

技術論文



Technical Paper

積層欠陥エネルギーの異なる Fe-Ni 系, Fe-Cr-Ni 系 オーステナイト合金の加工硬化挙動と転位組織の相関

古庄千紘^{*1}, 高林宏之^{*1}, 赤間大地^{*2, *4}, 高木節雄^{*3, *4}

Relationship between Work Hardening Behavior and Dislocation Structure of Fe-Ni and Fe-Cr-Ni System Austenitic Alloys Which Have Different Values of Stacking Fault Energy

Chihiro FURUSHO, Hiroyuki TAKABAYASHI, Daichi AKAMA
and Setsuo TAKAKI

Synopsis

The work hardening behavior of austenitic steels depends on their value of stacking fault energy (SFE). The cross slip of dislocations easily occurs and the value of work hardening rate decreases in the case of large SFE values. The value of SFE is determined by the chemical composition, and is increased particularly the addition of Ni. An investigation about the relationship between the work hardening behavior and the dislocation structures which were formed during the tensile test was carried out with stable austenitic steel Fe-42Ni and Fe-18Cr-14Ni samples. The work hardening rate value of Fe-42Ni is smaller than that of Fe-18Cr-14Ni, and the value of Fe-42Ni significantly decreases in the strain range of ≥ 0.10 . The results of TEM observation for tensile test specimens show that the dislocation cross slip of Fe-42Ni is easier than that of Fe-18Cr-14Ni, and finally the dislocation cell structures are formed in the late tensile stage of Fe-42Ni. It is assumed that the significant decline of work hardening rate of Fe-42Ni is caused by the remarkable dynamic recovery which is promoted by the easiness of the cross slip.

1. 緒 言

面心立方金属の加工硬化挙動については、これまでに数多くの研究がなされてきており、その挙動には合金組成に依存した積層欠陥エネルギー (Stacking Fault Energy: SFE) との相関があることが報告されている¹⁾。特に、鉄鋼材料においては、SUS304 や SUS316 に代表されるオーステナイト系ステンレス鋼における研究が数多くなされてきており、準安定オーステナイト系ステンレス鋼に見られる加工誘起マルテンサイト変態や、変形双晶の

発生に伴う組織の微細化にも、SFE との関連が広く知られるようになった。オーステナイト系ステンレス鋼における変形組織は SFE の値が高くなるにつれて、 ϵ マルテンサイト変態→変形双晶の発生→転位セルと次第に変化し²⁾、それと同時に加工硬化率は減少していく傾向がある。

オーステナイト系ステンレス鋼における SFE と化学組成との相関については多数報告があり、主に Cr 量と Ni 量で決定されるが³⁾、Cr については SFE への寄与についていまだ議論されているところである一方、Ni に

2016年10月18日 受付

* 1 大同特殊鋼(株)技術開発研究所 (Corporate Research & Development Center, Daido Steel Co., Ltd)

* 2 九州大学 材料工学部門 (Department of Materials Science and Engineering, Kyushu University)

* 3 九州大学 材料工学部門, 工博 (Dr. Eng., Department of Materials Science and Engineering, Kyushu University)

* 4 九州大学 カーボンニュートラル・エネルギー国際研究所 (International Institute for Carbon-Neutral Energy Research, Kyushu University)

については SFE を上昇させるとの見解が一般的である^{4), 5)}. Fig. 1 は各種オーステナイト系ステンレス鋼の拡張転位幅から実測した SFE の値を整理したものである^{6), 7)}. 実際 Ni の添加量の多い鋼種は高い SFE を有することが分かる.

ここで, Ni 含有量の多い Fe 基オーステナイト合金として 36Ni インバー合金や 42Ni 合金, PB パーマロイなどが挙げられるが, 昨今ではこれら機能性材料においても物理的特性値のみならず機械的特性, とりわけ高強度が求められることがしばしばある. 上記に挙げたような Fe-Ni 系合金における高強度化のアプローチとしては, 通常の鉄基材料同様に, 固溶強化, 加工硬化, 結晶粒微細化強化, 析出強化, 粒子分散強化が挙げられるが, 特に固溶強化と加工硬化が工業的に重要視される⁸⁾. こうした背景から Ni 含有量の多い Fe-Ni 系機能性材料の加工硬化特性の理解は重要であるが, 同種の研究報告はステンレス系での報告に対し少ない. そこで, 本研究では一般に Ni 含有量の増加が SFE を上昇させるという従来知見に基づき, 高 Ni 材料の応力-歪みの相関について調査し, マクロな組織変化とミクロな転位組織形成の変遷について基礎的な調査を行ったので結果を報告する.

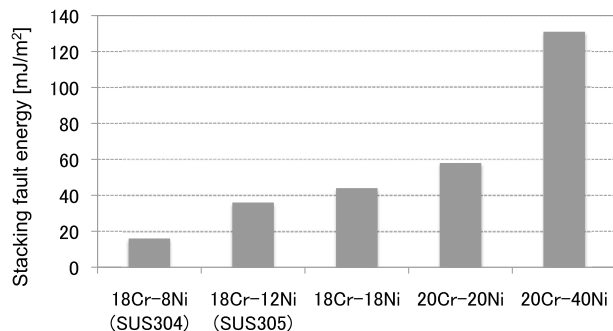


Fig. 1. Stacking fault energy for various stainless steels measured by the width of extended dislocation nodes^{6), 7)}.

2. 実験方法

Table 1 に本研究に用いた供試材の化学組成を示す. 本研究では, 42Ni 合金を供試材として用い, 比較対象として安定オーステナイト系ステンレス鋼 18Cr-14Ni ステンレスを供した. いずれの鋼種も, Cr と Ni による

加工硬化特性への影響を調査するために, 侵入型固溶元素である C と N は 0.01 wt% 以下とし, それ以外の合金元素濃度も鋼種間で等量とした. 本鋼種を 30 kg 高周波真空炉にて溶解した後, これを熱間鍛造により厚さ 14 mm, 幅 110 mm のスラブにした. 得られたスラブに 750 °C, 14.4 ks の焼なましを施し, フライス加工によるスケール除去を実施した. この板材に厚さ 2 mm (圧下率 80 %) となるよう冷間圧延を施し, 真空炉にて固溶化熱処理 (42Ni 合金: 950 °C, 1.8 ks, 18Cr-14Ni ステンレス: 1100 °C, 1.8 ks) を実施した. なお, 固溶化熱処理温度が鋼種間で異なるのは結晶粒径を揃えるためである.

得られた試料について, 板面 (ND 面) の光学顕微鏡によるミクロ組織観察を実施し, 結晶粒径の測定を行った. なお, 結晶粒の現出には塩化第 II 銅コーリングによる化学エッチングを用い, 結晶粒径の測定は求積法を用いて実施した. また, 室温における引張試験を実施し, 荷重-変位曲線から公称応力-公称歪み曲線, 真応力-真歪み曲線を得た. さらに, 公称歪み $\epsilon_n=0.015, 0.10, 0.20$ にて引張試験を中断し, 各歪み状態における転位組織観察のために TEM 観察を実施した. また, 電界放出型走査電子顕微鏡 (FE-SEM) を用いて電子線後方散乱回折 (Electron Backscatter Diffraction: EBSD) により結晶方位像を得た. さらに破断後の試料について X 線回折法により回折ピークを得た.

3. 結果および考察

3. 1 ミクロ組織

Fig. 2 に光学顕微鏡による固溶化熱処理後のミクロ組織を示す. いずれの鋼種も焼なまし双晶を含んだオーステナイト単一組織である. 多結晶材料の加工硬化挙動には結晶粒径が影響するため⁹⁾, 純粋に化学組成のみによる加工硬化挙動の差異を調査する上では結晶粒径を揃えることが望ましい. 組織写真 10 視野 (総面積 5.63 mm²) から求積法によって求めた結晶粒径は, 42Ni 合金で 58.9 μm , 18Cr-14Ni 鋼で 59.2 μm でほぼ同等の値である. なお, 本研究における結晶粒径の定義は, 焼なまし双晶境界を結晶粒界とみなさずにカウントした場合の結晶粒径

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

| Alloy | System | C | Si | Mn | Ni | Cr | Mo | N | Fe |
|--------------|----------|-------|------|------|------|-------|-------|--------|------|
| Fe-42Ni | Fe-Ni | 0.004 | 0.19 | 0.39 | 42.1 | <0.01 | <0.01 | <0.001 | Bal. |
| Fe-18Cr-14Ni | Fe-Cr-Ni | 0.008 | 0.20 | 0.39 | 14.0 | 18.0 | <0.01 | <0.001 | Bal. |

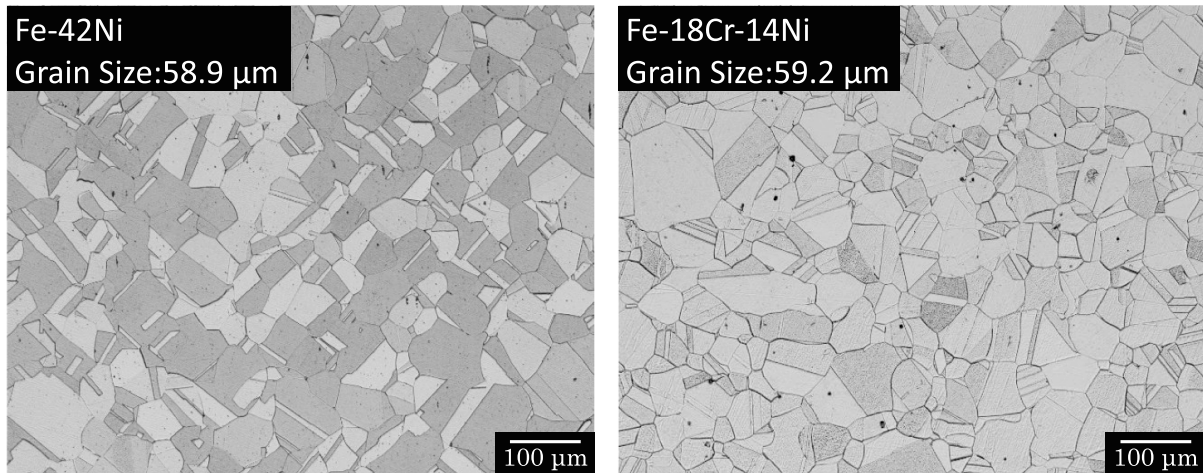


Fig. 2. Microstructures for Fe-42Ni and Fe-18Cr-14Ni samples after solution treatments.

である。

3. 2 引張試験

Fig. 3 に引張試験より得られた各試料の公称応力 - 公称歪み曲線を示す。42Ni 合金の 0.2 % 耐力は 18Cr-14Ni ステンレス対比 60 MPa 程度高い。これは固溶 Ni 量が多いことによるフリクションが大きいことに起因すると推定される。42Ni 合金の引張強さと伸びは、18Cr-14Ni ステンレス対比小さく、早期に破断に至る結果が得られた。この結果から、42Ni 合金は 18Cr-14Ni ステンレス対比、加工硬化率の減少が著しく早期に塑性不安定に至ることが予想される。そこで、Fig. 4 に真応力 - 真歪み曲線に、加工硬化率曲線を重ねた図を示す。42Ni 合金の加工硬化率は全歪み領域に渡って 18Cr-14Ni の加工硬化率に対し低く、特に真歪み $\epsilon_t=0.1$ 以上の領域で加工硬化率が大きく低下することがわかる。本結果は、42Ni 合金の動的回復現象が 18Cr-14Ni ステンレス対比顕著であることを示唆する結果であり、SFE の値が大きく異なるためと推定される。

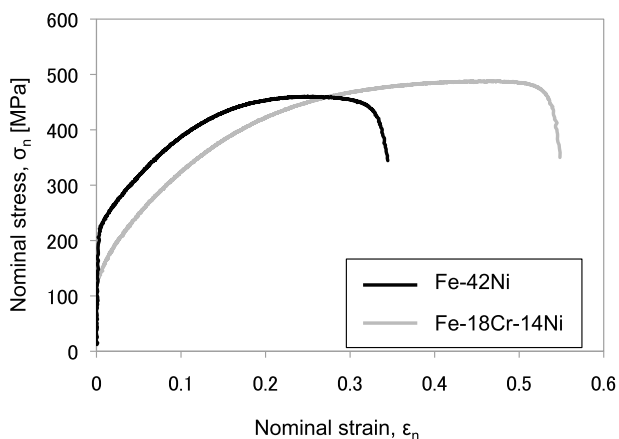


Fig. 3. Nominal stress-strain curves for Fe-42Ni and Fe-18Cr-14Ni samples.

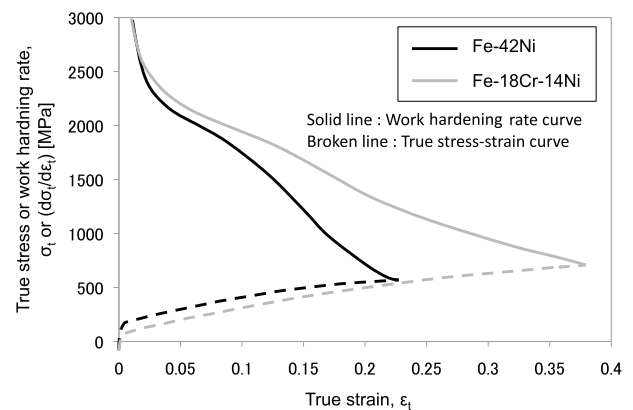


Fig. 4. Changes in true stress and work hardening rates as a function of true strain in Fe-42Ni and Fe-18Cr-14Ni samples.

3. 3 XRDによる加工誘起変態の確認

積層欠陥エネルギーの低いオーステナイト鋼は加工誘起マルテンサイト変態や変形双晶に代表される加工誘起変態が変形過程で発生し、高い加工硬化率を示すことは緒言にも述べたとおりである。引張試験により、42Ni 合金の加工硬化率は 18Cr-14Ni ステンレスのそれに比べ低い結果が得られたが、本結果が積層欠陥エネルギーの差異によるものと断定する上で、加工誘起変態の有無を確認する必要がある。

Fig. 5 に 42Ni 合金および 18Cr-14Ni ステンレスの破断後の引張試験片の X 線回折ピークを示す。いずれの試験片も、オーステナイトのピークのみが認められ、マルテンサイトのピークは認められないことから、引張変形の過程で加工誘起マルテンサイト変態は起こっていないことは明らかである。なお、変形双晶の有無については、3. 4 章にて後述する。

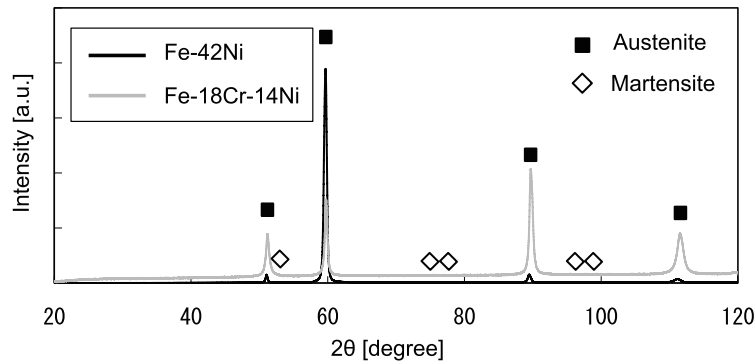


Fig. 5. X-ray diffraction analysis for Fe-42Ni and Fe-18Cr-14Ni samples after tensile tests.

3. 4 EBSDによる局所歪み解析

Fig. 6 に EBSD によって得られた公称歪み $\epsilon_n=0.015$, 0.20 における Image Quality : IQ, Inverse Pole Figure : IPF, Grain Orientation Spread : GOS, Kernel Average Misorientation : KAM を示す。IQ は Kikuchi パターンの強度に関連した数値であり、表面の粗さや転位密度、残留歪みによって数値が変化する。IPF は測定点の結晶方位を、逆極点図を利用した色配置で表示したものである。GOS は同一結晶粒内において、ある測定点と残り全ての測定点間の方位差の平均値を表したものである。KAM は個々の測定点と周囲の測定点との方位差を定量化した数値であり、局所歪み分布を表す数値である。Fig. 5 の X 線回折ピークおよび IPF から 42Ni 合金の結晶方位は Cube texture $\{001\} \langle 100 \rangle$ に配向しているが、公称歪み $\epsilon_n=0.20$ における GOS の数値から結晶方位による明確な歪みの分配は起こっていないため、集合組織による力学特性への影響は無視できるものと思われる。また、KAM の分布図から、いずれの鋼種についても粒界近傍で高い数値を示す傾向が認められる。これは、(粒界で転位がパイルアップし歪みが蓄積される様相が観察されたものであり、従来知見に合致する歪み分布が観測された。

続いて公称歪み $\epsilon_n=0.20$ における IPF から、変形双晶の有無を確認した。一般に変形の過程で変形双晶が導入される場合鋭い双晶が認められる¹⁾。その一方で、42Ni 合金および 18Cr-14Ni ステンレスは、焼なまし双晶のみが認められることから変形双晶の導入による組織の微細化は起こっていない。したがって 42Ni 合金と 18Cr-14Ni ステンレスの加工硬化率が異なるのは、変形過程で形成される転位組織が異なるためと予想される。

3. 5 TEMによる転位組織観察

42Ni 合金と 18Cr-14Ni ステンレスの引張り変形における転位組織の形成過程を調査するために、公称歪み $\epsilon_n=0.015$, 0.10, 0.20 における TEM 観察を実施した。Fig. 7 に各公称歪みにおける明視野像、および回折パターンを示す。なお Fig. 7 の転位組織は、いずれも電子線 $\langle 110 \rangle$ 入射で観察している。変形初期 $\epsilon_n=0.015$ の転位組織は、42Ni 合金、18Cr-14Ni ステンレスともに、転位密度も少なく、その分布に明確な差異は認められない。続いて変形中期 $\epsilon_n=0.10$ においては 42Ni 合金と 18Cr-14Ni ステンレスの間で差異が認められる。42Ni 合金の導入転位は特定のすべり面によらず、もつれた転位組織を形成するのに対し、18Cr-14Ni ステンレスは特定のすべり面で転位密度が高く、より直線的な転位が多く認められる。さらに変形後期 $\epsilon_n=0.20$ になると、さらに転位組織の差異は顕著になる。42Ni 合金は転位セル組織を形成しているのが確認される一方で、18Cr-14Ni ステンレスは、依然特定のすべり面に転位が集中しており、42Ni 合金のような転位セルは認められない。本結果からも高 Ni を有する 42Ni 合金は 18Cr-14Ni ステンレス対比、転位の交差すべりが容易であり、高い積層欠陥エネルギーを有することが示唆された。したがって、42Ni 合金の引張変形過程での加工硬化率の急激な減少は、転位の交差すべりが容易であることから動的回復が顕著に表れた結果であると説明できる。

本研究で確認された転位セル組織は、鉄鋼材料では通常 BCC 構造を有する純鉄で認められる事例は多々あるが、オーステナイト系で観察された事例はほとんどない。しかしながら、本実験で用いたような Ni 含有量の多い Fe 基オーステナイト合金においては、交差すべりが容易であるが故、純鉄に類似した転位セル組織が観察されるものと推定される。

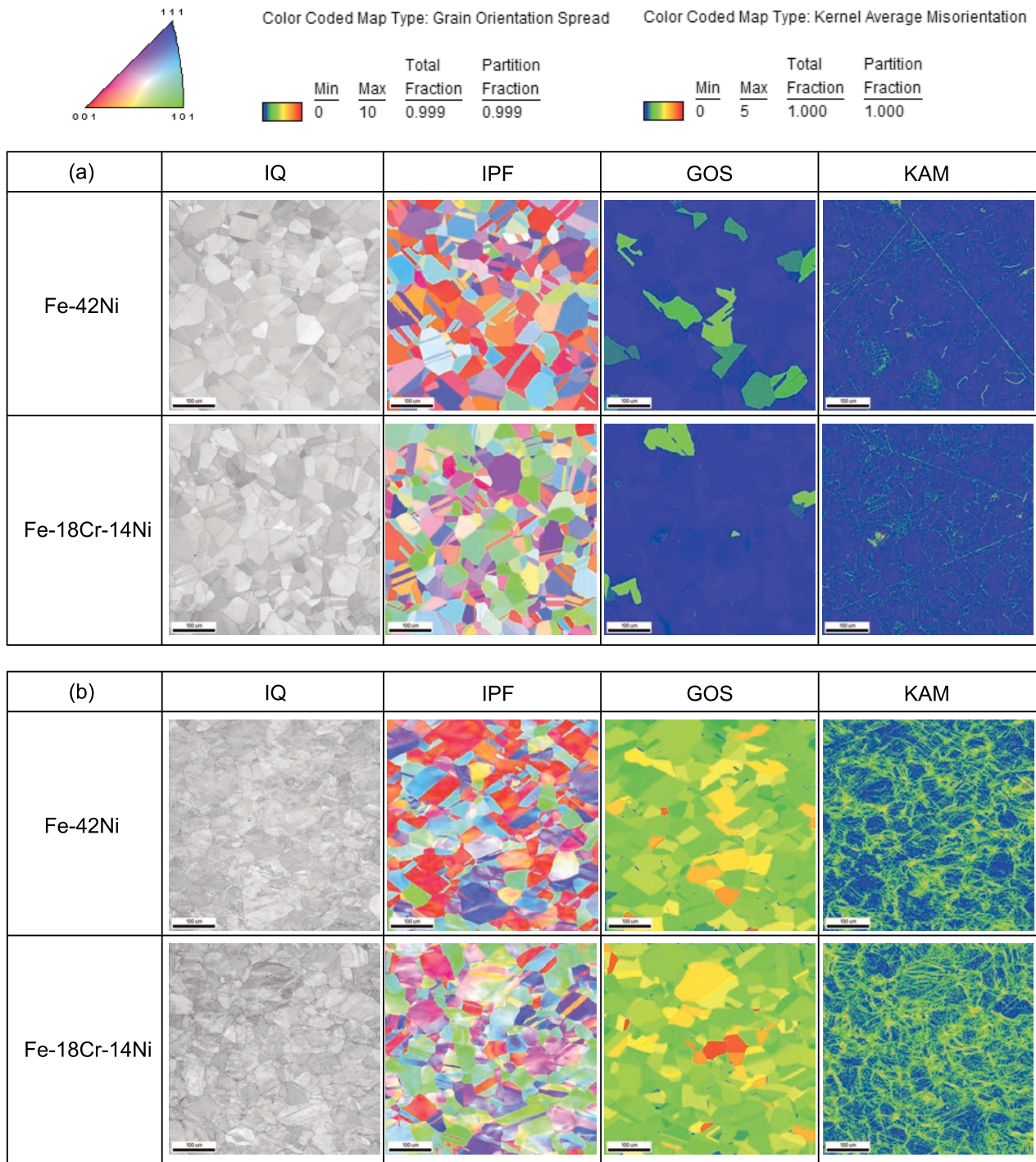


Fig. 6. EBSD analysis for tensile deformed Fe-42Ni and Fe-18Cr-14Ni samples at (a) $\epsilon_n=0.015$ and (b) $\epsilon_n=0.20$.

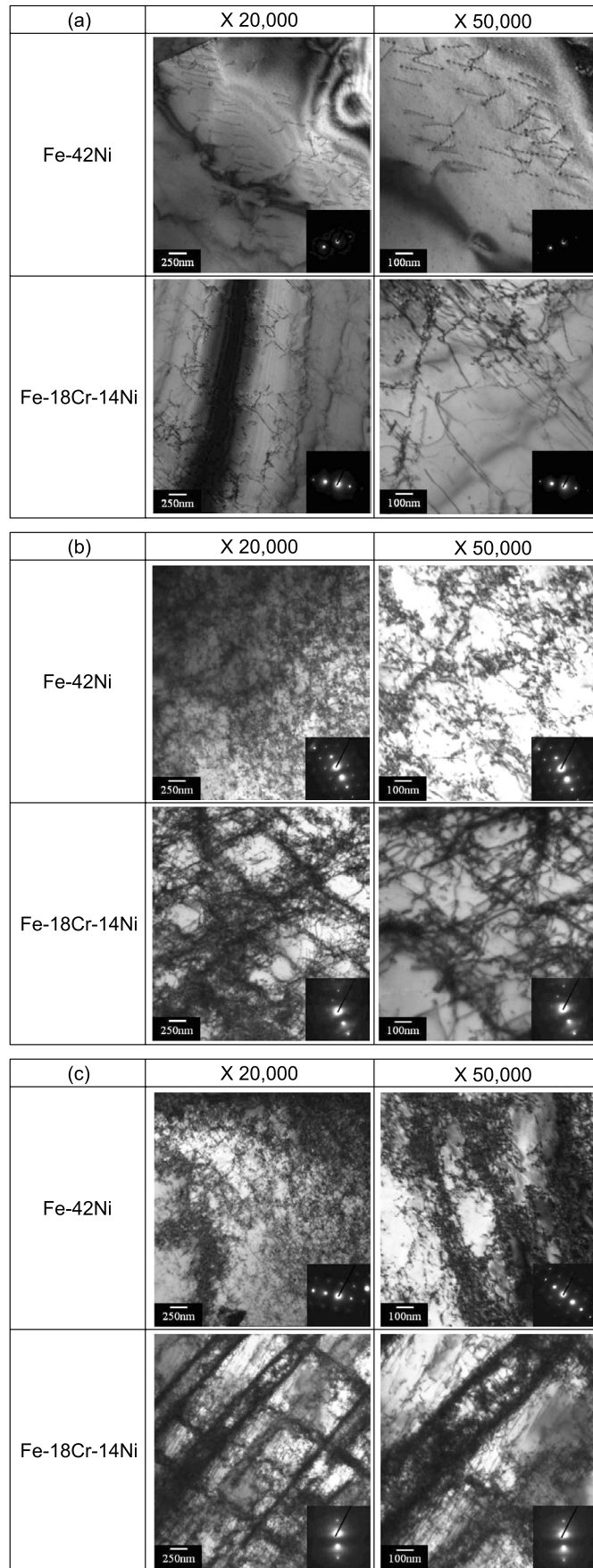


Fig. 7. TEM images of tensile deformed Fe-42Ni and Fe-18Cr-14Ni samples at (a) $\epsilon_n=0.015$, (b) $\epsilon_n=0.10$ and (c) $\epsilon_n=0.20$.

4. 結 言

Fe 基オーステナイト合金である 42Ni 合金と 18Cr-14Ni ステンレスの引張変形過程における組織変化を調査し、以下の結論を得た。

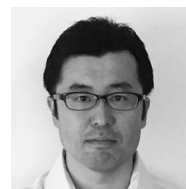
- 1) 42Ni 合金の加工硬化率は、18Cr-14Ni ステンレスのそれに対し小さく、特に $\epsilon_n=0.10$ 以上の領域で急激に減少する傾向が認められる。
- 2) 42Ni 合金、18Cr-14Ni ステンレスともに引張変形の過程で加工誘起マルテンサイト変態および変形双晶の発生は認められない。
- 3) 42Ni 合金、18Cr-14Ni ステンレスともに粒界近傍で転位のパイルアップによる歪みの集中が認められる。
- 4) 42Ni 合金の引張変形過程における転位組織は 18Cr-14Ni ステンレスのそれと大きく異なり、 $\epsilon_n=0.10$ 以上の領域で転位が絡み合い、最終的には転位セル組織を形成する。一方で 18Cr-14Ni ステンレスは限定されたすべり面上に転位が集中しており、交差すべりが 42Ni 合金対比で困難であると推定される。
- 5) 42Ni 合金の $\epsilon_n=0.10$ 以上の領域での加工硬化率の急激な減少は、積層欠陥エネルギーが高いため交差すべりが 18Cr-14Ni ステンレス対比容易であることから、転位セルを形成し動的回復が顕著に現れたためであると考えられる。

(文 献)

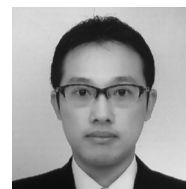
- 1) 吉武陸海, 土山聡宏, 高木節雄: 鉄と鋼, **98**(2012), 6, 9.
- 2) L. Remy and A. Pineau: Mater. Sci. Eng., **28**(1977), 99.
- 3) C. G. Rhodes and A. W. Thomson: Metall. Trans. A, **8A**(1977), 1901.
- 4) M. Ojima, Y. Adach, Y. Tomota, Y. Katada, Y. Kaneko, K. Kuroda and H. Saka: Steel Research Int., **80**(2009), 477.
- 5) R. E. Schramm and R. P. Reed: Metall. Trans. A, **6A**(1975), 1345.
- 6) P. R. Swann: Corrosion, **19**(1963), 102
- 7) D. L. Douglass, G. Thomas and W. R. Roser: Corrosion, **20**(1964), 15.
- 8) 中間一夫, Sanyo Technical Report, **21**(2014), 1, 38.
- 9) Z. Jiang, J. Lian and B. Baudalet: Acta Metall. Mater., **9**(1995), 3349.



古庄千紘



高林宏之



赤間大地



高木節雄