも Ms 点が 20K 高いとしてマルテンサイト量  $f$  を計算した。以上のように  $\alpha'$  の生成に対す

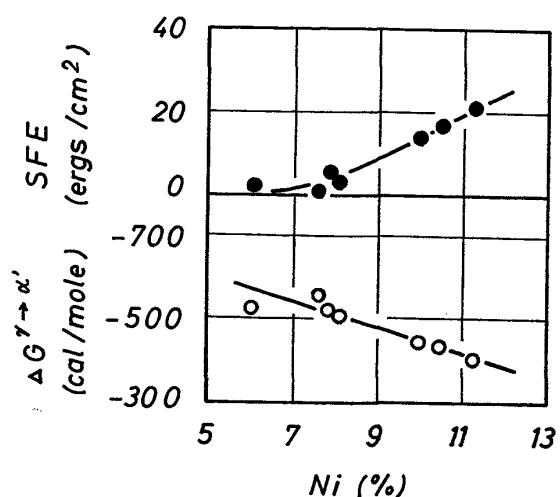


Fig. 6. Effect of Ni content on the SFE and  $\Delta G^{\gamma \rightarrow \alpha'}$  at Ms temperature of Fe-18Cr-Ni alloys.

る結晶粒度の影響は(2)式中の定数  $K$  すなわち  $\alpha'$  の核生成頻度や Ms 点を通じて影響するものと考えられる。このことは、結晶粒が大きいと SFE が小さくなること<sup>31)</sup>、Fe-24Ni-3Mn 鋼の恒温マルテンサイト変態の場合に結晶粒が大きい程、核生成速度が増大すること<sup>32)</sup>とともに対応していると考えられる。

Fig. 6 に Fe-18Cr-Ni 鋼の Ms 点での SFE と化学的駆動力  $\Delta G^{\gamma \rightarrow \alpha'}$  をしめした。極低温での SFE に関するデータは何ら発表されていないので次式<sup>33)</sup>から計算で求めた。

$$\text{SFE} = 2(8/\sqrt{3} \times 10^7 / a^2 N \times \Delta G^{\gamma \rightarrow \epsilon'} + \sigma + E^{\text{str}}) \quad \text{erg/cm}^2 \quad (4)$$

$a$  : オーステナイトの格子定数 ( $3.59 \times 10^{-8} \text{ cm}$ )

$N$  : アボガドロ数 ( $6 \times 10^{23} \text{ cal}^{-1}$ )

$\Delta G^{\gamma \rightarrow \epsilon'}$  :  $\gamma$  と  $\epsilon'$  相の自由エネルギー差 ( $\text{cal/mol}$ )

$\sigma$  :  $\gamma$  マトリックスと fault の間の界面エネルギー ( $\text{erg/cm}^2$ )

$E^{\text{str}}$  : 弹性ひずみエネルギー

SFE の温度依存性は、 $\gamma$  と  $\epsilon'$  のエントロピー差  $\Delta S^{\gamma \rightarrow \epsilon'}$  に起因し<sup>11)</sup>、 $\sigma$  はほとんど温度に依存せず Ni 量のみに依存すると考えられる<sup>33)</sup>。そこで  $\sigma$  の値は OLSON らが求めた 18Cr-12Ni および 18Cr-14Ni 鋼の結果から  $\sigma$  と Ni 量の間に直線関係が成立すると推定した。また  $E^{\text{str}}$  は Fe-Cr-Ni 系では高々 SFE の 0.1% と考えられており<sup>33)</sup>無視した。

Fig. 6 は Fe-18Cr-Ni 鋼の Ms 点での SFE が Ni 量の少ないほど、すなわち Ms 点が高いほど減少するこ

とをしめしている。 $\Delta G_{r \rightarrow \alpha}$  は逆に Ni 量が少ないほど、すなわち Ms 点が高いほど増大する。

Ni 量が少ないと SFE が小さいので有利な核生成位置としての SF や  $\epsilon'$  の生成頻度が増加すると考えられる。一方、 $\alpha'$  マルテンサイト変態の化学的駆動力が増加するので 1 つの核生成位置から 1 つの  $\alpha'$  マルテンサイトが生成する確率が増大する。したがつて、 $r \rightarrow \epsilon'$  (SF)  $\rightarrow \alpha'$  変態のポテンシャルが増大すると考えられる。

### 3.3 加工誘起マルテンサイト変態挙動

Fig. 7 は結晶粒  $36 \mu$  の鍛伸材に 5%, 20% の引張りひずみを与えた場合加工誘起マルテンサイトが生成しない下限の温度である Md 点と Ni 量の関係をしめしたものである。Md 点は、引張りひずみが大きいほど高温

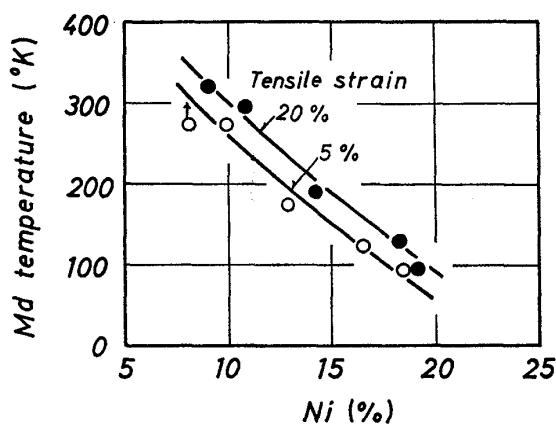


Fig. 7. Effect of Ni content on the Md temperature of Fe-18Cr-Ni alloys.

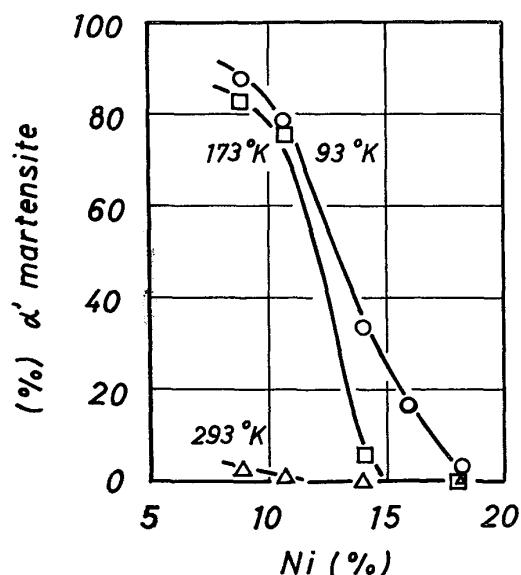


Fig. 8. Effect of Ni content and tensile temperature on the volume fraction of deformation-induced martensite of Fe-18Cr-Ni alloys after straining to 20%.

であり、またひずみ量 5%, 20% の場合とも Ni 量の増加に対してほぼ直線的に低下する。

Fig. 8 および Fig. 9 に、93K, 173K, 293K で 20% 引張った場合の加工誘起  $\alpha'$ ,  $\epsilon'$  マルテンサイトの生成量と Ni 量との関係をしめした。図は  $\alpha'$  マルテンサイトの生成量が高温ほど、また、Ni 量が多いほど減少することをしめしている。とくに、173K および 93K における Ni の影響は顕著である。一方、 $\epsilon'$  マルテンサイトの場合も高温ほどその生成量は少なく、293K の場合は  $\epsilon'$  の生成はみとめられない。しかし、Ni 量に対する  $\epsilon'$  マルテンサイト量の変化は  $\alpha'$  の場合とことなり 173K および 93K では Ni 量 11~12% で最大値をしめす。

Fig. 10 に引張りひずみ 20% の場合の Md 点にお

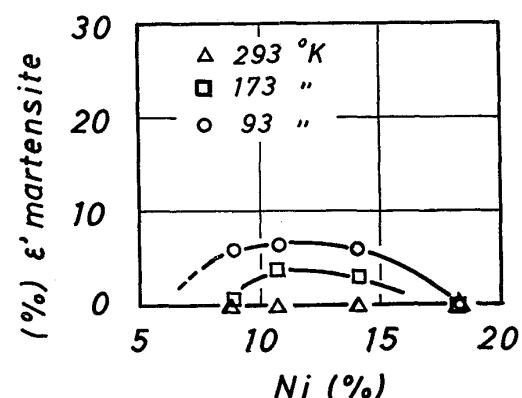


Fig. 9. Effect of Ni content on the volume fraction of deformation-induced  $\epsilon'$  martensite of Fe-18Cr-Ni alloys after tensile straining to 20% at 293, 173 and 93K.

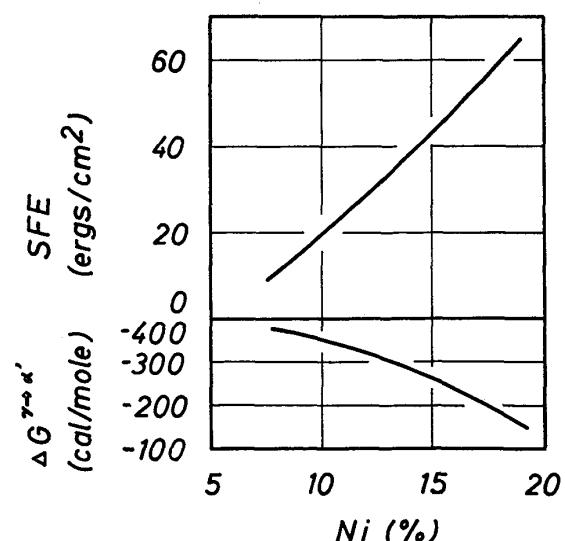


Fig. 10. Effect of Ni content on the SFE and  $\Delta G_{r \rightarrow \alpha'}$  at Md temperature of Fe-18Cr-Ni alloys, (Md temperature were obtained by tensile straining to 20%).

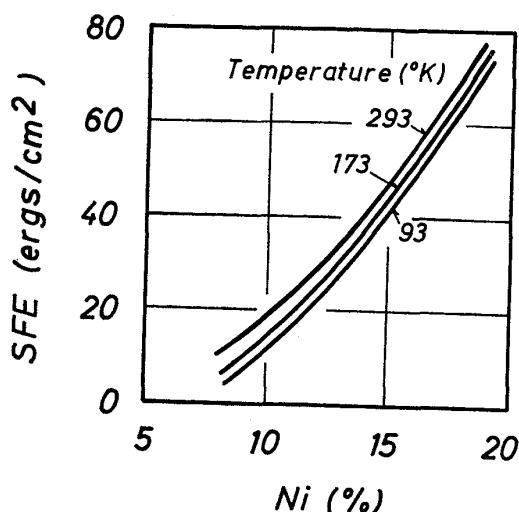


Fig. 11. Effect of Ni content and temperature on the stacking fault energy of Fe-18Cr-Ni alloys.

ける SFE および  $\Delta G_{\gamma \rightarrow \alpha'}$  と Ni 量の関係をしめした。図は SFE が Ni 量が多いほど増加し、化学的駆動力は逆に減少することをしめしている。Fig. 11 に SFE における温度および Ni の影響をしめした。SFE は高温ほど、Ni が多いほど増大する傾向をしめす。Fig. 9 で引張り温度が 173K の場合にみられるように、低 Ni 側で加工誘起  $\epsilon'$  マルテンサイト量が減少するのは、Fig. 11 にしめしたように低 Ni ほど SFE が小さいことと一見矛盾するように見える。この原因是次のように考えることができる。すなわち、Ni 量が 9% と少ない場合は Ms 点は Fig. 1 から約 120K である。したがつて、93K で引張ると Ms 点より低温であるため、93K に冷却することによって多数の SF が生じ、さらに  $\gamma \rightarrow \epsilon'$  変態も spontaneous に起こる。またこの温度で引張ると、fault の数はマクロなひずみに比例して<sup>34)</sup> 生じ変形の過程で SF が近接面上を伝播して  $\epsilon'$  が生成する<sup>35)</sup>。一方、 $\alpha'$  生成のための化学的駆動力は Fig. 10 にしめしたように Ni 量が少ないと増加する。すなわち、変態転位が伝播する応力は  $\Delta G_{\gamma \rightarrow \alpha'}$  の関数として表わされる<sup>36)</sup>。他方、塑性加工で導入された格子欠陥、とくに転位は  $\alpha'$  の成長を阻止する<sup>6)</sup>。しかし、作用応力のもとでは、Ni が少ないと塑性加工で多量に発生した、SF や  $\epsilon'$  がお互いに交叉する確率が増え、交叉時に発生する局所的な高応力の助けによって、一回の交叉で安定な  $\alpha'$  エンブリオが生成する頻度が増大する。したがつて、熱力学的にも不安定な  $\epsilon'$  は容易に  $\alpha'$  へと変態する。

Ni が多くなると、Ms 点の方が引張り温度より低いので、SF の生成頻度や化学的駆動力も小さく、 $\epsilon'$  や  $\alpha'$  の生成量も減少し変態様式は  $\gamma \rightarrow \epsilon' \rightarrow \alpha'$  型から、 $\gamma \rightarrow \alpha'$

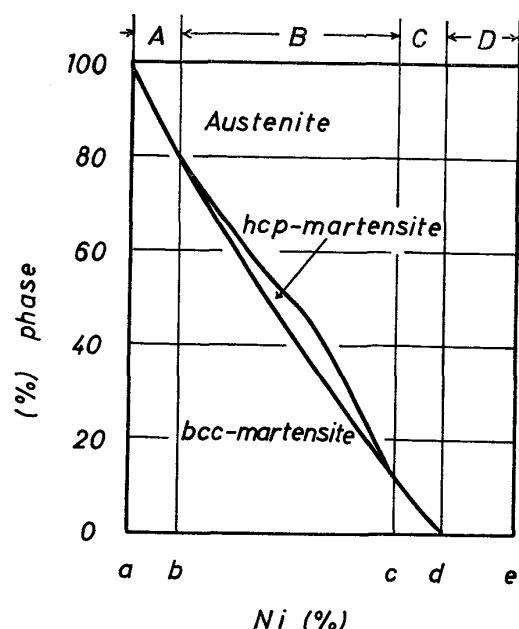


Fig. 12. Schematic diagram of phase components of Fe-18Cr-Ni alloys after tensile straining to 20%.

型へ移行する。

Fig. 12 は以上の結果をもとに、加工誘起  $\alpha'$  および  $\epsilon'$  量を Ni で整理した模式図である。Ni 量が  $a \sim b$  の領域 A は、オーステナイトがいちじるしく不安定な範囲で、Ni 量が本実験の範囲にくらべさらに少ない領域である。さらに Fig. 9 の  $\epsilon'$  量を 0% に外そうした場合には、 $Ms_{\alpha'}$  が室温以上でありかつ  $Ms_{\epsilon'}$  より高い例ええば TRIP 鋼<sup>37)</sup>に該当し、変態型式は、 $\gamma \rightarrow \alpha'$  型で  $\alpha'$  量がほぼ 100% にも達する。Ni 量が  $d$  より多い領域 D では加工誘起マルテンサイト変態が起らない安定オーステナイト域であり、本実験の 293K および 173K の高 Ni 側でみられる。Ni 量が  $c \sim d$  の間の領域 C では、 $\gamma \rightarrow SF \rightarrow \alpha'$  型の変態が起こる、 $(\gamma + \alpha')$  2 相領域である。なぜなら、 $\alpha'$  が、 $\gamma \rightarrow \epsilon' \rightarrow \alpha'$  変態によって起こると仮定すると、この Ni 領域では、 $\Delta G_{\alpha' \rightarrow \gamma}$  が比較的小さいので  $\epsilon' \rightarrow \alpha'$  変態のポテンシャルも小さくなり、 $\epsilon'$  のすべてが  $\alpha'$  に変態するとは考えられず、 $(\gamma + \alpha' + \epsilon')$  の 3 相が共存することになり実験事実に反する。すなわち、領域 C では、 $\gamma \rightarrow SF \rightarrow \alpha'$  型の変態が起こり、本実験の引張り温度が 293K の低 Ni 側、および、93K のもつとも Ni 量が多い場合に該当する。

Ni 量が  $b \sim c$  の領域 B では、 $(\gamma + \alpha' + \epsilon')$  3 相領域である。この領域では、Ni 量が少なくなるとともに SFE が減少して  $\gamma \rightarrow \epsilon'$  変態が進行する。しかし、 $\Delta G_{\alpha' \rightarrow \gamma}$  は逆に増加するため、塑性変形中に起こる局所的な応力集中によつて、 $\epsilon' \rightarrow \alpha'$  が優先する結果  $\alpha'$  の生成量がいち

るしく多くなつたものと考えられ、本実験の場合、ほとんどの合金にみられた  $\gamma \rightarrow \epsilon' \rightarrow \alpha'$  型の変態が起る領域である。Ni 量が  $b \sim c$  の領域で、とくに  $b, c$  に近いところでは、 $\alpha'$  は直接  $\gamma$  から生じるだけでなく  $\epsilon'$  を経由して生じ、 $\gamma \rightarrow \alpha'$  型と  $\gamma \rightarrow \epsilon' \rightarrow \alpha'$  型の 2 つの変態が共存するものと考えられる。

### 3.4 加工誘起マルテンサイト変態におよぼす結晶粒度の影響

加工誘起マルテンサイト変態挙動におよぼす結晶粒度の影響について詳細な検討はなされていない。しかし、ANGEL<sup>38)</sup>は 0.3 の引張り真ひずみを与えたとき、50% のマルテンサイトが生成する温度 ( $Md_{30}$ ) と鋼組成との間の線形回帰式を求めた。また、この  $Md_{30}$  は、結晶粒が粗くなると上昇すると報告されている<sup>39)</sup>。

Fig. 13 は Fe-18Cr-Ni 鋼を 93K で 5% 引張った場合の  $\alpha'$  の生成量と Ni 量との関係を、結晶粒 36  $\mu$ , 115  $\mu$  の場合について求めた結果である。図から  $Md$  点が 93K となる Ni 量は、結晶粒が 115  $\mu$  の場合は 14.1 %Ni, 36  $\mu$  の場合は 11.1 %Ni である。換言すれば、同一 Ni 量でも結晶粒が粗いと  $Md$  点が上昇することをしめし、Fig. 2, および Fig. 3 でのべた冷却マルテンサイト変態の場合と同様の傾向がみられる。また、 $Md$  点に対する結晶粒の影響は  $Ms$  点の場合にくらべ大きい。また、 $Md$  点以下の  $\alpha'$  量は同一 Ni 量では粗粒鋼の方が多い。この差は  $Md$  点の差が大きく寄与していると考えられるが、詳細は今後の研究に待たねばならない。

### 3.5 0.2% 耐力とマルテンサイト変態

Fig. 14 に、0.2% 耐力におよぼす Ni および引張り温度の影響をしめした。引張り温度 93K の場合は N

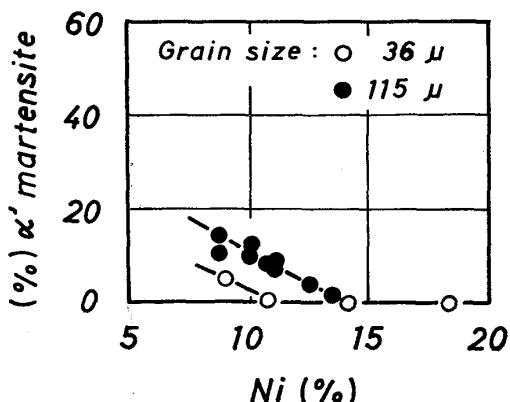


Fig. 13. Effect of Ni content and grain size on the volume fraction of deformation-induced martensite of Fe-18Cr-Ni alloys after tensile straining to 5% at 93K.

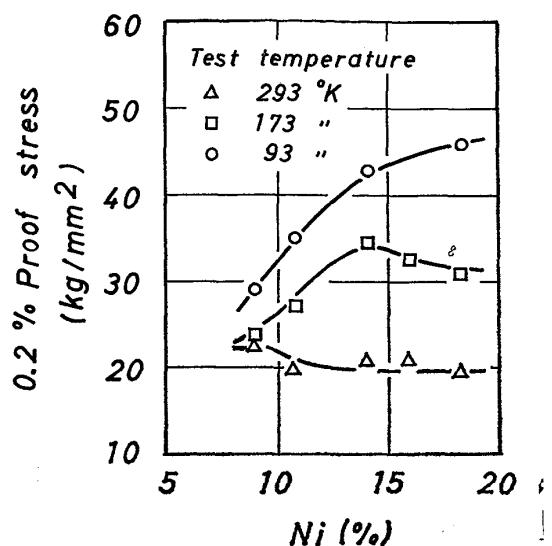


Fig. 14. Effect of Ni content and tensile temperature on the 0.2% proof stress of Fe-18Cr-Ni alloys.

の多いほど、0.2% 耐力は増加する。しかし、Ni 量が 14% を越えると増加の度合は低下する。173K では、Ni 量が約 14% でピークをしめし、さらに Ni 量を増えるとゆるやかに減少する。293K では、Ni 量が 9% から 11 にかけてゆるやかに減少し、さらに Ni 量を増えてもほとんど変化しない。また、0.2% 耐力は同一 Ni 量でも低温ほど大きい。

0.5% 引張って加工誘起マルテンサイトの生成傾向をしらべた結果引張り温度が 293K で Ni 量が 11~18.3 %, 温度 173K で Ni 量がピークより高 Ni 側の 16%, 18.3%, さらに 93K では Ni 量がもつとも多い 18.3% の場合は、マルテンサイトはみとめられなかつた。これらの条件以外の低 Ni, 低温側では、 $\gamma \rightarrow \epsilon' \rightarrow \alpha'$  型の変態が起り、0.3% 引張ると  $\alpha'$  と  $\epsilon'$  が存在することから、 $\gamma \rightarrow \epsilon'$  変態による負荷応力の低下がオーステナイトの降伏以前に介在する。オーステナイトの 0.2% 耐力  $\sigma_{0.2}^T$  がほぼ温度のみに依存するのに対しこの場合の 0.2% 耐力 ( $\sigma_{tr.}$ ) はオーステナイトの安定性すなわち、Ni 量および引張り温度に依存する。また、オーステナイトの 0.2% 耐力 ( $\sigma_{0.2}^T$ ) の温度依存性は  $\sigma_{tr.}$  のそれにくらべ大きい。

Fig. 15 は  $\sigma_{0.2}^T$  および  $\sigma_{tr.}$  が (5) 式にしたがうとして、0.2% 耐力を絶体温度 ( $T$ ) の逆数に対してプロットした結果である。

$$\sigma = A \dot{\varepsilon}^n \exp(Q/T) \quad \dots \dots \dots (5)$$

ただし、 $A$ ,  $n$ ,  $Q$ ,  $\dot{\varepsilon}$  は定数で、 $\dot{\varepsilon}$  すなわち、ひずみ速度は、本実験の場合  $4.8 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  である。図から  $\gamma$  の 0.2% 耐力の温度依存性  $Q_{0.2}^T$  は 118.3K であるのに対

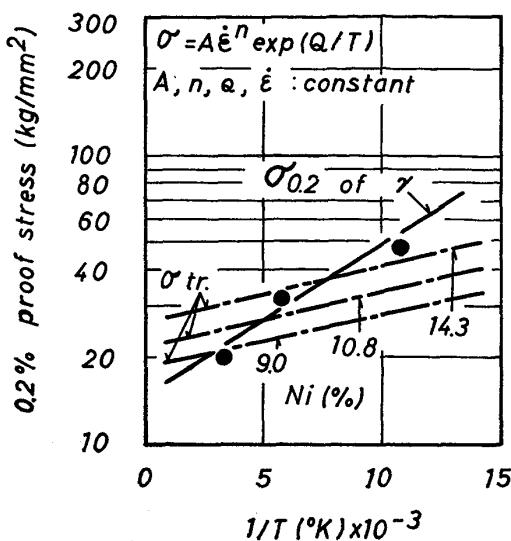


Fig. 15.  $\log \sigma_{0.2}$  vs.  $1/T$  plot of Fe-18Cr-Ni alloys, (strain rate  $\dot{\epsilon} = 4.8 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ).

し、 $\sigma_{tr}$ の $\sigma_{tr}$ に対する $Q_{tr}$ は43.6Kであり、Ni量にほとんど依存しない。 $Q_{0.2}$ と $Q_{tr}$ の差はオーステナイトの塑性変形時に働くすべり系と、 $\gamma \rightarrow \epsilon'$ 変態時に働くすべり系が異なるなど変形様式の差に起因するのであろう。SATOら<sup>41</sup>は  $Md^{\epsilon'}$ 点より上の温度で働くせん断系は  $\{111\}_r < 110\}_r$ 、それより下の温度では  $\{111\}_r < 112\}_r$ 系であることをしめた。

本実験の場合、Fig. 14にしめすように  $Ms$ 直上で引張った18Cr-9Ni鋼の場合でも単結晶でしられている降伏点の逆温度依存性<sup>5,6)</sup>はみとめられなかつた。この現象は $\gamma \rightarrow \alpha'$ 型の変態を行なうFe-30Ni単結晶ではみとめられていない<sup>5)</sup>ことから、 $\alpha'$ の生成に先立つ $\epsilon'$ 変態すなわち $\gamma \rightarrow \epsilon' \rightarrow \alpha'$ 型の変態を行なう単結晶に固有な現象であるのか、 $\gamma \rightarrow \epsilon' \rightarrow \alpha'$ 型の変態が起こる場合でもFe-15Cr-13Ni多結晶ではみとめられていない<sup>42)</sup>ことから単結晶固有の現象であるかは今後さらに研究を要する問題である。

いずれにせよ、 $\sigma_{0.2}$ および $\sigma_{tr}$ は温度に対して連続的に変化するので、とくに多結晶の場合、 $Md^{\epsilon'}$ 以下で $Md^{\epsilon'}$ に近い温度では Schmidt則にしたがつて、 $\gamma$ のすべり変形および $\gamma \rightarrow \epsilon'$ 変態のせん断変形が共存する結果、すべり糸が単結晶ほど明りような降伏点の逆温度依存性が現われないものと考えられる。

### 3.6 加工誘起マルテンサイト変態と塑性挙動

Fig. 16に不安定オーステナイト18Cr-9Ni鋼および安定オーステナイト18Cr-18Ni鋼を93Kで引張った場合の真応力-真ひずみ曲線および $\alpha'$ 量の生成傾向をしめた。真ひずみ0.16までは、安定オーステナイト鋼はほとんど $\gamma$ -相で、その流動応力は加工誘起マルテンサ

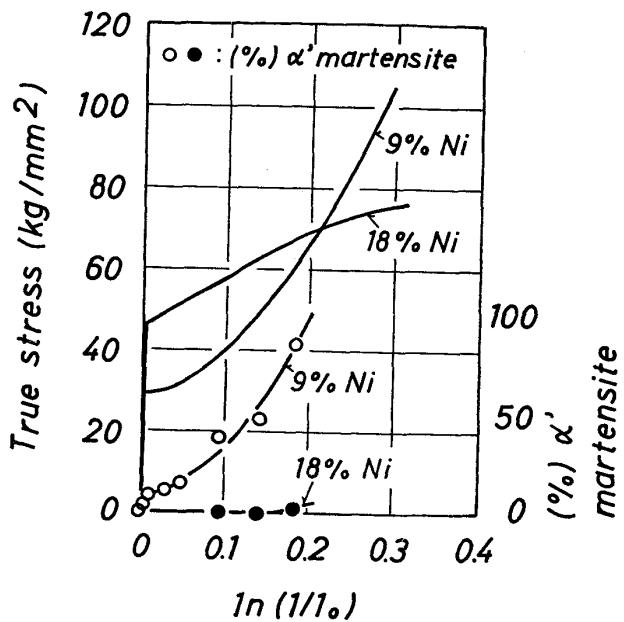


Fig. 16. Stress-strain curves and deformation-induced martensite by tensile strain at 93K of unstable Fe-18Cr-9Ni & stable Fe-18Cr-18Ni alloy.

イトが多量に発生する不安定オーステナイト鋼にくらべむしろ高い。すなわち、流動応力は降伏点にみられるよう<sup>43)</sup>單純な混合則は成立しない。

また、不安定オーステナイト鋼は降伏直後、真ひずみ0.04まではゆるやかな加工硬化をしめすが、さらにひずみが増えると急激に硬化する。一方、 $\alpha'$ の生成傾向はひずみ量0.05までは、parabolicに、ひずみが大きくなるとsigmoidalに増加していく。したがつて、不安定オーステナイト鋼の急激な加工硬化は $\alpha'$ の生成傾向と対応している。

SUZUKIら<sup>44</sup>は市販のSUS 304鋼(18.4Cr-9.1Ni)で調査した結果、2つの変形帯が交叉する位置で転位が集積し、その結果生じた内部応力が $\alpha'$ の生成を促ながら $\alpha'$ の生成に直接関連する、ある種のすべりを助長するので、 $\alpha'$ はただ単に硬化因子ではないと提案している。

したがつて、不安定オーステナイト鋼は安定オーステナイト鋼にくらべ0.2%耐力は低いが、変形の進行にともない、マルテンサイト量が急速に増加し、変態そのものに起因する。一種の応力緩和をともなうが、加工硬化がいちじるしいため、高ひずみ域での変形抵抗は安定オーステナイトのそれより大きくなる。

### 4. 結 言

18Cr-8Niステンレス鋼の冷却および加工誘起マルテンサイト変態挙動におよぼすNi量、粒寸法の影響、加工誘起マルテンサイト変態と塑性挙動を調査し、次の知

見を得た。

(1) Ms 点におよぼす Ni 量の影響を高純材、市販材について求めた。同一 Ni 量でも、市販材の Ms 点は高純材にくらべ約 30K 低い。

また、18Cr-10Ni 鋼を 77K に焼入れた場合のマルテンサイト量は結晶粒寸法に比例する。

(2) 粒寸法  $115\mu$ ,  $36\mu$  の材料を 77K に焼入れた場合のマルテンサイト量を MAGEE の式で計算し、実測値と対比した結果つきの知見を得た。

(2-1) 核生成頻度は Ms 点の高いほど、すなわち Ni 量が少ないほど大きい。

(2-2) 粒寸法  $115\mu$  の場合のマルテンサイト量は計算値と実測値がよく一致するが、 $36\mu$  の場合は計算値の方が多い。この差は Ms 点および核生成頻度の差に起因する。

(3) 引張りひずみを 5%, 20% 与えた場合の Md 点の差はひずみ量 20% の場合の方が約 35K 高い。また、調査した範囲の Ni 量で、Md 点は Ni 量とともにほぼ直線的に低下する。Ni の添加による Md 点の低下の度合いは Ms 点の場合のそれにほぼ等しい。また、Md 点に対する粒寸法の影響は Ms 点の場合にくらべ大きい。

(4) 加工誘起マルテンサイト変態様式は Ni 量が多くなると、また同一 Ni 量でも引張り温度が高くなると、 $\gamma \rightarrow \epsilon' \rightarrow \alpha'$  型から、 $\gamma \rightarrow \alpha'$  型へと変化する。この変化は積層欠陥エネルギーおよび化学的駆動力  $\Delta G_{\gamma \rightarrow \alpha'}$  に起因すると考えられる。

(5) 本実験の場合、すべり系が単純な単結晶でみられる 0.2% 耐力の逆温度依存性はみとめられなかつた。また、オーステナトイ上の 0.2% 耐力の温度依存性はマルテンサイト変態が介在する場合のそれにくらべ大きい。

(6) 不安定オーステナイト鋼の流動応力にはオーステナイトとマルテンサイトとの単純な混合則は成立しない。加工誘起  $\alpha'$  の量が 80% 生成するひずみにおいても不安定オーステナイト鋼の変形抵抗は安定オーステナイト鋼のそれにくらべ小さい。

本研究を遂行するにあたり、終始御指導、御鞭撻を賜つた大同特殊鋼(株)研究開発本部長藤原達雄博士、浅田千秋博士に深く感謝致します。また、本研究に協力いただいた中央研究所第 3 研究室の各位とくに石田清仁および、当社築地工場宗光彦の諸氏に感謝致します。

## 文 献

- 1) D. P. KOISTINEN and R. E. MARBURGER: Acta Met., 7(1959), p. 59
- 2) R. BROOK, A. R. ENTWISLE, and E. F. IBRAHIM: JISI, 195(1960), p. 292
- 3) H. SCHUMANN and H. J. FRICKS: Arch. Eisenhüttenw., 40(1969), p. 561
- 4) C. L. MAGEE: Phase Transformation, ed. by ASM, (1970), p. 115, [Chapman and Hall Ltd.]
- 5) J. F. BREEDIS and W. D. ROBERTSON: Acta Met., 11(1963), p. 547
- 6) 肥後矢吉, 森 勉, 中村正久: 鉄と鋼, 61 (1975), p. 2561
- 7) J. F. BREEDIS and W. D. ROBERTSON: Acta Met., 10(1962), p. 1077
- 8) J. DASH and H. M. OTTE: Acta Met., 11 (1963), p. 1169
- 9) H. C. FIEDLER, B. L. AVERBACH, and M. COHEN: Trans. ASM, 47(1955), p. 267
- 10) I. TAMURA and T. MAKI: Proceed. Int. Conf. on Towards Improved Ductility and Toughness" Kyoto, Japan, (1971), p. 185
- 11) F. LECROISEY and A. PINEAU: Met. Trans., 3 (1972), p. 387
- 12) J. F. BREEDIS: Acta Met., 13(1965), p. 239
- 13) 今井勇之進, 泉山昌夫: 日本金属学会誌, 27 (1963), p. 171
- 14) E. D. BUTAKOVA and K. A. MALYSHEV: Fiz. Metal. Metalloved., 33(1972), p. 353
- 15) C. J. GUNTNER and R. P. REED: Trans. ASM, 55(1962), p. 399
- 16) 西山善次: マルテンサイト変態(基本編), 丸善, (1971)
- 17) 荒木 透, 柴田浩司, 和田 仁: 鉄と鋼, 60 (1974), p. 258
- 18) J. FISHER: Trans. AIME, 197(1953), p. 918
- 19) D. G. McMURTRIE and C. L. MAGEE: Met. Trans., 1(1970), p. 3185
- 20) S. R. PATI and M. COHEN: Acta Met., 19 (1971), p. 1327
- 21) M. FUJIKURA, K. ISHIDA and K. TAKADA: Trans. ISIJ, 15(1975), p. 464
- 22) L. KAUFMAN and H. NESOR: Z. Metallk., 64 (1973), p. 249
- 23) L. KAUFMAN and H. BERNSTEIN: Computer Calculation of Phase Diagram, (1970), p. 185, [Academic Press.]
- 24) J. F. BREEDIS and L. KAUFMAN: Met. Trans., 2(1971), p. 2359
- 25) K. ISIDA and T. NISHIZAWA: Trans. JIM, 15 (1974), p. 217
- 26) 和田次康: 鉄と鋼, 54(1968), p. 1058
- 27) J. FRIEDBERG and M. HILLERT: Acta Met., 18 (1970), p. 1253
- 28) W. K. C. JONES and A. R. ENTWISLE: JISI, 209(1971), p. 739
- 29) T. SUZUKI and M. WUTTING: Met. Trans., 3 (1972), p. 1555
- 30) R. E. SCHRAMM and R. P. REED: Met. Trans., 6(1975), p. 1345

- 31) P. Y. VOLOSEVICH, V. N. GRIDNEV, and Y. N. PETROV: Fiz. Metal. Metalloved., 40(1975), p. 554
- 32) S. R. PATI and M. COHEN: Acta Met., 17 (1969), p. 189
- 33) G. B. OLSON and M. COHEN: Met. Trans., 7A (1976), p. 1897
- 34) J. PIQUERAS and R. LAGNEBORG: Mem. Sci. Rev. Met., 66(1969), p. 713
- 35) H. FUJITA and S. UEDA: Acta Met., 20(1972), p. 759
- 36) J. FRIEDEL: "Dislocations", Addison-Wesley, (1964), p. 189
- 37) D. FAHR: Met. Trans., 2(1971), p. 1883
- 39) T. ANGEL: JISI, 177(1954), p. 165
- 39) 野原清彦, 小野 寛, 大橋延夫: 鉄と鋼, 63 (1977), p. 772
- 40) 横堀武夫: 材料強度学, (1969), p. 72 [技報堂]
- 41) A. SATO, Y. SUNAGA, and T. MORI: Acta Met., 25(1977), p. 627
- 42) I. TAMURA, T. MAKI, and H. HATO: Trans. ISIJ, 10(1970), p. 163
- 43) T. KATO, S. FUKUI, M. FUJIKURA, and K. ISHIDA: Trans. ISIJ, 16(1976), p. 673
- 44) T. SUZUKI, H. KOJIMA, K. SUZUKI, T. HASHIMOTO, S. KOIKE, and M. ICHIHARA: Scripta Met., 10(1976), p. 353