



Title	Fe-Mn-Cr系オーステナイト鋼の内部組織におよぼす変形温度の影響
Author(s)	高橋, 平七郎; Takahashi, Heishichiro; 竹山, 太郎 他
Citation	北海道大學工學部研究報告, 96, 73-81
Issue Date	1979-11-30
Doc URL	<a href="https://hdl.handle.net/2115/41584">https://hdl.handle.net/2115/41584</a>
Type	departmental bulletin paper
File Information	96_73-82.pdf



## Fe-Mn-Cr 系オーステナイト鋼の内部組織に およぼす変形温度の影響

高橋平七郎\* 竹山太郎\*\* 長谷川利之\*\*\*

(昭和54年6月30日受理)

### The Effect of Temperature on Deformation Structures in Fe-Mn-Cr Austenitic Steel

Heishichiro TAKAHASHI, Taro TAKEYAMA

and Toshiyuki HASEGAWA

(Received June 30, 1979)

#### Abstract

The influence of temperature on the deformation structures of Fe-Mn-Cr austenitic steel was studied by means of tensile testing and transmission electron microscopy (TEM) in a temperature range from  $-70$  to  $360^{\circ}\text{C}$ .

Yield stress indicated the temperature dependence below  $200^{\circ}\text{C}$  and the dynamical strain aging occurred between  $200$  and  $300^{\circ}\text{C}$  at which temperatures the higher work hardening was obtained.

Deformation structure also varied with the temperature and  $\epsilon$ -phase was formed at  $-70^{\circ}\text{C}$ . With increasing in deformation temperature the yield stress decreased and stacking faults and further dislocations occurred. The stacking fault energies were determined by "in situ experiments" using TEM and it was clarified that the stacking fault energy increases with the increasing in temperature.

Thus, the yield stress and the work hardening were affected by the structures which depend on deformation temperature and stacking fault energy. Furthermore, it seems that the increase in stacking fault energy at higher temperatures would cause mobile dislocations to increase and to interact with carbon atoms in solution during deformation.

#### 1. 緒 言

これまで18-8系ステンレス鋼をはじめとする多くのオーステナイト鋼の高温変形挙動に関する研究がなされている<sup>1,2)</sup>。これら鋼は高温で多く使用されるため高温強度を改良するのに種々の合金元素が添加される。したがって高温変形挙動も複雑で相変態過程あるいは変形中の合金元素の析出物形成さらに固溶溶質原子と運動転位との相互作用により応力-ひずみ曲線上に不連続変形(セレーション)現象が現われ、鋼は脆化する<sup>3-5)</sup>。これらセレーション現象は軟鋼をはじめとする体心立方型(b. c. c)金属では炭素(C)、窒素(N)、酸素(O)など侵入型原子と運動転位

\* 金属化学研究施設 金属物理部門

\*\* 金属工学科学生 現日本鋼管福山製鉄所

との動的ひずみ時効効果に依ることが良く知られている事実である<sup>6-8)</sup>。しかし、面心立方型 (f. c. c) 金属合金であるオーステナイト鋼における侵入型溶質原子の効果、さらに変形温度と内部組織との関係は十分明らかにされていない。本研究では高 C, N 添加によって固溶体硬化した Mn 鋼の変形特性におよぼす温度と内部組織の効果について検討した。

## 2. 実験方法

実験に用いた試料は DINX40 MnCr 18 (ASTM A 289.7 a Grade B) 規格材の 0.4% C-18% Mn-4% Cr-0.1% N 鋼でその化学組成は表 1 に示す。この供試材は溶製後に鑄造、鍛造した。さらに冷間圧延により厚さ 0.35 mm の板にし、幅 4 mm, ゲージ長さ 20 mm の引張試験片を作製後に石英管中に真空封入し熱処理した。熱処理は 1050°C 1 時間加熱後、水中に急冷することによって行った。引張変形はインストロン型引張試験機を用いクロスヘッド速度、0.5 mm/min (ひずみ速度  $\dot{\epsilon}=4.2 \times 10^{-4}$ /sec), 温度 -70°C から 360°C で行った。内部組織は 650 kV 超高压電子顕微鏡を用い観察した。なお電子顕微鏡観察用薄膜は HF 10 cc に H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 150 cc 加えた液により化学研磨, さらに HClO<sub>4</sub> 10 cc に CH<sub>3</sub>COOH 150 cc 加えた電解液により電解研磨によって作成した。

Table 1 Chemical composition of specimen (wt %)

C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	N
0.48	0.58	18.1	0.025	0.004	0.20	4.68	0.112

## 3. 実験結果

### 3.1 引張変形特性

種々の温度で引張変形したときの代表的な荷重—伸び曲線を Fig. 1 に示す。-70°C の低温では変形曲線は滑らかであるが降伏応力は高く、加工硬化は著しい。変形温度の上昇にともない応力, 硬化の程度は減少傾向を示すが, 200°C になると加工硬化領域に不連続変形 (セレーション) が現われ 300°C まで認められ 360°C で再び滑らかな変形曲線となる。このような変形曲線

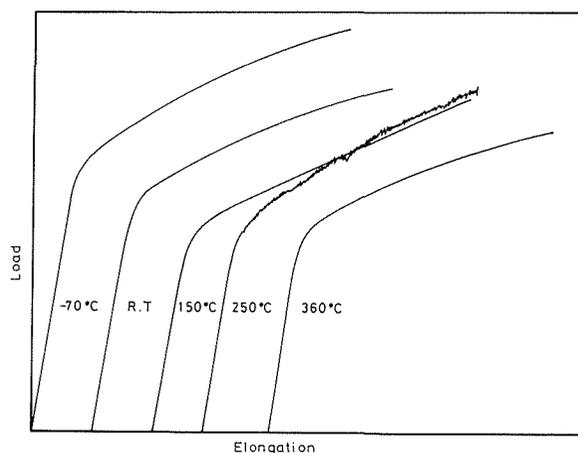


Fig. 1 Typical load-elongation curves at various temperatures

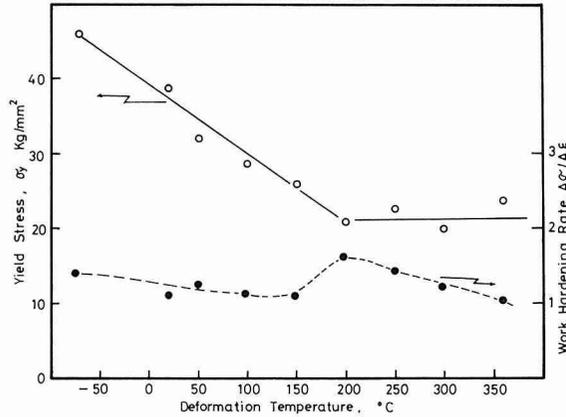


Fig. 2 Temperature dependences of yield stress and work hardening rate

の温度による変化とともに Fig. 2 に示すように降伏応力 (0.2%耐力), 加工硬化率 (5~9%ひずみ量) は変形温度に影響される。-70°C から 200°C までの温度域では降伏応力はほぼ直線的に低下し, さらに高温になると一定となり温度依存を示さない。一方, 加工硬化率は -70°C から 150°C までの温度域では特に大きな変化はないがセレーションの顕著な 200~250°C で高い値となる。以上のごとく明らかに変形特性, 機械性質は変形温度によってことなる。次に各変形温度における内部組織観察の結果を示す。

### 3.2 透過電子顕微鏡組織

熱処理後の試料はオーステナイト相 ( $\gamma$  相) からなり析出物あるいはマルテンサイト相など他の組織は認められなかった (photo. 1)。この試料を -70°C で変形すると photo. 2 に示すごとく積層欠陥 (*S.F.*) の他にバンド状組織が多数観察された。このバンド状組織は降伏直後から変形量の増大につれ密に分布するようになった。電子顕微鏡による制限視野回折によりバンド状組織の同定を試みた結果の一例を photo. 3 に示す。(a) は -70°C で2%変形した試料の明視野像でこの領域の回折像を (c) に, またその Key diagram を (d) に示す。回折像にはオーステナイト相 ( $\gamma$ ) の回折斑点の他にバンド状組織からの回折斑点が認められ, 解析の結果, 稠密六方晶 (hcp) の  $\epsilon$  相<sup>9)</sup>から生じていることが判明した。この  $\epsilon$  相からの回折斑点 (□印) による暗

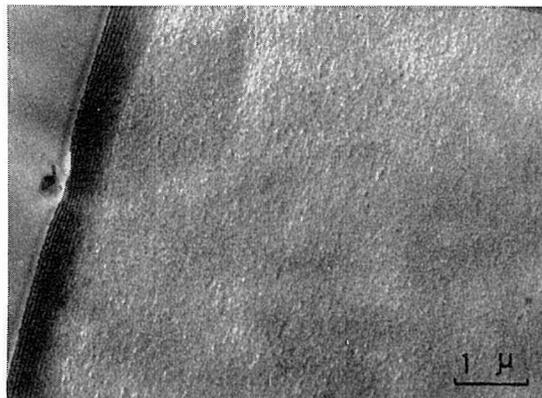


photo. 1 Transmission electron micrograph of the as-solution treated

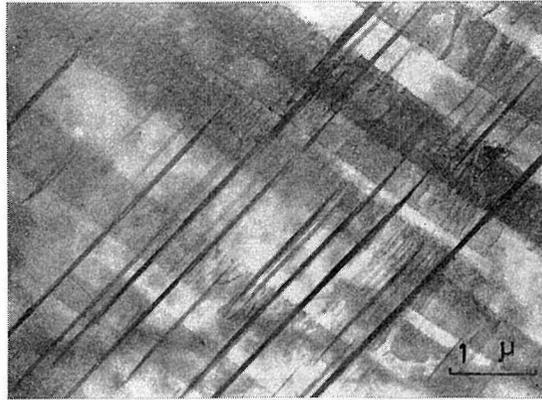


photo. 2 Transmission electron micrograph after straining by 5% at  $-70^{\circ}\text{C}$

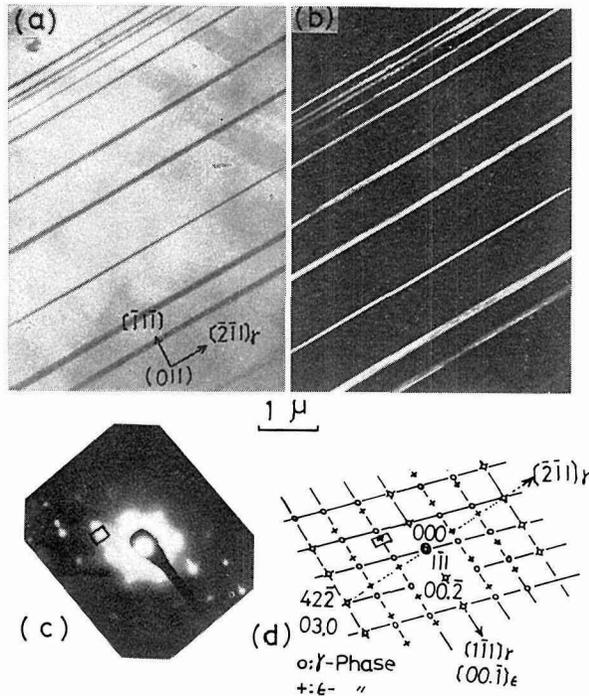


photo. 3 Identification of phases after 2% tension at  $-70^{\circ}\text{C}$ : (a) bright field image, (b) dark field image, (c) diffraction pattern of area of bright field in (a), and (d) indexed pattern; the pattern consists of two superimposed reciprocal lattice sections of  $\gamma$  (fcc) and  $\epsilon$  (hcp) phases

視野像の一例を (b) に示す。このような電子線回折による結晶解析から、 $\epsilon$  相と  $\gamma$  相との方位関係は、 $(1\bar{1}1)_r // (000\bar{1})_\epsilon$ ,  $[011]_r // [\bar{2}110]_\epsilon$  であった。**photo. 4** は室温、 $-150^{\circ}\text{C}$ 、 $250^{\circ}\text{C}$  および  $360^{\circ}\text{C}$  で5%変形したときの組織を示す。室温で変形した場合  $-70^{\circ}\text{C}$  変形とことなり非常に多くの積層欠陥が形成されている。150~250 $^{\circ}\text{C}$  へ温度が上昇すると逆に積層欠陥は減少して転位組織が主体となる。またセレーションが顕著となる 250 $^{\circ}\text{C}$  では同一ひずみ量にもかかわらず、

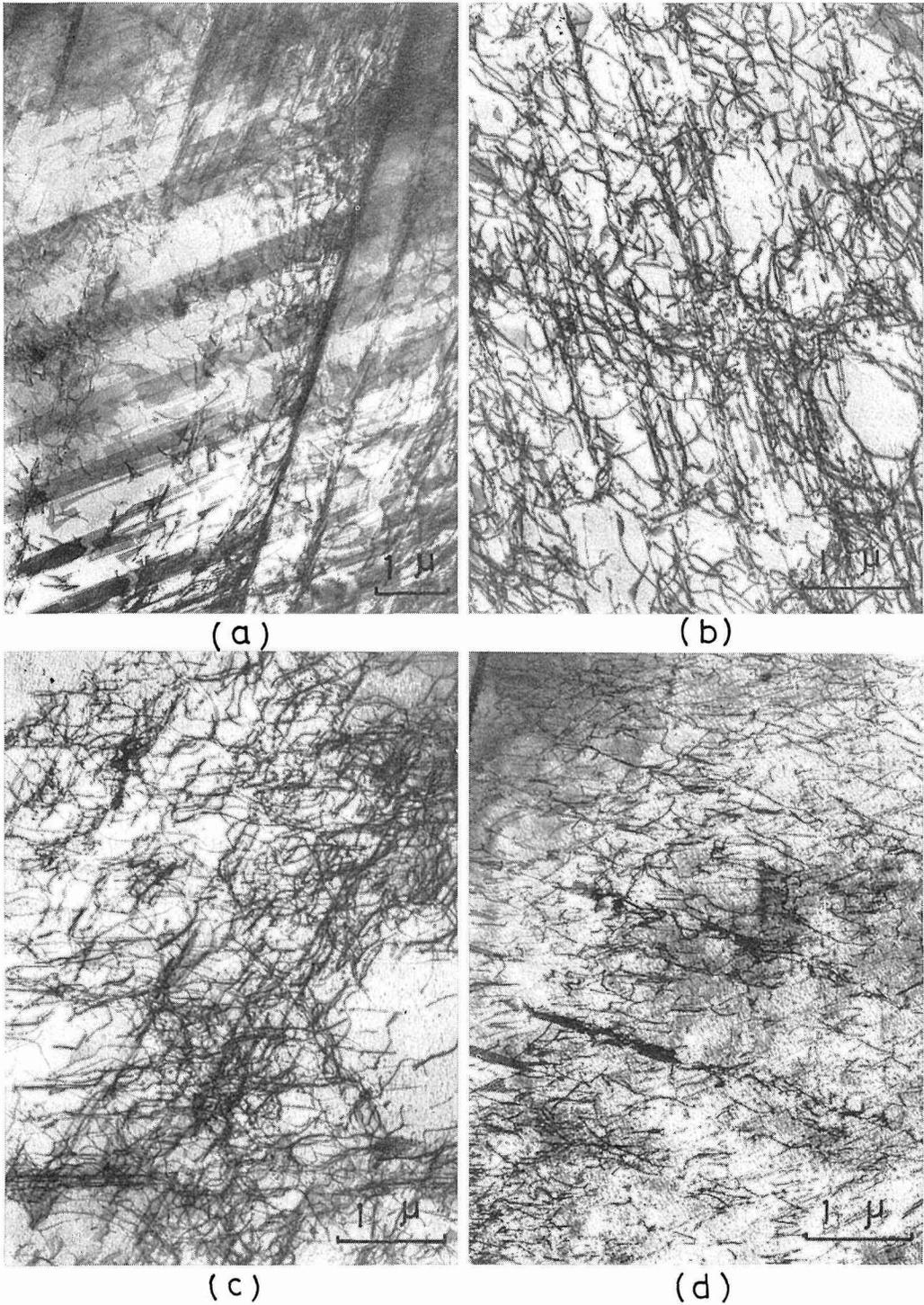


photo. 4 Transmission electron micrographs after straining by 5% at (a) room temperature, (b) 150°C, (c) 250°C and (d) 360°C

セレーションの認められなかった変形温度におけるよりも転位は多く、またタンブル組織を示す。さらに高温の 360°C では転位密度は減少し転位も比較的均一に分布するようになる。

#### 4. 考 察

内部組織観察から明らかなごとくオーステナイト鋼は変形温度によってことなる組織を示す。すなわち、低温変形による  $\epsilon$  相形成に続いて温度上昇とともに積層欠陥形成さらに転位発生へと組織は変化する。降伏応力に関して温度依存性を示す低温側において変形で生ずる内部組織が明らかにことなるため、降伏機構は単一でなく個々のことなる変形過程を経た結果として見かけ上の温度依存性を示しているにすぎない。それ故、本研究に用いた Mn 鋼では室温以下の低温では  $\epsilon$  相、室温附近では積層欠陥さらに高温ではすべり転位の順に、各々の組織形成に要する応力が降伏応力に相当して変化するものと考えられる。加工硬化率は降伏応力の場合とことなり特に著しい温度依存を示さない。加工硬化におよぼす主な要因は変形中に生じた内部組織がさらに変形を続けるに際しどの程度の抵抗（障害）として作用するかに依存するから、加工硬化の温度依存性が小さいことは、一度形成した組織は変形の進行に際し温度に余り影響されずほぼ一定の障害効果として作用していることを示唆している。それ故、逆に 200~250°C の温度域で加工硬化率が上昇していることは、内部組織がこの温度域で変化し、変形に際して強い障害となる要因が導入されたことを意味する。従ってこの温度はセレーション発生温度域に対応していることから動的ひずみ効果に原因するものと思われる。このひずみ時効現象は溶質原子と運動転位との相互作用によって引き起される<sup>10)</sup>。それ故、本研究試料には多種の元素が添加されているため運動転位と相互作用する溶質元素が問題となる。大西、石坂<sup>11)</sup>は本研究に用いたと同種の鋼についてこの点に関して詳しく検討し、200~250°C で生ずるセレーションは固溶炭素によることを報告している。それ故、本研究でも同様に炭素によってセレーションが発生し、内部組織的には転位の増殖が他の温度よりも著しいため高い硬化率をもたらすものと考えられる<sup>12)</sup>。以上の降伏応力と加工硬化率の変形温度依存を内部組織との対比で示したのが Fig. 3 である。

変形によって導入される変態、積層欠陥などの格子欠陥は積層欠陥エネルギーの値に影響されとくに転位は低積層欠陥エネルギー金属で大きく拡張し、積層欠陥を生じやすいことが知られている<sup>13,14)</sup>。従って、温度によって内部組織形態が変化することは積層欠陥エネルギーの温度依存

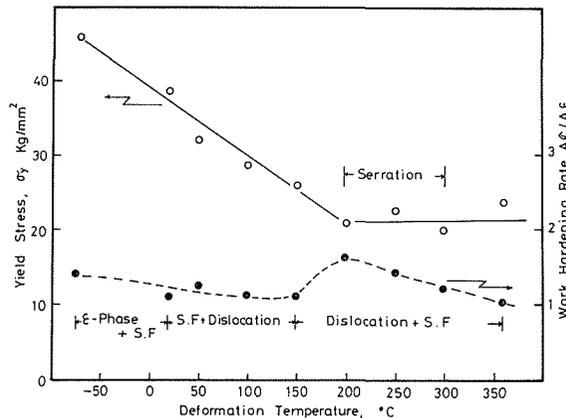


Fig. 3 Relation between mechanical property and deformation structure at various temperatures

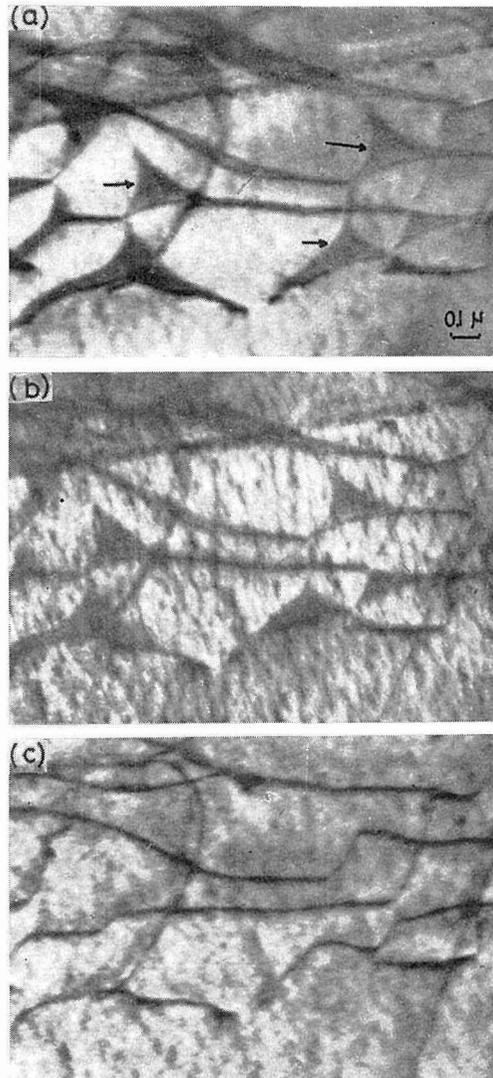


photo. 5 The variation of extended dislocation node size with increasing in temperature : (a) room temperature (b) 150°C and (c) 250°C

を示唆しているとみられる。一般に Cr-Ni 鋼より Mn-Cr 鋼において積層欠陥エネルギーが低いとされているが合金元素の種類にも影響されるため<sup>15)</sup>各々の鋼種に相当する欠陥エネルギーを求める必要がある。さらにそのエネルギーの温度依存性はそれぞれの温度において測定されるのがより正確と考えられる。本研究では電子顕微鏡による“その場実験”によって直接観察することによって積層欠陥エネルギーを測定する試みをした。photo. 5 は室温で2%変形した積層欠陥形成面  $\{111\}$  にはほぼ平行な試料面に形成した転位網の節の拡張により生じた積層欠陥 (矢印) の加熱温度による変化を示す。温度上昇とともに転位節の拡張幅は減少し 200°C 以上では明瞭な積層欠陥コントラストは認められなかった。この拡張幅の変化から積層欠陥エネルギー ( $\gamma$ ) を求めた。測定は次式によって与えられる。Brown と Thölen の方法<sup>16)</sup> ((1) 式) と Siems の方法<sup>17)</sup> ((2) 式) の2方法により行った。

$$\gamma = \frac{\mu b^2}{y} \left[ 0.055 \left( \frac{2-\nu}{1-\nu} \right) - 0.06 \left( \frac{\nu}{1-\nu} \right)^2 \cos 2\alpha + \left\{ 0.018 \left( \frac{2-\nu}{1-\nu} \right) + 0.036 \left( \frac{\nu}{1-\nu} \right) \cos 2\alpha \right\} \log \frac{R}{\epsilon} \right] \quad (1)$$

$$\gamma = \frac{\mu b^3}{8\pi d} \left( \frac{2-\nu}{1-\nu} \right) \left( 1 - \frac{2\nu}{1-\nu} \cdot \cos 2\alpha \right) \quad (2)$$

ここで  $\mu$  は剛性率,  $\nu$  はポアソン比,  $b$  は部分転位バーガースベクトル,  $y$  は拡張転位節の内接円半径,  $R$  は転位線の曲率半径,  $d$  は拡張転位線の幅, また  $\alpha$  は転位線とそのバーガースベクトルとのなす角度,  $\epsilon$  は転位芯半径である。なお実際の積層欠陥面 (111) と投影面 (写真撮影面) とのなす角度 ( $\theta$ ) は予め補正した。

これら式中のパラメーター  $y$ ,  $R$ ,  $d$  を実測することによって求めた積層欠陥エネルギーは室温で  $9.1 \sim 11.1 \text{ erg/cm}^2$ ,  $150^\circ\text{C}$  で  $9.2 \sim 17.7 \text{ erg/cm}^2$  の値であった。 $250^\circ\text{C}$  では積層欠陥は消失したため, 積層欠陥エネルギーはさらに高い値であることが予想される。

以上の積層欠陥エネルギーの温度変化からも予想されるごとく低温でそのエネルギーが低く高温になるにつれて高い値となると加工により形成される組織構造は変化し, 低温では積層欠陥密度, 積層欠陥幅は大きくなり変形は交差すべりで起らない。しかし積層欠陥エネルギーが高くなり, 直線状転位の堆積や積層欠陥幅の減少にともない交差すべりが容易になるとタングル転位組織となる。また, 動的ひずみ時効効果の生じやすい転位運動となり相互作用に必要な溶質元素の存在により転位は一層増殖するようになる。その結果, さらに変形応力は高くなる。

## 5. 結 言

以上の実験結果および考察をまとめると次のようになる。

(1) 0.4% C-18% Mn-4% Cr-0.1% N 鋼の変形組織は変形温度に依存して変化し低温では  $\epsilon$  相, 室温近傍では積層欠陥組織さらに高温になると転位組織となる。このような内部組織に対応して降伏応力は変形温度上昇とともに低下し  $200^\circ\text{C}$  以上ではほぼ一定となる。

(2) 加工硬化率は  $150^\circ\text{C}$  近傍まで余り変化しないが,  $200 \sim 250^\circ\text{C}$  の動的ひずみ時効効果の生ずる温度域で一時的に高い値となる。これは固溶炭素と運動転位との相互作用によってもたらされる転位の増殖, タングル転位組織と関係する。

(3) 積層欠陥エネルギーは変形温度に依存し, 高温側でより高い値となり, 同時に変形組織は高温になるにつれ積層欠陥は少なくなり, 転位組織中心となる。

終りに本研究遂行にあたり試料の調製およびご提供下さいました日本製鋼所室蘭製作所研究所大西敬三博士ならびに石坂淳二氏に深く感謝いたします。

## 参 考 文 献

- 1) Jenkins, C. F and Smith, G. V.: Trans. AIME, 245 (1969), p. 2149.
- 2) Wilson, I. L. W and Rindley, N: JISI, 208 (1970), p. 929.
- 3) Barnby, J. T: JISI, 203 (1965), p. 392.
- 4) Naybour, R. D: Acta Met., 13 (1965), p. 1197.
- 5) Yamamoto, S and Ohta, S: Trans. JIM., (Supplement); 9 (1968), p. 156.
- 6) Brindley, B. J and Barnby, J. T: Acta Met., 16 (1968), p. 41.
- 7) Yoshinaga, H and Morozumi, S: Phil. Mag., 23 (1971), p. 1367.
- 8) Brindley, B. J: Acta Met., 18 (1970), p. 325.
- 9) Venables, J. A: Phil. Mag., 11 (1963), p. 1169.

- 10) Cottrell, A. H and Jaswon, M. A: Proc. Roy. Soc., A 199 (1949), p. 104.
- 11) 大西敬三, 石坂淳二: 鉄と鋼, 63 (1977), p. 2362.
- 12) 高橋平七郎, 竹山太郎: 鉄と鋼, 58 (1972), p. 1052.
- 13) Swann, P. R and Nutting, J: J. Inst. Metals, 50 (1961-62), p. 133.
- 14) Kotval, P. S: Trans. AIME, 242 (1968), p. 1651.
- 15) Schramm, R. E and Reed, R. P: Met. Trans., 6 A (1975), p. 1345.
- 16) Browh, L. M and Thölen, A: Disc. Faraday Soc., 38 (1964), p. 35.
- 17) Read, W. T. Jr: *Dislocation in Crystals*, (1953) p. 131, McGraw-Hill.