

先端研究施設共用イノベーション創出事業【産業戦略】

利用成果報告書

戦略研究または新規利用拡大の別 新規利用

ID0023

研究課題名 「ステンレス系材料の制振性発現機構の解明

利用者氏名 小舞忠信

所属 (有) TK テクノコサルティング

利用施設名：名古屋大学、エコトピア科学研究所、超高压電子顕微鏡施設

利用期間：平成 20 年 5 月 1 日～7 月 30 日

利用の目的・内容 電子顕微鏡観察によって HIDAS 合金（高マンガン・ステンレス鋼）とオーステナイト・ステンレス鋼（従来材）と対比させてその制振性発現機構を解明する。

成果の概要（500 字以内）

新規に開発したステンレス系材料(HIDAS)の制振性発現機構の解明のために、従来材(オーステナイト・ステンレス鋼；SUS304)と比較して、マルテンサイト組織を透過電子顕微鏡で観察した。HIDAS と SUS304 の制振性発現能の違いは、加工誘起マルテンサイトの構造が異なっているためであることが明らかとなった。即ち、冷間加工による相変態 $\gamma \rightarrow \epsilon \rightarrow \alpha'$ において、SUS304 は、大部分が α' 相であるのに対して、HIDAS は ϵ 相に留まっていることによっている。これは、Mn と Ni 成分の積層欠陥エネルギー（SFE）への寄与が異なっているためと考えられる。

1. いきさつ

ナノ・バイオサイエンス支援事業（名古屋大学）に応募し、高性能電子顕微鏡観察によって「HIDAS 合金」の制振性発現機構の解明のために下記事項を検討した。

- (1) オーステナイト・ステンレス系材料の制振性発現能に対して HIDAS 合金（Mn 系）と SUS304（Ni 系）と対比して検討する。
- (2) HIDAS 合金の HDD サスペンション用材料としての最適加工方法（仕上げ冷間加工率）を検討する。

2. 供試材の明細

表 1. 供試材の明細

No.	名称	内容	硬さ (Hv)	HDD サスペンションとしての制振性評価***
Sample1	SUS304	従来材	350*	基準
Sample2	HIDAS1	100 μ m を化学研磨で加工 (仕上加工率 50%)	400*	従来材に対して 20~30%の 制振性向上確認
Sample3	HIDAS2	30 μ m (仕上加工率 40%)	350*	従来材並
Sample4	HIDAS3	30 μ m (仕上加工率 50%)	420**	未評価
Sample5	HIDAS4	50 μ m (熱処理のまま)	200**	未評価

* : 日本発条 (株) 測定

** : 東海テクノリサーチ(株) (加工会社) 測定

*** : 日本発条 (株) による HDD サスペンションとしての評価

3. 調査方法

(1) 試料作製法

FIB (加速電圧 30kV、仕上げ加速電圧 20kV) にて加工し、Sample1 は、0.2 μ m、Sample2 ~5 は、0.18 μ m に薄片化した。

(2) 観察内容・条件

TEM (加速電圧 200kV) を用いた明視野像、暗視野像及び電子回折図形の観察。

4. 調査結果

測定結果を【表 1】 ~ 【表 5】 に示す。

その要約として、下記のことが判明した。

- 1) Sample1 (SUS304) では、ほとんどが加工誘起 α' -マルテンサイト (BCC) であった。
- 2) Sample2~4 (HIDAS1~3) は、比較的大きさがそろっている 500nm レベルの比較的微細なオーステナイト結晶粒 (FCC) の中に加工誘起 ϵ -マルテンサイト (HCP) が観察された。
- 3) Sample2~5 のマトリックスは、FCC 構造である。
- 4) Sample4 では、 ϵ -マルテンサイト (HCP) の外に明確ではないが別の HCP 構造相が認められた。

5. 考察

1) HIDAS と SUS304 との比較については、加工誘起マルテンサイトの構造が異なっており、これが両者の制振性発現に影響していると考えられる。即ち、冷間加工による、 $\gamma \rightarrow \epsilon \rightarrow \alpha'$ または $\gamma \rightarrow \alpha'$ の変態の進み方の違いに起因していると思われる。即ち、SUS304

では殆どが α' -マルテンサイトに達するのに対し、HIDAS では大部分が ϵ -マルテンサイトで留まっている。これは Ni と Mn の積層欠陥エネルギー (SFE) への寄与が異なるためであると考えられる。ちなみに、積層欠陥エネルギーは、次式で与えられるので、試算すると、HIDAS : ~ 10 (mJ/m²)、SUS304 : ~ 45 (mJ/m²) となり、HIDAS の方が容易にマルテンサイト化すると考えられる (表 6)。

$$\text{SFE(mJ/m}^2\text{)}=25.7+2(\text{Ni})+410(\text{C})-0.9(\text{Cr})-77(\text{N})-13(\text{Si})-1.2(\text{Mn}),$$

Pickering F.B., Proc.Conf.Stainless Steel84 Gothenburg,Sep.(1984)pp.2-28

- 2) Sample2 と Sample4 の製造履歴の違いを見ると、冷間加工率は 50%と同じであるが、仕上げ厚が 100 μ m と 30 μ m と大きく異なっているので、冷間加工における加工プロセスは当然異なっている。この違いが、仕上がり箔の結晶組織に影響していると考えられる。
- 3) Sample4 についての結晶学的及び製造技術的観点からの追及は重要な意味を持っている。

6 今後の進め方

- 1) Sample4 の加工条件についての結晶学的追及には意義があると認める。
- 2) HIDAS 合金の箔ばね、コイルばね材としての開発を今後も続けるのでよろしくお願ひします。
- 3) HIDAS のマルテンサイトは ϵ 相に留まっていることによっている。これは、Mn と Ni 成分の積層欠陥エネルギー (SFE) への寄与が異なっているためと考えられ、さらなる解析が必要である。

以上

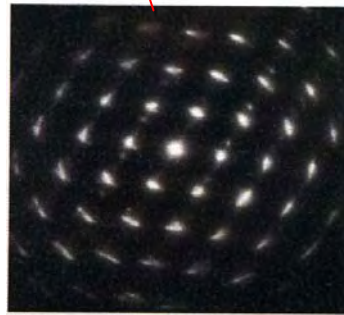
【表 1】 .

Sample1 (従来材)
【TEM】



【Diff 解析等】

・ α' マルテンサイト (BCC) のみの層状組織である。



【表 2】

Sample2 (HIDAS1) 仕上げ冷間加工 50%、 $100\mu\text{m} \rightarrow 30\mu\text{m}$ に電解エッチ

【TEM】



【Diff 解析等】

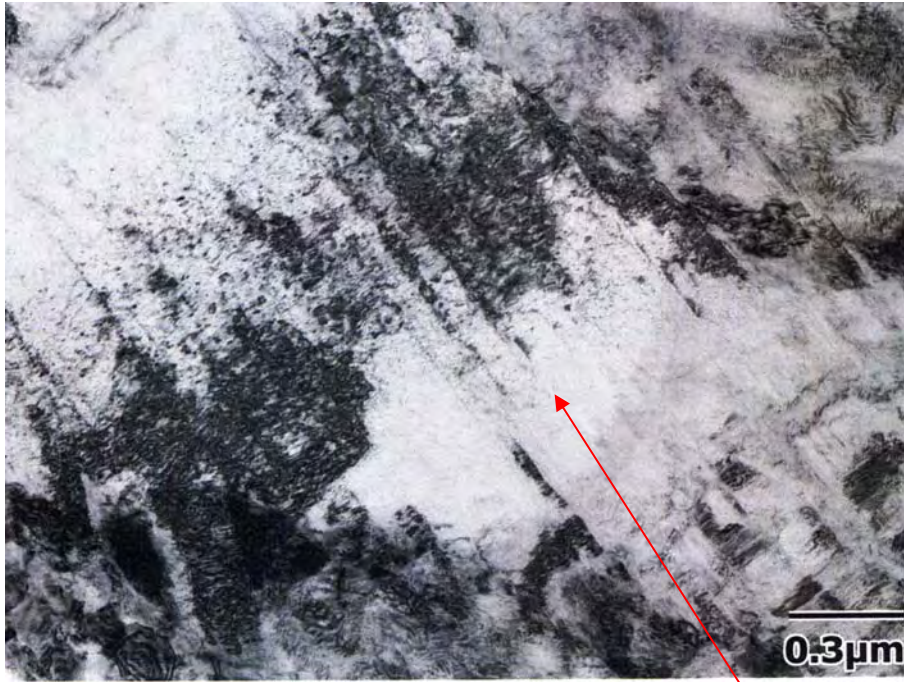
- ・オーステナイト (FCC) の中に層状の ϵ -マルテンサイト (HCP) が認められる。
- ・オーステナイト粒子径は、 $\sim 500\text{nm}$ である。



【表 3.】

Sample3 (HIDAS2) 仕上げ冷間加工率 : 40%、 $30\ \mu\text{m}$

【TEM】



【Diff 解析等】

- ・オーステナイト (FCC) の中に層状の ϵ -マルテンサイト (HCP) が観察された。
- ・オーステナイト粒子径は、 $\sim 500\text{nm}$ である。



【表 4.】

Sample4 (HIDAS3) 仕上げ冷間加工率 : 50%、 $30\ \mu\text{m}$

【TEM】

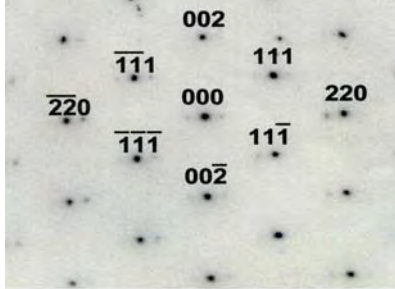


【Diff 解析等】

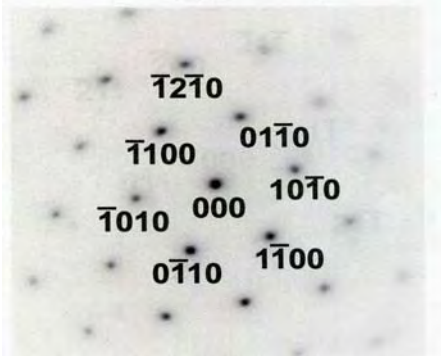
- ・オーステナイト（FCC）の中に層状の ϵ -マルテンサイト（HCP）と別の HCP 層が観察された。
- ・オーステナイト粒子径は、 $\sim 500\text{nm}$ である。

大spot分析

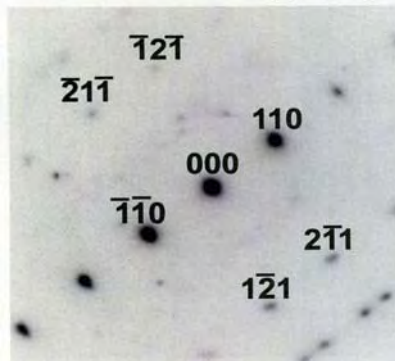
FCC[$\bar{1}10$]



B hcp[0001]

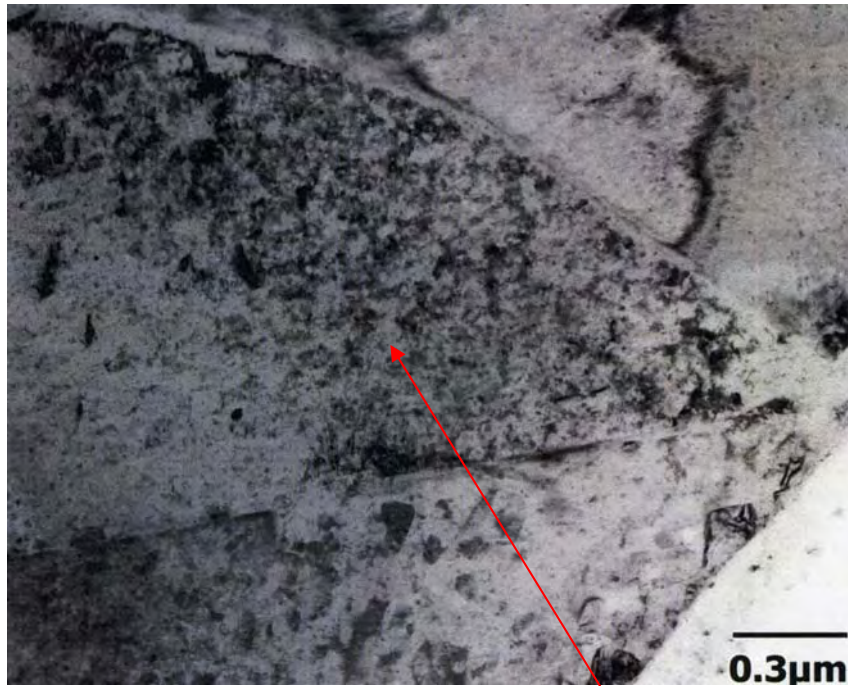


A-3 BCC[$\bar{1}13$]



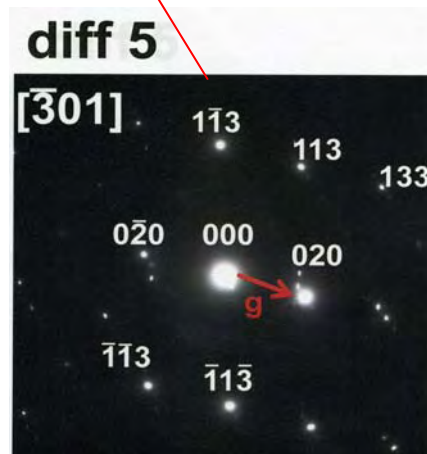
【表 5.】

Sample5 (HIDAS4) $50\ \mu\text{m}$ 、熱処理のまま
【TEM】



【Diff 解析等】

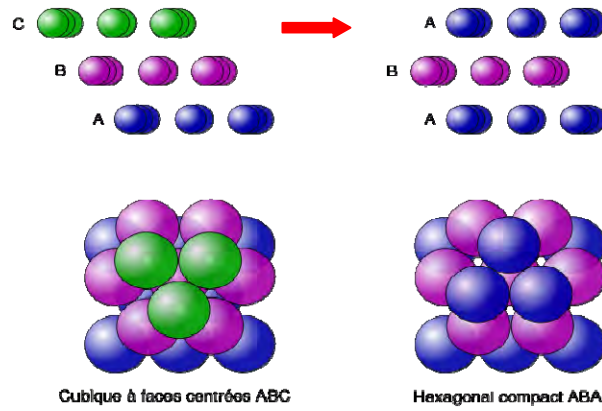
- ・ $0.5 \sim 3 \mu\text{m}$ の結晶粒のオーステナイト粒でありバラツキが大きい。
- ・ 結晶構造は、FCC である。



【表 6】

オーステナイト (FCC) → ϵ -マルテンサイト (HCP) の相転移

無拡散変態



FCC 構造

HCP 構造

HIDASvsSUS304 の $\gamma \rightarrow \epsilon$ 、 α' の変態し易さの比較

指標		HIDAS	SUS304
1	積層欠陥エネルギー(mJ/m ²)*	~10	~45
2	Md30(°C)**	~120	~54
3	Ms 点(°C)***	?	~3

* : $SFE(mJ/m^2) = 25.7 + 2(Ni) + 410(C) - 0.9(Cr) - 77(N) - 13(Si) - 1.2(Mn)$

** : $Md30(°C) = 497 - 462(C+N) - 9.2(Si) - 8.1(Mn) - 13.7(Cr) - 20(Ni+Cu) - 18.5(Mo)$

(Md30(°C) : 単相オーステナイトに対して 30%の引張り歪を与えた時に、組織の 50%がマルテンサイトに変態する温度 (°C) と定義された指標)

*** : $Ms(°C) = 550 - 350(C) - 40(Mn) - 35(V) - 20(Cr) - 17(Ni) - 10(Cu) - 10(Mo) - 5(W) + 15(Co) + 30(Al)$

(高マンガンステンレス鋼には適用できない?)

論文発表状況・特許出願:

2007 年日本鉄鋼協会秋季講演会にて発表

参考文献:

公開延期の希望の有無
直ちに公開しても良い。