

金属材料の結晶粒超微細化と高性能化を 実現する高圧スライド加工 (HPS : High-Pressure Sliding)法の開発

瀧 沢 陽 一^{*1)} 湯 本 学^{*2)}

1. 緒 言

金属材料の結晶粒径はホールペッチ則に従った強度向上に加え、水素貯蔵性、水素透過性、電気伝導性、生体適合性等、様々な機能性向上にも影響を及ぼすと言われている。すなわち、既知の材料であっても従来得られなかった結晶粒径に制御できれば、未開拓領域に踏み込んだ特性を活用できるものと期待される。

材料の結晶粒を1 μm以下に超微細化する方法として巨大ひずみ加工 (SPD : Severe Plastic Deformation) 法が知られている⁽¹⁾。代表的な SPD 法としては ECAP (Equal-Channel Angular) 法、ARB (Accumulative Roll Bonding) 法、HPT (High-Pressure Torsion) 法が挙げられる。結晶粒が超微細化された材料は優れた特性が発現することが報告されている。しかし、一方で、従来の SPD 法では試料サイズや均質性などに課題があり、実用に至った例はほとんどない。このような背景の中、SPD による結晶粒超微細化技術を実用可能サイズで実現できる新たな技術の開発が望まれていた。

2. 開発経緯と開発技術

(1) 開発の背景

Ni 基超合金は航空機エンジンや発電機などに用いられる耐熱材料である。高温耐食環境においても優れた性能を発揮する反面、極めて難加工な材料である。

当社では Ni 基超合金製エンジン部品の熱間鍛造や機械加

工を行っているが、成形荷重が大きく鍛造金型の摩耗が激しいことから、ばらつきの大きな粗形状の鍛造品となってしまふ。機械加工においても機械加工取代が過大となることから、コスト低減が大きな課題となる。当社は、Ni 基超合金の低荷重かつ高精度成形を実現すべく、超塑性成形を利用する研究開発に取り組んだ。超塑性とは、特定のひずみ速度や温度条件下で得られる現象で、小さな力で大きな伸びを得ることができる。主たる変形メカニズムは粒界すべりで、400%以上の“超”塑性変形が超塑性と定義される⁽²⁾。超塑性は結晶粒径が細かいほど低温/高ひずみ速度で発現する。そこで当社は、超塑性成形に用いる Ni 基超合金の結晶粒を超微細化する技術として高圧スライド加工法の実用開発に取り組んだ。

(2) 高圧スライド加工法の開発

まずはじめに、代表的な Ni 基超合金であるインコネル 718 の結晶粒を超微細化できるのか、高強度合金や脆性材料への適用が可能な SPD 法である高圧ねじり加工 (HPT : High-Pressure Torsion) 法を用いて評価を行った。実際に結晶粒を 100 nm ほどに超微細化することに成功し、400%を超える超塑性現象の発現を確認した⁽³⁾。これより、SPD 法がインコネル 718 にも適用可能であることが示された。しかし、HPT 法は原理上、円板状試料やリング状試料への適用に限られ、また回転中心からの半径距離によって導入できるひずみ量が異なるため、均質性の確保や実用試料形状への適用が困難で、さらには大型化が課題となった。そこで、板材や棒状試料への SPD 加工が可能な高圧スライド加工法 (HPS : High-Pressure Sliding)⁽⁴⁾に着目し、HPS 法を考案した九州大学のグループとともに HPS 技術の実用化に取り組んだ⁽⁵⁾。HPS 法の模式図と断面図を図 1 に示す⁽⁶⁾。

HPS では片方向にスライド加工する場合を 1 パスとし、必要に応じ往復方向に複数パス繰り返してひずみを大量導入することができる。

* 長野鍛工株式会社

1) 技術統括本部長 2) 技術部長

Development of High-Pressure Sliding Process for Grain Refinement with Enhanced Properties in Metallic Materials; Yoichi Takizawa and Manabu Yumoto (Nagano Forging Co., Ltd.)

2024年10月25日受理 [doi:10.2320/materia.64.108]

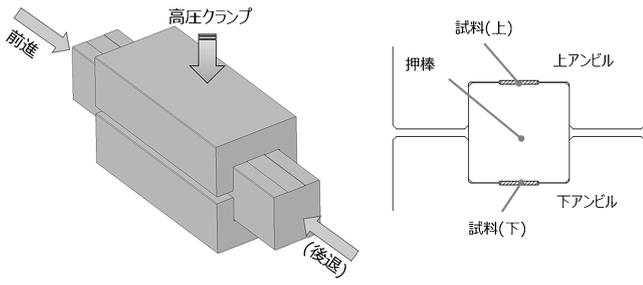


図1 HPS法の模式図と断面図⁽⁶⁾。

導入できるひずみ量 ϵ は式(1)にて示される⁽⁴⁾。

$$\epsilon = \frac{X}{\sqrt{3}t} \quad (1)$$

ここで、 X はスライド量、 t は試料厚さである。導入ひずみは X に比例して増えることになる。一定量を超えると得られる特性は概ね飽和して安定化するため⁽³⁾、その領域までひずみを導入することが加工条件の目安となる。

(3) 結晶粒微細化された材料の特性

図2(a)にHPS加工前の光学顕微鏡組織(左)とHPS加工によって超微細化したインコネル718のTEM組織(右)、(b)に応力-ひずみ曲線を示す。結晶粒はHPT加工と同様に100 nmほどに超微細化され、1073 Kの引張試験では400%を超える超塑性特性が確認された⁽⁷⁾。

すなわち、高温引張試験と同等条件にて鍛造成形すれば、超塑性特性を利用した低荷重高精度成形が達成できることが見込まれ、HPS加工は超塑性成形のための超微細化技術として有効であることが確認される。なお、超塑性成形に関する取り組みについては、日本塑性加工学会の解説論文⁽⁶⁾に詳

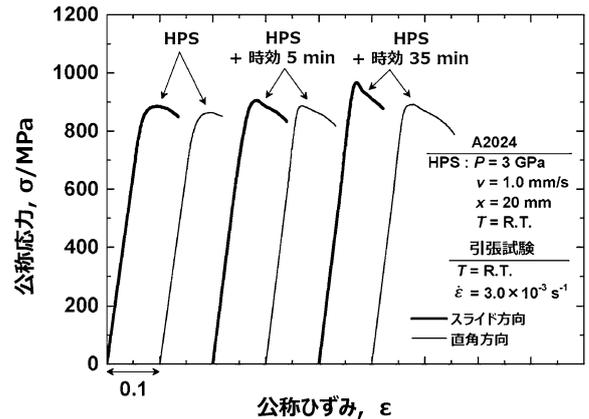


図3 HPS加工および続けて時効処理を行ったA2024アルミニウム合金の室温引張試験の結果⁽⁸⁾。

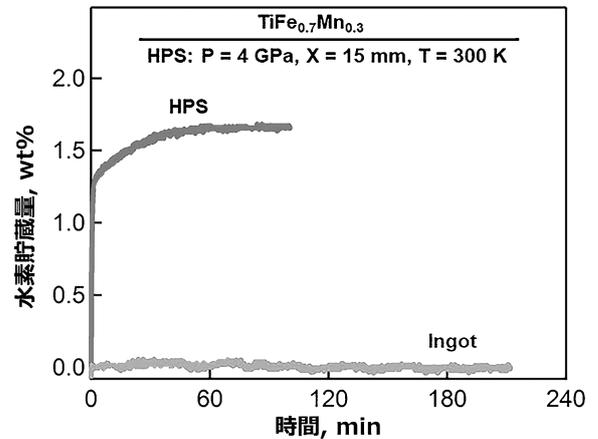


図4 HPS加工したTiFe_{0.7}Mn_{0.3}の水素貯蔵特性。比較としてインゴット(铸造)材の結果を含む⁽⁹⁾。

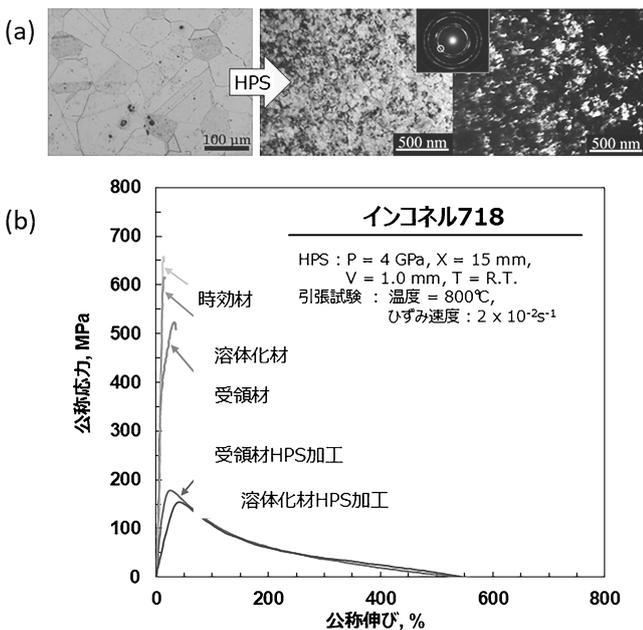


図2 HPS加工したインコネル718の(a) TEM組織と(b)応力-ひずみ曲線⁽⁷⁾。

細をまとめている。

ところで、超微細化された材料は高温域では超塑性現象が発現するのに対し、常温域ではホールペッチ則に従って高強度化する。図3には、HPS加工したA2024アルミニウム合金(超ジュラルミン)とさらに続けて時効処理を施した同合金の常温引張試験における応力-ひずみ曲線を示す⁽⁸⁾。A2024合金はHPS加工と時効処理を組み合わせることで1 GPaに迫るほどに高強度化されている。

HPS加工した材料は、機能性の向上についても期待される。図4はTiFe(Mn)合金における水素貯蔵試験の結果である⁽⁹⁾。HPS加工した場合、铸造ままのインゴット材に比べて水素貯蔵性が向上していることが確認される。

SPD法に関する研究成果は2023年7月、8月号のMaterials Transactionsで特集号が編集され、これらを総括したオーバービュー論文⁽¹⁰⁾が別途公表されている。HPS法とは異なる方法であってもHPS法によって加工すれば、強度・延性をはじめ種々機能特性についても同様の結果が得られるものと期待される。

3. 応用技術の開発

(1) 大判板材料の結晶粒微細化

当社が開発した 500 ton 容量の大型装置を用いた場合であっても適用できる試料サイズはインコネル718等の高強度材料で 10 mm×100 mm 程度、強度の低い材料であっても 50 mm×100 mm 程度の面積で板厚は～数 mm 程度の小片である⁽⁵⁾。このため、製品サイズは極めて限定されることになる。そこで、産業技術総合開発機構(NEDO)の戦略的基盤技術高度化支援事業(プロジェクト委託型)のもとさらに HPS 技術の開発を進めた。HPS 加工技術を活かしたまま試料の大型化が実現できる方法として逐送 HPS (IF-HPS: Incremental Feeding HPS)法を開発した⁽¹¹⁾。

IF-HPS 法では試料拘束のための溝を有しない平らな金型を使用し、HPS 加工とその後の試料送りを必要回数繰り返す、最終的には大面積に亘る加工とこれに伴う微細粒化を可能とした。溝がないことで材料の側面方向の拘束条件は弱まり、ひずみ導入量は少なくなるが、不足分についてはスライド量を増やして補うことになる。IF-HPS 法に関する詳細は、別途オーバービュー論文⁽¹²⁾でまとめている。

(2) 棒材、パイプ材の結晶粒微細化

HPS 法は板材の結晶粒微細化に留まらず、棒状試料の結晶粒微細化も可能である。HPS 法では上下金型の中央合わせ部近傍にひずみが集中する。このため、棒状試料への適用では均質性が課題となるが、合わせ位置を上下方向にずらすか、もしくは長軸回りに回転させることで試料全体の均質化を実現した。この HPS 加工技術を Multi-pass HPS (MP-HPS) と称し⁽¹³⁾⁽¹⁴⁾、これより、φ16 mm の棒状インコネル 718 の結晶粒微細化を可能とした。

また、パイプ状試料についても棒状試料と同様に MP-HPS を行うことで全体的に均質に組織微細化をすることができた。マンドレルを固定して上下金型がスライドする方式とマンドレルがスライドしてひずみを導入する方法に取り組み、いずれも MP-HPS 加工を行うことで、改質に成功した⁽¹⁵⁾。

(3) 粉末材料の固化と結晶粒微細化

HPS 法は粉末試料にも適用可能である。純アルミニウム粉末を HPS 加工し、固化成形と同時に結晶粒微細化を行い、強度とともに電気伝導率の向上を図った事例を論文公開している⁽¹⁶⁾。

4. 特許および将来展望

本開発にかかわる特許は特許第 6353753 号、特許第 6353754 号をはじめこれまでに 7 件登録されている。

HPS 法は大量ひずみの導入で結晶粒を超微細にする技術である。金属・合金の初期状態に依存せず結晶粒超微細化が可能で、微細化された材料は上述の通り様々な特性向上に効果的となる。

IF-HPS 法ではこれまで最大 200 mm×300 mm サイズの材料改質に成功しているが、理論上は半無限に長手方向に拡大可能である。今後、より大きな材料の結晶粒超微細化技術としてブラッシュアップし、HPS 材の社会実装を実現すべく、研究開発に取り組んでいきたい。

HPS 法による材料改質で依頼試験を多数受けている。各種専門分野の研究開発に協力し、学術の進歩や社会実装に貢献できることを願っている。

本技術は関東経済産業局の戦略的基盤技術高度化支援事業および産業技術総合開発機構(NEDO)の戦略的基盤技術高度化支援事業(プロジェクト委託型)のもとで開発を行った。また、立上当初より多大なるご指導、ご協力を頂いた九州大学名誉教授の堀田善治氏にこの場を借りて厚く御礼申し上げる。

文 献

- (1) R. Z. Valiev, *et al.*: JOM, **58**(2006), 33-39.
- (2) T. G. Langdon: J. Mater. Sci., **44**(2009), 5998-6010.
- (3) Takizawa, *et al.*: Mater. Sci. Eng. A, **648**(2015), 178-182.
- (4) Fujioka and Z Horita: Mater. Trans., **50**(2009), 930-933.
- (5) Takizawa, *et al.*: Metall. Mater. Trans. A, **47**(2016), 4669-4681.
- (6) 瀧沢陽一, 堀田善治: ぶらすとす, **5**(2022-3), 137-142.
- (7) Y. Takizawa, *et al.*: Mater. Sci. Eng. A, **682**(2017), 603-612.
- (8) T. Masuda, *et al.*: Mater. Trans., **58**(2017), 1647-1655.
- (9) Z. Horita, *et al.*: Mater. Trans., **64**(2023), 1920-1923.
- (10) K. Edalati, *et al.*: Jour. All. Comp., **1002**(2024), 174667.
- (11) Takizawa, *et al.*: Metall. Mater. Trans. A, **49**(2018), 1830-1840.
- (12) Y. Takizawa and Z Horita: Mater. Trans., **64**(2023), 1364-1375.
- (13) Y. Tang, *et al.*: Mater. Sci. Eng. A, **748**(2019), 108-118.
- (14) Y. Tang, *et al.*: Mater. Lett., **300**(2021), 130144.
- (15) Y. Tang, *et al.*: Mater. Sci. Tech., **36**(2020), 877-886.
- (16) Y. Tang, *et al.*: Materialia, **14**(2020), 100916.