

論 文

 δ/γ 二相ステンレス鋼における超塑性
変形機構

前 原 泰 裕*

Superplastic Deformation Mechanism of δ/γ Duplex Stainless Steels

Yasuhiro MAEHARA

Synopsis:

Superplasticity of δ/γ duplex stainless steels has been studied in relation to the microstructural change during deformation in order to elucidate the role of the second phase particles. In the case of deformation in the δ/γ duplex phase region, local strain concentration within the δ -ferrite matrix due to dispersion of relatively hard γ particles and the subsequent recrystallization occur repeatedly. When the alloys containing high Cr and Mo are deformed at temperatures around 900°C, σ phase particles precipitate via eutectoid decomposition of δ -ferrite into new γ and σ phases, and the γ/σ duplex phase structure forms. The dynamic recrystallization of γ phase matrix occurs locally and intermittently, and extremely large superplasticity is also obtained. Prior cold work largely accelerates these processes, and leads equiaxed δ/γ or γ/σ duplex structure in the early stage of deformation. The superplasticity in both cases can be obtained by delicate balance between the local strain hardening and the subsequent recrystallization, and thus the flow stress exhibits large strain rate dependence. This model also explains granular appearance of the fracture surface as a coalescence of microvoids induced by the individual hard phase particles. In order to obtain large superplasticity, the microstructure should consist of hard particles embeded within a soft matrix and the amount of hard particles should be at least greater than 10% in the case of σ in γ/σ duplex structure. The structure with hard phase matrix within which the soft second phase particles disperse does not exhibit superplasticity.

Key words : superplasticity ; duplex stainless steel ; microstructure change ; dynamic recrystallization ; σ phase precipitation ; strain hardening.

1. 緒 言

微細粒超塑性は恒温変形によつて超塑性を示すものであり、今までに多くの合金系でこの性質を示すことが報告されている^{1)~12)}。微細粒超塑性合金にはいくつかの共通点があり、一般に超塑性変形条件下において流動応力が大きな歪み速度依存性を示し微細な等軸組織が維持される^{3)~12)}。またそのほとんどが二相合金である点にも注目せねばならない³⁾⁸⁾¹⁰⁾。二相合金における第二相の役割については、従来前処理時あるいは変形中の微細組織を維持するのに必要であると考えられてきた³⁾⁸⁾¹⁰⁾がその詳細は明らかではない。

δ/γ 二相ステンレス鋼の超塑性については HAYDEN らの報告¹³⁾ 以来いくつかの報告がなされている^{14)~16)}。最近著者らは特に変形中の組織変化に着目して研究を行い¹⁵⁾¹⁶⁾、(i) 同じ化学組成の鋼でも前組織の調整によ

つて超塑性伸びは大きく影響を受け、 δ -フェライトを粗大化させないで γ 相を微細分散することによつてより優れた超塑性が得られること、(ii) Cr や Mo 含有量の高い材料の 1000°C 以下の低温域での変形中には $\delta \rightarrow \gamma + \sigma$ の共析反応が起こり^{17)~19)} 早期に γ/σ の二相状態に至つた後も超塑性変形が持続すること、(iii) 変形中には δ 中の γ あるいは γ 中の σ といった硬い第二相によつて母相中に局所的な加工硬化と再結晶(動的再結晶)が起こりそのバランスによつて超塑性が得られることおよび(iv) 上記(i)~(iii)を加速するには変形前の冷間加工が有効であることを報告してきた。

この再結晶メカニズムによれば、超塑性を実現するには必ず相対的に軟らかい相が母相とならなければならず、局所的な加工硬化を引き起こす第二相の量は単に母相の粒成長を抑制するよりもはるかに多く必要と考えられる。しかしそれらの影響についての報告例は従来見当

昭和 61 年 10 月本会講演大会にて発表 Trans. Iron Steel Inst. Jpn., 27 (1987) 9 に掲載 昭和 61 年 12 月 4 日受付 (Received Dec. 4, 1986)

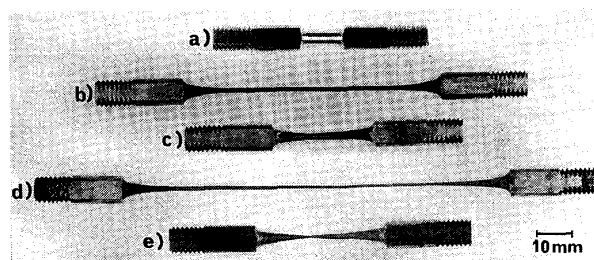
* 住友金属工業(株)総合技術研究所 工博 (Technical Research Laboratories, Sumitomo Metal Industries, Ltd., 1-3 Nishinagahondori Amagasaki 660)

たらない。本研究の目的は二相ステンレス鋼の超塑性におよぼす δ/γ 比の影響および γ 中に分散する飽和 σ 量の影響を明らかにし、上記再結晶メカニズムの妥当性を確認することにある。

2. 実 験

供試材の化学成分を Table 1 に示す。S1 と S2 は変形中に σ 相の析出が起こる可能性のないものおよび D1 と D2 は特に低歪み速度変形中に σ 相の析出が容易に起こるものである^{17)~19)}。また通常の溶体化条件である 1050°C で比較すると S1 と D1 では δ -フェライト量が多く、逆に S2 と D2 鋼では γ の方が多い化学組成となっている。実験室の高周波炉で溶解して得た 50 kg 鋳塊を熱間鍛造と熱間圧延によつて厚さ 12 mm の鋼板とした。一部については、 γ 量の少ない S1, D1 鋼においてもまだ γ 相が少量残存し、 δ -フェライトマトリックスの粒成長があまり起こらない温度である 1250°C で 30 min の溶体化処理を施し水冷した。溶体化材の一部についてはさらに厚さ 6 mm まで冷間圧延した。これらより平行部の直径 4 mm、長さ 8 mm、肩部曲率半径 2 mm の丸棒引張試験片を採取した。

これらをねじ式引張試験機に取り付けた炉中で約 1°C s⁻¹ の昇温速度で 800~1100°C の所定の温度に加熱、5 min の均熱化保持の後 10⁻⁴~10⁻¹ s⁻¹ の所定の初期歪み速度 ($\dot{\epsilon}$) で破断まで、一部については変形中の組織変化を調べるため所定の量まで等温変形した。これらの試験は破面の酸化を防ぐ目的で流動 Ar ガス雰囲気中で行い、試験終了後は組織変化を防止するためガス流動を



a) Undeformed b) Steel S1 deformed at 950°C at $\dot{\epsilon} = 2.08 \times 10^{-3}$ s⁻¹ (725% elongation) c) S2 deformed at 900°C at $\dot{\epsilon} = 2.08 \times 10^{-3}$ s⁻¹ (193%) d) D1 deformed at 950°C at $\dot{\epsilon} = 2.08 \times 10^{-3}$ s⁻¹ (1178%) e) D2 deformed at 900°C at $\dot{\epsilon} = 1.04 \times 10^{-2}$ s⁻¹ (284%)

Photo. 1. Examples of fractured superplastic tensile specimens which were priorly cold-rolled.

Table 1. Chemical composition of the materials used (wt%).

Steel	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo	Cu	W	N
S1	0.015	1.69	3.22	0.005	0.002	4.06	18.52	—	1.18	—	0.0094
S2	0.015	1.73	3.42	0.005	0.002	3.96	18.77	—	1.20	—	0.0928
D1	0.017	0.48	0.85	0.025	0.001	6.82	24.66	2.79	0.46	0.28	0.143
D2	0.005	3.22	0.79	0.003	0.001	10.52	22.85	—	—	—	0.0912

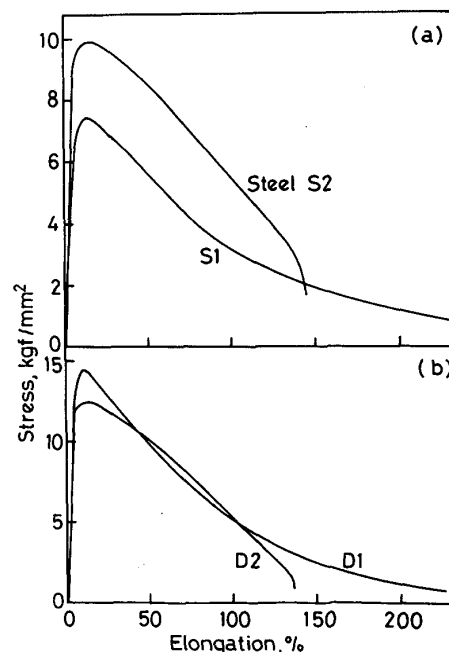
増加して 500°C まで約 5°C s⁻¹ で冷却した。これらの試料について光学顕微鏡と走査型電子顕微鏡 (SEM) および透過型電子顕微鏡 (TEM) によつて組織と破壊形態を観察した。

また鋼種による σ 相析出挙動を比較するため、上述と同様の前処理を施した鋼板より試験材を切り出し、900°C に保持した塩浴炉中に所定の時間浸漬後水冷し X 線回折法^{17)~19)} によつて σ 量を定量するとともに光学顕微鏡と TEM によつて組織を観察した。

3. 実験結果

3.1 引張性質

超塑性伸びを示して破断した試験片の例を Photo. 1 に示す。S1, D1 鋼の超塑性伸びは大きく最大伸びはそれぞれ 700% 以上あるいは 2000% 以上にも達した。両鋼では超塑性を示す歪み速度と温度の範囲も広いが、S2 と D2 鋼の超塑性伸びは 100~300% 程度と小さかった。Fig. 1 には応力-歪み曲線の例を示す。今回調べたいずれの変形条件下においても応力はいつたん極大を



(a) Steels S1 and S2 deformed at 950°C at $\dot{\epsilon} = 1.04 \times 10^{-2}$ s⁻¹
(b) Steels D1 and D2 deformed at 900°C at $\dot{\epsilon} = 4.16 \times 10^{-3}$ s⁻¹

Fig. 1. Stress-elongation curves of the cold-rolled specimens.

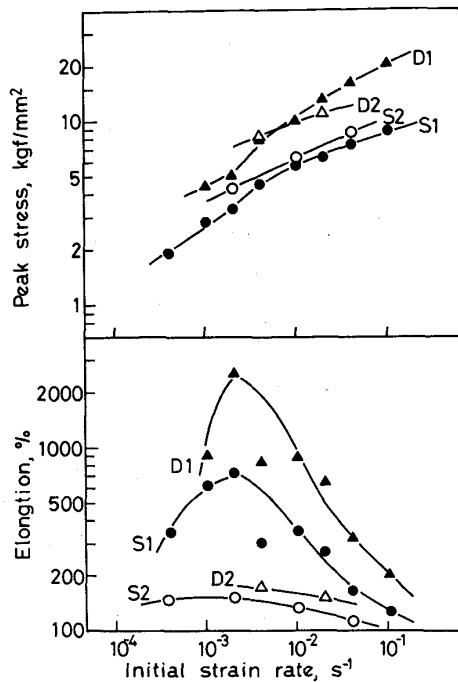


Fig. 2. Variation of tensile properties with initial strain rate in various steels; the specimens prior cold-rolled and deformed at 950°C.

示した後減少する傾向を示した。極大応力は S2 よりも S1 鋼, D2 よりも D1 鋼の方が小さい。また S1, D1 鋼では応力は破断まで徐々に低下しているが, S2, D2 鋼では一定の変化を与えた後に局部断面収縮に対応する急激な強度低下が認められ, 早期に破断に至っている。

Fig. 2 には 950°C における冷間加工材の引張性質と初期歪み速度 ($\dot{\epsilon}$) との関係を示す。D1 鋼の伸びは $\dot{\epsilon} \cong 2 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ で極大を示し, 2500% 以上にも達している。また S1 鋼でも同様な $\dot{\epsilon}$ 域で大きな超塑性伸びが得られ, 700% 以上となっている。これらに対し D2, S2 両鋼の伸びは全体に小さく, また最大伸びが得られる $\dot{\epsilon}$ も低 $\dot{\epsilon}$ 側へ移行する傾向が見られる。また $\dot{\epsilon}$ の変化に対する強度の変化は D1, S1 鋼で最大伸びの得られる $\dot{\epsilon}$ の領域で大きくなっており, その勾配すなわち m 値の極大と伸びのそれとがほぼ対応していることがわかる。S2, D2 鋼では全 $\dot{\epsilon}$ 領域にわたってその勾配は小さい。また S1, S2 鋼に比し D1, D2 鋼の強度が高くなっているのも注目される。これは変形中に $\delta \rightarrow \gamma + \sigma$ の共析反応が起こり δ よりも硬い γ 相が増加し, さらに σ 相の分散による効果によるものである²⁰⁾。

Fig. 3 には D1, D2 鋼を $\dot{\epsilon} = 2.08 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ で変形したときの引張性質の温度変化と前処理条件の影響を示す。D1 鋼では溶体化材の伸びは小さいものの熱間圧延材では最大 700% 近くと大きくなり, さらに冷間圧延

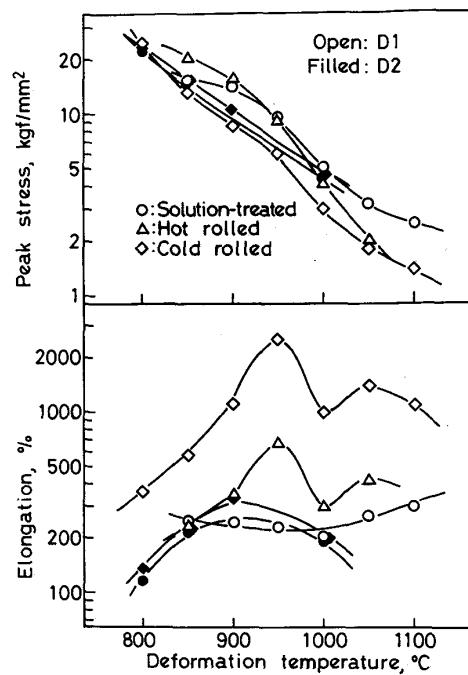


Fig. 3. Variation of tensile properties with deformation temperature and its effect of the prior treatment; steels D1 and D2 specimens deformed at $\dot{\epsilon} = 2.08 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$.

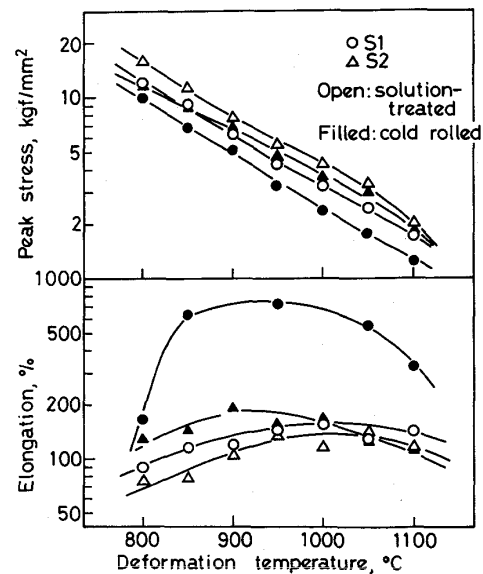
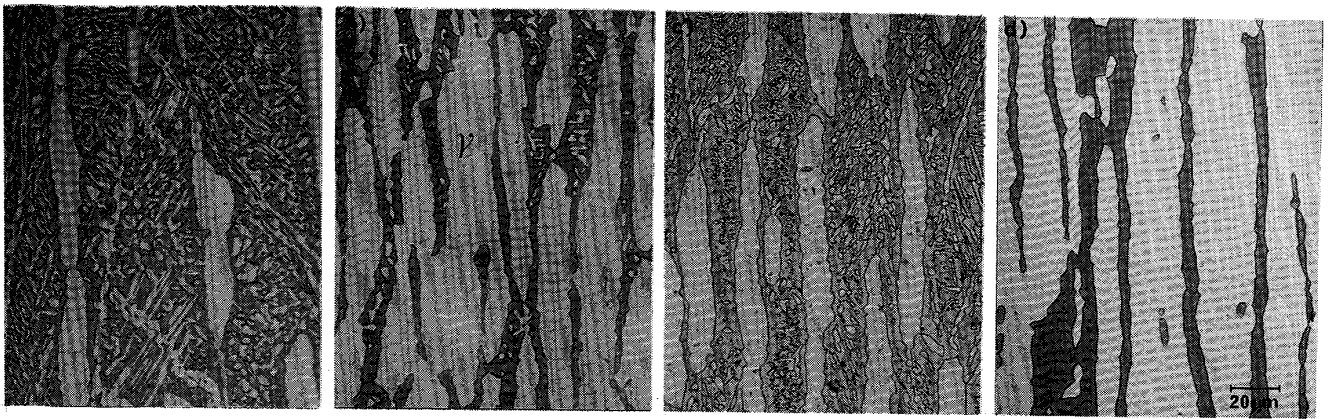


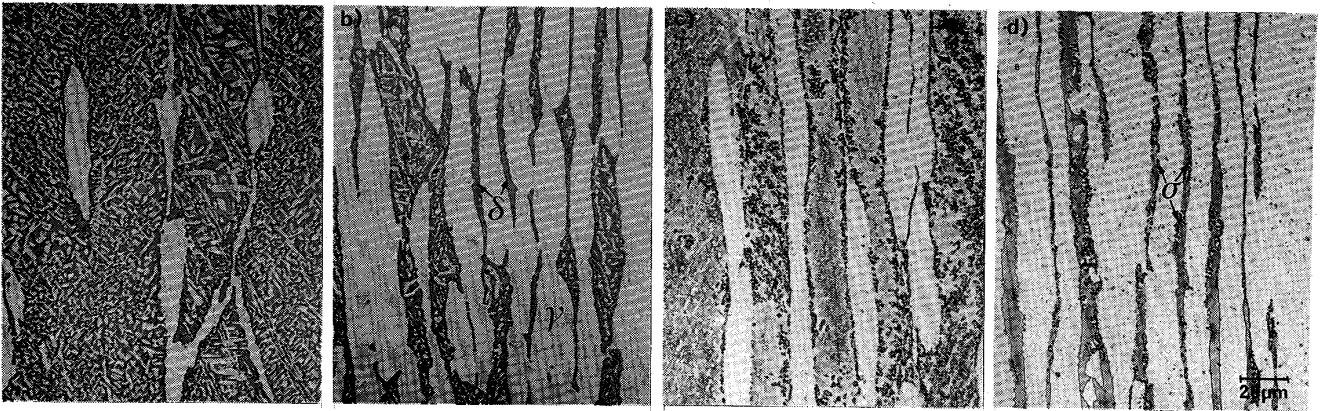
Fig. 4. Variation of tensile properties with deformation temperature and its effect of prior treatment; steels S1 and S2 specimens deformed at $\dot{\epsilon} = 2.08 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$.

材では 900 ~ 1100°C の広い温度領域にわたって 1000% 以上の大きな伸びを示している。また 950°C と 1050°C 近辺とに伸びの極大を示す傾向が認められる点も注目される。これに対して D2 鋼では全体に伸びが小さく, 前処理条件によつてほとんど影響を受けないこと



a) Steel S1 b) Steel S2 c) Steel D1 d) Steel D2

Photo. 2. Microstructures of the specimens; priorly cold-rolled and heated at 1050°C for 5 min.



a) Steel S1 b) Steel S2 c) Steel D1 d) Steel D2

Photo. 3. Microstructures of the specimens; priorly cold-rolled and heated at 950°C for 5 min.

がわかる。一方強度は少なくとも D1 鋼においては大きな伸びを示した前処理条件のものほど小さくなり、950°C を境としてそれよりも低温側で前述の共析反応に伴う著しい強度上昇が認められる。同様な整理を S1 鋼と S2 鋼について行つたものを Fig. 4 に示す。S1 では伸びが前処理条件によつて大きく影響され、冷間加工材のそれは著しく増大しているが、S2 ではその差は僅少であつた。また伸びが最大となる温度領域が S1 に比し S2 で高温側へ移行している点も注目される。また強度は伸びの大きいものほど小さくなる傾向が認められ、S1 に比べて S2 の強度レベルは全般に高い。

3・2 前組織と σ 相析出挙動

Photo. 2 と 3 は冷間加工材をそれぞれ 1050°C と 950°C に 5 min 加熱したときの組織を示す。1050°C 加熱時の S1 と D1 鋼は冷間加工前の溶体化時に残存していた粗大 γ 粒に加えて δ -フェライトマトリックス中に 1050°C への再加熱時に新たに析出した細かい γ 粒が分散している。S2 と D2 鋼では逆に γ マトリックス中に δ -フェライトが島状に分散しており、S1 や D1 のよう

な細かい分散はほとんど見られない。S1 鋼を 950°C に加熱した Photo. 3(a) では δ -フェライトマトリックス中に新たに析出した γ 相が Photo. 2(a) に比しさらに細かく分散している。S2 鋼では 950°C への再加熱によつて島状 δ 粒内に新たな γ 粒の微細分散が認められるものの γ 量が δ 量を大幅に上回っている。D1 と D2 鋼では γ 粒の分散ないしは δ 粒の分散に加えて多数の σ 粒が認められる。 σ 粒は δ 粒内を主体に生成しているが γ 粒内への析出²¹⁾ も認められる。またその量は D2 鋼よりも D1 鋼の方が多い。

Fig. 5 は冷間加工を施す前の溶体化材および冷間加工材から小片を採取し、 σ 相析出のノーズに近く¹⁷⁾¹⁹⁾²¹⁾ しかも大きな超塑性伸びが得られる¹⁵⁾¹⁶⁾ 900°C で時効したときの D1 と D2 鋼の σ 量の時間変化を示す。溶体化材と比較すると D2 の方が析出の開始は早いが冷間加工材では D1 の方が早い。すなわち D1 では冷間加工によつて σ 相の析出が大きく促進されるのに対し、D2 ではその効果がほとんど認められない。また飽和析出量も大きく異なり、D1 では 30% にも達する

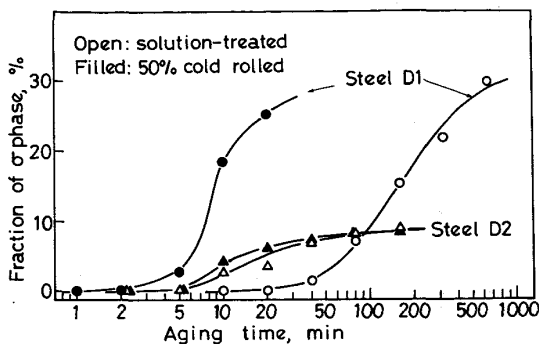
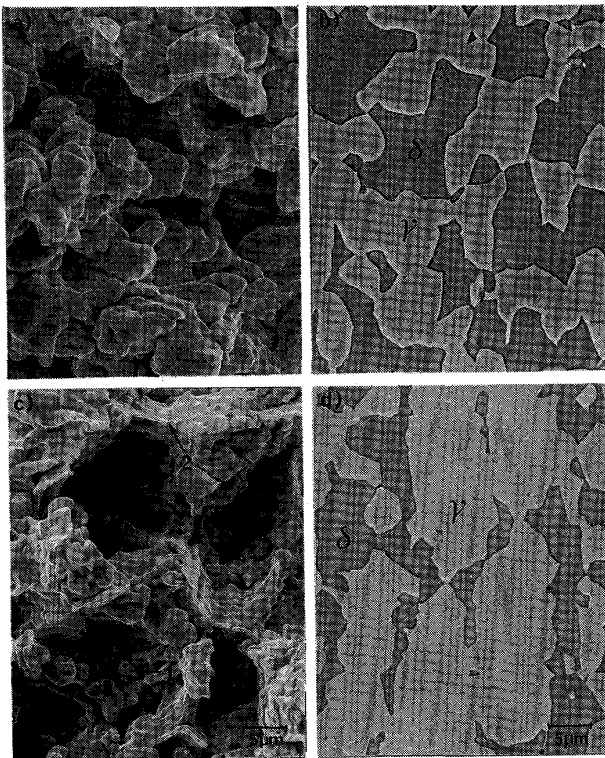


Fig. 5. Precipitation curves of σ phase in steels D1 and D2; the specimens isothermally aged at 900°C after solution treatment or the subsequent cold-rolling.

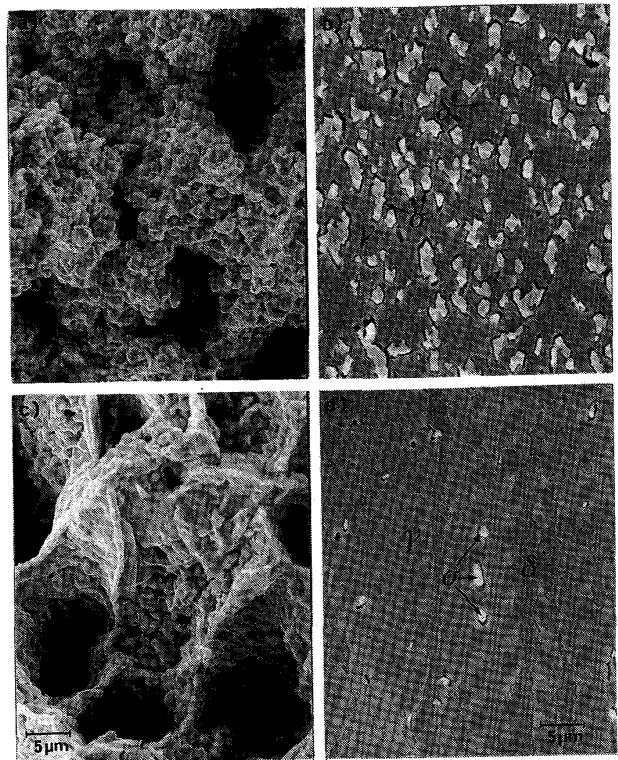


a), b) Steel S1 (700% elongation) c), d) Steel S2 (150% elongation)
Photo. 4. Fracture surfaces and corresponding microstructures on the longitudinal cross section observed by SEM; the specimens priorly cold-rolled and deformed at 950°C at $\dot{\epsilon} = 2.08 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$.

が, D2 では 10% にも満たないことがわかる。

3.3 破壊形態と変形中の組織変化

Photo. 4(a), (c) はそれぞれ S1 と S2 鋼を 950°C , $\dot{\epsilon} = 2.08 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ で引張破断したときの破面を示す。約 700% と大きな伸びを示した Photo. 4(a) では粒状の破面が観察され, その凹凸の単位は Photo. 4(b) に縦断面の組織を示す δ 中に均一分散した γ 粒のそれとほ



a), b) Steel D1 (800% elongation) c), d) Steel D2 (180% elongation)
Photo. 5. Fracture surfaces and corresponding microstructures on the longitudinal cross section observed by SEM; the specimens priorly cold-rolled and deformed at 900°C at $\dot{\epsilon} = 2.08 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$.

ぼ対応していた。これに対し 150% と小さな伸びしか得られなかった S2 ではマクロ的にはディンプルが認められ S1 とは異なっていた。すなわち, ディンプルの谷部には Photo. 4(a) と同様な粒状の破面 (矢印 1) が認められるものの最終破粒したその壁にはせん断変形の痕跡 (矢印 2) が認められる。それらのディンプルの間隔と Photo. 4(d) に示すほとんど素材圧延方向 ($\parallel$ 引張方向) に伸長したままの島状 δ 粒のそれとはほぼ等しい。同様に D1 と D2 鋼を 900°C , $\dot{\epsilon} = 2.08 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ で引張破断した試料の破面をそれぞれ Photo. 5(a) と (c) に, それらに対応する破断部近傍の縦断面組織を Photo. 5(b), (d) に示す。D1 鋼は約 800% 変形後破断したものであり, $\delta \rightarrow \gamma + \sigma$ の共析反応を主体とする σ 相の析出はほぼ終了し, γ 相中に σ 粒が均一に分散した組織となっており (Photo. 5(b)), σ 粒の分散状況と対応する粒々の破面が観察され, その単位は Photo. 4(a) のそれより細かいものの類似した様相を呈している。これに対し D2 の破面はマクロ的にはディンプルであり, Photo. 4(c) と類似している。

Photo. 6 は S1 鋼を 950°C , $\dot{\epsilon} = 2.08 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ で 350% 変形した試料より薄膜を作成し TEM 観察した結

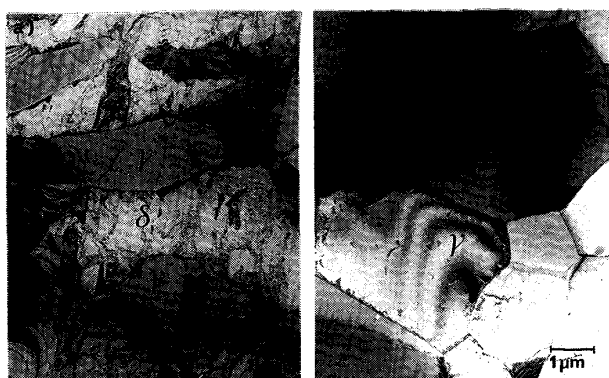


Photo. 6. TEM micrographs showing mixture of a) work hardened and b) recrystallized structures in the same thin foil specimens; steel S1 priorly cold-rolled and deformed to 350% elongation at 950°C at $\dot{\epsilon}=2.08 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$.

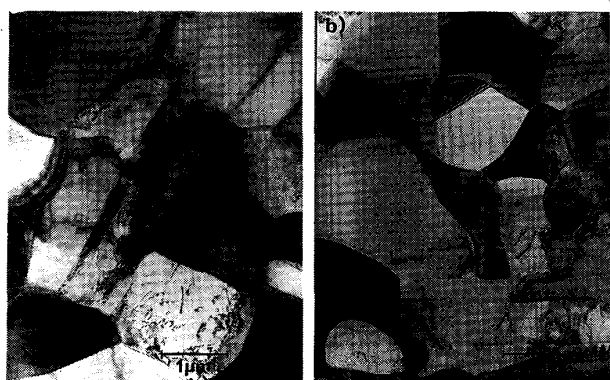


Photo. 7. TEM micrographs showing mixture of a) work hardened and b) recrystallized structures in the same thin foil specimen; steel D1 priorly cold-rolled and deformed to 200% elongation at 900°C at $\dot{\epsilon}=4.16 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$.

果の一例を示す。Photo. 6(a) に示すような相対的に硬い γ 粒を囲む δ -フェライトマトリックス中に転位密度の極めて高い加工組織とそれらが再結晶した Photo. 6(b) に示すような組織とが同一試料中に混在していた。D1 鋼を σ 相が多量に析出する条件である 900°C, $\dot{\epsilon}=4.16 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ で 200% 変形した Photo. 7 においては硬い σ 粒を核としてそれらをとり囲む γ 相中での加工硬化とその後再結晶したと思われる再結晶組織とが混在していた。D2 鋼においても D1 と同様な組織変化が認められたものの Photo. 8 に示すように局所的に加工硬化した場所は少なく全体に粗い組織を呈していた。

4. 考 察

4.1 超塑性変形中の組織変化と変形機構

4.1.1 δ/γ 二相状態が維持される場合

δ -フェライトマトリックス中に γ 相を微細分散させ



Photo. 8. TEM micrographs of steel D2; priorly cold-rolled and deformed to 100% elongation at 900°C at $\dot{\epsilon}=4.16 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$.

た S1, D1 鋼を 800~1100°C, 初期歪み速度 ($\dot{\epsilon}$) $10^{-3} \sim 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ で引張変形すると大きな超塑性伸びが得られた。超塑性変形中には大きな組織変化が起こる。D1 鋼の 1000°C 以上の高温域や S1 鋼においては変形の進行とともに前処理時に残存していた粗大 γ 粒の分断と変形初期に生成した微細な Widmanstätten 状 γ 粒の成長が起こり、早期に δ 相中に球状 γ が均一分散ようになる (Photo. 4(b))。一方 δ -フェライトマトリックス中では相対的に硬い γ 粒によつて局所的な歪み集中が起こり (Photo. 6(a)), それによつて再結晶が引き起こされ (Photo. 6(b)), 最終的には等軸な δ/γ 二相組織が形成される¹⁵⁾¹⁶⁾。このような組織変化が超塑性の発現と密接に関係するものと考えられる。すなわち、硬い第二相によつて引き起こされる局所的な加工硬化によつて変形が他の場合におよび、ある一定以上の歪みが蓄積したところで再結晶による軟化が起こり再び変形可能となる。このような局所的かつ間欠的な再結晶 (動的再結晶) によつて均一伸びがもたらされると考えられる。一般に動的再結晶が起こり難いとされているフェライト相でも容易に再結晶するのは、相対的に硬い γ 相粒子によつて歪み集中が起こりやすくなるためと考えられる。巨視的には局部収縮が始まった場所での $\dot{\epsilon}$ は上昇するので平均的な転位密度が増加して加工硬化し、変形が $\dot{\epsilon}$ が小さく平均転位密度の低い軟らかい領域におよぶと考えられ、流動応力が大きな歪み速度依存性を示す事実とも矛盾しない。 $\dot{\epsilon}$ が超塑性に適當でなく小さすぎると γ 粒が粗大化するのに加えて δ -フェライトマトリックスの動的回復によつて再結晶に要する歪みが蓄積されにくく、逆に大きすぎると γ 粒が均一分散する時間的余裕がなく δ も全面加工硬化するので大きな超塑性は望めない¹⁶⁾。

超塑性は変形中に等軸組織が維持されるのも上述の再結晶メカニズムによつて容易に説明でき、不自然な粒界

すべりモデルを用いなくともよい。また $\dot{\epsilon}$ の低下 (もしくは変形温度の上昇) あるいは $\dot{\epsilon}$ の増加 (もしくは温度低下) によつて組織が粗大化したり微細化する事実も容易に説明できる。組織や化学成分によつて超塑性変形に適当な $\dot{\epsilon}$ や温度の範囲が異なるのはその過程が熱活性化過程に基づくものであるからにほかならない。

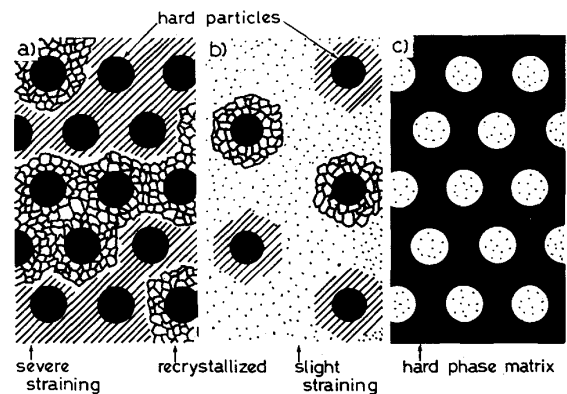
4.1.2 変形中に σ 相が析出する場合

次にやはり大きな超塑性伸びが得られた D1 鋼の 900°C 近辺での変形中の組織変化との関連について考える。この材料では既述のように変形中に $\delta \rightarrow \gamma + \sigma$ の共析反応を主体とする σ 相の析出が起こり、その量は 30% にも達する。特に大きな超塑性伸びが得られた冷間加工材では、早期に γ/σ の二相組織となる (Fig. 5) のに加えて γ 粒内からも σ 粒が生成する (Photo. 3(c)) ので、 γ 中に容易に均一分散するようになる (Photo. 5(b))。このような相変態が超塑性の発現に寄与するいわゆる変態超塑性の効果は今回の場合もあるであろう。しかしその寄与はあまり大きくなく大部分の変形は γ/σ 二相状態で相変態なしに行われたものであることを強調しておかねばならない。超塑性変形中の σ 相析出速度は超塑性変形そのものによつてはほとんど影響されないので変形中の相変化を時効曲線から予測できる¹⁶⁾。例えば 900°C, $\dot{\epsilon} = 2.08 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ で 2000% の超塑性伸びが得られた場合、300% も変形すると σ 相の析出は完了するので、残りの 1700% は γ/σ の二相状態で変形されたことになる。 γ/σ 二相となつた後の変形中には均一分散した硬い σ 粒によつて新たに母相となつた γ 粒内に局所的な歪み集中とそれに続く再結晶による軟化過程とが繰り返し起こる (Photo. 7)。すなわち、 δ/γ 二相状態の場合と全く同じ再結晶メカニズムをこの場合も適用できる。D1 鋼の超塑性伸びの温度変化に 1050°C と 900°C 近辺とに二つの極大が認められた (Fig. 3) のは、それぞれ δ/γ , γ/σ 二相状態での最適に近い条件が現れたためと思われる。Fig. 6(a) には動的再結晶モデルにおける組織変化を模式的に示した。

δ/γ あるいは γ/σ 二相状態で変形が進むいずれの場合も前処理の影響が大であり、溶体化材に比べて熱間加工材さらには冷間加工材での超塑性現象は著しく促進される (Fig. 3, 4)。これは前加工によつて γ の微細分散あるいは D1 鋼の低温域においてはその後の σ 相の析出と微細分散が加速されて、早期に等軸な δ/γ あるいは γ/σ 二相安定組織に至るからにほかならない¹⁵⁾。

4.2 超塑性におよぼす δ/γ 比の影響と第二相の役割

次に D1 鋼と同様に 900°C 近辺での σ 相の析出が速いにもかかわらず、D2 鋼の超塑性伸びが小さい理由に



a) Dynamic recrystallization of soft phase matrix occurs due to dispersion of hard second phase particles (large superplasticity) b) Sufficient dynamic recrystallization cannot occur because of small amount second phase (small superplasticity) c) Dynamic recrystallization of matrix phase cannot be taken place by the dispersion of soft second phase particles (non-superplasticity)

Fig. 6. Schematic illustrations of duplex structures during the deformation.

ついて考える。両者での最も大きな違いは飽和 σ 量であり、D1 鋼では 30% にも達するのに対し D2 鋼では 10% にも満たない (Fig. 5)。硬い第二相が均一分散してもその量が小さいと局所的な加工硬化と再結晶が母相全面にわたつて起こるのは困難となり、Fig. 6(b) に示すように大部分は動的回復組織となるのが D2 鋼で超塑性が得にくい原因と考えられる。

δ/γ 二相組織であつても D2 鋼の高温域や S2 鋼のように相対的に硬い γ 相が母相となると、Fig. 6(c) に示すように局所的な歪み集中が起こらず、したがつて動的再結晶を生じないので超塑性は極めて得難くなり、前加工によつても超塑性の向上は望めない (Fig. 3, 4)。

以上の結果から超塑性二相合金における第二相の役割は単に前組織や変形中に微細組織を維持するのに有利であるばかりでなく、母相の動的再結晶を引き起こすのに重要な意味をもっていることがわかる。したがつて硬い方が必ず第二相とならなければ意味がなくなり、その量もある程度以上必要なことが明らかとなつた。もちろん母相の体積率が 50% 未満であつても $\gamma + \gamma'$ 合金における γ のように母相となり得れば同様なメカニズムで超塑性現象が現れてもよいであろう^{22)~24)}。

4.3 破壊形態との関連

超塑性変形後の破壊形態は完全な延性破壊であるにもかかわらず通常の延性破壊における Chiesel point 型の破壊とは異なり、その破面は硬い第二相の分散状況と対応する粒々の凹凸を呈している (Photo. 4(a), 5(a))。これは軟らかい母相が硬い第二相を包んだ状態で加工硬化と再結晶を繰り返しながら変形し、そのバランスが崩

れたためにボイドを多数生じ、それらが一気に連結して最終破断に至った結果と考えられ、上述の再結晶メカニズムとも矛盾しない。その意味においてこの破壊は発生するボイドの密度が大きく異なる点を除けば、ディンプル破面を呈する通常のボイド合体によるものと類似しているとも考えられる。S1 や D1 鋼を超塑性が得にくい高 $\dot{\epsilon}$ 域で変形した場合や S2, D2 鋼の破壊形態は、両者の中間の様相を呈しており (Photo. 4(c), 5(c)), 試料全体にわたつての均一な動的再結晶が行われなかつたことと対応するものであろう。

従来超塑性変形中に維持される等軸組織は多くの場合粒界すべりによつて説明されてきた^{25)~27)}。しかしながらこの考え方では超塑性変形がなぜ起こるかを全く説明できない。ただし第二相を包んだ状態で軟らかい母相が動的再結晶する様子をマクロ的に見たならば、いかにも粒界すべりが起こっているように見えるかもしれない。しかしこれは厳密には母相が単に塑性変形と再結晶とを繰り返しているにすぎないと考えれば、再結晶モデルは巨視的な粒界すべりをも説明できることになる。

5. 結 論

(1) δ -フェライトマトリックス中に γ 相を分散させた二相ステンレス鋼の高温引張変形において、例えば初期歪み速度 ($\dot{\epsilon}$) $2 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ では $850 \sim 1100^\circ\text{C}$ の広い温度範囲にわたつて大きな超塑性伸びが観察された。(2) δ/γ 二相状態が維持される条件での変形中には γ 相の微細分散と隣接する δ 粒内に局所的な加工硬化とそれに続く再結晶 (動的再結晶) が繰り返して起こり、等軸な δ/γ 二相安定組織が形成される。(3) 高合金 (25% Cr-7% Ni-3% Mo) の 900°C 近辺での変形中には $\delta \rightarrow \gamma + \sigma$ の共析反応を主体とする σ 相の析出が起こり、早期に析出が完了した後は新たに母相となつた γ 相の動的再結晶によつて等軸な γ/σ 二相安定組織が形成される。(4) このような硬い第二相粒子の δ 中の γ もしくは γ 中の σ の分散による母相の局所的かつ間欠的な加工硬化と再結晶の微妙なバランスによつて超塑性が発現すると考えられ、最大伸びが得られる $\dot{\epsilon}$ では $\dot{\epsilon}$ の小さな変化に対して加工硬化もしくは再結晶による軟化のいずれかが急激に上回るので、流動応力の $\dot{\epsilon}$ 依存性が大きくなると考えられる。(5) 前処理としての冷間加工は上述の組織変化を加速して早期に最終安定組織に至らしめるので超塑性を著しく促進する。(6) 超塑性変形後の破壊は上記加工硬化と再結晶とのバランスの崩れによつて起こり、硬い第二相粒子を包む母相を単位とする粒状の破面を呈

し、通常観察される Chiesel point 型の延性破壊とは異なる。(7) 硬い γ 相中に軟らかい δ 粒が分散するような化学組成の鋼では母相の動的再結晶が起こりにくいので、超塑性は起こりにくく前処理の影響もほとんどない。(8) 900°C 近辺において σ 相の析出が速く早期に γ/σ 二相組織となる材料でもその飽和析出量が 10% 程度と少なければ、超塑性は起こり難い。このことは第二相が単に微細組織を維持するためのみならず母相の動的再結晶を促進するのに重要な意味をもつことを示している。

終わりに本研究の過程において有益な助言と激励を賜つた住友金属工業(株)総合技術研究所の大森靖也博士にお礼申し上げます。

文 献

- 1) C. E. PEARSON: J. Inst. Met., **54** (1934), p. 111
- 2) E. E. UDERWOOD: J. Met., **14** (1962), p. 914
- 3) C. HAMMOND: Superplastic Forming of Structural Alloys, ed. by N. E. PATON and C. H. HAMILTON (1982), p. 131 [AIME, New York]
- 4) D. J. LLOYD and D. M. MOORE: 文献 3), p. 147
- 5) C. H. HAMILTON, C. C. BAMPTON and N. E. PATON: 文献 3), p. 173
- 6) N. RIDLEY: 文献 3), p. 191
- 7) H. F. MERRICK: 文献 3), p. 209
- 8) O. D. SHERBY and O. A. RUANO: 文献 3), p. 241
- 9) T. G. LANGDON: Metall. Trans. A, **13** (1982), p. 689
- 10) J. W. EDINGTON: 文献 9), p. 703
- 11) A. ARIELI and A. K. MUKHERJEE: 文献 9), p. 717
- 12) A. K. GHOSH and C. H. HAMILTON: 文献 9), p. 733
- 13) H. W. HAYDEN, R. C. GIBSON, H. F. MERRICK and J. BROPHY: Trans. Am. Soc. Met., **60** (1967), p. 3
- 14) G. I. SMITH, B. NORGATE and N. RIDLEY: Met. Sci., **10** (1976), p. 182
- 15) Y. MAEHARA: Trans. Iron Steel Inst. Jpn., **25** (1985), p. 69
- 16) Y. MAEHARA and Y. OHMORI: Metall. Trans. A, **18** (1987), p. 663
- 17) Y. MAEHARA, M. KOIKE, N. FUJINO and T. KUNITAKE: Trans. Iron Steel Inst. Jpn., **23** (1983), p. 240
- 18) Y. MAEHARA, Y. OHMORI, J. MURAYAMA, N. FUJINO and T. KUNITAKE: Met. Sci., **17** (1983), p. 541
- 19) Y. OHMORI and Y. MAEHARA: Trans. Iron Steel Inst. Jpn., **24** (1984), p. 60
- 20) Y. MAEHARA, Y. OHMORI and T. KUNITAKE: Met. Technol., **10** (1983), p. 296
- 21) Y. MAEHARA, N. FUJINO and T. KUNITAKE: 文献 17), p. 247
- 22) R. G. MENZIES, G. J. DAVIES and J. W. EDINGTON: Met. Sci., **15** (1981), p. 217
- 23) R. G. MENZIES, G. J. DAVIES and J. W. EDINGTON: Met. Sci., **16** (1982), p. 483
- 24) R. H. BRICKNELL and J. W. EDINGTON: Acta Metall., **27** (1979), p. 1303
- 25) M. F. ASHBY and R. A. VERRALL: Acta Metall., **21** (1973), p. 149
- 26) R. C. GIFFKINS: Metall. Trans. A, **7** (1976), p. 1225
- 27) A. E. GECKINLI: Met. Sci., **17** (1983), p. 12