

科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 27 年 6 月 16 日現在

機関番号：13904

研究種目：基盤研究(B)

研究期間：2012～2014

課題番号：24360306

研究課題名(和文) HPT加工で組織制御することによるオーステナイト系ステンレス鋼の高強度 - 高延性化

研究課題名(英文) Microstructure control by HPT deformation to improve strength and toughness of austenitic stainless steels

研究代表者

梅本 実 (Umemoto, Minoru)

豊橋技術科学大学・国際教育センター・特任教授

研究者番号：90111921

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 13,000,000円

研究成果の概要(和文)：本研究では、巨大ひずみ加工の一つであるHPT(High-Pressure Torsion)法を用いて、ステンレス鋼の高強度、高延性化を試みた。HPT加工では通常の圧延を遙かに超える加工誘起変態が起こること、HPT加工された試料では拡散が促進され、通常の試料の焼鈍では起こらないG相や相の析出などが初めて観察された。次に、HPT加工で高強度化したステンレス鋼を焼鈍して相を増やすと、引張変形中にマルテンサイト相が誘起される試料で、大きな伸びが見られることを確認した。以上、HPT加工と焼鈍条件を最適化することによって、高強度で且つTRIP現象により高延性を示すステンレス鋼を開発することができた。

研究成果の概要(英文)：In the present study, strengthening and toughening of stainless steels was examined by applying HPT (High-Pressure Torsion) deformation. It was found that HPT deformation introduce strain induced transformation larger extent than conventional rolling. In specimens subjected HPT deformation, diffusion is enhanced and the precipitation of G-phase or s-phase were observed in the first time. In the later part of the present study, the high strength stainless steels prepared by HPT deformation was annealed to obtain c phase. It was found that such specimen showed good ductility due to the strain induced martensitic transformation. In summary, by optimizing the deformation and annealing conditions, it is possible to obtain high strength stainless steels with good ductility arising from TRIP phenomena.

研究分野：材料工学

キーワード：ステンレス鋼 巨大ひずみ 強度 延性 TRIP

1. 研究開始当初の背景

耐食性に優れたステンレス鋼は耐用年数が長いこと、リサイクル率が高いことからその需要は世界的に年々伸びており、年間 3000 万トン、我国でも年間 400 万トン使用されている。中でもオーステナイト系ステンレス鋼は優れた耐食性、加工性、溶接性を有し、化学プラントや建築用、自動車用構造材料等として広く利用されている。代表的なオーステナイト系ステンレス鋼である SUS304 鋼はステンレス鋼全体の 70% を占めている。原子力発電、航空宇宙、自動車など新しい用途へ拡大に伴い、近年もアメリカ、ドイツ、フランス、イタリア、韓国、中国、ブラジルなど世界中で多くの研究が続けられている。

2. 研究の目的

金属の巨大ひずみ加工の研究は世界的に非常に活発に行われているが、取り扱われる材料の化学組成に関しては現象の単純化のため低合金化、純金属化の流れが顕著である。一方、高合金特有の溶質元素のクラスタリングなどへの巨大ひずみ加工の影響についてはほとんど解明されていない。本研究は代表的高合金であるオーステナイト系ステンレス鋼(ASS)を取りあげ、強加工による結晶粒の微細化強化と時効による強化を試みる。また、延性向上の対策として、変形中にオーステナイト(γ)相からマルテンサイト相が歪誘起変態で生成することで大きな伸びが得られる変態誘起塑性(TRIP)現象を利用する。強加工状態特有の過剰空孔やナノサイズの結晶粒によって、時効中のクラスタリングや析出が加速される。特に予備実験で見いだした時効中のクラスタリングによる強化の解明を目的にしている。

3. 研究の方法

本研究ではオーステナイト系ステンレス鋼である SUS304 と SUS316L 鋼 および HPT (高圧ねじり) 装置を使用する。

歪誘起変態と歪誘起逆変態を経て生成させた相の結晶粒径、相の割合を FESEM/EBSP、STEM-EDS、高分解能 TEM、XRD、VSM で測定する。

時効硬化については、DSC、電気抵抗測定装置、高温 X 線、硬さ測定、引張試験で測定する。さらに予想されるクラスタリング、G 相、 σ 相などを共同研究先の 3 次元アトムプローブ、高分解能 TEM により原子レベルで解明する。高強度 - 高延性の両立に関しては γ 相の割合を HPT 加工条件で種々変化させ、時効処理で強度を種々変化させた試料に対して引張試験を行う。以上の結果を総合して、引張強度 2GPa 以上、伸び 30% 以上に高強度・高延性化する方法を提案する。

4. 研究成果

供試材として SUS304 と SUS316L を用いた。その化学組成を Table.1 に示す。本研究にお

Table 1 The chemical compositions of SUS304 and SUS316L [wt.%].

	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo	Fe
SUS304	0.05	0.6	1.0	0.03	0.01	8.5	18.3	-	Bal
SUS316L	0.02	0.7	1.2	0.03	0.05	12.6	17.3	2.2	Bal

ける熱処理は加熱炉を用いて 1050°C1hr の γ 域からの水冷により均質化処理を施した後、室温で異なるひずみ速度(0.2rpm、5rpm)、回転数(N1~10)で HPT 加工を行った。HPT 加工後の試料に 400~900°C の温度域で 10min~500hr 等温保持する焼鈍処理を施した。比較材として、SUS316L を用いて同様の HPT 加工と熱処理を行った。HPT 加工による加工誘起変態は SEM、XRD・VSM で測定し、焼鈍の影響に対しては DSC 測定、TEM 観察、アトムプローブ分析により行った。力学特性に対しては硬さ試験、引張試験を行った。

(1) 溶質元素が及ぼす焼鈍後の析出挙動

Fig.1 に SUS304 の HPT 加工後における吸熱・発熱反応の曲線を示す。3 つの発熱反応と 1 つの吸熱反応が観察された。それぞれの反応の活性化エネルギーから、第 1 ピークは C の拡散、第 2 ピークは Ni、Mn、Si の拡散、第 3 ピークはマルテンサイト逆変態、第 4 ピークは σ 相(Cr 拡散)に起因すると推測される。

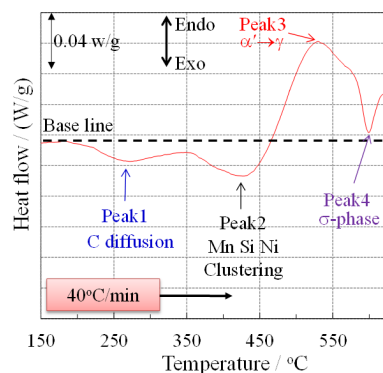


Fig.1 DSC curve of heating rate at 40°C/min behavior of SUS304 processed by HPT.

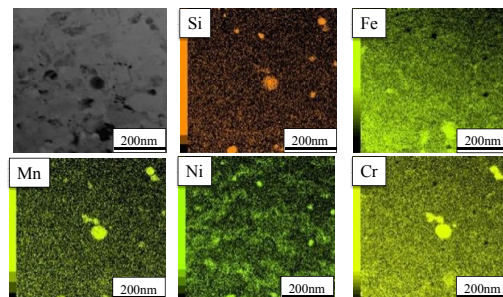


Fig.2 TEM/EDS analysis of annealing time of 100hr at 400°C for SUS304.

400°Cにおける焼鈍の影響(G相形成)

ひずみ速度 5rpm で加工された試料では 2 種類の G 相を観察した(Fig.2)。1つは Ni、Mn、Si の豊富な領域、もう一方は Cr、Mn、Si の豊富な領域の G 相である。ひずみ速度 5rpm で加工された試料では γ 相と α' 相の 2 相組織を形成しているため、2 相組織中でフェライト安定化元素(Cr)とオーステナイト安定化元素(Ni、Mn)の濃度揺らぎが存在していると考えられる。よって、 γ 組織中では Ni、Mn、Si の豊富な領域の G 相、 α' 組織中では Cr、Mn、Si の豊富な領域の G 相を形成していると考えられる。

600 °C における焼鈍の影響(σ 相形成)

焼鈍時間 67hr 以上の試料で XRD 測定により σ 相のピークが得られた(Fig.3)。焼鈍時間増加に伴って σ 相のピーク強度は上昇し、焼鈍による逆変態により α' 相のピーク強度は減少した。 σ 相の反応は $\alpha \rightarrow \gamma + \sigma$ として知られており、 σ 相は Fe と Cr の豊富な相であると考えられる。他文献[1]における TTT 線図より 850 ~ 900°C の温度領域で σ 相の生成は確認されており、析出物開始時間は 100hr 以上を要するとされる。しかし、本研究においては焼鈍時間 67 時間の試料で σ 相は確認され、HPT 加工により導入される転位などの格子欠陥により Cr の拡散が促進されていると考えられる。

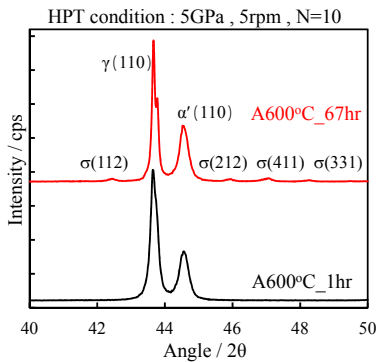


Fig.3 σ phase peak by XRD analysis of SUS304 processed by HPT.

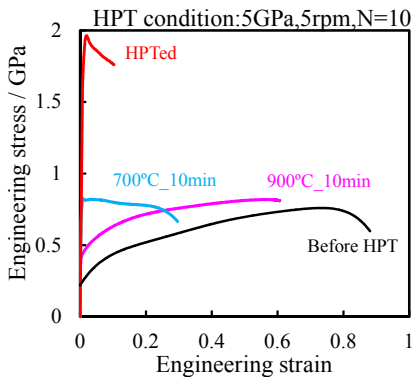


Fig.4 Stress-Strain curve of SUS304 processed by HPT.

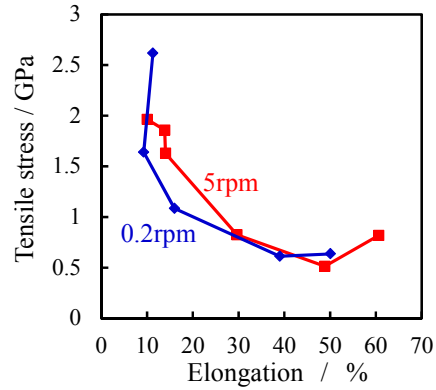


Fig.5 The relationship tensile stress and elongation after tensile test.

(2) SUS304 の機械的特性と TRIP 現象
逆変態後の引張特性(SUS304)

Fig.4 にひずみ速度 5rpm で加工した後焼鈍した試料の引張曲線を示す。700°C ~ 900°C で焼鈍を行うことにより引張強度・降伏強度が低下し、伸びが増加した。焼鈍温度に対する引張特性の変化としては逆変態による組織の γ 化が考えられる。

SUS304 における引張強度-延性バランス

Fig.5 に SUS304 における引張試験後の引張強度と延性の関係を示す。ひずみ速度 0.2rpm で加工された試料は引張強度が最大で 2.6GPa で延性は 10% であった。一方、ひずみ速度 5rpm で加工された試料はひずみ速度 0.2rpm と比較して引張強度は劣るが、高い延性は得られた。ひずみ速度 5rpm の試料では加工後に γ 組織と α' 組織を形成しているため、高強度で高い延性に示したと考えられる。

Fig.6 に SUS304 における引張試験後の引張強度・延性と焼鈍温度の関係を示す。600°C 以上で焼鈍を施した試料において、ひずみ速度 5rpm で加工した試料はひずみ速度 0.2rpm で加工した試料より引張強度-延性バランスが優れていることが分かる。また、900°C で

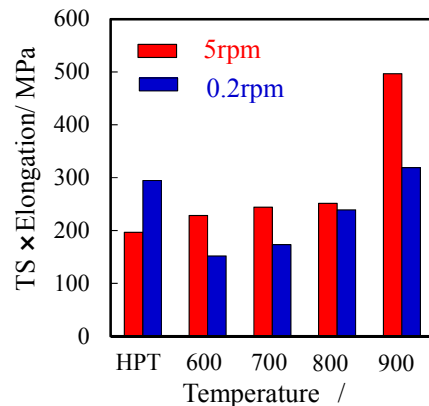


Fig.6 The relationship TS × Elongation and annealing temperature after tensile test.

焼鈍を施した試料において引張強度-延性バランスが優れていることが確認できる。逆変態により組織の大部分が γ 化したため、引張変形中に TRIP を起こし引張強度と延性のバランスが高くなったと考えられる。引張変形中の TRIP 挙動については VSM 測定により確認され、 α' 相の増加割合は最大で 35%であった。

(3)まとめ

SUS304 を 0.2rpm の HPT 加工を施して、100% ϵ とした試料を 400 °C で焼鈍すると、G 相が析出した。SUS304 における G 相はこれまで報告が無い。HPT 加工に寄って導入された高密度格子欠陥によって Si、Ni、Cr の拡散が促進された結果と思われる。G 相の析出により引張強度・降伏強度ともに増加した。しかし、延性は低下し最大引張強度で破断した。

HPT 加工で導入された格子欠陥の影響により 600°C で短時間焼鈍することで σ 相が析出した。

HPT 加工後に 900°C で焼鈍した試料において、引張変形中の TRIP 挙動により引張強度-延性バランスが改善された。

<参考文献>

[1] A. Mateo, L. Llanes, M. Anglada. J. Mat. Sci., 1997, Vol. 32, pp. 4533-4540.

5. 主な発表論文等

(研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線)

[雑誌論文](計5件)

I. Shuro • H. H. Kuo • Y. Todaka • M. Umemoto, Property evolution on annealing deformed 304 austenitic stainless steel, Journal of Materials Science, 査読有, Vol. 47, 2012, 8128-813, doi: 10.1007/s10853-012-6708-4

Hongcai Wang, Innocent Shuro, Minoru Umemoto, Ho-Hung Kuo, Yoshikazu Todaka, Annealing behavior of nano-crystalline austenitic SUS316L produced by HPT, Materials Science & Engineering A, 査読有, Vol. 556, 2012, 906-910, doi: 10.1016/j.msea.2012.07.089

I. Shuro, H.H. Kuo, T. Sasaki, K. Hono, Y. Todaka, M.Umemoto, G-phase precipitation in austenitic stainless steel deformed by high pressure torsion, Materials Science & Engineering A, 査読有, Vol. 552, 2012, 194-198, doi: 10.1016/j.msea.2012.05.030

[学会発表](計13件)

I. Shuro, H. H. Kuo, Y. Todaka, T. Sasaki, K. Hono, M. Umemoto : Phase transformations in SUS304 deformed by HPT, The 3rd International Symposium on Steel Science(ISSS 2012), 2012/5/27-30, Kyoto, Japan.

Y.Todaka, T.Otsuki, S.Morooka, S.Harjo, M.Umemoto : Origin of Uniform Tensile Elongation in Pure Fe after High-Pressure Torsion - Straining, The 6th International Conference on Nanomaterials by Severe Plastic Deformation (NANOSPD6), 2014/6/30-7/4, France, Metz.

N.Adachi, Y.Todaka, K.Shintani, Y.Yokoyama, M.Umemoto : Pronounced β -relaxation in severely deformed bulk metallic glass by high-pressure torsion straining, The 13th International Symposium on Physics of Materials (ISPMA 13), 2014/8/31-9/4, Czech Republic, Prague.

[図書](計1件)

戸高義一 他、日本鉄鋼協会 編、第5版 鉄鋼便覧(11・7 強ひずみ加工) 2014、168-171.

[その他]

ホームページ等

<http://martens.me.tut.ac.jp/>

6. 研究組織

(1)研究代表者

梅本 実 (Umemoto, Minoru)

豊橋技術科学大学・国際教育センター・特任教授

研究者番号：90111921

(2)研究分担者

戸高 義一 (Todaka, Yoshikazu)

豊橋技術科学大学・機械工学研究科・准教授

研究者番号：50345956