

討29 二相ステンレス鋼における組織変化と高温延性

住友金属工業㈱ 総合技術研究所 ○前原泰裕, 大森靖也

1. 緒 言

二相ステンレス鋼は一種の複合材料とみなすことができ、それが故に単相合金には見られない特異な現象が発現することもある。製品の性質のみならず製造上の問題を解決するにはその特性を十分理解しておくことが重要である。本研究は、組織変化と高温延性との関連および変形中の組織変化を積極的に利用して得られる超塑性について、基本的に解明しようとするものである。

2. σ 相析出挙動

2.1 析出機構

耐食性を向上させるためにCrやMoの含有量を増加すると、その製造過程においても σ 相が析出し、 σ 脆化を初めとする問題が生ずる。そこで析出条件と機構についてまず検討した。

Table 1. Chemical compositions of the steels used (wt %)

Steel	C	Si	Mn	P	S	Cu	Ni	Cr	Mo	W	N
Base	0.02	0.47	0.86	0.01	0.004	0.48	6.47	24.7	2.85	0.29	0.11
High C	0.10	0.43	0.90	0.01	0.005	0.47	6.40	24.9	2.80	0.28	0.12

Table 1に化学組成を示すC量の異なる二種類の鋼を用意し、1050℃で溶体化後700~1000℃で等温時効した。 σ 相は δ/γ 界面に核生成し δ 粒内に $\delta \rightarrow \gamma + \sigma$ の共析反応を起こしながら成長し、最終的には旧 δ は γ/σ の層状組織となる(Photo.1)。 $M_{23}C_6$ の析出は σ 相よりも先行するので(Fig.1)、両者の関係に注目して時効中の組織変化をさらに詳細にTEM観察した。低C材では極少量の $M_{23}C_6$ 粒子が γ 粒と平行な結晶方位関係をもって δ/γ 界面に析出し、 δ 側のCrやMoを消費するのでそのピン止め効果にもかかわらず δ/γ 界面の δ 側へののはり出しが起こる(Photo.2)。高C材では γ からのCの供給が続く限り、 $M_{23}C_6$ は平行な方位関係をもつ γ との層状組織を形成しながら δ 粒内へ成

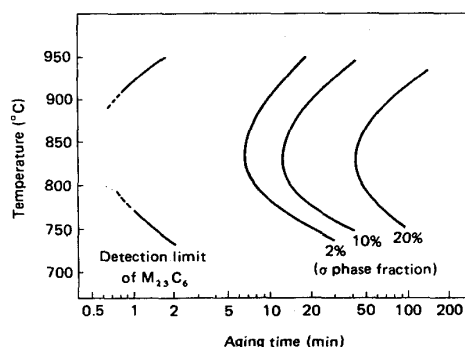


Fig.1. TTP diagrams of $M_{23}C_6$ and σ phase in the high C steel; specimens solution-treated at 1050℃ for 30min before aging.²⁾



Photo.1. SEM micrographs showing morphology of σ phase; (a) the initial and (b) the final stage of σ phase precipitation.

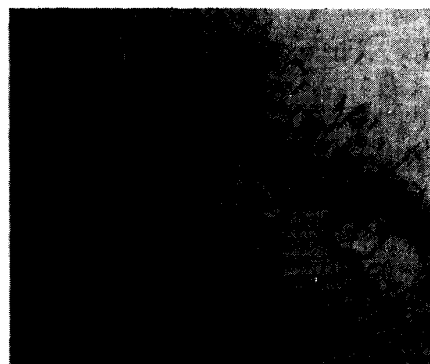


Photo.2. Migration of δ/γ boundary in the low C steel during aging, leaving the $M_{23}C_6$ particles at the prior interphase boundary; specimen solution-treated at 1050℃ and aged at 850℃ for 2.5min.²⁾

長する (Photo.3, Fig.2(a)). σ 粒は新たな δ/γ 界面 (Fig. 2(b)) に γ と M_{23}C_6 の方位関係をもって核生成し、その関係を保ちながら γ/σ 層状組織となって δ 粒内に成長する (Photo.3, Fig.2(c)). Fig.3 には低C材を1250℃で溶体化後の δ, γ 各相と800℃で十分長時間時効した後の σ 相中の主な合金元素濃度の平均組成からのずれを示すが、 σ 相にはフェライト生成元素が富化される⁴⁾ことがわかる。

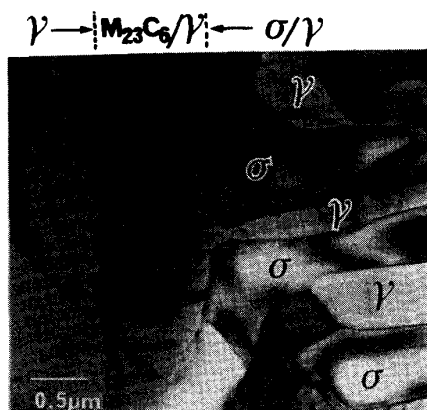


Photo.3. Nucleation of σ/γ cellular structure at δ /new γ boundary in the high C steel; the specimen solution-treated at 1050℃ and aged at 800℃ for 7.5min.²⁾

2.2 加工熱履歴と合金元素の影響

σ 相の析出は合金元素の分配を伴うので熱履歴に大きく影響される⁴⁻⁶⁾。時効前の加熱温度を上げると δ 量が増加しその中の σ 生成元素濃度が低下するので析出が遅れ、 δ 単相域を経た後、特に溶融後には δ の析出の前に γ の析出過程を必要とするなどによりその効果はさらに顕著となる (Fig.4)。このことは溶接部や鋳造プロセスとの関連において重要な意味をもつ。合金元素の増減が析出挙動に及ぼす影響も大きい。CrやMo等の σ 生成元素の増量が析出を加速するのはもちろん、Ni等の γ 生成元素の増量も時効前の δ 量を減じその中に σ 生成元素を富化する効果を通じて析出の開始を早める (Fig.5) ので注意が必要である。

時効前の塑性加工も σ 相の析出を促進し、その効果は冷間加工材でより著しい (Fig.4, Fig.6)。これは δ 粒内からの核生成が $\delta \rightarrow \gamma + \sigma$ の反応を促進する作用に加えて γ 粒内からの析出も起こるためである (Photo.4)。

3. 高温延性に及ぼす組織の影響

一般に二相ステンレス鋼は熱間加工性に劣る。これは δ と γ 相とで変形様式が異なる他、軟い δ に歪が集中して δ/γ 界面よりわれを生ずるためであり、

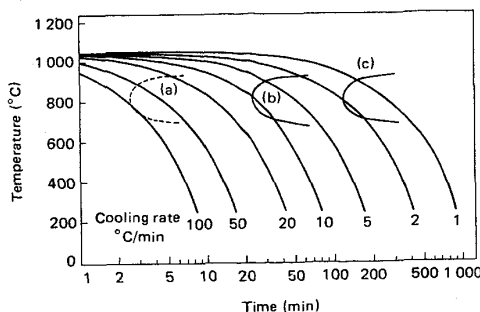


Fig.4. CCP diagrams of σ phase after various thermo-mechanical treatments in the base steel; (a) solution-treated at 1250℃ and hot rolled in 50% reduction at 900℃, (b) solution-treated at 1050℃ and (c) remelted at 1550℃.^{8,9)}

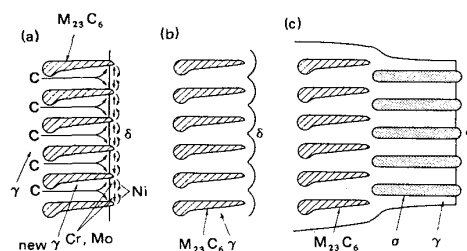


Fig.2. Schematic illustration of the growth of $\text{M}_{23}\text{C}_6/\gamma$ and the σ/γ eutectoid structures.²⁾

- (a) Edgewise growth of $\text{M}_{23}\text{C}_6/\gamma$ eutectoid structure and diffusion paths for alloying elements
- (b) Final morphology of $\text{M}_{23}\text{C}_6/\gamma$ eutectoid structure
- (c) Nucleation of σ/γ eutectoid structure

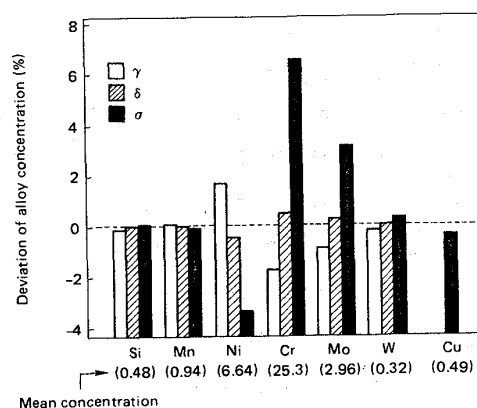


Fig.3. Deviation of alloy concentrations in δ, γ and σ phases from mean values; δ and γ solution-treated at 1250℃ for 30min and σ aged for 4h at 800℃ after the solution treatment at 1250℃.³⁾

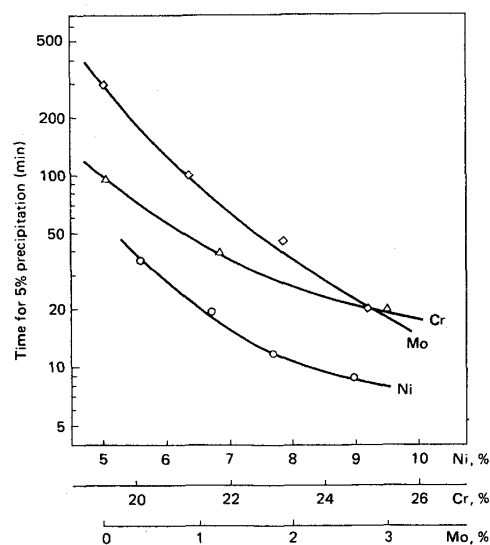
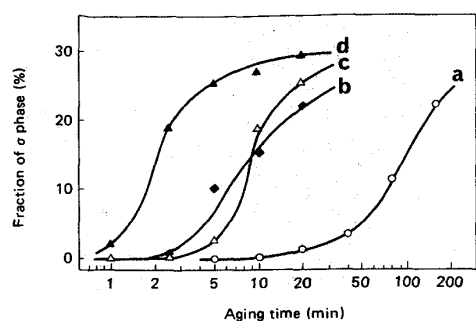


Fig.5. Effect of Ni, Cr and Mo on time required for 5% σ phase precipitation in alloys having the base composition during aging at 800℃ after solution treatment at 1100℃.³⁾



- (a) solution treated at 1250°C
 (b) 50% hot rolled at 800°C
 (c) 12.5% cold rolled
 (d) 80% cold rolled

Fig. 6. Effect of plastic deformation on σ phase precipitation in the steel during aging at 800°C after various thermo-mechanical treatments.^{3,5)}

凝固まま材や δ 単相域となる温度に加熱した後では粗大化した δ の粒界と粒内に針状析出するので加工性は著しく劣る(Photo. 5)。

σ 相の析出は室温近辺での延性を著しく害する¹⁾が、約700°C以上では破壊が σ 粒のへき開から σ 粒とマトリックスとの界面剥離によって生じたボイドが合体する様式に変化するため脆化が著しく緩和される⁸⁾。しかし高歪速度で変形する限り歪が軟い相に集中するので優れた熱間加工性は得られない。

4. 超塑性

4.1 変形中の組織変化と変形機構

しかしながら軟い相への歪集中とそれに続く再結晶とがバランスする条件を選べば超塑性による大変形も可能となる(Photo. 6)⁹⁻¹¹⁾。超塑性変形中には大

きな組織変化が起こり、粗大な γ は分断、細かいものは成長して球状 γ が均一分散ようになる(Photo. 7)。一方 δ 粒内では相対的に硬い γ 粒によって局所的な加工硬化とそれに続く再結晶(動的再結晶)が間欠的に起こり(Photo. 8), 早期に δ/γ 二相組織が形成される^{9,10)}。高Cr, Mo鋼の900°C近辺での変形中には前述の σ 相の析出が起こり、早期に γ/σ 二相組織となり γ 相の動的再結晶によって等軸 γ/σ 二相組織となる。このように硬い第二相の分散による母相の動的再結晶によって超塑性が起こるものであり(Fig. 7(a), 変形中の組織変化(Table 2)との関連において変形条件に大きく依存する¹⁰⁾。

4.2 諸因子の影響

したがって超塑性を発現するには相対的に軟い方が母相となる必要があり、母相の動的再結晶を誘発する硬い第二相分散粒子の量が10%程度と少ないと優れた超塑性は得られない(Fig. 7)¹¹⁾。上述の組織変

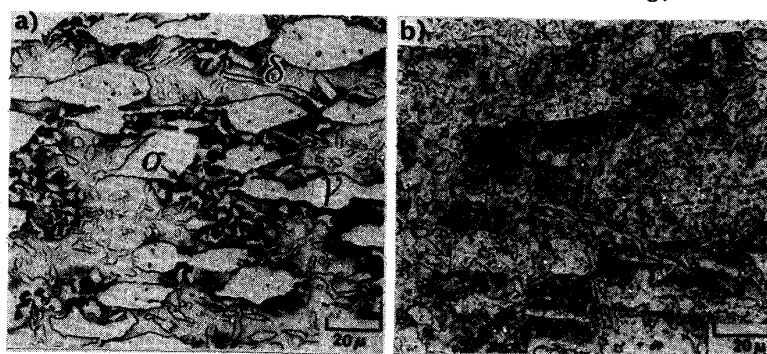


Photo. 4. Microstructures of specimens aged after plastic deformation followed by solution treatment in the base steel; (a) hot rolled to 50% at 900°C and aged for 20min at 900°C and (b) cold rolled to 80% and aged for 20min at 800°C.⁵⁾

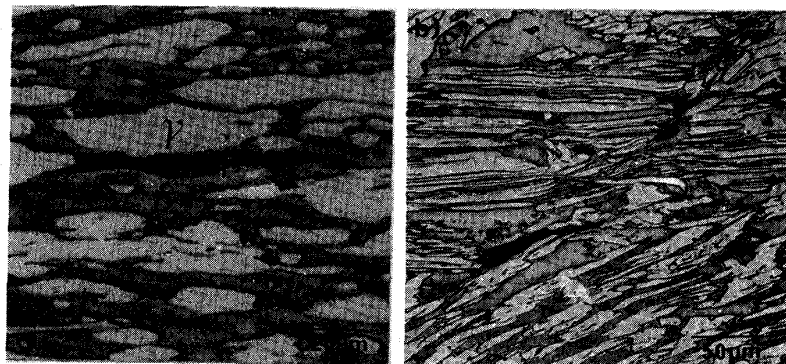


Photo. 5. Cracks in the specimens deformed at 900°C at $\dot{\epsilon} \sim 10^{-1} \text{s}^{-1}$ after heating at (a) 1100°C and (b) 1350°C.

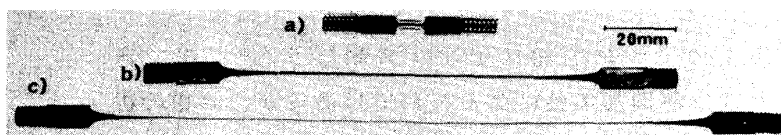


Photo. 6. Example of fractured superplastic tensile specimens: the base steel was deformed after prior cold rolling; (a) undeformed, (b) 1050°C, $\dot{\epsilon} = 2 \times 10^{-3} \text{s}^{-1}$ (1412%), (c) 950°C, $\dot{\epsilon} = 4 \times 10^{-3} \text{s}^{-1}$ (2512%).¹⁰⁾

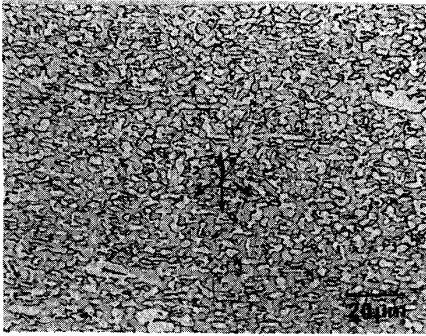


Photo.7. Homogeneous dispersion of γ particles within δ -ferrite matrix; the base steel deformed to 200% at 1050°C at $\dot{\epsilon}=4 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$.¹⁰⁾



Photo.8. TEM micrographs showing mixture of (a) local straining of δ -ferrite and (b) recrystallized structures in the same thin foil specimen; prepared from the specimen shown in photo.7.¹⁰⁾

Table 2. Summary of microstructural change during deformation.¹⁰⁾

Phase Strain rate	Soft matrix (δ or γ)	Hard 2nd phase (γ or σ)
Slow	Dynamic recovery	Coarse
Optimum	Local work hardening and dynamic recrystallization	Fine dispersion of spheroidal particles
High	Overall work hardening of δ	Widmanstätten γ

化に及ぼす前処理の影響は大であり、塑性加工特に冷間加工によって超塑性伸びは著しく向上する (Fig.8)。これは上述の組織変化が加速され早期に等軸な δ/γ もしくは γ/σ の最終安定組織に到るからである。また軽いオーステナイト生成元素である N の増量によって超塑性は著しく促進される。これは γ の分散あるいは γ/σ 二相組織における γ 相の再結晶が起こり易くなるためと考えられる。⁹⁾

5. まとめ

以上のように二相ステンレス鋼は δ/γ 二相であるが故に熱間加工性に劣る材料ではあるが、 σ 相の析出をも含めた変形中の組織変化をうまく活用すれば超塑性による大変形も可能となるなど興味ある材料でもある。その特性を活用すれば二相ステンレス鋼は単に耐食材料としてのみならず、少量多品種時代に最も適した材料になり得ると考えられ、今後の展開が大いに期待される。

参考文献

- 1) Y.Maehara et al.:Trans.ISIJ,23(1983),240, 2) Y.Ohmori and Y.Maehara:Trans.ISIJ,24(1984),60, 3) Y.Maehara and Y.Ohmori: The Sumitomo Search, No.31(1985),147, 4) Y.Maehara et al.:Met. Sci.,17(1983),541, 5) Y.Maehara et al.:Trans.ISIJ,23(1983),247, 6) 前原ら:高温学会誌,9(1983),13, 7) 前原ら:鉄と鋼,69(1983),275, 8) Y.Maehara et al.:Met.Tech.,10(1983),296, 9) Y.Maehara:Trans.ISIJ,25(1985),69, 10) Y.Maehara and Y.Ohmori:Met.Trans.A に掲載予定, 11) Y.Maehara:Trans.ISIJに投稿中

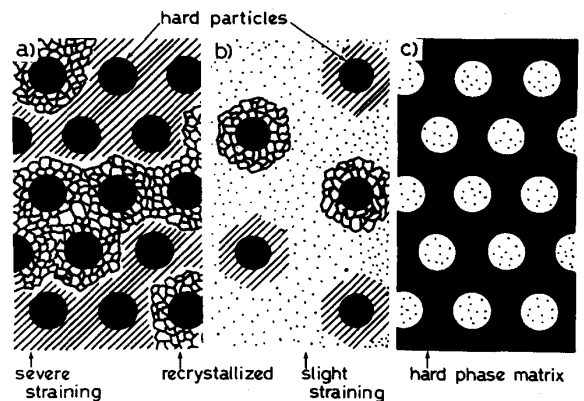


Fig.7. Schematic illustrations of duplex structures during superplastic deformation: dynamic recrystallization of matrix phase; (a) enough, (b) insufficient and (c) none.¹¹⁾

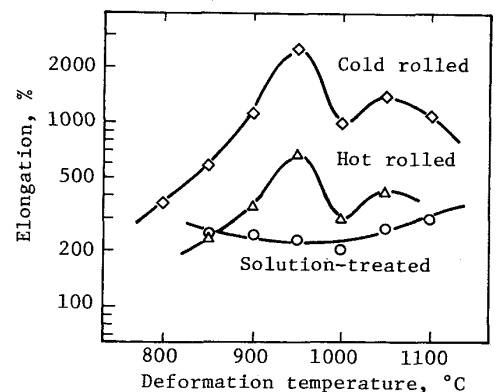


Fig.8. Effects of deformation temperature and prior treatment on superplastic elongation of the base steel.¹¹⁾