

# 高速超塑性加工用ステンレス鋼材の製造プロセスの開発

(独)産業技術総合研究所 機械システム研究部門  
主任研究員 加藤正仁  
(平成13年度研究開発助成 AF-2001015)

キーワード：ステンレス鋼、組織制御、超塑性

## 1. 研究の目的と背景

ステンレス鋼では、従来は / 二相ステンレス鋼でのみ超塑性挙動が確認されていた。しかし、その超塑性挙動発現温度は1273K以上と高温である。よって、加工用治具の素材の選択が高温強度の高い材料であるMo合金に限定されるが、これらは耐酸化性が悪く、その保護のために周辺設備が巨大になってしまうと考えられる。

ところが、平成13年度終了の経済産業省(旧通商産業省)のスーパーメタルプロジェクトにおいて、SUS304及び同系統のステンレス鋼についての超塑性の研究が行われた。特に、SUS304のバルク材に対して加工誘起マルテンサイト変態を含む加工熱処理を施すことで結晶粒を100~200nmオーダーへと微細化すると、973Kにおいて、超塑性発現のひずみ速度範囲の上限が $1 \times 10^{-5}$ 以上になる、すなわち、高速超塑性挙動を発現することが確認された。

このSUS304の超塑性発現温度である973Kでは、加工用治具として、耐酸化性の十分に高いNi基超合金を使用することが可能であり、その保護のための周辺設備は不要となる。

さらに、SUS304は市場に多く出回っているために、使用後のリサイクルで、これらと取り混ぜて扱うことが可能であり、リサイクル性も比較的高いと言える。

しかしながら上記の、加工誘起マルテンサイト変態を含む加工熱処理での組織制御では、工程中の冷間強加工に要する荷重が過大であること、および、材料の脆化による割れが障害となって、引張試験片寸法程度以上の大きさの材料は得られていない。特に材料の脆化による割れは致命的である。

本研究開発はこの組織制御のための加工熱処理工程を改良し、実用製品に使用可能な寸法のSUS304高速超塑性材を得るための製造プロセスを開発することを目的とし、最終的に直径120mm、厚さ1mmの超塑性ガスパルジ成形用の超塑性素材を製造できることを目標として行った。

## 2. 実験方法

スーパーメタルプロジェクトで開発した従来法はSUS304に「冷間強加工(90%)による加工誘起 導入 焼なましにより 層への逆変態を伴う再結晶」という加工熱処理単位を4度加えるというものであった。本研究ではこの組織制御工程を

1)割れが少なく

2)処理工程中で加える荷重が小さくなる

ことを目的として実験を行った。概要としては、加工熱処理単位を「冷間強加工 焼なまし」から「冷間加工 + 温間加工 焼なまし」に変更することを検討し、さらに、得られた加工熱処理単位を元に高速超塑性を発現し得る組織制御工程を構築することとした。

### 2.1 加工熱処理単位の検討

試料母材は、厚さ12mmのSUS304市販板材(0.04% C)を使用した。実験ではこれより、15mm(w)×10mm(t)×60mm(l)の圧延用ビレットを切り出して使用した。

第1に従来法の加工熱処理単位の90%冷間圧延を、加工誘起マルテンサイトを生成しない573Kでの温間圧延と、273Kでの冷間圧延、さらには、液体窒素温度での深冷圧延を組み合わせて全圧下率が90%となるような組み合わせを検討した。これについては、二段圧延機を使用して、通常の圧延を行った。

予備実験より冷間圧延では75%圧延で、深冷圧延では30%圧延でそれぞれほぼマルテンサイト( )単相となったので、1mm厚までの冷間圧延(C90,従来法)、1mm厚までの温間圧延(W90)の2種を比較材として、以下の前加工の組み合わせについて実験を行った。

(NW)10mm [ 深冷圧延 ]	7mm [ 温間圧延 ]
1mm	
(WN)10mm [ 温間圧延 ]	1.43m [ 深冷圧延 ]
1mm	
(WNW)10mm [ 温間圧延 ]	5mm [ 深冷圧延 ]
3.5mm [ 温間圧延 ]	1mm
(WC)10mm [ 温間圧延 ]	4mm [ 冷間圧延 ]
1mm	
(CW)10mm [ 冷間圧延 ]	2.5mm [ 温間圧延 ]
1mm	

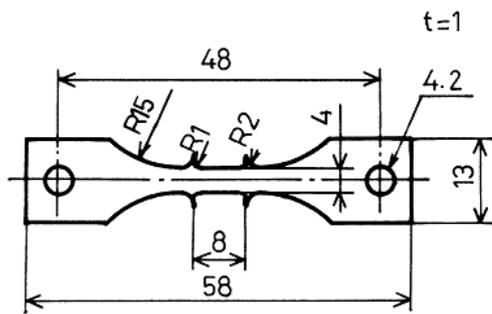


図1．試験片1の形状

それぞれの組み合わせについて圧延した試料を、従来法と同じ973K×1h焼なまし後水冷の熱処理を施し、TEMによる組織観察、および、高温引張試験を行った。高温引張試験における試験温度は973Kとし、 $1 \times 10^{-4}$  ~  $1 \times 10^{-3}$ /sの範囲の種々のひずみ速度で引張試験を行った。試験片JIS 7号比例試験片に評点用突起を設けた、図1に示す試験片1である。

## 2. 2 二段分の組み合わせの検討

組み合わせた圧延の総合計が90%とするだけではなく、90%の冷間圧延と90%の温間圧延（573K）を組み合わせることを検討した。これについては、前項の実験と同じ圧延ビレットを使用して実験を行った。2段目の加工は5mm 0.5mmの単純な圧延であるが、1段目の圧延については圧延時の幅と厚さ方向を適時入れ替えながら、圧下方向での真ひずみを合わせた物数値が1方向で90%圧下したものと同一になるように、すなわち(1)式で得られる積算圧下率Rが0.9になるようにした。

$$R=1-(A_1 \times A_2 \times A_3 \times \dots \times A_n) / (B_1 \times B_2 \times B_3 \times \dots \times B_n)$$

...(1)

$A_n$  : nパス目の圧下後の高さ

$B_n$  : nパス目の圧下前の高さ

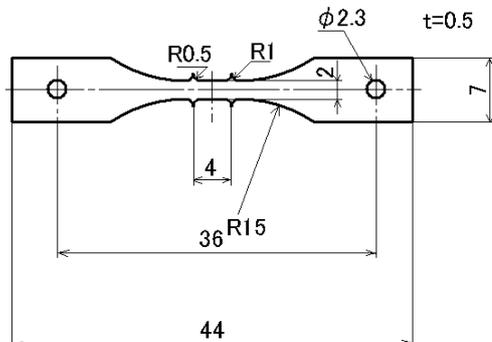


図2．試験片2の形状

第1段加工、第2段加工は冷間圧延あるいは温間圧延とし、組み合わせにより

S99 冷間90% + 冷間90%

CW 冷間90% + 温間90%

C 冷間90% + 中間熱処理 + 冷間90%

W 冷間90% + 中間熱処理 + 温間90%

WC 温間90% + 冷間90%

W99 温間90% + 温間90%

の組み合わせとした。中間熱処理は973K×2hである。2段目の加工は、5mmから0.5mmまでの90%の悪下率の通常の圧延である。圧延後に973K×30 minの熱処理を施し、TEMによる組織観察および、973Kで高温引張試験を行った。これに使用した試験片は図2に示す試験片2である。

## 2. 3 高速超塑性材製造工程の検討

2.1で検討した加工熱処理単位の実験結果を参考に、目標の微細組織が得られると考えられる、加工熱処理工程を種々組み合わせで試した。

試料母材は30mm×30mmあるいは40mm×40mmのSUS304市販角材でこれを長さ50mmに切断して鍛造ビレットとして使用した。加工は向きを変えながらの繰り返し据込みと圧延を採用した。繰り返し据込みでの加工量の評価は(1)式の積算圧下率で行った。試料の最終熱処理は973K×60sとし、TEMによる組織観察と高温引張試験を行った。使用した試験片は図3に示す試験片3である。これは掴み部形状を除いて試験片1と同一である。

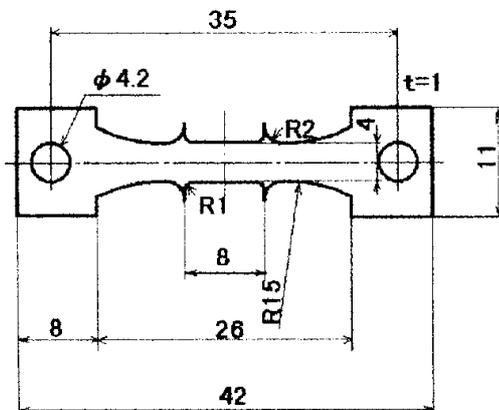


図3．試験片3の形状

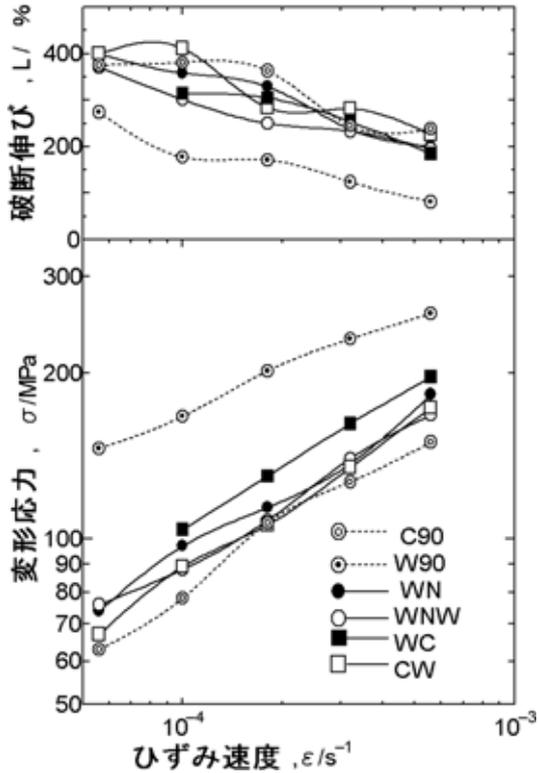


図4．加工熱処理単位の代替法の高温引張試験結果

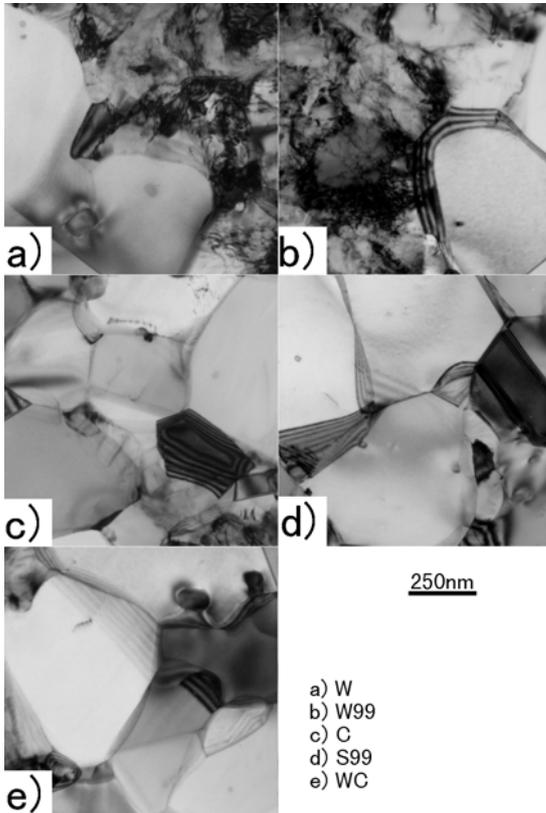


図5．二段分を組み合わせた試料のTEM組織

### 3．実験結果

#### 3．1 加工熱処理単位の検討

図4は高温引張試験結果である。いずれも最終焼なまし前に 単相になっていないW90材よりは従来法であるC90材と近い高温変形挙動を示しているのがわかる。

すなわち、総圧下量が同じ90%であって、最終的に 単相となっていれば、同様の超塑性挙動を示すことが明らかである。

#### 3．2 二段分の組み合わせの検討

図5はそれぞれの組み合わせで第1段加工、+ 中間熱処理 + 第2段加工を加え、973K × 30min焼なまし後のTEM組織である。最終焼なまし直前ではなくオーステナイト( )単相であったW材とW99材を除いて同じような微細組織となっている。

これらを高温引張試験した結果を図6に示す。

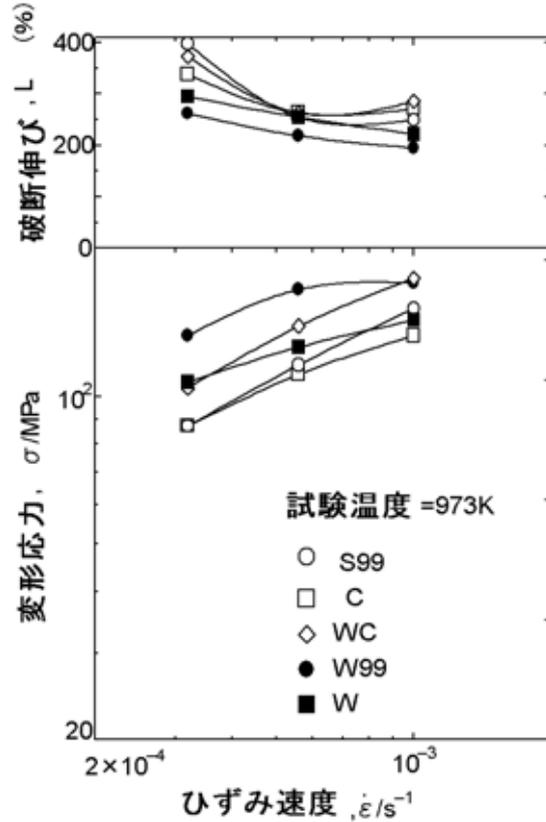


図6．二段の組み合わせの場合の高温引張試験結果

### 3.3 高速超塑性材製造工程の検討

3.1および3.2の結果より、

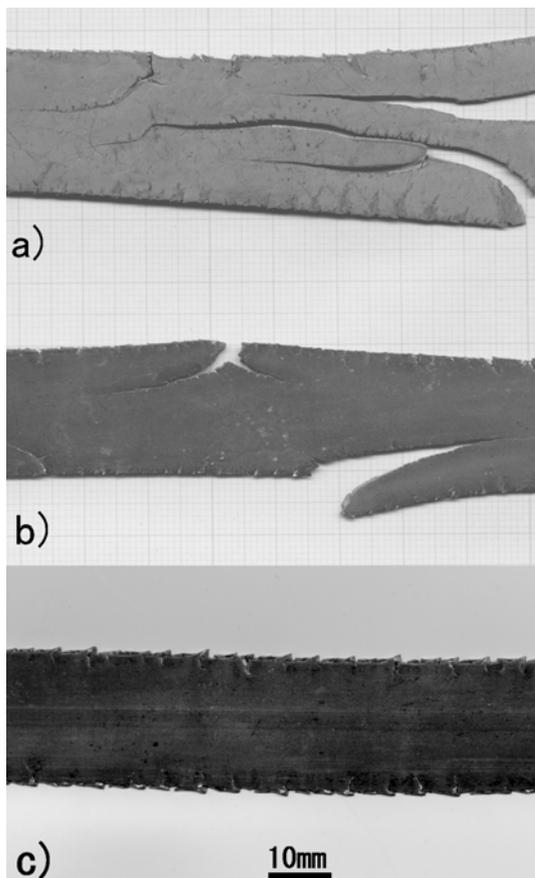
- 1) 「60%温間加工 + 75%冷間加工 + 焼なまし」の組み合わせを4度加える。... (処理A)
- 2) 「99%相当の温間加工 + 冷間加工 + 焼なまし」 + 「60%温間加工 + 75%冷間加工 + 焼なまし」を2度加える。(処理B)

の2つの方法で結晶粒微細化処理を施すこととし、

加工は向きを変えながらの繰り返し据込みで行い、最後の90%圧下のみ圧延を使用した。最後の圧延前に15mm幅、厚さ10mmに切削加工で成形した。

図7は圧延後の試料外観である。図には比較として従来法、すなわち「90%冷間加工 + 焼なまし」を4度加える方法のものも示してある。

処理Aについては、従来材とほとんど変わりのな



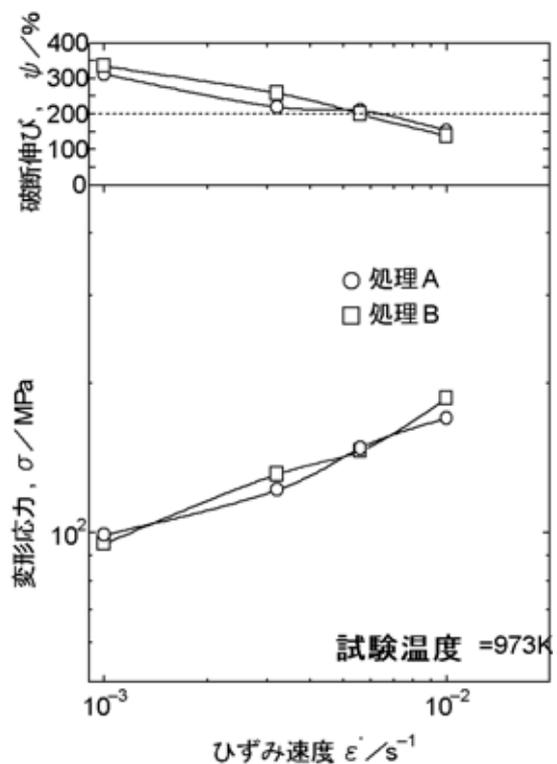
a) 従来法  
b) 処理A  
c) 処理B

図7. 最終圧延後外観 (0.04%C材)

い著しい割れが認められる。一方、処理Bについては僅かな耳割れを示すだけであり、健全な材料が得られた。

次いでこれらについて高温引張試験を行った。その結果を図8に示す。処理A、処理Bともに、高速超塑性とされるひずみ速度  $1 \times 10^{-2}/s$  に近いひずみ速度まで超塑性発現の判断基準である200%以上の伸びが得られている。さらに処理B材については983Kの試験温度では  $1 \times 10^{-2}/s$  のひずみ速度で200%の伸びが得られた。

しかしながら、これが得られたのは炭素量が0.04% (規格: 0.08%以下) と比較的低めの組成の場合だけであり、炭素量0.06%の母材を使用した場合



には、最終圧延に初期の段階で、図9に示すような図8. 処理A材と処理B材の高温引張試験結果

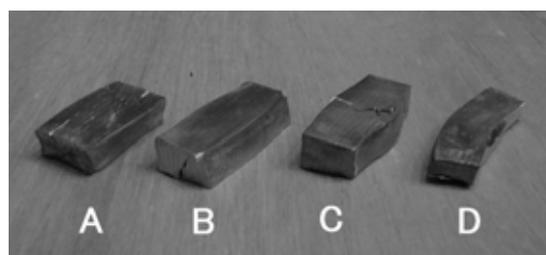


図9. 処理B材における圧延初期での割れ

割れを示してしまった。さらに言うならば0.04%C材であっても図7中の(c)に示した以上に幅の広い素材を得ようとしても、割れが発生してしまった。

そこで、炭素量が規格の上限(0.08%C)に比較的近い0.06%C材を用いて、別の代替プロセスを検討した。

そこで問題となるのが、処理途中にある強加工された焼なましによるへの逆変態課程で生成する相である。相はとが共存する状態での加熱で生成するので、最終熱処理以外はを生成させない工程を検討した。

その結果、「99.9%相当の温間加工 + 焼なまし(1023K × 1h)」 + 「90%冷間圧延」で得た材料の焼なまし中のへの逆変態挙動が「90%相当の冷間加工 + 焼なまし」を2度加え、「90%冷間圧延」で得た材料の逆変態挙動と同一であったことから、

「99.9%相当の温間加工 + 焼なまし(1023K × 1h)」 + 「90%相当の温間加工」 + 「60%温間圧延 + 75%冷間圧延」

という方法(処理C)で代替可能であると考えた。これで得られた素材の形状は図10である。僅かに耳割れが見られるが、この方法によって、最大で板幅38mmの健全な板を得た。使用した圧延機の容量(20t)の限界によりそれ以上大きな物は得ていないが、装置の荷重容量さえ十分であれば、当初目標の直径120mmの円板は得られるであろうと考えられる。

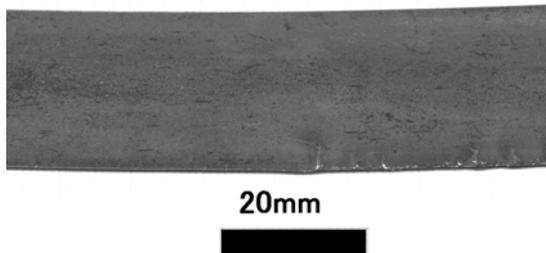


図10．処理Cによる圧延後素材外観

この材料に973K × 60sという最終焼なましを加えたときのTEM組織を図11に、また、高温引張試験結果を図12に示す。

高温引張試験の結果は図9に示す処理B材に近く。伸びはこちらの処理の方が若干大きい。

すなわち

「99.9%相当の温間加工 + 焼なまし(1023K × 1h)」 + 「90%相当の温間加工」 + 「60%温間圧延 + 75%

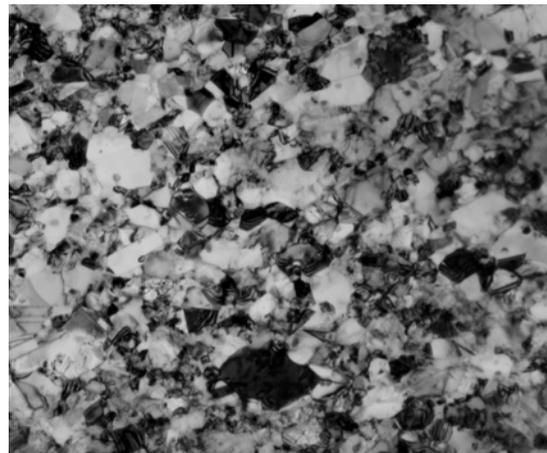


図11．処理C材のTEM組織

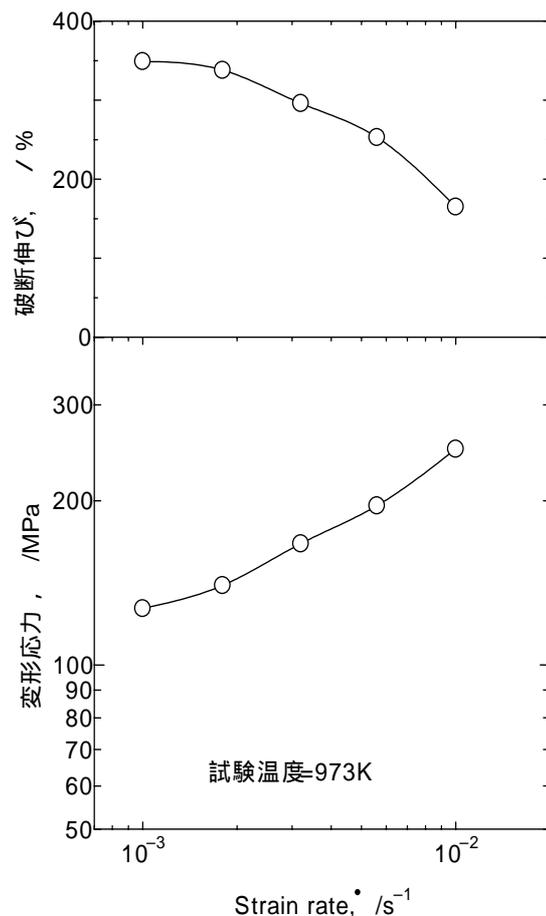


図12．処理C材の高温引張試験結果

## 冷間圧延」

という結晶粒微細化処理が、超塑性加工用ステンレス鋼材の製造プロセスとして適当であろうと考えられる。なお、結晶粒微細化処理中に最終の圧延荷重が過大となる問題を解決するために、全体が

となった後に温間(573K)加工することを試みたが、予想に反して荷重は逆に冷間圧延のときよりも上がってしまった。おそらく から加熱中に炭化物が析出したことにより、試料が時効硬化してしたものと同定できる。原因がこれであれば、SUS304の規格の中で炭素量をSUS304L並に減らせば、問題を回避できる可能性があるが、時間と予算の関係上、試みていないので、今後の課題としたい。

## 4. 結言

オーステナイト系ステンレス鋼SUS304の結晶粒微細化処理プロセスを改良し、従来法によるより大きい素材が得られるプロセスの開発を試みたところ、

「99.9%相当の温間加工 + 焼なまし(1023K × 1h)」 + 「90%相当の温間加工」 + 「60%温間圧延 + 75%冷間圧延」

という結晶粒微細化処理が、割れを避けることを目的とする超塑性加工用ステンレス鋼材の製造プロセスとして適当であろうと考えられる。この方法によれば、結晶粒微細化処理途中での素材の著しい割れは回避できる。

この方法で制作した材料は973Kの試験温度で $5.6 \times 10^{-3}/s$ のひずみ速度において200%を越える伸びを示した。

なお、処理途中で加工荷重が過大になる問題については本助成研究期間内に解決することができなかった。そのため、最終的な目標である直径120mm厚さ1mmの円板の作成には至っていない。

## 謝辞

本研究遂行にあたって、多大な資金を提供頂いた財団法人天田金属加工機械技術振興財団に深く感謝します。

## 参考文献

- 1) 加藤正仁、鳥阪泰憲：鉄と鋼，89(2003)，p.1038