

# くさび形ステンレス鋼の圧延加工による時期的傾斜機能材料の作製

信州大学 繊維学部 機能機械学科  
 助教授 渡辺義見  
 (平成7年度奨励研究助成 AF-95034)

キーワード：ステンレス鋼、圧延、傾斜機能材料

## 1. 研究の目的と背景

常磁性オーステナイト系のステンレス鋼を低温で変形すると、強磁性である $\alpha'$ マルテンサイト相に変態し、この変態量は変形量に依存する<sup>1, 2)</sup>。マルテンサイト変態法は、この現象を傾斜機能材料製造に応用したものであり、材料の不均一変形により磁氣的に傾斜を持った材料を得ようとするものである<sup>3-5)</sup>。渡辺らは、ゲージ部の断面積が直線的に変化する試験片に引張変形を加え、磁氣的傾斜機能材料を得ることに成功している<sup>3, 4)</sup>。図1は試験片内のひずみ分布と磁気傾斜特性である<sup>4)</sup>。図のようにゲージ部の断面積変化が直線的であるにも関わらず、位置とひずみ量との関係は下に凸の曲線を示している。ひずみ量と飽和磁化との関係も下に凸の曲線を示すため、結果的に試験片は必ず下に凸の曲線的な磁気傾斜を示す。さらに、引張変形を行った試験片におけるひずみ分布の予想は容易ではない。したがって、磁氣的傾斜機能材料固有の特性である磁気傾斜を多岐に渡って制御することを目的とした場合、引張変形によって不均一ひずみを導入するのは不適當であると考えられる。

ところで、図2に示すような直線的に形状が変化する様なくさび状試験片を圧延したとき、試験片形状から直接ひずみ分布を算出することが可能である。圧延方向にx軸を採った場合、圧延前に点Oからの距離がxmmであった点は圧延後にはx' mmへと移動する。

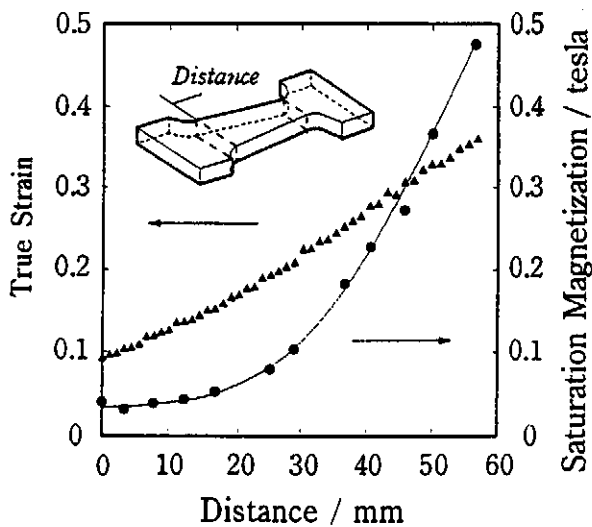


図1 くさび状引張試験片におけるひずみ分布と飽和磁化分布

$$x' = \left\{ \frac{(b-a)x}{2l} + a \right\} \frac{x}{t} \quad \dots\dots (1)$$

また、位置x'における圧延率R(x')は

$$R(x') = 1 - \frac{lt}{(b-a)x + al} \quad \dots\dots (2)$$

式から分かるように、試験片の位置と圧延率との関係は、上に凸の曲線を示す。圧延率と飽和磁化との関係が下に凸であるため、圧延変形をマルテンサイト変態法に適応した場合、多岐に渡る組織制御が可能になるものと予想される。

本研究では、このアイデアを実証するため、くさび形状に加工したオーステナイト系ステンレス鋼を圧延し、この試験片の飽和磁化分布を調査した。また、得られた試験片にマグネティックエッチング処理を施し、その組織を詳細に観察した。そして、磁性と組織との関連を調べ、磁氣的傾斜機能材料の磁気傾斜制御の方法論に関して検討した。

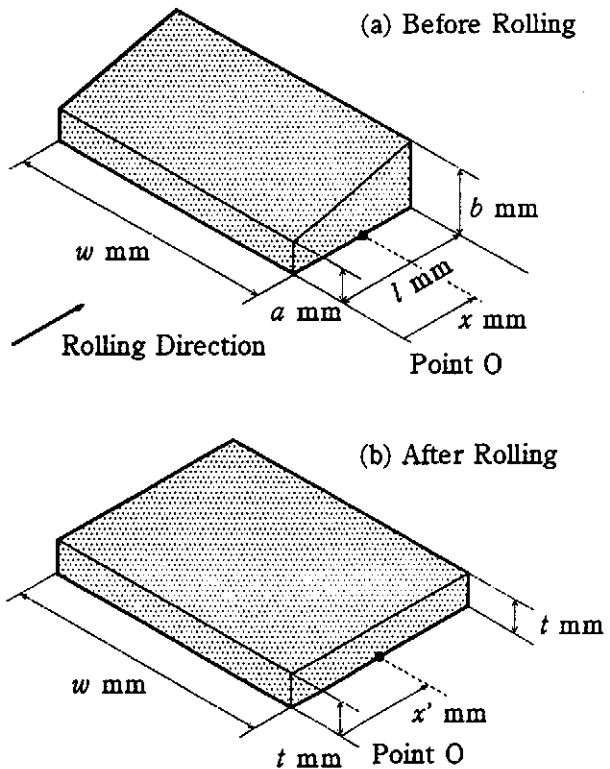


図2 圧延前(a)と圧延後(b)の試験片形状

## 2. 実験方法

### 2.1 試料

用いた材料は1.3mm × 0.6mmの断面積を有する市販のAISI304 オーステナイト系ステンレス鋼棒である。この材料を機械加工により、図2に示すくさび形状に加工した。ここで、 $a=3.2\text{mm}$ 、 $b=6.4\text{mm}$ 、 $l=12.7\text{mm}$ そして $w=50\text{mm}$ である。試料をアルゴンガス雰囲気中1050℃で2時間保持後、空冷することにより加工で導入されたマルテンサイト相と加工ひずみを取り除いた。試料表面のわずかな酸化膜を除去するためエメリー紙研磨を行った後、室温にて圧延変形を加えた。試料1、2および3における最小圧延率すなわち点Oにおける圧延率はそれぞれ0.0%、12.6%および31.3%とした。

圧延後、圧延方向に沿って試料を半分切断した。片方の試験片は樹脂に埋め込み、顕微鏡観察に供した。また、残りの試験片を、今度は圧延方向と垂直に1mm幅に切断し、磁気測定試料とした。

### 2.2 磁気測定

圧延変形後、試料振動型磁力計を用いて、室温にて各々の試料のヒステリシス曲線を計測した。この時、試料の長手方向に磁場を印加したため、ヒステリシス曲線に及ぼす反磁場の影響は無視できる。

圧延率と飽和磁化との関係を調査する目的で、均一圧延を種々の圧延率にて行った。そして、同様の手順で磁気測定試料を作製し、磁化測定に供した。

### 2.3 光学顕微鏡観察と硬さ測定

光学顕微鏡観察によりマルテンサイト相分布を調べた。観察前、本研究では2種類のエッチング処理を施した。すなわち、 $\text{HNO}_3$  15ml、 $\text{HCl}$  45ml、Methanol; 20mlの液を用いた通常の化学エッチングと、磁性流体を用いたマグネティックエッチングとである。後者は強磁性相の分布を調査するのに適している<sup>6)</sup>。

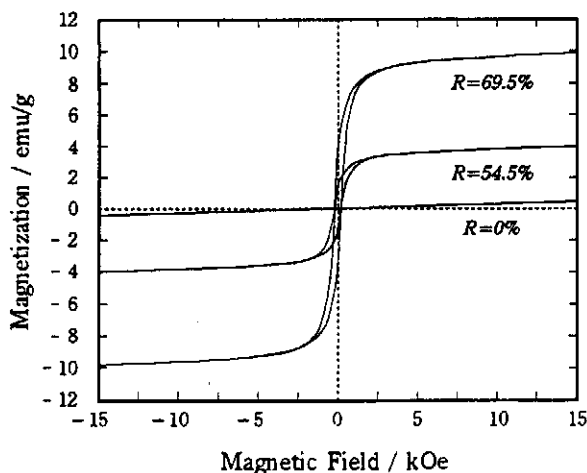


図3 均一圧延を行った試料のヒステリシス曲線

機械的性質の傾斜については試料の硬さ測定を行うことにより調べた。硬さ測定にはマイクロビッカース硬度計を用いた。なお、荷重は300gである。

## 3. 実験結果

### 3.1 均一圧延試料

均一圧延を行った試料における磁化曲線の例を図3に示す。圧延変形を与えていない試料における磁化は印加磁場の強さに直線的に比例しており、また、磁化率は非常に小さい。これは、圧延を行っていない試料には常磁性オーステナイト相のみが存在するためである。これに対して、圧延を加えた試料においては大きな磁気ヒステリシス曲線が得られた。また、圧延試料の磁化は圧延率の増加により増すことが分かる。これらは圧延により常磁性オーステナイト相が部分的に強磁性マルテンサイト相へと変態したためである。

ところで、試料の大半を常磁性オーステナイトが占めるため、圧延試料の磁化は15kOe(1.2MA/m)もの磁場を印加しても飽和していない。オーステナイト相の磁化曲線を考慮に入れるとヒステリシス曲線に及ぼす常磁性の影響を取り除くことが出来る。その場合、試料の磁化は約7kOeの磁場で飽和することが分かった。

図4は均一圧延を行った試料における圧延率と飽和磁化との関係である。圧延量の増加に伴い飽和磁化が増加している。飽和磁化の値は強磁性 $\alpha'$ マルテンサイト相の体積分率に比例すると考えられるので、圧延率の増加に伴い、マルテンサイト変態が多く生じるのが分かる。ところで、 $\alpha'$ マルテンサイト相の飽和磁化は150emu/g程度である<sup>2, 7)</sup>。従って、70%圧延を行った試料における $\alpha'$ マルテンサイト相の体積分率は約10%と見積もることが出来る。

さて、ここまで、磁性に関してはcgs単位系を用いてきた。cgs単位系で磁化を表す単位emu/gは試料の密度を用いてSI単位系のteslaに換算することができる。304系ステンレス鋼の $\gamma \rightarrow \alpha'$ マルテンサイト変態は約2%の体積膨張を伴うことが知られている<sup>8)</sup>。しかし、本実験での最大変態量はたかだか10%程度である。したがって、

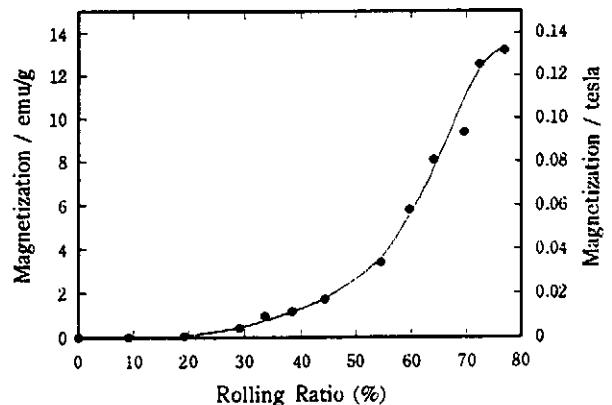


図4 均一圧延試料における圧延率と飽和磁化との関係

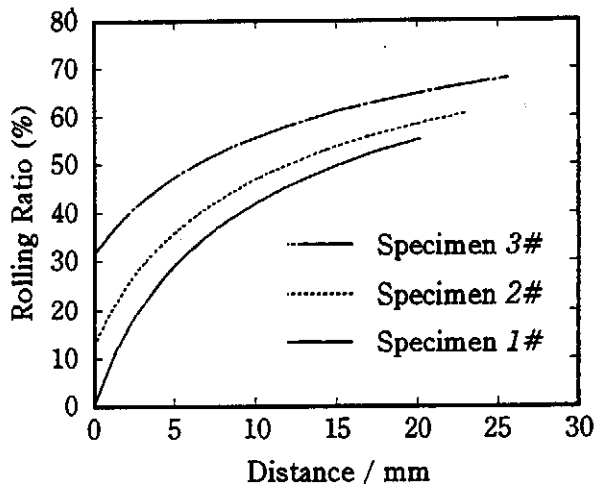


図5 くさび状試料における圧延率分布

試料全体の体積膨張は 0.2% 以下であるため、オーステナイト相の密度  $7.9\text{Mg/m}^3$  を用いて磁化の値を換算しても誤差は無視できる程度小さい。そこで、オーステナイト相の密度  $7.9\text{Mg/m}^3$  を用いて換算したところ、304 系ステンレス鋼における  $1\text{emu/g}$  は  $9.9 \times 10^{-3}$  tesla に相当した。この換算値も図4の縦軸に連記する。

### 3.2 くさび状における圧延率分布

試料1、2および3における最小圧延率すなわち点0における圧延率はそれぞれ0.0%、12.6%および31.3%である。その結果、試料1、2および3における最大圧延率はそれぞれ54.6%、60.5%および69.6%となった。それぞれの試料における圧延率分布を式(2)より求めると図5のようになる。ここで、横軸は点0からの距離である。試料形状が線形に変化をしているにも関わらず位置と圧延率との関係は上に凸の曲線を示している。図4に示したように圧延率と飽和磁化との関係が下に凸の曲線を示すので、この試料における飽和磁化傾斜は直線的にも設計できるが期待される。

### 3.3 くさび状における圧延後の組織

図6と図7はそれぞれ試料1および2における圧延後の試料の典型的な組織である。(a)、(b)、(c)、(d)および(e)は、点0からそれぞれ0mm、5mm、10mm、15mmおよび19mm(図6)あるいは20mm(図7)の距離の領域における組織であり、試料には化学エッチングを施してある。試料1においては、0mmの位置においてマルテンサイト相は観察されない(図6(a))。これは、試料1では、0mmの位置での圧延率が0%であるからである。この領域を除いて、他の領域においてはマルテンサイト相が観察される。また、距離が大きくなるに従い、マルテンサイト相の量は増加している。

さて、Fe-Cr-Ni系合金においては $\alpha'$ と $\epsilon$ という2種類のマルテンサイト相が存在する。このうち、 $\epsilon$ マル

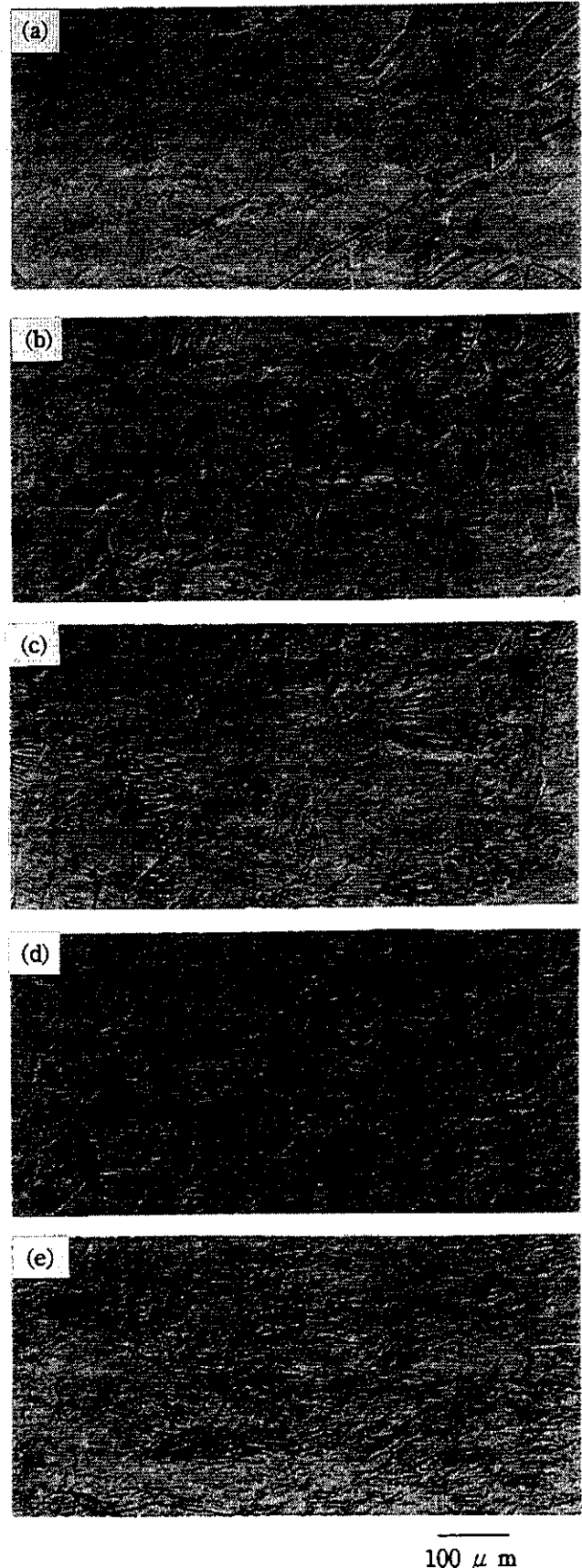


図6 試料1の圧延後の組織(化学エッチング)

点0からの距離は(a):0mm、(b):5mm、(c):10mm、(d):15mm、(e):19mmである。

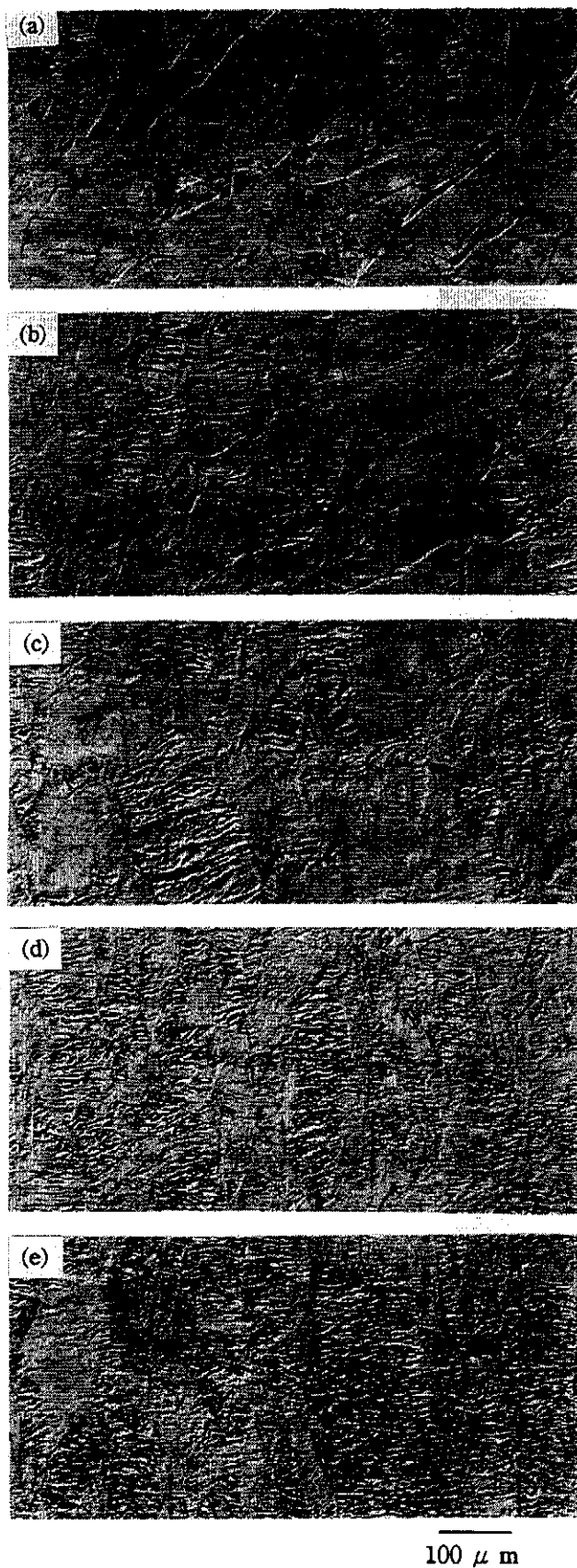


図7 試料2の圧延後の組織（化学エッチング）  
 点Oからの距離は(a); 0mm、(b); 5mm、(c); 10mm、  
 (d); 15mm、(e); 20mmである。

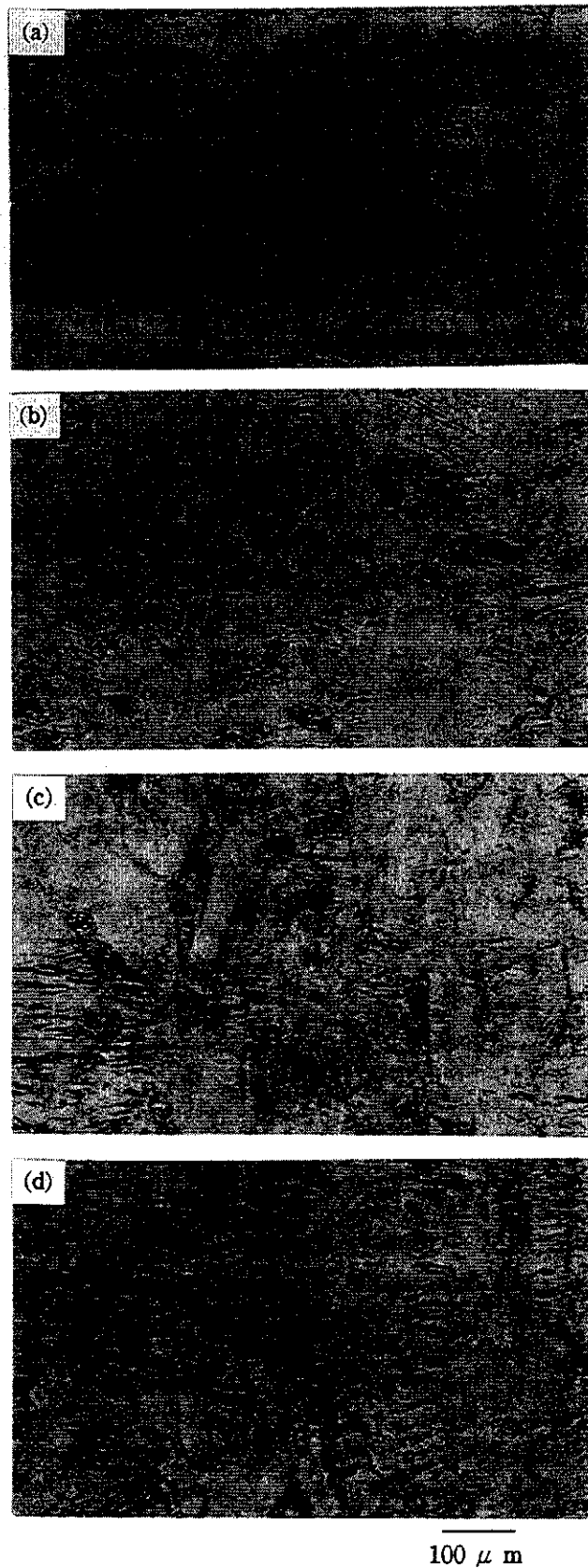


図8 試料2の圧延後の組織（マグネティックエッチング）  
 点Oからの距離は(a); 5mm、(b); 10mm、(c); 15mm、  
 (d); 20mmである。

テンサイト相は室温において $\gamma$ オーステナイト相と同様常磁性を示す。従って、マグネティックエッチングを施した場合、強磁性の $\alpha'$ マルテンサイト相だけにコントラストが付く。図8(a)~(d)は試料2のそれぞれ5mm、10mm、15mm および20mm の領域におけるエッチング後の組織である。図から分かるように、強磁性 $\alpha'$ マルテンサイト相は位置の増加に伴い増加している。したがって、この試料では、傾斜的な磁性を示すことが期待される。

### 3.4 くさび状における飽和磁化分布

図9は試料1、2および3における飽和磁化分布を示す。どの試料においても点0からの距離が増すにつれ飽和磁化が大きくなっている。これは、常磁性の $\gamma$ オーステナイト相の一部が圧延により強磁性の $\alpha'$ マルテンサイト相へと変態したためである。ここで特筆すべき点は飽和磁化がほぼ直線的に変化している点である。このように、くさび形状の304ステンレス鋼を圧延する事により、直線的に飽和磁化が変化した傾斜機能材料を作製することが可能である。

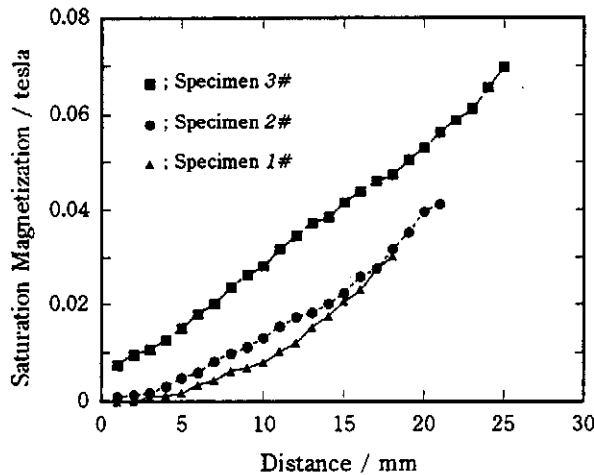


図9 試料1、2および3における飽和磁化分布

### 3.5 飽和磁化分布の予想

圧延率と飽和磁化との関係が図4で与えられ、試料における圧延率分布が図5で与えられているので、これらの関係を元に、くさび形状試料における飽和磁化分布を予想することが出来る。図10はこの様にして求めた試料中の予想飽和磁化分布である。図9と比較してみると、非常に似た傾向を示す事が分かる。この様に、定性的には良い一致を示す。しかし、予想される飽和磁化は実際に計測された値に比べて大きい。

ところで、応力誘起マルテンサイト変態量は変態温度に強く依存することが知られている<sup>9, 10)</sup>。圧延中、試料の温度上昇が観察された。ここで、くさび状試料と通常圧延試料とは温度上昇が異なっていたものと考えられる。残念ながら圧延中の試料温度の計測や制御は困難である。したがって、不均一ひずみを導入する手法として、圧延変形は必ずしも最適な加工方法とは言えない。

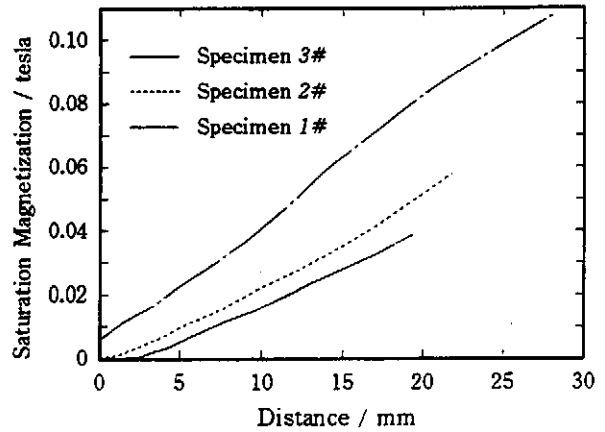


図10 試料1、2および3における予想飽和磁化分布

### 3.6 試料における硬さ分布

くさび形状を有する不均一圧延用試料における、圧延後のビッカース硬さ分布の一例を図11に示す。図から分かるように、位置の増加に伴いビッカース硬さも増加している。304系ステンレス鋼の加工硬化の主因はマルテンサイト変態であることはよく知られており<sup>11)</sup>、この硬さ測定の結果は磁気測定の結果と矛盾しない。この様に、マルテンサイト変態法で作製した試料においては磁気特性が傾斜しているのみならず、機械的性質も傾斜している。

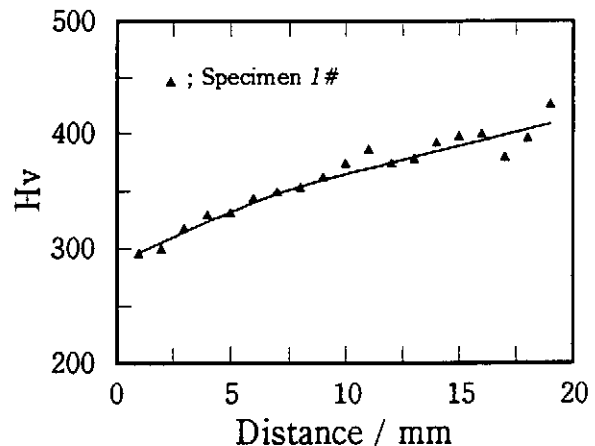


図11 試料1における硬さ分布

## 4. マルテンサイト変態法の優位性

傾斜機能材料の創製法として、粒子配列法、プラズマ溶射法、粒子噴射法、自己発熱反応法、PVD法、CVD法などが考案・研究されている<sup>5)</sup>。しかし、このいずれもが比較的新しい技術を利用しているため、製造装置が高価であるという欠点があり、また、大きい試料を作製するのには不向きである。これに対し、著者らが提案・研究を行っているマルテンサイト変態法や遠心鑄造による創製法(遠心力法)<sup>12)</sup>は、安価に大きい傾斜機能材料を作製する事が可能である。

このうち、マルテンサイト変態法は、相変態を傾斜機

能材料製造に応用したものであり、くさび形試料に塑性変形を加えるだけの操作で簡単に傾斜機能材料が作製できる。この時、特別な装置を必要としない点が特筆される。また、複合材料ではなくステンレス鋼という単一材料を用いているという特徴を有す。逆変態終了温度まで加熱すれば初期状態に容易に戻るため、材料リサイクルの側面からも有効と考えられる。

傾斜機能材料は、熱応力の緩和を目的として発展してきた材料であり、従って、ほとんどの研究者は与える機能傾斜として機械的性質を取り上げている。これに対して、マルテンサイト変態法では磁性を取り上げている点が斬新的である。さらに、この材料においては、常磁性から強磁性へと磁性が傾斜的に変化するのみならず、図11に示したように機械的性質も傾斜分布している。また、本研究では調査していないものの、耐腐食特性も傾斜していることが予想される。従って、これらの傾斜特性を単独あるいは組み合わせる用いることにより、様々な分野において工業的応用が考えられる。例えば、現在では強磁性を優先させるため、耐腐食特性を犠牲にしている歯科材料（磁気アタッチメント）<sup>13)</sup>に適応すれば、材料中心部分を強磁性化し、表面は耐腐食性の高いオーステナイト相にすることが可能である。

## 5. おわりに

本研究では、圧延により不均一変形を導入し、磁氣的傾斜機能材料を作製した。結果で示したように、直線的な磁気傾斜が得られるものの、予測値と実験値との間には隔たりがある。この原因は加工中の温度上昇によるものと考えられるので、現在、加工中の温度制御の容易な圧縮変形により不均一変形を導入する研究を行っている。また、この研究とは別に、逆変態を利用しても磁氣的傾斜機能材料を作製している。

本文中にも書いたが、本材料はリサイクルの容易な単一材料であり、さらに、作製には特別な装置を必要としないため、安価に大量生産できる長所を有する。ま

た、磁氣的性質のみならず機械的性質も傾斜しているので、今後、様々な分野において工業的応用が可能であろう。

なお、この研究の大部分は著者が在外研究員としてローレンスバークレー国立研究所滞在中に行ったものである。本研究に対しご助言をいただいたカリフォルニア大学バークレー校・ローレンスバークレー国立研究所のモーリス教授に厚くお礼申し上げる。また、本研究は天田金属加工機械技術振興財団の助成を得たことを記し、感謝の意を表す。

## 参考文献

- 1) P. L. Mangonon, Jr., and G. Thomas; *Metal. Trans.*, 1 (1970), 1587.
- 2) J. Ding, H. Huang, P. G. McCormick, and R. Street; *J. Mag. Mag. Mater.*, 139 (1995), 109.
- 3) Y. Watanabe, Y. Nakamura, Y. Fukui and K. Nakanishi; *J. Mater. Sci. Letters*, 12 (1993), 326.
- 4) 渡辺義見、中村祐三、福井泰好、中西賢二; 日本機械学会論文集 (A 編), 59 (1993), 1138.
- 5) T. Hirai, "Functional Gradient Materials" (*Materials Science and Technology*, 17B), VCH, Germany (1996).
- 6) Z. Mei and J. W. Morris, Jr.; *Metal. Trans. A*, 21A (1990), 3137.
- 7) S. S. Hecker, M. G. Stout, K. P. Staudhammer and J. L. Smith; *Metal. Trans. A*, 13A (1982), 619.
- 8) R. P. Reed; *Acta Metall.*, 10 (1962), 865.
- 9) 西山善次; マルテンサイト変態 基礎編、丸善 (1971).
- 10) Y. Watanabe, Y. Takada, H. Miura, M. Kato and A. Sato; *J. Mater. Sci.*, 28 (1993), 4578.
- 11) 深瀬幸重、江波戸和男、大久保延弘、村尾誠一; 日本金属学会誌, 32 (1968), 38.
- 12) 渡辺義見、福井泰好; 軽金属, 46 (1996), 395.
- 13) 浜中人士、土屋利江; ふえらむ, 2 (1997), 508.