($\alpha + \gamma$) 2 相ステンレス鋼の高温圧縮変形による 微細二相混合組織の変化とその超微細化*

飴 山 惠** 松 岡 浩***
宮 崎 昭 洋**** 時 実 正 治**

J. Japan Inst. Metals, Vol. 53, No. 10 (1989), pp. 991-997

Change of Microduplex Structure and Its Refinement by Hot Compressive Deformation in ($\alpha + \gamma$) Two-Phase Stainless Steel*

Kei Ameyama**, Hiroshi Matsuoka***,
Akihiro Miyazaki**** and Masaharu Tokizane**

The change of microstructures in Fe-24%Cr-7%Ni (ferrite (α) + austenite (γ)) two-phase stainless steel during hot compressive deformation at the corresponding temperature of ($\alpha + \gamma$) two phases was investigated. Two kinds of specimens with different microstructures are prepared for the hot compressive deformation. One has a microduplex structure which consists of fine α subgrains and γ grains. The other has an α single phase structure which was deformed to the reduction of 80% in thickness by cold rolling and compression. In the former case, high angle α grain boundaries appear in the early stages of compressive deformation at 1173 K under a strain rate of $1.1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$, due to local recrystallization of α subgrains. Misorientation angles among the α grains increase with increasing compressive deformation. Such a microduplex structure with high angle grain boundaries is presumed to be responsible for superplastic deformation at the high temperature. In the latter case, the recovery in the α matrix and the precipitation of the γ phase occur simultaneously, during compressive deformation at 1173 K under a strain rate of $2.2 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$. Since the specimen deforms heterogeneously, in the areas where large strain is stored the recovery occurs rapidly and the ultra-fine α subgrains are formed during hot compressive deformation. Then, at those sub-boundaries, γ particles predominantly nucleate. Consequently, an ultra-fine microduplex structure with average grain size of 0.5 μm is formed.

(Received May 17, 1989)

Keywords: two phase stainless steel, hot deformation, microduplex structure, ultra-fine microduplex structure, recovery, precipitation, thermomechanical processing

I. 緒 言

($\alpha + \gamma$) 2 相ステンレス鋼は、 α 単相状態とした後 ($\alpha + \gamma$) 2 相域温度で保持すると、 α 粒界、粒内から γ 相が析出して 2 相組織を形成する⁽¹⁾⁽²⁾。また、室温において α 単相状態で強加工した後 ($\alpha + \gamma$) 2 相域温度で保持した場合には、microduplex 組織と呼ばれる ($\alpha + \gamma$) 微細 2 相混合組織が得られる⁽³⁾⁻⁽⁵⁾。このような microduplex 組織からなる ($\alpha + \gamma$) 2 相ステンレス鋼においては超塑性変形挙動を示すことが知られている⁽⁶⁾⁻⁽⁹⁾。微細粒組織では、結晶粒が微細である程、より大きなひずみ速度で超塑性変形が可能である⁽¹⁰⁾ため、結晶粒のいっそうの微細化を計

ることは機械的性質の向上ともあわせて非常に有益である。

ところで、一般に微細粒超塑性は粒界すべりによって起こる現象である⁽¹¹⁾⁽¹²⁾と考えられている。しかしながら、($\alpha + \gamma$) 2 相ステンレス鋼の microduplex 組織は、母相 α 相の回復組織である α サブグレインと析出相 γ 粒からなる 2 相混合組織であり、小傾角粒界である α サブグレイン境界が粒界すべりを起こすかどうかについては明らかにされていない。本研究は、このような microduplex 組織の高温圧縮変形による組織変化、ならびにこれまでに知られている microduplex 組織よりもさらに微細な超微細 microduplex 組織の形成について、組織観察により詳細に検討することを目的として行なった。

* 1988年11月日本鉄鋼協会秋季講演大会にて一部発表

** 立命館大学理工学部機械工学科 (Department of Mechanical Engineering, Faculty of Science and Engineering, Ritsumeikan University, Kyoto)

*** 立命館大学大学院生、現在：愛知製鋼㈱ (Graduate Student, Ritsumeikan University, Kyoto. Present address: Aichi Steel Works Co. Ltd., Nagoya)

**** 立命館大学大学院生 (Graduate Student, Ritsumeikan University, Kyoto)

II. 実験方法

供試材は真空溶解により作製した Fe-24.41 mass%Cr-7.16 mass%Ni 合金 (N=0.0036 mass%, S=0.0012 mass%, P=0.002 mass%) である。Fig. 1 に加工熱処理の模式図を示す。試料は真空中で 1573 K-1.8 ks の溶体化処理後水冷し、室温で α 単相状態とした。この後、圧縮および圧延により 80% の冷間加工を施した材料から 5 mm×5 mm×7.5 mm の角柱状の圧縮試験片を作製した。その後、90%N₂+10%H₂ 混合ガス雰囲気中で、Fig. 1(a),(b) に示したような、(a) 2 相域温度である 1173 K で 1.8 ks 保持後、あるいは (b) 1173 K へ昇温直後、種々の初期ひずみ速度で変形し、所定のひずみ量に達した試料をただちに水冷した。なお、1173 K までの昇温速度は約 5 K/s であった。高温変形はスクリュードドライブ式ハードビーム型万能試験機で行なった。

光学顕微鏡組織観察は、15%KOH 水溶液を用い電解腐食して行なった。透過型電子顕微鏡 (TEM) 観察は、過塩素酸+酢酸 (1:9) 混液を用い、ジェット研磨法により作製した薄膜により行なった。なお、観察面は、圧縮試験片中心部の圧縮方向と平行な面である。結晶方位差は、主として Kikuchi 線の解析⁽²⁾により求めた。この場合、 α - α 粒間には等価な 24通りの回転角が計算により求められるが、物理的に意味のある方位差⁽¹³⁾として最小の回転角のものを選んだ。

Fig. 1 Schematic diagrams of the thermomechanical processings.

III. 実験結果および考察

1. microduplex 組織の高温圧縮変形による組織変化

(α + γ) 2 相ステンレス鋼の microduplex 組織は、著者の一部らがすでに報告した⁽³⁾ように、 α 単相材を冷間で強加工し、その後 (α + γ) 2 相域温度で保持したときに、母相 α 相の回復・再結晶過程と γ 相の析出とが競合した結

果生じる。すなわち、保持温度への昇温中および保持のごく初期に α 相は回復を起こし、 α 相の回復組織である α サブグレイン境界上、特に三重点上に γ 相が析出する。このとき、析出 γ 量が十分に多ければ、微細な α , γ 2 相からなる microduplex 組織が形成されるが、この間に α 相の再結晶は起こらない。また、 α サブグレイン粒径が微細である程 microduplex 組織は微細になる。以下に、Fig. 1(a) の模式図にもとづいて、microduplex 組織を高温圧縮変形したときの組織変化について述べる。

Fig. 2(a),(b) に、それぞれ 1173 K で 1.8 ks 保持後水冷した場合と、その材料を引続き 1173 K で初期ひずみ速度 $1.1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ で圧下率 62.3% まで変形し水冷した場合の光学顕微鏡組織を示す。腐食により白く観察されるのが γ 相である。Fig. 2(a) は microduplex 組織となっている。磁気測定により α 量を計るフェライトスコープを用いて測定した γ 量は約 57% であった。Fig. 2(b) の変形後の組織では、粒成長しているが microduplex 組織は維持されている。なお、 σ 相の析出は変形後においても認められなかった。

次に、TEM 観察結果について示す。Fig. 3 は、Fig. 2(a) に示した組織に相当し、変形前の microduplex 組織を示している。 γ 粒ををさむ a, b, c, d で示した α 粒間の方位差の平均値は 2.7° であり、 α 粒が再結晶粒ではなく回

Fig. 2 Optical micrographs showing (a) microduplex structure annealed at 1173 K for 1.8 ks and (b) deformed microduplex structure annealed at 1173 K for 1.8 ks and compressed to 62.3% at 1173 K under the initial strain rate of $1.1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$.

Fig. 3 Transmission electron micrograph of the specimen annealed at 1173 K for 1.8 ks. Average misorientation angle among the grains a to d was 2.7°.

	a		(deg.)		
b	3.0	b			
c	11.6	8.5	c		
d	5.5	8.3	17.0	d	
e	2.0	1.0	9.5	7.3	e
f	7.5	4.3	4.2	13.3	5.0
Ave. 7.2					

Fig. 4 Transmission electron micrograph of the specimen compressed to 7.9% at 1173 K under the initial strain rate of $1.1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ after annealing at 1173 K for 1.8 ks. Misorientation angles among the grains a to f were indicated below.

復によるサブグレインであることが確認された。なお、写真中には、γ粒の一部を“γ”で示した。以下の TEM 写真においても同様である。

Fig. 4 に、microduplex 組織を初期組織としたものを、初期ひずみ速度 $1.1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ で圧下率 7.9% まで変形したときの TEM 組織および a~f で示した α 粒間の方位差を示す。方位差の平均値は 7.2° であった。α 粒の中では、粒 a に転位がきわめて多く認められるが、他の α 粒や γ 粒は変形前 (Fig. 3) と同程度の転位密度である。また、粒 a とその近傍の粒 b, d, e との間の方位差はあまり大きくないが、隣接する粒 c との間の方位差が大きい。粒 c は他の α 粒との方位差も大きいことがわかる。

Fig. 5 に、Fig. 4 と同じ条件で圧下率 26.6% まで変形したときの TEM 組織および a~d で示した α 粒間の方位差を示す。方位差の平均値は 26.1° であった。Fig. 6 に、Fig. 4, 5 と同じ条件で圧下率 60.1% まで変形したときの TEM 組織および a~d で示した α 粒間の方位差を示す。方位差の平均値は 33.6° であった。Fig. 5, 6 から明らかのように、変形量が大きくなるにしたがって α 粒間の方位差は増大してゆくが、α, γ 粒ともに転位密度は変形前とはほとんど変化なく、ほぼ等軸粒の組織が維持されている。ま

	a		(deg.)	
b	38.9	b		
c	46.1	8.0	c	
d	39.1	12.1	12.4	
Ave. 26.1				

Fig. 5 Transmission electron micrograph of the specimen compressed to 26.6% at 1173 K under the initial strain rate of $1.1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ after annealing at 1173 K for 1.8 ks. Misorientation angles among the grains a to d were indicated below.

	a	(deg.)	
b	49.3	b	
c	28.3	47.2	c
d	28.3	27.7	21.0
Ave. 33.6			

Fig. 6 Transmission electron micrograph of the specimen compressed to 60.1% at 1173 K under the initial strain rate of $1.1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ after annealing at 1173 K for 1.8 ks. Misorientation angles among the grains a to d are indicated below.

た、この変形条件では、圧縮によるひずみ速度変換法により求めたひずみ速度感受性指数 (m 値) は 0.36 であった。したがって、Fig. 5, 6 に示した組織では、 α 粒界が大傾角粒界であること、組織が等軸粒であること、 m 値が一般に超塑性変形を示す場合と同様に $m > 0.3$ であることから、超塑性変形したものと判断される。

Fig. 7 に、Fig. 3 から Fig. 6 までは示した α 粒間の方位差を、最大値、最小値、平均値 (○印) により示す。 α 粒間の方位差は圧下率の増加とともに増加している。変形の初期の段階では、方位差の小さな α サブグレイン中に方位差の大きな α 粒が現われるため、小傾角粒界と大傾角粒界が混在することを示している。Fig. 8 に TEM 組織

Fig. 7 Variation of misorientation angle, $\Delta\theta$, with reduction in height. Open circles indicate the average misorientation angles.

Fig. 8 Variation of both average grain size of α and γ grains with reduction in height in the case of a thermomechanical processing indicated in Fig. 1(a).

より求めた α , γ 粒径を示す。圧下率、 α 粒間の方位差が大きくなっても、 α , γ 粒径とも変形前の約 1.3 倍の約 1 μm 程度であった。

Fig. 9 に、初期ひずみ速度が Fig. 4~6 に示した場合よりも大きい $1.1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ で、圧下率 62.3% まで変形したときの TEM 組織を示す。 α , γ 粒内に多数の転位が認められ、 α , γ 粒が変形していることがわかる。この変形条件での m 値は 0.26 であり、超塑性変形は起こっていないものと考えられる。

ところで、Fig. 7 に示したように、圧下率とともに α 粒間の方位差が大きくなってゆく理由として、 α サブグレインの合体、あるいは、 α 相の再結晶と結晶粒回転、の可能性が考えられる。しかし、 α サブグレインが大きな方位差を持つようになるためには、かなりの数のサブグレインの合体が必要で、その結果結晶粒はかなり大きくなるはずであり、Fig. 8 の結果と矛盾する。一方、Fig. 4 に示したように、変形を受けた α 粒 (粒 a) に近接して、転位が少なく方位差が他よりも大きな α 粒 (粒 c) が存在することは、 α 相の再結晶を示唆している。すなわち、microduplex 組

Fig. 9 Transmission electron micrograph of the specimen compressed to 62.3% at 1173 K under the initial strain rate of $1.1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ after annealing at 1173 K for 1.8 ks.

織にはα相よりも相対的に硬いγ粒が存在するため、それらのγ粒の近傍で局所的なα粒の変形が起こり、そこでα相の再結晶が起こると考えられる。このα再結晶粒は、周囲の粒と大きな方位差を持つので粒界すべりにより回転を起こすであろう。Fig. 7 からわかるように、圧下率 7.9% ではα粒にはサブグレインと大傾角粒界を有するものが混在しているが、圧下率が増加するとサブグレインが消失し、方位差の最大値が大きくなってゆく。また、Fig. 5, 6 の TEM 組織からわかるように、大きなひずみ量においても高密度の転位を有するα粒が観察されず、しかも、Fig. 8 に示したように、α粒径が徐々に増加して行くことから、再結晶を変形中繰り返し起こす動的再結晶は起きていないと考えられる。

以上のことから、microduplex 組織を適切な条件で変形した場合には、変形のごく初期の段階においてγ粒の近傍のαサブグレイン組織に局所的な再結晶が起き、大傾角粒界を有するα粒組織が形成され、その後、α粒界すべりやα/γ界面すべりによる超塑性変形が起こるものと想定される。

2. 超微細 microduplex 組織の形成

Fig. 10 は、Fig. 1(b) の場合の、冷間加工後 1173 K へ昇温してただちに初期ひずみ速度 $2.2 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ で圧下率 61.1% まで圧縮変形を行なったときの光学顕微鏡組織である。変形後にσ相の析出は認められなかった。Fig. 2 と比較して、組織が明らかに微細化していることがわかる。

Fig. 11(a), (b) は、Fig. 10 と同じ条件で、圧下率 (a) 43.2%, (b) 61.1% まで変形したときの TEM 組織である。Fig. 11(c) は、Fig. 11(b) に示した a, b, c のα粒の制限視野電子線回折像である。これらの制限視野電子線回折像の紙面上でのずれ角の平均値は 6.0° であった。Fig. 11(b), (c) から、大きなひずみ量であるにもかかわらず、これら

Fig. 10 Optical micrograph showing an ultra-fine microduplex structure formed by compression without pre-annealing. The specimen was compressed to 61.1% at 1173 K under the initial strain rate of $2.2 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$.

のα粒がサブグレインのままであることがわかる。なお、変形に要した時間は、およそ (a) 18 s, (b) 25 s (Fig. 6 の場合はおよそ 9 min) である。Fig. 12 は、TEM 組織から求めたα, γ粒径である。圧下率 60% 以上においてもα, γ粒ともに約 $0.5 \mu\text{m}$ 程度と極めて微細な粒のままであり、超微細 microduplex 組織が得られた。

以上の結果を、前節に述べた microduplex 組織を初期組織とした場合と比較してまとめると次のようになる。(1) 前節の場合よりも高速変形である。(2) 変形組織は microduplex 組織を初期組織とした場合よりも、かなり微細である。(3) 高ひずみ量にもかかわらず、転位密度の低いαサブグレイン組織が維持される。これら(2), (3)は、冷間加工材を 1173 K へ昇温しただちに高温圧縮変形した場合に特徴的な組織であり、microduplex 組織を初期組織とした場合と大きく異なっている。この主要な理由は、高温変形中にγ相の析出をとまなうためであると考えられる。すなわち、冷間加工されたα相を所定の変形温度へ昇温しただちに変形を行なうと、変形が必ずしも均一でないため、局所的に大きな変形を受けたα相は速やかに回復を起こし、極めて微細なサブグレインの領域を形成する。この微細サブグレイン領域では、γ相の優先的核生成場所が他よりも著しく多いために、超微細 microduplex 組織が形成される。超微細 microduplex 組織の領域は、γ相があまり析出していないα相領域よりも変形抵抗が大きいために、他の軟らかい場所でさらに局所的な変形を生じ、そこでまた新たに超微細 microduplex 組織が形成される。この間、先に形成された超微細 microduplex 組織の領域は、変形抵抗が相対的に高いので高ひずみ量にいたるまであまり大きな変形を受けず、α相はほとんどサブグレイン組織のまま維持されるものと考えられ、上記のまとめ(3)の結果と矛盾しない。また、γ相が析出する間は、α相の局所的な回復とγ相の析出とが競合するため、超微細 microduplex 組織の形成過程はひずみ速度や変形温度に大きく影響されると考えられる。γ相の析出が終了し、超微細 microduplex 領域が試料全体にわたって形成された後は、高ひずみ速度変形であっても、α, γ平均粒径が著しく小さいので、前節の microduplex 組織を初期組織とした場合と同様に粒界すべりにより超塑性変形する可能性があると考えられる。高温での引張り試験において、このような高ひずみ速度変形による大きな延性が、(α+γ)2 相ステンレス鋼⁽¹⁴⁾やバネ鋼⁽¹⁵⁾において報告されている。

IV. 結 言

(α+γ)2 相ステンレス鋼を圧縮により高温変形し、microduplex 組織の変化ならびに超微細 microduplex 組織の形成について組織観察により検討した。得られた結果は以下の通りである。

(1) α単相材を冷間で強加工後(α+γ)2相域温度で保

Fig. 11 Transmission electron micrographs and diffraction patterns of ultra-fine microduplex structure formed by compression without pre-annealing. The specimens were compressed to (a) 43.2% and (b) 61.1% at 1173 K under the initial strain rate of $2.2 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$. Selected area diffraction patterns were taken from the α subgrains marked a, b and c on the micrograph.

Fig. 12 Variation of both average grain size of α and γ grains with reduction in height in the case of a thermomechanical processing indicated in Fig. 1(b).

持して得られる microduplex 組織は、回復による α サブグレインとその境界上に析出した γ 相からなる組織であることが確認された。

(2) microduplex 組織を初期組織として高温変形した場合、 α 相は局所的な再結晶と再結晶 α 粒の回転により大傾角 α 粒組織となった。この後、 α 粒界すべりや α/γ 界面すべりによる超塑性変形を起すものと考えられる。

(3) 冷間加工された α 相を初期組織として高ひずみ速度で高温変形を行なうと、サブミクロン寸法の平均粒径を持った超微細 microduplex 組織が形成された。組織が極めて微細であるため、高ひずみ速度変形であっても、上記(2)と同様な機構により超塑性変形を起す可能性があると考えられる。

本研究を行なうにあたり、試料を提供していただいた日新製鋼(株)周南研究所、ならびに有益な討議をいただいた京都大学工学部金属加工学科 牧 正志教授、津崎兼彰博士に感謝いたします。

文 献

- (1) 飴山 恵, 牧 正志, 田村今男: 日本金属学会誌, **50**(1986), 10.
- (2) 飴山 恵, 牧 正志, 田村今男: 日本金属学会誌, **50**(1986), 602.
- (3) 飴山 恵, 村上晃一, 牧 正志, 田村今男: 日本金属学会誌, **49**(1985), 1045.
- (4) H. W. Hayden and S. Floreen: Trans. ASM, **61**(1968), 474.
- (5) S. Floreen and H. W. Hayden: Trans. ASM, **61**(1968), 489.
- (6) 前原泰裕: 鉄と鋼, **70**(1984), 2168.
- (7) 鳥阪泰憲, 鈴木俊夫, 渡辺 寧, 宮川松男: 鉄と鋼, **73**(1987), 333.
- (8) 前原泰裕: 鉄と鋼, **73**(1987), 1722.
- (9) H. W. Hayden, R. C. Gibson, H. F. Merrick and J. Brophy: Trans. ASM., **60**(1967), 3.
- (10) O. D. Sherby, R. D. Caligiuri, E. S. Kayali and R. A. White: *Advances in Metal Processing*, Ed. by J. J. Burke, R. Mehrabian and V. Weiss, Plenum Press, New York, (1981), 133.
- (11) M. F. Ashby and R. A. Verrall: Acta Met., **21**(1973), 149.
- (12) R. C. Gifkins: Met. Trans., **7A**(1976), 1225.
- (13) 渡辺忠雄: 日本金属学会会報, **19**(1980), 253.
- (14) 津崎兼彰, 松山博久, 長尾 譲, 飴山 恵, 牧 正志: 日本金属学会講演概要, (1988・11月), 537.
- (15) 伊藤幸生, 飯久保知人, 斉藤 誠: 鉄と鋼, **71**(1985), S1450.