



準安定オーステナイト系ステンレス鋼の強度・延性に及ぼす残留オーステナイトの影響

富村 宏紀*・宮楠 克久*・廣津 貞雄*²

Effect of Retained Austenite on Strength and Elongation in Metastable Austenitic Stainless Steels

Kouki TOMIMURA, Katsuhisa MIYAKUSU and Sadao HIROTSU

Synopsis : Effect of retained austenite on strength and ductility has been investigated in cold rolled metastable austenitic stainless steels having various austenite stabilities. Steels consist of from 50 to 60 vol% martensite through 50% cold rolling at several temperatures. The steels achieved high strength by aging at 400°C for 3.6ks after 50% cold rolling. A stabilization of austenite generally enhanced the 0.2% proof stress and tensile strength. An increase in the strength results from dislocation morphology of cold rolled austenite and this is attributable mainly to planar dislocation of the austenite. In Erichsen test, maximum ductility is obtained in steel with austenite stability $Md(N)$ ($= 580 - 520C - 2Si - 16Mn - 16Cr - 23Ni - 300N - 26Cu$) of 40. Good ductility is a consequence of the formation of strain induced martensite during deformation. It is concluded that optimum austenite stability $Md(N)$ is 40 to obtain high strength and ductility.

Key words : stainless steel ; dislocation ; ductility ; strength ; retained austenite ; planar structure ; cell structure ; austenite stability ; deformation induced martensite ; aging.

1. 緒言

SUS301に代表される準安定オーステナイト(γ)系ステンレス鋼は加工により γ 相が加工誘起マルテンサイト(α')相に変態する材料であり、高強度化を図るには、この変態強化とオーステナイトの加工硬化が積極的に使用されている¹⁾。材料の高強度化を図ればそれに伴い、延性や疲労特性は一般的に低下する。だが、本系は γ 相が準安定相として残留するため、変形中に α' 相に変態する場合があり、これをうまく利用すれば、延性・靭性が改善されることがすでにいくつか報告されており^{2,3)}、TRIP(transformation induced plasticity; 変態誘起塑性)現象としてよく知られている。この準安定 γ 相の加工に対する安定度は、化学成分に大きく依存し⁴⁾、また得ようとする強度レベルに応じて最適な強度・延性バランスを達成する γ 安定度も異なってくる。

著者らはこれまでにSUS301をベース鋼にSiを含有した準安定 γ 系ステンレス鋼を用い、時効処理でのひずみ時効を組み合わせた引張強さ1900N/mm²級の高強度ステンレス鋼の開発を行っている⁵⁾が、この強度レベルで強度・延性に及ぼす残留 γ 相の影響は十分には判明されていない。

本研究では、加工に対する安定度の異なる残留 γ を有する準安定 γ 系ステンレス鋼を用い、冷間圧延での温度を調整し、同一加工率でほぼ同量の γ 量を残留させ、強度・延性に大き

く影響する加工率を一定にしている。ここではさらに時効処理を施し高強度化を図り、最適な強度・延性バランスを得る最適な残留 γ の安定度を明らかにし、強度に及ぼす残留 γ 相のミクロ組織の影響ならびに延性に及ぼす γ 安定度の影響を調査した。

2. 供試材および実験方法

供試材はTable 1に示すA~E鋼の5鋼種を用いた。SUS301をベースに時効処理でのひずみ時効、析出強化を目的にそれぞれSi: 2.8%, Cu: 2.0%を添加しており、Cr量を15.0~16.9%, Ni量を5.3~7.0%まで変化させ、加工に対する γ 安定度を変えている。 γ 安定度に対する指標としてはNi当量⁴⁾や Md_{30} ^{6,7)}があるが、ここでは本成分系を中心にして算出した実験式

Table 1. Chemical compositions of steels.(mass%)

Steel	C	Si	Ni	Cr	N	Cu	$Md(N)$
A	0.082	2.78	7.0	16.9	0.080	1.94	20
B	0.081	2.83	6.4	16.6	0.075	1.96	41
C	0.083	2.84	6.0	16.0	0.072	1.97	61
D	0.084	2.83	5.5	15.3	0.070	1.97	83
E	0.083	2.88	5.3	15.0	0.070	1.94	95

$$Md(N) = 580 - 520C - 2Si - 16Mn - 16Cr - 23Ni - 300N - 26Cu$$

平成8年12月16日受付 平成9年3月7日受理 (Received on Dec. 16, 1996; Accepted on Mar. 7, 1997)

* 日新製鋼(株)技術研究所 (Steel & Technology Development Laboratories, Nissin Steel Co., Ltd., 4976 Nomuraminami-machi Shin-nanyo 746)

* 2日新製鋼(株)技術研究所 (現: 日新钢管(株)) (Steel & Technology Development Laboratories, Nissin Steel Co., Ltd., now Nissin Kokan Co., Ltd.)

$$\begin{aligned} \text{Md(N)} &= 580 - 520C - 2Si - 16Mn - 16Cr - 23Ni \\ &- 300N - 26Cu \quad \dots \quad (1) \end{aligned}$$

を用いた。このMd(N)が小さい試料ほど加工誘起 α' 相が形成されにくく、加工に対して γ 相が安定である。いずれも高周波真空溶解炉(真空度約1Pa)を用いて12kg溶製し、 $30^{\circ}\times 110^{\mathrm{w}}\times 300^{\mathrm{h}}$ mmに鍛造した。その鍛造材を熱間圧延ならびに冷間圧延で板厚2mmにし、最終焼鈍(溶体化処理)は $1050^{\circ}\mathrm{C}-0.06\mathrm{ks}$ 均熱保持後、水冷帶付き銅板で室温まで冷却して行った。冷間圧延は1mmまで行い(断面減少率50%)、その後大気炉を用い $400^{\circ}\mathrm{C}-3.6\mathrm{ks}$ の時効処理をして、各種試験に供した。本実験では、冷間圧延時の圧延温度を一定にし、ワーカロールに入る直前の温度を圧延温度とした。また、冷間圧延時の1パスあたりの冷間加工率も加工誘起 α' 量に影響を及ぼす因子であり⁸⁾、その値を断面減少率で5~10%とした。

本供試材は強磁性の α' と常磁性の γ からなる2相混合組織を呈するので、組織定量は試料振動型磁力計^{9,10)}を用いた。 α' 相ならびに γ 相の転位密度の大小を評価する目的で、X線回折法により各強度の半価幅を測定した。使用した面は α' 相は{200}、 γ 相は{220}であり、いずれも $K\alpha_2$ 強度を分離した $K\alpha_1$ 線の回折強度より算出した。

引張試験は、平行部幅7mm・平行部長さ30mmの平板試験片を圧延方向と平行に採取し、ひずみ速度 $\dot{\epsilon} = 1.7 \times 10^{-3}/\mathrm{s}$ で行った。延性については高強度材の成形性を重視しエリクセン試験で評価し、JIS Z-2247に準じた試験B法で行い、ポンチを5mm/minの一定速度で押し込み、試験片表面に割れが発生したときの試験片上面の移動距離より求めた。またこの時の破断荷重(板厚×ダイス内径)で割った値をエリクセン破断応力として定義した。

組織観察は200kV透過型電子顕微鏡を用いて行った。電顕用薄膜は過塩素酸酢酸溶液を用いたジェット研磨法で作製した。

3. 実験結果および考察

3.1 時効硬化挙動とミクロ組織

供試材はいずれも準安定 γ 系であり冷間加工により α' 相が生成する。Fig. 1に3種類の温度で16%ならびに50%加工を施した供試材の γ 安定度指数Md(N)と冷間圧延で誘起される α' 量の関係を示す。加工率上昇により誘起される α' 相は多くなり、同一圧延条件で比較するとMd(N)が小さいほど α' 量は少なく、 γ 相の加工に対する安定度が大きいことを示しており、ここで用いるMd(N)が加工に対する γ 安定度を表す指標として適切であることがうかがえる。また、圧延温度が低いほど α' 相は誘起されやすくなる。本研究は、安定度の異なる残留 γ を有する材料の機械的特性を調査する目的で、加工率や残留 γ 量をなるべくそろえるために、加工率

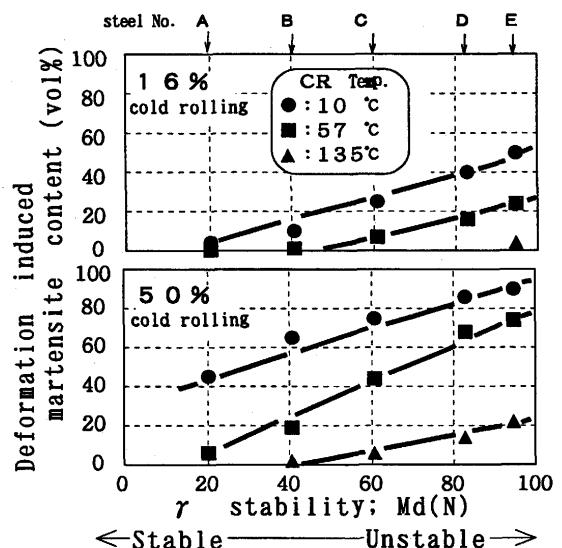


Fig. 1. Relation between Md(N) and deformation induced martensite content.

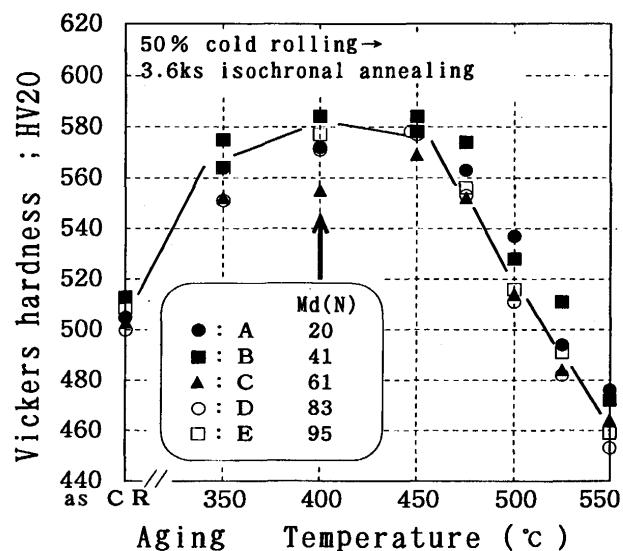


Fig. 2. Changes in Vickers hardness in steels used as a function of aging temperature.

50%で α' 量が50~60vol%生成するように圧延温度を変えた。圧延温度は、 γ 相がもっとも安定なA鋼で7°C、不安定なE鋼で110°Cを選定し、その温度範囲で圧延を実施した。

Fig. 2に溶体化処理後、種々の圧延温度で50%冷延を施した試料を各温度で3.6ks等時時効処理した後の室温での硬度変化を示す。いずれの供試材も時効温度400~450°Cで硬さのピークを示し、それ以上の温度では軟化していく。この硬度上昇の要因は析出硬化やSi添加による歪時効^{5,11)}が主たる要因であり、以後の時効温度は最大硬度が安定して得られる400°Cとした。

Fig. 3に供試材ごとに各熱処理後のビッカース硬度を示す。溶体化処理材の硬度は174~193で、50%加工で500程度の硬さを有する。これは加工硬化型ステンレス鋼の特徴であるが、この硬度上昇は加工誘起 α' 相の生成と γ 相自体の加工硬

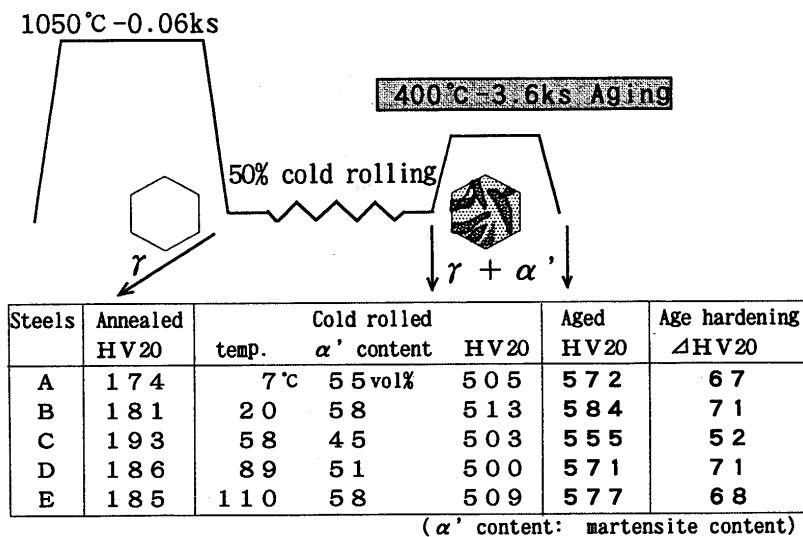


Fig. 3. Changes in Vickers hardness in steels with various treatments.



Fig. 4. TEM microstructure of deformation induced martensite aged at 400°C for 3.6ks after 50% cold rolling in A steel.

化に起因するものである。なお、加工後の α' 量はいずれも45~58vol%程度である。400°C-3.6ks時効処理後の硬さは、ほとんどが570~580であり、圧延材の硬度との差である時効硬化度 Δ HVも70前後である。

時効処理を施したA鋼の α' 相ならびにAおよびD鋼の γ 相の電顕組織をFig. 4 およびFig. 5 に示す。 α' 相については幅0.05μm程度のラスが多数存在する典型的なラスマルテンサイトであり、この α' 相の形態は他の供試材についても同様である。なお、400°C-3.6ksの時効では α' 相の再結晶は起きていらない。一方、 γ 相については内部の転位形態がA鋼では方向性のあるプラナー状であるのに対し、D鋼ではセル状と両鋼で全く異なっている。この冷間加工で γ 相に導入される転位形態はA、B鋼でプラナーであり、他のC、D、E鋼はセルである。この鋼種による変形組織の違いは、時効前の冷延状態でも確認しており、冷間圧延時に導入される転位形態の差異によるものである。

3・2 時効材の強度ならびに延性

Fig. 6 は引張試験で得られた0.2%耐力、引張強さおよび

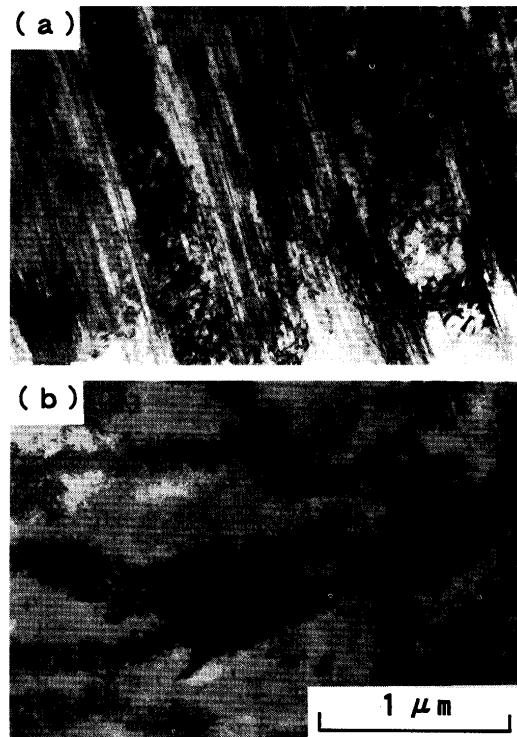


Fig. 5. (a): A steel cold rolled at 7°C
(b): D steel cold rolled at 89°C
TEM microstructures of deformed austenite aged at 400°C for 3.6ks after 50% cold rolling in A and D steels.

破断伸びを γ 安定度指数Md(N)で整理した結果であり、強度はMd(N)が低いA、B鋼が他の3鋼種に比べ高い。強度を支配する因子としては、まず α' 量が考えられ、時効処理後引張試験前の α' 量を図中に併記しているが α' 量が58%と等しいB鋼とE鋼で強度が異なっており、必ずしも α' 量と強度は対応していない。また、引張変形後の破断部の α' 量については、 γ 相の加工に対し不安定なE鋼は引張変形中に α' 量が10%ほど増加したが、B鋼では γ 相が安定なために引張

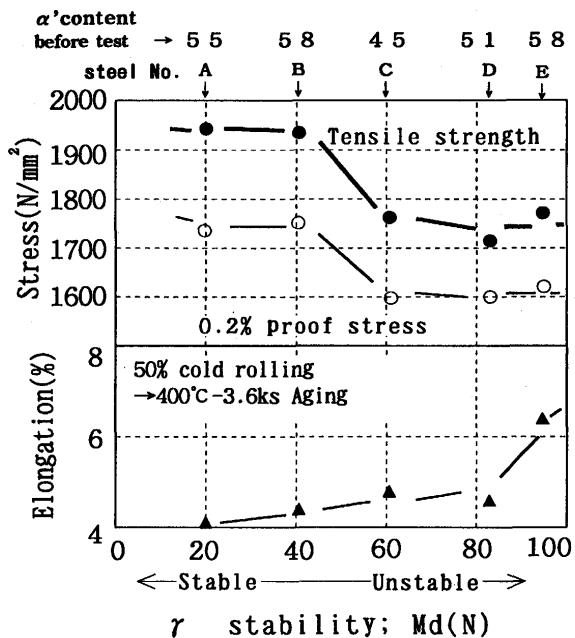


Fig. 6. Tensile properties of aged steels with various γ stabilities.

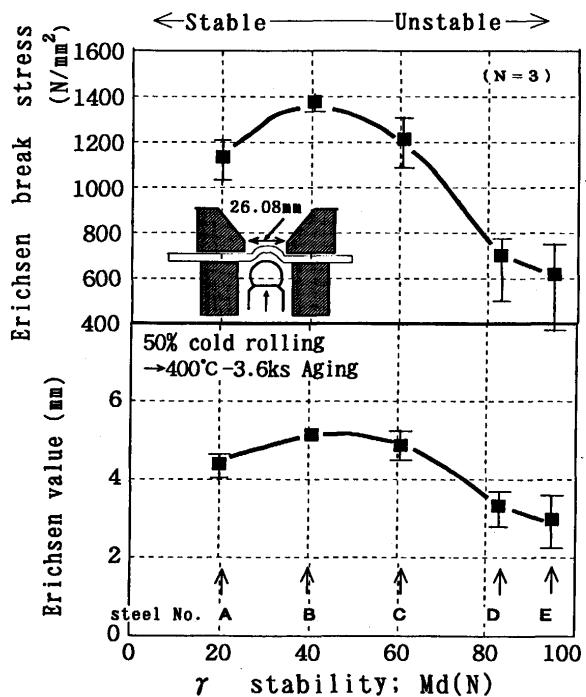


Fig. 7. Effect of retained γ stability on Erichsen break stress and Erichsen value in steels used.

変形中に α' 量の増加は認められなかった。従って、引張試験後の α' 量は引張強さが低いE鋼のほうが多いという結果であった。この強度のMd(N)依存性の原因については次項で考察する。

また、破断伸びについては強度が低いD, E鋼の γ 安定度が低い鋼種で若干伸びが高い。ただ、高強度ステンレス鋼は実際に使用される環境では成形性をふまえた延性が問題になることが多く、ここでは張出し性の代表的評価方法で

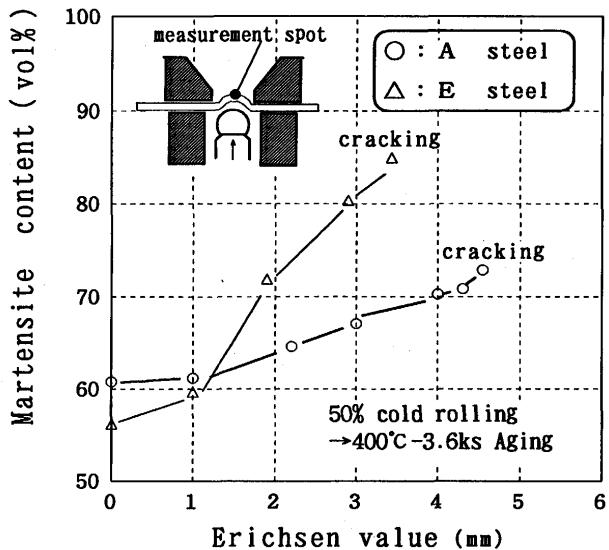


Fig. 8. Increase behavior of deformation induced martensite during Erichsen test in A and E steels.

変形も二軸変形であるエリクセン試験で延性を評価した。

Fig. 7 に50%加工後400°C-3.6ks時効を施したA-E鋼のエリクセン破断応力とエリクセン値をMd(N)で整理した結果を示す。エリクセン値ならびに破断応力はMd(N)=41のB鋼が最も高い値を示し、それよりMd(N)が高く γ 相が不安定な材料になるほど、両特性値は低下する傾向にある。なお、破断伸びではE鋼が良好なのに対し、エリクセン値ではB鋼が最も良好であり、延性の評価手段で傾向が異なるが、同じ準安定 γ 系ステンレス鋼の焼純材でも同様な傾向は認められる²⁾。これは、 γ 相から加工誘起 α' 相が生成する場合、その生成挙動は単軸引張か二軸引張かの変形モードや歪速度に大きく影響を受けるために、TRIP効果の寄与が異なってくるためである。

Fig. 8 はA鋼ならびにE鋼のエリクセン試験途中でのポンチの接触する試験片中央部の α' 量変化を示す。エリクセンでの変形途中の α' 増加量は、 γ 安定度の小さいE鋼のほうが多い。一般に準安定 γ 相の変形中には、変形により加工誘起 α' 相が生成し、応力集中でクラックが発生、伝播しようとする箇所に強度が高い α' 相が生成し、それによりクラック発生を抑え、延性向上に寄与するTRIP現象が起こる²⁾が、時効材のエリクセン試験でも同様な現象が生じている。E鋼は α' 相が85%程度で割れが発生している。これはE鋼の γ 安定度を有する鋼では、 α' 相の生成が80%を超えると、加工に対し生成し難くなる実験結果¹²⁾より、それ以上のエリクセンでの変形では α' 相が形成されにくくなつたためであろう。一方、A鋼については、 α' 相が73%で破断しているが、これはエリクセンの押し込み荷重が高くなり、 α' 相が形成しても外的応力以上には材料強度が高くならない塑性不安定条件によるものと考えられる。このように、エリクセン変形中の α' 相の生成挙動により、得られるエリクセン値が変化

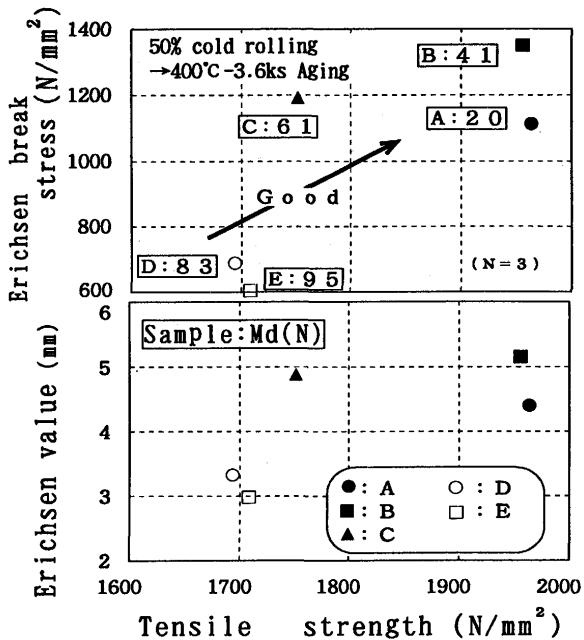


Fig. 9. Relation between tensile strength and Erichsen properties in steels used.

し、A鋼がE鋼に対しエリクセン値が高いのは、A鋼のほうが変形中での残留 γ から α' 変態のTRIP現象が有効に働いたためである。

Fig. 9 は供試材A～E鋼の時効処理後の強度(引張強さ)と延性(エリクセン試験値)の関係をまとめたものである。右上に位置するものが良好な強度・延性バランスを有しているものであり、B鋼がそれに相当する。つまり、最適な γ 安定度はMd(N)=40程度である。

3・3 強度に及ぼすミクロ組織の影響

前節で時効材の強度が γ 相の加工安定度に依存して変化することを述べたが、強度に影響を及ぼす因子としては α' 量以外に、転位密度ならびにミクロ組織が考えられる。Fig.10はA～E鋼の圧延材ならびに時効材のX線回折より求めた α' 相と γ 相の $K\alpha_1$ 線プロファイルの半価幅変化を圧延温度で整理したものである。この半価幅は、組織の転位密度の大小を示す指標であるが、 α' 、 γ 相ともに時効材の半価幅は圧延材のそれに比べ小さくなっている。これは時効により圧延で導入された加工歪みが解放されているためである。時効材の α' と γ 相の半価幅は、A～D鋼ではほとんど変わらず、E鋼でわずかに大きい程度である。つまり、A～D鋼では転位密度は変わらないことを示唆している。この転位密度が大きくなれば、0.2%耐力が上昇することが一般に知られているが¹³⁾、Fig. 6 に示したようにA、B鋼がC、D鋼に比べ0.2%耐力が高く、この0.2%耐力の差異は転位密度からは説明できない。

ミクロ組織については、Fig. 5 に示したように鋼種によって γ 相に導入される転位形態がプラナー型とセル型の2種類あり、強度が高いA、B鋼は転位形態がプラナーであり、他の3鋼種はセルと強度変化とよい対応を示している。0.2%耐力が異なることより、変形初期の引張変形によって導入

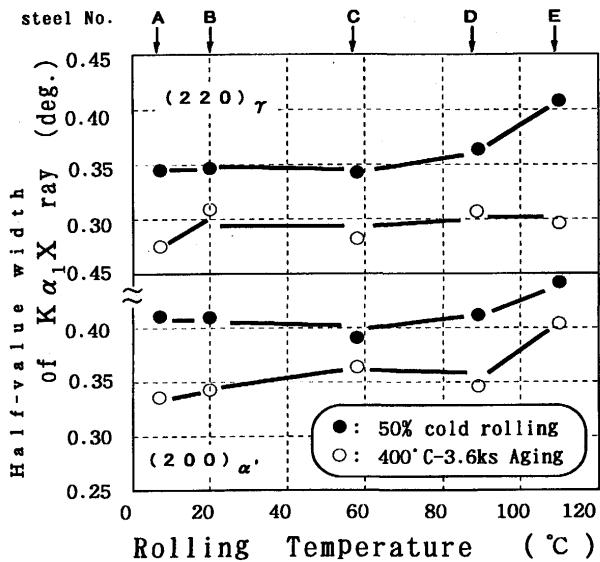


Fig. 10. Effect of rolling temperature on X ray half-value width of γ and α' phases in steels used.

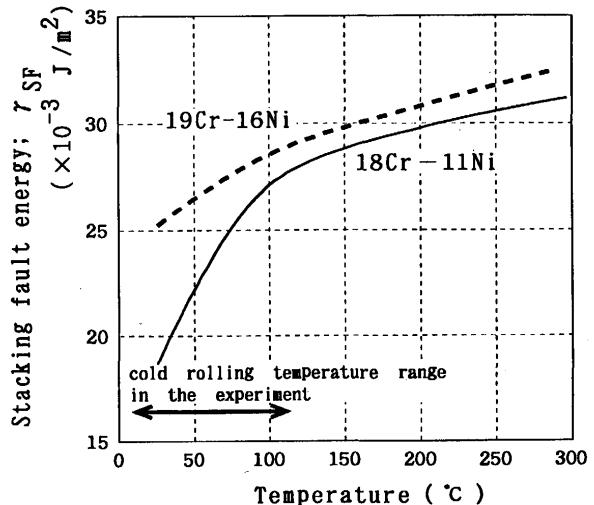


Fig. 11. Dependence of stacking fault energy on temperature (after ref. 14).

される転位の移動しやすさが、 γ 相に在形する転位形態によって異なると考えられる。つまり、 γ 相の転位形態がプラナー状になっていることは、積層欠陥の幅が大きく、新たに外部の変形で導入される転位がその積層欠陥のために動きにくくなり、結果として変形初期の0.2%耐力が高くなるのであろう。また、降伏後破断までの加工硬化は鋼種間で差がないことを確認しており、引張強さの鋼種間の依存性は0.2%耐力での差を、そのまま継承していると考えられる。

この圧延により γ 相に導入される転位形態の違いは、圧延温度に依存した残留 γ 相の積層欠陥エネルギーの変化によるものと考えられる。 γ 系ステンレス系においては、 γ 相の積層欠陥エネルギーは温度に影響するとの報告があり、その一例としてR.M.Latanisonらが求めた19Cr-16Niならびに18Cr-11Niの γ 相の積層欠陥エネルギー温度依存性¹⁴⁾をFig.

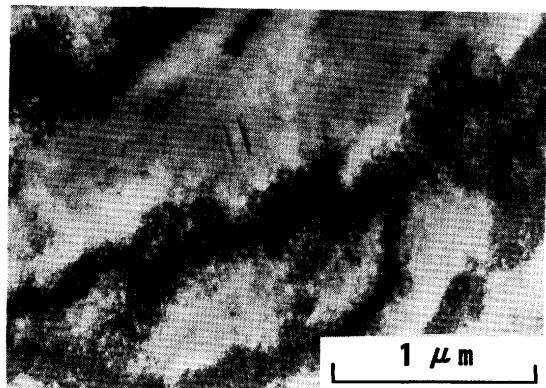


Fig. 12. TEM microstructure of deformed austenite in A steel with 50% cold rolling at 60~70°C.

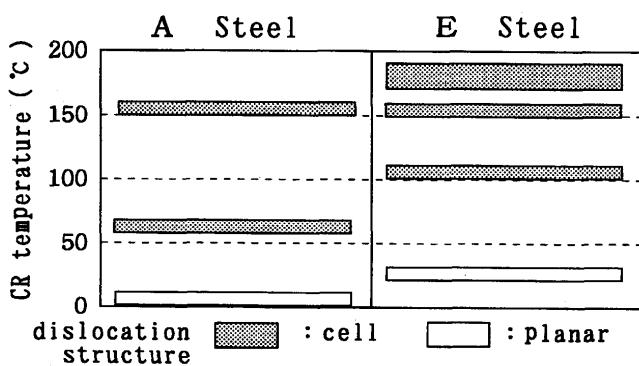


Fig. 13. Effect of cold rolling temperature on dislocation morphology in deformed austenite of steels with 50% cold rolling.

11に示す。温度が低いと γ 相の積層欠陥エネルギーは低下し、特にCr, Niの少ない18Cr-11Niでは本実験の圧延温度7~110°Cにおいてその温度依存性が大きい。本供試材は18Cr-11Niよりさらに低Cr, 低Niの領域であり、本圧延温度での積層欠陥エネルギーの温度依存性はさらに大きくなる可能性がある。いずれにせよ、低温ほど γ 相の積層欠陥エネルギーが小さくなる。 γ 安定度の大きいA, B鋼は冷間加工で α' 相が誘起されやすいように、低温で圧延をほどこしており、そのため残留 γ の積層欠陥エネルギーが小さくなり γ 相に導入される転位形態がプラナー状になったと考えられる。なお、積層欠陥エネルギーは成分の影響も受ける^{15,16)}、例えばBrofmanらが γ 系ステンレス鋼で算出した積層欠陥エネルギー γ_{SF} [J/m²]の成分依存性(2)式¹⁵⁾を利用すれば、供試材のCr, Ni成分変動範囲での積層欠陥エネルギーの変化は約 2×10^{-3} J/m²程度と温度依存性に比べ小さい。

$$\gamma_{SF} = (16.7 + 2.1[\%Ni] - 0.9[\%Cr] + 26[\%C]) \times 10^{-3} \quad (\text{成分:質量\%}) \quad \dots \dots \dots (2)$$

Fig.12は圧延温度60~70°Cで50%加工したA鋼の γ 領域の電顕組織である。転位形態はセル組織であり、Fig. 5で示した圧延温度7°Cでの転位形態がプラナーの場合とは異なって

いる。これは圧延温度を上昇させたことで、 γ 相の積層欠陥エネルギーが上昇したためである。

Fig.13はA鋼とE鋼を種々の圧延温度で50%加工を施したときの残留 γ 相の転位形態を圧延温度で整理した結果を示す。両鋼とも圧延温度が50°C以下では γ 相の転位形態がプラナー組織であり、それ以上ではセル組織になっている。本実験で選定した材料においては、圧延温度が50°C以下にすると、残留 γ 相の転位形態がプラナーになり、これが材料の強度上昇に大きく寄与している。

4. 結言

加工に対する安定度の異なる残留 γ を有するSi, Cuを含有した(15~16.9)Cr-(5.3~7.0)Niの準安定 γ 系ステンレス鋼を用い、冷間加工-時効処理で高強度化を図った材料の強度ならびに延性に及ぼす残留 γ 相の影響をミクロ組織ならびに加工に対する γ 安定度の観点から調査し、次のような結論を得た。

(1) 冷間圧延率50%で加工誘起 α' を50%程度有する材料に3.6ksの時効を施した場合、400~450°Cで最高硬度を示す。

(2) 400°C-3.6ks時効材の引張特性は、 γ 相が安定な鋼ほど0.2%耐力、引張強さが高い。これは、 γ 安定度が高い鋼ほど所定の α' 相を生成させるために、より低温で圧延する必要があり、それに伴い残留 γ 相中に導入される転位形態がセルからプラナーへ変化し、外部変形に対する抵抗が高くなつたためと考えられる。

(3) エリクセン試験から求めた400°C-3.6ks時効材の延性はMd(N)=40(Md(N)=580-520C-2Si-16Mn-16Cr-23Ni-300N-26Cu)程度の鋼が最も良好な値を示す。これは、エリクセン試験での変形中に生成する加工誘起 α' 生成が破断阻止に有効に働いたためである。

(4) 50%前加工を施した時効材の最適な強度・延性バランスは γ 安定度指数Md(N)=40を有する鋼である。

文 献

- 1) 村田 康, 大橋誠一, 植松美博: 鉄と鋼, 78 (1992), 346.
- 2) 田村今男: 鉄と鋼, 56 (1970), 429.
- 3) 津崎兼彰, 牧 正志: 熱処理, 32 (1992), 70.
- 4) 平山俊成, 小切間正彦: 日本金属学会誌, 34 (1970), 507.
- 5) 廣津貞雄: 日新製鋼技報, (1987)57, 54.
- 6) T.Angel: J.Iron Steel Inst., 177 (1954), 165.
- 7) 野原清彦, 小野 寛, 大橋延夫: 鉄と鋼, 63 (1977), 772.
- 8) 田中照夫, 星野和夫: 日新製鋼技報, (1986)54, 42.
- 9) 星野和夫, 伊東建次郎, 小松義弘: 日新製鋼技報, (1973)29, 26.
- 10) 田中照夫, 星野和夫: 日新製鋼技報, (1985)52, 36.
- 11) 武本敏彦, 村田 康, 田中照夫: 鉄と鋼, 76 (1990), 894.
- 12) 富村宏紀, 上田精心, 高木節雄, 徳永洋一: 鉄と鋼, 78 (1992), 141.
- 13) J.F.Bailey: Phil.Mag., 8 (1963), 223.
- 14) R.M.Latanision and A.W.Ruff,Jr.: Metall.Trans., 2 (1971), 505.
- 15) P.J.Brofman and G.S.Ansell: Metall.Trans., 9A (1978), 879.
- 16) R.E.Schramm and R.P.Reed: Metall.Trans., 6A (1975), 1345.