

オーステナイト系ステンレス鋼ワイヤの引張特性に 及ぼす線径と結晶粒径の影響

福丸 大志郎*・飛鷹 秀幸*²・土山 聡宏*³・高木 節雄*³

Effect of Wire Diameter and Grain Size on Tensile Properties of Austenitic Stainless Steel Wire

Taishiro FUKUMARU, Hideyuki HIDAKA, Toshihiro TSUCHIYAMA and Setsuo TAKAKI

Synopsis : Tensile tests were carried out for fine austenitic stainless steel wires with different grain sizes and wire diameters, and then the effect of wire diameter on the grain size dependence of tensile properties was discussed in terms of the behavior of dislocation slip near the material surface. 0.2% proof stress and total elongation of fine wires depended on not only grain size but also its diameter: these properties were strongly influenced by the ratio of wire diameter (D) to grain size (d), D/d , which represents the number of grains existing along a diameter direction. It was found that the tensile properties of fine wires were markedly deteriorated when the D/d became smaller than 5. This was due to the occurrence of local necking which is just like the deformation of single crystal. In the grains facing the wire surface, dislocations can easily pass out from the material surface and this leads to easier deformation in comparison with the grains within the wire where the dislocation movement is interrupted by grain boundaries. In the case when D/d is sufficiently large, because the volume fraction of the grains facing the surface is very small: thus, the whole deformation of wire is not affected by the wire diameter.

Key words: austenitic stainless steel; fine wire; wire diameter; grain size; 0.2% proof stress; elongation; material surface; grain boundary; dislocation.

1. 緒言

医療器具やマイクロマシン用のパーツ等、様々な分野においてミクロンオーダーサイズの微小金属材料が用いられている。このような微小材料のひとつにオーステナイト（以下、 γ ）系ステンレス鋼のワイヤがある。 γ 系ステンレス鋼は、fcc金属の優れた加工性を利用して、線径10 μ m程度までの極細線化加工が可能であり、微小デバイスの構成部材¹⁾やステント、注射針など²⁾工業・医療の分野で幅広く用いられている。とくに医療分野においては、近年、患者への精神的および肉体的負担の軽減を目的とした低侵襲治療の観点から、各種医療器具のダウンサイジング（より小さく、より細く、より薄く等）のニーズが高まっており、材料サイズが微小でも十分な機械的性質を有するワイヤが必要とされている。

現在の製造プロセスでは、 γ 系ステンレス鋼ワイヤは伸線加工と軟化焼鈍を必要に応じて繰り返し行い細線化されている。最終的に強度を重視する場合は伸線加工ままで硬線として使用され、延性を必要とする場合は強度を犠牲にして軟化焼鈍を施し、軟線として使用されている。ただし、このような γ 系ステンレス鋼ワイヤの製造手法は経験的に確立されたものであり、形成される組織と機械的性質の関係について明確にされているわけではない。 γ 系ステンレ

ス鋼の機械的性質は加工組織³⁾や結晶粒径^{4,5)}に依存することが知られており、これらを制御することが優れた強度や延性を引き出すために必要である。一方で、Miyazakiら⁶⁾は、箔のような微薄材料では試料厚さに対して結晶粒径が大きくなると強度が著しく低下することを明らかにしており、ワイヤの場合も線径と機械的性質の関係を知らしておくことが重要である。

本研究では、種々の線径を有する極細 γ 系ステンレス鋼ワイヤの結晶粒径を制御し、引張特性の結晶粒径依存性に及ぼす線径の影響について調査した。そして、すべり変形挙動に対する試料表面の影響に着目し、ワイヤの細線化に伴う機械的性質変化について検討した。

2. 実験方法

供試材には、Table 1に示す化学組成を有する市販のSUS316のワイヤを用いた。線径は、 ϕ 1.0 mm, ϕ 0.5 mm, ϕ 0.2 mm, ϕ 0.1 mmである。伸線加工により製造された受入れ材について、373Kから1473Kで0.6 ksから16.2 ksの真空焼鈍を施した後に空冷し、結晶粒径を約20 μ mから140 μ mに調整した。

組織観察は、光学顕微鏡(OM)および走査型電子顕微鏡(SEM)を用いて行った。OM観察は10 mass% シュウ酸水溶

平成17年4月20日受付 平成17年6月2日受理 (Received on Apr. 20, 2005; Accepted on June 2, 2005)

* 九州大学大学院生 (Graduate Student, Kyushu University, 6-10-1 Hakozaki Higashi-ku Fukuoka 812-8581)

* 2 九州大学大学院工学研究院材料工学部門 (現: 日本精工 (株)) (Department of Material Science and Engineering, Kyushu University, now NSK Ltd.)

* 3 九州大学大学院工学研究院材料工学部門 (Department of Material Science and Engineering, Kyushu University)

Table 1. Chemical composition of specimen used in this study (mass%).

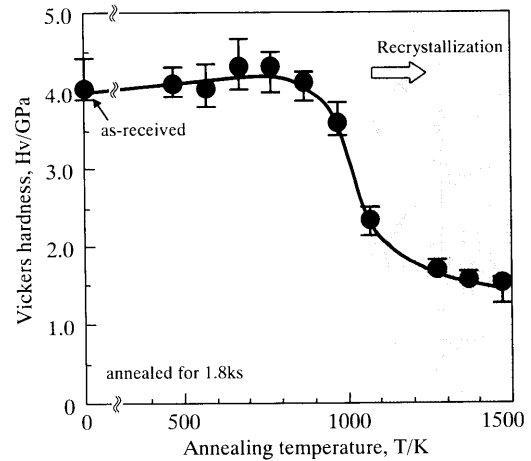
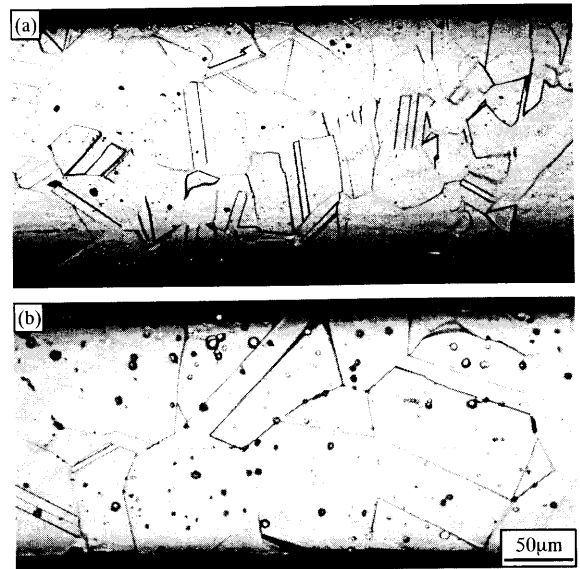
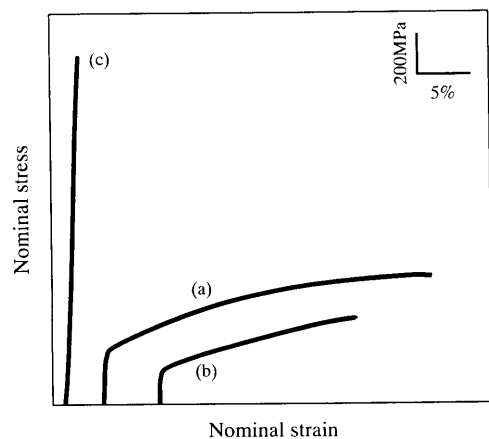
	Cr	Ni	Mn	Si	Mo	C	N	P	S
SUS316	19.22	12.58	1.82	0.39	2.26	0.05	0.03	0.019	0.004

液で電解腐食した試料について行い、SEM観察は引張試験後のワイヤの表面と破断部について加速電圧10kVの条件で行った。結晶方位の測定は、伸線方向と平行な断面について、SEMを用いた後方散乱電子回折(EBSP)法により行った。EBSP法に用いた試料の表面仕上げは、リン酸クロム酸溶液($\text{H}_3\text{PO}_4:\text{Cr}_2\text{O}_3=2:1$)による電解研磨で行った。相の同定は、OIM観察用の試料と同様の処理を施したワイヤについて、微小部X線発生装置を用いたX線回折法により行った。結晶粒径は、比較法により公称粒径を求め、それを真の粒径⁷⁾に換算して評価した。その際、オーステナイト粒内の焼鈍双晶境界も、オーステナイト粒界と同様に転位運動の障害となる一種の大角粒界であるとみなして測定を行った。硬度測定は、ピッカース硬度試験機を用いて荷重0.48Nの条件で実施し、8個の測定点の平均値で評価した。引張試験は、室温にて歪速度 5.6×10^{-4} /sの条件で行った。なお、標点間距離は10mmとした。

3. 実験結果および考察

3.1 焼鈍に伴う組織と機械的性質の変化

Fig. 1は、SUS316ワイヤの焼鈍に伴う硬度変化を示す。受け入れ材は強伸線加工されており、約4GPaもの高い硬度を有している。この伸線加工材を焼鈍すると、973K以上の温度で加工 γ の再結晶に起因した急激な軟化が起こる。本研究では、ワイヤの引張特性の結晶粒径依存性を調べることが目的なので、以後の実験には、再結晶が完了する1273K以上の温度で焼鈍した試料を用いた。Fig. 2は、SUS316ワイヤの組織の一例として、1273K (a)、1473K (b)で1.8ks焼鈍した試料($\phi 0.2$ mm)のOM組織を示す。両試料とも等軸な γ 単相組織を呈している。結晶粒径はそれぞれ30 μm と75 μm であり、焼鈍温度の上昇に伴い結晶粒が粗大化することがわかる。とくに、1473K焼鈍材(b)では、ワイヤの線径のおよそ1/3程度にまで γ 粒が粗大化している。Fig. 3は、これらの焼鈍ワイヤ(a)、(b)ならびに受け入れ材(c)の公称応力-歪曲線を示す。受け入れ材(c)は、焼鈍ワイヤに比べて非常に高い強度を有しているものの伸びは著しく小さい。このワイヤを焼鈍すると、0.2%耐力と引張強度は低下し、延性は大幅に増大する。ただし、1473K焼鈍ワイヤ(b)は、1273K焼鈍ワイヤ(a)に比べて基地の γ 粒が粗大化し、強度が低下しているにもかかわらず、伸びも同時に低下している。Fig. 4は、種々の線径を有するSUS316ワイヤの0.2%耐力(a)および全伸び(b)を結晶粒径で整理した結果を示す。 $\phi 1$ mmワイヤでは、結晶粒の粗

Fig. 1. Change in Vickers hardness of annealed SUS316 wires ($\phi 0.2$ mm) as a function of annealing temperature.Fig. 2. Optical micrographs of SUS316 wires ($\phi 0.2$ mm) annealed at 1273K (a) and 1473K (b) for 1.8 ks.Fig. 3. Nominal stress-strain curves of SUS316 wire ($\phi 0.2$ mm) annealed at 1273K (a) and 1473K (b) for 1.8 ks and an as-received wire (c).

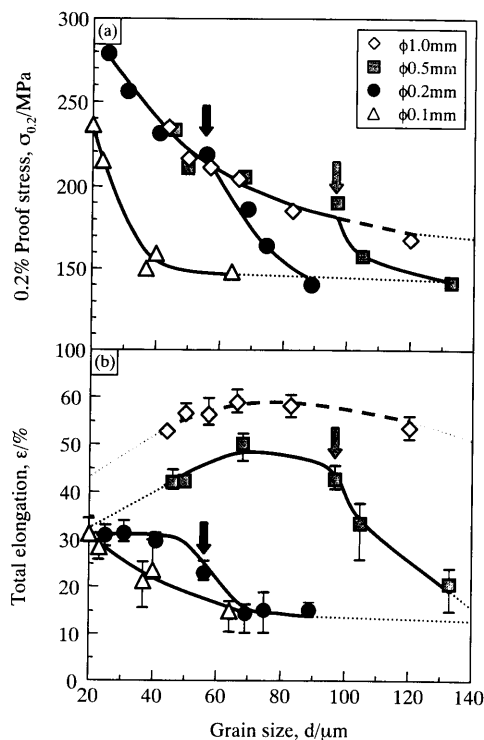


Fig. 4. Relation between tensile properties and grain size in SUS316 wires ($\phi 1\text{ mm}$, $\phi 0.5\text{ mm}$, $\phi 0.2\text{ mm}$ and $\phi 0.1\text{ mm}$).

大化に伴い0.2%耐力は低下し、全伸びは結晶粒径 $65\text{ }\mu\text{m}$ まで増加した後、ほぼ一定の値を示すようになる。一方、極細ワイヤ ($\phi 0.5\text{ mm}$, $\phi 0.2\text{ mm}$, $\phi 0.1\text{ mm}$) では、結晶粒の粗大化に伴う耐力の低下は同様に認められるが、 $\phi 0.5\text{ mm}$ と $\phi 0.2\text{ mm}$ ワイヤはある臨界の結晶粒径（臨界粒径）以上に結晶粒が粗大化すると急激に耐力が低下する特徴がある。 $\phi 0.1\text{ mm}$ ワイヤについては、今回測定した結晶粒径の範囲では不連続な挙動を確認できないものの、常に $\phi 1\text{ mm}$ ワイヤよりも低い耐力を示している。全伸びについても、 $\phi 0.5\text{ mm}$ および $\phi 0.2\text{ mm}$ ワイヤでは臨界粒径を境に著しく低下しており、 $\phi 0.1\text{ mm}$ ワイヤでは低下するのみである。ここで注目すべき点は、線径が小さくなるほど臨界粒径も小さくなることであり、これらの結果は、極細ワイヤの引張特性がバルク材のように基地の結晶粒径だけで決定されるのではなく、ワイヤの線径に依存して著しく変化することを示している。Miyazaki ら⁶⁾は、純Cuや純Al箔を用いて、その強度に及ぼす箔の厚さの影響を調査しており、試料の厚さ (t) 方向に含まれる結晶粒の数 (t/d) が著しく減少した場合に、降伏応力や流動応力が低下することを報告している。そこで本研究でも同様に、ワイヤの線径を D 、 γ 粒径を d として線径方向に含まれる結晶粒の数 D/d で引張特性を整理した。Fig. 5は、線径の異なる3種の極細ワイヤにおける、0.2%耐力(a)および全伸び(b)と D/d の関係を示す。同一の D/d では線径により基地の結晶粒径が異なるため、各ワイヤにおける特性値について直接比較を行うことはできないが、傾向として明らかなことは、いずれの線径

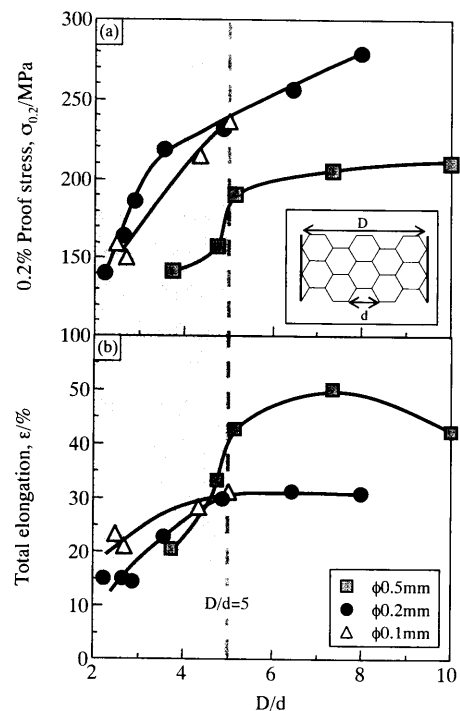


Fig. 5. Relation between tensile properties and D/d in SUS316 wires ($\phi 0.5\text{ mm}$, $\phi 0.2\text{ mm}$ and $\phi 0.1\text{ mm}$).

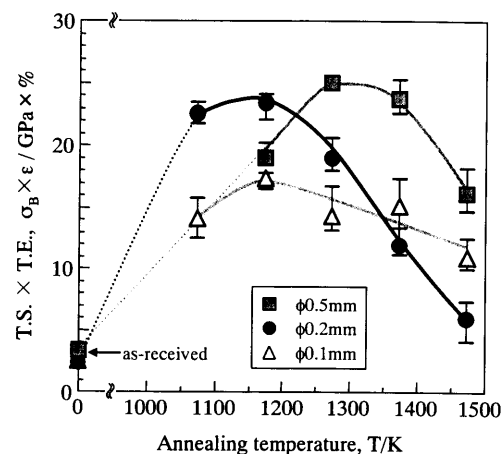


Fig. 6. Change in strength-ductility balance in annealed SUS316 wire ($\phi 0.5\text{ mm}$, $\phi 0.2\text{ mm}$ and $\phi 0.1\text{ mm}$) as a function of annealing temperature in SUS316 wire.

においても D/d が5より小さいある値を示したときに両特性が不連続に変化し、 D/d がそれより小さくなると両特性の著しい低下が生じている点である。ただし、この臨界値は本研究で用いた線径1mm以下のワイヤにおいて適用できるものであり、さらに大きな材料では D/d の臨界値が変動する可能性もある⁶⁾。この点については、 D/d の物理的意味の解明とあわせて今後の課題とする。

以上のように、極細ワイヤの機械的性質は強い線径依存性を示すことから、最適な熱処理条件も線径に依存して変化することになる。Fig. 6は、一例としてSUS316ワイヤの焼鈍に伴う強度-延性バランスの変化を示す。ここで、強

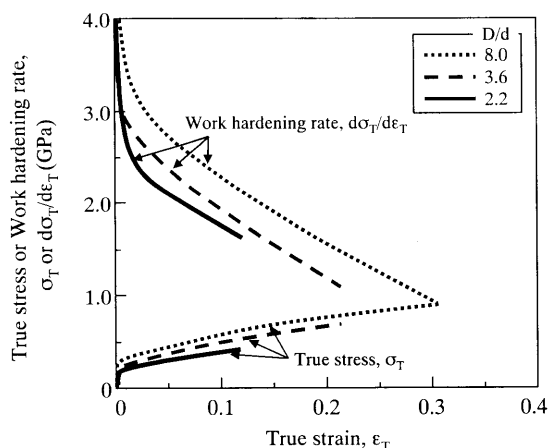


Fig. 7. True stress-strain curves and work hardening rate-true strain curves in SUS316 wires ($\phi 0.2$ mm) with various D/d .

度-延性バランスとは引張強度と全伸びの積で定義している。いずれの試料においても、強度-延性バランスは焼鈍温度の上昇とともに一旦は改善されるが、さらに高温になると大幅に低下する傾向にあり、最も優れた強度-延性バランスが得られる処理温度は線径によって異なる。これは、極細ワイヤの強度および延性の低下を生じる臨界粒径が線径によって異なることに起因する。以上の結果より、熱処理により極細ワイヤの特性制御を図る際には、基地の結晶粒径に依存した特性変化と同時に、結晶粒径と線径の関係を十分に考慮すべきことがわかった。

3.2 引張変形挙動に及ぼす結晶粒径と線径の影響

Fig. 7は、 D/d が8.0 (a), 3.6 (b), 2.2 (c)のSUS316ワイヤ ($\phi 0.2$ mm)における真応力と加工硬化率の変化を真ひずみに対して整理した結果を示す。塑性安定条件^{8,9)}に従えば、加工硬化率が真応力より大きい場合 ($d\sigma_T/d\varepsilon_T > \sigma_T$)には材料は均一に変形することが可能であり、これらの値が逆転すると ($d\sigma_T/d\varepsilon_T \leq \sigma_T$) 塑性不安定となり、絞り変形が開始する。 D/d が大きいワイヤ ($D/d=8.0$) では、加工硬化率曲線と真応力曲線が交差し、絞り変形が開始する真ひずみ ($\varepsilon_T \approx 0.3$) まで均一変形が継続していることがわかる。一方、 D/d が小さいワイヤ ($D/d=3.6, 2.2$) は、塑性安定条件を満たしている段階であるにもかかわらず破断に至っており、 D/d が小さくなるほど早期破断する傾向にある。また、加工硬化率についても D/d 依存性を示しており、 D/d が小さくなるほど、変形初期における加工硬化率の低下が顕著である。これらの結果は、極細ワイヤにおける引張特性が結晶粒径のみに依存するバルク材のものとは異なり、線径に強く依存した独自の変形機構に支配されていることを示唆している。

Fig. 8は、引張試験により破断した D/d が8.0 (a) および 2.2 (b) のSUS316ワイヤについて、試料の概観をSEMで観察した結果を示す。 D/d が大きい場合 (a)、試料はほぼ均一に変形しているが、 D/d が小さい場合 (b) には、破断部以外



Fig. 8. Scanning electron micrographs of SUS316 ($\phi 0.2$ mm) wires tensile-deformed by fracture. The D/d is controlled to be 8.0 (a) and 2.2 (b), respectively.

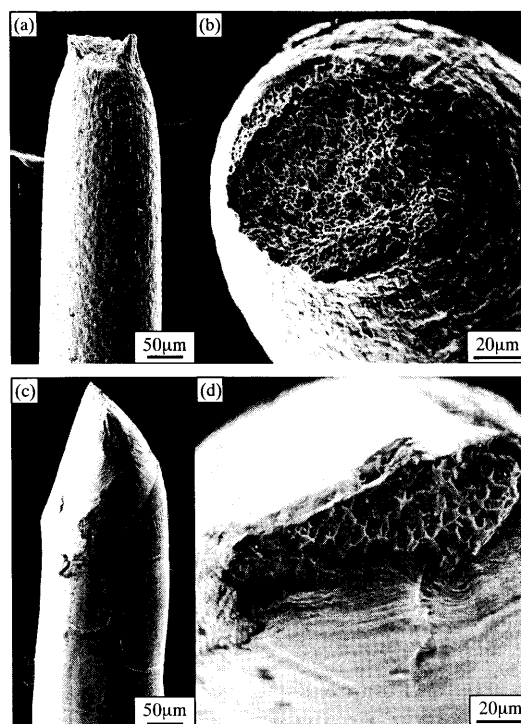


Fig. 9. Scanning electron micrographs of the fracture surface in SUS316 wires ($\phi 0.2$ mm) with different D/d (8.0 (a, b) and 2.2 (c, d)).

にも矢印で示すようなネッキングが複数生じていることがわかる。これは、ネッキングの発生が、通常のバルク材のように局所的な断面減少による歪の集中のみで引き起こされたわけではなく、試料中に組織的な要因による低強度箇所が複数内在していたことを意味している。ワイヤの破断部の拡大像をFig. 9に示す。いずれの試料も破面はディンプルに覆われているが、 D/d の差異によってマクロ的な変形挙動が大きく異なる。 D/d が大きい場合 ((a) および (b)) は、等方的に変形が生じており、典型的なカップアンドコーン型の破面を呈していることがわかる。一方、 D/d が小さい場合 ((c) および (d)) は、特定の方向に絞りが生じた異方性のある変形が見られる。また、ワイヤ表面に引張変形前には見られなかった粒界や表面起伏が明瞭に観察される特徴もある。Fig. 10は、前掲Fig. 8(b)のネッキング部に

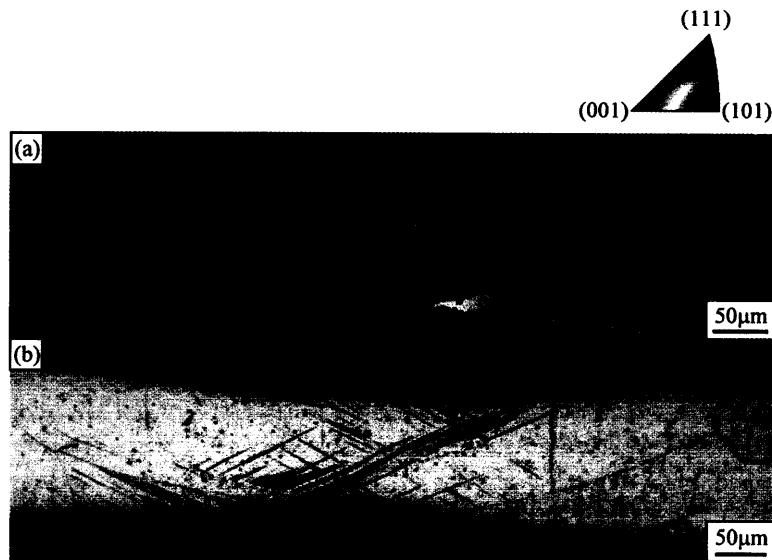


Fig. 10. Orientation imaging micrograph (a) and optical micrograph (b) of SUS316 wire tensile-deformed by 15% (fracture). The D/d is 2.2.

ついて、ワイヤの断面のOIM像(a)ならびにOM組織を示す。OIM像における結晶方位は、引張方向に対して垂直な方向の結晶方位を表しており、各結晶粒の方位と色の対応は図上のステレオ三角形により示されている。また、隣接する結晶粒の方位差が 15° 以上の粒界は図中に黒線で示されている。ネッキングが生じた部分には、粗大な結晶粒が存在しており、この例ではこの部分が単結晶と同様になっていることがわかる(a)。この粗大な結晶粒内には、多数のすべり線が観察され、そのすべり線は試料表面まで達している(b)。試料表面は結晶粒界とは異なり転位運動の抵抗とならないので、転位は表面から抜けて消失する。一般に、 D/d が十分に大きいバルク材の場合は、Fig.11(a)に示すように、試料内部には多数の結晶粒界が存在しており、引張変形により導入された転位の大部分は結晶粒界に堆積する。そして、結晶粒界に応力集中が生じると、隣接する結晶粒内や同一結晶粒内で別のすべり系が活性化されて局所的な加工硬化を生じるため、それ以上の変形が抑制される。その結果、試料全体では均一変形を生じることになる。一方、斜線で示す試料表面の結晶粒では、転位の多くが表面から抜けて消失すると考えられるが、線径が結晶粒径に対して十分に大きい場合、内部の結晶粒の数に比べてその割合は小さいため、全体的な変形挙動に及ぼす影響は無視できる。しかしながら、 D/d が小さい場合は(Fig.11(b))、試料表面に接する結晶粒の割合が非常に多く、転位の運動の障害となる結晶粒界が大幅に減少しているため、引張変形により導入された転位の大部分は試料表面から自由に抜け出すことが可能となる。転位が消失する結晶粒では、他のすべり系を活性化させることなく主すべり系だけで変形を継続させることができるため、極端な異方性のある変形挙動を示すことになる。その場合、当然転位同

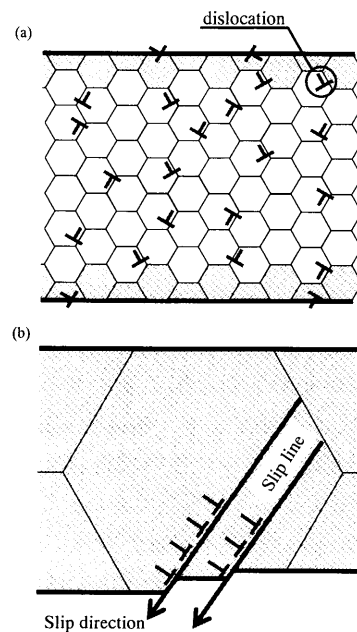


Fig. 11. Schematic illustration showing dislocation movement in specimens with different D/d . Hatched areas are grains facing the wire surface. (a) D/d is sufficient large ($D/d \gg 5$). (b) D/d is very small ($D/d < 5$).

士の絡み合いが生じ難いため、加工硬化は小さくなる(Fig. 7)。 D/d が小さい試料では、このような単結晶に類似した変形が複数個所で生じることにより、強度や延性が著しく低下したと考えられる。

ただし、変形挙動に及ぼす試料表面に接する結晶粒の影響は、単にその結晶粒径や体積率だけでなく、厳密には個々の結晶粒のSchmid因子も考慮して議論すべきである。今後の課題としては、より広範囲の方位解析を実施し、各結晶粒の結晶方位と変形挙動との関連を明らかにしていく

必要がある。

4. 結言

オーステナイト系ステンレス鋼ワイヤについて、引張特性の結晶粒径依存性に及ぼす線径の影響について調査した結果、以下の結論を得た。

(1) ワイヤの引張特性は、結晶粒径(d)だけでなく線径(D)にも強く依存する。本研究で用いた線径1 mm以下のオーステナイト系ステンレス鋼ワイヤでは、 $D/d < 5$ の条件を満たした場合に引張特性が著しく低下した。

(2) 試料表面の結晶粒では、引張変形時に導入された転位が表面から抜けて消失するために、多数のすべり系を活性化させることなく主すべり系の転位運動のみで変形が可能である。そのため、結晶粒が試料表面に露出した部分では、加工硬化が起こり難く、単結晶に類似した変形を起こす。

(3) 線径方向に含まれる結晶粒の数(D/d)が少なくなる

と、試料表面に接する結晶粒の割合が増加する。その結果、単結晶に類似の変形がワイヤの複数個所で生じ、早期破断を引き起こすことで引張特性の顕著な低下が起こる。

なお、本研究は日本鉄鋼協会戦略的研究課題（平成15–16年度）として実施されたものであり、研究助成に対して謝意を表する。

文 献

- 1) Y.Haga and M.Esashi: *Mater. Sci. Technol.*, **39** (2002), 158.
- 2) H.Hamanaka: *Materia Jpn.*, **37** (1998), 834.
- 3) K.Higashida and T.Morikawa: *CAMP-ISIJ*, **18** (2005), 447.
- 4) K.Tomimura, S.Takaki and Y.Tokunaga: *Netsu Shori*, **28** (1988), 274.
- 5) A.Belyakov, T.Sakai, H.Miura and R.Kaibyshev: *ISIJ Int.*, **39** (1999), 592.
- 6) S.Miyazaki, K.Shibata and H.Fujita: *Acta Metall.*, **27** (1979), 855.
- 7) S.Takaki: *CAMP-ISIJ*, **17** (2004), 382.
- 8) J.M.Ringbbee and P.J.Vander: *Formable HSLA and Dual Phase Steels*, ed. by A.T.Darvenport, TMS-AIM, Warrendale, PA, (1979), 56.
- 9) 和泉 修: 金属加工, 日本金属学会編, 丸善, 東京, (1986), 66.