Report

M. Yoshino

微細塑性加工を用いた鉄の再結晶方位制御

吉野 雅彦*

1. はじめに

金属材料の機械的特性や電磁気的特性は、材料内の結晶組 織(方位や粒径)に強く影響される.超微細粒鋼や方向性電磁 鋼板に見られるように、結晶粒径や結晶方位を上手く制御する ことにより非常に優れた材料特性を創出できる可能性がある. 種々の合金成分を加えなくても材料特性を改善することができ るので、新たな合金元素が不要であり、単純組成の素材を用い ながら新たな特性を創出できるという利点がある.そのため材 料のリサイクルが容易になり、高機能化による省エネルギー効 果だけではなく省資源化に大きいな効果が期待できる.

しかし,従来の技術では合金多結晶を素材とし,圧延などの マクロな塑性加工後の組織の平均粒径や集合組織分布を検討対 象としており,個々の結晶粒の変形がどのように核の発生や粒 成長に結びつくかについての詳細な研究は成されていない.

この課題の難しさは試験片素材の結晶組織のランダム性に ある.すなわち通常の金属素材は多結晶体であるため元々の 結晶組織が不明であり、そこにマクロな塑性変形を加えた場 合、それぞれの結晶にどのような塑性ひずみが生じ、転位が どのように蓄積されるかといった個々の状況は明かにできな い.そのため、その後の熱処理により再結晶が生じたとして も、どのような塑性ひずみや転位構造がその後の再結晶や変 態に結びついたのかを明らかにすることは出来ない.

そこで本研究では最も基本的な組織変化である静的再結晶 を対象とし、塑性変形によりどのように核発生、粒成長が生 じるか、また再結晶後の結晶方位との関係を検討する. なお 合金材料では再結晶の他に変態が生じることまた動的再結晶 では塑性変形中に再結晶が生じるため塑性ひずみが再結晶に 及ぼす影響を明瞭に分けることが出来ないこと、など現象が 複雑になってしまうという問題がある. そこで現象を最も単 純化できるように、結晶方位が明らかな純鉄の単結晶試験片 を用い、所定の塑性ひずみを冷間で加えた後に熱処理を施し、 発生した再結晶粒を調べる実験を行う. これにより加工条件 と再結晶挙動との関係を検討する.

2. 実験方法

Fig.1 に,本実験の流れを図示する.結晶方位の判ってい る単結晶金属試験片に微細押込み加工を行い塑性変形を起こ し,転位を発生させる.次いでその試験片を焼鈍し静的再結 晶を起こさせる.焼鈍の経過に伴い生じる再結晶核の発生お よび粒成長の過程,さらに再結晶粒の結晶方位を観察する. ここで結晶方位,加工量,熱処理条件を厳密に制御すること により,再結晶核の発生と転位構造との関係,粒成長に及ぼ す転位エネルギーの影響などの定量的に求めることができる



Fig.1 Experimental procedure of the static recrystallization test of a single crystal iron.

と考えている. 微細加工にて実験を行うのは, 再結晶核の発 生位置を狭い領域に特定できること, また塑性変形域内の転 位構造と再結晶粒との関係を観察するのに観察倍率がほぼ同 じ方が観察しやすいという利点があるためである. 本実験で は深さ数μmの押込み痕を作製し, その周辺約 30μm 角の領 域で再結晶現象が生じるようにした.

Fig.2 に実験に用いた微細塑性加工装置を示す.本装置を 用いて鉄単結晶試験片にナイフエッジ工具を押し付け, 微細 溝を成形し結晶格子に塑性変形を起こさせた.本装置は超 精密ステージより構成され, 位置決め分解能は 10nm および 1nm である.Zステージにロードセルが取り付けてあり, そ の先端にナイフエッジ工具を取り付けてある. コンピュータ 制御により押し付け荷重をフィードバックしながらZステー ジを駆動することにより,正確な位置に正確な荷重で工具を 押し付けることができる.

Fig3 に実験に用いたナイフエッジ工具を示す. これは単結晶ダイヤモンド製であり,図に示すように幅1mm,先端角120度で,先端は研磨により鋭く仕上げてある. このナイ



Z stage Load cell Diamond tool Specimen X-Y stages Tilt stage

Fig.2 Nano Plastic Forming Tester

*東京工業大学大学院理工学研究科 教授



Fig.3 Diamond knife edge tool.

フエッジ工具を鉄単結晶試験片表面に押し込むことにより, 工具のエッジに沿って均一な塑性変形領域が生じる.これに より押込み痕全体に亘って均一なひずみ,均一な応力場,均 一な転位構造が発生すると考えられる.このためこの押込み 痕のどの断面を観察しても同等な再結晶が生じるはずであ り,後の EBSD 分析において断面を研磨する際,断面の研 磨量による結果の不確定性を排除できる.

Fig.4 に鉄単結晶試験片の加工方法を示す. 試験片は鉄単 結晶インゴット(φ5 × 20mm)より,上面が {100}面に一 致するようワイヤーカット放電加工機で厚さ1mmの平行板 に切り出した. さらに,試験片上面を化学研磨により鏡面に 仕上げ,放電加工による表面の変質層を除去した. これまで の様々な実験において研磨面下の変質層を評価したが,化学 研磨により加工変質層はほぼ完全に除去され歪みの殆どない 結晶格子が表面に現れることを確認している.

微細押込み加工実験ではナイフエッジ工具の刃が試験片上 面および [100] 方向に平行になるようにして工具を試験片に 押し付けた.押込み痕全体に亘って押込み痕深さが一定にな るよう,ナイフエッジ工具の刃と試験片表面の平行度を十分 に調整した.実験では図に示すように押し込み位置を 0.3mm 間隔でずらしながら,かつ押し込み荷重を 1N, 3N, 5N, 7N, 10N, 15N と変化させることにより,一つの試験片あた り6本の押込み加工した.

次いで微細押し込み加工後,試験片を焼鈍した.試験片 の酸化を防止するためにAr雰囲気炉中で焼鈍した.このAr 雰囲気炉は,予め焼鈍温度に予熱しておき,Ar雰囲気を保 ちながら炉中に試験片を出し入れできる構造となっており, 非酸化雰囲気中で試験片の急速加熱,急速冷却ができる.本 実験では炉の設定温度を600°とし,試験片を炉内に挿入後, 5分~60分間保持した.焼鈍時間終了後,すぐに炉内より



Fig.4 Schematic illustration about tool indentation condition.

試験片を取り出し, Ar ガスを吹き付け冷却した. なお熱電 対により試験片温度を同時に測定し, 炉内挿入後 30 秒程度 で設定温度 600°C まで昇温すること, また冷却時には1分程 度で十分温度が低下することを確認した.

その後,試験片を樹脂に包埋し,押し込み溝の断面が現れ るまで削った.さらに断面を研磨し,最後はコロイダルシリ カで仕上げた.その後 FESEM-EBSD 装置で押し込み溝周辺 の結晶方位分布を調べた.なおこの時の試験片の座標系を Fig.5 に示す.



Fig.5 Coordinate system of EBSD analysis.

3. 押込み実験結果

Fig.6 に押し込み加工痕断面近傍の IQ マップの例を示す. (a) は押込み荷重 15N, (b) は 10N のものである.加工痕の下 の塑性変形域を見るとパッチ状に IQ 値が分布していること が判る.押込み荷重が大きい (b) の方が細かく,しかしその 領域は広く深く広がっている.

Fig.7に IPF マップを示す. (a) は押込み荷重 10N, (b) は 15N の ND 方向の IPF マップ (ND 方向を向いている結晶面 分布), (c)(d) はそれぞれの試験片の TD 方向の IPF マップ, (e)



(a) Indentation load 10 N
(b) Indentation load 15 N
Fig.6 IQ maps of indented specimens.

は標準三角形で示した結晶方位の配色である. (a)(b) のどち らも,殆ど全領域でND方向に (100) 面が向いていることが 判る.多少色の変化が生じており,結晶方位がわずかに変化 した部分があるのが見える.それに対しして (c)(d) を見ると, 押込み痕の下の領域で色が分布しており,結晶方位が変化し たことが判る.



(a) ND, 10N





(d) TD, 15 N

(e) Standard triangle

[100]

[101]

Fig.7 IPF maps of an indented specimen.

一方, Fig.8に結晶方位の回転角分布を示す.押込み痕の 工具に接触した斜めの部分で大きく結晶回転が生じているこ とが判る.回転角は最大 25°程度であり,また押込み荷重が 大きい (a)の方が回転角が大きくなる傾向が見られる.Fig.7 の結果を勘案すれば,試験片の結晶格子は TD-RD 面内で図 中の矢印で示すように [100] 軸回りに回転したと考えられる. すなわち試験片は TD-RD 面内で回転しており,面内で二次元 変形したことになる.これにより ND 方向(ナイフエッジ工 具の長手方向)への変形は生じていないと考えられる.

既報で fcc 結晶(純銅)の押し込み試験において,ナイフ エッジ工具の方位に拘わらず,結晶は常に[100]軸回りに回 転することを示した. bcc 結晶である鉄についても常に[100] 軸回りの結晶回転が生じている可能性が考えられる.結晶回 転軸については,今後,詳細な検討が必要である.

Fig.9 に 15N で押込み加工した試験片の極点図および逆極 点図を示す.極点図を見ると, (001) 面は中央に集中してい





(a) Indentation load 10N

Fig.8 Miss orientation map.



Fig.9 Pole figures and the invers pole figures of an indented specimen.

るが,(101) 面および(111) 面は幅広く分布していることが判 る.また逆極点図を見ても ND 方向では(001) 面に集中して いるが, RD 方向 TD 方向から見ると(001) 面から(101) 面の 間に分布している.すなわち殆どの結晶は ND 方向に(001) 面を向けているが, RD 方向および TD 方向には(001) 面か ら(101) 面の間の面を向けている.押込み加工により試験片 はナイフエッジに垂直な面内で塑性流動し,その面内で結晶 格子が回転したためである.これにより結晶格子は[001] 軸 まわりに回転したと考えられる.

4. 再結晶実験結果

Fig.10に15Nで押込み加工した試験片を600℃で10分間 焼鈍したときの(a)IQマップ,(b)IPFマップ,(c)結晶回転角 分布を示す.IQマップはFig6の焼鈍前のものと殆ど同じよ うに見えるが,粒界がよりはっきりしている.これは焼鈍に より転位がより安定した位置に移動し,サブグレインを構成 したためと考えられる.(b)のIPFマップは図7のものと殆 ど変りなく,結晶方位の大きな変化は生じていない.また核 発生や粒成長など再結晶の兆候も見られない.10分間の焼 鈍でもまだ潜伏期の段階にあると考えられる.(c)の結晶回 転角分布についてもFig.6との大きな差異は見られない.し かし回転角の最大値は約10°であり,Fig.6の最大回転角25° よりかなり小さい.Fig.10の試験片はFig.6(b)の試験片と同 じ条件で加工したものであるが,押込み加工条件や工具摩擦, 結晶方位などの僅かな誤差が原因で,このような差が生じた ものと考えられる.定量的な検討には実験精度の更なる向上 が必要である.



(a) IQ map

(b) IPF map



(c) Miss orientation

Fig.10 EBSD analysis data of a specimen annealed for 10min.

Fig.11に同じく15Nで押込み加工し600℃で焼鈍した試験片 のIPFマップを示す. (a)が20分間, (b)が60分間焼鈍したもの である. どちらも押込み痕の下に再結晶粒が発生しているこ とが判る.この再結晶粒の結晶方位は試験片のもとの方位と は異なっており, 塑性加工により再結晶粒の結晶方位が決 まったと考えられる.また(a)(b)のどちらも再結晶粒の大き さ、形、方位がほぼ同じであり、焼鈍時間が20分から60分に 長くなっても、再結晶粒の大きさは変化していない. すなわ ち焼鈍時間10分以降に再結晶が始まり、20分以前に再結晶は 終了していたことになる. これは押込み痕によって生じた塑 性ひずみは押込み痕周辺に集中しており、そこに転位として 蓄えられたひずみエネルギーが駆動力によって再結晶核が発 生したものと説明できる. さらに発生した再結晶粒は塑性変 形域を侵食するように成長し、20分の時点で殆どの塑性変形 域が再結晶粒で置き換わったため、ひずみエネルギーが枯渇 し粒成長が止まったものと考えられる. そのためその後も焼 鈍を続けても、(b)のように結晶粒は殆ど変化なかったと説 明できる.





7.50 pm = 15 steps IPF (001)

(b) 60min

Fig.11 IPF map of specimens annealed for longer time.

一方, Fig.12に別の試験片について同じ条件で加工および熱処理実験を行ったときの再結晶粒のIPFマップを示す. 同様に 再結晶粒が発生しているが,結晶方位および結晶粒径が少し異なっていることが判る. この違いの原因として押込み加工によって生じた塑性変形域の違いが考えられる. 高精度な加工装置を実験に用いているが,加工寸法が1µmレベルのため,サブµmレベルの誤差であっても相対的に大きな誤差となって,実験に影響してしまうはずであり,今後,加工条件のバラつきを極力小さくした高精度な実験技術が必要である.

Fig.13にそれぞれの試験片の逆極点図を示す. (a)は押込み



7.50 pm = 15 steps . IFF (001)

Fig.12 IPF map of another specimen annealed for 20 min.



Fig.13 Inverse pole figures of recrystallized specimens

加工した試験片(Fig.9と同じ), (b)~(d)は全て同じ条件で 加工し,600℃で20分間焼鈍した試験片の逆極点図である. 前章でも議論したように焼鈍前のFig.12(a)ではRD方向, TD 方向において(001)と(101)の間で点が広く分布している.こ れは塑性変形によって生じたサブグレインの方位を示してお り、塑性変形より結晶格子が回転したものである。それに 対して再結晶後のFig.12(b)を見ると(001)近辺に殆ど集中して おり、そこから離れた位置に一つ点が見える. (001)近辺の 点は試験片の母材部分の結晶方位であり,離れた点は再結晶 粒の結晶方位を示している.この点の位置を(a)の分布と比 べてみると、ND方向、TD方向については焼鈍前の分布と重 なっていないことが判る. すなわち, 塑性加工によって生じ たサブグレインの結晶方位がそのまま再結晶粒に継承された 訳ではないことになる、同様に(c)についても、ND方向の再 結晶粒の方位が焼鈍前のサブグレインの方位分布から大き く外れている.一方,(d)についてみると,再結晶粒の方位 は、ほぼ(a)の分布した範囲内にある.

もし再結晶核が塑性変形により生じたサブグレインに起因 するなら,再結晶粒の結晶方位は(d)のように常に(a)のサブ グレインの方位分布の範囲と重なっているはずである.(b) (c)のようにサブグレインの方位以外の結晶方位の再結晶粒 が発生したということは,再結晶核がサブグレイン以外から 発生したことを意味している.

再結晶粒の結晶方位を決定する要因の解明は、組織予測な らびに組織制御加工にとって重要な課題である. Fig.13で示 したデータはバラつきが大きく、この課題を検討するには十 分ではない. 今後,加工精度の向上など実験技術の向上を図 り,またデータ数を増やすことにより信頼性のあるデータを 得ることが必要である.

4. おわりに

純鉄単結晶試験片を用い,微細押込み加工および熱処理に より生じる結晶組織の変化をEBSD分析により検討した.こ れにより,塑性変形域でサブグレインが生成されること,ま た加工荷重が大きいほどサブグレインが小さくなる傾向が見 られた.またその試験片を焼鈍しEBSDで分析することによ り,ある程度の潜伏期を経た後,および再結晶が成長し塑性 変形域を全て侵食したところで再結晶終了する過程が明瞭に 示された.さらに再結晶粒の方位は母材とは異なる方位を有 することが示された.しかし,再結晶粒の結晶方位について は,サブグレインから発生したのか,それとも全く別の機構 により再結晶核が発生したのかは明らかにはならなかった. この問題は実験結果のバラつきが大きいためであり,今後実 験精度の向上およびデータ数の増加により,詳細に検討する 必要がある.

謝 辞

本研究を助成して頂いた公益財団法人天田財団に深く感謝 いたします.