

令和元年6月5日現在

機関番号：11301

研究種目：挑戦的萌芽研究

研究期間：2016～2018

課題番号：16K14430

研究課題名(和文) ナノ析出と集合組織の制御による新規鉄芯材料の創製

研究課題名(英文) Fabrication of novel iron core materials by control of nano-scale precipitation and texture

研究代表者

鈴木 茂 (Suzuki, Shigeru)

東北大学・多元物質科学研究所・教授

研究者番号：40143028

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 2,800,000円

研究成果の概要(和文)：優れた特性の電磁ステンレス鋼を創製するために、ナノ析出と集合組織を制御した鉄芯材料の研究を行った。析出が起こる多元系(Fe-Cr-Ni-Al系)合金を作製し、熱間加工等を加え成形した後、各種の時効熱処理等を施した。この合金で析出が起こる条件を明らかにするために、溶体化後に時効を施し硬度試験を行い、強度が最大となることを示した。ナノ析出物のサイズ等を小角散乱法により評価し、ナノサイズの析出物で強度が著しく上昇することを示した。また、高温、低ひずみ速度での圧縮変形により、特定集合組織を発達させるプロセスについても研究を行いある条件で変形すると、 $\langle 100 \rangle$ 集合組織成分が発達することなどを示した。

研究成果の学術的意義や社会的意義

電磁ステンレス鋼には、耐食性以外に、高い強度や軟磁性特性が求められる。そうした複合的特性を学術的に取り組んだ研究は少なかった。本研究では、それらの特性を向上させるために、合金の化学組成やプロセスは、実験室レベルで研究を行ってきた。こちらの知見は、工業的な実際のアクチュエータ等の製造でも活用される可能性があり、社会的な意義も大きい。

研究成果の概要(英文)：The effect of alloying elements Ni and Al on the mechanical properties of precipitation-hardened soft-magnetic stainless steels was investigated. Thermodynamic calculations suggested that the aging treatments led to precipitation of NiAl compounds with B2 structure and Fe₂Mo-type Laves phases. By changing the concentration of the alloying elements, the B2-type NiAl precipitates were mainly responsible for the precipitation hardening, and the Vickers hardness was hardly affected by the Mo content. Small-angle X-ray scattering analysis was used to determine the size and number density of the fine precipitates, which contributed to the hardening. The high-density NiAl precipitates grew to a few nanometers in radius after an adequate period of aging. It was indicated that grains with the $\langle 100 \rangle$ texture component preferentially evolve during compressive deformation under low strain rates at higher temperatures. The optimum conditions for the $\langle 100 \rangle$ texture evolution are proposed.

研究分野：材料工学

キーワード：電磁ステンレス鋼 析出 集合組織

様式 C - 19、F - 19 - 1、Z - 19、CK - 19 (共通)

1. 研究開始当初の背景

(1) 輸送機器等に用いられるエンジンの燃費向上のために、ソレノイドアクチュエータ(エンジンへの燃料噴射制御)用の鉄芯材料の高性能化が求められている。鉄芯材料は電磁ステンレス鋼(フェライト系 Fe-Cr 基合金)の一つであり、軟磁性特性だけでなく耐食性や強度等に優れている必要がある。一般の構造材料用フェライト系ステンレス鋼では強度が高くなると透磁率が低下するが、そのような鉄芯材料用のフェライト系ステンレス鋼では、僅かな合金元素添加等により強度や軟磁性特性(透磁率等)を向上させるが、その特性発現機構は複雑である。本研究では、そのような高強度や高透磁率等の特性を持ち合わせた高性能の電磁ステンレス鋼の開発のニーズが背景にあり、その課題に取り組むために、本研究ではこれまで構築してきたプロセスや材料の設計に関する考え方をベースに、それらの複合的特性の向上を目指した。

2. 研究の目的

これまでの予備的研究で、固溶強化型のフェライト系 Fe-Cr 基合金(電磁ステンレス鋼)に Ni や Al 等を添加することにより、この合金中に B2 型 NiAl が析出することすることを示唆されてきた。この合金には Mo も添加されることがあり、添加量によって Fe₂Mo も析出する。このため、Fe-Cr-Ni-Mo-Al 系合金において、例えば時効温度での NiAl と Fe₂Mo の固溶限を見積もることができ、それらを実際の時効温度での析出物の量等と比較することができる。本研究では、本合金中で Ni と Al からなる B2 型析出物を形成するのに着目し、Ni-Al 複合添加によるナノスケール析出物による強化機構を明らかにするための実験を行った。また、高温加工による<100>集合組織制御により、高い磁束密度を維持しながら、新しい鉄芯材料として有望な電磁ステンレス鋼の特性を向上させることを目的とした基盤的研究を行った。

3. 研究の方法

熱力学的に高温側から予想される平衡状態図(Fe-Cr-Ni-Al 系)や各元素や析出の特性への影響等を基に、B2 相が析出する合金の成分を設計し、その合金を溶解・加工により作製する。溶解凝固で得られたインゴットを熱間加工で成形し、1323K での溶体化後に、773~873K の温度範囲において時効処理(主に等時焼鈍)を行い、合金の硬化過程を微小硬度計により調べる。それらの時効硬化挙動に対応させて、X 線小角散乱法により合金中の B2 相のナノスケールの析出物も評価する。それらのデータを解析することにより、ナノスケール析出物のサイズや体積分率を見積もる。これらのナノ析出物に関する情報を微小硬度測定による結果と比較することにより、この合金における硬化機構について検討する。

一方、磁化容易方向の<100>方位の集積度を高めるために、この合金の低ひずみ速度での高温圧縮変形を行い、この合金の集合組織の制御も試みる。集合組織の解析においては、板面内の方位分布にも着目した解析を行う。これらのプロセスとナノ析出や集合組織との関係を精査することで、新規鉄芯材料のプロセス条件について検討する。

4. 研究成果

まず母相中で析出が起こる合金成分を、多元系(Fe-Cr-Ni-Al系)の平衡状態図等を基に設計し、(12~15)%Cr-(2~3)%Niを含む幾つかの鉄合金を作製した。それらに熱間加工を行い、試験片に成形した後に、時効処理等を施した。この合金中のナノ析出による硬化が起こる条件を調べるために、合金を溶体化後に時効処理を施し硬度試験を行った。図1は、例として、Fe-14.6%Cr-2.6%Ni-1.1%Al合金を等時焼鈍したときの硬さの変化を示しており、これらの結果から825K付近での時効により強度が最大となることを示した。

それらの実験とともに、母相中のナノ析出物のサイズ等を X 線小角散乱法により評価した。図2は、Fe-14.6Cr-2.6Ni-1.1Al合金の溶体化後の等時焼鈍に伴う析出物(NiAl)の半径の変化を示している。これらの結果から、NiAl析出物の半径が1.5~3nm程度の際に、強度が大きく増加していることが示唆された。なお、これらの時効に以前に、粗大なFe₂Moが形成し、それらは強度に大きく影響していないと考えられた。また、析出物のナノサイズ変化の結果を、ナノ析出に関する硬度上昇の結果と対比させた。また、図3にFe-14.6Cr-2.6Ni-1.1Al合金を溶体化した後に等時焼鈍を行ったときの析出物(NiAl)の数密度の変化を示している。これらの結果から、合金中の析出物の密度が10¹⁸/cm³以下になると硬度が低下しており、過時効による強度低下が起きていることを示唆している。

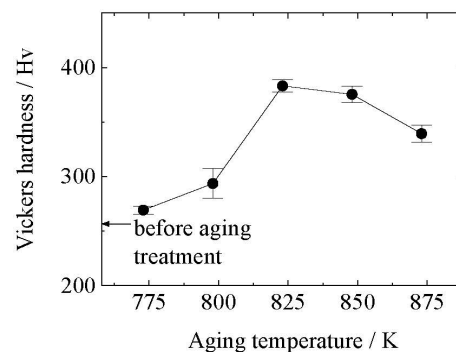


図1 Fe-14.6%Cr-2.6%Ni-1.1%Al合金を溶体化後に時効処理を施したときの微小硬度の変化

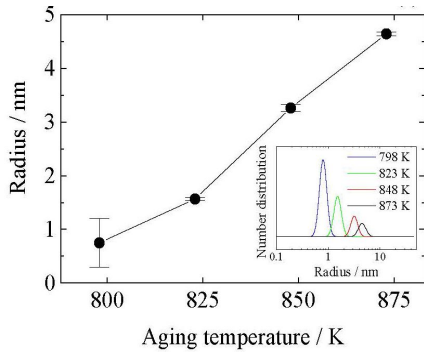


図 2 Fe-14.6Cr-2.6Ni-1.1Al 合金の溶体化後の等時焼鈍に伴う析出物 (NiAl) の半径の増加

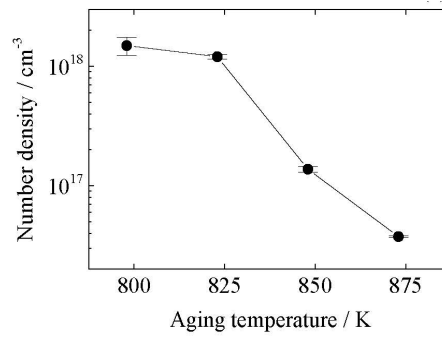


図 3 Fe-14.6Cr-2.6Ni-1.1Al 合金の溶体化後の等時焼鈍に伴う析出物 (NiAl) の数密度の低下

次に、本合金において、優れた磁気特性をもつ集合組織成分を発達させるために、高温(973K、1073K、1173K)において低ひずみ速度 ($5.0 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$) での圧縮変形により、特定の集合組織を発達させるプロセスについて検討した。各プロセスで処理した試料の集合組織は、電子後方散乱回折法 (EBSD) により調べ、集合組織成分 $\langle 100 \rangle$ (赤色)、 $\langle 110 \rangle$ (緑色)、 $\langle 111 \rangle$ (青色) を評価した。

図 4 は熱間圧縮 (ひずみ 50%) 後の本合金について、切断面に対し法線方向 (ND 方向) の IPF (逆極点図) マップを示している。これらの結果から、圧縮変形の温度を高温にすると、結晶粒が多くなり、100 に近い方位の粒が発達したことがわかる。また、111 に近い方位の粒は、100 に近い方位の粒に囲まれていた。また、図 5 は一定ひずみ速度で、異なる温度で圧縮変形したときの 100 に近い方位の粒、111 に近い方位の粒の割合を示しており、全体的にひずみ速度が一定のときには、100 に近い方位の粒が成長しやすいことを示している。

一方、ひずみ速度を著しく小さくした場合 ($5.0 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$)、再結晶が顕著となり、結晶方位がランダムになる傾向があった。これらの結果はフェライト系ステンレス鋼の集合組織が温度、ひずみ速度により制御できることを示している。

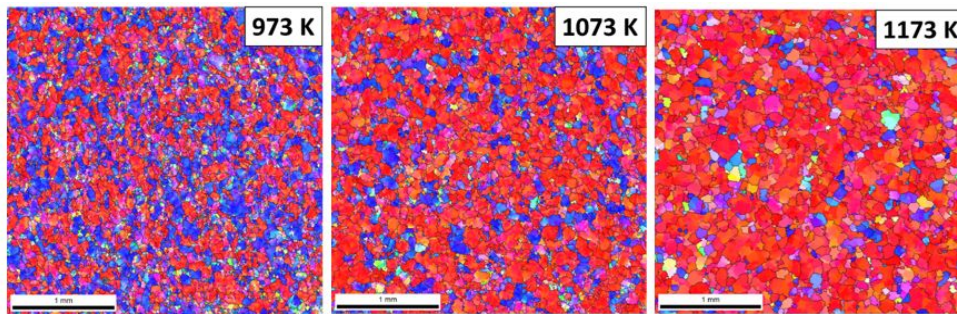


図 4 (a) 973 K、(b) 1073 K、および(c) 1173 K において $5.0 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ のひずみ速度で、0.5 のひずみまで圧縮変形したと試料の ND 方向の IPF マップ

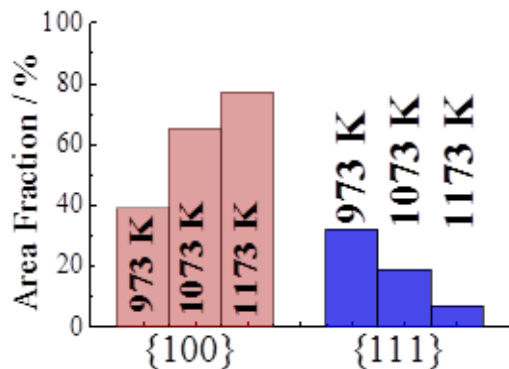


図 5 Fe-14.6Cr-2.6Ni-1.1Al 合金を、 $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ のひずみ速度で、973、1073、および 1173 K で圧縮したときの $\langle 100 \rangle$ と $\langle 111 \rangle$ 集合組織成分の面積分率

さらに、973、1073 および 1173 K において、 $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ のひずみ速度で、圧縮変形した合金の {001} および {111} の極点図を図 6 に示す。高温で圧縮変形した合金ほど、それらの成分の集積度が高くなり、面内についても集合組織成分が高くなっていることが示唆される。

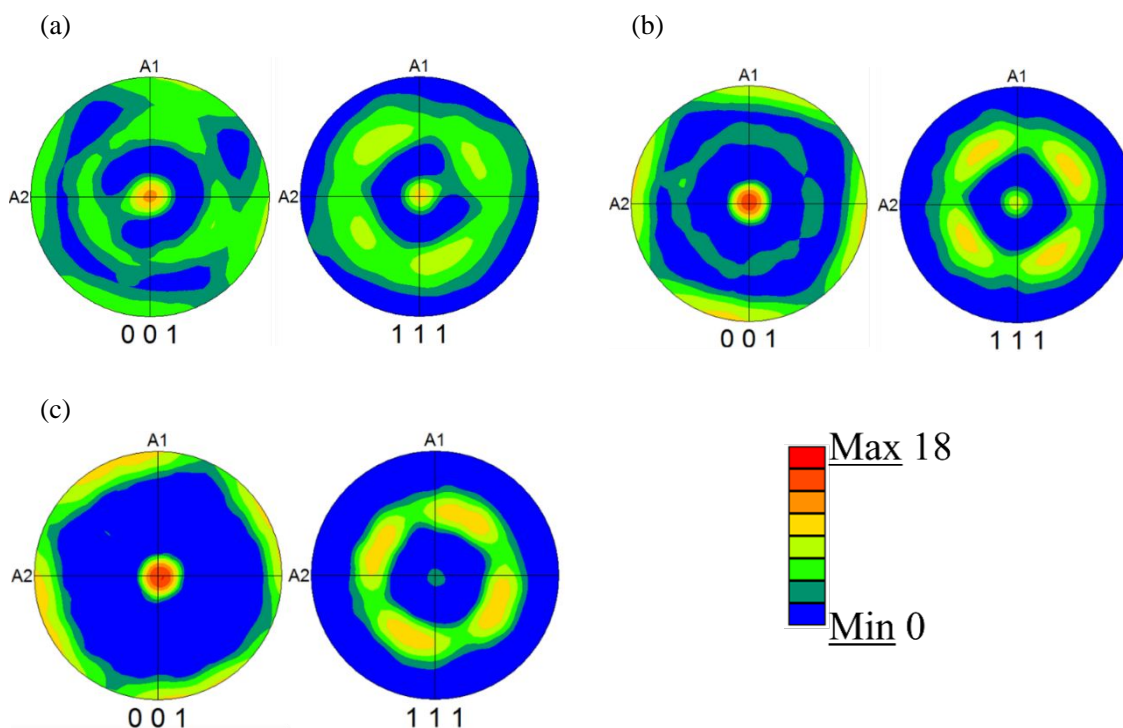


図 6 (a)973、(b)1073 および(c)1173 K において、 $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ のひずみ速度で、圧縮変形した合金の {001} および {111} の極点図

以上の結果の他にも、系統的に温度やひずみ速度を変えた高温での圧縮試験に関する結果や透過電子顕微鏡法による組織観察に関する結果も得ることができた。それらの結果も含め、100 近傍の方位を持つ集合組織の発達に適した温度とひずみ速度の条件を提示した。ただし、軟磁性特性等については必ずしも向上しておらず、それは高温圧縮における面内での集合組織が制御されていないためと考えられる。しかしながら、適度な熱処理を加えながら変形することにより、 $\langle 100 \rangle$ 集合組織成分が発達し、 $\langle 111 \rangle$ 成分が減少することなどの知見は、今後の集合組織制御において活用できるものと考えられる。

5 . 主な発表論文等

〔雑誌論文〕(計 1 件)

1. K. Satoh, S. Sato, M. Ohnuma, T. Naruse, Y. Kim, T. Ebata, S. Suzuki, K. Wagatsuma: Small-angle X-ray Scattering Studies on Aging Precipitation of High-strength Soft-magnetic Stainless Steels, ISIJ International 57 (2017), 2028-2033. DOI: <http://dx.doi.org/10.2355/isijinternational.ISIJINT-2017-170>

〔学会発表〕(計 6 件)

1. 鈴木 茂 : 「軟磁性材料およびその特性向上による省エネルギー」、日本鉄鋼協会・学術部会フォーラムシンポジウム、2018 年、仙台
2. Y. Onuki, M. Uchida, S. Sato, T. Naruse, M. Watanabe, T. Sato, T. Ebata and S.Suzuki : Texture evolution in soft magnetic ferritic stainless steels by compressive deformation at high temperatures, 18th International Conference on Textures of Materials, (2017), St. George, Utah, USA
3. 鈴木 茂 : 「塑性変形による金属の結晶粒微細化と回折ピークの変化」、X 線材料強度部門委員会講演会(招待講演)、2016 年、奈良
4. 内田真弘, 小貫祐介, 佐藤成男, 成瀬達也, 金容煥, 江幡貴司, 藤枝俊, 鈴木 茂 : 「熱間変形による電磁ステンレス鋼の集合組織制御」、日本鉄鋼協会・第 172 回秋期講演大会、2016 年、大阪

5. 佐藤 成男、加藤 翔太、山中 謙太、森 真奈美、千葉 晶彦：「リートベルト解析とラインプロファイル解析を併用した Co 合金の強化機構の解釈」、第 52 回 X 線分析討論会、2016 年、東京
6. Y. Onuki, A. Hoshikawa, S. Sato, T. Ishigaki, S. Nishino, Y. Morii, Y. Ishii : Plastic Deformation Mechanisms of Hexagonal Close-packed Metals Studied by Combination of Time-of-flight Neutron Texture Analysis and EBSD Techniques, XXV International Materials Research Congress, (2016), Cancun, Mexico.

〔図書〕(計 0 件)

6 . 研究組織

(1)研究分担者

研究分担者氏名： 佐藤 成男
ローマ字氏名： Sato Shigeo
所属研究機関名： 茨城大学
部局名： 理工学研究科
職名： 教授
研究者番号(8桁)： 40509056

研究分担者氏名： 小貫 祐介
ローマ字氏名： Onuki Yusuke
所属研究機関名： 茨城大学
部局名： フロンティア応用原子科学研究センター
職名： 産学官連携助教
研究者番号(8桁)： 50746998

研究分担者氏名： 藤枝 俊
ローマ字氏名： Fujieda Shun
所属研究機関名： 東北大学
部局名： 多元物質科学研究所
職名： 助教
研究者番号(8桁)： 60551893

(2)研究協力者

研究協力者氏名：
ローマ字氏名：