

© 1991 ISIJ

論 文

SUS304 オーステナイト系ステンレス鋼の
冷間圧延および再結晶集合組織

住 友 秀 彦*

Investigation of the Development of Cold-rolling and Annealing Textures
in SUS304 Austenitic Stainless Steel

Hidehiko SUMITOMO

Synopsis:

The cold-rolling and annealing textures of SUS304 stainless steel strip has been investigated. The results obtained are as follows.

1) The deformation texture of a strip rolled at room temperature can be described as a mixture of the ferritic type (α' martensite) and the brass type (retained austenite).

2) The α' martensitic phase transforms reversely into austenitic phase at 700°C.

The two components $\{111\} \langle 112 \rangle \alpha'$ and $\{100\} \langle 011 \rangle \alpha'$ can be related to the $\{110\} \langle 112 \rangle \gamma$ brass type texture by Kurdjumov-Sachs and Nishiyama relations, and the $\{112\} \langle 110 \rangle \alpha'$ can be related to the $\{110\} \langle 001 \rangle \gamma$.

3) The recovery of internal stress accumulated by cold-rolling is faster in the $\{112\} \gamma$ and $\{113\} \gamma$ components than in the $\{110\} \gamma$ component. The $\{110\} \langle 112 \rangle \gamma$ component of the deformation texture decreases for the annealing temperature above 800°C. The strong components of annealing texture above 900°C are consisted mainly of the near $\{112\} \langle 111 \rangle \gamma$ and near $\{113\} \langle 332 \rangle \gamma$. These results suggest that the grains of the $\{112\} \sim \{113\}$ components recrystallize at lower temperature and absorb eventually yet unrecrystallized region of the $\{110\}$ component.

These structure changes during recrystallization process were confirmed by transmission electron microscopy.

Key words: austenitic stainless steel; deformation texture; annealing texture; cold rolling; phase transformation; recrystallization.

1. 緒 言

オーステナイト (γ) 系ステンレス鋼の代表的鋼種である SUS304 薄板は深絞り加工性および張出し加工性に優れ、厨房機器を中心に各種の器物にプレス加工されている。しかし、同鋼種は、通常の商用工程で製造された場合、45° 方向に耳を持つ面内異方性を示すため¹⁾、プレス絞り加工等においてはフランジ形状に凹凸が生じやすく、歩留り低下の一因ともなっている。

面内異方性の低減には集合組織の制御が必要であり、このためには冷間圧延および焼鈍で形成される各種の集合組織を、詳細に把握しておくことが肝要である。

SUS304 の γ 相は室温では準安定状態にあり、冷間加工で一部マルテンサイト相 (以下 α' 相と略す) に変

態する。このため、薄板での集合組織は同加工での $\gamma \rightarrow \alpha'$ 変態と焼鈍での $\alpha' \rightarrow \gamma$ 逆変態の挙動を相互に関連づけて把握することが重要となる。

変態を伴った集合組織の形成機構については、制御圧延鋼²⁾³⁾ や Fe-Ni 合金⁴⁾ などで詳細な検討が試みられ、変態の方位関係についても明らかにされつつある⁵⁾。

準安定 γ 系ステンレス鋼では、GOODMAN ら⁶⁾⁷⁾ や DICKSON ら⁸⁾ の研究がいくつか報告されているが、 α' 相の混合程度が異なる冷間圧延での加工度の影響およびそれらを焼鈍した時の再結晶集合組織の形成挙動については、詳しく検討された例は見当たらない。

本報では SUS304 の冷間圧延圧下率を逐次変化させ、 γ 相と α' 相の集合組織推移を明確化すると共に、これら 2 相の組織を各種温度で焼鈍し、再結晶集合組織の形

平成 2 年 9 月 12 日受付 (Received Sep. 12, 1990)

* 新日本製鉄(株)光技術研究部 (Hikari R & D Lab., Nippon Steel Corp., 3434 Shimata Hikari 743)

成挙動について検討を行った。

2. 実験方法

本実験に用いた試料は商用工程で溶製され、熱間圧延された板厚 4 mm の SUS304 熱延板で、その化学組成は 0.06C-0.6Si-0.9Mn-8.7Ni-18.3Cr-0.03N(wt%) である。同鋼板は 1120°C 保定 120 s-WQ の熱処理と酸洗を行った後、ワークロール径 100 mm ϕ の実験用 4 段圧延機を用い、室温で 10~90% の冷間圧延に供した。また、圧下率 82.5% (板厚 0.7 mm) の試料について 500~1100°C 保定 10 s-AC の熱処理を行った。以上の試料について板厚中心層の正極点図および逆極点図を求め集合組織を検討した。

なお、試料は機械研磨、化学研磨および電解研磨を行い、板厚約 60 μ m とした。更に、冷延材および焼鈍材の一部について、透過電子顕微鏡による組織観察と X 線の回折幅広がりによる内部応力の開放状況を調べた。 α' 相の定量には Förster 社製フェライト含量計を用いた。

3. 実験結果

3.1 熱延板および熱延焼鈍板の集合組織

熱延板の板厚中心層の $\{100\}$ 極点図を Fig. 1 に示す。主方位は $\{110\}\langle 112 \rangle$ 、副方位は $\{100\}\langle 001 \rangle$ であるが、わずかに $\{112\}\langle 111 \rangle$ 、 $\{113\}\langle 332 \rangle$ に近い方位が観察された。 $\{110\}\langle 112 \rangle$ 方位は FCC 金属の代表的圧延集合組織であり⁹⁾、熱間圧延での加工組織が集合組織的にも形成されていることを示している。

一方、この材料を 1120°C で再結晶焼鈍した時の集合組織を Fig. 2 に示す。 $\{110\}\langle 112 \rangle$ 方位は消滅し、先鋭な立方晶集合組織が形成されている。この結果は

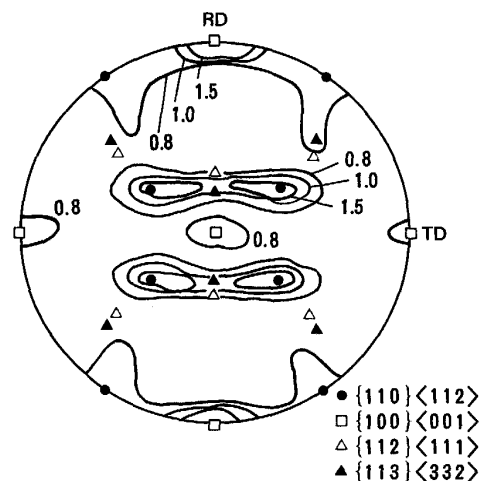


Fig. 1. $\{100\}$ pole figure of austenite in SUS304 hot rolled plate.

GOODMAN らが 800°C 圧延材を 900°C 焼鈍して得た結果と良く一致している⁷⁾。また、前記と同様 $\{112\}\langle 111 \rangle$ および $\{113\}\langle 332 \rangle$ に近い方位が軽度であるが認められる。

3.2 冷間圧延における集合組織と α' 量

Fig. 2 に示した集合組織を持つ熱延焼鈍板を冷間圧下率 30~90% で加工し、 γ 相および α' 相のおおのの集合組織を求めた。主な結果を Fig. 3, 4 に示す。圧下率 30% 材の γ 相の主方位は焼鈍板と同様な $\{100\}\langle 001 \rangle$ 方位であるが、副方位として $\{110\}\langle 112 \rangle$ に近い方位が発達してきていることが観察される。一方、 α' 相の集合組織はまだ明瞭に認められない。40% 冷延材になると γ 相では立方晶集合組織の TD 方向の集積が消える。同組織が圧延方向に平行な $\langle 100 \rangle$ 軸まわりの回転を生じていることを示唆している。また、 $\{210\}$

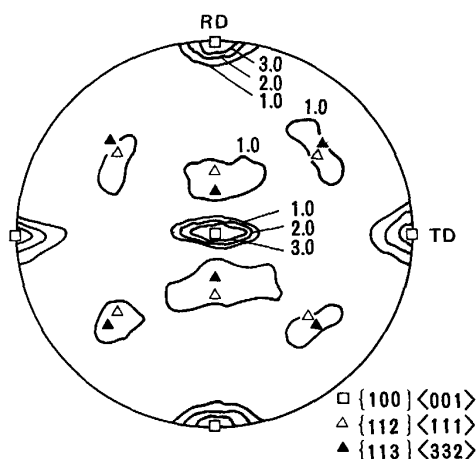


Fig. 2. $\{100\}$ pole figure of austenite in SUS304 hot rolled plate annealed for 120 s at 1120°C.

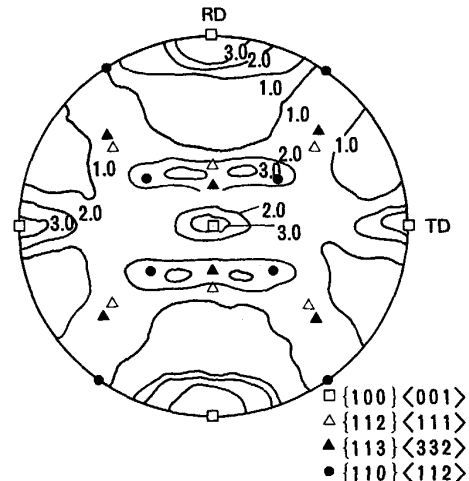


Fig. 3. $\{100\}$ pole figure of austenite in SUS304 plate cold rolled to 30% at room temperature.

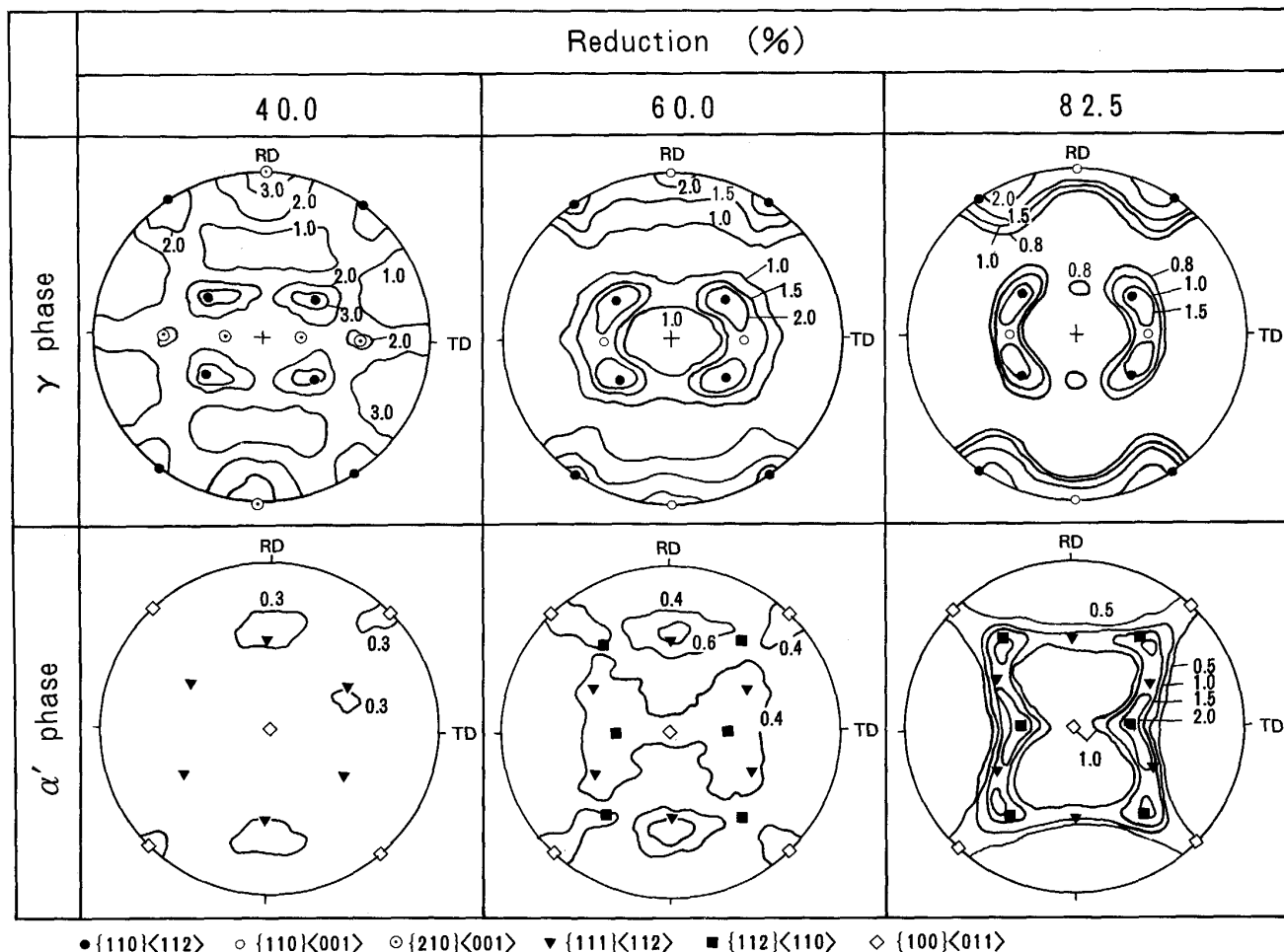


Fig. 4. $\{100\}$ pole figures of retained austenite and transformed ferrite in SUS304 plate cold rolled to 40.0~82.5%.

$\langle 001 \rangle$ 方位が現れると共に $\{110\}\langle 112 \rangle$ 方位の先鋭化も顕著になる。30% 圧延材で軽度だが明瞭に認められた $\{112\}\langle 111 \rangle$, $\{113\}\langle 332 \rangle$ に近い方位は消える。 α' 相の集合組織はまだ発達していない。しかし、60% 圧延材では $\{110\}\langle 112 \rangle$ 方位が極めて明瞭に現れてくると同時に、一部 $\{110\}\langle 001 \rangle$ の Goss 方位も形成される。 α' 相の集合組織はこのあたりの圧下率から形成されるが、最初に認められるのは $\{111\}\langle 112 \rangle \alpha'$ と $\{100\}\langle 011 \rangle \alpha'$ 方位である。圧下率 82.5% 材は γ 相および α' 相とも極めて明瞭な集合組織を形成する。すなわち、 γ 相は $\{110\}\langle 112 \rangle$ と $\{110\}\langle 001 \rangle$ を主方位とした黄銅型を示し、Hu らが 7・3 黄銅の 95% 冷延材で得た結果と類似している¹⁰⁾。一方、 α' 相は $\{112\}\langle 110 \rangle \alpha'$, $\{111\}\langle 112 \rangle \alpha'$ および $\{100\}\langle 011 \rangle \alpha'$ に代表される 3 方位が極めて明瞭に発達し、いわゆる純鉄型の集合組織となる。

以上の結果をもとに、 γ 相および α' 相の主要な面の相対強度を求めた。冷延圧下率との関係を Fig. 5 に示

す。 γ 相では圧下率が増すにつれて $\{100\}$, $\{112\}$ および $\{113\}$ が単調に減少する。とくに $\{100\}$ の減少傾向は著しく、圧下率 20% で相対強度は 1/3 に減少した。これらに対し、 $\{110\}$ の挙動は複雑で、圧下率 40% までは増加傾向を示すが、60% 以上では逆に減少する。一方、 α' 相の量は圧下率の増加に伴って指数関数的に増大する。 α' 相の主要面 $\{111\}\alpha'$, $\{112\}\alpha'$ および $\{100\}\alpha'$ の面強度は圧下率 60% 以上で明瞭に観察される。この圧下率は $\{110\}\gamma$ が減少傾向を示した値と一致し、同方位が α' 相へ変態したことを示唆している。

3・3 焼鈍温度と再結晶集合組織

冷間圧延での圧下率 82.5% の SUS304 を 500~1100°C の各温度で焼鈍した時の $\{100\}$ 極点図を Fig. 6, 7 に示す。500°C 焼鈍材の γ および α' 相の集合組織は冷延板の状態とほぼ同一であり、同温度では組織的な変化は認められない。600°C 焼鈍材では γ 相の $\{110\}$ 集積が若干増加し、 α' 相がわずかに減少傾向を示すが、全体として顕著な差は生じていない。しかし、700°C 焼

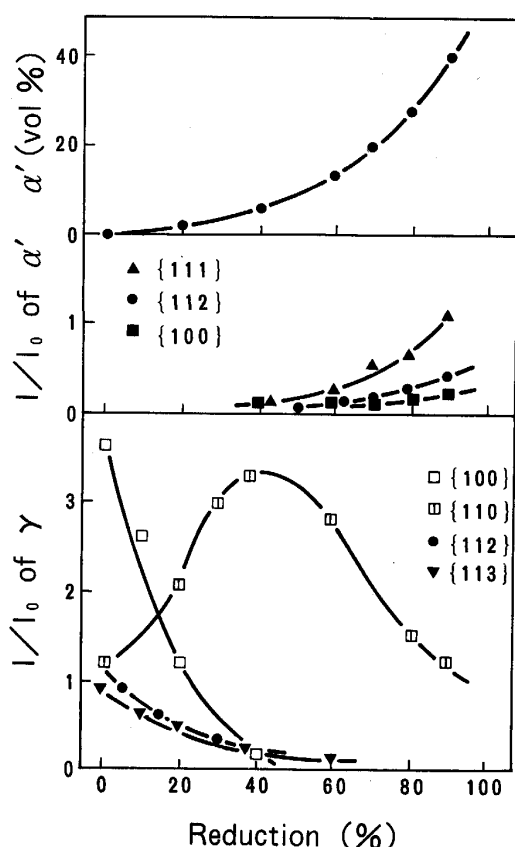


Fig. 5. Pole intensities and martensite volume of SUS304 plate cold rolled to 0~90%.

鈍材になると集合組織が急変し、 α' 相の集積がほとんど消えると共に、 γ 相では $\{110\}\langle 112\rangle$ と $\{110\}\langle 001\rangle$ 方位が急増する。更に軽度ではあるが、 $\{112\}\langle 111\rangle$ と $\{113\}\langle 332\rangle$ に近い方位の形成も認められる。次いで 800°C 焼鈍材では α' 相は完全に消滅し、 γ 相のみの単相組織となる。主方位には $\{112\}\langle 111\rangle$ と $\{113\}\langle 332\rangle$ に近い方位が認められ、かつ副方位として $\{110\}\langle 112\rangle$ が存在するが、 $\{110\}\langle 001\rangle$ は著しく減少していることがわかる。焼鈍温度が更に $1000\sim 1100^\circ\text{C}$ と高くなった場合は $\{110\}$ 面の集積が消え、主方位は $\{112\}\langle 111\rangle$ と $\{113\}\langle 332\rangle$ に近い方位となる。

以上の正極点図で得られた結晶方位の主要面に注目し、焼鈍温度と面強度の関係を求めた。結果を Fig. 8 に示す。冷延板で最も先鋭な γ 相の $\{110\}$ 面は焼鈍温度 600°C 以上で急激に増加し、 700°C で最大値を示した後、 800°C で以上で再び減少する特徴ある挙動を示す。一方、 $\{112\}$ 、 $\{113\}$ および $\{210\}$ 面は $\{110\}$ 面が減少を示した 800°C 急激に発生し、それ以上の温度ではほぼ一定の値を示す。これに対し α' 相の $\{111\}\alpha'$ 、 $\{112\}\alpha'$ および $\{100\}\alpha'$ 面は 600°C までは変化を示さないが、 700°C で急激に低減し、 800°C では零となることがわか

る。 α' 相の消滅温度は γ 相の $\{110\}$ 面の増大と対応しており、 α' 相の同方位が γ 相のそれに变化したことを示唆している。

以上の冷延・焼鈍材について透過電子顕微鏡による組織観察を行った。Photo. 1 の a) は冷延材であるが、 γ 相の加工組織中にラス状の α' 相が多く観察される。このような状態は 600°C 焼鈍材でもほぼ同様である。しかし、 700°C 焼鈍材では α' 相はほとんど観察されない。局部的に転位の消滅した部分が生じており、再結晶の初期的状態と見る事ができる。更に、 800°C の組織では転位は消え、かつ再結晶粒界が明瞭に観察された。ただし、結晶粒径は数 μm であり、商用工程で製造および使用される材料の組織に比べると極めて小さい。

4. 考 察

4.1 冷延集合組織の形成

これまで述べてきた組織観察の結果をもとに、主な集合組織の冷間圧下率による変化をまとめ、Fig. 9 に示した。熱延焼鈍板に最初に存在した最も先鋭な $\{100\}\langle 001\rangle\gamma$ 方位は圧下率 30~40% 程度から RD に平行な $\langle 100\rangle$ 軸回転を生じ、 $\{210\}\langle 001\rangle\gamma$ を経由して $\{110\}\langle 001\rangle\gamma$ 方位へ変化すると考えられる。一方、圧下率 40% 以上の高圧下領域でより顕著に形成される $\{110\}\langle 112\rangle\gamma$ 方位は、Al, Cu, 黄銅等¹⁰⁾¹¹⁾ の事例からもわかるように、FCC 金属で最も安定な冷延方位であり、各種方位の結晶回転の進行により最終安定位置として形成されたものと考えられる。更に、圧下率 60% 以上で $\{111\}\langle 112\rangle\alpha'$ 、 $\{100\}\langle 011\rangle\alpha'$ 、 $\{112\}\langle 110\rangle\alpha'$ を持つ純鉄型の α' 相が形指された。GOODMAN ら⁷⁾ によると $\{110\}\langle 112\rangle\gamma$ 方位から α' 相への変態は、 $\{111\}\langle 112\rangle\alpha'$ 方位へは Kurdjumov-Sachs (K-S) の関係が、 $\{100\}\langle 011\rangle\alpha'$ 方位へは西山の関係が指摘されている。 $\{112\}\langle 110\rangle\alpha'$ 方位については明確にされていないが、 $\{110\}\langle 001\rangle\gamma$ 方位とは Fig. 10 に示す平行な方位関係が認められるため前記と同様の機構により変態が進んでいるものと考えられる。

今回の実験では α' 相の量による冷延および再結晶集合組織への影響については十分検討できなかった。しかし、DICKSON ら⁸⁾ は Ni を 10~14% に变化させた γ 系ステンレス鋼で冷延・焼鈍を行い、冷延で α' 相を多量に生じた低 Ni 鋼は再結晶集合組織で副方位を生じやすいことを報告している。また、著者も SUS304 を低温で冷延し、 α' 相を多量に生じた場合の焼鈍後の面内異方性は顕著に変化することを確認しており¹²⁾、この点については更に詳細な検討が必要である。

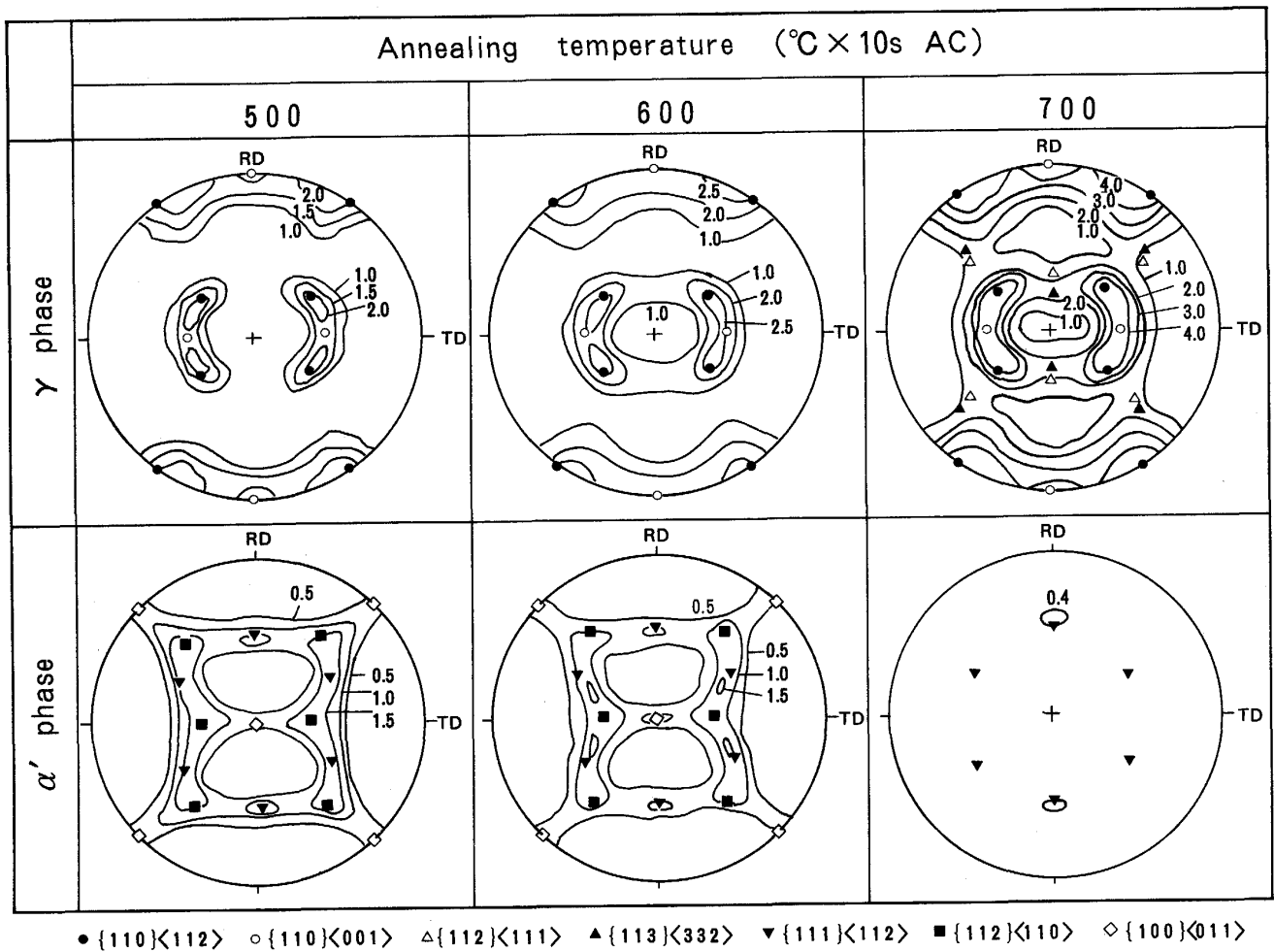


Fig. 6. $\{100\}$ pole figures of retained austenite and transformed ferrite in SUS304 plate cold rolled to 82.5% and annealed for 10 s at 500~700 $^{\circ}\text{C}$.

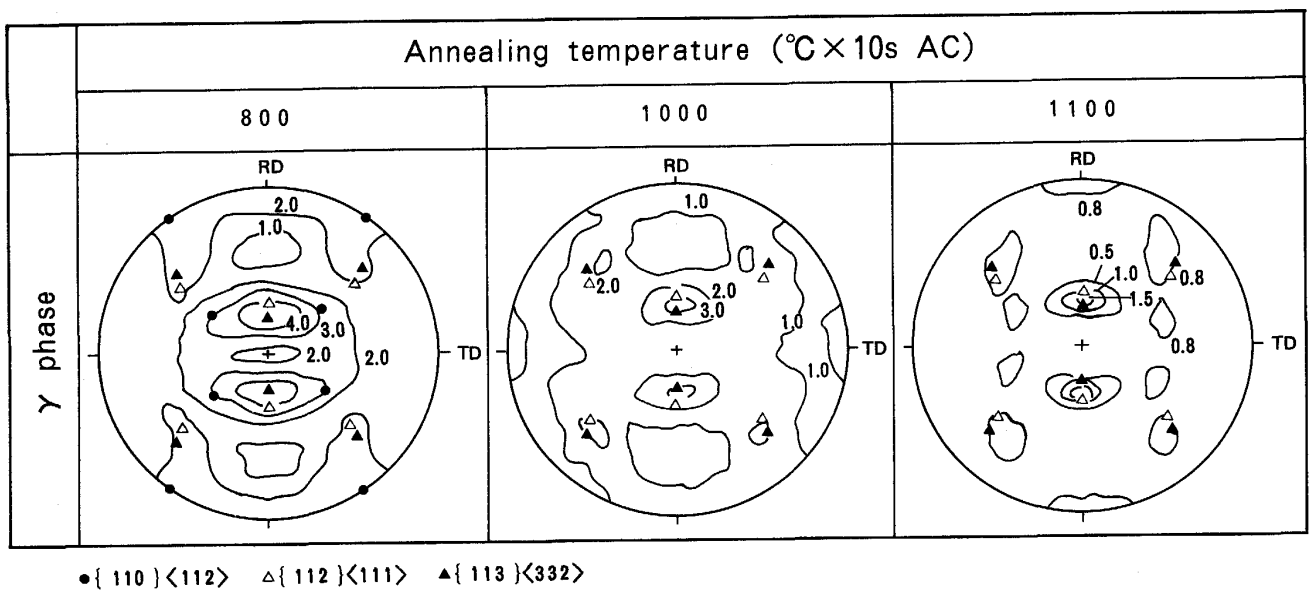


Fig. 7. $\{100\}$ pole figures of austenite in SUS304 plate cold rolled to 82.5% and annealed for 10 s at 800~1100 $^{\circ}\text{C}$.

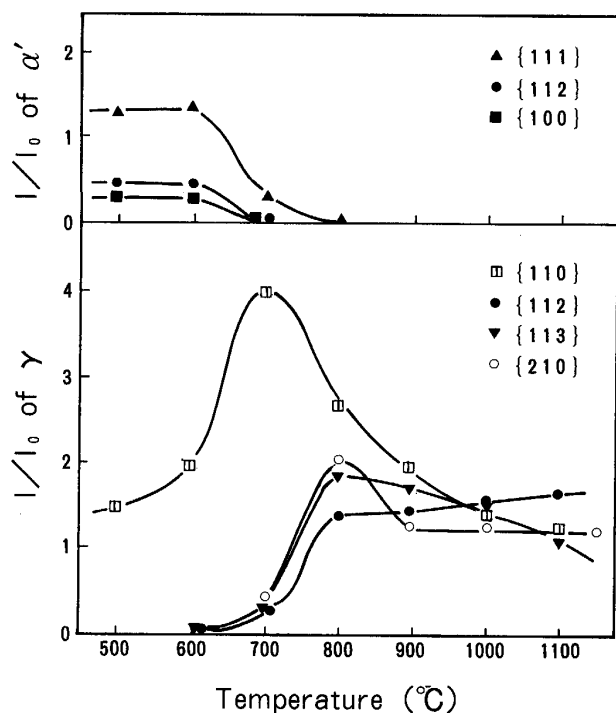


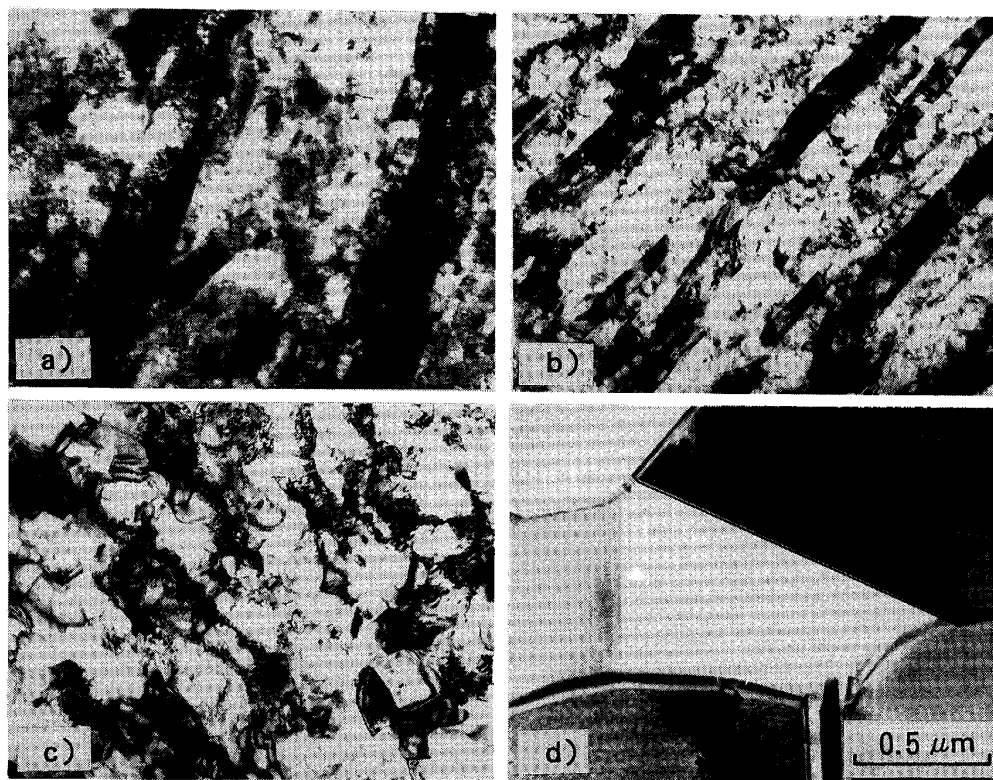
Fig. 8. Pole intensities of SUS304 plate cold rolled to 82.5% and annealed for 10 s at 500~1100°C.

4.2 再結晶集合組織の形成

冷延圧下率 82.5% の SUS304 を焼鈍温度 500 ~ 1100°C で 10 s 熱処理した時の γ 相および α' 相の集合組織発達状況を整理し Fig. 11 に示す. γ 相および α' 相の集合組織は 600°C までは顕著な変化を示さないが, 700°C において α' 相がいずれの結晶方位とも消滅し, かわって γ 相の $\{110\}\langle 112\rangle\gamma$, $\{110\}\langle 001\rangle\gamma$ 方位が著しく増加した. α' 相から γ 相への各結晶方位の変化は前述の冷間圧延による $\gamma \rightarrow \alpha'$ 変態と全く逆の挙動を示した.

加工により誘起される変態に対し, 加熱による $\alpha' \rightarrow \gamma$ 変態は拡散に支配されると考えられるので, これらの方位関係が厳密に成立しているか否かは更に詳細な検討を要するが, 本報告の実験結果に従えば, K-S の関係, 西山の関係および Fig. 10 に示した関係によって逆変態が生じたものと理解できる.

しかしながら, 焼鈍温度が 800°C 以上ではこの多量に生じた $\{110\}\gamma$ 面は成長せず, むしろ冷延集合組織では微量にしか観察されなかった $\{112\}\gamma$, $\{113\}\gamma$ 方位が発達してくる. この粒成長挙動を調べるため鞍点法により $\{110\}\gamma$, $\{112\}\gamma$, $\{113\}\gamma$ の内部歪みの解放状態を求めた. 結果を Fig. 12 に示す.



a) Cold rolled 82.5% b) 10 s at 600°C c) 10 s at 700°C d) 10 s at 800°C

Photo. 1. Transmission electron micrographs of SUS304 plate cold rolled to 82.5%, then annealed as indicated.

	Texture	Reduction (%)				
		0	30	40	60	80
γ phase	$\sim \{112\}\langle 111 \rangle$	(M)	(W)			
	$\sim \{113\}\langle 332 \rangle$					
	$\{100\}\langle 001 \rangle$	(S)	(S)	(M)	(M)	(M)
	$\{210\}\langle 001 \rangle$					
	$\{110\}\langle 001 \rangle$				(M)	(M)
	$\{110\}\langle 112 \rangle$		(M)	(S)	(S)	(S)
α' phase	$\{111\}\langle 112 \rangle$			(W)	(M)	(S)
	$\{100\}\langle 011 \rangle$			(W)	(W)	(M)
	$\{112\}\langle 110 \rangle$				(W)	(S)

(S) : Strong (M) : Medium (W) : Weak

Fig. 9. Schematic presentation of development of textures in SUS304 plate by rolling at room temperature.

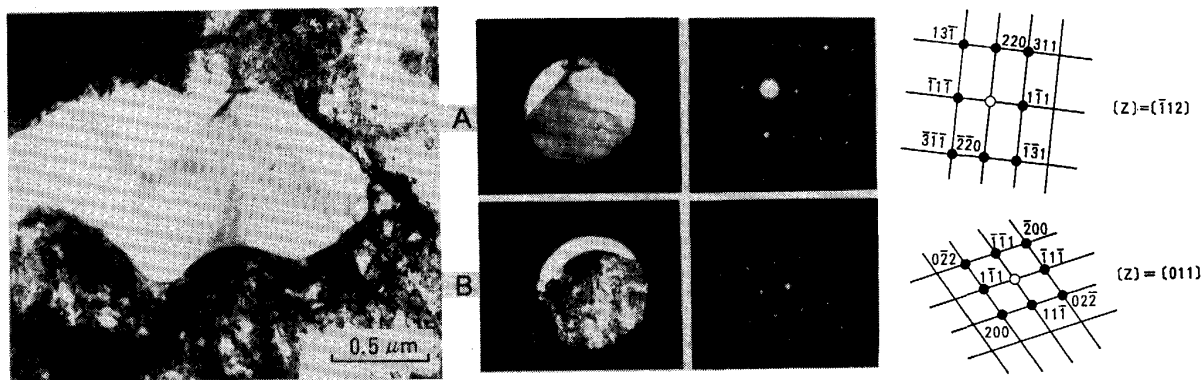


Photo. 2. Transmission electron micrograph and selected area diffraction patterns of SUS304 plate cold rolled to 82.5% and annealed at 700°C.

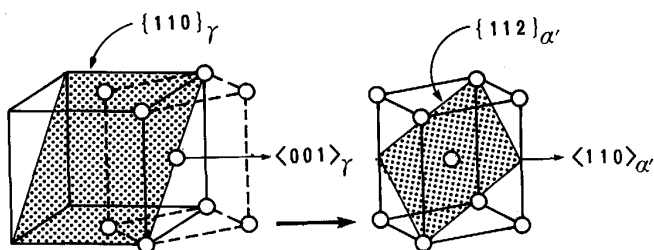


Fig. 10. Relationship between $\{110\}\langle 001 \rangle_{\gamma}$ and $\{112\}\langle 110 \rangle_{\alpha'}$ on austenite $\rightarrow$ martensite transformation.

$\{110\}_{\gamma}$ に比べ $\{112\}_{\gamma}$, $\{113\}_{\gamma}$ がより低い温度域で歪み解放を生じており、再結晶が早く進行したことを示唆している。すなわち、蓄積エネルギーの高い $\{112\}_{\gamma}$, $\{113\}_{\gamma}$ が核となり、 $\{110\}_{\gamma}$ を侵食し、初期再結晶粒として成長していくものと思われる。700°C 焼鈍材の再結晶核の一例を Photo. 2 に示す。また、この組織の中で転位が消滅した部分およびその近傍の未再結晶部分について電子線回折を行った。この結果によると、転位が消

えた再結晶粒は $\{112\}_{\gamma}$ 面、そのまわりの高転位密度面は $\{110\}_{\gamma}$ 面である。従って、この組織はより早く再結晶を開始した $\{112\}_{\gamma}$ 面が未再結晶の $\{110\}_{\gamma}$ 面を侵食していく過程であると推察される。

このように、 γ 相と α' 相の間に特定の結晶方位関係が存在する点は、変態集合組織で従来明らかにされている挙動と類似であり、同様な機構によると推定されるが、粒成長を伴って発達した集合組織では明瞭な対応関係は認められず、むしろ、蓄積エネルギーの方位依存性に支配されているものと考えられる。

5. 結 言

SUS304 薄板の冷延および焼鈍集合組織について観察を行い、以下の結果を得た。

(1) 冷間圧延による γ 相の変形集合組織は圧下率 30% 程度から明瞭に形成される。冷間圧延により誘起される α' 相は圧下率の増大に伴い指数関数的に増加するが、集合組織は圧下率 60% 以上で明瞭となる。 γ 相の冷延集合組織は黄銅型、 α' 相の冷延集合組織は純鉄

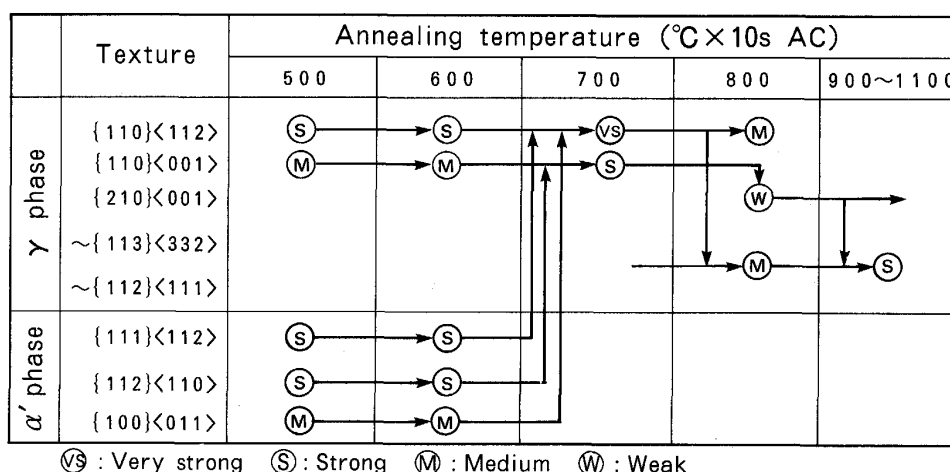


Fig. 11. Schematic presentation of development of textures in SUS304 plate cold rolled to 82.5% and annealed for 10 s at 500~1100 $^{\circ}\text{C}$.

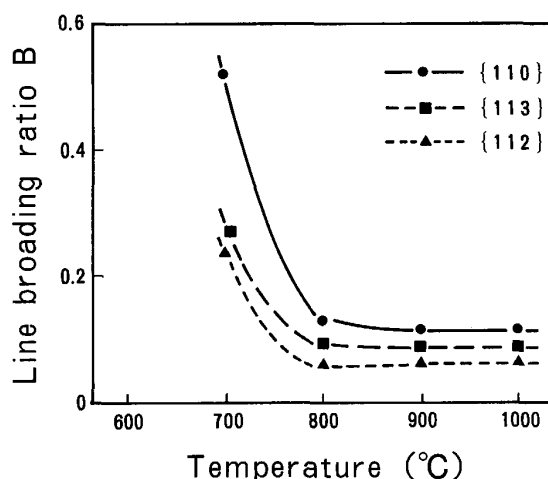


Fig. 12. Relationship between annealing temperature and internal stress of SUS304 plate cold rolled to 82.5%.

型を示し, GOODMAN らの結果と良く一致する.

(2) 冷間圧延材を焼鈍した場合, 700 $^{\circ}\text{C}$ で α' 相は γ 相の $\{110\}$ 面に逆変態し, 主方位を形成する. この時 $\{111\} \langle 112 \rangle \alpha'$, $\{100\} \langle 011 \rangle \alpha'$ および $\{112\} \langle 110 \rangle \alpha'$ は Kurdjumov-Sachs の関係, 西山の関係他により $\{110\} \langle 112 \rangle \gamma$, $\{110\} \langle 001 \rangle \gamma$ に変態すると推察される.

(3) 冷間圧延により蓄積された内部歪みの解放は, $\{110\} \gamma$ に比べ $\{112\} \gamma$, $\{113\} \gamma$ がより低温で生じ, 再結晶が早く開始される.

(4) 焼鈍温度 900 $^{\circ}\text{C}$ 以上での再結晶集合組織の主方位は $\sim \{112\} \langle 111 \rangle \gamma$, $\sim \{113\} \langle 332 \rangle \gamma$ であり, $\{110\} \langle 112 \rangle \gamma$ は高温域で焼鈍するほど減少する. これは, 低温域で生成した $\{112\} \sim \{113\}$ の再結晶核が未再結晶の $\{110\}$ の粒を侵食していくためと予想された.

終わりに, 本研究の遂行に関し終始御指導, 御鞭撻をたまわった元新日本製鉄(株)新素材事業本部専門部長沢谷精博士に深く感謝致します.

文 献

- 1) A. J. GRIFFITHS and J. C. WRAIGHT: STAINLESS STEELS (1969), p. 51 [The Iron and Steel Inst., London]
- 2) 柚島登明, 小川陸郎: 鉄と鋼, **65** (1979), p. 1747
- 3) H. INAGAKI: Trans. Iron Steel Inst. Jpn., **17** (1977), p. 166
- 4) K. ITO: Trans. Iron Steel Inst. Jpn., **20** (1980), p. 624
- 5) 古林英一: 鉄と鋼, **71** (1985), p. 1359
- 6) S. R. GOODMAN and H. HU: Trans. Metall. Soc. AIME, **230** (1964), p. 1413
- 7) S. R. GOODMAN and H. HU: Trans. Metall. Soc. AIME, **233** (1965), p. 103
- 8) M. J. DICKSON and R. P. STRATTON: J. Appl. Cryst., **5** (1972), p. 107
- 9) 長嶋晋一: 集合組織 (1984), p. 79 [丸善]
- 10) H. HU, P. R. SPERRY and P. A. BECK: Trans. Metall. Soc. AIME, **194** (1952), p. 76
- 11) H. HU and S. R. GOODMAN: Trans. Metall. Soc. AIME, **227** (1963), p. 627
- 12) 住友秀彦, 吉村博文: 鉄と鋼, **68** (1982), S1369