

鉄鋼材料の超強加工によるナノ結晶組織形成における歪勾配の役割に関する研究

研究代表者 豊橋技術科学大学 教授 梅本実

共同研究者 豊橋技術科学大学 准教授 土谷浩一

(現 物質・材料研究機構 グループリーダー)

共同研究者 豊橋技術科学大学 助教 戸高義一

1. 緒言

結晶粒の微細化は鉄鋼材料において高強度化、高靱性化の両方に効果があるため、これまで多くの研究がなされてきた。結晶粒微細化には一般に再結晶、相変態、強加工等が利用され、制御圧延等の加工熱処理によりフェライト粒径数 μm の鋼板が製造されている。鋼材全体の結晶粒微細化は、製造コスト・特性メリットのバランスから $1\mu\text{m}$ 程度が現実的限界と考えられる。結晶粒径 $1\mu\text{m}$ 以下の超微細粒組織は、鋼材全体ではなく表面層だけに作り込み、部品の機械的特性を向上させる方向での利用が進むであろう。

本報告書では、超強加工によって鉄鋼材料の表面に結晶粒径数十 nm の超微細結晶粒組織層を形成する方法、および、超強加工による超微細粒組織形成に及ぼす歪勾配の役割について述べる。

2. ショットピーニングとドリル加工によって作り込まれる粒径 20nm の表面ナノ結晶粒組織

ショットピーニングは直径 1mm 程度以下の硬質の粒子を材料表面に高速で当て、部品表面を塑性変形することによって、部品表面を硬化させるとともに、圧縮の残留応力を付与するプロセスである。疲労強度を向上させる手段として、バネや歯車などに広く利用されている。このショットピーニングを従来よりも長時間・高速で行うと、鋼板表面に特殊な組織が生成する。図1a)は球状化セメンタイト処理をした $0.80\%C$ 鋼にショットピーニング(カバレッジ 1000%)を施した場合に認められた表面付近の組織である。表面から $5\mu\text{m}$ 程度の厚さの明るいコントラストの領域では球状セメンタイトは認められず、それより内部の通常の加工硬化組織の部分との間には明瞭な境界が存在する。 600°C で焼鈍すると試料内部は再結晶するが、表層は再結晶しにくく、組織に大きな変化は認められない(図1b))。この組織は TEM 写真(図1c))から分かるように、粒径 20nm 程度の等軸のナノ結晶組織である^{1,2)}。粒径 20nm 程度のナノ結晶組織とそれに接した加工硬化部分の境界は TEM 観察においても明瞭である(図1d))。このように高エネルギーショットピーニングによって鋼材表面に生成する特異な組織は、粒径 20nm 程度のナノ結晶フェライトである点、セメンタイトが分解している点、粒成長が起こりにくい点、非常に高硬度である点でボールミルで得られる組織³⁾と非常によく似ている。

ショットピーニングで形成されるナノ結晶層の厚さはショット時間、ショットの飛行速度が大きくなるほど厚くなり、基材の硬さが増すほど薄くなる²⁾。ナノ結晶層が形成される基材の限界硬

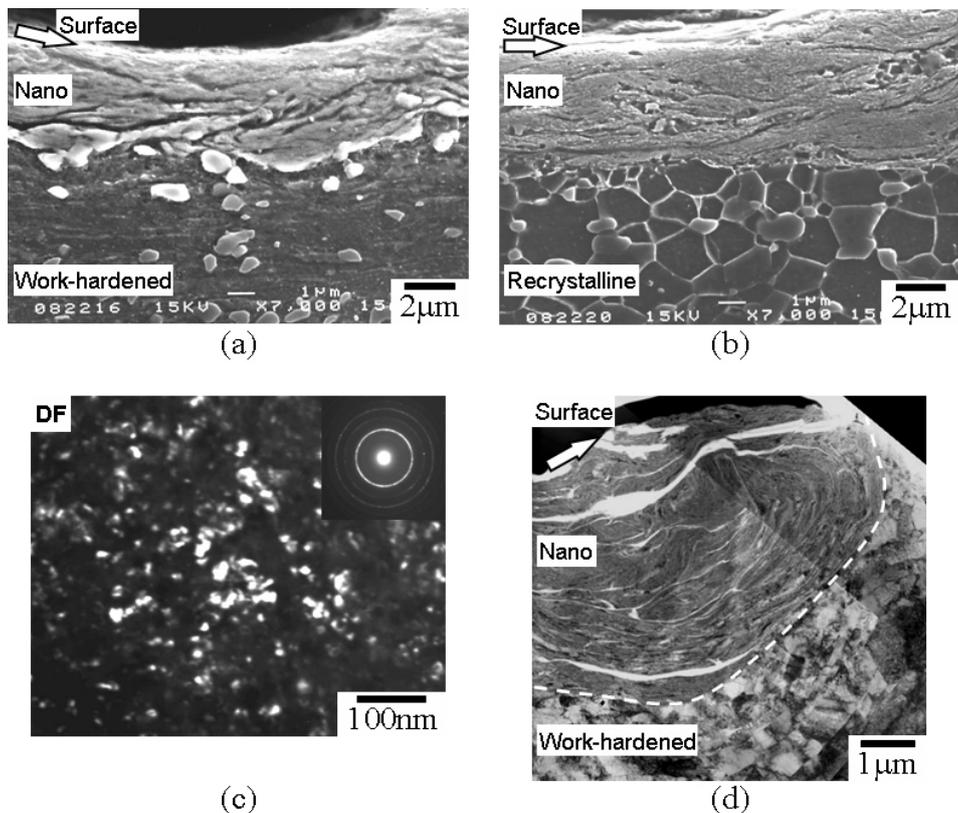


Fig. 1 SEM images of Fe-0.80%C (spheroidite) after (a) shot peening and (b) subsequent annealing at 600 °C for 1h, and TEM images of (c) Fe-3.3%Si (surface) and (d) Fe-0.03%C (cross section) after shot peening.

さは、ショット粒の硬さにほぼ相当している。鋼材の表層をこのような硬いナノ結晶組織とすることによって、疲労強度が向上する^{4,5)}。圧縮の残留応力を加熱により除去した場合でも疲労強度の向上が認められる⁵⁾ことから、ナノ結晶組織そのものが疲労強度を向上させる効果があると考えられている。

ドリル加工を高速で行うとドリル孔の表層に粒径 20nm 程度の等軸ナノ結晶組織が生成する⁶⁾。図2a)はドリル孔の断面 SEM 写真を示す。左端がドリル孔であるが、孔表面から 10 μm 程度の深さまではスムーズで均一な組織となっている。この領域はドリル加工による発熱で一旦γ化し、冷却中にフェライト(またはマルテンサイト)に変態した領域である。このγ化し冷却中に変態した層の厚さはドリルの回転速度が速いほど、送り速度が大きい程、ドリル径が大きい程、基材の硬さが高いほど厚くなる⁷⁾。つまり加工発熱による温度上昇が大きい程、変態層の厚さは大きい。TEM 観察結果より、ドリル孔最表面付近の組織は粒径 20nm 前後の等軸ナノ結晶組織であることがわかった。ナノ結晶組織の領域は熱的に安定であり、600°Cで焼鈍し

でも組織の変化はほとんど無い。図2b)はドリル孔近傍の焼鈍(600°C1時間)後の SEM 写真である。ナノ結晶層はドリル孔最表面付近に位置し、その厚さは変態層厚さの 1/5~1/3 程度である。一方、ボールミルやショットピーニングではナノ結晶層のみが観察され、変態層は認められない。これはナノ結晶層境界と変態層境界が一致しているためとも考えられるが、原因はよくわかっていない。

以上のように鋼材表面にショットピーニングやドリルなどで超強加工を施すことによってナノ結晶組織層を形成させることが可能である。これらは工業的にすでに広く普及している技術であり、使用条件を通常の範囲から多少変化させるだけで、ナノ結晶組織を形成できるという点で大変興味深い。

ではこのようなナノ結晶組織がどのような加工条件で生成するのであろうか。純粹に強加工の影響だけで生成するのであろうか。ドリル加工の場合はドリル孔周辺で加工発熱により γ 化が生じている。 γ 化が生じた場合にのみナノ結晶が観察されることから、ドリル加工ではナノ結晶組織の生成には γ 化が必要条件である。一方、ショットピーニングでは γ 化が起こっている明らかな証拠はない。むしろ Fe-3.3%Si 合金のような融点まで BCC 構造が安定な鋼材でも、ナノ結晶組織が認められることから、相変態は関与していないとも考えられる。しかし、ショットピーニングではショットが当たった瞬間、基材に局所的に大きな静水圧がかかっており、静水圧によって HCP 構造に変態した可能性は考えられる。つまり、ドリル加工では熱的效果で、ショットピーニングでは圧力効果で、ナノ結晶組織の形成に変態が関与している可能性がある。

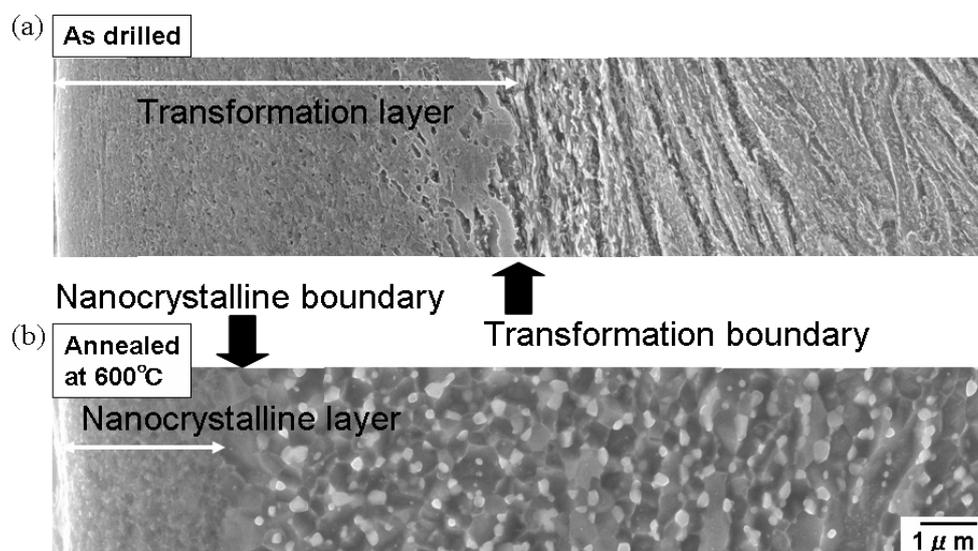


Fig. 2 SEM images near the drill hole surface in the as-quenched S55C steel after (a) drilling (cutting speed: 80 m/min, feed rate: 0.05 mm/rev) and (b) subsequent annealing at 600 °C for 1h.

3. HPT を使った超強加工による組織微細化の原理解明の試み: 歪勾配の役割

超強加工による鉄鋼材料の結晶粒微細化には相変態が影響する場合があるが、相変態の効果を除いた純粋に加工だけの効果はどの程度であろうか。大きな歪みを与えるには加工に伴って試験片の形状が変化しない形状不変加工が適している。形状不変加工法としては ECAP, ARB, HPT などが知られている。ボールミル, ショットピーニング, ドリル加工では表層に大きな歪みが集中し、表面から内部に大きな歪勾配が存在^{7,8)}していることから、ナノ結晶組織の形成には大きな歪勾配が重要な役割を果たしていると考えられる。均一加工で導入される SS 転位と異なり、歪勾配で導入される GN 転位は同じ符号の転位⁹⁾であるため、合体消滅が起こらず、熱的に安定である。そこで次に大きな歪みと歪勾配を与えることが可能な HPT 加工による結晶粒微細化に対する超強加工の研究結果を示す。

図3は、直径 10mm 円板の試料 (Fe-0.03%C) を HPT 加工した場合の半径方向の硬さ分布を示す。試料の硬さは中心から試料の端に向かって増加する。回転回数が増えると硬さ分布は水平に近くなり、回転回数の増加に対する硬さの増加が少なくなり、50回転程度で硬さは飽和する。図3には2つの注目すべき点がある。一つは試料の端の硬さである。最高到達硬さが圧延で得られる最高硬さ (97.6%圧延で硬さ 2.4GPa) の場合よりも2倍以上高い。もう一つの注目すべき点は中心付近の硬さの増加である。中心付近では原理的には歪がゼロであるので、加工硬化は起こらないはずであるが、回転回数の増加とともに硬化が認められる。このように、HPT のような大きな歪勾配を伴う加工では最高到達硬さが圧延のような均一加工の場合よりも増加すると同時に、歪勾配による硬さの増加が明瞭に観察される⁸⁾。

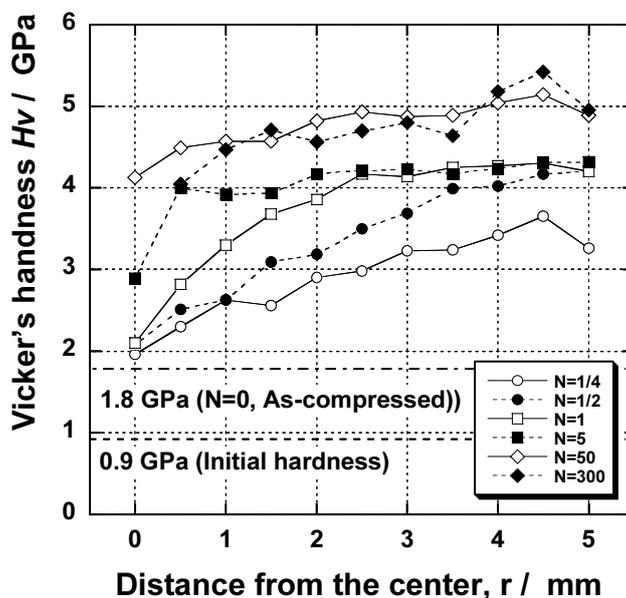


Fig. 3 The radial distributions of Hv in the Fe-0.03C disks processed by HPT (compression stress: 5 GPa, rotation speed, R : 5 rpm) for varying turns.

4. HPT 加工によって作製した超微細結晶粒鋼の引張特性

HPT 加工によって得られた微細結晶粒組織をもつ材料は高強度であるが延性はどうか。図4に引張試験の結果を示す。引張試験には HPT 試験片から放電加工で切り出した平行部 1mm, 幅 1mm, 厚さ 0.5mm の微小試験片を使用している。図に示す HPT 加工した高純度鉄 Fe-11ppmC の引張試験では、引張強度は HPT 加工前の 200MPa から5回転の HPT 加工によって 1900MPa 程度に大きく増加している。回転回数が1回から5回転までは破断伸びに変化はなく、引張強度が回転回数の増加とともに増加し、5回転でほぼ飽和に達している¹⁰⁾。回転数をさらに増やして10回転にすると高強度を保持したままで、破断伸びが 0.21 から 0.33 に増加している。超強加工においては、臨界歪量(この鋼材の場合は5回転, 相当歪 150)が存在し、それ以上の歪みを与えると伸びが増加することが観察されている¹¹⁾。金属材料では一般に強度が増加すると伸びは減少する。鉄鋼材料の破断伸び(%)と引張強度(MPa)の積は通常は無加工材で 10000~15000 程度であるが、今回のそれは 60000 程度と非常に大きい。金属材料で延性を増加させる方法は二つある。一つは加工硬化指数を大きくすること、もう一つは歪速度感受性指数を大きくすることである¹²⁾。今回対象としている微細粒の場合、転位は粒界で消滅するので、転位密度はむしろ加工とともに減少する。従って、加工硬化指数が大きくなることはない。従って、加工とともに伸びが増加したのは歪速度感受性指数が増加したのが原因と考えられる。歪速度感受性指数が強加工で増加する原因は粒界すべりと言われている¹¹⁾。超強加工では加工が進むと転位セル構造が大角粒界になり、さらに加工が進むと結晶粒が等軸化し、粒界すべりが起こりやすくなると言われている。このような加工度の増加に伴う引張延性の増加は超強加工における特異な現象である。

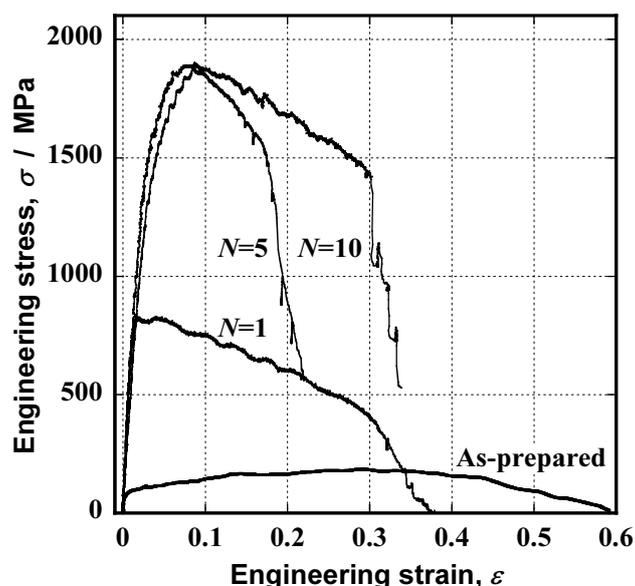


Fig. 4 Engineering stress-strain curves for Fe-11ppmC HPT samples processed at $R=0.2$ rpm through $N=1, 5, 10$ and as-prepared.

5. おわりに

圧延や伸線などの従来の加工方法では、加工度の増大とともに試験片のサイズ(厚さや直径)が小さくなり、機械的特性に対する試料のサイズ効果が大きくなることや材料サイズが小さくなるため、学術面でもまた実用面でも大きな関心は集めなかった。しかし、形状不変加工法の登場により、試験片のサイズを変化させることなく、加工度を変化させることが可能となり、強加工の影響を直接観察できるようになったことから、学問的には世界中で大きな関心と呼んでいる。本報告書では、HPT加工で初めて可能となった巨大な歪勾配の付与により、歪勾配が結晶粒微細化に有効な因子であることを示した。

また、工業的には、二次加工において部品表面に超強加工(例えばショットピーニング)が加えられている場合が多く、この超強加工を利用して粒径数十 nm のナノ結晶組織を鋼材表面に作り込むことが比較的容易であることを示した。

超強加工を施すとナノ結晶粒組織の生成以外に、本報告書で紹介したような特異な力学特性が現れる。超強加工は鉄鋼材料にとって学術的にも実用的にも非常に興味ある分野である。

参考文献

- 1) M. Umemoto, Y. Todaka and K. Tsuchiya : Mater. Trans. 44 (2003), 1494.
- 2) Y. Todaka, M. Umemoto, Y. Watanabe and K. Tsuchiya : Mater. Sci. Forum., 503-504 (2006), 669.
- 3) 梅本実, 土谷浩一, Zhi-Guang Liu : 粉体および粉末冶金 50 (2003), 189.
- 4) 間野日出男, 近藤覚, 井村徹, 松室昭仁 : 日本金属学会誌 69 (2005), 213.
- 5) T. Roland, D. Rehrig, K. Lu and J. Lu : Scr. Mater. 54 (2006), 1949.
- 6) J.G. Li, M. Umemoto, Y. Todaka and K. Tsuchiya : Acta Mater. 55 (2007), 1397.
- 7) J.G. Li, M. Umemoto, Y. Todaka and K. Tsuchiya : J. Alloy. Compd. 434-435 (2007), 290.
- 8) Y. Todaka, M. Umemoto, Y. Watanabe, A. Yamazaki, C. Wang and K. Tsuchiya : ISIJ Int. : 47 (2007), 157.
- 9) N.A. Fleck, G.M. Muller, M.F. Ashby and J.W. Hutchinson : Acta Metall. Mater. 42 (1994), 475.
- 10) M. Umemoto, Y. Todaka, C. Wang, M. Yoshii, J. Sasaki and K. Tsuchiya : J. Alloy. Compd. Submitted.
- 11) R.Z. Valiev and I.V. Alexandrov : J. Mater. Res. 17 (2002), 5.
- 12) Y.T. Zhu and X. Liao : Nature Mater. 3 (2004), 351.