

粒界工学に基づく省資源型オーステナイト系ステンレス鋼の開発に向けた基礎検討

Towards the development of resource-saving austenitic stainless steels by grain boundary engineering

熊本大工 (現:東京科学大院物質理工) 志賀 春且, 日本製鉄山口技研 多久島 睦子, 濱田 純一,

熊本大院先端 連川 貞弘

1. 緒言 オーステナイト系ステンレス鋼には, 耐食性や高温クリープ特性の向上を目的として Ni や Mo が添加されている。しかし, 省資源やコスト削減, さらに経済安全保障の観点から, これら元素の添加量を削減することが望まれる。本研究では, 従来材料であっても粒界制御により優れた特性を発現させることが可能な「粒界工学^[1,2]」に着目し, 省資源型耐熱オーステナイト鋼の創出のための基礎的検討を行った。比較材として Ni や Mo の含有量が多い SUS316L 市販鋼を選定し, これらの元素の含有量が少ない SUS304L 鋼に対し粒界制御を行うことによって, SUS316L 鋼のクリープ特性にどの程度近づけられるかを評価した。

2. 実験方法 本実験では, SUS304L 鋼(0.007C-18.1Cr-9.5Ni-0.2Mo-0.4Si-1.0Mn-0.033P-0.0044S : wt.%) および市販の SUS316L 鋼(0.018C-17.49Cr-12.13Ni-2.07Mo-0.65Si-0.99Mn-0.031P-0.004S : wt.%)を用いた。粒界制御加工熱処理により高頻度の焼鈍双晶境界($\Sigma 3$ 粒界)を導入し, 対応粒界頻度 (F_{CSL}) を約 85% まで高めた SUS304L-GBEM 試料と, 対応粒界頻度が 59% の SUS304L-nonGBEM 試料を作製した。比較材として対応粒界頻度が 55% の SUS316L-CM 試料も併せて用意した。なお, いずれの試料も粒径を約 90 μm に揃えた。これらの試料を 973 K/115 MPa の条件でクリープ試験に供した。クリープ試験前後の微細組織の定量評価には SEM/EBSD を用いた。

3. 実験結果および考察 Fig. 1 は 973 K/115 MPa の条件で破断まで行ったクリープ試験結果である。SUS304L-nonGBEM 試料の破断寿命は 48 時間であったのに対し, 対応粒界頻度を 85% まで高めた SUS304L-GBEM 試料では, 破断寿命は 228 時間となった。SUS316L 試料の破断寿命 323 時間には及ばないものの, 粒界制御により破断寿命を約 5 倍に長寿化できることが明らかとなった。

破断面付近の平行部を観察すると, 粒界や粒界三重点上に多くのキャビティが観察された。Fig.2(a)に示すように, キャビティはエネルギー的に安定な低角粒界や対応粒界にはほとんど形成されず, ランダム粒界に優先的に発生することが明らかとなった。さらに, Fig.2(b)に示すように, 粒界三重点におけるキャビティ生成頻度は粒界三重点性格に依存し, ランダム粒界が 3 つ連結した R3 三重点で特に多くのキャビティが観察された。一方, R0 や R1 三重点ではキャビティの生成はほとんど観察されなかった。粒界三重点性格分布は粒界性格分布と密接な関係があり, 対応粒界頻度を高めることで, キャビティの優先発生サイトとなる R3 三重点の頻度が低下し, 逆にキャビティが生成されにくい R0 および R1 三重点の頻度が高くなった。したがって, ランダム粒界及び R2・R3 三重点の頻度を下げることが, 高温クリープ試験にともなうキャビティ生成の抑制および耐クリープ特性向上に有効であることが示された。

以上の結果より, 粒界工学手法は, 省資源型オーステナイト鋼の創出に有効な手法となりうることを確認された。

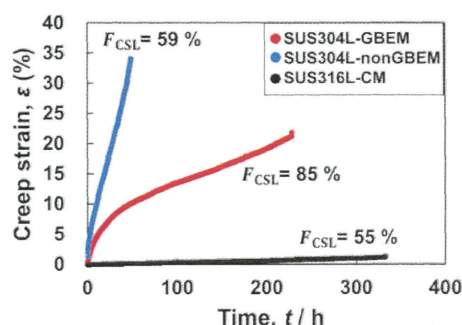


Fig. 1 Creep curves of GBEd and non-GBEd SUS304L, and commercial SUS316L under a stress of 115 MPa at 973 K.

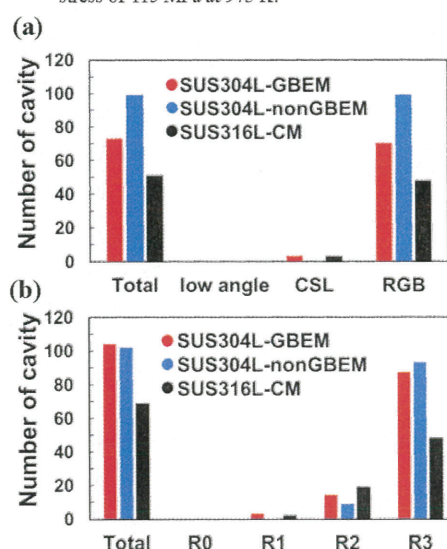


Fig. 2 Total number of cavities observed at (a) grain boundaries and (b) triple junctions in each sample crept at 973K and 115 MPa.

[1] 渡邊忠雄, 日本金属学会報, **22** (1983), 95-102.

[2] T. Watanabe, Res Mechanica, **11** (1984), 47-84.

ラボスケールおよび実スケールで作製した SUH409L 粒界制御材の引張変形挙動

Tensile deformation behavior of grain boundary engineered SUH409L produced by laboratory scale and practical scale

足利大学大学院工学研究科 大賀舜介, 足利大学工学部 小林重昭

熊本大学先端科学研究部 連川貞弘

1. はじめに

SUH409L フェライト系耐熱鋼は、自動車排気系部品に用いられる深絞り性に優れた鋼種である。著者らは、ラボスケールの実験設備において、薄板材に対して高圧下率の冷間圧延と焼鈍からなる加工熱処理を 2 段階で行うことにより、強い $\{111\}$ 集合組織を下地とした平均結晶粒径が約 $1\ \mu\text{m}$ で低角粒界を存在頻度で 70 % 以上含む微細結晶粒組織を形成させることで、市販材と同等の破断伸びを維持しながら、最大引張強さを 30 % 向上させ得ることを示した¹⁾。実スケール材に粒界工学手法を適用し、ラボスケール材と同様に、市販材の高強度-高延性の両立を達成することができれば、本プロセスの社会実装に向けて大きく前進する。本研究では、結晶粒方位分布および粒界性格分布と関連付けて、粒界制御した実スケール材とラボスケール材の引張変形挙動を評価した。実スケール材において、延性を維持しながら、最大引張強さを 30 % 以上向上させるためのプロセスを探索する。

2. 実験方法

市販の厚さ 3 mm の SUH409L 焼鈍材を供試材として、長さ 150 mm、幅 50 mm に切出し、ラボスケール材とした。これを圧下率 70 % まで冷間圧延し、973 K で 3.6 ks 保持後、空冷し、さらに圧下率 67 % で冷間圧延し、973 K で 600 s 保持後、空冷することによって粒界制御を行った。

実スケール材については、長さ 200 mm、幅 200 mm、板厚 30 mm の SUH409L 鋼塊を均質化処理したものを出発材とした。これを加工温度 673 K で圧下率 90 % まで温間圧延し、長さ約 1800 mm、幅 200 mm、厚さ 3 mm に仕上げた。これを長さ 200 mm、幅 100 mm、厚さ 3 mm に切出し、973 K で 300 s 保持後、空冷することによって粒界制御を行った。最終の焼鈍にはラボスケール材と同一のマッフル炉を用いた。板厚の影響により、目標温度までの昇温時間はそれぞれ 120 s および 900 s であった。EBSD 測定結果に基づき、試料の平均結晶粒径、結晶粒方位分布および粒界性格分布を評価した。引張試験には島津製作所製オートグラフを用い、室温、大気中で、初ひずみ速度 10^{-3} s^{-1} として試験を行った。

3. 結果および考察

図 1 は、粒界制御されたラボスケール材と実スケール材の IPF マップと粒界マップを示している。実スケール材においてもラボスケール材と同様に、強い $\{111\}$ 集合組織が発達し、平均結晶粒径が約 $1\ \mu\text{m}$ で低角粒界を 70 % 以上に含む微細結晶粒組織が得られた。しかしながら、広域で観察すると、実スケール材ではラボスケール材よりも $\{111\}$ 集合組織の発達が不十分であった。ラボスケール材の 1 段階粒界制御材でも、 $\{111\}$ 集合組織の発達が不十分であり、低角粒界の存在頻度は 65 % と低かった。 $\{111\}$ 再結晶集合組織を下地として、低角粒界のネットワークを緻密に形成させる 2 段階粒界制御を実スケール材に対して適用するための加工熱処理法の探索が課題である。

図 2 は、ラボスケールおよび実スケールの市販材と粒界制御材の引張試験から得られた応力-ひずみ線図である。ラボスケール材では、市販材の塑性伸び 22 % を維持しながら、最大引張強さを 565 MPa まで向上させることができた。実スケール材では、粒界制御材の最大引張強さは 567 MPa であり、市販材より約 40 % 向上させることができた。塑性伸びに関しては、市販材の 44 % に対して粒界制御材は 18 % であった。焼鈍時間が 300 s と短いため、材料内部まで熱が入りにくく、内部では転位密度が高い状態にあり、延性に影響を与えた可能性があり、今後の調査を予定している。

参考文献

- 1) 小林重昭, 大出彩夏, 大賀舜介, 連川貞弘: 鉄鋼協会プロジェクト「粒界工学手法による汎用鋼の高機能鋼化」シンポジウム 講演概要, (2024)。

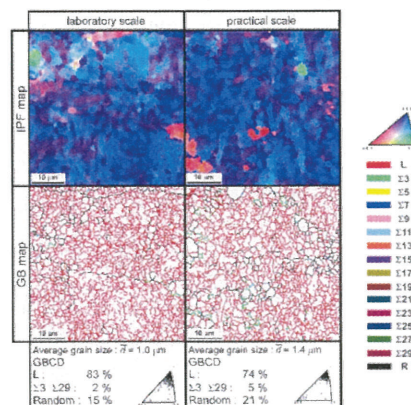


Fig.1 IPF and GB maps with an average grain size and GBCD in LAGBEed SUH409L produced by laboratory and practical scale.

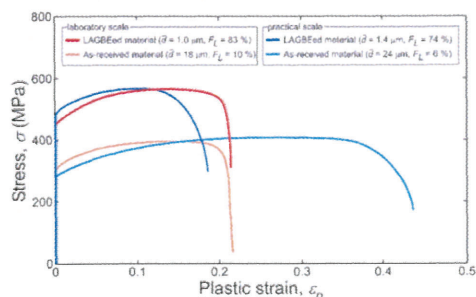


Fig.2 Stress-strain curves of as-received and LAGBEed specimens.