Subzero-加工せる 18-8 系不銹鋼について (第 1 報)*

岡 本 正 三** 小 高 良 平**

Masazo Okamoto and Ryohei Odaka : On Subzero-Worked 18-8 Stainless Steels (1st Report).

The influence of subzero-working on the properties of austenitic nickel-chromium stainless steel was studied using steel containing 0.08 % C, 0.89 % Si, 2.00 % Mn, 10.26 % Ni, 18.11 % Cr and 1.52 % Mo. The specimens were cold-worked to several degrees by means of statical compression at the temperatures of 20°, -72°, and -183°. With the lowered temperature of working, the plasticity of the steel was reduced, being work-hardened markedly. It was found magnetically that no martensite was formed by working at 20°, while by subzero-temperature working it was formed in amounts increasing with the drop of temperature as well as the increased degrees of working. The Ms point of the steel must be under -183° if it exists, and the Md point lies at +20°~-72°. The process of changes by tempering the worked steels upon reheating was also pursued by means of hardness, dilatometric and magnetic measurements. During continuous heating, the preformed martensite by the subzero-working was found to begin to transform into austenite at about 440° and to finish the change at about 640°, while the recovery and the recrystallization of the deformed austenitic structure, which remained untransformed by the working, proceed gradually from about 630° and continue up to nearly 900°.

(Received February 16, 1954)

I. 緒 論

焼入された均一オーステナイト状態の 18-8 系不銹鋼を

冷間加工すれば異常な加工硬化を示し、機械的性質特に抗張力、降伏点などが著しく増すことは古くから知られている。そして磁性あるいは X 線などによる研究からこの異常硬化は、塑性變形に伴つてオーステナイトの一部が同一組成のフェライトに変態するためであると考えられてい

** 東京工業大學金屬工學科

* 1953 年 4 月本會東京大會に發表。

る(4)~(4)。これとは全く別の立場から、鋼の焼入理論の進歩につれてマルテンサイト変態が外力乃至塑性變形に敏感であることが明らかにされて來た(5)~(7)。すなわち自發的にマルテンサイト變態を開始する温度 M_s 點以上においても、塑性變形を與えればオーステナイトはその温度でマルテンサイトに變態することが可能であり、その變態量は鋼の化學組成、加工温度および加工度などに依存する。そして種々の鋼あるいは鐵合金について塑性變形によつて變態の起り得る上限の温度 M_d の存在も確認され、かつ加工温度が M_d より低くなるほど變態は容易に行われることも明らかにされている。オーステナイト不銹鋼を冷間加工した場合のフェライトの生成はこゝに述べたようなマルテンサイト變態の一例と考えることが出來、したがつてこの場合のフェライトはむしろマルテンサイトと稱すべきであらう。

このようなマルテンサイト變態の知識にしたがつて、オーステナイト不銹鋼もこれを常温よりさらに低い温度で塑性加工を施せば（これを Subzero-加工と略稱する）、より多いマルテンサイトの生成によつてより優れた機械的性質が得られるものと考えられ、また加工後適當な焼戻處理を組合せて弾性や疲勞限の著しく高い材料を得ることが出來ると期待される(8)~(10)。このような見地から著者等は 18-8 不銹鋼の Subzero-加工に關する研究を行い、本報においてはまづその基礎實驗として靜的壓縮加工を加えた場合の加工温度および加工度と加工性、硬さ、磁性變化などの關係を調べ、さらに焼戻に伴う軟化再結晶ならびにマルテンサイトのオーステナイトへの逆變態などについて調べた結果を報告したい。なお、追つて第 2 報には耐酸性におよぼす加工および焼戻の影響について、また第 3 報には壓延材の機械的性質について報告する豫定である。

II. 試料および實驗方法

Table 1 Chemical analysis of the steel used.

C %	Si %	Mn %	Cu %	Ni %	Cr %	Mo %
0.80	0.89	2.00	0.48	10.26	18.11	1.52

- (1) R. H. Aborn, E. C. Bain, Trans. Amer. Soc. Steel Treat., **18**(1930), 837.
- (2) V. N. Krivobok, M. A. Grossmann, Trans. Amer. Soc. Steel Treat., **18**(1930), 808.
- (3) F. Becket, Trans. A. I. M. E., **131** (1938), 15.
- (4) R. Buehl, H. Hollomon, J. Wulff, Trans. A. I. M. E., **140** (1940), 368.
- (5) A. McReynolds, J. Appl. Phys., **20**(1949), 896.
- (6) B. L. Averbach, S. A. Kulin, M. Cohen, *Cold Working of the Metals*, (1949), A. S. M., 290.
- (7) S. A. Kulin, M. Cohen, B. L. Averbach, J. Metals, **4** (1952), 661.
- (8) R. Franks, W. O. Binder, Metals Techn., **7**(1940), No. 5, T. P. 1183.
- (9) Westinghouse Engineer, **11**(1951), No. 2, 61.
- (10) Metals Rev., **24** (1951), No. 8, 12.

用いた試料は次表に示す化學組成の熔接棒用材料で、この鋼は後述するように -183° まで單純に冷却しても、また常温で強加工してもほとんどマルテンサイトを生ぜず、常温以下の温度で塑性加工して初めて部分的にマルテン化するの、鋼の種々な性質におよぼす効果を單に塑性變形のみに基づくものとマルテンサイト生成に基づくものとに分けて考察することが出来る。

試片は豫め 1050° に 10 分間加熱水冷して均一オーステナイト状態とし、加工の方法としては壓延にも比すべき強加工を比較的短時間に與え得るよう壓縮を用いた。試片は 5 mm 徑の丸棒で、硬度および加工性を認べる目的には $5\phi \times 6$ mm の小さな圓筒狀試片を軸方向に壓縮し、また磁性および熱膨脹測定には測定上の必要から $5\phi \times 75$ mm の丸棒に直徑方向の荷重を加えて壓縮變形せしめた。加工中の温度上昇を極力避けるために小さな試片を直接試験機に接觸せしめないで Fig. 1 のような焼入鋼製の型を用い

Fig. 1 Steel die used for working.

た。上型は 4 本のボルトをガイドとして荷重方向に押しつけられ、下型との間に挟んである試片を壓縮した。壓縮に先立つて試片を固定したまゝ全體を液體酸素 (-183°) あるいはドライアイス+メチルアルコールの混合浴 (-72°) 中に浸し、完全にその温度に到達してからこれを取り出して直ちにアムスラー試験機で約 40 秒以内に所期の加工を終えるように荷重をかけて壓縮變形した。なお變形率は加工方向の高さの減少率で表わした。

III. 實驗結果とその考察

1. 低温冷却による自發變態

$5\phi \times 70$ mm の試片を焼入後示差膨脹計で -170° まで

Fig. 2 Influence of working on the hardness.

連続的に冷却測定したが、マルテンサイトの生成による異常膨脹は全く認められず、また磁性測定でも變態を検出することは出来なかつた。さらに別の試片を液體酸素中に浸漬してその前後の硬度を調

べても全く變化なく、これらの事實からこの鋼の M_s 點

は存在するとしても -183° 以下であると考えられる。

2. 加工性と硬度変化

20° , -72° および -183° の各温度で壓縮加工した場合のダイカース硬度の變化を Fig. 2 に示す。加工温度の低いほど、また變形率の大きいほど硬度は増加している。次節に述べる磁性の測定結果からマルテンサイトは常温で加工してもほとんど認められず、 -72° と -183° の場合にのみ生成することが結論されるので、Fig. 2 の 20° の曲線はマルテン化の影響を含まない。この鋼の純然たる加工硬化曲線に相當し、變形率の増すにつれて硬化の割合は小となつて行く。他の 2 曲線はそれにマルテンサイト生成による効果が重疊したものと考えることが出来、實驗の範圍では變形率が増しても 20° の曲線に比して硬度上昇の勢は餘り衰えず、ほぼ直線的に硬化して行く。

常温加工の場合について Aborn, Bain⁽¹¹⁾ は C 含有量の多いほどまた Ni 量の少いほど硬化は著しいと述べてお

Fig. 3 Relation between load, load ratio and reduction of height.

20° の場合を基準として同一變形率を與えるに必要な荷重の割合を -72° と -183° の場合について圖示したのが同圖 (b) である。温度の低いほど變形に多くの力を要することは勿論であるが、變形率の小さいほどその割合は著しく大となる。假に (b) 圖の各曲線の縦軸と交わる點を考えれば、それはそれぞれの加工温度での壓縮降伏點の常温におけるそれとの比を示すことになり、その値は -72° , -183° のいずれも 200% あるいはそれ以上になる。これは常温での 18-8 鋼の引張降伏點 $15\sim 23 \text{ kg/mm}^2$ が液體酸素の温度では 49 kg/mm^2 にまで増加するという

Colbeck 氏等の報告⁽¹²⁾とよく符合する。變形率の増すとともに (b) 圖において荷重比が相對的に小となるのは、常温でもかなり加工硬化するためであるが、Subzero-加工中の温度上昇の影響も幾分含まれる。しかしてこの圖から、たとえば -183° では 50% の變形を與えるのに常温の場合より約 40% ほど餘分の力を必要とすることが解る。

3. 磁性の變化

塑性變形に伴うマルテンサイトの生成は磁性の變化として明らかに示される。Fig. 4 は飽和磁氣の強さを變形率

Fig. 4 Influence of working on the magnetism of specimens.

に對して圖示したもので常温では強加工してもほとんど認め得る磁性を現わさないが、 -72° では 10% の變形で既に僅かながら磁性が現われ、40% で飽和磁氣 I_s は約 50 gauss を示す。 -183° では加工の進むにつれて磁性は著しく増加し、34% の變形で約 390 gauss の値を得た。18-8 鋼の 100% マルテンサイトの磁氣の強さ 995 gauss (有効磁場: 500 Oe)⁽¹⁾⁽⁴⁾ なる値を用いて計算すれば上の -183° , 34% の 390 gauss なる値はマルテンサイト量としておよそ 39% に相當する。

塑性變形によつてマルテンサイト變態の誘起され得る上限の割合 M_d はこの實驗に用いた鋼では $+20\sim -72^{\circ}$ の間に存在すると考えられ、普通の 18-8 鋼の約 100% に比して著しく低いのは主としてこの鋼の Ni および Mn 含有量が多く、それによつてオーステナイトがより安定なためであらう。

4. 焼戻過程における諸變化

加工組織の軟化再結晶やマルテンサイトのオーステナイトへの逆變態などの舉動を知るため、顯微鏡試験、硬度、磁性および熱膨張などの測定によつて焼戻過程を調べた。

Fig. 5 は加工試片の焼戻硬度曲線を示す。焼戻時間は各温度 30 分づゝとした。同圖 (a) の常温加工の場合について見るに、加工度 0 の試片はすべての温度範圍を通じ

(11) G. K. Akimov, Friedmann, Tech. Phys. U. S. S. R., 3 (1936), 142.

(12) E. W. Colbeck, W. E. Mac Gillivray, W. R. D. Manning, Thum: The Book of Stainless Steels, (1935), 375.

て認め得るほどの硬変変化を示さないが、27.4 % および 44.4 % 加工試片はいずれも 400° 附近より僅かに硬化し

Fig. 5 Variation of hardness of the worked specimen by tempering. Figures indicated are reduction of height.

600° 附近をおよそ頂点として後焼戻温度の上昇とともに次第に軟化する。(b)の -183° で加工されたものも同様に 400° 附近よりやゝ硬化するが、常温加工のものに較べて軟化開始温度は幾分低く、特に -183° 、60.3 % 加工のものはむしろ 500° を最高として早くも軟化し始めている。

Fig. 6 は示差熱膨張曲線の数例を示したもので、(a):水焼入のまゝ、(b):常温加工 30.6 %、(c)と(d)は -183° でそれぞれ 27.4 %、34.2 % 圧縮加工したものの焼戻曲線である。中性鹽は Baro's metal (Ni-Cr 10 %) を用い、加熱および冷却の速度を $3^{\circ}/\text{min}$ とした。(a)曲線には加熱の途中 500° 附近の極く微小な収縮と 700° 附近のやゝ大きな収縮とが認められる。また(b)曲線では(a)に較べて 500° 附近の収縮が少しく低温側に移りかつ明瞭になるとともに第 2 段の収縮は 630° 附近から始まって相當大きく現われている。前者は硬度曲線における 450° 附近の僅かな硬度増加と對應するので炭化物の析出に關係するものと考えられる⁽¹²⁾⁽¹³⁾。一方、第 2 段の収縮の現われる温度は硬変曲線上の軟化温度とは一致するところから加工組織の再結晶に基づくものであろう。(a)曲線の 700° 附近の収縮については後にも觸れるがその變化の本性は明らかでない。顯微鏡組織の變化を調べると 600° まではほとんど變化が認められないが、600° を越えると次第に加工組織は崩れ始め、900° では大體再結晶が完了するので上の考察とよく一致している。

他方 -183° で加工せる試片の膨脹曲線は Fig. 6 の(c)、(d)に明らかなように 440° 附近から著しい収縮を示す。これは(b)曲線の第 1 段収縮に比してはるかに大きく、また比

(a): No worked. (b): Worked 30.6 % at 20° . (c): Worked 27.4 % at -183° . (d): Worked 34.2 % at -183° .

Fig. 6 Differential dilation curves during tempering.

較的急速に起つており、勿論炭化物の析出のみによるものでないことは次の磁性測定結果から明らかである。すなわち Fig. 7 は -183° にて 20 % および 32.7 % の變形を施した試片の焼戻磁氣分析曲線で、兩試片とも Fig. 6 の(c)、(d)における 440° 附近の異常収縮に對應して磁性の急激な減少を示しており、640° 附近で全く非磁性となる。すなわちこの温度範圍では塑性變形によつて生じたマルテンサイトがオーステナイトに逆變態を起すのである。この場合新しく生成するオーステナイトは内部應力の少いものであろうから、炭化物の析出に伴う硬化を打消して Fig. 5(b)の各曲線に示されるように 500° 附近から早くも軟化を始めるものと考えられる。

さらに Fig. 6の(c)(d)では 630° 附近よりもう一段の収縮が認められ、これは同圖(b)曲線と同様加工組織中のオーステナイトの部分が漸次軟化してゆくためであらうが、

(13) D. K. Bullens, Steel and Its Heat Treatment, 5th Edition, 3 (1948), 448.

(14) F. A. Hodiernne, C. E. Homer, J. Iron and Steel Inst., 172(1952), 249.

これらより程度は少くとも同圖(a)曲線にも700° 附近より明瞭な収縮が現われており、これが何に基因するかは明らかでない

(a) : Worked 20 %.
(b) : Worked 32.7 %.

Fig. 7 Elimination of magnetism by tempering after two degrees of working at -183° .

10.26 % Ni, 18.11 % Cr および 1.52 % Mo を含むオーステナイト不銹鋼を Subzero-温度で静的に壓縮加工して加工温度および加工度と硬度、加工性、磁性などの関係

を調べ、さらに焼戻過程の諸現象を研究して次の結果を得た。

(1) この鋼の Ms 點は存在するとしても -183° 以下、また Md 點は $+20 \sim -72^{\circ}$ の間にある。

(2) 温度の低いほど加工性は減じ、また加工硬化も著しくなる。

(3) Subzero-温度で加工して生成するマartenサイト量は加工温度の低いほど、また加工度の大きいほど多い。

(4) 常温加工に比較して Subzero-加工による硬化の著しいのは塑性變形に伴つてマartenサイトが形成されるためと考えられる。

(5) Subzero-加工によつて生じたマartenサイトは焼戻に際して $440 \sim 640^{\circ}$ の間でオーステナイトに逆變態して行く。また加工後なお安定にオーステナイトとして残留していた部分は 630° 附近より徐々に軟化再結晶を始め 900° 附近でその變化を完了する。

(6) 焼戻硬度は常温加工せる試片は 600° 邊で最高となるが Subzero-加工せるものはやゝ低い温度で最高を示し、後焼戻温度の上昇とともに軟化する。

IV. 結論

0.08 % C,
2.00 % Mn,

終りに臨み試料について御配慮を賜つた日本冶金工業株式會社の松永陽之助氏に深く感謝致します。また、終始熱心に實驗に協力された尾田 孝君に厚くお禮申し上げます。

なお本研究の費用の一部は文部省科學研究費の補助によつたことを附記して謝意を表します。