

超微細粒組織 SUS316 オーステナイト鋼の加工誘起変態挙動の 水素依存性のその場解析

In-situ analysis on strain induced martensite transformation of hydrogen charged ultrafine grained structure SUS316 austenitic steel

鳥塚 史郎, 足立 大樹
Shiro Torizuka, Hiroki Adachi

兵庫県立大学大学院工学研究科材料・放射光工学専攻
University of Hyogo, the Graduate School of Engineering, Department of Materials Science and
Synchrotron radiation.

SUS316Lの粗粒材で4ppm、微細粒材で6ppmの水素をチャージした材料を用意し、引張試験を行い、加工誘起変態挙動を調べたが、両材料とも一切、引張試験中に α のピークの出現は測定されなかった。微細粒材の水素の含有量が1.5倍であったが、加工誘起変態は生じなかった。

0.1%C-2%Si-5%Mn フレッシュマルテンサイト中に微量に存在する残留オーステナイトの加工誘起変態挙動をつかむことができた。数%存在する場合は、加工誘起変態が生じ延性が向上する。1%程度の場合、加工誘起変態が生じて、延性への影響はなかった。

キーワード： ステンレス、高強度鋼、強度、延性、超微細組織、フェライト、オーステナイト、加工誘起変態、水素脆性

背景と研究目的：

構造用金属材料の国際競争力は、その国の産業全体の競争力を左右するといっても過言ではない。強い素材産業があるからこそ、強い自動車産業があり、航空機産業、機械産業があるのである。特に自動車用ハイテン(高強度鋼板)は、自動車産業の競争力の根幹となる技術である。しかし、高強度であり、一様伸び、局部伸びも大きく、絞りも高く、さらに、シャルピー靱性(吸収エネルギー)が高いという優れたトータルバランスを持った鋼の実現は困難である。それは、これらの性質がトレードオフの関係にあるからである。すなわち、引張強さを上げれば、伸びや靱性は低下してしまう。我々は、0.1%C-2%Si-5%Mn組成をベースとしたヘテロ組織とその優れた力学的特性の関係を解析することによって、上記のトレードオフの関係にある力学的性質の限界を打破することを目標としている。この0.1%C-2%Si-5%Mn組成をベースとしたヘテロ組織の一つは、マルテンサイト組織で、微細化・超微細化によって、引張強さ1400MPa級で高延性と高靱性も同時に達成できる可能性を持つ。もう一つはフェライト+オーステナイト二相組織で、母相と分散相の微細化によって引張強さTSは1200MPaレベルであるが、大きな一様伸びと局部の伸びを併せ持つものである。Fig.1に示すように、引張強さx全伸びバランスは、30000MPa%を超え、既存鋼に比べ極めて優れている。その優れた力学的特性発現メカニズムを解明すれば、革新的構造材料開発の切り口を見いだすことができ、次世代自動車用ハイテンの開発につながる。

加工誘起変態という観点では、オーステナイトステンレス鋼も重要である。特に、SUS316オーステナイトステンレス鋼は、工業的に極めて重要な材料である。耐食性も高く、60%を超えるような大きな一様延性を有する。SUS316は近年さらに注目されてきている。次世代エネルギーとして水素の利用が検討されている。しかし、水素は金属材料を脆化させる。耐水素脆性材料の第一候補はSUS316鋼である。なぜならば、SUS316鋼は、加工誘起変態を起こしにくいからである。加工誘起変態で生じたマルテンサイトが水素脆性の原因と言われている。一方、結晶粒の微細化は、加工誘起変態を抑制する可能性がある。したがって、超微細SUS316鋼の水素環境下における加工誘起変態挙動は、極めて重要であるが、研究例は多くない。

本研究では、SUS316オーステナイトステンレス鋼の超微細粒鋼、粗粒鋼に水素チャージを行い、引張試験中の加工誘起変態挙動を解析するために、Spring-8の高輝度X線を用いてIn-situ引張試

験 X 線回折実験を行う。SUS316 オーステナイトステンレス鋼の加工誘起変態の粒径依存性を明らかにする。SUS304 鋼でも同様な実験を行う。さらに、共通の現象である加工誘起変態挙動をより深く理解するため、0.1%C-2%Si-(1.5-7)%Mn 組成をベースとしたヘテロ組織鋼も用いて、比較を行う。さらに、Ti-6Al-4V 合金の $\beta \rightarrow \alpha$ 変態も測定し、比較する。これらを通じて、加工誘起マルテンサイト変態の本質に迫る。また、水素チャージされた SUS316 鋼の加工誘起変態の粒径依存性を明らかにすることを試みた。

実験：

試料：試料名とその特徴

- (1) SUS316(Fe-18Cr-12Ni)、SUS304(Fe-18Cr-8Ni) 1 μ m 超微細組織、2 μ m、5 μ m 組織
- (2) Fe-0.1C-2.0Si-1.5Mn, Fe-0.1C-2.0Si-5Mn, Fe-0.1C-2.0Si-7 Mn
フェライト+オーステナイト組織およびマルテンサイト組織
- (3) Ti-6Al-4V 合金
- (4) 水素チャージ材

SUS316 に対し、水素チャージを行った。陰極水素チャージ法で、1L の 3% NaCl 水溶液に 3g のチオシアン酸アンモニウム(NH₄SCN)を加えた室温の溶液中で 0.1~0.3mA/cm² の電流密度で 8h 保持した。

引張試験その場 X 線回折

引張試験片試料は平行部長さ 12mm、幅 1.2mm、厚さ 0.5mm の引張試験片で、BL46XU のゴニオメータ上に設置した引張り試験機に取り付けた。1次元検出器 MYTHEN および 2次元検出器ピラタス Pilatus を用いた。MYTHEN と Pilatus の位置は、 2θ が 5-35° の範囲で計測できるように設置した。X 線のエネルギーは 30keV とした。

引張速度はひずみ速度 0.26mm/min となるように行った。観察する X 線のピークはフェライト相で(110)、(200)、(211)、(220)、(310)の各面とオーステナイト相では、(111)、(200)、(220)、(311)、(222) の各面の回折ピークの角度、強度と半値幅(FWHM : Full Width at Half Width)を測定する。引張試験を行いながら、X 線回折を同時に行う In-situ 引張試験 X 線回折を行い、応力-ひずみ曲線を取得しながら、応力-ひずみ曲線に対応する X 線回折データを得た。データの測定間隔は、1s 程度とした。

結果および考察：

1. SUS316L 水素チャージ材

粗粒材で 4ppm、微細粒材で 6ppm の水素をチャージした材料を用意し、引張試験を行い、加工誘起変態挙動を調べたが、両材料とも一切、引張試験中に、 α のピークの出現は測定されなかった。微細粒材の水素の含有量が 1.5 倍であったが、加工誘起変態は生じなかった。今後、さらに水素含有量を増やす必要があるが、その基礎データとなった。

2. フレッシュマルテンサイト材

0.1%C-2%Si-5Mn フレッシュマルテンサイト中に微量に存在する残留オーステナイトの加工誘起変態挙動をつかむことができた。高輝度 X 線を用いた引張試験中の In-situ X 線解析を行った。(加熱温

度?)からの空冷材(AC)では、残留 γ が数%存在し、加工誘起変態により最高荷重点付近まで残留 γ が減少し続けた。一方、水冷材(WQ)では、残留 γ が空冷材に比べてごくわずかな量、1%程度が存在していた。残留 γ 量は引張試験のひずみにしたがって減少した。すなわち、加工誘起変

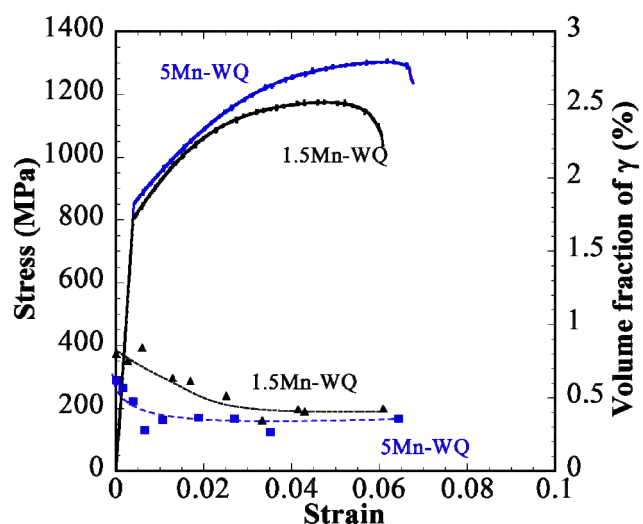


図1. マルテンサイト中の微量残留オーステナイトの加工誘起変態挙動と応力-ひずみ曲線

態が確認できた。しかし、図1に示すように、延性への影響はなかった。

3. フェライト+オーステナイト材

0.1%C-2%Si-5%Mn 超微細フェライト-オーステナイト鋼の組織形成と力学的特性に及ぼす二相域焼鈍前組織の影響を検討した。図2には、前組織が微細フェライト(α)+セメンタイト(θ)組織の場合の引張前のX線プロファイルを示すが、 γ と α が明確に捉えられている。図3に

示すように、前組織が微細フェライト(α)+セメンタイト(θ)組織とM組織を675°Cで3600sの二相域焼鈍を行った試料の公称応力-公称ひずみ曲線および引張変形中の γ 量の変化を測定できた。前組織が微細 $\alpha+\theta$ の場合、前組織がMの場合に比べ強度・延性が優れていた。

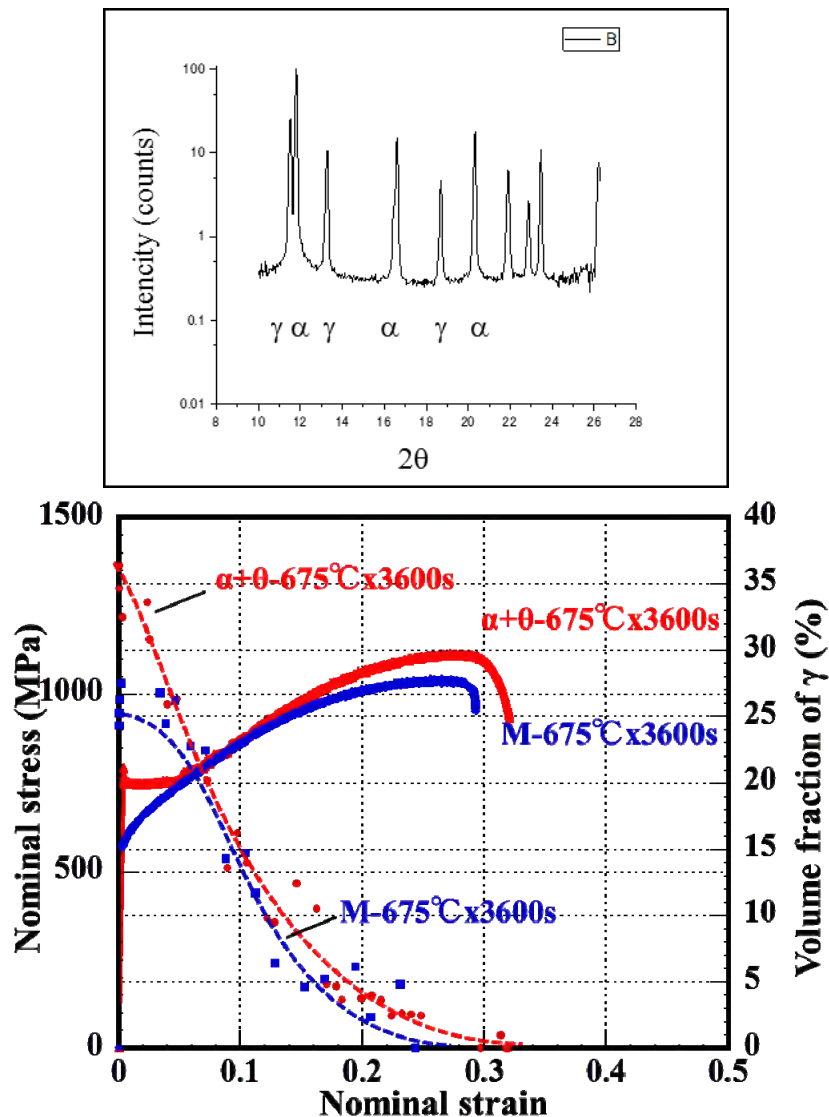


図2. 前組織が微細フェライト(α)+セメンタイト(θ)組織の場合の引張前のX線プロファイル

図3. 前組織が微細フェライト(α)+セメンタイト(θ)組織の場合の応力-ひずみ曲線と残留 γ の変化

これらの結果は、今秋の日本鉄鋼協会で発表を行った。

今後の課題：

SUS316L材については、今後、さらに水素含有量を増やして実験を行う。また、フレッシュマルテンサイトおよびフェライト+オーステナイト組織鋼に関しても、引き続き、加工誘起変態挙動の解析を行う。