

[2024105206]

# 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<sup>A)</sup>, 馬天沢<sup>A)</sup>, 土山聡宏<sup>A)</sup>,  
Takuro Masumura<sup>A)</sup>, Tianze Ma<sup>A)</sup>, Toshihiro Tsuchiyama<sup>A)</sup>  
<sup>A)</sup> Kyushu University

### Abstract

Dislocation density analysis was performed on five types of austenitic stainless steel, but only one was successful. The reason for this is unclear, but it is thought that it is necessary to optimize the measurement direction and measurement time to obtain a higher quality peak profile.

**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<sup>[1-3]</sup>。

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、高窒素鋼で見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<sup>[1,2]</sup>。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<sup>[1,2]</sup>。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なかったため、はじめに最適な測定条件や解析手法の確立を目指した。一昨年度では、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。昨年度には窒素を含まない一般的なオーステナイト系ステンレス鋼である SUS316L の圧延材に対して同様に転位密度解析を行ったが、 $1 \times 10^{16} \text{ m}^{-2}$  に近い異常に高い値が得られ、解析の信頼性に疑問が残る結果となった。その原因として、ピークプロファイルの質が悪いことや、本鋼種が比較的 SFE が低く、積層欠陥や変形双晶がピーク形状に影響を及ぼしたことが考えられる。そこで本研究では、化学組成を変えた 5 種類のオーステナイト鋼に対して、前回よりクオリティの高いピークを取得してラインプロファイル解析を行い、RESA-1 を用いた転位密度解析の信頼性の検証を行った。

### 2. 実験方法

供試材として、Ni を多く含み、SFE が高いと予想される市販の SUS310S (Fe-25Cr-20Ni 合金: mass%)、Fe-30Ni 合金および、前回用いた SUS316L と近い組成を持ち、炭素および窒素を微量添加した Fe-18Cr-12Ni 合金、Fe-18Cr-12Ni-0.1C 合金、Fe-18Cr-12Ni-0.1N 合金の計 5 種類のオーステナイト鋼を用いた。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、30%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。FCC 構造の 111、200、220、311、222 ピークが現れる  $2\theta$  として、40.861~47.526 deg. (111)、45.352~56.317 deg. (200)、69.552~80.517 deg. (220)、85.832~96.797 deg. (311)、91.152~102.117 deg. (222) の範囲で測定を行った。測定間隔は 0.043 deg/ch とした。測定用試料形状はおおよそ 5 mm×6 mm×20 mm とした。本測定に先立って、強度の高いピークプロファイルを得るために、SUS310S を回転させながら測定して集合組織解析を行い、各ピークにおい

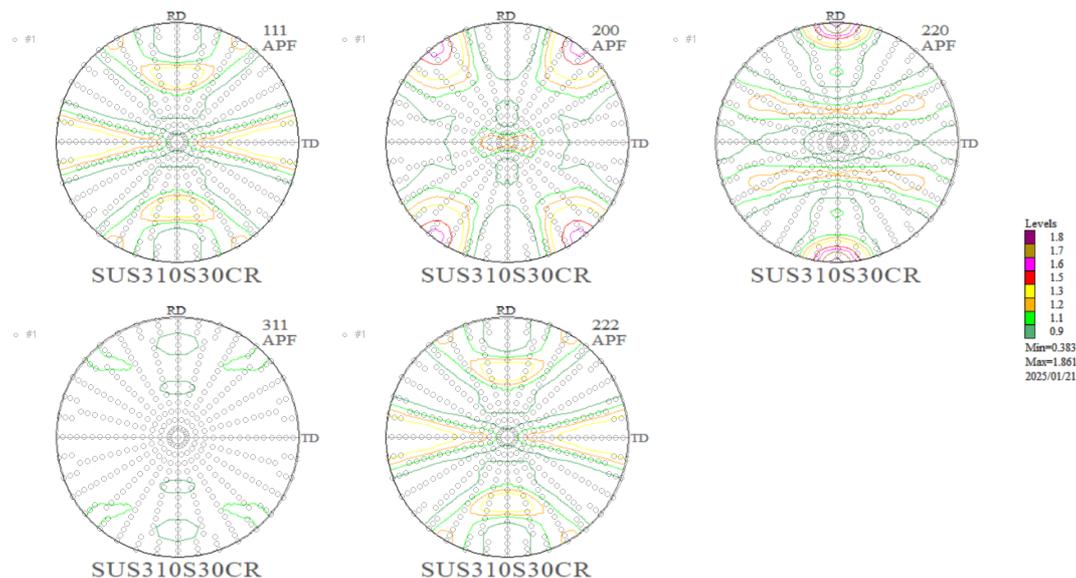


Figure 1. Texture analysis in 30% cold-rolled SUS310S.

てピーク強度が最も大きくなる中性子ビームの入射方向を選定した。

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<sup>[3,4]</sup>。

### 3. 実験結果

#### 3.1 集合組織解析

Fig. 1 は 30%圧延した SUS310S に対して集合組織解析を行った結果を示す。オーステナイトで現れる各ピークにおいて集合組織が発達していることが確認されたため、それぞれのピークで最も強度が高くなる方向にビームを入射した。

Fig. 2 は昨年度測定した SUS316L と本年度測定した Fe-18Cr-12Ni 合金のピークプロファイルを示す。適切な入射方向を選択したことで、昨年よりも同じ測定時間で高い強度が得られている。

#### 3.2 転位密度解析

Fig. 3 は各試料の mWH プロットを示す。なお、Fe-30Ni 合金は標準材とピーク幅がほとんど変わらず、解析ができなかった。これは、SFE が非常に高いため転位蓄積が促進されなかったことが原因であると考えられる。mWH プロットは理論的には直線になるはずであるが<sup>[5]</sup>、Fe-18Cr-12Ni 合金以外はピークがばらついており、解析の信頼性に疑問が残る。

mWA 法により転位密度を算出した結果、SUS310S で  $1.88 \times 10^{15} \text{ m}^{-2}$ 、Fe-18Cr-12Ni 合金で  $1.76 \times 10^{15} \text{ m}^{-2}$ 、Fe-18Cr-12Ni-0.1C 合金で  $4.10 \times 10^{15} \text{ m}^{-2}$ 、Fe-18Cr-12Ni-0.1N 合金で  $6.36 \times 10^{15} \text{ m}^{-2}$  となった。昨年度の結果より全体的に転位密度は低くなり、妥当な結果が得られているように思えるが、mWH プロットで

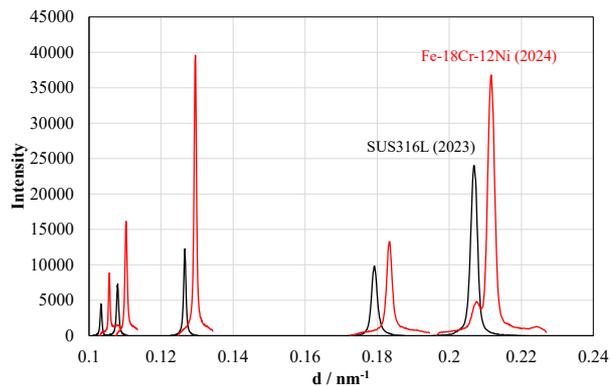


Figure 2. Neutron line profiles in 30% cold-rolled SUS316L (2023) and Fe-18Cr-12Ni alloy (2024).

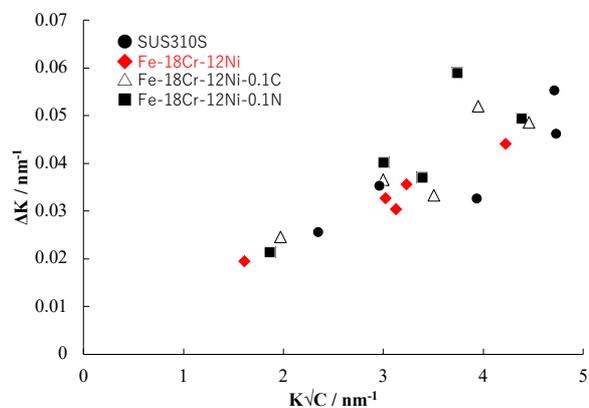


Figure 3. mWH plots.

直線になっていない合金においては解析の信頼性はあまり高くない可能性がある。

#### 4. まとめ

以上の結果より、Fe-18Cr-12Ni 合金においては妥当な解析結果が得られていると考えられるが、mWHプロットがばらついている他の合金についての結果の信頼性には疑問が残る結果となった。検証のための解析数が足りず、その原因については明らかではないが、測定方向や測定時間を考慮して質の高いピークプロファイルを得ることが重要であると考えられる。また、Fe-30Ni 合金のように転位密度が低く、ピーク幅が小さい材料ではそもそも解析が難しいことが明らかとなった。

#### 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.Ungár and A.Borbély: Appl. Phys. Lett., Vol.69 (1996), pp.3173-3175.
- [4] T.Ungár, S.Ott, P.G.Sanders, A.Borbély and J.R.Weertman: Acta Mater., Vol.46 (1998), pp.3693-3699.
- [5] S.Takaki, T.Masumura and T.Tsuchiyama: ISIJ Int., Vol.58 (2018), pp.2354-2356,