

磁性制御技術への応用を目指した 鉄鋼材料へのショットピーニングによる特異逆変態挙動の解明

名古屋工業大学 物理工学専攻
准教授 佐藤 尚
(平成 25 年度一般研究開発助成 AF-2013016)

キーワード：ショットピーニング，巨大ひずみ加工，相変態，ステンレス鋼

1. 研究の目的と背景

ショットピーニング(SP)は、金属材料表面に硬質粒子を投射することで材料の疲労強度や表面硬さの改善を目的とした塑性加工技術の一つである¹⁻³⁾。同時に、金属材料への SP によって材料表面に巨大なひずみが生じるため、加工表面近傍の組織が微細化することも知られている²⁾。このように SP による材料の機械的性質の変化や組織変化については多く報告がなされている。しかし、鉄鋼材料への SP においては相変態が生じるにも関わらず、SP に伴う相変態挙動についての報告は少ない。

オーステナイト(γ)相のみを有するオーステナイト系ステンレス鋼に SP を施すと加工誘起マルテンサイト変態が生じることは良く知られている。一方、我々は、近年、マルテンサイト(α')相を多く有する Fe-Ni 合金に SP を施すと α' 相から γ 相への逆変態が生じることを見出した³⁾。しかしながら、SP に伴う逆変態の発生要因には不明な点が多い。一般的に、鉄鋼材料における逆変態は、逆変態開始温度(A_s)点以上の加熱によって生じる。しかし、我々の研究結果では、 γ 相のみを有する Fe-33mass%Ni 合金に室温にて SP を施すと加工誘起マルテンサイト変態が生じるが、 α' 相を多く有する Fe-33mass%Ni 合金に室温にて SP を施すと逆変態が生じている³⁾。もし、この逆変態が SP に伴う加工発熱に起因して生じる場合は、前者の γ 相のみを持つ Fe-33mass%Ni 合金に対して SP を施しても加工誘起マルテンサイト変態が生じないであろう。そのため、この SP に伴う逆変態は加工発熱によるものでないと考えられる。そこで、逆変態の発生要因を考えてみると、逆変態挙動を左右する要因として残留応力および結晶粒微細化などが考えられるが、それらの影響は検討されていない。

さらに、Fe-Ni 合金は α' 相および γ 相ともに強磁性相であるが、ステンレス鋼の α' 相および γ 相はそれぞれ強磁性相および常磁性相である⁴⁾。もし、SP に伴う逆変態がステンレス鋼に対しても生じるならば、この現象は材料表面の磁気特性の制御につながるであろう。

そこで、本研究では、以下の 2 点を目的として調査を行った。

1) Fe-Ni 合金に対して種々の温度で SP を施し、SP に伴う相変態挙動の温度依存性について調べる。その結果に基づいて、 γ 相が多く生成する SP の条件を見出し、かつ逆変態

の発現要因についても検討する。

2) 冷間圧延を施した SUS304 への SP に伴う相変態挙動の温度依存性を明らかにし、SP に伴う逆変態の発現要因について検討する。また、SP に伴う加工表面の磁気特性変化についても明らかにする。

以下では、これらの成果をまとめて報告する。

2. 実験方法

2.1 Fe-30mass%Ni 合金への SP に伴う相変態挙動の温度依存性

Fe-30mass%Ni 合金インゴットより、15 mm×15 mm×2 mm の SP 試料を切り出した。その後、1100°C で 30 min のオーステナイト化処理を施し、水冷に供した。このとき、水冷された Fe-30mass%Ni 合金を FeNi-A 試料と呼ぶ。さらに、一部の FeNi-A 試料に対しては、液体窒素にてサブゼロ処理に供した。このときの試料を FeNi-M 試料と呼ぶ。

作製した FeNi-A 試料および FeNi-M 試料に対し、SP を施した。このとき、投射材はジルコン粒子とし、噴射圧および噴射時間をそれぞれ 0.6 MPa および 60 s とした。なお、SP は、図 1 に示すように加熱ヒーターにて試料を加熱しながら行った。このときの試験開始時における試料温度は、室温、100°C および 150°C である。なお、加工表面の温度は、SP に伴うエア어의影響にて試験中に 80°C 程度まで低下した。

さらに、SP を施した試料に対して、X 線回折装置(XRD)を用いた 5 ピーク法にて γ 相体積分率を測定し、SP 後の試料における γ 相体積分率と SP 時の試料温度との関係について検討した。

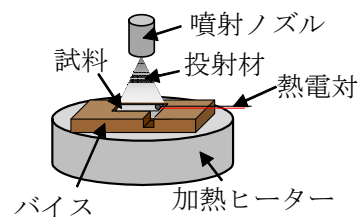


図 1 加熱ヒーターを用いた高温 SP の模式図。加熱ヒーターを用いて試料を加熱しながら SP を行う。

2.2 SUS304 への SP に伴う相変態挙動の温度依存性

本研究では、15 mm×15 mm×2 mm の寸法を持つ SUS304 冷間圧延材(以降、SUS304-M)を試料として用いた。なお、SUS304-M 試料の圧下率は 30%である。

その後、SUS304-M 試料に対して SP を施した。噴射圧および噴射時間は、前節の Fe-30mass%Ni 試料への条件と同様である。また、SP における試験温度は、室温、100°C、150°C および 180°C とした。SP 後、XRD による加工面近傍の γ 相体積分率および断面微細組織観察を行った。なお、加工面近傍の微細組織は、電子線後方散乱回折法(EBSD)および透過型電子顕微鏡(TEM)を用いて行った。

2.3 SUS304 への SP に伴う磁気特性変化

前節 2.2 と同様に 30%の冷間圧延を施した SUS304-M 試料に対して、室温および 230°C にて SP を施した。その他の SP 条件は、前節の SUS304-M 試料の SP 条件と同様である。

SP を施した後、加工表面の磁気特性の変化を調べるために、加工によって生じた表面凹凸を研磨にて少し除去したのち、四酸化鉄、界面活性剤およびベース油からなる磁性流体を加工表面に塗布した。その後、図 2 に示すように試料底面にマグネットを設置した。このマグネットにて生じる磁場によって、強磁性相である α' 相が磁化し、磁性流体の磁性粒子が α' 相の部分に集まる。本研究では、この原理を利用して、SP に伴う α' 相の分布の変化を調査した。

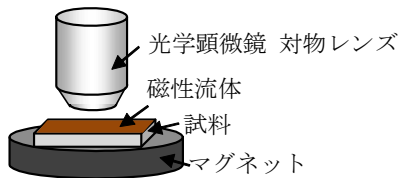


図 2 磁性流体を用いた表面磁気特性評価の模式図。

3. 結果および考察

3.1 Fe-30mass%Ni 合金への SP にて生じる相変態挙動の温度依存性

図 3(a)および(b)は、それぞれ FeNi-A 試料および FeNi-M 試料の初期組織を示す光学顕微鏡写真である。この写真より、FeNi-A 試料は γ 相が比較的多い組織を有しているが、FeNi-M 試料はレンズ状 α' 相が多く存在していた。

図 4 は、種々の温度で SP を施した FeNi-A 試料における γ 相体積分率変化を示すグラフである。このグラフから、室温での SP では、加工誘起マルテンサイト変態によって γ 相体積分率が大きく減少した。しかし、加工時の温度が 100°C を超えると、 γ 相体積分率の減少量は小さくなっている。さらに、150°C での加工では、 γ 相体積分率が増加しており、逆変態が生じていることが分かる。この結果よ

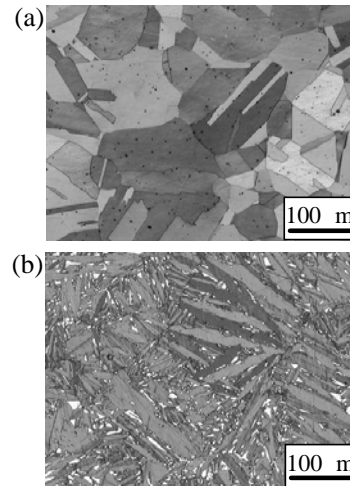


図 3 Fe-30mass%Ni 合金の初期組織: (a) FeNi-A 試料, (b) FeNi-M 試料。FeNi-M 試料にはレンズ状マルテンサイトが多く存在している。

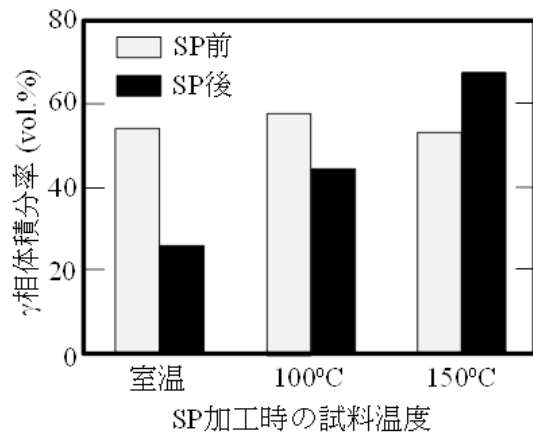


図 4 FeNi-A 試料への SP に伴う γ 相体積分率変化。

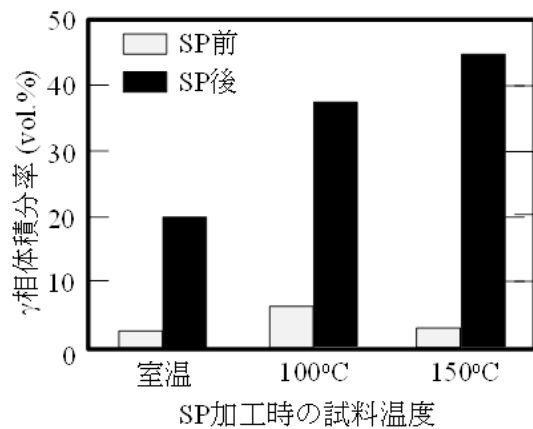


図 5 FeNi-M 試料への SP に伴う γ 相体積分率変化。

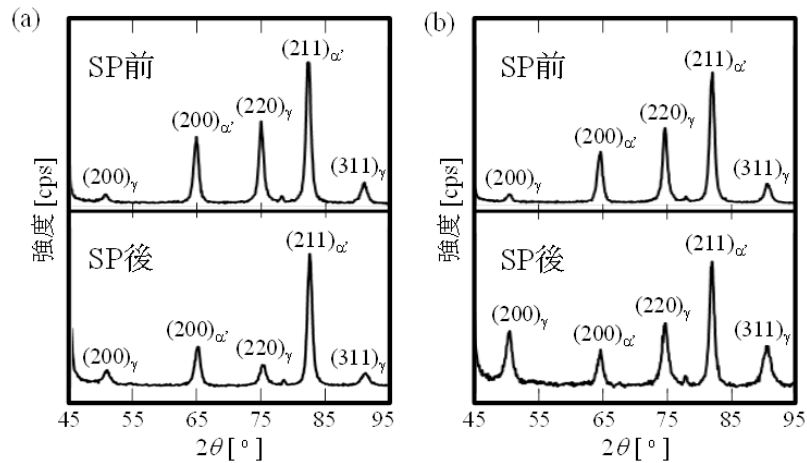


図 6 SUS304-M 試料への SP に伴う XRD ピーク変化: (a) 室温で SP を施した試料, (b) 180°C で SP を施した試料.

り, 加工時の試料温度が高くなるにつれて, 加工誘起マルテンサイト変態が抑制されることが明らかである.

図 5 は, FeNi-M 試料に対して, 種々の温度にて SP を施したときの γ 相体積分率の変化を示すグラフである. すべての温度域において, 逆変態が生じていた. 加工時の温度が高くなるにつれて γ 相の増加量が向上している. すなわち, SP 加工時の温度が高くなるにつれて, 逆変態は促進されている.

ここで, 応力あるいはひずみによって発生する加工誘起マルテンサイト変態および加工誘起逆変態と加工時の温度との関係を考える. 一般的に, γ 相と α' 相の自由エネルギー曲線が交差する T_0 温度に比べて, 加工時の温度が低い場合は加工に伴って加工誘起マルテンサイト変態が生じる. 一方, T_0 温度に比べて, 加工時の温度が高い場合は, 加工に伴って加工誘起逆変態が生じると考えられる. そのため, 加工誘起マルテンサイト変態のための駆動力の不足分は加工時の温度が上昇するに伴って大きくなるため, 加工誘起マルテンサイト変態は抑制される. 一方, 加工時の温度が高くなるにつれて, 加工誘起逆変態のための駆動力の不足分が小さくなるため, 加工誘起逆変態は加工時の温度が高くなるにつれて促進される. これは, 本研究で得られた結果と一致している. そのため, 本研究で得られた現象は, 相変態の熱力学を考慮することで説明可能である.

3.2 SUS304 への SP に伴う相変態挙動の温度依存性と組織変化⁵⁾

図 6 は, SUS304-M 試料への SP 前後における加工表面の XRD ピークの変化を示している. 図 6(a) より, 室温にて SP を施した場合, γ 相のピークが減少し, α' 相のピークが増加した. 一方, 図 6(b) から 180°C にて SP を施した場合は, γ 相のピークが高くなっていることが分かる. すなわち, 室温での SP では加工誘起マルテンサイト変態

が生じ, 180°C での SP では逆変態が生じている. この現象をより明らかに示すために, SUS304-M 試料に対して室温, 100°C, 150°C および 180°C にて SP を施したときにおける γ 相体積分率の変化を図 7 に示す. 図 7 より, SP 時の試料温度が高くなるにつれて, γ 相体積分率の増加量は大きくなった. この結果より, SUS304 においても, 前節で述べた Fe-Ni 合金と同様に, SP 時の試料加熱によって逆変態が促進している.

そこで, 本研究では, 室温および 180°C にて SP を施した試料における加工表面近傍の断面微細組織を調査し, 逆変態の発生要因について検討した. 図 8(a) および (b) は, それぞれ室温および 180°C にて SP を施した試料の EBSD 観察結果を示している. 両者の試料とも, 加工表面近傍の組織が微細化していた. また, 180°C にて加工を施した試料におけるイメージオリエンテーションマップは, 室温にて加工を施した試料に比べて, 加工表面まで微細組織を明瞭に示している. そのため, 180°C にて加工を施した試料は, 室温で SP を施した試料に比べ, 加工表面に存在するひずみが小さいといえる. これは, より高温での SP にて, 加工表面に生じた転位の一部が回復したためと考えられる.

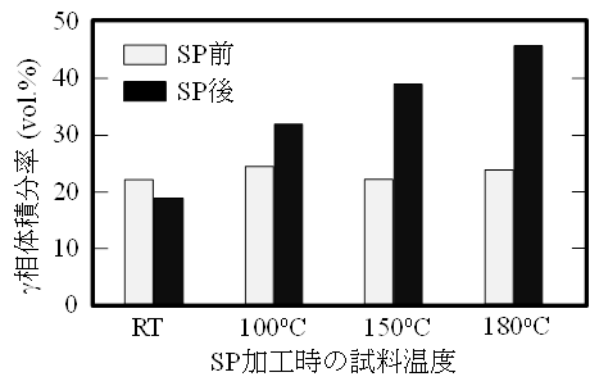


図 7 SUS304-M 試料への SP に伴う γ 相体積分率変化.

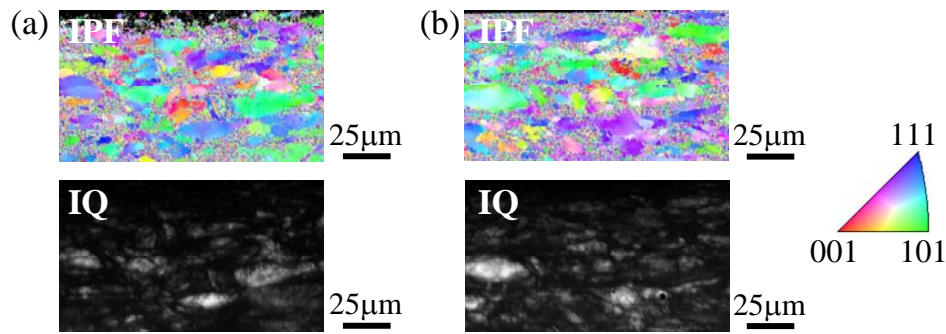


図 8 SP を施した SUS304-M 試料の加工表面近傍の微細組織: (a) 室温で SP を施した試料, (b) 180 °C で SP を施した試料. 各図において, 上図は逆極点図マップ(IPF)であり, 下図はイメージコントラストマップ(IQ)を示す.

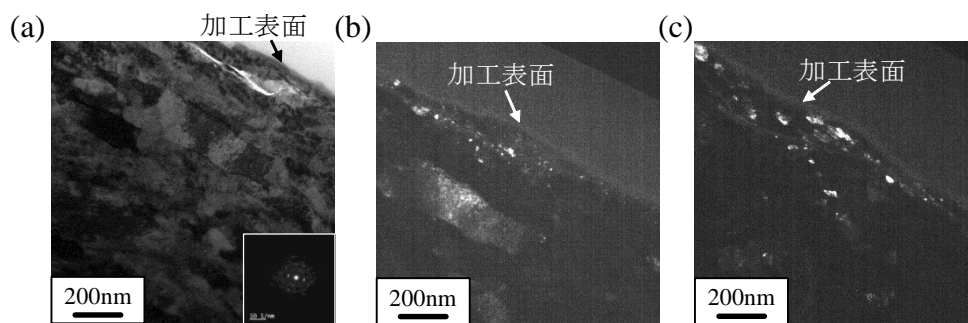


図 9 180°C にて SP を施した SUS304-M 試料の加工表面近傍の微細組織を示す TEM 像: (a)明視野像, (b) (110) α 制限視野回折像, (c) (111) γ 制限視野回折像.

そこで, 180°C にて SP を施した試料の加工表面直下における微細組織をより詳細に調査するため, 集束イオンビーム装置にて加工表面直下より薄膜試料を切り出し, TEM にて微細組織を観察した. 図 9 は, 180°C にて SP を施した試料の加工表面直下の微細組織を示す TEM 写真である. これらの写真から, 加工表面直下には, 微細な α' 相と γ 相が存在していた. さらに, α' 相および γ 相ともに高密度の格子欠陥を有している. そのため, 室温で SP を施した試料に比べるとひずみが小さいが, 180°C にて SP を施した試料は加工表面近傍においても大きなひずみが生じているといえる.

以上の組織観察結果に基づいて逆変態の発生要因について検討する. 本研究で用いた SUS430 試料の A_s 点は, XRD を用いた測定により 590°C であった. そのため, もし加工発熱にて逆変態が生じる場合は, 590°C 以上の加工発熱が必要である. また, SUS430 の回復・再結晶温度が約 500°C であるため⁹⁾, 加工発熱による逆変態が生じる場合は, 逆変態が生じた材料内部の転位が回復・再結晶しなければならない. しかしながら, 逆変態にて生じた γ 相には高密度の格子欠陥が存在していた. よって, SP にて生じる逆変態の発現要因として加工発熱は考えにくい.

Ivanisenko らは, Fe-0.8%C 合金に高圧ねじり加工 (HPT) を施すとフェライト(α)相から γ 相への逆変態が生じ

ることを報告している⁷⁾. この研究によると, HPT 加工に伴って α 相が微細化し, α 相の自由エネルギーが向上する. その結果, 逆変態のための駆動力が向上するため, α 相から γ 相への逆変態が生じることを報告している. 本研究で得られた SP 後の試料の加工表面は, 図 9 に示すように微細化していた. そのため, SUS304 試料の自由エネルギー状態は, Ivanisenko らの報告と同様に変化すると考えられる. また, SP は試料両面に圧縮の残留応力を付与するため, このような残留応力によっても試料の自由エネルギー状態は変化するであろう⁸⁾. そのため, SP にて生じる逆変態は, SP に伴う組織微細化と残留応力が主な発現要因であると考えられる.

3.3 SP による SUS304 の逆変態に伴う加工表面の磁気特性変化

前節の結果より, 冷間圧延を施した SUS304-M 試料に対して高温にて SP を施すと逆変態が生じ, γ 相が形成することが明らかになった. すでに述べたが, SUS304 の γ 相および α' 相は, それぞれ常磁性相および強磁性相である. そのため, SP によって逆変態が生じると表面磁気特性が変化するのである. 本項では, 種々の温度で SP を施した SUS304-M 試料表面に対し, 磁性流体を塗布することで表面磁気特性について評価した.

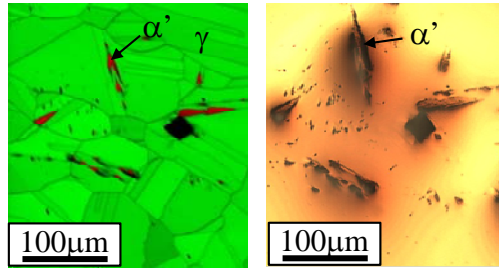


図 10 SUS304 試料における相分布マップ(左)および磁性流体を塗布して外部磁場を印加したときの微細組織(右). 両写真における α' 相の分布が一致している.

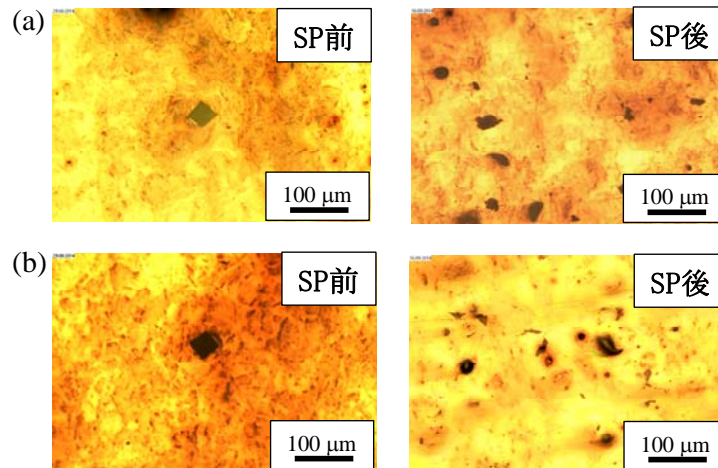


図 11 SUS304-M 試料への SP に伴う強磁性相(α' 相)分布の変化: (a) 室温で SP を施した試料, (b) 230°C で SP を施した試料. 茶あるいは黒色の部分が α' 相に対応している. 室温での SP では α' 相が増加しているが, 230°C で SP を施すと α' 相が減少している.

図 10 は, 少量の α' 相を有する SUS304 試料に対し, EBSD 観察にて得られた相分布マップおよび同一視野を観察した光学顕微鏡写真である. なお, この光学顕微鏡写真は, 磁性流体を塗布した後の微細組織を示している. 光学顕微鏡写真において黒および茶色の部分が α' 相に相当する. これは, α' 相が強磁性相であるため, マグネットにて外部磁場を印加することで α' 相上に磁性粒子が集まることによって生じる. それゆえ, 磁性流体は, α' 相の分布を可視化することが可能である. 図 11(a)および(b)は, それぞれ, SUS304-M 試料に対し, 室温にて SP を施した試料の光学顕微鏡写真および 230°C にて SP を施した試料の光学顕微鏡写真である. この写真から, 室温にて SP を施した試料は SP 前の試料に比べてより多くの α' 相が観察された. 一方, 230°C にて SP を施した試料は, SP 前に比べて α' 相の量が減少していた. この結果より, SUS304-M 試料に対する高温での SP によって, 加工表面が非磁性化していることが分かる. よって, 加工温度考慮した SP によって, ステンレスの表面磁気特性を制御可能であることが明らかとなった.

4. 結言

(1) サブゼロ処理によって α' 相を多く有する Fe-30mass%Ni 合金にショットピーニング(SP)を施すと α' 相から γ 相への逆変態が生じる. その逆変態は, SP 時の試料温度が高くなるにつれて促進する. この逆変態の発生要因は, 相変態の熱力学の観点から説明可能である.

(2) 冷間圧延を施すことで α' 相を多く導入した SUS304 試料に対して高温にて SP を施すと逆変態が生じる. また, この逆変態は, SP 加工時の試料温度が高くなるにつれて促進する.

(3) 冷間圧延を施した SUS304 試料に対する高温での SP によって加工表面は非磁性化する. よって, 加工温度考慮した SP によって, ステンレスの表面磁気特性を制御可能である.

謝 辞

本研究は, 公益財団法人天田財団 平成 25 年度一般研究開発助成の支援を受けて遂行された研究であることを記し, 御礼を申し上げます.

参考文献

- 1) 渡邊吉弘, 長谷川典彦, 松村義和, 材料, **44** (1995) pp. 110-115.
- 2) Y. Todaka, M. Umemoto, Y. Watanabe, A. Yamazaki, C. Wang and K. Tsuchiya, ISIJ Int., **47** (2007) pp. 157-162.
- 3) H. Sato, T. Nishiura, E. Miura-Fujiwara and Y. Watanabe, Mater. Sci. Forum, **706-709** (2012) pp. 1996-2001.
- 4) 長谷部慎一, 浅山泰, 材料, **46** (1997) pp. 7-12.
- 5) H. Sato, A. Namba, M. Okada and Y. Watanabe, Mater. Today: Proc., **2S** (2015) pp. S707-S710.
- 6) L. E. Murr, Philos. Mag., **18** (1968) pp. 281-295.
- 7) Y. Ivanisenko, I. MacLaren, X. Sauvage, R.Z. Valiev, H.-J. Fecht, Acta Mater., **54** (2006) pp. 1659-1669.
- 8) J. R. Patel and M. Cohen, Acta Metall., **1** (1953) pp. 531-538.