

強ひずみ蓄積加工による超鉄鋼の創製

電気通信大学 知能機械工学科
助教授 三浦博己
(平成 13 年度研究開発助成 AF-2001009)

キーワード：強ひずみ加工、超微細粒、析出物

1. 研究の目的と背景

材料強度は結晶粒径 d の $-1/2$ 乗比例する。このことは Hall-Petch 則として広く知られ、材料強度の向上のため様々な加工熱処理法が考案され、結晶粒の微細化が図られてきた。しかし、旧来の加工熱処理法による結晶粒微細化には限度があった。近年、材料に強ひずみ加工を加えることにより結晶粒を微細化する方法が注目され始め、種々の手法が考案されている。最も一般的な手法として、例えば、ECAP (Equal-Channel-Angler-Press) 法、ARB (Accumulative Roll-Bonding) 法等があげられる。これら強ひずみ加工法により、サブミクロンレベルの結晶粒径を容易に得ることができる。しかし、微細組織が不均一であったり、試料サイズ形状等に制約があるなどの欠点がある。申請者らは、多軸多段階圧縮法により強ひずみ加工を施し、超微細粒を得た⁽¹⁾。この方法は超微細粒材のバルク材を得ることができるだけでなく、変形中の抵抗を測定することができるため、微細粒の形成原理の解明等の基礎研究にも応用できる手法である。

一方で、粗大な第二相粒子を微細化に利用しようとする研究があり、実際、粗大第二相粒子のまわりには deformation zone (DZ) 形成による微細粒が発達することが報告されている⁽²⁾。同時に母相内の第二相粒子の存在は転位の運動の抵抗となるため強度と熱的安定性が向上する。よって第二相粒子を含む材料の強ひずみ加工は微細化と強度向上と熱的安定性を高いレベルでバランスした材料が創製できる可能性がある。そこで本研究では微細な粒子を分散させた鋼の強ひずみ加工と超微細粒組織形成に及ぼす第二相粒子の影響を調査した。

2. 実験方法

析出強化型 18%Cr-10%Ni-0.56%Nb オーステナイト系ステンレス鋼の熱間圧延材から、図 1 に示す $7.8 \times 6.34 \times 5.2$ (mm³) の矩形状試験片を切り出した。これを 1173 K で真空中にて時効を兼ねた焼鈍を種々の時間行い、加工ひずみの除去と第二相粒子サイズの調整を行った。圧縮試験機を用いて、温度 $T = 673$ K, 873 K、真ひずみ速度 $\dot{\epsilon} = 3.0 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ で多軸多段階圧縮変形を真空中で行った。試験片の圧縮は圧延材の RD 方向、ND 方向、TD

方向の順に 90 度ずつ回転させながらひずみを約 0.4 ずつ多段階の圧縮を行った(図 1)。各圧縮変形後、水焼入れした試験片を 90° 回転させた後、再加熱し、再圧縮を行った。圧縮試験終了後、硬さ試験、光学顕微鏡と透過型電子顕微鏡 (TEM) による微視組織観察を行った。また、強ひずみ加工後の試験片については 973 K にて焼鈍を行い、強ひずみ加工後の熱的安定性についても調査を行った。

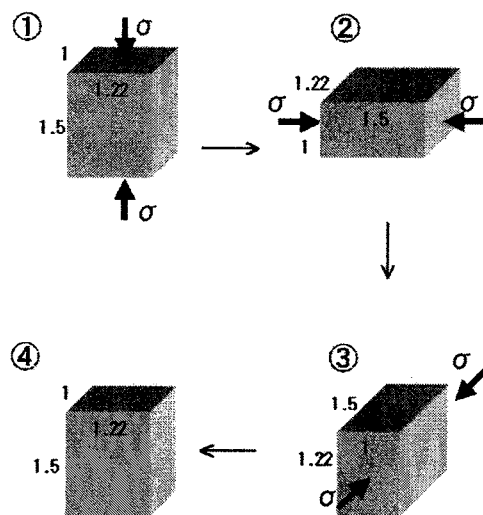


図 1 多軸多段階圧縮変形の模式図

3. 実験結果と検討

3-1. 時効による組織変化

熱間圧延材に焼鈍を兼ねた時効を行い、その時効時間に対する第二相粒子径の変化と硬さ変化をそれぞれ図 2、3 に示す。まず図 2 を見ると、時効時間 1h 以上では非整合粒子の成長がほぼ $t^{1/3}$ 則に従うことから、析出粒子の成長は Lifshitz-Wagner の理論で記述できるオストワルド成長過程にあることが推定された⁽³⁾。この時、整合粒子の体積率は非整合粒子に吸収され減少し、時効時間 27h 以降ではほとんど消滅した。また、時効時間に対する硬さの変化をまとめた図 3 を見ると、時効時間の増大と共

に硬さは低下し S 字の軟化曲線を示して、時効時間 64h 以降ではほぼ一定となった。尚、ここでは図 2 と比較しやすいように横軸を $t^{1/3}$ でまとめている。硬さは粒子の成長、整合粒子と加工ひずみの消失によって低下した。

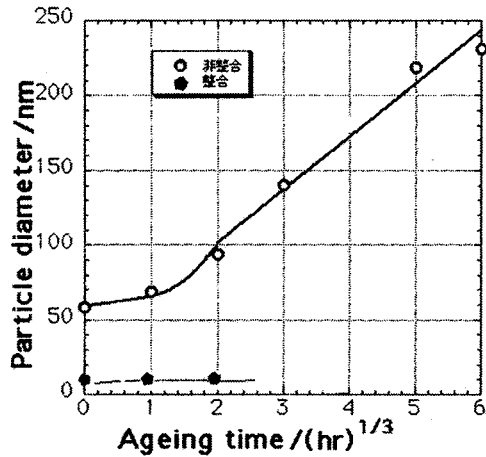


図 2 焼鈍を兼ねた時効による析出物の粒径変化

時効に伴う組織変化を光学顕微鏡により観察した結果を図 4 に示す。時効時間の増加に伴い、パンケーキ状の圧延変形組織の間から再結晶が始まり、およそ 27h で全域が一次再結晶組織におおわれた。一次再結晶が完了するまでの時間は非常に長く、再結晶の開始が析出粒子の存在によって著しく抑制されていることが理解できる。その後の時効によっては、再結晶粒の二次再結晶による成長が確認された。図 2~4 の結果を比較検討から、初期組織内に存在する整合粒子や溶質原子の存在が再結晶の開始を抑制し、それらの減少と共に一次再結晶とその後の二次再結晶が起こり、再結晶領域の増加とともに硬さが低下したと推察される。

3-2. ひずみ増加と硬さの関係

蓄積ひずみ増加に伴う硬さ変化について、1h 時効材を例にまとめた結果を図 5 に示す。硬さは 673 K においてひずみ量増加と共に初め上昇し、ひずみ 0.8 以降ではほぼ一定値となった。一方 873 K 試験では、ひずみ 1.2 までは加工硬化し、その後ゆるやかに硬さが低下する加工軟化が見られ、そしてひずみ 6.0 でほぼ変形前の硬さに戻った。この結果は先ほど示した応力ひずみ曲線に非常によく対応している。つまり加工軟化が高温側で起こりやすく、この事は高温域における回復が大きく寄与していたためと考えられる。ここでは示さないが、同一蓄積ひずみにおいては、時効時間の増加に伴いその硬さは低下していく傾向を示した。このような時効時間の違いによる硬さの変化は、i. 変形前に行った時効による溶質原子の消失、ii. 第二相粒子の成長、iii. 粒子間距離の変化、iv. 焼鈍による初期結晶粒径、等の影響を受けていると考えられる。さらには短時間時効材においても、圧縮変形中に整合粒子や溶質原子が消滅している可能性もあると考えられる。しかし、長時間時効材はそれらの影響は無いため、動的回復と加工効果を繰り返し、より早いひずみ域において定常状態に達したと考えられる。

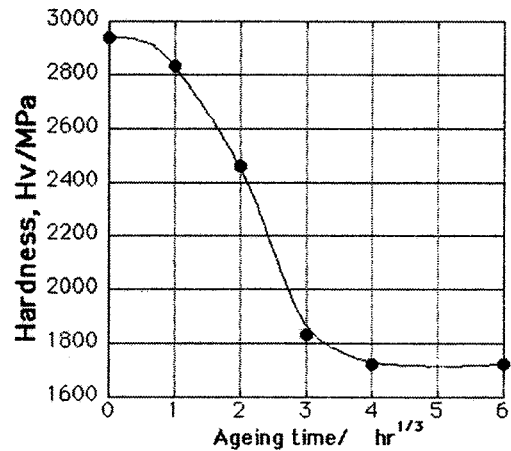


図 3 時効によるヴィッカーズ硬さ変化

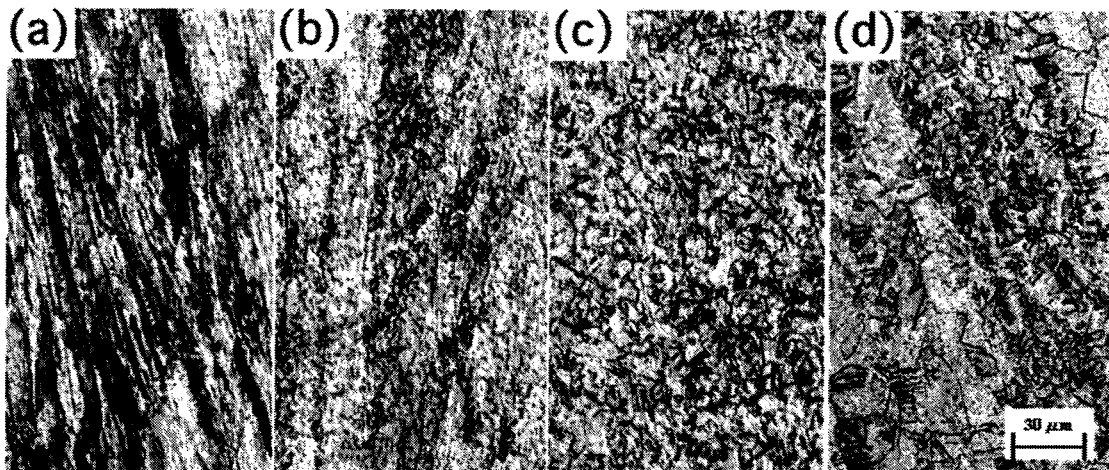


図 4 焼鈍を兼ねた時効に伴う光学顕微鏡組織の変化, (a) まま材(0 h), (b) 1 h, (c) 27 h, (d) 64 h.

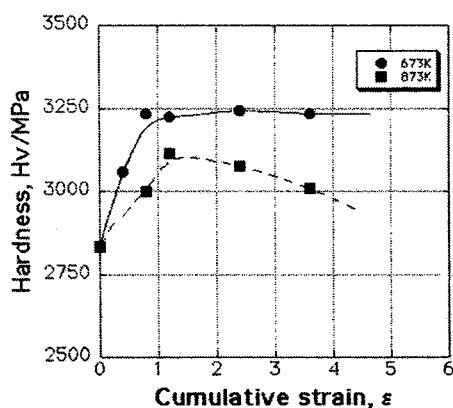


図5 ヴィッカーズ硬さに及ぼす蓄積ひずみ量の影響

3-3. TEMによる微視組織観察

873 K で試験を行った時の熱間圧延まま材、1h 時効材、27h 時効材を最終蓄積ひずみ量 $\epsilon = 6.0$ まで変形し、その時の内部微視組織を TEM を用いて観察した結果を図 7 に示す。これを見ると、短時間時効材側では局部的にマイクロバンドが発達した不均一で foggy like な組織が発達していた。しかし、長時間時効材では等軸状でより均一な組織が形成されていた。SAD パターンを見ると、同じひずみ量であっても、時効時間の増加と共にスポットも増加分散していくのがわかる。つまり、短時間時効材よりも長時間時効材の方がより結晶粒の微細化が起きていること理解できる。一般的な単相材では、ひずみ $\epsilon = 3.6$ 以上においては均一な微細粒が形成したことが報告されている⁽⁴⁾。しかし本研究に用いた分散粒子を含むオーステナイトステンレス鋼では、結晶粒界あるいは転位壁境

界が明瞭ではない部分があり、結晶粒微細化に必要な高角粒界の発達が分散粒子や溶質原子によって遅延されていることがわかる。

Porter と Humphreys⁽²⁾は一軸の強加工 (~ 0.9) によって粒子周囲に DZ が形成され、DZ 域での結晶粒微細化が起こることが報告されている。しかし、本研究では微細析出粒子を含むオーステナイト鋼を $\epsilon = 6.0$ まで変形した場合でも DZ の形成や、さらには完全均一な微細結晶粒の形成を得ることができなかった。これらの結果は、本研究で用いた材料中の析出物が彼らの用いたサイズに比べて小さかったこと、また微細析出物が転位下部組織の回復を阻害したため、微細結晶粒形成に必要な高角粒界の発達が起こりにくかったためと理解される。

3-4. 強ひずみ加工組織の熱的安定性

強ひずみ加工組織の熱的安定性を調査するため、873 K においてひずみ $\epsilon = 6.0$ まで加工した試料を温度 973 K で空気中にて焼鈍し、その焼鈍軟化挙動を調査した。試験片はまま材、27h 時効材、そして比較材として強ひずみ加工により均一な超微細結晶粒を持つ単相オーステナイトステンレス鋼 Fe-32Ni を用いた。まとめた結果を図 7 に示す。これを見ると、まま材と 27h 時効材においては単相材に比べて極めて熱的安定性が高く、特にまま材では 10^4 ks 以上硬さ変化が現れなかった。これは図 2~4 に示したように、整合粒子や溶質原子の効果によるものと考えられる。一方、単相材の Fe-32Ni 合金においては焼鈍開始と共に硬さが急減し、わずか 10^3 s でほぼ一定となった。以上の結果は、強ひずみ加工によって得られた超微細粒組織が極めて熱的に不安定であること、また、第二相粒子が熱的安定性向上に顕著な効果を持つことを示しているといえる。

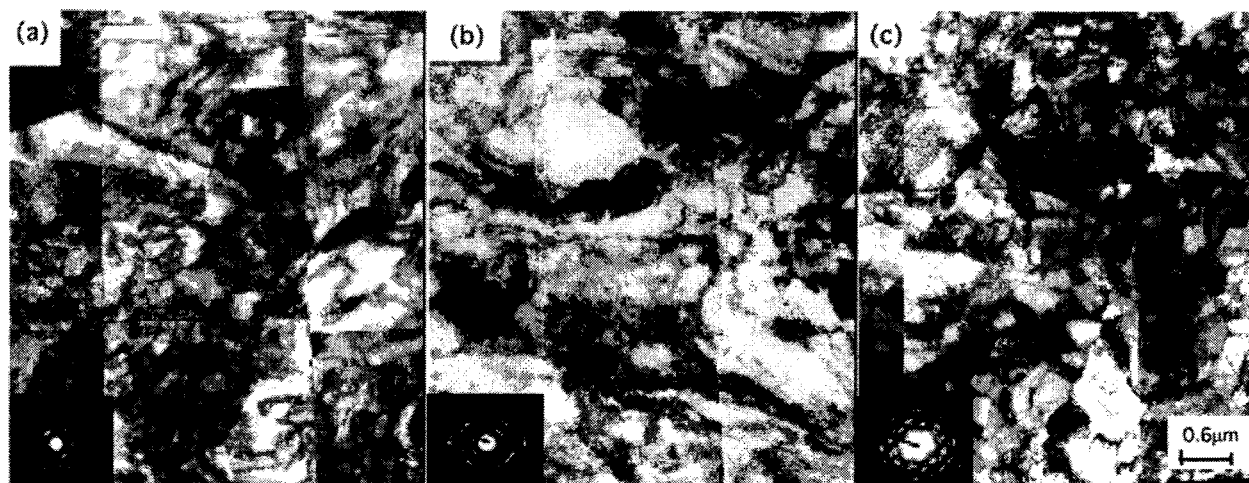


図6 ひずみ $\epsilon = 6.0$ まで加工後の微視組織に及ぼす時効時間の影響、(a) 0 h, (b) 1 h, (c) 27 h.

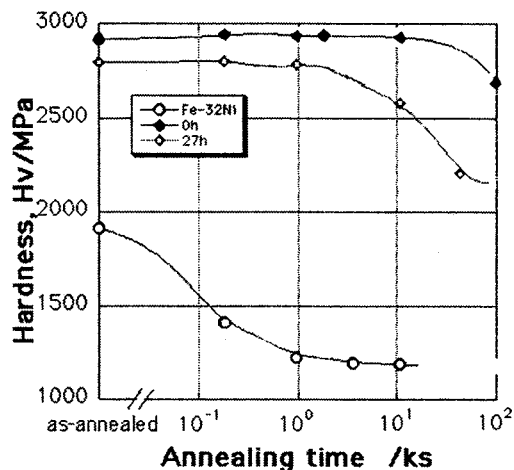


図7 超微細粒組織材の焼鈍時間と硬さの関係

本研究では、結晶粒の超微細化による鉄鋼の機械的強度の向上を図った。しかし、結晶粒の超微細化によって必ずしも機械性質、ここでは硬さは増加しなかった。これは、温間強ひずみ加工中の整合析出粒子や溶質原子の消失によるものであった。したがって、強ひずみ加工中の整合析出粒子や溶質原子を制御できれば、超微細粒組織を持つ超鉄鋼の創製は十分可能と考えられる。

4. まとめ

1) 微細な分散第二相粒子は、本研究の範囲内では超微細結晶粒組織の形成と発達に貢献はせず、むしろ抑制す

る傾向があった。

2) 析出粒子や溶質原子の存在は強ひずみ加工による均一な組織微細組織形成には不都合である。このことは、析出物等が結晶粒界の形成と発達に必要な転位組織の回復を抑制している Foggy-like 組織の存在から判断された。

3) 低温側よりも高温側で試験した方がより等軸状で均一な微細結晶粒組織を得やすかった。これは動的回復の効果が結晶形成に強く影響しているためと考えられた。

4) 第二相粒子は強ひずみ加工材の熱的安定性を著しく向上させる。特に整合粒子の存在は結晶内の回復や再結晶を抑制する働きが高く、非整合粒子に比べ熱的安定性がより高いと判断された。

謝辞

本研究の一部は天田金属加工機械技術振興財団の奨学資金援助によって行われたものです。ここに記し、心より感謝申し上げます。

参考文献

- 1) A. Belyakov, T. Sakai and H. Miura : Mater. Trans. JIM, vol. 41, pp. 476-484, 2000.
- 2) J. R. Porter and F. J. Humphreys : Metal Sci., vol. 13, pp. 83-88, 1979.
- 3) 松浦圭介, 北村真, 渡辺勝也 : 日本金属学会誌, 第 41 巻, pp. 1285-1289, 1977.
- 4) A. Belyakov, T. Sakai, H. Miura and T. Tsuzaki, Phil. Mag. A, vol. 81, pp. 2629-2643, 2001.