

博士論文（要約）

二相ステンレス鋼の結晶粒微細化と
熱間加工性向上のための加工熱処理

佐々木 俊輔

目次

1 序論	1
1.1 研究背景	1
1.2 二相ステンレス鋼の特徴	6
1.2.1 ステンレス鋼の開発の歴史	6
1.2.2 二相ステンレス鋼の組織変化	8
1.2.3 二相ステンレス鋼製品の熱間加工プロセス	17
1.3 二相ステンレス鋼の最近の開発	22
1.4 二相ステンレス鋼の開発課題	25
1.5 本研究の目的と構成	29
2 二相ステンレス鋼への加工熱処理技術の提案	32
2.1 加工熱処理技術のこれまでの開発	33
2.1.1 普通鋼における加工熱処理技術開発	33
2.1.2 ステンレス鋼における加工熱処理技術開発	38
2.1.3 結晶粒微細化技術のまとめと二相ステンレス鋼の課題	42
2.2 提案した加工熱処理技術の結晶粒微細化と熱間加工性向上原理	44
2.3 対象となる二相ステンレス鋼の化学成分	47
3 熱間加工直前の冷却速度が結晶粒微細化へ与える影響	50
3.1 緒言	51
3.2 実験方法	52
3.2.1 供試材	52
3.2.2 温度加工履歴	53
3.2.3 組織観察方法	56
3.2.4 ビッカース硬度測定方法	57
3.3 実験結果	57
3.3.1 熱処理後の組織観察結果	57
3.3.2 熱間単軸圧縮試験後の組織観察結果	62
3.3.3 二相分率と相分布観察結果	66

3.3.4	粒径の定量評価結果	72
3.3.5	ビッカース硬度測定結果	84
3.4	考察	85
3.4.1	ひずみ誘起オーステナイト変態時の粒成長形態	85
3.4.2	微細結晶粒組織の形成メカニズム	88
3.5	結言	91
4	熱間加工直前の冷却速度が熱間流動応力へ与える影響	92
4.1	緒言	93
4.2	実験方法	95
4.2.1	供試材	95
4.2.2	熱間単軸圧縮実験	96
4.2.3	組織観察方法	97
4.3	実験結果	97
4.3.1	熱間加工温度別の流動応力変化	97
4.3.2	ひずみ速度別の流動応力変化	101
4.3.3	熱間加工直前の二相分率と分布状態	104
4.4	考察	107
4.4.1	二相分率変化と熱間流動応力の関係	107
4.4.2	単相鋼の熱間流動応力特性	109
4.4.3	低ひずみ速度における D_{F3} 増加メカニズム	114
4.5	結言	121
5	熱間加工直前の冷却速度が熱間延性へ与える影響	123
5.1	緒言	124
5.2	実験方法	125
5.2.1	供試材	125
5.2.2	熱間単軸引張実験	127
5.2.3	組織観察方法	130
5.3	実験結果	130

5.3.1	熱間加工温度別の延性変化	130
5.3.2	熱間加工直後のオーステナイト相分率変化	132
5.3.3	熱間加工速度別の延性変化	135
5.4	考察	138
5.4.1	熱間延性変化メカニズム	138
5.4.2	熱間加工速度の影響	142
5.5	結言	147
6	熱間加工直前の冷却速度が機械的特性へ与える影響	149
6.1	緒言	150
6.2	実験方法	151
6.2.1	供試材	151
6.2.2	熱間単軸圧縮実験	151
6.2.3	熱間単軸引張実験	152
6.2.4	アンビル熱間単軸圧縮試験	153
6.2.5	ビッカース硬度測定方法	154
6.2.6	引張試験方法	154
6.2.7	疲労試験方法	155
6.3	実験結果	157
6.3.1	熱間流動応力測定結果	157
6.3.2	熱間延性測定結果	158
6.3.3	アンビル熱間単軸圧縮試験後の試験片形状	159
6.3.4	ビッカース硬度特性	162
6.3.5	引張強度特性	163
6.3.6	疲労強度特性	169
6.4	結言	172
7	総括と今後の展望	174
7.1	本論文の総括	175
7.2	工業と学問における成果と今後の展望	178

- 第1章 -

序論

第1章 序論

1.1 研究背景

ステンレス鋼は表1-1に示す5系統に分類され、それぞれマルテンサイト系、フェライト系、オーステナイト系、二相系、析出硬化系と呼ばれている。いずれの系統についても耐食性元素であるCrを含み、優れた耐食性能を有する。また、析出硬化系以外の4系統については、主要元素にNiを含むNi系と含まないCr系に分類される。ステンレス鋼の5系統は耐食性能と機械的特性のバランスや製造コスト、生産性が異なるため、用途に応じて選択され利用される。いずれの系統も過酷な腐食環境で利用できるように加え、様々な形状の製品が大量生産により供給されており、社会で広く活用される重要な素材である。図1-1に世界のステンレス粗鋼生産量を示す[1]。景気動向による変動はあるが、基本的には増加基調である。また、近年は旺盛な国内需要に支えられた中国の生産量増加が著しい。日本国内で製造されたステンレス鋼については家庭用業務機器や自動車等の身近な用途で多く使用されているが、輸出量に対し内需の割合が高いのが特徴的である。また、近年ではイニシャルコストと、その役割を終えるまでにかかるランニングコストを合わせて捉えるライフサイクルコストが省力化や環境保全の観点で注目されているが、ステンレス鋼は炭素鋼に比べ大幅な長寿命化によるランニングコスト低減が可能であるため、大型の構造物（建物や橋等）についても利用が進んでいる。今後、中国に続きその他アジア、アフリカ諸国等の新興国の内需の高まりと、ライフサイクルコストに代表される環境保全意識の高まりから世界的なステンレス鋼の需要は増加すると考えられる。

表1-1 ステンレス鋼の5系統における特徴と用途

	Cr系		Ni系		析出硬化系
	マルテンサイト系	フェライト系	オーステナイト系	二相系	
化学成分	Cr: 11.5~18.0 % C: 0.08~1.20 %	Cr: 11.0~27.5 % C ≤0.12 %	Cr: 15.0~26.0 % C ≤0.15 % Ni: 3.5~26.0 %	Cr: 20.5~26.0 % C ≤0.08 Ni: 1.5~8.0 %	マルテンサイト系 オーステナイト系 へNb, Al, Ti添加
機械的特性 (代表鋼種)	YS: 960 MPa TS: 1280 MPa 伸び: 15 % (SUS410)	YS: 340 MPa TS: 520 MPa 伸び: 25 % (SUS430)	YS: 230 MPa TS: 570 MPa 伸び: 60 % (SUS304)	YS: 530 MPa TS: 810 MPa 伸び: 35 % (SUS329J4L)	YS: 960 MPa TS: 1140 MPa 伸び: 5 % (SUS631)
用途	刃物, 工具, ブレーキディスク	食器, 家電やシンク, 自動車用耐熱鋼	家庭用, 工業プラント 構造物用に広く利用	海洋構造物, 化学プラント配管, 資源採掘用鋼管	パネ材, シャフト
長所	高強度 高硬度	安価	優れた成形, 溶接性 高低温靱性	Ni使用量が少ない 優れた成形, 溶接性 高低温靱性 高降伏強度	高硬度 高耐摩耗性
短所	耐食性が劣位 低温で脆化	軟鋼程度の強度 冷間成形肌が悪い 低温で脆化	低降伏強度 応力腐食割れ	低熱間加工性	時効熱処理が必要 高価

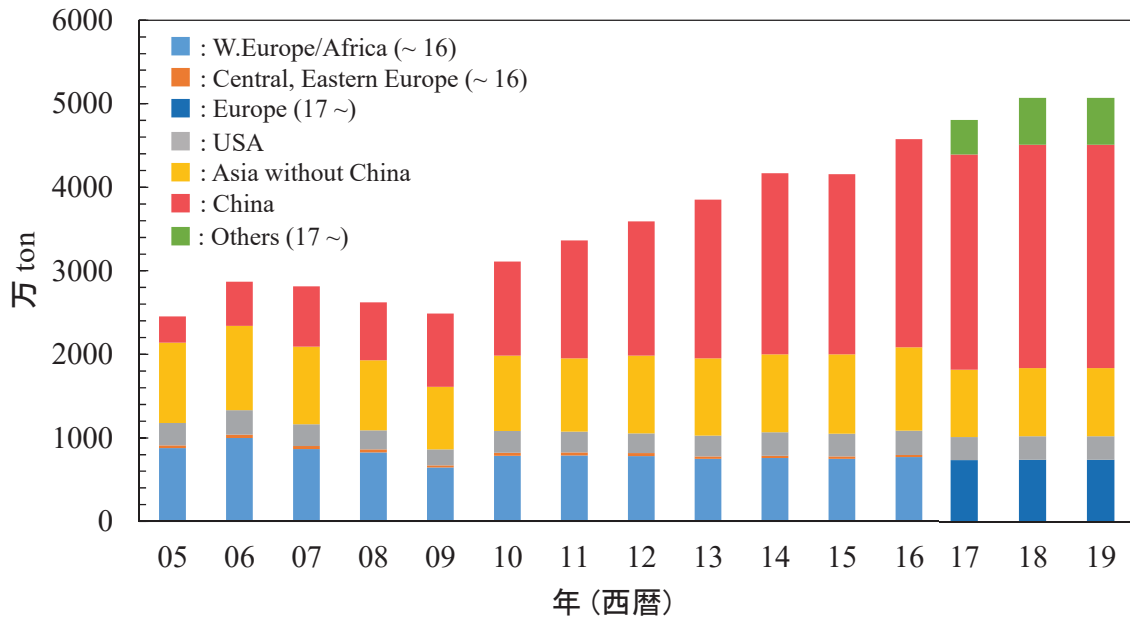


図1-1 世界のスチレンス粗鋼生産量推移 [1,2]

旺盛な需要が見込まれる一方で、ステンレス鋼は多量の合金元素を含むため、普通鋼に比べて価格が高い。また、**図1-2**に主要合金元素であるCrとNiの価格推移[3]を示すが、希少金属であるNiは高価なうえに価格変動が激しいため、ステンレス鋼製品の価格はNiの価格動向に大きく影響を受ける。**図1-3**にCr系とNi系ステンレス鋼の需要推移[4]を示す。Cr系に対してNi系は常に生産量が多い。また、Ni系の中ではNi添加量が二相系よりも多いオーステナイト系が生産量の大半を占める。そのため、ステンレス鋼の需要増加に連動してNiの価格は今後も上昇、または変動幅が大きくなると予想される。

このような背景から、近年では最も汎用的に利用されるオーステナイト系をNi使用量が少ないCr系や二相系へ置き換える研究開発が行われている。Cr系の開発では、化学成分の最適化と製造プロセス開発により一部で代替が進み、Ni系との生産量の差が縮まっている[4]。また、二相系はオーステナイト系に対して優れた耐食性能と強度特性を有するため、多くの用途で代替が期待される。その一方で、低い熱間加工性により製造性や生産性に課題があり、Cr系に比べて代替が進んでいない。

上述した背景より、今後も需要の増加が見込まれるステンレス鋼の開発では、環境保全や安定供給の観点から希少元素の含有量を低減できる化学成分の開発や他系統への代替技術、また、安定して量産できる生産技術の研究開発がますます重要になると考えられる。本研究では希少元素であるNi添加量を低減しつつ、耐食性能と機械的特性に優れた二相ステンレス鋼が需要の増加や環境保全の観点から今後ますます重要になることに着目し、製品特性の向上と課題である熱間加工性の改善を両立する製造プロセス技術の提案を目的として二相ステンレス鋼に対する加工熱処理技術の適用を検討した。

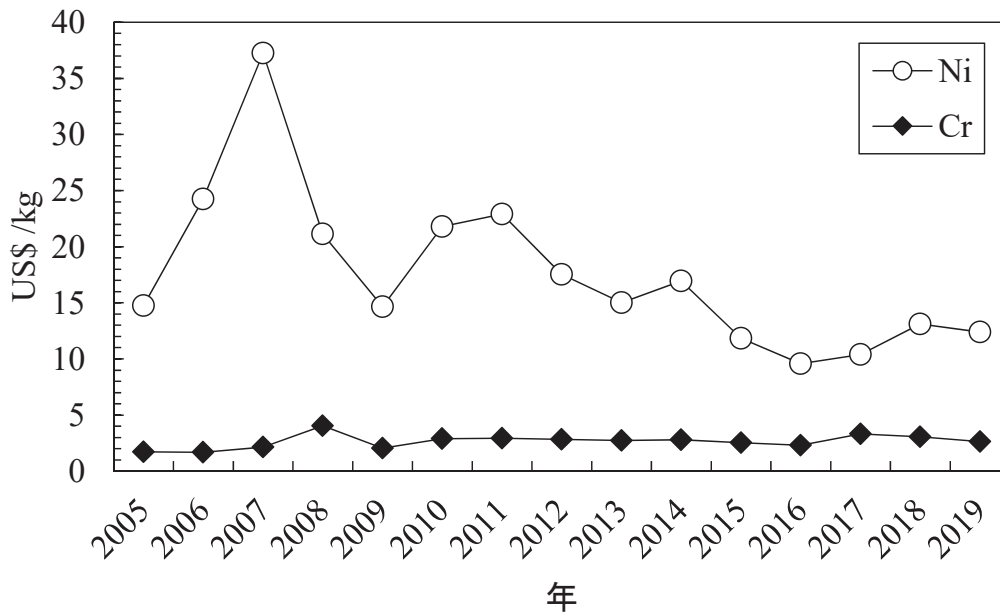


図1-2 NiとCrの価格推移 [3]

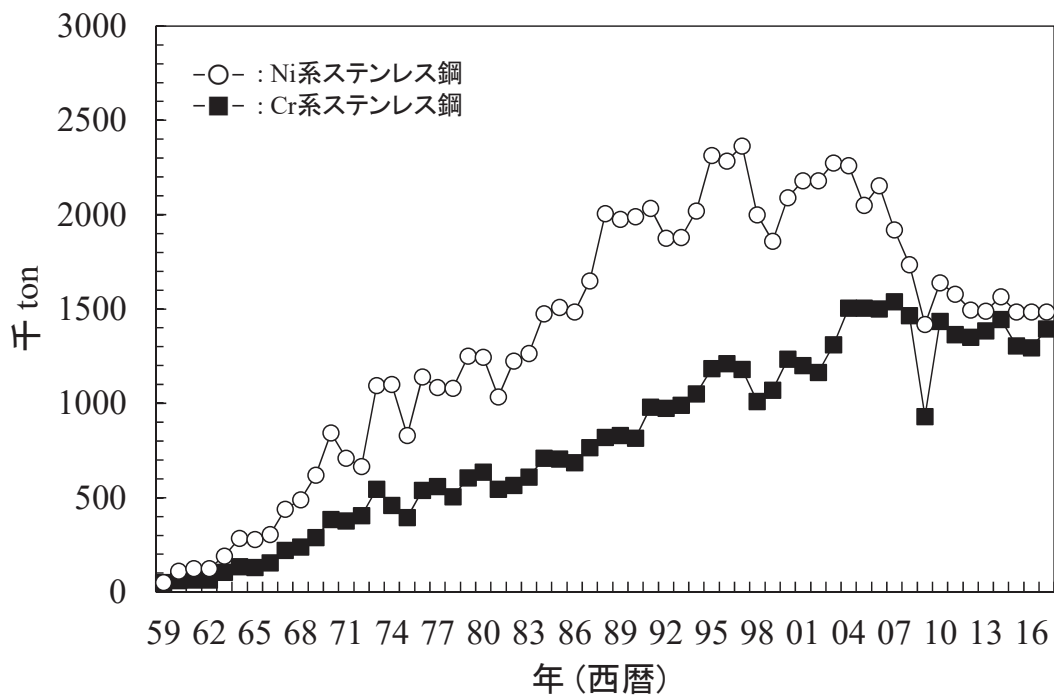


図1-3 Ni系とCr系ステンレス鋼の生産量推移 [4]

1.2 二相ステンレス鋼の特徴

本研究では二相ステンレス鋼について、製品特性の向上と製造課題である熱間加工性の改善を目的とした加工熱処理技術の開発を研究対象とする。本節では、二相ステンレス鋼の特徴や課題について、その他系統との位置付けを明確にするために開発経緯から組織変化、製造プロセスをその他系統との比較とともに説明する。1.2.1では二相ステンレス鋼の開発経緯[5]をステンレス鋼の開発歴史とともに説明する。1.2.2では二相ステンレス鋼の製品特性と熱間加工性に大きな影響を与える組織変化について、その他4系統の組織変化と比較を行いながら説明する。続く1.2.3では熱間加工性に課題を有する二相ステンレス鋼に特徴的な製造プロセスと熱間加工設備を説明する。

1.2.1 ステンレス鋼の開発の歴史

ステンレス鋼が発明されて現代の5系統に分類されたのはおよそ1900年代前半から中盤であり、およそ100年の歴史を有する。Fe-Cr合金に関する種々の研究は1800年代前半から行われていたが、C量が多く、十分な耐食性能を有していなかった。しかし、1895年にドイツでテルミット法が工業化され、低C化が可能になると欧米を中心に耐食性能に注目した研究報告が相次いで報告され、5系統の原型が完成している[6]。例えば、1911年にドイツのRWTH Aachen UniversityではFe-Cr合金が酸化性の酸に高い耐食性能を有することを報告している。その後、1912年にはドイツのFried, Krupp社によりC量1.0 %以下のFe-Cr合金製品としてV1M(0.15C-14Cr-2Ni鋼)とV2M(0.25C-20Cr-7Ni鋼)が特許登録された。これは、現代のソフトマルテンサイト系ステンレス鋼であるSUS431とオーステナイト系ステンレス鋼であるSUS304の原型である。イギリスでは高温耐摩耗

性に優れた銃身用材料としてC量0.7%以下でCrを9~16%含有するステンレス鋼が開発された[7]。同成分はBrearleyにより1916年にアメリカで錆に強い刃物製品として特許登録され、現在のマルテンサイト系ステンレス鋼であるSUS420の原型となった。1914年にはタービン翼用材料としてBrearleyよりC量を減らした0.07~0.15% C, 14~16% Crが開発され、現在のフェライト系ステンレス鋼であるSUS430の原型となった。二相系については、1930年代前後の欧州でオーステナイト系ステンレス鋼中に少量の δ フェライト相が含まれて二相状態になると粒界腐食の低減や降伏応力の向上が見いだされ、スウェーデンのAvesta社により26Cr-5Ni耐熱合金と26Cr-5Ni-1Mo耐食鋼が製品化された[8]。また、フランスのJ.Holtzer社は20Cr-8Ni-2.5Mo鋼が2相組織を有し、耐粒界腐食性に優れることを報告している[9]。これら二相ステンレス鋼はその後アメリカでAIS329として規格化されて広まっていった。析出硬化系は航空機用に開発され、1945から1946年にアメリカのU.S.Steel社に製品化された[10]。その後、Armco Steel社が1949年に時効硬化型マルテンサイト系ステンレス鋼である17Cr-4Ni-4Cu-Nb鋼と1950年に時効硬化型オーステナイト系ステンレス鋼である17Cr-7Ni-1Al鋼を開発[11]し、現代の析出硬化系ステンレス鋼の基本成分となっている。

以上、ステンレス鋼5系統について開発の歴史を説明した。ステンレス鋼の最初の開発から100年程度が経過し、いずれの系統についても社会で広く利用される重要な素材となっている。本研究対象である二相ステンレス鋼は単相組織を持つステンレス鋼の開発過程で発明され、二相を形成する各相の良い点をあわせ持つ優れた製品特性を持つ。そのため、発明から現在まで多くの研究開発が行われ、様々な鋼種が規格化されている。二相ステンレス鋼は厳しい腐食環境や機械的特性が必要とされる製品、部材に

対し、今後も更なる特性の改善や製造の効率化について研究開発が進められると考えられる。

1.2.2 二相ステンレス鋼の組織変化

表1-1ではステンレス鋼の5系統の分類と、代表成分、特性、用途を示した。本項では二相ステンレス鋼への加工熱処理技術を検討するにあたって、製品特性と熱間加工性に大きな影響を与える組織変化について説明する。

二相ステンレス鋼は製品組織をフェライト相とオーステナイト相の二相混合状態にすることで優れた特性が得られる。この合金設計の影響で二相ステンレス鋼は製品温度だけではなく熱間加工温度域も二相状態となり、その二相分率は温度により変化する。二相分率の変化は二相ステンレス鋼に特有の組織変化であるが、それぞれの相の組織変化はフェライト系、オーステナイト系ステンレス鋼と多くの類似性を持つ。また、前項のステンレス鋼の開発歴史の中で、すべての系統はCを低減しつつCrを添加することが基本であることを説明した。つまり、ステンレス鋼の5系統は異なる製品組織を持ちながらもCrを含む鋼の組織制御という意味で関係性が深い。そこで、本項の冒頭では5系統あるステンレス鋼についてマルテンサイト系、フェライト系、オーステナイト系、析出硬化系ステンレス鋼の組織変化について説明し、その後、二相ステンレス鋼の組織変化について、特に関係が深いフェライト系とオーステナイト系ステンレス鋼の組織変化と比較して説明する。

マルテンサイト系ステンレス鋼はCr系ステンレス鋼に分類され、主要成分であるCrに加えて比較的多くのCを含む。13%のCrを含むSUS410(13Cr-0.1C)が基本成分であり、腐食環境に応じてCr量は11から18%程度へ調整される。図1-4にSUS410の計算平衡状態図を示す。マル

テンサイト系ステンレス鋼は焼き入れにより硬化させ高い耐摩耗性と強度を得る。そのため、熱間でオーステナイト相単相とし、その後の焼き入れで硬質なマルテンサイト単相組織が得られるようにオーステナイト相形成元素であるCが添加されている。このような化学成分の調整により、焼き入れ温度に相当する850 °C以上では安定してオーステナイト相単相となる。一方で、同一C量でCr量を増やすとフェライト相が生成した二相状態となり、フェライト相が製品に残存して高い硬度が得られない。そのため、Cr量を増やす場合はオーステナイト相安定元素も増やし、熱間でオーステナイト相単相となるように調整される。マルテンサイト系ステンレス鋼はステンレス鋼中最高の硬さを有するが、C量が多いため耐食性能はステンレス鋼中で劣る部類となる。

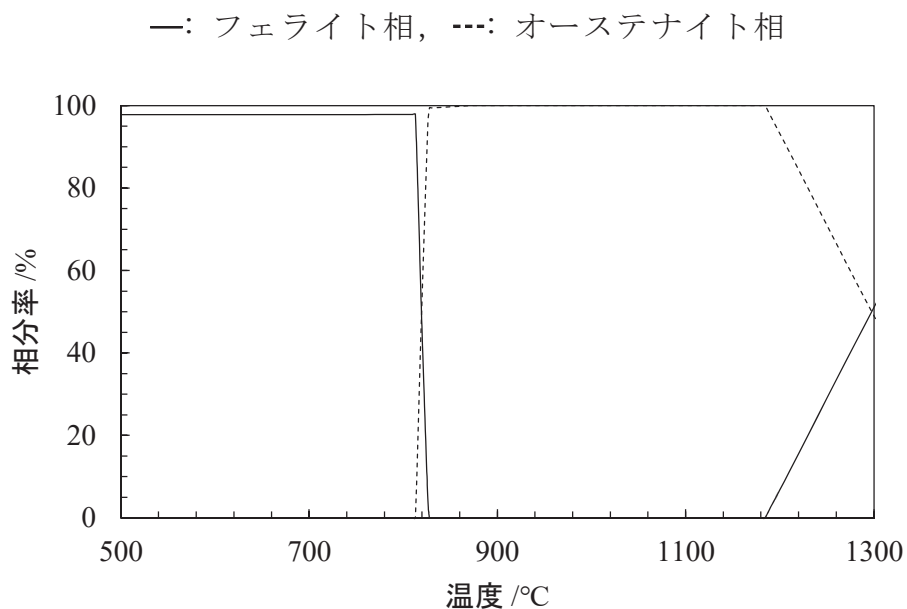


図1-4 マルテンサイト系ステンレス鋼の計算平衡状態図

フェライト系ステンレス鋼はCr系ステンレス鋼に分類され、マルテンサイト系ステンレス鋼に比べてC量に対するCr量が多い。18%のCrを含むSUS430(18Cr-0.1C)を基本成分とし、耐食性能や耐高温酸化性に応じてCr量は11から32%と幅広く調整される。図1-5にSUS430の計算平衡状態図を示す。900℃から1150℃の範囲でオーステナイト相が僅かに生成するが、その他の広い熱間加工温度域では基本的にフェライト相の単相状態となる。そのため、焼き入れを行っても相変態による硬化は起きない。また、熱間成形時の加工硬化が少なく熱間流動応力もその他系統と比較して低い。耐食性能を向上するにはCrの増量が有効であるが、添加量が増すにつれ800℃から600℃の温度域で脆性的な金属間化合物であるSigma相が安定となり熱間加工性の低下や製品の脆化が起こる。そのためフェライト相が単相で安定な温度域で熱間加工を行い、その後の冷却速度を調整、または熱処理により脆化相の製品中への残存を抑制する。

フェライト系ステンレス鋼は希少元素であるNiを含まないため経済性に優れ、耐食性能についてもCr添加量が同じであればオーステナイト系ステンレス鋼と同等である。また、オーステナイト系ステンレス鋼の弱点である耐ハロゲン化物イオン(Cl⁻等)中の応力腐食割れに強く、低C、N化やMoの添加により耐食性能を更に向上させることができる。これらの優位性を活かし、オーステナイト系ステンレス鋼の用途の一部を代替する研究開発が進められている。例えば成形性や溶接性を向上させ、容器や家庭用機器で代替が進んでいる。また、自動車の排気系部品のような過酷な高温酸化、熱疲労環境に曝される素材についてもオーステナイト系ステンレス鋼の代替が進んでおり、近年では同じフェライト系ステンレス鋼でもMoなどの高価な合金元素を低減したJFE-TF-1(18Cr-1.3Cu-0.4Al-Nb)が開発[12]され経済性や省資源化に貢献している。

フェライト系ステンレス鋼は用途に応じた添加元素の調整で様々な特性が得られるため、今後もオーステナイト系ステンレス鋼の代替が進むと考えられる。一方で、熱間加工温度から製品温度まで相変態が無く、合金を多く含むため結晶粒の粗大化と集合組織化が起きやすい。そのため、凝固から熱間加工、焼鈍時の組織制御が重要となる。以上の理由から、オーステナイト系からフェライト系ステンレス鋼への代替は組織制御が実施しやすい薄板が中心であり、低温靱性や溶接性が求められる大型の構造物へは適用が難しい。

—: フェライト相, ---: オーステナイト相

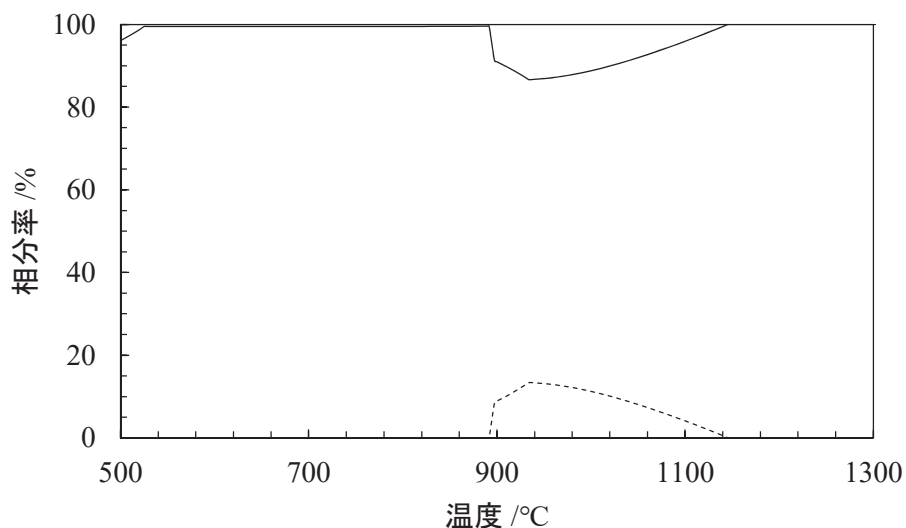


図1-5 フェライト系ステンレス鋼の計算平衡状態図

オーステナイト系ステンレス鋼はNi系ステンレス鋼に分類され、主要成分はCrとNiである。優れた耐食性や溶接性に加え加工性に優れるため、生産量はステンレス鋼の全体の半量以上、Ni系ステンレス鋼の大半を占める最も汎用的なステンレス鋼である。18%のCrと8%のNiを含む

SUS304(18Cr-8Ni)が基本成分であり，必要な耐食性能に合わせてCrとNiの量を調整する。図1-6にSUS304(18Cr-8Ni)の計算平衡状態図を示す。オーステナイト形成元素であるNiの添加により，熱間加工温度域の広い範囲でオーステナイト相が単相となる。計算平衡状態図では700℃以下の温度域でフェライト相の生成により二相域になっているが，SUS304に代表される実用鋼では，オーステナイト相形成元素であるNiやC，Nが冷却中のフェライト相変態を遅延させるためフェライト相の生成は起こらない。また，これら添加元素はマルテンサイト相変態点を常温以下に低温化させるため熱処理で硬化することなく，熱間加工温度から製品温度まで安定してオーステナイト相単相組織となる。熱間加工はオーステナイト相単相領域で行われるが，加工硬化が大きく，回復も起こりづらいためフェライト系ステンレス鋼に対して熱間流動応力が高くなる。

オーステナイト系ステンレス鋼は製品時に面心立方格子構造であるため，磁性を持たず低温靱性に優れる。また，加工硬化と伸びが大きいため冷間加工性が良好である。さらに，600℃程度まで高い軟化抵抗を示すため耐熱鋼としても優れている。オーステナイト系ステンレス鋼は良好な製品特性を有し，生産性も良好なため幅広く利用されている。一方で，製品時にオーステナイト相単相であるため降伏強度が低く，高い応力に耐えるには製品断面積の増加が必要となり，それにもない素材，搬送コストが増加する。また，耐食性能についても，塩化物イオンに代表されるハロゲン化物イオン中の応力腐食割れ感受性が高く，海水中等での利用が難しい。さらに，先述したようにオーステナイト相を安定させるためにCr添加と同時に希少元素であるNiの添加が必要となるため，経済性と資源保護の観点でも，希少元素の添加が少ないCr系や二相系へ代替が望まれる。

—: オーステナイト相, ---: フェライト相

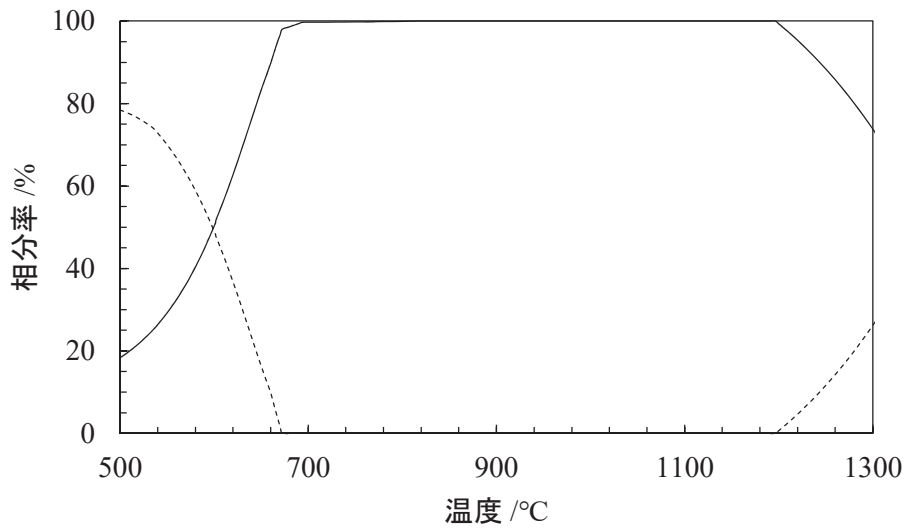


図1-6 オーステナイト系ステンレス鋼の計算平衡状態図

析出系ステンレス鋼はマルテンサイト系やオーステナイト系ステンレス鋼を母相とするため、基本的にはこれらの系統と同じ組織変化であるが、母相中にTiやAl, Cuなどが分散析出し、硬度と耐摩耗性に優れる。Cuを4.0 % 添加した SUS630 (17Cr-4Ni-4Cu) や Al を 1.0 % 添加した SUS631 (17Cr-7Ni-1Al) が代表的な化学成分であり、いずれも固溶体化熱処理後に行う 550 °C から 600 °C の時効熱処理により極めて高い硬度となる。用途は耐食性能と共に高い硬度、耐摩耗性が必要な航空機やタービンの部品、ばねやシャフトに利用される。一方で、時効熱処理が必要であるため生産性が低く、ステンレス鋼の中でも高価な部類になる。また、硬化後の加工性や機械加工性も劣るため用途を選んで利用される。

本研究対象である二相ステンレス鋼について、先述したフェライト系とオーステナイト系の組織変化、特徴と比較して説明する。二相ステンレス鋼はNi系ステンレス鋼に分類され主要成分はフェライト相形成元素である

Crとオーステナイト相形成元素であるNiである。Crに対するNi添加量がオーステナイト系ステンレス鋼と比較して少なく調整されており、製品時から熱間加工温度域で安定してフェライト相とオーステナイト相の二相組織となる。SUS329J3L(22.5Cr-5.5Ni-3Mo)やSUS329J4L(25.0Cr-6.5Ni-3Mo)が代表的な化学成分であるが、いずれもオーステナイト系ステンレス鋼の代表成分であるSUS304(18Cr-8Ni)に対してCr量が多く、Ni量が少ない。図1-7に二相ステンレス鋼の計算平衡状態図を示す。高温ではフェライト相が多く、温度低下とともにオーステナイト相分率が上昇する。また、1000℃程度を下回ると脆化相であるSigma相が安定して生成する。加熱温度に対する二相分率は添加されるフェライト、オーステナイト形成元素の量で変化するが、二相分率変化挙動は同じである。このように、熱間加工温度域で二相状態であることや二相分率が温度変化により変化的こと、温度低下により脆化相が生成することが二相ステンレス鋼の大きな特徴である。

二相を形成するフェライト相とオーステナイト相は、先述したそれぞれの単相鋼の組織変化と特徴を持つ。そのため、フェライト相はオーステナイト相に対して熱間流動応力が大幅に低く、熱間加工時のひずみが軟質相であるフェライト相へ集中するため熱間加工性が低い[13]。また、フェライト相はフェライト系ステンレス鋼と同様に温度低下により脆化相が生成する。そのため、熱間加工は脆化相が生成する前に終わる必要があり、熱間加工可能な温度範囲が狭い。このように、二相ステンレス鋼は熱間加工温度域の二相強度差と相分率変化、脆化相の生成温度範囲を考慮して製造条件を最適化する必要があり、その複雑さに起因した低い生産性と製造コストの上昇が課題となる。

このような製造上の課題はあるものの、二相ステンレス鋼は製品組織中

にフェライト相とオーステナイト相を有するため、各相の優れた製品特性を合わせ持つ。図1-8に製品性能で整理した二相ステンレス鋼の位置づけをフェライト系とオーステナイト系ステンレス鋼と比較して示す。例えば、二相ステンレス鋼は二相組織中のフェライト相に由来してハロゲン化イオン中でも応力腐食割れや孔食に対してきわめて強く、降伏強度もオーステナイト系ステンレス鋼の2倍程度に向上する。また、低温靱性に優れたオーステナイト相がフェライト相中に分散して生成するため、フェライト系ステンレス鋼では低温靱性が不足して適用が困難な低温保存容器や寒冷地での利用、溶接接合が必要な大型の構造材にも適用できる。

—: フェライト相, ---: オーステナイト相, …: Sigma相

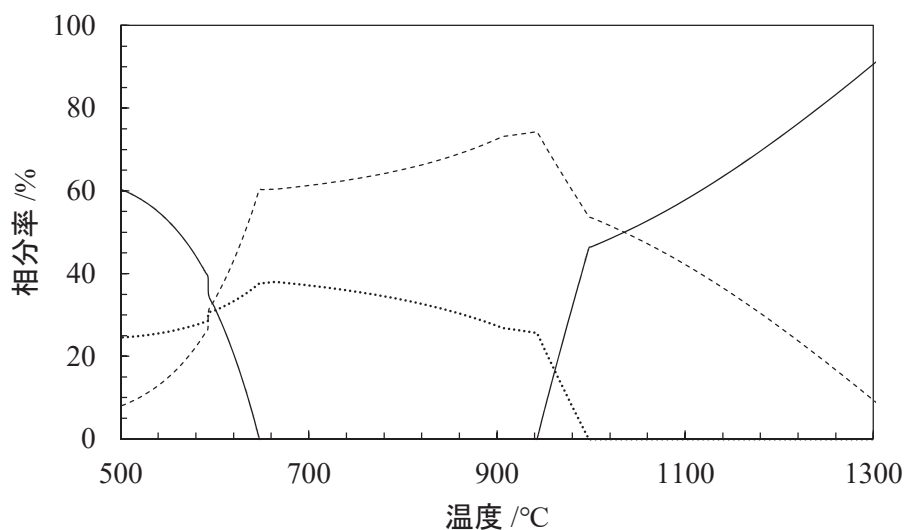


図1-7 二相ステンレス鋼の計算平衡状態図

以上、ステンレス鋼の5系統について組織変化を述べた。5系統の中でも二相ステンレス鋼は熱間加工温度から製品温度まで二相組織を有する唯一の鋼種であり、各相に由来した優れた製品特性が発揮される。また、同じ

Ni系で最も汎用的に利用されるオーステナイト系ステンレス鋼に対して希少元素であるNiの低減が可能であるため、環境保全にも優れる。その一方で、熱間加工温度域では二相強度差による軟質相へのひずみの集中と脆化相の生成が起こるため熱間加工性が課題となる。二相ステンレス鋼の利点である良好な製品特性と希少元素添加量の低減を両立するには、二相ステンレス鋼の組織変化を理解し、熱間加工性を改善できる化学成分や製造プロセスの研究開発が重要である。

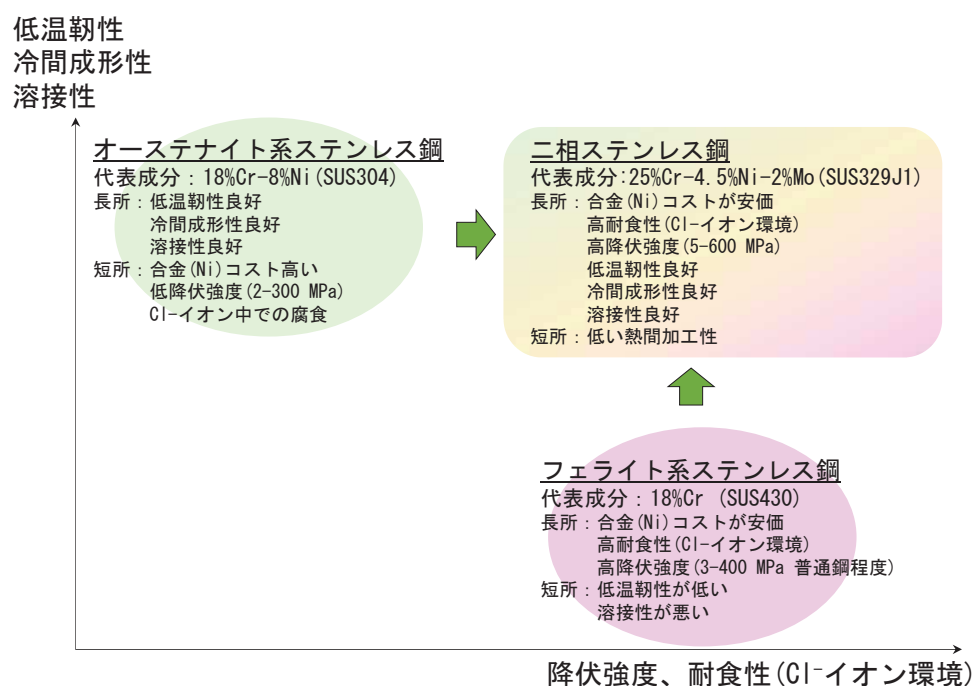


図1-8 製品特性で整理した二相ステンレス鋼の位置づけ

1.2.3 二相ステンレス鋼製品の熱間加工プロセス

前項では二相ステンレス鋼に特徴的な二相組織形態について説明し、二相組織は製品特性を向上させる一方で、低い熱間加工性が課題となることを述べた。ところで、二相ステンレス鋼は熱間加工性に課題はあるものの、冷間では優れた加工性と機械的特性を有し、適切な溶接条件を選択すれば溶接性も良好である。そのため、プレス成形や機械加工、溶接接合が利用でき、耐食性能が必要な各種部材へ利用される。その一方で熱間加工では低い熱間加工性が課題となるため加工条件の厳密な管理や特殊な設備、プロセスを必要とする場合が多く、炭素鋼などの汎用鋼の製造方法とは異なる点が多い。また、その他系統のステンレス鋼の熱間加工についても汎用鋼に比べると高い流動応力や焼き付きが起こりやすく二相系と同様に特殊な設備が利用される場合が多い。そこで本項では二相ステンレス鋼を含むステンレス鋼で一般的に利用される熱間加工装置、プロセスについて成形する部材形状に分けて説明する。

ステンレス鋼の薄板はプレス成型や機械加工を経て様々な形状に加工され汎用的に利用されている。薄板の製造フローを図1-9に示す。ステンレス鋼の薄板材は主に熱延、冷延コイルとして製造される。熱延コイルの製造はステンレス専用のステッセルミル方式 [14]が主流である。また、汎用鋼とラインを共有するタンデム方式、一部ではあるがプラネタリーミル [15]も利用される。

ステッセルミル方式は1台の圧延機の両側にコイラーファーンネス(巻取り設備を内部に有する加熱炉)を具備し、両側のコイラーファーンネス間に鋼板を交互に通過させながら圧延機で多パスのリバース圧延を行う。鋼板の温度低下が無く、圧下パススケジュールの自由度が大きいためステンレス専業メーカー多く採用されている。タンデム方式は汎用鋼の製造に使われ

るラインと同じであり，温度履歴や圧延機の圧下パターン，その後の冷却と巻き取り温度を制御して一気通貫でコイルを製造する。ステッセルミル方式に比べて温度制御性に劣るため，温度低下による寸法不良や板端部への割れ欠陥などを防止する制御技術が必要となるが生産性は高い。また，製造ラインを汎用鋼と共用できるため，ステンレス鋼専用の設備を持つ必要もない。このような利点から，タンデム方式の適用範囲は拡大されてきている。プラネタリーミルは径の大きなバックアップロールの周りに多数の小径ワークロールを配置し，ワークロールがバックアップロールの周りを自転しながら公転して圧延を行う。1パスで90 %以上の圧下が行え，二次スケールの巻き込みが少ないため表面肌が良好になる。しかし，設備の複雑さなどの課題から，現在ではあまり利用されていない。

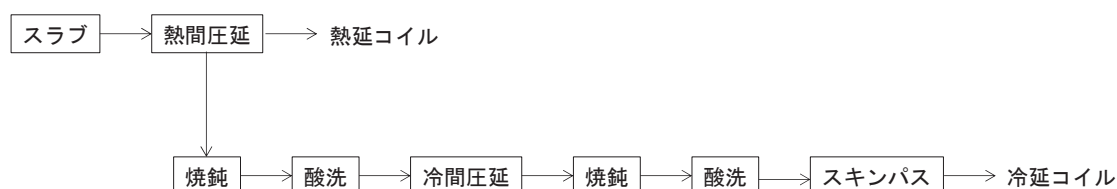


図1-9 ステンレス鋼板製造プロセス

厚板はプラント用の構造物や容器，船舶など幅広い用途で利用されている。厚みは4から6 mm以上であり，幅が数 mの広幅材や厚みが百 mmを超える極厚材などが製造されている。製造フローを図1-10に示す。厚板の製造プロセスは汎用鋼と同じリバーズ式が利用されるが，ステンレス鋼の熱間圧延では加工中の割れや圧延荷重の増大が起こるため難加工材に対応した製造技術開発が行われている。また，普通鋼と同様に制御圧延やオー

スフォームなどの加工熱処理技術についても適用が進んでいる。また、厚板では圧延法を用いたステンレスクラット鋼も製造されており、腐食環境によっては二相系も合わせ材として利用され、UOE鋼管などの母材として供給されている。

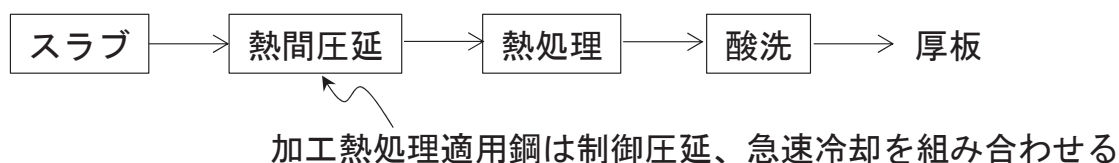


図1-10 ステンレス鋼厚板製造プロセス

ステンレス鋼の鋼管は薄板に次いで利用が多く、化学プラント用配管や発電所ボイラー用の耐熱鋼管、油井やガス井採掘用など多岐にわたり利用される。一方で、閉断面形状であるため成形に特殊な設備が必要な場合が多く、付加価値の高い製品である。鋼管の品種は大きく分けると板を冷間成形して溶接する溶接鋼管と、熱間でビレットを穿孔して製造するシームレス鋼管があるが、本項ではシームレス鋼管の熱間製造設備とプロセスについて述べる。

シームレス鋼管は熱間圧延で鋼塊やビレットに穿孔と成形を施し、管周方向に溶接などの接合部を有しない鋼管である。穿孔プロセスはプレス方式と圧延方式の2種類があり、素材の熱間加工性や必要なサイズと生産量に応じて使い分けられる。プレス方式はエルハルトプレス穿孔法とユージー・セジュールネ法[16]が代表的である。エルハルトプレス穿孔法は押湯を切断した鋼塊をコンテナに挿入し、豎型プレスで底付穿孔を行う。生産性は高くないが、加工の過酷度が低いため、熱間加工性が低い二相ステンレ

ス鋼等の少量多品種生産に向いている。製造サイズは大径厚肉管を得意とするが薄肉の長尺管には不向きである。穿孔後の底付管はプッシュベンチ法などにより減肉，延伸され製品となる。ユジーン・セジュールネ法は1940年代にフランスのJ. Sejournetにより開発[16]され，ガラス潤滑を利用することで鋼材の押し出しを可能にしている。素材はあらかじめ穿孔プレスまたは機械加工により中空素材とし，コンテナにマンドレルを挿入した状態で設置した後に大型の水圧プレスにより押し出される。圧縮応力状態で成形できるため熱間加工性が低い二相ステンレス鋼などの難加工材についても疵を抑制した製造が可能である。また，小径，薄肉の鋼管も製造可能である一方，素材の準備やサイズの変更に手間がかかるため生産性は高くない。また，製管後は表面のガラス潤滑剤を酸で洗浄する必要もある。

圧延方式の穿孔プロセスはマンネスマン穿孔法[16] が代表的である。マンネスマン穿孔法は1885年にドイツのR. & M. Mannesmannにより開発された手法であり，圧延方向に対して僅かに傾斜させたロールでビレットを引き込み，ロール間に配設されたプラグで穿孔圧延を行う。ロールの間隔やプラグ径の変更のみで様々な外径，肉厚の鋼管が製造できるため生産能率が高い。開発当初は主に汎用鋼の製造に利用され，ステンレス鋼については管内外面への疵や穿孔プラグの損傷が問題となり，成形能力に勝るプレス方式による生産が主流であった。しかし，1990年代にマルテンサイト系ステンレス鋼のマンネスマン方式による大量生産[17]が実現されている。また，圧延ロールの形状を円錐型とした交叉角穿孔機により二相ステンレス鋼を含む難加工材のマンネスマン穿孔法による製造技術についても報告されている。今後の研究開発により，生産性に勝るマンネスマン方式によるステンレス鋼の生産量が増えると考えられる。

ステンレス線は普通鋼と同様の製法が適用される。代表的な製造プロセ

スでは、熱間粗圧延と仕上げ圧延後で寸法が決定され、その後焼鈍と酸洗により機械的特性と表面肌が調整される。線材コイルは耐食性や強度、耐熱性が要求されるバネやネジ用の素材や溶接用線として加工され利用される。

ステンレス形鋼は普通鋼同様に等辺山形鋼や溝形鋼，H，T形鋼などがあり、建築用やプラントの構造材に幅広く利用される。製造方法は普通鋼と同様に形鋼圧延が適用できる場合もあるが、熱間加工性の悪いステンレス鋼については、熱間押し出し法や板の溶接により製造される場合が多く、特に大型のH，T形鋼は溶接法で製造される。

以上、ステンレス鋼の製造設備、熱間製造プロセスについて述べた。ステンレス鋼は熱間加工時の高い流動応力による加工荷重の増加やそれによる焼き付き、延性の不足による疵が懸念されるため、これらを抑制可能な特殊な設備やプロセスが利用されている。一方で、二相ステンレス鋼を含む難加工材の製造についても、設備や製造技術の改善により、一部では汎用鋼と同じラインで高能率な生産が実現されている。今後、需要の増加により、大量生産と低コスト化の要望は高まる。そのため、汎用鋼と同じ製造設備を利用したステンレス鋼の生産性向上技術の開発は重要性を増すと考えられる。一方で、二相ステンレス鋼を含むステンレス鋼の製造では疵や形状の問題を改善することに重きが置かれており、積極的な組織制御プロセスについてはあまり検討されていない。二相ステンレス鋼を含むステンレス鋼の製造に汎用鋼と同じ製造ラインを利用する技術開発が進む今、製造課題の解決や新たな特性を得る為に、汎用鋼で多用される加工熱処理技術のステンレス鋼への積極的な適用は重要な研究開発テーマになると考えられる。

1.3 二相ステンレス鋼の最近の開発

前節までで、ステンレス鋼の一般的な分類や組織変化、製造プロセスについて述べた。本節では本研究で対象とする二相ステンレス鋼について、課題と次章で提案する加工熱処理技術の位置付けを明らかにするために、二相ステンレス鋼の最近の開発について説明する。

二相ステンレス鋼の開発は、より幅広い腐食環境や用途で利用することを目的に化学成分と製造プロセス開発の両面で研究が進められている。化学成分の開発については、オーステナイト系ステンレス鋼の耐食性能と降伏強度特性を基準として図1-11に示すように耐食性能の目安となる耐孔食指標 PRE (Pitting Resistance Equivalent, $PRE = Cr + 3.3 (Mo + 0.5W) + 16N$ mass %) と降伏強度を軸にしたマップに表すことが多い。表1-2と図1-12に二相ステンレス鋼の化学成分と各規格の系統図をまとめる。なお、規格については日本工業規格JISに加え、ASTM (American Society for Testing and Materials) と SAE (Society of Automotive Engineers) により規格化された UNS (Unified Numbering System) を対比させて標記している。二相ステンレス鋼の基本成分系である汎用二相ステンレス鋼に対し、スーパー、ハイパー二相ステンレス鋼はPREを向上させるためにCr, Mo, Nの添加量が増加されている。また、これらの添加元素により降伏強度についても大幅な向上が達成されている。

PREと降伏強度の向上を目的とした化学成分の開発が進む一方で、ある程度の耐食性能を維持しつつ、高価な合金元素を削減した省資源型のリーン二相ステンレス鋼の開発も進められ製品化されている[18]。この材料は希少元素であるNiの代わりに同じオーステナイト相形成元素であるMnを利用しており、安価でありながらオーステナイト系ステンレス鋼と同程度のPREと高い降伏強度を持つため、近年、利用が拡大しつつある。このよ

うに、二相ステンレス鋼における化学成分開発は、より厳しい腐食環境への対応と、合金コストを抑えた経済性への対応の二軸で研究開発が進められている。

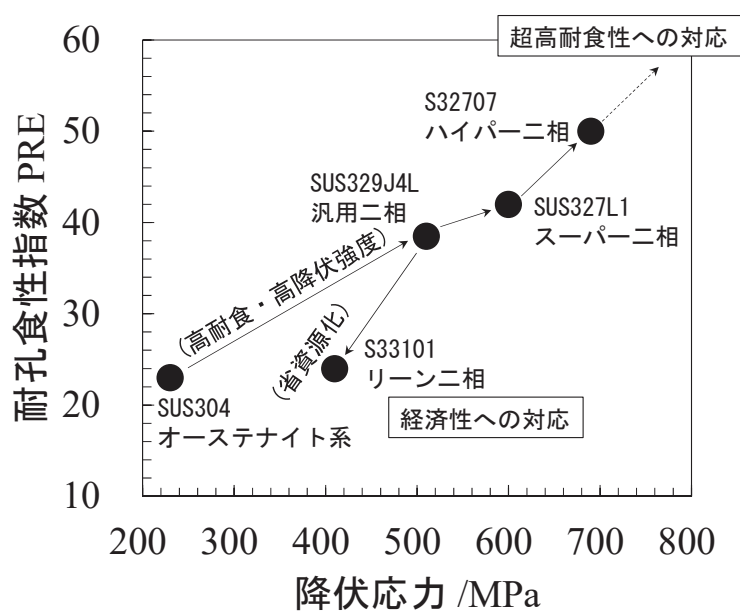


図1-11 各種二相ステンレス鋼の降伏応力と耐孔食性指数の関係

表1-2 二相ステンレス鋼の規格別の化学成分とPRE^{*1}

名称	規格		PRE ^{*1}	化学成分(mass %)								
	JIS	UNS		C	Si	Mn	Ni	Cr	Mo	Cu	W	N
汎用二相 ステンレス鋼	SUS329J3L	S32205	34.8	>0.03	0.5	1.0	5.5	22	3.2	-	-	0.14
		S31803	34.0	>0.03	0.5	1.0	5.5	22	2.8	-	-	0.17
	スーパー二相 ステンレス鋼	SUS329J4L	S31260	38.3	>0.03	0.5	1.0	7.0	25	3.0	0.5	0.4
S31200			38.8	>0.03	0.5	1.0	6.5	25	3.0	0.5	0.4	0.20
S39274			43.0	>0.03	0.5	1.0	7.0	25	3.0	-	2.0	0.30
ハイパー二相 ステンレス鋼	-	S32750	43.0	>0.03	0.5	1.0	7.0	25	4.0	-	-	0.30
		S32760	41.7	>0.03	0.5	1.0	7.0	25	3.6	0.7	0.7	0.23
		S32707	49.2	>0.03	0.3	1.0	7.0	27	4.8	-	-	0.40
リーニ二相 ステンレス鋼	SUS821L1	S33207	51.6	>0.03	0.3	1.0	7.0	32	3.5	-	-	0.50
		S32101	25.2	>0.03	0.5	5.0	1.4	21	0.3	-	-	0.20
	SUS323L	S32805	25.6	>0.03	0.5	1.0	4.0	23	0.3	-	-	0.10
		S82122	22.6	>0.03	0.5	3.0	2.0	21	-	1.0	-	0.10
		S32001	22.1	>0.03	0.5	5.0	1.6	20	-	0.3	-	0.13

*1: PRE (Pitting Resistance Equivalent), 耐孔食指標

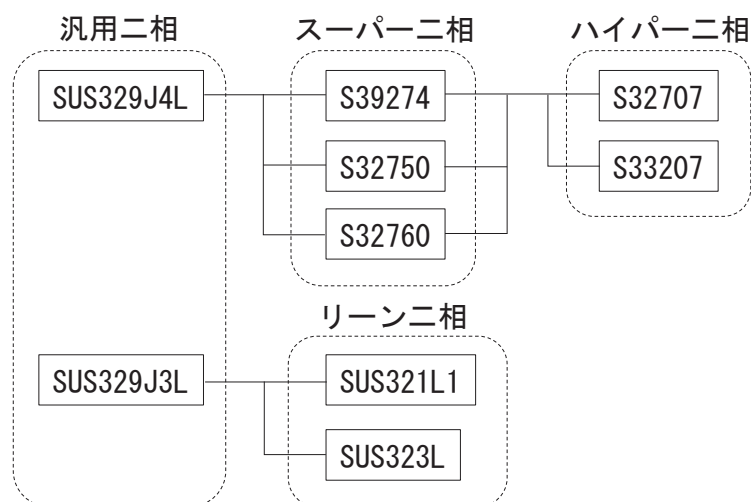


図1-12 二相ステンレス鋼の鋼種別系統図

最近の製造技術開発については二相ステンレス鋼の最大の課題である熱間加工性に対応した研究開発を中心に述べる。二相ステンレス鋼の熱間加工には前項で説明した難加工材に特化した製造設備，プロセスが広く利用されており，製造方法の改善や技術開発が行われている。一方で最近では生産性が高い汎用鋼の製造設備，プロセスを活用する技術開発も進められている。この開発により生産性の向上と設備の共通化による低コスト化が可能になるが，製造設備は熱間加工性が良好な汎用鋼の製造性を前提としている。そのため，二相ステンレス鋼の汎用鋼ラインでの製造では，課題である低い熱間加工性に対応するために設備やプロセスの改良，熱間加工性を改善する化学成分の最適化が行われている。

製造装置，プロセスの改善例としては，シームレス鋼管の穿孔圧延装置が報告されている。林らは，汎用鋼の生産に利用される生産性の高いマンネスマン方式に注目し，圧延ロールを従来のたる型から円錐型へ変更して大きな交叉角を設けて配置する穿孔圧延設備を開発した[19]。これにより圧延機入側から出側にかけての材料速度とロール周速の速度差が低減し，

鋼管周断面の付加的せん断ひずみ低減による疵の発生を抑制した穿孔圧延が可能となっている。

微量元素による熱間加工性の改善に関しては、高橋や拓殖らにより、二相界面を脆化させるP、Sの低減や、BやCa、REMの微量添加による二相界面の接合強度向上技術が報告されている[20, 21]。また、主要成分の調整による熱間圧延温度域での二相分率制御に着目した研究も報告されている。石黒らは、二相強度差による軟質相へのひずみの集中が熱間延性低下の原因であることに注目し、化学成分の最適化により熱間圧延温度域での軟質相体積を増やして熱間延性を改善する方法を報告している[22]。この発明についてもシームレス圧延に適用され、生産性の高い汎用鋼製造ラインで量産に成功し、資源採掘用の鋼管として広く利用されている。

以上の様に、近年の二相ステンレス鋼の開発について化学成分の開発と製造技術の開発を説明した。化学成分の開発では、より高い性能を得るために合金元素を増加させる開発と、必要最低限の耐食性能を得つつ、より低いコストの合金元素を使用する省資源型の開発が並行して行われている。製造技術開発については二相ステンレス鋼を高い生産性で製造することを目的に、汎用鋼とのラインの共有化に関する技術開発や、課題である熱間加工性の改善が行われている。今後も、二相ステンレス鋼の高まるニーズに対応するため、製品特性と生産性の両立を目指した化学成分とプロセスの研究開発が進められると考えられる。

1.4 二相ステンレス鋼の開発課題

熱間加工設備や製造プロセスの進歩と、不純物制御や微量元素の添加による熱間加工性の改善により、幅広い腐食環境で利用可能な二相ステンレス鋼製品が製造され社会に供給されている。しかし、難加工材であること

に起因した低い生産性と高い製造コストは、依然として大きな課題であり、それが理由でCr系ステンレス鋼ほどオーステナイト系ステンレス鋼からの代替は進んでいない。つまり、優れた製品特性を有し、省資源化が可能な二相ステンレス鋼を更に広く社会で役立てるには、製品性能の向上に加えて熱間加工性の課題を克服する技術開発が重要である。前節では、化学成分開発について、更なる高合金化による高機能化と安価な元素を利用した低廉化の二軸で進められていることを説明した。高合金化は製品特性向上には効果的であるが、二相強度差の拡大と脆化相の生成を招くため、製品特性向上と同時に取り組むべき課題である熱間加工性は悪化する。つまり、PRE向上のために添加されるCrやMo、Nは固溶する相の強化能に差があるため二相強度差を拡大し、相対的に軟質な相にひずみが集中して延性が低下する[13]。また、脆化相については高合金化により生成温度と生成速度が上昇し、熱間加工可能温度範囲が狭くなる。図1-13に汎用二相ステンレス鋼である22, 25%Cr二相ステンレス鋼と、スーパー、ハイパー二相ステンレス鋼の凝固完了温度と脆化相生成温度を示す。これらの温度差が熱間加工可能温度範囲であるが、合金元素の多いスーパー、ハイパー二相ステンレス鋼は脆化相生成温度の上昇により熱間加工に利用できる製造可能温度範囲が狭く、製造条件選択の自由度が小さい。そのため、高合金化を志向する現在の化学成分開発は二相ステンレス鋼の低い熱間加工性の課題を更に深刻化する。

化学成分開発のもう一方の方向性である安価元素の使用は、脆化相の生成は抑制されるが、二相組織の強度差が原因の熱間加工性の低下については、その他二相ステンレス鋼と同様に課題となる。また、リーン二相ステンレス鋼は希少元素であるNiの使用量を大幅に削減するが、代わりに添加する安価元素の影響で低温靱性などのその他機械的特性は低下する。その

ため、安定した特性を得るには、より厳密な製造条件の管理や制御が必要となる。また、リーニ二相ステンレス鋼の開発では、製品特性として降伏強度の更なる向上が望まれるが、添加元素を増やす以外の開発の方向性が示されていないことも課題である。

製造設備、プロセスの開発については、難加工材を熱間加工可能な専用装置の開発に加え、より生産性が高く生産コストが安い汎用鋼ラインでの製造技術開発も進められている[19]。しかし、いずれの製造技術開発についても製品形状に仕上げることを開発の目的としており、汎用鋼で実施されるような組織制御技術による製品特性の向上については検討されていない。また、前節で説明した熱間加工中の二相組織の相分率制御による熱間延性の改善技術[22]は、二相系で特徴的な二相分率変化に注目したユニークな組織制御技術であるが、あくまで現行の製造プロセスを利用した生産を前提として化学成分を最適化するため、添加できる化学成分に制限がある。以上の課題から、製造設備、プロセスにおける開発では、生産性が優れる汎用鋼の製造ラインを利用し、化学成分に制限を設けないことを前提に、優れた製品特性と課題である熱間加工性の改善を両立できる開発が重要である。

この様に、今後、利用拡大が期待される二相ステンレス鋼について様々な用途に応じた化学成分開発と規格化が進む一方で、従来から最大の課題であった熱間加工性についてはいずれの鋼種についても解決していない。また、化学成分の開発の方向性によると素材は更に難加工化することが予想される。製造プロセスにおいては、生産性と低コスト化に対応するために汎用鋼の製造ラインを利用した製造技術開発が進むが、製品形状を造ることが目的となっており、成形が困難な場合は化学成分に制限をかけているのが現状である。また、二相ステンレス鋼の化学成分と製造プロセス開

発では、汎用鋼へ一般的に利用される加工熱処理技術などの組織制御技術について開発が進んでいない点も課題である。

高機能で経済性に優れる二相ステンレス鋼を安定して製造し、世の中へ広く供給するためには、合金元素の添加に頼った開発のみではなく、加工熱処理に代表される組織制御技術を新たな開発機軸として提案し、製品の高性能化と最大の課題である低い熱間加工性の改善を両立することが重要である。

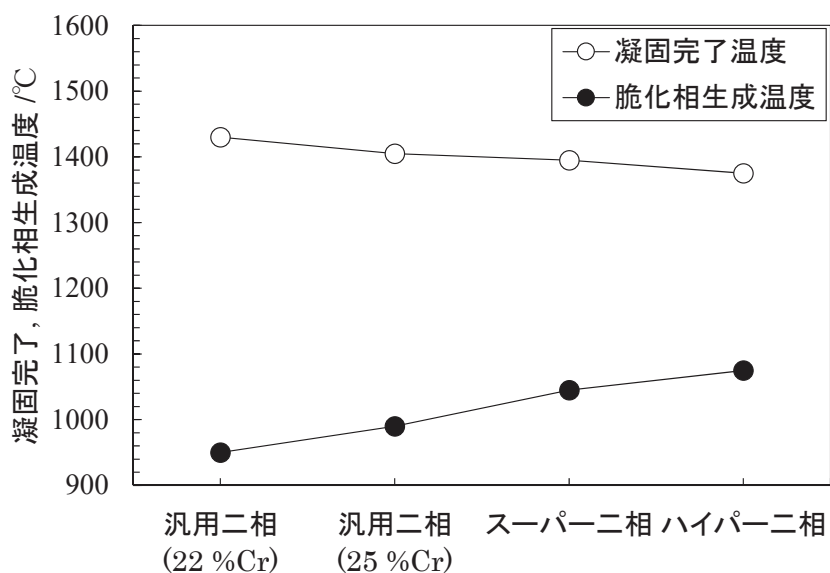


図1-13 二相ステンレス鋼の脆化相生成温度と凝固温度

1.5 本研究の目的と構成

研究背景で述べたように、二相ステンレス鋼は最も汎用的に利用されるオーステナイト系ステンレス鋼に比べ耐食性能や機械的特性に優れる点が多い。また、Ni等の希少元素が少なく合金コストが低減できる点や、高降伏強度を利用した部材の薄板厚設計が可能になるため経済性にも優れる。そのため、二相ステンレス鋼は今後も利用の拡大が期待される社会的に重要な材料である。

二相ステンレス鋼は腐食環境や強度特性、経済性に応じて化学成分の開発が進み、多くの鋼種が規格化されている。また、製造設備、プロセス開発についても高効率な汎用鋼ラインの適用が進み、一部では工業生産に成功している。その一方で、製品特性の向上に高合金化が志向されており、希少元素の添加量増加が課題である。また、添加元素の増加は熱間加工性を低下させ、生産性の高い汎用ラインでの製造を困難にする。以上の課題から、二相ステンレス鋼の開発では合金元素の添加のみに頼らずに、課題である低い熱間加工性を改善する新しい開発機軸が必要と考えられる。

ところで、汎用鋼では化学成分と製造プロセスを組み合わせることで製品特性を向上させる組織制御技術が一般的に使用されている。特に制御圧延と加速冷却を組み合わせた加工熱処理技術は合金元素の低減と生産性を維持しつつ、製品の機械的特性や溶接性を向上[23, 24]できる手法として広く利用されている。一方で、二相ステンレス鋼の製造プロセスは形状を造ることに重きが置かれており、加工熱処理技術に代表される組織制御の適用はほとんど報告されていない。1.3節で述べたように二相ステンレス鋼の開発軸は耐食性能と降伏強度の向上であり、これまでは合金元素の添加量増加により達成されてきた。加工熱処理技術による結晶粒微細化は降伏強度を含む機械的特性の向上に極めて有効であり、また、二相ステンレス鋼の

結晶粒微細化は耐食性能の向上にも有効であることが報告されている[25]。つまり、これまで検討されていない組織制御技術を新たな開発軸として二相ステンレス鋼の製品特性を向上することができれば、合金コストの低減や、新プロセスの利用を前提とした化学成分設計が可能になり新商品の開発にもつながる可能性がある。

本研究では二相ステンレス鋼の新しい開発軸として加工熱処理技術に着目し、新たな温度加工履歴の提案による結晶粒微細化効果を調査した。なお、二相ステンレス鋼では低い熱間加工性が最大の課題である。そのため、新たに提案する温度加工履歴では結晶粒微細化による製品特性の向上と共に熱間加工性を改善する工夫を行った。

論文の構成を図1-14に示す。研究背景と目的を述べた本章に続く第2章では汎用鋼やステンレス鋼の一部系統で適用されている加工熱処理技術を説明し、二相ステンレス鋼に対して新たに提案した加工熱処理技術の温度加工履歴と、結晶粒微細化と熱間加工性の改善を両立する技術コンセプトについて説明する。第3章では提案した加工熱処理技術による結晶粒微細化効果を小型の圧縮試験により確認し、結晶方位解析を用いた詳細な組織解析と、組織形成メカニズムについて考察を行った。第4章と第5章では加工熱処理技術が熱間加工性へ与える影響を調査するために小型の圧縮試験と引張試験を用いて熱間流動応力と熱間延性の調査を行った。加工熱処理技術の熱間加工性への影響については、通常プロセスを模擬した条件と定量的な比較を行った。また、試験後の詳細な組織解析により加工熱処理技術による組織変化が熱間加工性に与える影響を考察した。第6章では加工熱処理技術による機械的特性の向上効果を確認するためにアンビル型単軸圧縮試験を用いた熱間圧延模擬実験を行い、熱間成形性の確認と、造り込んだ微細粒組織の強度特性と疲労特性を評価した。最後の第7章では検討

した内容の結論をまとめ、提案した加工熱処理技術の工学，学問への貢献と，今後の展望について述べる。

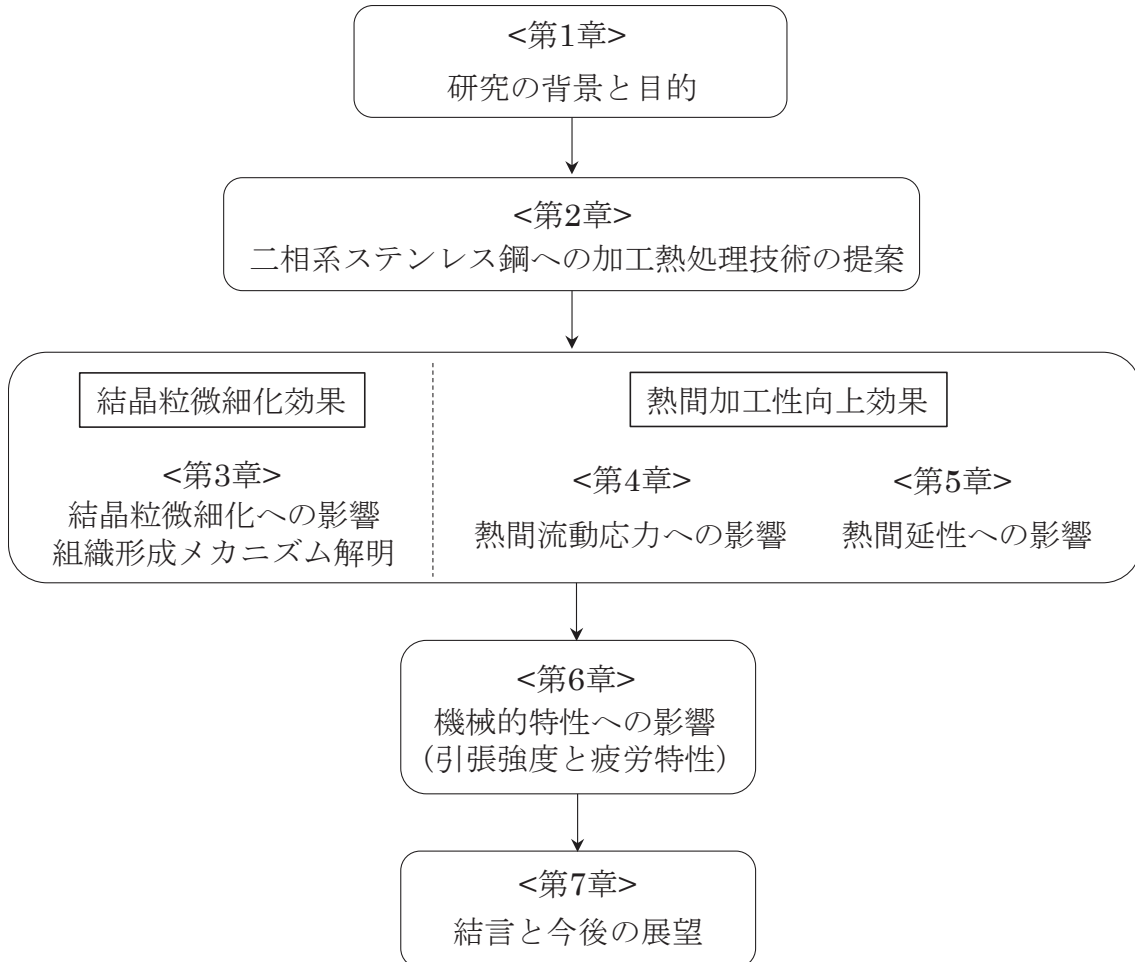


図1-14 本研究の構成

－ 第2章 －

二相ステンレス鋼への加工熱処理技術の提案

第2章 二相ステンレス鋼への加工熱処理技術の提案

2.1 加工熱処理技術のこれまでの開発

加工熱処理技術は合金元素の添加に頼らずに機械的特性や溶接性を向上できる極めて優れた技術[23, 24]である。本研究では二相ステンレス鋼に対して結晶粒微細化による製品特性の向上と、課題である熱間加工性の改善を目的に加工熱処理技術の適用を検討する。なお、汎用鋼における加工熱処理技術は古くからの開発され、様々な温度加工履歴の提案と実生産への適用が行われている。またステンレス鋼についても汎用鋼と相変態挙動が近いマルテンサイト系ステンレス鋼で加工熱処理技術が適用された例や、ステンレス鋼に特有の相変態挙動を利用した結晶粒微細化技術が報告されている。

そこで本節では提案する二相ステンレス鋼の加工熱処理技術と、汎用鋼やその他系統のステンレス鋼で使用される加工熱処理技術や結晶粒微細化技術との違いを明確にするために、汎用鋼とステンレス鋼に対して提案された加工熱処理技術の内容と産業での利用範囲をまとめる。本節に続く2.1.1では汎用鋼における加工熱処理技術、2.1.2ではステンレス鋼における加工熱処理技術と結晶粒微細化技術をまとめ、2.1.3でそれぞれの材料の開発内容と工業生産への適用有無をまとめる。

2.1.1 汎用鋼における加工熱処理技術開発

汎用鋼における加工熱処理技術は高価な合金元素に頼らずに機械的特性や溶接性の向上が可能[23, 24]であるため、世界中で広く利用される重要な技術である。加工熱処理技術の効果の一つである結晶粒微細化は結晶粒界が転位の動きの障害となり強度を高めると同時に、粒界がき裂進行の抵抗になるため強度と同時に靱性を高めることができる。結晶粒微細化による強度の向上は結晶粒径が数 μm 以下で顕著となり、様々な金属材料について結晶粒径

と材料の降伏強度の関係が調査されHall-Petchの関係[26, 27]で整理されている。鉄鋼材料で微細結晶粒を得るための機構は大きく分けて図2-1に示す2つがあり，それぞれ「再結晶ルート」と「相変態ルート」と呼ばれている[28]。汎用鋼についてはいずれの方法でも微細結晶粒が得られ特性の向上が報告されているが，それぞれのルートにより微細粒化の程度や生産性，工業化の進捗に違いがある。そこで，温度加工履歴と組織変化について「再結晶ルート」と「相変態ルート」に分けて説明する。

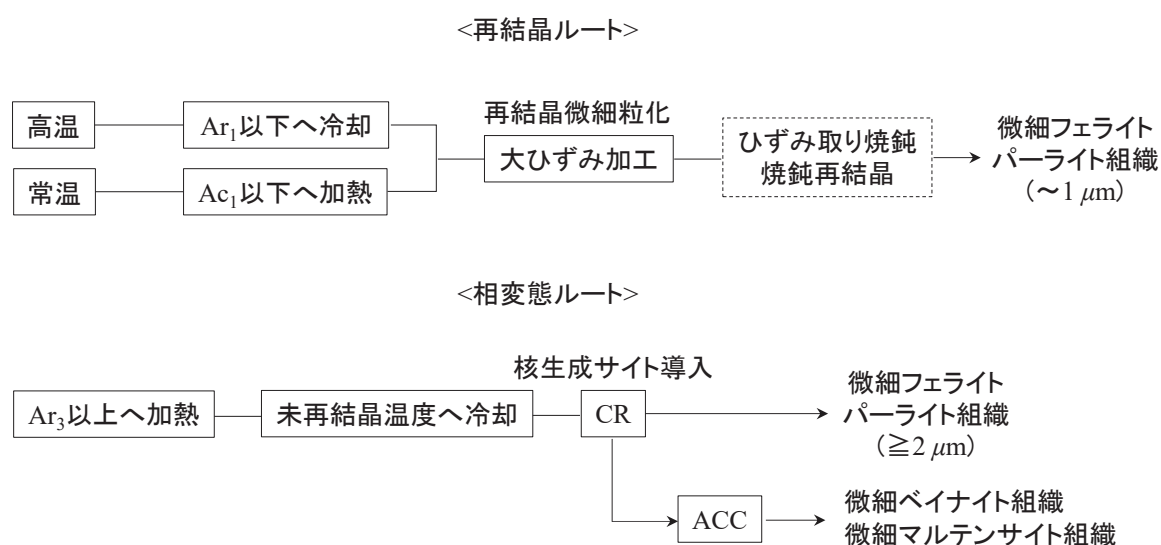


図2-1 鉄鋼材料の結晶粒微細化機構 [28]

図2-2に「再結晶ルート」の温度加工履歴を示す。「再結晶ルート」は A_{C1} 点、 A_{r1} 点以下でフェライト相へ大ひずみを与えて再結晶により結晶粒微細化を行う方法である。「再結晶ルート」は比較的低温の温間加工となるため再結晶後の粒成長が抑えられ結晶粒径 $1\ \mu\text{m}$ 以下の微細粒鋼を得ることができる。鉄鋼材料について「再結晶ルート」を利用した微細粒組織の連続生産と工業化への言及については溝型ロールを利用したダイヤ-オーバル繰り返し圧延により報告されている[29, 30]。この手法は、ダイヤ型とオーバル型の溝型ロール間へ材料を繰り返し通過させ、多軸圧延加工により材料全断面へ相当塑性ひずみを3以上与え結晶粒径を $1\ \mu\text{m}$ 以下へ微細粒化する。この手法により微細粒を持つ数十 mm角の普通鋼棒材が得られている。また、再結晶ルートとは少し異なるが、大ひずみを利用した結晶粒径の微細化については ECAP(Equal-Channel Angular Pressing) 法 [31, 32, 33] や ARB(Accumulative Roll-Bonding) 法 [34, 35, 36] , CMAF(Cyclic Multiracial Alternative Forging) 法 [37, 38] , HPT(High. Pressure Torsion) 法[39, 40]が提案されており、研究室レベルではあるが特性の大きな向上が報告されている。

「再結晶ルート」は結晶粒微細化に有効であるが、比較的低温での大ひずみ加工が必要なため製品サイズが大きくなると大荷重に対応できる大型設備が必要となる。また、微細粒化した組織内に未再結晶粒も多く残存するため、加工方向に依存した異方性が残存する。異方性が残存した場合は、微細粒化後にひずみ取り焼鈍や熱処理による再結晶が必要になり、工程が増える原因になる場合もある。「再結晶ルート」は結晶粒微細化による優れた機械的特性を得ることができるが、特殊な設備と工程の増加があるため、大量生産が必要な鉄鋼製品への普及はごく一部に限られている。

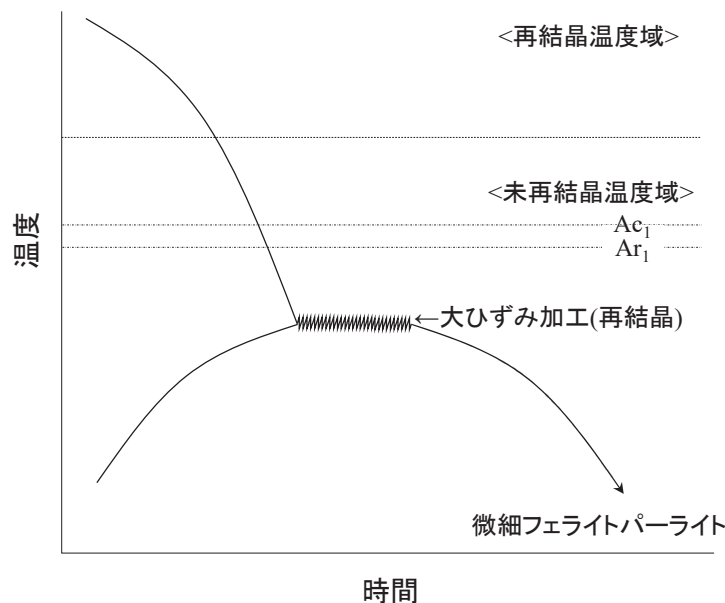


図2-2 「再結晶ルート」の温度加工履歴

図2-3に「相変態ルート」の温度加工履歴を示す。「相変態ルート」は Ar_3 以上かつ未再結晶温度域の熱間加工によりオーステナイト相へ転位を導入(オースフォーミング)し、粒内に蓄積した転位をフェライト変態時の核生成サイトとすることで結晶粒微細化を行う。得られるフェライト粒の結晶粒径は変態前のオーステナイト粒径と粒内に蓄積した転位の量により変化するが2から3 μm 程度までの微細粒化が可能とされている。「再結晶ルート」と比べると、得られる結晶粒径は大きいですが、「再結晶ルート」の様に温間かつ大ひずみ加工が必要ではなく、熱間加工ラインの加工温度制御と、その後の加速冷却による相変態制御の組み合わせで多彩な特性の鋼を製造できる。また、既設ラインによる連続化が容易であるため、1980年代から鉄鋼メーカーで急速に普及した。現在では化学成分や最終製品特性に応じて熱間圧延温度と与えるひずみを変化させるCR(Controlled Rolling)と、圧延後に

ACC (Accelerated. Cooling) を組み合わせる加工熱処理技術[23, 24]が薄板、厚板で広く適用されており、特に高い靱性と強度が求められるラインパイプ、自動車用熱延鋼板や、溶接性が必要な造船や構造物用厚板の大量生産に貢献している。

加工熱処理技術に利用する加速冷却設備については、水冷媒の理論限界冷却速度かつ均一な冷却後温度分布を実現するインライン加速冷却設備が開発され工業化されている[41, 42]。また、IHによるインライン焼戻しが可能な設備[43]を加速冷却設備の後段へ直列に配置し、連続した焼入れ焼戻しを可能としたラインも稼働している。さらに近年では、更なる生産能率向上とCR時の圧延温度制御を目的として加速冷却設備を圧延機に近接して配置し、圧延と制御冷却を同期させて行う技術[44]も実用化されている。

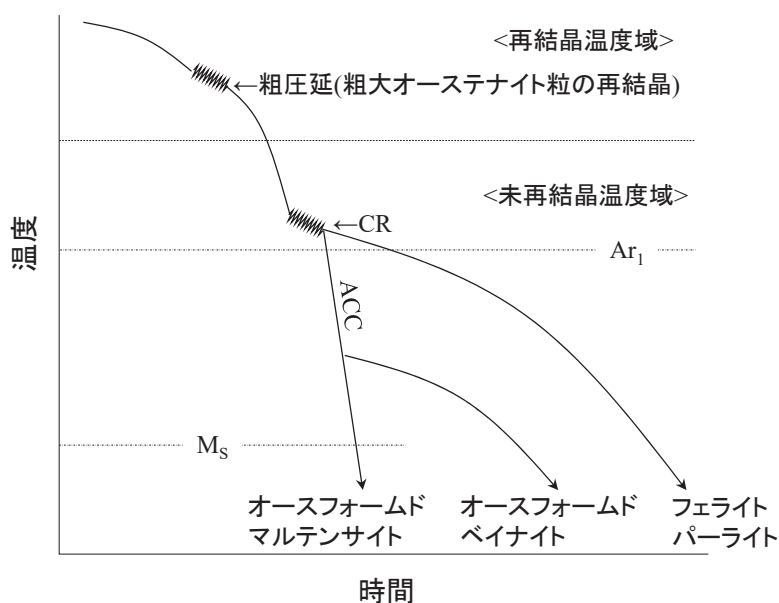


図2-3 「相変態ルート」の温度加工履歴

2.1.2 ステンレス鋼における加工熱処理技術開発

汎用鋼では加工熱処理技術による組織制御により多彩な製品が開発され、量産されるとともに、加工熱処理技術を利用した新たな材料開発も行われている。ステンレス鋼についても結晶粒微細化は各種特性の向上に有効であるため研究開発が進められている。一方で、ステンレス鋼の再結晶や相変態挙動は汎用鋼と大きく異なるため、汎用鋼で利用される加工熱処理技術や組織微細化技術をそのまま適用することはできない。また、1.2.2で述べたように、同じステンレス鋼であっても系統により組織変化や必要な特性が大きく異なる。そのためステンレス鋼の加工熱処理技術や結晶粒微細化技術の研究開発と工業化の進捗についてはステンレス鋼の系統により大きく異なる。そこで、本項ではステンレス鋼の結晶粒微細化技術と工業化の進捗について系統別に分けて説明する。

マルテンサイト系や析出硬化系ステンレス鋼は腐食環境で高い強度と硬度が必要な部材に利用されるが、これらの特性と同時に結晶粒微細化による低温靱性や冷間成形性の向上が求められる場合が多い。マルテンサイト系は熱間加工温度域でオーステナイト相単相となり、冷却中に相変態があるため加工熱処理技術の「相変態ルート」が利用でき、結晶粒微細化手法として工業的に利用されている。温度加工履歴は普通鋼と同様に未再結晶域でオーステナイト相へひずみを累積し、その後の急速冷却により微細粒組織を造り込む。普通鋼に比べて合金元素が多いため、加工前や加工後の冷却速度には敏感ではないが、オースフォーム時の成形荷重が大幅に増加するため注意が必要である。オースフォームにより得られるマルテンサイト系ステンレス鋼は高い硬度、強度を持ちつつ、低温靱性や冷間成形性に優れることが報告されている[45]。

フェライト系ステンレス鋼は凝固から常温まで相変態が無い「相変態

ルート」を利用した結晶粒微細化が利用できない。更に合金元素が多いため「再結晶ルート」で結晶粒微細化を行う場合でも汎用鋼に比べて難しい。そのため、フェライト系ステンレス鋼では微細粒鋼に特有の強靱化効果を得られる結晶粒微細化技術は開発されていない。このような背景からフェライト系ステンレス鋼は、粗大なフェライト粒や圧延方向に延伸した集合組織を形成しやすく、オレンジピールやリジングといった二次加工後の表面肌荒れが問題になる[46]。加工熱処理技術の適用が難しいフェライト系ステンレス鋼の組織制御については、凝固時や加熱時の粒成長抑制を目的とした微量元素の最適添加と、熱間加工温度、ひずみ量の最適化が行われている。凝固時の組織微細化についてはTi添加が有効であり、溶鋼中に先行して析出するTiNが初晶である δ フェライト相の核となり等軸晶を増加させると報告されている[47]。また、Nb添加はNbCの生成によるピン止め効果により高温での粒成長を抑制する[47]。一方の熱間加工については再結晶促進と集合組織の抑制をバランスよく行うことが重要とされている。例えば、粗大粒の生成や集合組織抑制技術による、高い冷間成形性を有するフェライト系ステンレス鋼が製品化されている。これらの開発により冷間成形性に優れるオーステナイト系ステンレス鋼と同等の深絞り性や肌品質を得られるフェライト系ステンレス鋼板が報告されている[47]。

オーステナイト系ステンレス鋼は高温から常温まで安定したオーステナイト相を有し、面心立方格子特有の優れた低温靱性、冷間成形性と高温で優れた強度を有する。そのため板成形用や構造物用、耐熱鋼用として広く利用されている。一方でオーステナイト系ステンレス鋼は降伏強度が低いため、高降伏強度が必要な建材やバネ材などの用途には部材の大断面積化や冷間加工による転位強化が必要となる。そのため、オーステナイト系ステンレス鋼に対する結晶粒微細化は主に降伏強度を向上させる目的で検討されている。オーステナイト系ステンレス鋼は高温から常温までオーステナイト相単相であ

るため「相変態ルート」を利用できない。また、高い加工硬化能を有するため大ひずみの付与も難しい。そのため汎用鋼では見られないユニークな結晶粒微細化技術が提案されている。図2-4に温度加工履歴を示す。オーステナイト系ステンレス鋼の代表鋼種であるSUS304は常温でオーステナイト単相であるが、冷間加工やサブゼロ処理によりマルテンサイト相に変態する特徴があり準安定系と呼ばれている。この特性を利用し、冷間加工やサブゼロ処理で相変態させたマルテンサイト相へ更に転位を与え、その転位を核生成サイトとしたオーステナイト逆変態で結晶粒微細化が可能である。この処理により1 μm 以下の結晶粒が得られ、通常の3倍程度である降伏強度800 MPa以上の薄板が得られると報告されている[48]。また、この原理は工業化にも応用されており、2 μm 以下の結晶粒径を有する強度特性に優れたSUS304薄板が製品化されている[49, 50]。さらに、近年では温間加工と大ひずみを組み合わせた「再結晶ルート」による微細粒化についても研究室レベルではあるが報告されている。今後、高い加工硬化に耐えられる温間加工設備等の開発により、これらのプロセスも適用される可能性がある[51]。

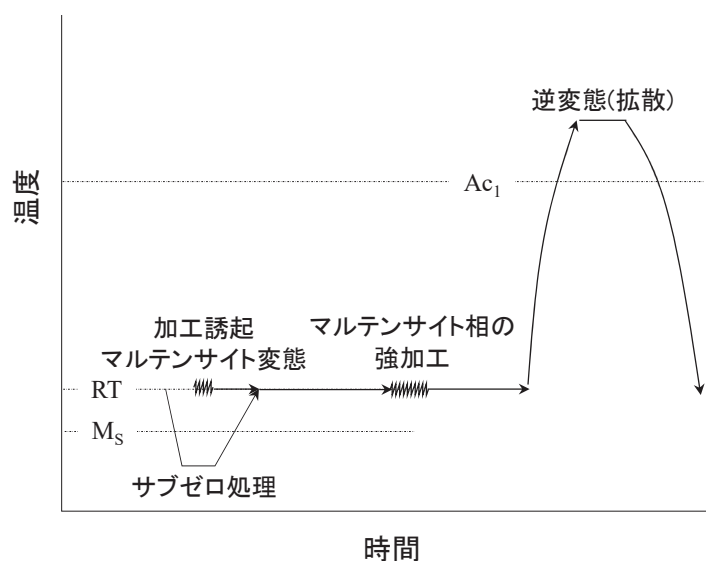


図2-4 オーステナイト系ステンレス鋼の結晶粒微細化方法

二相ステンレス鋼はフェライト系ステンレス鋼の持つ高い降伏強度とオーステナイト系ステンレス鋼の持つ優れた低温靱性、冷間成形性を合わせ持ち、オーステナイト系ステンレス鋼の耐食性能上の弱点であるハロゲン系イオン(Cl⁻等)を含む腐食環境でも優れた耐食性能を有する。このような特性から汎用鋼の代替によるライフサイクルコストの低減や、高い降伏強度を利用した部材の薄肉軽量化が期待されており、結晶粒微細化はこれらの特性の更なる向上を目的に検討されている。二相ステンレス鋼の結晶粒微細化については研究室レベルで調査が行われ、降伏強度[52, 53]に加えて、耐食性能[13]や疲労強度[54]、溶接性[55]が向上し、更に超塑性[56]が発現するなどユニークな特徴を示すと報告されている。一方で連続生産が必要な工業化に課題があり微細粒組織を持つ二相ステンレス鋼製品は開発されていない。

二相ステンレス鋼の微細粒鋼を工業的に得ることが難しいのは、熱間で二相組織をもつ特殊な相変態挙動と脆化相の生成[57]があるため「相変態ルート」や「再結晶ルート」が利用できない点にある。二相ステンレス鋼は熱間から常温までフェライト相とオーステナイト相の二相状態である。フェライト相はフェライト系ステンレス鋼と同様の理由で細粒化が難しく、また、オーステナイト相もマルテンサイト相変態することなく常温でも安定なため、オースフォーム等の「相変態ルート」は利用できない。さらに、比較的高温で脆化相が生成して熱間延性が低下[57]するため、「再結晶ルート」に必要な温間での大ひずみ加工も適用できない。これら背景により、二相ステンレス鋼に対して、熱間から温間の温度域を利用した高能率な結晶粒微細化技術はこれまで実現されていない。

高能率な結晶粒微細化技術は開発されていないが、研究室レベルでは二相ステンレス鋼の結晶粒微細化手法が提案され、各種特性の大幅な向上が報告されている[25, 53, 54, 56]。結晶粒微細化を行う温度加工履歴を図2-5に示す。オーステナイト系ステンレス鋼(図2-4参照)と似た温度加工履歴である

が、二相ステンレス鋼の場合は冷間強加工の前に高温加熱後の急速冷却処理による組織の δ フェライト相化が必要となる。その後、常温まで保持した δ フェライト相へ冷間強加工を与えて転位を蓄積し、二相域へ加熱することで転位を核生成サイトとした微細オーステナイト粒の生成と、 δ フェライト相の再結晶が起こり微細粒化する[58]。二相ステンレス鋼では、この手法により粒径 $1\ \mu\text{m}$ 以下の超微細二相組織の形成に成功し、良好な機械的特性が得られている[56, 57]。

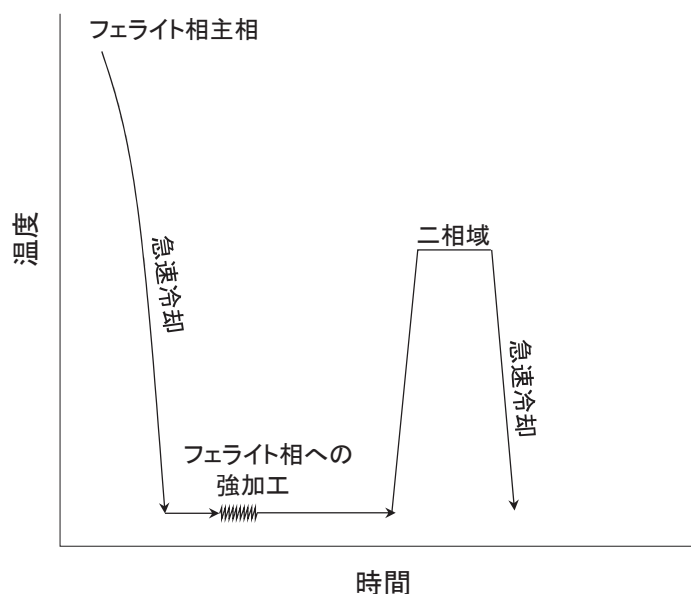


図2-5 微細結晶粒を有する二相ステンレス鋼の温度加工履歴

2.1.3 結晶粒微細化技術のまとめと二相ステンレス鋼の課題

前項までで普通鋼とステンレス鋼の各系統について結晶粒微細化技術の方法と研究開発、工業化の進捗について述べた。本項では汎用鋼とステンレス鋼の結晶粒微細化技術について、適用されている技術と開発の進捗をまとめ、二相ステンレス鋼への加工熱処理技術適用の課題を整理する。

表2-1に汎用鋼とステンレス鋼の結晶粒微細化技術とその工業化有無につ

いてまとめる。なお、析出硬化系ステンレス鋼についてはマルテンサイト系とオーステナイト系が存在するが、今回の分類分けでは組織微細化がより必要と考えられるマルテンサイト系に分類した。

表より、汎用鋼は「再結晶ルート」と「相変態ルート」のいずれについても多くの報告があり、特に加工熱処理技術を代表する「相変態ルート」は工業的に幅広く活用されている。ステンレス鋼については系統により開発の進捗と工業化の状況が異なる。マルテンサイト系と析出硬化系ステンレス鋼の結晶粒微細化技術は汎用鋼と同じオースフォームを利用した「相変態ルート」が適用でき、低温靱性や冷間成形性が必要な分野で工業的に利用されている[45]。オーステナイト系ステンレス鋼については「再結晶ルート」と、強冷間加工と熱処理を組み合わせた方法が提案されており、後者の方法が薄板の一部用途で工業化されている[49, 50]。フェライト系ステンレス鋼については、結晶粒微細化を利用した強靱化技術は開発されていないが、製品特性に悪影響を与える粗大粒や集合組織化の抑制技術は古くから検討されており、微量元素の添加や最適圧延条件が薄板の製造で広く利用されている[46]。二相ステンレス鋼は研究室レベルでは微細粒鋼の開発に成功しており、複数回の熱処理と強冷間加工を組み合わせる方法で結晶粒径が微細化し、機械的特性[52, 53, 54]や耐食性[13]の向上に加え、超塑性[56]を示すなどユニークな特性が報告されている。一方で、汎用鋼で利用される「再結晶ルート」や「相変態ルート」を用いた細粒化は実現されておらず、量産化は実現していない。また、耐食性の必要な構造物等で利用するには板厚の自由度も必要であるが、強冷間加工を利用する方法では薄板以外の形状を造ることが難しく、形状の自由度に課題がある。

以上、汎用鋼とステンレス鋼について加工熱処理技術と結晶粒微細化技術における研究開発と工業化の進捗、二相ステンレス鋼の課題について述べた。今後、二相ステンレス鋼はNi等の希少元素の削減や構造物の長寿命化など

の環境保全の観点から利用拡大が期待される。また、加工熱処理技術に代表される製造プロセス開発により合金元素添加に頼らない製品特性の向上が可能になれば更なる省資源化とコストの低減につながる。そのためには、二相ステンレス鋼の最大の課題である低い熱間加工性の問題を解決しつつ、高い生産性と形状自由度を持つ結晶粒微細化技術の提案が重要と考えられる。

表2-1 汎用鋼とステンレス鋼における結晶粒微細化技術の適用まとめ

		普通鋼	ステンレス鋼			
			マルテンサイト系析出硬化系	フェライト系	オーステナイト系	二相系
微細粒化可否	「再結晶ルート」	◎ 冷、温間の 大ひずみ加工	×	×	◎ 冷、温間の 大ひずみ加工	×
	「相変態ルート」	○ TMCP技術	○ TMCP技術	×	×	×
	その他方法	-	-	Ti添加:凝固時微細化 Nb添加:高温粒成長抑制 圧延、焼鈍最適化	冷間強加工+逆変態 (準安定系)	高温加熱+急冷+ 冷間強加工+再加熱
工業化可否	「再結晶ルート」	△ 小断面形状で利用	×	×	×	×
	「相変態ルート」	◎ 幅広く活用	○ 低温靱性向上	×	×	×
	その他方法	-	-	◎ 一般的に利用	△ 薄板の一部製品	×
製品形状	幅広い形状に適用	薄、厚板	薄板 (超微細粒鋼ではない)	薄板	×	

※表では制御圧延，または制御圧延と加速冷却を組み合わせたものをTMCP(加工熱処理技術)とした。

2.2 提案した加工熱処理技術の結晶粒微細化と熱間加工性向上原理

二相ステンレス鋼は高い耐食性能と降伏強度を持ちながら希少元素であるNiを低減でき、社会的ニーズは今後も増えると考えられる。そのような背景から、1.3の二相ステンレス鋼の最近の開発では更なる高機能化と低コスト化のために、化学成分の開発や製造プロセス開発が進められていることを

説明した。一方で、1.4の二相ステンレス鋼の開発課題では、開発が化学成分中心に行われており、合金元素使用量の増加と、それにより、従来から課題であった熱間加工性が低下することを指摘した。また、製造プロセス開発の課題については、生産性の高い汎用鋼と同じラインを利用する技術開発が進められ、一部では成功しているものの、あくまで形状を造ることが目的であり、組織制御の観点では研究開発が進んでいないことを指摘した。

以上の二相ステンレス鋼の課題から、合金元素の削減や更なる特性の向上を目的とした加工熱処理技術による組織制御と結晶粒微細化技術が新たな開発機軸になることを着想した。前節では、加工熱処理技術や結晶粒微細化技術の二相ステンレス鋼への適用における課題を整理するために、汎用鋼とステンレス鋼全体の技術開発と工業化の進捗をまとめた。その中で、二相ステンレス鋼は汎用鋼やその他系統のステンレス鋼に対して、結晶粒微細化技術の開発が研究室レベルに留まっており、生産性が良好な連続プロセスによる技術開発が必要であることを明らかにした。一方で、工業化においては、提案するプロセスが二相ステンレス鋼の最大の課題である熱間加工性の改善を両立する必要があることを述べた。

これらの背景より、生産性の高い汎用鋼ラインを利用した結晶粒微細化による特性の向上と課題である熱間加工性を改善する新しい加工熱処理技術を提案した。提案した温度加工履歴を通常の製造に用いられる温度加工履歴と合わせて図2-6に示す。

提案した手法は生産性に優れた「相変態ルート」を応用し、通常の製造ラインに対して熱間加工直前にインライン加速冷却を行う。つまり、一般的な「相変態ルート」による加工熱処理技術がオーステナイト相からマルテンサイト相(フェライト相)への変態を利用するのに対し、本手法では二相ステンレス鋼に特有の δ フェライト相からオーステナイト相への熱間加工温度域の相変態を利用する。また、一般的な加工熱処理技術では加速冷却前の熱間加

工による転位を微細粒化時の核生成サイトとするが、本手法では熱間加工直前に加速冷却を行い、その直後の熱間加工ひずみを核生成サイトとして、ひずみ誘起オーステナイト相変態による結晶粒微細化を行う。なお、熱間加工を加速冷却後にした理由であるが、本手法では高温域での相変態を利用するため、できるだけ加工温度を下げて核生成サイトとなる転位の回復を抑制するためである。また、この方法は二相ステンレス鋼の熱間での相変態速度が十分に遅い[59]ことを利用しており、加速冷却直後の組織はオーステナイト相への変態が遅延した変態駆動力の高い過冷却 δ フェライト相となる。

前章の二相ステンレス鋼の課題で述べたように二相ステンレス鋼は低い熱間加工性が最大の課題であるが、提案した加工熱処理技術は結晶粒微細化と同時に熱間加工性の課題を解決する。1.2.2では二相ステンレス鋼の熱間加工性の低下要因として熱間加工温度域の二相状態で軟質な δ フェライト相にひずみが集中[13]することが原因の一つであることを述べた。一方で、提案する加工熱処理技術は、熱間加工直前の急速冷却によりオーステナイト相の生成が抑制された過冷却 δ フェライト相となり、 δ フェライト相単相に近い状態で熱間加工が可能となるため、ひずみの集中を抑制することができる。

通常のプロセスと提案した加工熱処理技術のいずれの温度加工履歴についても熱間加工後は常温まで徐冷される過程で脆化相が生成[57]する。そのため、いずれのプロセスも脆化相生成温度以上で加工を終える必要がある、また、熱間加工後の徐冷で脆化相が生成した場合は、二相ステンレス鋼で一般的に行われる固溶体化熱処理が必要となるが、固溶体化熱処理と微細結晶粒を造り込む温度域が同じであるため、加工熱処理により微細粒化した組織へ固溶体化熱処理を行っても結晶粒の粗大化は抑制される。また、図2-6に示すように固溶体化熱処理温度付近で熱間加工を行い、その後、汎用鋼の加工熱処理技術で行われる熱間加工後の加速冷却を行えば脆化相の生成が抑制でき、固溶体化熱処理の省略も可能である。

提案した加工熱処理技術は既設ラインに対し、汎用鋼では工業的に使われている加速冷却設備を加えるだけで達成できるため、ラインの連続化や生産性を保ったまま二相ステンレス鋼の結晶粒微細化と熱間加工性の改善を行うことができる。この加工熱処理技術により二相ステンレス鋼の製品特性向上と熱間加工性の改善原理が確認できれば、化学元素の添加に頼らない製造プロセスを利用した新たな開発機軸を提案できるとともに、工業化による大量生産、低コスト化により広く社会に役立つ技術になると考えられる。

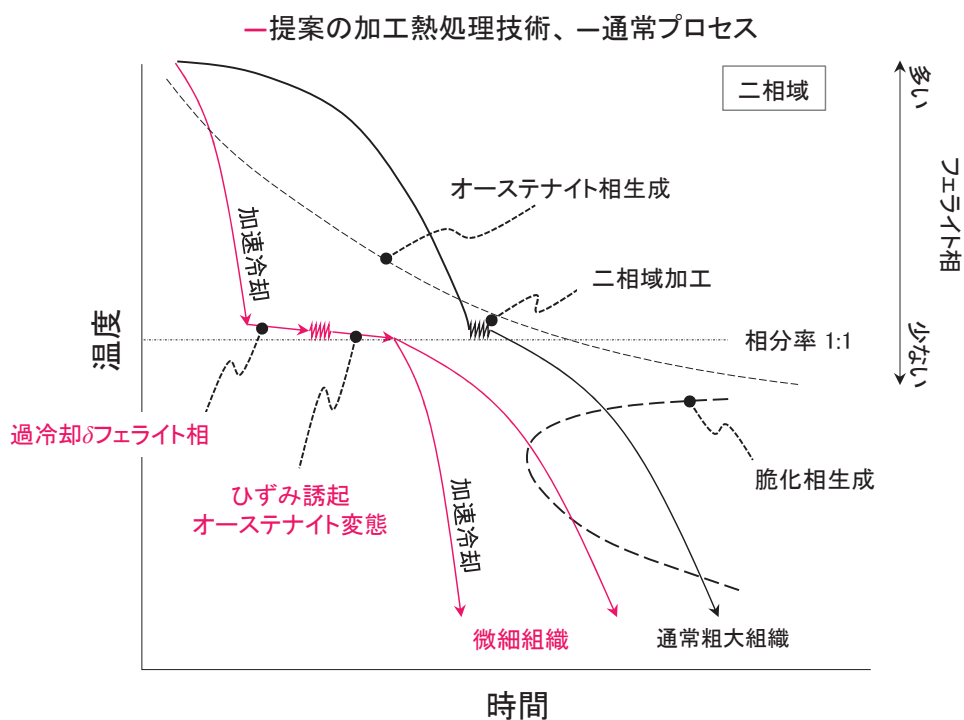


図2-6 二相ステンレス鋼の新たな加工熱処理技術による結晶粒微細化原理

2.3 対象となる二相ステンレス鋼の化学成分

提案した加工熱処理技術が対象とする鋼は熱間加工温度域で δ フェライト相とオーステナイト相を有し、温度変化によりその分率が変化する二相ステンレス鋼である。なお、二相ステンレス鋼の代表鋼種についてはすべてこれ

に当てはまる。

図2-7に汎用二相ステンレス鋼(SUS329J4L)の計算平衡状態図を示す。二相ステンレス鋼は熔融状態からの温度低下で初晶として δ フェライト相が生成し、その後の温度低下で δ フェライト相の一部がオーステナイト相へ変態する。また、熱間加工温度域である1000から1300 °C程度の温度範囲では二相状態を維持しながらも、オーステナイト相分率は温度低下とともに増加する。提案する加工熱処理技術はこの温度域の相分率変化を利用するが、加工直前の加速冷却により熱間加工温度で非平衡な組織を得るには相変態速度が十分に遅い必要がある。図2-8に図2-7で示した二相ステンレス鋼の主要元素であるCr(フェライト相形成元素)とNi(オーステナイト相形成元素)について δ フェライト相とオーステナイト相中の濃度計算結果を温度別に示す。図より δ フェライト相とオーステナイト相に含まれる元素量はいずれの熱間加工温度でも大きく異なっている。つまり、図2-7で示した相分率変化にはCrやNiの固相拡散が必要であるが、これらの元素は置換型原子であるため拡散速度が侵入型元素であるCやNに比べ大幅に遅く[59]、相変態は容易に遅延すると考えられる。二相ステンレス鋼の代表鋼種はすべて置換型元素であるCrやMo, Ni, Mnを多く含有しており、容易に非平衡な相分率を得られ、いずれの鋼種についても提案した加工熱処理技術が適用できる。

—: δ フェライト相, ---: オーステナイト相, ...: Sigma相

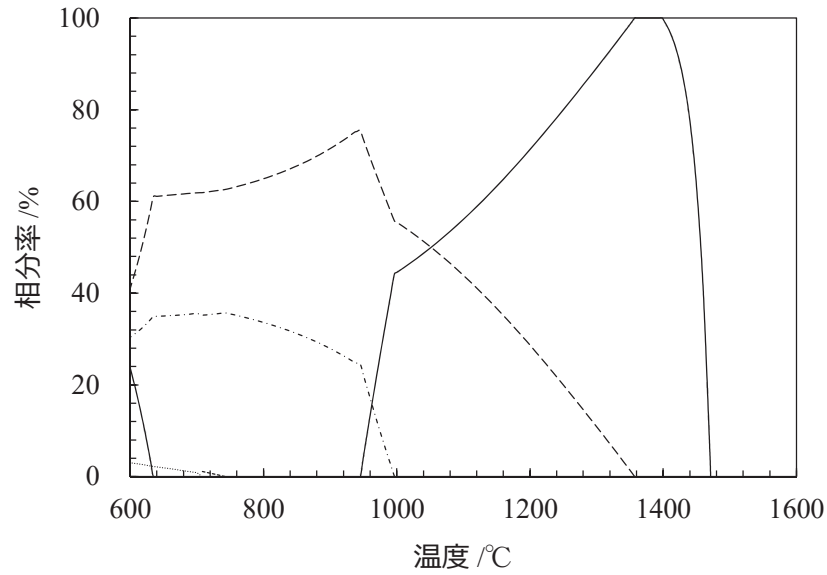


図2-7 汎用二相ステンレス鋼(SUS329J4L)の計算平衡状態図

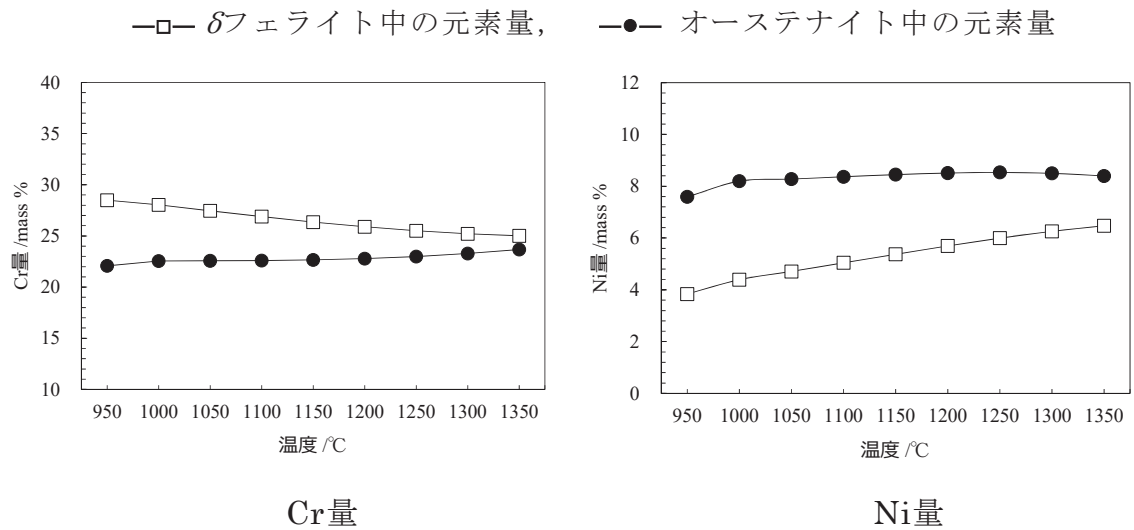


図2-8 汎用二相ステンレス鋼(SUS329J4L)の各相中の元素濃度

— 第3章 —

熱間加工直前の冷却速度が結晶粒微細化へ与える影響

第3章 熱間加工直前の冷却速度が結晶粒微細化へ与える影響

3.1 緒言

二相ステンレス鋼の結晶粒微細化は機械的特性や耐食性能の向上[13, 25, 52, 53, 54]に加え、超塑性を示す[56]などユニークな特性の発現が報告されている。一方でこれらの報告は複数回の熱処理と冷間強圧延を利用する複雑なプロセスを利用しているため研究室による基礎実験に留まっている。前章では高い生産性を有する二相ステンレス鋼の結晶粒微細化手法として、熱間加工直前の急速冷却を利用した加工熱処理技術を提案した。この手法は初期加熱温度から熱間加工温度までに起こる δ フェライト相からオーステナイト相への相変態を利用しており、急速冷却で得られる過冷却 δ フェライト相からのひずみ誘起オーステナイト相変態により結晶粒を微細化する。また、この温度加工履歴は熱間加工直前に加速冷却を行うのみで達成できるため、初期加熱から熱間成形完了までの一貫プロセス中で実現可能である。

提案した加工熱処理技術の実現性を確認するには急速冷却後に安定して過冷却 δ フェライト相が生成することを確認する必要がある。また、実生産では加速冷却速度の制限や加速冷却後に滞留時間が発生する。そのため、加速冷却速度や加速冷却後の均熱時間が過冷却 δ フェライト相の生成量に与える影響を調査することも重要となる。さらに、加工温度やひずみ速度などの熱間加工条件が結晶粒径に与える影響を定量的に測定し、微細粒化に必要な条件を組織形成メカニズムとともに明らかにする必要がある。

本章では提案した加工熱処理技術の結晶粒微細化効果を調査するために小型試験片による熱処理試験と熱間単軸圧縮試験、組織解析を行った。実験では通常のプロセスと加工熱処理技術の温度履歴模擬試験を行い、それぞれの条件について熱間加工直前と単軸圧縮加工後に形成される組織を調査した。

また、詳細な結晶方位解析を行い、温度加工履歴が相分率や各相の分布、結晶粒径に与える影響を定量的に比較するとともに、提案した加工熱処理技術の組織形成メカニズムを提案した。

3.2 実験方法

3.2.1 供試材

供試材の化学成分を表3-1に示す。化学成分は汎用的な二相ステンレス鋼であるSUS329J4L(25Cr-7Ni-3Mo)について規格の範囲内で化学成分を調整した。化学成分調整の方法を図3-1に示す計算平衡状態図を用いて説明する。供試材の化学成分は熱間加工直前に多くの過冷却 δ フェライト相を得ることを目的に調整した。熱間加工直前の過冷却 δ フェライト相を多く生成させるには、初期加熱温度の δ フェライト相分率を上昇させることが有効である。そのため、本供試材ではオーステナイト形成元素であるC, N, Ni, Mn量が素材規格の範囲内で低減されており、初期加熱温度である1300 °C以上では δ フェライト相が単相に近い相分率となる。初期加熱温度で生成した δ フェライト相は熱間加工直前の急速冷却により過冷却 δ フェライト相になるが、熱間加工温度域では加熱温度からの温度差が大きい程、過冷度が増して変態駆動力が上昇する。一方で、第2章で述べたように二相ステンレス鋼は熱間加工温度が低下すると組織中にSigma相などの金属間化合物が生じる[57]。Sigma相は熱間から常温のいずれの温度域でも極めて脆性的[60]であるため生成させることは好ましくない。Sigma相の生成温度と量はMo量に大きく影響を受ける[57, 60]ことが知られており、Mo量の低減により生成を抑制できる。そこで本検討ではMo量を規格成分範囲下限の2.5 %とし、Sigma相の生成温度を970 °C程度まで低下させた。以上の成分調整により加熱温度から970 °Cまでの間で加工熱処理技術を適用することが可能である。

表3-1 供試材 (SUS329J4L) の化学成分

(wt %)						
C	Si	Mn	Ni	Cr	Mo	N
0.01	0.1	0.1	6.5	25.0	2.5	0.11

…: δフェライト相, -: オーステナイト相, ---: Sigma相

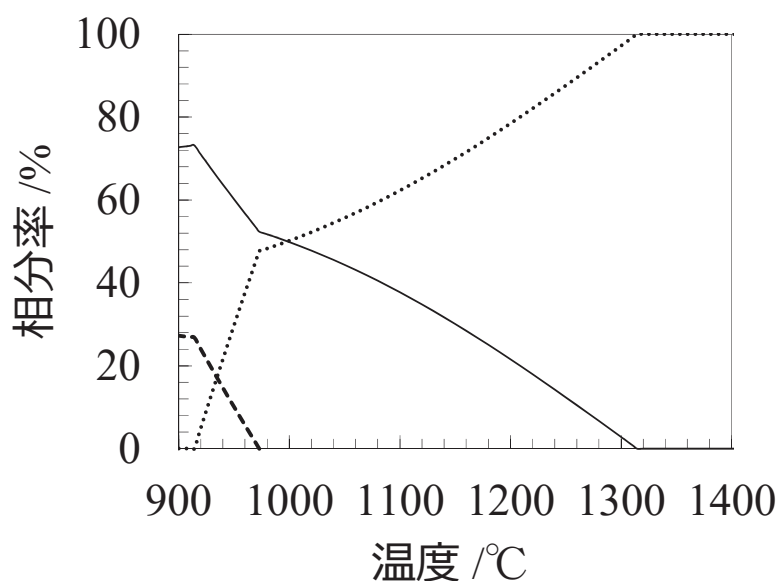


図3-1 供試材の計算平衡状態図

3.2.2 温度加工履歴

小型試験片を用いて温度加工履歴が組織変化に与える影響を調査した。試験片形状は径D 8.0 mm, 長さL 12.0 mmの円柱形状とした。なお, 試験片は表3-1の化学成分で170 ×170 mmのインゴットを溶製後, 厚さt 30 mmまで熱間圧延を行い, 鋼板と試験片の長手方向が一致するように採取した。試験片の温度制御は誘導加熱とN₂ガス冷却により行った。

加工熱処理後の組織観察を行う前に, 熱間加工直前の温度履歴のみを模擬

した熱処理実験により加工熱処理技術による過冷却 δ フェライト相の生成量を確認した。図3-2に熱間加工直前の冷却速度変化が過冷却 δ フェライト相の生成量に与える影響を調査した熱処理条件を示す。初期加熱温度は δ フェライト相が多く生成する1300 °Cとし、均熱時間は300 sとした。また、熱間加工直前の温度を1000 °Cと設定し、その温度までの冷却速度を変化させて過冷却 δ フェライト相の生成量への影響を調査した。熱間加工直前の冷却速度は0.1, 0.5, 1.0, 3.0, 5.0, 7.0, 10.0 °C/sと、加熱温度から30 °C/sで急速冷却を行った計8条件とした。冷却後は3.0 sの均熱時間を与え試験片全体が同一温度になる時間を与えた。なお、均熱時間については予備試験として試験片外表面と試験片中央部に穴をあけて取り付けた熱電対の温度履歴を比較し、温度差がなくなる時間を確認して決定した。

図3-3に熱間加工直前の等温滞留時間が過冷却 δ フェライト相の生成量に与える影響を調査した熱処理条件を示す。初期加熱温度や均熱時間は図3-2と同じ条件とし、熱間加工直前の冷却速度を通常プロセス模擬として0.1 °C/sの徐冷、加工熱処理模擬として30.0 °C/sの急速冷却条件とした。冷却停止温度は図3-2と同じ1000 °Cとし、3.0 sの均熱後、10.0, 100.0, 1000.0 sの等温滞留時間を与えた。いずれの熱処理条件についても組織凍結のために1000 °C以下の冷却は急速冷却を行った。

図3-4に加工熱処理技術による結晶粒微細化効果を調査するために実施した熱間単軸圧縮試験の温度加工履歴を示す。初期加熱温度は図3-2、図3-3の熱処理条件と同じ1300 °Cとし、熱間加工直前の冷却速度は通常プロセス模擬条件(a) 0.1 °C/s、加工熱処理模擬条件(b) 30.0 °C/sとした。単軸圧縮加工は1パスで行い、圧縮量は60 %とした。加工温度は970, 1000, 1050 °Cの3条件とし、ひずみ速度 $\dot{\epsilon}$ を0.1, 1.0, 10.0 s⁻¹とした。いずれの試験についても熱間加工後は相変態を完了させるため300 sの等温保持を行い、その後、組織凍結のため急速冷却を行った。

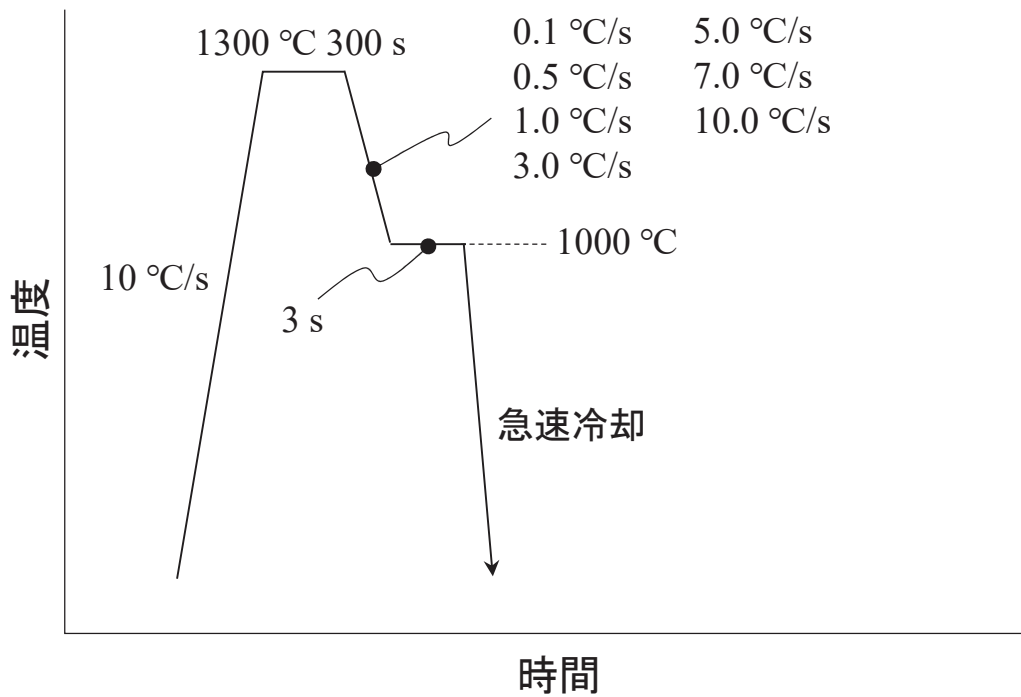


図3-2 熱間加工直前の加速冷却速度を変化させた熱処理条件

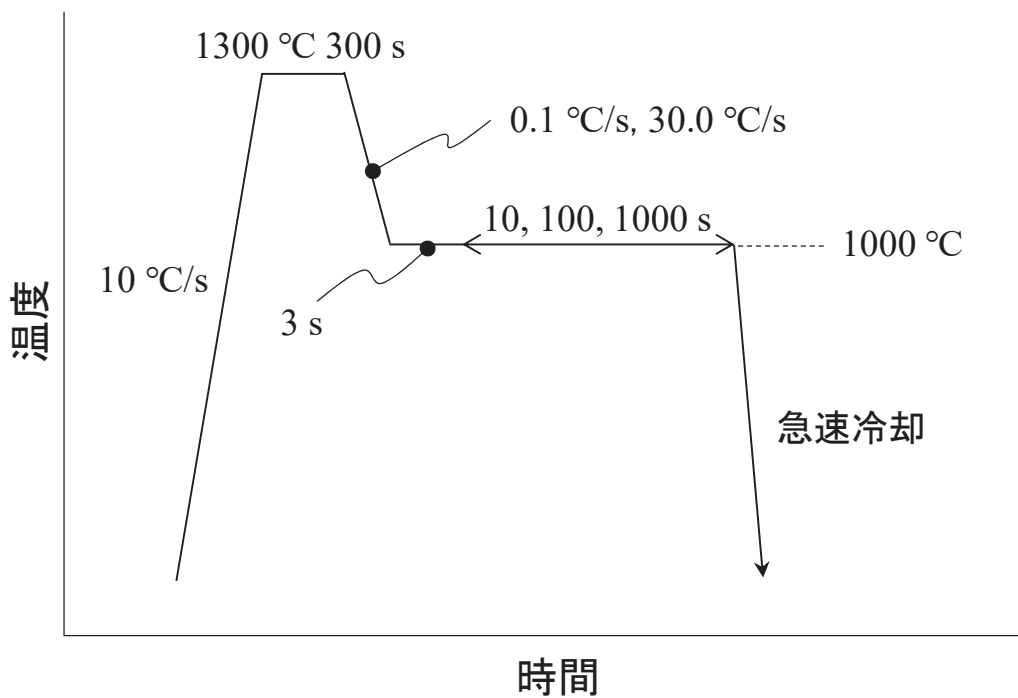


図3-3 熱間加工直前の等温保持時間を変化させた熱処理条件

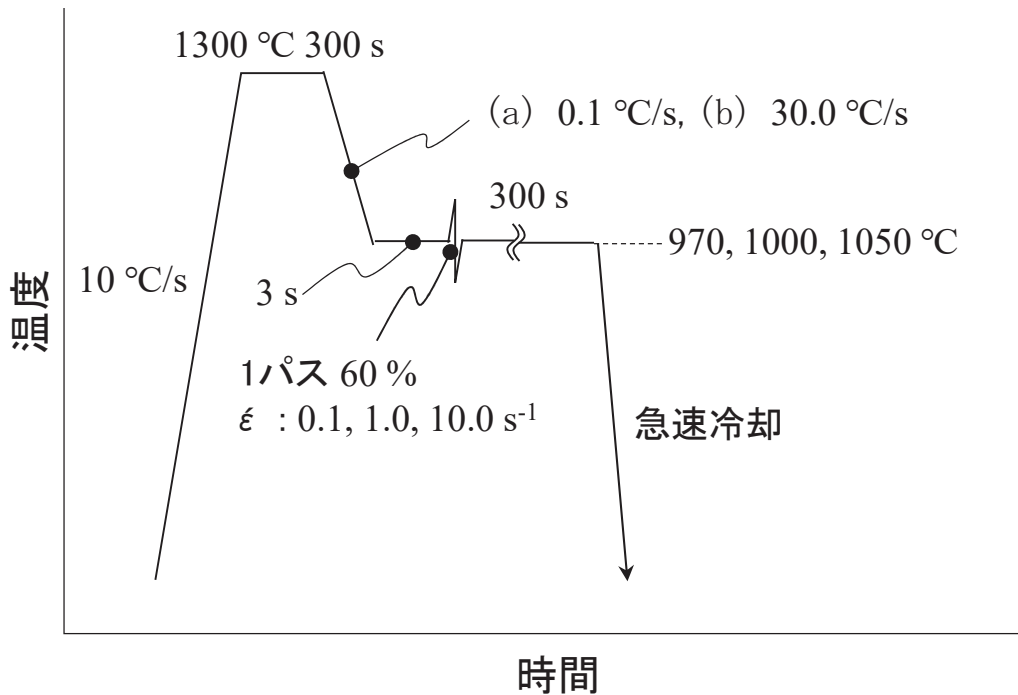


図3-4 熱間加工直前の冷却速度を変化させた単軸圧縮試験の温度加工履歴

3.2.3 組織観察方法

熱処理，熱間単軸圧縮試験後の試験片は長さ方向1/2位置で輪切り切断を行い，その断面中心部について電子顕微鏡，または光学顕微鏡による組織観察を行った。また，EBSD (Electron Back Scatter Diffraction)による二相分率測定や脆化相の生成有無，粒径の定量評価を行った。なお，二相ステンレス鋼は δ フェライト相やオーステナイト相，脆化相の結晶構造がすべて異なるためEBSDで容易に分離して評価可能である。電子顕微鏡，光学顕微鏡観察の観察面は，アルミナ粉で鏡面まで研磨を行い，王水腐食により調整した。EBSD観察については鏡面研磨後にコロイダルシリカで仕上げ研磨を行い，電解研磨により表面ひずみ層を完全に除去して調整した。

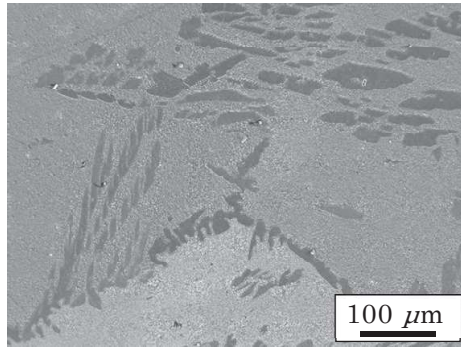
3.2.4 ビッカース硬度測定方法

二相ステンレス鋼は微細粒化により強度向上が報告[52, 53]されている。そのため、微細粒化を達成すれば強度特性と関係が強い硬度も向上する。また硬度は顕微鏡観察に比べ、より広範囲かつ深さ方向の情報が得られる。そこで、**図3-4**の実験で得られる圧縮試験片について圧縮方向のビッカース硬度を調査した。試験荷重は1.0 kgとし、試験片中央について5点測定した。

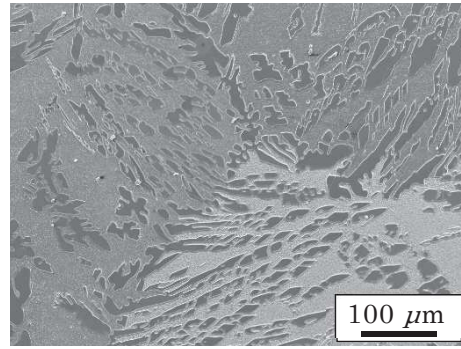
3.3 実験結果

3.3.1 熱処理後の組織観察結果

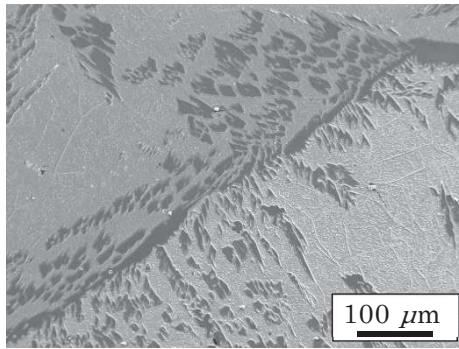
熱間加工前の冷却速度が熱間加工直前の組織に与える影響を調査した熱処理実験(**図3-2**参照)の電子顕微鏡写真を**図3-5**に示す。また、EBSDにより測定したオーステナイト相分率変化を**図3-6**に示す。光学顕微鏡の観察結果より、冷却速度が最も早い10.0 °C/sでは、旧 δ フェライト粒界と粒内に僅かにオーステナイト相がそれぞれフィルム状、針状形状で観察され、初期加熱温度から急速冷却を行った条件に近い組織形態であった。一方で、熱間加工前の冷却速度が低下した条件では、オーステナイト相が粒成長し、特に針状形状のオーステナイト粒はアスペクト比の大きな棒状へ成長した。EBSDの結果より、オーステナイト相分率は冷却速度上昇により低下し、5.0 °C/s以上で飽和した。また、飽和した値は初期加熱温度から急速冷却を行った条件の相分率6.6 %に近い値であった。つまり、この化学成分と初期加熱温度条件では5.0 °C/s以上の冷却速度で相変態に必要な元素の拡散速度に対して十分に早い冷却速度となり、初期加熱温度で生成する δ フェライト相のほとんどを過冷却状態にできたと結論できる。一方で比較的遅い冷却速度条件1.0, 3.0 °C/sについても0.1 °C/sの条件に対してオーステナイト相分率が大きく低下しており、加工熱処理技術は幅広い冷却速度範囲で効果が期待される。



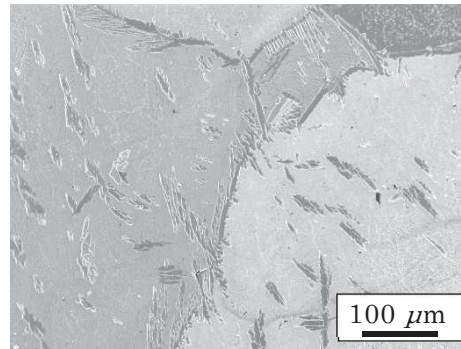
0.1 °C/s



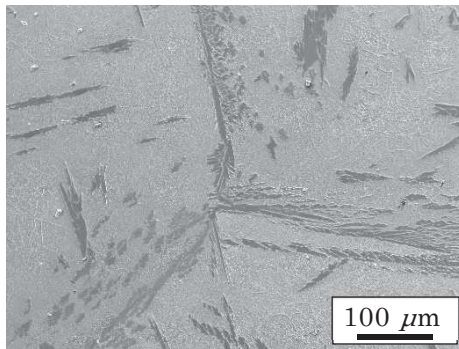
0.5 °C/s



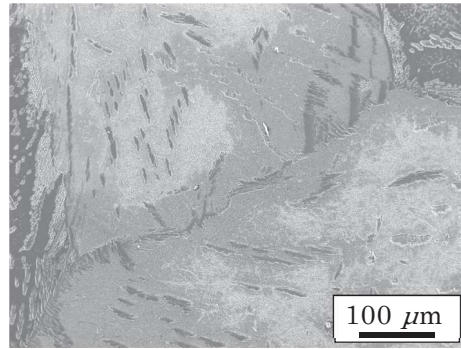
1.0 °C/s



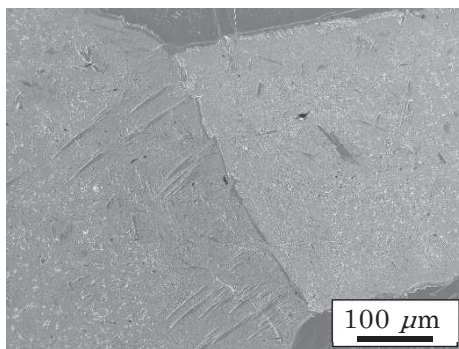
3.0 °C/s



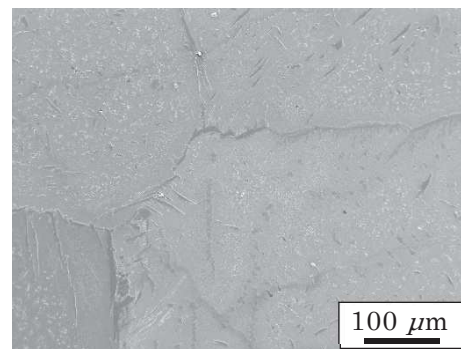
5.0 °C/s



7.0 °C/s



10.0 °C/s



初期加熱温度から急速冷却

図3-5 熱間加工直前に冷却速度を変化させた熱処理条件の電子顕微鏡写真

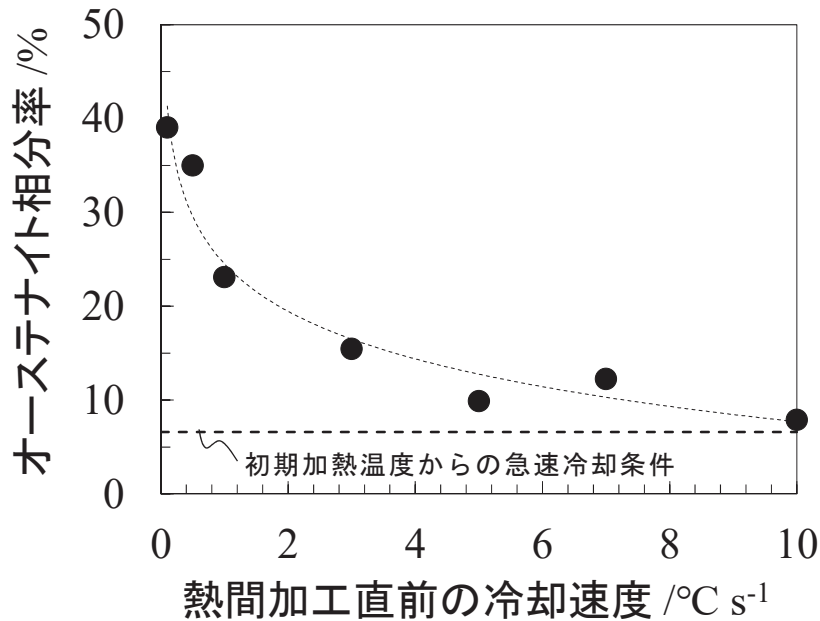
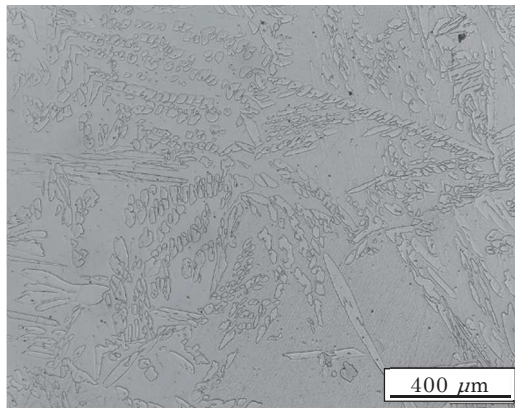


図3-6 熱間加工直前に冷却速度を変化させた熱処理条件の相分率変化

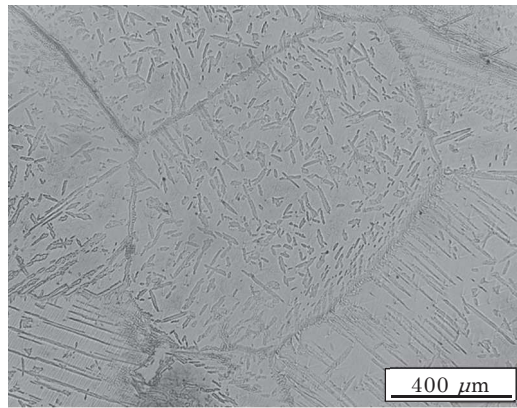
熱間加工直前の等温保持時間が相分率に与える影響を調査した熱処理実験(図3-3参照)の光学顕微鏡写真を図3-7に示す。また、EBSDにより測定したオーステナイト相分率変化を図3-8に示す。通常プロセス模擬の冷却速度条件0.1 °C/sでは等温保持時間によらず、粗大な棒状に成長したオーステナイト粒が観察された。等温保持時間変化が組織に影響しなかった理由は、1000 °Cまでの冷却過程で平衡に近い状態に達し、その後、粒成長や相分率変化が無かったためである。加工熱処理模擬の冷却速度条件30.0 °C/sでは、等温保持時間10 sの条件は図3-5で示した3.0 s均熱後の組織と大きな変化がなく、非平衡状態を維持していた。しかし、等温保持時間が100, 1000 sと増加すると、等温保持時間10 sで確認されるフィルム状、針状のオーステナイト粒の成長と、新たに δ フェライト粒内に核生成した針状のオーステナイト粒の増加によりオーステナイト相分率が増加した。また、冷却速度条件0.1 °C/sではオーステナイト粒が低密度で粗大に成長しているのに対し、冷却速度条件30.0 °C/sでは小さく針状のオーステナイト粒が高密度で観察され、粒成長よ

りも核生成が優先していた。汎用鋼の加工熱処理では冷却速度と温度差の増加により変態駆動力が高まると、粒成長よりも核生成が優先となる[61]。汎用鋼はフェライト相変態時の過冷度を利用するが、 δ フェライト相からオーステナイト相への変態を利用する二相ステンレス鋼の加工熱処理技術でも、汎用鋼と同様に過冷度により変態駆動力が高まり、核生成が優先して起こったと考えられる。

冷却速度条件30.0 °C/sのEBSDによるオーステナイト相分率の測定結果より、等温保持時間1000 sでは冷却速度条件0.1 °C/sと同程度の相分率が確認され、過冷却 δ フェライト相は失われていた。一方で、等温保持時間10, 100 sの条件についてはオーステナイト相変態が完了しておらず過冷却状態を維持していた。以上より、この化学成分と加速冷却条件では等温保持時間10 sまで高い過冷度が得られ、その一部は等温保持時間100 s後も維持できることを確認した。実生産での加速冷却後の滞留時間は長くても数十秒であるため、実用の滞留時間の範囲内において加工熱処理技術の適用が期待できる。

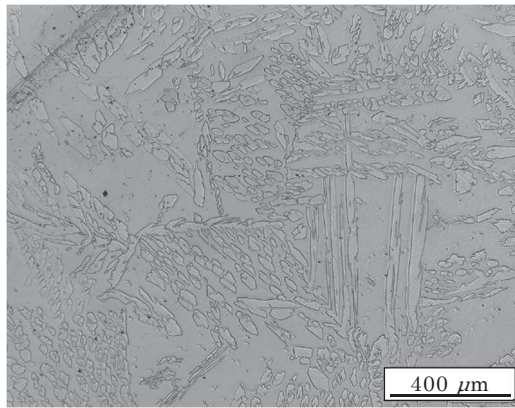


(a) 0.1 °C/s

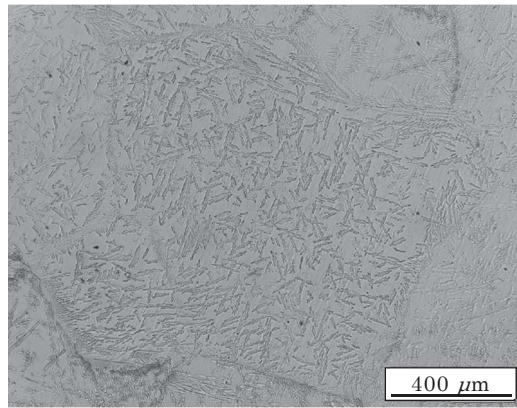


(b) 30.0 °C/s

等温保持時間 10 s

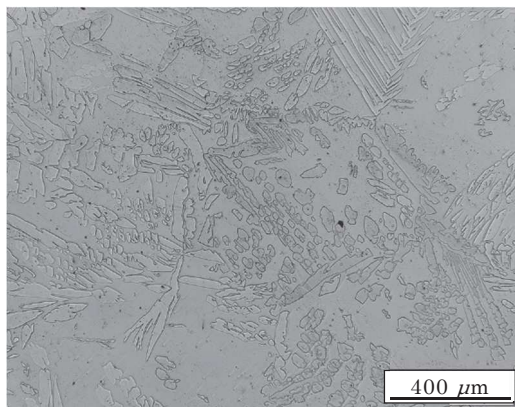


(a) 0.1 °C/s

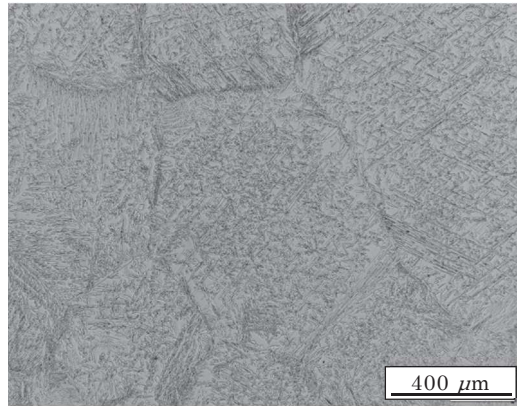


(b) 30.0 °C/s

等温保持時間 100 s



(a) 0.1 °C/s



(b) 30.0 °C/s

等温保持時間 1000 s

図3-7 等温保持時間を変化させた熱処理条件の光学顕微鏡写真

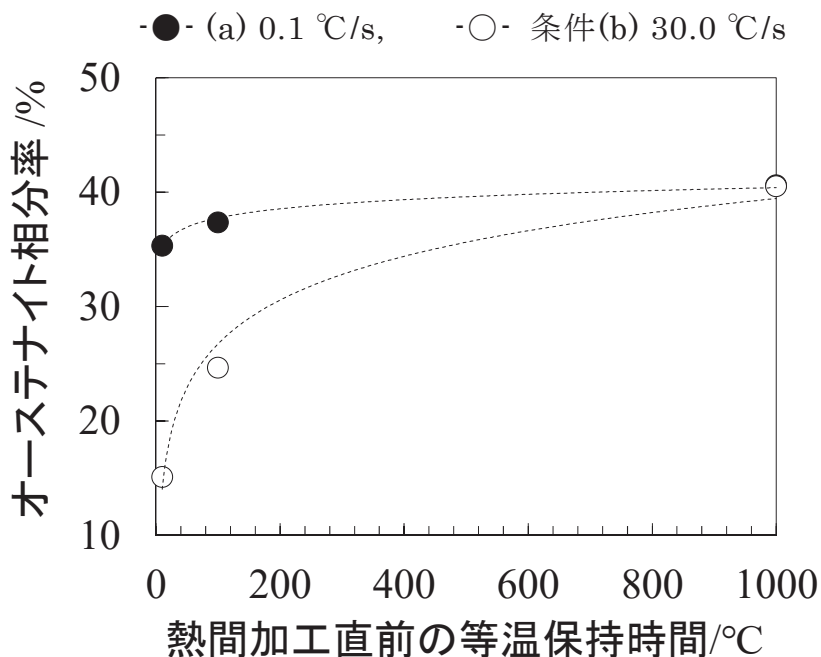
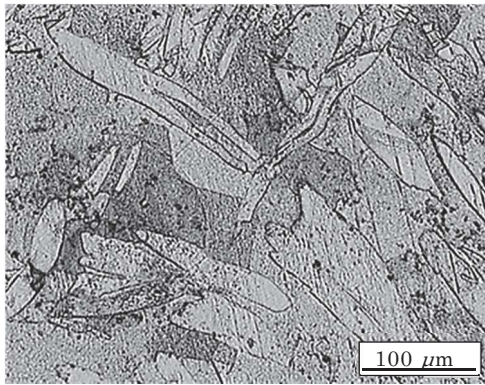


図3-8 等温保持時間とオーステナイト相分率の関係

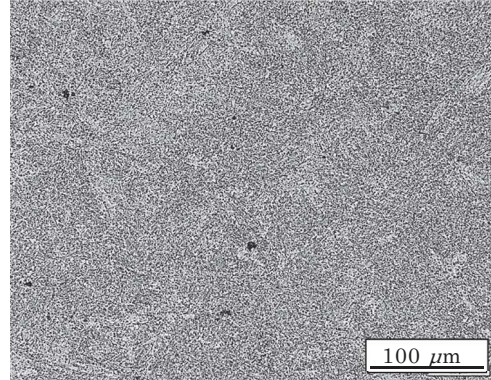
3.3.2 熱間単軸圧縮試験後の組織観察結果

熱間単軸圧縮試験(図3-4参照)後の光学顕微鏡写真をひずみ速度別に図3-9から図3-11に示す。通常プロセス模擬条件(a) 0.1 °C/sでは、加工条件によらず数百 μm に延伸した粗大粒が観察され、熱間加工直前に存在した棒状の粗大粒が圧縮加工により延伸していた。一方の加工熱処理模擬条件(b) 30.0 °C/sでは加工条件によらず微細組織化が確認された。微細化された組織は数から数十 μm の球状、または楕円形状の微細粒で構成され、僅かに数十から数百 μm の延伸粒が含まれていた。図3-5で示した熱間加工直前の光学顕微鏡観察結果から、この延伸粒は熱間加工直前に観察された針状オーステナイト粒が加工により延伸して生成したと考えられる。一方で球状、または楕円形状の微細粒はひずみ誘起変態で生成したオーステナイト粒と考えられる。

以上の結果より、加工熱処理技術による微細組織化を確認した。一方で、粒径や相分率などの定量的な分析やSigma相の生成有無については光学顕微鏡観察では困難であった。

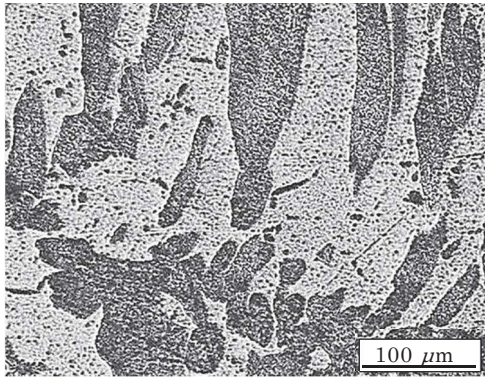


(a) 0.1 °C/s

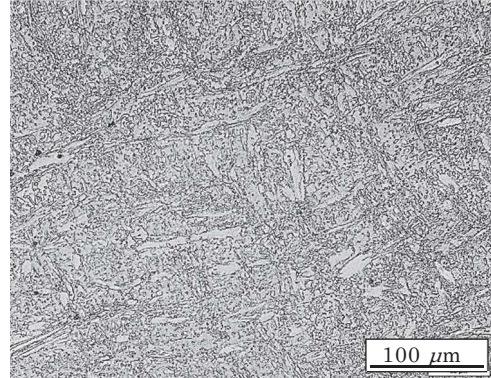


(b) 30.0 °C/s

加工温度 970 °C

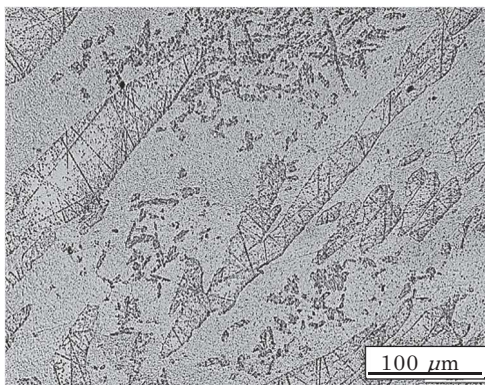


(a) 0.1 °C/s

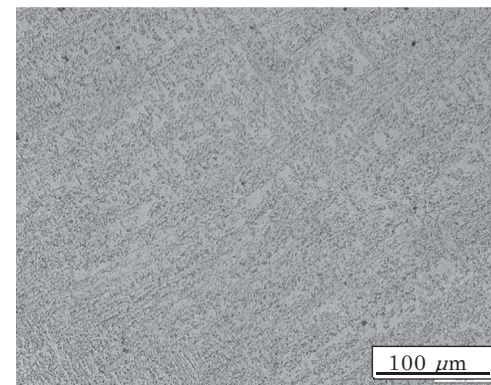


(b) 30.0 °C/s

加工温度 1000 °C



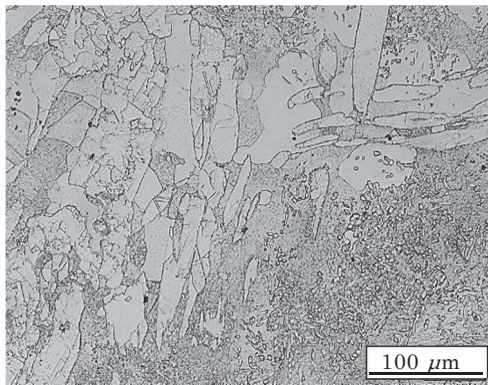
(a) 0.1 °C/s



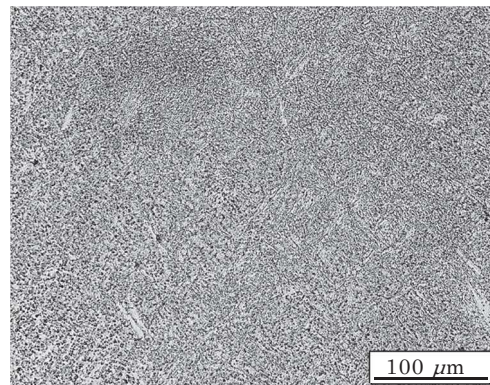
(b) 30.0 °C/s

加工温度 1050 °C

図3-9 ひずみ速度 0.1 s^{-1} の光学顕微鏡観察写真

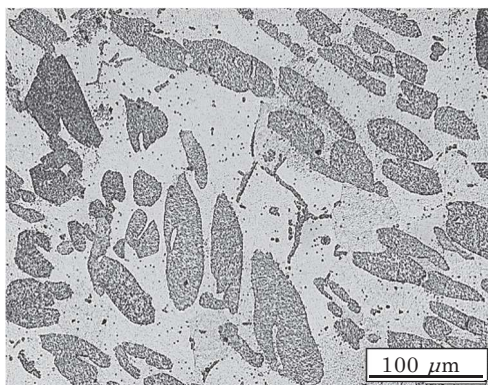


(a) 0.1 °C/s

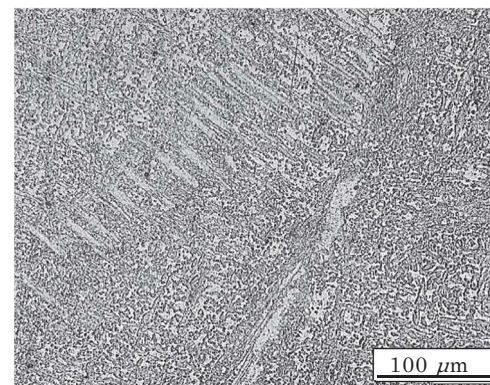


(b) 30.0 °C/s

加工温度 970 °C

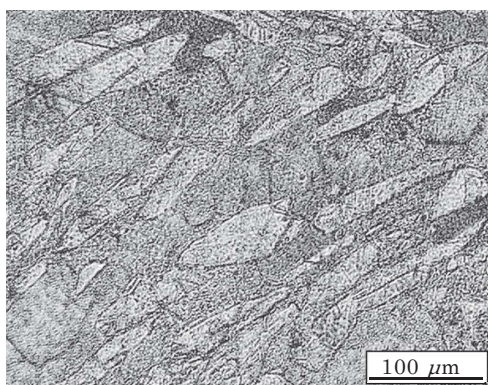


(a) 0.1 °C/s

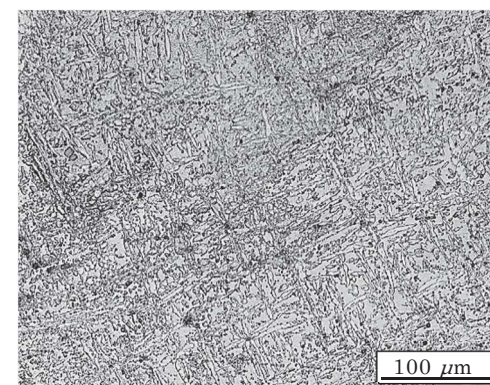


(b) 30.0 °C/s

加工温度 1000 °C



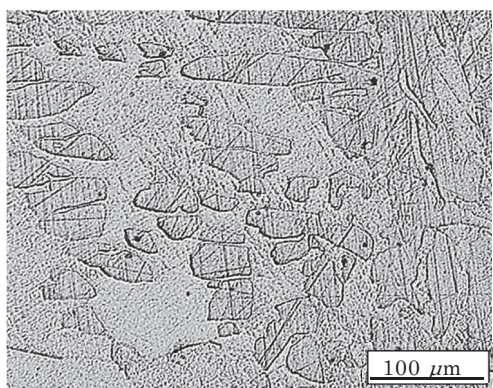
(a) 0.1 °C/s



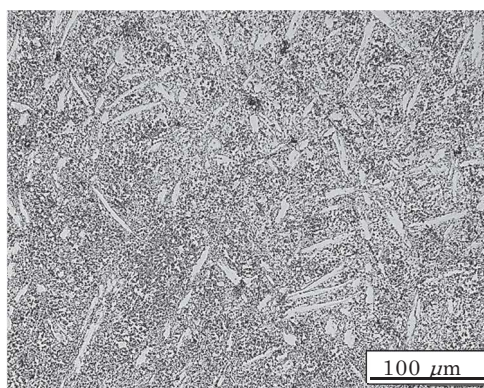
(b) 30.0 °C/s

加工温度 1050 °C

図3-10 ひずみ速度 1.0 s^{-1} の光学顕微鏡観察写真

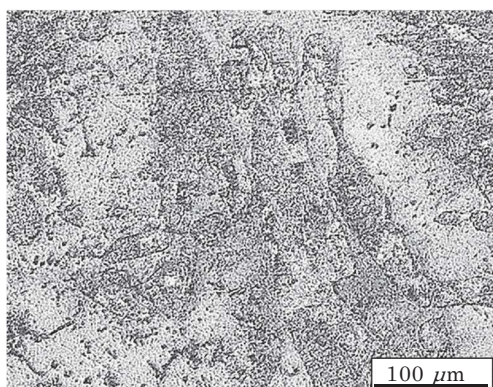


(a) 0.1 °C/s

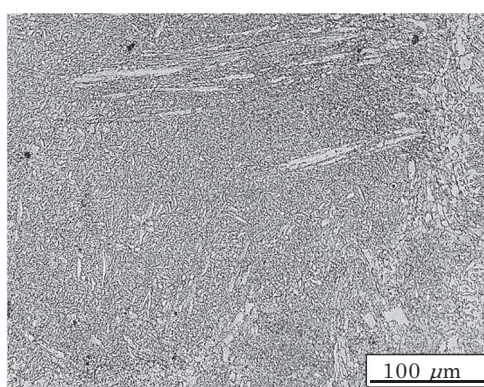


(b) 30.0 °C/s

加工温度 970 °C

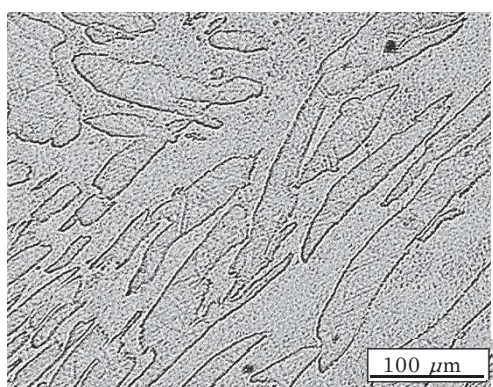


(a) 0.1 °C/s

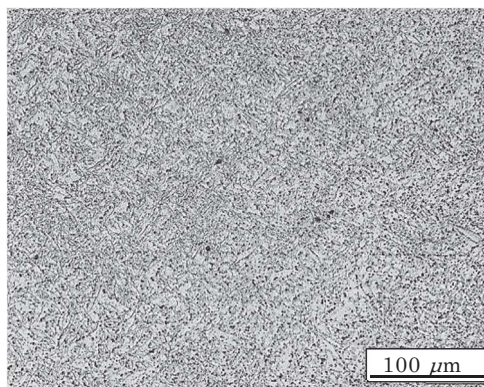


(b) 30.0 °C/s

加工温度 1000 °C



(a) 0.1 °C/s



(b) 30.0 °C/s

加工温度 1050 °C

図3-11 ひずみ速度10.0 s⁻¹の光学顕微鏡観察写真

3.3.3 二相分率と相分布観察結果

光学顕微鏡観察により熱間加工直前の加速冷却で微細組織化することを確認した。一方で、加工条件が二相分率やSigma相の生成有無に与える影響について定量的な分析は困難であった。また、加工熱処理技術では微細組織化に非平衡な過冷却状態を利用している。そのため、微細粒化された最終組織が通常プロセスと同じ平衡状態に近い二相分率を得られているか確認が必要である。本節では、これらの調査を目的にEBSDを用いた結晶方位解析を行った。

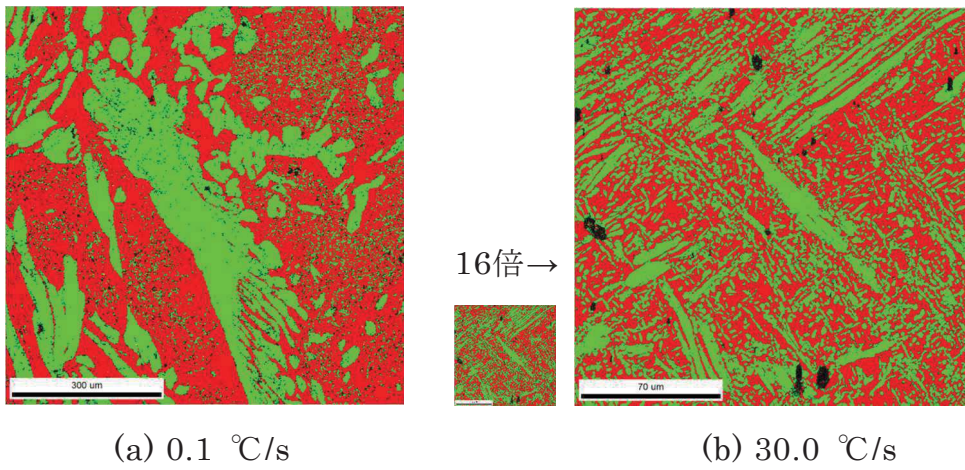
通常プロセス模擬条件(a) 0.1 °C/sと加工熱処理模擬条件(b) 30.0 °C/sの圧縮加工後のPhaseマップをひずみ速度別に図3-12から図3-14に示す。また、EBSDより得られたオーステナイト相分率を図3-15に示す。なお、条件(a) 0.1 °C/sと(b) 30.0 °C/sでは組織の細粒度が大きく異なるため条件(b) 30.0 °C/sは条件(a) 0.1 °C/sの16倍で表示した。また、今回の化学成分と温度加工履歴ではSigma相は生成しないことを確認したため、Phaseマップでは非表示とした。

条件(a) 0.1 °C/sのPhaseマップより、光学顕微鏡で観察された粗大進展粒はオーステナイト相であることを確認した。また、オーステナイト相分率の測定結果より条件(a) 0.1 °C/sでは加工条件に相関なく相分率は35から45 %の範囲であることを確認した。3.3.1の熱処理試験後の光学顕微鏡観察(図3-2)より条件(a) 0.1 °C/sは熱間加工直前に平衡状態に近い準安定状態であることを確認している。そのため、EBSDで確認されたオーステナイト相分率のばらつきはEBSDの測定面積が粒径に対し不足していたためと考えられる。なお、異方性のない材料の相分率測定には広範囲を測定できるX線回折を用いることが多いが、本実験の組織は圧縮集合組織が確認されたためEBSDによる評価としている。

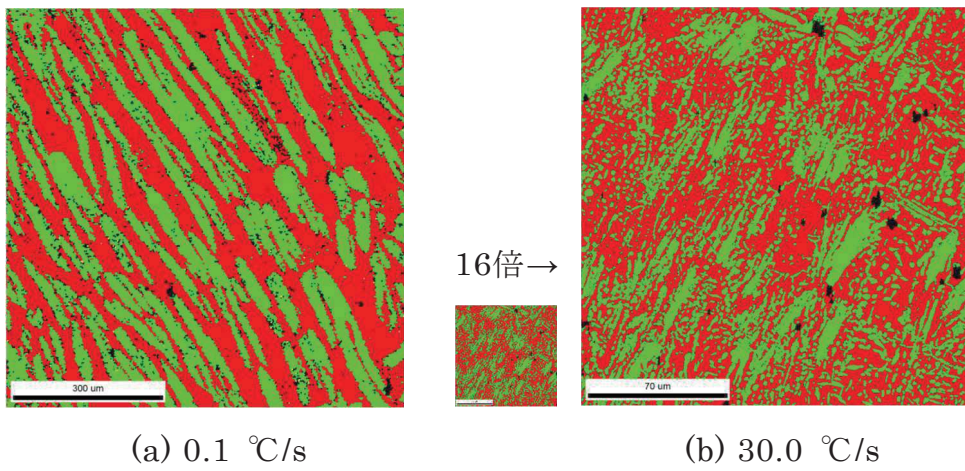
条件(b) 30.0 °C/sのPhaseマップより，光学顕微鏡で観察された球状や楕円状の微細粒と，数十から数百 μm のアスペクト比の大きな延伸粒のいずれについてもオーステナイト相であることを確認した。また，オーステナイト相分率測定結果より，条件(b) 30.0 °C/sの相分率はすべての加工条件で，平衡状態に近いと考えられる条件(a) 0.1 °C/sと同程度，または上回ることを確認した。つまり，急速冷却により熱間加工直前に非平衡な組織であった条件(b) 30.0 °C/sは，加工後の300 sの等温保持により平衡状態に近い相分率までひずみ誘起オーステナイト相変態が完了した。

以上の調査より，提案した加工熱処理技術では，ひずみ誘起変態で生成するオーステナイト粒の微細粒化と，脆化相等の生成なく製品特性上必要な二相分率が得られることを確認した。

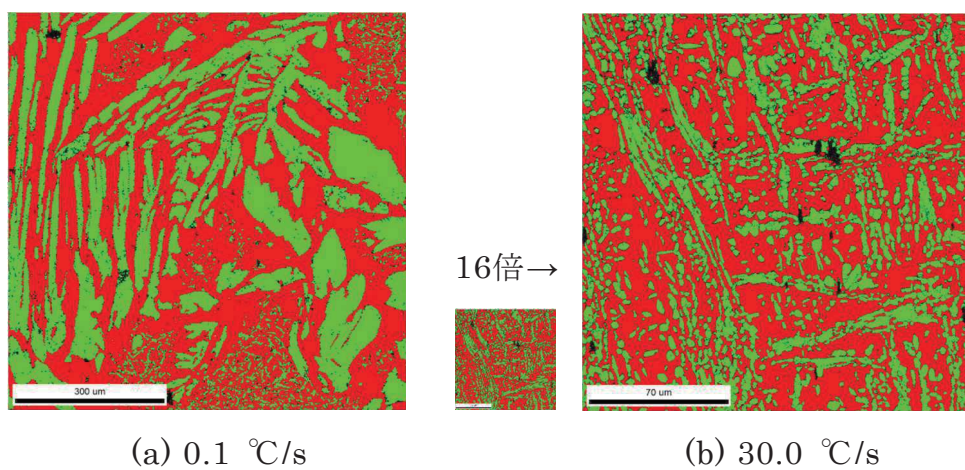
■: δ フェライト相, ■: オーステナイト相



加工温度 970 °C



加工温度 1000 °C



加工温度 1050 °C

図3-12 ひずみ速度 0.1 s^{-1} のPhaseマップ

■: δ フェライト相, ■: オーステナイト相

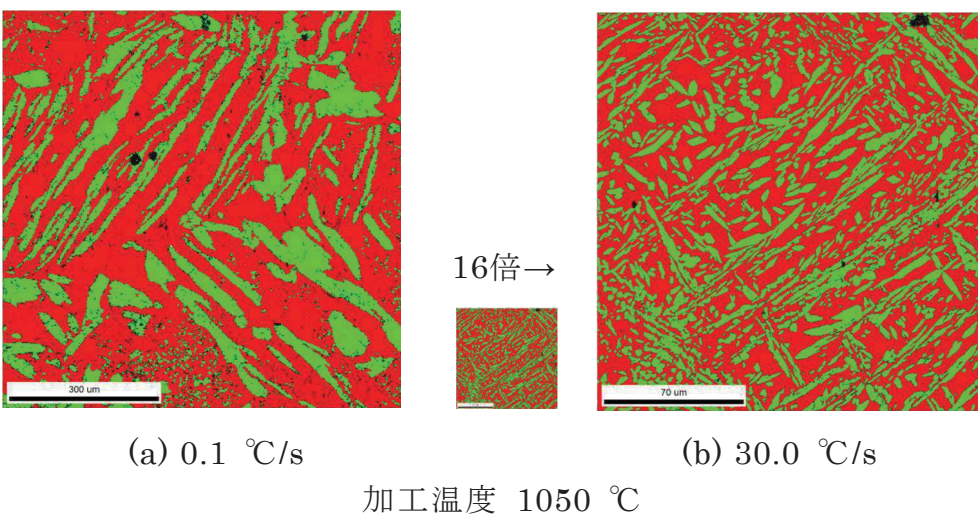
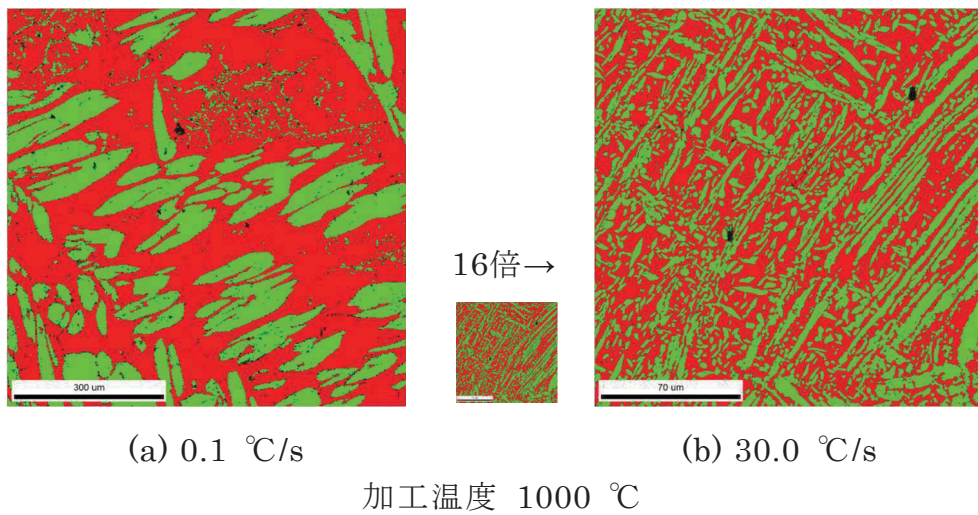
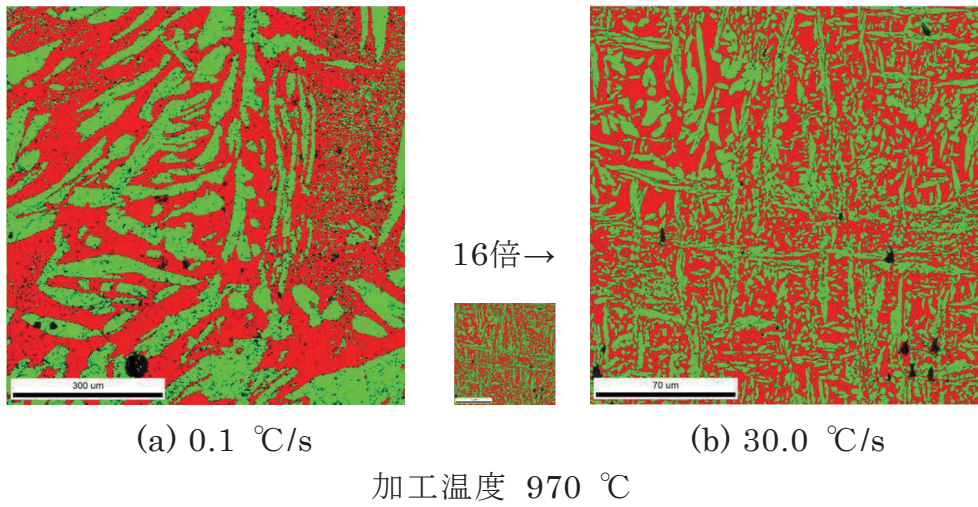


図3-13 ひずみ速度 1.0 s^{-1} のPhaseマップ

■: δ フェライト相, ■: オーステナイト相

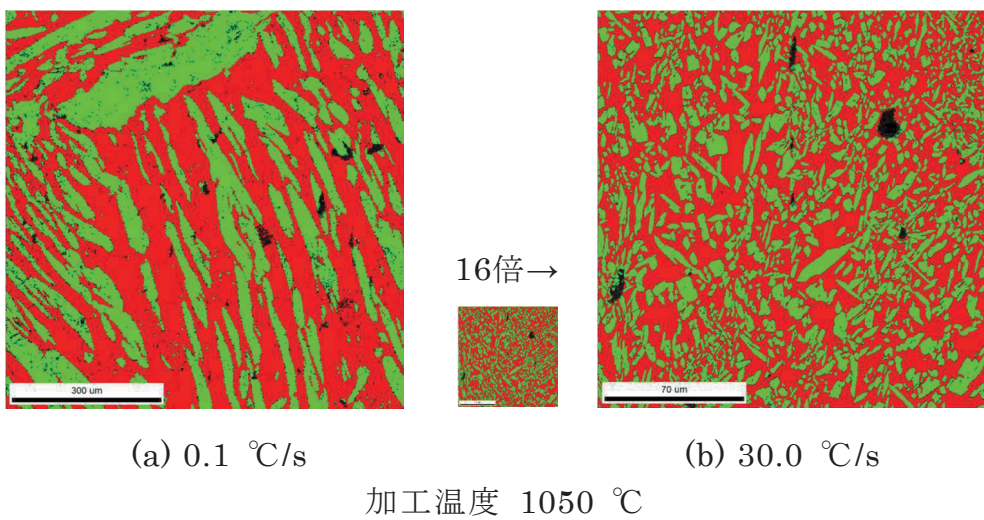
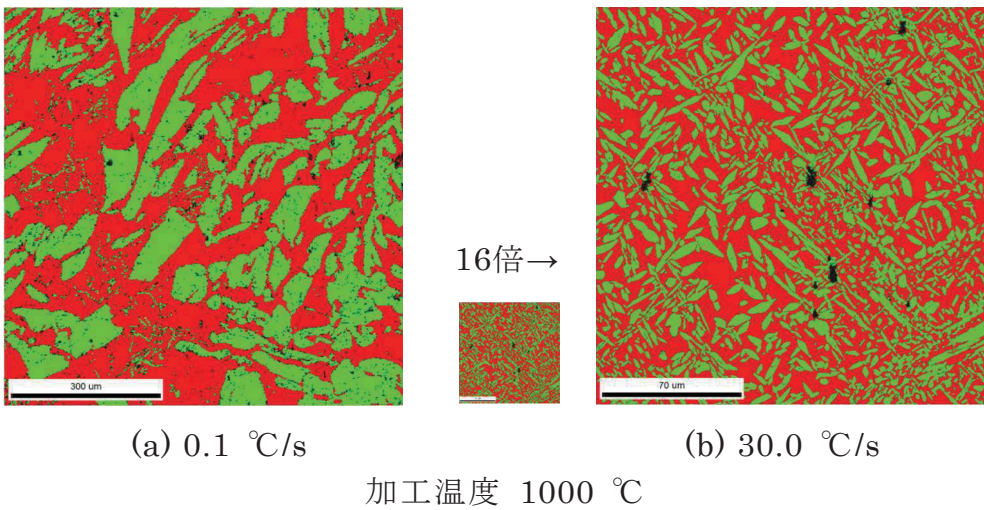
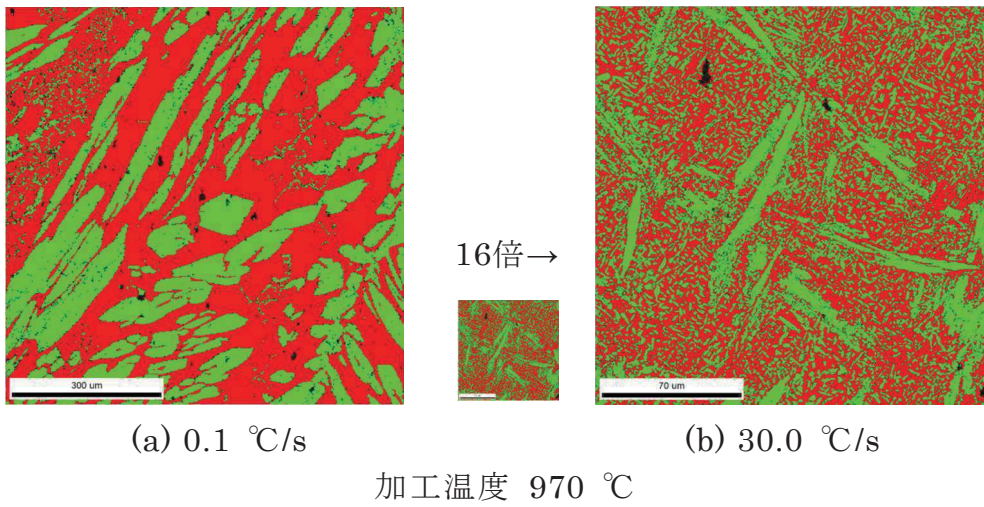
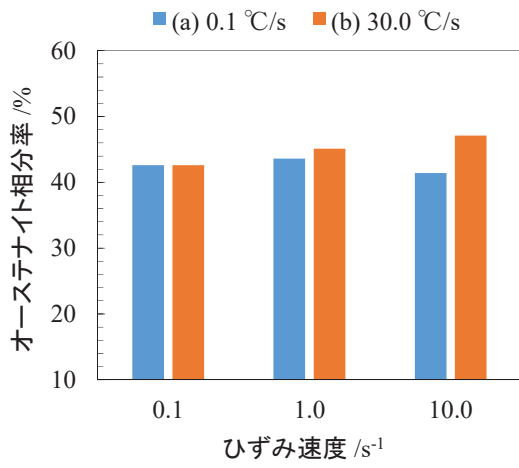
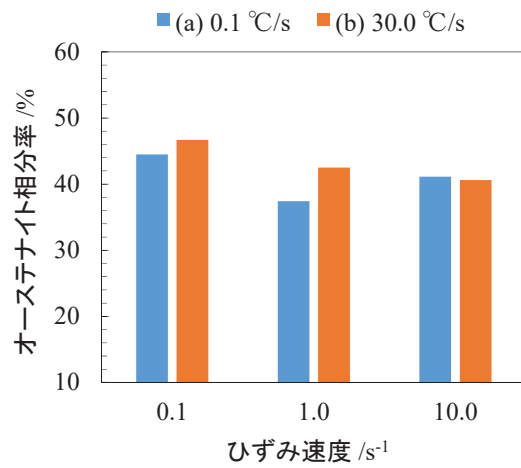


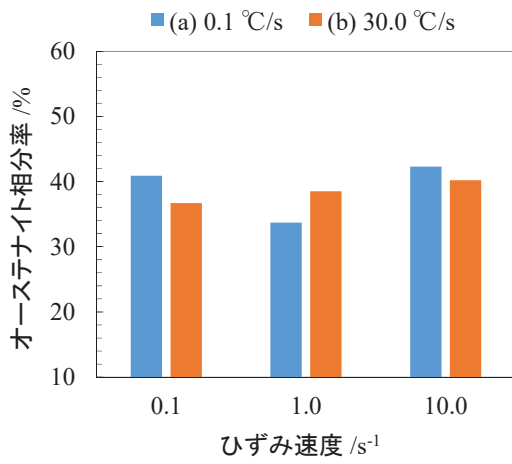
図3-14 ひずみ速度 10.0 s^{-1} のPhaseマップ



加工温度 970 °C



加工温度 1000 °C



加工温度 1050 °C

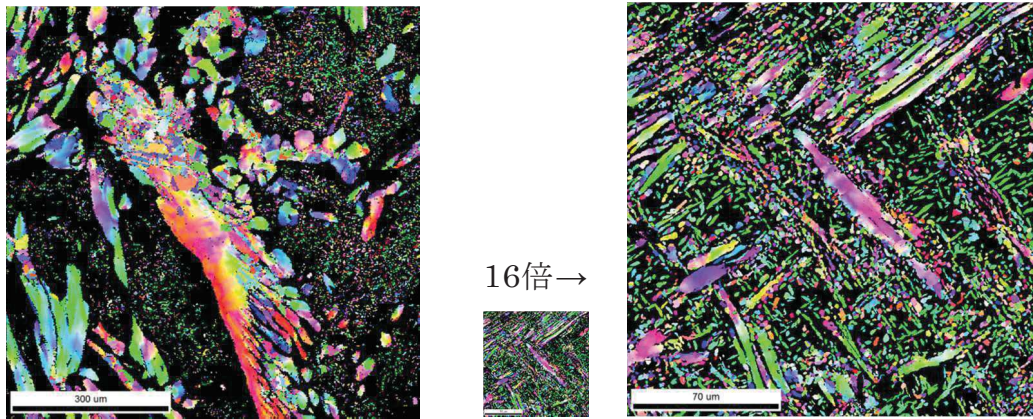
図3-15 熱間圧縮試験後の加工温度別のオーステナイト相分率

3.3.4 粒径の定量評価結果

前項の調査で、加工熱処理技術によるオーステナイト粒の微細粒化を確認した。本項では機械的特性に影響を与える粒径についてEBSDによる定量測定を行った。測定はオーステナイト相と δ フェライト相を分離して行い、粒界の方位差が 15° 以上を別の結晶粒と定義した。また、結晶粒径は測定された結晶粒の面積で真円を描いたときの直径と定義した。なお、加工熱処理模擬条件(b) $30.0\text{ }^\circ\text{C/s}$ はひずみ誘起変態で微細に生成したオーステナイト粒を観察する目的で熱間加工直前に存在した旧 δ フェライト粒内を観察した。

通常プロセス模擬条件(a) $0.1\text{ }^\circ\text{C/s}$ と加工熱処理模擬条件(b) $30.0\text{ }^\circ\text{C/s}$ のオーステナイト相のIPF (Inverse Pole Figure) マップをひずみ速度別に図3-16から図3-18に示す。条件(a) $0.1\text{ }^\circ\text{C/s}$ については高い加工温度と高ひずみ速度の組み合わせである加工温度 $1000\text{ }^\circ\text{C}$ のひずみ速度 10.0 s^{-1} や、加工温度 $1050\text{ }^\circ\text{C}$ 、ひずみ速度 $1.0, 10.0\text{ s}^{-1}$ の条件でオーステナイト粒内に再結晶粒が観察された。その他の低い加工温度と遅いひずみ速度の組み合わせでは、未再結晶状態を示すグラデーションが粒内に観察された。なお、Georgeらはオーステナイト系ステンレス鋼の静的、動的再結晶は高温かつ高ひずみ速度で起こることを説明[62]しており、これらの挙動は妥当である。

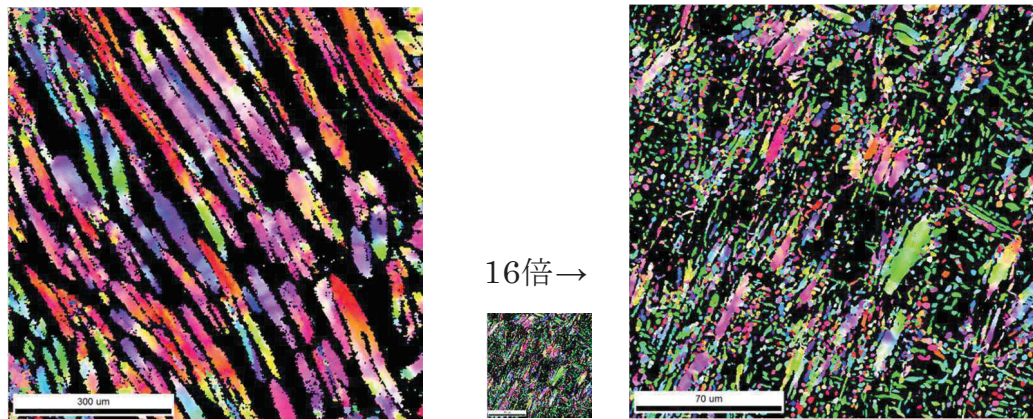
条件(b) $30.0\text{ }^\circ\text{C/s}$ では、ひずみ速度が遅い 0.1 s^{-1} の条件とそれ以上のひずみ速度条件で粒内のひずみの累積挙動に違いが見られた。ひずみ速度 0.1 s^{-1} では、熱間加工前から存在していたアスペクト比の大きな粒と、ひずみ誘起変態で生成した微細粒の両方にひずみの蓄積を示すグラデーションが観察された。一方でひずみ速度が 1.0 s^{-1} 以上ではアスペクト比の大きい粒に再結晶粒や未再結晶粒が観察されたが、微細粒にはグラデーションが観察されず、また、粒の成長方向に規則性が観察され、核生成から成長の間で何らかの結晶学的な拘束を受けていることが示唆された。



(a) 0.1 °C/s

(b) 30.0 °C/s

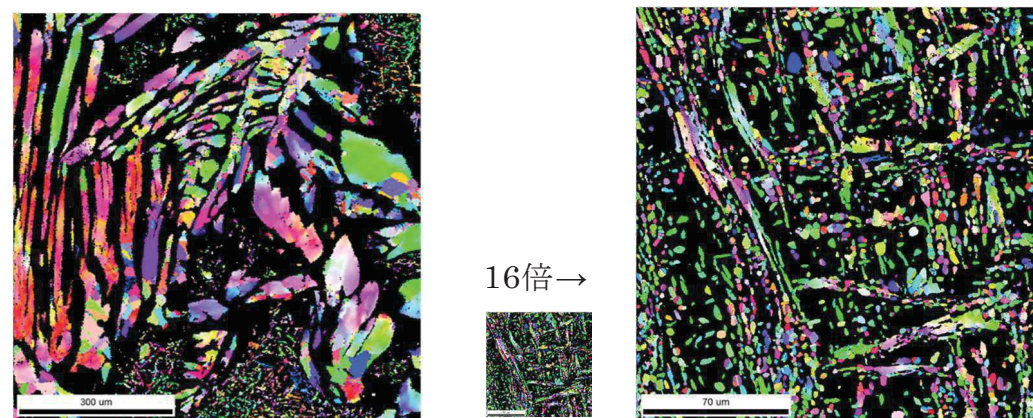
加工温度 970 °C



(a) 0.1 °C/s

(b) 30.0 °C/s

加工温度 1000 °C

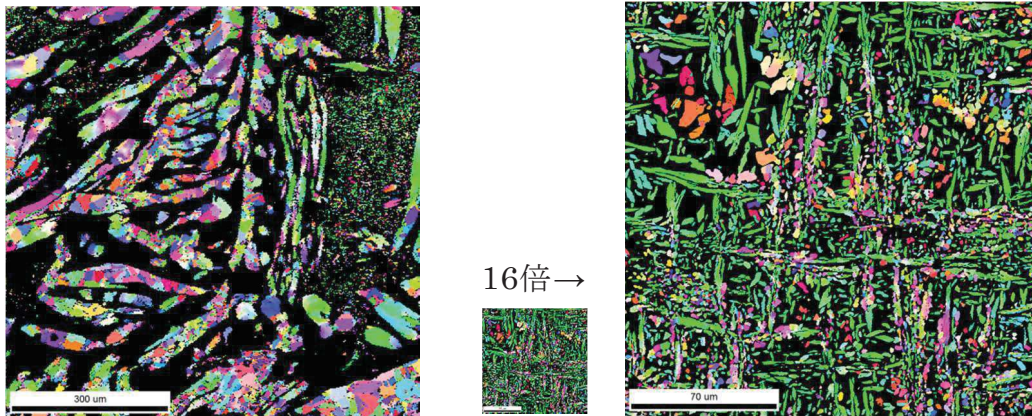


(a) 0.1 °C/s

(b) 30.0 °C/s

加工温度 1050 °C

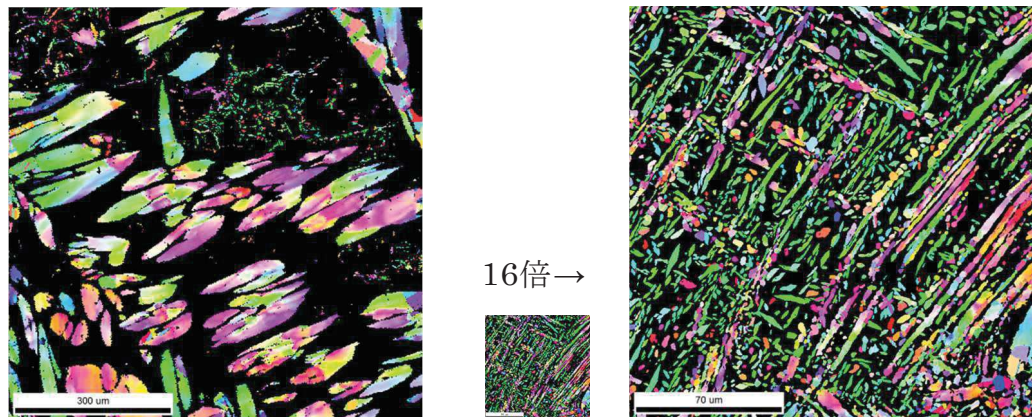
図3-16 ひずみ速度 0.1 s^{-1} のオーステナイト相IPFマップ



(a) 0.1 °C/s

(b) 30.0 °C/s

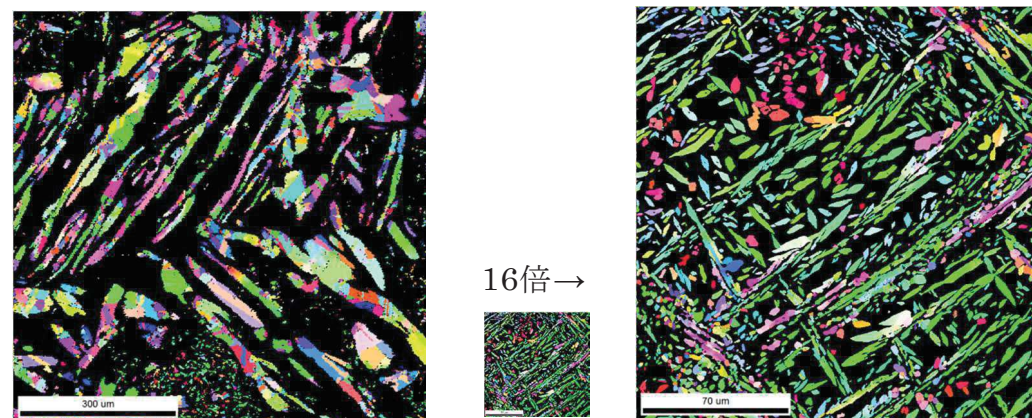
加工温度 970 °C



(a) 0.1 °C/s

(b) 30.0 °C/s

加工温度 1000 °C

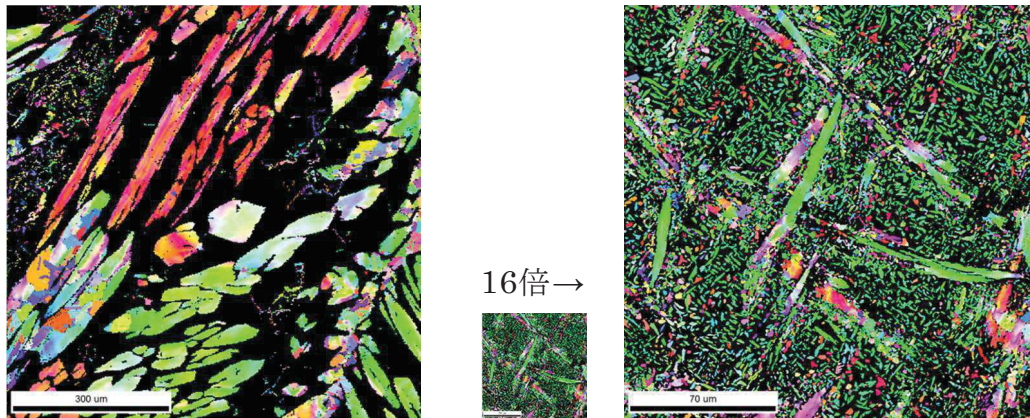


(a) 0.1 °C/s

(b) 30.0 °C/s

加工温度 1050 °C

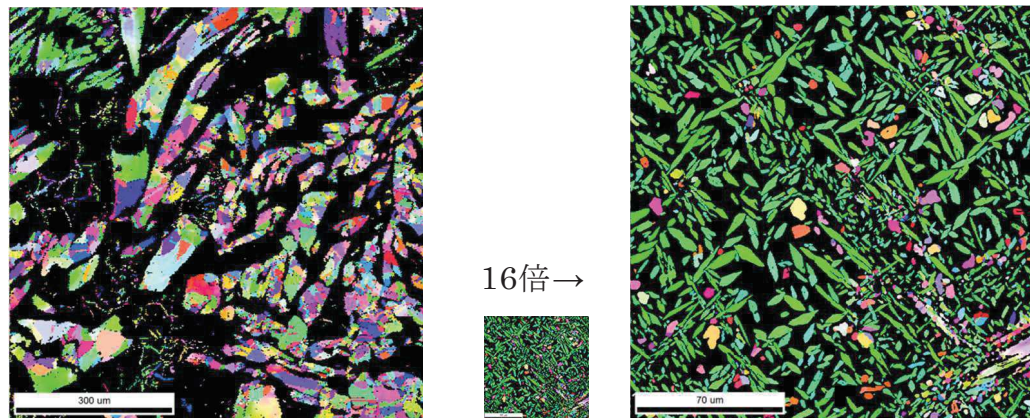
図3-17 ひずみ速度 1.0 s^{-1} のオーステナイト相IPFマップ



(a) 0.1 °C/s

(b) 30.0 °C/s

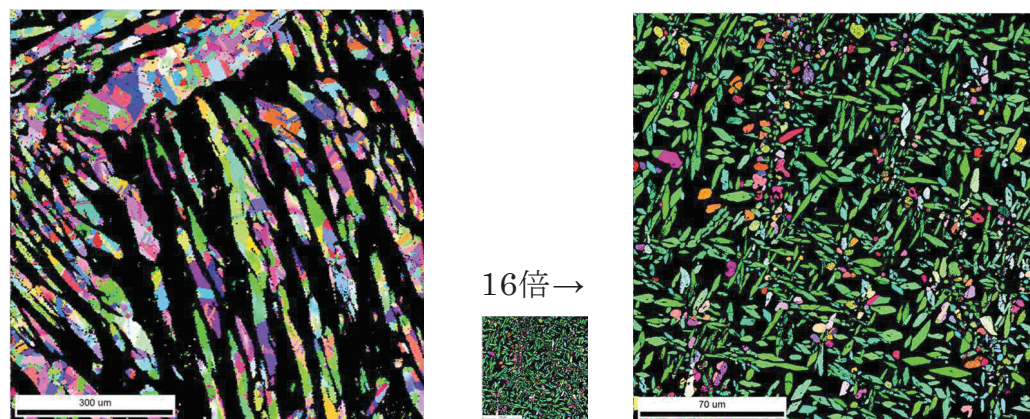
加工温度 970 °C



(a) 0.1 °C/s

(b) 30.0 °C/s

加工温度 1000 °C



(a) 0.1 °C/s

(b) 30.0 °C/s

加工温度 1050 °C

図3-18 ひずみ速度 10.0 s^{-1} のオーステナイト相IPFマップ

通常プロセス模擬条件(a) 0.1 °C/sと加工熱処理模擬条件(b) 30.0 °C/sの δ フェライト相のIPFマップをひずみ速度別に図3-19から図3-21に示す。条件(a) 0.1 °C/sについては低い加工温度と遅いひずみ速度の組み合わせである加工温度970 °Cの0.1と1.0 s⁻¹の条件では多くの部分で圧縮集合組織と未再結晶を示すグラデーションが観察された。一方で、いずれの条件でもオーステナイト相に囲まれている、または近くにオーステナイト相が存在する領域では再結晶組織が観察された。これは硬質なオーステナイト相の存在により軟質な δ フェライト相にひずみが集中したためである。その他の熱間加工条件では組織全体で δ フェライト相の再結晶が観察された。 δ フェライト相もオーステナイト相と同様に高温かつ高ひずみ速度の条件で再結晶が起こりやすい[62]ため、これらの挙動は妥当である。

条件(b) 30.0 °C/sでは加工条件に因らず、ほぼ全体が未再結晶状態であり圧縮集合組織を有する粗大な δ フェライト相が観察された。再結晶粒は熱間加工前から存在するアスペクト比の大きなオーステナイト粒の脇に観察されたが、ごく僅かな量であった。つまり、提案した加工熱処理技術により形成される組織は、過冷却 δ フェライト粒が未再結晶状態で変形し、その粒内に微細なひずみ誘起オーステナイト粒が分布する形態であった。2.1.2ではフェライト系ステンレス鋼は再結晶が起こり難く、それに伴う集合組織の発達や微細粒化が難しいことを説明した。提案した加工熱処理技術も熱間加工直前は過冷却な δ フェライト相主体の組織となるため、フェライト系ステンレス鋼と同様に集合組織を持った未再結晶粒になったと考えられる。なお、汎用鋼の加工熱処理技術についても集合組織が発達することが一般的に知られており[63]、集合組織による機械的特性の異方性に注意が必要である。提案した二相ステンレス鋼の加工熱処理技術についても、異方性による製品特性の変化に注意が必要であるとともに、フェライト系ステンレス鋼と同様に集合組織を緩和できる化学成分や加工条件の調査が必要である可能性がある。

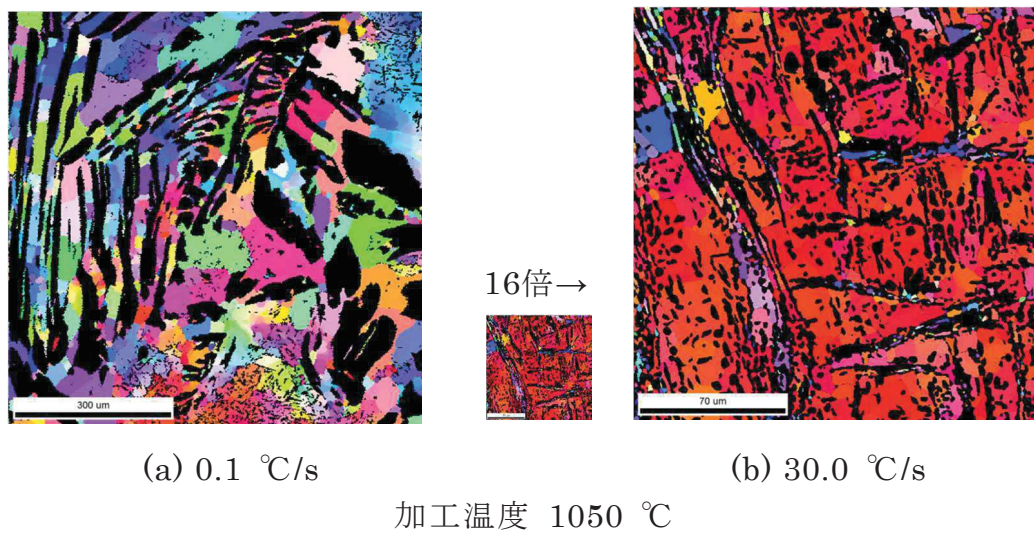
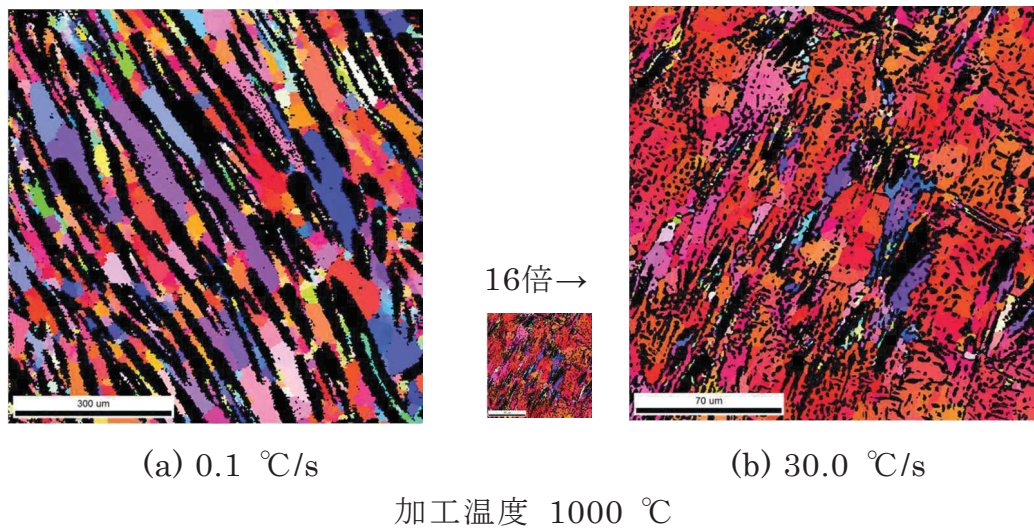
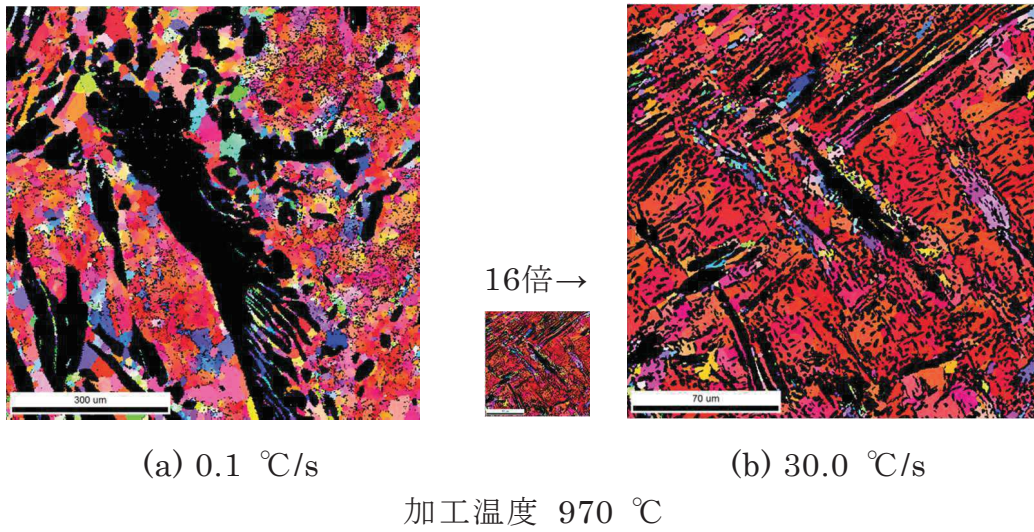


図3-19 ひずみ速度 0.1 s^{-1} の δ フェライト相IPFマップ

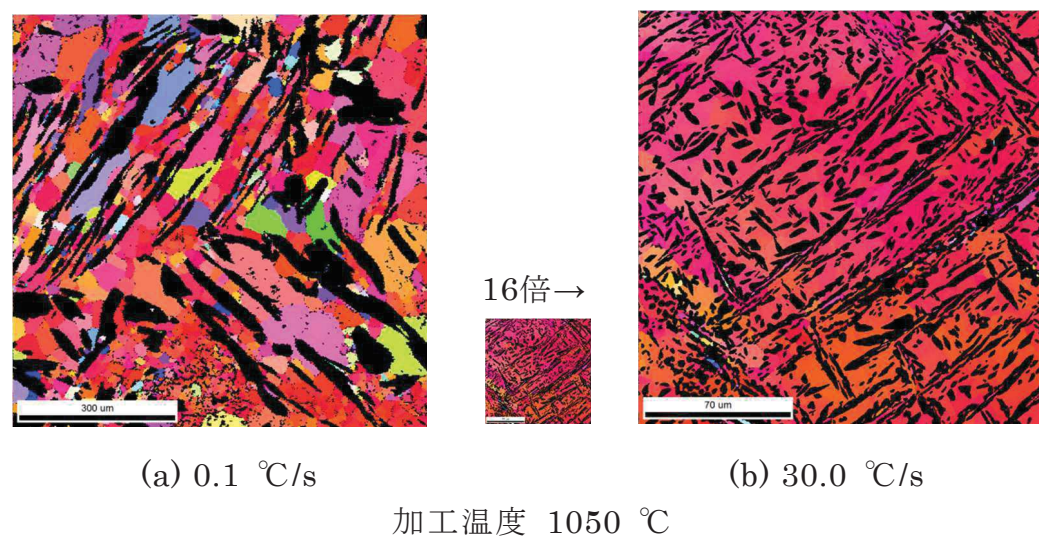
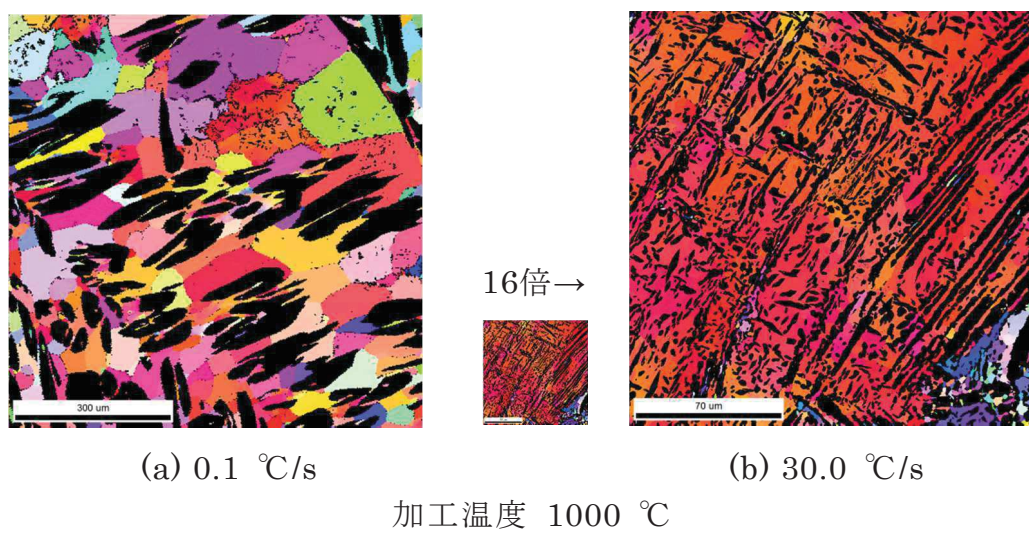
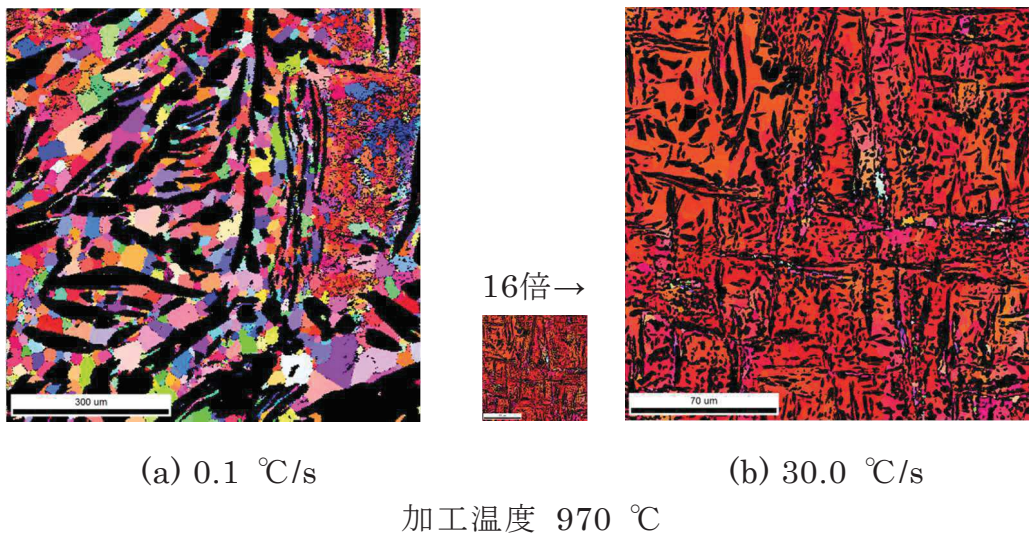


図3-20 ひずみ速度 1.0 s^{-1} の δ フェライト相IPFマップ

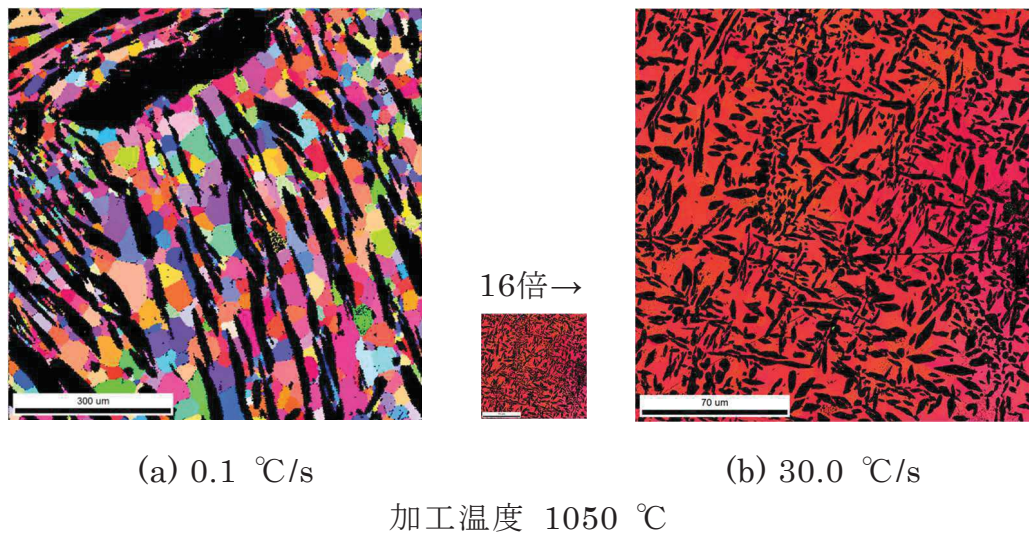
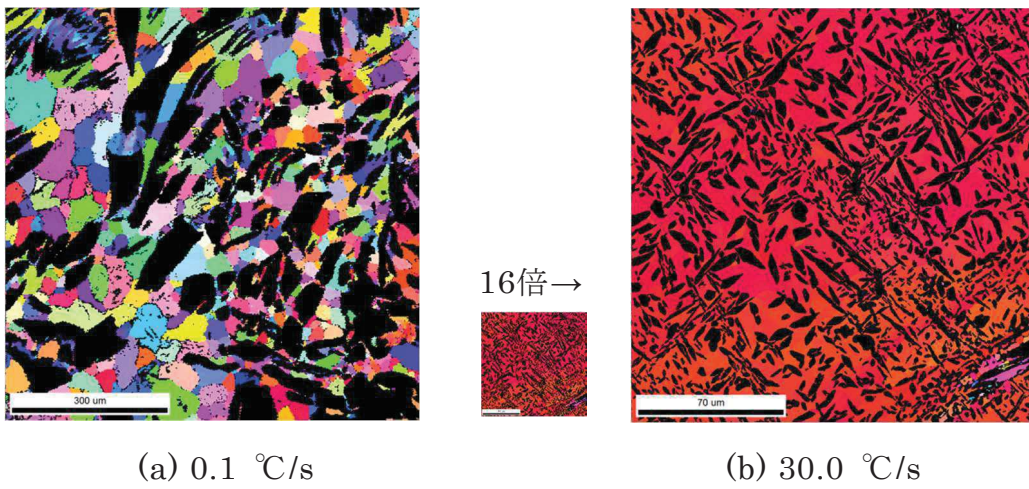
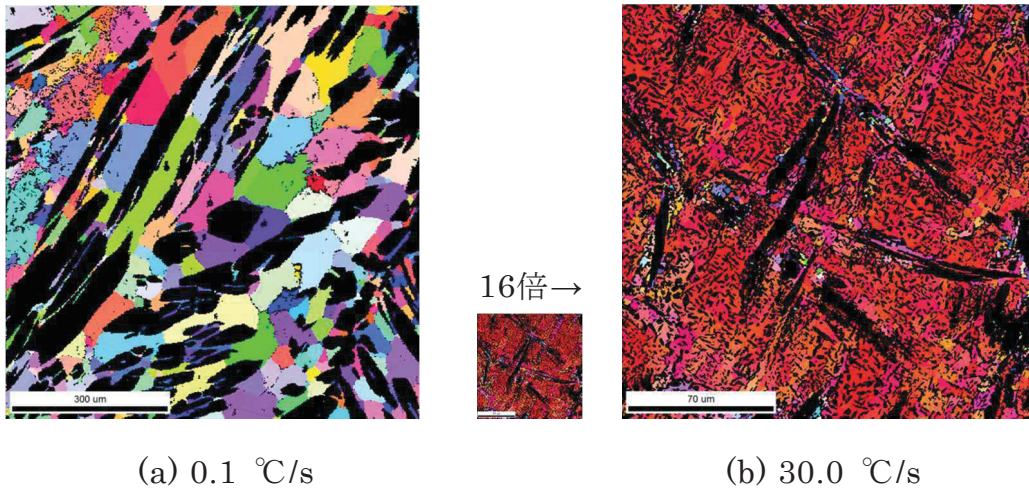


図3-21 ひずみ速度 10.0 s^{-1} の δ フェライト相IPFマップ

図3-22にひずみ速度別にまとめたオーステナイト相の粒径分布を示す。通常プロセス模擬条件(a) 0.1 °C/sの粒径は数十から百 μm の範囲に分布していた。面積分率のピークや分布の偏りは測定条件でばらつきがあるが、IPFマップで再結晶が観察された条件は未再結晶であった条件に比べ細粒化の傾向が確認された。なお、測定結果のばらつきについては観察視野に対してオーステナイト粒径が大きく、測定した粒の不足や視野から外れたものがあったためであり、通常プロセスの組織が粗大であることが原因の一つである。

加工熱処理模擬条件(b) 30.0 °C/sはすべての加工条件で結晶粒径が数 μm の範囲に面積分率のピークがあり、条件(a) 0.1 °C/sに比べて大幅に微細粒化した。いずれのひずみ速度についても加工温度が低い970 °Cの条件で面積分率の分布とピークが細粒側で観察された。これは熱間加工温度の低下により過冷度が増したためと理解できる。また、ひずみ速度が遅い条件0.1 s⁻¹では、熱間加工温度によらず細粒化の傾向が確認された。IPFマップ(図3-16, 17, 18)より、ひずみ速度が速い条件と遅い条件の微細オーステナイト粒はひずみの累積を示すグラデーションや成長方向の規則性に違いがある。つまり、ひずみ速度変化により加工熱処理適用時の組織形成メカニズムが異なり、それが粒径の違いに影響を与えたと予想される。

以上の結果より、提案した加工熱処理技術は幅広い熱間加工温度やひずみ速度の条件でオーステナイト結晶粒径が数 μm の微細な組織を得ることができた。また、低い加工温度による過冷度の増加と遅いひずみ速度条件により、僅かではあるが微細粒化が促進されることを確認した。

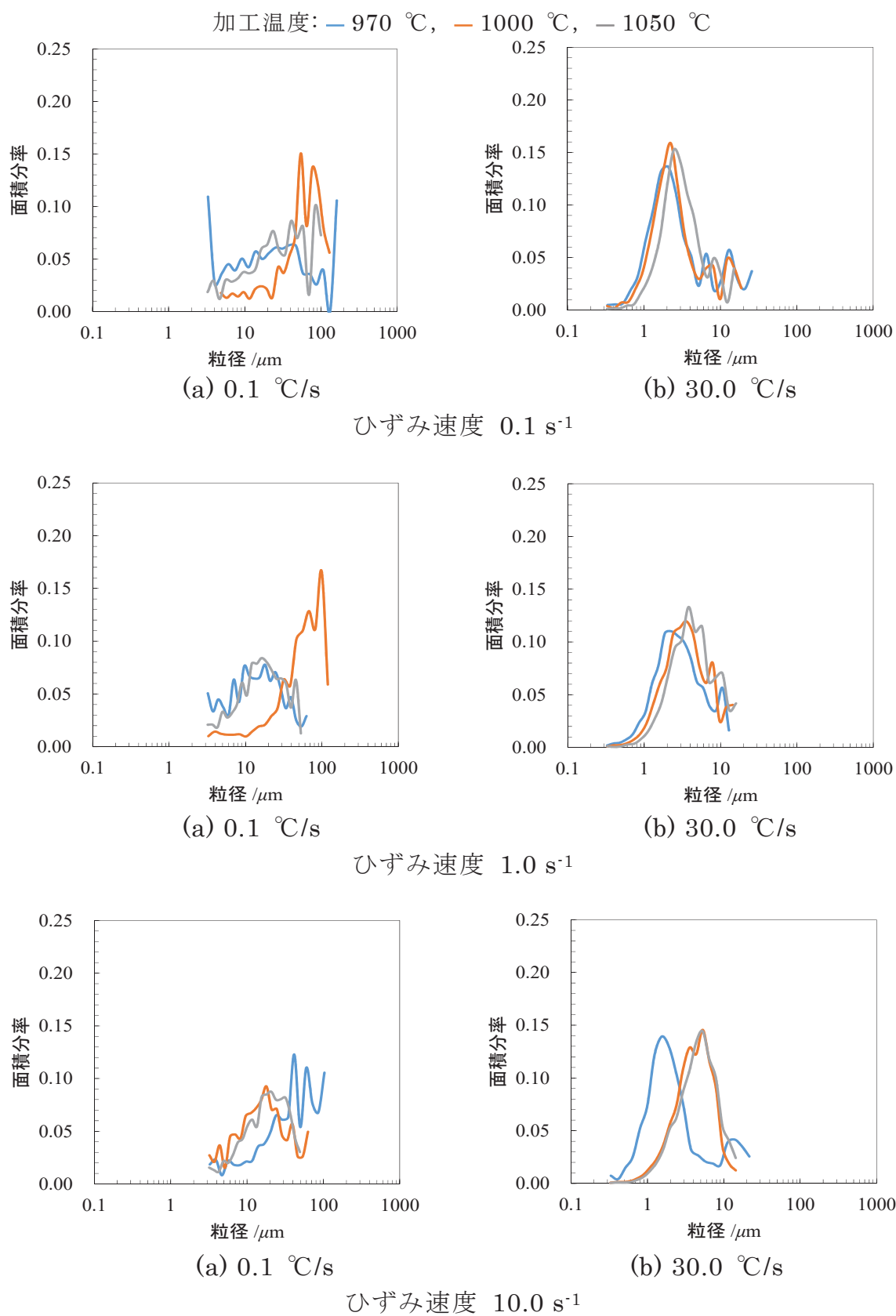


図3-22 単軸圧縮試験後のオーステナイト粒径分布

図3-23にひずみ速度別にまとめた δ フェライト相の粒径分布を示す。通常プロセス模擬条件(a) $0.1 \text{ }^\circ\text{C/s}$ はいずれの加工温度、ひずみ速度条件でも粒径は数十から百 μm 程度に分布していた。一方で、加工熱処理模擬条件(b) $30.0 \text{ }^\circ\text{C/s}$ の δ フェライト粒径は微細粒化が確認されたオーステナイト粒と異なり、粒径の分布は粗大粒側に観察された。また、粗大化の傾向は高い加工温度と速いひずみ速度条件の組み合わせで顕著であった。しかし、低い加工温度と遅いひずみ速度条件の組み合わせである加工温度 $970 \text{ }^\circ\text{C}$ 、ひずみ速度 0.1 s^{-1} のIPFマップ(図3-19)を参照すると、再結晶による微細粒は確認されず、その他条件と同様に同一方位を持つ粗大な δ フェライト粒が観察された。つまり、低い加工温度と遅いひずみ速度条件の組み合わせで粒径の分布が細粒側に観察された理由は、ひずみ誘起変態したオーステナイト粒がフェライト粒内を分割して粒界を形成していたためであり、母相である δ フェライト粒は加工熱処理の加工条件によらず、すべて粗大な集合組織を有する形態であった。

以上の結晶方位解析と粒径の定量評価より、提案した加工熱処理技術は通常プロセスに対してオーステナイト粒は大幅に微細化し、微細粒化の効果が期待できる結晶粒径 $10 \mu\text{m}$ 以下を得られたが、 δ フェライト相は粗大な未再結晶組織となることを確認した。オーステナイト粒のみが微細化した組織形態を持つ二相ステンレス鋼の機械的特性に与える影響を調査した報告はなく、加工熱処理技術で得られる特徴的な組織形態について調査が必要である。

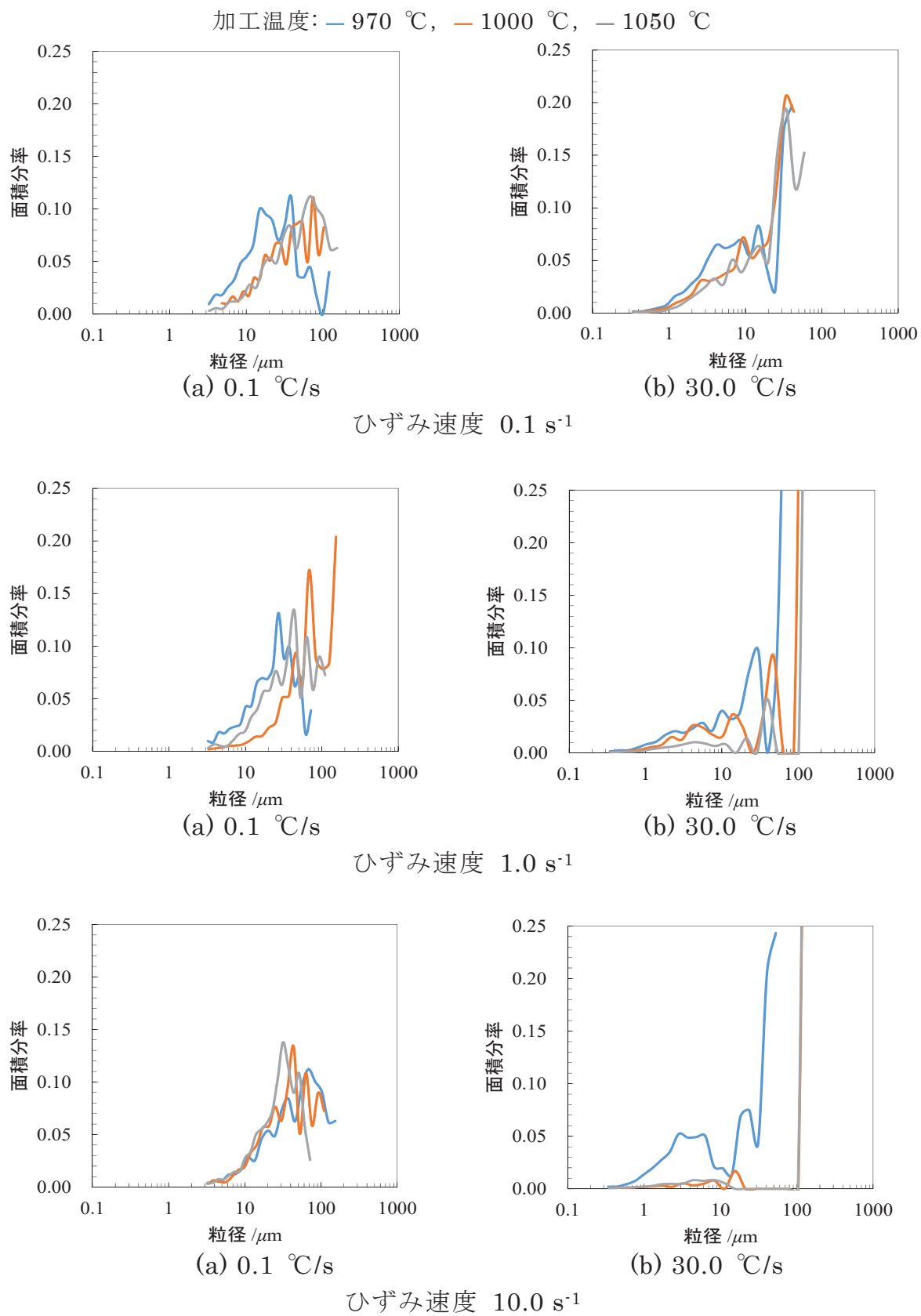


図3-23 単軸圧縮試験後の δ フェライト粒径分布

3.3.5 ビッカース硬度測定結果

EBSDを用いた δ フェライト粒とオーステナイト粒の粒径測定結果より、提案した加工熱処理技術では通常プロセスと比較してオーステナイト粒を大幅に微細化できることを確認した。一方で、 δ フェライト粒径は通常プロセスで得られる粒径と変わらない、または粗大であることを確認した。得られた組織が組織微細化で得られる代表的な特性である硬度に与える影響を調査するためにビッカース硬度測定を行った。ビッカース硬度測定結果を表3-2に示す。結果より、通常プロセス模擬条件(a) 0.1 °C/sに対し、加工熱処理模擬条件(b) 30.0 °C/sでは3から10 %程度の硬度上昇が確認された。二相ステンレス鋼の硬度の上昇は硬質な脆化相であるSigma相が原因[58]となる場合もあるが、EBSDによる調査結果より、脆化相生成温度に近い970 °Cの条件でもSigma相は生成しないことを確認している。また、相分率も同等であることを確認しているため、条件(b) 30.0 °C/sの硬度上昇は微細粒化の効果と結論できる。

オーステナイト粒の微細粒化が確認された条件(b) 30.0 °C/sで硬度の上昇が確認できたが、加工条件による差や傾向は確認できなかった。EBSDによる結晶粒径の定量評価では加工温度が低く、ひずみ速度が遅い条件で僅かに微細粒化することが確認されたが、硬度を大きく向上させるほどの差ではなかったと考えられる。

以上より、加工熱処理技術による硬度の向上を確認した。硬度は引張強度や疲労強度との正の相関があるため、硬度以外の機械的特性についても向上が期待できる。

表3-2 ビッカース硬度測定結果

冷却速度 /°C s ⁻¹	加工温度 /°C	ひずみ速度 /s ⁻¹	n=1	n=2	n=3	n=4	n=5	平均
(a) 0.1	950	0.1	233.9	230.8	223.7	233.2	228.1	229.9
	1000		228.8	232.9	228.8	208.5	227.7	225.3
	1050		227.1	228.7	233.6	221.1	220.2	226.1
	950	1.0	225.4	222.8	231.8	225.7	230.8	227.3
	1000		247.1	236.1	230.5	235.0	232.9	236.3
	1050		241.5	239.3	228.8	226.1	223.1	231.8
	950	10.0	222.1	221.5	230.8	231.5	242.6	229.7
	1000		235.0	230.8	225.7	228.4	218.9	227.8
	1050		229.8	216.1	225.7	221.5	216.7	222.0
(b) 30.0	950	0.1	239.3	246.0	244.8	236.1	247.5	242.7
	1000		240.4	238.2	242.6	240.4	240.4	240.4
	1050		233.6	243.7	243.3	240.8	242.2	240.7
	950	1.0	250.6	237.8	239.3	235.0	242.6	241.1
	1000		232.9	236.1	242.6	234.3	224.7	234.1
	1050		244.8	246.0	246.3	247.1	240.4	244.9
	950	10.0	243.7	242.6	247.1	241.9	243.7	243.8
	1000		249.0	242.6	241.5	240.4	235.0	241.7
	1050		240.4	247.1	246.0	243.0	244.1	244.1

3.4 考察

3.4.1 ひずみ誘起オーステナイト変態時の粒成長形態

提案した加工熱処理技術によりオーステナイト粒の微細粒化と硬度の向上を確認した。一方で、得られた微細組織は母相 δ フェライト相内にひずみ誘起オーステナイト相が微細に分散した形態で達成されており、従来の強冷間圧延と熱処理を組み合わせた方法で得られる組織[58]とは異なる。また、オーステナイト粒径の定量評価では、ひずみ速度の遅い条件が微細粒化に有効であることを確認したが、メカニズムについては不明である。さらに、IPFマップによるオーステナイト相の観察では、ひずみ速度が速い条件で粒の成長方向に規則性が観察され、核生成や粒成長が何らかの結晶学的な拘束を受けていることが示唆された。

飴山らは従来の冷間強圧延と熱処理を組み合わせる二相ステンレス鋼の結晶粒微細化技術について組織形成メカニズムを提案しており、冷間強圧延でひずみを蓄積した δ フェライト相の二相域熱処理により、ひずみを核とした

オーステナイト相変態と δ フェライト相の再結晶が競合して微細化が起こると報告している[58]。また、第二相の核生成と成長は変態前の母相の結晶方位に拘束を受けることが知られており、同じく飴山らやSingh, Brownらは、二相ステンレス鋼のオーステナイト相の核生成や粒成長は拡散変態により進行し、母相 δ フェライト相に対しK-Sの関係に従うと報告している[64, 65, 66, 67]。提案した加工熱処理技術についても微細オーステナイト相の核生成や成長初期の結晶方位は従来知見に従いK-Sの関係を持つと考えられる。一方で、提案した加工熱処理技術は、非平衡な状態で熱間加工を開始し、加工開始から加工終了後にかけて核生成から粒成長するが、微細組織の形成や相変態挙動について不明な点が多い。

提案した加工熱処理技術の温度加工履歴がオーステナイト粒成長挙動や組織形態に与える影響を考察しメカニズムを提案することは、機械的特性の予測や製造条件の最適化を行う上で重要である。また、熱間加工性の変化を組織形成の視点から考察する上でも重要である。そこで本節では提案した加工熱処理技術による組織形成メカニズムの解明を目的に母相 δ フェライト相とひずみ誘起変態したオーステナイト相のK-S方位関係を調査した。

二相のK-S関係はEBSDの極点図により δ フェライト粒の最密面(110)とオーステナイト粒の最密面(111)の面方位を比較すれば確認できる[65, 66]。結晶粒微細化に成功した条件(b) 30.0 °C/sのbcc(母相 δ フェライト相)とfcc(オーステナイト相)について極点図を作成し、各相の方位関係を調査した。調査は加工熱処理条件(b) 30.0 °C/sの加工温度1000 °Cについて行った。図3-24にひずみ速度0.1と1.0, 10.0 s⁻¹のbcc (110) // fcc (111)の関係を示す。なお、極点図は図3-16から図3-21で示したIPFマップから作成し、 δ フェライト相はIPFマップの視野中心部で測定した結果を黒点で示し、オーステナイト相は視野全体の測定結果を等高線で重ねて表示した。

結果より、ひずみ速度の速い条件10.0 s⁻¹はbcc (110) // fcc (111)の関係が

確認され、ひずみ誘起変態で生成したオーステナイト粒の多くが母相 δ フェライト相に対してK-Sの関係を有していた。一方でひずみ速度の低下に従ってオーステナイト粒の面方位がランダム化すると同時に母相 δ フェライト相とのK-Sの関係を持つ面方位が少なくなった。

●: δ フェライト粒の(110), 等高線: オーステナイト相の(111)

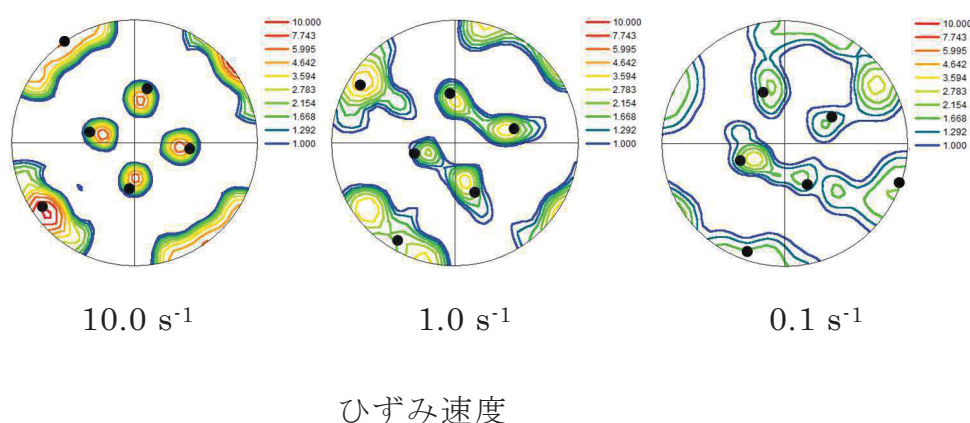


図3-24 ひずみ速度別のbcc (110) // fcc (111)関係

先述したように、母相 δ フェライト相から核生成、成長するオーステナイト粒はK-Sの関係を有する。ひずみ速度の低下に従いK-Sの関係が失われる傾向が確認されたが、これは、核生成、または粒成長後にいずれかの相が結晶方位を変えたことを意味する。IPFマップ(図3-19から図3-21)より、母相 δ フェライト相はひずみ速度に因らず測定面上で同一方位を有する圧縮集合組織であり、再結晶などによる結晶方位の変化はない。そのため、K-Sの関係が失われたのはひずみ誘起変態で生成したオーステナイト粒の結晶方位変化によるものと考えられる。つまり、ひずみ速度の速い条件 10.0 s^{-1} は核生成、または成長初期までの非平衡状態で熱間加工が終了するため、オーステナイト粒は熱間加工終了後にK-Sの関係を満足しながら粒成長したと結論できる。一方のひずみ速度の遅い条件は、K-Sの関係で核生成したオーステナイト結晶粒

の粒成長前に熱間加工が終了せず，成長中のオーステナイト粒にひずみが累積してK-Sの関係が失われたと結論できる。

今回の化学成分と試験条件ではひずみ誘起オーステナイト相変態による粒成長は速いひずみ速度条件 10.0 s^{-1} では熱間加工後に起こり，ひずみ速度 1.0 s^{-1} 以下では熱間加工中に起こっていた。つまり，ひずみ速度の遅い条件でオーステナイト粒が微細であったのは，熱間加工中に微細に生成したオーステナイト粒が粒成長中も加工ひずみを受け粒内が更に分断されたためと理解できる。また，ひずみ速度の遅い条件の様に，熱間加工中にひずみ誘起オーステナイト変態による相分率変化が起こる場合は，ひずみの分配挙動変化により熱間加工性も影響を受けることが予想される。

3.4.2 微細結晶粒組織の形成メカニズム

前項までで明らかにした加工熱処理技術の結晶粒微細化メカニズムを通常プロセスと比較して図3-25に示す。通常のプロセスでは，熱間加工直前に平衡状態に近い二相組織となるため，熱間加工では加工温度とひずみ速度，各相へのひずみの分配に応じて二相組織にひずみの累積や再結晶が生じる。各相の結晶粒径は再結晶により細粒化されるが，再結晶による細粒化で得られる結晶粒径は数十から数百 μm である。

提案した加工熱処理技術では初期加熱状態からの加速冷却により熱間加工直前の δ フェライト相は安定して過冷却状態となる。また，加速冷却後に僅かに存在するオーステナイト相は，過冷却 δ フェライト粒界や粒内にフィルム状，または針状に生成する。非平衡な過冷却 δ フェライト相へひずみが導入されると，ひずみ誘起オーステナイト相変態により数から数十 μm の微細なオーステナイト粒が生成する。微細なオーステナイト粒は過冷却 δ フェライト粒内に生成し，熱間加工前から存在したフィルム状や針状のオーステナイト相と混合した微細組織となる。一方で母相の過冷却 δ フェライト相は再結晶

が起こり難く，熱間加工後も粗大な圧縮集合組織となる。

ひずみ誘起相変態で生成するオーステナイト粒は，速いひずみ速度で加工を終え，その後に粒成長する場合は過冷却 δ フェライト相に対してK-Sの関係を持つ。一方で，ひずみ速度が遅い条件では，熱間加工中に核生成，粒成長が起こるため，K-Sの関係で核生成したオーステナイト粒は粒成長中にひずみが累積しK-Sの関係が失われる。この場合，微細オーステナイト粒は核生成後にもひずみを受けるため，熱間加工後に粒成長するひずみ速度が速い条件と比較して得られる微細オーステナイト粒の粒径は僅かに微細となる。

以上より，加工熱処理技術により得られる微細組織の形成メカニズムを明らかにした。このような組織形態が材料特性に与える影響については報告が無いため調査が必要である。また，熱間加工条件によっては加工中にひずみ誘起相変態が進行するため，加工中の二相分率変化が各相へのひずみ累積挙動に影響を与える。ひずみの累積挙動は熱間加工性にも大きな影響を与えるため二相分率変化と熱間加工性の関係についても調査が必要である。

ところで，**図3-25**により微細組織形成メカニズムを説明したが，各組織形態に至るまでの変態速度や変態機構については不明な点が多い。二相ステンレス鋼については母相 δ フェライト相からオーステナイト相が拡散変態によりK-Sの関係を満たして相変態することが多く報告されている。しかし，この δ フェライト相からオーステナイト相への拡散変態は冷却速度により形態が変化することが報告されており，例えばSinghらは20Cr-10Niステンレス鋼について，20 K/sでは拡散による元素分配が十分に進んだWidmanstätten型のオーステナイト相が生成することを報告している[66]。一方で，Mundiらは化学元素のバランスによっては100 K/s程度で元素配分が殆ど起こらないmassive的な変態が起こると報告している[66, 68]。つまり，拡散変態機構は化学成分と冷却速度の組み合わせで変化する δ フェライト相の過冷度の影響を受けて変化する。提案した加工熱処理技術は δ フェライト相の過冷却を

利用し，更にひずみ誘起変態を組み合わせる複雑な形態である。本調査で用いた供試材の化学成分について，加工熱処理条件の加工直後に組織を凍結し，ひずみ誘起変態初期のオーステナイト粒内の置換型元素Cr，Ni濃度をEDX(Energy dispersive X-ray spectroscopy)で測定したところ，元素拡散が平衡状態よりも大きく遅延していることを確認した。また，置換型元素が拡散を完了するには100 s以上必要であることも確認しており，加工熱処理技術の変態機構はmassive的である可能性を確認している。一方で，本調査の中ではNなどの軽元素の分配や二相界面近傍の局所的な平衡状態について未調査であり，これら軽元素の挙動を含めた変態機構の解明は今後の課題である。

変態機構は熱間加工前から加工後にかけての組織変化の速度に影響を与え，形成される微細粒組織や熱間加工性が影響を受ける。実生産で加工熱処理を利用するには組織変化の速度を理解し，製造可能範囲を明確にすることが重要である。今後，変態機構の解明と影響因子である温度加工履歴や化学元素の効果を明らかにすることが重要と考えられる。

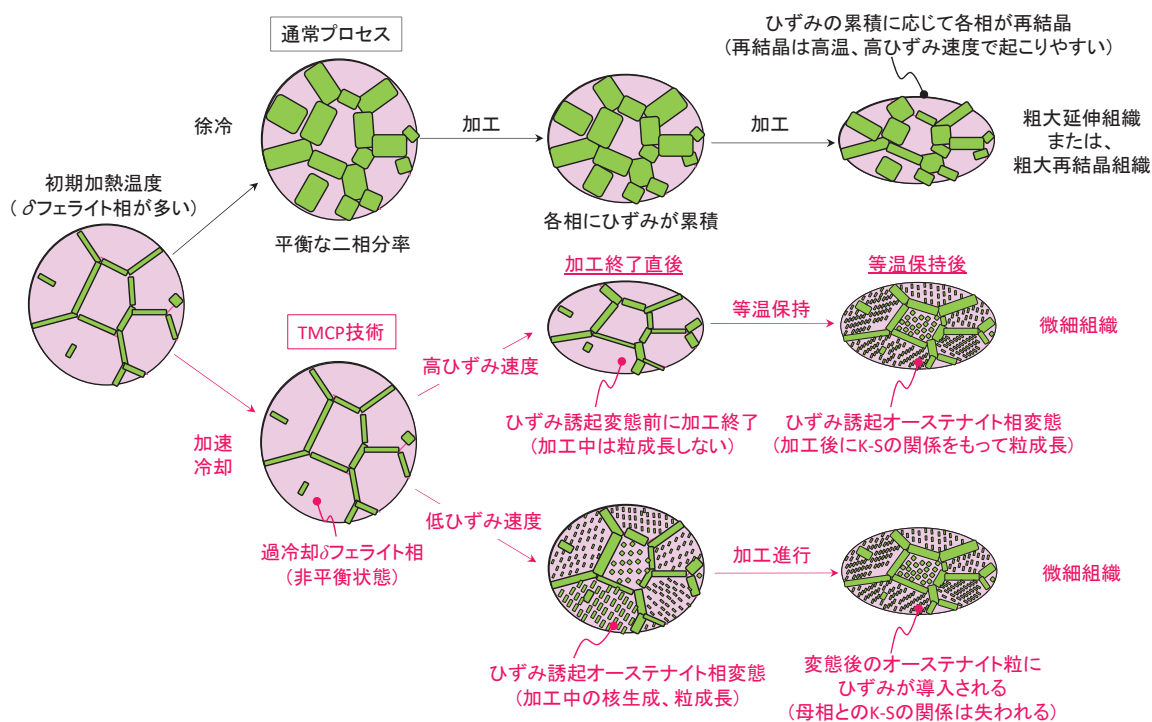


図3-25 二相ステンレス鋼の加工熱処理技術適用による結晶粒微細化原理

3.4 結言

過冷却 δ フェライト相からのひずみ誘起オーステナイト相変態を利用する二相ステンレス鋼(25Cr-6.5Ni-2.5Mo)の加工熱処理技術について、熱間単軸圧縮試験と組織観察により結晶粒微細化効果の確認と組織形成メカニズムを提案した。以下に得られた知見をまとめる。

- ・初期加熱温度から熱間加工温度までの加速冷却により、熱間加工直前に過冷却な δ フェライト相が生成する。過冷却 δ フェライト相は加速冷却速度 $0.5\text{ }^{\circ}\text{C/s}$ 以上で生成が確認され、 $5.0\text{ }^{\circ}\text{C/s}$ 以上で飽和し、初期加熱時の分率に近い値となる。また、熱間加工直前に生成した過冷却 δ フェライト相は数から数十秒単位の等温保持を受けても存在する。

- ・熱間加工により過冷却 δ フェライト相へひずみを与えると、母相 δ フェライト相中に数から数十 μm の微細なひずみ誘起オーステナイト粒が生成する。初期加熱温度から脆化相が生成しない温度までの熱間加工可能温度範囲では初期加熱温度から加工温度までの温度差が大きく、ひずみ速度が遅い条件でオーステナイト粒の微細化の程度が大きくなる。

- ・ひずみ誘起変態により生成する微細なオーステナイト粒は、粒成長前に熱間加工が完了する場合には母相 δ フェライト相とK-Sの関係を持つ。一方で、加工終了前の熱間加工中に粒成長が起こる場合は、成長中のオーステナイト粒にひずみが累積するとともに母相 δ フェライト相とのK-Sの関係を失う。

- ・加工熱処理技術により微細粒化した組織は、通常のプロセスを模擬した条件と比較してビッカース硬度が3~10%向上し、硬度と相関性の高い機械的特性の向上が期待できる。

－ 第4章 －

熱間加工直前の冷却速度が熱間流動応力へ与える影響

第4章 熱間加工直前の冷却速度が熱間流動応力へ与える影響

4.1 緒言

第3章の組織解析より，加工熱処理技術による二相ステンレス鋼の微細組織化と組織形成メカニズムを明らかにした。また，組織形成メカニズムより，加工熱処理技術適用時には熱間加工中に組織変化が起きており，二相ステンレス鋼で課題となる熱間加工性が変化する可能性が示唆された。本章では加工熱処理技術適用時の温度加工履歴変化が熱間加工性の一つである熱間流動応力に与える影響を調査した。

通常のプロセスでは熱間加工開始時はオーステナイト相分率が上昇した二相組織であるが，加工熱処理技術では熱間加工直前の加速冷却で生成した過冷却 δ フェライト相に熱間加工を行う。また，3.4.1で説明した組織形成メカニズムより，加工熱処理技術適用時のひずみ速度の遅い条件では，熱間加工中のひずみ誘起変態で生成した微細なオーステナイト粒へひずみが累積する現象を明らかにした。つまり，加工熱処理技術は通常のプロセスと比較して熱間加工開始時と加工中の二相分率変化挙動が大きく異なる。また，二相ステンレス鋼に含まれる δ フェライト相とオーステナイト相は熱間流動応力特性が大きく異なる[13]。そのため，加工熱処理技術の適用により熱間加工開始時から加工中にかけて変化する二相分率は熱間流動応力に大きな影響を与えることが予想される。

熱間流動応力は熱間加工時の加工負荷や形状の予測に極めて重要である。二相ステンレス鋼では多量に含まれる合金元素により熱間変形抵抗が高く，加工負荷の増大による寸法精度の低下や設備破損，焼き付きなどが課題となる。そのため，ひずみ速度や加工温度が二相ステンレス鋼の熱間流動応力へ与える影響については多くの調査が行われている。YangやMomeniら

は熱間単軸圧縮試験により25%Cr二相ステンレス鋼の加工温度とひずみ速度が熱間流動応力に与える影響を報告している[69, 70]。また、Spigarelliらは熱間ねじり試験により、ひずみ量が3.0を超える大ひずみ域の熱間流動応力を調査し、二相ステンレス鋼の熱間流動応力は混合則で理解できると報告している[71]。さらにFaccoliらは、22%Cr二相ステンレス鋼について熱間流動応力曲線の定式化を提案している[71]。基礎的な調査報告がある一方で、BlumやFanらは実際の製造で変化する初期加熱温度や保持時間に注目し、初期加熱による粒径の変化や再結晶挙動が熱間流動応力へ与える影響を報告している[73, 74]。

以上の様に、二相ステンレス鋼の熱間流動応力については鋼種や熱間加工条件について多くの基礎的な報告がある。その一方で、提案した加工熱処理技術のように、熱間加工直前の急激な温度変化が熱間流動応力へ与える影響については報告が無い。加工熱処理技術を工業的に安定して利用するには、加工熱処理技術で用いる熱間加工直前の加速冷却が熱間流動応力特性に与える影響を明らかにする必要がある。また、加工熱処理技術特有の現象である熱間加工開始から加工中に起こる二相分率変化と熱間流動応力の関係を明らかにし、メカニズムを理解することが重要である。

本章では熱間単軸圧縮試験を用いて、二相ステンレス鋼への加工熱処理技術が熱間流動応力に与える影響を調査した[75, 76, 77]。実験では加工熱処理技術模擬条件と、比較のために熱間加工直前に加速冷却を行わない通常プロセス模擬条件を行い、熱間加工直前の冷却速度が大きく異なる2条件の熱間流動応力を測定した。また、熱間単軸圧縮試験の前後で詳細な組織解析を行い、熱間加工前から加工中の二相分率変化が熱間流動応力に与える影響を考察した。

4.2 実験方法

4.2.1 供試材

供試材は汎用的な二相ステンレス鋼であるSUS329J4Lを用いた。供試材の化学成分を表4-1に示す。また、供試材の計算平衡状態図を図4-1に示す。この化学成分では熔融状態からの温度低下で δ フェライト相が生成し、その後の温度低下で δ フェライト相の一部がオーステナイト相へ変態する。オーステナイト相分率は温度低下とともに増加し、1000 °Cで約50 %程度になる。更に温度が低下すると990 °C以下でSigma相が生成して脆化する。

表4-1 供試材(SUS329J4L)の化学成分

(wt %)						
C	Si	Mn	Ni	Cr	Mo	N
0.03	0.3	0.7	7.0	24.6	2.5	0.08

…: δ フェライト相, -: オーステナイト相, ---: Sigma相

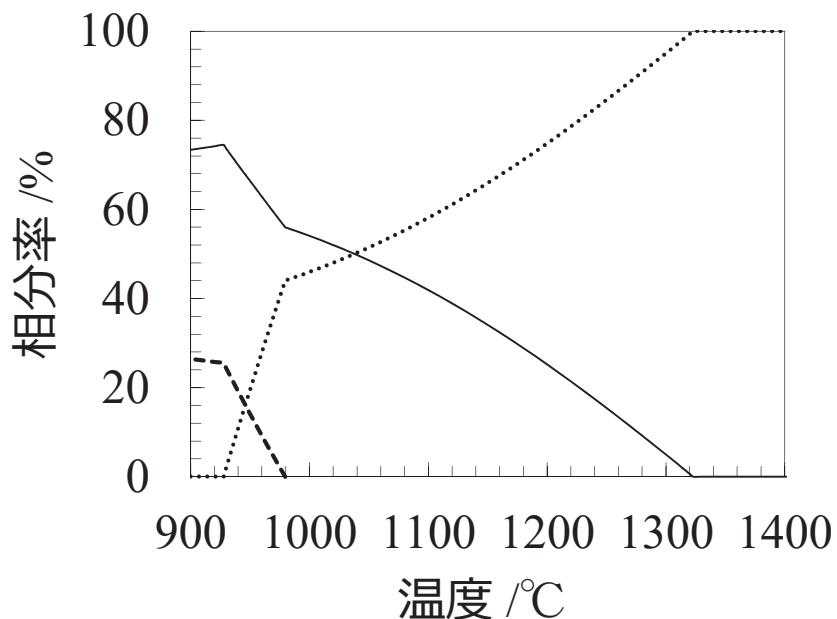


図4-1 供試材の計算平衡状態図

4.2.2 熱間単軸圧縮実験

熱間単軸圧縮試験の温度加工履歴を図4-2に示す。温度制御は高周波とN₂ガスにより行った。単軸圧縮試験片形状は円柱形状とし、径Dを8.0 mm、長さLを12.0 mmとした。圧縮試験片は表4-1の化学成分で鋼塊を溶製し、板圧延により製造したw150, t30 mmの素材板から切り出した。なお、採取方向は板圧延方向と圧縮試験片のL方向を一致させた。初期加熱温度は1250 °C一定とし、加工温度は1200 °CからSigma相の生成が無い1000 °Cまでの間を50 °C刻みで行った。熱間加工直前の冷却速度は通常プロセスを模擬した条件(a) 0.1 °C/sと加工熱処理模擬条件(b) 30.0 °C/sで行った。いずれの条件についても熱間加工の前には試験片外表面と中心部の温度差を小さくするために3.0 secの均熱時間を設けた。なお、均熱時間は予備試験として試験片中心部と外表面の温度履歴測定を行い、温度が均一になる時間を確認して決定した。ひずみ速度は0.1, 1.0, 10.0 s⁻¹の3条件とし、真ひずみが1.0まで1パスで圧縮を行った。圧縮加工後は加工直後の組織を解析するために急速冷却により組織凍結した。また、加工直前の組織を調査するために加工直前に組織凍結を行う条件も合わせて行った。

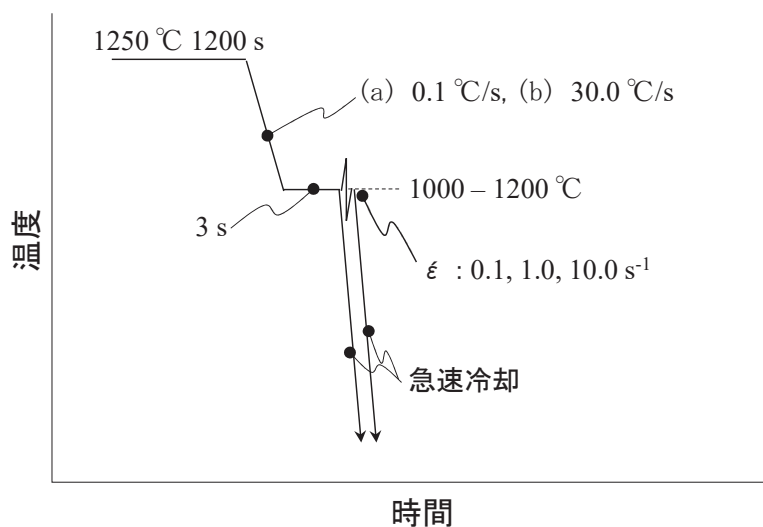


図4-2 熱間単軸圧縮試験の温度加工履歴

4.2.3 組織観察方法

熱間加工前後のオーステナイト相分率と相分布を調査するためにEBSD測定を行った。観察位置は試験後試験片の1/2L輪切り断面中心部について800 μm^2 の範囲を測定した。観察面はアルミナ粉による鏡面研磨後に仕上げ研磨を行い、最後に電解研磨を用いて観察面のひずみを除去して調整した。

4.3 実験結果

4.3.1 熱間加工温度別の流動応力変化

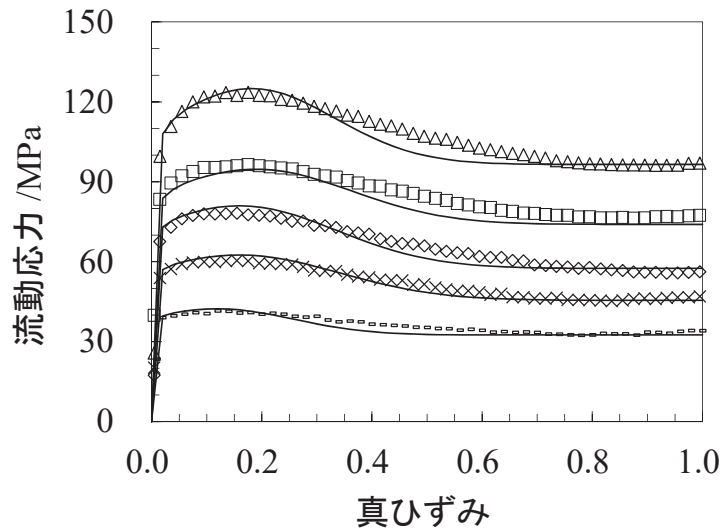
ひずみ速度1.0 s^{-1} で試験した条件について試験温度別の熱間流動応力を図4-3に示す。得られた熱間流動応力曲線は動的再結晶型であったため、柳田らにより提案[78]されているフィッティング式(1)から(5)により定式化し、図中に実線で重ねて示した。なお、 ε_c は動的再結晶臨界ひずみを示し、塑性ひずみがこの値より小さい時は加工硬化と動的回復を示す。また、 n は加工硬化指数、 ε_{max} は最大応力値 σ_{max} となる塑性ひずみ、 F_3 は動的再結晶時の定常応力を示す。 a 、 ε_{max} 、 F_2 については式(3)から(5)中に示す従属定数である。表4-2に式(1)から(5)でフィッティングした定数をまとめる。加工熱処理模擬条件(b) 30.0 $^{\circ}\text{C}/\text{s}$ は通常プロセス模擬条件(a) 0.1 $^{\circ}\text{C}/\text{s}$ に比べて、すべての熱間加工温度で最高応力 σ_{max} や定常応力 F_3 が大幅に低下した。また、加工硬化指数 n についても条件(b) 30.0 $^{\circ}\text{C}/\text{s}$ の方が低い値となった。

σ_{max} や F_3 は熱間成形時の加工荷重に大きな影響を与える。また、 n 値は変形初期の形状やひずみの分布に影響を与える。従来報告されてきた二相ステンレス鋼の熱間流動応力は熱間加工前の温度履歴について言及がないが、本実験結果より、加工熱処理技術適用時や実生産で不可避免的に発生する熱間加工中の急激な温度履歴の変化を考慮することは、正確な熱間流動応力

を得るために重要であることが示された。

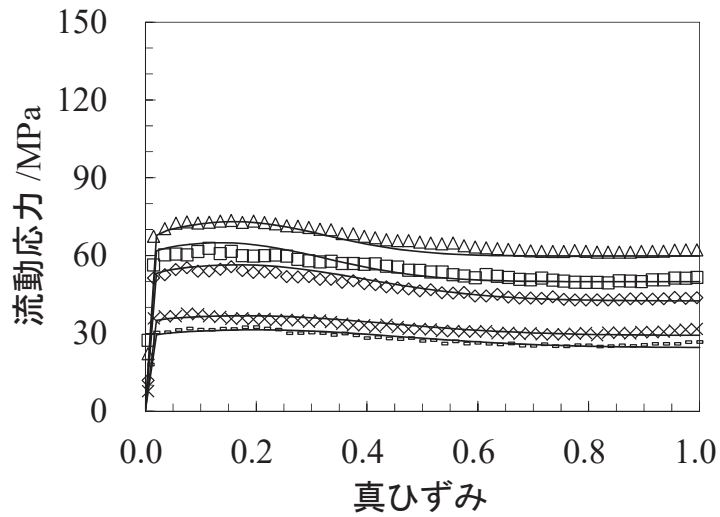
提案した加工熱処理技術は結晶粒微細化に加えて、課題である熱間加工性の改善を開発コンセプトとしている。本調査より、提案した加工熱処理技術は二相ステンレス鋼の熱間加工性における課題の一つである高い熱間流動応力を大幅に低減することを確認した。つまり、加工熱処理技術は熱間成形時の荷重を低減し、設備負荷の低減や焼き付きの抑制など安定製造に寄与すると考えられる。

△: 1000 °C, □: 1050 °C, ◇: 1100 °C, ×: 1150 °C, -: 1200 °C



条件(a) 0.1 °C/s

△: 1000 °C, □: 1050 °C, ◇: 1100 °C, ×: 1150 °C, -: 1200 °C



条件(b) 30.0 °C/s

図4-3 ひずみ速度1.0 s⁻¹の加工温度別流動応力
(プロット: 実測値, 実線: フィッティング値)

$$\bar{\sigma} = F_1 \bar{\varepsilon}^n \quad (\bar{\varepsilon} \leq \varepsilon_c) \quad (1)$$

$$\bar{\sigma} = F_2 \exp[a(\bar{\varepsilon} - \varepsilon_{\max})^2] + F_3 \quad (\bar{\varepsilon} \geq \varepsilon_c) \quad (2)$$

$$a = \frac{nF_1\varepsilon_c^{n-1}}{2(\varepsilon_c - \varepsilon_{\max})(F_1\varepsilon_c^n - F_3)} \quad (3)$$

$$F_2 = \frac{F_1\varepsilon_c^n - F_3}{\exp[a(\varepsilon_c - \varepsilon_{\max})^2]} \quad (4)$$

$$\varepsilon_{\max} = \varepsilon_c + \frac{F_1\varepsilon_c^n - F_3}{nF_1\varepsilon_c^{n-1} - (n-1)\varepsilon_c^{-1}(F_1\varepsilon_c^n - F_3)} \quad (5)$$

表4・2 動的再結晶型流動応力のフィッティング係数

(a) 0.1 °C/s

Temperature /°C	F_1	n	ε_c	F_3	σ_{\max}
1000	142.9	0.072	0.102	96.5	125.0
1050	105.5	0.059	0.105	74.0	97.9
1100	90.5	0.055	0.085	57.5	81.0
1150	69.3	0.049	0.085	45.5	62.5
1200	46.5	0.041	0.064	32.5	42.3

(b) 30.0 °C/s

Temperature /°C	F_1	n	ε_c	F_3	σ_{\max}
1000	78.8	0.039	0.087	59.8	73.1
1050	69.2	0.029	0.071	49.9	62.5
1100	60.1	0.031	0.087	42.5	56.3
1150	38.5	0.024	0.094	29.2	36.8
1200	33.2	0.029	0.105	24.5	31.3

4.3.2 ひずみ速度別の流動応力変化

ひずみ速度0.1, 1.0, 10.0 s⁻¹, 加工温度1050 °Cで試験した条件の熱間流動応力と式(1)から(5)でフィッティングを行った結果を図4-4に示す。なお、フィッティングはひずみ速度感受性指数である m 値を利用し、ひずみ速度1.0 s⁻¹を基準として、(1), (2)式にひずみ速度項 $\dot{\epsilon}^m$ を乗じて行った。

熱間流動応力はいずれのひずみ速度についても通常プロセス模擬条件(a) 0.1 °C/sに比べて加工熱処理模擬条件(b) 30.0 °C/sの方が低い値となった。一方で m 値は条件(a) 0.1 °C/sが0.135であるのに対し、条件(b) 30.0 °C/sは0.150と大きな値となった。

また、加工熱処理模擬条件(b) 30.0 °C/sのひずみ速度0.1 s⁻¹では、ひずみ量0.8以上の熱間流動応力が定常応力 F_3 に対し高応力側にかい離する現象が確認された。このかい離現象は条件(b) 30.0 °C/sの低ひずみ速度条件のすべての熱間加工温度で観察された。そこで、熱間加工温度別のかい離量を比較するために、ひずみ量1.0における熱間流動応力の定常応力 F_3 からのかい離量を式(6)に示す D_{F_3} と定義し、熱間加工温度別に整理した。条件(a) 0.1 °C/sと条件(b) 30.0 °C/sについて熱間加工温度と D_{F_3} の関係を図4-5に示す。かい離量 D_{F_3} は熱間加工温度1000から1100°Cの範囲で高い値となっており、熱間加工温度1050 °Cで最大18%に達した。柳田らは熱間単軸圧縮試験時の低ひずみ速度条件では、工具との接触抜熱により材料温度が低下し、熱間流動応力が上昇する現象を考慮する必要があると報告している[79]。しかし条件(a) 0.1 °C/sでは遅いひずみ速度でもかい離現象は観察されておらず、条件(b) 30.0 °C/sでのみ確認された。つまり、かい離現象は熱間加工中の温度変化の影響ではなく、熱間加工中の組織変化が原因と推測される。

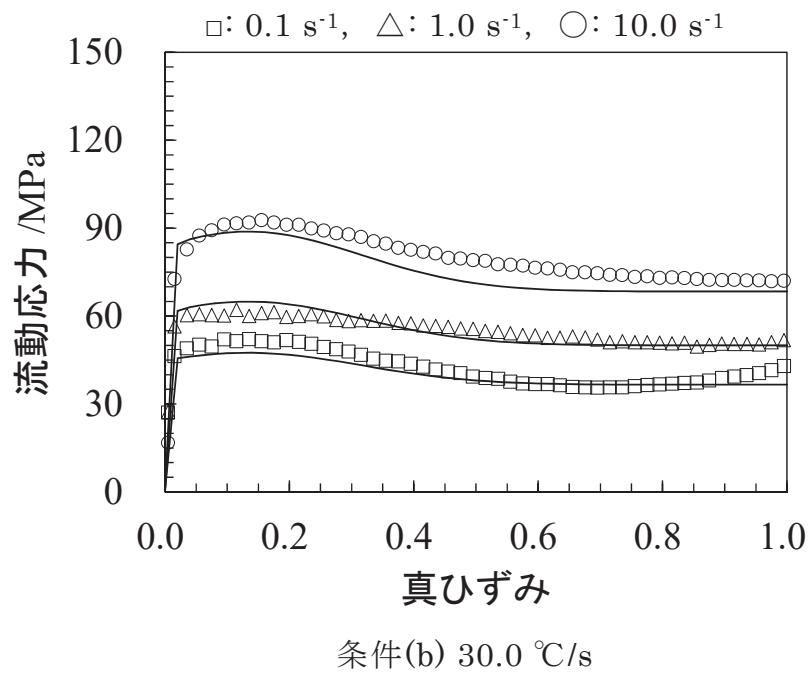
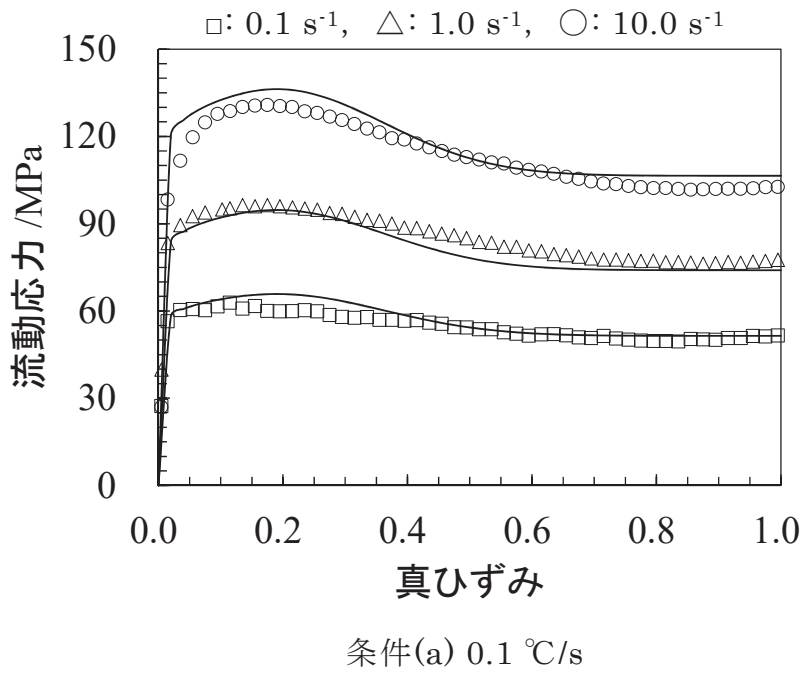


図4-4 熱間加工温度1050 °Cにおけるひずみ速度別の熱間流動応力変化
(プロット: 実測値, 実線: フィッティング値)

$$D_{F_3} = \frac{(\sigma_{\varepsilon=1} - F_3)}{F_3} \cdot 100 (\%) \quad (6)$$

-○-: 条件(a) 0.1 °C/s, -●-: 条件(b) 30.0 °C/s

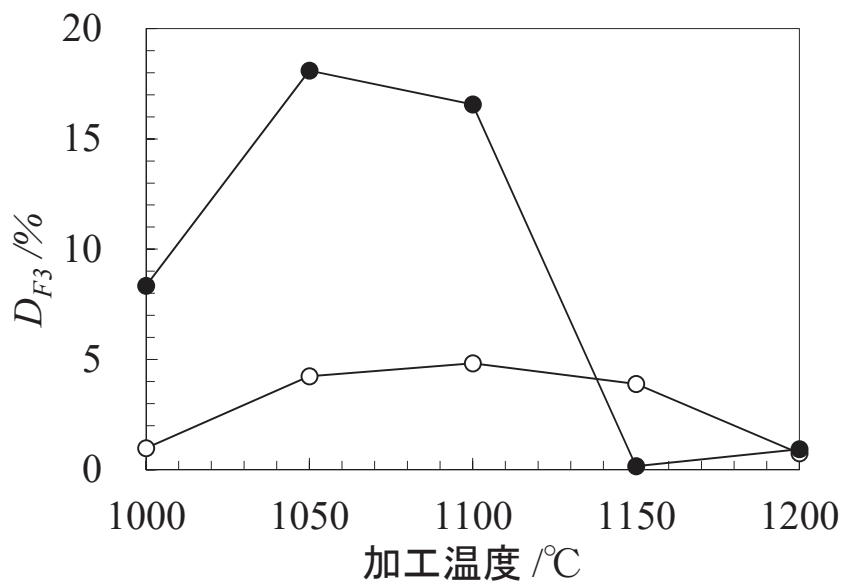


図4-5 ひずみ量1.0における定常応力 F_3 からかい離量 D_{F_3}

4.3.3 熱間加工直前の二相分率と分布状態

図4-6に圧縮加工直前の組織を凍結するために急速冷却を行った条件のオーステナイト相分率を示す。通常プロセス模擬条件(a) 0.1 °C/sでは、温度低下によりオーステナイト相分率が増加し、各温度の計算平衡状態図で得られる相分率に近い値であった。一方の加工熱処理模擬条件(b) 30.0 °C/sではオーステナイト相分率の増加が確認されず、熱間加工温度直前で非平衡な相分率であった。組織凍結温度1000, 1200 °CのPhaseマップを図4-7に示す。組織凍結温度1200 °Cでは条件(a) 0.1 °C/sと条件(b) 30.0 °C/sで相分布に大きな差は無く、オーステナイト相は粒界上や粒内に球状に分布していた。一方の組織凍結温度1000 °Cでは冷却速度条件で相分布形態が大きく異なり、条件(a) 0.1 °C/sでは大きく成長したオーステナイト粒が観察された一方で、条件(b) 30.0 °C/sではオーステナイト粒が成長しておらず1200 °Cで観察された形態を非平衡に維持していた。つまり、加工熱処理条件により熱間加工直前に生成する過冷却 δ フェライト相が熱間流動応力と、フィッティング式の定数に大きな影響を与えたと結論できる。

以上の結果より、加工熱処理技術適用により熱間流動応力が低下し、流動応力のフィッティング式にも影響を与えることを明らかにした。一方で、熱間流動応力の変化と熱間加工前から加工中にかけての組織変化の関係については考察が不足している。また、加工熱処理技術では、低ひずみ速度条件の高ひずみ側で熱間流動応力が定常応力からかい離する現象が観察された。この現象についても熱間加工中の組織変化の影響と考えられるが、詳しいメカニズムは不明である。組織変化の影響を考察し、熱間流動応力の変化挙動を理解することは熱間加工時の成形負荷の予測や組織制御による熱間流動応力の最適化を行う上で重要となる。次節以降では組織変化に注目した解析を行い流動応力変化について考察を行った。

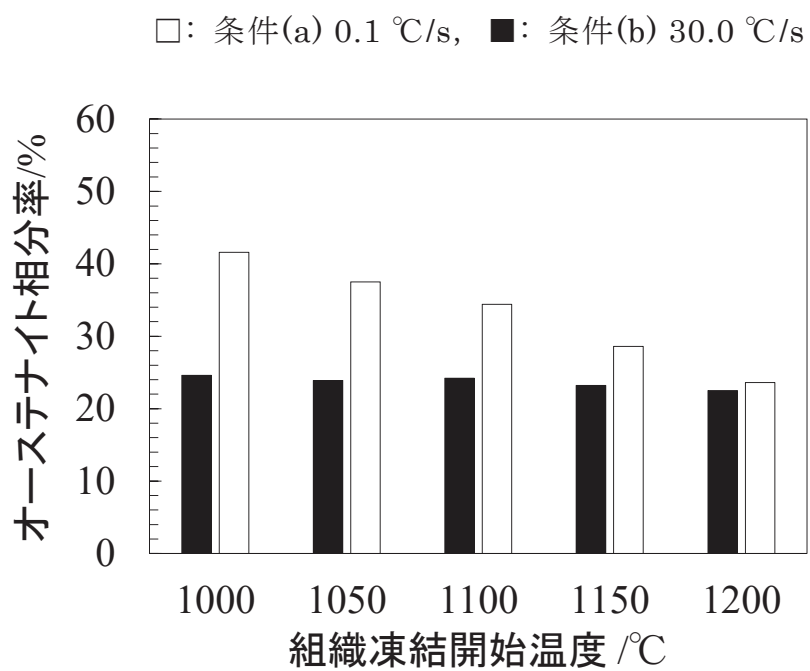
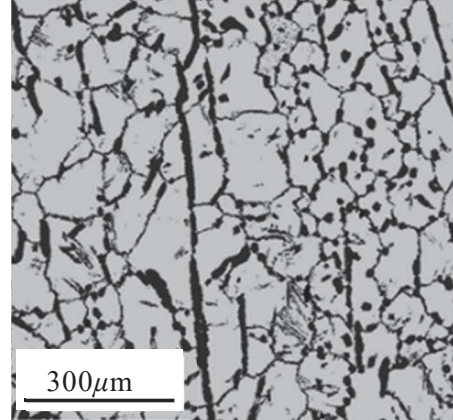
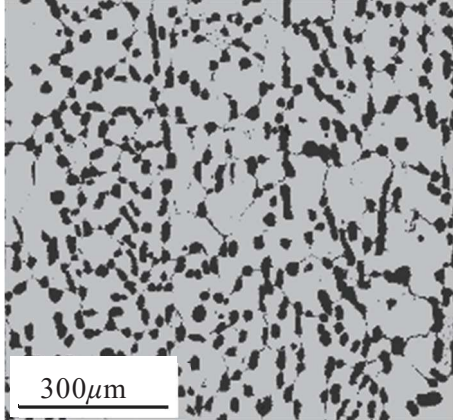


図4-6 熱間加工直前のオーステナイト相分率

■ δ フェライト相 ■ オーステナイト相



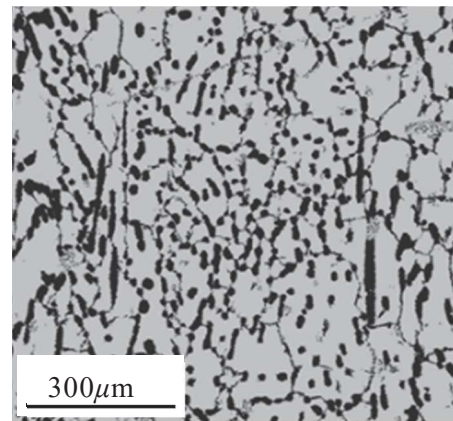
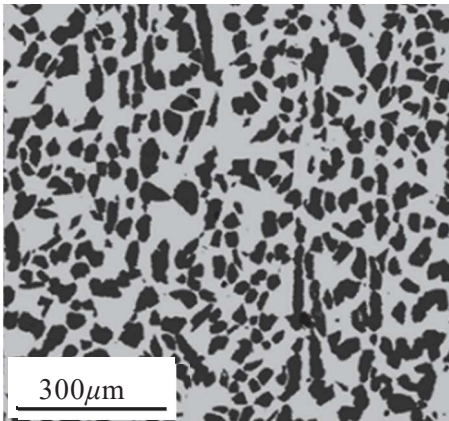
オーステナイト相分率 : 23.6 %

オーステナイト相分率 : 22.5 %

条件(a) 0.1 °C/s

条件(b) 30.0 °C/s

加工温度 1200 °C



オーステナイト相分率 : 41.6 %

オーステナイト相分率 : 24.6 %

条件(a) 0.1 °C/s

条件(b) 30.0 °C/s

加工温度 1000 °C

図4-7 熱間加工直前のオーステナイト相分布と分率

4.4 考察

前節の実験結果より，提案した加工熱処理技術は熱間加工直前に過冷却 δ フェライト相が多い非平衡な状態を造り，二相ステンレス鋼の熱間加工性の課題の一つである高い熱間流動応力を低減できることを示した。一方で，熱間流動応力の変化挙動とメカニズムの考察は加工熱処理技術を実生産で安定的に利用するために重要である。また，加工熱処理条件では，低ひずみ速度で熱間加工を行うと流動応力が定常応力からかい離する現象が観察されたが，この現象についてもメカニズムの解明が必要である。

そこで本節では，これらのメカニズムを解明するためにいくつかの追加実験と考察を行った。4.4.1では二相分率変化とフィッティング式の定数の関係を考察した。続く4.4.2では二相分率変化に加えて，各単相の熱間流動応力を追加実験により調査し，これらが熱間流動応力の変化挙動に与える影響を考察した。また，4.4.3では定常応力のかい離現象について熱間加工中の組織変化に注目した追加実験を実施し，かい離現象のメカニズムを考察した。

4.4.1 二相分率変化と熱間流動応力の関係

フィッティング式の定数と熱間加工直前のオーステナイト相分率を用いて熱間流動応力と二相組織変化の関係を整理した。図4-8にひずみ速度 1.0 s^{-1} の最大応力 σ_{\max} と定常応力 F_3 ，熱間加工直前のオーステナイト相分率差を加工温度別に示す。なお，オーステナイト相分率差については，通常プロセス模擬条件(a) $0.1 \text{ }^\circ\text{C/s}$ と加工熱処理模擬条件(b) $30.0 \text{ }^\circ\text{C/s}$ の相分率の差を A_D と定義して示した。

同一加工温度の σ_{\max} と F_3 は，すべての熱間加工温度で条件(b) $30.0 \text{ }^\circ\text{C/s}$ の方が小さな値を示し，その差は加工温度低下により拡大した。一方の相分

率差 A_D も熱間加工温度低下で上昇が確認され、 σ_{\max} や F_3 と A_D と相関を確認した。図4-9に加工硬化指数 n 値と A_D の関係を示す。 σ_{\max} や F_3 と同様に、すべての熱間加工温度で条件(b) 30.0 °C/sの方が小さな値を示し、その差は加工温度低下で拡大した。また、 n 値についても熱間加工直前の相分率差 A_D と相関が確認された。 A_D は二相分率の差を表すのと同時に過冷度の程度を示しており、熱間加工直前の冷却速度と温度差の影響を受ける。フィッティング式の定数と A_D との関係整理により、 σ_{\max} や F_3 、 n 値は過冷度と関係が強いことを確認した。

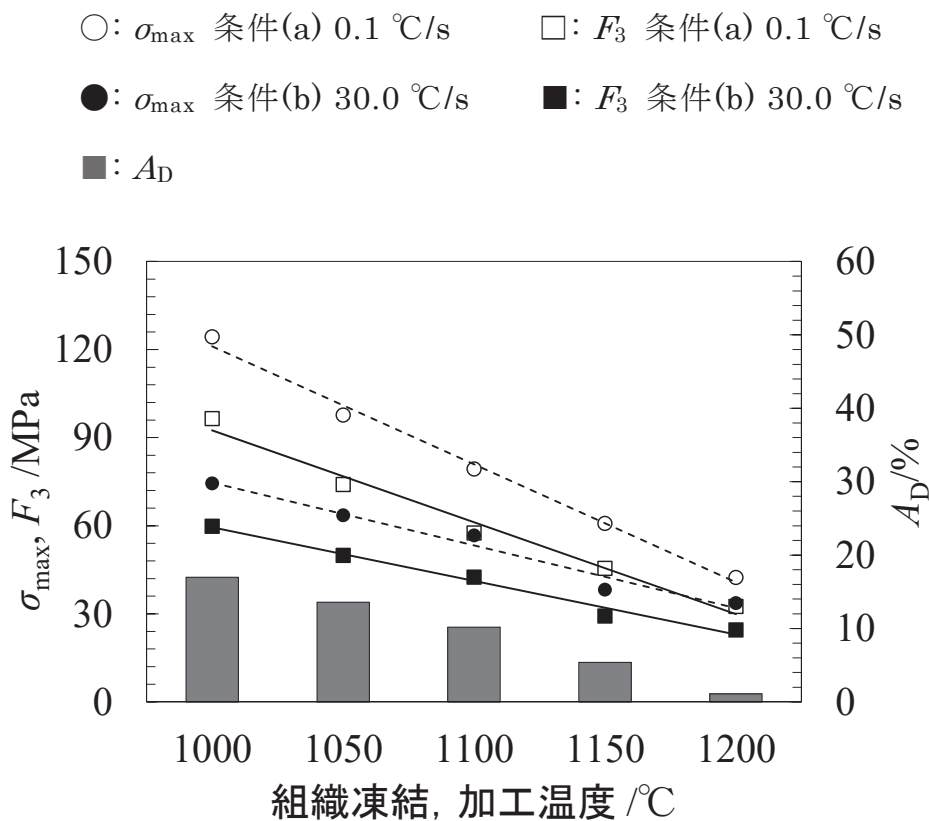


図4-8 オーステナイト相分率差 A_D と σ_{\max} 、 F_3 の関係

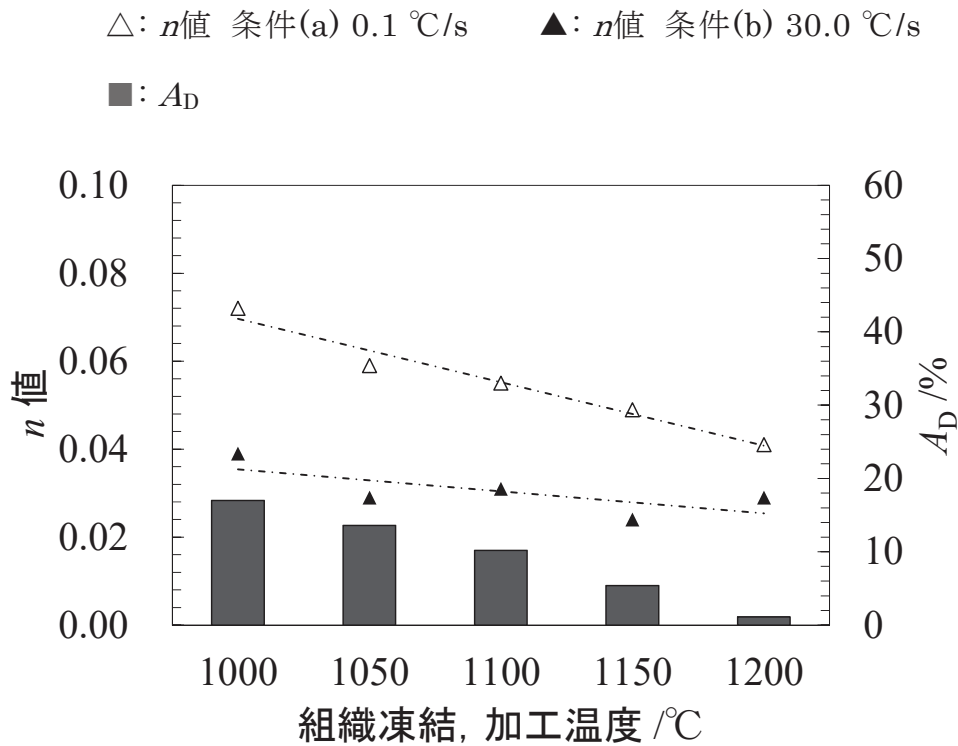


図4-9 オーステナイト相分率差 A_D と n 値の関係

4.4.2 単相鋼の熱間流動応力特性

前項では、最高応力 σ_{\max} と定常応力 F_3 、加工硬化指数 n といった動的再結晶型を代表する定数は、過冷度を示すオーステナイト相の相分率差 A_D と相関が強いことを示した。過冷度とフィッティング定数の間に関係性を確認できた一方で、定数変化の挙動を考察するには二相を形成する単相の熱間流動応力特性も重要となる。強度や延性に影響を与える二相ステンレス鋼の各単相の強度特性は、常温またはそれ以下の温度域ではFloreen[79]やHayden[80], Decker[81]により調査され、 δ フェライト相の降伏強度がオ

ーステナイト相を上回ると報告されている。一方でMcQueen[82]らは熱間加工温度域のフェライト系ステンレス鋼とオーステナイト系ステンレス鋼の熱間強度を調査し、オーステナイト系ステンレス鋼の熱間強度が高いことを報告している。これらの結果より、二相ステンレス鋼を形成する各単相は熱間加工温度域で異なる流動応力特性を持つと考えられ、強度差にともなうひずみの分配挙動変化により熱間流動応力が影響を受けると考えられる。一方で、二相を形成する各単相の熱間流動応力特性の調査や、その定式化を試みた報告はない。そこで、本供試材の代表熱間加工温度である1050℃について、 δ フェライト相とオーステナイト相各単相の熱間流動応力測定を行った。調査に用いた各単相鋼の化学成分を表4-3に示す。化学成分は供試材の二相ステンレス鋼を1050℃で加熱後、急速冷却による組織凍結を行い、各相の化学成分をEPMA(Electron Probe Micro Analyzer)で分析して決定した。この化学成分調整により、加熱温度1050℃で安定して δ フェライト相とオーステナイト相単相組織が得られる。この鋼片から単軸圧縮試験用の円柱試験片を切出し、加工温度1050℃、ひずみ速度0.1, 1.0, 10.0 s⁻¹で熱間流動応力測定を行った。なお、第3章では加工熱処理直後の各相の元素分配が平衡状態に対して遅延し、massive的な挙動を示していることを説明した。表4-3で示す各単相の化学成分は平衡状態に近い等温保持後の組織を利用して決定している。そのため、加工熱処理時に変形を受ける各単相の化学成分とは少し異なる可能性がある点に注意が必要である。

表4-3 1050℃での単相化学成分

	(wt %)						
	C	Si	Mn	Ni	Cr	Mo	N
δ フェライト相	0.002	0.3	0.62	4.5	29.5	2.8	0.015
オーステナイト相	0.050	0.3	0.82	8.9	21.7	1.6	0.130

熱間圧縮試験後の熱間流動応力を式(1)から(5)と $\dot{\epsilon}^m$ を用いてフィッティングした結果を図4-10に示す。また、表4-4に各単相鋼のフィッティング後の定数を示す。測定結果より、すべてのひずみ速度で δ フェライト単相鋼は低い熱間流動応力を示した。また、 n 値や σ_{\max} 、 F_3 はオーステナイト単相鋼に比べ大幅に小さく、 m 値は大きな値であった。この定数の挙動変化と、表4-2で示した二相組織の定数について比較を行うと、オーステナイト相単相から δ フェライト相単相への定数変化は、二相組織の通常プロセス模擬条件(a) 0.1 °C/sから加工熱処理模擬条件(b) 30.0 °C/sへの変化と挙動が類似している。つまり、加工熱処理技術では熱間加工直前に過冷却 δ フェライト相が多い状態となるため、 δ フェライト相が担うひずみ量が増え、 δ フェライト単相鋼の流動応力特性に近づいたと結論できる。一方の通常プロセス模擬条件(a) 0.1 °C/sではオーステナイト相分率が上昇し、オーステナイト相へもひずみが分配されるため、オーステナイト単相鋼の熱間流動応力特性に近づいたと結論できる。

以上の結果から、二相ステンレス鋼の熱間流動応力は熱間加工時の二相分率と各相の流動応力特性の二つに影響を受けることを明らかにした。提案した加工熱処理技術の様に非平衡状態を積極的に利用する場合は、過冷度と大きな相関を持つ A_D と加工を担う相の n 値や σ_{\max} 、 F_3 等の熱間流動応力特性を理解して熱間流動応力の解釈や成形荷重を管理することが重要である。

熱間加工時の二相分率や各単相の熱間流動応力が二相ステンレス鋼の熱間流動応力に影響することを明らかにしたが、各単相鋼の n 値や動的再結晶臨界ひずみ ϵ_c 、 σ_{\max} 、 F_3 は極めて大きな差があることが明らかになった。二相混合組織の強度予測には、ひずみが等価に分配されることを前提とした混合則が多用され、Spigarelliらは二相ステンレス鋼の熱間加工についても

混合則が成り立つと報告している[71]。一方で、田村[83]らや富田[84, 85]らは二相組織を形成する各相で強度特性が大きく異なる材料については、ひずみが等価に分配されずに混合則に従わないことを報告しており、本供試材もこれに当てはまる。近年、二相組織の流動応力の定式化について、二相分率変化とひずみの分配挙動を考慮したモデルが下村ら[86]やKimら[87]により報告されているが、これらの試みに加え、提案した加工熱処理技術の熱間流動応力の定式化については、二相分率変化挙動に影響を与える過冷度と、組織を形成する相の单相流動応力特性を補完する必要がある。また、過冷度や单相流動応力は材料の化学成分に加え、初期加熱温度や初期粒径、加工直前の冷却速度、熱間加工温度に影響を受ける。今後、これらのパラメーターと熱間加工温度での各相の流動応力差をフィッティング式に定数として追加し、過冷却と二相分率変化を考慮できる熱間流動応力の予測式の提案が望まれる。

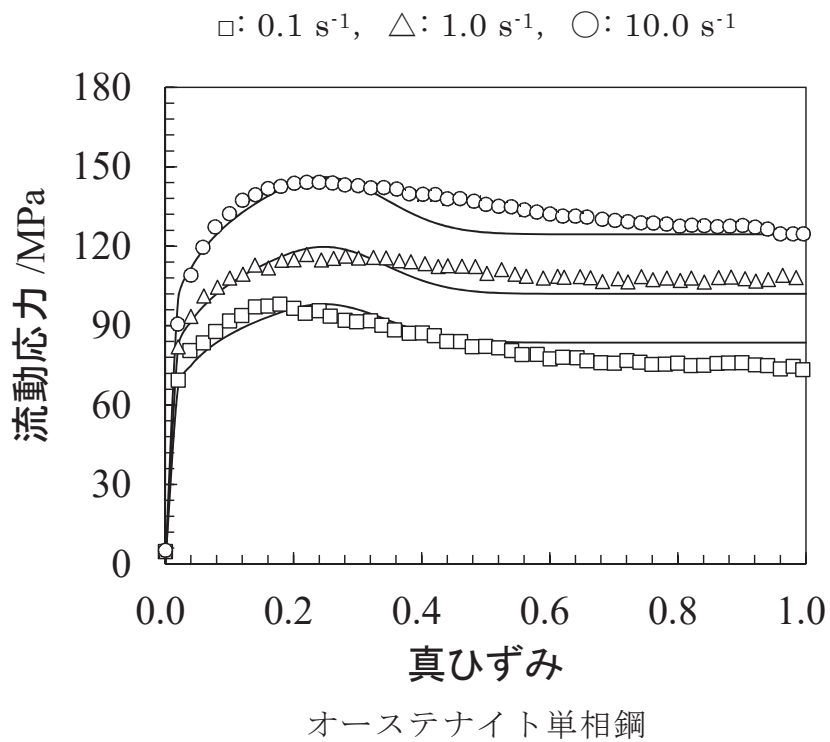
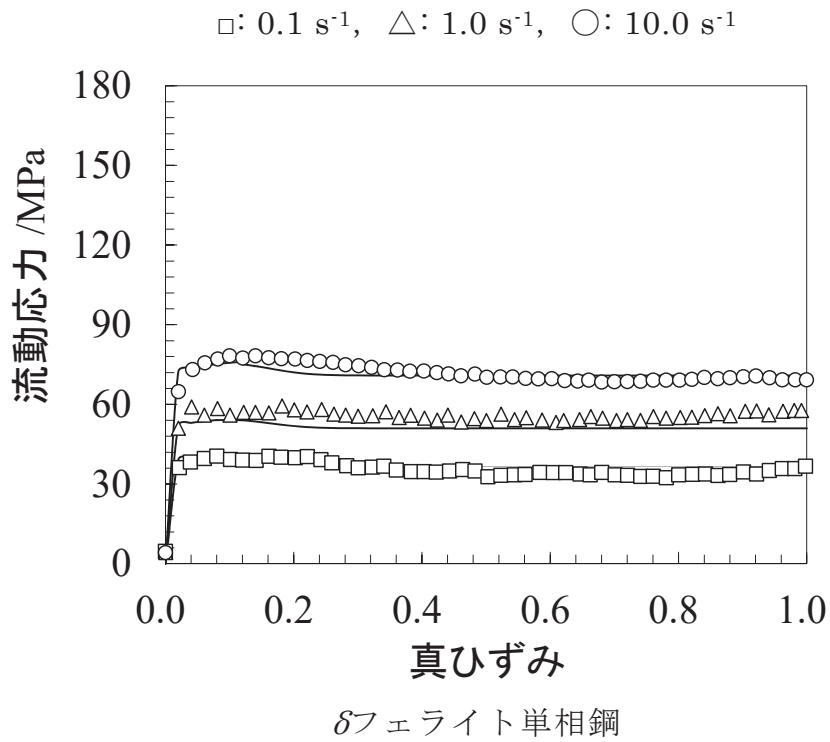


図4-10 δフェライトとオーステナイト単相鋼のひずみ速度別熱間流動応力
(プロット: 実測値, 実線: フィッティング値)

表4-4 δ フェライトとオーステナイト単相鋼のフィッティング係数

	F_1	n	ε_c	F_3	σ_{\max}	m
δ フェライト相	58.2	0.029	0.060	51.0	53.0	0.180
オーステナイト相	152.0	0.158	0.171	102.0	119.8	0.091

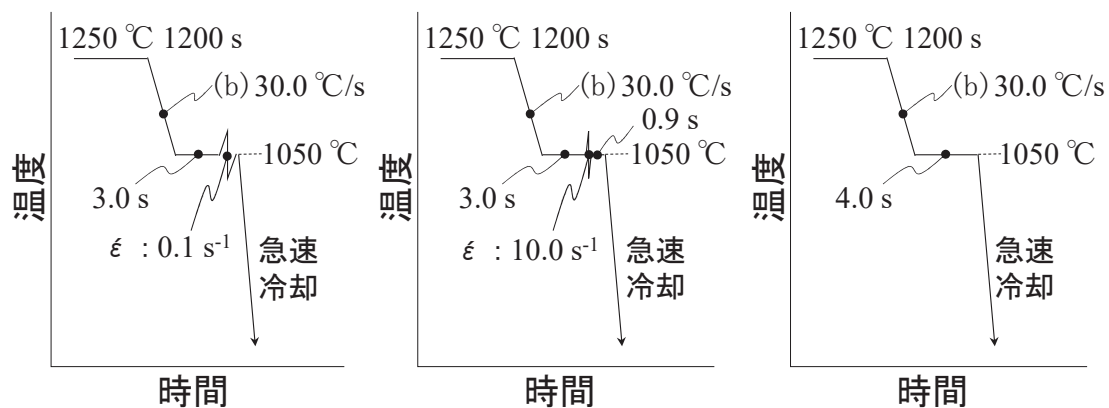
4.4.3 低ひずみ速度における D_{F_3} 増加メカニズム

前項で二相分率変化と各単相の熱間流動応力が、フィッティング式の定数に与える影響を明らかにした。ところで、4.3.2でひずみ速度と熱間流動応力の関係を調査した結果より、加工熱処理模擬条件(b) 30.0°C/sの低ひずみ速度では、ひずみ量が0.8以上に大きくなると流動応力が定常応力 F_3 からかい離する現象が確認された。つまり、加工熱処理技術を低ひずみ速度の加工と組み合わせて実施すると、成形荷重はひずみ量増加に従い増加することを示している。定常応力からのかい離現象は、本検討で利用した動的再結晶型のフィッティング式をはじめ、通常利用される流動応力の定式化では考慮されていない。また、汎用鋼ではこのような現象の報告はなく、熱間加工開始から加工後にかけて二相分率変化が起こる二相ステンレス鋼の加工熱処理技術に特有の現象であると考えられる。提案した加工熱処理技術を実生産で運用し、結晶粒微細化と同時に精度良い寸法を得るには、定常応力からのかい離現象についてメカニズムを明らかにする必要がある。そこで本項では、提案した加工熱処理技術に特有の現象である定常応力からのかい離現象について、熱間加工中の二相分率変化に注目したメカニズムの提案を試みた。

定常応力がかい離する現象は加工熱処理条件の非平衡な組織に対して低速の加工を行う条件でのみ確認された。3.4.2で説明した加工熱処理技術による微細組織形成メカニズムより、加工熱処理技術のひずみ速度が遅い条

件では、熱間加工開始から加工中に非平衡状態から平衡状態へ二相分率変化が起こり、ひずみ誘起変態した微細オーステナイト粒へひずみが分配する現象を説明した。前節の単相鋼の調査では、オーステナイト相は δ フェライト相に比べて熱間流動応力が大幅に高いことが確認されている。つまり、定常応力からのかい離現象は、熱間加工の進行とともにひずみ誘起で変態した硬質なオーステナイト相へひずみが分配されたことが原因と推測される。

熱間流動応力の定常応力からのかい離現象についてメカニズムを確認するために加工熱処理条件について、同一温度、均熱時間における加工量と加工速度が熱間加工中の組織変化に与える影響を追加実験により調査した。**図4-11** (I)から(III)に熱処理、熱間単軸圧縮試験条件を示す。供試材は定常応力からのかい離現象が観察された**表4-1**の化学成分を使用し、熱処理、単軸圧縮加工温度はかい離量 D_{F_3} が最も大きい $1050\text{ }^\circ\text{C}$ とした。なお、条件(I)は定常応力 F_3 からのかい離量 D_{F_3} が最大であった**図4-2**の加工前冷却速度(b) $30.0\text{ }^\circ\text{C/s}$ 、ひずみ速度 0.1 s^{-1} の条件と同じ温度加工履歴である。条件(II)と(III)は条件(I)を基準として、冷却後からの均熱時間を条件(I)と同じ 4.0 s とし、ひずみ速度やひずみの有無が同一均熱時間中の組織変化に与える影響を調査した。条件(II)はかい離量 D_{F_3} が確認されなかったひずみ速度条件 10.0 s^{-1} で加工を行い、加工を含む均熱時間を 4.0 s とするために加工後に 0.9 s の等温保持を行った。条件(III)は加工の有無が等温保持中の組織変化に与える影響を調査するために等温保持を 4.0 s のみを行った。試験後は試験片輪切り断面中央部の組織についてEBSD観察を行い、二相分率変化と硬質相であるオーステナイト相のひずみの累積挙動を調査した。



(I) ひずみ速度: 0.1 s^{-1} (II) ひずみ速度: 10.0 s^{-1} (III) 無加工

図4-11 ひずみ速度と加工条件を変化させた温度加工履歴

図4-12に無加工条件(III)のIPFマップとオーステナイト相分率を示す。なお、図中には結晶方位差 15° 以上の粒界を黒線で表示した。IPFマップよりオーステナイト粒は δ フェライト相の粒界上に観察されたが、 δ フェライト粒内にはほとんど観察されなかった。また、オーステナイト相分率は平衡状態に比べて低く、4.0 sの等温保持後でも非平衡を維持していた。3.3.1では加速冷却後の非平衡な δ フェライト相は、一定時間は維持されることを説明した(図3-8参照)。無加工条件(III)の調査より、本供試材の化学成分と実験条件でも、低ひずみ条件(I)の熱間加工時間に相当する等温保持のみでは過冷却状態に変化が無く、二相分率変化は起こらないことを確認した。

図4-13に条件(I)と(II)のオーステナイト相のIPFマップと相分率を示す。組織変化が無かった無加工条件(III)に対し、条件(I)と(II)のオーステナイト相分率は大幅に増加しており、熱間加工により二相分率が変化した。また、条件(I)と(II)ではひずみ速度が異なるが、等温保持後のオーステナイト相分率は同程度であった。条件(I)と(II)のいずれについてもオーステナイト粒は粗大な延伸粒と数 μm 程度の微細粒の2種類が観察された。無加工条件(III)

の結果より、粗大延伸粒は熱間加工前より存在するオーステナイト粒が熱間加工により延伸して形成したものであるため、数 μm 程度の微細粒が熱間加工中から加工後の相分率変化で生成したオーステナイト粒である。

熱間加工中の二相分率変化で生成した微細なオーステナイト粒について、熱間流動応力に影響を与えるひずみの累積挙動を調査した。ひずみの累積挙動については3.4.1と同様に母相 δ フェライト相と微細オーステナイト粒のK-Sの関係を調査した(図3-24参照)。飴山らやSingh, Brownらは δ フェライト相から相変態するオーステナイト粒はK-Sの関係を持つことを説明している[64, 65, 66, 67]。そのため、微細オーステナイト粒の生成が熱間加工後であればK-Sの関係が満足される。一方で、熱間加工中に生成した場合は、生成したオーステナイト粒に加工ひずみが累積してK-Sの関係が失われる。つまり、K-Sの関係調査により、微細オーステナイト相へのひずみの分配挙動を定量的に確認でき、熱間流動応力への影響を考察できる。

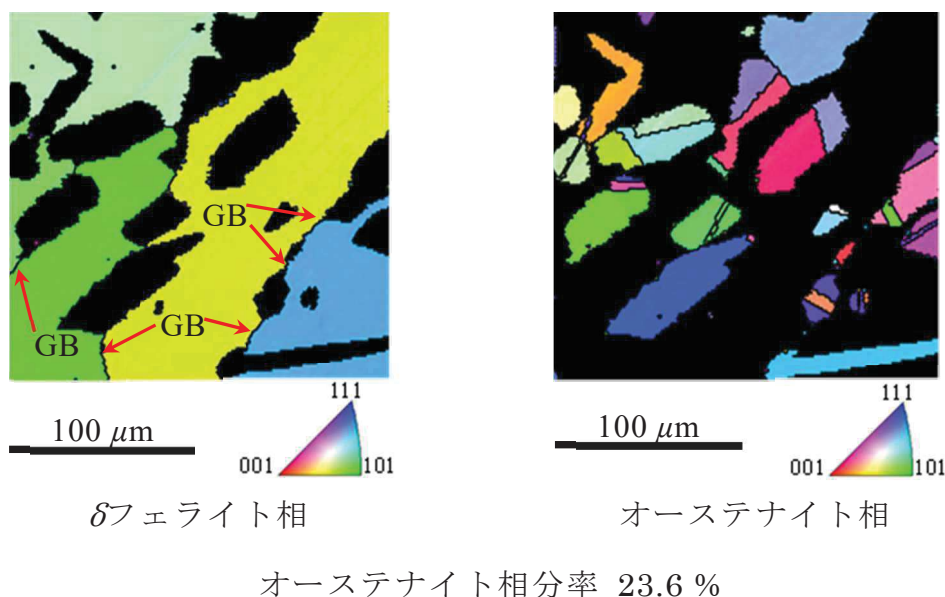
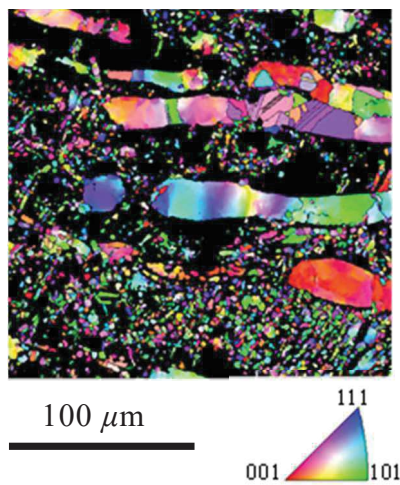
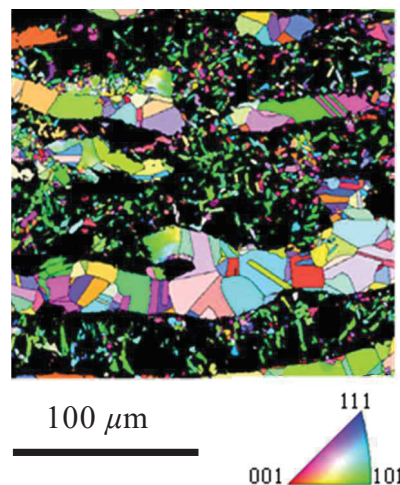


図4-12 無加工条件(III)のIPFマップ



オーステナイト相分率 40.4 %

(I) ひずみ速度: 0.1 s^{-1}



オーステナイト相分率 42.9 %

(II) ひずみ速度: 10.0 s^{-1}

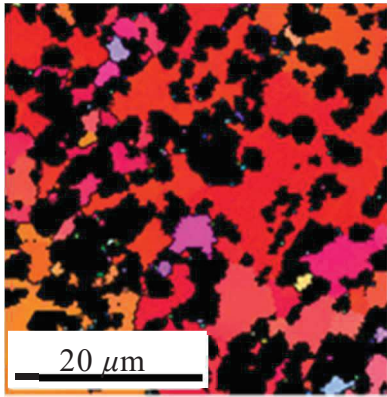
図4-13 ひずみ速度別のオーステナイト相IPFマップ

図4-14に微細オーステナイト粒の生成範囲に限定して測定したオーステナイト相と δ フェライト相それぞれのIPFマップを示す。また、図4-15に δ フェライト相の最密面(110)とオーステナイト相の最密面(111)の極点図を示す。なお、極点図はbcc(110)の母相 δ フェライト相を黒丸プロット、fcc(111)のオーステナイト相を等高線図で示した。極点図の結果より、ひずみ速度が速い条件(II) 10.0 s^{-1} では、bcc(110) // fcc(111)のK-Sの関係が確認された。つまり、条件(II)の微細オーステナイト粒は熱間加工中ではなく、加工後の等温保持中に生成したと結論できる。一方のひずみ速度が遅い条件(I)はK-Sの関係が確認できず、熱間加工中に二相分率変化により生成したオーステナイト粒にひずみ累積されていた。つまり、条件(II)は硬質相であるオーステナイト粒にひずみが分配しないのに対し、条件(I)は熱間加工中の二相分率変化により硬質なオーステナイト相にひずみが分配していた。つまり、

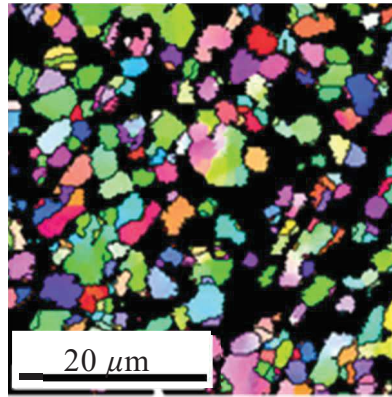
熱間加工中の二相分率変化による硬質相へのひずみの分配が、定常応力のかい離現象を発生させていることを明らかにした。

以上の結果より、加工熱処理技術のひずみ速度が遅い条件で、熱間流動応力が定常応力からかい離する現象については、熱間加工中の二相分率変化により生成する硬質なオーステナイト相へのひずみの分配が原因であることを明らかにした。このメカニズムによると、熱間加工中の二相分率変化を抑制できる速いひずみ速度条件や、二相分率変化速度を加速する過冷度を小さくすれば、定常応力のかい離現象を回避できる。一方で、化学成分や過冷度の変化により変態駆動力が高まると熱間加工中の二相分率変化が促進されるため、より多くの加工条件でかい離現象が起こる場合や、定常応力だけでなく、流動応力全体が熱間加工中の二相分率変化に影響を受ける可能性がある。さらに、この現象は過冷度により熱間加工中に相分率変化が発生する化学成分であれば。二相ステンレス鋼だけでなく、様々な材料で起こる可能性がある。

熱間加工中の組織変化は過冷度や加工温度、ひずみ量に影響を受けるが、汎用鋼をはじめとする流動応力曲線の定式化にはこれらを表現するパラメーターは提案されていない。熱間加工直前に非平衡な組織を持ち、加工中に強度特性の異なる相の分率が変化する材料は、加工中の相分率変化に影響を与える過冷度と、組織変化によりひずみが分配される各相単相の流動応力特性を考慮し、これらをパラメーターに加えた流動応力の定式化が必要と考えられる。

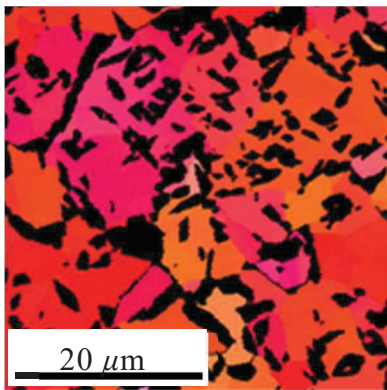


bcc(δ フェライト相)

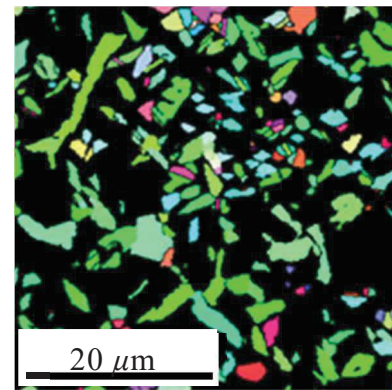


fcc(オーステナイト相)

(I) ひずみ速度: 0.1 s^{-1}



bcc(δ フェライト相)



fcc(オーステナイト相)

(II) ひずみ速度: 10.0 s^{-1}

図4-14 母相 δ フェライト相とひずみ誘起オーステナイト粒のIPFマップ

●: δ フェライト粒の(110), 等高線: オーステナイト相の(111)

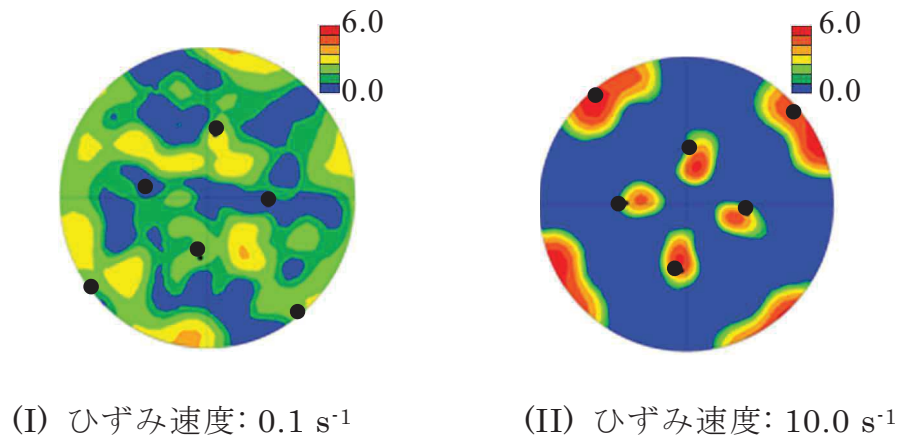


図4-15 ひずみ速度別のbcc(110) // fcc(111)関係

4.5 結言

過冷却 δ フェライト相からのひずみ誘起オーステナイト相変態を利用して結晶粒を微細化する二相ステンレス鋼の加工熱処理技術について、熱間加工温度範囲が1000から1200 °Cの熱間流動応力特性を調査した。以下に得られた知見をまとめる。

- ・ 初期加熱温度から熱間加工温度まで加速冷却を行う加工熱処理技術では加速冷却を行わない通常プロセスに比べ最大応力と定常応力、加工硬化指数が低くなり、ひずみ速度感受性指数が高くなる。
- ・ 二相ステンレス鋼の熱間流動応力特性は、熱間加工直前の温度履歴変化に影響を受ける加工開始時点の二相分率に大きく影響を受ける。提案した加工熱処理技術は熱間加工直前の加速冷却により加工開始時のオーステナイト相分率が低下するため、熱間流動応力特性は δ フェライト相単相に近づ

く。

・加工熱処理技術では低ひずみ速度の条件で熱間流動応力が定常応力に対して上昇する現象が確認された。この現象は熱間加工中に二相分率変化が起こり、相分率が上昇した硬質なオーステナイト相へひずみが分配されることが原因である。

変態駆動力が高い過冷却な組織から平衡状態への二相分率変化はひずみにより加速される。この二相分率変化が熱間加工中に起こる材料や加工条件では、二相分率変化に影響を与える過冷度と、組織変化によりひずみの分配を受ける各单相の熱間流動応力特性を考慮した解釈が必要である。また、加工熱処理技術を工業的に運用するためには、これらの現象を表現可能な定式化を行い、定数の調査を進めることが重要になると考えられる。

－ 第5章 －

熱間加工直前の冷却速度が熱間延性へ与える影響

第5章 熱間加工直前の冷却速度が熱間延性へ与える影響

5.1 緒言

第3章では提案した加工熱処理技術により、連続プロセスの中で二相ステンレス鋼の結晶粒を微細化できることを示した。第4章では加工熱処理技術が熱間流動応力特性へ与える影響を調査し、課題である高い熱間成形負荷を低減できることを示した。また、汎用鋼や通常のプロセスでは起きない加工熱処理技術特有の現象として熱間加工中の二相分率変化が熱間流動応力へ与える影響とメカニズムを明らかにした。

背景で述べたように、低い熱間加工性は二相ステンレス鋼の最大の課題である。提案した加工熱処理技術は結晶粒微細化により希少元素の添加に頼らない特性の向上に加え、熱間加工性の改善も目的の一つとしている。熱間加工性については第4章で熱間流動応力の詳細な調査結果を述べた。一方で、二相ステンレス鋼の熱間加工性では低い熱間延性による成形中の割れや疵も大きな課題となる。

二相ステンレス鋼の基礎的な熱間延性については熱間単軸引張試験と、試験後の断面減少率測定による調査結果が多く報告されている。例えば Barteriらは熱間単軸引張試験による断面減少率と組織を観察し、ひずみ速度別の各相の再結晶挙動が熱間延性に与える影響を報告している[88]。また、Blum[89]やFan[90]らは初期加熱温度と熱間延性の関係について、初期組織の観察と熱間単軸引張試験後の断面減少率を調査し、初期加熱温度変化による粒径変化や各相の分布状態変化が熱間延性に影響を与えると報告している。これらの調査は実生産で変化する熱間加工温度やひずみ速度、初期加熱温度が熱間延性に与える影響を明らかにしており、最適な加工条件を選択する上で重要である。一方で、提案した加工熱処理技術のように熱間加工直前の加速冷却が熱間延性へ与える影響については報告が無い。

加工熱処理技術は熱間加工直前の加速冷却により通常プロセスと比較して二相分率を非平衡状態へ変化させるため、組織変化に起因して熱間延性が影響を受けると考えられる。また、通常プロセスの場合でも、被加工材の端部や表面は冷却水や冷えた金型の接触により局所的に急激な温度低下が発生しやすく、熱間加工直前の温度履歴が大きく変化しやすい。そのため、熱間加工直前の冷却温度履歴が二相ステンレス鋼の熱間延性に与える影響を明確化し、そのメカニズムを理解することは、加工熱処理技術を安定して利用するとともに、実生産の適切な製造温度管理に重要である[91, 92]。

本章では二相ステンレス鋼の加工熱処理技術が熱間延性に与える影響を調査するために熱間単軸引張試験による断面減少率と引張試験前後の伸びについて調査を行った。実験では通常プロセス模擬条件と加工熱処理技術模擬条件の比較と、熱間加工後の詳細な組織解析により組織変化が熱間延性に与える影響を考察した。

5.2 実験方法

5.2.1 供試材

供試材は第4章と同じ化学成分を使用した。供試材であるSUS329J4Lの化学成分を表5-1に示す。また計算平衡状態図を図5-1に示す。この化学成分では熔融状態からの温度低下で δ フェライト相が生成し、その後の温度低下で δ フェライト相の一部がオーステナイト相へ変態する。オーステナイト相分率は温度低下とともに増加し、1000 °Cで約50 %程度まで増加する。更に温度が低下すると990 °C以下でSigma相が生成して脆化する。図5-2に供試材のCCT線図を示す。供試材の化学成分では加熱温度からの冷却速度が1.0 °C/sを大きく下回るとSigma相が生成することが予想される。

表5-1 供試材 (SUS329J4L) の化学成分

(wt %)						
C	Si	Mn	Ni	Cr	Mo	N
0.03	0.3	0.7	7.0	24.6	2.5	0.08

⋯: δフェライト相, —: オーステナイト相, ---: Sigma相

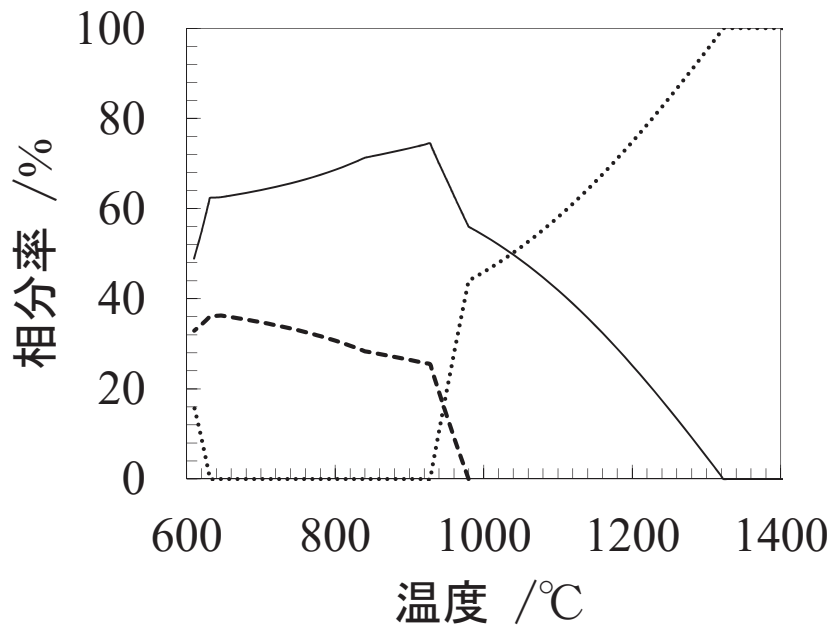


図5-1 供試材の計算平衡状態図

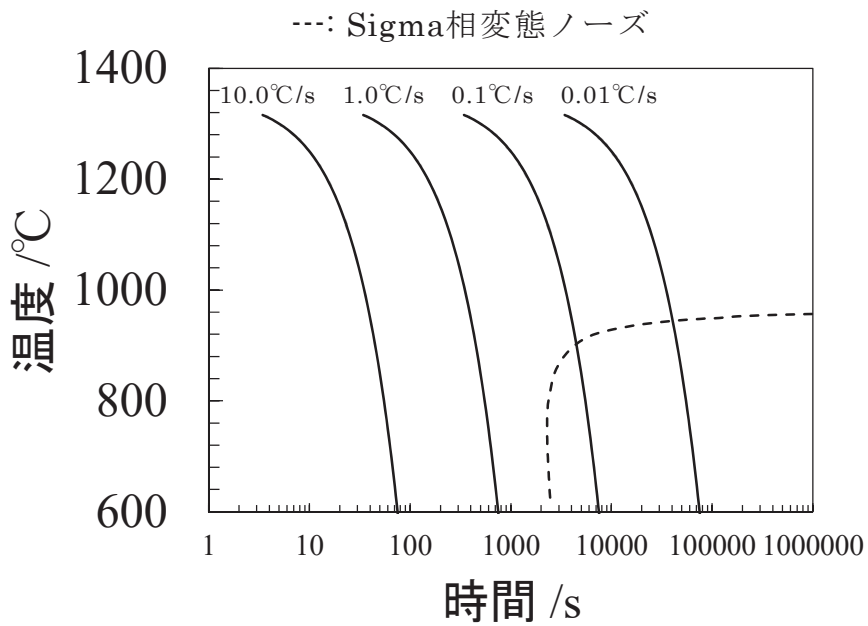


図5-2 供試材の計算CCT線図

5.2.2 熱間単軸引張実験

熱間単軸引張試験により熱間加工直前の冷却速度変化が熱間延性に与える影響を調査した。熱間単軸引張試験片形状を図5-3に示す。試験片は機械加工により平行部径Dを10 mm，長さLを120 mmとした。試験片の温度制御は長さLの中央部20 mm程度について通電加熱方式による加熱とN₂ガスによる冷却を組み合わせで行った。加工温度履歴を図5-4に示す。初期加熱温度は1250 °C一定とし，加工温度は650 °Cから1150 °C間を100 °C刻みで行った。第4章の熱間流動応力調査では，加工熱処理技術が取りうる最低加工温度をSigma相の生成が無い1000 °Cとして圧縮試験条件を決定した。本章で熱間延性調査の最低加工温度を650 °Cとした理由は，加工熱処理技術を実生産で運用する場合には，1000 °C以上の冷却停止温度を選択しても加速冷却後の素材表面や端部は局所的にこの温度を下回る可能性を考慮したためである。佐々木らは，伝熱解析を用いた板圧延時の板厚方向温度履歴

の計算より、圧延直前の加速冷却とロール接触により外表面は狙い冷却停止温度に対して200 °C以上低下することを説明した[91]。第3章で述べた熱間流動応力はひずみを受ける素材全体の平均温度が支配的であるため、ごく一部で冷却停止温度が狙いを下回ることがあっても影響は限定的である。一方で低い熱間延性による疵や割れは局所的に温度が低下した素材表面や端部に発生する。そのため、加速冷却を利用する加工熱処理技術を実生産で安定して利用するためには熱間加工温度より低温域まで評価が必要である。以上の実用上の温度変化を考慮し、熱間延性調査では最低加工温度を650 °Cとしている。熱間加工直前の冷却速度は通常プロセスを模擬した条件(a) 0.3 °C/sと加工熱処理模擬条件(b) 10.0 °C/sで行った。なお、通常プロセス模擬条件の冷却速度は図5-2のCCT線図を参考に、Sigma相が生成しない0.3 °C/sに決定している。熱間単軸引張試験の引張速度は10.0 mm/sとし、各加工温度履歴で3本ずつ実験を行った。また、加工速度の影響を調査するために加工温度1050 °Cでは、引張速度10.0 mm/sに加えて0.1, 1.0, 10.0, 100.0 mm/sの条件を追加した。いずれの条件についても熱間加工直前の試験片温度分布を少なくするために3.0 sの均熱時間を設けた。なお、均熱時間は予備試験として試験片中心部と外表面の温度履歴測定を行い、温度が均一になる時間を確認して決定した。試験後は断面減少率 R_A と試験前後の長さ変化を伸び量として熱間延性を評価した。なお、断面減少率 R_A は画像解析により求めた破断後の破断面面積 A 、初期断面積 A_0 としたとき $(A_0 - A)/A_0 \times 100$ で計算した。また、破断後の試験片は破断直後の組織観察のために急速冷却による組織凍結を行った。

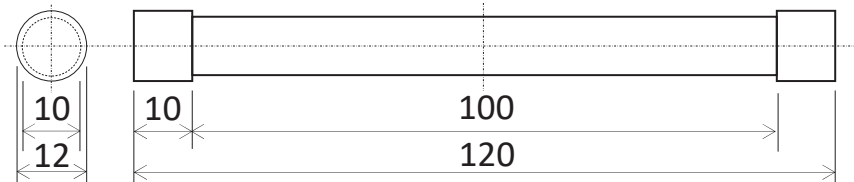


図5-3 熱間単軸引張試験片形状

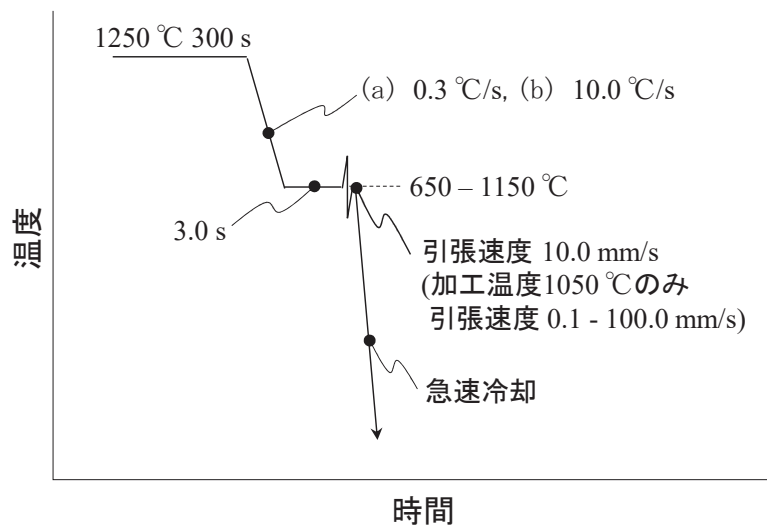


図5-4 熱間単軸引張試験の温度加工履歴

5.2.3 組織観察方法

組織凍結後の試験片はオーステナイト相分率変化とその分布を調査するために破断面付近を長さ方向断面中心部で切断し、破面から約5 mm位置についてEBSD測定を行った。観察面はアルミナ粉により鏡面まで仕上げた後、仕上げ研磨を行い、最後に電解研磨で表面のひずみ層を除去した。測定は800×800 μm の範囲について0.3 μm ピッチで行った。

5.3 実験結果

5.3.1 熱間加工温度別の延性変化

図5-5に熱間加工温度別の断面減少率 R_A と引張強度 TS の変化を示す。また、図5-6に650, 950, 1150 $^{\circ}\text{C}$ で実験した条件の破断面写真を示す。いずれの破断面も扁平しているが、これは二相ステンレス鋼の組織異方性の影響である。断面減少率 R_A の測定結果より、いずれの冷却速度でも加工温度低下により R_A が減少したが、熱間加工直前の冷却速度により傾向が異なった。加工熱処理模擬条件(b) 10.0 $^{\circ}\text{C}/\text{s}$ は通常プロセス模擬条件(a) 0.3 $^{\circ}\text{C}/\text{s}$ に比べ850 $^{\circ}\text{C}$ から1150 $^{\circ}\text{C}$ の温度域について R_A が大きく向上した。一方で、750 $^{\circ}\text{C}$ ではほぼ同等の値となり、650 $^{\circ}\text{C}$ では一部逆転した。 TS についてはいずれの冷却速度でも加工温度低下とともに上昇する傾向が確認されたが、750 $^{\circ}\text{C}$ から1150 $^{\circ}\text{C}$ の間では条件(a) 0.3 $^{\circ}\text{C}/\text{s}$ の方が高い値となり、650 $^{\circ}\text{C}$ で条件(b) 10.0 $^{\circ}\text{C}/\text{s}$ と逆転した。図5-7に伸び量の変化を示す。いずれの冷却速度についても伸び量は加工温度低下により低下する傾向が確認された。また、条件(b) 10.0 $^{\circ}\text{C}/\text{s}$ は条件(a) 0.3 $^{\circ}\text{C}/\text{s}$ に比べ850 $^{\circ}\text{C}$ から1150 $^{\circ}\text{C}$ の温度域について伸び量が向上し、750 $^{\circ}\text{C}$ 以下では差がなくなることを確認した。この挙動は R_A と同じであり、伸び量と R_A には相関が確認された。

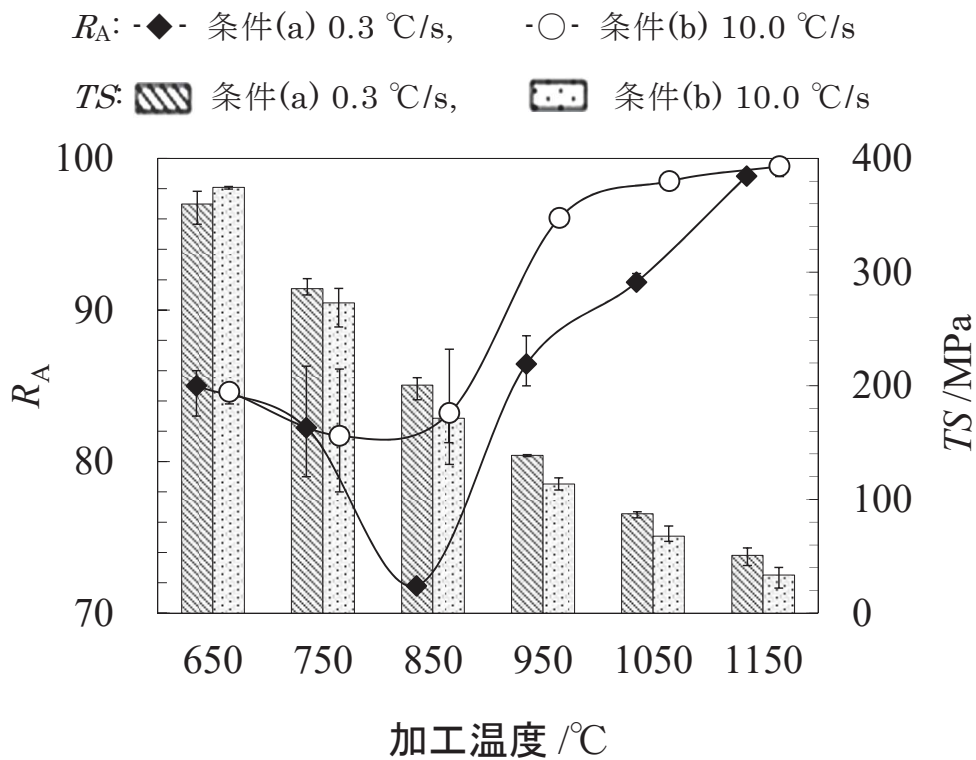


図5-5 熱間加工温度別の断面減少率 R_A と引張強度 TS

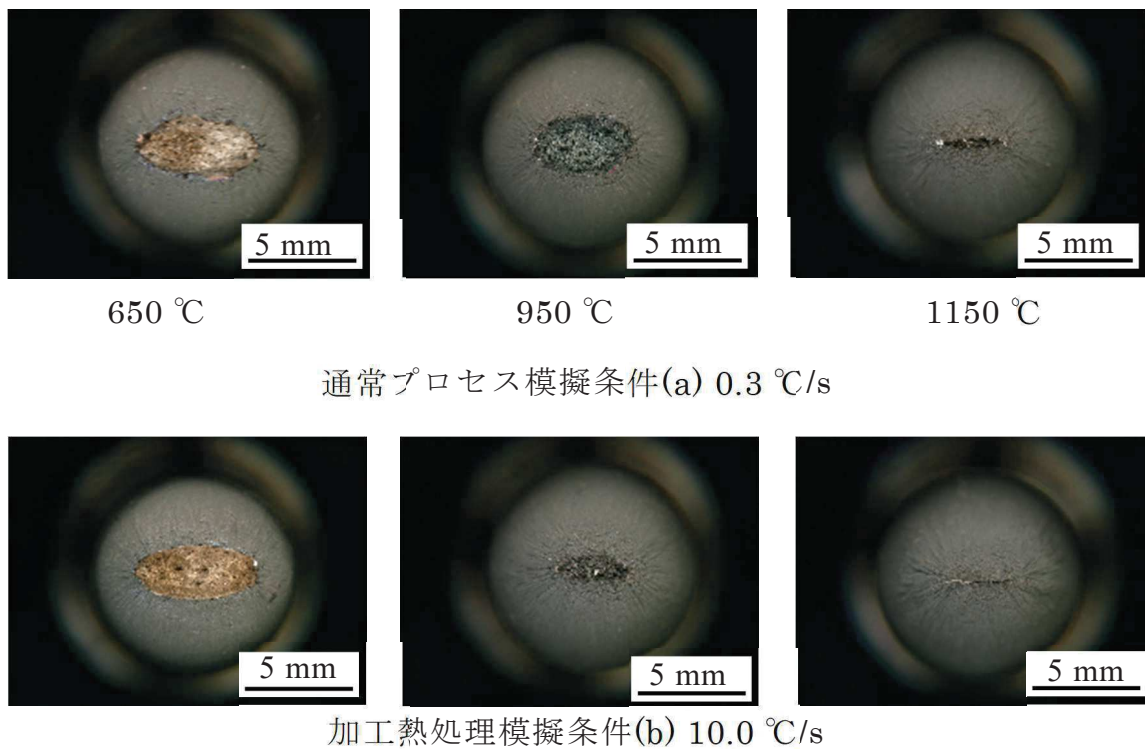


図5-6 熱間単軸引張試験後の試験片破断面写真

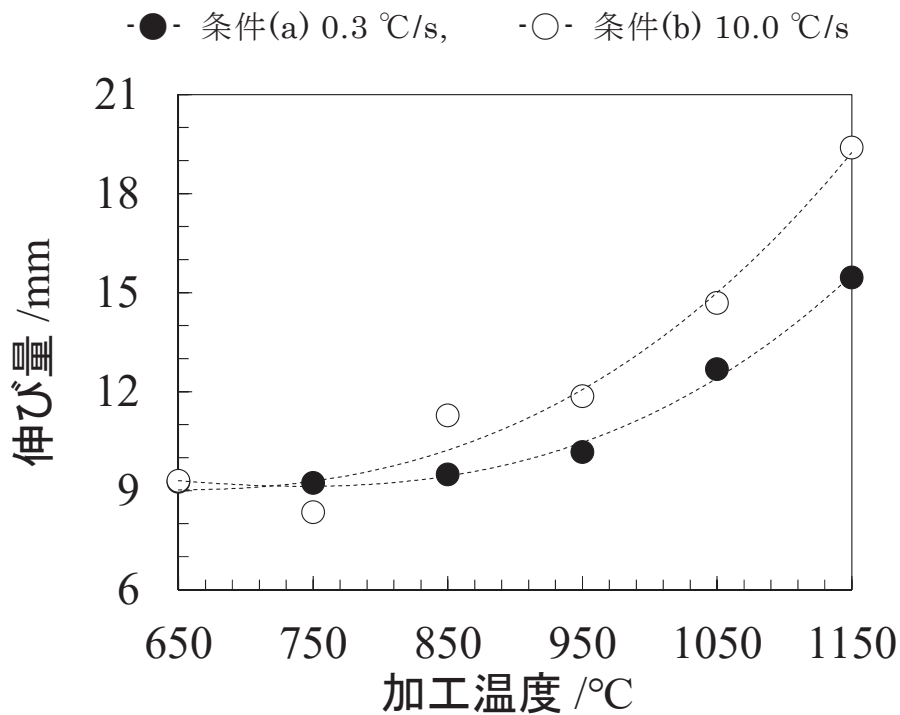


図5-7 熱間単軸引張試験前後の伸び量の変化

5.3.2 熱間加工直後のオーステナイト相分率変化

引張速度10.0 mm/sの条件について、EBSDで測定した熱間加工直後のオーステナイト相分率を図5-8に示す。また、図5-9にEBSDで測定した650, 950, 1150 °Cの熱間加工直後の相分布を示す。図5-8より、通常プロセス模擬条件(a) 0.3 °C/sは熱間加工温度が低下するに従いオーステナイト相分率が上昇するが、950 °C以下では飽和した。また、図5-9の相分布の測定より、すべての条件でSigma相の生成は確認されず、 δ フェライト相とオーステナイト相の二相状態であることを確認した。ところで、飽和後のオーステナイト相分率は40 %程度であったが、計算平衡状態図では1000 °C以下でオーステナイト相分率が50 %を超えている。つまり、950 °C以下では元素拡散速度が遅く、条件(a) 0.3 °C/sの徐冷条件でも変態が遅延した非平衡状態

が維持されていた。

今回の通常プロセス模擬条件(a) 0.3 °C/sでは950 °C以下の低温条件で連続冷却中にオーステナイト相分率が平衡状態にならないことを確認した。しかし、実生産でも加熱炉などによる等温保持を行わない限りは自然放冷時の冷却速度は条件(a) 0.3 °C/sと同程度と考えられるため、実生産でも今回の実験結果と同じような相分率であると推測される。一方の加工熱処理模擬条件(b) 10.0 °C/sはいずれの加工温度でも条件(a) 0.3 °C/sに比べて低いオーステナイト相分率であり、熱間加工直前から加工中も過冷却 δ フェライト相が多い状態を維持していた。

以上の結果より、図5-5で得られた断面減少率 R_A と引張強度 TS 、伸び量はSigma相の生成がない δ フェライト相とオーステナイト相の二相状態について、通常プロセスと加工熱処理技術による熱間延性の違いを評価できたと結論できる。

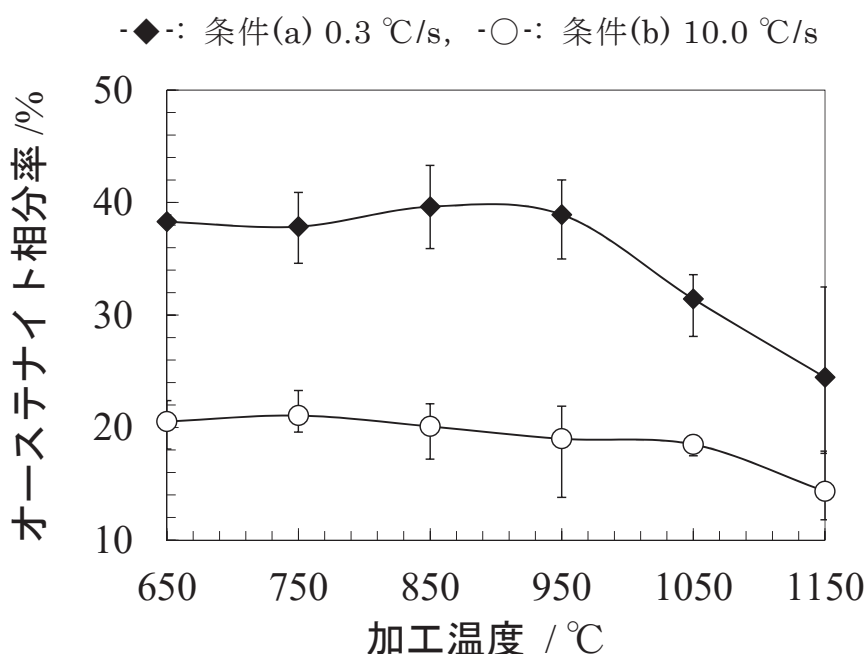
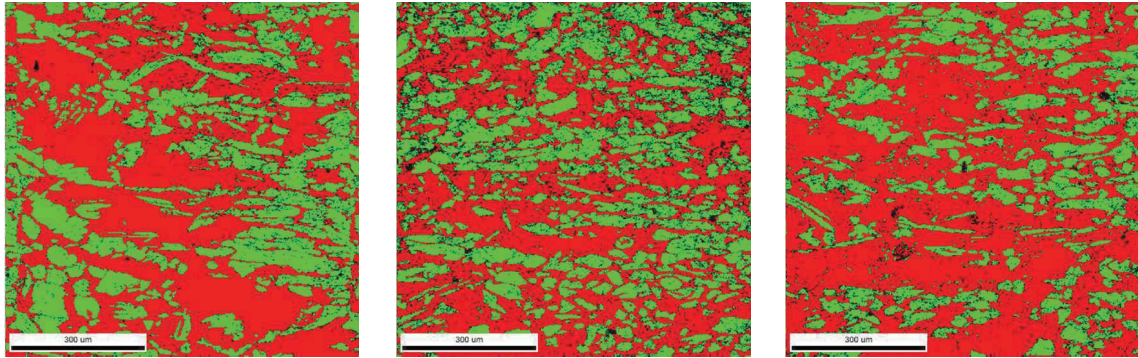


図5-8 熱間加工直後のオーステナイト相分率 (引張速度 10.0 mm/s)

■: δ フェライト相, ■: オーステナイト相, ■: Sigma相

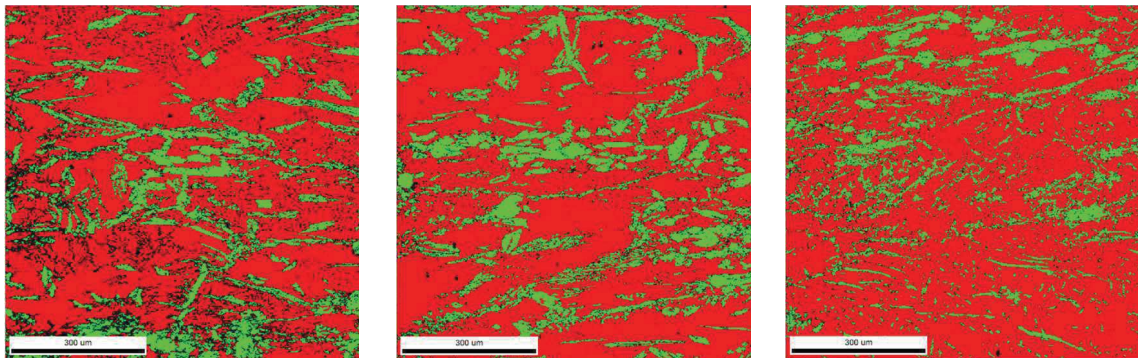


650°C

950°C

1150°C

通常プロセス模擬条件(a) 0.3°C/s



650°C

950°C

1150°C

加工熱処理模擬条件(b) 10.0°C/s

図5-9 熱間加工直後の相分布 (引張速度10.0 mm/s)

5.3.3 熱間加工速度別の延性変化

加工温度1050 °Cについて、引張加工速度を0.1, 1.0, 10.0, 100.0 mm/sと変化させた条件の断面減少率 R_A を図5-10に示す。いずれの冷却速度でも加工速度の低下と共に R_A も低下したが、同じ加工速度の比較では通常プロセス模擬条件(a) 0.3 °C/sに比べ加工熱処理模擬条件(b) 10.0 °C/sの方が良好であった。しかし、加工速度低下による R_A の減少量は条件(b) 10.0 °C/sの方が大きく、条件(a) 0.3 °C/sとの差が縮まる傾向が観察された。図5-11に加工速度0.1, 100.0 mm/s についてEBSDによる熱間加工直後の相分布と相分率の測定結果を示す。条件(a) 0.3 °C/sは加工速度で相分率に差が無く、いずれも粗大に成長したオーステナイト粒が伸展した組織であった。一方の条件(b) 10.0 °C/sでは加工速度変化により組織変化が観察された。条件(b) 10.0 °C/sの加工速度100.0 mm/sでは熱間加工直後もオーステナイト相分率が低い状態であった。一方の加工速度0.1 mm/sではオーステナイト相分率の上昇が確認され、熱間加工中に二相分率に変化が起きていた。また、観察されたオーステナイト粒は条件(a) 0.3 °C/sに比べ微細に分布していた。第4章の熱間流動応力調査より、加工熱処理条件の低ひずみ速度では熱間加工中にひずみ誘起変態による二相分率変化が起こり、流動応力挙動が影響を受けることを説明した。熱間延性についても加工熱処理条件(b) 10.0 °C/sの低引張速度条件では熱間加工中の二相分率変化が延性と組織に影響を与えたと考えられる。

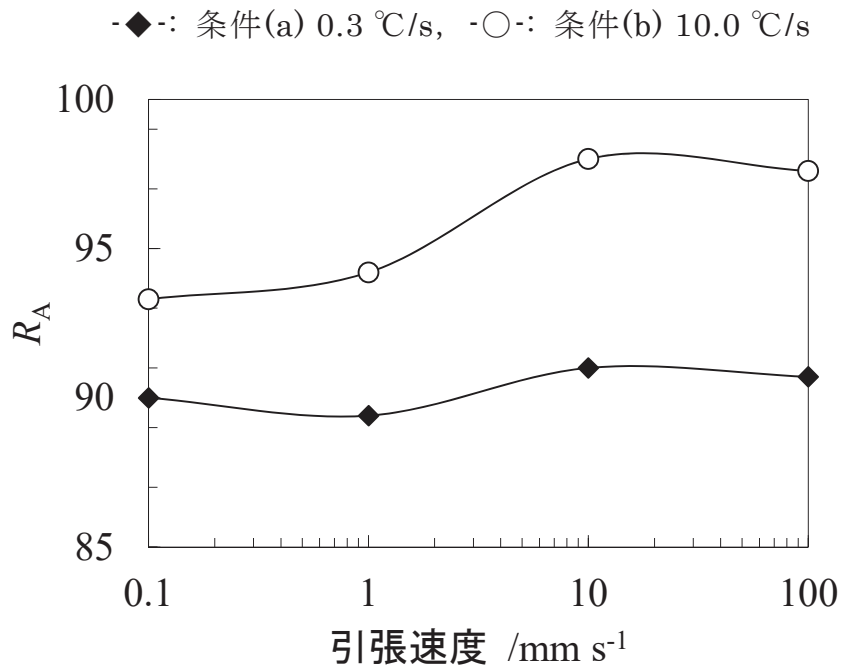
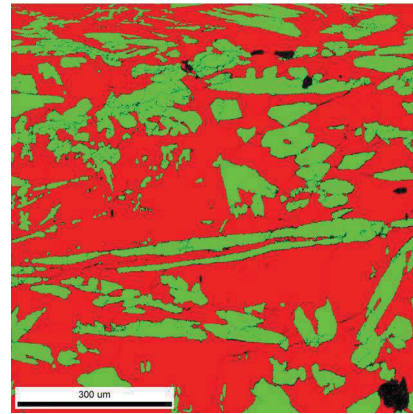
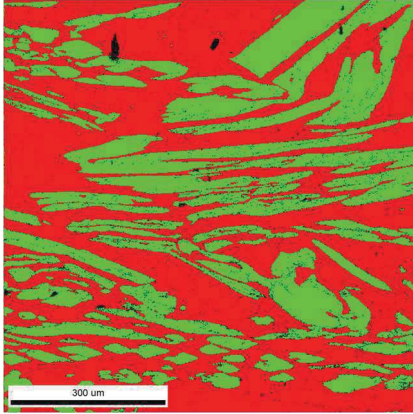


図5-10 引張速度別の断面減少率 R_A (加工温度 1050 °C)

■ δ フェライト相, ■ オーステナイト相, ■ Sigma相



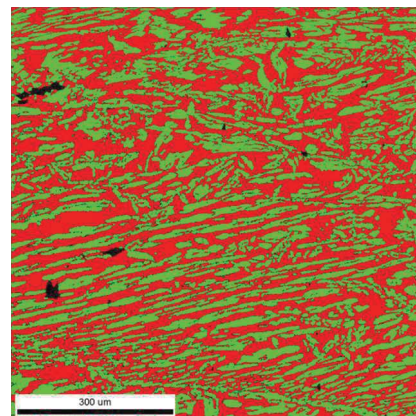
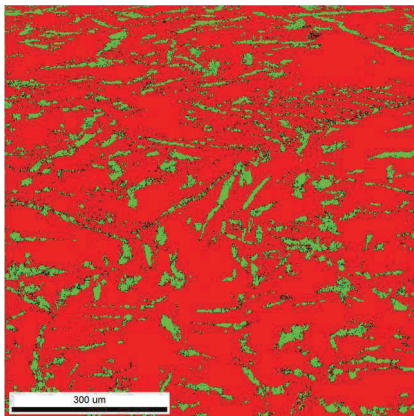
オーステナイト相分率: 39.9 %

オーステナイト相分率: 38.5 %

引張速度 100.0 mm/s

引張速度 0.1 mm/s

通常プロセス模擬条件(a) 0.3 °C/s



オーステナイト相分率: 13.3 %

オーステナイト相分率: 39.8 %

引張速度 100.0 mm/s

引張速度 0.1 mm/s

加工熱処理模擬条件(b) 10.0 °C/s

図5-11 引張速度別の二相分布 (引張温度 1050 °C)

5.4 考察

5.4.1 熱間延性変化メカニズム

図5-8に示した熱間加工直後のオーステナイト相分率変化より，熱間加工時の二相分率は加工直前の冷却速度に大きく影響を受けていた。二相ステンレス鋼の低い熱間延性は二相分率変化による軟質相へのひずみの集中が原因の一つ[13]と説明されており，熱間加工直前の冷却速度変化による相分率変化は熱間延性に大きな影響を与えたと考えられる。一方で，図5-5の熱間延性調査結果より，通常プロセス模擬条件(a) 0.1 °C/sは加工温度が650 °Cから950 °Cの間で相分率に変化がないにも関わらず加工温度850 °Cで最も延性が低い。さらに，通常プロセス模擬条件(a) 0.3 °C/sと加工熱処理模擬条件(b) 10.0 °C/sにおける加工温度650 °C，750 °Cの断面減少率 R_A や引張強度 TS は相分率が大きく異なるにも関わらず同程度，または一部傾向が逆転しており，相分率変化だけではこれらの挙動を説明できない。

二相ステンレス鋼の熱間延性に影響を与える軟質相へのひずみの集中は二相分率変化だけではなく，各単相の強度差にも大きな影響を受けると考えられる。Tamura[83]やTomita[84, 85]らは常温の汎用鋼の検討であるが，二相組織を有する鋼を用いて各相の分率と硬質相の硬さを様々に変化させた条件の引張強度を調査しており，二相の硬度差が拡大すると，ひずみの分配挙動に偏りが発生し，強度特性が混合則に従わなくなるとを説明している。また，同じく常温の汎用鋼での検討であるが，Karlsson[93]やJinoch[94]，Tomita[95]，Hernandes[96]らは有限要素法を用いて，二相組織の相分率や各単相の強度差がひずみの分配挙動に与える影響を可視化しており，軟質相へのひずみの集中を証明している。さらにTomota[97]やGurland[98]は二相の形状や分布もひずみの分配挙動に影響を与え，強度特性や延性を変化させると説明している。

これら常温の汎用鋼を利用した報告では様々な化学成分変化や熱処理条件変化により強度差のある二相組織の相分率を制御している。そして、延性に影響を与える軟質相へのひずみの集中は二相分率変化に加え、二相強度差が重要な役割を担うことを報告している。

これらの報告に対し、本研究対象の二相ステンレス鋼は、同一化学成分、熱間加工温度であっても多量に含まれる合金元素の影響で容易に非平衡状態になり、熱間加工時の二相分率が変化することを説明した。一方で、熱間延性に影響を与えるもう一つの因子である各相の強度、および強度差については未調査である。

二相ステンレス鋼の各単相の強度特性は常温より低い環境について Floreen[79]やHayden[80], Decker[81]により調査され、 δ フェライト相の降伏強度がオーステナイト相を上回ると報告している。一方で McQueen[82]らは1000 °C以上の高温域ではオーステナイト相単相であるオーステナイト系ステンレス鋼はフェライト相単相のフェライト系ステンレス鋼の強度を上回ると報告している。また、第4章では二相組織を形成する各単相鋼を用いた熱間流動応力の測定を行い、熱間加工温度1050 °Cの最大応力 σ_{\max} や定常応力 F_3 , 加工硬化指数 n 値が各単相鋼で大きく異なることを明らかにした。ところで、本調査で対象とする熱間加工温度域650 °Cから1150 °Cの範囲については、二相ステンレス鋼の各単相強度や強度差について報告がない。そのため、図5-8で示した加工熱処理条件で特徴的な二相分率変化挙動と断面減少率 R_A や引張強度 TS , 伸び量などの熱間延性との関係を説明できない。

そこで熱間延性調査の実験温度範囲を含む650 °Cから1250 °Cについて各単相強度が熱間延性に与える影響を考察するために各単相鋼の熱間単軸引張試験による引張強度 TS の測定を行った。化学成分は前章と同様に二相

ステンレス鋼の各単相を構成する化学成分をEPMAにより測定し、熱間加工温度で単相状態となるように調整した。各相単相成分を表5-2に示す。溶製した鋼塊は板状に圧延し、図5-3の熱間単軸引張試験片と同じ形状の試験片へ機械加工を行った。温度加工履歴は、1050 °Cの均熱により単相組織とした後、650 °Cから1150 °Cへ急速冷却、加熱を行い、その後、引張試験を行った。引張速度は10.0 mm/sで実施し、引張強度 TS を測定した。なお、本試験では1050 °Cで単相組織が得られる化学成分を供試材とし、急速冷却、加熱により各試験温度の引張試験開始から試験後まで単相組織であることを確認している。一方で、各試験温度で単相となる化学成分は1050 °Cで単相組織が得られる化学成分と異なる。本試験では δ フェライト相とオーステナイト相の定性的な熱間強度差を確認する目的でこのような手法を用いたが、熱間強度は化学成分の影響を受けるため、すべての試験温度における厳密な二相強度差とは違いがある点に注意が必要である。

各試験温度での引張強度 TS と δ フェライト相に対するオーステナイト相の強度比 (TS_A : オーステナイト単相の引張強度 / TS_F : δ フェライト相の引張強度) の変化を図5-12に示す。いずれの単相鋼も熱間加工温度低下により TS は上昇した。一方で強度比は850 °Cから1250 °Cの範囲でオーステナイト相が δ フェライト相の2倍程度の高い値を示すが、750 °Cでは強度比が小さくなり、650 °Cでは一部で逆転した。すなわち、強度比の大きな850 °C以上の温度域では相対的に軟質な δ フェライト相にひずみが多く分配されるが、750 °C以下ではひずみの分配が均質化することを明らかにした。

以上の結果より、熱間延性挙動について考察する。図5-5で示した通常プロセス模擬条件(a) 0.3 °C/sの断面減少率 R_A が850 °C以上の温度域で加工熱処理模擬条件(b) 10.0 °C/sに比較して低かった理由は、熱間加工直前の徐冷により δ フェライト相分率が減少し、この温度範囲で軟質相となる δ フェラ

イト相にひずみが集中したためと結論できる。一方で、750 °C以下の温度域で条件(a)の R_A が回復した理由は、二相強度比が1.0に近づいたため、二相分率変化がひずみの集中に与える影響が軽減したためと結論できる。また、加工温度650 °Cで条件(b) 10.0 °C/sに対し、条件(a) 0.3 °C/sの R_A が一部上回る現象については、650 °Cでは強度比が1.0を下回る場合があり、オーステナイト相が相対的に軟質相となるため、オーステナイト相分率が少ない条件(b)でオーステナイト相へひずみの集中が起きたためと理解できる。

以上より、熱間で二相分率が変化し、容易に非平衡となる材料の延性を評価するには、熱間加工直前の温度履歴を考慮した二相分率変化と、熱間加工温度での各单相の強度比について考慮が必要であることを明らかにした。

二相ステンレス鋼は、合金元素の影響で二相分率変化や各单相強度が熱間加工温度域で複雑に変化する。提案した加工熱処理技術は、広い熱間加工温度域で相対的に軟質相となる δ フェライト相を熱間加工時に多く残存させるため、ひずみの集中を緩和して熱間延性を改善する。しかし、熱間加工温度条件によっては二相強度差が逆転し、加工熱処理条件でも熱間延性が低下することが示された。また、この挙動は化学成分や熱間加工直前の温度履歴変化による二相分率変化と单相強度比の影響で変化することを明らかにした。つまり、提案した加工熱処理技術を活用し課題である熱間延性を改善するには、製造する素材の化学成分や製造プロセスの温度履歴により変化による熱間加工直前の二相分率変化と单相強度比を理解した加工温度履歴の制御が重要である。

表5-2 δフェライト相とオーステナイト相の单相化学成分

	(wt %)						
	C	Si	Mn	Ni	Cr	Mo	N
δフェライト相	0.002	0.3	0.62	4.5	29.5	2.8	0.015
オーステナイト相	0.050	0.3	0.82	8.9	21.7	1.6	0.130

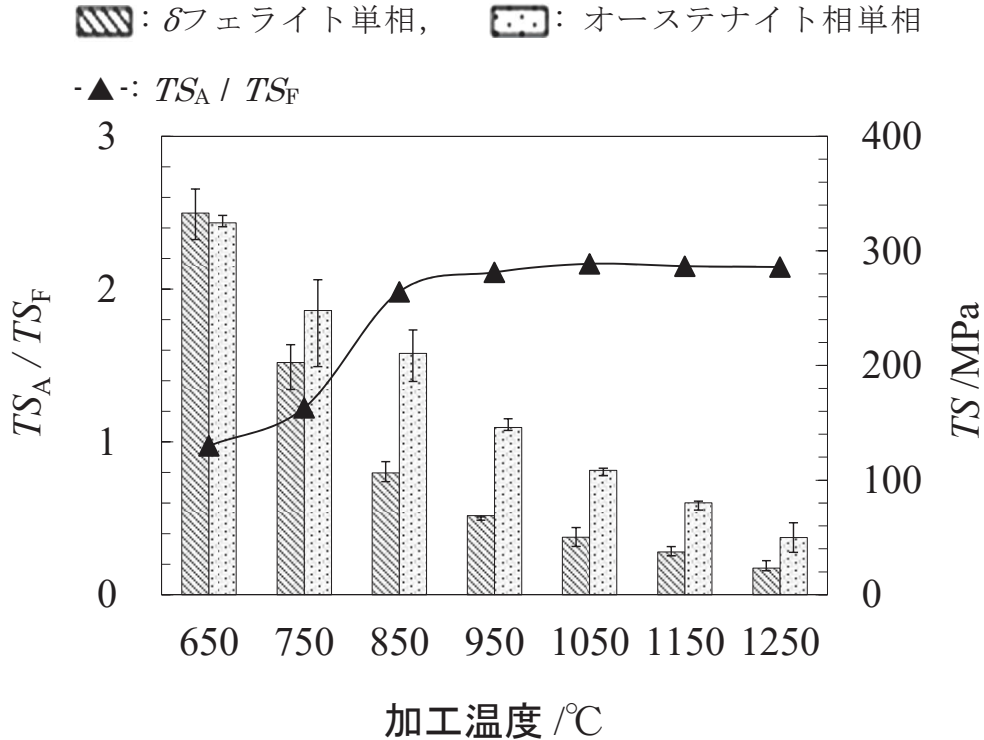


図5-12 单相鋼の引張強度 TS と二相強度比 TS_A / TS_F (引張速度 10.0 mm/s)

5.4.2 熱間加工速度の影響

図5-10の結果より加工温度1050 °Cでは引張速度低下に従って熱間延性が低下し、その低下量は加工熱処理条件(b) 10.0 °C/sの方が大きくなった。この結果についても前項と同じく熱間加工時の二相分率変化に加えて单相強度差の影響が考えられる。そこで、熱間加工速度が各单相強度に与える影響を明らかにするために、加工温度1050 °Cについて、引張速度0.1, 1.0,

10.0, 100.0 mm/sの熱間引張強度を測定した。供試材は表5-2に示した単相鋼を使用し、引張速度別の引張強度 TS と δ フェライト相に対するオーステナイト相の強度比 TS_A / TS_F を測定した。

図5-13に各条件の TS の変化と TS_A / TS_F の結果を示す。いずれの相でも引張速度低下により TS が低下するが、一方で強度差 TS_A / TS_F は大きくなる傾向が確認された。

以上の結果から、通常プロセス条件(a) 0.3 °C/sと加工熱処理条件(b) 10.0 °C/sのいずれについても、加工速度低下により断面減少率 R_A が減少したのは二相強度差の拡大により軟質相へのひずみの集中が増したためと結論できる。なお、汎用鋼では熱間加工温度域で引張速度が低下するとひずみの回復が生じて延性が向上するが、今回調査を行った二相ステンレス鋼では合金元素により回復が遅く、ひずみの集中の影響が大きかったと考えられる。

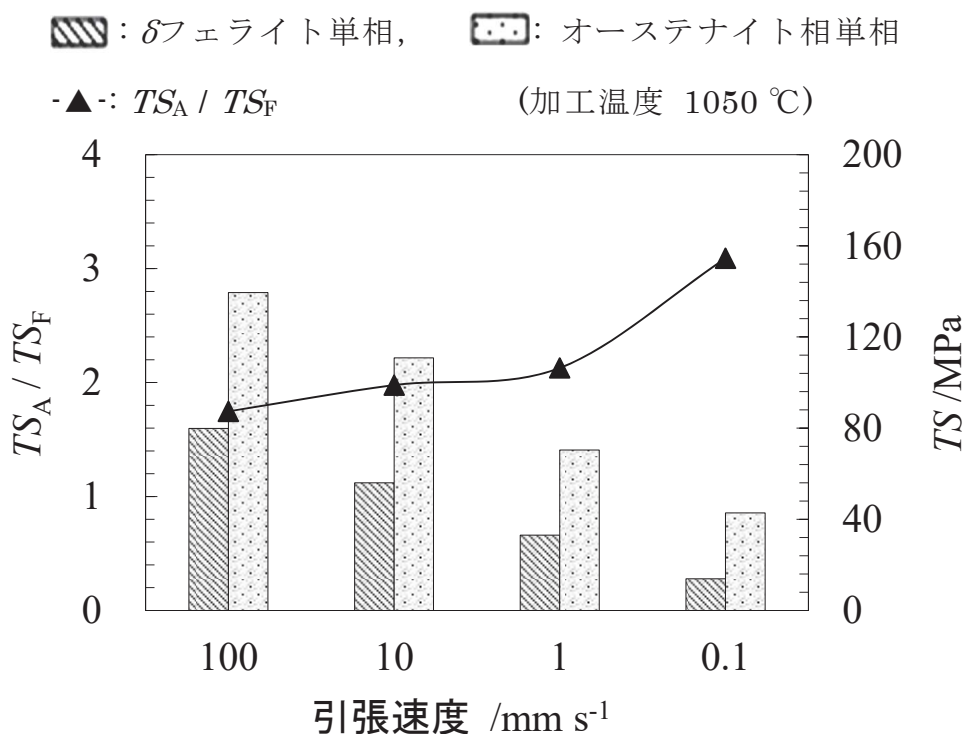


図5-13 ひずみ速度別の単相鋼の引張強度 TS と強度比 TS_A / TS_F

次に図5-10で示した引張速度の低下による R_A の減少量が加工熱処理条件(b) 10.0 °C/sで大きかった理由を考察する。先述した单相鋼の熱間強度の調査では、熱間延性に影響を与える二相強度差は引張速度の低下で拡大することを確認した。二相強度差が拡大する場合は、軟質層である δ フェライト相を組織中に多く残存させる加工熱処理条件の方がひずみの集中を緩和できるため熱間延性の低下が少ないはずである。つまり、加工速度の低下により加工熱処理条件の熱間延性が大きく低下したのは二相強度差ではなく熱間加工中の二相分率変化が影響したと考えられる。そこで、通常プロセス条件(a) 0.3 °C/sと加工熱処理条件(b) 10.0 °C/sの熱間加工中の二相分率変化を明らかにするために、熱間単軸引張試験後の試験片についてEBSDによる相分率測定を行った。引張速度別のオーステナイト相分率を図5-14にまとめる。なお、横軸は破断までの伸び量を引張速度で除して算出した破断に要した熱間加工時間とした。また、加工ひずみが二相分率変化に与える影響も調査するため、通常プロセス模擬条件(a) 0.3°C/sと加工熱処理模擬条件(b) 10.0°C/sについて、熱間加工を行わずに0, 0.2, 2.0, 200.0 sの等温保持のみを行った条件についても等温保持後のオーステナイト相分率を測定し、図5-14に合わせて示した。

実験結果より、通常プロセス条件(a) 0.3 °C/sでは、熱間加工時の引張速度、無加工時の等温時間に因らずオーステナイト相分率は変化しておらず、加工中の相分率変化は起こっていなかった。つまり、通常プロセス条件については熱間加工前に平衡状態に近い状態に達しており、加工時はその組織が延伸するのみであった。一方で加工熱処理条件(b) 10.0 °C/sの加工有りでは加工速度の低下により加工後のオーステナイト相分率が上昇する二相分率変化を確認した。また、引張速度が最も遅い0.1 mm/sの条件では熱間加工後の相分率が通常プロセス条件(a) 0.3 °C/sと同等であり、熱間加工中

の二相分率変化により通常プロセス条件と同程度の平衡状態に達していた。加工熱処理条件の加工無しについても等温保持時間の増加に従ってオーステナイト相分率が上昇したが、加工有りに比べるとオーステナイト相分率が大幅に低く非平衡な相分率であった。つまり、加工熱処理条件で引張速度0.1 mm/sの低速加工により平衡に近い二相分率まで変態が進んだのは、加工時間の増加により元素拡散が進んだことに加え、ひずみによりオーステナイト相の核生成と元素拡散が促進されるひずみ誘起変態が大きく影響したと結論できる。

以上の結果をまとめると、**図5-10**に示した加工熱処理条件(b) 10.0 °C/sで加工速度低下に従い熱間延性が低下する理由は、低速加工による等温保持時間の増加とひずみ誘起オーステナイト相変態により、熱間加工中に相対的に軟質な δ フェライト相の分率が低下する二相分率変化が生じ、軟質層へひずみの集中が起きたためと結論できる。

加工熱処理条件は非平衡状態の熱間加工となるため熱間加工中の二相分率変化により熱間延性が影響を受けることを確認した。熱間加工速度が低下すると、加工ひずみと等温保持時間増加の影響でオーステナイト相変態が促進され、軟質層である δ フェライト相へのひずみの集中が起こり熱間延性を低下させるため注意が必要である。一方で、加工熱処理条件は加工初期に相対的に軟質な δ フェライト相分率が高く、またひずみ誘起変態で生成した硬質なオーステナイト相も変態直後はひずみの累積がない状態である。そのため、本調査で明らかにした熱間加工中の二相分率変化による熱間延性挙動変化メカニズムによれば、同一加工温度と加工速度条件では通常プロセス条件に比べて加工熱処理条件は熱間延性が常に良好になる。

-◇-: 条件(a) 0.3 °C/s 加工無し, -◆-: 条件(a) 0.3 °C/s 加工有り
 -○-: 条件(b) 10.0 °C/s 加工無し, -●-: 条件(b) 10.0 °C/s 加工有り

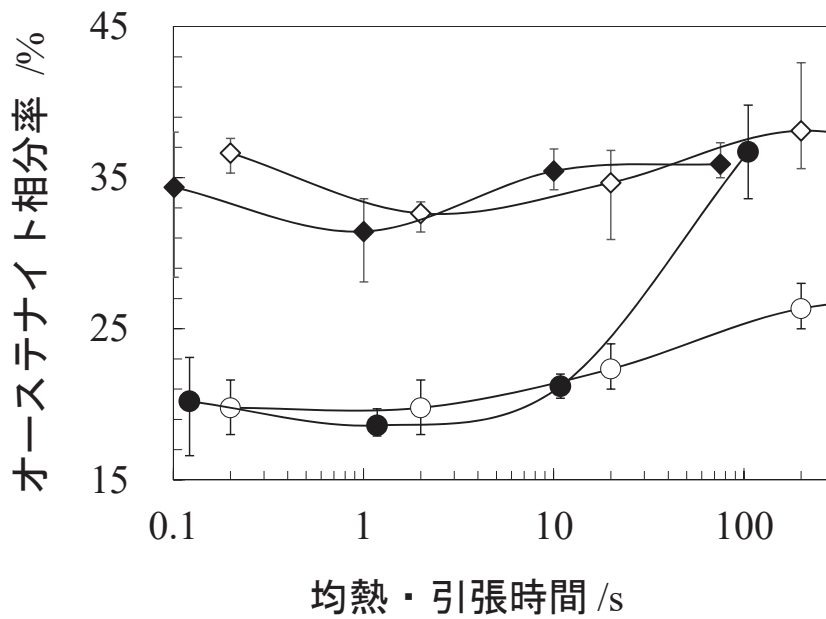


図5-14 加工速度と等温保持時間別の相分率変化 (加工温度 1050 °C)

5.5 結言

過冷却 δ フェライト相からのひずみ誘起オーステナイト相変態を利用して結晶粒を微細化する二相ステンレス鋼の加工熱処理技術について、温度加工履歴が熱間延性へ与える影響を調査した。調査を行った温度範囲は650℃から1150℃とし、熱間単軸引張試験後の断面減少率を用いて熱間延性の評価を行った。また、加工温度1050℃については引張速度を0.1から100.0 mm/sと変化させ、加工速度が熱間延性と組織変化に与える影響を調査した。以下に得られた知見をまとめる。

- ・初期加熱温度から熱間加工温度までの加速冷却を行う加工熱処理技術では加速冷却を行わない通常プロセスに比べ、850℃以上の広い熱間加工温度範囲で熱間延性が向上した。一方で、750℃以下の熱間加工温度では徐冷した通常プロセス条件と同等、または僅かに低い熱間延性を示した。
- ・加工熱処理技術は熱間加工直前の加速冷却により加工時のオーステナイト相分率が低下し、すべての熱間加工温度で加工開始時はオーステナイト相分率が低い非平衡な状態となる。
- ・二相ステンレス鋼の单相強度は850℃以上ではオーステナイト相が δ フェライト相に対し大幅に高いが、750℃以下では同等程度、または強度が逆転する。
- ・熱間延性は加工温度変化にともなう二相分率変化と二相強度差に影響を受け、熱間加工時に相対的に軟質な相の相分率が低下すると熱間延性は低下する。そのため、熱間加工温度低下により δ フェライト相とオーステナイト相の強度差が逆転した場合、相対的に軟質となるオーステナイト相分率が少なくなる加工熱処理条件で熱間延性が低くなる。
- ・加工温度1050℃について引張速度を変化させた結果、加工熱処理技術は

通常プロセスに比べ熱間延性が良好となるが，加工速度低下に従って差が小さくなる。これは低速の加工では熱間加工中にひずみ誘起相変態による二相分率変化が進行し，相対的に硬質なオーステナイト相の分率が増加して軟質相に対するひずみの集中が起こるためである。

実生産では通常プロセスにおいても端部や表面は熱間加工直前に急激な温度低下を受ける。また，提案した加工熱処理技術は加速冷却により積極的に熱間加工直前の温度を制御する。本調査により，二相ステンレス鋼の熱間加工中には各単相強度差が熱間加工温度域で逆転することに起因したひずみ分配挙動変化と，過冷度に起因した熱間加工中の二相分率変化が同時に起こるため，複雑な熱間延性挙動となることを示した。二相ステンレス鋼の生産プロセスでは製品の温度加工履歴を理解し，過冷度を考慮した組織変化と各相の熱間強度差を理解して温度加工履歴を制御することが延性不足に起因した割れや疵の抑制による安定製造を行う上で重要である。

— 第6章 —

熱間加工直前の冷却速度が機械的特性へ与える影響

第6章 熱間加工直前の冷却速度が機械的特性へ与える影響

本章の内容については「学位授与後5年以内に出版予定」のため、除外している。

— 第7章 —
総括と今後の展望

第7章 総括と今後の展望

本章の7.1節では提案した加工熱処理技術の目的と結果についてまとめ、本論文の総括を行う。7.2節では、本研究で得られた内容について学門と工業における成果と今後の展望について述べる。

7.1 本論文の総括

本論文を構成する一連の研究は、優れた耐食性能と強度特性を持ちつつ、希少元素の使用量が少ない二相ステンレス鋼に注目し、性能の更なる向上と製造上の課題である熱間加工性の改善を目的とした新たな加工熱処理技術の提案と、その効果を確認したものである。構造物の軽量化や資源の保護、ライフサイクルコストの観点で優れる二相ステンレス鋼の更なる活用には、合金元素の添加に頼らない特性の向上と、工業上の課題である低い熱間加工性の改善を同時に満たすことが重要である。本研究では、この課題を念頭に、二相ステンレス鋼の新たな開発の選択肢として加工熱処理技術の適用を検討した。提案した加工熱処理技術で使用した温度加工履歴は、二相ステンレス鋼に適用されたことのない新たな試みである。そのため、本論文では加工熱処理技術による結晶粒微細化効果と熱間加工性の改善について、小型試験片を用いた基礎実験による確認と、詳細な組織解析によるメカニズム解明を行い、その後、試験片を大型化した圧延模擬実験により加工熱処理技術による機械的特性の向上効果と熱間成形性の改善効果を確認した。

以下に各章の研究内容と成果について総括する。

第1章では研究背景として、二相ステンレス鋼の製品特徴や組織形態、製造プロセスについて整理した。また、最近の研究開発動向と課題を調査し、化学元素の添加に頼らない性能向上技術と熱間加工性の改善が今後の開発

において重要であることを明らかにし、本論文の目的と構成を述べた。

第2章では二相ステンレス鋼の結晶粒微細化と熱間加工性改善を両立して実現する新たな加工熱処理技術のコンセプトを提案し、その他鋼種へ適用している従来の加工熱処理技術との対比を行いながら説明した。汎用鋼やステンレス鋼のその他鋼種では高能率な加工熱処理技術が工業化されている。一方で、二相ステンレス鋼の結晶粒微細化技術は複雑な熱処理や冷間強加工が必要なため、実生産に適用されていない。提案した加工熱処理技術は、二相分率が熱間加工温度域で変化する二相ステンレス鋼の組織変化に注目し、加熱から熱間加工完了までの一貫プロセスの中で加速冷却を利用して結晶粒を微細化する高能率なプロセスである。加速冷却は加熱温度から熱間加工直前に行い、二相分率を過冷却な δ フェライト相が多い非平衡な状態とする。この非平衡な組織への熱間加工を行い、ひずみ誘起オーステナイト相変態を利用して結晶粒微細化を行う。また、軟質な過冷却 δ フェライト相が多い状態で熱間加工を行うため、結晶粒微細化と同時に課題である熱間加工性を改善する。本技術で実施する温度加工履歴は δ フェライト相からオーステナイト相への相変態を利用することと、加速冷却を熱間加工直前に利用して非平衡状態を得る点が従来の加工熱処理技術と大きく異なる。

第3章では、提案した加工熱処理技術で作成した組織の詳細な観察と結晶方位解析により、加工熱処理技術の結晶粒微細化メカニズムを提案した。調査は小型試験片を用いた単軸圧縮試験により行い、冷却速度条件や熱間加工温度、ひずみ速度が結晶粒微細化に与える影響を明らかにした。加工熱処理技術を模擬した条件ではひずみ誘起変態により結晶粒径数 μm の微細オーステナイト粒組織が得られた。また、EBSDによる詳細な結晶方位解析により加工熱処理条件と結晶粒径の関係を定量的に明らかにするととも

に、オーステナイト粒が母相 δ フェライト相の粒内にK-Sの関係で微細に相変態することで微細粒化が達成される組織形成メカニズムを明らかにした。

第4章では、加工熱処理技術が課題である熱間加工性の一つである熱間流動応力に与える影響について小型の熱間単軸圧縮試験により調査を行った。調査の結果、提案した加工熱処理技術は二相ステンレス鋼の高い熱間流動応力を低減することを明らかにした。また、この効果は加工熱処理技術の広い加工温度範囲で得られることを確認した。熱間流動応力曲線の詳細な分析により、加工熱処理技術の熱間流動応力特性は δ フェライト相単相組織に近いことを明らかにした。これにより、加速冷却を利用して軟質な過冷却 δ フェライト相主体の組織を造り、課題である熱間流動応力を低減する本技術のコンセプトが立証された。また、加工熱処理技術では低ひずみ速度条件でひずみ量が増加すると定常応力が上昇する現象を確認した。この現象に対し、詳細な組織解析を試み、低ひずみ速度条件では熱間加工中に非平衡から平衡状態に至る二相分率変化が起こり、硬質なオーステナイト相の増加により加工とともに熱間流動応力が上昇するメカニズムを明らかにした。

第5章では、加工熱処理技術が熱間延性に与える影響を熱間単軸引張試験による断面減少率の変化により調査した。調査の結果、提案した加工熱処理技術は二相ステンレス鋼の生産上の課題である熱間延性を広い熱間加工温度範囲で改善することを明らかにした。この効果は加工熱処理条件で用いる加速冷却により熱間加工時に δ フェライト相を多く生成してひずみの集中を緩和する効果であることを明らかにした。また、熱間加工温度が低下すると通常プロセス条件の熱間延性が改善し、加工熱処理条件との差が縮まる現象が確認された。この現象について、熱間加工時の二相分率調査と各相単相鋼の熱間強度調査を行い、熱間加工温度が低くなると高温で軟

質相であった δ フェライト相とオーステナイト相との強度差が縮小、または逆転し、ひずみの集中形態が変化することが熱間延性挙動を変化させることを解明した。

第6章では、第5章までの基礎実験結果に基づき、加工熱処理技術が機械的特性と熱間成形性に与える影響を調査した。単軸アンビル圧縮試験による熱間圧延模擬実験の結果、二相ステンレス鋼の機械的特性で重要な引張強度と疲労特性が結晶粒微細化効果により向上した。また、通常プロセス条件では圧縮試験後の試験片に大きな割れや破断が発生したが、加工熱処理条件では良好な熱間成形性が確認でき、熱間加工性の改善効果を確認した。この結果より、化学成分の添加に頼らない二相ステンレス鋼の新たな開発機軸として加工熱処理技術が適用できることに加え、最大の課題である熱間加工性も同時に改善することを立証した。

7.2 工業と学問における成果と今後の展望

提案した加工熱処理技術が二相ステンレス鋼の製品と工業生産技術にもたらす効果と、本知見で一般性を持つ学術的な成果、今後の展望について述べる。

本研究では、機械的特性とライフサイクルコストに優れる二相ステンレス鋼が今後も有望な素材であり続けることに注目し、研究開発の対象とした。そして、二相ステンレス鋼が社会で更に活用の幅を広げるには、合金元素添加に頼らない高機能化と二相組織に起因した低い熱間加工性の改善、その二つを両立しつつ大量生産可能なプロセス技術の提案が必要であることを指摘した。これらの課題に対し、本研究では高能率な連続生産プロセスで適用可能な加工熱処理技術を提案し、結晶粒微細化による高機能化と熱間加工性の改善を立証した。これらの成果は、二相ステンレス鋼の高機

能化に関する新たな開発機軸として加工熱処理技術が有効であることを示しており、今後の二相ステンレス鋼製品の用途拡大や製造プロセスの改善などの工業的な側面で価値あるものとする。

本研究の一般性を持つ学術的な成果は、熱間加工温度域で複相組織となる素材について、熱間加工直前の加速冷却で生成する非平衡な組織を利用した加工熱処理技術の提案である。熱間で複相組織となる二相ステンレス鋼を対象に加工熱処理の効果を調査し、結晶粒の微細化と熱間加工性の改善効果が得られることを示すとともに、詳細なメカニズムの解析により、これらの効果が非平衡な組織への加工に由来することを明らかにした。つまり、本研究の学術的な成果である加工熱処理技術は、熱間で複相組織を持ち、非平衡状態を得られる素材全般に広く展開できることが期待される。また、本提案の加工熱処理技術は生産性の高い連続プロセスでの実現を念頭に置いているため、例えば、工業的に広く利用される圧延や鍛造などの様々な生産プロセスへ応用が考えられ、素材や製造プロセス技術の開発で広く一般性を持つ知見であると考えられる。更に、加工熱処理を利用しない通常の生産プロセスにおいても、非定常部や表面、端部は製造時の外乱により不可避免的に様々な温度加工履歴が発生し、非平衡な組織へ加工する現象が発生する。このような部分の素材特性や熱間成形性を議論する上でも、本研究で明らかにした知見は有用と考える。

炭素鋼で広く利用される一般的な加工熱処理技術は熱間加工後に加速冷却が適用される。これは炭素鋼が熱間加工温度域で単相であるため大ひずみの加工が行いやすく、加工後に連続して制御される冷却速度変化で結晶粒微細化をともなう相変態が起こるためである。そして、炭素鋼を含む多くの素材で同様の原理が働くため、このような温度加工履歴を利用する加工熱処理技術は学問として大きく発展し、工業的な適用が進んでいる。本

研究で提案した加工熱処理技術も同様に、複相組織を持つ幅広い素材への応用や、加工熱処理の利用を前提とした化学成分の研究開発を通じて学問へ貢献するとともに、製品特性の更なる向上や低コスト化、新しい製品の創出などの工業的な利用が期待される。

本研究における成果の今後の展望と課題であるが、学術的な成果である加工熱処理技術の工業的な利用の拡大を進めるためには、非平衡な組織を造る様々な因子の影響を定量的に解析し、非平衡な組織を造るうえで重要な過冷度を定式化することが重要と考える。一例として、**図7-1**に加工熱処理を用いた場合の熱間流動応力の定式化に必要な因子について示す。熱間加工や加工熱処理に関わる研究の多くは熱間加工直前の温度履歴を考慮しておらず、均熱後に得られる平衡に近い状態について、加工条件により変化する回復や再結晶を考慮して定式化したものが多い。一方で本研究のように、熱間で複相状態となる組織の非平衡状態を利用する場合には、回復や再結晶挙動に加え、熱間加工前から加工中の相分率変化が重要となる。この相分率変化は素材化学成分の元素拡散速度や初期組織、加工前の温度加工履歴で整理される過冷度に影響を受ける。つまり、過冷度に影響する因子を定量評価し、従来の知見と組み合わせることで非平衡な組織への加工の熱間流動応力を表現でき、様々なプロセスにおける製造検討が可能になる。

熱間流動応力について定式化の例を説明したが、過冷度の定式化は新しい化学成分の設計指針や、熱間で複相組織を持つCuやTiのような様々な素材への応用、組織特性の検討や熱間延性の評価にも重要であり、今後、影響因子の定量的な評価や過冷度の定式化により、幅広い分野で加工熱処理技術が応用されることが期待できる。

本研究で提案した加工熱処理技術に関する知見により、様々な実用材料

の製品特性と製造技術の向上に寄与し、優れた製品が世の中で広く利用できるようにになると幸いである。また、今後の研究開発に本知見が利用され、材料開発や製造プロセス開発に関わる学問の一助になれば幸いである。

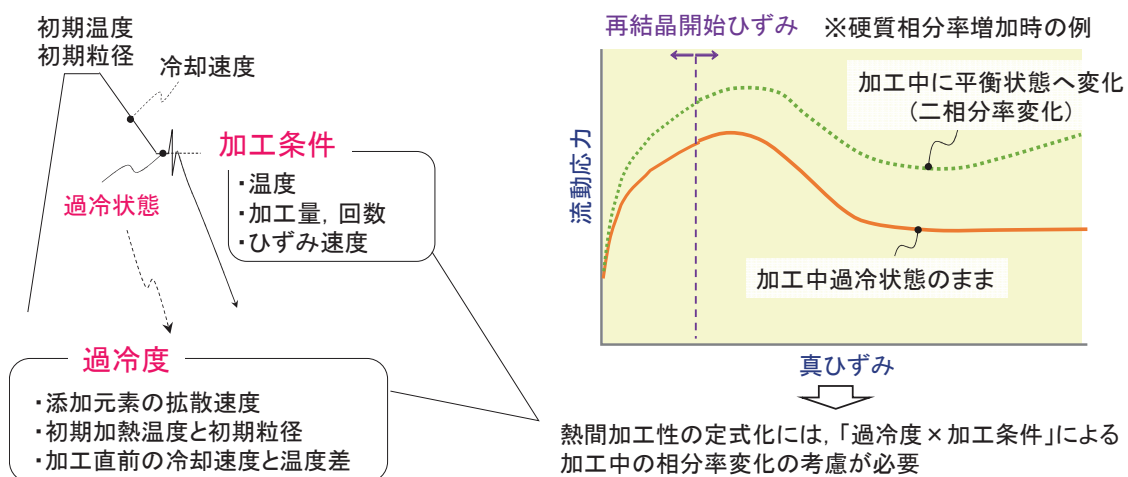


図7-1 多相組織の過冷度に関わる因子と熱間流動応力に与える影響

<参考文献>

<1章>

- [1] International Stainless Steel Forum ホームページ 統計資料より (2020/1/23 閲覧)
http://www.worldstainless.org/statistics/crude_steel_production
- [2] ステンレス協会 ホームページ 用途別受注統計より (2019/11/1 閲覧)
<http://www.jssa.gr.jp/contents/stats/keys/usages/>
- [3] LME(ロンドン金属取引所)での先物清算値より (2019/7/29 閲覧)
- [4] ステンレス協会 ホームページ 統計資料より (2019/11/1 閲覧)
<http://www.jssa.gr.jp/contents/stats/yields/>
- [5] ステンレス協会 編: ステンレス鋼の化学と最新技術, ステンレス協会, (2011).
- [6] Von H. Krainer: Stahl und Eisen, 82(1962), 1527.
- [7] Mater. Perf., 26(1990), No.3, 64.
- [8] M. Liljas: Proc. 6th European Stainless Steel Conference -Science and Market-, (2008), 3.
- [9] J. Charles: Duplex Stainless Steels, 1(1991), 3.
- [10] Metals Handbook 9th, 3(1980), 3.
- [11] 鈴木隆志: ステンレス鋼の発明, アグネ技術センター, (2000).
- [12] 中村徹之: まてりあ, 54(2015), 1, 18-20.
- [13] A. Jaervinen, 4th Conf. Nord. High Temp. Symp.,2, 137-152.
- [14] 木村智明ほか: 日立評論, 72(1990), 418.
- [15] 原田成人ほか: 日立評論, 52(1970), 5, 13.
- [16] 一般社団法人 日本鉄鋼協会 編, 第5版 鉄鋼便覧 第2巻, 一般社団法人 日本鉄鋼協会, (2014).
- [17] 大河内記念生産特賞受賞資料: ステンレス継目無鋼管の高生産性製造技術の確立, (1993)
- [18] 及川雄介ほか: まてりあ, 55(2016), 2, 70-72.
- [19] C. Hayashi and T. Yamakawa, ISIJ International, Vol.38(1998), 11, 1255-1261.
- [20] 高橋市朗ほか: 日本ステンレス技報, 16(1981), 69-86.
- [21] 柘植信二: 材料とプロセス, 3(1988), 1, 869.
- [22] 石黒康英ほか: まてりあ, 52(2013), 3, 125-127.
- [23] 北田博重ほか: 船舶で躍進する新高張力鋼 TMCP 鋼の実用展開, 成山堂書店, (2014).
- [24] 牧正志ほか: 鉄と鋼, 100(2014), 9, 1062-1075.
- [25] 滝沢喜久男ほか: 鉄と鋼, 69(1983), 7, 829-836.

<2 章>

- [26] E. O. Hall: Proceedings of the Physical Society of London, Vol.64B(1951), 747-753.
- [27] N. J. Petch: Journal of the Iron and Steel Institute, Vol.174(1953), 25-28.
- [28] 牧正志: 第 177・178 回西山記念技術講座, 日本鉄鋼協会, 東京, (2002).
- [29] T. Inoue., et al.: J. Japan Inst. Metals, 69(2005), 934-942.
- [30] 鳥塚史郎ほか: 日本金属学会誌, 72(2008), 571-580.
- [31] V. M. Segal: Mater. Sci. Eng., A197(1995), 157-164.
- [32] Z. Horita et al.: Acta. Mater., 48(2000), 14, 3633-3640.
- [33] 堀田善治: 軽金属, 53(2003), 463-468.
- [34] Y. Saito et al., Acta. Mater., 47(1999), 579-583.
- [35] 李星熙ほか: 日本金属学会誌, 66(2002), 470-475.
- [36] N. Tsuji et al.,: Mater. Sci. Eng., A350(2003), 108-116.
- [37] Y. Saito et al.,: Acta. Mater, 47(1999), 579-583.
- [38] 野田 雅史ほか: 日本金属学会誌, 67(2003), 98-105.
- [39] V. M. Segal et al.,: Russian Metall, 1(1981), 99-105.
- [40] 崔 祺・大堀 紘一: 軽金属, 50(2000), 335-340.
- [41] 東田幸四郎ほか: 日本鋼管技報, 89(1981), 121-132.
- [42] 小俣一夫ほか: NKK 技報, 179(2002), 57-62.
- [43] 蓑手徹ほか: CAMP-ISIJ, 15(2002) 1008.
- [44] 遠藤茂・中田直樹: JFE 技報, 33(2014), 1-6.
- [45] 五十川幸宏: 学位論文, (1997).
- [46] 横田毅: 学位論文, (2017).
- [47] 仮屋 哲朗・辻井 信博: Sanyo Technical Report, Vol.9(2002), 1, 43-49.
- [48] 富村宏紀ほか: 日本金属学会誌, 55(1991), 376.
- [49] 平原一雄: 素形材, Vol.49(2008), 1, 19.
- [50] 藤澤一芳: 素形材, Vol.53(2012), 1, 33.
- [51] 古金駿・鳥塚史郎: 鉄と鋼, 105(2019), 8, 827-836.
- [52] S. Floreen and H. W. Hayden: Transactions of the ASM, 61(1968), 489-499.
- [53] H. Ogiyama et al.,: Journal of the Society of Materials Science, Japan, 27(1978), 299, 735-741.
- [54] H. Ogiyama et al.,: Journal of the Society of Materials Science, Japan, 28(1979), 307, 312-318.
- [55] R. G. Gibson et al.,: Trans. ASM, 61(1968), 85.
- [56] Y. Maehara: 鉄と鋼, 15(1984), 70, 2168-2175.
- [57] Y. Maehara et al.,: Metals Technology, 10(1983), 296-303.
- [58] K. Ameyama et al.,: J. Japan Inst. Metals, 12(1985), 49, 1045-1053.

[59] H. Arai: 鉄と鋼, 56(1970), 1, 44-54.

<第 3 章>

[60] Y. Maeda et al.,: Transactions ISIJ, 23(1983), 3, 240-246.

[61] R. Abbaschian et al., Cengage Learning, (2009), 577.

[62] T. George et al.,: Metallurgical Transactions, 5(1974), 8, 1875-1881.

[63] 小俣一夫ほか: NKK 技報, 179(2002), 57-62.

[64] K. Ameyama et al.,: J. Japan Inst. Metals, 50(1986), 1, 10-19.

[65] K. Ameyama et al.,: J. Japan Inst. Metals, 50(1986), 7, 602-611.

[66] J. Singh et al.,: Metall. Trans. A, 16A (1985), 1363.

[67] E. L. Brown et al.,: Duplex Stainless Steels, Dept. Mater. Sci. Eng., MIT, (1983), 665.

[68] R. Mundi and H. Hoffmeister: Arch. Eisenhuettenwes., 54 (1983), 333.

<第 4 章>

[69] Y. Yang and B. Yan: Materials Science & Engineering, A579(2013), 194-201.

[70] A. Momeni et al.,: Journal of Materials Science, 47(2012), 6, 2966-2974.

[71] S. Spigarelli et al., Materials Science and Engineering, A527(2010), 4218-4228.

[72] M. Faccoli, and R. Roberti: J. Mater. Sci., 48(2013), 15, 5196-5203.

[73] E. Blum et al.,:Microstructural Sci., 15(1987), 529-545.

[74] G. W. Fan: Mater. Sci. Eng. A515(2009), 108-112.

[75] S. Sasaki et al.,: Journal of the JSTP, 58(2017), 682, 1035-1041.

[76] S. Sasaki et al.,: Proc. MATERIALS SCIENCE & TECHNOLOGY 2018 Conf., October 14-18, (2018), Columbus, Ohio, 421-429.

[77] S. Sasaki et al., Proc. METAL 2019 Conf., May 20-22, (2019), Brno, Czech.

[78] A. Yanagida et al.,: Mater. Trans., 44(2003), 11, 2303-2310.

[79] S. Floreen and H. W. Hayden: Trans. Am. Soc. Met., 61(1968), 489-499.

[80] H. W. Hayden and S. Floreen: Metall. Trans., 1(1970), 1955-1959.

[81] R. F. Decker: Metall. Trans., 4(1973), 2495-2518.

[82] McQueen et. al.,: Mech. Work. Steel Process, 33(1995), 883-894.

[83] I. Tamura et al.,: Tetsu-to-Hagané, 59(1973), 3, 454-468.

[84] Y. Tomita et al.,: Tetsu-to-Hagané, 63(1977), 8, 1321-1330.

[85] Y. Tomita et al.,: Tetsu-to-Hagané, 64(1978), 1, 78-87.

[86] Y. Shimomura and J. Yanagimoto: The Proceedings of the 2018 Japanese Spring Conference for the Technology of Plasticity, (2018-6), 247-248, Tokyo, Japan

[87] K. H. Kim et al.,: The Proceedings of the 2019 Japanese Spring Conference for the Technology of Plasticity, (2019-6), 55-56, Kyoto, Japan

<第 5 章>

- [88] M. Barteri and G. Mecozzi: 4th Int. Conf. Duplex Stainless Steels, (1995), 57-65.
- [89] E. Blum et al.,: Microstructural Sci., 15(1987), 529-545.
- [90] G. W. Fan et al.,: Materials Science and Engineering, A515(2009), 108-112.
- [91] S. Sasaki et al.,: Procedia Engineering, 207(2017), 1827-1832.
- [92] S. Sasaki et al.,: Journal of the JSTP, accepted.
- [93] B. Karlsson and O. B. Sundstroem: Mater. Sci. Eng., 16(1974), 161-168.
- [94] J. Jinoch et al.,: Mater. Sci. Eng., 34(1978), 3, 203-211.
- [95] Y. Tomita: Trans. Jpn. Soc. Mech. Eng., 48(1982), 429, 528-536.
- [96] L. E. Hernandez-Castillo: Steel Res. Int., 76(2005), 137-141.
- [97] Y. Tomota et al.,: Tetsu-to-Hagané, 61(1975), 1, 107-118.
- [98] J. Gurland: Mater. Sci. Eng., 40(1979), 1, 59-71.

<第 6 章>

- [99] L. Chen et al.,: Materials Science and Engineering, A618 (2014), 561-571.
- [100] Hyung-Won Park and JunYanagimoto: Materials Science & Engineering, A567(2013), 29-37.

<謝辞>

本研究の遂行とまとめにあたり、研究方針の策定から考察、結論に至るまで丁寧なご指導、ならびにご助言を賜りました東京大学 柳本潤 教授に心から感謝の意を表します。また、本研究をまとめるにあたり、多くの適切なご指導とご助言を賜りました東京大学 泉 聡志 教授、長藤 圭介 准教授、南部 将一 准教授、東京工業大学 中田 伸生 准教授に厚くお礼申し上げます。

本研究は JFE スチール株式会社における研究成果をまとめたものであり、論文執筆に深いご理解とご援助を賜りました JFE スチール株式会社 副社長 曾谷 保博 博士（前スチール研究所 所長）、スチール研究所 所長 瀬戸 一洋 博士、スチール研究所 副所長 花澤 和浩 博士に深く感謝いたします。本研究の実施と推進するにあたり多くのご指導を頂きました JFE テクノリサーチ株式会社 社長 松岡 才二 博士（前スチール研究所 副所長）、株式会社 特殊金属エクセル 太田 裕樹 博士（前スチール研究所 鋼管・鋳物研究部 部長）、スチール研究所 鋼管・鋳物研究部 部長 木島 秀夫 博士、主任研究員 勝村 龍郎 氏、藤村 和樹 氏に心から感謝いたします。

本研究を進めるにあたり、様々な実験および組織解析を高精度かつ短期間で実施していただきました JFE スチール株式会社 スチール研究所 鋼管・鋳物研究部 作業長 松尾 隆広 氏、リーダー 山田 学 氏、井上 敦 氏、技術員 國吉 翔 氏、倉本 忠彦 氏、笹岡 建成 氏、笹田 一也 氏、宿利 秀一 氏、鈴木 健五 氏、田中 大智 氏、田村 勝司 氏、萩尾 智 氏、宮澤 透 氏、物延 靖記 氏、堀脇 栄 氏をはじめとする皆様、JFE テクノリサーチ株式会社 鈴木 暉人 氏、谷本 祐介 氏に厚くお礼を申し上げます。そして、実験推進に不可欠な総務手続きを実施していただきました JFE スチール株式会社 鋼管・鋳物研究部 総務室 杉浦 美詠子 氏、館山 七穂子 氏に心から感謝いたします。また、多くの実験資材の手配ならびに機械加工についてご協力賜りました大阪富士工業株式会社 三村 勇 氏、永田 里奈 氏、株式会社 小島鉄工所 社長 小島 正浩 氏、所長 小島 隆 氏に厚くお礼申し上げます。

最後に、長期間にわたる本研究の実施を支えてくれた妻 由美子と子 悟琉、晴子に心から感謝します。

研究業績

本論文に関係する論文

S. Sasaki, T. Katsumura and Jun Yanagimoto: Grain refinement technology for duplex stainless steel using rapid cooling immediately before hot working, Journal of Materials Processing Technology, Vol. 281, Article 116614

佐々木俊輔, 藤村和樹, 勝村龍郎, 太田裕樹: Fe-Cr 鋼の熱間加工における多相組織状態の流動応力に及ぼす温度履歴の影響, 塑性と加工, **58-682** (2017), 1035-1041.

佐々木俊輔, 勝村龍郎, 太田裕樹: 熱間加工における多相組織状態の Fe-Cr 鋼の変形能に及ぼす加工前温度履歴の影響, 塑性と加工, **60-24** (2019), 340-345.

その他論文

S. Sasaki, H. Goto, T. Katsumura, M. Miyake: Influence of Back Pressure on Slab Edge Deformation Behavior during Width Reduction Pressing, MATERIALS TRANSACTION, **57-6** (2016), 1567-1574.

佐々木俊輔, 後藤寛人, 勝村龍郎, 三宅勝: サイジングプレス幅圧下時背圧のスラブ端部形状に与える影響, 塑性と加工, **56 -658** (2015), 979-985.

A. Matsumoto, **S. Sasaki**, T. Katsumura, H. Ota: Mathematical Model for Predicting Flow Stress in Hot Rolling of Alloy Steel, MATERIALS TRANSACTION, **58-12** (2017), 1640-1646.

M. Izaki, **S. Sasaki**, F. B. Mohamad, T. Shinagawa, T. Ohta, S. Watase, J. Sasano, Effects of Preparation Temperature on Optical and Electrical Characteristics of (111)-Oriented Cu₂O Films Electrodeposited on (111)-Au Film, Thin Solid Films, **520-6** (2011), 1779-1783.

査読付き国際学会発表

S. Sasaki, R. Tachi, A. Matsumoto, T. Katsumura, H. Ota, : Influence of Thermal History Before Hot Working on Flow Stress of Multiphase Steel, Proceedings of METAL 2019 Annual Convention (CD-ROM, 2019)

S. Sasaki, T. Katsumura, H. Ota & J. Yanagimoto: Influence of Cooling Rate Immediately Before Hot Working on Flow Stress of Duplex Stainless Steel, Proc. MS&T 2018 Conf., October 14-18, (2018), Columbus, Ohio, 421-429.

S. Sasaki, T. Katsumura, H. Ota: Influence of thermal history before hot working on hot workability of multi-phase steel, *Procedia Engineering*, **207** (2017) 1827-1832.

S. Sasaki, R. Tachi, A. Matsumoto, T. Katsumura, H. Ota,: Influence of Mandrel Rolling Conditions on Load of Mandrel Bar, *Proceedings of METAL 2015 Annual Convention (CD-ROM, 2015)*

A. Matsumoto, **S. Sasaki**, T. Katsumura, H. Ota: Mathematical Model of Deformation Resistance in Hot Rolling Process on Alloy Steel, *The 22nd International Symposium on Plasticity and Its Current Applications*, (2016), 214-216.

国内学協会発表

佐々木俊輔, 石川一磨, 阿部英嗣, 湯川伸樹: マンドレル圧延における外表面に付与した V 字溝型形状の変形挙動解析, *CAMP-ISIJ*, (2018), 221

藤村和樹, **佐々木俊輔**, 勝村龍郎, 太田裕樹: プラグミル圧延の FEM モデルの構築, *CAMP-ISIJ*, (2017), 302.

佐々木俊輔, 勝村龍郎, 藤村和樹, 太田裕樹: 多相域熱間加工時の流動応力に加工前の温度履歴の与える影響, 第 67 回塑性加工連合講演会論文集, (2016), 733-734

佐々木俊輔: 多相域熱間加工時の流動応力に加工前の温度履歴の与える影響, 第 145 回圧延理論部会, (2016), 圧理 145-6

松本昌士, **佐々木俊輔**, 勝村龍郎, 太田裕樹: 熱間圧延における低合金鋼の変形抵抗の数値予測モデル, 平成 28 年度塑性加工春季講演会講演論文集, (2016), 277-278.

佐々木俊輔, 舘亮佑, 松本昌士, 勝村龍郎, 加藤康: マンドレル圧延時の圧延条件が内面工具負荷へ与える影響, *CAMP-ISIJ*, (2015), 146

佐々木俊輔, 勝村龍郎, 三宅勝: サイジングプレスによる幅圧下時の背圧がスラブ端部形状へ与える影響, *CAMP-ISIJ*, (2014), 146

佐々木俊輔: サイジングプレスによる幅圧下時の背圧がスラブ端部形状へ与える影響, 第 140 回圧延理論部会, (2014), 圧理 140-2

佐々木俊輔, 笹野順司, 品川勉, 渡瀬星児, 伊崎昌伸: (111)単配向 Cu_2O 薄膜の電気化学的
形成, 電気化学会第 76 回大会, (2009), 1131

佐々木俊輔, 笹野順司, 品川勉, 渡瀬星児, 伊崎昌伸: 電析(111)単配向 Cu_2O 薄膜のバン
ド構造, 電気化学会第 77 回大会, (2009), 1131

佐々木俊輔, 笹野順司, 品川勉, 渡瀬星児, 伊崎昌伸: (111)単配向 Cu_2O 薄膜の電気化学的
形成, 2009 年電気化学秋季大会 (2009), 1D26

佐々木俊輔, 第 11 回関西表面技術フォーラム, (2009)

永井美帆, 佐々木俊輔, 笹野順司, 品川勉, 渡瀬星児, 伊崎昌伸: 電析による高配向 CuO
薄膜の形成, 2009 年電気化学秋季大会 (2009), 1D27