

極低温圧延を利用したナノ結晶粒・高強度鉄鋼材料の開発 - Fe-Mn 系高強度制振合金の開発 -

信州大学 繊維学部機能機械学課程
准教授 金翼水
(平成 18 年度一般研究開発助成 AF-2006010)

キーワード：塑性加工，極低温圧延，結晶粒微細化，鉄鋼材料

1. 研究の目的と背景

鉄鋼材料は、安価で高強度かつ構造物の製造過程がシンプルであるため、一般構造材料として、広く用いられている。しかし、これらの材料において、騒音や振動などによる疲労破壊に対する安全性や信頼性は改善の余地がある。そのため、構造物に使用される鉄鋼材料には、高強度かつ高減衰能であるという特性が求められている。このような特性を持つ Fe 系合金として、Fe-Mn 系合金がよく知られている⁽¹⁾。

Fe-Mn 系合金は制振合金として代表的であり、幅広く用いられている。これまでの研究では、 ϵ マルテンサイト相の増加に伴い、制振合金の減衰能が上がる事が知られている。Fe-Mn 系合金は ϵ マルテンサイト相が多いことから、制振合金に用いられている。しかし、高減衰能である Fe-Mn 系合金において、強度の面ではまだまだ改善の余地があると考えられる。金属材料の強度を上げる方法は様々であるが、その一つに結晶粒微細化という方法がある。効果的に結晶粒を微細化する方法に、極低温圧延および繰り返し重ね接合圧延

(ARB: Accumulative Roll-Bonding) がある。極低温圧延とは、液体窒素を用い、材料を -196°C に冷却し、圧延を施す方法である。この極低温圧延中における動的回復の抑制は、通常の圧延方法より、転位密度を広く蓄積させることができる。このため、少ない塑性変形で結晶粒を微細化できる。また純銅においても、極低温圧延を施し、その後焼鈍すことで、優れた強度および靱性を示すことが知られている⁽²⁾。繰り返し重ね接合圧延(ARB)とは、圧延を施した材料を切断後に積層し、再度圧延する方法である。この ARB を施すことにより、繰り返しひずみエネルギーを与えることができる。従って、ひずみエネルギーが蓄積し、回復、再結晶および相変態が起こり、結晶粒を微細化させることができる。結晶粒を $1\mu\text{m}$ 以下に超微細化させることで、強度、靱性および耐食性が飛躍的に

向上する。このため、Fe-Mn 合金に極低温圧延および ARB を施すことにより、結晶粒が微細化され、 ϵ マルテンサイト相も微細化されると考えられる。これに伴い、高強度な材料の開発が可能であると考えられる。

このため、Fe-Mn 合金に極低温圧延および ARB を施すことにより、結晶粒が微細化され、 ϵ マルテンサイト相も微細化されると考えられる。これに伴い、高強度な材料の開発が可能であると考えられる。

そこで本研究では Fe-Mn 系合金を用い、極低温圧延および繰り返し重ね接合圧延を組み合わせた超塑性加工を施す。これに伴い、微細組織の変形挙動を調査することを目的とした。

2. 実験方法

本研究で用いた 2 種類の試料 A 材および B 材の化学組成を、表 1 に示す。圧延に用いる試料は、1050 で 30 分間保持した後、液体窒素に入れ、サブゼロ処理を施した。その後、冷間圧延または極低温圧延を施し、光学顕微鏡 (OM; Optical Microscope) および走査型電子顕微鏡 (SEM; Scanning Electron Microscope) を用い、それぞれ観察した。また、硬度試験を行った。

表 1 資料の化学組成 (mass%)

No.	C	Si	P	Mn	Cr	Cu	Ni	Co	Ti	Al	Fe
A	0005	0056	0002	2047	125	005	0018	0166	0003	12	Bal
B	-	315	-	277	-	-	-	41	-	218	Bal

2・1 極低温圧延および ARB

極低温圧延法および ARB 法の概略図を、図. 1 に示す。2 種類の試料をそれぞれ厚さ 3mm に切断加工し、液体窒素に入れ 10 分間保持する。その後、圧延を施し、再度液体窒素に入れ、10 分間保持する。その後、再度圧延を施す。この工程を数回繰り返し、圧延率が 50% となると、

積層し、再度圧延を繰り返す。作製した試料番号および作製条件を、表 2 に示す。

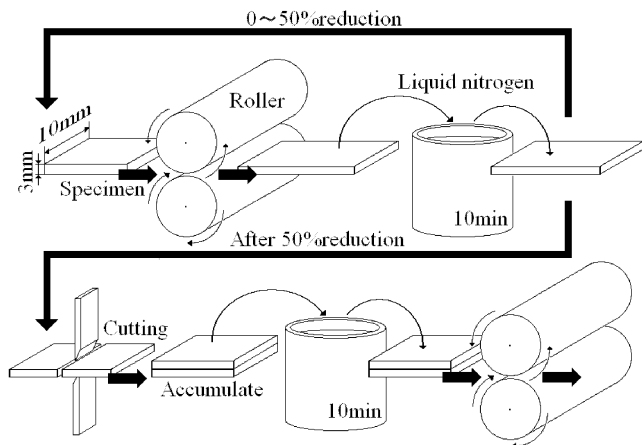


図 1 ARB 法の概略図

表 2 各資料の試験条件

No.	Solution treatment	Sub-zero treatment	Cold rolling		Cryogenic rolling			
			Reduction rate					
			25%	50%	5%	10%	25%	50%
A ₁ ,B ₁								
A ₂ ,B ₂	●							
A ₃ ,B ₃		●						
A ₄ ,B ₄		●	●					
A ₅ ,B ₅		●		●				
A ₆		●			●			
A ₇		●				●		
A ₈ ,B ₈		●					●	
A ₉ ,B ₉		●						●

2・2 組織観察

圧延前後の試料をそれぞれ切断加工し、耐水研磨紙およびバフを用い、表面を研磨した。その後、OM および SEM を用い、組織観察を行った。

2・3 硬度試験

圧延前後の試料を、それぞれマイクロビッカース硬度試験機を用い、測定した。

3. 実験成果および考察

極低温圧延により圧延率 50% となった試料 A₇ および B₇ の写真を図 2 に示す。試料 A₉ および B₉ 共に、極低温圧延において、圧延率 50% となったとき、脆性破壊が起こった。従って、圧延率 50% 以上の極低温圧延を施すことは不可能となり、これに伴い、ARB を行うことができなかった。また、試料 A₇ は完全に破壊しているのに対し、

試料 B₇ は、亀裂は多いものの、完全破壊には至らなかった。これは、試料 B が Mn を多く含んでいることより、高い靱性を持っていることが影響していると考えられる。

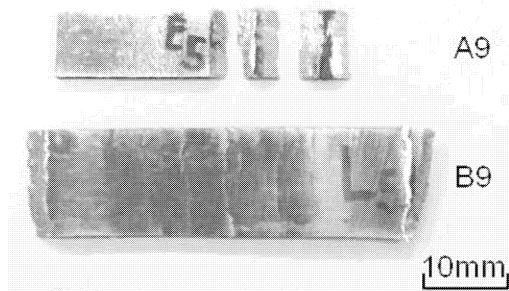
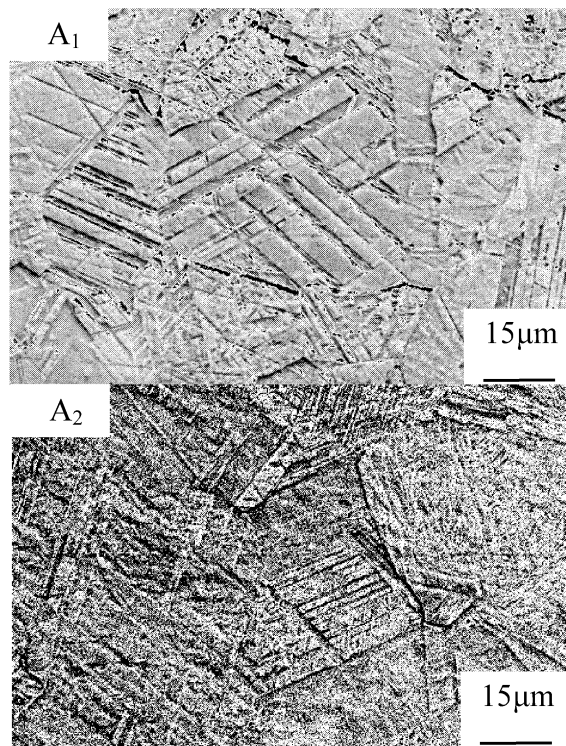


図 2 極低温圧延により圧延率 50% となった試料 A₇ および B₇ の写真

3・1 組織観察

冷間圧延および極低温圧延前における試料 A₁, A₂ および A₃ の SEM による微細組織を、図 3 に示す。極低温圧延前の試料において、板状のマルテンサイト相の存在が確認できる。また、結晶粒径は 1μm より、十分大きいことがわかる。溶体化処理およびサブゼロ処理を施すことで、ε マルテンサイト相が増加していることがわかる。溶体化処理を施した試料 A₂ およびサブゼロ処理を施した試料 A₃ を比較すると、その違いは見られなかった。



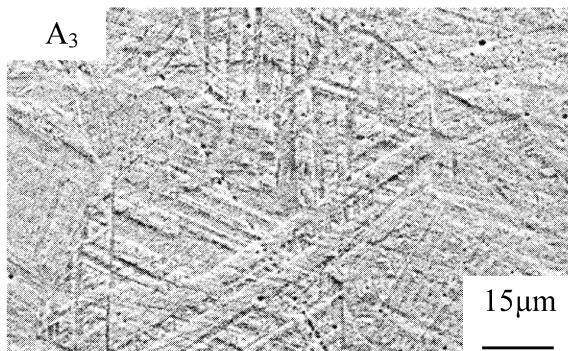


図3 冷間圧延および極低温圧延前における試料 A₁, A₂および A₃ の SEM による微細組織

次に、冷間圧延を施した試料 A₄および A₅ の SEM による微細組織を、図. 4 に示す。圧延前の試料は板状の組織であったのに対し、圧延を施すことにより、 ϵ マルテンサイト相は圧延方向へ細長く伸びた板状へと変化した。また、結晶粒も微細化していることがわかる。また、25%冷間圧延を施した試料 A₄よりも、50%冷間圧延を施した試料 A₅の方が、結晶粒が小さいことがわかる。

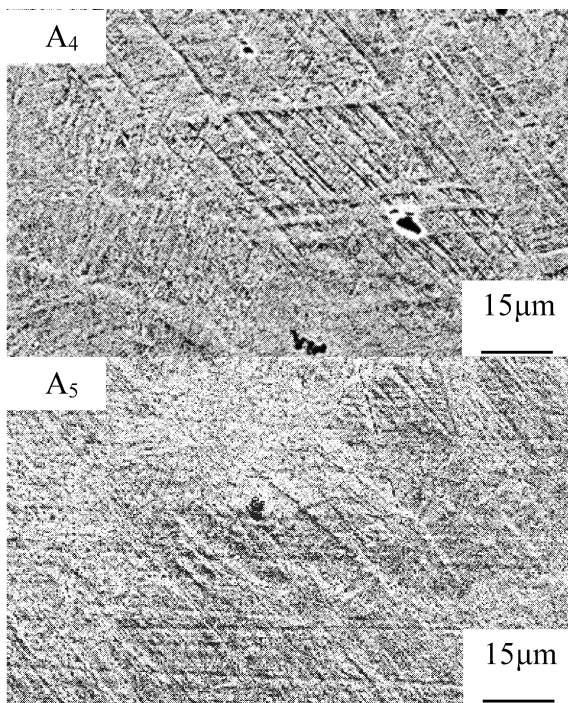


図4 冷間圧延を施した試料 A₄および A₅ の SEM による微細組織

次に、極低温圧延を施した試料 A₆および A₇ の SEM による微細組織を図. 5 に示す。圧延前の試料と比較すると、冷間圧延後と同様に、 ϵ マルテンサイト相は圧延方向へ細

長い板状へと変化していることがわかる。また、結晶粒が微細化していることもわかる。ただし、試料 A₉においては、圧延率 50%の極低温圧延によって、ひずみエネルギーが多く蓄積された。このことから、マルテンサイト相の変態が、 γ 相から ϵ 相、そして α' 相へと進んだと考えられる。したがって、これは、 ϵ 相と α' 相の混合組織であると考えられる。そのため、圧延率 50%の冷間圧延とは、一部異なった形状を見ることができる。しかし、冷間圧延および極低温圧延において、圧延率 25%のものを比較したとき、SEM 組織写真からは、その違いを確認することはできなかった。これは、圧延の影響による結晶粒の変形が、極低温下の影響による結晶粒の変形より大きいためと考えられる。

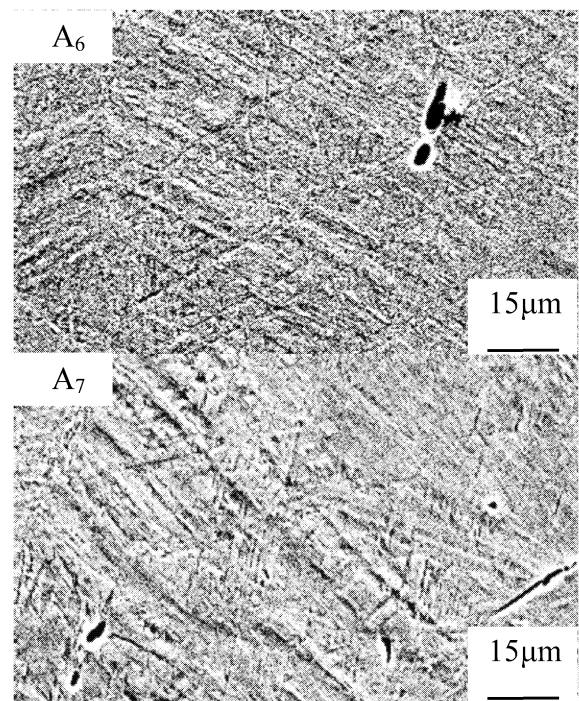


図5 極低温圧延を施した試料 A₆および A₇ の SEM による微細組織

3・2 硬度試験

加工前後の試料 A 材および B 材の硬度を図. 6 および図. 7 に示す。冷間圧延および極低温圧延共に、圧延率を増やすと、硬度が大きくなることがわかる。圧延率 50%後において、圧延前の試料と比較すると、硬度は約 2 倍となった。冷間圧延および極低温圧延を比較すると、圧延率 25%において、最も差が出ている。しかし、圧延率 50%においては、ほとんど硬度差が見られなかった。このこと

は Fig. 2 の写真で示したように、試料は脆性破壊していることから、これ以上ひずみエネルギーが蓄積されず、微細化の限界に達したためと考えられる。従って、極低温圧延は冷間圧延より、微細化の限界値まで少ない圧延率で達すると思われる。

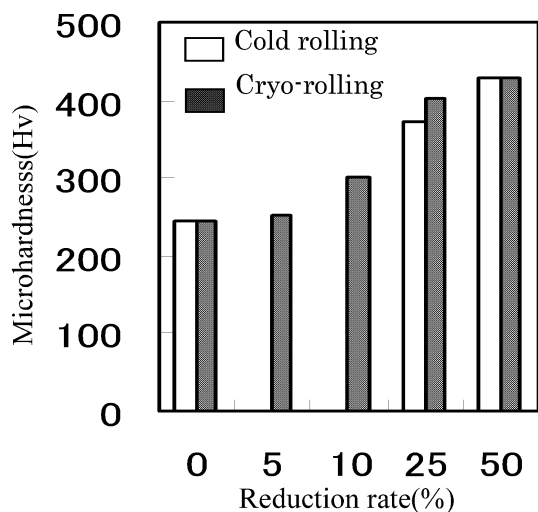


図6 試料Aの硬さ試験

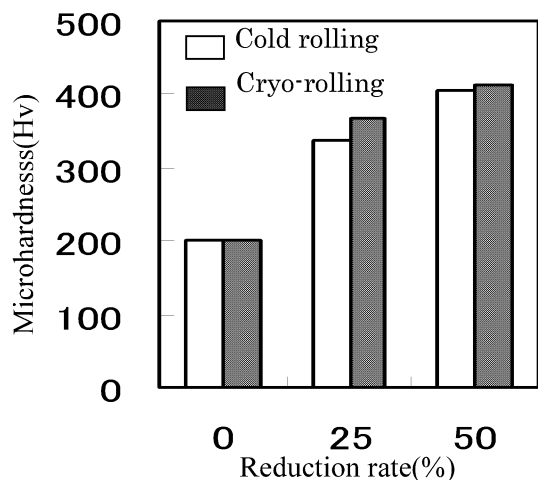


図7 試料Bの硬さ試験

4. まとめ

Fe-Mn 系合金において、極低温圧延を施すことで結晶粒微細化を図ることができた。しかし、圧延率 50%に達した段階で試料に脆性破壊が生じたため、積層し、再度 ARB を施すことはできなかった。また、試料 B は試料 A より破壊されにくかったことより、Mn の含有量が韌性に大きく影響していると思われる。

冷間圧延および極低温圧延を施すことにより、板状であ

ったマルテンサイト相は、圧延方向に伸びた形状へと変形し、また、結晶粒は微細化された。圧延率 25%において冷間圧延および極低温圧延の違いを確認できなかった。しかし、圧延率 50%の極低温圧延において、一部異なった形状の組織が見られた。これは、加工誘起 ϵ マルテンサイト相の変態が進み、 ϵ 相と α' 相の混合組織になったと考えられる。

冷間圧延および極低温圧延を施すことにより、硬度が改善した。極低温圧延は冷間圧延より、少ない圧延率で硬度が大きくなることがわかった。また、圧延率 50%における冷間圧延および極低温圧延では、大きな差が見られなかった。これは、圧延率 50%において、ひずみエネルギーがこれ以上蓄積されず、微細化の限界に達したためと考えられる。

謝辞

本研究は (財) 天田金属加工機械技術振興財団の研究開発助成を受けて行われたものであり、関係者各位に深く感謝いたします。

参考文献

- (1) 佐橋 英雄, 金 翼水, 井形 直弘, 宮原 一哉: 金属 Vol.74 (2004), 3
- (2) H. R. Song, Y. S. Kim, and W. J. Nam: METAL AND MATERIALS Int. 12 (2006), 1