

SUS304 の微細成形への超塑性鍛造の適用の可能性

加藤 正仁*・鳥阪 泰憲*

Possibility of Applying Superplastic Forging to the Micro Forming of SUS304

Masahito KATO and Yasunori TORISAKA

Synopsis : Micro forging using the superplasticity was tried, at austenitic stainless steel SUS304. The grains were refined by thermomechanical treatment with reverse transformation of strain induced martensite to austenite. The average grain size was about 250 nm. In the micro forging, Vickers indentation added to surface to grinded and polished flat die were used. The grain refined material, on the surface of the sample, it was possible to add a quadrangular pyramid. Bottom line of quadrangular pyramid were about 50 μm , and height was about 10 μm . On the other hand, it was not able to be carried out this process.

Key words: stainless steel; grain refinement; super plasticity; micro machine; forging.

1. 緒言

マイクロマシンの部材を製造するためのプロセスとしては種々のものが提案および研究がされており、なかでも電子集積回路の製造法を転用したシリコンプロセスと称される、フォトリソグラフィおよびエッチングによってシリコンの板の表面を加工する方法では、高精度・高機能に製造することができる。しかし、素材がシリコンに限定されることによって、耐食性、特に塩基性水溶液に対する耐食性がきわめて悪いことで、用途は限定されるなどの問題がある。シリコンプロセスの他に、金型成形で、プラスチック、ガラスおよび金属ガラスなどで微小形状を成形する技術も研究されているが¹⁾、耐熱性などの特性を考慮すると、多結晶金属製の部材の製造技術も必要であろう。微細結晶粒超塑性を発現する金属材料は、材料の結晶粒が数 μm あるいはそれ以下と非常に微細であるため、金型形状の転写特性が良く、微細精密成形用材料として期待されており²⁾、その適用例としてシリコン成型品を母型としてTi基合金を超塑性成形する研究が報告されている³⁾。このような方法により、Ti基合金の部材が作製されるならば耐熱性や耐食性の問題はかなり改善されると思われるが、超塑性挙動を発現するTi基合金の結晶粒径は数 μm あり、それより微細な形状の成形に問題が発生する可能性がある。

ところで、最も市場性の高いオーステナイト系ステンレス鋼であるSUS304は、耐食性、耐熱性、および、韌性などにも比較的優れている。この鋼種は、冷間強加工によってオーステナイト(γ)相を加工誘起マルテンサイト(α')とし、次いで、焼なましによって α' の γ 相への逆変態を伴

う再結晶処理を行うことにより、結晶粒径を1 μm 以下に微細化でき、適当な温度、ひずみ速度条件で超塑性挙動を発現する⁴⁻⁶⁾。この超塑性挙動発現温度は973K前後と、Ti基合金の超塑性発現温度とほとんど変わらないので、上記のTi基合金での研究例での加工温度とほぼ同様であるので、これと同様の方法で微細成型品を製造できる可能性が期待できる。さらに、超塑性を発現するTi基合金よりも結晶粒が微細であるため、より微細な形状に成形できる可能性もある。本研究では、その初歩段階として、微細結晶粒を有するSUS304が微細形状へ成形可能であることを確認するために、簡単な凹構造を有する金型を用いて、SUS304の微小な凸構造への成形実験を行い、本鋼種のマイクロマシン用部材の超塑性鍛造による製造可能性を検討した。

2. 実験方法

試料母材は、市販の40 mm角のSUS304角材である。これには1373Kで5 min保持後水冷の溶体化処理が施してある。化学組成をTable 1に示す。これから30 mm×30 mm×50 mmの鍛造用小片を切り出して供試材とした。

結晶粒微細化のための加工熱処理としては「冷間強加工による α' 導入+焼なまし」の加工熱処理単位を3回加え

Table 1. Chemical composition of conventional SUS304 specimen (mass%).

C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Fe
0.050	0.30	1.74	0.036	0.005	8.20	18.80	bal.

ることとした。最初の2回については、1方向の加工では加工前の試料を巨大にしなければならないので、冷間強加工として冷間多方向据込みを使用し、最後の1回については、冷間圧延とした。

冷間多方向据込みでは、1パス毎に試料を氷水に浸して273Kに冷却して行った。

なお、多方向据込みにおける加工度は次式で求めた積算圧下率、 R により取り扱うことにした。このとき、 R と同値の圧下率である一軸方向のみの圧下と圧下方向に加えられた真ひずみの総計が等しくなる。

$$R = 1 - (A_1 \times A_2 \times \dots \times A_n) / (B_1 \times B_2 \times \dots \times B_n) \dots \dots \dots (1)$$

R ：積算圧下率

A_n ： n パス目の圧下後の厚さ

B_n ： n パス目の圧下前の厚さ

冷間加工はいずれの加工熱処理単位においても圧下率あるいは積算圧下率を90%とすることにした。

3回目の加工熱処理単位での圧延では、15 mm (W)×10 mm (T)×50 mm (W)の圧延用小片を切り出して、厚さ1 mmまで（全圧下率=90%）冷間圧延した。冷間圧延においては、加工熱で α' の生成が阻害されないように、試料を1パス毎に氷水に浸して273Kに冷却しながら圧延し、1パス当たりの圧下率を5%以下となるようにした。この冷間圧延終了時には、試料はほぼ α' 単相となる⁷⁾。

いずれの加工熱処理単位においても冷間強加工の後に973Kで焼なましを加えた。焼なまし時間は予備実験より、 γ 単相になる最小時間とし、1回目は3600s、2回目は1800s、3回目は420sとした。Fig. 1にヒートダイアグラムの略図を記す。この試料を以下、T材ということにする。また、比較材として母材から15 mm (W)×10 mm (T)×50 mm (W)の圧延用小片を切り出して厚さ1 mmまで圧延した後に1373 Kで5 min保持後水冷の溶体化処理を施した試料（以下、溶体化材という）も使用した。

鍛造実験用試料は、T材および溶体化材の板より切り出した厚さ1 mmで直径4 mmの円板である。この表面はエメリー紙とバフ研磨で鏡面に調整した。さらにダウコーニング社製の高真空用シリコングリスを少量塗布し、布で一様に伸ばしながら十分に拭き取って離型剤とした。

調整した試料の高温変形挙動を確認するため、Fig. 2に示す形状の引張試験片を使用して、高温引張試験を行った。試験は真空チャンバ付きの油圧サーボ試験機（荷重容量5t）で行い、973Kの試験温度で、 $5.6 \times 10^{-5} \sim 1.0 \times 10^{-3}$ /sのひずみ速度範囲で、所定温度に昇温後、10 min保持した後、ピストン移動速度一定の条件で行った。

金型は、直径13 mm、高さ7 mmのInconel製の円柱の上面をエメリー紙とバフ研磨で鏡面に研磨した後、ピッカース硬さ計によりピラミッド状の凹構造のピッカース圧痕を

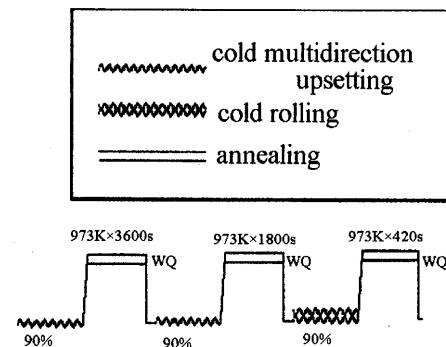


Fig. 1. Skeleton heat diagram of the thermo mechanical treatment for grain refinement (T treatment).

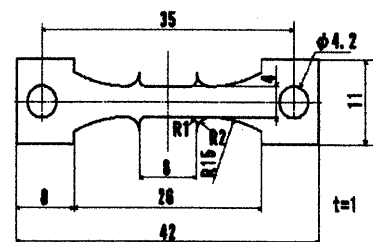


Fig. 2. Dimension of the tensile test specimen.

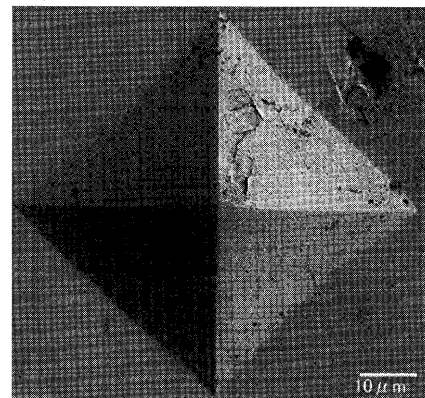


Fig. 3. SEM image of the die surface.

付与したものである。凹構造のピラミッドの底辺は約50 μm （深さ約10 μm ）とした。Fig. 3は、ピッカース圧痕のSEM写真である。なお、この圧痕の寸法と荷重より金型のピッカース硬さ、 H_v は約410と求められた。

加工実験は保持具に鏡面同士を密着させた試料と金型を入れて行った。Fig. 4は試料と金型をセットした状態の保持具の略図である。金型をホルダーに設置し、コンテナ兼、金型押さえで固定し、コンテナに試料を入れ、試料背面全体をパンチで加圧する構造になっている。試料をセットした保持具は引張試験で使用したと同じ試験機に装着し、真空引き後に試料に2000 Nの一定荷重がかかるように荷重制御し、高周波加熱により加工温度である973Kに加熱した。加工温度に30 min保持した後に除荷し、冷却後に試料を取り出して加工された形状を観察した。離型は試料の加工面の反対面に当て金をして、ハンマーで軽く叩くことに

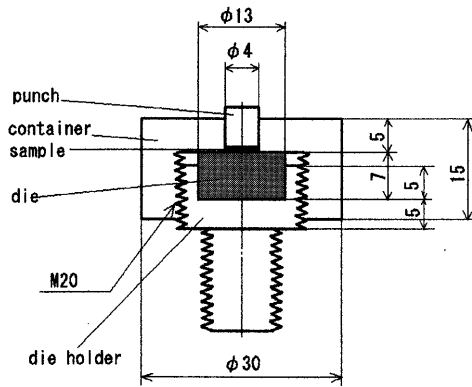


Fig. 4. The mounting of the sample with die. Dimention of samples were $\phi 4 \text{ mm} \times 1 \text{ mm}$.

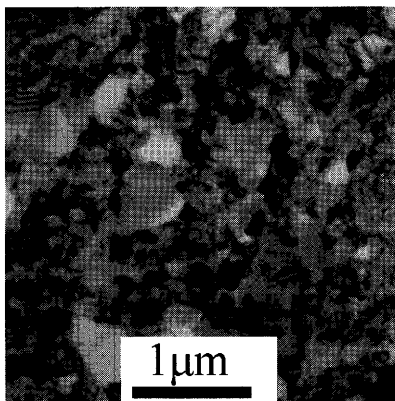


Fig. 5. TEM micrograph of sample after T treatment.

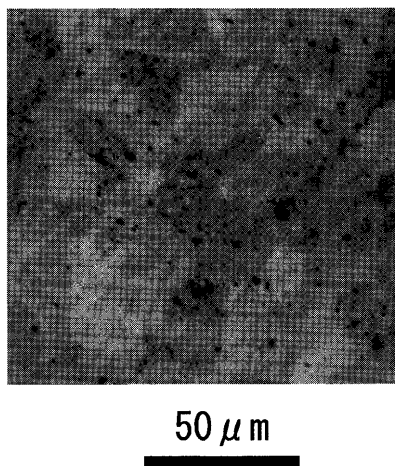


Fig. 6. Optical micrograph of solution treated specimen.

よる加圧剥離により行った。なお、予備実験で離型剤を使用しない方法も試行したが、離型できなかった。

3. 実験結果と考察

Fig. 5にT材のTEM組織を、Fig. 6に溶体化材の光学顕微鏡組織を示す。T材は粒径約250 nmの微細結晶粒の等軸晶組織であるが、溶体化材は粒径が数十 μm と粗大であ

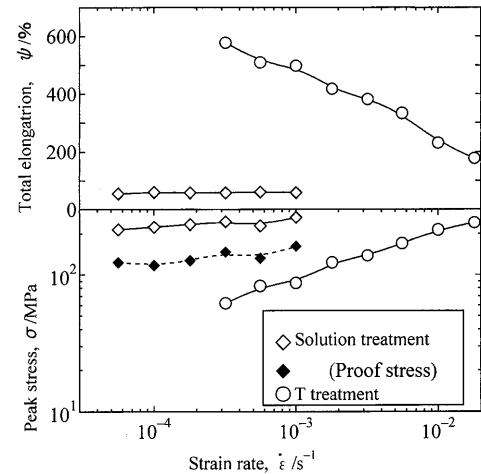


Fig. 7. Tensile properties with initial strain rate at 973 K.

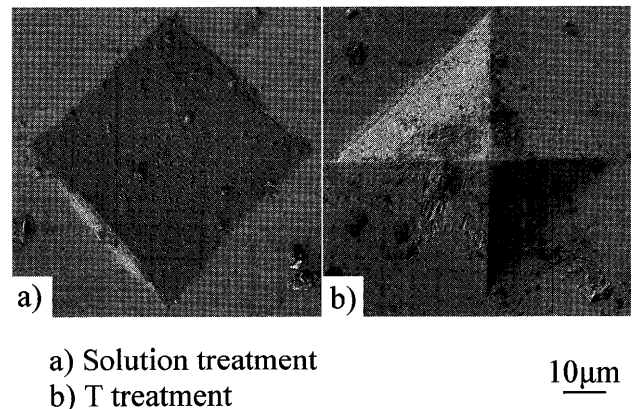


Fig. 8. SEM images after the micro forging of the sample surface.

る。

Fig. 7は、T材と溶体化材について高温引張試験をした結果である。図の上段は破断伸びであり、下段は変位-荷重曲線の最大荷重より求めた変形応力（溶体化材においては引張強さ）である。また、溶体化材については0.2%耐力も併せて記載している。溶体化材は、伸びは数十%と小さく、引張強さは200 MPa以上と大きい。溶体化材では0.2%耐力は約100 MPaであった。また、溶体化材においては、変形応力も破断伸びもひずみ速度依存性はほとんどない。一方T材では、変形応力は100 MPa前後と溶体化材より小さい。また、ひずみ速度依存性が大きく、この勾配より求められるひずみ速度感受性指数、 m 値は本実験条件の範囲では約0.33と0.3を超え、全伸びも数百%以上と大きいので、超塑性を示していると思われる。

Fig. 8は成形後の被加工材表面のSEM写真である。T材ではピラミッド状の構造に加工されており、先端部にまで材料が充満しているが、溶体化処理材では、地の平面部分からほとんど隆起していない様子が観察される。なお、試料表面の一部の導電性が悪く、撮影時には白金を蒸着して行った。導電性の悪い部分はEDAXによりSiとOより成る



2 μm

Fig. 9. Partially extended SEM image near the top of the pyramid of the T treated sample. The angle under the right of the photograph is the top of the pyramid, and edge under the photograph and edge of the right are correspondent to the ridge.

と定性的に分析されたので、おそらく離型材に使用したシリコングリースが熱で変性したものであると同定される。

Fig. 8のT材のピラミッドの先端付近を拡大したのがFig. 9である。先端部および、ピラミッド形状の稜線部分は変性した離型剤によってなめらかな表面を形成しているが、斜面部分は多数の微細な粒から成る構造が露出している。その粒径は数百nmであり、Fig. 5で認められた結晶粒が超塑性変形による粒界すべりによって出現した構造であろう。そのため表面は最大で結晶粒径相当の凹凸に荒れることになる。

T材と溶体化材の間には、前者は完全にピラミッド状に成形され、後者はほとんど成形されなかったという明白な相異がある。本実験では直径4mmの被加工材に2000Nの荷重を負荷したことから、その圧力は159MPaとなり、溶体化材の引張り強さよりは小さい値となっているが、耐力よりは大きい。ただ、溶体化材についても、加工圧力を上げれば加工できる可能性が残るが、使用したInconel製金型の加工後の表面形状を見ると、被加工材と接した部分にわずかに凹みが認められた。このことから、加工圧力をこれ以上向上させることは金型の強度から考えて困難であると判断される。

SUS304の微細結晶粒超塑性による塑性加工の微小部材の成形可能性について本実験の結果より検討する。結晶粒

径約250nmの等軸晶のSUS304を被加工材として、底辺約50 μm 、高さ約10 μm のピラミッド状の構造が良好な形状で作成可能であったことから、少なくとも数十 μm の大きさの構造は作成可能であると判断される。但し、どこまで微細な構造が再現できるかについては本実験の範囲では明らかではない。また、表面凹凸がレイリー限界、すなわち $1/4\lambda$ (λ :光の波長)の範囲であれば、光はなめらかな表面においてと同様の挙動を示すことが知られている。よって、表面粗さが $\pm 1/8\lambda$ 以下であるならば、光学的になめらかとみなせるので、前述したように表面が結晶粒径だけ荒れている場合でも、その8倍の波長の光に対しては光学的になめらかとみなせる。すなわち本実験で使用した250nmの結晶粒径である素材を使用した場合は、その8倍の2 μm 以上の波長の光、すなわち赤外線を使用した場合には光デバイスとして使用できる可能性もあるが、それ以下の可視光線などを使用する光デバイスに適用することは問題がある。

なお、結晶粒度と作成可能な微細構造の寸法の限界、表面粗さが良好に作成できるかの確認実験については今後の課題としたい。

4. 結言

オーステナイト系ステンレス鋼SUS304に対して、Inconel製金型表面に付けたピッカース圧痕を型として転写実験を行ったところ、通常の溶体化処理材では形状を転写できなかったが、結晶粒径を約250nmに調整して超塑性挙動が発現するように調整した試料では底辺約50 μm 、高さ約10 μm のピラミッド状の形状の転写ができた。すなわち、結晶粒を超微細に調整することで、少なくとも数十 μm の形状を付与することが可能である。但し、表面に結晶粒由来の凹凸が生ずるので、光デバイスとして使用する場合は光の波長は2 μm 以上の赤外線に限定される。

文 献

- 1) Y.Saotome: *J. Jpn. Soc. Precision Eng.*, **69** (2003), 1221.
- 2) M.Miyagawa: *J. Jpn. Soc. Precision Eng.*, **52** (1986), 435.
- 3) H.Yoshimura, T.Katayama, F.Oohira, G.Hashiguchi, D.Ikeda, and Y.Mihara: *J. Jpn. Soc. Technol. Plast.*, **47** (2006), 54.
- 4) M.Katoh and Y.Torisaka: *Tetsu-to-Hagané*, **80** (1994), 249.
- 5) M.Katoh and Y.Torisaka: *Tetsu-to-Hagané*, **84** (1998), 127.
- 6) M.Katoh and Y.Torisaka: *Tetsu-to-Hagané*, **89** (2003), 1039.
- 7) M.Katoh and Y.Torisaka: *J. Mech. Eng. Lab. (Jpn.)*, **45** (1990), 55.