

ステンレス鋼の超塑性精密鍛造技術の開発

(独) 産業技術総合研究所 先進製造プロセス研究部門難加工材成形研究グループ

主任研究員 加藤正仁

(平成 19 年度一般研究開発助成 AF-2007027)

キーワード：ステンレス鋼、超塑性、マイクロ成形

1. 研究の目的と背景

マイクロマシン用部材の製造技術については内外で種々の方法が提案されているが、そのなかでも精密に製造可能な方法であるいわゆるシリコンプロセスでは、材料がシリコンに限定されるため、耐食性に劣る（耐塩基性は皆無）という問題があり、使用環境が限定される。また、転写技術でガラス系の材料で、微小成型品を作る研究もあるが、ガラスでは靱性が劣るし、金属ガラスはさらに、材料が高価という問題がある。

筆者らはスーパーメタルプロジェクトなどにより、結晶粒径数百 nm の超塑性加工用ステンレス鋼材の開発に成功しているが、これを使って超塑性加工すれば、低コストで微小形状のステンレス鋼製品製造が可能になると考えられる。またオーステナイト系ステンレス鋼はシリコンなどに比べて耐食性がきわめて良好である。そこで、マイクロマシン製造用部材として、あるいは、マイクロマシン用樹脂等の部材製造のための金型の製造に、組織制御したオーステナイト系ステンレス鋼の超塑性鍛造を適用することを目的として、底辺が $50\mu\text{m}$ 、高さが $10\mu\text{m}$ のピラミッド構造の成形に成功した²⁾。本研究では作製する微小形状に対する被加工材ステンレス鋼の微細組織の影響を明らかにした。

2. 実験方法

2. 1 加工熱処理

試料母材は厚さ 12mm の溶体化処理済みの SUS304 市販板材である。これを $15\text{mm}(w) \times 50\text{mm}(l)$ の圧延ビレットに切断して圧延ビレットを作製した。圧延機はロール内のヒーターで、ロールを所定温度に加熱できる構造の二段圧延機である。作製した圧延ビレットをそれぞれ 2mm、3mm、4mm、5mm および 10mm の厚さまで常温で圧延した後、マッフル炉で加熱し 1373K で 10min 保持した後水冷却することで溶体化処理を施した。それぞれ溶体化処理した圧延ビレットは加工誘起マルテンサイトが生成しないように、圧延ビレットおよび圧延機のロールのいずれの温度も 573K として圧延を行い、圧下率の異なる厚さ 1mm の板とした。圧延前後の厚さを測定した結

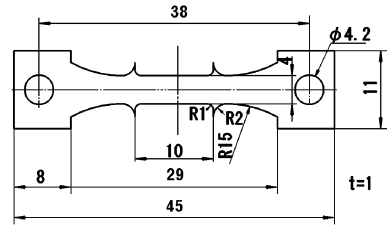


図 1 引張試験片形状

果、それぞれの試料は溶体化処理の後に 50%、64%、75%、80% および 90% の圧下が加えられた。試料はそれぞれ 50 材、64 材、75 材、80 材および 90 材と呼ぶこととする。圧延した板はマッフル炉で 773K~1273K の種々の温度で 3600s の焼なましを加えてビッカース硬さの変化を測定した。またこの他に、初期厚さが 10mm のものについては、加工誘起マルテンサイトを導入するために、圧延 1 パス毎に氷水で冷却しながら、冷間で圧延した後に 973K で 3600s の焼なましを加えた試料も作成した。これを S 材と呼ぶ。S 材は結晶粒径約 $1\mu\text{m}$ の等軸晶の均一な組織となり 973K で約 $1.8 \times 10^{-4}\text{s}^{-1}$ 以下のひずみ速度領域で超塑性挙動を示す¹⁾。

これらとは別に、 $40\text{mm} \times 40\text{mm} \times 50\text{mm}$ の角材を用いて、結晶粒径約 250nm に調整した試料 (T 材と呼ぶこととする) も実験に使用した。T 材の調整方法については、過去の論文²⁾に詳細が記述してある。

作成した試料の高温変形挙動を確認するために 973K の試験温度で $1.0 \sim 5.6 \times 10^{-4}\text{s}^{-1}$ のひずみ速度域で高温引張試験を行った。試験には図 1 に示す形状の引張試験片を使用した。この試験片は JIS7 号試験片に評点突起を付加したものである。

2. 2 ミクロ成形

後述する焼なましを加えて作成した 50 材、75 材、90 材および S 材試料から直径 5mm の円板を切り出して被加工材とした。また、Ni 基超合金 IN-100 の铸造材より切り出した $\phi 13\text{mm} \times 7\text{mm}$ の円柱を金型母材とした。被加工材と金型母材のそれぞれ平面部の 1 面をエメリー紙およ

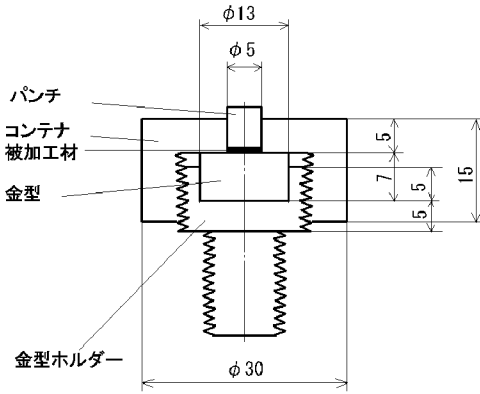


図2 金型セル概観

びバフ研磨で鏡面にして使用した。金型母材の鏡面部にビッカース圧痕を付与し、これを金型とした。圧痕の底辺長さは、約 $35\mu\text{m}$ であり、頂点の深さは約 $7\mu\text{m}$ である。被加工材鏡面には、微量の高真空用シリコーングリスを均一に塗布して離型剤とした。

成形実験は、高周波加熱できる真空チャンバ付きの油圧サーボ試験機を用いて次の手順で行った。

1) 金型と被加工材をそれぞれの鏡面部を合わせて図2に示す構造の Inconel 600 製の金型セル中に入れ、これを試験機にセット。

2) 真空引き後、金型セルのポンチに 4kN の圧縮荷重がかかるように荷重制御。

3) 金型セル温度を 973K に昇温し、 1800s 保持。

4) 除荷後、冷却。

取り出した状態で金型と試料は密着しているので、試料が下になるように金床に置いて、金型背面をハンマーで軽くたたくことで加圧剥離した。

取り出した試料は、形成された微小ピラミッド構造の形態を観察した。

この他に金型表面を 250 番のエメリー紙で研磨した研磨コンを金型としてより細かい形状の転写性を評価することとした。試料として S 材と T 材を使用した。このとき荷重はそれぞれの変形応力の 4 倍の応力がかかるように設定することとし、 4kN と 2kN とした。

2. 3 シリコンチップによる成形

Ti 基合金では、シリコンプロセスで加工したシリコンウエハを型として超塑性マイクロ成形する方法が提唱されているので、SUS304 でも同様のプロセスを取りうるのではと考え、予備的にシリコンウエハで、SUS304 の超塑性加工ができるか確認することにした。実験は、厚さ 720nm のシリコンウエハを $10\text{mm} \times 10\text{mm}$ に切断したシリコンチップを図2の鏡面研磨紙や金型表面に置いてコンテナで固定してマイクロ成形実験と同様に加工を行った。被加工材には T 材を用い、加工荷重は 2kN とした。

3. 実験結果と考察

3. 1 加工熱処理

図3は 50 材、64 材、75 材、80 材および 90 材の試料を種々の温度で 3600s 焼なましした後のビッカース硬さを焼なまし温度に対して示したものである。図から、50 材では、 1073K 、他の試料では 1023K で再結晶が終了していると判断される。

また、これらのうち 50 材、75 材および 90 材と S 材と溶体化処理材についての光学顕微鏡組織を図4に示す。結晶粒は溶体化処理材では約 $30\mu\text{m}$ であり、50 材では約 $5\mu\text{m}$ 、75 材では約 $10\mu\text{m}$ 、90 材では約 $5\mu\text{m}$ であり、S 材では約 $1\mu\text{m}$ である。これらの加工と焼なまし条件で処理した試料を使ってマイクロ鍛造実験を行うこととした。

さらに図5にこれら試料を 973K で高温引張試験した結果を示す。

S 材については、約 $1 \times 10^{-4}\text{s}^{-1}$ のひずみ速度域で伸びが 200% を超え、ひずみ速度と変形応力の曲線の勾配 (= ひずみ速度感受性指数、 m 値) が大きくなっていることからわかるように超塑性を発現しているが、他の試料については結晶粒が微細になるほど m 値は大きくなる傾向は見られるが、超塑性を発現しているわけではない。

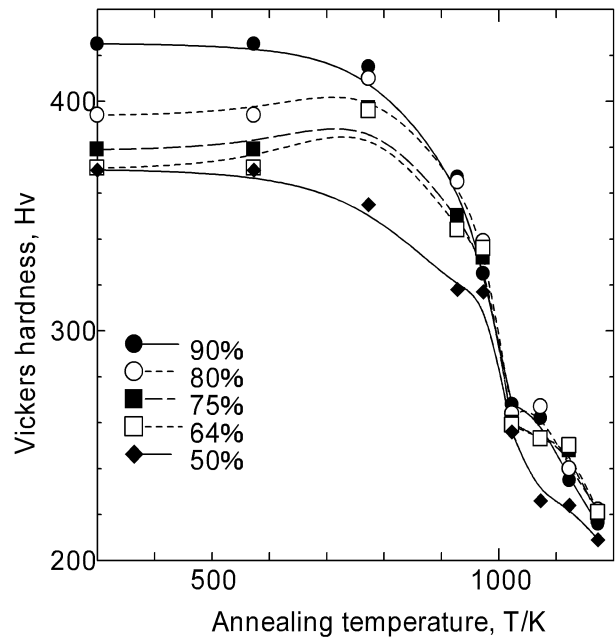


図3 焼なまし温度とビッカース硬さの関係

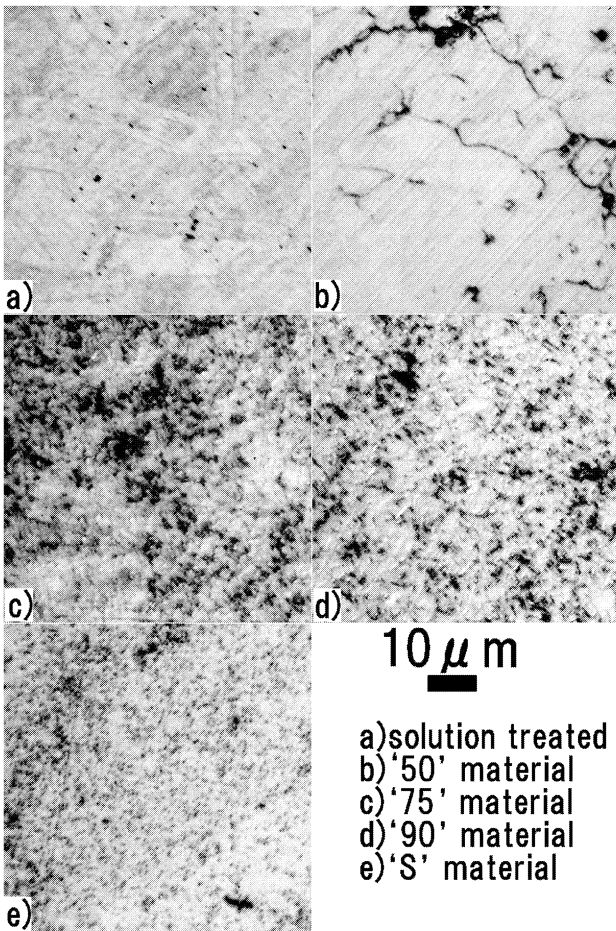


図4 光学顕微鏡組織

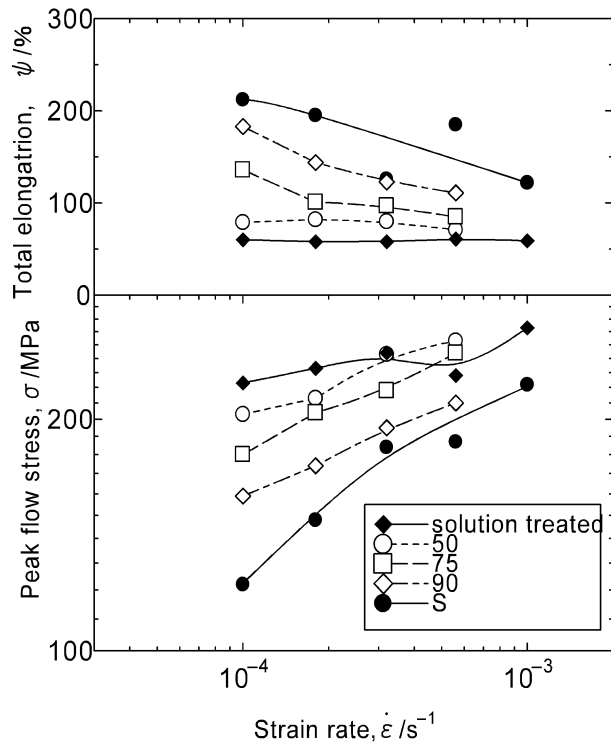


図5 高温引張試験結果 (試験温度=973K)

3. 2マイクロ成形

ピラミッド構造に成形した試料の、金型の凹ピラミッドに対応する (試料表面を凸ピラミッドに成形しようとした) 部分の表面のSEM写真を図6に示す。超塑性を発現しているS材ではピラミッド構造の頂点まで素材が充満しているが、他の試料では頂点まで材料が充満せず、ピラミッド構造ではなく四角台の形状になっている。そのなかでも溶体化処理材と50材では、ほとんど元の平面からの突出はない。頂面部の大きさは75材では約 $30\mu m$ 、90材では約 $15\mu m$ である。75材と90材では、四角台の頂面部を観察すると、結晶粒由来と思われる凹凸が認められ、それを数えると、いずれの試料においても頂面にほぼ同じ6~7個の結晶粒が認められる。図7はS材の頂点部を強拡大したSEM写真であるが、これにおいても頂点が金型と接していなかった自由表面であろうと思われる部分が約 $3\mu m$ の径にわたって認められ、その部分には結晶粒由来の構造が6個程度見て取れる。少なくともこのビッカース圧痕由来のピラミッド構造、すなわち、頂上での面の成す角度が 136° であるピラミッドを形成させる場合においては、結晶粒径の約3倍より小さい構造は形成できていないことがわかる。粒を1個ずつ順に

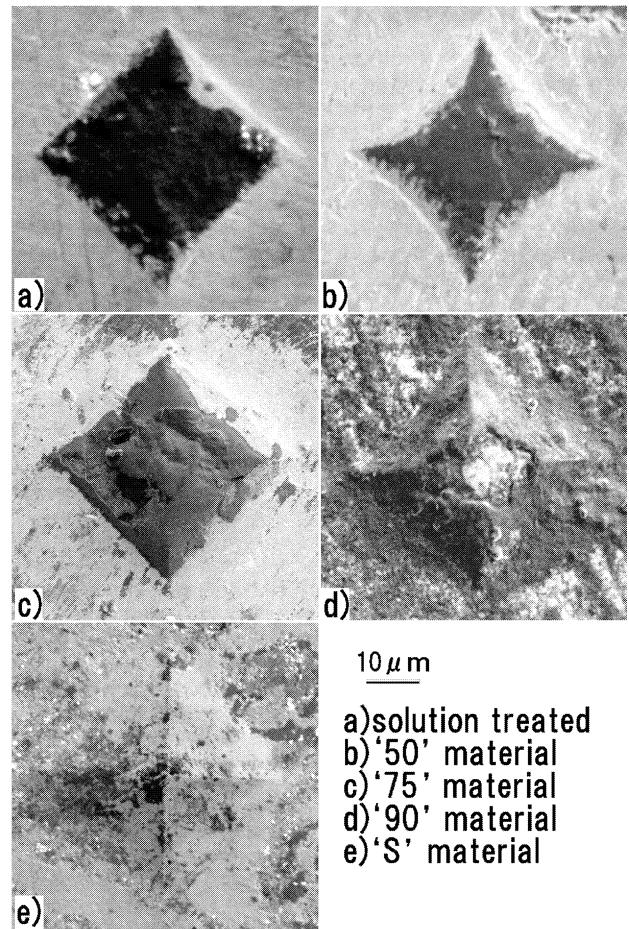


図6 試料表面のSEM写真

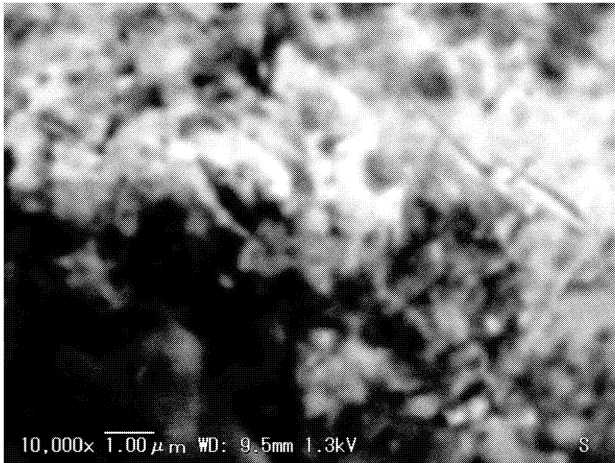


図7 S材のピラミッド頂点部SEM写真

入れるのであれば、結晶粒と同じ大きさの部分に材料を入れ込むことができると期待されるが、粒の集合体を入れ込む場合には、型平面の四方から集まった結晶粒がブリッジを形成してしまい、入り込むことが不可能になってしまうことによると思われる。よって錐状構造を形成させるには、結晶粒の約3倍程度より小さい構造を付与することはできないと考えられる。粒内変形が期待できるより大きな加工応力を加えた場合には、成形できる可能性も考えられるが、その場合には金型が荷重に耐えずに破壊してしまうと考えられる。

続いて、より結晶粒が細かい材料における成形評価を行うために、エメリー紙の研磨痕を金型として、結晶粒径が約1μmであるS材と約250nmであるT材の成形実験を行った。図8は、それぞれ金型の同じ場所で加工された部分の表面のSEM写真である。

写真中矢印部分に注目すると、S材では幅が約700nmの帯構造を示しているが、T材ではさらにその上に幅が約300nmの帯構造が付加された構造となっている。前述の錐状構造と違い、結晶粒と同じ幅の構造が形成されている。錐状構造の場合は、結晶粒が平面方向の四方から構造の突起先端部分に集中して流動してくるのでブリッジを形成し易いが、帯状構造の場合は構造の横方向からは結晶粒が流動してくるものの縦方向には材料が自由に流動できるため、比較的ブリッジを形成しにくいと考えられることがこの相異をもたらしたのであろうと推測される。しかし、確実に成形が期待できる突出構造の大きさは結晶粒の3倍程度以上であらうと考えられ、それより小さい構造は結晶粒によるブリッジ発生の可能性を考えると、現実性に欠けると思われる。

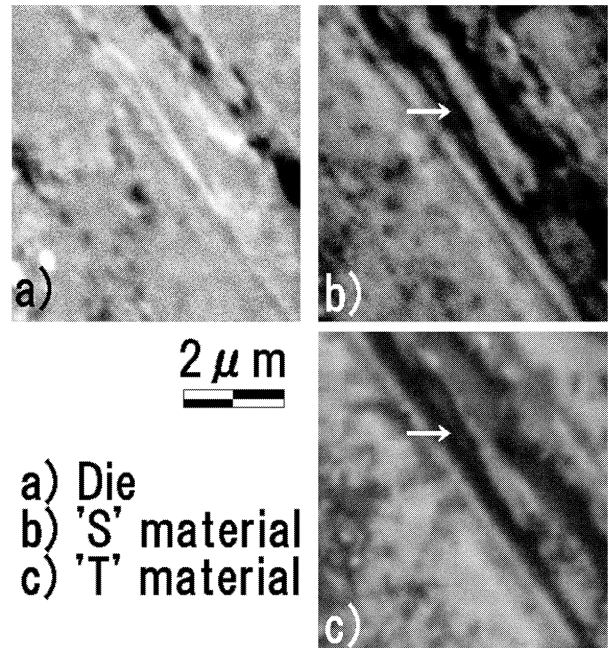


図8 研磨傷を型とした被加工材表面および金型の表面SEM写真（金型は鏡像）

3. 3シリコンチップによる成形

材料の成形性は確認できたので、微細形状を付与したシリコンチップで加工する前段階として、シリコンチップでSUS304超塑性材を成形できるかの確認実験を行った。

被加工材を挿入せずに、パンチだけで加圧した場合には973Kで2kNの荷重でもチップは破壊しなかったが、被加工材のT材をセットして加工実験を行ったところ、図9に示すようにシリコンチップは破壊してしまった。



図9 SUS304加工後に破壊したシリコンチップ

これは、シリコンチップの圧縮強度は T 材を加工するのに必要なだけあったが、被加工材が加工時に面方向に流動することにより発生する引っ張り荷重に耐えられなかったのであると考えられる。

そこで、シリコンチップの面方向の引っ張り強度を補強するために、背面に Inconel 600 の金型を接合することを試みた。接合は、金型とシリコンチップの間に Ni と Si 粉末を混合したものを挿入して、混合物の共晶温度をわずかに超える 1253K に加熱してから室温に冷却するこ



図 10 シリコンチップ接合を試みた金型概観

とで行うことを試みた。しかし、図 10 に示すように冷却後にシリコンチップは破壊して剥離してしまった。これは、シリコンチップと Inconel 600 の熱膨張係数が異なりすぎたために起きてしまった問題と考えられる。恐らく、背面を補強する材料としては、シリコンと熱膨張係数が近いアルミナなどを使用するとうまく接合できるのではないかと期待されるが、それは今後の課題としたい。

4. 結言

SUS304 の結晶粒を $50\mu\text{m}$ から $1\mu\text{m}$ の種々の大きさに調整して、Ni 基超合金 IN-100 に付与したビッカース圧痕を型としてマイクロ成形実験を行ったところ、推定構造では、結晶粒の約 3 倍ていどの大きさまでの構造は作成できることを明らかにした。また、エメリー紙で付与した筋状構造を過多として、結晶粒径 $1\mu\text{m}$ と 250nm に調整した SUS304 で超塑性マイクロ成形実験を行ったところ、結晶粒径とほぼ同じ幅の突出した筋状構造を成形できた。

さらにシリコンチップを平型として SUS304 の成形実験を行ったところ、シリコンチップは破壊してしまった。これは面方向への被加工材の流動により発生した引っ張り応力によると考えられる。そのためシリコンチップ背面に Inconel 600 を接合して補強しようと試みたが、熱膨張係数の違いにより良好な接合はできなかった。

文献

- 1) 加藤, 鳥阪: 鉄と鋼, 80(1994), p.249
- 2) 加藤, 鳥阪: 鉄と鋼, 94(2008), p.160
- 3) 吉村ら: 組成と加工, 47(2006), p. 54

謝辞

本研究を遂行するに当たって、多額の研究開発助成を頂いた(財)天田金属加工機械技術振興財団に感謝の意を表します。