

## 科学研究費助成事業（学術研究助成基金助成金）研究成果報告書

平成 25 年 5 月 17 日現在

機関番号：13903

研究種目：若手研究(B)

研究期間：2011～2012

課題番号：23760664

研究課題名（和文） 表面巨大ひずみ加工に伴う特異相変態挙動の究明

研究課題名（英文） Investigation about anomalous phase transformation behavior induced by surface severe plastic deformation

研究代表者

佐藤 尚 (SATO HISASHI)

名古屋工業大学・工学研究科・准教授

研究者番号：50402649

研究成果の概要（和文）：

本研究は、Fe-Ni 合金へのショットピーニング加工に起因した加工変質層の形成機構およびそれに伴って生じる特異な逆変態の発現要因の解明を目的として実施した。ショットピーニングによる加工変質層は、巨大なせん断変形によるせん断帯が形成した後、結晶粒微細化が生じて生成する。一方、ショットピーニングによる特異な逆変態は、結晶粒微細化に伴うオーステナイト相の安定化が一つの要因であることを見出した。

研究成果の概要（英文）：

Formation mechanism of deformation-induced layer and mechanism of anomalous reverse transformation induced by shot-peening for Fe-Ni alloys are investigated. In this study, we found that the deformation-induced layer in the Fe-Ni alloys is generated by grain refinement with the formation of shear band due to severe shear deformation. In addition, it was found that the stabilization of austenite due to grain refinement is one of the reasons of the anomalous reverse transformation induced by the shot-peening.

交付決定額

(金額単位：円)

	直接経費	間接経費	合計
交付決定額	3,500,000	1,050,000	4,550,000

研究分野：材料組織学

科研費の分科・細目：材料工学・構造・機能材料

キーワード：相変態，表面巨大ひずみ，鉄鋼材料，ショットピーニング，EBSD

## 1. 研究開始当初の背景

(1) 材料表面に巨大ひずみを導入する方法の一つにショットピーニング法がある。このショットピーニング法は、材料に圧縮残留応力を付与することで疲労強度を向上させることができる。さらに、近年では、金属材料にショットピーニングを施すことによって加工表面に巨大なせん断ひずみが導入されるため、加工表面近傍でナノ結晶を有する加工変質層が形成し、かつ表面硬さが向上することも報告されている。それゆえ、鉄鋼材料の分野において、ショットピーニング法は、一般的に表面硬さおよび疲労強度の向上を

目的として用いられる場合が多い。

(2) 近年、研究代表者らは、液体窒素にてサブゼロ処理を施した Fe-33mass%Ni 合金にショットピーニング処理を施すと、マルテンサイト相からオーステナイト相への逆変態が生じることを見出した。一方、オーステナイト化処理のみを施した Fe-33mass%Ni 合金に同様のショットピーニング処理を施すと加工誘起マルテンサイト変態のみが発生する。鉄鋼材料へのショットピーニングによって加工誘起マルテンサイト変態が生じることはよく知られているが、このような表面巨

大ひずみ加工によって逆変態が生じることを報告した例は少ない。ショットピーニングでは、加工に伴う局所的な閃光熱の発生によって表面温度が高くなることが報告されている。そのため、加工に伴う逆変態は閃光熱に伴う加工発熱によって生じることが考えられるが、オーステナイト化処理のみを施した Fe-33mass%Ni 合金にて加工誘起マルテンサイト変態が生じているため、加工発熱に伴う逆変態の発生は考えにくい。そのため、ショットピーニングによって生じる特異な逆変態の発生要因は不明であった。

(3) 前述のようなショットピーニングに伴う加工誘起マルテンサイト変態および逆変態の発生要因を明らかにすることができれば、ショットピーニング法のような表面巨大ひずみ加工によって加工表面に生じる相変態挙動を制御することができる。また、このような現象をステンレス鋼などに適用できれば、表面巨大ひずみ加工に伴う材料表面の磁気特性の制御技術につながることも期待できる。

## 2. 研究の目的

(1) 本研究では、Fe-30mass%Ni 合金および Fe-33mass%Ni 合金に対して、種々の条件にてショットピーニングを施し、加工条件が加工表面の相変態挙動に及ぼす影響を明確にする。このとき、加工条件として噴射圧力および加工温度に着目をする。得られた実験結果に基づいて、組織学および熱力学の観点からショットピーニングによって生じる特異な相変態（特に逆変態）の発生要因について検討する。

(2) 実用鉄鋼材料の一つであるステンレス鋼に対してショットピーニングを施し、Fe-Ni 合金へのショットピーニングにて生じる特異な逆変態がステンレス鋼においても発生するか否かについて調査する。

## 3. 研究の方法

(1) Fe-30mass%Ni 合金および Fe-33mass%Ni 合金に対し、1100°Cで30分間のオーステナイト化処理を施した後、水冷した(以降、水冷材)。その後、一部の試料に対し、液体窒素中で30分間のサブゼロ処理を施した(以降、サブゼロ材)。作製した試料に対して、種々の噴射圧力および加工時間にてショットピーニング加工を行った。その後、X線回折装置(XRD)を用いてオーステナイト相の体積分率を測定した。さらに、加工表面近傍における断面組織を電子線後方散乱回折法(EBSD)にて観察した。

(2) Fe-30mass%Ni 合金に対し、1100°Cで

30分間のオーステナイト化処理を施した後液体窒素中で30分間のサブゼロ処理を施した。作製した試料に対し、噴射圧力0.6MPaおよび加工時間1分間の条件にてショットピーニング加工を行った。その際、ショットピーニングは、室温あるいは150°Cにて実施した。その後、前項(1)と同様にXRDおよびEBSDにて、オーステナイト相の体積分率測定および組織観察を行った。

(3) SUS304に対して冷間圧延を施すことで、試料内部に加工誘起マルテンサイト相を導入した。その後、室温および150°Cまで試料を加熱し、ショットピーニング加工を行なった。その後、前項(1)と同様にXRDにてオーステナイト相の体積分率測定を行った。

## 4. 研究成果

(1) 図1(a)および(b)は、それぞれ Fe-33mass%Ni 合金の水冷材およびサブゼロ材にショットピーニング加工を施した試料の加工表面近傍における光学顕微鏡およびEBSDによる逆極点図マップである。この図から、水冷材およびサブゼロ材を問わず、加工表面近傍には、微細な結晶粒を有する加工変質層が形成した。それゆえ、本研究で行ったショットピーニング加工の条件では、すべての試料に対して巨大なせん断ひずみを導入していることが分かる。

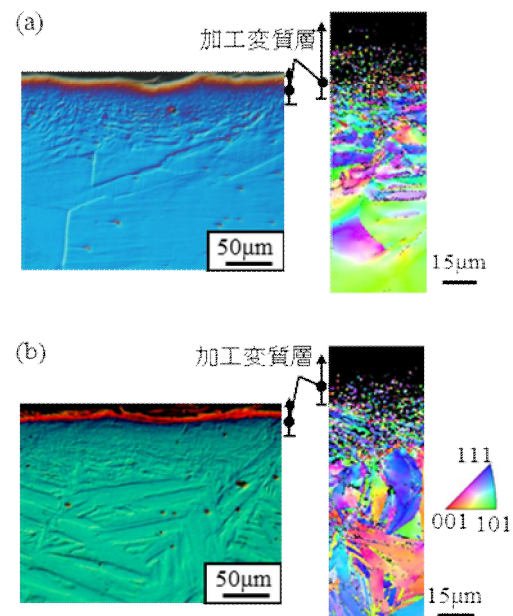


図1 Fe-33mass%Ni 合金における(a)水冷材および(b)サブゼロ材の加工表面近傍における光学顕微鏡組織(左)および逆極点図マップ(右)。ショットピーニング条件は、噴射圧力0.6MPa および加工時間40min である。

また、加工変質層直下には、せん断帯が観察された。それゆえ、ショットピーニング加工にて生じる加工変質層は、一般的な巨大ひずみ加工に伴う結晶粒微細化機構と同様に、大きなせん断変形に伴ってせん断帯が形成し、その後結晶方位回転に伴う結晶粒微細化によって加工変質層が形成することが明らかとなった。

(2) Fe-33mass%Ni 合金および Fe-30mass%Ni 合金へのショットピーニング加工に伴うオーステナイト相体積分率の変化を調べた。図2に示すとおり、水冷材においては加工誘起マルテンサイト変態が発生し、サブゼロ処理材においては逆変態が生じた後に加工誘起マルテンサイト変態が生じた。また、オーステナイト相体積分率が飽和した時の体積分率は、Fe-33mass%Ni 合金の方が Fe-30mass%Ni 合金に比べて高かった。これは、Fe-33mass%Ni 合金の方が Fe-30mass%Ni 合金に比べ、オーステナイト相がより安定であるためである。

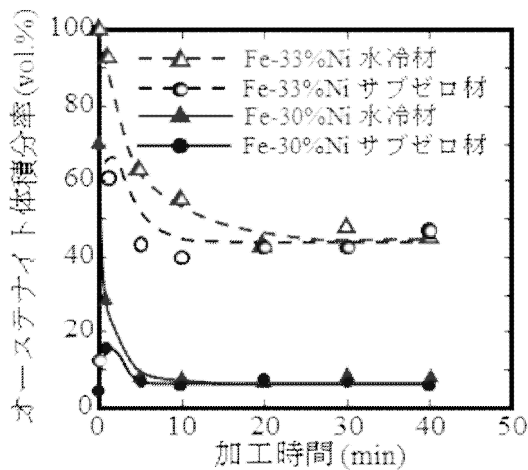


図2 Fe-30mass%Ni 合金および Fe-33mass%Ni 合金へのショットピーニングに伴うオーステナイト相体積分率の変化。

(3) 図3は、Fe-33mass%Ni 合金にショットピーニングを施した際に飽和したオーステナイト相体積分率と噴射圧力の関係を示している。ショットピーニング加工における噴射圧力を変えると、図3に示すように、噴射圧力の増加に伴い、飽和時のオーステナイト相体積分率は増加した。そのため、噴射圧力の増加に伴って、逆変態はより活発になることを見出した。

(4) さらに、Fe-30mass%Ni 合金に対して、ショットピーニング加工を室温および 150°Cにて行い、それに伴う逆変態挙動について調べた。図4から分かる通り、加工時の試料温

度が高いほど、逆変態が活発に生じることが明らかとなった。

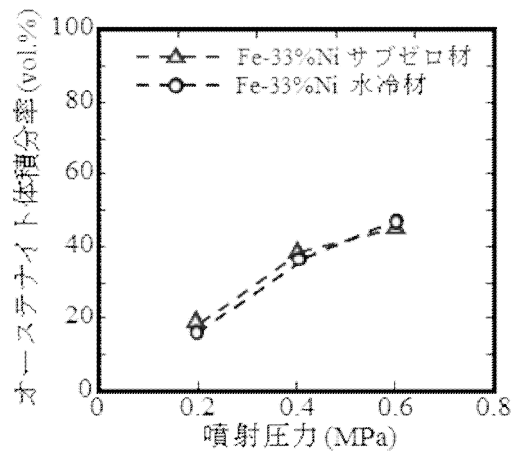


図3 Fe-33mass%Ni 合金へのショットピーニング加工における飽和時のオーステナイト相体積分率と噴射圧力の関係。このときの加工時間は、噴射圧力 0.2MPa において 120min であり、噴射圧力 0.4MPa, 0.6MPa において 40min である。

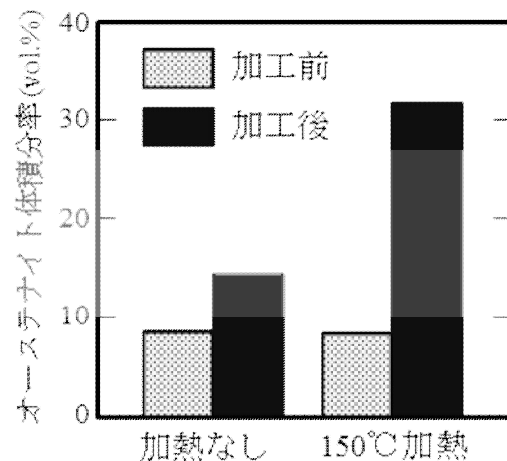


図4 Fe-30mass%Ni 合金へのショットピーニング加工におけるオーステナイト相体積分率と加工温度の関係。ショットピーニング条件は、噴射圧力 0.6MPa および加工時間 1min である。

(5) ショットピーニング加工に伴う特異な逆変態の発生要因について検討した。その発生要因として、1)加工に伴って導入された圧縮の残留応力に伴う相変態温度の低下による事および 2)加工に伴う組織微細化でオーステナイト相が安定化する事の観点から検討した。1)について検討した結果、ショットピーニングによってマルテンサイト相に導入される圧縮残留応力は約 600MPa であり、

これによって低下する相変態温度は Patel と Cohen の式から約 30°C であった。この残留圧縮応力に伴う相変態温度の低下量は小さく、これがショットピーニングに伴う逆変態に寄与する影響は小さい。そのため、この発生要因は、ショットピーニング加工に伴うオーステナイト相の安定化が主な要因であるといえる。

(6) そこで、Fe-30mass%Ni 合金サブゼロ材へのショットピーニングで生成したオーステナイト相のマルテンサイト変態開始温度 ( $M_s$  点) を調べた。その結果、ショットピーニング加工に伴う逆変態で生成したオーステナイト相におけるマルテンサイト変態開始温度は約 -10°C であることが分かった。ショットピーニングを施していない水冷材における  $M_s$  点は 20°C 以上であったため、ショットピーニングを施した試料の  $M_s$  点は未加工材に比べて十分に低い。すなわち、ショットピーニング加工に伴って生じる特異な逆変態は、加工に伴うオーステナイト相の安定化が主な要因であることが分かった。

(9) 冷間圧延にて導入したマルテンサイト相を有する SUS304 に対して、ショットピーニング加工を施した。その結果、SUS304 ステンレス鋼においても Fe-Ni 合金と同様に、ショットピーニング加工に伴う逆変態が生じた。さらに、Fe-Ni 合金と同様に、加工時の温度が高いほど、逆変態は活発になることも見出した。この現象は、鉄鋼材料の表面組織制御および表面の磁性制御への応用を期待できる。

#### 5. 主な発表論文等

(研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線)

[雑誌論文] (計 7 件)

① Hisashi Sato, Yusuke Noda, Yoshimi Watanabe: 3-dimensional microstructural evaluation of wear-induced layer in Al-Al3Ti functionally graded materials by serial sectioning, Vol. 54 (2012) 印刷中。査読有。  
<http://dx.doi.org/10.2320/matertrans.ME201306>

② Hisashi Sato, Yuuki Fuseya, Takahiro Kunimine and Yoshimi Watanabe: Proceedings book of the 3rd international symposium on steel science (ISSS2012), (2012) pp. 199-202. 査読有

③ Hisashi Sato, Yuuichi Kubota, Eri Miura-Fujiwara and Yoshimi Watanabe: Formation behavior of wear-induced layer in Fe-Ni alloys, Transactions of the Materials

Research Society of Japan, Vol. 37 (2012) pp. 31-34. 査読有。

④ Hisashi Sato, Eri Miura-Fujiwara and Yoshimi Watanabe: Effects of dispersoids on wear behavior of Cu-based nanocomposite containing SiO<sub>2</sub> nanoparticles, Japanese Journal of Applied Physics, Vol. 51 (2012), pp. 01AK04 (7pages). 査読有。

⑤ Hisashi Sato, Takayuki Nishiura, Eri Miura-Fujiwara and Yoshimi Watanabe: Phase transformation in Fe alloys induced by surface treatments, Materials Science Forum, Vol. 706-709 (2012) pp. 1996-2001. 査読有。

⑥ 佐藤尚, 三浦永理, 渡辺義見: まてりあ, Vol. 50 (2011) pp. 331-338. 査読有。

[学会発表] (計 13 件)

① Ai Namba, Hisashi Sato and Yoshimi Watanabe: Anomalous phase transformation behavior induced by shot-peening method for 304 type stainless steel, ISPlasma 2013, 2013 年 1 月 29 日, 名古屋大学。

② Hisashi Sato, Takayuki Nishiura, Takahiro Kunimine and Yoshimi Watanabe: Phase transformation behavior induced by shot-peening for Fe-33%Ni alloys, Materials Science and Engineering (MSE 2012), 2012 年 9 月 26 日, Darmstadt in Germany.

③ 佐藤尚, 西浦孝幸, 國峯崇裕, 渡辺義見: ショットピーニング加工に伴う Fe-Ni 合金の特異相変態挙動, 日本鉄鋼協会 第 164 回秋季講演大会, 2012 年 9 月 18 日, 愛媛大学。

④ 難波亜衣, 佐藤尚, 渡辺義見: ステンレス鋼へのショットピーニング加工に伴う特異相変態挙動, 日本鉄鋼協会 第 164 回秋季講演大会, 2012 年 9 月 18 日, 愛媛大学。

⑤ 佐藤尚: Fe-Ni 合金における相変態にて形成した不均一組織の EBSD 解析, 日本金属学会九州支部・日本鉄鋼協会九州支部 第 285 回材料科学談話会, 2013 年 8 月 30 日, 熊本大学。

⑥ Hisashi Sato, Yuuki Fuseya, Takahiro Kunimine and Yoshimi Watanabe: Formation process of wear-induced layer in Fe-33%Ni alloy, The 3<sup>rd</sup> International Symposium on Steel Science (ISSS2012), 2012 年 5 月 28 日, 関西セミナーハウス。

⑦ 西浦孝幸, 佐藤尚, 三浦永理, 渡辺義見:

Fe-Ni 合金へのショットピーニングに伴う特異相変態挙動, (社)日本金属学会 2011 年秋期講演大会, 2011 年 11 月 7 日, 沖縄コンベンションセンターおよびカルチャーリゾートフェストーネ.

⑧ 佐藤尚, 伏屋勇輝, 三浦永理, 渡辺義見: Fe-Ni 合金への摩擦摩耗に伴う摩耗変質層の形成過程, (社)日本金属学会 2011 年秋期講演大会, 2011 年 11 月 9 日, 沖縄コンベンションセンターおよびカルチャーリゾートフェストーネ.

⑨ Hisashi Sato, Takayuki Nishiura, Eri Miura-Fujiwara and Yoshimi Watanabe: Phase transformation in Fe alloys induced by surface treatment, International Conference on Processing & Manufacturing of Advanced Materials (Therrmec' 2011), Quebec City Convention Centre, 2011 年 8 月 9 日, Quebec in Canada (招待講演).

[図書] (計 0 件)

[産業財産権]

○出願状況 (計 0 件)

○取得状況 (計 0 件)

## 6. 研究組織

### (1) 研究代表者

佐藤 尚 (SATO HISASHI)

名古屋工業大学・工学研究科・准教授

研究者番号: 50402649