

669.15'24-194.56: 669.15'24'26-194.56: 620.172.251.225: 548.53: 669.112

討30

Fe-Ni, Fe-Ni-C および Fe-Cr-Ni オーステナイト合金における
動的再結晶挙動とその組織変化について京都大学 大学院 後藤 裕規 (現新日鉄), 吉岡 剛
工学部 ○牧 正志, 田村 今男

1 緒言

熱間加工のような高ひずみ速度、高ひずみ変形の場合でもクリープ変形と類似の加工硬化過程と同時に動的復旧過程(動的回復または動的再結晶)がおこり、いわゆる定常状態変形がおこる。このような高温変形に関する研究は従来、主に非鉄金属、合金を中心に及ぼされてきた。しかし近年、鉄鋼材料においても制御圧延や熱間加工性の問題から、熱間加工時の変形挙動、組織変化に対する関心が高まり、とりわけオーステナイトの動的再結晶は強靱化の観点から注目されている。動的回復に関してはクリープと関連して実験データも豊富であり、理論的考察も進んでいるのに対し、動的再結晶は研究が少なく不明な点が多い。それゆえ、動的再結晶の本質を解明するためにはさらに多くの鋼種について調べ、基礎的なデータで蓄積し、これらを比較検討することが必要である。本研究は、従来あまり報告されていないオーステナイト系 Fe-Ni-(C) および Fe-Cr-Ni 合金において、動的再結晶のおこりうる試験条件を明らかにし両合金系を比較するとともに、動的再結晶の進行過程と動的再結晶粒の特徴を明らかにすることを目的としておこなった。

2 供試料および実験方法

表1 試料の化学組成 (wt%)

	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Fe
Fe-32Ni	0.005	<0.01	<0.01	0.003	0.003	32.42	—	bal
Fe-25Ni-0.4C	0.36	0.02	0.01	0.002	0.007	24.54	—	bal
Fe-19Cr-10Ni	0.005	0.03	0.02	0.006	0.005	10.13	18.79	bal

実験に用いた試料は高周波真空溶解により作製したもので、その化学組成を表1に示す。いずれも室温でオーステナイト単相である。供試材より丸棒試験片(平行部 10mm^2 , $3.5\text{mm}\phi$)を機械加工により作製し、溶体化処理としては主に 1200°C で1hr 真空中にて加熱後、油冷した。その結果、平均オーステナイト粒径として Fe-32Ni では 39μ , Fe-25Ni-0.4C では 302μ , Fe-19Cr-10Ni では 168μ が得られた。さらに一部の試料で初期粒径の影響を検討するため 1000°C で15min の溶体化処理をおこなった。高温変形はインストロコン型引張試験機により、 1000°C ~ 1200°C の温度範囲でひずみ速度 1.7×10^{-3} ~ $1.7 \times 10^{-1}/\text{sec}$ にておこなった。試験片の加熱は高周波加熱によりおこなわれ、試片の酸化をなるべく防止するために窒素ガス雰囲気中にて試験した。さらに高温変形時の組織変化を観察するために主として Fe-25Ni-0.4C 合金を用い、種々なひずみ量変形させたのち、変形後直ちに冷却水の噴射により急冷した試料において光顕微鏡観察をおこなった。

3 実験結果および考察

3-1 動的再結晶と応力-ひずみ曲線

3種類のオーステナイト系合金において種々の温度、ひずみ速度で高温引張試験したときに得られた真応力-真ひずみ曲線を図1に示す。すべての合金で適当な試験条件のときは、変形初期の加工硬化を伴う変形がある程度進んだのち軟化がおこり、その後ほぼ定常状態変形を示す真応力-真ひずみ曲線が得られた。このような応力ピークを示す特徴的な曲線は変形中に動的再結晶がおこるときに得ら

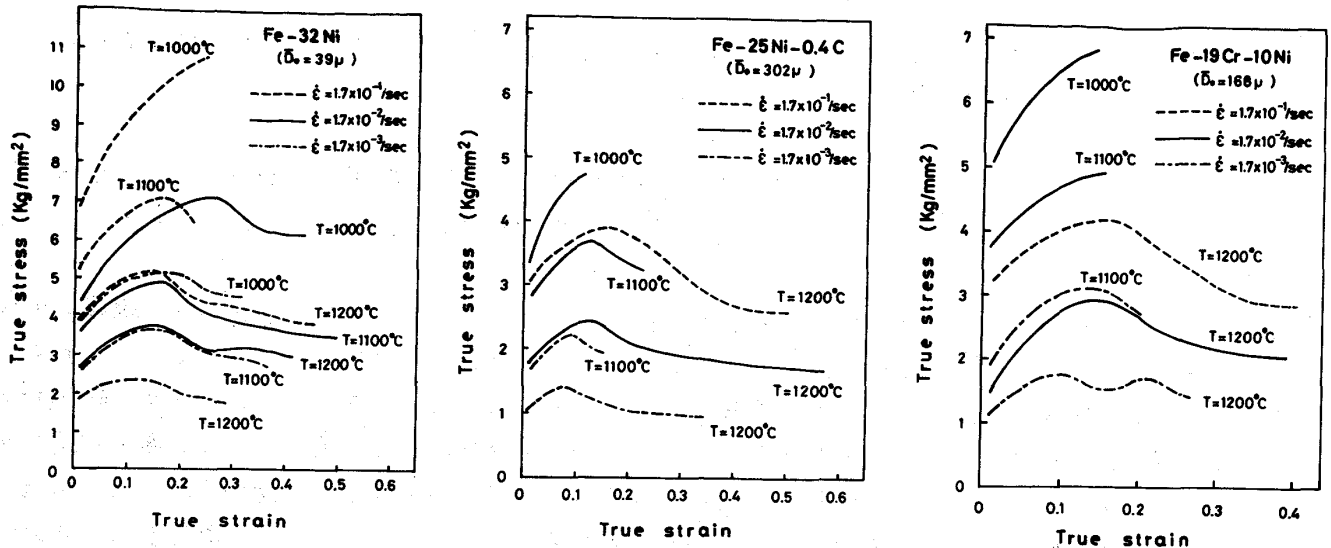


図 1 真応力-真ひずみ曲線

れることが知られている。¹⁾ このことは本研究においても組織観察によって確認された。いずれの合金においても、動的再結晶にともなう極大応力を示す場合は、一般に高温になるほど（ひずみ速度一定の場合）または低ひずみ速度になるほど（温度一定の場合）極大応力値は低下し、かつ極大応力に達するまでのひずみ量が小さくなる傾向を示しており、従来の報告^{2)~4)}と同じ傾向が得られた。

表 2 動的再結晶がおこる試験条件
(○印が動的再結晶が観察された場合)

Fe-32Ni

$\dot{\epsilon}$ (sec ⁻¹) \ T	1000°C	1100°C	1150°C	1200°C
$\bar{D}_0 = 39 \mu$ (1200°C x 1hr)				
1.7×10^{-1}	X	○	○	○
1.7×10^{-2}	○	○	○	○
1.7×10^{-3}	○	○	○	○

Fe-25Ni-0.4C

$\dot{\epsilon}$ (sec ⁻¹) \ T	1000°C	1100°C	1150°C	1200°C
$\bar{D}_0 = 302 \mu$ (1200°C x 1hr)				
1.7×10^{-1}	X	X	X	○
1.7×10^{-2}	X	○	○	○
1.7×10^{-3}	X	○	○	○
$\bar{D}_0 = 22 \mu$ (1000°C x 15min)				
1.7×10^{-1}	○			
1.7×10^{-2}	○			
1.7×10^{-3}	○			

Fe-19Cr-10Ni

$\dot{\epsilon}$ (sec ⁻¹) \ T	1000°C	1100°C	1150°C	1200°C
$\bar{D}_0 = 168 \mu$ (1200°C x 1hr)				
1.7×10^{-1}	X	X	X	○
1.7×10^{-2}	X	X	○	○
1.7×10^{-3}	X	○	○	○
$\bar{D}_0 = 45 \mu$ (1000°C x 15min)				
1.7×10^{-1}	X			
1.7×10^{-2}	X			
1.7×10^{-3}	X			

表 2 は本研究でおこなったすべての試験条件において、動的再結晶が観察されたかどうかをまとめたものである。表中○印は極大応力をもつ応力-ひずみ曲線に呈し、動的再結晶が出現した場合、X印は出現しなかった場合である。なお、この表には動的再結晶出現に対する初期粒径の影響を調べる目的で、Fe-25Ni-0.4C および Fe-19Cr-10Ni では細粒を得るために 1000°C 15min 溶体化した場合の結果も併せて示してある。

ただし、この場合は試験温度が溶体化温度より高くなるため結晶粒径が変化（粗大化）してしまい、初期粒径の影響を調べる意味がなくなるので、1000°C 以上の試験はおこなわれなかった。

この表から分かることは、(1) いずれの合金系においても適当な試験条件下では動的再結晶がおこる。従来、低炭素低合金鋼

の γ 域変形で動的再結晶がおこることはよく知られていた³⁾⁴⁾が、本研究のような高合金オーステナイトでも動的再結晶がおこることが明確になった。(2) いずれの合金においても、すでに報告があるように^{2)~4)}高温になる程あるいは低ひずみ速度になる程動的再結晶がおこり易くなる。(3) 動的再結晶のおこりやすさは初期粒径によって影響をうける。つまり、Fe-25Ni-0.4C で 1200°C 1hr 溶体化材 ($\bar{D}_0 = 302 \mu$) と 1000°C 15min 溶体化材 ($\bar{D}_0 = 22 \mu$) の 1000°C 試験と比較すると、粗粒の場合はいずれのひずみ速度においても動的再結晶がおこるのに対し、細粒材では明らかに極大応力を示す曲線に呈し動的再結晶が生じなかった。(4) Fe-Ni-C 系に比べて Fe-19Cr-10Ni は動的再結晶がおこりにくいようである。

る。3合金ではほぼ粒径が同じであるFe-32Ni(1200℃1hr材), Fe-25Ni-0.4C(1000℃15min材)およびFe-19Cr-10Ni(1000℃15min材)の1000℃試験と比較すると、Fe-Ni-(C)系ではいずれも動的再結晶が認められるのに対し、Fe-19Cr-10Niでは動的再結晶がおこっていない。従来からオーステナイトの積層欠陥エネルギー(SFE)の大小は動的再結晶の出現に大きな影響を及ぼす因子であると考えられているが、本研究に用いた合金のオーステナイトのSFEは他の文献から推測するとFe-19Cr-10Ni⁽⁵⁾で約13 erg/cm², Fe-32Ni⁽⁶⁾で約40 erg/cm²であり、SFEの低い前者の方が動的再結晶がおこり易いことが期待されるが、実際には逆であった。とゆえ、少なくとも本研究に用いたような高合金鋼においては動的再結晶に対してSFEよりも大きく作用する材料因子が存在するようである。

図2は動的再結晶がおこったときの極大応力 σ_M とZener-Hollomon因子 Z で整理したものである。いずれの合金においてもいわゆるべき乗数 $Z = \dot{\epsilon} \exp(Q/RT) = A \sigma_M^n$ が近似的に成立している。なお、図中に示した応力指数 n , 見かけの活性化エネルギー Q は本研究の実測値より決定したものである。中村ら⁽⁷⁾は動的再結晶がおこるときは $n > 6$ であると報告しているが、本研究では n が4.2~5.8でも動的再結晶がおこっている。また、 Q の値はFe-Ni-(C)系とFe-Cr-Niで大きく異なり、後者の方が大きい値を示すのが特徴である。

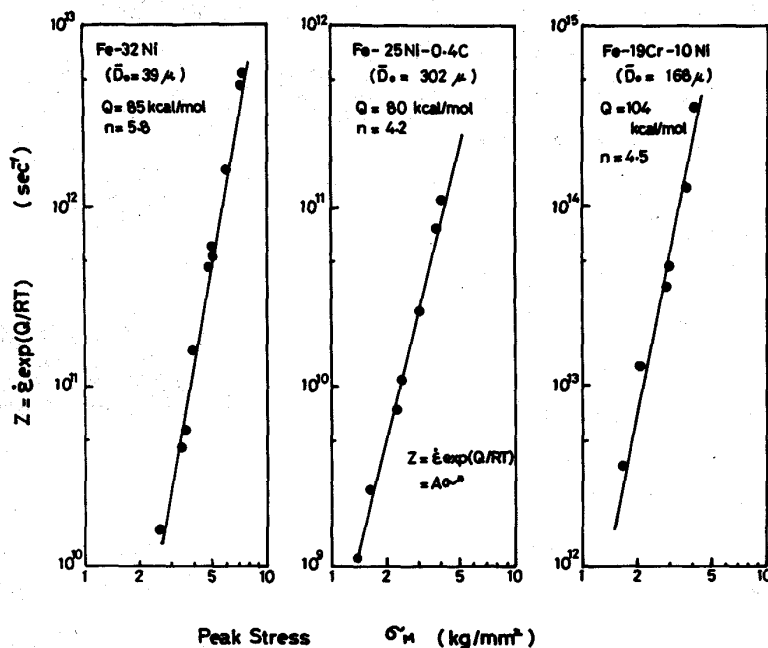


図2 動的再結晶による極大応力と Z の関係

3-2 動的再結晶過程の組織観察

変形中に動的再結晶がおこる場合の組織変化を主にFe-25Ni-0.4C合金を用いて詳細に調べた。観察された実験事実を、写真1に示した1200℃ 1.7×10^{-1} /secの試験条件で種々なひずみ量の変形を施したのち急冷した組織を用いながら要約すると次のようになる。(1)変形前のオーステナイト(写真1A)は粒界が平滑で直線的な等軸晶であり、比較的多くの焼鈍双晶が存在する。(2)極大応力に達する以前に動的再結晶粒の形成が開始する。作井ら⁽⁴⁾は動的再結晶開始のひずみ量(ϵ_c)は $\epsilon_c \approx 0.72 \epsilon_M$ (ϵ_M : 極大応力を示すひずみ量)であると報告している。本研究でも0.7 ϵ_M に対応する組織(写真1B)において矢印で示したように細かい動的再結晶粒が観察された。これらは元のオーステナイト粒界に優先的に生成する。さらに、この段階では元のオーステナイト粒界が矢印で示したように細かく不規則となり鋸歯状または凹凸状を呈するものが特徴である。また、元のオーステナイト粒が隣接する粒を浸食し、粒界が大きく張出したようになる場合もしばしば観察される。(3)極大応力後、定常状態に達するまでひずみでは(写真1C), さらに動的再結晶粒の数が増すが、一部に粗大な元のオーステナイト粒が存在している。動的再結晶粒は、粒界が不規則で凹凸状を呈するものが特徴である。(4)定常状態変形に達すると(写真1D)全体が動的再結晶粒によっておさかわる。動的再結晶粒からなる組織は粒界が非常に不規則なこと及び著しい混雑であることが特徴であり、引張方向へ結晶粒は伸びている。さらに動的再結晶粒内にはほとんど焼鈍双晶が観察されたりも特徴である。(5)定常状態に達したときの動的再結晶粒の平均粒径 $\bar{D}$ はひずみ速度がはやくなるほど小さくなる。本研究の場合、平均初期粒

径 302μ が、 1200°C $1.7 \times 10^{-1}/\text{sec}$ 試験で $\bar{D} = 45\mu$ (写真 1d)、 $1.7 \times 10^{-2}/\text{sec}$ 試験で $\bar{D} = 200\mu$ 、 $1.7 \times 10^{-3}/\text{sec}$ 試験で $\bar{D} = 360\mu$ であった。つまり、 10^{-1} 、 $10^{-2}/\text{sec}$ の場合は最終的に動的再結晶により微細化し、 $10^{-3}/\text{sec}$ 試験では粗大化した。(6) ひずみ速度が変化しても上述の(2)へ(4)の組織学的特徴はほとんど同じである。ただし、ひずみ速度が小さくなると(2)(3)に対応する段階での動的再結晶粒の数が減少する傾向がみられた。なお、動的再結晶時の組織観察に際しては、作井⁴⁾によって低炭素鋼の域変形での報告があり、上述の傾向の大部分はすでに彼等によって指摘されていることではあるが、本研究によってより明らかに再確認された。

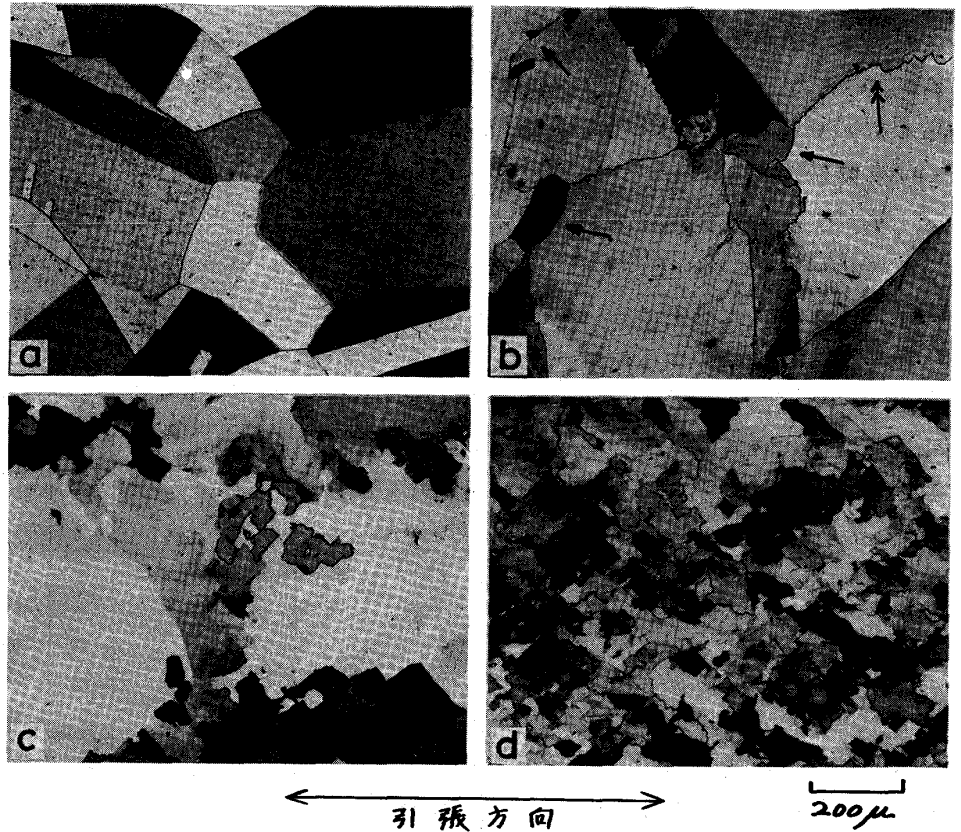


写真 1 Fe-25Ni-0.4C 合金の変形にともなう組織変化

1200°C 1m 溶体化材、試験条件: 1200°C $1.7 \times 10^{-1}/\text{sec}$

(a) $\epsilon = 0$ (変形前) (b) $\epsilon = 0.11$ (極大応力前)

(c) $\epsilon = 0.28$ (極大応力後) (d) $\epsilon = 0.50$ (定常状態)

腐食液: 3.5% $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$ 水溶液

3-3 高温変形後の等温保持による組織変化

種々のひずみ量の変形のうち、その温度で等温保持することにより組織がどう変化するかについて Fe-25Ni-0.4C を用い主に 1200°C 試験で調べた。極大応力直後に変形を停止し(写真 1c に示すように部分的に動的再結晶粒が生成している状態)その温度で等温保持すると、2 sec 保持では新しく細かい粒が多数形成され静的再結晶がおこることが観察された。しかし、定常状態まで変形しすべてが動的再結晶粒によって置きかわった場合には、短時間保持しても組織は変形直後とほとんど変化が無く不規則な粒のままであり、新たに形成されたと思われる細粒の増加は認められなかった。5 sec 保持になると粒界が直線的になり出し、やや粗大化する。燐化双晶も認められるようになる。このように、動的再結晶粒はその後の等温保持によっても静的再結晶がおこりにくいことが明らかとなった。

文献 (1) たとえば、酒井: 日本金属学会会報 17 (1978) 195. (2) M. J. Luton and C. M. Sellars: Acta Met. 17 (1969) 1033. (3) 中村、植木: 材料 23 (1974) 182. (4) 作井、酒井: 鉄と鋼 63 (1977) 285. 作井、酒井、武石: 鉄と鋼 62 (1976) 856. (5) J. F. Breedis: Trans. AIME 230 (1964) 1583. (6) W. Charnock and J. Nutting: Met. Sci. J., 1 (1967) 123. (7) Y. Ohkura, T. Nakamura and S. Sakui: Trans. ISI J 12 (1972) 207