

[2023105201]

高窒素オーステナイト鋼の加工硬化挙動の温度依存性に関する研究

Study of Temperature Dependence on Work Hardening Behavior in High-nitrogen Austenitic Steel

増村拓朗 ^{A)}, 馬天沢 ^{A)}, 土山聡宏 ^{A)},
Takuro Masumura ^{A)}, Tianze Ma ^{A)}, Toshihiro Tsuchiyama ^{A)}
^{A)} Kyushu University

Abstract

Using RESA-1, we attempted to measure the dislocation density of austenitic stainless steel with FCC structure. As a result, it was confirmed that the dislocation density increases with cold rolling. However, the calculated value is about twice as high as the previous result by X-ray diffraction, and the validity of the analysis needs to be examined.

Keyword: dislocation density, modified Williamson-Hall/Warren-Averbach method, line profile analysis, austenitic stainless steel

1. はじめに

オーステナイト系ステンレス鋼は低温でも優れた靱性を有する材料であり、極低温環境下での構造材料として用いられている。一方で、構造材料としては低強度であるため、高強度化のために窒素を添加することが有効であると知られている^[1-3]。

高窒素オーステナイト鋼は高い加工硬化性を有する。これまでの研究においては、高窒素鋼でみられる特異な転位配列の観点から加工硬化の議論がなされてきた。高窒素鋼では交差すべりが極端に抑制され、転位が同一すべり面上に並んだプラナー転位列が発達することがよく知られている^[1,2]。著者らは、SUS316L(Fe-18Cr-12Ni-2Mo 合金)に窒素を約 0.45% 添加した試料に対して室温での引張試験中の転位密度変化を調査した^[1,2]。その結果、窒素添加により総転位密度自体はほとんど変化しないことが明らかとなった。すなわち、転位のプラナー化という転位分布の変化により、後続転位がより大きなバックストレスを受けることで高い加工硬化率を示すと結論づけている。

本研究では、高窒素鋼の加工硬化率の温度依存性に着目した。一般的なオーステナイト系ステンレス鋼では、温度低下に伴い積層欠陥エネルギー(SFE)が低下し、交差すべりが抑制されることで転位密度が上昇し、加工硬化率が高くなることが予想される。一方で高窒素鋼では、上述の通り、転位密度だけでは説明できない加工硬化現象が生じるため、その温度依存性についても一般的なオーステナイト系ステンレス鋼とは異なる可能性がある。そこで、まずは 77 K から 293 K までの温度で引張試験を行ったオーステナイト系ステンレス鋼(SUS310S:Fe-25Cr-20Ni 合金)に対して中性子ラインプロファイル解析を行い、転位密度および転位分布の評価を行うことを計画した。

しかしながら、本研究で用いた JRR-3 の RESA-1 においてラインプロファイル解析を行った実績が無かったため、はじめに最適な測定条件や解析手法の確立を目指した。昨年度では、転位密度が多く、ラインプロファイル解析が比較的容易なマルテンサイ

ト鋼(SCM415)を用いて測定およびラインプロファイル解析による転位解析を行った。その結果、 $5 \times 10^{14} \sim 4 \times 10^{15} \text{ m}^{-2}$ の転位密度範囲の解析に成功した。本年度は解析をオーステナイト系ステンレス鋼に適用した。

2. 実験方法

供試材として、市販の SUS316L (Fe-18Cr-12Ni-2Mo 合金 : mass%) を用いた。1473 K-1.8 ks での固溶化処理後、水冷を行い、オーステナイト単相組織を得た。その後、15~60%の冷間圧延を行った試料に対して中性子回折測定を行った。また、ラインプロファイル解析用の標準材として、1473 K-1.8 ks の固溶化処理後、炉冷した SUS316L を準備した。

JRR-3 の RESA-1 を用いて、中性子回折測定を行った。Si 粉末で中性子線の波長 λ を確認したところ、0.15480 nm であった。測定用試料は 1 mm×6 mm×20 mm の板状試験片を 5 枚重ね、5 mm×6 mm×20 mm とした。FCC 構造の 111、200、220、311、222 ピークが現れる 2θ として、39.60~50.33 deg. (111)、47.10~57.83 deg. (200)、71.90~82.63 deg. (220)、88.81~99.54 deg. (311)、94.46~105.19 deg. (222) の範囲で測定を行った。測定間隔は 0.04209482 deg/ch とした。

転位密度解析には、ラインプロファイル解析である modified Williamson-Hall/Warren-Averbach (mWH/WA)法を適用した^[4,5]。

3. 実験結果

3.1 標準材のピークプロファイル

Fig. 1 は標準材となる固溶化処理後、炉冷した SUS316L の 111 ピークを示す。横軸は面間隔 d ($=\lambda/2\sin\theta$) としている。半価幅内にプロットが 10 点近くあり、測定ピッチは十分細かいといえる。前年度において、バックグラウンドを 2 次曲線でフィッティングすることで良好な解析ができることを確認しているため、本年度もその手法を適用した。Fig. 2 は 111 ピークが現れる領域で試料を置かず測定し

[2023105201]

たバックグラウンドを示す。2 次曲線でフィッティングした結果を点線で示しており、良好なフィッティングができていることがわかる。2 次曲線フィッティングによりバックグラウンドを除去した 111 ピークを Fig. 3 に示す。すべてのピークに対してこの処理を行い、Voigt 関数でフィッティングすることで解析に供した。

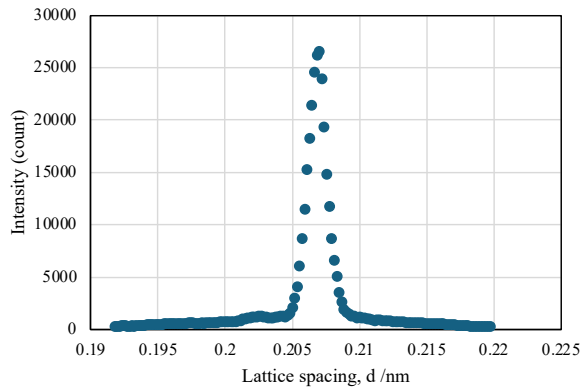


Fig. 1 111 peak of standard SUS316L.

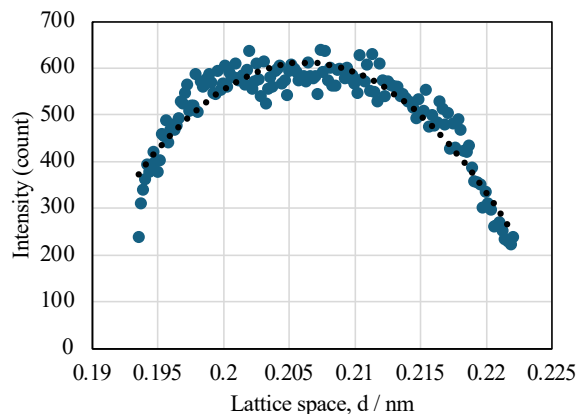


Fig. 2 Background of 111 peak.

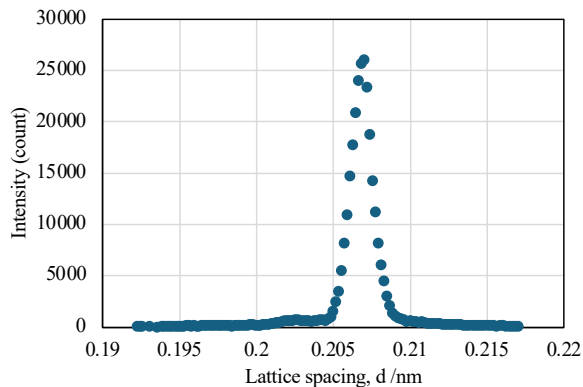


Fig. 3 111 peak of standard SUS316L extracted background.

3.2 加工材のピークプロファイル

Fig. 4 は 15%、30%、45%の冷間圧延を施した SUS316L の 200 ピークプロファイルを示す。なお、強度は最大値で規格化している。圧延率が増加するほどピークがブロードニングしていることがわかり、転位密度の差が反映されていると考えられる。加工材に対してもバックグラウンドは 2 次曲線で、ピークプロファイルは Voigt 関数でフィッティングを行い、mWH/WA 法による解析を実施した。

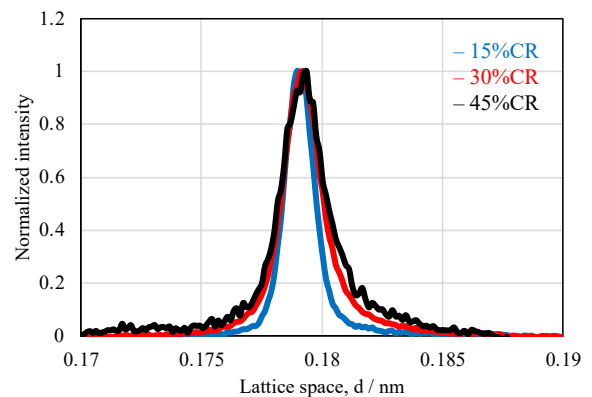


Fig. 4 200 peak profiles of 15%, 30%, 45% cold-rolled SUS316L.

3.3 転位密度解析結果

Fig. 5 は mWH/WA 法で解析した転位密度の圧延率に伴う変化を示す。圧延による加工に伴い、転位密度が連続的に上昇する傾向が確認された。転位密度の値は 30%圧延材で $5.9 \times 10^{15} \text{ m}^{-2}$ となった。過去に X 線回折法で報告された値 (約 $3.0 \times 10^{15} \text{ m}^{-2}$)^[1] と比べると 2 倍程度高い値である。

いずれの解析結果が正しいかは判断することが難しく、TEM などの直接観察による結果と比較する必要があるが、このような高転位密度の金属材料では観察により転位 1 本を識別することも難しい。本研究では 111 から 222 までの 5 本のピークによる解析を行ったが、例えば Cu 管球を用いた X 線回折ではさらに 400、331 を加えた 7 本のピークで解析することが一般的である。また、X 線回折ではよく研磨された試料表面の極表層のみの情報を得ているのに対し、中性子回折ではバルク試料を全体から回折ピークを得ることができる。結晶粒ごとに塑性変形の不均一性や残留応力の不均一性が存在していれば、X 線回折法よりもピークのブロードニングが促進され、見かけの転位密度が上昇した可能性も考えられる。

本年度では SUS316L に対して固相窒素吸収法により窒素を約 0.4% 固溶させた高窒素鋼も作製し、同様に圧延材の測定を行った。しかしながら、窒素を固溶させた標準材の測定ができなかったため、解析は行っていない。次年度において標準材の測定を行

[2023105201]

う予定にしている。

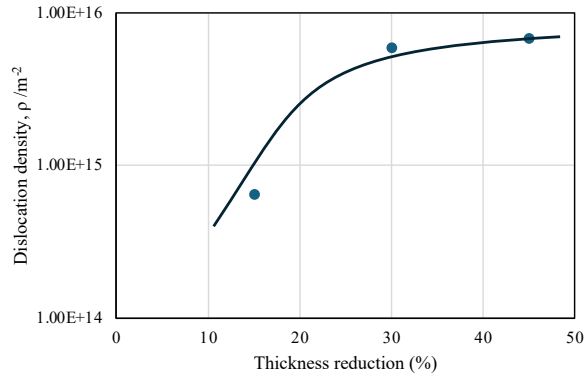


Fig. 5 Change in dislocation density as a function of thickness reduction by cold rolling in SUS316L.

4. まとめ

以上の結果より、本実験での測定条件で FCC 構造のオーステナイト系ステンレス鋼の転位密度解析に成功した。得られた値の妥当性は検討の余地があるが、本測定条件による比較は可能であると考えられる。次年度では、窒素鋼の解析および転位密度の温度依存性について検討を行いたい。

参考文献

- [1] 増村拓朗, 瀬戸雄樹, 土山聡宏, 木村謙: 熱処理, Vol.59 (2019), pp.222-229.
- [2] T.Masumura, Y.Seto, T.Tsuchiyama and K.Kimura: Mater. Trans., Vol.61 (2020), pp.678-684.
- [3] T.Tsuchiyama, K.Tsugumi, T.Ma, T.Masumura and Y.Ono: Steel Research Int., to be published.
- [4] T.Ungár and A.Borbély: Appl. Phys. Lett., Vol.69 (1996), pp.3173-3175.
- [5] T.Ungár, S.Ott, P.G.Sanders, A.Borbély and J.R.Weertman: Acta Mater., Vol.46 (1998), pp.3693-3699.