

せん断ひずみ層を活用したマイクロ加工と高機能化

— 表層部付加的せん断ひずみ層が引張り強さと延性に与える影響 —

早稲田大学 理工学部 機械工学科
教授 浅川 基男

(平成 15 年度研究開発助成 AF-2003018)

キーワード：付加的せん断ひずみ層，伸線加工，引張り強さ

1. はじめに

近年，精密機器や電気・電子機器の高精度・高精細化にともない，引抜き細線材の需要が高まりつつある．細線材の特徴として，線径が細くなるほど延性を保ちながら引張り強さが上昇する現象，いわゆる「寸法効果」が知られている．この寸法効果のメカニズムを解明し，細線材の特性を把握することは，細線材のさらなる高強度化，およびマイクロ塑性加工技術の発展に必要不可欠である．

大きな径よりも直径が小さくなると材料の性質が変化する寸法効果の主な原因として，①結晶粒の大きさと幾何学的寸法の変化，②材料表層部と中心部の加熱・冷却の均一化による組織の均一化，③伸線加工後の急冷効果によるひずみ時効防止，延性保持などが挙げられる．

一般的に塑性加工において，工具と材料間に「付加的せん断ひずみ層」が発生することが知られている．伸線加工プロセスでもダイスと材料間の摩擦により，付加的せん断ひずみ層が発生する¹⁾．本研究では，このせん断ひずみが上記寸法効果に加え，細線のさらなる引張り強さ向上に寄与していると考え，その詳細を力学的，結晶組織学的に究明することにした．

2. 付加的せん断ひずみ層の深さ

伸線加工後，表層部に発生する付加的せん断ひずみ層の深さを硬さ試験によって測定した．材料はパーライトなどの組織による硬さ分布のばらつきが少ない低炭素鋼 SWRM6 を用いた．その材料組成を Table 1 に示す．

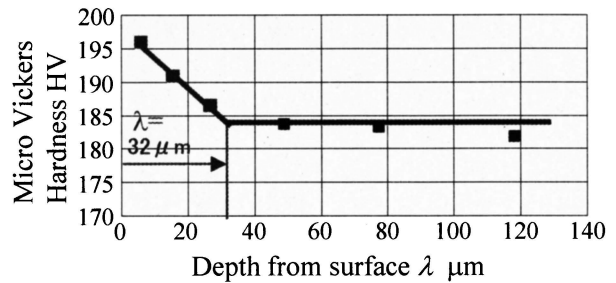
Table 1 Chemical composition of material
Mass %

C	Si	Mn	P	S
0.01	0.01	0.22	0.02	0.02

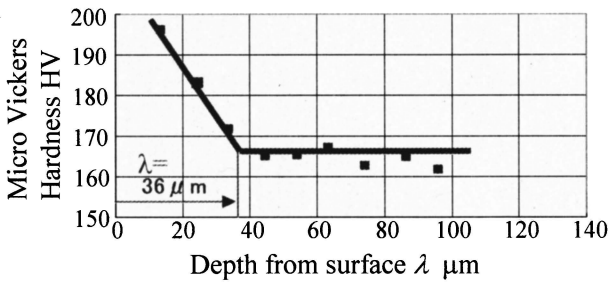
直径 5.5 mm から各パス 16~19%の減面率で連続伸線し，1 パスごとにサンプリングした．その試験片を 1073 K，1 h の条件で焼鈍し，さらにダイス半角 $\alpha = 7 \text{ deg}$ ，ベアリング長さ $l = D/2$ のダイスを使用して，減面率を 16%，伸線速度を 3 m/min，ステアリン酸カルシウムによる乾式潤滑で 1 パス伸線した後，線材を横断面で研磨し，内部の硬さ分布を測定した．硬さ試験はおよそ $10 \mu\text{m}$ 間隔ごとに 10 点を測定し，その平均値をグラフにプロットした．測定結果を Fig. 1 に示す．

すべての実験結果において最表層部の硬さが最も高

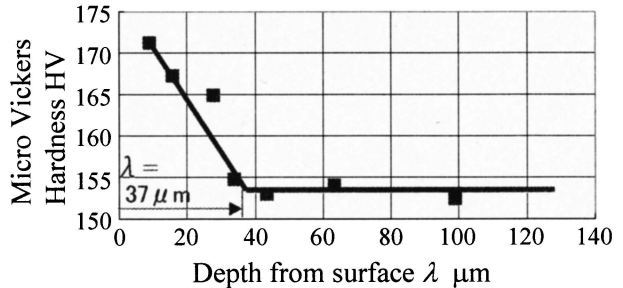
く，硬さ値は中心に向かって徐々に低下する．一方，ある深さまで達すると硬さ値は一定となる．硬さ値が一定になるまでの深さをここでは，付加的せん断ひずみ層深さ λ と定義した．



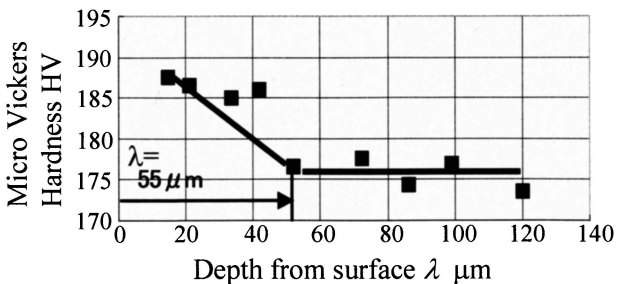
(a) $D = 4.450 \text{ mm}$ diameter wire



(b) $D = 2.120 \text{ mm}$ diameter wire



(c) $D = 0.920 \text{ mm}$ diameter wire



(d) $D = 0.275 \text{ mm}$ diameter wire

Fig. 1 Hardness distribution at surface layer λ

Fig. 1 より、直径 $D = 4.450$ mm において $\lambda = 32$ μm 、 $D = 2.120$ mm において $\lambda = 36$ μm 、 $D = 0.920$ mm において $\lambda = 37$ μm 、 $D = 0.275$ mm において $\lambda = 55$ μm となった。その深さ λ を太径 ($D = 5.500$ mm) から細径 ($D = 0.500$ mm) まで測定した結果を Fig. 2 に示す。この結果より線径 D に無関係に片側で $\lambda = 30$ から 50 μm の間の深さで一定であることが観察される。これは付加的せん断ひずみ層が幾何学的寸法に関係しない、絶対値を有する点で興味深いといえよう。

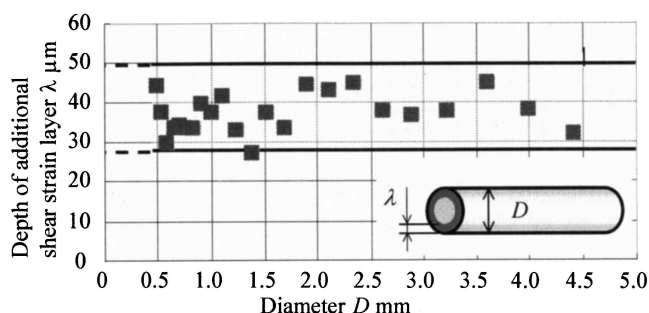
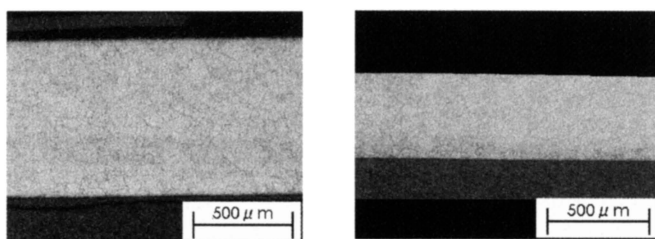


Fig. 2 Relationship between diameter D and depth of shear strain layer λ

3. 付加的せん断ひずみ層が材料の引張り強さ・延性に与える影響

3.1 実験方法

ここでは一定の深さを示した付加的せん断ひずみ層が材料の引張り強さに与える影響を検討する。その検討方法として、表層に付加的せん断ひずみ層を持つ線材と、表層から付加的せん断ひずみ層を除去した線材を引張り試験し、その引張り強さを比較した。線材を準備する際の注意点は、付加的せん断ひずみ層の有無以外に相違点がないことである。そのため、内部組織を変化させずに表層部を除去する方法として、リン酸と硫酸の混合液を電解液として、陰極に鉛、陽極に材料 (SWRM6) を設置した電解研磨法を用いた。直径は異なるが内部組織が一樣な線材の内部組織写真を Fig. 3 に示す。



(a) Before polishing (b) After polishing

Fig. 3 Microstructure of wire before and after electro-polishing

この方法により、内部組織が一定で表層部を除去した線材を得られることが確認できた。引張り試験には、細線材の引張り強さを高精度で測定するため、高精度低容量ロードセルを用いた水平型引張り試験機を自作した。

変位は画像センサの画素変化から測定した。Fig. 4 に引張り試験機と画像センサを、Table 2 にその性能・精度を示す。Fig. 5 に示すように線材のチャック部は切出した裏・表の紙に線材を挟んで接着し、引張り試験でのチャック切れを防止した。引張り試験機に装着後、図の上部の紙を切断し、引張り荷重が線材にのみに負荷されるようにした。紙のスリット間 (本実験では標点間距離を線径の約 10 倍の 3 mm とした) は標点間距離を兼ねているため、この距離を画像センサにより測定することにより変位を求めた。

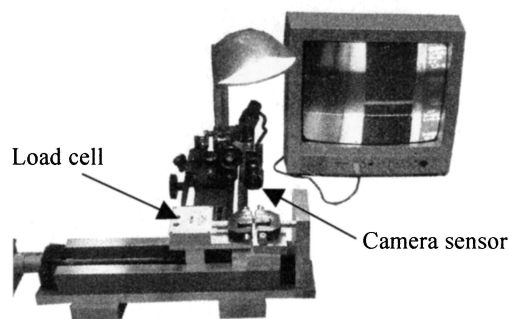


Fig. 4 Tensile test machine and camera sensor for fine wire

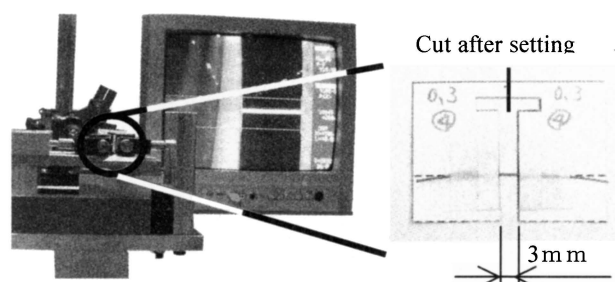


Fig. 5 Tensile test method for fine wire

Table 2 Tensile test machine and camera sensor specifications

Load-cell capacity N	500
Load-cell accuracy N	± 1
Gage length L mm	3
Strain rate $\delta\epsilon$ sec^{-1}	0.11
Measurement accuracy of displacement mm	± 0.004

3.2 伸線加工による表層部の引張り強さ向上

直径 0.300 mm の焼鈍材 (1073 K, 0.5 h) と、この線材を、ダイス径 $D = 0.275$ mm、ダイス半角 $\alpha = 7$ deg、ベアリング長さ $l = D/2$ のダイスを使用して、減面率 16% で 1 パス伸線 (伸線速度: 0.1 m/min, 潤滑油粘度 1023 cSt の湿式潤滑) した線材において、表層部を除去した場合の引張り強さ推移を Fig. 6, 7 に示す。焼鈍材では、表層を除去しても引張り強さに変化が見られなかった。

一方、Fig. 7 に示すように 1 パス伸線材では、表層部を除去すると引張り強さが減少している。この結果より、

伸線加工することによって、表層部の引張り強さが中心部と比べて大きく向上していることが判明した²⁾⁵⁾。このことから、表層部における引張り強さ上昇が、伸線加工された細線の引張り強さ上昇に大きく寄与していることが考えられる。

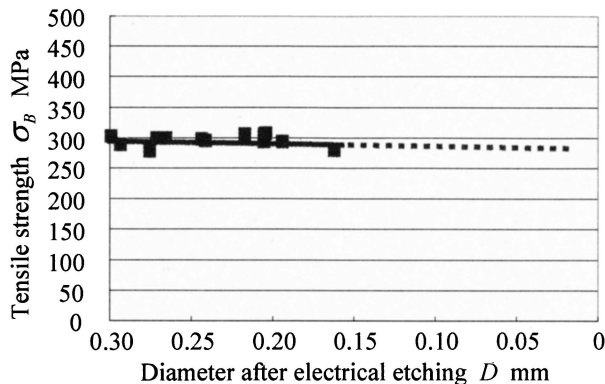


Fig. 6 Tensile strength σ_B of annealed wire in each wire diameter after electro-polishing

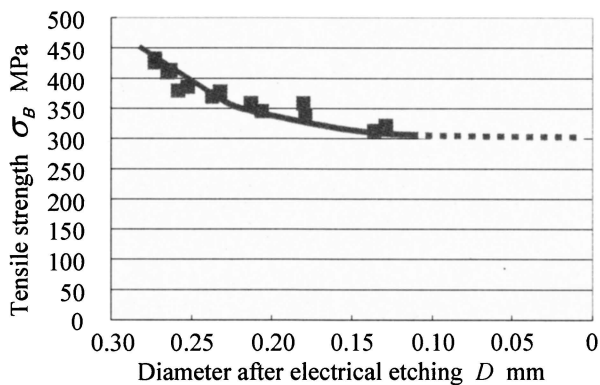


Fig. 7 Tensile strength σ_B of 1 pass drawn wire in each wire diameter after electro-polishing

さらに、除去された表層部の引張り強さを計算した結果を Fig. 8 に示す。表層からの深さが 20 μm までの層の引張り強さは 610 MPa となり、焼鈍材の 2 倍、1 パス伸線材の全体の平均引張り強さの 1.4 倍に相当する値を示している。また、深さ 20 から 35 μm の層では引張り強さが 394 MPa となり、中心部では 330 MPa となる。このように、引張り強さの分布は表層が最も高く、中心に近

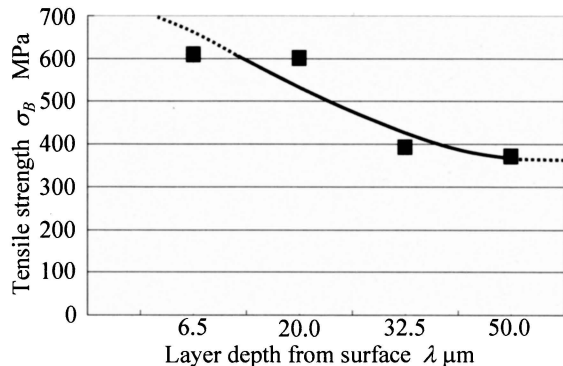


Fig. 8 Relationship between tensile strength σ_B and depth λ from surface

づくほど低くなる。さらに、中心部の引張り強さは、伸線前と比較して 1 割程度しか上昇していない。一方、線材全体の平均の引張り強さは 3 割近く上昇している。このことから表層部の引張り強さが線材の引張り強さへの影響が極めて大きいことが考えられる。

3.3 付加的せん断ひずみ層の効果とひずみ時効・残留応力の関係

引張り強さに影響を与える要因として、他にひずみ時効と残留応力が知られている。今までの実験は通常の伸線プロセスで試験されており両者の影響が含まれている可能性がある。この付加的せん断ひずみ層が両者の影響で変化する可能性も否定できない。そこで、まず 0.1 m/min の低速度で伸線して発熱を抑え、ひずみ時効の影響を極力小さくした線材を用意した。つぎに、再結晶温度よりも大幅に低い温度で長時間保持し、組織を変化させない残留応力除去焼鈍を施した。

さまざまな焼鈍条件での残留応力除去後の応力-ひずみ線図を Fig. 9 に示す。焼鈍を施すことにより、全ての条件の線材において若干の伸びの回復が見られる。また、焼鈍後の材料では、転位が若干回復したためにわずかな降伏伸びが見られる。ここではさまざまな条件の中から、1 パス伸線材と引張り強さの変化の少ない 673 K、3 h の焼鈍条件を採用した。本条件の焼鈍前後の内部組織の観察結果を Fig. 10 に示す。焼鈍前後に組織や機械的性質の変化を最小限に抑えながら残留応力のみをほぼ除去できたものと考えた。

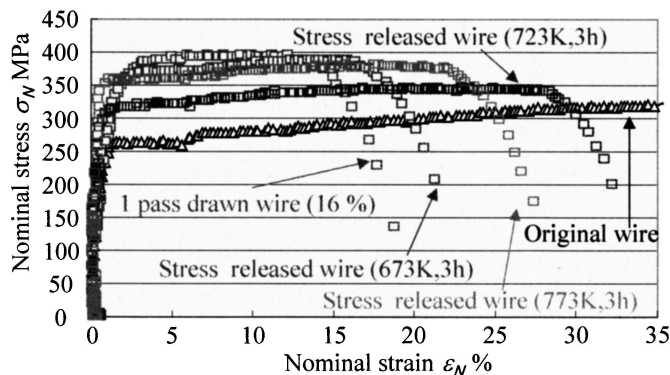
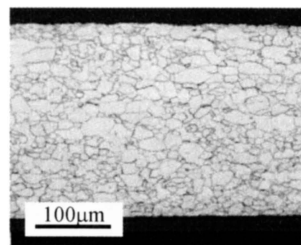
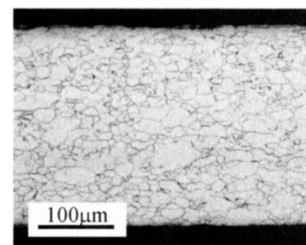


Fig. 9 Nominal stress-strain ($\sigma_N - \epsilon_N$) diagram of stress-released wire



(a) Before annealed



(b) After annealed

Fig. 10 Micro structure of stress released wire

残留応力の除去前後における、線径の25%に相当する深さまでの表層部を除去した場合としない場合の応力-ひずみ線図を Fig. 11, 12 に示す。初期の線径が異なるのは、研磨による表面性状変化が引張り強さに与える影響を小さくするように予備研磨を施したためである。Fig. 11 より、低速度 (0.1 m/min) で伸線し、ひずみ時効がほとんどない線材において、表層部除去により引張り強さが減少していることが確認できた。よって、表層部の引張り強さ向上はひずみ時効とは無関係であると考えられる。また、残留応力除去焼鈍を施した線材においても表層除去により引張り強さが減少している。そこで、引張り強さと伸びの減少率を Table 4, 5 に示す。

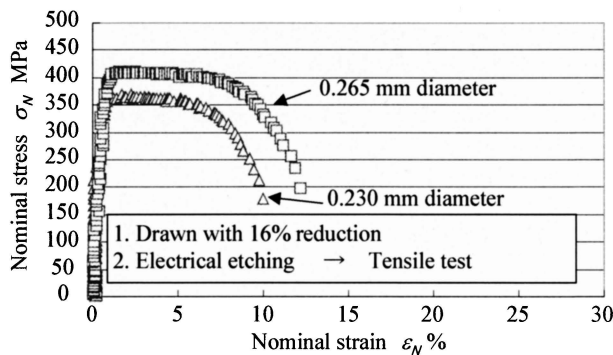


Fig. 11 Nominal stress-strain ($\sigma_N - \epsilon_N$) diagram of non-stress-released wire

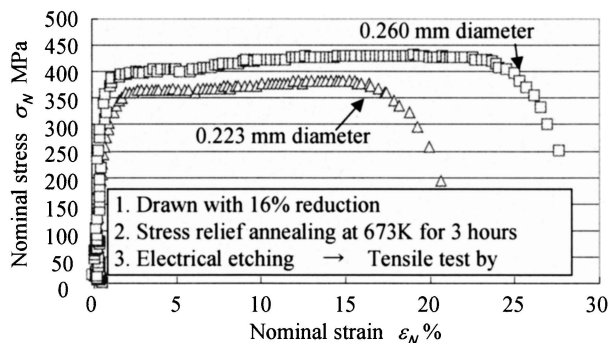


Fig. 12 Nominal stress-strain ($\sigma_N - \epsilon_N$) diagram of stress-released wire

Table 4 Decrease ratio of tensile strength σ_B and elongation ϵ_{max} in non-stress-released

Diameter D mm	Tensile strength σ_B MPa	Elongation ϵ_{max} %
0.265	412	12.9
0.230	364	10.0
Decrease ratio r_e %	11.6	22.0

Table 5 Decrease ratio of tensile strength σ_B and elongation ϵ_{max} in stress-released

Diameter D mm	Tensile strength σ_B MPa	Elongation ϵ_{max} %
0.260	434	27.6
0.223	382	20.6
Decrease ratio r_e %	11.9	25.4

結果より、残留応力を除去しない場合で、表層部の除去による引張り強さの低下は 11.6%, 伸びの低下は 22.0% である。一方で、残留応力を除去した場合の引張り強さの低下は 11.9%, 伸びの低下は 25.4% とほぼ同じ傾向を示す。すなわち残留応力の有無に関係なく、表層部のせん断ひずみ層には、引張り強さ向上の効果がある。このことから、残留応力とは無関係に、細線の引張り強さ向上および延性維持は付加的せん断ひずみ層による効果が大きいと考えられる^{6)~9)}。

3.4 付加的せん断ひずみ層効果のサイズによる相違

SWRM6 の直径 1.00 mm, 0.300 mm の焼鈍材 (1073 K, 1 h) を、ダイス径 $D = 0.275$ mm, および 0.920 mm, ダイス半角 $\alpha = 7$ deg, ベアリング長さ $l = D/2$ のダイスで減面率 16% の伸線 (伸線速度: 0.1 m/min, 潤滑剤粘度 1023 cSt の湿式潤滑) した後、電解研磨により表層部を除去しつつ引張り強さを測定した結果を Fig. 13, 14 に示す。

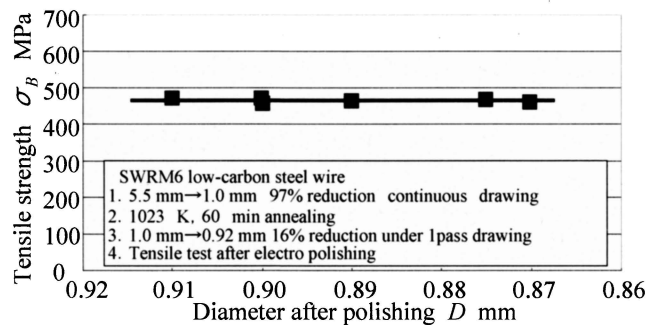


Fig. 13 Tensile strength in each diameter after electro-polishing ($D = 0.920$ mm wire)

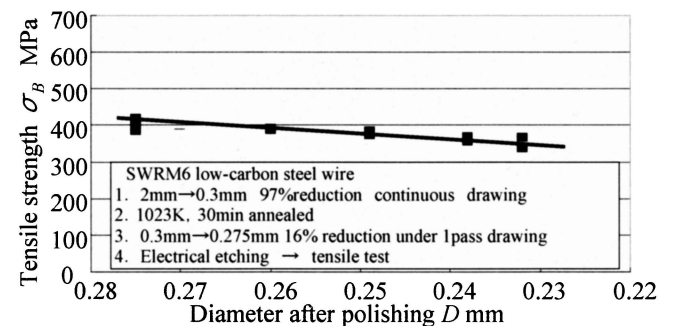


Fig. 14 Tensile strength in each diameter after electro-polishing ($D = 0.275$ mm wire)

太線材である直径 0.920 mm 材では、引張り強さの変化はなく、ほぼ一定の引張り強さを示している。それに対して、細線材である直径 0.275 mm 材では、表層部を除去するにつれて引張り強さが減少する結果となった。この結果より、太線材では付加的せん断ひずみ層が引張り強さに与える影響は小さいが、細線材ではその影響が大きいと考えられる。付加的せん断ひずみ層は同じ減面率では、線径に無関係に一定の深さであることが判明している。よって、線径が細くなるほど、線全体に対して

付加的せん断ひずみ層が占める割合が大きくなると予想される。そこで、Fig. 15 および (1) 式に示すように、除去した表層部の面積 A_r が、線全体の面積 A_o に占める割合を面積占有率 R_A と定義した。

$$R_A = A_r / A_o \quad (1)$$

今回の実験では、太線材、細線材ともに表面から $25 \mu\text{m}$ の深さまで表層を除去した。この場合の計算結果を Table 6 に示す。太線材では、線全体の面積に対する除去した面積の面積占有率 R_A が 10.5% である。一方、細線材では面積占有率 R_A が 32.5% になっている。したがって表層の同じ深さ数十 μm の表層部を考えた場合、線径が細くなるほど表層部の面積占有率が大きくなる。前述のように、付加的せん断ひずみ層の深さは線径に依らず一定であった。つまり細線材では付加的せん断ひずみ層が線全体に占める割合が大きくなり、引張り強さが大幅に向上することが考えられる。

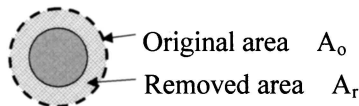


Fig. 15 Removed area A_r and original area A_o .

Table 6 Area ratio in each diameter

Diameter D mm	Area ratio R_A %
0.920	10.5
0.275	32.5

4. 付加的せん断ひずみ層の結晶方位測定

4.1 表層部における結晶粒回転

圧延素材を 1 パス伸線後、完全焼鈍した低炭素鋼線 SWRM6 (線径 5.5 mm) を真ひずみで 3.5 まで連続伸線した線径 0.95 mm 材の L 断面において、SEM-EBSD により結晶方位を測定した。測定箇所は表層部と中心部の 2 箇所である (Fig. 16 参照)。引抜き方向と RD を一致させて材料座標系を設定した。{001} 極点図を Fig. 17 に示す。中心部の極点図では、スポットが 3 つ、一方、表層部の極点図では、6 つのスポットが存在している。Fig. 18 (a) に中心部の極点図から読み取れる結晶方位を示す。表層部において、白丸で囲んだ 3 つのスポットは中心部の結晶方位と同じになる。残りの黒丸で囲んだ 3 つのスポットから、Fig. 18 (b) に示す結晶方位が読み取れる。このように、主な結晶方位が 1 つしか存在しない中心部とは異なって表層部には主な結晶方位が 2 つ存在していると判断した⁷⁻⁹⁾。これは、表層部の結晶回転が中心部と異なっているためと考えられる。そこで、 Φ 5.5 mm からの連続伸線中の線材の結晶方位を測定した結果を Fig. 19 に示す。表層部では RD 軸を中心とした回転が観察できた。この結晶回転により、表層部の結晶粒は中心部よりも細かくなり、その結果、表層部の引張り強さが高いと考えられる。

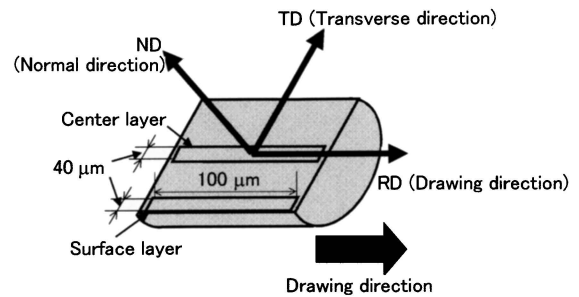
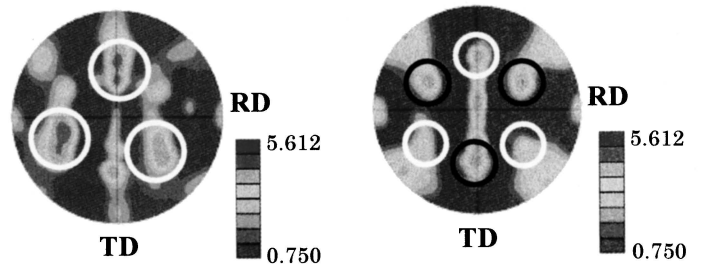


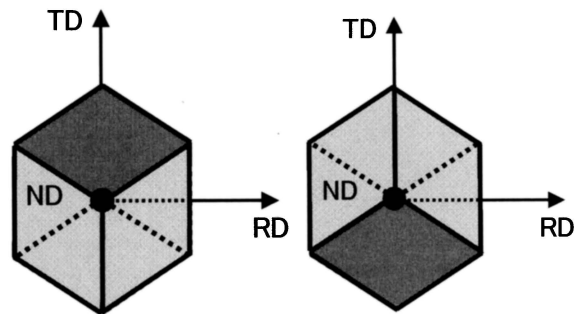
Fig. 16 Material coordinate system and measurement area



(a) Center layer

(b) Surface layer

Fig. 17 {001} pole figure of 0.95mm wire



(a) Center layer

(b) Surface layer

Fig. 18 Crystal orientation proved from {001} pole figure

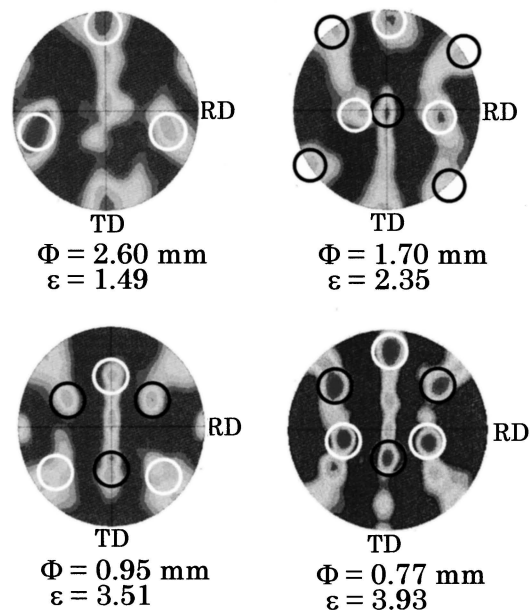


Fig. 19 {001} pole figures of surface layer during continual drawing

4.2 結晶粒分断化

1073 K, 0.5 h で完全焼鈍した低炭素鋼線 SWRM6 の直径 0.300, 1.000 mm の線材を, ダイス径 $D=0.275$ mm, , ダイス半角 $\alpha=7$ deg, ベアリング長さ $l=D/2$ のダイスを使用して, 減面率 16% で 1 パス伸線 (伸線速度: 0.1 m/min, 潤滑油粘度: 1023 cSt) した線材において, 横断面を研磨して SEM-EBSD で結晶方位を測定した. 測定箇所は表層部と中心部であり, 測定方法は幅 40 μm , 長さ 100 μm の範囲をステップ幅 0.5 μm とした. 結晶方位差 2, 5, 8, 15 deg をそれぞれ結晶粒界として結晶粒径を観察した.

Fig. 20 に 1 パス伸線材表層部の方位差 15 と 5 deg を結晶粒界とした場合の結晶粒マップを示す. 方位差角を小さくするにつれ, 小傾角粒界で結晶粒が分断されているのが観察できた. Fig. 21 に方位差 15 deg の場合の結晶粒数を基準として, 各方位差の場合の結晶粒数の比を示す. このグラフでは縦軸の数値が大きくなるほど, 15 deg の場合より結晶粒数が増加していることを意味し, 各方位差角度における結晶粒の分断化を表している. 焼鈍材の結果 (Fig. 21 (a)) では, 方位差 8 deg 以下では結晶粒数の増加が見られない. それに対して, 伸線材 (Fig. 21 (b)) では, 8 deg 以下の方位差で, 結晶粒数の増加が見られる. よって, この 8 deg 以下の方位差は伸線加工によって発生したと判断できる. また, 伸線材の中心部では 5 deg の方位差を粒界とした時には結晶粒数の増加はないが, 2 deg の方位差を結晶粒界にした場合には増加している. 一方で, 表層部では 5 deg の場合でも結晶粒数の増加が確認できる. このように, 付加的せん断変形が加わっている表層部では中心部よりも大きい方位差が発生し, より結晶粒の分断化が促進されると予想される.

5. 結言

引抜き材における表層部付加的せん断ひずみ層が線材の引張り強さ, 延性に与える影響を検討した結果, 以下の知見を得た.

(1) 線径に関係なく表層から絶対値で約 40 μm まで硬化層が観察される. これは材料と工具の間に働く付加的せん断ひずみ層の影響によるものと考えられる.

(2) 伸線加工によって, 線材の表層部の引張り強さは劇的に上昇する. 例えば低炭素鋼 SWRM6, 直径 0.300 mm の焼鈍材を減面率 16% で 1 パス伸線して直径 0.275 mm とした場合, 表層部引張り強さは, 伸線後平均応力の 1.4 倍, 伸線前焼鈍材の 2 倍の値を示す.

(3) 線形が細くなるほど付加的せん断ひずみ層が占める割合が大きくなるため, 引張り強さ向上の効果が顕著になる.

(4) 表層部では付加的せん断変形によって, 結晶粒が分断化されている. そのため, 引張り強さが向上している.

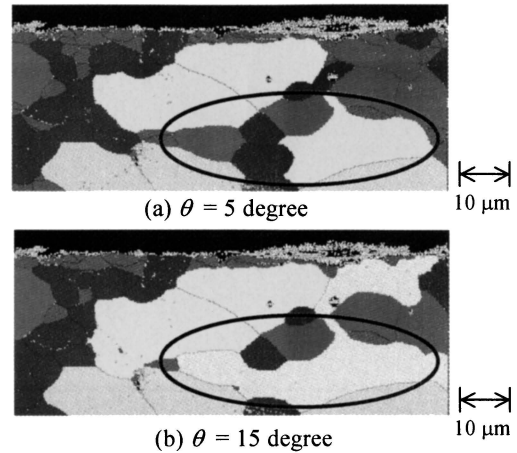
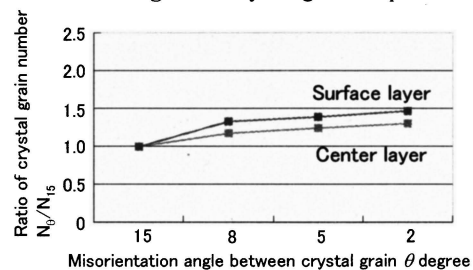
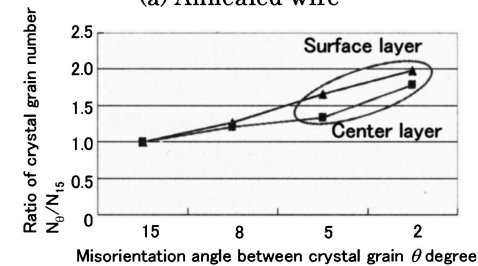


Fig. 20 Crystal grain map



(a) Annealed wire



(b) 1-pass drawn wire

Fig. 21 Ratio of crystal grain number

謝辞

本研究は天田金属加工機械技術振興財団の研究助成金により, 実施・推進されたものであります. 関係各位に深謝の意を表します.

参考文献

- 1) 稲数直次: 金属引抜 (初版), (1985), 近代編集社.
- 2) 梶野智史, 浅川基男: 平 17 塑加春講演, (2005), 193-194.
- 3) S.Kajino, M.Asakwa: Wireexpo, proceedings, (2005).
- 4) S.Kajino, M.Asakwa: M&P2005, proceedings, (2005).
- 5) S.Kajino, M.Asakwa: Ictp2005, proceedings, (2005), 429-430.
- 6) 梶野智史, 浅川基男, 小口智弘: 平 16 塑加春講演, (2004), 309-310.
- 7) S.Kajino, M.Asakawa: Steel Grips, 2-6(2004), 635-639.
- 8) 梶野智史, 浅川基男: 第 12 回機械材料・材料加工技術講演会論文集, 435-436.
- 9) 梶野智史, 浅川基男: 55 回塑加連講演, (2004), 511-512.